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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Surface active agents — Detergents — Determination of anionic-active matter by
manual or mechanical direct two-phase titration procedure*

ISO 2271:1989

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3190aa6-ef45-41a1-8e9b-
ca938515b387/iso-2271-1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3190aa6-ef45-41a1-8e9b-ca938515b387/iso-2271-1989)



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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2271 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3190aa6-ef45-41a1-8e9b-ca938515b387/iso-2271-1989>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2271 : 1972), dont elle constitue une révision mineure.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode manuelle ou mécanique pour la détermination de la teneur en matière active anionique contenue dans les détergents.

La méthode est applicable à la matière active à l'état solide ou en solution aqueuse. La masse moléculaire relative de la matière active anionique doit être connue.

La méthode n'est pas applicable si des agents de surface cationiques sont présents.

La méthode manuelle est effectivement applicable pour la détermination de la teneur en alkylbenzène sulfonates, alcane-sulfonates, sulfates et hydroxysulfates, alkylphénol sulfates, éthoxy- et méthoxysulfates d'alcools gras et dialkylsulfosuccinates et en autres matières actives contenant un groupe hydrophile par molécule.

La méthode mécanique peut être applicable à l'ensemble des produits mentionnés dans la mesure où elle donne des résultats comparables à ceux obtenus avec la méthode manuelle.

NOTE — Les sulfonates à faible masse moléculaire relative, présents sous forme d'hydrotrope (toluène, xylène) n'interfèrent pas si leur teneur par rapport aux matières actives est inférieure ou égale à 15 % (*m/m*). À une plus grande teneur, il convient d'étudier leur influence dans chaque cas particulier.

Le savon, l'urée et les sels de l'acide (éthylène dinitrilo)tétraacétique n'interfèrent pas.

En présence d'agents de surface non ioniques, leur influence doit être étudiée pour chaque cas particulier.

Les composants minéraux types des détergents, tels que chlorure de sodium, sulfate, borate, tripolyphosphate, perborate, silicate, etc., ne gênent pas; mais les agents blanchissants autres que le perborate doivent être détruits avant l'analyse, et l'échantillon doit être complètement soluble dans l'eau.

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 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

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

ISO 648 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

3 Principe

Détermination, dans un milieu composé de deux phases eau-chloroforme, de la teneur en matière active anionique par titrage à l'aide d'une solution titrée de matière active cationique (chlorure de benzéthonium), en présence d'un indicateur qui est un mélange de colorant cationique (bromure de dimidium) et de colorant anionique (Bleu acide 1).

NOTE — Le processus chimique est le suivant : la matière active anionique forme, avec le colorant cationique, un sel qui se dissout dans le chloroforme, auquel il confère une coloration rouge-rosée.

Au cours du titrage, le chlorure de benzéthonium déplace de ce sel le bromure de dimidium, et celui-ci passe dans la phase aqueuse en quittant la phase chloroformique qui perd sa coloration rose. Un excès de chlorure de benzéthonium conduit à la formation, avec le colorant anionique, d'un sel qui se dissout dans le chloroforme, auquel il confère une coloration bleue.

4 Réactifs

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

4.1 Chloroforme, ρ_{20} 1,48 g/ml, intervalle de distillation 59,5 °C à 61,5 °C.

4.2 Acide sulfurique, solution à environ 245 g/l.

Ajouter avec précaution 134 ml d'acide sulfurique, ρ_{20} 1,83 g/ml, à 300 ml d'eau et diluer à 1 litre.

4.3 Acide sulfurique, solution titrée, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1,0 \text{ mol/l}$.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 1,0 \text{ mol/l}$.

4.5 Laurylsulfate de sodium (Dodécylsulfate de sodium) $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}]$, solution titrée, $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}) = 0,004 \text{ mol/l}$.

Contrôler la pureté du laurylsulfate de sodium et simultanément préparer la solution titrée.

