
Norme internationale



6796

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

Polyglycols à usage industriel — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Méthode par estérification à l'anhydride phtalique

Polyglycols for industrial use — Determination of hydroxyl number — Phthalic anhydride esterification method

Première édition — 1981-09-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6796:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d2ab954/iso-6796-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d2ab954/iso-6796-1981>

CDU 661.716.2 : 543.8

Réf. n° : ISO 6796-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, polyéthylène, glycol, détermination, détermination du titre.

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 6796 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1980.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6796:1981](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Corée, Rép. de	Pologne
Allemagne, R. F.	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Pays-Bas	Thaïlande
Chine	Philippines	URSS

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d242954/iso-6796-1981>

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

Polyglycols à usage industriel — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Méthode par estérification à l'anhydride phtalique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par estérification pour la détermination de l'indice d'hydroxyle dans les polyglycols à usage industriel désignés ci-après :

- poly(éthylène glycol) $[\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}]$, où n est supérieur à 3;
- poly(propylène glycol) $[\text{HO}(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_n\text{H}]$, où n est supérieur à 3.

La méthode n'est pas recommandée pour des produits contenant plus de 0,2 % (m/m) d'eau, à moins de sécher préalablement l'échantillon.

2 Références

ISO 1389/6, *Anhydride phtalique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 6 : Détermination de la teneur en anhydride phtalique — Méthode titrimétrique.*

ISO 2211, *Produits chimiques liquides — Détermination de la coloration en unités Hazen (Échelle platine-cobalt).*

3 Définition

indice d'hydroxyle $I(\text{OH})$: Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium correspondant à la teneur en radicaux hydroxy (OH) dans 1 g de produit.

4 Principe

Estérification des fonctions hydroxyles présentes dans une prise d'essai, par l'anhydride phtalique. Hydrolyse de l'excès d'anhydride phtalique et neutralisation de l'acide phtalique formé à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium.

5 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.

5.1 Anhydride phtalique, à teneur en anhydride phtalique d'au moins 99 % (m/m), comme déterminé par la méthode spécifiée dans l'ISO 1389/6.

AVERTISSEMENT — Action irritante sur les yeux, les voies respiratoires et la peau.

5.2 Pyridine.

AVERTISSEMENT — La pyridine est toxique, facilement inflammable et ses vapeurs sont irritantes pour les yeux, la peau et les voies respiratoires. En cas de contact avec la peau et les yeux, rincer abondamment avec de l'eau.

Le réactif doit répondre à l'essai de qualité suivant.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d2ab954/iso-6796-1981>

Dans une fiole en verre, à bouchon rodé, introduire 7 g de

l'anhydride phtalique (5.1) et 50 ml de la pyridine à analyser, agiter énergiquement jusqu'à dissolution de l'anhydride phtalique, chauffer à 50 à 60 °C durant 30 min. Laisser reposer à la température ambiante à l'obscurité durant 24 h, puis mesurer la coloration de la solution suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 2211. La pyridine est acceptable si la coloration de la solution est plus claire que 200 unités Hazen.

Si la pyridine ne satisfait à ces conditions que d'une manière marginale, l'essai de qualité peut être amélioré par distillation avec 5 % de son volume de l'anhydride phtalique (5.1), en rejetant la fraction de tête distillant en dessous de 114 °C et en recueillant les autres fractions distillant entre 114 et 116 °C.

5.3 Anhydride phtalique, solution pyridinique (voir avertissements en 5.1 et 5.2).

Peser 111 à 116 g de l'anhydride phtalique (5.1) dans un flacon de 1 000 ml en verre brun, muni d'un bouchon en verre rodé. Ajouter 700 ml de la pyridine (5.2) et agiter énergiquement jusqu'à dissolution de l'anhydride phtalique. Laisser reposer le réactif une nuit avant son emploi.

Dans l'essai à blanc (8.2), 25,0 ml de ce réactif doivent nécessiter l'emploi de 47,5 à 50,0 ml de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.5).

Contrôler périodiquement la coloration de la solution en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 2211 et rejeter la solution si la valeur dépasse 200 unités Hazen.

5.4 Phénolphtaléine, solution pyridinique à 10 g/l (voir avertissements en 5.1 et 5.2).

Dissoudre 1 g de phénolphtaléine dans 100 ml de la pyridine (5.2) et amener à coloration rose pâle par addition de la solution d'hydroxyde de sodium (5.6).

5.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

5.6 Hydroxyde de sodium, solution $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.7 Acide chlorhydrique, solution à 3,6 g/l environ.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

6.1 Fioles coniques, en verre borosilicaté, de capacité 250 ml, munies de bouchons en verre rodés.

6.2 Réfrigérants à reflux, à circulation d'eau, munis de joints en verre rodés, adaptables aux fioles (6.1). Chaque réfrigérant est muni d'un tube de garde contenant du chlorure de calcium anhydre.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage des produits chimiques liquides fera l'objet d'une future Norme internationale.

Introduire l'échantillon pour laboratoire représentatif du produit prélevé sur le lot, dans un flacon en verre à bouchon rodé, propre et sec, et 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.

8 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Éviter tout contact des réactifs 5.1, 5.2, 5.3 et 5.4 (voir avertissements) avec la peau et les yeux. Éviter d'en respirer les vapeurs. Ne pas prélever à l'aide d'une pipette avec la bouche.

8.1 Prise d'essai

Prélever une masse (m) de l'échantillon pour laboratoire, pesée à 0,001 g près, conformément à l'indice d'hydroxyle présumé, calculée d'après la formule

$$m = \frac{561}{I(\text{OH})} \text{ ou } m = \frac{M}{100 n}$$

où

$I(\text{OH})$ est l'indice d'hydroxyle présumé;

M est la masse moléculaire relative moyenne présumée;

n est le nombre de radicaux hydroxy par molécule ($n = 2$ pour les poly(éthylène glycol) et les poly(propylène glycol)).

