

---

# NORME INTERNATIONALE



# 685

---

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

---

## Analyse des savons — Détermination des teneurs en alcali total et en matière grasse totale

*Analysis of soaps — Determination of total alkali content and total fatty matter content*

Première édition — 1975-10-15  
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 685:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/483d757c-f6e0-4fba-9754-f9e7dc707c4e/iso-685-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/483d757c-f6e0-4fba-9754-f9e7dc707c4e/iso-685-1975>



---

CDU 661.187 : 543.241.2

Réf. n° : ISO 685-1975 (F)

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

## AVANT-PROPOS

L'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.

La Norme Internationale ISO 685 résulte de la fusion des projets de Normes Internationales ISO/DIS 455 et ISO/DIS 685, et a été établie par le Comité Technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

Les projets ISO/DIS 455 et ISO/DIS 685 ont été soumis aux Comités Membres respectivement en novembre 1973 et en décembre 1973.

Le projet ISO/DIS 455 a été approuvé par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pologne
Allemagne	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suisse
Autriche	Inde	Thaïlande
Belgique	Iran	Turquie
Bulgarie	Irlande	U.R.S.S.
Chili	Japon	U.S.A.
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Le projet ISO/DIS 685 a été approuvé par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas
Allemagne	Espagne	Roumanie
Australie	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	Thaïlande
Bulgarie	Iran	Turquie
Canada	Irlande	U.S.A.
Chili	Japon	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace les Recommandations ISO/R 455-1965 et ISO/R 685-1968 dont elle constitue une révision technique.

# Analyse des savons – Détermination des teneurs en alcali total et en matière grasse totale

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination simultanée des teneurs en alcali total<sup>1)</sup> et en matière grasse totale des savons commerciaux, à l'exclusion des compositions.

La méthode de détermination de la teneur en alcali total n'est pas applicable aux savons colorés si la couleur gêne l'appréciation du virage du méthylorange.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO 684, *Analyse des savons – Détermination de la teneur en alcali libre total.*

ISO . . . , *Savons – Échantillonnage.*<sup>2)</sup>

## 3 DÉFINITIONS

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, les définitions suivantes sont applicables :

**alcali total** : Somme des bases alcalines combinées, sous forme de savons, aux acides gras et résiniques, ainsi que celles correspondant aux hydroxydes alcalins et carbonates alcalins libres, et, éventuellement, aux silicates titrables dans les conditions de l'essai.

Les résultats sont exprimés en pourcentage en masse soit en hydroxyde de sodium (NaOH), soit en hydroxyde de potassium (KOH), selon qu'il s'agit de savons sodiques ou potassiques.

**matière grasse totale** : Matière grasse insoluble dans l'eau obtenue par décomposition du savon par un acide minéral dans les conditions opératoires décrites. Sous ce terme sont compris, outre les acides gras proprement dits, l'insaponifiable, les glycérides et les acides résiniques éventuellement présents dans le savon.

## 4 PRINCIPE

Décomposition du savon par une quantité connue d'une solution titrée d'acide minéral, extraction et séparation de la matière grasse libérée par l'éther de pétrole, et

détermination de la teneur en alcali total par titrage de l'excès d'acide se trouvant dans la phase aqueuse, avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium. Ensuite, évaporation de l'éther de pétrole de l'extrait éthéré, dissolution du résidu dans l'éthanol et neutralisation des acides gras avec une solution titrée d'hydroxyde de potassium. Évaporation de l'éthanol et pesée du savon formé en vue de la détermination de la teneur en matière grasse totale.

## 5 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.

### 5.1 Acétone.

**5.2 Éther de pétrole**, température de distillation comprise entre 40 et 60 °C.

**5.3 Éthanol**, solution à 95 % (V/V), neutralisée à la phénolphtaléine (5.8).

**5.4 Acide sulfurique** ou **acide chlorhydrique**, solution exactement titrée 1 N environ.

**5.5 Hydroxyde de sodium**, solution exactement titrée 1 N environ, au méthylorange (5.7) comme indicateur.

**5.6 Hydroxyde de potassium**, solution dans l'éthanol (5.3) exactement titrée 1 N environ.

**5.7 Méthylorange**, solution à 2 g/l.

**5.8 Phénolphtaléine**, solution à 10 g/l dans l'éthanol (5.3).

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Bêcher**, de capacité 250 ml, forme basse, conforme à l'ISO 3819.

