

NORME INTERNATIONALE

ISO
8661

Première édition
1988-05-15



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

Caprolactame à usage industriel — Dosage des bases volatiles — Méthode titrimétrique après distillation

Caprolactam for industrial use — Determination of volatile bases content — Titrimetric method after distillation

(standards.iteh.ai)

[ISO 8661:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988>

Numéro de référence
ISO 8661 : 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 8661 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988>

Caprolactame à usage industriel — Dosage des bases volatiles — Méthode titrimétrique après distillation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique, après distillation, pour le dosage des bases volatiles dans le caprolactame à usage industriel.

2 Principe

Distillation des bases volatiles dans un milieu alcalin dans des conditions spécifiées et recueil du distillat dans un volume connu de solution étalon d'acide chlorhydrique en présence d'un indicateur mixte. Titration de l'excès d'acide chlorhydrique avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium.

3 Réactifs et produit

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.

3.1 Hydroxyde de sodium, solution à 160 g/l.

3.2 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

3.3 Acide chlorhydrique, solution étalon, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

3.4 Indicateur mixte, solution.

Dissoudre 0,3 g de rouge de méthyle dans 100 ml de méthanol et mélanger avec 0,3 g de bleu de méthylène dissous dans 300 ml de méthanol.

3.5 Pierre ponce, en grains.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil à distiller (voir figure 1).

4.2 Appareil de chauffage électrique ou à gaz.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 20 g de l'échantillon pour laboratoire.

5.2 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. La valeur de l'essai à blanc doit être la moyenne de trois mesures en parallèle.

5.3 Dosage

Dissoudre la prise d'essai (5.1) dans la fiole conique (A) (voir figure 1), diluer à 150 ml et ajouter quelques grains de pierre ponce (3.5) comme régulateur d'ébullition.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon d'acide chlorhydrique (3.3) dans la fiole de recette (D). Ajouter 30 ml d'eau et 5 gouttes de la solution d'indicateur mixte (3.4). Positionner la fiole de recette (D) de façon que la sortie du tube de condensation soit immergée dans le liquide contenu dans cette fiole.

Ajouter 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.1) dans la fiole conique (A) et connecter immédiatement l'appareil à distiller.

Distiller à une vitesse telle que 100 ml de distillat soient recueillis en 30 min.

Débrancher la fiole de recette (D) de l'appareil, rincer le tube de condensation (E) à sa sortie avec de l'eau, en recueillant les eaux de lavage dans la fiole de recette.

Titre l'excès d'acide chlorhydrique avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.2).

6 Expression des résultats

6.1 Mode de calcul

La teneur en bases volatiles, exprimée en millimoles de NaOH par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{(V_0 - V_1)c}{20} \times 1\,000$$
$$= 50 (V_0 - V_1)c$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.2) utilisée pour le titrage de la solution d'essai à blanc (5.2);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.2) utilisée pour le titrage de la solution d'essai (5.3);

c est la concentration réelle, exprimée en moles de NaOH par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.2).

Arrondir les résultats à la première décimale.

6.2 Fidélité

Lors du calcul conformément à l'ISO 5725*), la fidélité sera la suivante:

$$r \text{ (répétabilité)} = 0,03 \text{ mmol/kg}$$

$$R \text{ (reproductibilité)} = 0,05 \text{ mmol/kg}$$

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- indication 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.

ISO 8661:1988
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988>

*) ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

Dimensions en millimètres

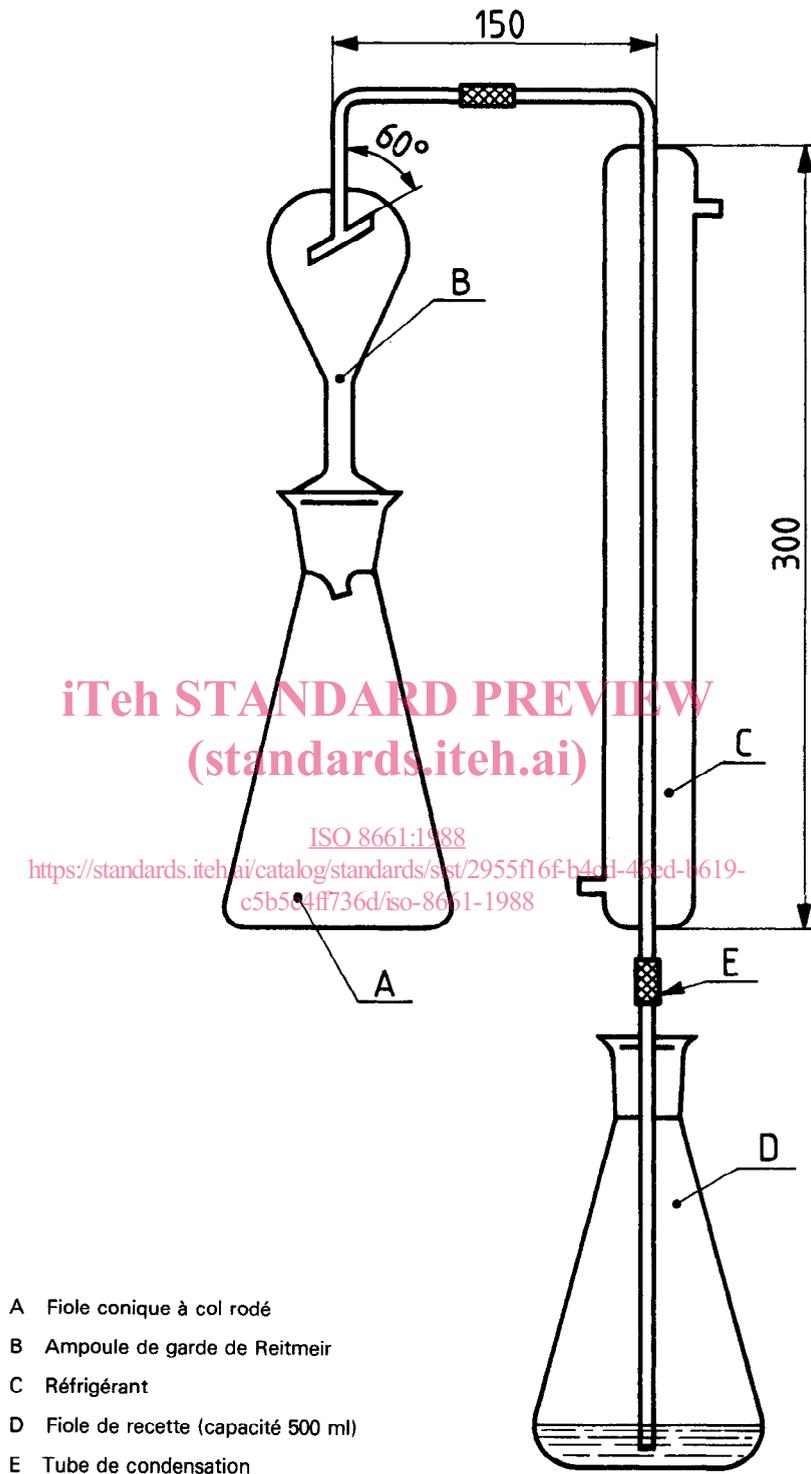


Figure 1 – Appareil à distiller

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8661:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8661:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8661:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2955f16f-b4cd-46ed-b619-c5b5c4ff736d/iso-8661-1988>

CDU 661.717 : 543.24 : 543.813

Descripteurs : caprolactame, analyse chimique, dosage, matière volatile, détermination du titre, méthode volumétrique.

Prix basé sur 3 pages
