
NORME INTERNATIONALE



895

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

Agents de surface — sec. Alkylsulfates de sodium techniques — Méthode d'analyse

Surface active agents — Technical sodium secondary alkylsulphates — Methods of analysis

Première édition — 1977-11-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 895:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6ead949-945d-4669-aec5-832ad2f44f72/iso-895-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6ead949-945d-4669-aec5-832ad2f44f72/iso-895-1977>

CDU 661.185 : 543

Réf. n° : ISO 895-1977 (F)

Descripteurs : agent de surface, alkylsulfate secondaire de sodium, analyse chimique, dosage, eau, pH, alcalinité, acidité, sulfate de sodium, chlorure de sodium.

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 895 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1975.

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 895:1977](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e6ead949-945d-4669-acc5-832ad24472/iso-895-1977
Allemagne	Hongrie	Pologne
Australie	Inde	Portugal
Autriche	Iran	Roumanie
Belgique	Italie	Royaume-Uni
Brésil	Japon	Suisse
Canada	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	U.S.A.

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 895-1968, dont elle constitue une révision technique.

Agents de surface – sec. Alkylsulfates de sodium techniques – Méthode d'analyse

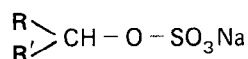
0 INTRODUCTION

La particule «sec» précédant, dans le titre, le nom générique des produits, a pour but de les distinguer des produits qui pourraient être désignés, conformément aux usages scientifiques actuellement admis, comme prim. alkylsulfates de sodium techniques; les premiers, comme l'illustre d'ailleurs la formule générale donnée plus loin, pouvant être considérés comme dérivant d'alcools secondaires, alors que les seconds dérivent d'alcools primaires.

Ce sont donc les premiers qui font l'objet de la présente Norme internationale. Dans l'usage courant, ils sont communément appelés sulfates d'alcools gras secondaires techniques.

Dans un but d'allègement et de simplification, on a supprimé, dans le texte de la présente Norme internationale, la particule «sec» devant la désignation «alkylsulfates de sodium», mais il reste bien entendu qu'il ne peut s'agir que de «sec. alkylsulfates de sodium».

Les produits faisant l'objet de la présente Norme internationale répondent à la formule générale



où R et R' sont des radicaux aliphatiques.

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'analyse des alkylsulfates de sodium techniques. Elle comprend les déterminations suivantes :

- Mesurage du pH.
- Détermination de la teneur en eau.
- Détermination de l'alcalinité libre, éventuellement de l'acidité libre.
- Détermination de l'alcalinité totale.
- Détermination de la teneur en produits extractibles à l'éther de pétrole.

- Détermination de la teneur en alkylsulfates de sodium.
- Détermination de la teneur en sulfate de sodium.
- Détermination de la teneur en chlorure de sodium.

Elle établit en outre, en annexe, un schéma général de l'analyse.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale ne s'applique qu'aux alkylsulfates de sodium techniques sous forme liquide, exempts de tout produit étranger à leur fabrication. Elle ne s'applique ni aux poudres, ni aux pâtes.

3 RÉFÉRENCES

ISO 607, *Agents de surface – Détergents – Méthodes de division d'un échantillon.*¹⁾

ISO 894, *Agents de surface – prim. Alkylsulfates de sodium techniques – Méthode d'analyse.*

ISO 4314, *Agents de surface – Détermination de l'alcalinité libre ou de l'acidité libre – Méthode titrimétrique.*

ISO 4315, *Agents de surface – Détermination de l'alcalinité – Méthode titrimétrique.*

ISO 4316, *Agents de surface – Détermination du pH des solutions aqueuses – Méthode potentiométrique.*

ISO 4318, *Agents de surface et savons – Détermination de la teneur en eau – Méthode par entraînement azéotropique.*

ISO . . . , *Agents de surface – Dosage des sulfates – Méthode titrimétrique.*²⁾

4 ÉCHANTILLONNAGE

Le produit à analyser se trouvant sous forme liquide, par conséquent sous forme homogène à 20 °C, prélever, préparer et conserver un échantillon pour laboratoire de 300 g environ selon les prescriptions de l'ISO 607.

