

---

# NORME INTERNATIONALE



# 1065

---

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

---

## Agents de surface non ioniques obtenus à partir de l'oxyde d'éthylène — Détermination de la température de trouble (point de trouble)

*Non-ionic surface active agents obtained from ethylene oxide — Determination of cloud temperature (cloud point)*

Première édition — 1975-12-15

---

CDU 661.185 : 543.8

Réf. n° : ISO 1065-1975 (F)

**Descripteurs** : agent de surface, agent de surface non ionique, oxyde d'éthylène, essai, mesurage, point de trouble.

Prix basé sur 4 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 1065 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 91, *Agents de surface*. Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.12.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO.

La présente Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1065-1969 et l'Amendement 1-1972. La Recommandation ISO/R 1065 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne	Grèce	Portugal
Autriche	Hongrie	Roumanie
Belgique	Inde	Royaume-Uni
Canada	Iran	Suède
Chili	Israël	Suisse
Corée, Rép. de	Japon	Thécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé cette Recommandation.

# Agents de surface non ioniques obtenus à partir de l'oxyde d'éthylène – Détermination de la température de trouble (point de trouble)

## 0 INTRODUCTION

Les solutions aqueuses des agents de surface non ioniques dérivés de l'oxyde d'éthylène deviennent hétérogènes par suite de la formation de deux phases liquides lorsqu'on élève leur température. La température au-dessus de laquelle ce phénomène se produit correspond à la température de trouble.

Cette particularité se manifeste à une température d'autant plus élevée que le nombre de molécules d'oxyde d'éthylène fixées sur le produit est lui-même plus élevé. Le mélange des deux phases devient homogène lorsque la température baisse. La température à partir de laquelle le mélange des deux phases devient homogène est dénommée conventionnellement «température de clarification»<sup>1)</sup>.

La température de clarification est souvent déterminée comme «point de trouble».

La connaissance de la température de trouble (point de trouble) a une importance capitale dans les applications, les propriétés tensio-actives variant très rapidement au voisinage de cette température.

La détermination de la température de trouble d'un dérivé non ionique défini est un moyen de contrôle rapide et précis. En fabrication, c'est le procédé le plus rapide permettant de juger la quantité d'oxyde d'éthylène fixée sur un radical donné. Il faut toutefois tenir compte du fait que la courbe de variation de la température de trouble en fonction du taux d'éthoxylation tend vers une asymptote; par conséquent, ce moyen de contrôle perd sa précision pour les produits à longue chaîne éthoxylée.

NOTE – La température de trouble est une température critique inférieure de démixtion; au-dessus de cette température critique, la solution se sépare en deux phases et l'apparition de ces deux phases, lorsqu'on élève la température, conduit au trouble de la solution. Cette particularité n'est pas spécifique aux dérivés éthoxylés et il est possible de déterminer des températures de trouble pour d'autres types de dérivés.

La présente Norme Internationale concerne en premier lieu la détermination de la température de trouble des agents de surface non ioniques dérivant de l'oxyde d'éthylène par condensation sur des molécules de base lipophiles, telles que alcools gras, amines grasses, acides gras, alkyphénols, esters d'acides gras et autres molécules du même type.

D'autres agents de surface non ioniques comme, par exemple, les blocs polymères oxyde d'éthylène-oxyde de propylène sont connus pour avoir des comportements particuliers qui rendent plus difficile la détermination de leur température de trouble.

Parmi ces particularités, on peut indiquer l'apparition d'un trouble progressif sur un intervalle de températures de plusieurs degrés ou l'existence de deux températures de trouble très distinctes.

La température de trouble est fonction du nombre de molécules d'oxyde d'éthylène fixées sur la molécule de base, mais elle dépend également de la concentration de la solution. Par conséquent, il est indispensable d'opérer à une concentration bien déterminée.

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie trois méthodes de détermination de la température de trouble des agents de surface non ioniques dérivés de l'oxyde d'éthylène par condensation sur un composé lipophile dépourvu de groupements oxypropyléniques.

