
Norme internationale



8214

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

Agents de surface — Poudres à laver — Dosage des sulfates inorganiques — Méthode gravimétrique

Surface active agents — Washing powders — Determination of inorganic sulfates — Gravimetric method

Première édition — 1985-12-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8214:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ee36df7-04cf-4e8c-93ea-bd221e962ac2/iso-8214-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ee36df7-04cf-4e8c-93ea-bd221e962ac2/iso-8214-1985>

CDU 661.185 : 543.21 : 546.226

Réf. n° : ISO 8214-1985 (F)

Descripteurs : agent de surface, détergent, poudre à laver, analyse chimique, dosage, composé minéral, sulfate, méthode gravimétrique.

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 créé à cet effet. 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. 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 8214 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Agents de surface — Poudres à laver — Dosage des sulfates inorganiques — Méthode gravimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage des sulfates inorganiques dans tous les types de poudres à laver commerciales, et il n'y a pas d'interférence avec les autres composés habituellement présents.

2 Référence

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

3 Principe

Après extraction à l'éthanol d'une prise d'essai, élimination de tous les produits solubles.

En cas de présence de silicates, filtration après déshydratation, puis précipitation des sulfates présents dans le filtrat à l'aide de chlorure de baryum. Filtration, lavage, calcination à 900 °C et pesée du précipité.

NOTE — Le résidu obtenu après élimination des silicates peut être utilisé pour la détermination de la silice totale selon l'ISO 8215.

4 Réactifs et produit

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

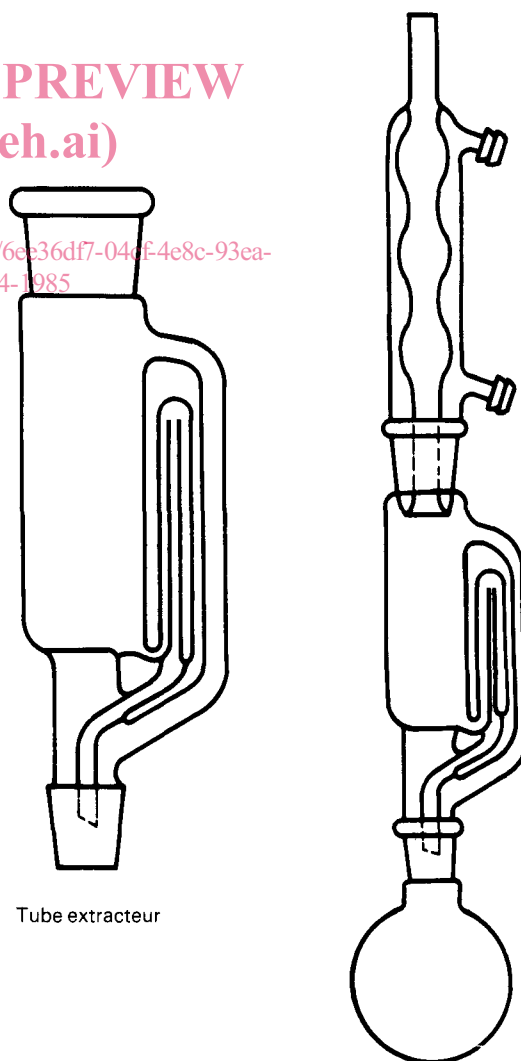
- 4.1 Éthanol, anhydre ou dénaturé.
- 4.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 à 1,19 g/ml.
- 4.3 Ammoniaque, solution concentrée.
- 4.4 Chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), solution à 100 g/l.
- 4.5 Nitrate d'argent, solution à 5 g/l.
- 4.6 Méthylorange, solution à 1 g/l.
- 4.7 Pierre ponce, de granulométrie comprise entre 2 et 4 mm, ou matériau équivalent comme régulateur d'ébullition.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Fioles jaugées, de capacité 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042.