NOTE — Si la teneur en eau est supérieure à 0,2 % (m/m), prélever la prise d'essai à partir de l'échantillon pour laboratoire préalablement séché comme suit.

Prélever une masse de l'échantillon pour laboratoire cinq fois environ la masse prévue pour la prise d'essai, l'étaler en couche mince sur un verre de montre et la placer dans un dessiccateur garni d'un agent desséchant efficace [par exemple, acide sulfurique concentré ou oxyde de phosphore(V)] et maintenu sous vide, durant au moins 12 h.

Ce mode opératoire est également recommandé en cas de doute sur l'importance de la teneur en eau de l'échantillon pour laboratoire.

8.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à la détermination 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.

8.3 Détermination

Introduire la prise d'essai (8.1) dans l'une des fioles coniques (6.1). À l'aide d'une pipette à un trait, introduire 25,0 ml de la solution pyridinique de l'anhydride phtalique (5.3).

Ajouter des granules régularisateur d'ébullition (voir la note), relier la fiole à un des réfrigérants (6.2) et faire chauffer à reflux durant 30 min environ sur une plaque chauffante. Retirer la fiole supportant encore son réfrigérant, et laisser reposer à la température ambiante durant 15 min environ. Rincer l'intérieur du réfrigérant, une première fois avec 25 ml de la pyridine (5.2), puis avec 15 ml d'eau. Débrancher la fiole et laver les joints rodés avec encore 10 ml d'eau.

NOTE — Les granules régularisateurs d'ébullition doivent être neutres. En cas de doute, les faire bouillir dans de l'eau.

Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (5.4) et titrer immédiatement avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.5) jusqu'à virage au rose persistant durant au moins 15 s. Il est essentiel que la différence entre les valeurs des titrages de l'essai à blanc (8.2) et de la détermination (8.3) soit comprise entre 9 et 11 ml. Dans le cas contraire, répéter l'opération en ajustant en conséquence la masse de la prise d'essai.

8.4 Corrections de l'acidité ou de l'alcalinité

8.4.1 Préparation de la solution

Peser, dans une fiole conique de 250 ml, la même masse de l'échantillon pour laboratoire que celle prélevée en 8.1. Ajouter dans la fiole 50 ml de la pyridine (5.2), 15 ml d'eau et quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (5.4).

8.4.2 Correction de l'acidité

Si la solution 8.4.1 est incolore, titrer avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.6) jusqu'à l'apparition d'une faible coloration rose persistant durant au moins 15 s.

Effectuer parallèlement un essai à blanc sur le mélange des réactifs précédemment spécifié en 8.4.1, mais en omettant l'échantillon pour laboratoire.

8.4.3 Correction de l'alcalinité

Si la solution 8.4.1 est rose, ajouter la solution d'acide chlorhydrique (5.7) jusqu'à disparition de la coloration rose, puis en ajouter 1,0 ml en excès. Titrer en retour avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.6) jusqu'à virage au rose persistant durant au moins 15 s.

Effectuer un essai à blanc sur le mélange des réactifs 8.4.1 en omettant l'échantillon pour laboratoire et en ajoutant la même quantité de la solution d'acide chlorhydrique (5.7) qui a été ajoutée à la solution 8.4.1 et titrer en retour le mélange avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.6).

9 Expression des résultats

9.1 Échantillon neutre

L'indice d'hydroxyle, exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'échantillon [séché ou avec une teneur en eau ne dépassant pas 0,2 % (m/m)], est donnée par la formule

$$\frac{56,1 \times (V_1 - V_2) \times c_1}{m_0}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.5) utilisé pour l'essai à blanc (8.2);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.5) utilisé pour la détermination (8.3);

c_1 est la concentration réelle, en moles de NaOH par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.5);

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

56,1 est la masse moléculaire relative de l'hydroxyde de potassium (KOH).

9.2 Échantillon acide ou alcalin

Si l'échantillon contient de l'acidité libre ou de l'alcalinité, mesurées selon 8.4, corriger le résultat en 9.1 par l'addition de la correction d'acidité ou la soustraction de la correction d'alcalinité.

— correction d'acidité

$$\frac{56,1 \times (V_3 - V_4) \times c_2}{m_1}$$

— correction d'alcalinité

$$\frac{56,1 \times (V_4 - V_3) \times c_2}{m_1}$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.6) utilisé pour la correction d'acidité/alcalinité du titrage de l'échantillon (8.4);

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.6) utilisé pour la correction d'acidité/alcalinité du titrage de l'essai à blanc (8.4);

c_2 est la concentration réelle, en moles de NaOH par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.6);

m_1 est la masse, en grammes, de l'échantillon, prélevée pour la correction de l'acidité/alcalinité (8.4);

56,1 a la même signification qu'en 9.1.

9.3 Masse moléculaire relative apparente

À partir de l'indice d'hydroxyle corrigé, la masse moléculaire relative apparente peut être calculée par la formule

$$\frac{56,1 \times n}{I(\text{OH})} \times 1\,000$$

où

$I(\text{OH})$ est l'indice d'hydroxyle corrigé selon 9.2;

n est le nombre de radicaux hydroxy par molécule [$n = 2$ pour les poly(éthylène glycol) et les poly(propylène glycol)];

56,1 a la même signification qu'en 9.1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6796:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe0a0012-2020-4010-8000-000000000000/iso-6796-1981>

iso-6796-1981

10 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 6796:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d2ab954/iso-6796-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d2ab954/iso-6796-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6796:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d2ab954/iso-6796-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6796:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fec2b0c2-2da8-4edb-9f05-5bbe7d2ab954/iso-6796-1981>