
**Agents de surface — Détergents —
Détermination de la teneur en matière active
cationique —**

Partie 2:

Matière active cationique à faible masse
moléculaire (entre 200 et 500)

*Surface active agents — Detergents — Determination of cationic-active
matter content —*

*Part 2: Cationic-active matter of low molecular mass (between 200
and 500)*



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 2871-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

L'ISO 2871 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active cationique*:

- *Partie 1: Matière active cationique à haute masse moléculaire*
- *Partie 2: Matière active cationique à faible masse moléculaire (entre 200 et 500)*

© ISO 1990

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 cationique —

Partie 2:

Matière active cationique à faible masse moléculaire (entre 200 et 500)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 2871 prescrit une méthode pour la détermination des matières actives cationiques à faible masse moléculaire telles que les composés monoaminés, d'oxyde d'amines, d'ammonium quaternaire et les sels d'alkylpyridinium qui contiennent une longue chaîne de 10 à 22 atomes de carbone et pas plus de 6 autres atomes de carbone dans le cation.

D'autres matières actives cationiques peuvent ainsi être déterminées.

La méthode est applicable à la matière active à l'état solide ou en solution aqueuse. La masse moléculaire relative de la matière active cationique doit être connue ou déterminée au préalable, si sa teneur est exprimée en pourcentage en masse. Si plus d'un type de matière active cationique est présent, une valeur estimée de la masse moléculaire relative moyenne peut être utilisée.

La méthode n'est pas applicable si des agents de surface anioniques ou amphotères sont présents.

NOTE 1 Les sulfonates de toluène ou xylène à faible masse moléculaire relative, présents sous forme d'hydrotropes 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.

La présence d'agents de surface non ioniques, le savon, l'urée et les sels de l'acide (éthylène dinitrilo)tétracétique, n'interfèrent pas.

Les composants minéraux types des détergents, tels que chlorure de sodium, sulfate, borate, tripoly-

phosphate, 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.

Il convient de lire la présente partie de l'ISO 2871 conjointement avec l'ISO 2271.

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 partie de l'ISO 2871. 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 partie de l'ISO 2871 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 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 2271:1989, *Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active anionique selon une méthode manuelle ou mécanique par titrage direct dans deux phases.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Principe

Titrage de la matière active cationique, dans un système biphasique eau-chloroforme, avec un agent de surface anionique étalon en présence d'un indicateur comprenant un mélange de colorants anionique et cationique.

L'agent de surface cationique présent dans l'échantillon forme un sel avec le colorant anionique, qui se dissout dans la couche chloroformique pour donner une couleur bleue. Au cours du titrage, l'agent de surface anionique déplace le colorant anionique et à la fin du titrage lui-même forme un sel avec le colorant cationique, en donnant une couleur gris-rose à la phase chloroformique.

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 conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

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

4.2 Dodécylsulfate de sodium

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

Tout en préparant la solution titrée comme décrit en 4.2.2, contrôler la pureté du dodécylsulfate de sodium solide utilisé comme décrit en 4.2.1.

4.2.1 Contrôle de la pureté du dodécylsulfate 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 d'une solution d'acide sulfurique, $c(0,5\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ mol/l, 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 d'une solution éthanolique de phénolphthaléine à 10 g/l et titrer la solution avec une solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1$ mol/l.

Effectuer un essai à blanc, en titrant 25 ml de la solution d'acide sulfurique, $c(0,5\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ mol/l, avec la solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1$ mol/l.

Calculer la pureté, τ , exprimée en pourcentage en masse, du dodécylsulfate 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 à 1 mol/l utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l utilisé pour la prise d'essai du dodécylsulfate de sodium à contrôler;

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

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai de dodécylsulfate de sodium.

4.2.2 Solution titrée de dodécylsulfate de sodium.

Peser, à 1 mg près, 1,14 g à 1,16 g de dodécylsulfate 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 dodécylsulfate de sodium utilisée pour la préparation de la solution;

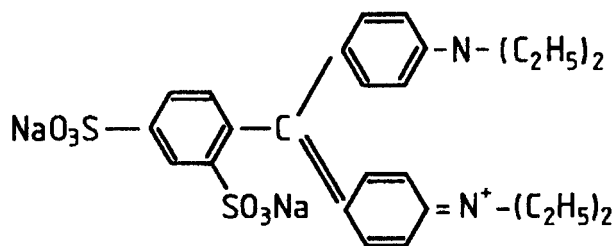
τ a la même signification qu'en 4.2.1.