1) En préparation. (Révision de l'ISO/R 607.)

2) En préparation.

5 PRINCIPE GÉNÉRAL¹⁾

Avec une prise d'essai, constitution d'une solution hydroalcoolique d'où sont isolés les produits extractibles à l'éther de pétrole.

Sur une partie aliquote du liquide hydroalcoolique résiduaire, séparation, après évaporations successives jusqu'à siccité en présence d'éthanol et par extraction finale du résidu anhydre obtenu au moyen d'éthanol, des alkylsulfates de sodium.

Sur des prises d'essai séparées :

- mesurage du pH;
- détermination de la teneur en eau;
- détermination de l'alcalinité libre, éventuellement de l'acidité libre;
- détermination de l'alcalinité totale;
- détermination de la teneur en sulfate de sodium;
- détermination de la teneur en chlorure de sodium.

6 MÉTHODE D'ANALYSE

6.1 Mesurage du pH

Effectuer le mesurage du pH selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4316, sur une solution à 10 % (m/m) de l'échantillon pour laboratoire.

NOTE – Si le pH est inférieur à 7,0, l'échantillon et le lot qu'il représente seront instables; en conséquence, les résultats de la majeure partie des essais seront variables dans le temps. Dans ces conditions, le lot est habituellement rejeté sans effectuer les autres analyses.

6.2 Détermination de la teneur en eau

Effectuer la détermination de la teneur en eau selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4318.

6.3 Détermination de l'alcalinité libre, éventuellement de l'acidité libre

Effectuer la détermination de l'alcalinité libre ou de l'acidité libre selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4314.

6.4 Détermination de l'alcalinité totale

Le cas peut se présenter où le mesurage du pH, selon 6.1, révèle un pH significativement supérieur à 7, et où la détermination de l'alcalinité, selon 6.3, conduit à un indice d'alcalinité significativement supérieur à 0,3. Dans de tels cas, il convient de procéder à la détermination de l'alcalinité totale selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4315.

6.5 Détermination de la teneur en produits extractibles à l'éther de pétrole

6.5.1 Introduction

Les produits extractibles à l'éther de pétrole comprennent les produits exempts de soufre, ainsi que, le cas échéant, les produits contenant du soufre mais non ionisables en solution aqueuse.

6.5.2 Principe

Extraction des produits spécifiés en 6.5.1, à l'aide d'éther de pétrole, de la solution hydroalcoolique de la prise d'essai, en tenant compte de la volatilité des produits en question.

6.5.3 Réactifs

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

6.5.3.1 Sulfate de sodium, anhydre.

6.5.3.2 Éthanol, solution à 96 % (V/V).

6.5.3.3 Ether de pétrole, distillant entre 40 et 60 °C.

Le résidu d'évaporation ne doit pas être supérieur à 0,002 % (m/m).

6.5.3.4 Hydroxyde de sodium, solution 0,1 N environ.

6.5.3.5 Phénolphaléine, solution à 1 g/l dans de l'éthanol.

6.5.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.5.4.1 Ballon à fond rond, de capacité 250 ml, à col rodé.

6.5.4.2 Colonne à fractionner, de longueur 20 cm, à pointes (diamètre intérieur 10 mm environ), possédant à son extrémité inférieure un joint rodé mâle adaptable au col rodé du ballon (6.5.4.1).

6.5.4.3 Réfrigérant droit, de longueur nominale 160 mm, conforme à l'ISO 4799.

6.5.4.4 Trois ampoules à décanter, de capacité 500 ml, à bouchon en verre rodé, conformes à l'ISO 4800.

6.5.4.5 Fiole jaugée, de capacité 500 ml, conforme à l'ISO 1042.

6.5.4.6 Fiole conique, de capacité 250 ml, conforme à l'ISO 1773.

1) Voir, en annexe, le schéma général de l'analyse.

6.5.5 Mode opératoire

6.5.5.1 PRISE D'ESSAI

Peser, à 0,01 g près, dans un bécher de 100 ml, une quantité de l'échantillon pour laboratoire, telle qu'elle contienne 4 g environ d'alkylsulfates de sodium.

