

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE
Département du Génie Chimique
Laboratoire de Valorisation Des Energies Fossiles



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
En vue de l'obtention du diplôme
D'INGENIEUR D'ETAT EN GENIE CHIMIQUE

THEME

Caractérisation D'un Détergents Liquide-Vaisselle

Proposé par :
Dr. T. AHMED ZAID

Etudié par :
M.S.BELAIDI

Dirigé par :
Mme S.HADDOUM
Pr. T. AHMED ZAID

E.N.S.P. 10, Avenue Hassan Badi, El-Harrach, ALGER.

Promotion juin 2009.

Dédicaces

Je dédie ce travail à mon père

Qui m'a toujours encouragé, depuis tant d'années.

A mes frères et mes sœurs.

Et à mes meilleurs amis : Adel et Cherif.

Mes amis de la cité Bouraoui.

A tous les équipes du laboratoire de contrôle et Qualité.

Et à ceux qui me sont chers.

Mohammed Said

Le présent travail a été réalisé au Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles du Département de Génie Chimique de L'Ecole Nationale Polytechnique.

Remerciements

A

Monsieur T. AHMED ZAID, Professeur à l'ENP

Mes plus sincères remerciements pour l'honneur que vous m'aviez fait en acceptant de diriger ce travail, pour avoir été toujours là pour répondre à mes questions et m'aider à retrouver mon chemin lorsque je me sentais complètement égaré.

Votre aide scientifique inestimable, votre soutien moral durant les moments difficiles, votre compréhension et votre gentillesse m'ont beaucoup marqué ;

Madame S.HADDOUM, Chargée de Cours à l'ENP

Je tiens à vous exprimer mes remerciements les plus sincères pour l'honneur que vous m'aviez fait en acceptant de diriger ce travail. Votre aide scientifique inestimable, votre compréhension et votre gentillesse. J'espère que ce travail témoigne de ma profonde reconnaissance et de ma haute considération

Je tiens également à remercier les membres du jury, composé de :

Mr. Chems Eddine CHITOUR

Mme F. MOHELLEBI

Mme A. MEFTI

Professeur à l'ENP,

Maitre conférences ENP,

Maitre conférences ENP,

Qui ont bien voulu juger ce travail.

ملخص

دراسة خصائص سائل غسيل الأواني

يهدف هذا الموضوع إلى دراسة الخصائص الفيزيائية لغسيل الأواني من:

- 1- تركيز المادة الفعالية الأيونية
- 2- فعالية التنظيف
- 3- نقطة الظهور أو زوال الاضطراب التعكير
- 4- اللزوجة، استقرار المستحلب الناتج، ومقارنتها مع تسعة سوائل غسيل الأواني المتوفرة في الأسواق الجزائرية و التي كانت موضوع تقييم مماثل.

كلمات مفتاحية: سائل غسيل الأواني، الخصائص الفيزيائية، الفعالية الأيونية

RESUME

Etude et caractérisation d'un détergent liquide vaisselle

L'objectif de ce travail est la caractérisation d'un détergent liquide vaisselle. Les caractéristiques évaluées sont :

- 1-La Teneur en matière anionique (TMA)
- 2- Le Pouvoir d'un détergent vis à vis des surfaces lisses (PDVSL)
- 3- Le Point de trouble
- 4- Le pouvoir moussant et la stabilité de la mousse
- 5- La viscosité
- 6- Le pouvoir émulsionnant et la stabilité d'émulsion formée.

Ces caractéristiques sont comparées à celles de neuf autres produits du commerce qui ont fait l'objet d'une évaluation similaire.

MOTS CLES: liquide vaisselle, propriétés physiques, tensioactif anionique.

ABSTRACT

Characterization of a commercial dishwashing liquid detergent

The aim of this work is the characterization of a dishwashing liquid detergent. The following properties have been evaluated:

- 1- The Active mater content
- 2- The Dishwashing test
- 3- The Foaming power and foam stability
- 4- The cloud point
- 5- The Viscosity
- 6- The emulsifying power and emulsion stability.

These characteristics are compared with those of nine other commercial products which have been characterized in a former study.

KEY WORDS: Dishwashing liquid detergent, physical properties, anionic surfactant

Table des Matières

PARTIE THEORIQUE

I Introduction Générale	1
II Généralités sur les tensioactifs	3
II.1 Nature des Tensioactifs	3
II.2 Mécanismes de la détergence	3
II.3 Détergents de synthèse	5
II.4 Structures chimiques et différentes classes de tensioactifs	5
A. <i>Tensioactifs Anioniques</i>	6
B. <i>Tensioactifs cationiques</i>	8
C. <i>Tensioactifs non ioniques</i>	8
D. <i>Tensioactifs zwitterioniques ou amphotères</i>	10
II.5 Propriétés des tensioactifs	10
II.5.1 <i>Tensions superficielles</i>	10
II.5.2 <i>Tensions interfaciales</i>	11
II.5.3 <i>Micelles - Concentration micellaire critique</i>	11
II.6 PROPRIETES SPECIFIQUES DES AGENTS DE SURFACE	12
II.5.1 <i>Pouvoir mouillant</i>	13
II.5.2 <i>Pouvoir moussant</i>	13
II.5.3 <i>Pouvoir émulsionnant</i>	16
II.5.4 <i>Pouvoir dispersant</i>	16
II.5.5 <i>Pouvoir détergent</i>	16
II.5.6 <i>Point de trouble</i>	17
III Les détergents liquides vaisselles	18
III.1 Type de détergents liquides vaisselles.....	18
III.1.1 <i>Liquides conventionnels</i>	18
III.1.2 <i>Liquides concentrés</i>	18
III.1.3 <i>Composition d'un détergent liquide vaisselle</i>	19
III.2 Influence des différents facteurs sur le lavage.....	19
III.2.1 <i>L'eau</i>	19
III.2.2 <i>La température d'utilisation</i>	21
III.2.3 <i>La durée du nettoyage</i>	22
III.2.4 <i>L'action mécanique</i>	22
III.3 Tests spécifiques pour l'évaluation des caractéristiques des produits	22
liquides vaisselle	

<i>a) pouvoir détergent vis-à-vis des surfaces lisses (PDVSL)</i>	22
<i>b) Pouvoir émulsionnant</i>	23
<i>c) La teneur en matière active anionique</i>	23
<i>d) Le point de trouble</i>	23
<i>e) La viscosité</i>	24
<i>f) Pouvoir moussant</i>	24
IV Surfaces dures et salissures	25
IV.1 Les surfaces dures.....	25
IV.2 Les salissures	25

PARTIE EXPERIMENTALE

Introduction	27
Analyses effectuées	27
<i>Le taux de matière active anionique</i>	27
<i>Le pouvoir détergent</i>	30
<i>La turbidité (pouvoir émulsionnant)</i>	35
<i>La viscosité</i>	36
<i>Le point de trouble</i>	38
<i>Le pouvoir de moussant</i>	39
Conclusion	40
Bibliographie	
Annexes	

Introduction générale

I Introduction générale

Les phénomènes qui apparaissent aux surfaces de discontinuité jouent dans la nature un rôle considérable, les lois de la physico-chimie des surfaces s'appliquent à la matière inerte, mais elles sont également à la base des manifestations de la vie et dominant toute la physiologie.

En envisageant les processus industriels, on peut dire qu'ils sont tous directement ou indirectement sous la dépendance d'actions de surface. Comme exemple, les phénomènes d'adsorption à la surface des liquides qui trouvent application dans l'étude du moussage, et l'émulsification.

Un détergent (ou agent de surface, détersif, surfactant) est un composé chimique, généralement issu du pétrole, doté de propriétés tensioactives. L'industrie chimique utilise abondamment des molécules amphiphiles qui ont des propriétés tensioactives dans pratiquement tous les domaines d'application.

De la détergence aux spécialités chimiques en passant par les domaines phytosanitaire, agro-alimentaire, cosmétique et pharmaceutique, aucune application n'échappe à la nécessité d'utiliser ces molécules dont les propriétés permettent des formulations de plus en plus élaborées.

L'objet du présent travail est la caractérisation d'un produit destiné au lavage manuel de la vaisselle. Ses caractéristiques seront comparées à celles de neuf autres produits du commerce qui ont fait l'objet d'une évaluation similaire.

Le produit testé est un détergent liquide importé de Turquie et conditionné et commercialisé par la SARL Hayet (Blida) en flacons de 750 mL. Les indications suivantes sont portées sur le flacon :

Teneur en matière active anionique : 5 à 15 % ;

Amphotères et matière protectrice : < 5 %

Le prix du Flacon est de 85 DA.

La caractérisation de ce produit a porté sur les propriétés spécifiques et physico chimiques suivantes :

- ❖ Pouvoir détergents vis-à-vis des surfaces lisses (PDVSL) ;
- ❖ Pouvoir moussant ;
- ❖ Test de stabilité de l'émulsion;

- ❖ Viscosité
- ❖ Point de trouble.

Partie Théorique

II. GENERALITES SUR LES TENSIOACTIFS

II.1 Nature des Tensioactifs

Un agent tensioactif est une molécule qui possède une partie lipophile, et une partie hydrophile. Ces molécules sont également appelées surfactants, de l'anglais « Surface Active Agent » ou agents de surface et constitue la matière active d'un produit détergent.

La partie lipophile, plus communément appelée « queue » est constituée d'une chaîne carbonée, plus ou moins complexe, tandis que la partie hydrophile, également appelée « tête » possède une géométrie souvent plus complexe car elle possède un ou plusieurs autres atomes tel que l'oxygène, le soufre ou l'azote et qu'elle peut être ionique (**Fig.1**).



Fig.1 : Représentation schématique d'une molécule de tensioactif

Ces structures permettent de créer des émulsions, dans le domaine de la cosmétologie, mais également de supprimer différentes taches sur différents supports, ce sont donc des alliées irremplaçables dans le domaine de la détergence.

II.2 Mécanismes de la détergence

La détergence est définie comme « le nettoyage de la surface d'un objet solide, au moyen d'un bain où se trouve un agent spécial, le détergent, suivant un processus impliquant une action physico-chimique autre que la simple dissolution ».

La détergence consiste à :

- enlever les salissures
- maintenir les salissures en suspension pour éviter la redéposition de celles-ci selon un processus complexe schématisé sur **la figure 2**.

Les tensioactifs diminuent les tensions interfaciales entre le liquide lessiviel et la salissure. L'étalement de la salissure sur la surface à nettoyer, caractérisé par « l'angle de contact » θ diminue. Ce phénomène physico-chimique renforcé par l'agitation mécanique provoque le décollement de la salissure qui est ensuite maintenu dans le bain lessiviel par solubilisation au sein des micelles de tensioactifs ou par émulsification. Des agents antiredéposition, tels que le carboxyméthylcellulose de sodium, vont compléter le rôle des tensioactifs en modifiant d'une part la charge électrique des particules en suspension par adsorption à l'interface solide-liquide, et d'autre part, les propriétés électriques stérique de la surface par adsorption sur cette surface.

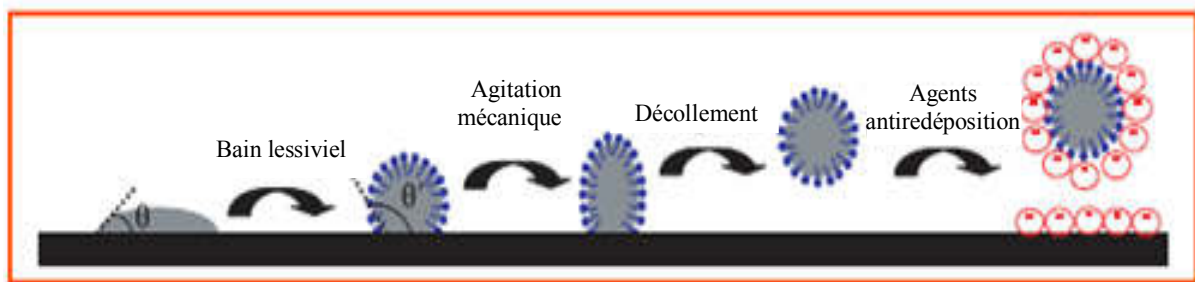


Fig.2 : Enlèvement des salissures grasses

Les molécules de Tensioactifs s'associent pour former des micelles (**Fig.3**), à partir de la CMC (Concentration Micellaire Critique). Une grande partie de composés insolubles dans l'eau tels que les acides gras, les alcools gras, les parfums et les triglycérides sont « dissous » à l'intérieur des micelles.

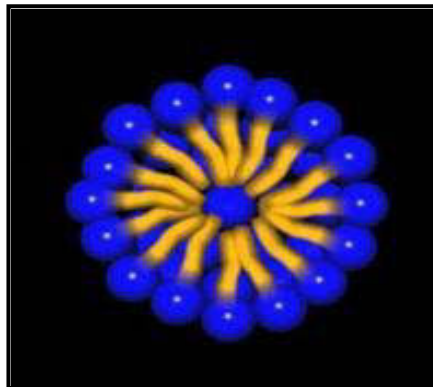


Fig.3 : Formation de Micelle

Pour obtenir une bonne détergence, il est donc nécessaire d'abaisser la tension superficielle et d'augmenter la concentration des actifs pour former des micelles suffisamment nombreuses pour solubiliser les salissures grasses dans le bain de lavage.

La salissure particulière se détache spontanément de la surface à nettoyer quand l'énergie libre de l'état final nettoyé est inférieure à l'état initial.

II.3 Détergents de synthèse

Les savons ont été durant des siècles les seuls détergents connus et ce n'est qu'en 1907 que la première poudre à laver contenant un agent de blanchiment minéral, le perborate de sodium, a été commercialisée sous le nom de *Persil* ; il faut attendre les années postérieures à 1950 pour voir se développer les détergents de synthèse. Ce phénomène correspond d'ailleurs dans le cas des détergents pour textiles à une évolution simultanée de la nature des produits lavés (car le coton est supplanté par les textiles synthétiques) et des méthodes de lavage (machines à laver).

Aux nouvelles techniques domestiques et aux nouveaux tissus et matériaux ont répondu de nouveaux produits de propreté qui doivent à la fois parfaitement jouer leur rôle de détergents mais aussi assurer une parfaite sécurité pour l'utilisateur et pour son environnement.

Les produits lessiviels ont une composition très complexe en raison du nombre élevé de propriétés qu'ils doivent posséder afin d'assurer leurs multiples fonctions qui sont les suivantes :

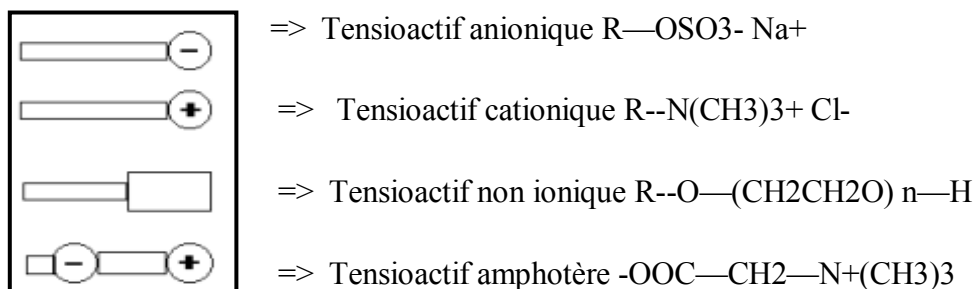
- ✚ émulsionner les huiles et graisses et l'ensemble des salissures émulsionnables,
- ✚ adoucir l'eau, éviter la précipitation de sels de cations de métaux alcalino-terreux ou dissoudre de tels dépôts,
- ✚ maintenir un pH optimal de l'ordre de 9 à 10,
- ✚ oxyder les salissures colorées,
- ✚ détruire les substances protéiques,
- ✚ donner au linge lavé des propriétés agréables de toucher, d'odeur, de couleur,
- ✚ éviter la corrosion des machines à laver.

Malgré la complexité, la diversité et la constante et rapide évolution des formulations utilisées, notamment dans le domaine des détergents pour le linge, il est possible de classer les constituants d'un détergent en quatre catégories : les tensio-actifs ; les adjuvants actifs ou builders; les agents de blanchiment et additifs divers; les charges [1].

II.4 Structures chimiques et Classification des tensioactifs [2]

Les propriétés des tensioactifs sont dues à leur structure amphiphile. Cette structure leur confère une affinité particulière pour les interfaces de type air/eau et eau/huile et donc, par là même, leur donne la capacité d'abaisser l'énergie libre de ces interfaces. Ce phénomène est à la base de la stabilisation de systèmes dispersés.

Les groupements polaires peuvent être chargés positivement, négativement ou neutres, il existe quatre types de composés tensioactifs, qui sont regroupés selon la nature de la partie hydrophile :



A. Tensioactifs Anioniques

La tête hydrophile porte une charge électrique négative et se lie à l'eau par attraction d'un atome d'hydrogène.

Ils libèrent une charge négative (anion) en solution aqueuse. Ils ont une balance

Hydrophile/Lipophile (HLB) relativement élevée (8 à 18) car ils ont une tendance hydrophile plus marquée. Ils orientent l'émulsion dans le sens H/E, Huile/Eau (si HLB>18 alors détergent).

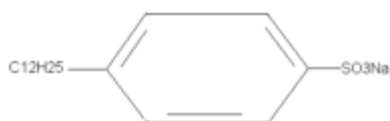
Ils ne sont pas compatibles avec les Tensioactifs cationiques.

Ils sont principalement utilisés dans les lessives et produits de nettoyage.

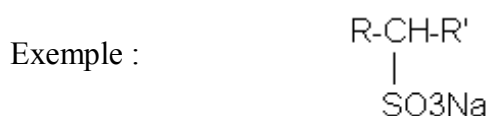
o Sulfonates

- alkylarène sulfonates obtenus par sulfonation des alkylarènes par SO₃. Ce sont les détergents anioniques les plus utilisés.

Exemple :



- paraffine sulfonates obtenus par sulfonation de paraffines linéaires activées par radiations UV :



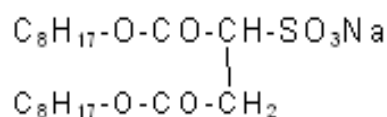
- alphaoléophine sulfonates obtenus par sulfonation en continu par SO₃ des alphaoléophines :

Exemple :



- sulfosuccinates obtenus par sulfonation au bisulfite d'un ester maléique :

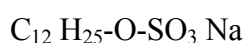
Exemple : Sulfosuccinate de di (éthyle hexyle) :



○ Sulfates

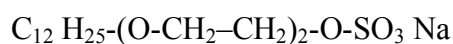
- sulfates d'alcools gras : sulfatation des alcools gras : sulfatation des alcools gras par SO_3

Exemple : Laurysulfate de sodium



- sulfates d'alcools gras éthoxylés ou éthersulfates obtenus par condensation d'oxyde d'éthylène sur un alcool gras, puis sulfatation par SO_3

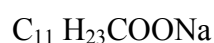
Exemple : Lauryléther sulfate de sodium



○ Carboxylates

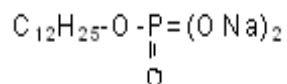
- carboxylates (savons) obtenus par saponification d'huiles et graisses naturelles par un alcalin.

Exemple : Laurate de sodium



○ Phosphates et phosphonates

- laurylphosphate de sodium



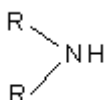
B. Tensioactifs cationiques

La tête hydrophile porte une charge électrique positive et se lie à l'eau par attraction de l'atome d'oxygène.

