
Norme internationale



6795

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

Esters des acides phtalique et adipique à usage industriel — Dosage des alcools libres — Méthode spectrométrique

Phthalic and adipic esters for industrial use — Determination of free alcohols content — Spectrometric method

Première édition — 1983-12-01 (standards.iteh.ai)

[ISO 6795:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccade379-4496-4d09-95d6-b857a00fbb5e/iso-6795-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccade379-4496-4d09-95d6-b857a00fbb5e/iso-6795-1983>

CDU 661.73.543.42 : 547.26

Réf. n° : ISO 6795-1983 (F)

Descripteurs : produit industriel, phtalate, analyse chimique, dosage, alcool, méthode spectrométrique.

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 6795 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6795:1983](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Allemagne, R. F.	France	Suisse
Australie	Hongrie	Tchécoslovaquie
Autriche	Inde	Thaïlande
Belgique	Italie	URSS
Corée, Rép. de	Pologne	
Corée, Rép. dém. p. de	Portugal	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Chine

Esters des acides phtalique et adipique à usage industriel — Dosage des alcools libres — Méthode spectrométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique de dosage des alcools libres dans les esters des acides phtalique et adipique à usage industriel, comportant les radicaux organiques suivants :

dibutyle
dioctyle
dinonyle
didécyle
diundécyle
didodécyle
ditridécyle

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en alcools libres est comprise entre 0,01 et 5,0 % (m/m).

2 Principe

Réaction de l'alcool libre avec le sel sodique de vanadium(V) du quinoléinol-8 (hydroxy-8 quinoléine) pour former un complexe coloré. Extraction du complexe par le toluène, suivie d'un traitement avec de l'acide dichloroacétique. Mesurage spectrométrique à une longueur d'onde aux environs de 620 nm.

3 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, récemment bouillie et refroidie.

AVERTISSEMENT — Éviter de respirer les vapeurs ou les poussières des réactifs utilisés au cours de ce dosage et éviter tout contact avec la peau et les yeux. Prendre les précautions appropriées aux réactifs inflammables.

3.1 Acide dichloroacétique, solution dans de l'acide acétique cristallisable.

AVERTISSEMENT — L'acide dichloroacétique et l'acide acétique cristallisable sont toxiques et provoquent de graves brûlures.

Mélanger 10 ml d'acide dichloroacétique (CHCl_2COOH) avec 90 ml d'acide acétique cristallisable.

3.2 Toluène, exempt d'alcool.

AVERTISSEMENT — Le toluène est toxique et très inflammable; le sulfate d'hydrazinium (2+) est toxique, provoque des brûlures et est irritant pour la peau et les yeux.

Si l'on ne dispose pas de toluène exempt d'alcool, le purifier de la façon suivante :

Laver, dans une ampoule à décanter de 2 litres, 1 000 ml de toluène avec 100 ml d'une solution de sulfate d'hydrazinium (2+) (sulfate d'hydrazine) à 50 g/l contenant 1 g de chromate de potassium; laver ensuite avec 100 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l et laver enfin quatre fois avec de l'eau et sécher sur du sulfate de sodium anhydre.

3.3 Hydroxyde de sodium, solution à 4 g/l.

3.4 Solution étalon de l'alcool correspondant à celui à doser.

Peser, à 0,001 g près, 1 g de l'alcool correspondant à celui à doser (voir chapitre 1), l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec le toluène (3.2) et homogénéiser.

Prélever 5,0 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec le même toluène et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,5 mg de l'alcool correspondant à celui à doser.

3.5 Réactif au sel sodique de vanadium(V) du quinoléinol-8 (hydroxy-8 quinoléine).

3.5.1 Préparation du sel

AVERTISSEMENT — Le vanadate d'ammonium et le quinoléinol-8 sont toxiques.

Dans un bécher de 250 ml, dissoudre 1,35 g de vanadate d'ammonium (NH_4VO_3) dans 35 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l. Ajouter 15 ml d'eau et faire bouillir durant 5 min pour éliminer tout l'ammoniac (solution A).

Dans un autre bécher de 250 ml, dissoudre 5 g de quinoléinol-8 dans 35 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l, chaude. Ajouter 40 ml d'eau, porter la solution à l'ébullition et la placer sur un bain d'eau bouillante. Ajouter la solution A et agiter durant 10 min au moins.

Ajouter ensuite, dans le bécher se trouvant sur le bain d'eau, goutte à goutte, une solution d'acide acétique à 2,5 % (V/V) dans le toluène (3.2) jusqu'à ce que le précipité noir formé ne se redissolve plus.

