
NORME INTERNATIONALE



456

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

Agents de surface — Analyse des savons — Détermination de la teneur en alcali libre caustique

Première édition — 1973-03-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 456:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e756b0e-76c4-4e55-994b-0232ac4e717e/iso-456-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e756b0e-76c4-4e55-994b-0232ac4e717e/iso-456-1973>

CDU 661.185

Réf. N° : ISO 456-1973 (F)

Descripteurs : agent de surface, savon, analyse chimique, dosage, alcali.

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandation ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, la Norme Internationale ISO 456 remplace la Recommandation ISO/R 456-1965 établie par le Comité Technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e756b0e-76c4-4e55-994b-0232ac4e717e/iso-456-1973>

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

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	

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Inde

Agents de surface — Analyse des savons — Détermination de la teneur en alcali libre caustique

0 INTRODUCTION

Les savons contenant habituellement une petite quantité de matière grasse neutre insaponifiée, il n'existe pas de mode opératoire parfait pour doser l'alcali libre caustique, car au moment de la mise en solution de la prise d'essai du savon, la matière grasse neutre est plus ou moins saponifiée par l'alcali libre caustique éventuellement présent.

Les deux méthodes décrites par la présente Norme Internationale ont donc un caractère conventionnel.

Par convention, l'alcali libre caustique est exprimé :

- en hydroxyde de sodium (NaOH), pour les savons sodiques, et
- en hydroxyde de potassium (KOH), pour les savons potassiques.

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes de détermination de l'alcali libre caustique dans les savons commerciaux (à l'exclusion des compositions) :

- la méthode A, dite «à l'éthanol»;
- la méthode B, dite «au chlorure de baryum».

2 DOMAINE D'APPLICATION

2.1 La méthode A (dite à l'éthanol) n'est applicable qu'aux savons sodiques de qualité courante, la présence de certains produits d'addition apportant des causes d'erreur. Elle n'est pas applicable aux savons potassiques, en raison de la solubilité du carbonate de potassium dans l'éthanol.

2.2 La méthode B (dite au chlorure de baryum) est applicable à tous les savons mous de potassium, ou aux mélanges de savons de sodium et de potassium. Il n'est pas recommandé d'appliquer cette méthode aux savons sodiques de qualité courante, qui ne contiennent pas d'alcali libre caustique en quantités suffisantes pour être déterminées par cette méthode.

3 DÉFINITION

alcali libre caustique d'un savon mou : Quantité d'ions hydroxyle, exprimée en hydroxyde de potassium (KOH), qui se trouve en solution après précipitation par le chlorure de baryum dans les conditions opératoires décrites.

4 MÉTHODE A (Méthode dite à l'éthanol)

4.1 Principe

Dissolution de savon dans de l'éthanol neutralisé, et titrage de l'alcali libre caustique, par une solution éthanolique d'acide chlorhydrique.

4.2 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 :

4.2.1 Ethanol, absolu, $\rho_{20} = 0,792$ g/ml.

4.2.2 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique environ 0,1 N.

4.2.3 Acide chlorhydrique, solution éthanolique titrée environ 0,1 N.

4.2.4 Phénolphtaléine, solution à 1 g dans 100 ml de solution d'éthanol à 95 % (V/V).

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

4.3.1 Fiole, de 500 ml environ, pouvant être adaptée à un réfrigérant à reflux.

4.3.2 Réfrigérant à reflux.

4.3.3 Balance analytique.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 5 g de savon.

4.4.2 Dosage

Verser dans la fiole 200 ml d'éthanol (4.2.1). Adapter au réfrigérant à reflux. Porter à douce ébullition et la maintenir pendant 5 min, afin d'éliminer le dioxyde de carbone. Retirer du réfrigérant et laisser refroidir jusqu'à 70 °C environ. Ajouter 4 gouttes de l'indicateur à la

phénolphthaléine (4.2.4). Neutraliser exactement avec la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (4.2.2), jusqu'à coloration rose à peine sensible de l'indicateur.

Introduire la prise d'essai dans la fiole contenant l'éthanol neutralisé. Adapter la fiole au réfrigérant à reflux et porter à douce ébullition jusqu'à dissolution complète du savon. Refroidir vers 70 °C. Titrer, avec la solution éthanolique d'acide chlorhydrique (4.2.3), jusqu'à teinte rose à peine sensible, identique à celle de la neutralisation à l'éthanol.