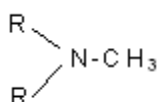
Ils libèrent une charge positive (cation) en solution aqueuse. Ils ont les propriétés bactériostatiques et émulsionnantes. Ils ont une affinité avec la kératine chargée négativement avec qui ils vont se combiner et former un film lisse. On les utilise dans les après shampoings, les antipelliculaires, certaines teintures, les déodorants. Ils sont irritants pour la muqueuse oculaire et ne sont pas compatibles avec les Tensioactifs anioniques.

Ils sont principalement utilisés dans les milieux industriels et hospitaliers, en raison de leur propriété désinfectante.

- Amines secondaires :



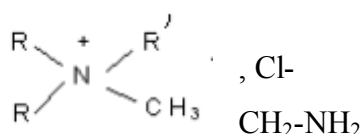
- Amines tertiaires :



- Diamines : $\text{R-NH-(CH}_2\text{)}_3\text{-NH}_2$

- Sels d'ammonium quaternaire :

- Amidoamines : $\text{R-CONH-CH}_2\text{-}$



$\text{CH}_2\text{-NH}_2$

C. Tensioactifs non ioniques

Ni la tête hydrophile, ni la queue hydrophobe ne portent de charge électrique, une liaison hydrogène se forme entre la tête et l'eau. La molécule ne comporte aucune charge nette.

Un agent tensioactif non ionique connu et très fréquemment utilisé en chimie et en biologie est le Tween (Tween 20, 60, 80...) ou ester de saccharose.

Il fait partie de la famille des esters de sucre ; ceux-ci sont constitués d'un groupement osidique hydrophile et d'une chaîne grasse hydrophobe. Les esters de sucre ont plusieurs avantages en tant que tensioactifs:

* matières premières peu coûteuses et renouvelables

* biodégradabilité complète en aérobiose et en anaérobiose

* molécules ne présentant ni toxicité ni caractère irritant

* absence de goût et d'odeur

Cette classe de tensioactifs est utilisée dans l'industrie textile, la métallurgie et en cosmétologie (hygiène corporelle et beauté) en raison d'une moindre agressivité et d'un faible pouvoir moussant.

o Dérivés éthoxylés

Ils sont obtenus par condensation d'oxyde d'éthylène sur des corps hydrophobes comprenant un ou plusieurs hydrogènes actifs.

- Sur alcool gras :

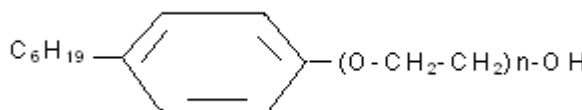
Exemple : Alcool laurique éthoxylé $C_{12}H_{25}-(O-CH_2-CH_2)_n-OH$

- Sur acide gras :

Exemple : Acide stéarique éthoxylé $C_{17}H_{35}-CO-(O-CH_2-CH_2)_n-OH$

- Sur nonyphénol :

Exemple : Nonyphénol éthoxylé $C_6H_{19}-\text{C}_6\text{H}_4-(O-CH_2-CH_2)_n-OH$



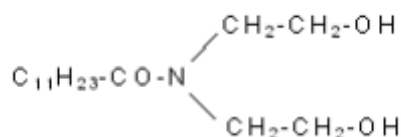
- Sur amines grasses :

Exemple : $C_{12}H_{25}-N \begin{cases} (-O-CH_2-CH_2)_n-H \\ (-O-CH_2-CH_2)_m-H \end{cases}$

o Ether de polyols

- alcanolamides :

Exemple : Lauryldiéthanolamide



D. Tensioactifs szwitterioniques ou amphotères

La tête hydrophile porte une charge positive et se lie à l'eau par attraction de l'atome d'oxygène, la queue hydrophobe porte une charge négative, la charge globale est nulle. Suivant le pH du milieu où ils se trouvent, ils libèrent un ion positif et un ion négatif.

* En pH alcalin, ils se comportent comme des anioniques,

* en pH acide, ils se comportent comme des cationiques.

Les tensioactifs amphotères ont une HLB (une balance Hydrophile/Lipophile) élevée; et sont donc utilisés comme détergents, mais ils sont moins agressifs que les anioniques et sont recommandés pour les peaux fragiles.

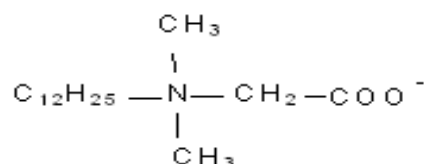
Ils sont compatibles avec les autres Tensioactifs. Parmi les substances appartenant à cette classe, citons :

- Les Alkylaminoacides obtenus par condensation d'acide acrylique sur une amine primaire :

Exemple: $C_{12}H_{25}-NH-CH_2-CH_2-COONa$

- Les Bétaïnes, obtenues par réaction d'acidemonochloracétique sur une amine tertiaire :

Exemple : N-lauryldiméthylbétaïne



II.5 Propriétés des tensioactifs

II.5.1 Tension superficielle

La tension superficielle, qui est une énergie par unité de surface, a pour origine la différence d'énergie d'une molécule suivant qu'elle est au sein de la phase liquide ou à la surface.

En effet, une molécule en surface n'a pas l'environnement symétrique dont elle bénéficie au sein de la phase liquide; son énergie est plus grande à cause de la modification des forces de cohésion dans la région superficielle. Il en résulte qu'il faut fournir de l'énergie pour augmenter la surface d'un liquide. L'introduction dans la phase aqueuse d'un produit amphiphile, qui diminue l'énergie superficielle, se traduit par la concentration de ce produit à la surface, par minimisation de l'énergie. Cette concentration à la surface provoque une diminution de la tension superficielle dès les très faibles concentrations.

L'évolution de la tension superficielle d'une solution très diluée d'agent de surface en fonction de sa concentration est donnée par l'équation de GIBBS [3] :

$$\Gamma = (-C/RT) (d\gamma/dC)$$

Avec :

Γ : Concentration superficielle.

γ : tension superficielle.

C : concentration de la solution.

R : constante molaire de gaz.

T : température absolue.

II.5.2 Tensions interfaciales

Considérons maintenant les cas de deux liquides non miscibles ou d'un solide et un liquide. La frontière qui les sépare, appelée interface, a des points communs avec la surface de séparation entre un liquide et un gaz. À chaque unité d'aire est associée une énergie libre. Cette énergie libre exprimée en joules par unité de surface est appelée tension inter-faciale. Elle correspond en effet, du point de vue mathématique, à une force (tension) par unité de longueur et sera donc exprimée en newtons/mètre. Il est à noter que la tension superficielle est un cas particulier de la tension interfaciale. On réserve en effet le terme tension superficielle à la tension interfaciale entre un liquide et un gaz (air).

II.5.3 Micelles - Concentration micellaire critique (CMC)

Les agents tensioactifs se distinguent des autres corps dissous par certaines particularités dans leur comportement en solution aqueuse. En effet, à partir d'une certaine concentration, les molécules de tensioactifs s'associent pour donner des micelles (**Fig3**).

L'explication suivante peut être donnée sur la formation des micelles. Les molécules des tensioactifs, comportant une partie hydrophile et une partie hydrophobe, sont fortement adsorbées aux interfaces. Ceci est dû au fait qu'à l'interface, la partie hydrophobe se trouve dans un environnement plus favorable que dans la solution où elle est entourée de molécules d'eau.

Pour la même raison, dans l'eau, ces molécules s'associent pour former des micelles car, dans l'état aggloméré, les parties hydrophobes sont dans une situation énergétique plus favorable et le système est plus stable (force attractive hydrocarbure/eau < force attractive eau/eau et force attractive hydrocarbure/hydrocarbure). La formation des micelles entraîne des « anomalies » dans les propriétés physiques et électriques des solutions détergentes.

La Concentration Micellaire Critique (CMC) peut être déterminée en réalisant la mesure de la tension de surface pour une série de différentes concentrations de tensioactifs. (Fig.4).

Initialement, pour des concentrations faibles, les molécules de tensioactifs viennent préférentiellement enrichir la surface de l'eau. Pendant cette phase on observe une décroissance linéaire de la tension de surface en fonction du logarithme de la concentration en tensioactifs. Une fois la valeur de la CMC atteinte, la surface est saturée en tensioactifs et toute augmentation de la concentration n'a aucune incidence sur la tension de surface.

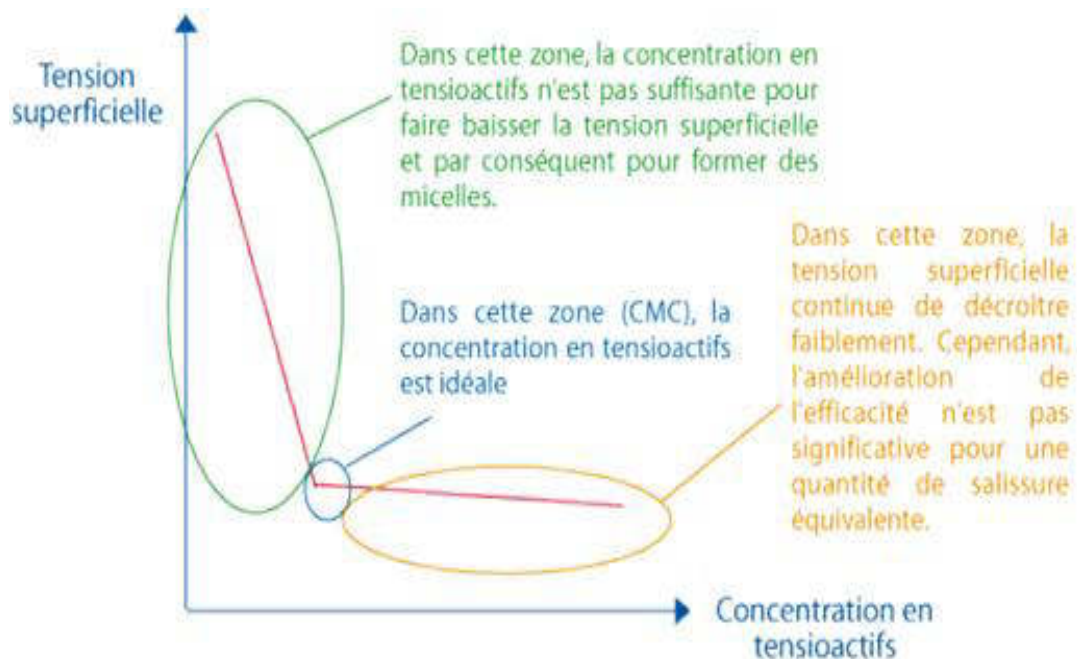


Fig.4 : la tension superficielle en fonction de la CMC.

II.6 PROPRIETES SPECIFIQUES DES AGENTS DE SURFACE

Grâce d'une part à leur adsorption aux interfaces, et d'autre part à la possibilité qu'ils ont de donner des micelles, les surfactifs présentent un certain nombre de propriétés intéressantes. Ces propriétés se traduisent par des différents pouvoirs, tous définis en 1972 par le comité international des dérivés tensioactifs.

II.6.1 Pouvoir mouillant

Le pouvoir mouillant d'un produit est sa capacité à pénétrer entre les fibres d'un tissu et à s'étaler sur une surface.

Au départ l'eau ne possède pas de pouvoir mouillant, l'énergie de surface de l'eau est relativement faible (0.07J/m^2) et si on verse de l'eau sur un tissu, celle-ci aura tendance à glisser. Donc si l'on veut que l'eau "mouille" il faudra s'armer d'un produit liquide vaisselle donné afin que celui-ci augmente le pouvoir mouillant du liquide en diminuant la tension superficielle de l'eau.

Ainsi dans le (Fig.5), on voit que dans un premier temps, la tension superficielle est grande, l'eau a tendance à se contracter, elle ne s'étale pas. En revanche, avec l'arrivée du tensioactif, on constate que celui-ci a diminué la tension superficielle interfaciale par rapport à l'eau.

Concrètement cela se traduit par un plus grand pouvoir mouillant, l'efficacité du détergent s'en trouve donc améliorée [2].

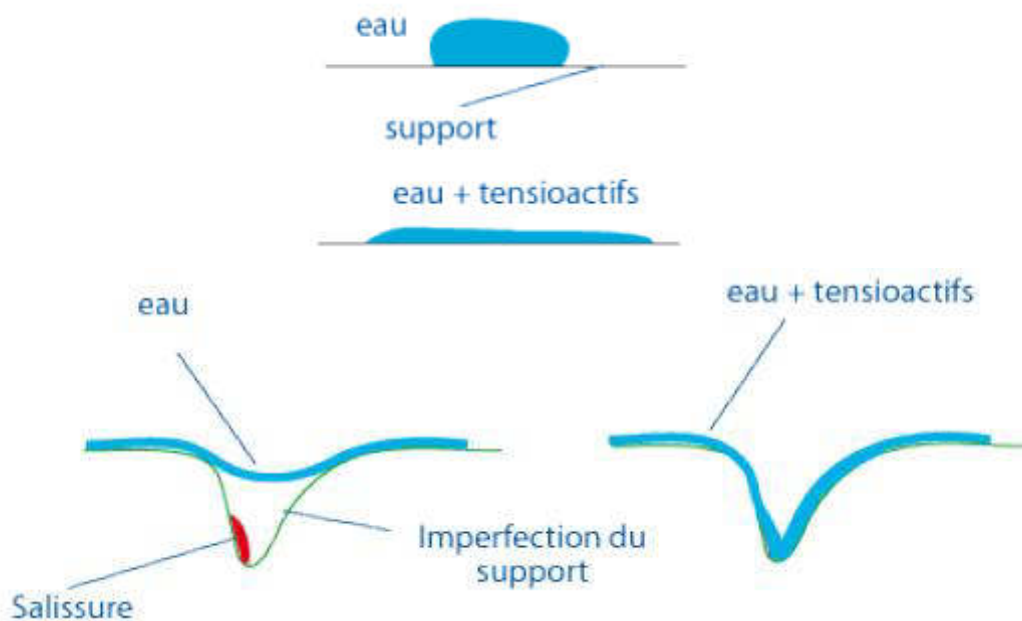


Fig.5 : Mécanisme du mouillage

II.6.2 Pouvoir moussant

La principale propriété de l'interface solution-air est le pouvoir moussant.

La mousse est un ensemble de cellules gazeuses séparées par des lames minces de liquide, formée par la juxtaposition de bulles que donne un gaz dispersé dans un liquide.

Le degré d'aptitude à former une mousse est caractéristique des solutions possédant une surface organisée ; les liquides purs ne moussent pas. La facilité avec laquelle une mousse se développe et sa stabilité sont directement dépendantes des caractéristiques mécaniques du film superficiel. La stabilité des mousses est maximale quand les films sont dans un état mésomorphe, ni trop solide, ni trop liquide ; un film trop rigide casse facilement lorsqu'il est soumis à des contraintes mécaniques ; un film liquide s'écoule très rapidement.

Ces inclusions ou bulles d'air sont délimitées par un film d'épaisseur de l'ordre de $50\mu\text{m}$ (microns). Ce film est réalisé par la formation d'une double couche d'agents tensioactifs en solution aqueuse. La bulle est maintenue stable si l'équilibre entre la surface du liquide et le gaz emprisonné est réalisé.

Lorsque deux bulles sont collées l'une contre l'autre, l'épaisseur de la paroi tend à se réduire pour devenir la plus fine possible, le liquide étant drainé par les forces gravitationnelles.

La présence du tensioactif évite le drainage du liquide dans la paroi et diminue la tension de surface du liquide, ce qui stabilise la formation des bulles.

Les tensioactifs ne sont pas tous équivalents entre eux. En particulier, les tensioactifs ioniques forment des bulles plus stables et plus grosses que les non ioniques.

Ils sont aidés par la formation des doubles couches constituées par les composés de même charge. Ils se repoussent les uns contre les autres évitant ainsi la diminution trop importante de l'épaisseur de la paroi entre les deux bulles (**Fig.6**).

La quantité de tensioactifs en solution influence également la taille des bulles. Selon la théorie de Marangoni, il existe une concentration de tensioactifs en solution pour laquelle la taille des bulles est maximale. Cette concentration est généralement très proche de la concentration micellaire critique ou CMC du tensioactif. Cette concentration correspond à la limite au-delà de laquelle les tensioactifs se regroupent pour former des agrégats appelés micelles sphériques [2].

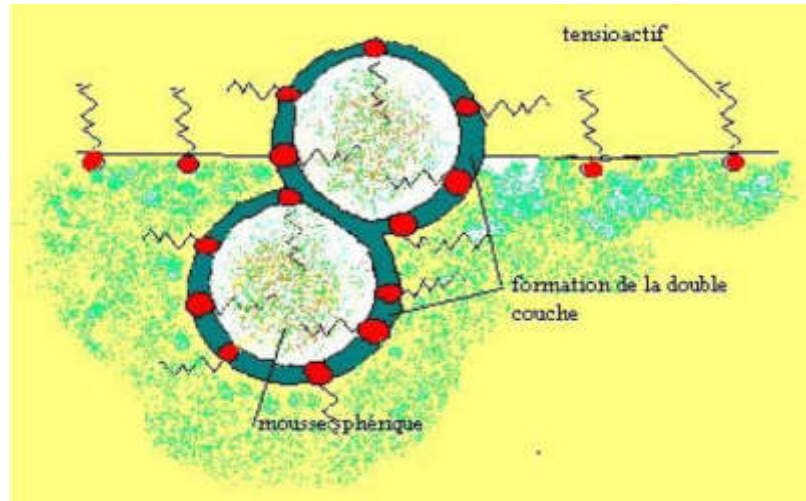


Fig.6 : formation des bulles de la mousse

N.B : - Certains additifs permettent d'accroître la stabilité des bulles en diminuant la valeur de la CMC du tensioactif : ce sont les électrolytes inorganiques (le chlorure de sodium par exemple), les molécules organiques polaires (les amides à longue chaîne hydrocarbonée) ou les macromolécules.

- A l'opposé, il existe des anti-mousses qui empêchent la formation des micelles. Ils peuvent aussi réduire la solubilité du tensioactif, diminuer la stabilité électrostatique de la double couche, ou favoriser le collapse entre deux bulles. Ce sont des acides gras ou des esters à faible solubilité dans l'eau, des composés munis de groupes polaires (la silice hydrophobe), des alcools (les composés benzéniques polysubstitués) ou des acides fluorés.

La mesure du pouvoir moussant s'effectue selon des méthodes différentes s'il s'agit de déterminer un pouvoir moussant relativement important ou de comparer des produits très peu moussants. Les méthodes qui ont été proposées pour la mesure du pouvoir moussant sont très nombreuses ; elles peuvent être classées selon le procédé utilisé pour introduire de l'air dans la solution :

- méthode par battage ;
- méthode par secouage ;
- méthode par agitation ;
- méthode par insufflation d'air ;
- méthode par chute de liquide que nous avons appliquée dans la suite de notre travail.

II.6.3 Pouvoir émulsionnant

Une émulsion est une suspension de particules liquides au sein d'une autre phase liquide non miscible. On peut avoir des gouttelettes d'huile dans l'eau ou d'eau dans l'huile (**Fig. 7**).

