
**Agents de surface — Sulfates d'alcools et
d'alkylphénols éthoxylés —
Détermination de la teneur en matière
insulfatée**

*Surface active agents — Sulfated ethoxylated alcohols and
alkylphenols — Determination of content of unsulfated matter*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8799:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cfc8/iso-8799-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-
cc5baa42cfc8/iso-8799-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cfc8/iso-8799-2009)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8799:2009](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cfc8/iso-8799-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs et produits	1
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Prise d'essai	2
7.2 Préparation des résines échangeuses d'ions	2
7.2.1 Nettoyage de la résine échangeuse d'anions	2
7.2.2 Nettoyage de la résine échangeuse de cations	2
7.3 Préparation finale des résines	3
7.4 Préparation de la colonne échangeuse d'ions à lit mélangé	3
7.5 Séparation de la matière insulfatée	3
7.6 Contrôle de la résine échangeuse d'ions	3
8 Calcul et expression des résultats	3
9 Fidélité	4
9.1 Limite de répétabilité	4
9.2 Limite de reproductibilité	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Données statistiques et autres données dérivées des résultats des essais interlaboratoires	5
Bibliographie	6

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 électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 8799 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 276, *Agents de surface*, du Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8799:1988), qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 8799:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cfc8/iso-8799-2009>

Agents de surface — Sulfates d'alcools et d'alkylphénols éthoxylés — Détermination de la teneur en matière insulfatée

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en matière insulfatée dans les produits de sulfatation d'alcools ou d'alkylphénols éthoxylés neutralisés couramment commercialisés [sulfates d'alkyloxyéthylène (sulfates d'alcools éthoxylés) ou sulfates d'alkylphénoloxyéthylène (sulfates d'alkylphénols éthoxylés)] ne contenant pas plus de 20 groupes oxyéthylène par molécule.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 2271, *Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active anionique selon une méthode manuelle ou mécanique par titrage direct dans deux phases*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

EN 14480, *Agents de surface — Détermination des agents de surface anioniques — Méthode potentiométrique de titrage dans deux phases*

3 Principe

À partir d'une solution méthanolique d'une prise d'essai, la matière insulfatée est séparée sur une colonne échangeuse d'ions (remplie avec un mélange de résines échangeuses de cations et de résines échangeuses d'anions).

La matière insulfatée est récupérée dans l'éluat par évaporation et pesage du résidu.

4 Réactifs et produits

4.1 Généralités.

AVERTISSEMENT — Les modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale impliquent l'utilisation de substances dangereuses. Il convient de prendre les précautions nécessaires telles que décrites dans la réglementation portant sur la manipulation de substances dangereuses. Il convient de prendre des mesures techniques, d'organisation et de protection du personnel.

Au cours de l'analyse, et sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue qui ont été vérifiés au préalable comme n'interférant pas avec les résultats d'analyse et de l'eau de qualité 1 comme défini dans l'ISO 3696.

- 4.2 Méthanol**, CH₃OH, (numéro CAS: 67-56-1).
- 4.3 Acide chlorhydrique**, en solution, $c(\text{HCl})$, environ 1 mol/l, (numéro CAS: 7647-01-0).
- 4.4 Hydroxyde de sodium**, en solution, $c(\text{NaOH})$, environ 2 mol/l, (numéro CAS: 1310-73-2).
- 4.5 Résine échangeuse de cations**, de type polystyrène acide sulfonique, réticulation de 2 % à 3 %, 150 µm à 330 µm, sous la forme hydrogène.
- 4.6 Résine échangeuse d'anions**, de type polystyrène ammonium quaternaire, réticulation de 2 % à 3 %, 150 µm à 330 µm, sous la forme chlorure.

5 Appareillage

Appareillage de laboratoire courant ainsi que ce qui suit.

- 5.1 Évaporateur rotatif**, avec des ballons à fond rond de 250 ml de capacité.
- 5.2 Colonne échangeuse d'ions**: tube de verre de 25 mm de diamètre intérieur et de 200 mm de longueur, muni d'un bouchon en laine de verre de 10 mm à 20 mm ou muni d'un filtre de verre fritté et d'un robinet d'arrêt.
- 5.3 Bain-marie**, dont la température peut être ajustée entre 25 °C et 40 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Échantillonnage

L'échantillon pour essai doit être préparé et stocké conformément à l'ISO 607.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cf8/iso-8799-2009>

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

À partir de l'échantillon pour essai, si nécessaire homogénéisé en lui ajoutant une quantité appropriée et connue d'eau, peser à 1 mg près, dans un bécher de 100 ml, une portion de l'échantillon pour essai homogène correspondant à 5 mmol de matière active anionique.

7.2 Préparation des résines échangeuses d'ions

7.2.1 Nettoyage de la résine échangeuse d'anions

Pendant 24 h, laisser gonfler dans l'eau 100 g de résine échangeuse d'anions (4.6). Transvaser la résine dans une colonne appropriée et faire passer dans la colonne 500 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4.4) puis 1 000 ml d'eau. Ensuite faire passer 400 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.3) dans la colonne et renouveler le lavage avec suffisamment d'eau jusqu'à ce que le pH de l'eau de lavage se situe entre 5 et 7. La résine ainsi traitée peut être conservée dans de l'eau.

