
Norme internationale



6384

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Agents de surface — Amines grasses éthoxylées techniques — Méthode d'analyse

Surface active agents — Technical ethoxylated fatty amines — Methods of analysis

Première édition — 1981-04-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6384:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f655d32-8041-42be-b9d5-2459f6d40995/iso-6384-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f655d32-8041-42be-b9d5-2459f6d40995/iso-6384-1981>

CDU 661.185.2 : 543.8

Réf. n° : ISO 6384-1981 (F)

Descripteurs : agent de surface, détergent, amine, essai, dosage, eau, alcalinité, dérivé de polyéthylène, cendre, pH.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 6384 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6384:1981](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	Espagne	Pologne
Australie	France	Roumanie
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	URSS
Chili	Italie	USA
Corée, Rép. de	Japon	

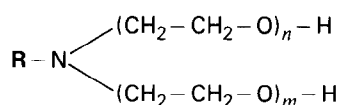
Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Agents de surface — Amines grasses éthoxylées techniques — Méthode d'analyse

0 Introduction

Les produits faisant l'objet de la présente Norme internationale sont des éthers d'amines grasses et répondent à la formule générale



où

R est un radical aliphatique saturé ou insaturé pouvant avoir une longueur de chaîne moyenne de 8 à 22 atomes de carbone;

la somme ($m + n$) peut prendre toutes les valeurs suivant les usages auxquels le produit est destiné, mais elle varie généralement entre 1 et 50.

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'analyse des amines grasses éthoxylées techniques. Elle comprend les déterminations suivantes :

- Mesurage du pH apparent en milieu hydrométhanolique.
- Détermination de la teneur en eau.
- Détermination de la répartition des teneurs en amines primaire, secondaire et tertiaire.
- Détermination de la teneur en groupes oxyéthylène.
- Détermination du taux de cendres sulfatées.
- Détermination de la teneur en polyéthylène glycols libres.
- Examen des polyéthylène glycols.

2 Domaine d'application

La présente Norme internationale s'applique aux amines grasses éthoxylées techniques en flocons, coulées en masse, en pâte et liquides, exemptes de tout produit étranger à leur fabrication.

Elle ne s'applique pas aux dérivés éthoxylés des amido-amines et des imidazolines.

3 Références

ISO 607, *Agents de surface et détergents — Méthodes de division d'un échantillon.*

ISO 2270, *Agents de surface — Dérivés polyéthoxylés — Dosage iodométrique des groupes oxyéthylène.*

ISO 4317, *Agents de surface — Détermination de la teneur en eau — Méthode de Karl Fischer.*

ISO 4322, *Agents de surface non ioniques — Détermination du taux de cendres sulfatées — Méthode gravimétrique.*

ISO 4326, *Agents de surface non ioniques — Dérivés polyéthoxylés — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Méthode à l'anhydride acétique.*

ISO 4327, *Agents de surface non ioniques — Dérivés polyoxy-alkylénés — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Méthode à l'anhydride phthalique.*

4 Principe général

Sur des prises d'essai séparées :

- mesurage du pH apparent en milieu hydrométhanolique;
- détermination de la teneur en eau;
- détermination de la répartition des teneurs en amines primaire, secondaire et tertiaire;
- détermination de la teneur en groupes oxyéthylène;
- détermination du taux de cendres sulfatées.

Avec une prise d'essai, constitution d'une solution aqueuse ou méthanolique d'où sont isolés les polyéthylène glycols libres; sur les polyéthylène glycols précédemment séparés, vérification de l'absence d'azote et détermination de leur masse moléculaire relative.

5 Échantillonnage

Préparer et conserver un échantillon pour laboratoire de 300 g environ de produit brut selon les prescriptions de l'ISO 607.

6 Méthode d'analyse

6.1 Mesurage du pH apparent en milieu hydrométhanolique

6.1.1 Introduction

La valeur du pH est une caractéristique importante de ces produits et sert pour l'appréciation de leur application, de leur activité et de leur stabilité.

