
Norme internationale



1386

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

Acétates solvants à usage industriel – Méthodes d'essai

Solvent acetates for industrial use – Methods of test

Première édition – 1983-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1386:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/652d6b18-ce5c-4f13-8ffb-da0a043c65cf/iso-1386-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/652d6b18-ce5c-4f13-8ffb-da0a043c65cf/iso-1386-1983>

CDU 661.731 : 531.75 : 543

Réf. n° : ISO 1386-1983 (F)

Descripteurs : produit industriel, acétate, acétate solvant, essai, détermination, acidité, dosage, ester, méthode volumétrique.

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.

La Norme internationale ISO 1386 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*. Elle résulte de la fusion en un seul document des projets de Normes internationales ISO/DIS 1386/1, ISO/DIS 1386/2 et ISO/DIS 1386/3, qui ont été soumis aux comités membres en septembre 1982, et ont été approuvés par les comités membres des pays suivants :

[ISO 1386:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/652d6b18-ce5c-4f13-8ffb-0a04)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/652d6b18-ce5c-4f13-8ffb-0a04>

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas (DIS 1386/2
Allemagne, R.F.	France	et 1386/3)
Australie	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Portugal
Belgique	Italie	Roumanie
Bulgarie	Nigeria	Suisse
Chine (DIS 1386/2)	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	(DIS 1386/3)	

Le comité membre du pays suivant a désapprouvé le projet ISO/DIS 1386/1 pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Aucun comité membre n'a désapprouvé les parties 2 et 3 du projet.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1386-1970, dont elle constitue une révision technique.

Acétates solvants à usage industriel — Méthodes d'essai

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale donne des instructions générales et spécifie des méthodes d'essai pour l'analyse des acétates solvants les plus fréquemment utilisés dans l'industrie.

Les méthodes d'essai relatives aux acétates solvants à usage industriel sont les suivantes :

- Détermination de la masse volumique à 20 °C
- Détermination du résidu sec après évaporation sur bain d'eau
- Détermination de la coloration
- Détermination des caractéristiques de distillation
- Dosage de l'eau
- Détermination de l'acidité — Méthode titrimétrique

— Dosage des esters — Méthode titrimétrique après saponification

2 Références

ISO 758, *Produits chimiques liquides à usage industriel — Détermination de la masse volumique à 20 °C.*

ISO 759, *Liquides organiques volatils à usage industriel — Détermination du résidu sec après évaporation sur bain d'eau — Méthode générale.*

ISO 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale).*

ISO 918, *Liquides organiques volatils à usage industriel — Détermination des caractéristiques de distillation.*

ISO 2211, *Produits chimiques liquides — Détermination de la coloration en unités Hazen (Échelle platine-cobalt).*

Instructions générales

3 Échantillonnage¹⁾

Placer l'échantillon pour laboratoire dans un flacon en verre, propre, sec et étanche, à bouchon rodé, ou dans un flacon muni d'un bouchon à vis avec un joint d'étanchéité en matière plastique inerte. Le flacon doit être de capacité telle qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon. S'il a été nécessaire de sceller le flacon, prendre soin d'éviter tout risque de contamination de son contenu.

NOTE — Un échantillon non inférieur à 500 ml est nécessaire pour effectuer la série des essais spécifiés pour ces produits.

4 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai, pour chaque détermination, doit contenir les indications ci-contre :

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

1) L'échantillonnage des produits chimiques liquides à usage industriel fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

Méthodes d'essai

5 Détermination de la masse volumique à 20 °C

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 758.

6 Détermination du résidu sec après évaporation sur bain d'eau

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 759.

7 Détermination de la coloration

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 2211.

8 Détermination des caractéristiques de distillation

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 918, en y apportant les modifications suivantes particulières aux acétates solvants.

8.1 Thermomètre (voir ISO 918, paragraphe 5.1.2), couvrant un intervalle approprié au produit à soumettre à l'essai (voir tableau 1).

8.2 Correction à apporter aux températures

Calculer cette correction en utilisant la formule appropriée donnée dans le tableau et l'ajouter algébriquement au résultat (voir ISO 918, paragraphe 9.2.2).

9 Dosage de l'eau

Utiliser l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 760.