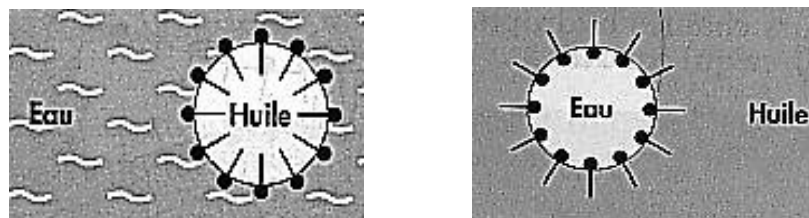


Fig.7 : Exemples d'émulsions

II.6.4 Pouvoir dispersant

Le pouvoir dispersant est utilisé pour désigner la propriété que possèdent certains agents de surface de maintenir des particules solides en suspension dans un liquide. En fait ces produits, étant adsorbés à la surface grâce à leur tensions d'adhésion, empêchent l'agglomération de celles-ci ou séparent les particules déjà agglomérées.

La tendance à la floculation est d'autant plus grande que le caractère hydrophile ou hydrophobe des particules solides est opposé à celui du liquide ; les pigments hydrophiles floculent en milieu solvant, tandis que les pigments hydrophobes floculent en milieu aqueux. Les agents de surface sont utilisés pour modifier ce caractère hydrophobe ou hydrophile des particules en s'y adsorbant.

L'industrie utilise de très nombreuses dispersions : boues de forage ; colorants pour teinture ; poudre et produit phytosanitaires ; pigments pour peinture ; ciment.

Parmi les agents de surface à propriété dispersante importante, nous pouvons citer les lignosulfonates.

II.6.5 Pouvoir détergent

Il s'agit du degré d'aptitude d'un agent de surface à promouvoir la détergence, processus selon lequel des salissures (ou souillures) sont enlevées et mises en solution ou en dispersion.

Au sens ordinaire, la détergence a pour effet le nettoyage ou lavage des surfaces solides. Considéré du point de vue physico-chimique, le phénomène de lavage est très complexe et comprend au moins trois phases principales :

- Mouillage de la salissure et de son support,

- Rupture de la liaison salissure-support,
- Dispersion de la salissure et maintien en suspension.

Le pouvoir détergent fait appel à de très nombreuses propriétés spécifiques des agents de surface : pouvoir mouillant, tension d'adhésion, tension superficielle et interfaciale, charge ionique, pouvoir émulsionnant, pouvoir dispersant, etc.

Le pouvoir détergent d'un agent de surface ne peut être défini en valeur absolue car il dépend de nombreux facteurs :

- nature du support solide
- nature de la salissure
- conditions de lavage : température, durée, agitation, pH...,
- présence d'additifs : sels, agents, complexant...

Comme dans le cas du pouvoir mouillant, les méthodes utilisées pour la mesure du pouvoir détergent sont directement liées à la nature de l'objet souillé, on distingue le pouvoir détergent vis-à-vis des articles textiles, le pouvoir détergent vis-à-vis des surfaces lisses (PDVSL) (**voir Fig.8**).

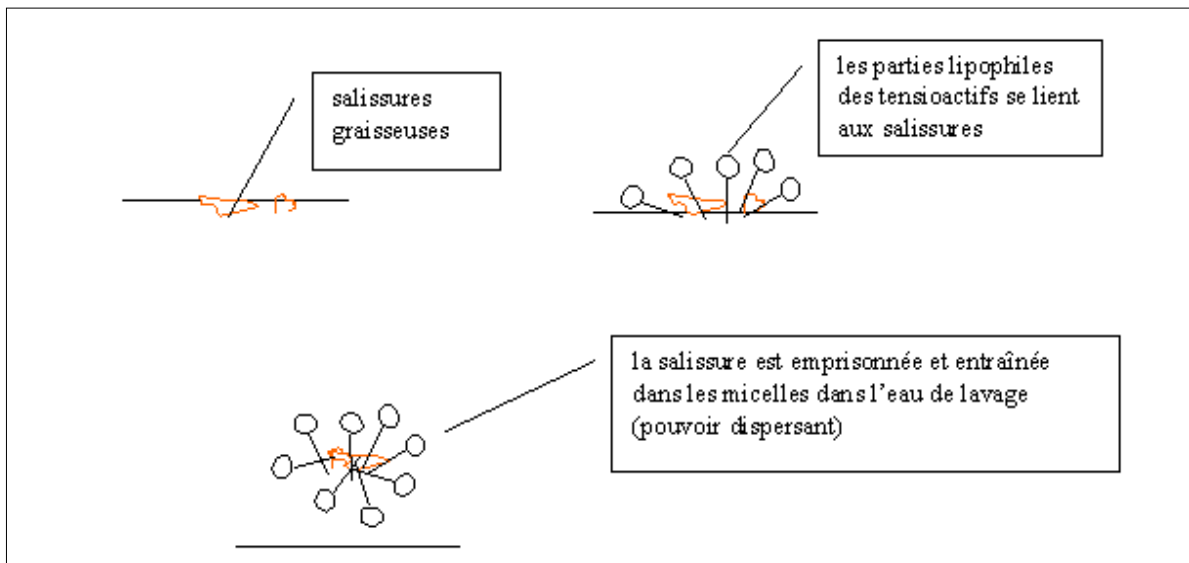


Fig.8 : Pouvoir détergent

II.5.6 Point de trouble

Le point de trouble que nous mesurons dans le présent travail traduit simplement la tenue au froid dans le liquide vaisselle. A basse température, ces liquides peuvent en effet se séparer en deux ou plusieurs phases, ce qui est un inconvénient majeur du point de vue esthétique et de l'acceptabilité du produit par le consommateur.

III Les détergents liquides vaisselles

La part de marché des produits pour nettoyer la vaisselle est très variable entre pays en voie de développement et pays développés mais, même dans ces dernières où la machine gagne peu à peu du terrain, le « produit vaisselle » traditionnel garde une place de premier choix dans les cuisines des consommateurs.

De plus, leur fabrication étant très simple, on a pu voir fleurir ces dernières années de nombreuses marques de distributeurs dont les produits inondent les linéaires des grandes surfaces aux côtés des produits de marques.

La base d'un liquide vaisselle repose sur un mélange de tensioactifs (20 à 40%) associée à des ingrédients spécifiques dont le rôle est de développer la mousse. Des matières premières annexes vont permettre un mélange stable et homogène des ingrédients entre eux et vont également conduire à obtenir une viscosité adéquate pour ce type de produits (hydrotropes).

Plus récemment sont apparus d'autres ingrédients dans des compositions davantage positionnées « haut de gamme », par exemple des agents assurant une bonne protection pour les peaux sensibles ou d'autres additifs assurant un meilleur drainage de l'eau (ce qui peut éviter la corvée de l'essuyage dans les meilleurs cas) ou encore des matières premières qui permettent d'obtenir un liquide transparent [4].

III.1 Types de détergents liquides vaisselles

III.1.1 Liquides conventionnels

Apparus en 1986 aux Etats-Unis (Bright Side de Colgate) et en 1987 en Europe, les liquides représentent aujourd'hui 30% du marché aux Etats-Unis et 15% en Europe. La technologie de base est la même que celle des poudres conventionnelles (avec toutefois un PH et une réserve d'alcalinité réduits) ; la forme liquide nécessite cependant la présence d'un agent structurant (argile par exemple ou polymères). De plus, ils doivent avoir un comportement rhéologique thixotropique pour qu'ils soient faciles à doser, mais suffisamment visqueux pour ne pas fuir dans les distributeurs des machines.

III.1.2 Liquides concentrés

Il n'existe qu'un seul type de produit dans le commerce, dont la particularité consiste en la présence à la fois d'agents chlorés et d'enzymes (Sun).

Pour réussir ce défi technologique, l'idée a été d'introduire l'agent chloré sous forme de

microcapsule de cire ayant un point de fusion aux alentours de 46. Cette technique permet de protéger les enzymes dans le produit au cours du stockage et à ces mêmes enzymes d'agir efficacement dans la machine.

III.1.3 Composition d'un détergent liquide vaisselle

La base d'un liquide vaisselle repose sur un mélange de tensioactifs en proportions variables :

- Produit économique : pourcentage d'actifs environ 20%
- Produit intermédiaire : pourcentage d'actif environ 30%
- Produit haut de gamme : pourcentage d'actif supérieur ou égal à 40% associées à des ingrédients spécifiques dont le rôle est de développer la mousse. D'autres ingrédients vont permettre un produit stable et homogène des ingrédients entre eux [4].

III.2 Influence des différents facteurs sur le lavage

A la différence du dégraissage par solvant organique, qui s'appuie essentiellement sur le pouvoir de solubilisation du composé employé, l'efficacité du nettoyage en solution aqueuse repose sur plusieurs facteurs dont aucun ne peut être laissé de côté sans perte importante d'efficacité de nettoyage [5].

III.2.1 L'eau

La notion de la dureté de l'eau est très importante pour les usagers des détergents, le dosage de produit à utiliser varie en fonction, bien entendu, du degré de salissure, des articles, mais aussi la dureté de l'eau utilisée.

Le produit lessiviel, va utiliser plusieurs propriétés de l'eau pour agir sur les salissures,

- elle peut dissoudre certaines substances ;
- elle est capable de retenir certaines particules en suspension ;
- elle mouille les articles ;
- elle permet aux réactions chimiques d'avoir lieu.

Il s'agit donc d'un allié précieux mais qui ne présente malheureusement pas que des qualités, en effet, toute eau naturelle contient des sels minéraux parmi les quels les bicarbonates de calcium

et de magnésium ; ces sels solubles peuvent, sous l'effet de la température, devenir insolubles (carbonates).

Une eau est dite dure lorsqu'elle est fortement chargée en ions Ca^{2+} et Mg^{2+} et, par opposition, douce lorsqu'elle contient peu de ces ions. Lorsqu'une eau dure est chauffée (60°C), il se forme un précipité insoluble, c'est le tartre ou le calcaire.

La dureté de l'eau résulte de son contact avec les formations rocheuses lors de son passage dans le sous-sol. Elle varie donc en fonction de la nature de celui-ci et de la région d'où provient l'eau.

Théoriquement, si l'on exclut tous les phénomènes liés à la pollution, l'eau de pluie est presque chimiquement pure et totalement déminéralisée. Par contre, au fur et à mesure qu'elles ruissellent, les eaux se chargent de divers minéraux, notamment des composés de calcium et de magnésium.

Pour définir la concentration de ces éléments dans la composition d'une eau, on emploie le concept de dureté [6].

Tableau 1 : Définition de la dureté de l'eau [4].

Dureté	Abréviation	Définition
Dureté totale	TH	Sels de calcium et de magnésium
Dureté temporaire	TAC	Bicarbonates et carbonates de calcium et de magnésium.
Dureté permanente	TH – TAC	Sels neutres de calcium et de magnésium (soit la teneur globale en sulfates et chlorure de calcium et magnésium)

Dureté totale

La dureté totale est la concentration de tous les minéraux contenus dans une eau, plus cette concentration est forte, plus cette eau est dure et plus cette concentration est faible plus cette eau est douce.

Nom de valeur et unités de mesure

Diverses définitions sont utilisées pour exprimer la dureté de l'eau :

La dureté de l'eau est exprimée en TH, qui signifie « Titre Hydrotimétrique » ou en DH : « Dureté Hydrotimétrique ».

Tableau 2 : unités de la dureté de l'eau [4].

Unités de dureté	Vaut	Equivalent à :
1 degré allemand (1 DH)	1.79 TH	10mg /l de chaux vive
1 degré français (1 TH)	0.56 DH	10 mg/l de carbonate de calcium (CaCO ₃) 4 mg/l de Ca ²⁺ ou 2.4 mg/l de Mg ²⁺

Il existe aussi des degrés anglais et américains mais qui sont moins employés que les degrés français et allemand. La grille présentée ci-dessous permet de qualifier les eaux selon leur degré de dureté

Tableau 3 : qualification de l'eau [4].

Type de l'eau	En degré français
Eau très douce	De 0 à 5 TH
Eau douce	De 6 à 10 TH
Eau moyenne	De 11 à 15 TH
Eau dure	De 16 à 29 TH
Eau très dure	Valeurs supérieures ou égales à 30 TH

III.2.2 La température d'utilisation

La température joue un rôle important lors de l'opération de lavage. Elle exerce peu d'influence sur le mouillage, mais son augmentation améliore l'adsorption des tensioactifs aux interfaces, accélère la cinétique de réactions chimiques comme la saponification et facilite l'action séquestrant de certains adjuvants, notamment les phosphates. L'effet de la température sur la détergence est maximisé d'une part lorsque la température de liquéfaction des graisses est atteinte et d'autre part lorsque la solution nettoyante est portée à ébullition, grâce à l'énergie supplémentaire apportée par la formation de bulles de vapeur.

La température de l'eau utilisée pour laver la vaisselle à la main est très variable et dépend du climat et la disponibilité de l'eau chaude. Dans les régions tropicales où la température ambiante de l'eau est de 30-37°C, beaucoup de graisses comestibles sont au moins partiellement

liquéfiées à cette température. Dans les régions à climat modéré, l'eau peut être à une température proche de 0°C, selon sa source et la saison. Sous ces conditions, une source d'eau chaude est essentielle. La température typique de lavage est 32-43°C [7].

La température maximale à laquelle les plats sont lavés est approximativement 50°C. Au-dessus de cette température l'eau devient dangereusement chaude. L'eau plus chaude est utilisée pour les travaux durs, mais les articles y sont laissés tremper et ne sont pas maniés, à moins que peut-être des gants soient utilisés. Élever la température du lavage peut considérablement augmenter l'efficacité du nettoyage [8].

III.2.3 La durée du nettoyage

Il paraît évident que l'efficacité du nettoyage dépend du temps alloué au contact entre le substrat et la solution détergente. En effet, les processus d'émulsion, de dissolution, de saponification et de pénétration des salissures, qui possèdent tous les caractéristiques cinétiques propres, sont d'autant plus complets que le temps de contact avec les salissures est long. La durée de nettoyage peut être diminuée par l'augmentation de l'énergie mécanique ou de la température.

III.2.4 L'action mécanique

L'action mécanique lors du lavage de la vaisselle à la main est très importante car elle facilite l'action de la solution détergente. Cet apport extérieur d'énergie, généralement sous forme d'agitation ou de friction, améliore la séparation et la dispersion des salissures, ainsi que le transfert de masse à l'intérieur du bain.

Notons que tout supplément d'énergie mécanique apportée à un système lors de l'opération de lavage permet de réduire la température de fonctionnement ainsi que la durée du cycle de nettoyage.

III.3 Tests spécifiques pour l'évaluation des caractéristiques de produit liquide vaisselle

Pour déterminer la performance d'un produit liquide vaisselle donné, on évalue les propriétés suivantes :

a) pouvoir détergent vis-à-vis des surfaces lisses (PDVSL)

La méthode est décrite par la norme AFNOR T 73-802 (**Annexe 2**).

Ce pouvoir est déterminé au laboratoire par lavage de la vaisselle, selon un test dit

« dishwashing-test » (**Fig.9**). Ce test consiste à déterminer le nombre d'assiettes préalablement souillées qu'il est possible de laver dans une solution détergente.



Fig.9 : Dishwashing test.

b) Pouvoir émulsionnant [9]

Toutes les méthodes décrites dans la littérature font appel à l'examen de la stabilité de l'émulsion. Nous nous sommes basés sur la norme ISO 70 27, en mesurant la turbidité avec un turbidimètre de marque WTW (modèle turb 555) (**Fig.10**).



Fig.10 : Turbidimètre de marque WTW

C) La teneur de matière active anionique

La TMA est déterminée en se basant sur la norme ISO 2271-1972(F) (**Annexe1**).

d) Le point de trouble

Les normes internationales ou nationales : ISO 1065-1975 AFNOR T 73 DIN 53-917 et ASTM D 2024-65, définissent trois méthodes de mesure du point de trouble, qui consiste à mesurer la température à laquelle se produit ce phénomène [10].

e) La viscosité

La viscosité est déterminée selon la norme NF T 60-100.

Elle est déterminée par la méthode classique en utilisant un viscosimètre de type ubbelhode de constante viscosimétrique 0.3149 cSt/sec (**Fig.11**).

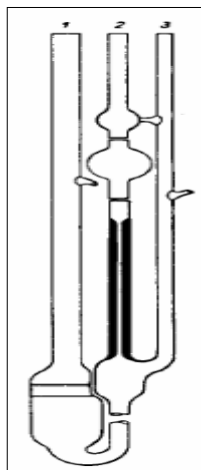


Fig.11: Viscosimètre de type ubbelhode.

f) Pouvoir moussant

Elle est mesurée selon la norme AFNOR T 73-404 (**Annexe 3**), qui consiste à noter la hauteur de la mousse 30 secondes, 3 minutes et 5 minutes après la chute d'une hauteur de 450 mm, de 500ml d'une solution détergente, sur une surface liquide de la même solution (**Fig.12**).



Fig.12 : Représentation schématique de l'appareil de mesure du pouvoir moussant

IV SURFACES DURES ET SALISSURES

IV.1 Les surfaces dures

Les surfaces concernées par le lavage de la vaisselle à la main sont simples à imaginer puisqu'elles consistent en tout article ménager utilisé dans la cuisine, par exemple, assiettes, verres, plats divers, casseroles, couverts, ...

Tableau 4 : Principaux types de surfaces dans le lavage de la vaisselle [4].

Verres	Tous types (sodo-calciques, fluoro-calciques, borosilicatés, cristal...). Les articles peuvent être en verre non décoré ou décoré.
Porcelaine	Décorée sous émail, sur émail, décoration fondue dans l'émail, ou encore peinte à la main.
Faïence Céramique	Généralement décorées sous émail.
Argent	Soit en argent massif (7-8 % de cuivre), soit en métal argenté (couche superficielle).
Acier inoxydable	Couverts.
Aluminium	
Cuivre	
Plastique	Polycarbonates, polypropylènes...
Bois	...

IV.2 Les salissures

Il s'agit principalement de salissures alimentaires (à part quelques exceptions comme le rouge à lèvres, les traces métalliques...), dont les composants de base sont :

- les glucides (sucres, féculents, hydrates de carbone...);
- les lipides (graisses végétales ou animales);
- les protides (viande, lait, poisson...);
- des sels minéraux;
- des additifs divers (colorants...); et bien souvent les salissures se trouvent sous forme de

combinaison. Les difficultés d'enlèvement de salissures d'une surface dépendent de l'énergie que l'on apporte : la somme des énergies thermiques (eau chaude), chimique (le détergent) et mécanique doit être supérieure aux énergies qui assurent la cohésion de la salissure et son adhésion aux surfaces (**Fig.13**).

Le degré de difficulté d'enlèvement dépend des énergies mises en oeuvre:

- dans **A** (cohésion : par exemple beurre, sucre) ;
- entre **A et B** (cohésion : colles...)

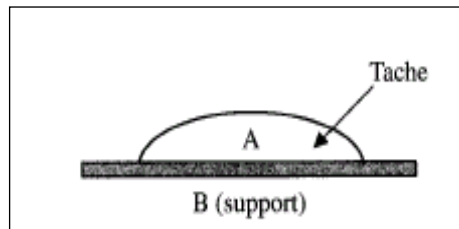


Fig.13 : Adhésion d'une salissure à un substrat [4]

Ces forces sont variables selon la nature des aliments en présence et le traitement qu'ils ont subi (cuisson, nature de l'eau, séchage).

