
Norme internationale



5787

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

Chlorure de méthyle et chlorure d'éthyle à usage industriel — Méthodes d'essai

Methyl chloride and ethyl chloride for industrial use — Methods of test

Première édition — 1979-07-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5787:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fe0c55b-62b0-4fa7-9ffd-ae87417c93cd/iso-5787-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fe0c55b-62b0-4fa7-9ffd-ae87417c93cd/iso-5787-1979>

CDU 661.723-13 : 620.1

Réf. n° : ISO 5787-1979 (F)

Descripteurs : chlorométhane, chloroéthane, essai, analyse chimique, acidité, dosage, eau, réactif de Karl Fischer.

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 5787 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1977.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fe0c55b-62b0-4fa7-9ffd-ae8741727584/iso-5787-1979>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Kenya	Turquie
Bulgarie	Mexique	URSS
Chili	Pays-Bas	
Égypte, Rép. arabe d'	Philippines	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Chlorure de méthyle et chlorure d'éthyle à usage industriel — Méthodes d'essai

AVERTISSEMENT — Le chlorure de méthyle et le chlorure d'éthyle sont inflammables et forment des mélanges explosifs avec l'air. Au contact de l'aluminium, ils peuvent réagir vigoureusement pour former des composés méthyle ou éthyle aluminium. Leurs vapeurs ont des propriétés toxiques et narcotiques; il faut donc éviter de les inhaler. Les liquides peuvent engendrer de très basses températures du fait de leur évaporation rapide et causer de sévères brûlures s'ils viennent en contact avec la peau. Ces produits doivent être manipulés dans un endroit bien aéré, loin des flammes nues, en utilisant un masque protecteur et des gants de protection. Les incendies éventuels doivent être combattus avec du dioxyde de carbone, des poudres chimiques, des mousses ou des agents d'extinction utilisant des dérivés halogénés d'hydrocarbures appropriés disponibles dans le commerce. En aucun cas, l'eau ne doit être utilisée.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes d'essai suivantes du chlorure de méthyle (chlorométhane) et du chlorure d'éthyle (chloroéthane) à usage industriel :

- détermination de l'acidité;
- détermination du résidu à l'évaporation;
- dosage de l'eau selon la méthode de Karl Fischer.

2 Références

ISO 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

ISO 2210, *Hydrocarbures halogénés liquides — Détermination du résidu à l'évaporation*.

ISO 3427, *Hydrocarbures halogénés gazeux (gaz liquéfiés) — Prélèvement d'un échantillon*.

3 Détermination de l'acidité

3.1 Domaine d'application

La méthode est applicable aux produits dont l'acidité, exprimée en acide chlorhydrique, est comprise entre 1 et 50 mg/kg.

3.2 Principe

Évaporation d'une prise d'essai avec absorption de son acidité dans l'eau. Titrage de cette acidité au moyen d'une solution

titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de vert de bromocrésol comme indicateur.

3.3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

3.3.1 Eau distillée, neutre au vert de bromocrésol.

Ajouter 1 % (V/V) de la solution de vert de bromocrésol (3.3.3) à de l'eau distillée contenue dans un récipient fermé à l'aide d'un bouchon rodé, et neutraliser avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.3.2) jusqu'à virage au bleu franc.

3.3.2 Hydroxyde de sodium, solution titrée, de concentration $c(\text{NaOH}) \approx 0,01 \text{ mol/l}^1$, fraîchement préparée.

3.3.3 Vert de bromocrésol, solution à 1 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

3.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et l'appareillage représenté à la figure 1, comprenant

3.4.1 Fiole conique (F), de capacité 500 ml, à col rodé.

3.4.2 Bouchon rodé, adaptable à la fiole conique (3.4.1) et comportant deux tubulures latérales dont l'une plongeante.

3.4.3 Flacons laveurs (L), de capacité 350 ml, avec plaque frittée en verre borosilicaté et contenant chacun 100 ml de l'eau (3.3.1).

1) Jusqu'à présent désignée «solution titrée 0,01 N environ».

3.4.4 Robinet à trois voies (R).

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Prise d'essai

Peser, à 1 g près, le cylindre à échantillonnage de type (a) ou (b) (voir ISO 3427) contenant l'échantillon pour essai (voir figure 1). Le relier à l'appareil et introduire lentement, dans la fiole conique (3.4.1) propre et sèche, 100 g au moins du produit liquéfié et repeser le cylindre à 1 g près.

