
Norme internationale



6293

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

Produits pétroliers — Détermination de l'indice de saponification

Petroleum products — Determination of saponification number

Première édition — 1983-09-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6293:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/745d5b08-2c0c-4518-a936-04ff2831351a/iso-6293-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/745d5b08-2c0c-4518-a936-04ff2831351a/iso-6293-1983>

CDU 665.7 : 543.851.5

Réf. n° : ISO 6293-1983 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, analyse chimique, détermination, indice de saponification.

Prix basé sur 5 pages

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 6293 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pologne
Allemagne, R.F.	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Iraq	Sri Lanka
Belgique	Irlande	Suède
Brésil	Israël	Suisse
Bulgarie	Italie	Turquie
Canada	Japon	URSS
Corée, Rép. de	Pays-Bas	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Pérou	

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

Inde

Produits pétroliers — Détermination de l'indice de saponification

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative de constituants des produits pétroliers qui sont saponifiés dans des conditions normalisées. Étant donné que des composés du soufre, du phosphore, des halogènes et de certains autres éléments qui sont ajoutés quelquefois aux produits pétroliers, consomment également des alcalis et des acides dans les conditions de l'essai, les résultats obtenus sont altérés par la présence de ces produits étrangers. En particulier pour des huiles moteur usagées et pour des huiles turbine usagées, les résultats doivent être interprétés en tenant compte de ce fait.

NOTE — Les produits dont il est question ci-dessus, qui ne sont pas considérés normalement comme des matières saponifiables, comprennent les acides minéraux et certains acides organiques, la plupart des savons non alcalins, etc. La présence de tels composés donne un indice de saponification supérieur à celui des matières grasses saponifiables pour lesquelles la méthode est essentiellement prévue. L'odeur d'hydrogène sulfuré qui se dégage vers la fin du titrage en retour dans l'essai de saponification est une indication de la présence de certains types de composés sulfurés réactifs dans la prise d'essai. Il peut exister d'autres composés réactifs, des composés du soufre, du chlore, du phosphore et autres matières susceptibles d'interférer sur le résultat, sans que leur présence ne se manifeste pendant l'essai. Une détermination gravimétrique de la quantité réelle d'acides gras est probablement la méthode la plus appropriée pour l'estimation de semblables composés.

2 Définition

indice de saponification: Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium consommés par 1 g de produit dans les conditions normalisées, telles que spécifiées dans la présente Norme internationale.

3 Principe

Une prise d'essai de masse connue, dissoute dans la méthyléthylcétone est chauffée avec une quantité donnée de solution alcoolique d'hydroxyde de potassium. L'excès d'alcali est titré par une solution titrée d'acide chlorhydrique et l'indice de saponification calculé.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Éthanol.

Purifier de l'éthanol à 95 % (V/V) (voir la note), ou de l'éthanol à 95 % (V/V) auquel ont été ajoutés 10 % (V/V) de méthanol, ou de l'éthanol avec de l'oxyde d'argent, de la manière suivante :

Dissoudre 1,5 g de nitrate d'argent dans environ 3 ml d'eau, les ajouter à 1 litre d'éthanol dans une bouteille fermée par un bouchon en verre et mélanger soigneusement. Dissoudre 3 g d'hydroxyde de potassium dans 10 à 15 ml d'éthanol tiède. Après refroidissement, ajouter lentement à la solution éthanolique de nitrate d'argent en remuant doucement. Laisser l'oxyde d'argent précipité se déposer, siphonner la solution claire et distiller sur bain d'eau bouillante. Éliminer les premiers 5 % de la distillation de tête et aussi les derniers 5 %.

NOTE — Il est prouvé que le propanol-2 (alcool isopropylique) à 99 % (V/V) peut être remplacé par de l'éthanol purifié et donne des résultats tout à fait satisfaisants. Cependant, cette substitution n'est pas permise dans les essais de référence.

4.2 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique à 0,5 mol/l.

