
NORME INTERNATIONALE



1104

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

Agents de surface — Alkylarylsulfonates de sodium techniques (excepté ceux dérivant du benzène) — Méthode d'analyse

*Surface active agents — Technical sodium alkylarylsulphonates (excluding benzene derivatives) —
Methods of analysis*

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1977-11-01 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 1104:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a0bd74b6-d524-4528-b361-f0879e63b9f9/iso-1104-1977>

CDU 661.185 : 543

Réf. n° : ISO 1104-1977 (F)

Descripteurs : agent de surface, alkylarène sulfonate de sodium, analyse chimique, dosage, eau, pH, alcalinité, acidité, sulfite de sodium, soufre, 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 1104 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1975.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 1104:1977](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suisse
Belgique	Italie	Turquie
Bésil	Japon	U.R.S.S.
Canada	Mexique	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	
Espagne	Pays-Bas	

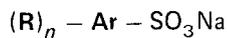
Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1104-1969, dont elle constitue une révision technique.

Agents de surface — Alkylarylsulfonates de sodium techniques (excepté ceux dérivant du benzène) — Méthode d'analyse

0 INTRODUCTION

Les alkylarylsulfonates de sodium répondant à la formule générale



sont utilisés comme agents de surface sur une vaste échelle. Ce sont des sels de sodium d'acides alkylarylsulfoniques où le radical aliphatique saturé **R** peut avoir une longueur de chaîne moyenne d'environ 12 atomes de carbone; *n* peut être égal à 1, 2 ou 3, et **Ar** est un reste aromatique dérivant soit du toluène, soit du naphthalène.

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'analyse des alkylarylsulfonates 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 la teneur en produits extractibles à l'éther de pétrole.
- Détermination de la teneur en alkylarylsulfonates de sodium.
- Détermination de la teneur en sulfite de sodium.
- Détermination de la teneur en sulfate de sodium.
- Détermination de la teneur en chlorure de sodium.

Elle établit en outre, dans les annexes

- A : un schéma général de l'analyse;
- B : une méthode rapide de détermination de la teneur en alkylarylsulfonates de sodium.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale s'applique aux alkylarylsulfonates de sodium techniques en pâte ou en poudre, exempts de tout produit étranger à leur fabrication, à l'exclusion des alkylbenzène sulfonates de sodium.

Elle ne s'applique pas aux produits liquides, car ceux-ci contiennent le plus souvent soit des solvants, soit des adjuvants, soit les deux, qui interfèrent avec la marche de l'analyse fixée par la présente Norme internationale.

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

ISO 4317, *Agents de surface — Détermination de la teneur en eau — Méthode de Karl Fischer.*

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

Préparer et conserver un échantillon pour laboratoire de 300 g environ selon les prescriptions de l'ISO 607.

5 PRINCIPE GÉNÉRAL³⁾

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

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

2) En préparation.

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

Sur une partie aliquote du liquide hydroalcoolique résiduaire, séparation par relargage, après dilution convenable au moyen de propanol-2 et après saturation au moyen de carbonate de sodium anhydre de la solution propanolique, des alkylarylsulfonates 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 la teneur en sulfite de sodium;
- 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 1 % (m/m) de l'échantillon pour laboratoire.

6.2 Détermination de la teneur en eau

En fonction de la teneur en eau du produit, effectuer la détermination selon l'une des deux méthodes suivantes :

- a) la méthode de Karl Fischer, applicable aux produits ayant moins de 10 % (m/m) d'eau;
- b) la méthode par entraînement azéotropique, applicable seulement aux produits ayant plus de 5 % (m/m) d'eau.

6.2.1 Méthode de Karl Fischer

Effectuer la détermination de la teneur en eau selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4317.

6.2.2 Méthode par entraînement azéotropique

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 la teneur en produits extractibles à l'éther de pétrole

6.4.1 Introduction

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

6.4.2 Principe

Extraction des produits spécifiés en 6.4.1, 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.

6.4.3 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.

