

---

Norme internationale



6684

---

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

---

**Butadiène à usage industriel —  
Dosage du *tert*-butyl-catéchol (TBC)  
[(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] —  
Méthode spectrométrique**

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

*Butadiene for industrial use — Determination of tert-butyl-catechol (TBC) [4-(1,1-dimethylethyl)-1,2 benzenediol] — Spectrometric method*

Première édition — 1982-07-15

[ISO 6684:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4889ba7c-5c87-4516-b3fe-0478f3ef659/iso-6684-1982>

---

CDU 678.762 : 543.42 : 547.53

Réf. n° : ISO 6684-1982 (F)

Descripteurs : butadiène, analyse chimique, méthode spectrophotométrique, produit industriel.

## 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 6684 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1980.

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

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6684:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4889ba7c-5c87-4516-b3fe-047836cc097b-6684-1982)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Portugal
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Mexique	Thaïlande
Corée, Rép. de	Pays-Bas	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Philippines	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

# Butadiène à usage industriel — Dosage du *tert*-butyl-catéchol (TBC) [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] — Méthode spectrométrique

**Avertissement** — Le [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] est irritant pour la peau, particulièrement quand il est fondu ou en solution concentrée. Il est également toxique en cas d'ingestion ou par contact avec la peau.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique de dosage du [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] (*tert*-butyl-catéchol ou TBC) introduit comme inhibiteur d'oxydation dans le butadiène-1,3 à usage industriel.

La méthode est applicable au butadiène (et à tout mélange d'hydrocarbures en C<sub>4</sub>) ne contenant aucun composé phénolique autre que le TBC, et aucun composé phénolique oxydé autre que ceux provenant de l'oxydation du TBC. Dans le cas contraire, tous les phénols et les quinones provenant de leur oxydation sont dosés comme TBC. De petites quantités de résidu non volatil n'interfèrent pas. La méthode est applicable au butadiène contenant plus de 50 mg de TBC par kilogramme.

## 2 Référence

ISO 653, *Thermomètres de précision, sur tige, type long*.

## 3 Principe

Séparation de l'inhibiteur après évaporation du butadiène. Dissolution du résidu dans l'eau et ajout d'un excès de chlorure de fer(III). Mesurage spectrométrique de l'absorbance du complexe coloré jaune formé à une longueur d'onde aux environs de 425 nm.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Chlorure de fer (III)**, solution acide à 20 g/l dans l'éthanol.

Dissoudre 20,0 g de chlorure de fer(III) hexahydraté (Fe Cl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O) dans de l'éthanol à 95 % (V/V). Ajouter 9,2 ml de solution d'acide chlorhydrique ρ 1,19 g/ml, diluer à 1 000 ml avec le même éthanol et homogénéiser.

**4.2 TBC** [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>-C-C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>(OH)<sub>2</sub>], solution étalon à 6,7 g/l.

Peser à 0,000 1 g près, 0,670 g de [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2], les dissoudre dans 10 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Compléter le volume à 100 ml en fiole jaugée avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 6,7 mg de TBC.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

**NOTE** — Si l'on utilise une prise d'essai de 100 ml (67 g) à - 20 °C, 1,00 ml de cette solution étalon correspond à 100 mg de TBC par kilogramme de butadiène.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectromètre ou spectromètre à filtres.**

**5.2 Thermomètre de précision STL/0,2/ -55/5** (voir ISO 653).

## 6 Échantillonnage

Il est nécessaire pour cet essai de disposer d'un échantillon liquide d'au moins 100 ml, prélevé à partir du produit d'origine dans une bouteille en acier inoxydable.

## 7 Mode opératoire

**7.1 Établissement de la courbe d'étalonnage**

**7.1.1 Préparation des solutions témoins**, se rapportant à des mesurages spectrométriques effectués en cuves de 1 cm d'épaisseur

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de TBC (4.2) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Solution étalon de TBC (4.2)	Masse correspondante de TBC	Concentration correspondante de TBC dans une prise d'essai de 100 ml à - 20 °C
ml	mg	mg/kg
0	0	0
0,50	3,35	50
1,00	6,70	100
1,50	10,05	150
2,00	13,40	200
2,50	16,75	250

Compléter le volume de chaque fiole à 100 ml et homogénéiser.

Introduire 5,0 ml de chacune de ces solutions, dans six cuves optiques semblables pour servir de solutions de référence.

### 7.1.2 Développement de la coloration

Ajouter dans chaque fiole 5,0 ml de la solution de chlorure de fer(III) (4.1), homogénéiser et laisser reposer durant 5 min.