3.5.2 Détermination

Laisser s'évaporer le produit vers les deux flacons laveurs (3.4.3) contenant de l'eau (3.3.1), tout d'abord à la température ambiante, puis en chauffant la fiole conique à l'aide d'un bain d'eau chaude. Lorsque l'évaporation est complète, faire passer un courant d'air sec par la troisième voie du robinet (R) (3.4.4), de façon à éliminer complètement de l'appareil toute vapeur résiduelle du produit. Réunir quantitativement les eaux des deux flacons laveurs dans la fiole conique, et titrer avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.3.2) jusqu'à virage au bleu franc [comparer avec l'eau (3.3.1)].

3.6 Expression des résultats

L'acidité, exprimée en pourcentage en masse d'acide chlorhydrique (HCl), est donnée par la formule

$$\frac{V \times 0,000\ 365}{m} \times 100$$

$$= \frac{0,036\ 5\ V}{m}$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (4.4.1);

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.3.2), utilisé pour le titrage;

0,000 365 est la masse, en grammes, d'acide chlorhydrique correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium de concentration $c(\text{NaOH}) = 0,01$ mol/l.

NOTE — Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

4 Détermination du résidu à l'évaporation

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 2210.

NOTE — La méthode est applicable aux produits laissant un résidu à l'évaporation égal ou supérieur à 5 mg/kg.

5 Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 760, en y apportant les

modifications suivantes, particulières au chlorure de méthyle et au chlorure d'éthyle.

5.1 Domaine d'application

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en eau est comprise entre 5 et 200 mg/kg.

5.2 Principe

Introduction d'une prise d'essai à l'état liquide directement dans le vase à réaction de l'appareil, contenant une petite quantité de méthanol préalablement saturé en chlorure de méthyle ou en chlorure d'éthyle et dont la faible teneur en eau a été neutralisée par la quantité nécessaire de réactif de Karl Fischer.

Chauffage de la préparation jusqu'à la température ambiante entraînant la gazéification complète du produit. Détermination de la prise d'essai soit par mesurage de volume à l'aide d'un compteur disposé à la sortie, soit par pesées du cylindre à échantillonnage avant et après prélèvement de la prise d'essai.

Titration électrométrique au moyen du réactif de Karl Fischer suivant l'ISO 760, chapitre 7, «Titration électrométrique direct», ou chapitre 8, «Titration électrométrique en retour».

5.3 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

Utiliser les réactifs et produits spécifiés dans l'ISO 760, chapitre 4, à l'exception de ceux qui sont spécifiés dans les paragraphes 4.2 (éther monométhylglycol) et 4.4 (solvant de l'échantillon).

5.4 Appareillage

Remplacer l'appareillage spécifié dans l'ISO 760, paragraphe 5.1 et annexe B, par celui qui est représenté à la figure 2 de la présente Norme internationale. Cet appareillage comporte les modifications suivantes, particulières au chlorure de méthyle et au chlorure d'éthyle.

5.4.1 Cylindre, de type (a) ou (b) (voir ISO 3427), contenant l'échantillon et disposé sens dessus dessous. Le cylindre doit être raccordé à l'appareil avec un raccord souple permettant de le peser sans le déconnecter, lorsque les prélèvements sont mesurés en masse.

5.4.2 Vanne à pointe (P).

5.4.3 Vase à réaction (V), de capacité utile 200 ml environ, relié à la microburette automatique contenant le réactif de Karl Fischer par l'intermédiaire d'un joint en verre rodé et comportant, en outre, quatre tubulures latérales : l'une pour l'entrée de l'échantillon liquide, une autre pour l'introduction des électrodes en platine, une troisième, fermée par un bouchon en verre rodé (A), pour l'introduction de certains réactifs et enfin la dernière, pour la sortie du gaz vers le compteur (C) en passant par un flacon de garde (G) et un barboteur (R) contenant du réactif de Karl Fischer pour éviter toute entrée d'eau dans l'appareil.

5.4.4 Bain d'eau, contenant le vase à réaction (V), la température de l'eau étant maintenue à $20 \pm 0,5$ °C, à l'aide d'un thermostat.

