

NORME INTERNATIONALE

ISO
1065

Deuxième édition
1991-09-01

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Non-ionic surface-active agents obtained from ethylene oxide and mixed
non-ionic surface-active agents — Determination of cloud point*

ISO 1065:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ee290f6-50f1-4e87-b6ac-58c9ebda92e3/iso-1065-1991>



Numéro de référence
ISO 1065:1991(F)

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 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.

La Norme internationale ISO 1065 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

[ISO 1065:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ee290f6-50f1-4e87-b6ac-30e9e6da12c9/iso-1065-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ee290f6-50f1-4e87-b6ac-30e9e6da12c9/iso-1065-1991>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1065:1975), dont elle constitue une révision technique, en ce sens que deux méthodes (D et E) ont été ajoutées afin d'élargir le domaine d'application pour couvrir les agents de surface non ioniques mixtes.

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» selon ISO 862:1984, *Agents de surface — Vocabulaire* (définition n°10).

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

ISO 1065:1991

<https://standards.iteh.ai/connaissance/71a12160-7160-11e1-8000-000143020000>
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 un asymptote; par conséquent, ce moyen de contrôle perd sa précision pour les produits à longue chaîne éthoxylée.

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.

Les méthodes A, B et C ne concernent d'une part que la détermination de la température de trouble des agents de surface non ioniques dérivés de l'oxyde d'éthylène par condensation sur des molécules de base lipophiles, telles que alcools gras, amines grasses, acides gras, alkylphénols, esters d'acides gras et autres molécules du même type.

D'autre part, les autres agents de surface non ioniques comme, par exemple, les copolymères blocs 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 température de plusieurs degrés ou l'existence de deux ou trois températures de trouble très distinctes).

Il a donc été prescrit deux autres méthodes (D et E) pour des produits dont la valeur de la température de trouble est difficile à obtenir avec les méthodes A, B et C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1065:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ee290f6-50f1-4e87-b6ac-58c9ebda92e3/iso-1065-1991>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit cinq méthodes pour la détermination de la température de trouble des agents de surface non ioniques.

Les méthodes A, B et C sont applicables aux agents de surface non ioniques dérivés de l'oxyde d'éthylène par condensation sur un composé lipophile dépourvu de groupements oxypropyloxy. Le choix de l'une de ces méthodes (A ou B ou C) dépend de la température à laquelle la solution aqueuse du produit étudié se trouble.

Les méthodes D et E sont prévues pour être utilisées, après accord entre les parties intéressées, avec des produits pour lesquels les méthodes A, B et C se sont avérées inadéquates. De tels produits comprennent des agents de surface non ioniques mixtes, par exemple ceux dérivés des copolymères blocs oxyde d'éthylène/oxyde de propylène.

Le choix de l'une des méthodes (D ou E) dépend de la température à laquelle la solution aqueuse acide du produit étudié se trouble. Néanmoins, la méthode E n'est pas applicable aux produits dérivés d'acides gras ou d'esters d'acides gras.

NOTE 1 On ne peut déterminer la température de trouble des produits dérivés d'acide gras ou d'esters d'acides gras que si l'on a vérifié la répétabilité des mesures.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la

CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 607:1980, *Agents de surface et détergents — Méthodes de division d'un échantillon*.

ISO 1773:1976, *Verrerie de laboratoire — Fioles coniques et ballons (à col étroit)*.

ISO 2174:1990, *Agents de surface — Préparation d'une eau de dureté calcique déterminée*.

3 Choix de la méthode

NOTE 2 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 234 mg/l.

3.1 Méthode A

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

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 ampoule scellée (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.

NOTE 3 On peut également, après accord entre les parties intéressées, déterminer la température de trouble en solution saline, mais cette technique est moins sensible et il n'y a pas de corrélation simple entre les résultats obtenus en solution saline et ceux obtenus en ampoule scellée.

3.4 Méthode D

Si la solution aqueuse acide de l'agent de surface non ionique soumis à l'essai se trouble à une température comprise entre 10 °C et 90 °C, effectuer le mesurage conformément à 8.4 dans une solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1,0 \text{ mol/l}$.

3.5 Méthode E

Si la solution aqueuse acide de l'agent de surface non ionique soumis à l'essai se trouble à une température supérieure à 90 °C, effectuer le mesurage conformément à 8.5 dans de l'eau de dureté calcique 40 mg d'ions Ca^{2+} par litre, contenant 5 % (*m/m*) de butanol-1.

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 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 *n*-Butyldiglycol [(Butoxy-2 éthoxy)-2 éthanol], solution à 25 % (*m/m*), pour la méthode B.

Le *n*-butyldiglycol $[\text{C}_4\text{H}_9\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}]$ doit avoir les caractéristiques suivantes:

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

NOTE 4 Même avec la spécification indiquée, des teneurs variables en impuretés dans le butyldiglycol ont une certaine influence sur la température de trouble.

