
Norme internationale



6835

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

Agents de surface — Poudres à laver — Dosage du bore total — Méthode titrimétrique

Surface active agents — Washing powders — Determination of total boron content — Titrimetric method

Première édition — 1981-04-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6835:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/10bbfbca-b113-4da1-86a1-a9f0b0ab3674/iso-6835-1981>

CDU 661.185 : 543.24 : 546.27

Réf. n° : ISO 6835-1981 (F)

Descripteurs : agent de surface, essai, dosage, bore, analyse chimique, détermination du titre.

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 6853 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

| | | |
|-------------------------|---|----------|
| | ISO 6835:1981 | |
| Afrique du Sud, Rép. d' | Corée, Rép. de | Japon |
| Allemagne, R.F. | Égypte, Rép. arabe d' | Roumanie |
| Australie | Espagne | Suisse |
| Autriche | France | URSS |
| Belgique | Hongrie | USA |
| Chine | Inde | |

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

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

Agents de surface — Poudres à laver — Dosage du bore total — Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage rapide du bore total dans les poudres à laver commerciales, sans interférence d'autres composés habituellement présents.

La méthode peut être appliquée en présence d'agents séquestrants.

2 Références

ISO/R 385, *Burettes*.

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

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*.

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

3 Principe

Élimination des phosphates d'une solution aqueuse d'une poudre à laver par passage sur une résine échangeuse d'ions, suivie de la formation et du titrage du complexe acide borique-mannitol.

4 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.

4.1 D-mannitol.

4.2 Acide chlorhydrique, solution à 100 g/l.

Introduire 25 ml d'acide chlorhydrique (ρ_{20} 1,18 g/ml environ) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.3 Acide chlorhydrique, solution à 10 g/l.

Introduire 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Hydroxyde de sodium, solution à 10 g/l.

Introduire 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

4.6 Acide borique, solution à 0,5 g de B₂O₃ par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 0,888 g d'acide borique (H₃BO₃) et le dissoudre dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, et compléter au volume.

1 ml de cette solution correspond à 0,5 mg d'oxyde de bore.

4.7 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) \approx 0,05$ mol/l.

4.7.1 Titrage

À l'aide d'une pipette (5.3), introduire 25,0 ml de la solution d'acide borique (4.6) dans un bécher de 150 ml, ajouter 75 ml d'eau et poursuivre comme spécifié en 7.2.3.

4.7.2 Calcul de la concentration

La concentration, c , exprimée en moles de NaOH par litre, est donnée par la formule

$$c = \frac{0,012\ 5}{V_0 \times 0,034\ 8}$$

où V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium, utilisé pour le titrage de 0,012 5 g d'oxyde de bore.

4.8 Résine échangeuse d'anions, fortement basique (groupement ammonium quaternaire) sous forme (Cl^-) avec un taux de réticulation de 4 % de divinylbenzène, de granulométrie comprise entre 150 et 300 μm .¹⁾

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

- 5.1 Bêcher**, en polyéthylène, de capacité 2 000 ml.
- 5.2 Fioles jaugées**, de capacités 250 et 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042.
- 5.3 Pipettes à un trait**, de capacités 25 et 200 ml, conformes à l'ISO 648.
- 5.4 Burette**, de capacité 10 ml, conforme à l'ISO/R 385.
- 5.5 pH-mètre**, muni d'une échelle étalée, sensibilité 0,05 unité de pH.
- 5.6 Électrode en verre**.
- 5.7 Électrode au calomel**.
- 5.8 Colonne pour résine échangeuse d'ions**, de longueur 30 cm et de diamètre interne 1,5 cm, surmontée d'un réservoir de 75 ml.
La colonne doit être remplie avec de la résine (4.8) sur une longueur de 22 cm.
- 5.9 Appareil de filtration sous vide**, de capacité 250 ml.²⁾
- 5.10 Dispositif filtrant**, papier filtre pour filtration lente ou équivalent.²⁾
- 5.11 Agitateur mécanique**.
- 5.12 Agitateur magnétique**.

6 Échantillonnage

L'échantillon pour laboratoire de poudre à laver doit être préparé et conservé selon les prescriptions de l'ISO 607.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

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

7.2 Dosage

7.2.1 Préparation de la solution d'essai

Transférer la prise d'essai (7.1) dans le bêcher (5.1). Remplir la fiole jaugée de 1 000 ml (5.2) jusqu'au trait repère avec de l'eau à 35 à 40 °C et la verser sur la prise d'essai, en laissant s'égoutter durant quelques secondes.

Agiter énergiquement avec l'agitateur (5.11) durant 3 min environ, pour dissoudre la prise d'essai. De petites quantités de silicates (et autres sels) insolubles peuvent être non dissoutes.