Tableau 1

Produit	Echelle thermométrique couvrant l'intervalle ¹⁾	Correction à apporter aux températures ²⁾	Intervalle de temps pour la chute de la première goutte de l'extrémité du réfrigérant
	°C	°C	min
Acétate de méthyle	24 à 78	0,030 (1 013 - p)	7 à 12
Acétate d'éthyle	48 à 102	0,031 (1 013 - p)	7 à 12
Acétate d'isopropyle	72 à 126	0,032 (1 013 - p)	7 à 12
Acétate d'isobutyle	98 à 152	0,034 (1 013 - p)	10 à 15
Acétate de butyle	98 à 152	0,037 (1 013 - p)	10 à 15
Acétates d'isopentyle et de pentyle	123 à 177	0,038 (1 013 - p)	10 à 15

1) Ou toute autre échelle convenable. Les intervalles de température, indiqués à titre d'exemple, sont extraits de la norme ASTM E 1.

2) p est la pression atmosphérique, en millibars. Si la pression p est mesurée en pascals (ou en kilopascals), multiplier la valeur par 0,01 (ou par 10) pour la convertir en millibars.

Les facteurs qui multiplient les valeurs de la pression atmosphérique corrigée, représentent les coefficients de variation du point de distillation des produits indiqués en fonction de la pression atmosphérique, en millibars.

10 Détermination de l'acidité — Méthode titrimétrique

10.1 Principe

Dilution d'une prise d'essai avec de l'éthanol à 95 % (V/V) et titrage de l'acidité avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence d'un indicateur.

Deux cas sont prévus :

- acétates de méthyle et d'éthyle: titrage de l'acidité à 0 °C, en présence de rouge de phénol comme indicateur;
- acétates d'isopropyle, d'isobutyle, de butyle, d'isopentyle et de pentyle: titrage de l'acidité à la température ambiante, en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

10.2 Réactifs

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.

10.2.1 Éthanol, à 95 % (V/V).

10.2.2 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

10.2.3 Rouge de phénol

, solution éthanolique à 0,2 g/l.

Chauffer 0,05 g de rouge de phénol avec 2,85 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 2,0 g/l et 5 ml de l'éthanol (10.2.1). Lorsque la dissolution est complète, ajouter 50 ml du même éthanol et diluer à 250 ml avec de l'eau.

10.2.4 Phénolphthaléine, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphthaléine dans 100 ml de l'éthanol (10.2.1) et amener à coloration rose pâle par addition de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (10.2.2).

10.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

10.3.1 Fiole conique, de capacité 250 ml, en verre borosilicaté, munie d'un bouchon portant un tube à hydroxyde de calcium sodé.

10.3.2 Microburette, de capacité 10 ml, graduée en 0,02 ml ou en 0,01 ml pour une acidité, exprimée en pourcentage en masse d'acide acétique, inférieure à 0,012 %.

10.4 Mode opératoire**10.4.1 Acétates de méthyle et d'éthyle****10.4.1.1** Prise d'essai

Peser, à 0,05 g près, une masse comprise entre 50 et 100 g de l'échantillon pour laboratoire selon l'acidité présumée et, en même temps, pour maximiser la sensibilité de la méthode.

10.4.1.2 Détermination

Placer 50 ml de l'éthanol (10.2.1) dans la fiole conique (10.3.1), ajouter quelques gouttes de la solution de rouge de phénol (10.2.3) et amener à coloration juste rouge par addition de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (10.2.2). Boucher la fiole et refroidir à 0 °C. Retirer le bouchon, ajouter la prise d'essai (10.4.1.1), homogénéiser et titrer le mélange maintenu à 0 °C avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (10.2.2) jusqu'à l'obtention d'une coloration rouge persistant durant 5 s au moins.

10.4.2 Acétates d'isopropyle, d'isobutyle, de butyle, d'isopentyle et de pentyle**10.4.2.1** Prise d'essai

Peser, à 0,05 g près, 50 à 100 g de l'échantillon pour laboratoire selon l'acidité présumée, exprimée en acide acétique, pour augmenter la sensibilité de la méthode.

10.4.2.2 Détermination

Placer 50 ml de l'éthanol (10.2.1) dans la fiole conique (10.3.1), ajouter 0,5 ml de la solution de phénolphthaléine (10.2.4) et amener à coloration rose pâle par addition de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (10.2.2). Ajouter la prise d'essai (10.4.2.1), homogénéiser et titrer le mélange avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (10.2.2) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant durant 5 s au moins.

10.5 Expression des résultats

L'acidité, exprimée en pourcentage en masse d'acide acétique (CH_3COOH), est donnée par la formule

$$\frac{0,006 \times V \times 100}{m}$$

$$= \frac{0,6 V}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (10.2.2), utilisé pour la détermination;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (10.4.1.1 ou 10.4.2.1);

0,006 est la masse, en grammes, d'acide acétique correspondant à 1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$.

