

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 753

ACIDE ACÉTIQUE À USAGE INDUSTRIEL

MÉTHODES D'ESSAIS

1^{ère} ÉDITION

Juin 1968

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 753, *Acide acétique à usage industriel – Méthodes d'essais*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par le Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1956 et aboutirent, en 1962, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En novembre 1963, ce Projet de Recommandation ISO (N° 652) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Allemagne	France	R.A.U.
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suisse
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Colombie	Pays-Bas	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pologne	U.S.A.
Espagne	Portugal	Yougoslavie

Deux Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Japon
Nouvelle-Zélande

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en juin 1968, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

TABLE DES MATIÈRES

	Pages
1. Objet	5
2. Echantillon	5
PREMIÈRE PARTIE – MÉTHODES D'ESSAIS POUR USAGES COURANTS	
3. Détermination du point de cristallisation de l'acide acétique cristallisable	5
4. Dosage de l'acide acétique	6
5. Détermination du résidu d'évaporation sur bain d'eau	7
6. Dosage du fer	7
7. Contrôle de la teneur en chlorures minéraux	9
8. Contrôle de la teneur en sulfates minéraux	10
9. Contrôle de la teneur en métaux lourds (y compris le fer)	11
10. Dosage de l'acide formique	11
11. Dosage de l'acétaldéhyde	13
DEUXIÈME PARTIE – MÉTHODES D'ESSAIS POUR USAGES SPÉCIAUX	
12. Dosage de l'arsenic	14
13. Dosage de l'eau	16
14. Détermination de l'indice de permanganate	17
15. Dosage de l'acétaldéhyde total	18
16. Dosage des halogènes totaux*	19
17. Dosage du soufre total*	19
18. Détermination de l'indice de dichromate	19
19. Dosage du mercure	20
20. Procès-verbal d'essais	21

* Ces méthodes ne sont pas incluses dans la présente Recommandation ISO car elles sont en cours d'étude.

ACIDE ACÉTIQUE À USAGE INDUSTRIEL**MÉTHODES D'ESSAIS****1. OBJET**

La présente Recommandation ISO décrit des méthodes d'essais de l'acide acétique à usage industriel et elle comprend deux parties, à savoir :

Première Partie — Méthodes d'essais pour usages courants.

Deuxième Partie — Méthodes d'essais pour usages spéciaux.

2. ÉCHANTILLON

Dans tous les cas, prélever l'échantillon d'acide acétique à l'état liquide. Si le produit est cristallisé, le faire fondre complètement dans un endroit tiède dont la température est inférieure à 30 °C et l'agiter soigneusement, soit en faisant rouler le récipient, soit par tout autre moyen approprié, avant de prélever l'échantillon.

Prélever un volume d'échantillon, suffisant pour toutes les analyses à effectuer, de façon qu'il soit représentatif du lot.

Placer l'échantillon dans un flacon à bouchon rodé, propre, sec et étanche, de capacité telle que l'échantillon le remplisse presque complètement.

Quand il est nécessaire de sceller le récipient, il convient de prendre toutes les précautions utiles pour éviter toute contamination du contenu.

PREMIÈRE PARTIE — MÉTHODES D'ESSAIS POUR USAGES COURANTS**3. DÉTERMINATION DU POINT DE CRISTALLISATION DE L'ACIDE ACÉTIQUE CRISTALLISABLE****3.1 Principe**

Détermination de la température à laquelle l'échantillon, légèrement refroidi à l'état liquide, s'élève durant la cristallisation.

3.2 Domaine d'application

Cette méthode n'est applicable qu'aux acides contenant de 98 à 100 % (m/m) d'acide acétique.

3.3 Appareillage

3.3.1 *Tube à essai* de 150 mm X 25 mm

3.3.2 *Thermomètre* à mercure, gradué pour une immersion de 100 mm, de précision garantie, et conforme aux spécifications suivantes :

Echelle du thermomètre	Graduation	Longueur		Diamètre de la tige	Distance du fond du réservoir à l'échelle principale	Erreur vérifiée
		Echelle principale	Réservoir			
°C	°C	mm	mm	mm	mm	
- 0,5 à 40,5 environ	0,1	non inférieure à 280	10 à 15	5,5 à 7,0	non inférieure à 30	environ ± 0,05 °C