4.5.1 Contrôle de la pureté du laurylsulfate de sodium

Peser, à 1 mg près, 5 g \pm 0,2 g du produit dans un ballon de 250 ml à fond rond, muni d'un col rodé. Ajouter exactement 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3) et porter à ébullition à reflux. Durant les premières 5 min à 10 min, la solution s'épaissit et tend à mousser fortement; y remédier en arrêtant le chauffage et en agitant le ballon.

Pour éviter la formation abondante de mousse, au lieu de porter à ébullition, laisser sur un bain d'eau bouillante durant 60 min.

Après une nouvelle période de 10 min, la solution se clarifie et la mousse disparaît. Chauffer de nouveau à reflux durant 90 min.

Arrêter ensuite le chauffage, refroidir le ballon et rincer soigneusement le réfrigérant, d'abord avec 30 ml d'éthanol, puis avec de l'eau.

Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.7) et titrer la solution avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.4).

Effectuer un essai à blanc, en titrant 25 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3) avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.4).

Calculer la pureté, τ , exprimée en pourcentage en masse, du laurylsulfate de sodium à l'aide de la formule

$$\frac{28,84(V_1 - V_0)c_0}{m_1}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) utilisé pour la prise d'essai du laurylsulfate de sodium à contrôler;

c_0 est la concentration réelle, exprimée en moles de NaOH par litre, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4);

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai de laurylsulfate de sodium utilisée pour le contrôle de pureté.

4.5.2 Solution titrée de laurylsulfate de sodium

Peser, à 1 mg près, 1,14 g à 1,16 g de laurylsulfate de sodium et le dissoudre dans 200 ml d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.3), munie de son bouchon en verre rodé, et compléter au volume avec de l'eau.

Calculer la concentration réelle, c_2 , exprimée en moles de $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ par litre, de la solution ainsi obtenue à l'aide de la formule

$$\frac{m_2 \tau}{288,4 \times 100}$$

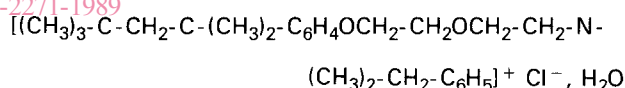
où

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai de laurylsulfate de sodium utilisée pour la préparation de la solution;

τ a la même signification qu'en 4.5.1.

4.6 Chlorure de benzéthonium¹⁾, solution titrée, $c(\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2) = 0,004 \text{ mol/l}$.

Chlorure de benzyldiméthyl[(4-tétraméthyl-1,1,3,3 butyl)-2 phénoxy-éthoxy]-2 éthyl ammonium, monohydraté:



4.6.1 Préparation de la solution

Peser, à 1 mg près, 1,75 g à 1,85 g de chlorure de benzéthonium et le dissoudre dans de l'eau.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.3), munie de son bouchon en verre rodé, et compléter au volume avec de l'eau.

NOTE — Pour obtenir une solution à 0,004 mol/l, peser, à 1 mg près, 1,792 g de chlorure de benzéthonium préalablement séché à 105 °C et refroidi en dessiccateur, le dissoudre dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

Les essais effectués conduisent à penser que d'autres réactifs cationiques, tels que le bromure de céthyl triméthyl ammonium et le chlorure de benzalkonium, mènent à des résultats identiques à ceux qu'on obtient avec le chlorure de benzéthonium. Toutefois, ces essais n'ont pas été conduits en nombre suffisant pour qu'il soit possible d'affirmer que les résultats seront identiques quel que soit le produit analysé; c'est pourquoi, si l'on ne dispose pas de chlorure de benzéthonium, il est possible d'utiliser un autre réactif, à condition de le préciser dans le

1) Hyamine 1622 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

rapport d'essai. En outre, en cas de doute, et dans tous les cas s'il y a litige, seule la méthode au chlorure de benzéthonium fera foi.