Certaines des amines grasses éthoxylées étant peu ou difficilement solubles dans l'eau, le mesurage du pH se fera sur une solution méthanolique d'amine au lieu d'une solution aqueuse. On appellera, par convention, pH apparent le résultat de ce mesurage en milieu hydrométhanolique.

NOTE — Si l'on veut connaître le pH réel en milieu hydrométhanolique de ces produits, il est nécessaire d'utiliser une électrode de référence au calomel — KCl saturé dans une solution méthanolique à 68 % (V/V) et les deux solutions étalons méthanoliques à 50 % (V/V) suivantes :

- solution méthanolique d'acétates, pH 5,54 à 20 °C : solution contenant 0,02 mol/l d'acide acétique (CH_3COOH), 0,02 mol/l d'acétate de sodium (CH_3COONa) et 0,02 mol/l de chlorure de sodium (NaCl);
- solution méthanolique d'hydrogénophosphates, pH 7,90 à 20 °C : solution contenant 0,02 mol/l d'hydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4), 0,02 mol/l d'hydrogénophosphate de sodium (Na_2HPO_4) et 0,02 mol/l de chlorure de sodium (NaCl).

6.1.2 Principe

Mesurage, à l'aide d'un dispositif potentiométrique, de la différence de potentiel existant entre une électrode en verre et une électrode de référence plongeant dans une solution hydrométhanolique d'amines grasses éthoxylées.

6.1.3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.1.3.1 Eau distillée, exempte de dioxyde de carbone et protégée vis-à-vis de son absorption.

6.1.3.2 Méthanol.

6.1.3.3 Solutions étalons.

Deux solutions étalons, choisies parmi celles qui sont couramment utilisées, sont nécessaires pour étalonner le pH-mètre. Leurs pH doivent, si possible, être situés de part et d'autre de la valeur présumée du pH de la solution d'essai; en cas contraire, l'un d'entre eux ne doit pas différer de plus d'une unité de pH de cette valeur présumée.

Exemples de solutions étalons

- a) **Hydrogénophthalate de potassium** ($\text{COOK}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COOH}$), solution à 10 g/l environ, pH apparent 4,00 à 20 °C.

Dissoudre 10,12 g d'hydrogénophthalate de potassium, préalablement séché durant 2 h entre 100 et 130 °C, dans un mélange eau-méthanol (50/50) (V/V) et diluer à 1 litre avec le même mélange.

- b) **Tétraborate de sodium décahydraté** (borax) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), solution à 3,8 g/l environ, pH apparent 9,22 à 20 °C.

Dissoudre 3,80 g de tétraborate de sodium dans un mélange eau-méthanol (50/50) (V/V) et diluer à 1 litre avec le même mélange.

6.1.4 Appareillage

6.1.4.1 pH-mètre, comportant un système de compensation de l'influence de la température, et gradué en 0,1 unité de pH.

6.1.4.2 Électrode en verre.

6.1.4.3 Électrode au calomel-KCl saturé.

6.1.4.4 Électrode combinée, pouvant remplacer l'électrode en verre (6.1.4.2) et l'électrode de référence (6.1.4.3).

6.1.5 Mode opératoire

6.1.5.1 Prise d'essai

Peser à 0,01 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire.

6.1.5.2 Détermination

6.1.5.2.1 Préparation de la solution d'essai

Constituer une solution hydrométhanolique à (50/50) (V/V) à 5 % (m/m) de l'échantillon pour laboratoire.

6.1.5.2.2 Étalonnage du pH-mètre

Procéder à l'étalonnage du pH-mètre (6.1.4.1) selon les instructions du constructeur, en utilisant les deux solutions étalons choisies (6.1.3.3), à la température indiquée en 6.1.5.2.3.

6.1.5.2.3 Mesurage du pH

Pour tous les mesurages, les températures des électrodes, de l'eau utilisée pour les lavages et des solutions étalons ou des solutions d'essai, doivent être amenées à 20 ± 1 °C et devraient être aussi voisines que possible les unes des autres. Ces températures ne doivent pas différer de plus de 1 °C.