Préparer la solution en dissolvant de l'hydroxyde de potassium dans de l'éthanol (4.1). Laisser la solution reposer dans un endroit sombre. Prélever l'hydroxyde de potassium (KOH) en siphonnant ou par l'intermédiaire d'un gaz inerte sous pression de manière à ne pas entraîner de précipité. Laisser la solution reposer pendant 24 h avant de l'utiliser.

NOTE — Dans le cas d'indices de saponification présumés inférieurs à 1, on obtiendra une meilleure fidélité en remplaçant la solution d'hydroxyde de potassium à 0,5 mol/l et la solution d'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l par des solutions à 0,1 mol/l pour les réactifs définis en 4.2, 4.3 et dans le chapitre 8.

4.3 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Vérifier le titre assez fréquemment afin de déceler des modifications de la concentration de $0,0005 \text{ mol/l}$ (voir la note en 4.2).

4.4 Méthyléthylcétone, de qualité technique.

Conserver le solvant dans des flacons sombres ou bruns.

4.5 Essence spéciale 60/80.

4.6 Phénolphthaléine, solution d'indicateur neutralisée.

Dissoudre 1 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol (4.1). Neutraliser avec une solution d'hydroxyde de potassium éthanolique à $0,1 \text{ mol/l}$, jusqu'à l'obtention d'une couleur rose.

5 Appareillage

5.1 Fiole conique et réfrigérant : fiole conique de 250 ou 300 ml de capacité, résistant à l'alcali (voir la note), à laquelle est fixé un réfrigérant à reflux de type droit ou champignon. Le réfrigérant de type droit doit être raccordé à la fiole par un joint en verre rodé; le réfrigérant de type champignon doit être raccordé de façon souple pour permettre l'aération de la fiole. La verrerie doit être chimiquement propre.

NOTE — Il est recommandé de nettoyer les fioles avec une solution d'acide chromique ou tout autre solvant approprié et de les rincer à l'eau distillée. La solution d'acide chromique ayant servi doit être traitée pour qu'elle ne provoque pas de nuisance. Ne pas utiliser de fioles corrodées par un usage prolongé. Du verre dur borosilicaté convient. Les fioles neuves peuvent parfois donner des valeurs plus élevées. Des essais à blanc devront être effectués à la fois avec des fioles neuves et des fioles ayant déjà servi.

5.2 Plaque chauffante : plaque chauffante appropriée, chauffée à la vapeur ou à l'électricité.

5.3 Burette de titrage. Une burette de 50 ml graduée en 0,1 ml convient.

6 Essai à blanc

6.1 Effectuer un ou plusieurs essais à blanc sur chaque lot (voir note 2) d'échantillons de la manière suivante :

Introduire dans la fiole conique (5.1), à l'aide d'une burette ou d'une pipette (voir note 3), $25 \pm 0,03 \text{ ml}$ de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (4.2) et $25 \pm 1 \text{ ml}$ de méthyléthylcétone (4.4). Adapter le réfrigérant à la fiole et chauffer pendant 30 min à reflux (voir note 4). Ajouter immédiatement 50 ml d'essence spéciale (4.5) (voir notes 1 et 5) en la faisant couler avec précaution dans le réfrigérant (retirer le réfrigérant s'il est du type champignon). Titrer le mélange pendant qu'il est chaud, sans le réchauffer, avec la solution d'acide chlorhydrique (4.3) en présence de 3 gouttes de la solution d'indicateur à la phénolphthaléine (4.6).

NOTES

1 Verser 50 ml d'essence spéciale dans le réfrigérant à la fin de la saponification; non seulement rincer le réfrigérant, mais aussi refroidir le mélange réactif.

2 Les essais à blanc doivent être effectués en double sur des échantillons nécessitant une très grande précision. Les valeurs de fidélité sont basées sur des essais à blanc effectués en double. Un seul essai est suffisant pour le travail de routine.

3 Si l'on utilise une pipette volumétrique pour titrer la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, attendre 30 s après chaque ajout pour permettre un écoulement complet.