5.5 Mode opératoire

NOTE — Seule la technique par titrage direct est décrite dans la présente Norme internationale. Cependant, le dosage peut également être exécuté selon la technique du titrage en retour, si l'on est équipé d'un tel appareillage. Celui-ci comprend simplement, en plus de la microburette contenant le réactif de Karl Fischer, une deuxième microburette contenant du méthanol de teneur connue en eau, pour le titrage en retour de l'excès de réactif de Karl Fischer. Il convient alors d'exécuter une suite d'opérations similaire à celle qui est décrite dans la présente Norme internationale, mais où tous les titrages directs sont remplacés par des ajouts de réactif de Karl Fischer dont l'excès est titré en retour avec la solution de méthanol de teneur connue en eau, en suivant les prescriptions du chapitre 8, «Titration électrométrique en retour», de la méthode générale spécifiée dans l'ISO 760.

5.5.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de 100 g environ d'échantillon liquide, correspondant à 50 litres environ de produit gazéifié. Mesurer cette prise d'essai soit en masse, par pesées du cylindre à échantillonnage (5.4.1) avant et après prélèvement, soit en volume, mesuré à la température ambiante à l'aide du compteur (C).

5.5.2 Étalonnage du réactif de Fischer

5.5.2.1 Assemblage de l'appareillage

L'appareillage étant assemblé comme indiqué à la figure 2, faire fonctionner le thermostat réglé à $20 \pm 0,5$ °C (voir 5.4.4). Ouvrir la vanne du cylindre à échantillonnage (5.4.1) et la vanne à pointeau (P), de manière à purger l'appareillage en y faisant passer une quantité suffisante (50 litres environ) de l'échantillon, mesurée à l'aide du compteur (C).

Fermer la vanne du cylindre mais non la vanne à pointeau. Enlever durant quelques secondes le bouchon (A), afin d'introduire le volume (50 ml environ) de méthanol nécessaire pour immerger les électrodes et l'extrémité du tube d'arrivée de l'échantillon. Ouvrir la vanne du cylindre de manière à envoyer l'échantillon dans le méthanol jusqu'à saturation de ce dernier. Mettre en marche l'agitateur électromagnétique et fermer le circuit du dispositif de détection électrométrique du point final. Régler l'appareil de manière qu'une tension de l'ordre de 1 à 2 V soit appliquée aux électrodes et que le galvanomètre indique un faible courant, généralement de l'ordre de quelques microampères.

Ajouter du réactif de Karl Fischer jusqu'à ce que le galvanomètre accuse une brusque augmentation de courant, de l'ordre de 10 à 20 μ A, qui reste stable durant 1 min au moins.

5.5.2.2 Étalonnage

Étalonner le réactif de Karl Fischer conformément à l'ISO 760, paragraphe 7.2.1.2 ou 8.2.1.2. Dans ce dernier cas, la solution

de teneur connue en eau, utilisée pour le titrage en retour, doit être saturée en chlorure de méthyle ou en chlorure d'éthyle, comme spécifié en 5.5.2.1.

Le réactif de Karl Fischer doit avoir un équivalent en eau de 1 mg d'eau par millilitre environ.

5.5.3 Dosage

5.5.3.1 Préparation de l'appareillage

Vider le vase à réaction (V) en enlevant le bouchon (A) et en y plongeant un tube relié à une trompe à eau. Introduire, par le même orifice, le volume (50 ml environ) de méthanol nécessaire pour immerger les électrodes et l'extrémité du tube d'arrivée de l'échantillon. Remettre immédiatement le bouchon en place. Ouvrir la vanne du cylindre de manière à envoyer l'échantillon dans le méthanol jusqu'à saturation de ce dernier. Mettre en marche l'agitateur électromagnétique et fermer le circuit du dispositif de détection électrométrique du point final. Régler l'appareil de manière qu'une tension de l'ordre de 1 à 2 V soit appliquée aux électrodes et que le galvanomètre indique un faible courant, généralement de l'ordre de quelques microampères.

Ajouter du réactif de Karl Fischer jusqu'à ce que le galvanomètre accuse une brusque augmentation de courant, de l'ordre de 10 à 20 μ A, qui reste stable durant 1 min au moins.

5.5.3.2 Modalités de prélèvement de la prise d'essai

Mettre le compteur (C) à zéro et ouvrir la vanne du cylindre de manière à recueillir 100 g environ de l'échantillon liquide, correspondant à 50 litres environ du produit gazéifié [lus au compteur (C)]. Fermer la vanne du cylindre mais non la vanne à pointeau.

