

NORME INTERNATIONALE

ISO
8660

Première édition
1988-04-15



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

Caprolactame à usage industriel — Détermination de l'indice de permanganate — Méthode spectrométrique

Caprolactam for industrial use — Determination of permanganate index — Spectrometric method

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 8660:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71943658-e305-4f45-bc5b-b8e44e9a8012/iso-8660-1988>

Numéro de référence
ISO 8660:1988 (F)

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8660 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71943658-e305-4f45-bc5b-b8e44e9a8012/iso-8660-1988>

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Caprolactame à usage industriel — Détermination de l'indice de permanganate — Méthode spectrométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique pour la détermination de l'indice de permanganate du caprolactame à usage industriel. Cet indice définit la stabilité du caprolactame par rapport à une solution aqueuse neutre de permanganate de potassium et représente une mesure conventionnelle du taux d'impuretés oxydables.

2 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

indice de permanganate: Indice basé sur le mesurage de l'absorbance à 420 nm d'une solution aqueuse de caprolactame à 3 % (*m/m*), comparée avec celle de l'essai à blanc (eau), après 10 min de repos après ajout d'une solution étalon de permanganate de potassium, $c(\text{KMnO}_4) = 0,002 \text{ mol/l}$.

L'indice de permanganate est représenté par la différence entre les deux mesures d'absorbance, multipliée par 100/3.

3 Principe

Ajout de volumes égaux de solution de permanganate de potassium à une solution d'essai de caprolactame et de l'eau (essai à blanc).

Après un temps d'attente spécifié, mesurage de l'absorbance de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc à une longueur d'onde aux environs de 420 nm, en utilisant une cuve de 5 cm d'épaisseur.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau exempte de matières oxydables (4.1).

4.1 Eau, exempte de matières oxydables.

Utiliser de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, ayant les caractéristiques suivantes:

- absorbance à blanc (6.4) non supérieure à 0,02;
- pH 6,2 à 6,5; si nécessaire, ajuster le pH à la valeur requise en utilisant soit une solution d'hydroxyde de sodium à 0,40 g/l, soit une solution d'acide sulfurique à 0,50 g/l.

Si l'eau ne donne pas la valeur d'absorbance prescrite, ajouter 1 g de permanganate de potassium par litre d'eau et laisser reposer cette solution durant 24 h. Puis distiller en utilisant une colonne à distiller de Vigreux de longueur 600 mm ou un équivalent jusqu'à l'obtention de 750 ml de distillat, qui doivent répondre aux caractéristiques indiquées ci-dessus.

4.2 Permanganate de potassium, solution étalon, $c(\text{KMnO}_4) = 0,002 \text{ mol/l}$.

Peser, à 0,001 g près, 0,316 g de permanganate de potassium, les transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, les dissoudre, compléter au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

Conserver la solution dans une bouteille en verre brun, à une température ne dépassant pas 25 °C et durant pas plus de 1 semaine.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue (appareil à simple ou à double faisceau), ou

5.2 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue, équipé de filtres assurant la transmission maximale aux environs de 420 nm.

5.3 Deux cuves, de 5 cm d'épaisseur.

5.4 Bain thermostaté, réglable à $25 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$.

5.5 Chronomètre.

6 Mode opératoire

6.1 Nettoyage de l'appareillage

Laver toutes les parties en verre d'abord avec une solution d'acide sulfurique, $\rho 1,84 \text{ g/ml}$, puis avec de l'eau distillée. Compléter le lavage avec une solution d'acide chlorhydrique, $\rho 1,19 \text{ g/ml}$, et avec de l'eau distillée. Finalement, rincer avec de l'eau (4.1).

6.2 Préparation de la solution d'essai

Peser, à 0,01 g près, 50,0 g de caprolactame bien homogénéisé, dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter 50,0 g d'eau (4.1) et dissoudre le caprolactame. On obtient ainsi une solution de caprolactame à 50 % (*m/m*).

Transférer 6,00 g de la solution de caprolactame dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau (4.1) et placer la fiole dans le bain thermostaté (5.4) réglé à 25 °C ± 0,5 °C.

Maintenir la fiole à cette température durant pas moins de 15 min.

6.3 Détermination

Ajouter, à la solution d'essai (6.2), 2,00 ml de la solution de permanganate de potassium (4.2), déclencher immédiatement le chronomètre (5.5), agiter soigneusement le contenu de la fiole et la placer à nouveau dans le bain thermostaté. Après 9 min, remplir l'une des cuves (5.3) avec la solution et, 10 min ± 10 s après l'ajout de la solution de permanganate de potassium, mesurer l'absorbance de la solution par rapport à l'eau au moyen du spectromètre (5.1 ou 5.2) réglé à une longueur d'onde aux environs de 420 nm.

6.4 Essai à blanc

Remplir une fiole jaugée de 100 ml jusqu'au trait repère avec de l'eau (4.1) et procéder selon les modalités prescrites en 6.3.

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul

L'indice de permanganate est donné par la formule

$$(A_1 - A_0) \times \frac{100}{3}$$

où

A_0 est l'absorbance de la solution d'essai à blanc (6.4);

A_1 est l'absorbance de la solution d'essai (6.2).

7.2 Fidélité

Essais en cours.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.