3.4 Mode opératoire

3.4.1 Remplir le tube à essai (3.3.1), préalablement séché, avec l'échantillon pour essai, sur une hauteur de 100 mm environ et introduire le thermomètre (3.3.2). Placer le tube à essai dans de l'eau portée à une température de 10 à 11 °C, en prenant soin d'immerger complètement la partie contenant l'échantillon pour essai, et laisser reposer, sans agitation, jusqu'à ce que la température soit inférieure de 2 °C environ au point de cristallisation présumé. Retirer le tube hors de l'eau et agiter rapidement avec le thermomètre pour favoriser la formation de très petits cristaux. Au début de la cristallisation, la température s'élève rapidement, puis reste constante pendant quelques minutes. Dès que la température constante est presque atteinte, cesser l'agitation et fixer le thermomètre dans une position telle que son réservoir soit au centre de la masse en cristallisation. Lire, à 0,05 °C près, la température à laquelle le thermomètre se stabilise, apporter la correction du thermomètre et noter la température corrigée comme point de cristallisation.

3.4.2 Préserver l'échantillon de l'humidité durant l'essai.

3.4.3 Si, après le refroidissement et l'agitation dans les conditions ci-dessus spécifiées, l'élévation de température excède 3 °C, il est possible que le point de cristallisation observé soit inférieur à sa valeur réelle; en ce cas répéter l'opération en refroidissant moins.

3.4.4 Si la masse ne cristallise pas quand le tube a été retiré de l'eau froide et après agitation vigoureuse, retirer le thermomètre et le mettre en contact avec de l'acide acétique à l'état solide, préparé à l'avance. Le replonger rapidement dans l'échantillon pour essai et recommencer l'agitation.

4. DOSAGE DE L'ACIDE ACÉTIQUE

4.1 Principe

Titration de l'acidité, avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de phénolphtaléine, et calcul de la teneur en acide acétique compte tenu de l'acide formique éventuellement présent.

4.2 Réactifs

Au cours de l'essai, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.2.1 *Hydroxyde de sodium*, solution titrée N.

4.2.2 *Phénolphtaléine*, solution éthanolique à 5 g/l. Dissoudre 0,5 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (v/v) et faire virer au rose pâle par addition d'une solution diluée d'hydroxyde de sodium.

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

4.3.1 *Pipette à peser*, de 10 ml.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Introduire, à l'aide de la pipette à peser (4.3.1), une masse exactement connue d'échantillon pour essai, équivalente à 2 à 3 g d'acide acétique cristallisable, dans une fiole conique de 250 ml contenant environ 50 ml d'eau récemment bouillie et refroidie. Les quantités convenables à prélever, en fonction des diverses teneurs nominales en acide, sont indiquées dans le Tableau suivant :

Teneurs nominales en acide acétique %	Masse d'échantillon pour essai à prélever g
98 à 100	2,5
80	3,0
60	4,0
40	6,0

4.4.2 Ajouter 0,5 ml de solution de phénolphthaléine (4.2.2) et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.1).

4.5 Expression des résultats

Acide acétique (CH_3COOH), pour cent, en masse = $\frac{6,0 \times V}{M} - 1,3 A$

où

V est le volume, en millilitres, de solution N d'hydroxyde de sodium (4.2.1) utilisé;

M est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

A est la teneur, en acide formique, exprimée en pourcentage, en masse, déterminée suivant la méthode décrite au chapitre 10.

5. DÉTERMINATION DU RÉSIDU D'ÉVAPORATION SUR BAIN D'EAU

Utiliser la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 759, *Méthode de détermination du résidu d'évaporation sur bain d'eau*.

6. DOSAGE DU FER

6.1 Principe

Transformation du fer présent dans l'échantillon à l'état de sulfate, par évaporation à sec en présence d'acide sulfurique, et dosage colorimétrique à l'aide de 2,2'-bipyridyle.

NOTE. – Bien que cette méthode spécifie l'utilisation d'un spectrophotomètre ou d'un photolorimètre, il est permis d'utiliser, comme variante, une méthode visuelle basée sur la comparaison de la solution avec une série de solutions témoins (voir paragraphe 6.5.5).

6.2 Réactifs

Au cours de l'essai, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

6.2.1 *Acide sulfurique*, $d = 1,84$, dilué au 1 + 6 en volume.

6.2.2 *Acide nitrique*, $d = 1,4$, dilué au 1 + 3 en volume.

6.2.3 *Solution d'urée*. Dissoudre 100 g d'urée dans 100 ml d'eau.