6.4.3.1 Sulfate de sodium, anhydre.

6.4.3.2 Propanol-2, solution à 98 % (V/V).

6.4.3.3 Propanol-2, solution à 15 % (V/V).

6.4.3.4 Éther de pétrole, distillant entre 40 et 60 °C.

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

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

6.4.3.6 Chlorure de sodium, solution à 200 g/l.

6.4.3.7 Phénolphthaléine, solution à 1 g/l dans de l'éthanol.

6.4.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

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

6.4.4.2 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 (6.4.4.1).

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

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

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

6.4.4.6 Fiole jaugée, de capacité 500 ml, à bouchon en verre rodé, conforme à l'ISO 1042.

6.4.5 Mode opératoire

6.4.5.1 PRISE D'ESSAI

Peser, à 0,01 g près, dans un bécher de 250 ml, une quantité de l'échantillon pour laboratoire, telle qu'elle contienne 6 g environ d'alkylarylsulfonates de sodium.

6.4.5.2 DÉTERMINATION

Dissoudre la prise d'essai (6.4.5.1) avec 100 ml d'eau, au besoin en chauffant, mais sans dépasser la température de 50 °C.

Vérifier que la solution est faiblement alcaline à la solution de phénolphthaléine (6.4.3.7) et, éventuellement, alcaliniser à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (6.4.3.5) jusqu'à virage au rose pâle de l'indicateur. Transvaser quantitativement dans l'une des ampoules à décanter (6.4.4.4) et ajouter 40 ml de la solution de propanol-2 (6.4.3.2).

Effectuer, en se servant alternativement de deux ampoules à décanter, cinq extractions avec chaque fois 50 ml de l'éther de pétrole (6.4.3.4).

Effectuer les extractions en agitant vigoureusement et en laissant bien décanter entre chaque opération. Conserver les deux phases après les extractions.

Réunir les phases hydrocarbonées dans la troisième ampoule à décanter (6.4.4.4) et les laver quatre fois avec chaque fois 40 ml de la solution de propanol-2 (6.4.3.3). Décanter. En cas d'émulsion au cours de l'opération de lavage, ajouter la solution de chlorure de sodium (6.4.3.6), par fractions de 5 ml, en agitant chaque fois et en laissant décanter ensuite, jusqu'à rupture de l'émulsion et décantation complète. Généralement, une addition de 5 ml suffit.

Réunir la solution de propanol-2 de lavage à la solution hydroalcoolique résiduaire, après les extractions à l'éther de pétrole.

Transvaser quantitativement les couches hydrocarbonées, réunies dans la troisième ampoule à décanter, dans la fiole conique (6.4.4.5) contenant 10 g environ du sulfate de sodium (6.4.3.1). Agiter durant 3 min au moins, puis laisser reposer durant 5 min environ.

Introduire quantitativement l'ensemble du liquide hydroalcoolique résiduaire dans la fiole jaugée (6.4.4.6). Rincer chacune des trois ampoules trois fois avec chaque fois 20 ml de la solution de propanol-2 (6.4.3.3).

Ajouter les liquides de rinçage au liquide hydroalcoolique contenu dans la fiole jaugée, compléter au volume avec la solution de propanol-2 (6.4.3.3).

Cette solution, L₁, sert à la détermination de la teneur en alkylarylsulfonates de sodium.

Pour en revenir à la couche hydrocarbonée, la filtrer à travers un filtre en papier à filtration rapide dans le ballon (6.4.4.1) contenant quelques billes en verre, préalablement taré. Laver la fiole conique, le sulfate de sodium et le filtre avec 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 (6.4.4.2) et le réfrigérant (6.4.4.3), et distiller au bain d'eau bouillante. Après distillation (si l'on constate la présence d'eau dans l'extrait à l'éther de pétrole, reprendre par de l'éther de pétrole, filtrer et répéter l'opération), laisser refroidir et éliminer, sous une pression réduite à 2 kPa (15 mmHg environ) à 30 °C, les dernières traces de solvant jusqu'à ce que les résultats de deux pesées successives, effectuées à 20 min d'intervalle, ne diffèrent plus que par le troisième chiffre significatif.