On peut représenter d'une manière simple la difficulté d'enlèvement avec le graphe de la (**Fig.14**).

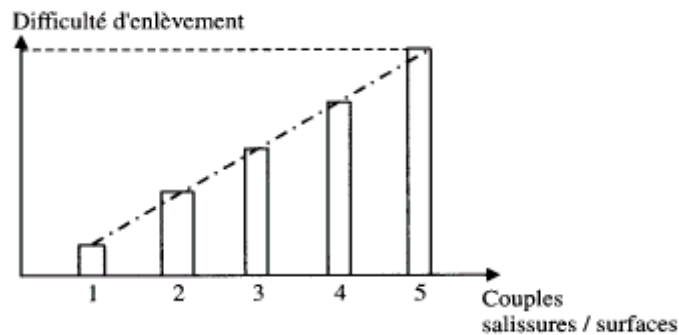


Fig.14 : Difficulté d'enlèvement selon les couples salissures/surfaces [4]

Dans ce graphe, le couple 1 pourrait être par exemple du sirop (sucre) sur du verre, le couple 3 des pâtes collées sur du pyrex et le couple 5 du lait sur de l'inox.

En cas de mauvais résultats, c'est la ménagère qui fera la différence en augmentant l'énergie mécanique (en utilisant au besoin des tampons plus ou moins abrasifs) ou /et en faisant tremper les articles très fortement tâchés dans une solution chaude (énergie chimique et thermique).

Partie Expérimentale

Introduction

Le but de ce travail est d'évaluer les caractéristiques d'un détergent liquide destiné pour le lavage de la vaisselle, et notamment son efficacité. Ces caractéristiques seront comparées à celles de neuf autres produits du commerce qui ont fait l'objet d'une évaluation similaire [11].

Les propriétés évaluées sont les suivantes :

- Le taux de matière active anionique.
- Le pouvoir détergent vis-à-vis des surfaces lisses.
- Le pouvoir émulsionnant et la stabilité de l'émulsion formée.
- Le point de trouble
- La viscosité.
- Le pouvoir moussant et la stabilité de la mousse formée Le choix des caractéristiques à évaluer dépend des étapes de l'opération de lavage et de leur importance.

On notera qu'il existe des caractéristiques de performance techniques, celles liées à l'efficacité du nettoyage et le moussage et d'autres esthétiques, concernant beaucoup plus l'aspect du détergent. Ces caractéristiques sont aussi importantes les unes que les autres et influent fortement sur le choix du consommateur.

Produits et matériels

Le produit testé est un détergent liquide importé de Turquie et conditionné et commercialisé par la SARL Hayet (Blida) en flacons de 750 mL. Les indications suivantes sont portées sur le flacon :

Teneur en matière active anionique : 5 à 15 % ;

Amphotères et matière protectrice : >5 %

Le prix du Flacon est de 85 DA.

Analyses effectuées

Le taux de matière active anionique

La teneur en matière active anionique a été faite auprès du Laboratoire de Contrôle et Qualité de Bab Ezzouar.

La teneur en matière active anionique représente la quantité de tensioactif anionique incorporée dans la formulation du produit détergent. Son importance réside dans le fait que le tensioactif anionique possèdent des propriétés détergentes excellentes, La teneur en matière active

anionique est exprimée en (meq/gr) (et non en % poids vu que nous n'avons pas la masse molaire de la matière active utilisée).

Le taux de matière active est déterminé selon la norme (**Annexe 1**).

Principe de la méthode

La teneur en matière active anionique est déterminée dans un milieu composé de deux phases eau-chloroforme, par titrage volumétrique à l'aide d'une solution étalonnée de matière active anionique (chlorure de benzéthonium) en présence d'un indicateur qui est un mélange de colorant cationique (bromure de dimidium) et colorant anionique (bleu de disulfineVN 150).

La matière active anionique forme avec le colorant cationique un sel qui se dissout dans le chloroforme et lui confère une coloration rouge rosée.

Au cours du titrage, le chlorure de benzéthonium déplace le sel par 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 et auquel il confère une coloration bleue.

Calcul de la TMA

La TMA est calculée à l'aide de la formule suivante :
$$\text{TMA (m.e.q/g)} = 40 * V * T / m$$

Avec :

V : le volume de chlorure de benzéthonium nécessaire pour le titrage (ml).

m : la masse de la prise d'essai (gr).

T : la molarité de la solution de chlorure de benzéthonium (= 0.0004 mol/l).

Mode opératoire

Peser 10g de détergente liquide vaisselle à analyser

Dissoudre la prise d'essai dans un peu d'eau

Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine et neutraliser jusqu'à teinte rose pale avec de l'hydroxyde de sodium (NaOH), (on utilise NaOH et non l'acide sulfurique car la matière active anionique est généralement acide)

Transverser dans une fiole de 1l. Compléter au volume avec de l'eau distillée.

Bien mélanger et prélever à l'aide d'une pipette 25ml de la solution ainsi préparé, les introduire dans un erlenmeyer.

Ajouter 10ml d'eau distillée, 15ml de chloroforme et 10ml d'indicateur mixte.

Titration de la solution

Titre à l'aide de la solution 0.004 de chlorure benzethonium. Après chaque addition, boucher le flacon ou l'erlenmeyer et bien agiter.

Lorsqu'on approche de virage, les émulsions formées pendant l'agitation tendent à se briser facilement.

Continuer le titrage goutte à goutte et en agitant après chaque addition jusqu'à point final. Celui-ci est atteint lorsque la couleur rose a complètement disparu du chloroforme, qui prend alors une teinte gris-bleu-pale.

Résultats obtenus

Tableau 5 : les valeurs de TMA (meq) des détergents [11].

Détergent	Volume de titrage (ml)	TMA (m.e.q/g)	Produit par	Rapport des TMA (*)
Agir	11.7	0.158	Zakaria	1
Brim	9.9	0.159	El Nesr	1.01
Palmolive	10	0.162	Colgate-palmolive	1.03
Golden	15.4	0.167	El mouhit	1.05
Gala	10.80	0.172	Baser kinya san.ve	1.09
Aigle	10.4	0.187	G.S.I.P.H, Rouiba	1.18
Isis	12.4	0.197	ENAD-Henkel	1.25
Chiah	10	0.230	Chiah, Alger	1.45
Produit testé	12.2	0.385	SARL Hayet, Blida	2.43
Ultra	30	0.680	Yplon (U.E)	4.3

(*) Rapport des TMA = TMA (produit) / TMA (Agir)

Agir étant le produit ayant la TMA la plus faible.

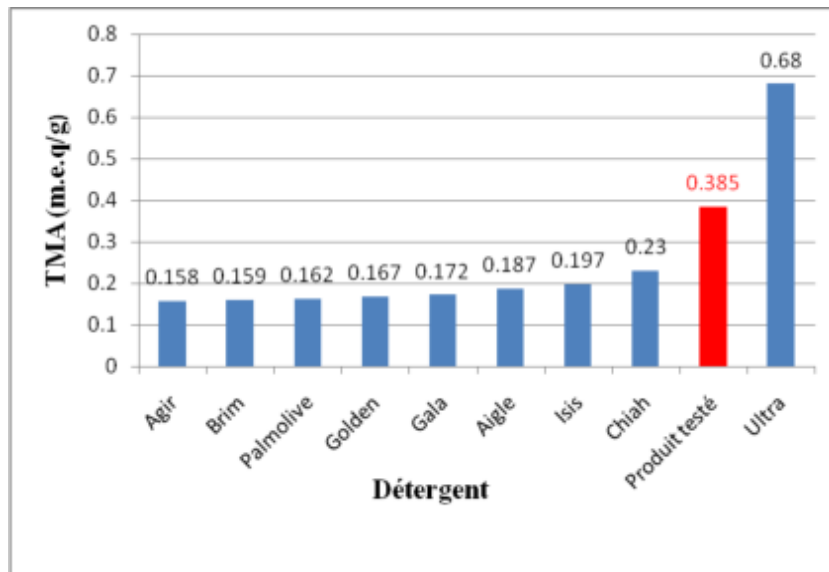


Fig.15 : Teneur en matière active anionique des différents produits.

Commentaire : La plus grande valeur de TMA a été enregistrée pour le produit « Ultra » (0.68 meq/gr) alors que pour les neuf autres produits, la TMA est comprise entre 0.15 et 0.39 meq/gr. « Ultra » a une TMA quatre fois plus importante que celle de « Agir » voir **Fig.15**.

Nous voyons bien que la teneur en matière active anionique du **produit testé** est appréciable. Elle est deux fois moins importante que celle du détergent « Ultra ».

Le pouvoir détergent (PDVSL)

Le test de lavage nous renseigne sur l'efficacité du nettoyage, et la stabilité de la mousse tout au long de l'opération de lavage, et qui donne les principes directeurs pour des essais comparatif d'évaluation de performance. Il s'agit du pouvoir détergent vis-à-vis des surfaces lisses ou PDVSL.

Le PDVSL ou encore «Dishwashing test » est défini comme étant le nombre d'assiettes préalablement souillées qu'il est possible de laver dans une solution de détergent avant la disparition totale de la mousse à la surface de bac de lavage.

La performance des détergents pour le lavage des vaisselles à la main varie avec les conditions d'emploi. Un contrôle strict des paramètres principaux et de l'opération de lavage est de ce fait exigé pour obtenir un essai comparatif significatif des produits de lavage de la vaisselle. Le pouvoir détergent est déterminé selon la norme AFNOR T 73-802

Composition de la salissure

La salissure doit être parfaitement contrôlée. Dans notre cas, sa composition est la suivante :

56% d'huile végétal de tournesol commercialisé par Cevital.

12% beurre fleurial commercialisé par Cevital.

2% d'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$).

30% de la farine ordinaire.

Cette composition a été inspirée par la norme (ASTMD 4009-1992) donné dans **(l'annexe 2)**.

Ces ingrédients sont mélangés dans un bécher, introduit dans un bain marin ($40^{\circ}C$) remué jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène. 1ml de salissure est prélevé avec une seringue de 2.5ml et étalé uniformément sur chaque assiette. Cette quantité a été déterminée lors des essais préliminaires destinés à évaluer la quantité nécessaire pour couvrir toute la surface de l'assiette.

Principaux paramètres de lavages

Lot de vaisselle souillée

Nous avons effectué les tests de lavage sur des assiettes plates en céramique de 20cm de diamètre. Le lavage des assiettes est effectué dans une bassine en matière plastique pouvant contenir un volume de 3l de solution détergente. Le lavage est effectué manuellement à l'aide d'une lavette de dimension (6x 8,5x4,5 cm) dont le côté éponge est utilisé pour frotter les assiettes.

Préparation de la solution détergente

On mesure une quantité de 3ml du produit à tester à l'aide d'une éprouvette graduée de 10ml qu'on verse dans la bassine. Puis, on y ajoute 3l d'eau de robinet à l'aide d'une fiole jaugée de 1l maintenue à 20cm au-dessus du bord de la bassine et ce pour favoriser la formation de la mousse.

Température

La température modifie l'état physique de la souillure (par exemple les souillures graisseuses) et la stabilité des mousses et de ce fait, elle est un facteur important.

Le contrôle de la température permet de comparer les produits dans des conditions identiques. Pour nos essais, tous les lavages ont été effectués à température ambiante (voisine de 25°C).

Apport d'énergie mécanique

Il est nécessaire d'opérer calmement et régulièrement avec un mouvement aussi constant que possible pour maintenir l'apport d'énergie mécanique ou le temps aussi constant que possible. C'est un point fondamental pour des essais comparatifs fidèles sur les produits de lavage de vaisselle, et il peut être la cause d'écarts importants dans les résultats.

Le lavage des assiettes

Une fois la solution lavante préparée, on y introduit la lavette et on commence à nettoyer les assiettes souillées une par une de la manière suivante :

L'assiette est placée au centre de la bassine, à moitié immergée dans la solution de lavage en position inclinée à environ 45° par rapport au fond de la bassine. On frotte les deux côtés de l'assiette à l'aide de la lavette en effectuant des mouvements de rotation durant environ 5 à 10 secondes. L'assiette est alors rincée sous le robinet.

L'opération de lavage est terminée lorsque les trois observations suivantes ont été remarquées:

- Disparition de la mousse avec formation d'une couche grasseuse à la solution de la solution lavante ;
- Apparition d'un anneau de souillure (film gras) à l'intérieur de la bassine.

Résultats obtenus

Le nombre d'assiettes lavées par notre produit est donné sur le tableau 6.

Tableau 6 : nombre d'assiettes lavées par chaque produit

Détergent	Nombre d'assiettes(PDVSL)
Agir	21
Brim	23
Palmolive	52
Golden	32
Gala	48
Aigle	46
Isis	50
Chiah	64
Produit testé	17
Ultra	84

Commentaires

A partir de ces résultats, nous pouvons distinguer trois catégories de produits :

1. Ceux qui lavent entre 15 et 30 assiettes : Agir, Brim, Golden, produit testé.
2. Ceux qui lavent entre 30 et 50 assiettes : Palmolive, Gala, Aigle, et Isis.
3. Ceux qui lavent plus que 50 assiettes : Chiah et Ultra.

- En examinant ces résultats, on ne trouve aucune corrélation entre la teneur en matière active anionique (TMA) et le nombre d'assiettes lavées (PDVSL) **Fig. 16**.

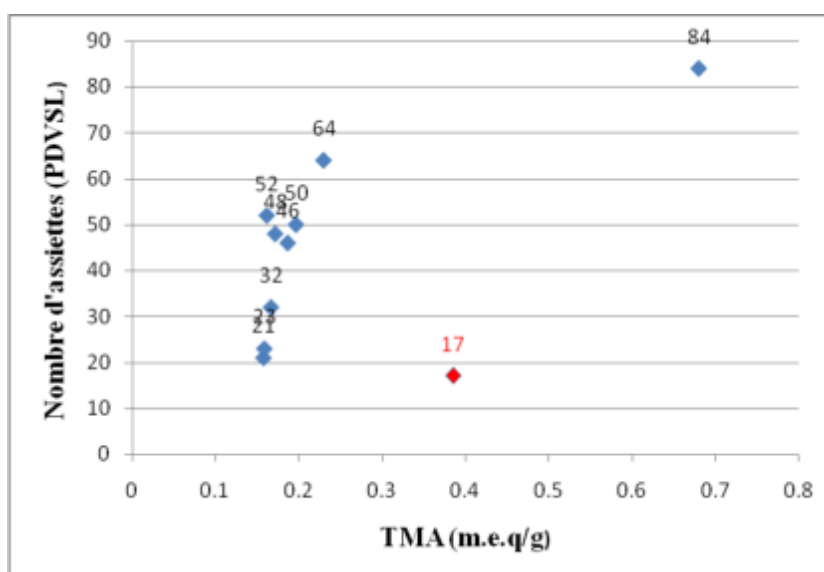


Fig.16 : le nombre d'assiettes lavées en fonction de la teneur en matière active anionique

Ainsi, le produit « Palmolive » qui a une TMA de seulement 0.162 (m.e.q/g) a des performances nettement supérieures à celles des autres produits que se soit du point de vue efficacité de lavage (nombre d'assiettes lavées) ou du point de vue stabilité de l'émulsion formée.

Le produit testé a une TMA relativement plus importante (0.385 m.e.q/g), mais il est beaucoup moins performant du point de vue efficacité de lavage (17 assiettes).

Le prix est également un facteur qui influence le choix du consommateur. En procédant comme dans l'étude précédente [12], nous avons calculé le prix de 100 ml de produit testé (Tableau 7).

Tableau 7: Prix (février 2004), et Volume de produits [12].

Produit	Prix (DA)	volume (ml)	Prix de 100 ml du produit (DA)
Brim	35	500	7,00
Chiah	65	750	8,67
Isis	75	750	10,00
Produit testé	85	750	8,82 (2009)
Ultra	220	500	44,00

Nous avons déjà une idée sur le rapport qualité/prix, selon ce critère, « Ultra » lave quatre fois plus d'assiettes que « Brim » tout en lui étant six fois plus cher (en comparant les prix à quantité

égale), cependant « Ultra » est 3 fois plus cher que « Chiah » et le rapport des PDVSL de ces deux produits n'est que de $84/64 = 1,3$

Ainsi, une grande différence des coûts ne traduit pas forcément une grande différence en termes de performance [12]. Nous remarquons que du point de vue qualité/prix, le produit testé est trois fois moins performant que les produits de la même gamme (Isis, Chiah).

La turbidité (pouvoir émulsionnant)

Les mesures de la turbidité fournissent une bonne indication sur la capacité de la solution détergente à garder les salissures en émulsion et à empêcher leur redéposition sur les articles lavés, ce qui a une grande importance pour l'opération de lavage et pour le résultat final.

Pour cela, on s'est basé sur la norme ISO 70 27, en mesurant la turbidité de l'émulsion « solution détergente- huile végétale » à l'aide d'un turbidimètre de marque WTW (modèle Turb 555) qui permet de mesurer des turbidités comprises entre 0 et 10000 NTU (Nephelometric Turbidity Unit).

Rappelons que la turbidité correspond à la réduction de la transparence d'un liquide due à la présence de particules en suspension. Elle se mesure en faisant passer un faisceau lumineux à travers l'échantillon à tester puis mesurer la lumière diffusée à 90° par les particules en suspension.

Mode opératoire :

Préparer une solution détergente de concentration 1ml d1e détergent par un litre d'eau de robinet avec une éprouvette graduée de 25ml, prélever 20ml de cette solution, ajouter 0.2 g d'une huile végétale.

Bien rincer la cuve en verre, avant de remplir de l'échantillon à analyser. Fermer la cuve avec le couvercle noir étanche à la lumière.

Il faut s'assurer que l'extérieur de la cuve soit propre, sec, exempt d'empreintes digitales.

Insérer la cuve dans le puits de cuve turbidimètre.

Afin de créer l'émulsion de manière reproductible, les cuves de mesure sont d'abord agitées en leur faisant subir un mouvement de rotation de 45 tours/min à l'aide d'un dispositif adapté sur un broyeur à boulet.

Après cette phase d'agitation, la cuve est introduite dans le turbidimètre et des mesures sont faites à trois intervalles de temps : 1 min, 3 min et 5 minutes. La valeur enregistrée pour la turbidité correspond à la valeur interpolée à 3 minutes. La plus grande valeur de turbidité correspond à la plus grande stabilité d'émulsion.

Résultats obtenus

Pour le test de stabilité de l'émulsion formée, le produit testé a été comparé avec Isis Vaisselle

Tableau 8 : les valeurs de turbidité des produits étudiés.

DETERGENT	Turbidité (NTU) (à 1 min)	Turbidité (NTU) (à 3 min)	Turbidité (NTU) (à 5 min)
Produit testé	71.412	56.000	59.000
ISIS vaisselle	72.300	56.656	45.500

Commentaires

Nous remarquons que les pouvoirs émulsionnants des deux produits sont tout à fait comparables, de même que la stabilité de l'émulsion formée.

La viscosité

La viscosité joue un rôle essentiel dans les détergents liquides puisque le dosage que va utiliser la ménagère lui est directement lié : un produit trop visqueux est généralement difficile à doser par pression sur le flacon ; un produit trop liquide peut paraître peu économique à l'utilisateur.