1) Voir également ISO 684.

2) En préparation.

**6.2 Ampoules à décanter**, de capacité 500 ml.

**6.3 Flacon d'extraction cylindrique** (en variante), de capacité 250 ml (de diamètre 39 mm et de hauteur 355 mm), muni d'un bouchon rodé.

**6.4 Bain-marie**.

**6.5 Étuve**, réglable à  $103 \pm 2$  °C.

## 7 ÉCHANTILLONNAGE

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

## 8 MODE OPÉRATOIRE

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon.

### 8.1 Prise d'essai

Peser, dans le bécher (6.1), à 0,001 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire.

### 8.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (8.1), avec 100 ml environ d'eau chaude.

Verser la solution dans l'une des ampoules à décanter (6.2) ou dans le flacon d'extraction (6.3) et laver le bécher avec de petites quantités d'eau, en ayant soin de transvaser les eaux de lavage dans l'ampoule à décanter ou dans le flacon d'extraction.

Ajouter quelques gouttes de méthylorange (5.7), puis, à l'aide d'une burette, ajouter, tout en agitant énergiquement l'ampoule à décanter ou le flacon d'extraction, un volume exactement mesuré de la solution d'acide sulfurique ou chlorhydrique (5.4) jusqu'à l'obtention d'un excès de 5 ml environ. Laisser refroidir le contenu de l'ampoule à décanter ou du flacon d'extraction jusqu'à une température de 25 °C environ, et ajouter 100 ml de l'éther de pétrole (5.2). Fermer avec le bouchon et renverser doucement l'ampoule à décanter ou le flacon d'extraction, tout en maintenant la main sur le bouchon. Ouvrir peu à peu le robinet de l'ampoule à décanter ou le bouchon du flacon d'extraction pour laisser échapper les vapeurs d'éther de pétrole en surpression, puis fermer, agiter doucement et égaliser de nouveau les pressions. Continuer à agiter jusqu'à ce que la couche aqueuse devienne claire, puis laisser reposer.

#### a) Dans le cas d'utilisation d'ampoules à décanter

Soutirer la couche aqueuse dans une seconde ampoule à décanter (6.2) et extraire avec 50 ml de l'éther de pétrole (5.2). Renouveler l'extraction, recueillir la couche aqueuse dans une fiole conique et réunir les trois extraits éthers dans la première ampoule à décanter.

#### b) Dans le cas d'utilisation du flacon d'extraction

Recueillir, par siphonnage, la totalité de la couche

éthérée dans une ampoule à décanter (6.2). Répéter deux fois l'extraction avec, à chaque fois, 50 ml de l'éther de pétrole (5.2), réunir les trois extraits éthers dans l'ampoule à décanter, transvaser la totalité de la couche aqueuse dans une fiole conique et laver le flacon d'extraction avec de petites quantités d'eau, en ayant soin de transvaser les eaux de lavage dans la fiole conique.

Laver l'extrait étheré en agitant avec de l'eau (25 ml environ) jusqu'à ce que les eaux de lavage soient neutres au méthylorange (5.7). En général, trois lavages sont suffisants.

NOTE — Avant le soutirage de la couche aqueuse, au cours de chaque lavage, laisser reposer durant 5 min au moins ou au moins le temps nécessaire à l'obtention d'une ligne de séparation nette entre les couches.

Après soutirage de la dernière solution de lavage, faire tourner rapidement l'ampoule à décanter, mais sans la retourner, afin de provoquer un tourbillon qui permettra de recueillir les gouttelettes d'eau adhérant sur les parois.

Laisser reposer durant 5 min au moins et soutirer l'eau ainsi séparée.