4.6.2 Étalonnage de la solution

Prélever, à l'aide d'une pipette (5.4), 25 ml de la solution titrée de laurylsulfate de sodium (4.5), les introduire dans un flacon ou une éprouvette graduée (5.1) ou le récipient de titrage (5.5), ajouter 10 ml d'eau, 15 ml de chloroforme (4.1) et 10 ml de la solution d'indicateur mixte (4.8).

Titre avec la solution de chlorure de benzéthonium (4.6.1). Après chaque addition, si l'on utilise un flacon ou une éprouvette graduée (5.1), boucher le récipient et bien agiter; si l'on utilise le récipient de titrage avec agitateur (5.5), mettre en route l'agitateur durant au moins 4 s et ensuite l'arrêter. La couche inférieure deviendra rose. Poursuivre le titrage en agitant vigoureusement à la main (dans la méthode utilisant 5.1) ou en agitant avec l'agitateur (dans la méthode utilisant 5.5). Lorsqu'on approche du virage, les émulsions formées pendant l'agitation tendent à se briser facilement. Poursuivre le titrage, goutte à goutte et en agitant après chaque ajout, jusqu'au point final. Celui-ci est atteint lorsque la couleur rose a complètement disparu du chloroforme, qui prend alors une teinte gris-bleu pâle.

4.6.3 Calcul de la concentration

Calculer la concentration réelle, c_1 , exprimée en moles de $C_{27}H_{42}ClNO_2$ par litre, de la solution de chlorure de benzéthonium à l'aide de la formule

$$\frac{c_2 \times 25}{V_2}$$

où

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure de benzéthonium utilisé pour le titrage en 4.6.2;

c_2 a la même signification qu'en 4.5.2.

4.7 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 10 g/l.

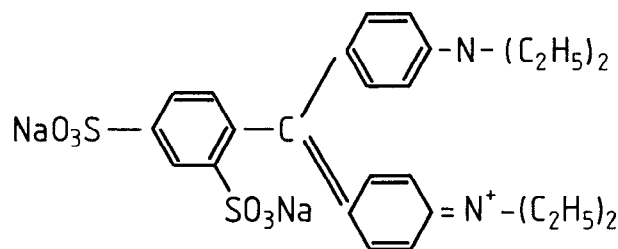
Dissoudre 1 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

4.8 Indicateur mixte, solution.¹⁾

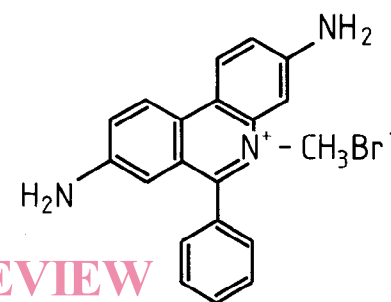
4.8.1 Solution mère

Cette solution doit être préparée à partir de Bleu acide 1 et de bromure de dimidium.

4.8.1.1 Bleu acide 1²⁾ (Colour Index 42045) (Sel disodique de l'acide disulfonique-2,4 dinitrilotriéthyl-4',4'' triphénylméthane):



4.8.1.2 Bromure de dimidium (Bromure de diamino-3,8 méthyl-5 phényl-6 phénanthridinium):



4.8.1.3 Préparation de la solution mère

Peser, à 1 mg près, 0,5 g \pm 0,005 g du bromure de dimidium (4.8.1.2) dans un bécher de 50 ml, et 0,25 g \pm 0,005 g du Bleu acide 1 (4.8.1.1) dans un second bécher de 50 ml.

Ajouter 20 ml à 30 ml d'une solution chaude d'éthanol à 10 % (V/V), au contenu de chaque bécher.

Agiter jusqu'à dissolution et transvaser les solutions dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer les béchers avec la solution d'éthanol, en recueillant les liquides de rinçage dans la fiole jaugée, puis compléter au volume avec la solution d'éthanol.