4 Le mode opératoire normalisé nécessite que le mélange soit soumis pendant 30 min à reflux. Cependant, il est reconnu que certains corps gras sont saponifiés rapidement et qu'une saponification complète s'obtient en 10 min. Par ailleurs, certains produits ne sont saponifiables que très difficilement et l'essai peut durer plus de 2 h dans certains cas. Ni la période la plus courte, ni la période la plus longue ne devront être prises en considération, sauf par accord mutuel entre les parties intéressées. Le temps de reflux de l'essai à blanc doit toujours être le même que celui pratiqué dans le cas de l'essai lui-même.

5 Lorsqu'il s'agit d'huiles isolantes, il n'est pas nécessaire d'ajouter de l'essence spéciale.

6.2 Après décoloration de l'indicateur, ajouter goutte à goutte encore un peu d'indicateur. Si, à la suite de cette addition, la couleur revient, poursuivre le titrage en procédant si nécessaire à de nouvelles additions d'indicateur, goutte à goutte jusqu'à ce que le point final soit atteint (voir la note). Le point final est atteint lorsque la couleur de l'indicateur a complètement disparu et ne réapparaît plus immédiatement après une nouvelle addition d'indicateur.

NOTE — Éviter que le mélange ne s'émulsifie, mais s'assurer que les phases sont en contact, en secouant énergiquement la fiole lorsqu'on approche du point final.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai telle que la quantité de solution acide en retour soit comprise entre 40 et 80 % de celle utilisée pour l'essai à blanc. Cette quantité ne devra pas dépasser 20 g.

NOTE — Les masses de prise d'essai suivantes sont données à titre d'indication :

Indice de saponification	Masse de prise d'essai, g
181 à 400	1
111 à 180	2
71 à 110	3
31 à 70	5
16 à 30	10
0 à 15	20

7.2 Détermination

Peser, par différence, la prise d'essai à $0,01 \text{ g}$ près dans la fiole conique (5.1). Ajouter $25 \pm 1 \text{ ml}$ de méthyléthylcétone (4.4), puis $25 \pm 0,03 \text{ ml}$ de la solution éthanolique d'hydroxyde de

potassium (4.2), prélevée à l'aide d'une burette ou d'une pipette (voir la note en 4.2 et note 3 en 6.1). Adapter le réfrigérant à la fiole et chauffer pendant 30 min à reflux (voir note 4 en 6.1).

Ajouter immédiatement 50 ml d'essence spéciale (4.5) (voir notes 1 et 5 en 6.1) en la faisant couler avec précaution dans le réfrigérant (retirer le réfrigérant s'il est du type champignon). Titrer la solution pendant qu'elle est chaude, sans la réchauffer, avec la solution d'acide chlorhydrique (4.3) en présence de 3 gouttes de la solution d'indicateur à la phénolphthaléine (4.6).

Après décoloration de l'indicateur, ajouter goutte à goutte encore un peu d'indicateur. Si, à la suite de cette addition, la couleur revient, poursuivre le titrage en procédant si nécessaire à de nouvelles additions d'indicateur, goutte à goutte jusqu'à ce que le point final soit atteint (voir la note en 6.2). Le point final est atteint lorsque la couleur de l'indicateur a complètement disparu et ne réapparaît plus immédiatement après une nouvelle addition d'indicateur. Dans le cas des cires, il peut être nécessaire de réchauffer la solution pendant le titrage pour éviter la solidification de l'échantillon.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

8.1.1 Calcul de l'indice de saponification

Calculer l'indice de saponification de la manière suivante :

$$\frac{56,1 c (V_1 - V_2)}{m}$$

où

c est la concentration, en moles de HCl par litre, de la solution d'acide chlorhydrique (4.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (4.3), utilisé pour l'essai à blanc (chapitre 6);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (4.3), utilisé pour la détermination (7.2);

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

Pour des indices de saponification inférieurs à 50, donner les résultats à 0,5 près. Pour des indices de saponification égaux ou supérieurs à 50, arrondir les résultats au nombre entier le plus proche. Pour les huiles isolantes électriques, donner les résultats à 0,1 près.