Une fois l'appareil étalonné, laver les électrodes d'abord à l'eau (6.1.3.1), puis avec la solution d'essai (6.1.5.2.1). Homogénéiser la solution d'essai, en introduire un volume suffisant dans le récipient de mesure et y plonger les électrodes.

Vérifier que l'indication donnée par le pH-mètre est stable au bout de 1 min, et la relever.

Recommencer les mêmes opérations avec une nouvelle fraction de la solution d'essai. Si la nouvelle indication du pH-mètre diffère de 0,1 unité de pH ou plus, faire un troisième mesurage. Si ce dernier ne permet pas de conclure, recommencer toutes les opérations, étalonnage compris.

NOTE — Les amines grasses éthoxylées s'adsorbant sur le verre, contrôler assez fréquemment les électrodes et, au besoin, les nettoyer avec un mélange sulfochromique ou sulfonitrique. Prévoir également un jeu d'électrodes neuves pour le contrôle de la validité du nettoyage des électrodes.

6.1.6 Expression des résultats

Exprimer les résultats des pH apparents en milieu hydrométhanolique en unités de pH, à la température de 20 °C, et arrondir la valeur moyenne à 0,1 unité de pH la plus près.

6.2 Détermination de la teneur en eau

Effectuer la détermination de la teneur en eau selon la méthode de Karl Fischer spécifiée dans l'ISO 4317.

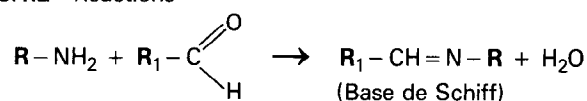
6.3 Détermination de la répartition des teneurs en amines primaire, secondaire et tertiaire

6.3.1 Détermination simultanée de l'alcalinité totale, de l'alcalinité secondaire + tertiaire et de l'alcalinité primaire

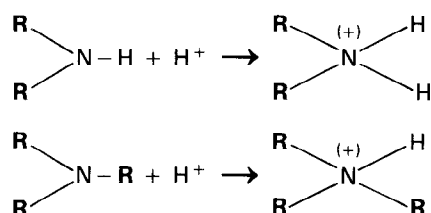
6.3.1.1 Principe

Transformation des amines primaires en base de Schiff par réaction avec l'aldéhyde salicylique. Dosage potentiométrique des bases de Schiff, moins basiques que les amines primaires de départ, par acidimétrie en milieu solvant ternaire non aqueux, en présence d'amines secondaires et tertiaires. D'après la courbe du dosage potentiométrique, évaluation de l'alcalinité globale secondaire et tertiaire, et de l'alcalinité totale, puis déduction de l'alcalinité primaire.

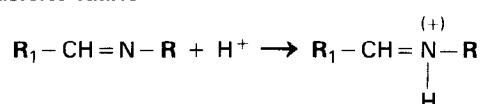
6.3.1.2 Réactions



Basicités fortes



Basicité faible



6.3.1.3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.3.1.3.1 Dioxanne-1,4.

6.3.1.3.2 Acide acétique.

6.3.1.3.3 Aldéhyde salicylique.

6.3.1.3.4 Nitroéthane.

6.3.1.3.5 Acide perchlorique, solution titrée, $c(\text{HClO}_4) \approx 0,1 \text{ mol/l}$,¹⁾ dans le dioxanne-1,4.

6.3.1.3.5.1 Préparation

Dissoudre 14,35 g d'acide perchlorique à 70 % (m/m), $\rho_{20} = 1,67 \text{ g/ml}$, dans 1 litre du dioxanne-1,4 (6.3.1.3.1).

6.3.1.3.5.2 Titrage

Dans un bécher de 250 ml, peser, à 0,01 g près, 0,300 g d'hydrogénophthalate de potassium. Ajouter 150 ml de l'acide acétique (6.3.1.3.2) pour assurer la dissolution. Titrer par potentiométrie avec la solution d'acide perchlorique (6.3.1.3.5.1).