La viscosité a été mesurée à la température ambiante (voisine de 20°C) à l'aide d'un viscosimètre Ubbelohde de constante viscosimétrique égale à 0.3149 cSt/sec, appareil qui convient pour la mesure des viscosités dans le domaine allant de 60 à 600 cSt. Elle est déterminée selon la norme NF T 60 – 100.

Résultats obtenus

Tableau 9 : les valeurs de viscosité des produits étudiés.

Détergent	Viscosité (cSt)
Agir	65
Brim	153
palmolive	532
Golden	240
Gala	452
aigle	285
Isis	277
chiah	159
Produit testé	356.70
Ultra	260

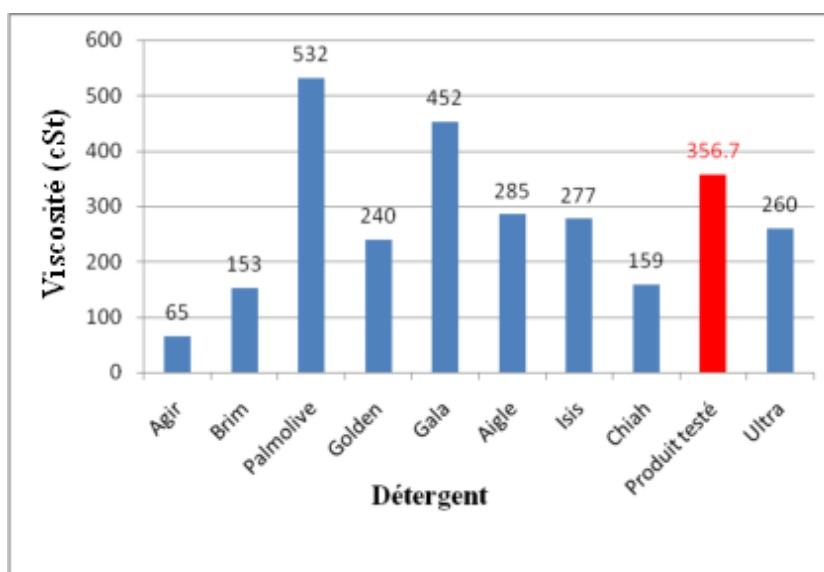


Fig.17 : la viscosité de chaque produit.

Commentaire

Nous voyons (Fig. 17) que la valeur la plus élevée pour la viscosité est celle du produit

« Palmolive » : 532 cSt.

La plus faible valeur de viscosité a été enregistrée pour « Agir » (65 cSt).

Les autres produits, ont des valeurs moyennes, allant de 159 à 357 cSt, la valeur de la viscosité du produit testé est dans cet intervalle.

La viscosité typique d'un détergent liquide vaisselle de l'ordre de 100- 500 cSt. Dans certains marchés ou mondes les consommateurs préfèrent beaucoup plus les produits d'une viscosité de l'ordre de 2000 – 3000 cSt [13].

Le point de trouble

C'est la température à laquelle un trouble apparaît lorsqu'on diminue la température du produit dans des conditions normalisées.

Résultats obtenus

Tableau 10 : les valeurs du point de trouble des produits étudiés.

Détergent	Agir	Brim	palmolive	Golden	Gala	aigle	Isis	chiah	Produit testé	Ultra
Point de trouble (°C)	5	4	3	8	12	2	5	Pas de trouble (-7)	6	13

Commentaire

On remarque que les températures de trouble les plus importantes sont celles des détergents

« Gala » et « Ultra », elles sont respectivement de 12 et 13 °C.

« Golden » présente un trouble : séparation en deux phases.

En Europe et aux Etats-Unis, il est préférable que le point de trouble soit inférieur à 5°C, une température supérieure à 5 °C est considérée comme inacceptable [13].

Le point de trouble du produit testé égal à 6 °C est tout à fait acceptable (climat Méditerranéen).

« Chiah » est un cas particulier, car il ne présente aucun trouble même à des températures aussi basses que (-7°C).

Le pouvoir de moussant :

La méthode retenue pour l'évaluation du pouvoir moussant est celle de ROSS MILES.

Elle consiste à faire tomber d'une hauteur fixée, une quantité connue de la solution à tester sur la surface de la même solution (**Fig.12**).

Nous avons préparés des solutions de concentration 1ml de détergent par litre d'eau de robinet, en procédant au mode opératoire indiqué par la norme AFNOR T 73 404 (**Annexe3**).

Les résultats sont rassemblés sur le tableau 6ci-dessous :

Résultats obtenus :

Dans cette partie le produit testé a été comparé avec un produit très répandu sur le marché (ISIS vaisselle).

Tableau 11 : les valeurs de hauteur de mousse des produits étudiés.

DETERGENT	Hauteur de la mousse (à 30s)	Hauteur de la mousse (à 3min)	Hauteur de la Mousse (à 5min)	Le temps de chute
Produit testé	5.5	5	4.8	2.50
ISIS vaisselle	6	5	5	2.29

Commentaire :

Nous voyons que le pouvoir moussant et la stabilité de la mousse sont du même ordre de grandeur pour les deux produits bien que Isis Vaisselle soit beaucoup plus performant, comme en atteste les nombres d'assiettes lavées par les deux produits.

Conclusion

L'objet de ce travail était de caractériser aussi complètement que possible un produit liquide vaisselle du point de vue de son efficacité. Ses caractéristiques ont été comparées à celles de neuf autres produits du commerce qui ont fait l'objet d'une évaluation similaire.

Les propriétés suivantes ont été évaluées en faisant appel à des méthodes d'essais normalisés ou inspirées de celles-ci.

- Le taux de matière active anionique
- Le pouvoir détergent vis-à-vis des surfaces lisse.
- Le pouvoir émulsionnant.
- Le pouvoir moussant.
- Le point de trouble
- La viscosité.

Les caractéristiques techniques (TMA, pouvoir détergent, stabilité de la mousse etc...) sont des mesures très importantes pour décrire la performance de lavage.

Le test du pouvoir de détergent nous donne sans doute la meilleure information sur la performance globale du produit. De plus, on a utilisé une salissure grasseuse et des conditions très proches de celles rencontrées dans les conditions ordinaires.

En considérant les caractéristiques de performance du détergent liquide et particulièrement le pouvoir de détergent vis-à-vis des surfaces lisses (PDVSL), nous pouvons, sur la base des résultats obtenus, distinguer trois catégories de produits :

Les produits haut gamme tel que « Ultra » qui a un excellent pouvoir détergent ainsi qu'une bonne stabilité d'émulsion.

La deuxième classe est attribuée aux produit suivants « Palmolive », « Golden », « Gala », « Aigle », et « Isis », leur performances est sont très voisines du point du vue efficacité de nettoyage, stabilité de l'émulsion ; leurs prix sont également du même ordre de grandeur.

En fin les produits bas de gamme : « Agir », « Brim » et le produit testé, qui viennent en dernier avec un pouvoir détergent relativement faible par rapport aux précédents.

Le point de trouble du produit testé est de $+6^{\circ}\text{C}$, Le point de trouble doit être suffisamment bas pour qu'il ne pose pas de problème lors du transport et du stockage dans les magasins ,les valeurs habituellement acceptables se situant entre **0 et 5°C** . Les consommateurs n'accepteraient pas d'acheter un produit qui se trouble et change d'aspect.

D'autres parts les résultats obtenus montrent que le produit le plus visqueux est « Palmolive », le moins visqueux étant « Agir » un produit dont les performances sont également limitées.

Les autres détergents liquides vaisselles, y compris le produit testé, ont des valeurs intermédiaires qui sont acceptables car un produit trop visqueux est difficile à doser tandis qu'un produit trop fluide ne sera pas apprécié par le consommateur.

L'aspect esthétique des produits liquides vaisselle est aussi un critère important pouvant influencer le choix du consommateur.

Le consommateur apprécie davantage la mousse, la douceur et le parfum agréable d'un produit, car ces critères qui ne sont pas utiles au niveau de la performance, servent à rendre un peu plus agréable la tâche fastidieuse de faire la vaisselle.

En conclusion nous pouvons dire que, globalement, les performances du liquide testé sont acceptables est proches de celles des autres produits de même gamme.

Bibliographie

Bibliographie :

- [1]: R. Perrin et J.P. Scharff, Chimie Industrielle, Masson Paris (1995)
- [2]: BUTIN Pauline, DOS SANTOS, Annabelle GIRARD et Christelle JAKOB Frédéric, Savons et Détergents Synthétiques, Prépa Capes 2007/2008
- [3]: S. E. CHITOUR, Physico-chimie des surfaces, Vol »1 », OPU, Alger-1992
- [4]: HO TAN TAI. L, Détergents et produits de soin corporels, Dunod, Paris-1999
- [5]: http://www.irsst.qc.ca/fr/_publicationirsst_834_.htm
- [6]: Glossaire de la détergence, www.perso.wanadoo.fr/bernard.pironin/glossaire.htm
Page consultée le 27 avril 2009.
- [7]: N. C. Power, J. Amer, Oil Chem. Soc. 40:290 (1963).
- [8]: L'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) www.irsst.qc.ca/fr/publicationirsst_834_.htm, page consultée le 27 mars 2004.
- [9]: W. Chirash, J. Am. Oil Chem. Soc. 58:362A (1981).
- [10]: http://www.agr.gc.ca/misb/spccrops/cs-sc_php.htm
- [11]: N. MEDJAHED, Etude comparative de différents détergents liquides, PFE, ENP (2004)
- [12]: L. BENSARI, Etude Comparative De Détergents Liquide-Vaisselle, mémoire de magister, ENP (2006)
- [13]: K.Y. Lai, Liquid Detergents, Surfactant Science Series, volume 67, Marcel Dekker (1997)
- [14]: JEAN PORE, les dispersions aqueuses, techniques et documentation, Lavoisier, Paris-1983

Annexes

NORME INTERNATIONALE **ISO** 2271



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

Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active anionique (méthode par titrage direct dans deux phases)

Première édition — 1972-09-01

CDU 661.185 : 543

Réf. N° : ISO 2271-1972 (F)

Descripteurs : agent de surface, détergent, analyse chimique, dosage, analyse volumétrique, anion.

Prix Losé sur 4 pages

Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active anionique (méthode par titrage direct dans deux phases)

1 OBJET

La présente Norme Internationale fixe une méthode de détermination de la teneur en matière active anionique dans les détergents.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est applicable à l'analyse des alkylbenzène sulfonates, alkylsulfonates, sulfates et hydroxysulfates, alkylphénol sulfates, éthoxysulfates d'alcool gras et dialkylsulfosuccinates, et à la détermination de la teneur en matières actives contenant un groupe hydrophile par molécule.

NOTE — Les sulfonates à faible masse molaire, présents sous forme d'hydrotope (toluène, xylène) n'interfèrent pas si leur teneur par rapport aux matières actives est inférieure ou égale à 15 % (m/m). A une plus grande teneur, leur influence doit être étudiée pour chaque cas particulier.

Le savon, l'urée et les sels de l'acide éthylène diamine tétracétique n'interfèrent pas.

Les composants minéraux typiques des détergents tels que le chlorure de sodium, sulfate, borate, tripolyphosphate, perborate, silicate etc., n'interfèrent pas; mais les agents blanchissants, autres que le perborate, doivent être détruits avant l'analyse.

3 RÉFÉRENCES

ISO/R 385, *Burettes*.

ISO/R 648, *Pipettes à un trait*.

ISO/R 1042, *Fioles jaugées à un trait*.

4 PRINCIPE

Détermination, dans un milieu composé de deux phases eau-chloroforme, de la teneur en matière active anionique, par titrage volumétrique à l'aide d'une solution étalonée 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 de disulfine VN 150).

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.

5 RÉACTIFS

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente;

Les réactifs doivent répondre aux caractéristiques suivantes:

5.1 Chloroforme, $\rho_{20} = 1,48$ g/ml, distillant entre 59,5 et 61,5 °C.

5.2 Acide sulfurique, solution 5 N.

Ajouter avec précaution 134 ml d'acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,83$ g/ml, à 300 ml d'eau et diluer à 1 l.

5.3 Acide sulfurique, solution 1,0 N.

5.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée 1,0 N.

5.5 Laurylsulfate de sodium (dodécylsulfate de sodium) $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}]$ solution titrée 0,004 M.

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

5.5.1 Contrôle de la pureté du laurylsulfate de sodium

Peser, à 1 mg près, $5 \pm 0,2$ g du produit dans un ballon de 250 ml à fond rond, muni d'un col rodé. Ajouter exactement 25 ml d'acide sulfurique (5.3), et porter à l'ébullition sous réfrigérant à reflux. Pendant les premières 5 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 l'ébullition, laisser sur un bain d'eau bouillante pendant 60 min.

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

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

Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine (5.7), titrer la solution avec l'hydroxyde de sodium (5.4).

Effectuer un essai à blanc, en titrant 25 ml d'acide sulfurique (5.3) par l'hydroxyde de sodium (5.4).

La pureté du laurylsulfate de sodium, exprimée en pourcentage, est égale à

$$\frac{28,84 (V_1 - V_0) T_0}{m_1}$$

où

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

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour l'échantillon;

m_1 est la masse, en grammes, du laurylsulfate de sodium à contrôler;

T_0 est la normalité exacte de la solution d'hydroxyde de sodium.

5.5.2 Solution titrée de laurylsulfate de sodium 0,004 M

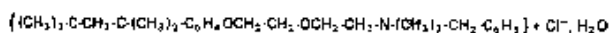
Peser, à 1 mg près, 1,14 à 1,16 g de laurylsulfate de sodium, et faire dissoudre dans 200 ml d'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l, munie d'un bouchon rodé, et compléter au volume avec de l'eau.

Calculer la molarité, T_2 , de la solution, à l'aide de la formule

$$T_2 = \frac{m_2 \times \text{pureté} (\%)}{288,4 \times 100}$$

où m_2 est la masse, en grammes, du laurylsulfate de sodium.

5.6 Chlorure de benzéthonium¹⁾, solution titrée 0,004 M. Chlorure de benzyldiméthyl [(p-tétraméthyl-1,1,3,3, butylphénoxy)-2 éthoxy] · 2 éthyl] ammonium, monohydraté.



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

Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l, munie d'un bouchon rodé, et ajuster au volume avec de l'eau.

NOTES

1 Pour obtenir une solution 0,004 M, peser, à 1 mg près, 1,792 g de chlorure de benzéthonium, séché auparavant à 105 °C, faire dissoudre dans de l'eau, et diluer à 1 l.

2 Les essais effectués conduisent à penser que d'autres réactifs cationiques, tels que le bromure de cétyl 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 procès-verbal d'essai. En outre, en cas de doute, et dans tous les cas s'il y a contestation, seule la méthode au chlorure de benzéthonium fera foi.

5.7 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 10 g/l.

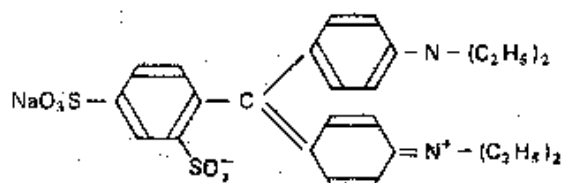
Dissoudre 1 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V)

5.8 Solution d'indicateur mixte.²⁾

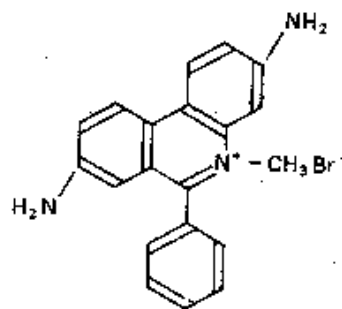
5.8.1 Solution mère

Cette solution doit être préparée à partir de l'acide bleu 1, et du bromure de dimidium.

5.8.1.1 Acide bleu³⁾ (C.I. 42045) (Sel disodique) de l'acide disulfonique-2,4 diaminodéthyl-4',4'' triphényl-méthane)



5.8.1.2 Bromure de dimidium (Bromure de diamino-3,8 méthyl-5 phényl-8 phénanthridinium)



5.8.1.3 Préparation de la solution mère

Peser, à 1 mg près, 0,5 ± 0,005 g de bromure de dimidium (5.8.1.2) dans un bécher de 50 ml, et 0,25 ± 0,005 g de bleu disulfine (5.8.1.1) dans un second bécher de 50 ml.

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

Faire dissoudre et transvaser les solutions dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer les béchers avec la solution d'éthanol, introduire le liquide de rinçage dans la fiole jaugée puis ajuster au volume avec une solution d'éthanol à 10 % (V/V).

1) Un des noms commerciaux de ce produit est : «Hyamine 1622».

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

3) Quelques-uns des noms commerciaux de ce produit sont : «Bleu VS» ou «Bleu disulfine VN 150».

5.8.2 Solution acide d'indicateur mixte

Ajouter, à 20 ml de solution mère (5.8.1), 200 ml d'eau dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 20 ml d'acide sulfurique 5 N (5.2), mélanger et ajuster au volume avec de l'eau. Conserver à l'abri de la lumière.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Flacons de 200 ml, munis d'un bouchon rodé, ou éprouvettes graduées de 100 ml, munies d'un bouchon rodé.

6.2 Burettes de 25 ml et 50 ml, conformes à ISO/R 385, classe A.

6.3 Fiole jaugée de 1 l, munie d'un bouchon rodé, conforme à ISO/R 1042.

6.4 Pipette à un trait, de 25 ml, conforme à ISO/R 648, classe A.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Etalonnage de la solution de chlorure de benzéthonium

Prélever, à l'aide de la pipette (6.4), 25 ml de solution 0,004 M de laurylsulfate de sodium (5.5), les introduire dans un flacon ou une éprouvette (6.1), ajouter 10 ml d'eau, 15 ml de chloroforme (5.1) et 10 ml de solution acide d'indicateur (5.8).

Titre, à l'aide de la solution 0,004 M de chlorure de benzéthonium (5.6); après chaque addition, boucher le flacon ou l'éprouvette et bien agiter. La couche inférieure est rose. Continuer le titrage, en agitant vigoureusement. Lorsqu'on approche du virage, les émulsions formées pendant l'agitation tendent à se briser facilement. Continuer le titrage, goutte à goutte, et en agitant après chaque addition, 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.

La molarité, T_1 , de la solution de chlorure de benzéthonium est donnée par la formule

$$T_1 = \frac{T_2 \times 25}{V_2}$$

où

T_2 est la molarité de la solution de laurylsulfate de sodium;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure de benzéthonium utilisé.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, une prise d'essai contenant 3 à 5 milliéquivalents de matière active anionique.

NOTE — Le tableau ci-dessous, qui a été calculé sur la base d'une masse molaire de 360, peut être utilisé comme guide approximatif.

TABLEAU — Masse de la prise d'essai

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

7.3 Détermination

Dissoudre la prise d'essai dans de l'eau. Ajouter quelques gouttes de phénolphaléine (5.7), et neutraliser jusqu'à teinte rose pâle, soit par l'hydroxyde de sodium (5.4), soit par l'acide sulfurique (5.3), selon le cas.

Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l (6.3), compléter au volume avec de l'eau. Bien mélanger et prélever, à l'aide d'une pipette (6.4), 25 ml de la solution ci-dessus, les introduire dans un flacon ou une éprouvette (6.1), ajouter 10 ml d'eau, 15 ml de chloroforme (5.1) et 10 ml de solution acide d'indicateur mixte (5.8). Titrer avec la solution de chlorure de benzéthonium (5.6), selon le processus indiqué en 7.1.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul

La teneur, en pourcentage en masse, de matière active anionique est égale à :

$$\frac{V_3 \times T_1 \times 1000 \times M \times 100}{25 \times 1000 \times m_0} = \frac{4 \times V_3 \times T_1 \times M}{m_0}$$

La quantité de matière active anionique, en milliéquivalents par gramme, est égale à :

$$\frac{40 \times V_3 \times T_1}{m_0}$$

où

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

M est la masse molaire de la matière active anionique;

T_1 est la molarité de la solution de chlorure de benzéthonium (5.6);

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure de benzéthonium (5.6) utilisée pour le titrage d'une partie aliquote de 25 ml de solution de matière active anionique.

8.2 Répétabilité

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

8.3 Reproductibilité

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

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode utilisée;
- c) les résultats obtenus;
- d) les conditions de l'essai;
- e) tous détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

édité par l'association française de normalisation (afnor) - tour europe cedex 7 92080 Paris la défense - tél. (1) 778-13-26

FASCICULE DE DOCUMENTATION	AGENTS DE SURFACE DÉTERGENTS POUR LE LAVAGE DE LA VAISSELLE À LA MAIN Principes directeurs pour des essais comparatifs d'évaluation de performance	T 73-802 Janvier 1985 ISO 4198
AVANT-PROPOS		
<i>À sa date de publication, le présent fascicule de documentation reproduit la norme ISO 4198 éditée en 1984 par l'Organisation internationale de normalisation.</i>		
<i>Les documents mentionnés au chapitre 2 « Références » font respectivement l'objet des normes françaises NF T 73-009 et NF T 73-000.</i>		
SOMMAIRE		
		Page
0	Introduction	2
1	Objet	2
2	Domaine d'application	2
3	Références	2
4	Définition	2
5	Généralités	2
6	Caractéristiques liées à la performance propre à chaque étape successive du lavage	3
7	Lot de vaisselle souillée	4
8	Opération de lavage	5
9	Méthodes d'appréciation des caractéristiques liées à la performance	7
10	Compte rendu des résultats et leur interprétation	8
		© afnor 1985 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays

0 Introduction

Pour entreprendre des essais comparatifs d'évaluation de performance des détergents pour le lavage ménager de la vaisselle à la main, il est nécessaire de tenir compte de plusieurs paramètres liés les uns aux autres ou apparemment indépendants. Les paramètres particuliers et l'attention qu'on y porte varieront d'une région et d'un pays à un autre, en fonction

- de la variété des souillures provenant des habitudes différentes de restauration;
- des matériaux utilisés pour la fabrication des ustensiles de cuisine, du service de table et des couverts;
- de la qualité de l'eau et des habitudes de lavage à la main.

Dans le lavage à la main, l'effort manuel, la température et le volume de l'eau et la dose de détergent sont contrôlables et varient en fonction de l'opérateur.

Reconnaissant l'importance et la valeur de l'information apportée aux utilisateurs, grâce à un essai comparatif effectué à partir de méthodes d'essais manuelles ou mécaniques, la présente Norme internationale expose les critères à retenir pour la conception des essais et pour l'évaluation des résultats. Le premier critère, qui concerne tous les consommateurs, est l'élimination effective d'une grande variété de souillures sur toutes sortes d'ustensiles ménagers souillés par les nourritures et les boissons.

Bien qu'il soit reconnu que l'odeur, la douceur, l'apparence et le toucher peuvent influencer le choix, ces facteurs, ainsi que les effets toxicologiques et écologiques, bien que reconnus d'une extrême importance, ne sont pas pris en compte dans la présente Norme internationale. Il est supposé, selon les conditions d'emploi, que les détergents utilisés pour le lavage de la vaisselle à la main ne détériorent pas les ustensiles de cuisine, le service de table et les couverts.

La présente Norme internationale montre comment établir de manière satisfaisante les méthodes d'essais comparatifs, en dépit de la complexité des habitudes différentes des populations; cependant ni un seul essai, ni les séries d'essais effectués au laboratoire ne pourront définir entièrement les limites de performance des nombreux détergents pour le lavage de la vaisselle à la main actuellement sur le marché.

1 Objet

La présente Norme internationale établit des principes directeurs pour entreprendre des essais comparatifs afin de déterminer les principales caractéristiques liées à la performance des détergents à l'état solide ou liquide pour le lavage ménager de la vaisselle à la main, qui présentent de l'intérêt pour les consommateurs.

Elle énumère et définit les caractéristiques liées à la performance considérées; elle donne les détails des divers paramètres à considérer, rappelle leur signification et fournit une base sur laquelle des méthodes d'essais comparatifs réalistes peuvent être établies.

2 Domaine d'application

La présente Norme internationale est applicable aux détergents vendus pour le lavage ménager de la vaisselle à la main. Ce type de lavage est censé comprendre le lavage à la main de tous les ustensiles ménagers utilisés pour le stockage, la préparation et la cuisson de la nourriture, pour la restauration et pour la boisson.

3 Références

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

ISO 862, *Agents de surface — Vocabulaire.*

4 Définition

détergent pour le lavage de la vaisselle à la main: Détergent¹⁾ à l'état de poudre ou liquide fabriqué pour être utilisé pour le nettoyage de la vaisselle à la main.

5 Généralités

L'essai de performance doit être effectué sur les produits disponibles (ou étant importés) dans le pays concerné. L'opération de l'essai de lavage de la vaisselle, ainsi que le choix des ustensiles et les autres paramètres, sont influencés par les habitudes de lavage du pays concerné.

L'échantillonnage des produits solides et liquides doit être effectué selon les modes opératoires spécifiés dans l'ISO 607.

La présente Norme Internationale couvre les principales préoccupations propres à l'évaluation des produits de lavage de la vaisselle à la main, à savoir :

- a) les caractéristiques liées à la performance propre à chaque étape successive du lavage (voir chapitre 6);
- b) les lots de vaisselle souillée nécessaires pour l'évaluation de ces caractéristiques (voir chapitre 7);
- c) l'opération de lavage à effectuer (voir chapitre 8).

À propos du lot de vaisselle souillée et de l'opération de lavage, il est énuméré un certain nombre de paramètres principaux et secondaires.

Les méthodes d'appréciation des caractéristiques liées à la performance et la manière dont les résultats doivent être consignés et interprétés sont également développées.

6 Caractéristiques liées à la performance propres à chaque étape successive du lavage

6.1 Remarques générales

Pour évaluer la performance des produits destinés au lavage de la vaisselle à la main, il est nécessaire de choisir l'opération de lavage à utiliser.

6.2 Étapes de l'opération de lavage

Le choix des opérations à effectuer doit être fait conformément aux habitudes des consommateurs car chaque étape a une influence sur le résultat final.

L'opération complète peut inclure les étapes suivantes :

- a) élimination par grattage des souillures grossières;
- b) trempage des souillures cuites ou séchées;
- c) prérinçage;
- d) rinçage (avant, pendant ou après le lavage);
- e) lavage (avec addition de détergent);
- f) rinçage;
- g) égouttage et séchage à l'air;
- h) essuyage (s'il est prévu).

6.3 Classification des caractéristiques liées à la performance au cours de l'opération de lavage

Du fait que le consommateur est impliqué dans chaque opération, la performance du produit ainsi observé au moment du résultat final est influencée par les actions du consommateur à chaque étape de l'opération. Les caractéristiques suivantes peuvent jouer un rôle dans cette évaluation :

a) Dosage et facilité de dissolution du détergent

Lors de la conception des essais, le dosage doit être étudié. La dissolution complète et sa vitesse sont particulièrement importantes lorsque des produits solides sont utilisés.

b) Performance du nettoyage en comparant l'action physique par rapport à l'effet, compte tenu

- 1) de l'élimination des souillures et des graisses au cours du lavage;
- 2) du degré de dispersion des souillures et des graisses dans la solution de lavage;
- 3) de l'importance de la redéposition (s'il y en a) de la souillure sur la bassine à laver ou l'instrument auxiliaire de lavage ou
- 4) de l'importance des salissures sur la torche (s'il est utilisé).

c) Caractéristiques de moussage, comprenant

- 1) volume initial de mousse, type de mousse et vitesse de moussage;
- 2) stabilité de la mousse au cours du lavage;
- 3) facilité d'élimination de l'excès de mousse au cours du rinçage.

d) Vitesse de l'égouttage.

e) Aspect final de la vaisselle (propreté, absence de traînées, de taches ou de meufes).

f) Quantité de produit nécessaire pour atteindre le niveau de performance correspondant à l'objectif de l'essai.

Ceci peut être exprimé en volume pour les liquides ou en masse pour les solides.

La masse relative, ou le volume relatif, sont d'importance économique pour le consommateur, quoique les liquides et les solides soient en pratique les uns et les autres mesurés en volume.

NOTE — Les caractéristiques telles que l'odeur et la sensation vis-à-vis de la solution de lavage, quoique présentant une certaine importance pour un choix comparatif des produits, n'ont pas leur place dans l'appréciation de leur performance technique et, en outre, elles conduisent à une évaluation subjective.

De même, les effets sur les mains, suite à la fréquence des contacts, sont un aspect extrêmement important pour la choix du produit, pendant, l'évaluation de ces effets, comme les propriétés toxicologiques et écologiques, se trouvent être en dehors des préoccupations soulevées par la présente Norme internationale, car cela nécessite un programme d'essai distinct effectué par des experts appropriés.

Lot de vaisselle souillée

1 Remarques générales

Dans les essais, il est préférable d'utiliser de la vaisselle normalement souillée provenant des familles ou des cantines. Étant donné la grande variété des articles et des souillures, des essais répétés sont nécessaires pour obtenir des résultats statistiquement significatifs. Bien qu'un temps court de stockage d'ustensiles souillés devrait être admis comme normal, il ne devrait pas

être supérieur à une partie de la journée. De plus, la nature de la souillure sera un des paramètres les plus importants.

La souillure provenant d'un usage normal peut être simulée dans un laboratoire par une application contrôlée sur la vaisselle de nourritures qui sont courantes dans le pays. Si des souillures artificielles sont utilisées, les conditions dans lesquelles la souillure est appliquée sur l'article et l'interaction entre la souillure et l'article ont un effet sur les résultats de l'essai et, de ce fait, ces conditions devraient être normalisées. Une difficulté particulière peut être rencontrée pour la simulation du «brûlé» lors de la cuisson.

Le tableau en 7.2 énumère les paramètres qui devraient être contrôlés lors de la préparation et de l'utilisation des articles souillés. Ce tableau peut également être utilisé comme guide pour la préparation de lots comparables de vaisselle artificiellement souillée lorsque les articles naturellement souillés ne sont pas disponibles.

7.2 Lot de vaisselle souillée — Paramètres

Paramètre principal	Paramètre secondaire	Conditions essentielles pour l'essai	Commentaires
Souillures	Type et composition	Les éléments de nourriture et de préparation de plats utilisés pour la souillure doivent correspondre à ceux qui sont habituellement rencontrés dans le pays ou la région où les produits sont destinés à être utilisés. Par exemple: corps gras, protéines, hydrates de carbone, résidus solides de nourriture et acide tannique du thé, du café et du vin; rouge à lèvres, taches de fruits et nourritures brûlées ou cuites, etc. Plusieurs types de souillures sont nécessaires pour évaluer correctement la performance des produits pour le lavage de la vaisselle.	Plusieurs souillures séparées peuvent être appliquées sur le même support, mais elles devraient être appliquées en des endroits distincts.
	État physique	Utiliser des souillures solides, liquides et en pâte. Pour la reproductibilité de la comparaison, il est recommandé que les composants de la souillure soient identiques et définis, si possible, par leurs propriétés physiques et chimiques.	Théoriquement, les souillures doivent être stables ou être uniformément appliquées ou avoir au moins le même âge avant le lavage pour obtenir une comparaison valable.
Support (vaisselle, couverts et ustensiles de cuisine)	Type de vaisselle et matériau de fabrication	Prévoir une variété de différents supports. Utiliser les types d'ustensiles de cuisine, de service de table et de couverts les plus largement rencontrés dans les pays et fabriqués avec les matériaux habituellement les plus utilisés; par exemple: porcelaine, verre, céramique, métal, plastique, PTFE, etc.; mais les matériaux mous et/ou poreux (bois, grès) ne doivent pas être utilisés pour l'évaluation.	Il est essentiel que la surface de l'article utilisé ne soit pas modifiée au cours des lavages successifs durant une série d'essais; en particulier, tout grattage et toute autre modification de la surface devraient être évités.
	Nature de la surface	Les lots de vaisselle pour essais comparatifs doivent être comparables dans la mesure où la nature de la surface est concernée: poreuse (grès), non poreuse (porcelaine, faïence), hydrophile (bois), hydrophobe (plastique).	Pour cette raison, les plats poreux ne sont pas utilisés pour ce type d'essai; l'utilisation de support en bois n'est pas recommandée.

7.2 Lot de vaisselle souillée — Paramètres (fin)

Paramètre principal	Paramètre secondaire	Conditions essentielles pour l'essai	Commentaires
Préparation de la vaisselle souillée	Quantité de souillures	La quantité de souillures appliquées sur chaque article doit correspondre réellement aux articles naturellement souillés et être soigneusement mesurée.	Si des articles artificiellement souillés doivent être stockés durant un certain temps avant l'essai, contrôler la durée du stockage et maintenir constantes les conditions de stockage, par exemple: température et humidité relative.
	Application de la souillure sur le support	Appliquer les souillures uniformément et reproductiblement sur la vaisselle propre. Lorsque les souillures sont appliquées fondues (par exemple certaines graisses de cuisson), la température à laquelle la souillure est appliquée sur la vaisselle et celle à laquelle la souillure se solidifie doivent être contrôlées.	En pratique, c'est l'un des paramètres les plus importants.

8 Opération de lavage

8.1 Remarques générales

La performance des détergents pour le lavage de la vaisselle à la main varie avec les conditions d'emploi. Un contrôle strict des paramètres principaux et de l'opération de lavage est de ce fait exigé pour obtenir un essai comparatif significatif des produits de lavage de la vaisselle.

Les paramètres doivent être en relation avec les habitudes du consommateur dans le pays ou la région où les produits sont destinés à être utilisés. Ceux-ci comprennent les méthodes de lavage de la vaisselle adoptées par le consommateur, le matériel utilisé, la nature des ustensiles de cuisine, le service de table et les couverts, le type de souillures de nourriture en contact avec eux, la dureté, la température et le volume d'eau, la quantité de détergent, etc.

L'objectif fondamental du nettoyage est de vaincre les forces d'adhésion entre la souillure et le support. Au cours de l'opération du lavage de la vaisselle à la main, cela est réalisé par une combinaison de la concentration et des propriétés physiques et chimiques de l'agent de lavage de la vaisselle et de l'apport d'énergie manuelle fournie par l'opérateur. Lors de la comparaison de la performance de différents produits de lavage de la vaisselle, il est particulièrement important de contrôler rigoureusement l'intensité de l'énergie manuelle et sa durée. Des opérateurs expérimentés devraient être spécialement choisis

dans ce but, afin de se rapprocher le plus possible de la pratique du consommateur. Toutefois, les opérateurs devraient laver jusqu'à ce qu'ils estiment avoir atteint un niveau de propreté acceptable et comparer les temps demandés pour différents détergents.

En alternative, l'emploi d'un dispositif mécanique peut permettre un contrôle plus précis de l'énergie mécanique appliquée, à condition que l'interprétation des résultats soit toujours liée à l'appareil spécifique utilisé et l'on ne peut en déduire la pratique du consommateur, à moins d'une correspondance étroite avec ses habitudes.

Dans la pratique, les paramètres énumérés dans le tableau en 8.2 ont une forte influence sur les résultats du lavage. Lors de l'établissement d'une méthode d'essai comparatif, les paramètres devraient être choisis en tenant compte des conditions locales et leurs valeurs correspondantes devraient être fixées selon les exigences locales.

Le but d'un essai comparatif de détergents est de fournir un moyen de comparer, dans le cadre ménager, la performance dans des conditions pratiques. Le choix d'un seul essai ne peut jamais donner une comparaison réelle. Chaque essai individuel peut cependant contribuer à l'estimation d'une performance globale.

Le dosage des produits à utiliser dans les essais dépend de l'objectif de la comparaison. Cela est mentionné en 8.3 et discuté dans le chapitre 9.

8.2 Opération de lavage — Paramètres

Paramètre principal	Paramètre secondaire	Conditions essentielles pour l'essai	Commentaires
Matériel de lavage	Bassins à laver Bassine à vaisselle	Spécifier le matériau, le type et la taille de la bassine à vaisselle.	Le choix dépend des habitudes du consommateur.
	Instrument auxiliaire	Utiliser un instrument auxiliaire de lavage bien défini et habituellement employé tel que brosse, éponge, lavette.	Le même que celui utilisé dans les foyers.
b) mécanique	Instrument mécanique	Utiliser un dispositif bien défini, qui correspond à la pratique du consommateur.	Des contrôles sont nécessaires pour produire une énergie mécanique vraiment constante. Les résultats doivent correspondre à la pratique du consommateur.
Eau	Dureté	Contrôler la dureté totale et le rapport Ca/Mg. Une eau adoucie peut modifier la performance du produit. Plusieurs essais à différentes duretés peuvent être exigés, en fonction de l'étendue de la dureté de l'eau dans le pays où le produit est destiné à être utilisé.	Une eau dure synthétique peut convenir.
	Température	La température initiale pour toutes les opérations de lavage doit être constante. Contrôler la vitesse d'abaissement de la température et/ou effectuer l'essai à une température constante.	La température modifie l'état physique de la souillure (par exemple les souillures grasses) et la stabilité des mousses et, de ce fait, elle est un facteur important. Le contrôle de la température permet de comparer les produits dans des conditions identiques.
	Volume	Mesurer exactement le volume.	Cela dépend des habitudes du consommateur.
Préparation de la solution pour le lavage de la vaisselle	Quantité de produit	Fixer la quantité du produit à verser.	Cela dépend de l'objectif de l'essai.
	Mode d'introduction du produit dans l'eau	Certains consommateurs introduisent d'abord le produit dans la bassine à vaisselle, ensuite, ils versent l'eau; d'autres font le contraire. Des essais, en tenant compte des divers ordres d'introduction, peuvent être exigés.	Ces paramètres sont importants car ils peuvent modifier le dosage, la facilité de dissolution, le volume initial de mousse, et le toucher et l'odeur de la solution. Tout cela peut modifier notablement le jugement du consommateur.
	Préparation de la solution	Mélanger la solution de lavage de la vaisselle avant le début du lavage. La méthode, la vitesse du mélange et sa durée devraient être contrôlées.	Cela dépend des habitudes du consommateur.
Lot de vaisselle souillée	C'est l'un des facteurs les plus importants pour un essai comparatif fidèle. Les détails quant à la composition du lot de vaisselle souillée sont indiqués dans le tableau en 7.2.		
Méthode de lavage	Ordre d'introduction des articles souillés dans la solution de lavage de la vaisselle	Laver les ustensiles souillés pièce par pièce et lorsque le lot souillé comprend différents articles, les laver dans l'ordre: verrerie, service de table et ustensiles de cuisson.	Quoique certains consommateurs commencent par introduire la totalité du lot de vaisselle et, ensuite, ils la lavent; cette méthode ne peut être recommandée pour des essais comparatifs à cause de son inconvénient et de son effet sur la reproductibilité.
	a) manuelle	Opérer calmement et régulièrement avec un mouvement aussi constant que possible pour maintenir l'apport d'énergie mécanique ou le temps aussi constant que possible, ou utiliser une méthode qui englobe l'ensemble des différences entre opérateurs.	C'est un point fondamental pour des essais comparatifs fidèles sur les produits de lavage de la vaisselle, et il peut être la cause d'écart importants dans les résultats.
	b) mécanique	Le dispositif mécanique travaille avec un mouvement constant pour un temps donné exactement défini.	La pression entre le dispositif et les articles souillés doit être constante.
	Durée du lavage	Laver chaque type d'article dans un temps donné et contrôler le temps qui s'écoule entre les articles. L'emploi d'un chronomètre est nécessaire.	En pratique, le consommateur fait varier la durée du lavage selon le degré et le type de souillure sur les articles à laver et les lave jusqu'à ce qu'ils soient propres.

