

NORME INTERNATIONALE

ISO
6843

Première édition
1988-06-15



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

**Agents de surface — Sulfates d'alcools et d'alkylphénols
éthoxylés — Évaluation de la masse moléculaire relative
moyenne**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Surface active agents — Sulfated ethoxylated alcohols and alkylphenols — Estimation of the
mean relative molecular mass* **(standards.iteh.ai)**

ISO 6843:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/170f6c84-4425-4691-b183-1301fc5e9c1c/iso-6843-1988>

Numéro de référence
ISO 6843 : 1988 (F)

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électronique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6843 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/170f6c84-4425-4691-b183-1301fc5e9c1c/iso-6843-1988>

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

Agents de surface — Sulfates d'alcools et d'alkylphénols éthoxylés — Évaluation de la masse moléculaire relative moyenne

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour l'évaluation de la masse moléculaire relative moyenne de la matière active anionique présente dans les produits de sulfatation d'alcools ou d'alkylphénols éthoxylés neutralisés et couramment commercialisés [sulfates d'alkyloxyéthylène (sulfates d'alcools éthoxylés) ou sulfates d'alkylphénoxyéthylène (sulfates d'alkylphénols éthoxylés)] ne contenant pas plus de 20 groupes oxyéthylène par molécule.

Elle présente en outre, dans l'annexe A, un schéma général de l'analyse.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 607 : 1980, *Agents de surface et détergents — Méthodes de division d'un échantillon.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 2271 : 1972, *Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active anionique (Méthode par titrage direct dans deux phases).*

ISO 4800 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Ampoules à décanter et ampoules à introduire.*

ISO 6842 : 1983, *Agents de surface — Sulfates d'alcools et d'alkylphénols polyéthoxylés — Détermination de la teneur en matière active totale.*

ISO 8799 : 1988, *Agents de surface — Sulfates d'alcools et d'alkylphénols éthoxylés — Détermination de la teneur en matière insulfatée.*

3 Principe

À partir d'une solution d'une prise d'essai saturée avec du chlorure de sodium, extraction de l'alkyléthersulfate avec un mélange acétate d'éthyle-butanol-1, puis évaporation de la phase aqueuse contenant le polyglycol, le sulfate de polyglycol et éventuellement des traces d'éthersulfates; ensuite élimination des sels contenus dans le résidu par traitement avec du méthanol et filtration.

Évaporation d'une partie aliquote du filtrat et pesée du résidu; puis redissolution dans l'eau et détermination de la teneur en chlorure de sodium et de la teneur en matière active anionique.

Détermination de la teneur en polyglycol par passage de la fraction restante du filtrat sur une résine échangeuse d'ions.

Détermination de la teneur en sulfate de polyglycol par différence avec les composés ci-dessus dosés.

À partir de la teneur en agent de surface anionique (alkyléthersulfate) et de la teneur en agent de surface anionique déterminée par titrage dans deux phases, évaluation de la masse moléculaire relative moyenne.

NOTE — La teneur en agent de surface anionique (alkyléthersulfate) est obtenue par différence entre la teneur en matière active totale et la teneur en matière insulfatée et en sulfate de polyglycol.

4 Réactifs et produits

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 Méthanol.

4.2 Chlorure de sodium.

4.3 Acétate d'éthyle-butanol-1, mélange (9 + 1) en volume.

4.4 Chlorure de sodium, solution à 59 g/l.

- 4.5 Acide chlorhydrique**, solution à 73 g/l.
- 4.6 Hydroxyde de sodium**, solution à 80 g/l.
- 4.7 Nitrate d'argent**, solution titrée, $c(\text{AgNO}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$.
- 4.8 Résine échangeuse de cations**, forme hydrogène, fortement acide (groupement sulfonique sur treillis polystyrène) avec un taux de réticulation de 2 % de divinylbenzène, de granulométrie comprise en 150 et 330 μm .
- 4.9 Résine échangeuse d'anions**, forme chlorure, fortement basique (groupement ammonium quaternaire sur treillis polystyrène) avec un taux de réticulation de 2 % de divinylbenzène, de granulométrie comprise entre 150 et 330 μm .

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

- 5.1 Ampoule à décanter**, de 250 ml de capacité, conforme à l'ISO 4800.
- 5.2 Ampoule à décanter chemisée**, de 250 ml de capacité.
- 5.3 Fiole jaugée**, de 100 ml de capacité, conforme à l'ISO 1042.
- 5.4 Bain d'eau**, réglable à 50 °C.
- 5.5 Réfrigérant à reflux**.
- 5.6 Évaporateur rotatif**, avec des ballons à fond rond de 250 ml de capacité.
- 5.7 Colonne échangeuse d'ions**: Tube de verre, de 25 mm de diamètre interne et 200 mm de longueur, rétréci dans le bas et muni d'un robinet en verre.