7.2.2 Séparation sur résine échangeuse d'anions

À l'aide d'une pipette (5.3), transférer 200 ml de la solution (7.2.1) dans un bêcher de 250 ml et, avec les solutions d'acide chlorhydrique (4.2 et 4.3), ajuster le pH à $3 \pm 0,1$ en contrôlant avec le pH-mètre (5.5) muni de l'électrode en verre (5.6) et de l'électrode au calomel (5.7). Transvaser quantitativement cette solution dans la fiole jaugée de 250 ml (5.2) et compléter au volume.

Transvaser 50 ml de cette solution dans l'appareil de filtration sous vide (5.9) et filtrer à travers le dispositif filtrant (5.10); le filtrat doit être aussi limpide que possible afin d'éviter un éventuel bouchage.

Laver avec de l'eau la colonne remplie de résine échangeuse d'ions (5.8) jusqu'à neutralité des eaux de lavage. À l'aide de la pipette de 25 ml (5.3), introduire 25 ml du filtrat dans le réservoir de la colonne et laisser couler à travers la colonne à une vitesse de 1 à 1,5 ml/min, en recueillant l'éluat dans un bêcher de 150 ml forme haute. Laver la colonne trois fois avec chaque fois 25 ml d'eau à une vitesse de 1 à 1,5 ml/min, en recueillant les eaux de lavage dans le bêcher.

Régénérer la résine après chaque passage de la solution d'essai en faisant passer 100 ml d'une solution d'acide chlorhydrique diluée (1 + 4) [1 volume d'acide chlorhydrique (ρ_{20} 1,18 g/ml environ) + 4 volumes d'eau] à une vitesse de 1 à 1,5 ml/min et en lavant avec de l'eau à la même vitesse, jusqu'à ce que les eaux de lavage aient un pH égal ou supérieur à 5.

Lorsque la colonne n'est pas utilisée, elle devrait être remplie d'une solution d'acide chlorhydrique diluée (1 + 4).

1) Une résine convenable 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.

2) Un appareil convenable 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.

7.2.3 Titrage

À l'aide de l'agitateur magnétique (5.10), agiter l'éluat dans le bécher et ajuster le pH à $5,80 \pm 0,05$ en contrôlant avec le pH-mètre (5.5) muni des électrodes (5.6 et 5.7) et en utilisant les solutions d'acide chlorhydrique (4.2 et 4.3) ou les solutions d'hydroxyde de sodium (4.4 et 4.5). Ajouter 12 g du *D*-mannitol (4.1).

Après 1 min d'agitation, titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.7), à l'aide de la burette (5.4), jusqu'à l'obtention d'un pH de $5,80 \pm 0,05$ mesuré en utilisant l'échelle normale puis l'échelle étalée du pH-mètre.

Le volume de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour revenir au pH initial de 5,8 correspond à la quantité d'acide borique présente dans la partie aliquote.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en oxyde de bore, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V \times c \times 0,0348}{m} \times \frac{1000}{200} \times \frac{250}{25} \times 100$$

$$= \frac{V \times c \times 174}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.7), utilisé pour le titrage d'une partie aliquote de 25 ml de la solution d'essai (7.2.1);

c est la concentration exacte, exprimée en moles de NaOH par litre, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.7);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

0,0348 est la masse, en grammes, d'oxyde de bore correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l exactement.

En remplaçant c dans la formule précédente par l'expression donnée en 4.7.2, on obtient la formule

$$\frac{V \times 62,5}{V_0 \times m}$$

8.2 Fidélité

Des analyses comparatives, sur deux échantillons de poudres à laver contenant respectivement 10 % (*m/m*) de perborate [environ 2 % (*m/m*) de B₂O₃] et 25 % (*m/m*) de perborate [environ 5,7 % (*m/m*) de B₂O₃], effectuées dans huit laboratoires, ont donné les renseignements statistiques indiqués dans le tableau suivant.

Tableau

| Teneur en oxyde de bore | 2 % (<i>m/m</i>) | 5,7 % (<i>m/m</i>) |
|--|--------------------|----------------------|
| Écart-type de répétabilité, σ_r | 0,05 | 0,08 |
| Écart-type de reproductibilité, σ_R | 0,14 | 0,08 |

9 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);

c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) conditions de l'essai;

e) tous les détails 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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6835:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/10bbfbca-b113-4da1-86a1-a9f0b0ab3674/iso-6835-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6835:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/10bbfbca-b113-4da1-86a1-a9f0b0ab3674/iso-6835-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6835:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/10bbfbca-b113-4da1-86a1-a9f0b0ab3674/iso-6835-1981>