



## Anhydride acétique et butanol-1 à usage industriel — Détermination de l'indice de brome

*Acetic anhydride and butan-1-ol for industrial use — Determination of bromine number*

Première édition — 1977-03-01

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 761:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3be746ae-dd1c-46f0-82dd-cbc069231f00/iso-761-1977>

## 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 761-1968 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 761-1968 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 761 :

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

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Le comité membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

Pays-Bas

# Anhydride acétique et butanol-1 à usage industriel — Détermination de l'indice de brome

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de brome de l'anhydride acétique et du butanol-1 à usage industriel.

## 2 DÉFINITION

**indice de brome** : Nombre de grammes de brome fixé par 100 g d'échantillon dans les conditions de l'essai.

## 3 PRINCIPE

Traitement d'une prise d'essai, en milieu acide, avec un excès de solution titrée de bromure-bromate de potassium, addition d'une solution d'iodure de potassium et titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

## 4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 4.1 Tétrachlorure de carbone.

### 4.2 Acide acétique, cristallisable.

### 4.3 Acide chlorhydrique, $\rho$ 1,18 g/ml environ, solution à 36 % (m/m) environ.

### 4.4 Iodure de potassium, solution à 150 g/l.

### 4.5 Thiosulfate de sodium, solution titrée 0,10 N.

### 4.6 Bromure-bromate de potassium, solution titrée 0,1 N environ, étalonnée avec précision.

Dissoudre 10,2 g de bromure de potassium et 2,8 g de bromate de potassium dans de l'eau et diluer à 1 000 ml. Pour déterminer le titre exact de cette solution, en prélever 25,0 ml, ajouter 5 ml de la solution d'iodure de potassium (4.4) et 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et titrer avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (4.5), en ajoutant 1 ml de la solution d'empois d'amidon (4.7) à l'approche du point final.

NOTE — 1 ml de solution de thiosulfate de sodium 0,10 N correspond à 0,007 99 g de Br<sub>2</sub>.

### 4.7 Empois d'amidon, solution à 5 g/l, fraîchement préparée.

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

### 5.1 Trois fioles à indice d'iode, de capacité 500 ml, à bouchon en verre rodé.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination, effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire, mais en omettant la prise d'essai.

### 6.2 Détermination

**6.2.1** Peser, avec précision, 3 à 5 g de l'échantillon pour essai, ou introduire, à l'aide d'une pipette, une quantité équivalente dans une fiole jaugée de 50 ml contenant 25 ml du tétrachlorure de carbone (4.1) comme solvant. Compléter au volume avec le tétrachlorure de carbone et homogénéiser.

**6.2.2** Prélever immédiatement, à la pipette, 10 ml de cette solution et les introduire dans une fiole à indice d'iode (5.1) contenant 50 ml de l'acide acétique cristallisable (4.2). Ajouter 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3). Mettre la fiole et son contenu à l'abri de la lumière solaire et les maintenir à une température de  $20 \pm 5$  °C. En agitant constamment le contenu de la fiole, titrer avec la solution titrée de bromure-bromate de potassium (4.6) à l'aide d'une burette, à la vitesse de 1 à 2 gouttes par seconde, jusqu'à l'obtention d'une coloration jaune persistant durant 5 s au moins.

La couleur jaune doit être semblable à celle obtenue, dans une deuxième fiole à indice d'iode (5.1), par addition de 2,5 ml de la solution titrée de bromure-bromate de potassium à 50 ml de l'acide acétique cristallisable, 10 ml du tétrachlorure de carbone et 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique.

**6.2.3** Ajouter, aussi rapidement que possible, à l'aide de la burette utilisée précédemment, encore 5,0 ml de la solution titrée de bromure-bromate de potassium, boucher la fiole et, immédiatement, agiter constamment durant  $40 \pm 5$  s.

Ajouter ensuite 5 ml de la solution d'iode de potassium (4.4) dans la fiole, en soulevant légèrement le bouchon de façon à empêcher toute perte éventuelle de vapeur de brome. Remettre le bouchon en place, agiter vigoureusement, ajouter 100 ml d'eau, agiter de nouveau vigoureusement durant 1 min et titrer immédiatement avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (4.5) contenue dans une autre burette, en ajoutant 1 ml de la solution d'empois d'amidon (4.7) à l'approche du point final. Ce titrage en retour nécessite normalement 5 à 10 ml de la solution titrée de thiosulfate de sodium. Si le volume utilisé se trouve nettement en dehors de cet intervalle, répéter la détermination en opérant sur une prise d'essai ajustée en conséquence.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'indice de brome est donné par la formule

$$40 \times \frac{[(V_1 - V_2) \times T] - [(V_3 - V_4) \times 0,10]}{m}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de bromure-bromate de potassium (4.6), utilisé pour la détermination;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de bromure-bromate de potassium (4.6), utilisé pour l'essai à blanc;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium (4.5), utilisé pour la détermination;

$V_4$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium (4.5), utilisé pour l'essai à blanc;

$T$  est la normalité exacte de la solution de bromure-bromate de potassium (4.6);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Noter le résultat à 0,1 près.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

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