

Annulée

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO

R 455

ANALYSE DES SAVONS

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN ACIDES GRAS TOTAUX BRUTS

1^{ère} ÉDITION

Novembre 1965

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 455, *Analyse des savons. Détermination de la teneur en acides gras totaux bruts*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, dont le Secrétariat est assuré par l'Association Française de Normalisation (AFNOR).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1961 et aboutirent en 1962 à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En juin 1963, ce Projet de Recommandation ISO (N° 583) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Allemagne	France	Pologne
Argentine	Hongrie	Portugal
Autriche	Italie	Roumanie
Canada	Japon	Royaume-Uni
Chili	Maroc	Suisse
Colombie	Norvège	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Espagne	Pays-Bas	

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet: Inde.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en novembre 1965, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

ANALYSE DES SAVONS

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN ACIDES GRAS TOTAUX BRUTS

1. OBJET

La présente Recommandation ISO a pour objet de fixer la méthode de détermination des acides gras totaux bruts dans les savons commerciaux, à l'exclusion des compositions.

Elle décrit en outre, en Annexe, une méthode qui ne doit être utilisée que pour les contrôles courants et pour les savons dont les acides gras ne sont pas souillés par des substances insolubles dans l'eau provenant de produits d'additions (silicates, etc.).

2. TERMINOLOGIE

On désigne par *acides gras totaux bruts*, la matière grasse insoluble dans l'eau que l'on recueille en décomposant un savon par un acide minéral fort dans les conditions opératoires décrites. Sous ce terme on comprend, outre les acides gras proprement dits, l'insaponifiable, les glycérides et les acides résiniques éventuellement présents dans le savon.

3. PRINCIPE

Extraction à l'oxyde diéthylique des acides gras qui sont titrés par une solution éthanolique d'hydroxyde de sodium.

4. RÉACTIFS

4.1 Oxyde diéthylique pur.

4.2 Ethanol: solution à 95% en volume.

4.3 Solution acide:

soit acide sulfurique, $d = 1,83$, dilué 1/5 *;

soit acide chlorhydrique, $d = 1,19$, dilué 1/3 *.

4.4 Chlorure de sodium: solution à 10 g de chlorure de sodium pour 100 ml d'eau distillée.

4.5 Hydroxyde de sodium de qualité analytique: solution éthanolique récemment titrée environ 0,5 N.

4.6 Méthylorange: solution à 0,2 g dans 100 ml d'eau distillée.

4.7 Phénolphaléine: solution à 1 g dans 100 ml de solution d'éthanol (4.2).

* L'expression « dilué p_1/p_2 » signifie que p_1 volume de la solution spécifiée est dilué de manière à obtenir un volume final p_2 .

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et notamment,

- a) Capsules en porcelaine ou en verre de 250 ml environ de capacité.
- b) Ampoules à décantation de 500 ml environ.
- c) Bain-marie.
- d) Etuve réglée à 120°C.
- e) Dessiccateur.
- f) Balance analytique.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, dans la capsule, à 0,001 g près, de 5 à 10 g de savon.

6.2 Dosage

Dissoudre à chaud dans 100 ml d'eau distillée. Verser cette solution aqueuse dans une ampoule à décantation, en rinçant la capsule avec de petites quantités d'eau distillée.

Ajouter quelques gouttes de méthylorange (4.6), puis environ 10 ml de solution (4.3). L'indicateur doit virer au rouge. A défaut, ajouter encore 2 ml de la solution acide (4.3). Laisser refroidir à la température ambiante.

Ajouter 100 ml d'oxyde diéthylique (4.1). Agiter énergiquement pendant 1 min et laisser reposer jusqu'au moment où les deux phases sont complètement séparées.

Soutirer les eaux acides dans une seconde ampoule à décantation. Faire une seconde extraction de cette solution acide dans les mêmes conditions d'agitation avec 50 ml d'oxyde diéthylique (4.1).

Soutirer les eaux acides. Réunir les solutions étherées dans la même ampoule à décantation. Faire deux lavages successifs avec chaque fois 50 ml de la solution de chlorure de sodium (4.4), agiter chaque fois pendant 1 min. Vérifier si le dernier lavage est neutre au méthylorange (4.6). A défaut, continuer à laver dans les mêmes conditions jusqu'à neutralité de la solution de lavage au méthylorange (4.6).

Après soutirage de la dernière solution de lavage, filtrer si nécessaire la solution étherée sur papier. Recueillir dans une fiole tarée. Laver le filtre par de petites quantités d'oxyde diéthylique (4.1). Distiller la presque totalité de l'oxyde diéthylique à faible ébullition.

Dissoudre le résidu dans 20 ml de solution d'éthanol (4.2). Neutraliser la solution éthanolique d'acides gras par la solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (4.5) * en présence de 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine (4.7). Noter le volume utilisé **.

Chasser l'éthanol sur le bain-marie bouillant. Placer la fiole dans l'étuve chauffée à 120 °C jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées effectuées avant et après un séjour à l'étuve de 15 min ne diffèrent pas de plus de 5 mg ***. Peser le savon sec.

* Ne pas utiliser de solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

** Si la coloration gêne lors du virage, on peut utiliser la méthode potentiométrique dont la normalisation sera effectuée ultérieurement.