À défaut de compteur, mesurer la prise d'essai par pesées du cylindre avant et après prélèvement, sans le déconnecter, grâce au raccord souple qui le relie à l'appareil.

5.5.3.3 Titration

Lorsque le compteur (C) est complètement arrêté ou, en l'absence d'un compteur, lorsque le barbotage a cessé dans le barboteur (R), fermer la vanne à pointeau (P). Mesurer le volume, en litres, de gaz passé, ainsi que sa température, en degrés Celsius, et la pression atmosphérique, en millibars, au moment de l'essai.

Lorsque la totalité de la prise d'essai a ainsi été évaporée et que le mélange contenu dans le vase à réaction a atteint la température ambiante, titrer l'eau provenant de la prise d'essai avec le réactif de Karl Fischer étalonné, contenu dans la microburette automatique, jusqu'à même déviation de l'aiguille du galvanomètre qui reste stable durant 1 min au moins.

Noter le volume du réactif de Karl Fischer utilisé.

Exécuter un second titrage dont le résultat ne doit pas différer du premier de plus de 10 mg/kg, si la purge de l'appareillage a été suffisante.

5.6 Expression des résultats

5.6.1 Équivalent en eau du réactif de Karl Fischer

L'équivalent en eau, T , du réactif de Karl Fischer, exprimé en milligrammes d'eau par millilitre de réactif, est donné par la formule

$$\frac{m_0}{V_0} \times 0,1566$$

où

m_0 est la masse, en milligrammes, de tartrate disodique dihydraté, utilisée pour l'étalonnage du réactif;

V_0 est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer à étalonner, utilisé;

0,1566 est la masse, en milligrammes, d'eau contenue dans 1 mg de tartrate disodique dihydraté.

5.6.2 Teneur en eau de l'échantillon

5.6.2.1 Produits gazéifiés

Le volume, V_1 , d'échantillon gazéifié introduit, ramené à 20 °C et à 1 013 mbar, exprimé en litres, est donné par les formules ci-après.

a) **Cas d'échantillons mesurés en volume**, à l'aide d'un compteur à gaz :

$$V_1 = V_t \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{p_1 - p_2}{1\,013}$$

où

V_t est le volume, en litres, de la prise d'essai gazéifiée, lu au compteur (C);

t est la température, en degrés Celsius, du gaz;

p_1 est la pression atmosphérique, en millibars, au moment de l'essai;

p_2 est la pression de vapeur, en millibars, de l'eau à la température t ; sa valeur donnée dans le tableau ci-après pour des températures comprises entre 10 et 30 °C, est à déduire de p_1 lorsqu'il est fait usage d'un compteur fonctionnant à eau.

b) **Cas d'échantillons mesurés en masse**, par pesées du cylindre :

où

m_1 est la masse, en grammes du produit prélevé;

2,15 est la masse volumique à 20 °C, en grammes par litre, du chlorure de méthyle gazeux;

2,68 est la masse volumique à 20 °C, en grammes par litre, du chlorure d'éthyle gazeux.

La teneur en eau de l'échantillon, exprimée en milligrammes par mètre cube de gaz, ramené à 20 °C et à 1 013 mbar, est donnée par la formule

$$V \times T \times \frac{1\,000}{V_1}$$

où

T est l'équivalent en eau, exprimé en milligrammes d'eau par millilitre, du réactif de Karl Fischer;

V est le volume, en millilitres, du réactif de Karl Fischer, utilisé pour le dosage;

V_1 a la même signification qu'en a) ou b).

Calculer la moyenne de deux résultats concordant à moins de 10 mg/kg.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.6.2.2 Produits liquides

La masse, m_1 , d'échantillon liquide introduite, exprimée en grammes, est donnée soit directement par la différence entre les pesées du cylindre avant et après prélèvement de la prise d'essai, soit par la formule

$$m_1 = V_1 \times 2,15 \text{ pour le chlorure de méthyle}$$

$$m_1 = V_1 \times 2,68 \text{ pour le chlorure d'éthyle}$$

où

V_1 est le volume, en litres, d'échantillon gazéifié introduit, ramené à 20 °C et à 1 013 mbar (voir le tableau ci-après);

2,15 est la masse volumique à 20 °C, en grammes par litre, du chlorure de méthyle gazeux;

2,68 est la masse volumique à 20 °C, en grammes par litre, du chlorure d'éthyle gazeux.