5.2 Extracteur de Soxhlet, avec ballon de 500 ml et tube extracteur de 200 ml (voir la figure).



Tube extracteur

Figure — Extracteur de Soxhlet

5.3 Cartouche d'extraction, en verre fritté de porosité P 1,6 (1,6 μm), de diamètre 36 mm environ et de hauteur 95 mm environ; dans le cas où les silicates ne sont pas dosés, on peut utiliser des cartouches d'extraction équivalentes en papier.

5.4 Étuve, réglable à 105 ± 2 °C.

5.5 Creuset filtrant, en porcelaine de porosité P 4 (1,6 à 4 μm).

5.6 Creuset en platine.

5.7 Four électrique, réglable à 900 °C.

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 dans un bécher de 600 ml ou dans la cartouche d'extraction (5.3).

7.2 Élimination de la partie organique

L'un des deux modes opératoires suivants est applicable:

7.2.1 Extraction à l'aide d'un extracteur de Soxhlet

Introduire 300 ml d'éthanol (4.1) dans le ballon à fond rond de 500 ml de l'extracteur de Soxhlet (5.2) et quelques morceaux de pierre ponce (4.6).

Introduire la cartouche d'extraction (5.3) avec la prise d'essai (7.1) dans le tube extracteur de l'extracteur de Soxhlet et assembler l'ensemble des éléments de l'extracteur de Soxhlet (ballon, tube extracteur, réfrigérant).

Effectuer l'extraction avec une vitesse d'extraction franchement rapide durant 2 h 30 min après le premier siphonnage.

Laisser refroidir et transvaser l'éthanol restant dans un ballon et jeter la fraction soluble dans l'éthanol.

7.2.2 Extraction par traitement en bécher

Ajouter environ 250 ml d'éthanol (4.1) à la prise d'essai (7.1).

Couvrir le bécher avec un verre de montre, chauffer et agiter avec un agitateur magnétique ou mécanique jusqu'à ébullition de l'éthanol.

Poursuivre l'ébullition et agiter durant 5 min.

Laisser refroidir le bécher et laisser décanter la matière insoluble. Filtrer la phase éthanolique à travers un papier filtre pour filtration moyenne.

Répéter ensuite deux fois l'extraction avec de nouvelles fractions d'éthanol (4.1) en utilisant le même papier filtre.

Ajouter 75 ml environ d'éthanol (4.1) chaud (50 à 60 °C) dans le bécher contenant la matière insoluble, écraser tous les gros morceaux restants de matière insoluble avec une baguette de verre. Laisser décanter la matière insoluble et filtrer sur le même papier filtre.

Répéter ensuite deux fois cette précédente opération.

Percer le fond du papier filtre et le laver avec environ 50 ml d'eau chaude pour transférer la totalité du résidu dans le bécher contenant la matière insoluble.

7.3 Élimination des silicates

Retirer la cartouche (5.3) de l'extracteur de Soxhlet (5.2) et transvaser quantitativement son contenu après extraction (7.2.1) avec de l'eau (50 à 75 ml) chaude dans un bécher de 400 ml ou utiliser la matière insoluble obtenue comme spécifié en 7.2.2 se trouvant dans le bécher de 600 ml.

Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Agiter avec une baguette de verre.

Évaporer jusqu'à siccité sur un bain d'eau bouillante.

Ajouter 35 à 40 ml d'eau. Chauffer durant 10 min avec une agitation discontinue. En cas d'absence de silice et de matières insolubles, opérer comme spécifié en 7.4; sinon, poursuivre de la façon suivante.

Ajouter à nouveau 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2), agiter et évaporer jusqu'à siccité comme auparavant. Dissoudre le résidu, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2), agiter et évaporer jusqu'à siccité une troisième fois. Introduire et maintenir le bécher et le résidu dans l'étuve (5.4) réglée à 105 ± 2 °C durant 1 h. Ajouter 50 ml d'eau chaude et 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Chauffer durant 10 min sur un bain d'eau bouillante, avec une agitation discontinue.