- 6.2.4 *Chlorure d'hydroxylammonium*, solution à 100 g/l.
- 6.2.5 *Acétate d'ammonium*, solution à 500 g/l.
- 6.2.6 *2,2'-bipyridyle*, solution chlorhydrique à 5 g/l. Dissoudre 0,5 g de 2,2'-bipyridyle dans 100 ml de solution N d'acide chlorhydrique.
- 6.2.7 *Fer, solution étalon* (10 µg Fe/ml). Dissoudre 0,7022 g de sulfate double de fer (II) – ammonium pur hexahydraté [FeSO₄·(NH₄)₂SO₄·6H₂O] dans 50 ml de solution d'acide sulfurique (6.2.1) et diluer à 1000 ml avec de l'eau. Prélever 100 ml de la solution ainsi obtenue et les diluer à 1000 ml avec de l'eau.

6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

- 6.3.1 *Spectrophotomètre* ou *photocolorimètre*.

6.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

- 6.4.1 Introduire, dans des fioles jaugées de 100 ml, les quantités suivantes de solution étalon de fer (6.2.7) :

0 – 2,0 – 4,0 – 7,0 – 10,0 – 15,0 – 20,0 ml.

Dans chacune, ajouter 20 ml de solution d'acide nitrique (6.2.2), 2 ml de solution d'urée (6.2.3) et 2 ml de solution de chlorure d'hydroxylammonium (6.2.4). Mélanger et laisser reposer pendant 2 minutes. Ajouter 30 ml de solution d'acétate d'ammonium (6.2.5) et 5 ml de solution de 2,2'-bipyridyle (6.2.6). Compléter au volume avec de l'eau.

- 6.4.2 Mesurer les densités optiques des solutions à l'aide d'un spectrophotomètre ou d'un photocolorimètre (6.3.1) à une longueur d'onde comprise entre 510 et 520 nm.
- 6.4.3 Etablir un graphique donnant les densités optiques en fonction des quantités de fer (en microgrammes) dans 100 ml de solution.

6.5 Mode opératoire

- 6.5.1 Peser 100 g d'échantillon pour essai dans une capsule de platine d'environ 150 ml de capacité et faire évaporer à siccité sur un bain d'eau placé sous une hotte ayant un bon tirage. Laisser reposer et ajouter 10 ml de solution d'acide sulfurique (6.2.1). Évaporer d'abord au bain d'eau bouillante, puis sur un bain de sable, jusqu'à l'apparition de fumées blanches.
- 6.5.2 Laisser refroidir, ajouter quelques gouttes de solution d'acide nitrique (6.2.2) et évaporer de nouveau jusqu'à cessation des fumées blanches. S'il subsiste des goudrons, ajouter quelques gouttes de solution d'acide nitrique (6.2.2) et évaporer de nouveau sur bain de sable.
- 6.5.3 Reprendre le résidu par 20 ml de solution d'acide nitrique (6.2.2) en chauffant pour favoriser la dissolution des sels. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml et rincer la capsule de platine. Ajouter 2 ml de solution d'urée (6.2.3); agiter, ajouter 2 ml de solution de chlorure d'hydroxylammonium (6.2.4), mélanger et laisser reposer 2 minutes. Ajouter 30 ml de solution d'acétate d'ammonium (6.2.5) et 5 ml de solution de 2,2'-bipyridyle (6.2.6) et compléter au volume avec de l'eau.
- 6.5.4 Mesurer la densité optique, au spectrophotomètre ou au photocolorimètre (6.3.1), en utilisant une cuve identique à celle utilisée pour le tracé de la courbe d'étalonnage, à une longueur d'onde de 510 à 520 nm et, en se reportant à la courbe d'étalonnage établie comme indiqué au paragraphe 6.4, noter la teneur en fer (en microgrammes dans 100 ml) correspondant à cette densité optique.
- 6.5.5 En variante à cette méthode basée sur l'utilisation d'un spectrophotomètre ou d'un photocolorimètre, la solution en essai préparée selon le paragraphe 6.5.3 peut être comparée visuellement avec une série de solutions témoins préparée dans les mêmes conditions, ce qui permet de déterminer sa teneur en fer (en microgrammes dans 100 ml).

6.6 Expression des résultats

Exprimer la teneur en fer de l'échantillon en parties par million, en masse, calculées en divisant par 100 la teneur en fer déterminée conformément aux paragraphes 6.5.4 ou 6.5.5.