6.5.5.2 DÉTERMINATION

Introduire la prise d'essai (6.5.5.1) dans l'une des ampoules à décanter (6.5.4.4) (A) et laver le bécher avec de l'eau, de manière à obtenir un volume final de 125 ml environ. Ajouter 50 ml de la solution d'éthanol (6.5.3.2).

Vérifier que la solution est faiblement alcaline à la solution de phénolphaléine (6.5.3.5) et, éventuellement, alcaliniser à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (6.5.3.4) jusqu'à virage au rose pâle de l'indicateur.

Agiter pour bien homogénéiser.

Ajouter 50 ml de l'éther de pétrole (6.5.3.3).

Agiter vigoureusement durant 30 s environ et laisser décanter. Ajouter la quantité minimale de la solution d'éthanol nécessaire pour briser l'émulsion éventuellement formée.

Transvaser la couche inférieure dans la deuxième ampoule à décanter (6.5.4.4) (B). Extraire de nouveau avec 50 ml de l'éther de pétrole. Recueillir la couche inférieure dans la troisième ampoule à décanter (6.5.4.4) (C) et transvaser la couche supérieure dans la première ampoule à décanter (A).

Procéder à l'extraction de la phase hydroalcoolique encore trois fois avec chaque fois 50 ml de l'éther de pétrole.

Réunir les phases hydrocarbonées dans l'ampoule à décanter (A) et transvaser la phase hydroalcoolique, après la dernière extraction, dans un bécher de 400 ml. Laver les ampoules à décanter (B) et (C) trois fois avec chaque fois 20 ml d'eau. On peut utiliser également une solution d'éthanol à 5 à 10 % (V/V).

Ajouter les liquides de lavage à la phase hydroalcoolique contenue dans le bécher.

Laver l'extrait hydrocarboné avec chaque fois 15 ml d'eau, jusqu'à disparition de réaction alcaline; joindre ces liquides de lavage à la phase hydroalcoolique.

Chauffer la phase hydroalcoolique au bain d'eau bouillante pour évaporer l'éther de pétrole, durant 10 à 15 min, puis refroidir.

Vérifier que la solution est toujours alcaline à la solution de phénolphaléine et, éventuellement, alcaliniser à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (6.5.3.4) jusqu'à virage au rose pâle de l'indicateur.

Transvaser dans la fiole jaugée (6.5.4.5), rincer le bécher avec de l'eau et ajouter les eaux de lavage au contenu de la fiole jaugée. Compléter au volume.

Cette solution, L_1 , sert à la détermination de la teneur en alkylsulfates de sodium.

Transvaser quantitativement la couche hydrocarbonée dans la fiole conique (6.5.4.6) contenant 10 g environ du sulfate de sodium (6.5.3.1). Agiter, laisser reposer durant 30 min, puis filtrer à travers un filtre en papier dans le ballon (6.5.4.1) contenant quelques billes en verre, préalablement taré. Laver la fiole conique, le sulfate de sodium et le filtre cinq fois avec chaque fois 10 ml de l'éther de pétrole. Faire particulièrement attention aux bords du papier filtre, qui ne doivent plus présenter de taches grasses.

Adapter la colonne à fractionner (6.5.4.2) et le réfrigérant (6.5.4.3), placer le ballon sur une plaque chauffante ou dans un bain d'eau bouillante, et distiller jusqu'au départ de la presque totalité du solvant. Retirer la colonne à fractionner, laisser refroidir jusqu'à 30 °C environ et éliminer les dernières traces de solvant par un court balayage d'air sec et froid. À cet effet, maintenir le balayage d'air et faire tourner, à la main et en dehors de la plaque chauffante ou du bain d'eau bouillante, le ballon dans une position inclinée, autour de lui-même. De cette manière, le liquide dans le ballon se répartit sur la paroi en un film mince, ce qui facilite le départ des dernières traces de solvant.

Il convient, afin d'éviter des pertes, d'apporter un soin particulier à l'évaporation du solvant, surtout au cours du balayage avec l'air. À cet effet, effectuer une première pesée du ballon, refroidi à la température ambiante et soigneusement essuyé, lorsqu'on perçoit encore l'odeur du solvant. Noter la masse, puis réchauffer le ballon à 30 °C environ et procéder à un nouveau balayage de 1 min. Après refroidissement et essuyage de la fiole, la peser de nouveau et noter la masse.

