
NORME INTERNATIONALE



1385 / V

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

**Phtalates à usage industriel — Méthodes d'essai —
Partie V : Dosage des esters — Méthode titrimétrique
après saponification**

*Phthalate esters for industrial use — Methods of test —
Part V : Determination of ester content — Titrimetric method after saponification*

Première édition — 1977-02-15

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4caa07c6-a3c7-4eaa-8a29-179bd6cd0bc4/iso-1385-5-1977>

CDU 661.73 : 620.1 : 543.8

Réf. n° : ISO 1385/V-1977 (F)

Descripteurs : phtalate, essai, analyse chimique, détermination, coloration, cendre, acidité, ester, indice d'iode, indice de réfraction, point d'éclair, viscosité.

Prix basé sur 2 pages

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 1385-1970 peut, du point de vue technique, être transformée. Toutefois, le comité technique a divisé la Recommandation en cinq parties (ISO 1385 parties I à V), qui remplacent donc la Recommandation ISO/R 1385-1970, à laquelle elles sont techniquement identiques.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1385 :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Portugal
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suède
Brésil	Italie	Suisse
Corée, Rép. de	Japon	Tchécoslovaquie
Cuba	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	Turquie
France	Pologne	U.R.S.S.

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Les comités membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

France
Pays-Bas

Phtalates à usage industriel – Méthodes d’essai – Partie V : Dosage des esters – Méthode titrimétrique après saponification

1 OBJET ET DOMAINE D’APPLICATION

La présente partie de l’ISO 1385 spécifie une méthode titrimétrique, après saponification, de dosage des esters dans les phtalates à usage industriel.

Le présent document devra être lu conjointement avec la partie I (voir l’annexe).

2 PRINCIPE

Saponification des esters présents dans une prise d’essai par un excès mesuré d’une solution éthanolique d’hydroxyde de potassium, suivie d’un titrage en retour avec une solution titrée d’acide chlorhydrique, en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

3 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, fraîchement bouillie puis refroidie.

3.1 Hydroxyde de potassium, solution 1 N environ dans de l’éthanol à 95 % (V/V).

3.2 Acide chlorhydrique, solution titrée 1 N.

3.3 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphtaléine dans 100 ml d’éthanol à 95 % (V/V) et amener à coloration rose pâle par addition de solution diluée d’hydroxyde de sodium.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Deux fioles coniques, en verre borosilicaté, de capacité 250 ml, munies de bouchons en verre rodé.

4.2 Réfrigérants à reflux, à circulation d’eau, munis de joints rodés adaptables aux fioles (4.1).

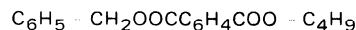
4.3 Pipette à peser, permettant de délivrer jusqu’à 10 g de l’échantillon.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Introduire, successivement et à l’aide de la même pipette, 50 ml de la solution d’hydroxyde de potassium (3.1) dans chacune des deux fioles coniques (4.1) et ajouter immédiatement 5 ml d’eau au contenu de chaque fiole. À l’aide de la pipette à peser (4.3), introduire, aussitôt après, une prise d’essai de l’échantillon pour laboratoire indiquée dans le tableau suivant, dans l’une des fioles.

Ester	Radical alkyle R	Masse de la prise d’essai	Masse molaire M
		g	M
Phtalate de diméthyle	CH ₃	2,2 à 2,6	194,2
Phtalate de diéthyle	C ₂ H ₅	2,6 à 3,0	222,2
Phtalate de di-isopropyle	C ₃ H ₇	2,9 à 3,3	250,3
Phtalate de diallyle	C ₃ H ₅	2,9 à 3,3	246,3
Phtalate de di-isobutyle	C ₄ H ₉	3,3 à 3,7	278,3
Phtalate de di-n-butyle			
Phtalates de dihexyle	C ₆ H ₁₃	4,0 à 4,4	334,4
Phtalates de diheptyle	C ₇ H ₁₅	4,3 à 4,7	362,5
Phtalates de dioctyle	C ₈ H ₁₇	4,7 à 5,1	390,5
Phtalates de dinonyle	C ₉ H ₁₉	5,0 à 5,4	418,6
Phtalates de didécyle	C ₁₀ H ₂₁	5,4 à 5,8	446,6
Phtalates de ditridécyle	C ₁₃ H ₂₇	6,2 à 6,6	530,8
Phtalate de dibutoxyéthyle	C ₆ H ₁₃ O	4,4 à 4,8	366,4
Phtalate de benzyl-butyle	*	3,7 à 4,1	312,3

* La formule chimique du phtalate de benzyl-butyle est



5.2 Relier les fioles aux réfrigérants à reflux (4.2) et chauffer durant 1 h au bain d’eau bouillante. Retirer les fioles, portant toujours leurs réfrigérants, et les immerger dans un courant d’eau froide. Après refroidissement, laver l’intérieur de chaque réfrigérant avec deux fois 20 ml d’eau. Débrancher les fioles et laver chaque joint avec encore 20 ml d’eau.

5.3 Ajouter 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (3.3) dans chaque fiole et titrer immédiatement, successivement, le mélange et le blanc avec la solution titrée d’acide chlorhydrique (3.2) jusqu’à disparition de la coloration rose.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en esters, exprimée en pourcentage en masse de phtalate $C_6H_4(COOR)_2$, où R est le radical alkyle présent dans le phtalate (voir le tableau en 5.1), est donnée par la formule

$$\frac{\frac{M}{2}}{1\ 000} \left[(V_0 - V_1) - \frac{\left(\frac{A \times m}{100}\right)}{\frac{166}{2}} \times 1\ 000 \right] \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{M (V_0 - V_1)}{20\ m} - \frac{M \times A}{166}$$

où

M est la masse molaire du phtalate (voir le tableau en 5.1);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.2) utilisé pour le titrage du blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.2) utilisé pour le titrage de l'hydroxyde de potassium n'ayant pas réagi, après saponification de la prise d'essai;

A est l'acidité, exprimée en pourcentage en masse d'acide phtalique (voir partie IV);

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

$\frac{166}{2}$ est la masse, en grammes, d'acide phtalique correspondant à 1 000 ml de solution d'hydroxyde de potassium 1 N exactement.

NOTE — Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

ANNEXE
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

PUBLICATIONS ISO RELATIVES AUX PHTALATES À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1385/I — Généralités.*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4caa07c6-a3c7-4eaa-8a29-f39b7c49b146-iso-1385-1977>

ISO 1385/II — Mesurage de la coloration après chauffage (Phtalate de diallyle exclu).

ISO 1385/III — Détermination des cendres.

ISO 1385/IV — Détermination de l'acidité à la phénolphtaléine — Méthode titrimétrique.

ISO 1385/V — Dosage des esters — Méthode titrimétrique après saponification.

* La détermination de l'indice d'iode, spécifiée dans l'ISO 1385/I, est applicable uniquement au phtalate de diallyle. La détermination de la viscosité, spécifiée dans l'ISO 1385/I, n'est pas applicable au phtalate de diallyle.