NORME INTERNATIONALE ISO 4323

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

Savons — Dosage des chlorures — Méthode potentiométrique

Soaps — Determination of chloride content — Potentiometric method

Première édition — 1977-09-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6143229a-61b0-4cee-afc0-b74e28a5d5fd/iso-4323-1977

CDU 661.187 : 543.25 **Réf. nº : ISO 4323-1977 (F)**

Descripteurs : agent de surface, savon, analyse chimique, dosage, chlorure, méthode potentiométrique.

Prix basé sur 3 pages

ISO 4323-1977 (F)

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4323 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comité membres en août 1975.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6143229a-61b0-4cee-afc0-b74e28a5c5d/iso-4323-1977

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Australie	Iran	Suisse
Autriche	Italie	Thaïlande
Belgique	Japon	Turquie
Brésil	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Bulgarie	Pays-Bas	Yougoslavie
Canada	Pologne	
France	Portugal	

Le Comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Espagne

© Organisation internationale de normalisation, 1977 •

Imprimé en Suisse

Savons — Dosage des chlorures — Méthode potentiométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage des chlorures dans les savons commerciaux contenant, ou ne contenant pas, d'autres agents de surface, ainsi que dans les formulations.

2 RÉFÉRENCE

ISO . . ., *Savons — Échantillonnage.*[1)]

3 PRINCIPE

Titrage potentiométrique des ions Cl^- avec une solution titrée de nitrate d'argent, en milieu nitrique, suivi à l'aide d'électrodes : électrode en argent-chlorure d'argent (électrode de mesurage) et électrode au calomel (électrode de référence).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6143339a-61b0-4cee-afc0-b74e28a5d5fd/iso-4323-1977

4 RÉACTIFS

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

4.1 Nitrate de potassium, solution saturée à 20 °C.

4.2 Acide nitrique, solution 6 N environ.

4.3 Nitrate d'argent, solution titrée 0,1 N environ.

Dissoudre, dans une fiole jaugée de 500 ml, 8,5 g de nitrate d'argent, compléter au volume et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en verre inactinique.

4.4 Nitrate d'argent, solution 0,01 N environ.

Préparer cette solution au moment de l'emploi par dilution adéquate à partir de la solution titrée de nitrate d'argent (4.3).

4.5 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,1 N.

Peser, à 0,001 g près, 3,728 g de chlorure de potassium préalablement séché durant 2 h à 105 °C et refroidi dans un dessiccateur. Dissoudre dans un peu d'eau et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

4.6 Chlorure de potassium, solution étalon de référence 0,01 N.

Préparer cette solution au moment de l'emploi par dilution adéquate à partir de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5).

4.7 Méthylorange, solution à 1 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Potentiomètre, sensibilité 2 mV (potentiel de − 500 à + 500 mV).

5.2 Électrodes.

5.2.1 Électrode au calomel — KCl saturé.

5.2.2 Électrode en argent-chlorure d'argent.

5.2.3 Pont de jonction : Jonction liquide contenant la solution saturée de nitrate de potassium (4.1), reliée à l'électrode au calomel (5.2.1).

5.3 Électrode combinée, pouvant remplacer l'électrode au calomel (5.2.1) et l'électrode en argent (5.2.2).

5.4 Agitateur électromagnétique.

5.5 Burette, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

1) En préparation.

6 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillon pour laboratoire de savon doit être préparé et conservé selon les prescriptions de l'ISO . . .

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Température de mesurage

Afin de réduire les effets d'hystérésis thermique et électrique, faire en sorte que les températures des électrodes, de l'eau utilisée pour les lavages, des solutions étalons et de la solution d'essai, soient le plus voisines possible les unes des autres. Les températures des solutions étalons et de la solution d'essai ne doivent pas différer de plus de 1 °C. La température de mesurage doit, lorsque cela est possible, être de 20 °C.

7.2 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Selon la teneur présumée en chlorures, opérer avec les solutions et les prises d'essai indiquées dans le tableau suivant :

Teneur présumée en chlorures, exprimés en NaCl, % (*m/m*)	Solution de nitrate d'argent	Solution étalon de référence de chlorure de potassium	Prise d'essai
Inférieure à 0,1	0,01 N (4.4)	0,01 N (4.6)	1 à 10 g
Supérieure à 0,1	0,1 N (4.3)	0,1 N (4.6)	1 à 3 g

Peser, à 0,001 g près, la prise d'essai appropriée et la dissoudre dans 50 à 100 ml d'eau chaude. Ajouter 2 gouttes de la solution de méthylorange (4.7), acidifier avec la solution d'acide nitrique (4.2) et ajouter plusieurs gouttes en excès. Filtrer à travers un papier filtre mouillé et laver les acides gras avec de petites quantités d'eau chaude. Laisser refroidir le filtrat à la température de 20 °C, soit la solution d'essai à titrer.

7.3 Étalonnage de la solution de nitrate d'argent

7.3.1 *Préparation de l'appareillage*

Effectuer les branchements nécessaires et mettre l'appareil sous tension. Le laisser fonctionner, selon les instructions du constructeur, durant un temps suffisant pour obtenir une bonne stabilisation électrique avant de commencer les mesurages. S'assurer que le liquide intérieur de l'électrode au calomel – KCl saturé (5.2.1) est en équilibre avec la pression atmosphérique, pour que rien ne s'oppose à son écoulement au travers du pont (5.2.3).