La coloration de la solution est stable durant 5 à 15 min après l'ajout de la solution de chlorure de fer(III) et les mesurages spectrométriques doivent être effectués au cours de cette période.

### 7.1.3 Mesurage spectrométrique

Effectuer le mesurage de l'absorbance de chaque solution témoin (7.1.2) à l'aide d'un spectromètre (5.1) à une longueur d'onde aux environs de 425 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à chaque solution de référence (7.1.1).

### 7.1.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Déduire l'absorbance des solutions de référence (7.1.1) de celles des solutions témoins correspondantes (7.1.2). Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, la masse, en milligrammes, de TBC contenu dans 100 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

## 7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc, en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

## 7.3 Prise d'essai

Refroidir à - 20 °C environ une éprouvette graduée de 100 ml et un serpentín en acier inoxydable s'adaptant à la bouteille d'échantillonnage. En le faisant couler par le tube refroidi, mesurer 100 ml de l'échantillon liquide dans l'éprouvette graduée refroidie.

## 7.4 Dosage

### 7.4.1 Préparation de la solution d'essai

Après avoir homogénéisé par agitation le contenu de la bouteille en acier inoxydable, déterminer la température de la prise d'essai (7.3) à 1 °C près et la transvaser dans une fiole conique de 250 ml.

Laisser le liquide s'évaporer à la température ambiante, derrière un écran, sous une hotte ventilée, loin de toute source de chaleur. Un bain de vapeur peut être utilisé pour compléter l'évaporation.

Après évaporation de la prise d'essai, ajouter 30 ml d'eau dans la fiole, la boucher, agiter et filtrer dans une fiole jaugée de 100 ml à travers un papier filtre pour filtration rapide et à faible taux de cendres, ayant été préalablement humidifié. Répéter l'opération avec deux autres portions de 30 ml d'eau, en recueillant les eaux de lavage dans la même fiole jaugée. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Prélever 5,0 ml de cette solution, les introduire dans une cuve optique pour servir de solution de référence.

Ajouter dans la fiole jaugée 5,0 ml de la solution de chlorure de fer(III) (4.1), homogénéiser et laisser reposer durant 5 min.

### 7.4.2 Mesurage spectrométrique

Cinq à 15 min après l'addition de la solution de chlorure de fer(III), effectuer le mesurage de l'absorbance de la solution d'essai (7.4.1) et de celle de l'essai à blanc à l'aide d'un spectromètre (5.1) à une longueur d'onde aux environs de 425 nm, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de référence.

Déduire l'absorbance de la solution de l'essai à blanc (7.2) de celle de la solution d'essai.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Mode de calcul et formule

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.1.4), déterminer la masse, exprimée en milligrammes, de TBC dans la prise d'essai, correspondant à l'absorbance obtenue.

La teneur en TBC, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m \times 1\,000}{V \times \rho}$$

où

$m$  est la masse, en milligrammes, de TBC trouvée dans 100 ml de la solution d'essai (7.4.1);

$V$  est le volume, en millilitres, de la prise d'essai de butadiène liquide (7.3);

$\rho$  est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon en fonction de sa température au moment du prélèvement effectué en 7.3.

Cette masse volumique varie selon le tableau 2.

Tableau 2

Température	Masse volumique
°C	g/ml
– 40	0,690 3
– 35	0,684 8
– 30	0,679 3
– 25	0,673 7
– 20	0,668 1
– 15	0,662 5
– 10	0,656 8
– 5	0,651 0
0	0,645 2

## 8.2 Répétabilité et reproductibilité

### 8.2.1 Répétabilité

Des résultats obtenus en double, par le même opérateur, devront être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de 12 mg/kg.

### 8.2.2 Reproductibilité

Des résultats fournis par chacun des deux laboratoires devront être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de 47 mg/kg.

## 9 Procès-verbal d'essai

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

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la présente Norme internationale;
- 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 la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

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

[ISO 6684:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4889ba7c-5c87-4516-b3fe-0478f3efe659/iso-6684-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4889ba7c-5c87-4516-b3fe-0478f3efe659/iso-6684-1982>

Page blanche

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

ISO 6684:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4889ba7c-5c87-4516-b3fe-0478f3efe659/iso-6684-1982>

Page blanche

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

ISO 6684:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4889ba7c-5c87-4516-b3fe-0478f3efe659/iso-6684-1982>

Page blanche

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

ISO 6684:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4889ba7c-5c87-4516-b3fe-0478f3efe659/iso-6684-1982>