8.1.2 Calcul de la teneur en corps gras dans les produits pétroliers compoundés

Le pourcentage de corps gras dans un produit pétrolier compoundé peut être calculé à partir de l'indice de saponification de ce produit si l'indice de saponification réel du corps gras est connu. Si l'on ne connaît pas cette valeur, mais qu'on dispose d'un échantillon du produit ajouté, déterminer l'indice de saponification de l'additif et s'en servir pour calculer la teneur en corps gras.

Si l'on ne connaît pas l'indice de saponification réel et qu'on ne dispose pas d'échantillon de l'additif, le calcul de la teneur en corps gras peut être fait, mais avec moins de précision, en utilisant l'indice de saponification moyen donné dans le tableau pour les corps gras qui entrent dans la composition du produit. Dans tous les cas, l'indice noté doit être suivi d'une annotation précisant que l'indice de saponification réel du corps gras a été utilisé pour le calcul ou qu'un indice moyen provenant du tableau a été considéré comme valable.

Le mode opératoire précédent ne peut pas être utilisé pour calculer la teneur en corps gras présents dans les produits pétroliers compoundés contenant des constituants acides ou facilement saponifiables de propriétés inconnues, autres que celles des corps gras en question. Cependant, si les deux indices de saponification à la fois du corps gras ajouté et de l'huile de base, avant qu'ils ne soient mélangés, sont connus, la teneur en corps gras, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$100 \times \frac{C - B}{F - B}$$

où

C est l'indice de saponification de l'huile de base contenant le corps gras ajouté;

B est l'indice de saponification de l'huile de base avant qu'elle ne soit mélangée au corps gras (voir la note);

F est l'indice de saponification du corps gras ajouté.

NOTE — Si le produit mélangé est une huile de base raffinée non compoundée, l'indice de saponification de cette huile de base (B) peut être considéré comme étant égal à 0 d'après l'équation ci-dessus.

Tableau — Indices de saponification des corps gras couramment utilisés dans les produits pétroliers compoundés

Corps gras	Indice de saponification	
	Moyen	Intervalle
Huile de ricin	181	176 à 187
Huile de coprah	256	251 à 261
Huile de foie de morue	183	176 à 191
Huile de coton	194	187 à 197
Huile de coton soufflée	218	210 à 225
Dégras	*	85 à 150
Huile de poisson	*	100 à 200
Huile de saindoux	195	190 à 198
Huile de pied de bœuf	197	193 à 204
Huile d'olive	193	189 à 197
Huile d'arachide	191	186 à 197
Huile de colza	175	170 à 179
Huile de colza soufflée	205	195 à 216
Huile de soja	192	189 à 197
Huile de cachalot	128	120 à 140
Suif de bœuf	197	194 à 200
Suif de mouton	196	194 à 198

* L'indice de saponification du dégras et de l'huile de poisson varie énormément selon leur origine et le degré de raffinage; par conséquent, il n'est pas possible de donner un indice de saponification moyen pour ces produits dont on puisse tenir compte lors du calcul du pourcentage dans les huiles de base.

8.2 Fidélité

La fidélité de la méthode, obtenue à partir de l'examen statistique des résultats interlaboratoires, est la suivante :

8.2.1 Répétabilité

La différence entre les résultats d'essais successifs obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essai effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs données sur la figure qu'une fois sur vingt.

8.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats identiques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs données sur la figure qu'une fois sur vingt.

9 Identification d'un corps gras

Quand, dans un échantillon inconnu, en particulier pour un indice de saponification peu élevé, on a des doutes quant à la présence réelle d'un corps gras, l'acide gras peut être extrait (comme savon) et retrouvé en effectuant une détermination gravimétrique.