Le choix de la méthode dépend de la température à laquelle la solution aqueuse du produit étudié se trouble.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 607, *Agents de surface – Méthodes de division d'un échantillon.*<sup>2)</sup>

## 3 CHOIX DE LA MÉTHODE

NOTE – Certains dérivés de l'oxyde d'éthylène, de très grande pureté, peuvent conduire, en eau distillée de conductivité très faible, à une impossibilité de mesurage de la température de trouble. Dans de tels cas, la solution ne devient pas hétérogène à une température définie; mais, par contre, on observe seulement une légère diminution de la limpidité.

Le mesurage redevient possible en remplaçant l'eau distillée par une solution aqueuse de chlorure de sodium à 4 meq/l.

### 3.1 Méthode A

Si la solution aqueuse de l'agent de surface non ionique se trouble à une température comprise entre 10 et 90 °C, effectuer le mesurage dans de l'eau distillée (voir 8.1).

1) Voir additif 1 à l'ISO/R 862, *Agents de surface – Vocabulaire.*

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

### 3.2 Méthode B

Si la solution aqueuse de l'agent de surface non ionique se trouble à une température inférieure à 10 °C ou si le produit est insuffisamment soluble dans l'eau, effectuer le mesurage dans une solution aqueuse de *n*-butyldiglycol à 25 % (*m/m*) (voir 8.2). Cette méthode n'est cependant pas applicable à certains produits de faible teneur en oxyde d'éthylène qui sont insolubles dans la solution aqueuse de *n*-butyldiglycol à 25 % (*m/m*).

### 3.3 Méthode C

Si la solution aqueuse de l'agent de surface non ionique se trouble à une température supérieure à 90 °C, effectuer le mesurage en tube scellé (voir 8.3), ce qui permet, en opérant sous pression, d'atteindre des températures supérieures à la température d'ébullition de la solution à la pression atmosphérique.

On peut également, après accord contractuel, déterminer la température de trouble dans ce cas en solution saline, mais cette seconde méthode est moins sensible et les résultats ne peuvent être rapprochés des premiers par une relation simple. Cette seconde méthode est indiquée en annexe.

## 4 PRINCIPE

Chauffage du produit en solution et à la concentration voulue jusqu'à l'opacité complète du liquide. Refroidissement avec agitation constante. Détermination de la température pour laquelle l'opacité disparaît.

## 5 RÉACTIF (pour la méthode B)

L'eau utilisée pour les différentes méthodes doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

### 5.1 *n*-butyldiglycol, solution à 25 % (*m/m*)

Le *n*-butyldiglycol (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>OH) [(butoxyéthoxy-2)-2 éthanol] doit avoir les caractéristiques suivantes :

- masse volumique  $\rho_{20} = 0,954 \pm 0,002$  g/ml;
- indice de réfraction  $n_D^{20} = 1,432 \pm 0,001$ ;
- teneur en eau inférieure à 0,1 %.

NOTE - Même avec la spécification indiquée, des teneurs variables en impuretés dans le *n*-butyldiglycol ont une certaine influence sur la température de trouble.

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Fiole conique**, de capacité 250 ml, conforme à l'ISO/R 1773.

**6.2 Thermomètre**, gradué en 0,1 °C, dont les limites de graduation correspondent à la température à mesurer.

**6.3 Éprouvette graduée**, de capacité 100 ml.

**6.4 Balance analytique**.

**6.5 Bêcher**, de capacité 1 000 ml, contenant un fluide transparent de transfert de chaleur (par exemple glycol).

et, pour les méthodes A et B :

**6.6 Tube à essais**, de diamètre 20 mm et de hauteur 150 mm.

**6.7 Appareil de chauffage**, de type courant.

pour la méthode C (voir figure) :

**6.8 Ampoule**, en verre de sécurité, entourée d'une toile métallique, de diamètre extérieur 14 mm, de diamètre intérieur 12 mm et de hauteur 120 mm.

**6.9 Agitateur électromagnétique chauffant**.

## 7 ÉCHANTILLONNAGE

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

## 8 MODE OPÉRATOIRE

**8.1 Méthode A** (Le trouble se produit à une température comprise entre 10 et 90 °C)

### 8.1.1 *Prise d'essai*

Peser, à 0,01 g près, exactement 0,5 g de l'échantillon pour laboratoire.

### 8.1.2 *Détermination*

Introduire la prise d'essai dans la fiole conique (6.1). Ajouter 100 ml d'eau distillée, mesurés à l'éprouvette graduée (6.3). Agiter jusqu'à dissolution ou dispersion de la prise d'essai.

