

90

NORME INTERNATIONALE ISO 3206



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

Agents de surface — Analyse des alcanesulfonates techniques — Détermination de la teneur en alcanemonosulfonates

Surface active agents — Analysis of technical alkane sulphonates — Determination of alkane monosulphonates content

Première édition — 1975-02-01

Proposition d'annulation
(BARCELONE, 1986-10-23)

Résolution N°2
(car l'objet de l'ISO 3206 est strictement identique à celui de l'ISO 6121).

Vote CM:
19 pour l'annulation sur 22

Vote Conseil:
14 voix pour l'annulation contre 1 (DIN)

CDU 661.185 : 547.21

Réf. N° : ISO 3206-1975 (F)

Descripteurs : agent de surface, analyse chimique, dosage, sulfonate.

Prix basé sur 3 pages

ISO 3206-1975 (F)

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 3206 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1973.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pays-Bas
Allemagne	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Iran	Thaïlande
Bulgarie	Irlande	Turquie
Chili	Japon	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC) et par le Comité International des Dérivés Tensio-Actifs (CID).

~~Aucun~~ Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques.

U.S.A.

Agents de surface — Analyse des alcanesulfonates techniques

91



NORME INTERNATIONALE ISO 3206-1975 (F)/AMENDEMENT

Publié 1975-05-01

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

Agents de surface — Analyse des alcanesulfonates techniques — Détermination de la teneur en alcanemonosulfonates

AMENDEMENT

Avant-propos (Page de couverture intérieure)

Le Comité Membre des U.S.A. vient de retirer sa désapprobation concernant la présente Norme Internationale. En conséquence, les U.S.A. doivent figurer dans la liste des pays dont les Comités Membres ont approuvé le document.

3 DÉFINITION

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, la définition suivante s'applique :

alcanemonosulfonate : Sel alcalin des acides monosulfoniques présents dans les produits techniques de sulfochloration et de sulfoxydation de paraffines droites, pures, dont la chaîne comporte 12 à 20 atomes de carbone.

4 PRINCIPE

Acidification à l'acide chlorhydrique de la solution hydro-alcoolique des alcanesulfonates techniques.

5.6 Hydroxyde de sodium, solution 0,1 N.

5.7 Phénolphtaléine, solution à 1 % dans l'éthanol.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Extracteur liquide-liquide,¹⁾ d'environ 300 ml de capacité, muni de deux joints rodés 29/32 (voir la figure).

6.2 Ballons à fond rond, de capacité 500 ml, munis d'un col rodé 29/32.

1) Il est possible d'utiliser un autre type d'extracteur («percolateur de Jalade», par exemple), à condition de le préciser dans le procès-verbal d'essai.

- 6.3 Réfrigérant à reflux**, muni d'un joint rodé 29/32.
- 6.4 Capsules en porcelaine**, de capacité 500 ml.
- 6.5 Cristalliseur**, en verre, de capacité 100 ml.
- 6.6 Étuve**, réglable à 103 ± 2 °C.
- 6.7 Burette**, de capacité 50 ml, classe B, conforme à l'ISO/R 385.
- 6.8 Burette**, de capacité 10 ml, classe A, conforme à l'ISO/R 385.
- 6.9 Bain-marie**.
- 6.10 Dessiccateur**, contenant du pentoxyde de phosphore (P_2O_5) comme dessiccatif.
- 6.11 Chauffe-ballon**, pour ballons de capacité 500 ml.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Après l'obtention d'un échantillon dilué jusqu'à 20 à 30 % d'alcanesulfonates (voir chapitre 3 de l'ISO/R 893, Première partie), peser, à 0,001 g près, 10 g de cet échantillon dilué, dans un bécher de 150 ml.

7.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai dans 50 ml d'éthanol (5.4), ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique (5.3) et transvaser dans l'extracteur (6.1) en rinçant avec 30 ml d'éthanol (5.4).

Adapter l'extracteur (6.1) à un ballon (A) (6.2) contenant 400 ml environ d'éther de pétrole (5.2) et le réfrigérant (6.3) à l'extracteur (6.1).

Porter à l'ébullition à l'aide du chauffe-ballon (6.11) et procéder à l'extraction durant 4 h ou plus à une vitesse de distillation d'environ 1,5 l/h.

Ensuite, changer le ballon (A) dans lequel se sont écoulés les alcanemonosulfonates, porter à l'ébullition un deuxième ballon (B) (6.2) contenant 300 ml d'éther de pétrole frais et continuer l'extraction durant 2 h ou plus.

NOTE — Après environ 4 h d'extraction, on doit voir disparaître la phase intermédiaire qui se forme la plupart du temps au début de l'extraction entre les couches hydroalcoolique et éthérée. Si cela n'est pas le cas, les proportions d'eau, d'éthanol et d'acide chlorhydrique sont mauvaises. Il est alors préférable d'extraire une nouvelle prise d'essai.

Transvaser séparément les deux fractions solubles dans l'éther de pétrole dans des capsules en porcelaine (6.4) et les concentrer fortement au bain-marie (6.9).

Reprendre chaque résidu de concentration avec 50 ml d'éthanol (5.4), ajouter quelques gouttes de phénolphaléine (5.7), et neutraliser.

Neutraliser le premier extrait avec la solution d'hydroxyde de sodium (5.5) en utilisant la burette (6.7) et le deuxième extrait avec la solution d'hydroxyde de sodium (5.6) en utilisant la burette (6.8).

L'extraction est totalement terminée, si la neutralisation du deuxième extrait nécessite moins de 0,5 ml d'hydroxyde de sodium (5.6), sinon poursuivre l'extraction par tranches de 2 h jusqu'à ce que la condition précédente soit remplie.

Réunir et transvaser les extraits étherés neutralisés dans un cristalliseur (6.5) préalablement taré, puis évaporer à sec au bain-marie.

Pour éliminer les dernières traces d'eau et les fractions non sulfonées, reprendre trois fois avec chaque fois 5 à 10 ml d'acétone (5.1), puis évaporer à sec au bain-marie.

Sécher le résidu à l'étuve (6.6) durant 2 h, laisser refroidir dans le dessiccateur (6.10), et peser à 0,001 g près.

Répéter les opérations de séchage, de refroidissement et de pesage jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,001 g.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul

La teneur, en pourcentage en masse, en alcanemonosulfonates est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0}$$

La teneur, en pourcentage en masse, en alcanemonosulfonates du produit brut est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0} \times \frac{1}{f}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du résidu (sel de sodium de l'alcanemonosulfonate);

f est le facteur de dilution de la préparation de l'échantillon (voir chapitre 3 de l'ISO/R 893, Première partie).

8.2 Fidélité

Des analyses comparatives, sur un échantillon sous forme de solution aqueuse homogène, à 20 % environ de matière totale comprenant : mono, di et polysulfonates d'alcane sous forme de leur sel de sodium, sulfate de sodium, et petites quantités de paraffines, effectuées dans 24 laboratoires ont donné les renseignements statistiques indiqués ci-après :

— moyenne (en pourcentage en masse)	16,92
— écart-type de répétabilité (σ_r)	0,15
— écart-type de reproductibilité (σ_R)	0,29