6.3.1.3.5.3 Calcul de la concentration

La concentration, c , de la solution d'acide perchlorique, exprimée en moles par litre, est donnée par la formule

$$\frac{m_0 \times 1\,000}{204,2 \times V_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de l'hydrogénophthalate de potassium utilisé pour le titrage (6.3.1.3.5.2);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique (6.3.1.3.5.1), utilisé pour atteindre le point d'équivalence;

204,2 est la masse moléculaire relative de l'hydrogénophthalate de potassium.

6.3.1.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.3.1.4.1 Pipettes à un trait, de capacité 5 ml, conformes à l'ISO 648.

6.3.1.4.2 Burettes, de capacité 50 ml, conformes à l'ISO/R 385, classe A.

1) Anciennement désignée «solution titrée 0,1 N environ».

6.3.1.4.3 Agitateur électromagnétique.

6.3.1.4.4 pH-mètre : si possible, un pH-mètre enregistreur travaillant en «mode dérivé».

6.3.1.4.5 Électrode en verre.**6.3.1.4.6 Électrode au calomel-KCl saturé.**

6.3.1.4.7 Électrode combinée, pouvant remplacer l'électrode en verre (6.3.1.4.5) et l'électrode de référence (6.3.1.4.6) (choisir celle qui est spécialement conçue pour les milieux non aqueux, c'est-à-dire à remplissage électrolytique organique).

6.3.1.5 Mode opératoire

PRÉCAUTIONS — Prendre les précautions d'usage et se conformer aux consignes de sécurité relatives à la manipulation des produits toxiques en particulier pour le dioxanne-1,4 qui peut être cancérigène, et pour les produits explosifs en particulier l'acide perchlorique.

6.3.1.5.1 Prise d'essai

Dans un bécher de 250 ml, peser, à 0,001 g près, une quantité de l'échantillon pour laboratoire en fonction de la teneur en oxyde d'éthylène, soit :

- 0,5 à 1 g pour de faibles teneurs;
- 1,5 à 2 g pour de fortes teneurs.

6.3.1.5.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (6.3.1.5.1) dans 20 ml du dioxanne-1,4 (6.3.1.3.1) et, si nécessaire, chauffer au bain d'eau bouillante. Ajouter 5 ml de l'acide acétique (6.3.1.3.2) et 5 ml de l'aldéhyde salicylique (6.3.1.3.3). Homogénéiser par agitation et laisser reposer durant 30 min à la température ambiante. Ajouter alors 50 ml du dioxanne-1,4 (6.3.1.3.1) et 20 ml du nitroéthane (6.3.1.3.4), puis titrer par potentiométrie avec la solution d'acide perchlorique (6.3.1.3.5).

6.3.1.6 Expression des résultats

L'alcalinité totale ou l'équivalent de neutralisation, exprimé(e) en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$\frac{c \times V_2}{m_1}$$

L'alcalinité secondaire + tertiaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$\frac{c \times V_1}{m_1}$$

L'alcalinité primaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$\frac{c (V_2 - V_1)}{m_1}$$

où

c est la concentration, exprimée en moles par litre, de la solution d'acide perchlorique, calculée selon 6.3.1.3.5.3;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique (6.3.1.3.5), utilisé pour atteindre le premier point d'équivalence;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique (6.3.1.3.5), utilisé pour atteindre le deuxième point d'équivalence;

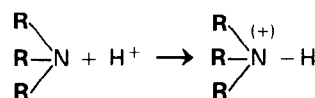
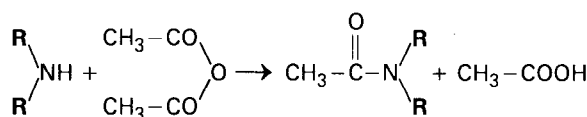
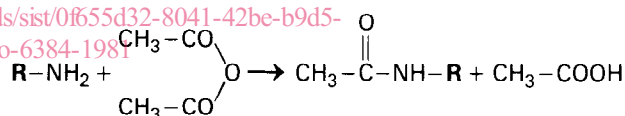
m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3.1.5.1).