En répétant ces opérations et en portant les résultats des pesées successives sur un graphique sur papier millimétré, on constatera qu'après une chute rapide, la courbe atteint un palier inférieur pratiquement horizontal. La seconde pesée sur le palier est considérée comme étant la fin de l'opération, et la masse notée est considérée comme étant le résidu sec final. La différence des deux dernières pesées ne devrait se manifester que sur le troisième chiffre significatif.

6.5.6 Expression des résultats

6.5.6.1 MODE DE CALCUL

La teneur en produits extractibles à l'éther de pétrole est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$m_1 \times \frac{100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.5.5.1);

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

6.5.6.2 REPRODUCTIBILITÉ

La différence entre les résultats obtenus sur le même échantillon, dans deux laboratoires différents, ne devrait pas dépasser 1 %.

6.6 Détermination de la teneur en alkylsulfates de sodium**6.6.1 Principe**

Évaporation, au dixième de son volume, du liquide hydroalcoolique L_1 provenant du précédent dosage (voir 6.5.5.2), addition d'éthanol et évaporation jusqu'à siccité. Nouvelle addition d'éthanol et nouvelle évaporation jusqu'à siccité (ces évaporations successives ont pour but d'éliminer complètement l'eau contenue dans la solution hydroalcoolique). Extraction, à chaud et à l'aide d'éthanol, des alkylsulfates de sodium du résidu sec ainsi obtenu.

Isolement, par évaporation du solvant, des alkylsulfates de sodium. Ils peuvent se trouver accompagnés d'une partie du chlorure de sodium et du carbonate de sodium présents dont la masse est déduite, après sa détermination, de la masse totale du résidu extrait.

NOTE — Il est très important que la solution reste alcaline pendant cette détermination.

6.6.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

6.6.2.1 Acétone.

Le résidu d'évaporation ne doit pas être supérieur à 0,005 g pour 100 ml.

6.6.2.2 Éthanol, solution à 96 % (V/V), rendue faiblement alcaline avec une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N en présence de la solution de phénolphtaléine (6.6.2.4) comme indicateur.

6.6.2.3 Acide sulfurique, solution titrée 0,1 N.

6.6.2.4 Phénolphtaléine, solution à 1 g/l dans de l'éthanol.

6.6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.6.3.1 Pipette, de capacité 100 ml, conforme à l'ISO 648.

6.6.3.2 Étuve, réglable entre 85 et 90 °C.

6.6.3.3 Dessiccateur à vide.

6.6.4 Mode opératoire**6.6.4.1 PRISE D'ESSAI**

Dans le liquide hydroalcoolique L_1 provenant de la détermination de la teneur en produits extractibles à l'éther de pétrole (voir 6.5) et correspondant à la prise d'essai m_0 , prélever, à l'aide de la pipette (6.6.3.1), 100 ml et les introduire dans un bécher de 250 ml.

6.6.4.2 DÉTERMINATION

Amener la prise d'essai (6.6.4.1) à 10 ml environ, par évaporation au bain d'eau bouillante sous courant d'air. Ajouter 20 ml de la solution d'éthanol (6.6.2.2) et évaporer jusqu'à siccité. Ajouter de nouveau 20 ml de la solution d'éthanol et évaporer de nouveau jusqu'à siccité, puis ajouter 50 ml de la solution d'éthanol, bien écraser le résidu avec un agitateur en verre et porter à l'ébullition au bain d'eau bouillante; laisser bouillir durant 3 min en agitant de temps en temps.

Laisser déposer les produits insolubles dans l'éthanol et décanter la couche de liquide supérieure, chaude, en la filtrant à travers un papier filtre dans un ballon de 250 ml contenant quelques billes en verre, préalablement taré.

Placer le ballon dans un bain d'eau bouillante et évaporer le filtrat, tout en aspirant les vapeurs de solvant par un tube en verre plongeant dans le ballon.

Ajouter 25 ml de la solution d'éthanol dans le bécher, porter à l'ébullition et laisser bouillir doucement durant 2 min; puis laisser reposer et filtrer le liquide surnageant dans le ballon à travers le même papier filtre.