La résine échangeuse d'ions est maintenue à la partie inférieure du tube par une couche de 10 à 20 mm de laine de verre ou par une pastille en verre fritté.

6 Échantillonnage

L'échantillon pour laboratoire d'agent de surface doit être préparé et conservé selon les prescriptions de l'ISO 607.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

À partir de l'échantillon pour laboratoire rendu, si nécessaire, homogène par addition d'une quantité d'eau connue et appropriée, peser, à 0,1 g près, dans un bécher de 100 ml, une quantité d'échantillon pour laboratoire contenant environ 25 mmol de matière active anionique.

7.2 Préparation des résines échangeuses d'ions

Si nécessaire, les résines peuvent être préparées avec des quantités inférieures à 1 kg et proportionnellement avec des volumes inférieurs de réactifs.

7.2.1 Résine échangeuse d'anions

Laisser gonfler dans de l'eau, durant 48 h, 1 kg de résine échangeuse d'anions (4.9). Transvaser dans une colonne appropriée et y faire passer 5 litres de la solution d'hydroxyde de sodium (4.6) et ensuite 2 à 3 litres d'eau. Puis faire passer 4 litres de la solution d'acide chlorhydrique (4.5) et à nouveau laver avec 2 à 3 litres d'eau. La résine ainsi préparée doit être conservée dans l'eau.

7.2.2 Résine échangeuse de cations

Laisser gonfler dans de l'eau, durant 48 h, 1 kg de résine échangeuse de cations (4.8). Transvaser dans une colonne appropriée et y faire passer 5 litres de la solution d'acide chlorhydrique (4.5) et laver avec de l'eau jusqu'à neutralité. La résine ainsi préparée doit être conservée dans l'eau.

7.3 Mise en œuvre des résines

Prélever la quantité requise de résine échangeuse d'anions préparée comme prescrit en 7.2.1, soit 25 ml pour la détermination, et transvaser dans une colonne appropriée. Faire passer cinq fois de suite un volume de la solution d'hydroxyde de sodium (4.6) identique à celui de la résine à traiter, laver avec de l'eau jusqu'à neutralité et ensuite laver une ou deux fois avec un volume de méthanol (4.1) égal à celui de la résine.

Prélever la quantité requise (25 ml) de résine échangeuse de cations préparée comme prescrit en 7.2.2 et, après introduction dans une colonne appropriée, laver deux fois avec un volume de méthanol égal à celui de la résine.

7.4 Préparation de la colonne échangeuse d'ions à lit mélangé

Mélanger dans un bécher les 25 ml de résine échangeuse de cations et les 25 ml de résine échangeuse d'anions préparés comme prescrit en 7.3. Remplir la colonne (5.7) par petites quantités avec le mélange obtenu et compresser la résine mélangée avec une baguette de verre pour obtenir un volume compris entre 50 et 60 ml et laver avec 500 ml de méthanol (4.1).

7.5 Séparation du sulfate de polyglycol

7.5.1 Dissoudre la prise d'essai (7.1) dans 50 ml de la solution de chlorure de sodium (4.4) et 50 ml du mélange acétate d'éthyle-butanol-1 (4.3).

Transvaser la solution dans une ampoule à décanter (5.1) et rincer le bécher avec quelques millilitres de la solution de chlorure de sodium (4.4) et du mélange acétate d'éthyle-butanol-1, puis ajouter la solution de rinçage dans l'ampoule à décanter.

Agiter fortement l'ampoule à décanter et laisser les phases se séparer.

Soutirer la phase aqueuse dans l'ampoule à décanter chemisée (5.2) thermostatée à 60 °C, ajouter 5 g de chlorure de sodium (4.2) et agiter jusqu'à dissolution complète. Ajouter 50 ml du mélange acétate d'éthyle-butanol-1 et agiter.

Après agitation et séparation des phases, soutirer la phase aqueuse dans un ballon à fond rond de 250 ml (5.6) et évaporer jusqu'à siccité à l'aide de l'évaporateur rotatif (5.6) sur le bain d'eau (5.4) réglé à 50 °C, sous vide obtenu par exemple en utilisant une trompe à eau.

Ajouter au résidu obtenu 30 ml de méthanol (4.1), porter à ébullition au reflux durant 3 min et filtrer sur un papier filtre pour filtration moyenne en recueillant le filtrat dans un ballon de 250 ml (5.6). Répéter ces opérations trois fois de suite et enfin évaporer à nouveau jusqu'à siccité à l'aide de l'évaporateur rotatif.