NOTE — Si l'on ne constate la présence que de très peu d'eau (sous forme de gouttelettes) dans l'extrait, on peut essayer de l'éliminer en ajoutant 3 ml environ d'acétone, et en répétant l'évaporation du solvant, comme cela vient d'être indiqué.

6.4.6 Expression des résultats

6.4.6.1 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 (6.4.5.1);

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

6.4.6.2 REPRODUCTIBILITÉ

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

6.5 Détermination de la teneur en alkylarylsulfonates de sodium

6.5.1 Principe

Addition de propanol-2 à une partie aliquote du liquide hydroalcoolique L₁ provenant du précédent dosage (voir 6.4.5.2), et saturation à environ 45 à 50 °C par du carbonate de sodium.

Relargage des alkylarylsulfonates de sodium et passage en solution dans le propanol-2 qui se sépare.

Isolement, par évaporation du solvant, des alkylarylsulfonates de sodium.

6.5.2 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.

6.5.2.1 Carbonate de sodium, anhydre.

6.5.2.2 Dioxanne-1,4.

6.5.2.3 Propanol-2, solution à 98 % (V/V).

6.5.2.4 Acide sulfurique, solution titrée 0,1 N.

6.5.2.5 Phénolphthaléine, solution à 1 g/l dans de l'éthanol.

6.5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.5.3.1 Deux cristallisoirs, de diamètre 80 mm et de capacité 200 ml.

6.5.3.2 Fiole jaugée, de capacité 250 ml, conforme à l'ISO 1042.

6.5.3.3 Fiole conique, de capacité 250 ml, à bouchon en verre rodé, conforme à l'ISO 1773.

6.5.3.4 Ampoule à décanter, de capacité 250 ml, conforme à l'ISO 4800.

6.5.3.5 Entonnoir conique, à plaque filtrante en verre fritté, de porosité P40 (diamètre des pores compris entre 16 et 40 µm).

6.5.3.6 Étuve, réglable entre 100 et 105 °C.

6.5.3.7 Pipettes, de capacité 50 et 100 ml, conformes à l'ISO 648.

6.5.4 Mode opératoire

6.5.4.1 PRISE D'ESSAI

Dans le liquide hydroalcoolique L₁ provenant du précédent dosage (voir 6.4.5.2), prélever, à l'aide de l'une des pipettes (6.5.3.7), 100 ml et les introduire dans la fiole conique (6.5.3.3).

6.5.4.2 DÉTERMINATION

Ajouter, à la prise d'essai (6.5.4.1), 70 ml de la solution de propanol-2 (6.5.2.3). Tiédir au bain d'eau de 45 à 50 °C. Ajouter, par fractions de 4 à 5 g et tout en agitant, du carbonate de sodium (6.5.2.1) jusqu'à refus de dissolution (30 à 35 g de carbonate de sodium suffisent généralement).

Boucher la fiole conique et agiter énergiquement durant 5 min, tout en maintenant la température de la masse voisine de 45 à 50 °C. Laisser ensuite les phases se séparer à cette température. En cas de mauvaise séparation, ajouter 2 ml du dioxanne-1,4 (6.5.2.2).

Laisser refroidir, sans agiter, durant 2 h à 30 °C. Il convient de ne pas descendre au-dessous de cette température afin d'éviter une cristallisation du carbonate de sodium lors du transfert dans l'ampoule à décanter (6.5.3.4), ce qui rend toute séparation très difficile. Pour la même raison, il convient également de préchauffer l'ampoule à décanter à une température comprise entre environ 40 et 50 °C, avant d'y transvaser le contenu de la fiole conique.

Transvaser les phases liquides dans l'ampoule à décanter. Soutirer la couche inférieure aqueuse. Rincer le dépôt de la fiole conique deux fois avec chaque fois 20 ml de la solution de propanol-2 et ajouter les liquides de rinçage au contenu de l'ampoule à décanter.

Le cas échéant, éliminer soigneusement toute phase aqueuse qui se serait séparée et transvaser la couche propanolique dans la fiole jaugée (6.5.3.2), en filtrant au besoin sur l'entonnoir filtrant (6.5.3.5). Laver l'entonnoir et l'ampoule à décanter avec de la solution de propanol-2, ajouter les liquides de rinçage au contenu de la fiole jaugée et compléter au volume avec de la solution de propanol-2.