4.5 Expression des résultats

4.5.1 Calcul et formule

Le pourcentage d'alcali libre caustique, exprimé en hydroxyde de sodium (NaOH) dans le savon, est égal à

$$0,040 \times V \times T \times \frac{100}{m}$$

où

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

V est le volume en millilitres, de solution éthanolique d'acide chlorhydrique (4.2.3) utilisée;

T est la normalité de la solution éthanolique d'acide chlorhydrique (4.2.3) utilisée.

La teneur en alcali libre caustique peut aussi être exprimée en milliéquivalents au kilogramme, au moyen de la formule suivante :

$$\frac{V \times T}{m}$$

4.5.2 Reproductibilité

± 0,02 en valeur absolue.

5 MÉTHODE B (Méthode dite au chlorure de baryum)

5.1 Principe

Après précipitation du savon et du carbonate par le chlorure de baryum, détermination de l'alcalinité résiduelle de la solution qui représente l'alcalinité de l'hydroxyde de potassium résiduel libre.

5.2 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 :

5.2.1 Acide chlorhydrique, solution titrée environ 0,1 N.

5.2.2 Éthanol, solution à 60 % (V/V), préparée comme suit :

Mélanger 75 ml d'eau absolument exempte de dioxyde de carbone avec 125 ml de solution d'éthanol à 95 % (V/V) (absolument exempte d'anhydride carbonique et distillée sur de l'hydroxyde de potassium) et 1 ml d'indicateur (5.2.4); neutraliser avec une solution 0,1 N d'hydroxyde de potassium ou de sodium, jusqu'à apparition de la teinte violette, puis chauffer à reflux pendant 10 min. Laisser refroidir à la température ambiante et neutraliser avec la solution d'acide chlorhydrique (5.2.1) jusqu'à disparition de la teinte violette.

5.2.3 Chlorure de baryum : solution préparée en dissolvant 10 g de chlorure de baryum dihydraté (BaCl₂·2H₂O) dans 90 ml d'eau absolument exempte de dioxyde de carbone, et neutralisée avec une solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium ou de potassium, en présence de l'indicateur (5.2.4), jusqu'à coloration violette.

5.2.4 Indicateur préparé en dissolvant à chaud dans 100 ml de solution d'éthanol à 95 % (V/V) 1 g de phénolphthaléine et 0,5 g de bleu de thymol et en filtrant la solution obtenue.

5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment

5.3.1 Fiole conique rodée, à large col, de 500 ml.

5.3.2 Réfrigérant à reflux.

5.3.3 Balance analytique.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 4 g de savon mou dans la fiole (5.3.1).

5.4.2 Dosage

Ajouter 200 ml de solution d'éthanol (5.2.2). Porter à l'ébullition pendant 10 min sous réfrigérant à reflux. Ajouter à cette solution bouillante 15 ml de la solution neutralisée de chlorure de baryum (5.2.3) par petites portions en agitant bien le tout. Refroidir alors sous le robinet jusqu'à la température ambiante. Ajouter 1 ml d'indicateur (5.2.4) et titrer immédiatement avec la solution d'acide chlorhydrique (5.2.1) jusqu'à virage au vert.

5.5 Expression des résultats

5.5.1 Calcul et formule

Le pourcentage d'alcali libre caustique, exprimé en hydroxyde de potassium (KOH), dans le savon mou, est égal à

$$0,056 \times V \times T \times \frac{100}{m}$$

où

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

V est le volume, en millilitres de solution d'acide chlorhydrique (5.2.1) utilisée;

T est la normalité de la solution d'acide chlorhydrique (5.2.1), utilisée.

La teneur en alcali libre caustique peut aussi être exprimée en milliéquivalents au kilogramme, au moyen de la formule suivante :

$$\frac{V \times T}{m}$$

5.5.2 Reproductibilité

± 0,05 en valeur absolue.

6 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 456:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e756b0e-76c4-4e55-994b-0232ac4e717e/iso-456-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 456:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e756b0e-76c4-4e55-994b-0232ac4e717e/iso-456-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 456:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e756b0e-76c4-4e55-994b-0232ac4e717e/iso-456-1973>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 456:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e756b0e-76c4-4e55-994b-0232ac4e717e/iso-456-1973>