5.2 Acide chlorhydrique, solution, $c(\text{HCl}) = 1,0 \text{ mol/l}$, pour la méthode D.

5.3 Butanol-1, solution à 5 % (*m/m*) dans de l'eau de dureté calcique 40 mg d'ions Ca^{2+} par litre, préparée conformément aux modalités prescrites dans l'ISO 2174, pour la méthode E.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

6.1 Fiole conique, de 250 ml de capacité, conforme aux prescriptions de l'ISO 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 100 ml de capacité.

6.4 Bêcher, de 1 000 ml de capacité, contenant un fluide transparent de transfert de chaleur (par exemple éthylène-glycol).

6.5 Tube à essais, de 20 ml de capacité.

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

6.7 Balance analytique.

6.8 Appareil de chauffage, de type courant.

6.9 Agitateur électromagnétique chauffant.

7 Échantillonnage

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

8 Mode opératoire

IMPORTANT — 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.

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

8.1.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 0,5 g de l'échantillon pour laboratoire (article 7).

8.1.2 Détermination

Introduire la prise d'essai (8.1.1) dans la fiole conique (6.1). Ajouter 100 ml d'eau distillée, mesurés à l'aide de l'éprouvette graduée (6.3). Agiter jusqu'à dissolution ou dispersion de la prise d'essai.

Introduire 15 ml de cette solution dans le tube à essais (6.5). Disposer le thermomètre (6.2) dans le tube, placer celui-ci dans le bécher (6.4) et chauffer à l'aide de l'appareil (6.8) 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. La température de la solution ne doit, à aucun moment, dépasser de plus de 10 °C la température correspondant à l'apparition de l'opacité. Laisser refroidir lentement en continuant à agiter. Noter la température pour laquelle l'opacité de la solution se désintègre par suite de la disparition des bandes opaques dans le liquide.

NOTE 5 Le liquide peut rester soit limpide, soit opalescent, suivant la nature des produits non ioniques et la pureté des matières utilisées pour leur préparation (voir article 3, note 2).

Effectuer plusieurs mesurages de température sur des prises d'essai différentes 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, 5 g de l'échantillon pour laboratoire (article 7).

8.2.2 Détermination

Introduire la prise d'essai (8.2.1) 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 prescrit dans la méthode A (voir 8.1.2, à partir du deuxième alinéa).

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, 0,5 g de l'échantillon pour laboratoire (article 7).

8.3.2 Détermination

Introduire la prise d'essai (8.3.1) dans la fiole conique (6.1). Ajouter 100 ml d'eau distillée, mesurés à l'aide de 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 (6.6) jusqu'à une hauteur d'environ 40 mm. Sceller l'ampoule à la flamme et l'entourer d'une toile métallique grossière. La mettre dans le bécher contenant le fluide de transfert de chaleur (6.4). L'extrémité supérieure de l'ampoule doit dépasser légèrement le bord du bécher.

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 figure 1).

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 prescrit dans la méthode A (voir 8.1.2).

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

NOTE 6 La température de trouble peut, après accord entre les parties intéressées, être déterminée en solution saline plutôt qu'en ampoule scellée.

Le mode opératoire suivi est alors analogue à celui de la méthode A (voir 8.1), la dissolution de l'agent de surface étant effectuée dans 100 ml d'une solution aqueuse de chlorure de sodium à 50 g/l au lieu des 100 ml d'eau distillée.