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) type et identification du produit essayé;
- b) référence de la présente Norme internationale;
- c) résultats de l'essai (voir 8.1);
- d) compte rendu de toute modification, selon accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- e) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6293:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/745d5b08-2e0c-4518-a936-04ff2831351a/iso-6293-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/745d5b08-2e0c-4518-a936-04ff2831351a/iso-6293-1983>

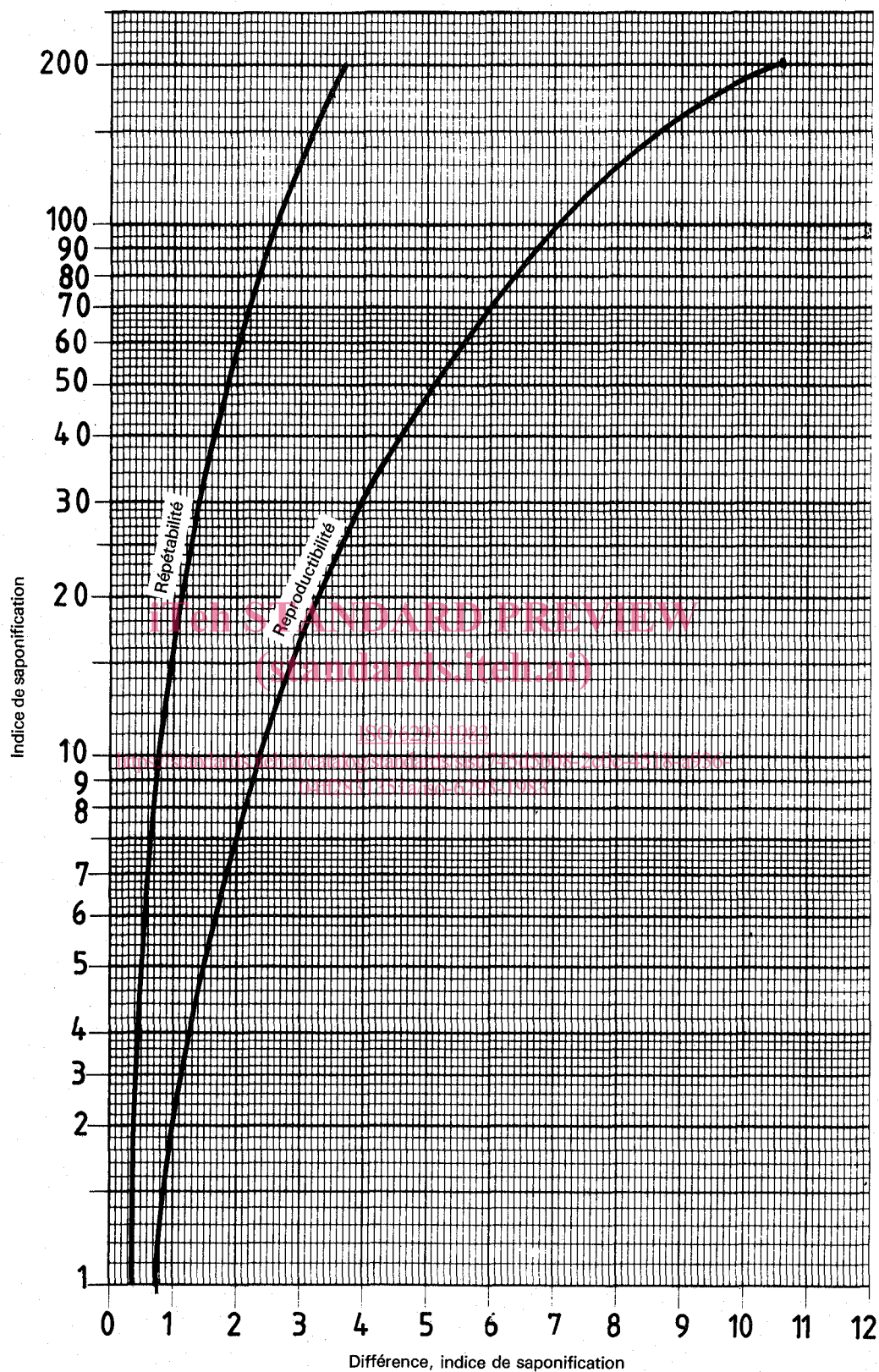


Figure — Fidélité

NOTE — Aucune différence spécifique permise ne peut être donnée pour les huiles neuves ou usagées fortement colorées ou pour les huiles qui donnent des solutions foncées par saponification, car la couleur peut interférer avec la détection du point final du titrage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6293:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/745d5b08-2c0c-4518-a936-04ff2831351a/iso-6293-1983>