6.3.2 Détermination de l'alcalinité tertiaire**6.3.2.1 Principe**

Après acétylation des amines primaire et secondaire, détermination de l'alcalinité tertiaire par dosage potentiométrique sélectif par acidimétrie en milieu acétique.

6.3.2.2 Réactions

standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f655d32-8041-42be-b9d5-2459f6d40995/iso-6384-1981

**6.3.2.3 Réactifs**

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.3.2.3.1 Acide acétique.**6.3.2.3.2 Anhydride acétique.**

6.3.2.3.3 Acide perchlorique, solution titrée, $c(HClO_4) \approx 0,1 \text{ mol/l}$,¹⁾ dans le dioxanne-1,4.

Pour la préparation et l'étalonnage de cette solution, voir 6.3.1.3.5.

1) Anciennement désignée «solution titrée 0,1 N environ».

6.3.2.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et en plus de celui qui est décrit en 6.3.1.4 :

6.3.2.4.1 Ballon à col rodé, de capacité 50 ml.

6.3.2.4.2 Réfrigérant à joint rodé, adaptable sur le ballon (6.3.2.4.1), conforme à l'ISO 4799.

6.3.2.5 Mode opératoire

6.3.2.5.1 Prise d'essai

Dans le ballon (6.3.2.4.1), peser, à 0,001 g près, 1 à 1,5 g de l'échantillon pour laboratoire.

6.3.2.5.2 Détermination

Ajouter 10 ml de l'anhydride acétique (6.3.2.3.2) à la prise d'essai (6.3.2.5.1) contenue dans le ballon, puis, après avoir monté le réfrigérant (6.3.2.4.2), porter et maintenir à ébullition sous reflux durant 1 h. Laisser refroidir à la température ambiante et transvaser quantitativement le contenu du ballon dans un bécher de 250 ml à l'aide de 100 ml de l'acide acétique (6.3.2.3.1). Titrer ensuite par potentiométrie avec la solution d'acide perchlorique (6.3.2.3.3).

6.3.2.6 Expression des résultats

L'alcalinité tertiaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$\frac{c \times V_3}{m_2}$$

où

c est la concentration, exprimée en moles par litre, de la solution d'acide perchlorique, calculée selon 6.3.1.3.5.3;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique (6.3.2.3.3), utilisé pour atteindre le point d'équivalence;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.3.2.5.1).

6.3.3 Expression générale des résultats

6.3.3.1 Mode de calcul

L'alcalinité totale, exprimée en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$\frac{c \times V_2}{m_1}$$

L'alcalinité primaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$\frac{c (V_2 - V_1)}{m_1}$$

L'alcalinité secondaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$c \left(\frac{V_1}{m_1} - \frac{V_3}{m_2} \right)$$

L'alcalinité tertiaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, est donnée par la formule

$$\frac{c \times V_3}{m_2}$$

6.3.3.2 Fidélité

Des analyses comparatives sur un échantillon d'amine éthoxylée C_{12} composée de 24 % en moles d'amine primaire C_{12} , 31 % en moles d'amine à 1 groupe d'oxyde d'éthylène et 45 % en moles d'amine à 2 groupes d'oxyde d'éthylène, effectuées dans 9 laboratoires, ont donné les renseignements statistiques suivants :

a) Alcalinité totale (6.3.3)

- moyenne (milliéquivalents par gramme) : 4,18
- écart-type de répétabilité : 0,014
- écart-type de reproductibilité : 0,19

b) Alcalinité secondaire + tertiaire (6.3.1)

- moyenne (milliéquivalents par gramme) : 3,19
- écart-type de répétabilité : 0,026
- écart-type de reproductibilité : 0,339

c) Alcalinité tertiaire (6.3.2)

- moyenne (milliéquivalents par gramme) : 1,88
- écart-type de répétabilité : 0,06
- écart-type de reproductibilité : 0,06

6.4 Détermination de la teneur en groupes oxyéthylène

Effectuer la détermination de la teneur en groupes oxyéthylène selon la méthode spécifiée dans l'ISO 2270, tout en tenant compte des remarques ci-après.