Filtrer la solution chaude sur un papier filtre pour filtration moyenne, lavé deux fois avec de l'acide chlorhydrique à 20 % (m/m) et la refroidir dans de la glace jusqu'à ce que les cristaux

jaunes de sel de sodium soient précipités. Les filtrer, les laver avec quelques millilitres d'eau et les sécher sous vide avec un agent déshydratant efficace. Réduire en poudre dans un mortier et passer au tamis de 71 µm d'ouverture de maille conforme aux spécifications de l'ISO 565. Utiliser le tamisat.

3.5.2 Préparation du réactif

AVERTISSEMENT – Le diméthylformamide est toxique, inflammable et nocif par contact avec la peau et les yeux.

Peser 0,2 g du sel sodique (3.5.1) dans une fiole conique de 150 ml, ajouter 10 ml de diméthylformamide et agiter jusqu'à dissolution. Ajouter 100 ml du toluène (3.2) et relier la fiole à un réfrigérant à reflux. Chauffer jusqu'à léger reflux, ajouter 10 ml d'une solution d'acide acétique à 2,5 % (V/V) dans le même toluène et maintenir la solution à reflux durant 2 min. Refroidir ensuite la solution dans de l'eau glacée.

Ce réactif est stable durant une journée.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Éprouvettes graduées, munies de bouchons en verre rodés, de capacités 10 et 25 ml.

4.2 Spectromètre.

4.3 Bain d'eau, réglable à 60 ± 1 °C.

5 Échantillonnage

Introduire l'échantillon pour laboratoire¹⁾ dans un flacon en verre muni d'un bouchon rodé, propre, sec et de couleur sombre, de capacité telle qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon.

S'il est nécessaire de sceller le flacon, prendre soin d'éviter tout risque de contamination de son contenu.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Dans une fiole jaugée de 25 ml, peser la masse de l'échantillon pour laboratoire indiquée dans le tableau suivant et compléter au volume avec le toluène (3.2).

Teneur présumée en alcool	Masse de la prise d'essai
% (m/m)	g
0,01 à 0,05	20,0
0,05 à 0,10	10,0
0,10 à 0,50	5,0
0,50 à 1,0	1,0
1,0 à 2,0	0,50
2,0 à 5,0	0,25

6.2 Dosage

Prendre trois éprouvettes de 25 ml (4.1) (A, B et C).

Dans les éprouvettes A et B, introduire, à l'aide d'une pipette, des parties aliquotes de 2 ml de la solution d'essai (6.1). Ajouter, dans l'éprouvette A, 1 ml de la solution étalon d'alcool (3.4).

Amener le volume des trois éprouvettes à 5 ml avec le toluène (3.2). Ajouter, dans chacune, 10 ml du réactif (3.5), les boucher, secouer et chauffer durant 20 min sur le bain d'eau (4.3) réglé à 60 ± 1 °C.

Refroidir et ajouter, dans chaque éprouvette, 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3); secouer durant 2 min ou jusqu'à disparition de la coloration noire.

Laisser décanter, puis prélever, à l'aide d'une pipette, dans chaque éprouvette de 25 ml, 5,0 ml de la phase supérieure de toluène et les introduire dans les éprouvettes correspondantes de 10 ml (4.1). Ajouter, dans chacune, 1 ml de la solution d'acide dichloroacétique (3.1) et homogénéiser.

Mesurer les absorbances des solutions contenues dans les éprouvettes finales A et B, à une longueur d'onde aux environs de 620 nm dans des cuves optiques de 1 cm d'épaisseur, au moyen du spectromètre (4.2) après l'avoir ajusté au zéro d'absorbance par rapport à la solution contenue dans l'éprouvette finale C (solution de compensation).

7 Expression des résultats

La teneur en alcools libres, exprimée en pourcentage en masse de l'alcool correspondant au radical alcoolique présent dans le produit soumis à l'essai, est donnée par la formule

$$\frac{m}{1\ 000} \times \frac{A_B}{(A_A - A_B)} \times \frac{25}{2} \times \frac{100}{m_0}$$

$$= 1,25 \times \frac{A_B}{(A_A - A_B)} \times \frac{m}{m_0}$$

où

A_A est l'absorbance de la solution contenue dans l'éprouvette A;

A_B est l'absorbance de la solution contenue dans l'éprouvette B;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m est la masse, en milligrammes, de l'alcool correspondant à celui à doser contenu dans le volume de la solution étalon (3.4) prélevé en 6.2.

1) L'échantillonnage des produits chimiques liquides à usage industriel fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

8 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 de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6795:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccade379-4496-4d09-95d6-b857a00fbb5e/iso-6795-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccade379-4496-4d09-95d6-b857a00fbb5e/iso-6795-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6795:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccade379-4496-4d09-95d6-b857a00fbb5e/iso-6795-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6795:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccade379-4496-4d09-95d6-b857a00fbb5e/iso-6795-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6795:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ccade379-4496-4d09-95d6-b857a00fbb5e/iso-6795-1983>