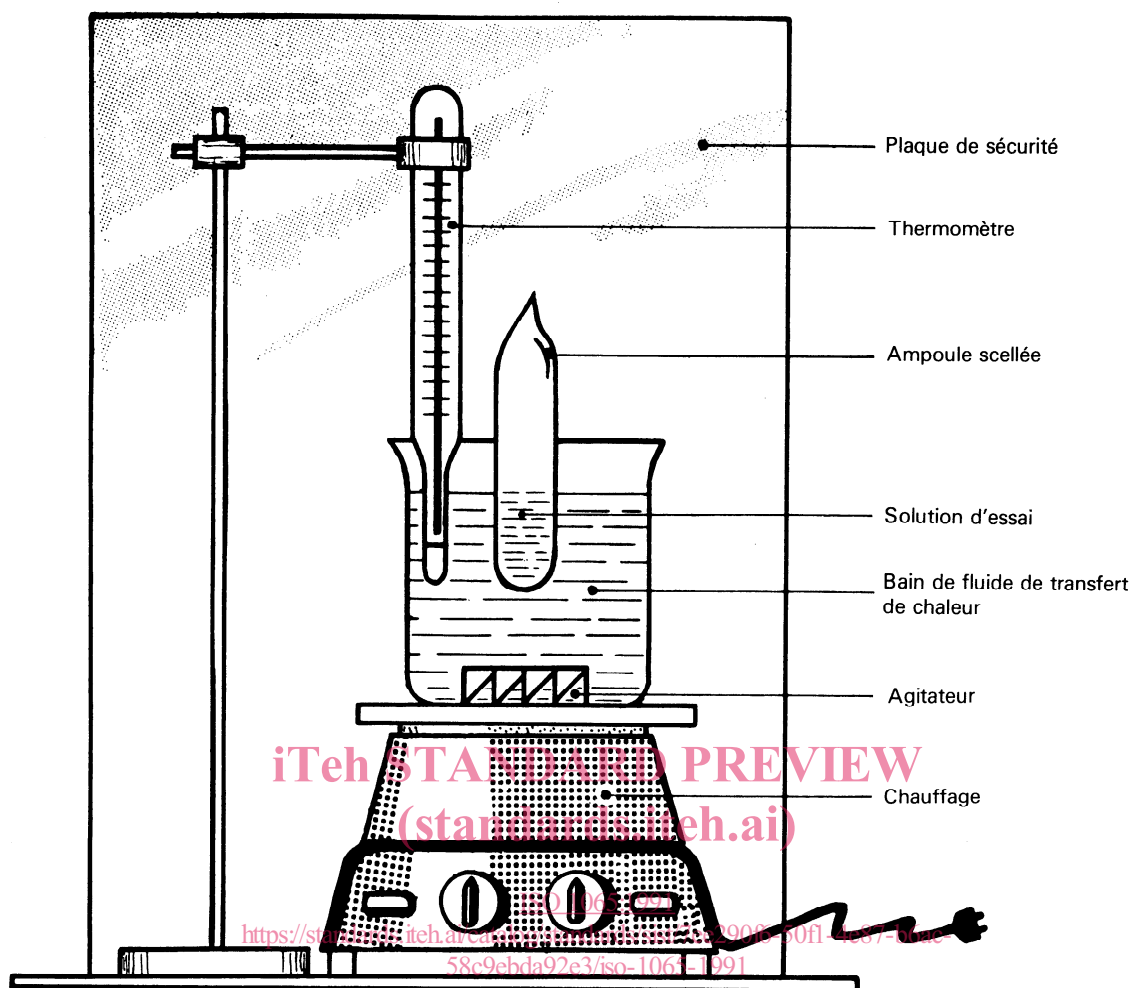


Figure 1 — Schéma de l'appareillage utilisé pour la méthode C

8.4 Méthode D (Le trouble se produit à une température comprise entre 10 °C et 90 °C)

8.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 1 g de l'échantillon pour laboratoire (article 7).

8.4.2 Détermination

Introduire la prise d'essai (8.4.1) dans la fiole conique (6.1). Ajouter 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2), mesurés à l'aide de l'éprouvette graduée (6.3). Agiter jusqu'à dissolution de la prise d'essai, puis ajouter de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) jusqu'à 100 ml.

Introduire 15 ml de cette solution dans le tube à essais (6.5). Disposer le thermomètre (6.2) dans le tube, placer celui-ci dans le bécher (6.4) et chauffer à l'aide de l'appareil (6.8) 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. La température de la solution ne doit, à aucun moment, dépasser de plus de 10 °C la température correspondant à l'apparition de l'opacité. Laisser refroidir lentement en continuant à agiter. Noter la température pour laquelle l'opacité de la solution se désintègre par suite de la disparition des bandes opaques dans le liquide.

NOTE 7 Le liquide peut rester soit limpide, soit opalescent, suivant la nature des produits non ioniques et la pureté des matières utilisées pour leur préparation (voir article 3, note 2).

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

8.5 Méthode E (Le trouble se produit dans le cas de la méthode D à une température supérieure à 90 °C)

8.5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 1 g de l'échantillon pour laboratoire (article 7).

8.5.2 Détermination

Introduire la prise d'essai (8.5.1) dans la fiole conique (6.1). Ajouter 100 ml de la solution calcique de butanol-1 (5.3), mesurés à l'aide de l'éprouvette graduée (6.3). Agiter jusqu'à dissolution ou dispersion de la prise d'essai.

Opérer alors comme prescrit dans la méthode D (voir 8.4.2, à partir du deuxième alinéa).

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 précisant le milieu dans lequel le mesurage a été effectué.

EXEMPLES

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: ...

Température de trouble à 10 g/l en solution dans l'acide chlorhydrique à 1,0 mol/l: ...

Température de trouble à 10 g/l en solution dans l'eau de dureté calcique 40 mg d'ions Ca^{2+} par litre, en présence de butanol-1: ...

10 Fidélité

10.1 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.

10.2 Reproductibilité

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

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- référence à la présente Norme internationale et à la méthode utilisée, par exemple «ISO 1065, méthode A»;
- milieu dans lequel le mesurage a été effectué;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou facultatives.