6.4.1 À propos du mode opératoire

Lors de la formation de goudrons adhérent au fond du ballon, veiller à bien transférer la totalité du résidu dans la fiole de titrage après l'avoir dissous complètement dans le méthanol.

6.4.2 À propos du titrage

Dans le cas de formation de goudrons, effectuer le titrage par potentiométrie du fait de la difficulté d'apprécier la fin du titrage à cause de la couleur foncée du milieu.

6.4.3 À propos du calcul de la teneur en oxyde d'éthylène

La formule de calcul donnée dans l'ISO 2270 ne permet pas d'obtenir, pour les produits contenant de l'azote, la teneur réelle en oxyde d'éthylène car la réaction de décomposition lors du dosage s'arrête soit au stade de 1 groupe d'oxyde d'éthylène pour les amines secondaires, soit au stade de 2 groupes d'oxyde d'éthylène pour les amines tertiaires; en conséquence, tenir compte des alcalinités secondaire et tertiaire du produit.

La teneur réelle en oxyde d'éthylène, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$OE = OE_0 + 4,4 (2 x_3 + x_2)$$

où

OE_0 est la teneur en oxyde d'éthylène, exprimée en pourcentage en masse, obtenue selon la méthode spécifiée dans l'ISO 2270;

x_2 est l'alcalinité secondaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, calculée selon 6.3.3;

x_3 est l'alcalinité tertiaire, exprimée en milliéquivalents par gramme, déterminée selon 6.3.2.

NOTE — Dans le cas de mélanges d'amines grasses faiblement éthoxylées et d'amines grasses secondaires libres, la teneur calculée en oxyde d'éthylène peut être en excès par rapport à la teneur réelle; dans ce cas, vérifier la présence d'amines grasses secondaires.

6.5 Détermination du taux de cendres sulfatées

Effectuer la détermination du taux des cendres sulfatées selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4322.

6.6 Détermination de la teneur en polyéthylène glycols libres

6.6.1 Principe

Traitement ou passage sur résine échangeuse d'ions acide d'une solution d'amine éthoxylée, fixation chimique de l'amine éthoxylée et élution des produits neutres (polyéthylène glycols).

6.6.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

6.6.2.1 Acide chlorhydrique, solution à 100 g/l environ.

6.6.2.2 Résine échangeuse d'ions, cationique, fortement acide (groupement sulfonique) avec un taux de réticulation de 2 % de divinylbenzène, de granulométrie comprise entre 150 et 300 μm .¹⁾

6.6.2.3 Méthanol.

6.6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.6.3.1 Colonne à chromatographie, de hauteur 25 à 30 cm, de diamètre interne 2 cm environ.

6.6.3.2 Appareil à distiller, sur lequel s'adapte le ballon de l'évaporateur rotatif (6.6.3.3).

6.6.3.3 Évaporateur rotatif à vide, avec ballon de capacité 250 ml à col rodé et à fond plat.

6.6.4 Mode opératoire

6.6.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, une masse de l'échantillon pour laboratoire correspondant approximativement à 5 milliéquivalents d'amine éthoxylée.

6.6.4.2 Passage sur colonne

a) Préparation de la colonne échangeuse d'ions

Mettre en suspension la résine échangeuse d'ions (6.6.2.2) dans l'eau et verser cette suspension dans la colonne (6.6.3.1) jusqu'à ce que la résine atteigne une hauteur de 15 cm environ.

Laver la résine avec 200 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.6.2.1) que l'on fait écouler à la vitesse de 3 ml/min.