Introduire 15 à 20 ml de cette solution dans le tube à essais (6.6). Disposer le thermomètre (6.2) dans le tube, placer celui-ci dans le bêcher (6.5) et chauffer en agitant la solution à l'aide du thermomètre jusqu'à l'opacité complète. (L'opacité se manifeste sous la forme de bandes qui s'épaississent puis se conglutinent.) Laisser refroidir lentement en continuant à agiter. Lire la température pour laquelle l'opacité de la solution se désintègre par suite de la disparition, par agitation, des bandes opaques dans le liquide qui peut rester soit limpide, soit opalescent, suivant la nature des produits non ioniques et la pureté des matières utilisées pour leur préparation (voir la note au début du chapitre 3).

Effectuer plusieurs mesurages de température jusqu'à l'obtention d'au moins deux résultats ne différant pas de plus de 0,5 °C.

**8.2 Méthode B** (Le trouble se produit à une température inférieure à 10 °C, ou le produit est insoluble dans l'eau)

### 8.2.1 *Prise d'essai*

Peser, à 0,01 g près, exactement 5 g de l'échantillon pour laboratoire.

### 8.2.2 *Détermination*

Introduire la prise d'essai dans la fiole conique (6.1). Ajouter 45 g de la solution de *n*-butyldiglycol (5.1). Agiter jusqu'à dissolution de la prise d'essai.

Opérer alors comme dans le cas de la méthode A (voir 8.1.2).

**8.3 Méthode C** (Le trouble se produit à une température supérieure à 90 °C)

### 8.3.1 *Prise d'essai*

Peser, à 0,01 g près, exactement 0,5 g de l'échantillon pour laboratoire.

### 8.3.2 *Détermination*

Introduire la prise d'essai dans la fiole conique (6.1). Ajouter 100 ml d'eau distillée, mesurés à l'éprouvette graduée (6.3). Agiter jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai.

Introduire une certaine quantité de cette solution dans l'ampoule (6.8) jusqu'à une hauteur de 40 mm environ. Sceller l'ampoule à la flamme et l'entourer d'une toile métallique grossière. La mettre dans le bain de fluide de transfert de chaleur (6.5). L'extrémité supérieure de l'ampoule doit dépasser légèrement la surface du bain.

Pour se protéger contre les projections dues à l'éclatement éventuel de l'ampoule au cas où elle serait mal scellée, placer préventivement, devant l'appareillage, une plaque de protection en verre de sécurité ou en matière plastique transparente (voir la figure).

Disposer le thermomètre (6.2) dans le fluide de transfert de chaleur et au voisinage de l'ampoule scellée. Mettre en marche le chauffage et l'agitateur électromagnétique (6.9). Arrêter le chauffage quand le liquide contenu dans l'ampoule se trouble. Laisser refroidir en continuant à agiter le bain de fluide de transfert de chaleur et noter la température au moment où le trouble disparaît, comme cela est spécifié pour la méthode A (voir 8.1.2).

Effectuer plusieurs mesurages de température jusqu'à l'obtention d'au moins deux résultats ne différant pas de plus de 0,5 °C.

## 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique d'au moins deux résultats ne différant pas de plus de 0,5 °C.

Indiquer, à la première décimale près, cette température moyenne pour laquelle la solution de l'agent de surface non ionique redevient limpide ou, dans certains cas, opalescent, en spécifiant le milieu dans lequel le mesurage a été effectué.

*Exemple :*

Température de trouble à 5 g/l en eau distillée : . . .

Température de trouble à 100 g/kg, en présence de *n*-butyldiglycol : . . .

Température de trouble à 5 g/l en ampoule scellée : . . .

### 9.1 Répétabilité

La différence entre les résultats obtenus lors de deux déterminations, effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre, sur le même échantillon, par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,5 °C.