NOTE – Si la solution d'hydroxyde de sodium (10.2.2) n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

11 Dosage des esters – Méthode titrimétrique après saponification**11.1 Principe**

Saponification des esters présents dans une prise d'essai avec un excès d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, et détermination de l'excès par titrage avec une solution titrée d'acide chlorhydrique, en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

11.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

11.2.1 Hydroxyde de potassium, solution à 56 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).

11.2.2 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

11.2.3 Phénolphthaléine, solution éthanolique à 5 g/l.

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

11.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1386:1983
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/652d6b18-c53c-4115-811b-da0a043c65cf/iso-1386-1983>

11.3.1 Deux fioles coniques, de capacité 250 ml, en verre borosilicaté, munies de bouchons rodés en verre.

11.3.2 Réfrigérants à reflux, refroidis à l'eau, à joints rodés adaptables aux fioles coniques (11.3.1).

11.3.3 Pipette à peser, de capacité 10 ml.

11.4 Mode opératoire

11.4.1 Prise d'essai et essai à blanc

Introduire successivement, à l'aide d'une même pipette, 50,0 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (11.2.1) dans chacune des deux fioles coniques (11.3.1).

À l'aide de la pipette à peser (11.3.3), transférer aussitôt, dans l'une des fioles, la prise d'essai spécifiée dans le tableau 2, pesée à 0,000 1 g près.

Tableau 2

Produit	Radical alkyle (R)	Masse de la prise d'essai (m)	Masse moléculaire relative
		g	(M _r)
Acétate de méthyle	CH ₃	1,6 à 2,1	74,1
Acétate d'éthyle	C ₂ H ₅	2,0 à 2,4	88,1
Acétate d'isopropyle	C ₃ H ₇	2,4 à 2,8	102,1
Acétates de butyle	C ₄ H ₉	2,7 à 3,2	116,2
Acétates d'isopentyle et de pentyle	C ₅ H ₁₁	3,0 à 3,5	130,2

11.4.2 Dosage

11.4.2.1 Acétates de méthyle et d'éthyle

Boucher les deux fioles, dont l'une contient la prise d'essai, avec leurs bouchons rodés en verre et laisser reposer à la température ambiante (non inférieure à 15 °C) durant 4 h. Ajouter, dans chaque fiole, 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (11.2.3) et titrer aussitôt d'abord la solution d'essai puis celle de l'essai à blanc avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (11.2.2) jusqu'à disparition de la coloration rose.

11.4.2.2 Acétates d'isopropyle, de butyle, d'isopentyle et de pentyle

Chauffer les deux fioles, dont l'une contient la prise d'essai, munies des réfrigérants à reflux (11.3.2), sur bain d'eau bouillante durant 1 h. Retirer les fioles, munies de leurs réfrigérants,

du bain d'eau et les immerger dans un courant d'eau froide. Après refroidissement, laver l'intérieur de chaque réfrigérant avec deux fois 20 ml d'eau, en recueillant les eaux de lavage dans les fioles. Détacher les fioles et laver chaque joint avec encore 20 ml d'eau en recueillant à nouveau les eaux de lavage dans les fioles appropriées.

Ajouter, dans chaque fiole, 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (11.2.3) et titrer aussitôt d'abord la solution d'essai puis celle de l'essai à blanc avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (11.2.2) jusqu'à disparition de la coloration rose.

11.5 Expression des résultats

La teneur en esters, exprimée en pourcentage en masse de l'acétate CH₃COOR (où R est le radical alkyle approprié spécifié dans le tableau 2), est donnée par la formule

$$\frac{M_r(V_0 - V_1)}{1\ 000\ m} \times 100 - \frac{M_r \times A}{60}$$

$$= \frac{M_r(V_0 - V_1)}{10\ m} - \frac{M_r \times A}{60}$$

où
M_r est la masse moléculaire relative de l'acétate (voir tableau 2);

V₀ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (11.2.2), utilisé pour l'essai à blanc;

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (11.2.2), utilisé pour le dosage;

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

A est l'acidité, exprimée en pourcentage en masse d'acide acétique, déterminée selon la méthode d'essai spécifiée dans le chapitre 10;

60 est la masse moléculaire relative de l'acide acétique.

NOTE — Si la solution d'acide chlorhydrique (11.2.2) n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1386:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/652d6b18-ce5c-4f13-8ffb-da0a043c65cf/iso-1386-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1386:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/652d6b18-ce5c-4f13-8ffb-da0a043c65cf/iso-1386-1983>