À l'aide de l'une des pipettes (6.5.3.7) de 50 ml, introduire, dans chacun des deux cristallisoirs (6.5.3.1) préalablement tarés, 50 ml exactement de l'extrait propanolique.

Évaporer presque jusqu'à siccité au bain d'eau bouillante et sous une hotte; à l'aide de la pipette, introduire de nouveau, dans chacun des cristallisoirs, 50 ml de l'extrait propanolique. Évaporer de nouveau jusqu'à siccité au bain d'eau bouillante et sous la hotte, puis sécher dans l'étuve (6.5.3.6) réglée à une température comprise entre 100 et 105 °C jusqu'à ce que les résultats de deux pesées successives, effectuées à 30 min d'intervalle, ne diffèrent plus que par le troisième chiffre significatif.

Reprendre l'un des deux résidus obtenus 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 sodium éventuellement entraîné pendant l'extraction, par titrage avec la solution d'acide sulfurique (6.5.2.4), en présence de la solution de phénolphthaléine (6.5.2.5) 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.

6.5.5 Expression des résultats

6.5.5.1 MODE DE CALCUL

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

$$\left(\frac{m_1 + m_2}{2} \right) \times \left(1 - \frac{0,010\ 6\ V_0 + 0,005\ 85\ V_1}{m_2} \right) \times \frac{250}{100} \times \frac{500}{100} \times \frac{100}{m_0} = \left(\frac{m_1 + m_2}{2} \right) \times \left(1 - \frac{0,010\ 6\ V_0 + 0,005\ 85\ V_1}{m_2} \right) \times \frac{1\ 250}{m_0}$$

où

*m*₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.4.5.1);

*m*₁ est la masse, en grammes, du premier résidu obtenu;

*m*₂ est la masse, en grammes, du second résidu obtenu;

*V*₀ est le volume, en millilitres, de la solution d'acide sulfurique (6.5.2.4), utilisé pour la détermination de la teneur en carbonate de sodium;

*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).

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

6.5.5.2 REPRODUCTIBILITÉ

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

NOTE — En ce qui concerne un contrôle des valeurs obtenues précédemment (teneur du produit en alkylarylsulfonates de sodium), voir annexe B.

6.6 Détermination de la teneur en sulfite de sodium

6.6.1 Principe

Titrage iodométrique d'une solution aqueuse.

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 Acide chlorhydrique, solution 0,1 N environ.

6.6.2.2 Iode, solution titrée 0,1 N.

6.6.2.3 Thiosulfate de sodium, solution titrée 0,1 N.

6.6.2.4 Empois d'amidon.

6.6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.6.3.1 Pipette, de capacité 25 ml, conforme à l'ISO 648.

6.6.3.2 Fiole conique, de capacité 500 ml, conforme à l'ISO 1773.

6.6.4 Mode opératoire

6.6.4.1 PRISE D'ESSAI

Peser, à 0,001 g près, dans un bécher de 250 ml, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire.

6.6.4.2 DÉTERMINATION

Dissoudre la prise d'essai (6.6.4.1) avec 100 ml d'eau, au besoin en chauffant, mais sans dépasser la température de 50 °C.

À l'aide de la pipette (6.6.3.1), introduire, dans la fiole conique (6.6.3.2), 25 ml de la solution d'iode (6.6.2.2) et acidifier avec 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.6.2.1). Agiter et introduire la prise d'essai dissoute; agiter et titrer aussitôt en retour avec la solution de thiosulfate de sodium (6.6.2.3), en présence de l'empois d'amidon (6.6.2.4) comme indicateur.

6.6.4.3 ESSAI À BLANC

Dans les mêmes conditions opératoires que celles de la détermination, effectuer un essai à blanc en omettant la prise d'essai.