8.2 Opération de lavage — Paramètres (fin)

Paramètre principal	Paramètre secondaire	Conditions essentielles pour l'essai	Commentaires
Opérations complémentaires	Rincage	Maintenir la température de l'eau de rinçage et le temps de rinçage constants, quelle que soit la méthode utilisée (soit dans une baignoire à vaisselle séparée ou sous le robinet). Contrôler la dureté de l'eau et l'importance de l'agitation.	La méthode dépend des habitudes du consommateur.
	Égouttage et séchage et/ou essuyage	Quelle que soit la méthode utilisée (égouttage et séchage à l'air, séchage avec un torchon), contrôler la vitesse d'égouttage et le temps de séchage, la position des articles en cours d'égouttage et de séchage à l'air et la propreté des torchons.	Tous les paramètres mentionnés peuvent avoir une influence décisive sur l'aspect final de la vaisselle et doivent de ce fait être contrôlés.

8.3 Difficultés de l'évaluation de la performance

Une modification dans une opération manuelle devrait être reconnue comme source importante d'erreur expérimentale dans les essais, laquelle causera des fluctuations dans les résultats.

Les modifications sont dues

- a) aux différences dans les techniques utilisées par les différents opérateurs;
- b) à l'habitude de l'essai et, en particulier, du mode opératoire;
- c) à la fatigue;
- d) à l'orientation naturelle de l'essai.

Si le nombre de produits à comparer nécessite plus d'un seul opérateur, l'attribution des essais devrait être faite de manière à répartir au hasard les influences personnelles possibles des opérateurs. Différents procédés expérimentaux, en fonction du nombre de produits à comparer, peuvent être utilisés pour minimiser cette erreur expérimentale.

Des essais répétés devraient être poursuivis jusqu'à ce que l'on obtienne des résultats à un niveau de confiance satisfaisant avec un minimum de cinq essais répétés.

Si l'essuyage avec un torchon est une pratique acceptée du consommateur dans le pays ou la région où les produits sont destinés à être utilisés, il est recommandé qu'il fasse partie du mode opératoire prévu pour les essais comparatifs du produit. Cependant, il peut dissimuler des effets importants du produit et ceux de l'eau dure, et introduire d'autres paramètres dus à la composition des torchons et à leur condition d'utilisation. Il introduit également un nouveau paramètre dépendant de l'opérateur. Si l'essuyage avec un torchon est utilisé, tout transfert de la saleté sur un torchon normalisé devrait être examiné.

9 Méthodes d'appréciation des caractéristiques liées à la performance

9.1 Bases et objectifs d'appréciation

Les principales caractéristiques retenues par les consommateurs pour évaluer la performance des produits pour le lavage de la vaisselle sont énumérées en 6.3.

Deux d'entre elles ne sont cependant pas examinées ci-après parce qu'elles ne font pas partie de l'évaluation des résultats d'un essai individuel. Ce sont le dosage (6.3 a) qui a été décidé avant chaque essai et la quantité de produit nécessaire pour atteindre la performance optimale (6.3 f) qui peut seulement être déterminées par une évaluation après une série d'essais.

Une comparaison complète de la performance de différents produits pour le lavage de la vaisselle à la main pourrait les classer selon les caractéristiques 9.2 à 9.5 et, si possible, inclure également une évaluation subjective de l'une ou plusieurs de celles qui sont énumérées en 9.7 pourvu que le dosage des produits soit choisi en fonction de l'objectif de la comparaison.

Il y a un nombre d'objectifs possibles pour une comparaison de produits pour le lavage de la vaisselle à la main, par exemple:

- a) comparer les quantités utilisées en fonction des habitudes du consommateur dans le pays ou la région concerné;
- b) comparer des masses ou volumes égaux;
- c) comparer des quantités à prix égal;
- d) déterminer des quantités donnant la performance optimale;
- e) déterminer des quantités donnant une performance équivalente.

9.2 Efficacité du nettoyage

En machine à laver la vaisselle, la durée et l'énergie du cycle de lavage permettent que tous les articles soient propres. Par contre, dans le lavage de la vaisselle à la main les articles sont lavés un par un jusqu'à ce qu'ils soient considérés comme propres, et l'opérateur peut modifier l'apport d'énergie et sa durée pour atteindre cette propreté. L'efficacité du nettoyage d'un produit de lavage à la main est, par conséquent, évaluée par le consommateur à partir de la facilité et de la vitesse du nettoyage, le nombre de vaisselles souillées que la solution nettoie et l'aspect final de la vaisselle, etc., ce qui ne peut être qu'évalué subjectivement.

En conséquence, l'étude générale des essais comparatifs des produits de lavage de la vaisselle à la main correspond à l'évaluation du nombre d'articles qu'une solution donnée peut nettoyer. Cette étude nécessite que le moment où le pouvoir de nettoyage de la solution devient nul soit défini. L'apparition d'un anneau de saleté autour de la bassine et/ou la disparition de mousse et la formation d'une couche grasseuse à la surface de la solution peut être l'effet apparent de la non-efficacité de la solution de lavage de la vaisselle. Les critères pour déterminer la fin d'efficacité, qui sont basés sur le jugement de l'opérateur, doivent demeurer constants au cours d'une série d'essais.

9.3 Mousse

La disparition de la mousse est souvent considérée par le consommateur comme un critère commode d'observation de la disparition du pouvoir de nettoyage de la solution de lavage de la vaisselle, quoique, techniquement, ces effets ne soient pas nécessairement directement reliés. Lorsque la disparition de la mousse est considérée comme le point final d'un essai, le classement relatif des différents produits peut varier avec le type de souillures. Pour être réaliste, l'essai devrait être répété en utilisant un nombre de souillures différentes, chacune représentant les habitudes du pays concerné.

Une méthode d'essai, basée sur la disparition de la mousse, doit clairement faire la distinction entre le volume initial de mousse et sa stabilité au cours de l'essai. Le volume initial de mousse dépend à la fois des conditions d'agitation et de la capacité intrinsèque de moussage du détergent. Dans tous les essais, la même méthode pour la formation du volume initial de mousse doit être utilisée. Les deux paramètres les plus importants pour l'évaluation de la capacité de lavage de la vaisselle sont la quantité de mousse présente au début du lavage et la stabilité de la mousse en présence de quantités croissantes de souillures. L'importance relative de ces facteurs peut varier d'un pays à un autre.

9.4 Égouttage

Il est d'usage de laisser s'égoutter la vaisselle, la vitesse à laquelle l'eau s'écoule de la vaisselle et la présence ou l'absence de gouttelettes sur la surface après égouttage pouvant s'évaluer.

9.5 Aspect global

Il est souvent significatif de comparer l'aspect global final de la vaisselle après lavage et séchage, ce qui peut fournir en plus de l'évaluation des taches, des traînées et des débris de résidus des nourritures sur la vaisselle, une mesure de la performance du nettoyage. Une comparaison effectuée par des juges expérimentés peut donner une évaluation de l'aspect global, celui-ci comprenant le brillant et l'éclat en termes de critères de choix. Cet aspect est naturellement fonction des opérations faisant suite au lavage, c'est-à-dire les méthodes de rinçage et de séchage.

Tandis que le consommateur lave jusqu'à ce que l'article soit «propre», il devrait être reconnu que l'étalon de propreté peut différer d'un pays à un autre, d'un consommateur à un autre et d'un article à un autre. Ainsi, certains consommateurs peuvent effectuer une suite d'opérations de lavage: rinçage, lavage, rinçage, égouttage; d'autres peuvent se contenter de laver et d'essuyer avec un torchon; d'autres encore acceptent de laver et de laisser égoutter. La propreté des articles, résultant de ces opérations, est évidemment acceptable pour le consommateur effectuant le lavage de la vaisselle, mais, en fonction du critère retenu, les articles peuvent montrer des différences quant à la «propreté» dans un essai d'évaluation.

9.6 Estimation globale de la performance technique

Dans les chapitres précédents, les diverses caractéristiques de la performance du produit ont été identifiées et des essais peuvent être réalisés pour effectuer une estimation comparative des produits selon chacune de ces caractéristiques. Un nombre de comparaisons est alors obtenu et il est parfois possible de grouper ces estimations pour avoir une estimation unique globale.

Non seulement les estimations se rapportent à différentes caractéristiques, mais chaque consommateur peut avoir également une opinion différente en ce qui concerne la plus importante.

9.7 Autres caractéristiques

En plus de la performance technique, des caractéristiques telles que l'odeur du produit, sa douceur vis-à-vis des mains, sa facilité globale d'emploi et sa vitesse d'utilisation, peuvent en pratique jouer un rôle important dans le jugement des consommateurs pour le choix comparatif d'un produit. La présente Norme internationale fait mention de ces facteurs, mais ne les traite pas.

10 Compte rendu des résultats et leur interprétation

Bien que la conclusion finale soit sous la responsabilité du laboratoire qui a mené l'expérimentation, les recommandations suivantes peuvent aider dans la préparation d'un rapport objectif et significatif des résultats.

a) Chaque caractéristique est généralement indépendante et indique un aspect différent de la performance. Le fait de regrouper les caractéristiques en une seule valeur chiffrée est souvent illusoire. En fait, chaque consommateur peut avoir une opinion différente sur ce qui lui paraît le plus important, et le fait de mentionner séparément chaque caractéristique peut l'aider à faire un choix.

b) L'estimation d'un jury donne généralement directement le classement des produits selon la caractéristique considérée, mais elle ne donne pas de valeurs absolues et ne permet pas de classer les produits, par exemple, selon une certaine échelle arbitraire de nettoyage.

c) Le rapport doit décrire clairement et en détail les conditions expérimentales de l'essai et donner la description des méthodes utilisées.

d) Le rapport doit indiquer au moins la valeur moyenne de chaque caractéristique et le paramètre statistique qui détermine les différences significatives à un niveau de confiance donné.

e) Dans le cas de l'estimation d'un jury par comparaison par paire, il ne peut y avoir de valeur moyenne, mais les produits peuvent être classés les uns par rapport aux autres ou par rapport à un produit de référence.



Standard Guide for Foam Stability of Hand Dishwashing Detergents¹

This standard is issued under the fixed designation D 4009; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This guide provides guidelines for several techniques of measuring the foam stability of light-duty hand dishwashing detergent products in the presence of artificially applied test-food soils. It is intended as a laboratory screening test to aid in the formulation of products, for quality control and as a basis between the formulator and supplier in standardizing specific products' performance.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Summary of Guide

2.1 Soiled dinner plates are washed by hand in solutions of hand dishwashing detergents under standardized conditions until an end point of near-disappearance of the foam is reached, after which the number of plates washed is compared to the number of plates washed using a standard product.

3. Significance and Use

3.1 The guide, as now constituted, is not suitable for ranking of hand dishwashing products, since no basis is available at this time for correlation of the foam stability of these products using any particular food soil or combination of soils with consumers' ranking of performance.

3.2 The relative foam stability ranking of hand dishwashing detergent products will vary greatly depending on the type of food soils used in the test. Therefore, selection of the standard food soil to be used in a test shall be made by agreement between the interested parties on the basis of experience.

3.3 This laboratory screening guide includes flexibility in several areas so as to allow its use by the maximum number of laboratories, without purchase of significant additional equipment. It should be recognized, therefore, that differences in specific equipment may result in a reduced level of interlaboratory and interoperator precision, and such results must be evaluated with caution.

4. Recommended Conditions

4.1 **Water Hardness**—If only one test is to be made, hard water (150 ppm, about 9 grains per gallon (gpg)) is suggested.

¹ This method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-12 on Soaps and Other Detergents and is the direct responsibility of Subcommittee D12.16 on Hard Surface Cleaning.

Current edition approved Dec. 15, 1992. Published February 1992. Originally published as D 4009 - 81. Last previous edition D 4009 - 81 (1986).

To produce a more complete picture of product performance, test at two or three additional hardness levels: soft water (35 ppm, 2 gpg); moderately hard water (100 ppm, 6 gpg); or very hard water (260 ppm, 15 gpg).

4.1.1 **Calcium/Magnesium Ratio** (as CaCO_3)—It is suggested that this ratio be adjusted for different water hardness as follows:

Water Hardness Range, ppm (gpg)	Calcium/Magnesium Ratio
0 to 60 (0 to 3.5)	4:1
61 to 120 (3.6 to 7.0)	3:1
121 and over (7.1 and over)	2:1

4.2 **Water Temperature**—The water temperature at the start of the test should be adjusted to 47°C (117°F).

5. Materials

5.1 **Plain White Glazed Dinner Plates in Sound Condition**—200 to 230 mm (8 to 9 in.) in diameter, with 160 to 165 mm (6 1/4 to 6 1/2 in.) indented bottom.

5.2 **Dishpan (conventional)**—Bottom diameter = 280 mm (11 in.), top diameter = 370 mm (14 1/2 in.), depth = 140 mm (5 1/2 in.). Sheet metal or plastic are suitable materials.

5.3 **Dishcloth (any conventional brand), Dish Mop, or Disposable Dishcloths**—Enough clean dish cloths (or dish mops) should be available to ensure the use of a fresh cloth (or dish mop) for each test run in one day. A new disposable cloth should be used for each wash.

5.4 Any suitable reservoir of 4-L capacity, that can be readily loaded with test water and that can deliver its contents through a 9.5-mm (3/8-in.) (inside diameter) drainage tip. Preferably, this drainage tube is an open-shut style to permit full flow immediately upon opening.

6. Standard Soils

6.1 Four soils, representative of those commonly used for hand dishwashing tests, are described below. Other soil compositions may be used.

6.1.1 Soil A:

	wt %
Lard (not hydrogenated)	15.3
Wesson oil	9.2
Corn oil	9.2
Oleic acid (USP)	4.2
Salt	0.4
Gelatin	0.4
Flour	41.6
Water	15.7
	100.0

6.1.1.1 Prepare this mixture on the day prior to use. Discard any soil more than one day old. Prepare as follows:

Weigh the lard, vegetable oil,² corn oil, and oleic acid into a beaker and warm to 38°C (100°F). Add the salt, gelatin, and flour while mixing with a spatula. Store at 3 to 6°C (38 to 42°F) overnight. The following day, just prior to use and without heating, blend in the water with a large 200-mm (8-in.) spatula. Apply soil at room temperature. A bright dye may be added to aid visual inspection.

6.1.2 Soil B:

Flour	50 %
Shortening	48 %
Oleic acid (USP)	2 %

6.1.2.1 Warm the shortening with oleic acid to 38°C (100°F). Slowly add flour while mixing with a spatula and warming to 49°C (120°F). Hold soil temperature at 49 ± 1.5°C (120 ± 3°F) while soiling dishes.

Note—In order to prevent soil from melting off plates, do not exceed the proper wash water temperature of 47°C (117°F).

6.1.3 Soil C—Shortening.

6.1.3.1 Warm the shortening to 42 ± 1.5°C (108°F ± 3°F) and maintain at this temperature during soiling. A small amount of an oil-soluble dye³ can be added to the warm shortening before soiling to provide visual evidence of soil residue.

6.1.4 Soil D:

	wt %
Shortening	42.85
Spray-dried egg powder	14.3
Tap water	42.85

6.1.4.1 Prepare as follows: Weigh into the bowl of an electric household mixer⁴, the required amount of shortening. Weigh in egg powder and then blend at low speed with the mixer to form a thick paste. Add tap water, heated to about 40°C (104°F), over a period of about 1 min, while mixing, and then blend for approximately 4 to 5 min until the mixture attains a homogeneous creamy consistency. The quantity prepared should be sufficient for one day's work only, soil being made up fresh daily. Approximately 450 g of shortening and 150 g of egg powder make sufficient soil for about 500 plates.

7. Preparation of Soiled Plates

7.1 Wash the plates thoroughly, by usual hand methods or in an automatic dishwasher, before starting the test and between test soilings/washings to provide clean dry plates.

7.2 Place on a balance, the beaker containing the selected soil, A, B, or C. Set to weigh 6.0 ± 0.1 g light. Use a spatula or spoon to remove 6.0 g soil for application to a plate. Alternatively, weigh each plate, tare, and then add soil to 6.0 ± 0.1 g.

7.3 Transfer Soil A or B most readily, with a small spatula. Scrape all soil from the spatula on the edge of the plate. Soil C, a liquid at 42°C (108°F), can be added from a small spoon or by using an automatic pipet syringe by Manostat set to deliver 6.0 g.

7.4 For Soil D use a press-down cream dispenser with adjustable plunger to deliver 2 ± 0.03 g of soil to each plate.

² Wesson oil, or its equivalent, has been found suitable for this purpose.

³ Sudan Red 4BA, available from General Dyestuff, or its equivalent, has been found suitable for this purpose.

⁴ Sunbeam mixer, or its equivalent, has been found suitable for this purpose.

7.5 Use one's finger to spread the soil over the surface of the plate. Disposable gloves are recommended for procedure. Soiled plates are then stacked in convenient piles (20 to 25 plates). The top plate of each pile may be inverted to prevent drying out of soil. After soiling the plate of each stack, the residual soil on the finger is removed by wiping on the sides of the stacked, soiled plates.

7.6 Wash Soils A, B or D the same day as soiling. Wash Soil C the day after soiling.

7.7 Keep soil well mixed by frequent stirring and keep covered. Do not use excess soil or soiled dishes beyond time schedule, as noted.

8. Preparation of Dishwash Solution

8.1 The standard concentration is 0.10 % product. The standard temperature is 47°C (117°F). Other "as is" or so concentrations can be used in comparison testing.

8.1.1 Prepare 4 L of test water at desired hardness, temperature and place in reservoir.

8.1.2 Draw 100 mL of test water from the reservoir.

8.1.3 Divide this into four equal portions of 25 mL each.

8.1.4 Swirl 4 g of product in a flask containing 25 mL test water and pour into the wash pan.

8.1.5 Rinse this flask with 25 mL of test water three times, pouring each rinse into the wash pan.

8.1.6 Add the 3.9 L of test water remaining in the reservoir to the wash pan. The reservoir delivery tip is situated 610 mm (24 in.) above the bottom of the dish pan so that it delivers into the center of the pan.