### 9.2 Reproductibilité

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

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) milieu dans lequel le mesurage a été effectué;
- c) référence de la méthode utilisée;
- d) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- e) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- f) toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

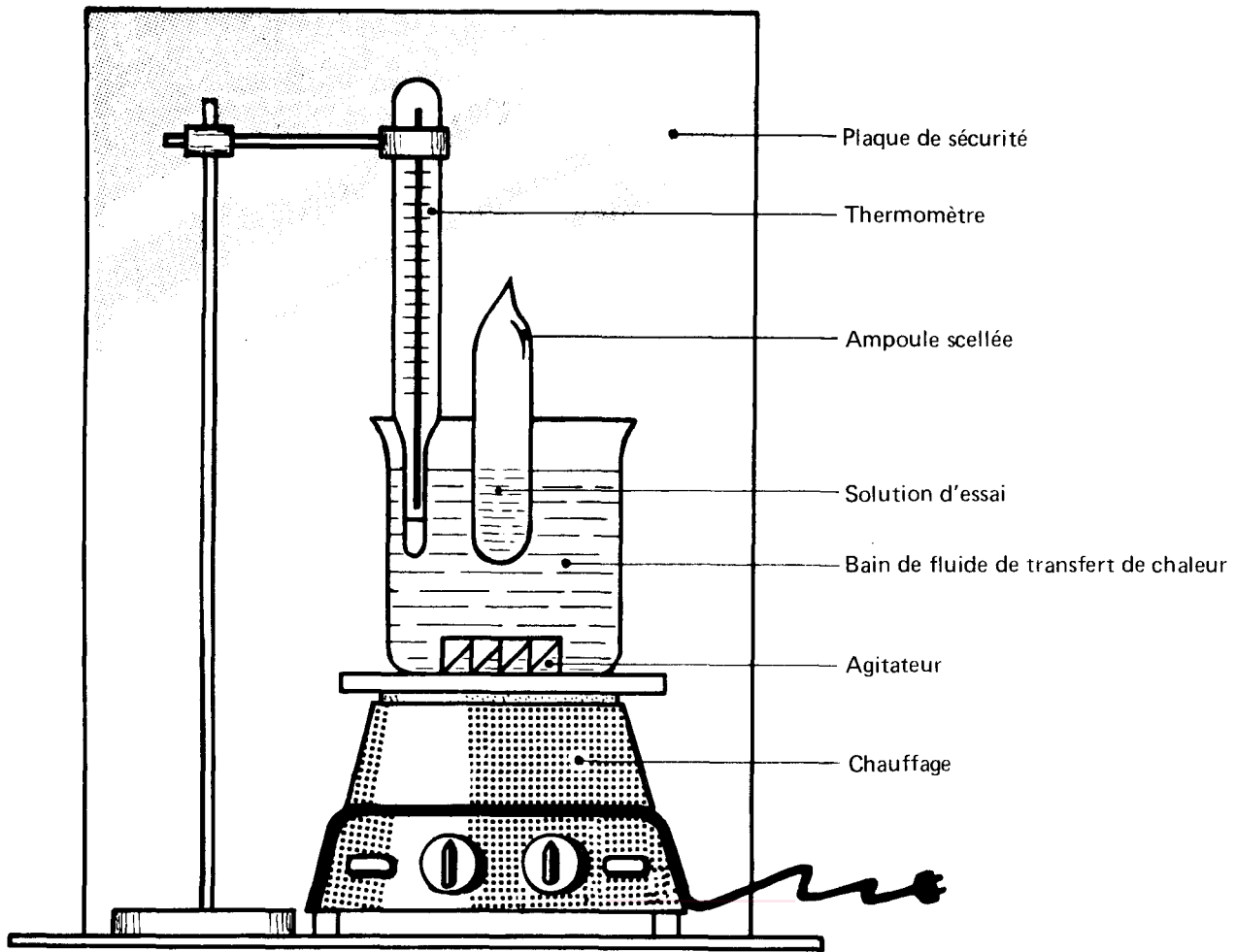


FIGURE — Schéma de l'appareillage utilisé pour la méthode C

## ANNEXE

### TEMPÉRATURE DE TROUBLE EN SOLUTION SALINE

La température de trouble peut, après accord contractuel, être déterminée en solution saline plutôt qu'en ampoule scellée.

Le mode opératoire suivi est alors semblable à celui de la méthode A (voir 8.1), la dissolution de l'agent de surface étant effectuée dans une solution aqueuse de chlorure de sodium à 50 g/l au lieu d'eau distillée.