6.6.5 Expression des résultats

6.6.5.1 MODE DE CALCUL

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

$$(V_0 - V_1) \times 0,006\,304 \times \frac{100}{m_0}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (6.6.2.3), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (6.6.2.3), utilisé pour la détermination;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.6.4.1).

NOTE — Si les solutions titrées employées n'avaient pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée devrait être appliquée.

6.6.5.2 REPRODUCTIBILITÉ

La différence entre les résultats obtenus sur le même échantillon, dans deux laboratoires différents, ne devrait pas dépasser 0,2 %.

NOTE — Si la teneur en sulfite de sodium est inférieure à 0,1 % (m/m), indiquer «traces».

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.

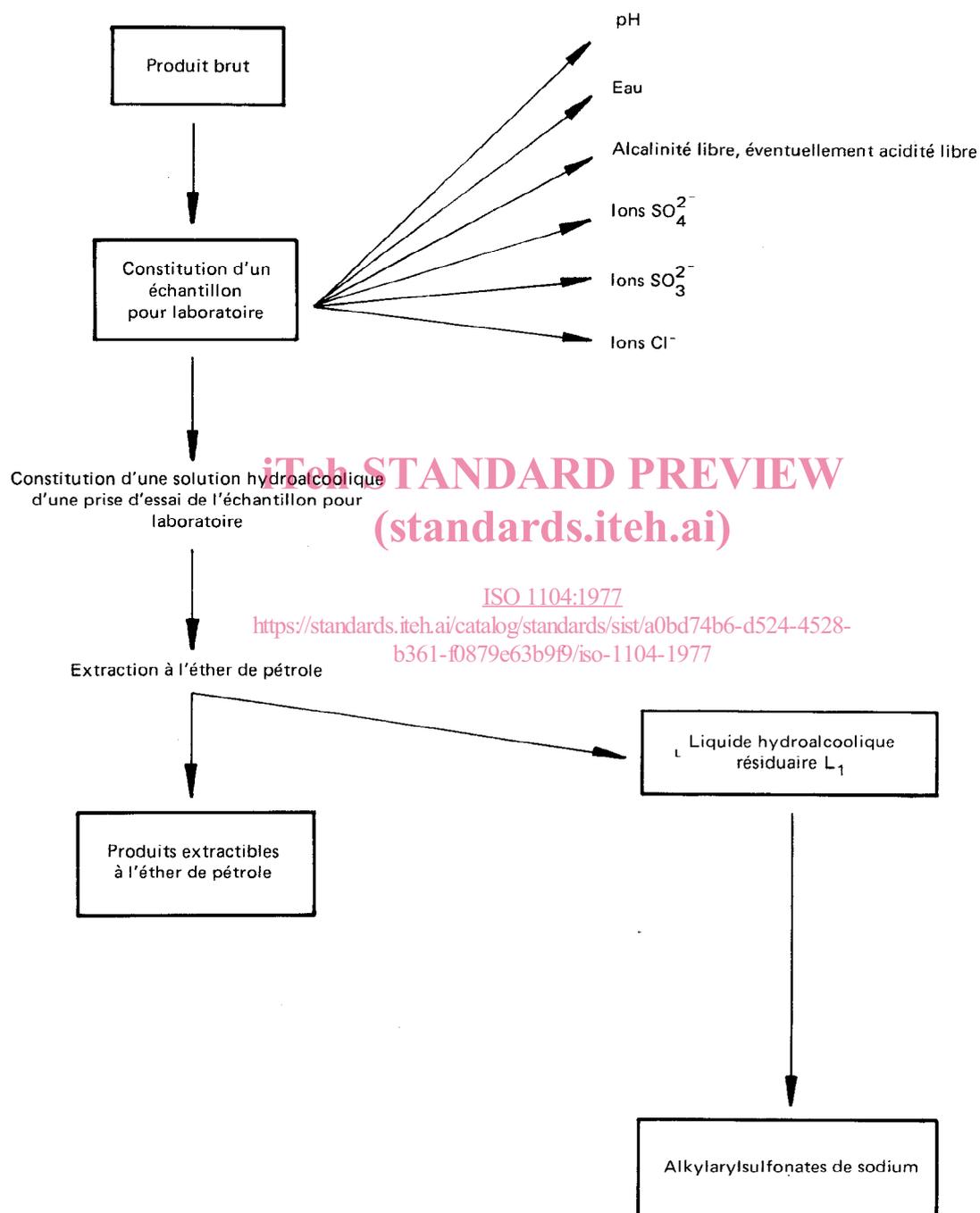
7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée (référence de 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 facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