*** Avant d'effectuer les pesées, la fiole est laissée dans le dessiccateur juste le temps nécessaire pour obtenir un refroidissement complet jusqu'à la température ambiante.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Mode de calcul et formule

Soient E la masse, en grammes, de la prise d'essai,

m la masse, en grammes, de savon sec,

n le nombre de millilitres de solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (4.5) utilisée,

T la normalité exacte de solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (4.5),

le pourcentage d'acides gras totaux bruts dans le savon est égal à

$$\left[m - (n \times T \times 0,022) \right] \times \frac{100}{E}$$

Le résultat sera arrondi à 0,1 % près.

Si M_0 est la masse nominale, en grammes, du morceau de savon,

M_1 est la masse moyenne, en grammes, du morceau de savon au moment de l'analyse,

le pourcentage d'acides gras totaux bruts dans le savon initial est égal à

$$\left[m - (n \times T \times 0,022) \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{M_1}{M_0}$$

7.2 Reproductibilité

$\pm 0,2$ en valeur absolue.

7.3 Remarques

1. Lorsque les certificats d'analyses indiquent seulement « acides gras », il s'agit toujours des « acides gras totaux bruts ».
2. En présence de résine, et si la recherche en a été faite, exprimer de préférence le résultat en « acides gras et résiniques », mais le terme « acides gras » tout court n'implique pas que le savon soit exempt de résine.
3. Si le dosage des « acides gras purs » est demandé, déduire du pourcentage « d'acides gras totaux bruts » celui de la somme des produits insaponifiables et des produits insaponifiés et éventuellement celui des acides résiniques.

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal doit indiquer, outre les résultats, toutes les conditions de l'essai et tous les détails opératoires, non prévus dans cette Recommandation ISO, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

ANNEXE A

MÉTHODE DITE AU GÂTEAU DE CIRE

A.1 PRINCIPE

Dissolution des savons. Séparation complète des acides gras par acidification. Solidification avec de la cire d'abeille sous forme de gâteau. Lavage à l'eau bouillante, séchage et pesée.

A.2 RÉACTIFS

A.2.1 Cire d'abeilles, paraffine solide ou acide stéarique (ou mélange de ces substances) désignés par « cire » dans le texte, exempts d'impuretés et préalablement séchés par chauffage à 120°C environ.

A.2.2 *Solution acide :*

soit acide sulfurique $d = 1,83$, dilué 1/5;
soit acide chlorhydrique $d = 1,19$, dilué 1/3.

A.2.3 Méthylorange: solution à 0,2 g dans 100 ml d'eau distillée.

A.3 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et notamment,

- a) Capsule (C1), en porcelaine ou en verre, d'environ 11 cm de diamètre.
- b) Capsule (C2), de 8 à 9 cm de diamètre, de 4 à 5 cm de profondeur, de préférence à fond plat et contenant un petit thermomètre agitateur.
- c) Bain-marie.
- d) Bain de sable.
- e) Dessiccateur.
- f) Balance analytique.

A.4 MODE OPÉRATOIRE

A.4.1 **Prise d'essai**

Peser, à 0,01 g près, environ 10 g de savon.

A.4.2 Dosage

Placer la prise d'essai dans la capsule (C1) avec un agitateur. Ajouter 100 ml d'eau distillée. Laisser au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution complète du savon.

Ajouter quelques gouttes de méthylorange (A.2.3), puis 10 ml environ de solution acide (A.2.2), jusqu'à virage net de l'indicateur. Les acides gras se séparent et viennent à la surface à l'état neigeux. Continuer le chauffage sur le bain-marie en agitant de temps à autre jusqu'à ce que les acides gras soient rassemblés à la surface en une couche limpide.

Ajouter environ 20 g de cire (A.2.1) pesés à 0,01 g près. Quand la fusion est complète, mélanger aux acides gras à l'aide de l'agitateur de manière à obtenir une couche bien homogène. Retirer la capsule du bain-marie. Laisser refroidir. La couche surnageante se solidifie en gâteau.

Lorsque le gâteau est assez dur, faire écouler l'eau sous-jacente aussi complètement que possible. Ajouter 100 ml environ d'eau distillée bouillante. Le gâteau fond. Le laver par agitation dans l'eau distillée ajoutée. Laisser refroidir à nouveau pour que le gâteau se reforme. Retirer l'eau de lavage, puis quantitativement le gâteau lui-même. L'essuyer le mieux possible avec du papier filtre.

Introduire le gâteau, après l'avoir cassé en morceaux, dans la petite capsule (C2) contenant le thermomètre agitateur, préalablement tarée.

Chasser l'eau en portant l'ensemble sur le bain de sable à faible flamme et en agitant constamment à l'aide du thermomètre, sans dépasser 105°C.

Arrêter au moment où tout dégagement de bulles de vapeur d'eau a cessé.

Laisser refroidir dans le dessiccateur et peser.

A.5 EXPRESSION DES RÉSULTATS

A.5.1 Mode de calcul et formule

Soient E la masse, en grammes, de la prise d'essai,

m la masse, en grammes, du gâteau de cire, après refroidissement,

m_1 la masse, en grammes, de cire ajoutée.

le pourcentage d'acides gras totaux bruts dans le savon est égal à

$$(m - m_1) \times \frac{100}{E}$$

Si M_0 est la masse nominale, en grammes, du morceau de savon,

M_1 est la masse moyenne, en grammes, du morceau de savon au moment de l'analyse,

le pourcentage d'acides gras totaux bruts dans le savon initial est égal à :

$$(m - m_1) \times \frac{100}{E} \times \frac{M_1}{M_0}$$

A.5.2 Remarque

Ce résultat sera majoré de 0,5% en valeur absolue pour les savons contenant des acides gras de coprah ou de palmiste pour tenir compte des pertes au séchage.