
NORME INTERNATIONALE



1066

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

Analyse des savons — Dosage du glycérol — Méthode titrimétrique

Analysis of soaps — Determination of glycerol content — Titrimetric method

Première édition — 1975-05-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1066:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78bded42-576c-4c31-b634-fb24311862e9/iso-1066-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78bded42-576c-4c31-b634-fb24311862e9/iso-1066-1975>

CDU 661.185 : 543.062 : 547.426

Réf. n° : ISO 1066-1975 (F)

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

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 91 a examiné la Recommandation ISO/R 1066 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1066-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1066 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Portugal
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suède
Canada	Israël	Suisse
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Japon	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Espagne	Pays-Bas	
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1066 en Norme Internationale.

Analyse des savons — Dosage du glycérol — Méthode titrimétrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du glycérol dans les savons commerciaux, à l'exclusion des compositions.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est applicable aux savons ayant une teneur en glycérol égale ou supérieure à 0,5 % (m/m)¹⁾. Cette méthode ne s'applique pas en présence de composés organiques comportant plus de deux groupements hydroxyles adjacents.

3 RÉFÉRENCES

ISO 2272, *Agents de surface — Analyse des savons — Dosage du glycérol libre en faibles teneurs — Méthode spectrophotométrique.*

ISO . . . , *Savons — Échantillonnage.*²⁾

4 PRINCIPE

Décomposition du savon par l'acide sulfurique, et extraction des acides gras par l'éther de pétrole. Oxydation du glycérol par l'acide periodique en acide formique et en formaldéhyde, et titrage de l'acidité formique formée en utilisant un pH-mètre.

5 RÉACTIFS

Les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue et répondre aux caractéristiques suivantes :

5.1 Eau distillée, préalablement privée de dioxyde de carbone par ébullition durant 15 min, puis refroidie, protégée contre le dioxyde de carbone atmosphérique.

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

5.3 Éthanediol-1,2, solution à 50 % (V/V).

5.4 Acide sulfurique, solution 7 N environ.

5.5 Hydroxyde de sodium, solution 2 N.

5.6 Hydroxyde de sodium, solution 0,05 N.

5.7 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,125 N, exempte de carbonates.

5.8 Méta-periodate de sodium, solution préparée comme suit :

Dissoudre, à la température du laboratoire, $60 \pm 0,5$ g de méta-periodate de sodium (NaIO_4) de pureté égale à 99,8 % dans de l'eau distillée contenant 120 ml de solution d'acide sulfurique 0,1 N environ; compléter le volume à 1 l.

Si la solution est trouble, la filtrer à travers un filtre en verre fritté de porosité 16 à 40 μm , la mettre dans une bouteille en verre brun, fermée et conservée à l'obscurité.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 Bêchers, de capacité 250 et 600 ml.

6.2 Ampoules à décanter, de capacité 250 ml.

6.3 Fioles jaugées, de capacité 250 ml, conformes à l'ISO/R 1042, Classe A.

6.4 Burette, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 385, Classe A; le temps d'écoulement ne doit pas être inférieur à 90 s pour 50 ml.

6.5 Ballon, fond plat ou rond, de capacité 500 ml, conforme à l'ISO/R 1773.

6.6 Pipette, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 648, Classe A; le temps d'écoulement est réglé de manière à assurer la constance du volume écoulé.

6.7 Agitateur, à vitesse variable, à pales en verre (l'agitateur magnétique est recommandé).

1) Pour une teneur en glycérol inférieure à 0,5 % (m/m), il y a lieu d'appliquer la méthode spécifiée dans l'ISO 2272.

2) En préparation.

6.8 pH-mètre, à électrodes en verre.

Cet appareil doit être contrôlé au moyen des deux solutions étalons suivantes :

- hydrogénophthalate de potassium [C₆H₄(COOK)(COOH)], solution 0,05 M, pH 4,00 à 20 °C;
- tétraborate de sodium décahydraté [Na₂B₄O₇·10H₂O], solution 0,01 M, pH 9,22 à 20 °C.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Les échantillons de savon pour laboratoire doivent être préparés et conservés conformément aux directives de l'ISO...

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, dans un bécher de 250 ml (6.1), 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire.

8.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions que celles de l'essai proprement dit sans ajouter de savon dans les 100 ml d'eau (5.1). L'ajustage du pH doit s'effectuer à 8,1 ± 0,1 comme il est spécifié en 8.5, mais le titrage final doit être effectué jusqu'à pH 6,5 ± 0,1.

8.3 Décomposition du savon et extraction des acides gras

Dissoudre la prise d'essai dans 100 ml d'eau (5.1) chaude. Lorsque la dissolution est complète, transvaser quantitativement dans une ampoule à décanter (6.2); rincer le bécher avec un peu de cette eau.

Ajouter 10 ml environ de la solution d'acide sulfurique (5.4). Agiter. Laisser refroidir. Après refroidissement, ajouter 100 ml environ d'éther de pétrole (5.2). Agiter. Laisser décanter. Soutirer la couche aqueuse dans une deuxième ampoule à décanter et l'extraire à nouveau avec 50 ml environ d'éther de pétrole. Agiter. Laisser décanter.