ANNEXE A

SCHÉMA GÉNÉRAL DE L'ANALYSE



ANNEXE B

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN ALKYLARYLSULFONATES DE SODIUM
(Méthode dite rapide)

B.0 NOTE PRÉLIMINAIRE

Après accord entre les parties intéressées, on pourra utiliser, pour la détermination de la teneur en alkylarylsulfonates de sodium, la marche analytique plus rapide suivante.

B.1 PRINCIPE

Le principe reste le même que celui énoncé en 6.5.1. Seul le mode opératoire varie.

B.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.

B.2.1 Carbonate de sodium, anhydre.

B.2.2 Dioxanne-1,4.

B.2.3 Propanol-2, solution à 98 % (V/V).

B.2.4 Acide sulfurique, solution titrée 0,1 N.

B.2.5 Phénolphaléine, solution à 1 g/l dans de l'éthanol.

B.3 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

B.3.1 Éprouvette graduée, de capacité 250 ml, avec bouchon en verre rodé, conforme à l'ISO 4788.

B.3.2 Pipettes, de capacité 25 et 100 ml, conformes à l'ISO 648.

B.3.3 Deux capsules antigripantes, de capacité 75 ml.

B.4 MODE OPÉRATOIRE**B.4.1 Prise d'essai**

Dans le liquide hydroalcoolique L_1 provenant du dosage des produits extractibles à l'éther de pétrole (voir 6.4.5.2), prélever, à l'aide de l'une des pipettes (B.3.2), 100 ml et les introduire dans l'éprouvette graduée (B.3.1).

B.4.2 Détermination

Ajouter, à la prise d'essai (B.4.1), 70 ml de la solution de propanol-2 (B.2.3) et placer l'éprouvette dans un bain d'eau réglé à une température comprise entre 45 et 50 °C. Ajouter, par fractions de 4 à 5 g et tout en agitant, du carbonate de sodium (B.2.1) jusqu'à refus de dissolution (30 à 35 g de carbonate de sodium suffisent généralement).

Fermer l'éprouvette, l'agiter vigoureusement et la replacer dans le bain d'eau à une température comprise entre 45 et 50 °C. Laisser ensuite les phases se séparer à cette température. En cas de mauvaise séparation, ajouter 2 ml du dioxanne-1,4 (B.2.2).

Laisser refroidir, sans agiter, durant 2 h à la température ambiante.

Lire le volume de la couche alcoolique supérieure dans l'éprouvette graduée.

Prélever, à l'aide de l'une des pipettes (B.3.2), 25 ml de cette couche, au cœur de la solution.

Si la solution présente un trouble, filtrer sur papier directement dans l'une des capsules antigripantes (B.3.3), préalablement tarées toutes les deux. Laver le filtre avec de la solution de propanol-2 (B.2.3).

Si la solution est limpide, verser directement les 25 ml dans la capsule.

Répéter la même opération pour l'autre capsule antigripante.

Évaporer le solvant au bain d'eau bouillante et sécher dans une étuve réglée à une température comprise entre 100 et 105 °C jusqu'à ce que les résultats de deux pesées successives, effectuées à 15 min d'intervalle, ne diffèrent plus que par le troisième chiffre significatif.

Reprendre l'un des deux résidus obtenus par de l'eau, en chauffant au besoin légèrement, afin d'obtenir une dissolution complète. Doser le carbonate de sodium entraîné pendant l'extraction, par titrage avec la solution d'acide sulfurique (B.2.4), en présence de la solution de phénolphaléine (B.2.5) comme indicateur.

B.5 EXPRESSION DES RÉSULTATS**B.5.1 Mode de calcul**

La teneur en alkylarylsulfonates de sodium est donnée,