7. CONTRÔLE DE LA TENEUR EN CHLORURES MINÉRAUX

Cette méthode est applicable aux échantillons dont la teneur en chlorures, exprimée en Cl, n'est ni supérieure à 0,05 %, ni inférieure à 0,0005 %. Si la teneur en chlorures n'est pas comprise entre ces deux valeurs, la masse de la prise d'essai (7.4.1) devra être réduite ou augmentée et il conviendra d'ajuster en conséquence l'expression $\frac{0,05}{x}$ ml du paragraphe 7.4.4.

7.1 Principe

Comparaison de l'opalescence obtenue par addition de nitrate d'argent à une solution de l'échantillon, en présence d'acide nitrique, avec celle obtenue de la même manière à partir d'une solution de chlorure de concentration connue.

7.2 Réactifs

Au cours de l'essai, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente. Les réactifs et les papiers filtres seront exempts de chlorures.

7.2.1 *Acide nitrique*, solution environ 5 N.

7.2.2 *Chlorure*, solution étalon (0,1 mg Cl/ml). Diluer à 1000 ml avec de l'eau 28,2 ml de solution 0,1 N d'acide chlorhydrique.

7.2.3 *Nitrate d'argent*, solution à 50 g/l.

7.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

7.4 Mode opératoire

7.4.1 Peser $50 \pm 0,5$ g d'échantillon pour essai, transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau et mélanger.

7.4.2 Si la solution n'est pas claire, la filtrer à travers un papier filtre. Cette opération élimine l'opalescence due à la présence d'aluminium. Si une opalescence, causée par une contamination par de la cire, subsiste dans le filtrat, l'éliminer par agitation avec un solvant convenable, par exemple, de l'éther de pétrole.

7.4.3 Pour préparer la solution de chlorure de concentration connue, introduire 1,0 ml de solution étalon de chlorure (7.2.2) dans un tube de Nessler de 100 ml, diluer jusqu'au trait avec de l'eau, ajouter 2 ml de solution d'acide nitrique (7.2.1) et mélanger.

7.4.4 Pour un échantillon dont la teneur en Cl ne doit pas être supérieure à x %, introduire, dans un tube de Nessler de 100 ml, un volume de solution (7.4.1) égal à $\frac{0,05}{x}$ ml, diluer jusqu'au trait avec de l'eau, ajouter 2 ml de solution d'acide nitrique (7.2.1) et mélanger.

7.4.5 Ajouter, dans les deux tubes de Nessler, 1 ml de solution de nitrate d'argent (7.2.3) et agiter. Laisser reposer les tubes pendant 5 minutes à l'obscurité et comparer l'opalescence produite dans le tube contenant l'échantillon pour essai à celle produite dans le tube contenant la solution étalon de chlorure.

7.5 Expression des résultats

Un échantillon dont la teneur en Cl ne doit pas être supérieure à x % est conforme si l'opalescence produite dans le tube (7.4.4) est égale ou plus faible que celle produite dans la solution de chlorure de concentration connue (7.4.3).

8. CONTRÔLE DE LA TENEUR EN SULFATES MINÉRAUX

Cette méthode est applicable aux échantillons dont la teneur en sulfates, exprimée en SO_4 , n'est ni supérieure à 0,1 %, ni inférieure à 0,001 %. Si la teneur en sulfates n'est pas comprise entre ces deux valeurs, la masse de la prise d'essai (8.4.1) devra être réduite ou augmentée et il conviendra d'ajuster en conséquence l'expression $\frac{0,1}{x}$ ml du paragraphe 8.4.4.

8.1 Principe

Comparaison de l'opalescence produite par addition de chlorure de baryum à une solution de l'échantillon, en présence d'acide chlorhydrique, avec celle produite de la même manière à partir d'une solution de sulfate de concentration connue.

8.2 Réactifs

Au cours de l'essai, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

8.2.1 *Carbonate de sodium*, solution N.

8.2.2 *Acide chlorhydrique*, solution N.

8.2.3 *Chlorure de baryum*, ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), solution à 100 g/l.

8.2.4 *Sulfate*, solution étalon (0,1 mg SO_4 /ml). Diluer à 1000 ml, avec de l'eau, 20,8 ml de solution 0,1 N d'acide sulfurique et homogénéiser.

8.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

8.4 Mode opératoire

8.4.1 Peser 100 ± 1 g d'échantillon pour essai, ajouter 0,2 ml de solution de carbonate de sodium (8.2.1) et évaporer à siccité dans une capsule, sur un bain d'eau bouillante. Dissoudre le résidu dans de l'eau contenant 1 ml de solution d'acide chlorhydrique (8.2.2), transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau et mélanger.