Recueillir quantitativement les eaux de lavage de l'extrait étheré dans la fiole conique contenant déjà la couche aqueuse.

### 8.2.1 Détermination de la teneur en alcali total

Titrer l'ensemble constitué par les eaux de lavage et la couche aqueuse avec la solution d'hydroxyde de sodium (5.5), en utilisant le méthylorange (5.7) comme indicateur.

### 8.2.2 Détermination de la teneur en matière grasse totale

Transvaser soigneusement la solution étherée précédemment lavée dans une fiole tarée à fond plat, en filtrant si nécessaire sur un papier filtre sec. Laver l'ampoule à décanter avec deux ou trois petites quantités de l'éther de pétrole (5.2) et filtrer les liquides de lavage dans la fiole, en ayant soin d'éviter l'évaporation de l'éther de pétrole au cours de la filtration. Laver soigneusement le filtre avec l'éther de pétrole en recueillant les liquides de lavage dans la fiole.

Évaporer sur le bain-marie (6.4) presque la totalité de l'éther de pétrole en prenant toutes les précautions nécessaires et sous un léger courant froid et sec d'azote ou d'air.

Dissoudre le résidu dans 20 ml de l'éthanol (5.3), ajouter quelques gouttes de la phénolphtaléine (5.8) et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.6) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose peu persistante. Noter le volume utilisé.

Évaporer la solution éthanolique sur le bain-marie. Lorsque l'évaporation est presque terminée, imprimer un mouvement de rotation à la fiole afin de répartir le savon potassique en une couche mince sur les parois et le fond du récipient.

Effectuer un séchage préliminaire du savon potassique en ajoutant de l'acétone (5.1) et en faisant évaporer celle-ci sur le bain-marie sous un léger courant froid et sec d'azote ou d'air. Ensuite, chauffer jusqu'à masse constante dans l'étuve (6.5) réglée à  $103 \pm 2$  °C, 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 3 mg. Refroidir dans un dessiccateur et peser.

## 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 9.1 Teneur en alcali total

#### 9.1.1 Mode de calcul et formules

La teneur, en pourcentage en masse, en alcali total est donnée par les formules

$$a) \quad 0,040 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \times \frac{100}{m}$$

exprimé en hydroxyde de sodium (NaOH) pour les savons sodiques, et

$$b) \quad 0,056 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \times \frac{100}{m}$$

exprimé en hydroxyde de potassium (KOH) pour les savons potassiques

où

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1);

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide (5.4) utilisé;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.5) utilisé;

$T_0$  est la normalité exacte de la solution titrée d'acide (5.4);

$T_1$  est la normalité exacte de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.5).

La teneur en alcali total peut aussi être exprimée en milliéquivalents par gramme, au moyen de la formule

$$\frac{V_0 T_0 - V_1 T_1}{m}$$

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

### 9.1.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats obtenus sur le même échantillon, dans deux laboratoires différents, ne devrait pas dépasser 0,2 % de la valeur du pourcentage en masse d'alcali total trouvé, exprimé soit en hydroxyde de sodium, soit en hydroxyde de potassium.

## 9.2 Teneur en matière grasse totale

### 9.2.1 Mode de calcul et formule

La teneur, en pourcentage en masse, en matière grasse totale est donnée par la formule

$$[m_1 - (V \times T \times 0,038)] \times \frac{100}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, du savon potassique séché;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium (5.6) utilisé pour la neutralisation;

$T$  est la normalité exacte de la solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium (5.6).

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, en arrondissant celle-ci au plus proche 0,1 %.

### 9.2.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats obtenus sur le même échantillon, dans deux laboratoires différents, ne devrait pas dépasser 0,2 % de la valeur du pourcentage en masse de matière grasse totale trouvé.

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 685:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/483d757c-f6e0-4fba-9754-f9e7dc707c4e/iso-685-1975>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 685:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/483d757c-f6e0-4fba-9754-f9e7dc707c4e/iso-685-1975>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 685:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/483d757c-f6e0-4fba-9754-f9e7dc707c4e/iso-685-1975>