Soutirer la couche aqueuse dans une troisième ampoule à décanter et l'extraire à nouveau avec 50 ml environ d'éther de pétrole. Agiter. Laisser décanter. Soutirer la couche aqueuse dans une fiole jaugée de 250 ml (6.3).

Réunir les extraits éthers, les laver à deux reprises, chaque fois avec 50 ml environ d'eau (5.1).

Réunir, dans la fiole jaugée de 250 ml, la solution acide et les eaux de lavage de l'extrait étheré. Compléter au volume avec de l'eau (5.1).

8.4 Prélèvement de la partie aliquote pour le dosage

Pour doser le glycérol dans les meilleures conditions opératoires avec 50 ml de la solution aqueuse de

métaperiodate de sodium (5.8), il faut que le prélèvement, sur lequel le dosage va s'effectuer, contienne de 0,3 à 0,5 g de glycérol. Le volume de la partie aliquote à prélever est fixé dans le tableau ci-après.

Teneur présumée en glycérol de l'échantillon pour laboratoire	Volume de la solution acide à prélever pour l'essai dans la fiole jaugée de 250 ml
% (m/m)	ml
16 à 20	50
12 à 16	75
8 à 12	100
6 à 8	150
4 à 6	200
Moins de 4	250

Des parties aliquotes trop faibles donnent un résultat trop élevé et moins précis. Des parties aliquotes trop fortes donnent un résultat trop faible. Si le résultat obtenu ne correspond pas aux limites du tableau, recommencer le dosage sur une partie aliquote différente de la solution acide. Pour les teneurs en glycérol inférieures à 2,5 % (m/m), ramener à 25 ml le volume de la solution de métaperiodate de sodium.

8.5 Détermination

Introduire la quantité prélevée dans le ballon de 500 ml (6.5), faire bouillir¹⁾ la solution doucement durant 5 min pour éliminer le dioxyde de carbone et l'éther de pétrole éventuellement présents. Laisser refroidir en mettant dans le col du ballon un tube de garde à dioxyde de carbone. Transvaser quantitativement la partie aliquote dans un bécher de 600 ml (6.1). Si la quantité de liquide dans le bécher est insuffisante pour avoir une bonne agitation, ajouter de l'eau (5.1) en quantité suffisante. Si le pH de la solution est inférieur à 3, introduire l'électrode en verre (6.8) et mettre en marche l'agitateur (6.7). Ajouter goutte à goutte la solution d'hydroxyde de sodium 2 N (5.5) jusqu'à ce que le pH atteigne 3, puis ajouter goutte à goutte la solution d'hydroxyde de sodium 0,05 N (5.6) jusqu'à pH 8,1 ± 0,1.

Introduire dans cette solution, à l'aide d'une pipette, 50 ml (ou 25 ml, selon le cas) exactement mesurés de la solution de métaperiodate de sodium (5.8). Mélanger à l'aide de l'agitateur. Couvrir d'un verre de montre et laisser reposer 30 min à l'obscurité et à la température ambiante (inférieure, en tout cas, à 35 °C). Ce temps écoulé, ajouter 10 ml de la solution aqueuse d'éthanediol-1,2 (5.3), bien mélanger, couvrir d'un verre de montre et laisser reposer 20 min à l'obscurité et à la température ambiante (inférieure, en tout cas, à 35 °C).

1) Ne pas utiliser une flamme nue pour le chauffage afin d'éviter la combustion des gaz inflammables.

Titre au pH-mètre (6.8) avec la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium 0,125 N (5.7) jusqu'à pH 8,1 ± 0,1. Noter le volume utilisé, en l'appréciant à 0,05 ml près.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Mode de calcul

La teneur en glycérol est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$0,0921 \times (V_1 - V_2) \times T \times \frac{250}{V_0} \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{2302 \times T \times (V_1 - V_2)}{V_0 \times m}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevé pour l'essai;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium 0,125 N (5.7) utilisé pour la détermination;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium 0,125 N (5.7) utilisé pour l'essai à blanc;

T est la normalité exacte de la solution d'hydroxyde de sodium 0,125 N (5.7);

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

9.2 Répétabilité

La différence maximale, trouvée entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre, par le même analyste, lors d'essais effectués par 23 laboratoires sur un échantillon de savon contenant 2,7 % (m/m) de glycérol, a été de 0,04 %.

9.3 Reproductibilité

La différence maximale, trouvée entre les résultats de deux déterminations effectuées dans des laboratoires différents, sur un même échantillon de savon contenant 2,7 % (m/m) de glycérol, lors d'essais effectués par 23 laboratoires, a été de 0,2 %.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- la méthode adoptée;
- les résultats obtenus;
- les conditions de l'essai;
- tous détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1066:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78bde42-576c-4c31-b634-fb24311862e9/iso-1066-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1066:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78bded42-576c-4c31-b634-fb24311862e9/iso-1066-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1066:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78bded42-576c-4c31-b634-fb24311862e9/iso-1066-1975>