

---

# Norme internationale



# 6845

---

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

---

## **Agents de surface — Alcanesulfonates techniques — Détermination de la masse moléculaire relative moyenne des alcanemonosulfonates**

*Surface active agents — Technical alkane sulphonates — Determination of mean relative molecular mass of alkane monosulphonates*

**Première édition — 1982-12-01**

---

**CDU 661.186.5 : 541.24**

**Réf. n° : ISO 6845-1982 (F)**

**Descripteurs : agent de surface, essai, détermination, masse moléculaire.**

## 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 6845 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en février 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	<del>Pologne</del>
Allemagne, R.F.	France	Roumanie
Autriche	Hongrie	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Suisse
Chine	Japon	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Mexique	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	USA

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 — Alcanesulfonates techniques — Détermination de la masse moléculaire relative moyenne des alcanemonosulfonates

## 0 Introduction

La connaissance de la masse moléculaire relative moyenne de l'alcanemonosulfonate est nécessaire pour la détermination de la teneur en alcanemonosulfonates par titrage direct dans deux phases.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la masse moléculaire relative moyenne de l'alcanemonosulfonate présent dans les alcanesulfonates techniques contenant de faibles quantités de paraffines.

La méthode est applicable à tous les sels alcalins des produits de sulfochloration et de sulfoxydation des paraffines.

## 2 Références

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

ISO 893, *Agents de surface — Alcanesulfonates de sodium techniques — Méthodes d'analyse.*

## 3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable :

**alcanemonosulfonate:** Sel alcalin des acides monosulfoniques présents dans les produits techniques de sulfochloration et de sulfoxydation de paraffines droites, exemptes de composés ramifiés, dont la chaîne comporte 12 à 20 atomes de carbone.

## 4 Principe

Évaporation d'une prise d'essai jusqu'à siccité, reprise du résidu par de l'éthanol et acidification de la solution éthanolique à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique.

Extraction par de l'éther de pétrole dans un extracteur liquide-liquide, permettant une séparation quantitative dans la phase étherée des acides alcanemonosulfoniques et dans la phase hydro-éthanolique des alcanedisulfonates et des anions sulfate.

Évaporation de la phase étherée et addition d'éthanol.

Élimination, à l'aide d'une colonne de résine échangeuse de cations, des traces d'ions alcalins.

Neutralisation de l'éluat à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium exempte de carbonates. Séchage et pesée de l'alcanemonosulfonate de sodium obtenu. Calcul de la masse moléculaire relative moyenne.

## 5 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, exempte de dioxyde de carbone.

### 5.1 Acétone.

### 5.2 Éthanol, à 95 % (V/V).

### 5.3 Éthanol, solution à 50 % (V/V).

### 5.4 Éther de pétrole, intervalle de distillation 40 à 60 °C.

### 5.5 Acide chlorhydrique, $\rho_{20}$ 1,18 g/ml.

### 5.6 Hydroxyde de sodium, solution hydro-éthanolique titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l, exempte de carbonates.

#### 5.6.1 Préparation de la solution

Peser, à 1 mg près, dans une fiole conique de 250 ml munie d'un tube à hydroxyde de calcium sodé, 8,1 g d'hydroxyde de sodium en pastilles et les dissoudre dans 100 ml d'éthanol (5.2).

Laisser refroidir. La majeure partie du carbonate de sodium présent qui est insoluble décantera. Puis, à l'aide d'une pipette, introduire 10,0 ml de solution limpide dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter au volume avec de l'eau exempte de dioxyde de carbone.

#### 5.6.2 Étalonnage de la solution

Déterminer la concentration exacte de la solution d'hydroxyde de sodium (5.6.1) en utilisant l'hydrogénéphthalate de potassium comme étalon primaire et la phénolphtaléine comme indicateur.

### 5.6.3 Contrôle de la solution vis-à-vis des carbonates

Contrôler l'absence de carbonates en introduisant, dans un tube à essais, une petite quantité de la solution (5.6.1) et en y ajoutant la même quantité d'une solution de nitrate de baryum à 130 g/l. Ce mélange doit rester clair durant au moins 5 min pour que la solution d'hydroxyde de sodium soit valable.

**5.7 Bleu de bromophénol**, solution éthanolique à 1 g/l.

**5.8 Résine cationique échangeuse d'ions**, fortement acide (groupement sulfonique) avec un taux de réticulation de 2 % de divinylbenzène.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Extracteur liquide-liquide**, d'environ 300 ml de capacité, muni de deux joints rodés (voir la figure).