7.2.2 Nettoyage de la résine échangeuse de cations

Pendant 24 h, laisser gonfler dans l'eau 100 g de résine échangeuse de cations (4.5). Transvaser la résine dans une colonne appropriée, faire passer dans la colonne 500 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.3), et laver la colonne avec de l'eau jusqu'à ce que le pH de l'eau de lavage se situe entre 5 et 7. La résine ainsi traitée peut être conservée dans de l'eau.

7.3 Préparation finale des résines

Transvaser dans une colonne appropriée la quantité requise de résine échangeuse d'anions, préparée comme spécifié en 7.2.1, à savoir 25 ml par détermination. Faire passer dans la colonne cinq fois de suite un volume de solution d'hydroxyde de sodium (4.4) identique à celui de la résine. Laver avec de l'eau jusqu'à atteindre la neutralité du pH, puis renouveler le lavage avec 1 volume à 2 volumes de méthanol (4.2).

Prélever la quantité requise de résine échangeuse de cations (25 ml), préparée comme spécifié en 7.2.2, la placer dans une colonne appropriée et la laver avec deux fois son volume de méthanol (4.2).

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

Dans un bécher, mélanger avec une baguette en verre 25 ml de résine échangeuse de cations et 25 ml de résine échangeuse d'anions, préparées comme spécifié en 7.3. Remplir la colonne (5.2) avec de petites portions de résine mélangée et laisser déposer jusqu'à atteindre un volume de 50 ml à 60 ml et laver avec 500 ml de méthanol (4.2).

7.5 Séparation de la matière insulfatée

Dissoudre la prise d'essai (7.1), dans 50 ml de méthanol. Filtrer la matière insoluble à travers un papier filtre pour filtration rapide placé au-dessus de la colonne préparée (voir 7.4). Passer le filtrat par la colonne à un débit de 2 ml/min et recueillir l'éluat dans un bécher de 500 ml.

Régler le débit à 3 ml/min et laver avec environ 450 ml de méthanol. Transférer l'éluat et le méthanol de lavage par portions dans un ballon à fond rond de 250 ml taré (voir 5.1) et évaporer à l'aide de l'évaporateur rotatif (5.1) sur le bain-marie (5.3) à une température ne dépassant pas 40 °C, sous vide.

Rincer le bécher et l'évaporateur avec environ 40 ml à 50 ml de méthanol et laisser évaporer le méthanol.

Lorsque le ballon à fond rond semble ne plus présenter de trace de méthanol, le maintenir sur l'évaporateur encore environ 15 min. Peser le ballon avec le résidu, puis le sécher à nouveau dans un dessiccateur sous vide pendant 15 min.

Peser à nouveau et répéter les opérations de séchage et de pesée jusqu'à l'obtention d'une masse constante à ±3 mg près.

7.6 Contrôle de la résine échangeuse d'ions

Dans le cas des alcools éthoxylés, il est possible que l'échange d'anions ne soit pas complet. Dissoudre le résidu obtenu en 7.5 dans 20 ml d'eau et déterminer la teneur totale en matière active par titrage direct dans deux phases conformément à l'ISO 2271 ou à l'EN 14480.

Si la teneur en matière active anionique dépasse 0,005 mmol, éliminer le résultat et refaire la détermination sur un échantillon récemment prélevé, avec un débit inférieur à 2 ml/min, et en lavant la colonne avec 250 ml de méthanol au lieu de 450 ml ou en utilisant des colonnes séparées de résines échangeuses d'ions.

8 Calcul et expression des résultats

La teneur en matière insulfatée, w , exprimée en pourcentage en masse, est calculée à l'aide de l'Équation (1):

$$w = \frac{m_1 \times 100}{m_0} \quad (1)$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du résidu obtenu en 7.5.

9 Fidélité

9.1 Limite de répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode, sur un échantillon identique soumis à essai dans le même laboratoire et par le même opérateur, utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne doit pas être supérieure dans plus de 5 % des cas à la limite de répétabilité, r .

9.2 Limite de reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode, sur un échantillon identique soumis à essai dans des laboratoires différents, par des opérateurs différents, utilisant des appareillages différents, ne doit pas être supérieure dans plus de 5 % des cas à la limite de reproductibilité, R .

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) toutes les informations nécessaires à l'identification de l'échantillon soumis à essai;
- b) la référence de la présente Norme internationale (ISO 8799);
- c) les résultats d'essais;
- d) les détails relatifs à toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale ou dans les normes citées en référence, et à toute opération considérée comme facultative ainsi qu'à tout incident susceptible d'avoir eu une incidence sur les résultats.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cf8/iso-8799-2009>

Annexe A (informative)

Données statistiques et autres données dérivées des résultats des essais interlaboratoires

Des analyses comparatives effectuées par 15 laboratoires sur deux échantillons dont les teneurs en matière insulfatée étaient respectivement de 0,6 % et de 2,3 % en fraction massique, ont conduit aux résultats statistiques suivants:

- écart-type de répétabilité, σ_r : 0,18;
- écart-type de reproductibilité, σ_R : 0,39.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8799:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cfc8/iso-8799-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/030f2f7c-10be-4bb7-8db4-cc5baa42cfc8/iso-8799-2009>