Filtrer sous aspiration à travers le creuset filtrant en porcelaine (5.5) ou à travers un papier filtre sans cendres, durci, pour filtration rapide.

Laver quatre fois le résidu avec 30 ml d'eau chaude.

NOTE — Le résidu insoluble peut être utilisé pour la détermination de la silice totale selon l'ISO 8215; dans ce cas, changer à cet endroit de récipient de recette du filtrat et poursuivre le transfert et le lavage du résidu comme spécifié dans l'ISO 8215.

7.4 Dosage

Transvaser quantitativement le filtrat et les quatre premières solutions de lavage (7.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml ou transvaser directement la solution si la silice et les matières insolubles sont absentes.

Compléter au volume et homogénéiser.

À l'aide d'une pipette, introduire dans un bécher une partie aliquote de la solution, soit 200 ml pour une teneur en sulfate inférieure à 6 % (*m/m*) (exprimée en Na_2SO_4), et pour des teneurs supérieures, prendre un volume correspondant à une masse de précipité de sulfate de baryum comprise entre 0,15 et 0,30 g.

Diluer à 200 ml si nécessaire. Ajouter 4 gouttes de la solution de méthylorange (4.6) et neutraliser avec la solution d'ammoniaque (4.3).

Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.2) jusqu'au virage acide et ensuite 5,0 ml en excès.

Chauffer jusqu'à ébullition et, en cours d'ébullition, ajouter goutte à goutte 5 ml de la solution de chlorure de baryum (4.4). Couvrir avec un verre de montre et laisser bouillir doucement durant 5 min.

Maintenir sur un bain d'eau de 70 à 80 °C durant un minimum de 1 h.

Contrôler si la précipitation est totale en ajoutant quelques gouttes de la solution de chlorure de baryum (4.4).

Filtrer quantitativement sous aspiration à travers le creuset filtrant en porcelaine (5.5) propre et taré ou à travers un papier filtre sans cendres, durci, pour filtration moyenne ou lente. Avant de tarer le creuset filtrant en porcelaine, le passer au four (5.7) réglé à 900 °C et le laisser refroidir en dessiccateur.

Laver le précipité sur le filtre avec de l'eau chaude et continuer jusqu'à disparition des chlorures, en contrôlant par addition de quelques gouttes de la solution de nitrate d'argent (4.5).

Dans le cas d'utilisation d'un papier filtre, l'introduire dans le creuset en platine (5.6) préalablement taré après calcination au four (5.7) réglé à 900 °C et refroidissement en dessiccateur.

Chauffer progressivement le creuset et son contenu jusqu'à 900 °C, puis le laisser dans le four (5.7) réglé à 900 °C durant 30 min. Laisser refroidir en dessiccateur et peser à 0,001 g près.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en sulfates inorganiques, exprimée en pourcentage en masse de sulfate de sodium (Na_2SO_4), est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 1\,000 \times 0,608\,6}{m_0 \times V} \times 100 = \frac{60\,860\,m_1}{m_0 V}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du sulfate de baryum pesé;

V est le volume, de la partie aliquote prélevée;

0,608 6 est le facteur de conversion du BaSO_4 en Na_2SO_4 .

8.2 Fidélité

Des analyses comparatives sur trois échantillons contenant entre 6 et 15 % (m/m) de Na_2SO_4 , effectuées dans 11 laboratoires, ont donné les renseignements statistiques indiqués dans le tableau suivant.

Teneur en sulfate (Na_2SO_4), x	6 à 15 % (m/m)
Répétabilité	$0,05 \sqrt{x}$
Reproductibilité	$0,20 \sqrt{x}$

9 Procès-verbal d'essai

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

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale);
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- conditions de l'essai;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle 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 8214:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ee36df7-04cf-4e8c-93ea-bd221e962ac2/iso-8214-1985>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8214:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ee36df7-04cf-4e8c-93ea-bd221e962ac2/iso-8214-1985>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8214:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ee36df7-04cf-4e8c-93ea-bd221e962ac2/iso-8214-1985>