8.4.2 Si la solution n'est pas claire, la filtrer à travers un papier filtre. Cette opération élimine l'opalescence due à la présence d'aluminium. Si une opalescence, causée par une contamination par de la cire, subsiste dans le filtrat, l'éliminer par agitation avec un solvant convenable, par exemple de l'éther de pétrole.

8.4.3 Pour préparer la solution de sulfate de concentration connue, introduire 4,0 ml de solution étalon de sulfate (8.2.4) dans un tube de Nessler de 100 ml, diluer jusqu'au trait avec de l'eau, ajouter 2 ml de solution d'acide chlorhydrique (8.2.2) et mélanger.

8.4.4 Pour un échantillon dont la teneur en SO_4 ne doit pas être supérieure à x %, introduire, dans un tube de Nessler de 100 ml un volume de solution (8.4.1) égal à $\frac{0,1}{x}$ ml. Diluer jusqu'au trait avec de l'eau, ajouter 2 ml de solution d'acide chlorhydrique (8.2.2) et mélanger.

8.4.5 Ajouter, dans les deux tubes de Nessler, 2 ml de solution de chlorure de baryum (8.2.3) et agiter. Laisser reposer les deux tubes pendant 5 minutes, mélanger à nouveau et comparer l'opalescence produite dans le tube contenant l'échantillon pour essai à celle produite dans le tube contenant la solution étalon de sulfate.

8.5 Expression des résultats

Un échantillon dont la teneur en SO_4 ne doit pas être supérieure à x % est conforme si l'opalescence produite dans le tube (8.4.4) est égale ou plus faible que celle produite dans la solution de sulfate à concentration connue (8.4.3).

9. CONTRÔLE DE LA TENEUR EN MÉTAUX LOURDS (Y COMPRIS LE FER)

9.1 Principe

Conversion des métaux lourds, tels que le plomb, le cuivre et le fer, en sulfures en solution ammoniacale et comparaison de la coloration obtenue avec celle d'une solution étalon de plomb traitée par le sulfure de sodium dans les mêmes conditions.

NOTE. – La méthode permet seulement de déceler la présence des métaux lourds qui ne se trouvent pas sous la forme de complexe et elle n'est pas spécifique d'un métal lourd donné.

9.2 Réactifs

Au cours de l'essai, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

9.2.1 *Ammoniaque*, $d = 0,88$

9.2.2 *Sulfure de sodium*, solution à 100 g/l.

9.2.3 *Plomb*, solution étalon fraîchement préparée (10 μg Pb/ml). Dissoudre 0,0160 g de nitrate de plomb dans de l'eau et diluer à 1000 ml.

9.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

9.4 Mode opératoire

9.4.1 Introduire, à l'aide d'une pipette, 25 ml d'échantillon pour essai dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer au volume avec de l'eau et mélanger avec soin.

9.4.2 Transvaser 10 ml dans un tube de Nessler. Ajouter de l'ammoniaque (9.2.1) jusqu'à ce que la solution devienne alcaline au papier de tournesol et diluer à 50 ml avec de l'eau. Ajouter 0,1 ml (deux gouttes) de solution de sulfure de sodium (9.2.2) et mélanger avec soin.

9.4.3 Préparation d'une solution témoin. A 20 ml d'eau contenus dans un second tube de Nessler, ajouter une quantité préalablement convenue de solution étalon de plomb (9.2.3) et 1 ml d'ammoniaque (9.2.1). Diluer à 50 ml avec de l'eau et mélanger avec soin. Ajouter 0,1 ml (deux gouttes) de solution de sulfure de sodium (9.2.2) et mélanger, de nouveau, avec soin.

9.2.4 Comparer le noircissement de la solution en essai (9.4.2) avec celui de la solution témoin (9.4.3).

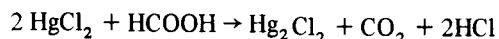
9.5 Expression des résultats

Indiquer si le noircissement de la solution en essai est plus grand, égal ou plus faible que celui de la solution témoin, en précisant la teneur en plomb de cette dernière.

10. DOSAGE DE L'ACIDE FORMIQUE

10.1 Principe

Oxydation de l'acide formique présent dans l'échantillon en anhydride carbonique par le chlorure mercurique suivant la réaction



et dosage iodométrique du chlorure mercureux produit.