4.8.2 Solution acide

Ajouter, à 20 ml de la solution mère (4.8.1), 200 ml d'eau dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 20 ml de la solution d'acide sulfurique à environ 245 g/l (4.2), mélanger et compléter au volume avec de l'eau. Conserver à l'obscurité.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

5.1 Flacons ou éprouvettes graduées, de 100 ml de capacité, muni(els) de bouchons en verre rodés.

1) Cet indicateur mixte est livré dans le commerce sous forme de solution basique, qui doit être acidifiée et diluée avant son utilisation.

2) Bleu acide 1, Bleu VS et Bleu disulfite VN 150 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

5.2 Burettes, de 25 ml et 50 ml de capacité respective, conformes aux prescriptions de l'ISO 385-1, classe A.

5.3 Fioles jaugées à un trait, de 1 000 ml de capacité, munies de bouchons en verre rodés, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042.

5.4 Pipettes à un trait, de 25 ml de capacité, conformes aux prescriptions de l'ISO 648, classe A.

5.5 Récipient de titrage avec agitateur approprié (voir figure 1) mû par un moteur.

5.6 Burette automatique à piston à moteur pas à pas, de 20 ml de capacité et de précision semblable à celles prévues en 5.2.

6 Échantillonnage

L'échantillon pour laboratoire de détergent doit être préparé et conservé conformément aux prescriptions de l'ISO 607.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Se conformer aux consignes de sécurité relatives à la manipulation des solvants nocifs.

7.1 Prise d'essai

Peser dans un bécher de 150 ml, à 1 mg près, une quantité de l'échantillon pour laboratoire (article 6) contenant 0,003 mol à 0,005 mol de matière active anionique.

NOTE — Le tableau 1, qui a été établi sur la base d'une masse moléculaire relative de 360, peut être utilisé comme guide approximatif.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Teneur en matière active de l'échantillon % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
15	10,0
30	5,0
45	3,2
60	2,4
80	1,8
100	1,4

7.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai dans de l'eau. Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.7), et neutraliser jusqu'à teinte rose pâle, soit par la solution d'hydroxyde de sodium (4.4), soit par la solution d'acide sulfurique (4.3), selon le cas.

Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.3), munie de son bouchon en verre rodé, et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser et prélever, à l'aide d'une pipette (5.4), 25 ml de la solution ainsi obtenue, les introduire dans un flacon ou une éprouvette graduée (5.1) ou le récipient

de titrage (5.5), ajouter 10 ml d'eau, 15 ml de chloroforme (4.1) et 10 ml de la solution d'indicateur mixte (4.8).

Titrer avec la solution de chlorure de benzéthonium (4.6) conformément aux modalités prescrites en 4.6.2, à partir du deuxième alinéa.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en matière active anionique, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V_3 c_1 M_r \times 1\,000 \times 100}{m_0 \times 25 \times 1\,000} = \frac{4V_3 c_1 M_r}{m_0}$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure de benzéthonium (4.6) utilisé pour le titrage d'une partie aliquote de 25 ml de solution de matière active anionique;

M_r est la masse moléculaire relative de la matière active anionique;

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

c_1 a la même signification qu'en 4.6.3.

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité

La différence trouvée entre les résultats de deux déterminations effectuées sur le même échantillon, simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste utilisant le même appareillage, ne devrait pas dépasser 1,5 % de la valeur moyenne.

8.2.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats obtenus sur le même échantillon, dans deux laboratoires différents, ne devrait pas dépasser 3 % de la valeur moyenne.

9 Rapport d'essai

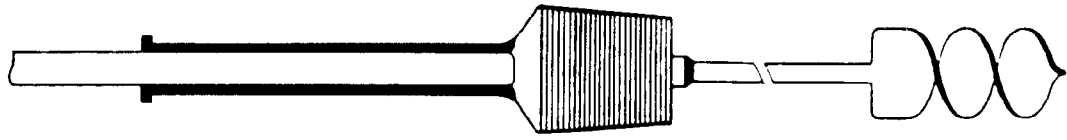
Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale et méthode manuelle ou méthode mécanique);
- les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

