

DETERGENTS ET EAUX RESIDUAIRES DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE ACTIVE NON IONIQUE

Page 1/9

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode d'essai a pour objet de décrire le mode opératoire permettant de doser quantitativement la matière active non ionique dans les détergents et les eaux résiduelles.

2.PRINCIPE

Les tensio-actifs non ioniques sont extraits par barbotage dans la phase aqueuse d'air saturé en acétate d'éthyle. Cet acétate d'éthyle est récupéré et l'agent de surface non ionique obtenu par évaporation du solvant. Le tension-actif non ionique mélangé avec du réactif de Draggendorf (iodo-bismutate) précipite quantitativement le bismuth sous forme complexe. Après filtration et lavage, le précipité est dissous dans une solution de tartrate d'ammonium. Le dosage potentiométrique du bismuth redissous est effectué à l'aide d'une solution de pyrrolidine dithiocarbamate de sodium en milieu tamponné (pH 4,65).

3.DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique aux tensio-actifs non ioniques éthoxylés présentant des chaînes de 6 à 30 groupements éthoxylés quelle que soit la partie liée au condensat d'oxyde d'éthylène (acide gras, phénols, amides...).

4.APPAREILLAGE

4.1.DISPOSITIF D'EXTRACTION DES TENSIO-ACTIFS NON IONIQUES

(voir annexe 1) composé de 4 parties :

FB : flacon barboteur
T : tube de liaison
R1 : robinet
E : extracteur

4.2.CREUSET FILTRANT DE POROSITE 4

(7 à 9 μ m) placé sur une allonge de verre ; trompe à vide ; fiole à vide de 500 ml (annexe 2).

4.3.POTENTIOMETRE

muni d'électrodes Platine/Ag Cl ou platine/calomel.

4.4.BURETTE AUTOMATIQUE A PISTON

de capacité 10 ml.

4.5.BECHERS

de 250 ml et 100 ml.

4.6.FIOLES JAUGEES

de 100 et 1000 ml.

4.7.PIPETTE

de 10 ml.

4.8.BALANCE DE PRECISION

à $\pm 0,1$ mg.

4.9.AGITATEUR MAGNETIQUE

muni d'un barreau cylindrique de diamètre 4 mm.

4.10.BAIN-MARIE**5.PRODUITS UTILISES**

- Acétate d'éthyle pour analyse.
- Hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO_3).
- Méthanol pour analyse.
- Acide acétique de pureté minimale 96 %.
- Chlorure de sodium.
- Acide chlorhydrique pur.
- Ammoniaque pure.
- Acide tartrique pour analyse.
- Nitrate basique de bismuth ($\text{BiO} \cdot \text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) titrant en Bi_2O_3 79 à 81 %.
- Iodure de potassium.
- Chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- Hydroxyde de sodium.
- Pyrrolidine dithiocarbamate de sodium.
- Alcool amylique pour analyses.
- Sulfate de Cuivre pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).
- Acide sulfurique N.
- Pourpre de bromocrésol.

6.SOLUTIONS UTILISEES

Toutes les solutions seront préparées avec de l'eau bidistillée.

6.1.SOLUTION AMMONIACALE

à 1 % et à 25 % (% en volume).

6.2.SOLUTION DE TARTRATE D'AMMONIUM

Mélanger 12,4 g d'acide tartrique et 18 ml de solution ammoniacale à 25 %, diluer à 1000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

6.3.REACTIF DE DRAGGENDORF

Le réactif de précipitation est un réactif de Draggendorf modifié ($K_2 Bi I_4 + Ba Cl_2 + CH_3 COOH$). Il sera préparé chaque jour en mélangeant deux volumes de solution A et un volume de solution B.

6.3.1.SOLUTION A

Dissoudre :

- 1,7 g de nitrate basique de bismuth dans 20 ml d'acide acétique et porter à 100 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau.
- 65 g d'iodure de potassium dans environ 200 ml d'eau.

Réunir les 2 solutions dans une fiole jaugée de 1000 ml, ajouter 200 ml d'acide acétique et compléter au volume avec de l'eau.

6.3.2.SOLUTION B

Dissoudre 290 g de chlorure de baryum dihydraté dans environ 700 ml d'eau, puis compléter à 1000 ml dans une fiole jaugée.

6.4.SOLUTION TAMPON

à pH 4,65.

Dissoudre 40 g d'hydroxyde de sodium dans environ 500 ml d'eau, ajouter 120 ml d'acide acétique et compléter à 1000 ml avec de l'eau.

6.5.SOLUTION DE TITRAGE PYRROLIDINE DITHIOCARBAMATE DE SODIUM 0,001 N

Dissoudre 206,0 mg de pyrrolidine dithiocarbamate de sodium 0,5 g d'hydrogénocarbonate de sodium et 10 ml d'alcool amylique dans de l'eau, compléter à 1000 ml dans une fiole jaugée.

6.6.SOLUTION DE SULFATE DE CUIVRE 0,0005 N

6.6.1.SOLUTION 1

Dissoudre 1,249 g de sulfate de cuivre pentahydraté dans de l'eau, ajouter 50 ml d'acide sulfurique N et compléter à 1000 ml dans une fiole jaugée.

6.6.2.SOLUTION 2

Mélanger dans une fiole jaugée de 1000 ml, 100 ml de solution 1, 10 ml d'acide sulfurique N et ajuster au volume avec de l'eau.

Cette solution est exactement 0,0005 N.

6.7.SOLUTION DE POURPRE DE BROMOCRESOL

Préparer une solution à 0,1 % dans le méthanol (% en poids).

6.8.DISSOLUTION

Dissoudre dans environ 200 ml d'eau, 100 g de chlorure de sodium, 5 g d'hydrogénocarbonate de sodium.

6.9.SOLUTION A DOSER

La solution à doser devra comporter une valeur présumée de 0,3 à 0,8 mg en agent de surface non ionique.