Répéter cette extraction encore deux fois avec chaque fois 25 ml de la solution d'éthanol chaude et faire passer la majeure partie des produits insolubles sur le papier filtre avec la dernière addition de solution d'éthanol. Laver le bécher, le filtre et son contenu avec de la solution d'éthanol chaude, et verser sur le filtre, en faisant particulièrement attention aux bords du papier filtre, qui ne doivent plus présenter de taches grasses.

Évaporer, toujours sous aspiration, le contenu du ballon jusqu'à siccité. Ajouter 10 ml de l'acétone (6.6.2.1).

Évaporer le solvant. À cet effet, maintenir le balayage d'air et faire tourner, à la main, le ballon dans une position inclinée, autour de lui-même. De cette manière, le liquide dans le ballon se répartit sur la paroi en un film mince, ce qui facilite le départ des dernières traces de solvant.

Mettre ensuite le ballon dans l'étuve (6.6.3.2) réglée à une température de 85 à 90 °C et l'y laisser séjourner 5 min. Laisser refroidir dans le dessiccateur (6.6.3.3). Répéter les opérations de séchage, refroidissement et pesée jusqu'à l'obtention d'une masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives, effectuées à 15 min d'intervalle, ne soit plus supérieure à 0,005 g).

Reprendre le résidu obtenu par de l'eau, en chauffant au besoin légèrement, afin d'obtenir une dissolution complète.

Vérifier l'alcalinité à la phénolphthaléine de cette solution et déterminer la quantité de carbonate de sodium¹⁾ éventuellement entraîné pendant l'extraction, par titrage avec la solution d'acide sulfurique (6.6.2.3), en présence de la solution de phénolphthaléine (6.6.2.4) comme indicateur. Dans la liqueur aqueuse restante, déterminer ensuite la teneur en ions chlorure (Cl⁻), du chlorure de sodium éventuellement entraîné, par potentiométrie (voir 6.8) sur la totalité de la liqueur aqueuse restante en tant que prise d'essai.

6.6.5 Expression des résultats

6.6.5.1 MODE DE CALCUL

La teneur en alkylsulfates de sodium est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\begin{aligned} & [m_1 - (0,010\ 6\ V_0 + 0,005\ 85\ V_1)] \times \frac{500}{100} \times \frac{100}{m_0} \\ = & [m_1 - (0,010\ 6\ V_0 + 0,005\ 85\ V_1)] \times \frac{500}{m_0} \end{aligned}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.5.5.1);

m_1 est la masse, en grammes, du résidu obtenu;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (6.6.2.3), utilisé pour la détermination de la teneur en carbonate de sodium (voir note 2);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (6.8.2.3 de l'ISO 894), utilisé pour la détermination de la teneur en ions Cl⁻ (voir 6.8).

NOTES

1) Si les solutions titrées employées n'avaient pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, des corrections appropriées devraient être appliquées.

2) Si les résultats obtenus pour l'alcalinité totale (voir 6.4) diffèrent de ceux qui sont obtenus pour l'alcalinité libre (voir 6.3), il est nécessaire de tenir compte de la présence des carbonates en appliquant la correction appropriée.

6.6.5.2 REPRODUCTIBILITÉ

La différence entre les résultats obtenus sur le même échantillon, dans deux laboratoires différents, ne devrait pas dépasser 1,2 %.

6.7 Détermination de la teneur en sulfate de sodium

Effectuer la détermination de la teneur en sulfate de sodium selon la méthode spécifiée dans l'ISO . . .

6.8 Détermination de la teneur en chlorure de sodium

Effectuer la détermination de la teneur en chlorure de sodium selon la méthode spécifiée dans le paragraphe 6.8 de l'ISO 894.

7 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 de la présente Norme internationale);
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) conditions de l'essai;
- e) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

1) Si les résultats obtenus pour l'alcalinité totale (voir 6.4) ne diffèrent pas de ceux qui sont obtenus pour l'alcalinité libre (voir 6.3), il n'est pas nécessaire de déterminer la teneur en carbonate de sodium.

ANNEXE

SCHÉMA GÉNÉRAL DE L'ANALYSE