4.3 Indicateur mixte, solution.¹⁾

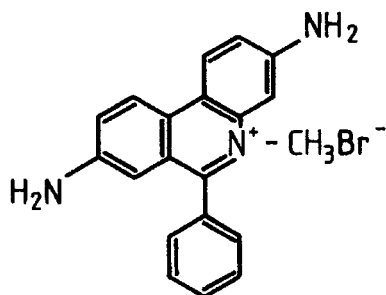
4.3.1 Solution mère.

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

4.3.1.1 Bleu acide 1²⁾ (Colour Index 42045) (Sel disodique de l'acide disulfonique-2,4 dinitrilo-diéthyl-4',4'' triphénylméthane).



4.3.1.2 Bromure de dimidium (Bromure de diamino-3,8 méthyl-5 phényl-6 phénanthridinium).



4.3.1.3 Préparation de la solution mère.

Peser, à 1 mg près, 0,5 g \pm 0,005 g du bromure de dimidium (4.3.1.2) dans un bécher de 50 ml, et 0,25 g \pm 0,005 g du Bleu acide 1 (4.3.1.1) 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. Compléter au volume avec de l'eau et mélanger correctement.

4.3.2 Solution acide.

Ajouter, à 20 ml de la solution mère (4.3.1), 200 ml d'eau dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 20 ml d'une solution d'acide sulfurique à environ

245 g/l, mélanger et compléter au volume avec de l'eau. Conserver à l'obscurité.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

5.1 Flacon ou éprouvette graduée, de 250 ml de capacité, muni(e) d'un bouchon rodé.

5.2 Burette, de 25 ml de capacité, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1, classe A.

5.3 Fiole jaugée, de 1 000 ml de capacité, munie d'un bouchon rodé, conforme aux prescriptions de l'ISO 1042.

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,5 mg près, une quantité suffisante de l'échantillon pour laboratoire pouvant contenir entre 0,002 mol et 0,003 mol de matière active cationique.

NOTE 2 Le tableau 1, qui a été calculé sur la base d'une masse moléculaire relative de 360, peut être utilisé en tant que guide approximatif.

Tableau 1 — Guide pour le choix de la prise d'essai

Teneur présumée en matière active cationique % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
10	10
20	5
100	1

7.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (7.1) dans l'eau et transvaser dans la fiole jaugée de 1 000 ml (5.3). Compléter au volume avec de l'eau et mélanger correctement.

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 partie de l'ISO 2871 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 25 ml de la solution ainsi obtenue et les introduire dans le flacon de 250 ml ou l'éprouvette (5.1).

À l'aide d'éprouvettes, ajouter 10 ml de la solution acide d'indicateur mixte (4.3), 15 ml de chloroforme (4.1) et 25 ml d'eau. Bien mélanger.

Remplir la burette (5.2) avec la solution de dodécylsulfate de sodium (4.2) et titrer; boucher le flacon ou l'éprouvette après chaque addition et bien agiter.

NOTE 3 La couche inférieure chloroformique sera colorée en bleue.

Poursuivre le titrage, goutte à goutte avec agitation brutale répétée, jusqu'au point final où la couleur bleue est décolorée et la couche inférieure chloroformique devient gris-rose pâle.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

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

$$\frac{VcM_r \times 1\,000 \times 100}{25 \times 1\,000m_0}$$

$$= \frac{4VcM_r}{m_0}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de dodécylsulfate de sodium (4.2) utilisé pour le titrage;

c est la concentration réelle, exprimée en moles de $C_{12}H_{25}NaO_4S$ par litre, de la solution de dodécylsulfate de sodium (4.2);

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

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

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité

1,6 % de la valeur moyenne.

La différence entre deux résultats individuels obtenus sur un échantillon identique soumis à l'essai, par un analyste utilisant le même appareillage dans l'intervalle de temps le plus court, ne dépassera pas la valeur de répétabilité en moyenne plus d'une fois sur 20 lors de l'application normale et correcte de la méthode.

8.2.2 Reproductibilité

4 % de la valeur moyenne.

La différence entre les résultats individuels obtenus sur un échantillon identique soumis à l'essai dans deux laboratoires ne dépassera pas la reproductibilité en moyenne plus d'une fois sur 20 lors de l'application normale et correcte de la méthode.

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 partie de l'ISO 2871);
- les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tous les incidents éventuels relevés pendant la détermination;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente partie de l'ISO 2871 ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ainsi que ceux considérés facultatifs.