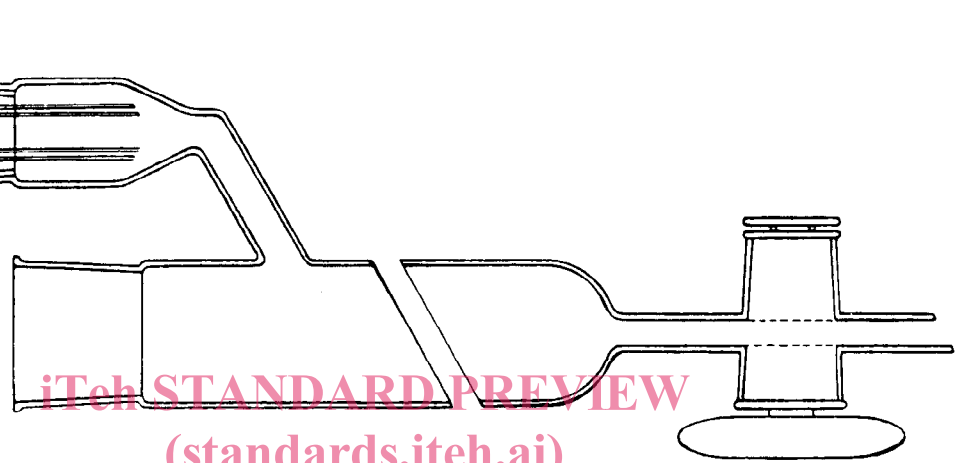
Dimensions en millimètres

Relié à un distributeur rempli de chloroforme (4.1)

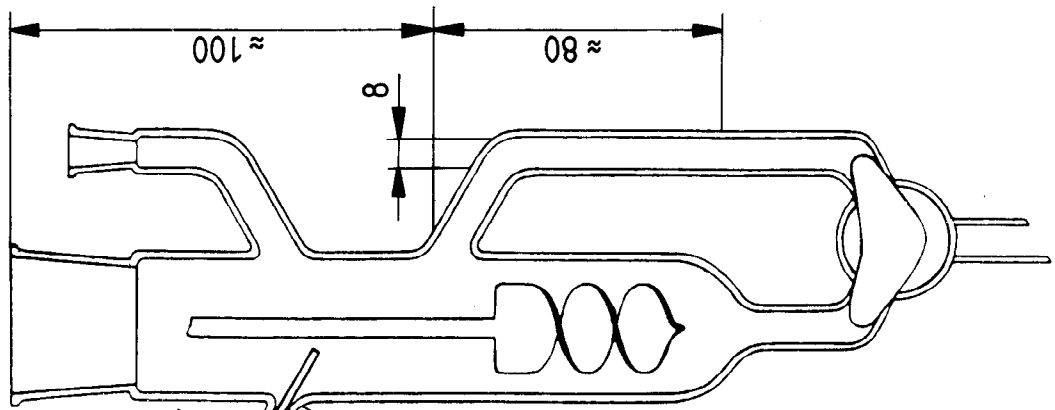
Relié à un distributeur rempli de solution d'indicateur mixte (4.8)



Agitateur en spirale



Vue de profil



Vue de face

Relié à la burette automatique (5.6) remplie de solution de chlorure de benzéthonium (4.6)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2271:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3190aa6-ef45-41a1-8e9b-ca938515b387/iso-2271-1989>

Figure 1 — Récipient de titrage (5.5)

Annexe A
(informative)

Bibliographie

- [1] REID, V. W. *et al.*, *Tenside* **9**, 1967, pp. 292-304.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2271:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3190aa6-ef45-41a1-8e9b-ca938515b387/iso-2271-1989)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3190aa6-ef45-41a1-8e9b-ca938515b387/iso-2271-1989>

CDU 661.185.22 : 543.24

Descripteurs : agent de surface, détergent, analyse chimique, dosage, matière active anionique, méthode volumétrique.

Prix basé sur 6 pages