Laver ensuite la résine avec de l'eau jusqu'à ce que l'éluat ait le même pH que celui de l'eau.

b) Détermination

Dissoudre la prise d'essai (6.6.4.1) dans 40 ml d'eau ou du méthanol (6.6.2.3). Faire passer cette solution sur la résine à la vitesse de 1 ml/min. Laver ensuite avec 500 ml d'eau à la vitesse de 3 ml/min. Introduire la totalité des éluats dans le ballon préalablement taré de l'évaporateur rotatif (6.6.3.3) et éliminer le maximum d'eau de l'éluat sur l'appareil à distiller (6.6.3.2), puis terminer le séchage sur l'évaporateur rotatif à vide (6.6.3.3) maintenu à 30 °C environ, en trois périodes de 10 min en effectuant des pesées intermédiaires.

c) Régénération de la résine

Retraiter la résine avec la solution d'acide chlorhydrique et l'eau, comme spécifié en a) ci-dessus.

¹⁾ Une catégorie convenable de résine est disponible commercialement. Des informations détaillées peuvent être obtenues auprès du secrétariat du comité technique ISO/TC 91 (AFNOR) ou auprès du Secrétariat central de l'ISO.

6.6.4.3 Traitement en bécher (cas des amines faiblement éthoxylées)

a) Préparation de la résine

Dans un bécher de 250 ml, peser 25 g environ de résine échangeuse d'ions (6.6.2.2), y ajouter 200 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.6.2.1) et agiter lentement avec un agitateur magnétique durant 30 min à 20 °C. Filtrer la résine sur un filtre en verre fritté de porosité P 16. Laver abondamment à l'eau jusqu'à ce que le filtrat ait le même pH que celui de l'eau.

b) Détermination

Dans un bécher de 250 ml, dissoudre la prise d'essai (6.6.4.1) dans 40 ml d'eau ou du méthanol (6.6.2.3). Introduire 25 g de résine préparée [6.6.4.3 a)] et agiter durant 30 min à la température ambiante. Filtrer ensuite la résine et recueillir la totalité des filtrats et des eaux de rinçage dans le ballon préalablement taré de l'évaporateur rotatif (6.6.3.3) et éliminer le maximum d'eau du filtrat sur l'appareil à distiller (6.6.3.2), puis terminer le séchage sur l'évaporateur rotatif à vide (6.6.3.3) maintenu à 30 °C environ, en trois périodes de 10 min en effectuant des pesées intermédiaires.

6.6.5 Expression des résultats

6.6.5.1 Mode de calcul

La teneur en polyéthylène glycol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_4 \times 100}{m_3}$$

où

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.6.4.1);

m_4 est la masse, en grammes, du polyéthylène glycol obtenu en 6.6.4.2 b) ou 6.6.4.3 b).

6.6.5.2 Fidélité

Des analyses comparatives sur un échantillon d'amine éthoxylée C₁₂ à 5 groupes d'oxyde d'éthylène, effectuées dans 12

laboratoires, ont donné les renseignements statistiques suivants :

- moyenne [% (m/m)] : 2,29
- écart-type de répétabilité : 0,16
- écart-type de reproductibilité : 0,29

6.7 Examen des polyéthylène glycols

6.7.1 Contrôle de l'absence d'azote

Sur le polyéthylène glycol séparé en 6.6, déterminer l'équivalent de neutralisation selon la méthode spécifiée en 6.3; les amines éthoxylées éventuellement présentes dans le polyéthylène glycol extrait peuvent ainsi être détectées.

6.7.2 Détermination de la masse moléculaire relative du polyéthylène glycol

Effectuer la détermination de la masse moléculaire relative du polyéthylène glycol selon la méthode de détermination de l'indice d'hydroxyle spécifiée dans l'ISO 4326 ou l'ISO 4327.

6.8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale ou aux Normes internationales auxquelles il est fait référence);
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) conditions de l'essai;
- e) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.