La teneur en eau de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$V \times T \times \frac{1\,000}{m_1}$$

Calculer la moyenne de deux résultats concordant à moins de 10 mg/kg.

Tableau

Température, t , °C	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30
Pression de vapeur, p_2 , mbar	12,3	13,3	16,0	18,1	20,7	23,1	26,5	30,0	33,6	37,4	40,0

6 Analyse par chromatographie en phase gazeuse

À l'étude.

7 Procès-verbal d'essai

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

a) identification de l'échantillon;

b) référence de la méthode utilisée;

c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5787:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fe0c55b-62b0-4fa7-9ffd-ae87417c93cd/iso-5787-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fe0c55b-62b0-4fa7-9ffd-ae87417c93cd/iso-5787-1979>

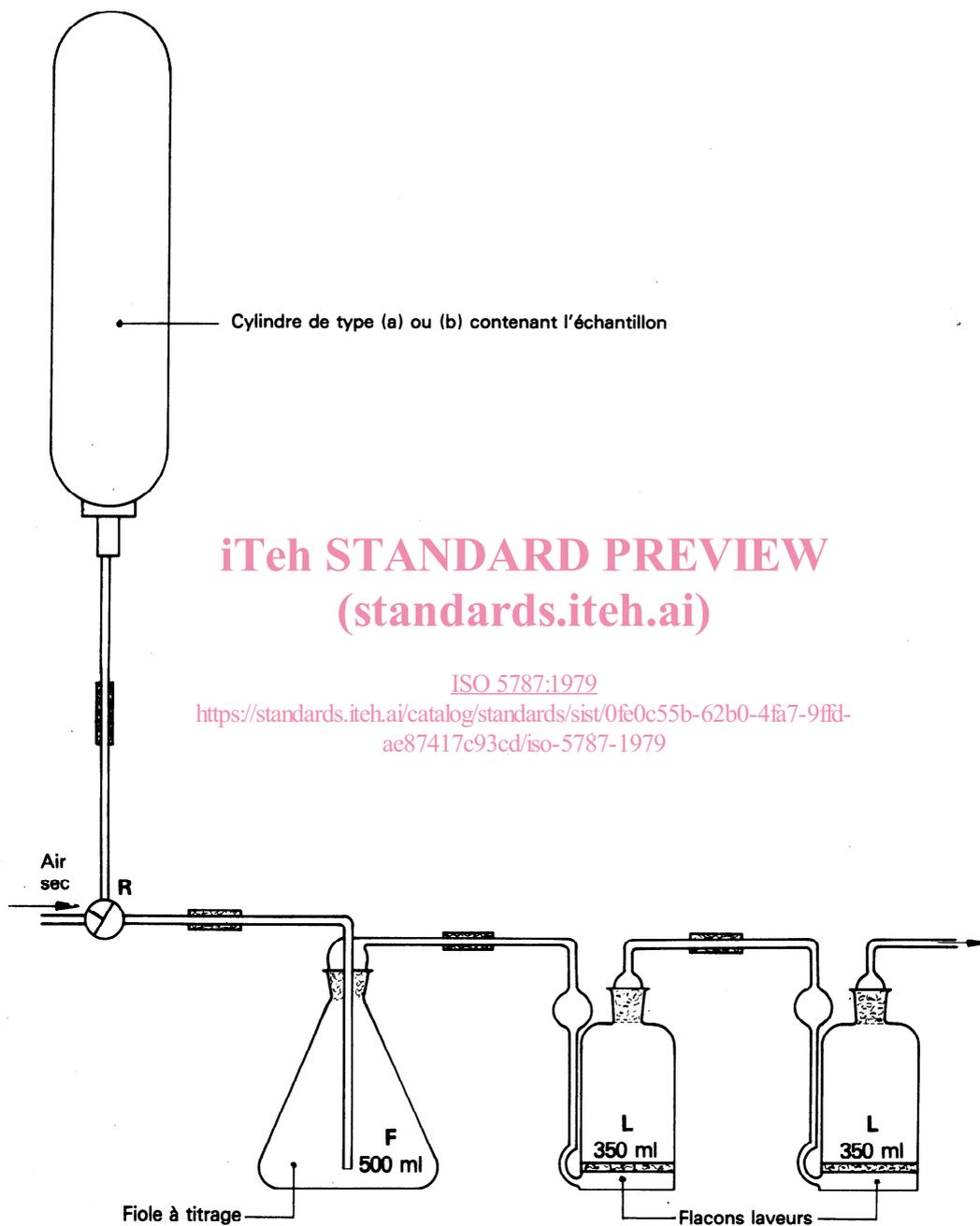
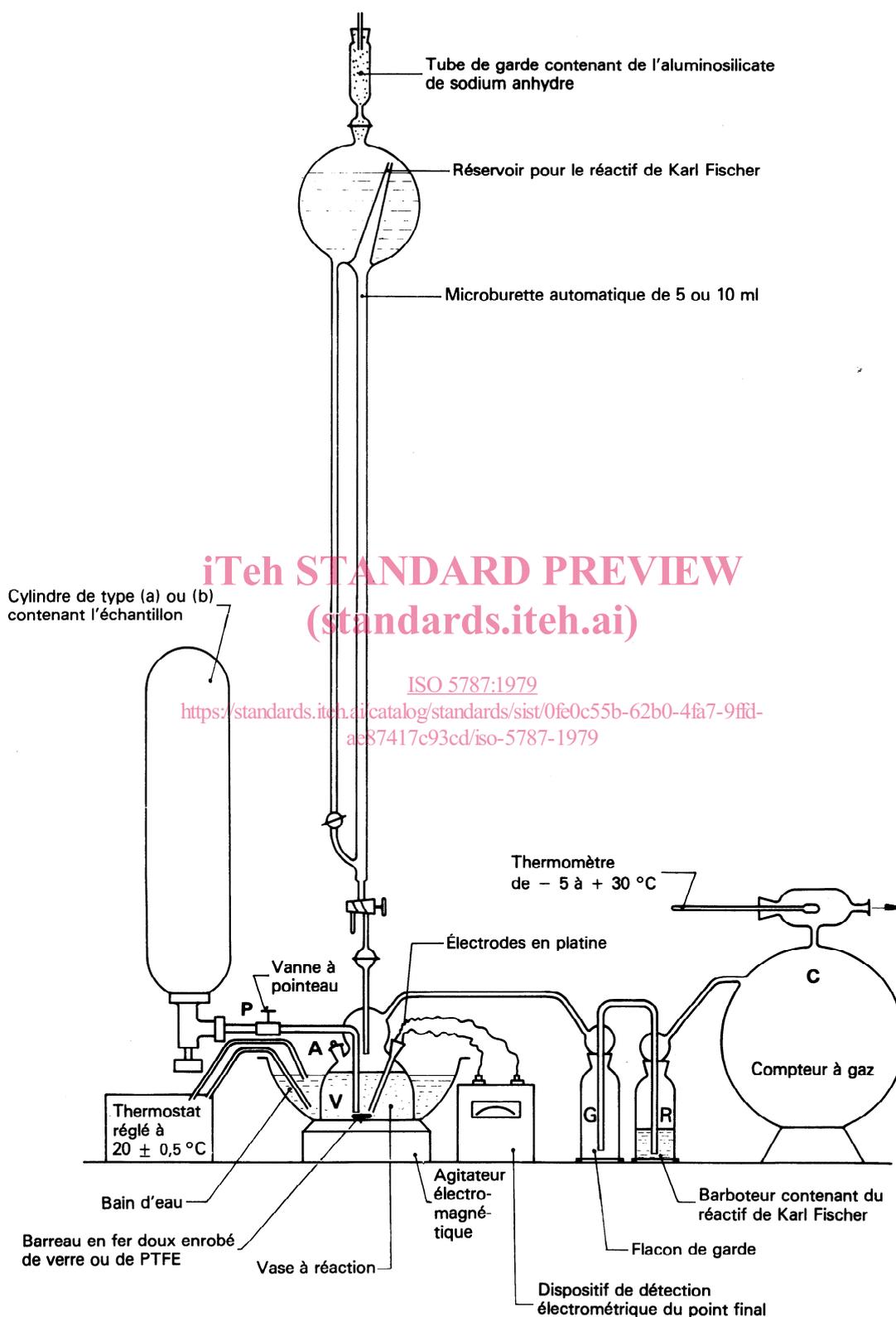


Figure 1 — Appareillage pour la détermination de l'acidité des hydrocarbures halogénés gazeux



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5787:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fe0c55b-62b0-4fa7-9ffd-ac87417c93cd/iso-5787-1979>

Figure 2 — Dosage de l'eau dans le chlorure de méthyle et le chlorure d'éthyle — Méthode de Karl Fischer