Traiter le nouveau résidu obtenu avec 30 ml de méthanol et porter à ébullition au reflux durant 3 min et filtrer sur un papier filtre pour filtration moyenne en recueillant le filtrat dans la fiole jaugée (5.3). Répéter ces opérations trois fois de suite et enfin compléter au volume avec le méthanol.

À l'aide d'une pipette, introduire 50 ml de la solution dans un bécher de 150 ml, préalablement taré, évaporer sous courant d'azote, sécher à 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante et peser le résidu (m_1).

7.5.2 Passer les 50 ml restants de la fiole jaugée sur la colonne préparée conformément à 7.4.

Régler le débit à 5 ml/min et laver avec 100 ml de méthanol. Transvaser l'éluat et le méthanol de lavage par portions dans un ballon à fond rond de 250 ml (5.6) taré et évaporer à l'aide de l'évaporateur rotatif sur le bain d'eau réglé à 50 °C, sous vide obtenu par exemple en utilisant une trompe à eau, sécher à 105 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante et peser le résidu (m_2).

7.5.3 Dissoudre le résidu (m_1) dans 50 ml d'eau. Sur 10 ml de cette solution, déterminer la teneur en matière active anionique (A_2) par titrage direct dans deux phases conformément à l'ISO 2271.

7.5.4 Sur 10 autres millilitres de cette solution, déterminer la teneur en chlorures en titrant avec la solution de nitrate d'argent (4.7).

7.6 Évaluation de la masse moléculaire relative moyenne

La masse moléculaire relative moyenne est obtenue par calcul (voir 8.1.2).

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

8.1.1 Teneur en sulfate de polyglycol

La teneur en sulfate de polyglycol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$PS = R - P - A$$

où la signification des symboles littéraux est la suivante.

8.1.1.1 R est le pourcentage en masse du résidu de la phase aqueuse après extraction avec le mélange acétate d'éthyle-butanol-1, donné par l'équation

$$R = \frac{(2 m_1 - 0,058 5 V) \times 100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_1 est la masse, en grammes, du résidu de la phase aqueuse obtenu en 7.5.1;

V est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.7) utilisé en 7.5.4.

8.1.1.2 P est le pourcentage en masse de polyglycol dans la phase aqueuse après extraction avec le mélange acétate d'éthyle-butanol-1, donné par l'équation

$$P = \frac{2 m_2 \times 100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_2 est la masse, en grammes, du résidu obtenu après passage de 50 ml de la solution méthanolique préparée en 7.5.1, sur la colonne échangeuse d'ions, comme décrit en 7.5.2.

8.1.1.3 A est le pourcentage en masse en matière active anionique dans la phase aqueuse après l'extraction avec le mélange acétate d'éthyle-butanol-1, donné par l'équation

$$A = \frac{A_2 (AT + P - NS - R)}{A_1 - A_2}$$

où

A_1 est la teneur en matière active anionique, exprimée en millimoles par gramme, déterminée sur le produit par titrage direct dans deux phases conformément à l'ISO 2271;

A_2 est la teneur en matière active anionique, exprimée en millimoles par gramme, déterminée sur la phase aqueuse après extraction avec le mélange acétate d'éthyle-butanol-1 (7.5.1) par titrage direct dans deux phases (7.5.3);

AT est la teneur en matière active totale, exprimée en pourcentage en masse, déterminée sur le produit conformément à l'ISO 6842;

P est le pourcentage en masse de polyglycol, calculé conformément à 8.1.1.2;

NS est la teneur en matière insulfatée, exprimée en pourcentage en masse, déterminée sur le produit conformément à l'ISO 8799;

R est le pourcentage en masse du résidu de la phase aqueuse après extraction avec le mélange acétate d'éthyle-butanol-1, calculé conformément à 8.1.1.1.

8.1.2 Masse moléculaire relative moyenne

La masse moléculaire relative moyenne est donnée par la formule

$$10 \times \frac{(AT - NS - PS)}{A_1}$$

où

AT est la teneur en matière active totale, exprimée en pourcentage en masse, déterminée sur le produit conformément à l'ISO 6842;

NS est la teneur en matière insulfatée, exprimée en pourcentage en masse, déterminée sur le produit conformément à l'ISO 8799;

PS est la teneur en sulfate de polyglycol, exprimée en pourcentage en masse, calculée conformément à 8.1.1;

A₁ est la teneur en matière active anionique, exprimée en millimoles par gramme, déterminée sur le produit par titrage direct dans deux phases conformément à l'ISO 2271.