**6.2 Ballon à fond rond**, de 500 ml de capacité, muni d'un col rodé pouvant s'adapter sur le joint rodé inférieur de l'extracteur (6.1).

**6.3 Ballon à fond plat**, de 250 ml de capacité, muni d'un col rodé et d'un bouchon en verre rodé.

**6.4 Réfrigérant à reflux**, muni d'un joint conique rodé inférieur pouvant s'adapter sur le joint rodé supérieur de l'extracteur (6.1).

**6.5 Bêchers**, de 150 et 250 ml de capacités.

**6.6 Burette**, de 50 ml de capacité, conforme aux spécifications de l'ISO 385, classe A.

**6.7 Colonne pour résine échangeuse d'ions**, de 12 mm de diamètre interne et de 150 mm de hauteur.

**6.8 Bain d'eau bouillante.**

**6.9 Bain d'eau**, réglable à 70 °C.

**6.10 Étuve à vide**, réglable à 120 ± 2 °C.

**6.11 Agitateur magnétique.**

## 7 Échantillonnage

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

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Prise d'essai

Après l'obtention d'un échantillon dilué jusqu'à 20 à 30 % d'alcanesulfonates (voir ISO 893, chapitre 5), peser, à 0,001 g

près, dans un bécher de 150 ml (6.5), une prise d'essai correspondant à 0,6 à 0,8 g d'alcanemonosulfonate.

### 8.2 Préparation de la résine échangeuse de cations

Introduire, dans un bécher de 150 ml (6.5), 10 ml de résine échangeuse de cations (5.8) et 30 ml d'une solution d'acide chlorhydrique [préparée en mélangeant 10 ml d'acide chlorhydrique (5.5) avec 20 ml d'eau]. À l'aide de l'agitateur magnétique (6.11), maintenir sous agitation modérée durant 2 h.

Laisser décanter la résine, remplacer la phase aqueuse par 30 ml d'éthanol (5.2) et maintenir sous agitation modérée durant 1 h.

Transvaser la résine échangeuse dans la colonne (6.7) et la laver ensuite avec de l'éthanol (5.2) jusqu'à l'absence d'ions chlorure dans l'éluat.

NOTE — La colonne ne doit jamais être amenée jusqu'à siccité et la résine doit toujours être imprégnée de liquide.

La vitesse de passage du liquide doit être ajustée à environ 6 ml/min aussi bien pour le remplissage, que pour le lavage ou la régénération.

### 8.3 Régénération de la colonne

Après environ une centaine de déterminations, faire passer 30 ml d'une solution d'acide chlorhydrique [préparée en mélangeant 10 ml d'acide chlorhydrique (5.5) avec 20 ml d'eau] à travers la colonne et laver d'abord avec 50 ml d'eau puis avec 50 ml d'éthanol (5.2). Poursuivre le lavage à l'éthanol jusqu'à l'absence d'ions chlorure dans l'éluat.

### 8.4 Détermination

**AVERTISSEMENT — Évaporer l'éther de pétrole et la solution éthanolique sous une hotte bien ventilée.**

À l'aide du bain d'eau bouillante (6.8), évaporer la prise d'essai (8.1) jusqu'à siccité et dissoudre le résidu dans 50 ml d'éthanol (5.3) et 20 ml d'acide chlorhydrique (5.5). Transvaser la solution du bécher dans l'extracteur (6.1) en rinçant avec 30 ml d'éthanol (5.3).

Adapter l'extracteur (6.1) au ballon (6.2) contenant environ 400 ml d'éther de pétrole (5.4) et le réfrigérant à reflux (6.4) à l'extracteur.

Porter à ébullition le contenu du ballon à l'aide du bain d'eau (6.9) réglé à environ 70 °C et procéder à l'extraction durant 5 h à une vitesse de distillation d'environ 1,5 l/h.

Débrancher le ballon (6.2) de l'extracteur (6.1) et évaporer jusqu'à siccité à l'aide du bain d'eau (6.9) en assurant un léger balayage d'azote sur la surface du liquide pour accélérer l'évaporation.

Reprendre le résidu avec 50 ml d'éthanol (5.2) et faire passer cette solution dans la colonne échangeuse de cations préalablement préparée (voir 8.2).