Noter la température des solutions étalons de référence, effectuer les réglages correspondants du circuit de correction de température et vérifier le zéro de l'appareil. Ces réglages ne devront pas être modifiés au cours de la suite des opérations.

7.3.2 *Titrage*

Prélever respectivement 5,00 ml et 10,00 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5 ou 4.6) et les introduire dans deux récipients de mesure, propres et secs, de capacité convenable (par exemple 150 ml). Exécuter sur chacune des solutions le titrage suivant.

Après avoir acidifié par la solution d'acide nitrique (4.2), ajouter une quantité d'eau suffisante pour obtenir un volume de 100 ml environ.

Soumettre à l'agitation la solution obtenue et y plonger soit l'électrode combinée (5.3), soit l'électrode en argent-chlorure d'argent (5.2.2) ainsi que l'extrémité libre du pont (5.2.3); brancher les électrodes, ou l'électrode combinée, au potentiomètre (5.1) et noter la valeur du potentiel de départ, après avoir vérifié le zéro de l'appareil.

Ajouter, à l'aide de la burette (5.5), des fractions de 1 ml à la fois de la solution de nitrate d'argent (4.3 ou 4.4) de même normalité que celle de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5 ou 4.6) utilisée, et attendre, après chaque ajout, la stabilisation du potentiel.

Noter, dans les deux premières colonnes d'un tableau, les volumes ajoutés au fur et à mesure, ainsi que les valeurs correspondantes des potentiels.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6143229a-61b0-4cee-afc0-b34e28a5d5fd/iso-4323-1977

À l'approche du point d'équivalence, continuer l'addition de la solution de nitrate d'argent par fractions de 0,1 ml pour la solution 0,01 N ou de 0,05 ml pour la solution 0,1 N.

Dans une troisième colonne, noter les incréments successifs du potentiel E ($\Delta_1 E$). Noter, dans une quatrième colonne, les différences, $\Delta_2 E$, positives ou négatives, entre les incréments du potentiel, $\Delta_1 E$.

La fin du titrage correspond à l'addition de 0,1 ou 0,05 ml de la solution de nitrate d'argent qui donne la valeur maximale de $\Delta_1 E$.

Pour calculer le volume exact (V_{EQ}) de la solution de nitrate d'argent correspondant à la fin de la réaction, appliquer la formule

$$V_{EQ} = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.3 ou 4.4), immédiatement inférieur au volume qui a donné l'incrément maximal de $\Delta_1 E$;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.3 ou 4.4), correspondant à la dernière fraction ajoutée (respectivement 0,05 ou 0,1 ml);

b est la dernière valeur positive de $\Delta_2 E$;

B est la somme des valeurs absolues du dernier $\Delta_2 E$ positif et du premier $\Delta_2 E$ négatif (voir exemple en annexe).

7.3.3 *Calcul de la normalité de la solution*

La normalité, T, de la solution de nitrate d'argent est donnée par la formule

$$T = T_0 \times \frac{5}{V_2 - V_3}$$

où

T_0 est la normalité de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5 ou 4.6);

V_2 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ}, correspondant au titrage de 10 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5 ou 4.6);

V_3 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ}, correspondant au titrage de 5 ml de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5 ou 4.6);

5 est la différence, en millilitres, entre les deux volumes prélevés de la solution étalon de référence de chlorure de potassium (4.5 ou 4.6).

7.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en omettant la prise d'essai. La valeur de l'essai à blanc des réactifs, V_4, est donnée, en millilitres, par la formule

$$V_4 = 2V_3 - V_2$$

où V_2 et V_3 ont la même signification qu'en 7.3.3.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61453229a-61b0-4cee-afc0-b74e28a5d5fd/iso-4323-1977

7.5 Dosage

Titrer la solution d'essai (7.2) avec la solution de nitrate d'argent (4.3 ou 4.4) correspondant à la teneur présumée en chlorures et relever le point final du titrage selon les indications données en 7.3.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en chlorures est donnée, en pourcentage en masse de chlorure de sodium (NaCl), par la formule

$$(V_5 - V_4) \times T \times 0{,}058\,5 \times \frac{100}{m} = \frac{5{,}85\,T\,(V_5 - V_4)}{m}$$

où

T est la normalité de la solution de nitrate d'argent, calculée selon 7.3.3;

V_4 est la valeur, en millilitres, de l'essai à blanc (7.4);

V_5 est la valeur, en millilitres, de V_{EQ}, correspondant au dosage (7.5);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 7.2).

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;

b) référence de la méthode utilisée (référence de la présente Norme internationale);

c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) conditions de l'essai;

e) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

ANNEXE

EXEMPLE

Volume de la solution de nitrate d'argent (4.4) V	Potentiel E	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
0,80	176		
		35	
0,90	211		+ 37
		72	
1,00	283		− 49
		23	
1,10	306		− 10
		13	
1,20	319		
$V_{EQ} = 0{,}9 + 0{,}1 \times \frac{37}{37 + 49} = 0{,}943$			

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6143229a-61b0-4cee-afc0-b74e28a5d5fd/iso-4323-1977

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6143229a-61b0-4cee-afc0-b74e28a5d5fd/iso-4323-1977

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4323:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6143229a-61b0-4cee-afc0-b74e28a5d5fd/iso-4323-1977