8.2 Fidélité

8.2.1 Teneur en sulfate de polyglycol

Des analyses comparatives effectuées dans 15 laboratoires ont donné les renseignements statistiques suivants :

- moyenne [% (m/m) en sulfate de polyglycol] : 1,08
- écart-type de répétabilité, σ_r : 0,18
- écart-type de reproductibilité, σ_R : 0,77

8.2.2 Masse moléculaire relative moyenne

Compte tenu des différences entre les diverses méthodes mises en jeu pour l'évaluation et le calcul de la masse moléculaire relative moyenne, il n'est pas possible de donner des indications statistiques sur la validité de l'évaluation.

9 Rapport d'essai

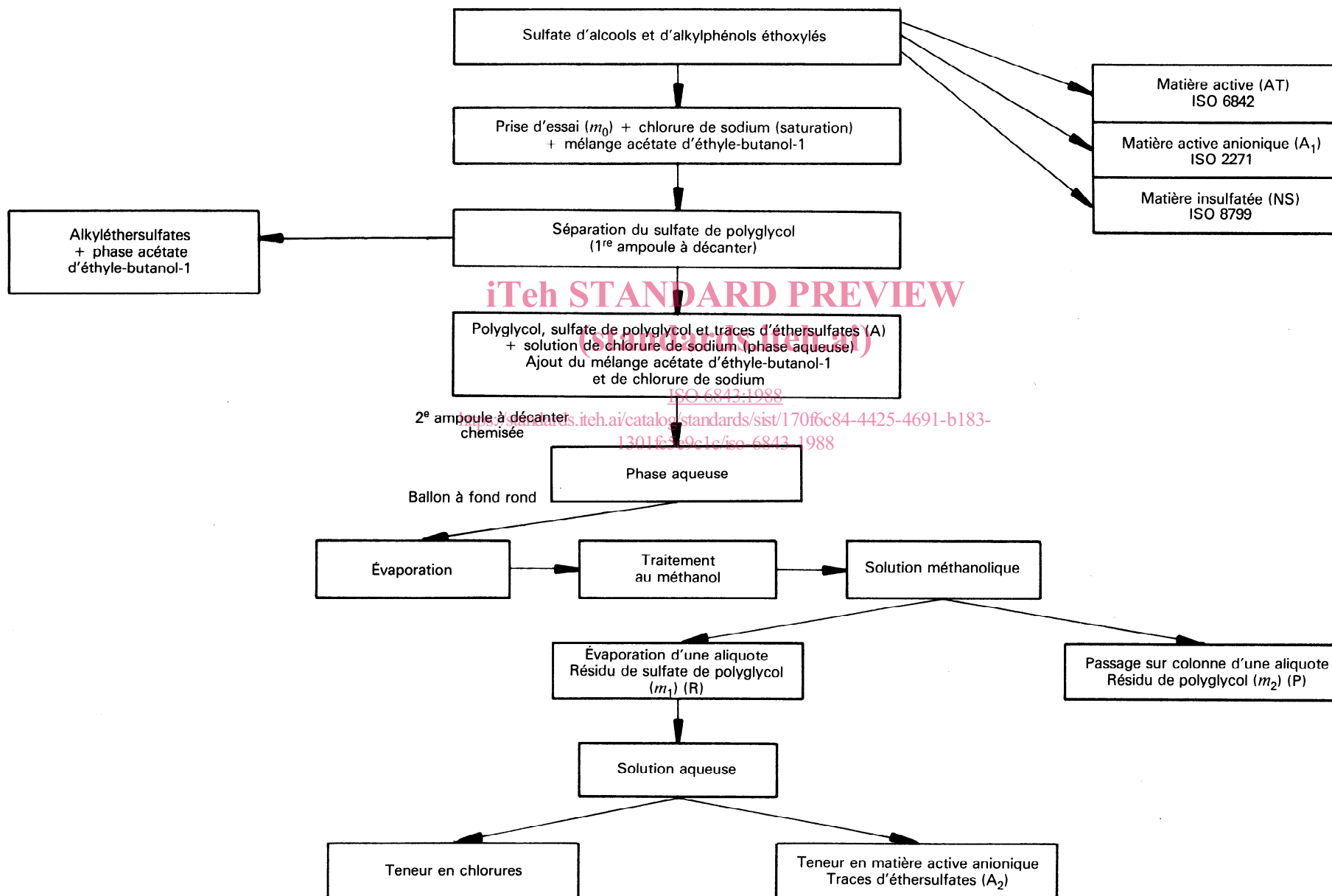
Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale);
- c) les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6843:1988
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/170f6c84-4425-4691-b183-1301fc5e9c1c/iso-6843-1988>

Annexe A (normative)

Schéma général de l'analyse



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6843:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/170f6c84-4425-4691-b183-1301fc5e9c1c/iso-6843-1988>

CDU 661.186.4 : 541.24

Descripteurs : agent de surface, alcool, phénols, sulfate, essai, détermination, masse moléculaire.

Prix basé sur 5 pages