9. Washing Procedure

9.1 Two alternative methods for washing the soiled plates are explained in the following:

9.1.1 *Method A*—Place the dishcloth in the wash water and the first dish is washed beginning at 20 s after the water addition is complete. Wash one dish at a time, both front and back, using a rotating motion with the dishcloth while keeping the dish half submerged in an angular position with the bottom of the dishpan. Use a soiled dish every 30 s and continue washing to reach an end point where just half surface of the wash solution shows a thin layer of foam. Dishes washed can be rated at whole or half dishes, depending on the operator's measurement of residual foam.

9.1.2 *Method B*—In an alternative method, slide the soiled plates edgewise into the wash bowl. Hold one of the plates at 45° to the horizontal, so that about half of its area is above the wash liquor surface, and most of the foam is to the front of the plate. Remove the soil from the plate by four circular strokes of a dishmop or cloth. Pass the mop or cloth through the liquor surface on each stroke. Foam is thus stirred into the wash liquor, and the soil is simultaneously emulsified. Then turn the plate and similarly clean its reverse side, but with three circular strokes. Brush back any foam adhering to the plate into the bowl with the mop or cloth, and then transfer the plate to a sink or container of hot water with detergent. Then take a third soiled plate from the pile, a slide underneath the plate already in the bowl. Wash the second plate as described above, and repeat the cycle. Foam height is gradually reduced, and eventually free liquor surface, that is liquor not covered by foam, becomes visible. Note the number of plates washed, and continue the washing operation. In general, one more plate will reduce the area

foam to about half (or less than half) of the total liquor surface. Note the number of plates washed to this half-foam end point and wash further plates until almost complete destruction of the foam occurs. This normally takes only one more plate. The result of the test is taken as the number of plates washed at the half-foam end point. Experience has shown that this end point is the one least subject to errors in judgement by operators.

10. Cleaning Procedure

10.1 After each test, the dishcloth or dishmop should be boiled in detergent solution, thoroughly rinsed out with hot tap water, and as much liquid as possible removed by squeezing. The plates that have been washed during the test should be thoroughly washed and rinsed, placed in racks and allowed to dry. Alternatively, an automatic dishwasher may be used. The wash bowl must be well cleaned after each test.

11. Reference Blend

11.1 Periodically, and specifically when using any new components in the preparation of a soil or when evaluating a new set of samples, it is prudent to test a known pair of dishwash blends to permit some comparison with previous data. This reference mix should wash the same number of dishes within the normal variation limits.

12. Arrangement of Tests

12.1 Since the absolute level of results, that is, number of plates washed to the foam end point, may be different for different operators and on different days, these possible effects should be allowed for by:

12.1.1 Testing each product the same number of times by each operator,

12.1.2 Testing products on a comparative basis, and

12.1.3 Conducting at least four replicate tests.

12.2 The products should be tested until a suitable and

specified statistically determined confidence interval is reached between the appropriate comparisons.

13. Data Evaluation

13.1 The test conditions, such as water hardness, product concentration, temperature, test method, and method of data analysis, should be specified.

13.2 Calculate the average number of plates washed by each product, including that of a reference product, over the several replicate tests. Express the performance of a product as a percentage of the performance of a reference product. Differences in performance may also be expressed as relative plate count averages, as long as a suitable statistical method can be adopted that will allow one to determine product differences at specified, statistically determined confidence intervals.

14. Precision and Bias

14.1 When experienced operators are employed, the 95% confidence level of a result, average of four tests, should be approximately $\pm 5\%$.

14.2 Plate count averages and standard deviations for a given product have little, if any, direct value in assessing product differences. Product differences can be evaluated only through sufficient testing to determine the performance difference it is necessary to establish to ascertain whether two products are different with a specified degree of confidence.

14.3 While appropriate statistical treatments for analyzing data and evaluating confidence intervals can be found in a number of texts and papers, the following references can be recommended.

14.3.1 Mandel, J., and Lashof, T. W., "The Interlaboratory Evaluation of Testing Methods," *ASTM Bulletin*, No. 239, July 1959.

14.3.2 Snedecor, G. W., *Statistical Methods*, 5th Ed., Iowa State College Press, Ames, Iowa, 1956.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.



المعهد الجزائري للتوحيد الصناعي والملكية الصناعية
INSTITUT ALGERIEN DE NORMALISATION ET DE PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
ALGERIAN INSTITUTE FOR STANDARDIZATION AND INDUSTRIAL PROPERTY

COMMISSION DE NORMALISATION DETERGENTS, COSMETIQUES, PRODUITS D'ENTRETIEN

مواصفة القوسمة
NORME D'ENTREPRISE

NE.3.01.008/85

AGENTS DE SURFACE
MÉSURAGE DU POUVOIR MOULSANT
MÉTHODE DE ROSS-MILES MODIFIÉE.

AGENTS DE SURFACE MÉSURAGE DU POUVOIR MOUSSANT MÉTHODE DE ROSS-MILES MODIFIÉE

0. INTRODUCTION.

La méthode spécifiée dans la présente norme est conforme à la méthode de ROSS-MILES modifiée, les seules différences sont purement rédactionnelles.

Elle permet le contrôle de l'une des caractéristiques des agents de surface dont il est important de tenir compte pour apprécier leur possibilités d'emploi.

La mise en oeuvre de cette méthode et la prise en considération des résultats obtenus devront être fonction des objectifs poursuivis.
Son application à des produits ayant un faible pouvoir moussant peut être sans intérêt pratique.

1. OBJET.

La présente norme spécifie une méthode de mesurage du pouvoir moussant d'un agent de surface.

2. DOMAINE D'APPLICATION.

La méthode est applicable à tous les agents de surface. Toutefois, dans le cas des produits facilement hydrolysables, le mesurage du pouvoir moussant ne conduit pas à des résultats valables.

Le pouvoir moussant est très sensible aux légères variations de composition, les résultats doivent être interprétés avec circonspection.

La méthode ne permet pas le mesurage du pouvoir moussant des solutions très diluées, telles que les

3. RÉFÉRENCES.

NE. 3.01.001 - Agents de surface - Vocabulaire.
NE. 3.01.002 - Agents de surface - Définition d'un constituant.

4. DÉFINITIONS.

4.1 POUVOIR MOUSSANT.

Degré d'aptitude à former de la mousse.

NOTE: Dans le cadre de la présente norme, le pouvoir moussant est caractérisé par le volume de mousse obtenu dans des conditions expérimentales déterminées.

4.2 MOUSSE: Ensemble de cellules gazeuses séparées par des lames minces de liquide et formé par la juxtaposition de bulles qui donne un gaz dispersé dans un liquide.

5. PRINCIPE.

Mesurage du volume de mousse obtenu après la chute, d'une hauteur de 450 mm, de 500 ml de solution d'un agent de surface sur une surface liquide de la même solution.

6. APPAREILLAGE.

Matériel courant de laboratoire.

6.1 APPAREIL D'ESSAI.

6.1.1 Constitution de l'appareil (fig. 1 et 2):

6.1.1.1 Ampoule à décanter: capacité 1 l, constituée d'un réservoir sphérique qui surmonte un tube de longueur 200 mm environ et muni à son extrémité inférieure d'un robinet. L'ampoule à décanter présente à 150 mm au dessus de l'axe du robinet, un trait qui sert de limite inférieure lors de l'écoulement pendant l'essai. L'extrémité inférieure du tube est coupée selon un plan rigoureusement perpendiculaire à son axe et située à 40 mm au dessous de l'axe du robinet. Le robinet est moulé et non soudé, sa voie de passage étant de diamètre suffisant (3 mm minimum) pour ne pas freiner l'écoulement de la solution.

6.1.1.2 Eprouvette de capacité 1 l, graduée de 10 en 10 ml. Cette éprouvette est placée dans un bain d'eau à un thermostat et de dimensions suffisantes pour permettre d'immerger l'éprouvette jusqu'à moitié de sa hauteur.

6.1.1.3 Support, constitué par une tige verticale suffisamment longue pour permettre la fixation de

l'ampoule à décanter et de l'éprouvette graduée. Pour centrer l'ensemble et le maintenir pendant le mesurage, l'ampoule à décanter est fixée à l'aide d'un anneau soutenant la sphère et d'une pince à mâchoires placée le plus bas possible, afin d'entourer le tube de l'ampoule au voisinage du robinet.

L'éprouvette graduée est fixée à l'aide d'une pince n'ayant qu'une seule partie mobile.

6.1.1.4 Tube de mesure, en acier inoxydable, de longueur 70 mm, de diamètre intérieur $1,9 \pm 0,02$ mm, et ayant des parois d'épaisseur 0,3 mm; Les extrémités de ce tube doivent avoir été coupées au tour de bijoulier selon un plan rigoureusement perpendiculaire à son axe.

Le tube de mesure est fixé de force dans un tube de montage en acier, de longueur 5 à 10 mm, dont le diamètre intérieur est égal au diamètre extérieur du tube de mesure, et le diamètre extérieur à celui de la partie inférieure du tube en verre de l'ampoule à décanter. Les extrémités supérieures du tube de mesure et du tube de montage doivent être dans un même plan. La fixation du tube de montage est obtenue à l'aide d'un morceau de tuyau en caoutchouc épais (type tuyau à vide), l'extrémité supérieure du tube de montage étant jointive à la partie inférieure du tube en verre.

6.1.2 Nettoyage de l'appareil.

Pour une bonne réussite de l'essai l'appareil doit être parfaitement propre.

Laisser, avant les essais, et si possible durant 1 nuit, toute la verrerie au contact du mélange sulfochromique préparé en agitant doucement de l'acide sulfurique ($\rho_{20} 1,83$ g/ml) dans un volume égal d'une solution saturée de bichromate de potassium. Rincer alors la verrerie, d'abord à l'eau distillée jusqu'à disparition de toute trace d'acide, puis avec une petite quantité de la solution à soumettre à l'essai.

Maintenir l'ensemble du tube de montage et du tube de mesure durant 30 min. dans les vapeurs du mélange azeotropique éthanol-trichloroéthylène, puis le rincer avec une petite quantité de la solution à soumettre à l'essai.

Entre chaque mesurage, pour un même produit, rincer simplement l'appareil avec la solution soumise à l'essai. Si l'on doit enlever la mousse restant dans l'éprouvette de mesure, quel que soit le moyen utilisé pour effectuer cette opération, la faire suivre d'un rinçage avec la solution soumise à l'essai.

6.2 ÉPROUVETTE GRADUÉE, de capacité 500 ml.

6.3 ÉPROUVETTE GRADUÉE, en pipette, de capacité 50 ml.

6.4 FIOLE JAUGÉE de capacité 1 l.

7. ÉCHANTILLONNAGE.

L'échantillon d'âge et de surface pour laboratoire doit être préparé et conservé selon les modalités prescrites dans NE. 3.01.002.

8. PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ESSAI.

Préparer, à partir de l'échantillon pour laboratoire, une solution à la concentration d'utilisation du produit.

L'eau utilisée pour la dilution peut être soit de l'eau distillée saturée d'air par barbotage, soit de l'eau à dureté calculée déterminée correspondant à 8 meq/l d'ions cal.

Préparer la solution par empâtage et dissolution dans l'eau chaude, portée préalablement à 60 ± 2 °C. Ce mélange doit être fait très doucement pour éviter la formation de mousse. Conserver la solution à 50 ± 2 °C, sans agitation, jusqu'au moment de l'essai.

L'âge de la solution au moment du mesurage doit être compris entre 2 min et 2 h.

9. MODE OPÉRATOIRE.

9.1 MONTAGE DE L'APPAREIL.

L'appareil doit être monté dans un local à l'abri des courants d'air.

Régler le thermostat du bain d'eau pour amener la température de ce bain à 50 ± 2 °C.

Introduire 50 ml de la solution préparée comme il est indiqué dans le chapitre 8, dans l'éprouvette (6.1.1.2), en faisant glisser le liquide le long des parois afin qu'aucune mousse ne se forme à la surface.

Placer l'éprouvette dans le bain d'eau et la fixer à l'aide d'une pince.

Fixer l'ampoule à décanter (6.1.1.1) munie de son tube de mesure (6.1.1.4), et régler son support (6.1.1.3) afin que les axes de l'éprouvette et du tube de mesure coïncident, et que l'extrémité inférieure du tube de mesure soit à 450 mm au-dessus du niveau de la solution versée dans l'éprouvette.

9.2 REMPLISSAGE ET APPAREIL.

En vue de la première mesure, introduire une partie de la solution d'essai dans l'ampoule à décanter jusqu'au trait de 50 mm. Dans ce but, plonger la partie inférieure du tube de mesure dans une

partie de la solution d'essai maintenue à $50 \pm 2^\circ\text{C}$ et contenue dans un petit bœcher, et aspirer le liquide à l'aide d'un système approprié adapté à la partie supérieure de l'ampoule à décanter. Cette méthode est la plus sûre pour éviter la formation de bulles d'air dans la voie de passage du robinet. Maintenir le petit bœcher sous l'ampoule à décanter jusqu'au moment de la mesure.

Pour compléter le remplissage, verser, dans l'ampoule à décanter, doucement, afin d'éviter la formation de mousse, 500 ml de la solution d'essai maintenue à $50 \pm 2^\circ\text{C}$, à l'aide de l'éprouvette graduée de 500 ml (8.2). Le remplissage peut être réalisé en utilisant un entonnoir spécial dont la tige est courbée afin que son extrémité soit appuyée sur la paroi intérieure de l'ampoule à décanter.

Pour les mesures suivantes, vider l'ampoule à décanter jusqu'à une hauteur de 10 à 20 mm au-dessus du robinet. Placer le petit bœcher, rempli de solution d'essai maintenue à $50 \pm 2^\circ\text{C}$, sous l'ampoule à décanter, comme il est indiqué précédemment. Remplir l'ampoule à décanter et ajuster avec la solution jusqu'au trait de 150 mm, puis verser les 500 ml de solution d'essai maintenue à $50 \pm 2^\circ\text{C}$, comme il est indiqué précédemment.

NOTE On peut également remplir l'ampoule à décanter jusqu'au trait de 150 mm, en ne laissant pas se vider totalement l'ore du dernier remplissage avec la solution d'essai. Cette méthode plus simple donne une garantie moindre quand à l'élimination des bulles d'air.

9.3 MESURE

Laisser couler la solution en une seule fois, jusqu'à ce que le niveau arrive au trait de 150 mm. Noter le temps d'écoulement. Toute mesure dont le temps d'écoulement s'écarte de plus de 5 % de la moyenne arithmétique des temps d'écoulement

relevés doit être annulée, un temps anormalement long étant le signe de la présence d'une bulle d'air dans le tube de mesure ou le robinet. Mesurer exactement le volume de mousse et uniquement ce mousse, 30 s, 3 min, et 5 min après arrêt de l'écoulement.

Si le niveau supérieur de la mousse présente une dépression au centre, prendre comme lecture, la moyenne arithmétique entre le centre et les bords. Effectuer dix mesurages, en préparant chaque fois une nouvelle solution conformément aux modalités prescrites dans le chapitre 8.

Prendre la moyenne arithmétique d'au moins huit résultats.

10. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Exprimer les résultats, en millilitres de mousse formés, 30 s, 3 min, et 5 min, après arrêt de l'écoulement. Tracer éventuellement la courbe correspondante.

11. 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;
- concentration de la solution d'essai, exprimée en grammes d'essai par litre;
- température en degrés celsius, pendant l'essai, si elle est différente de celle qui est préconisée;
- dureté éventuelle de l'eau utilisée exprimée en milliequivalent gramme d'ions calcium (II) par litre;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- référence de la méthode adoptée;
- tous détails opératoires non prévus dans la présente norme, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir ou un influence sur les résultats.

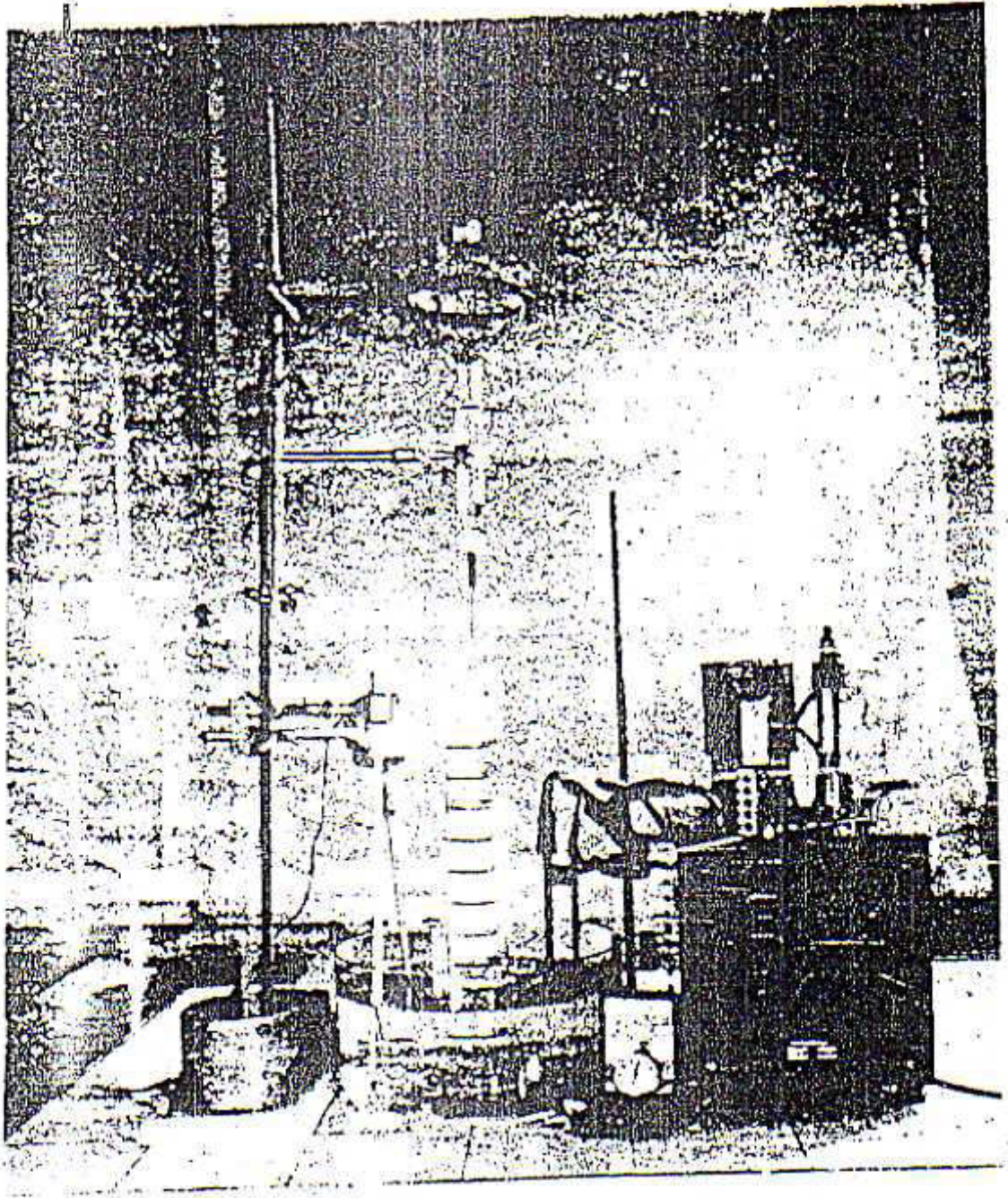


FIGURE 2 - Appareil d'essai - Photographie donnée à titre indicatif.