
Norme internationale



1387

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

Méthanol à usage industriel — Méthodes d'essai

Methanol for industrial use — Methods of test

Première édition — 1982-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1387:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5730568a-2971-42ef-a358-9005b73821a/iso-1387-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5730568a-2971-42ef-a358-9005b73821a/iso-1387-1982>

CDU 661.721 : 543

Réf. n° : ISO 1387-1982 (F)

Descripteurs : méthanol, produit industriel, analyse chimique, généralités, détermination, masse volumique, résidu chimique, eau, couleur, intervalle de distillation.

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 1387 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*. Elle résulte de la fusion en un seul document des parties 1 à 7 du projet de Norme internationale ISO/DIS 1387, qui ont été soumises aux comités membres en décembre 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée: [ISO 1387:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5730568a-2971-42ef-a358-9005b73821a/iso-1387-1982>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R.F.	Hongrie	Portugal
Autriche	Inde	Roumanie
Belgique	Irlande*	Royaume-Uni***
Chine	Italie	Suisse
Corée, Rép. de	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas**	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Philippines	URSS

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1387-1970, dont elle constitue une révision technique.

* L'Irlande n'a pas voté sur le chapitre 10 (précédemment partie 2).

** Les Pays-Bas ont désapprouvé le chapitre 10 (précédemment partie 2).

*** Le Royaume-Uni a désapprouvé les chapitres 14 et 15 (précédemment parties 6 et 7).

Méthanol à usage industriel — Méthodes d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale donne des instructions générales et spécifie des méthodes d'essai pour l'analyse du méthanol à usage industriel.

Les méthodes d'essai relatives au méthanol 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 de l'intervalle de distillation
- Dosage de l'eau
- Détection de l'alcalinité ou détermination de l'acidité à la phénolphthaléine
- Évaluation de la teneur en composés carbonylés présents en faible quantité — Méthode spectrométrique
- Évaluation de la teneur en composés carbonylés présents en quantité modérée — Méthode titrimétrique

— Essai de miscibilité à l'eau

— Détermination du temps de permanganate

— Dosage des méthylcétones — Méthode iodométrique

NOTE — Des méthodes spectrométriques à la phénanthroline-1,10 pour le dosage du fer total et du fer non volatil seront ajoutées ultérieurement.

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 — Méthode générale.*¹⁾

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

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 918.)

Instructions générales

3 Échantillonnage¹⁾

Conserver l'échantillon pour laboratoire à l'obscurité 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 polyéthylène, et 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 1 000 ml est nécessaire pour effectuer la série des essais spécifiés pour ce produit.

4 Procès-verbal d'essai

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

- 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.

Méthodes d'essai

5 Détermination de la masse volumique à 20 °C

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 758.

9 Dosage de l'eau

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

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 de l'intervalle de distillation

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 918, en y apportant les modifications suivantes particulières au méthanol.

8.1 Thermomètre, conforme aux spécifications de l'ISO 918, paragraphe 5.1.2, et permettant de mesurer des températures situées dans l'intervalle 24 à 78 °C.

8.2 Correction à apporter aux températures

Si la pression barométrique corrigée n'est pas 1 013 mbar²⁾, appliquer une correction à la température lue en soustrayant 0,025 °C pour chaque millibar au-dessus de 1 013 mbar, ou en ajoutant 0,025 °C pour chaque millibar au-dessous de 1 013 mbar (voir ISO 918, chapitre 9).

10 Détection de l'alcalinité ou détermination de l'acidité à la phénolphthaléine

10.1 Applicabilité

La méthode est applicable aux produits dont l'acidité, exprimée en acide formique (HCOOH), est supérieure ou égale à 0,000 8 % (m/m).

10.2 Principe

Dilution d'une prise d'essai avec de l'eau exempte de dioxyde de carbone.

Contrôle de la solution d'essai pour savoir si elle est alcaline ou acide à la phénolphthaléine et, si elle est acide, détermination de l'acidité par titrage avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium.

10.3 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 exempte de dioxyde de carbone, récemment préparée.

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

2) 1 bar = 10⁵ Pa

10.3.1 Eau, exempte de dioxyde de carbone.

Faire bouillir de l'eau distillée et la laisser refroidir dans un ballon muni d'un bouchon portant un tube de garde rempli de chaux sodée.

10.3.2 Hydroxyde de sodium, solution titrée,
 $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.**10.3.3 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 la solution d'hydroxyde de sodium (10.3.2).

10.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

10.4.1 Fiole conique, en verre borosilicaté, de capacité 500 ml, munie d'un bouchon en verre rodé portant un tube de garde rempli de chaux sodée.

10.4.2 Burette, de capacité 10 ml, graduée en 0,02 ml.

10.5 Mode opératoire**10.5.1 Prise d'essai**

Prélever $100 \pm 0,1$ ml de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 3) à 20 °C.

10.5.2 Détermination

Dans la fiole conique (10.4.1), introduire 100 ml de l'eau (10.3.1), ajouter 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (10.3.3) et amener à coloration rose pâle par addition de 1 ou 2 gouttes de la solution d'hydroxyde de sodium (10.3.2). Ajouter la prise d'essai (10.5.1) et encore 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (10.3.3) et voir si la solution est alcaline; si elle est acide, titrer la solution d'essai avec la solution d'hydroxyde de sodium (10.3.2), en bouchant la fiole et en agitant son contenu après chaque ajout, jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant durant 15 s environ.

10.6 Expression des résultats**10.6.1 Produit alcalin**

Indiquer si le produit est alcalin à la phénolphtaléine.

10.6.2 Produit acide

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

$$\frac{0,0046 \times V}{\rho}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (10.3.2), utilisé pour la détermination;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon à 20 °C (voir chapitre 5);

0,0046 est la masse, en grammes, d'acide formique correspondant à 1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$.

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

11 Évaluation de la teneur en composés carbonylés présents en faible quantité — Méthode spectrométrique**11.1 Applicabilité**

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en composés carbonylés, exprimés en formaldéhyde, est comprise entre 0,000 2 et 0,01 % (m/m).

NOTE — Cette méthode, utilisée dans la pratique commerciale, permet de doser seulement les composés carbonylés capables de réagir dans les conditions spécifiées.

11.2 Principe

Réaction en milieu acide des composés carbonylés présents dans une prise d'essai avec la dinitro-2,4 phénylhydrazine. Formation des dinitro-2,4 phénylhydrazones correspondantes qui, après alcalinisation de la solution, se colorent en rouge jaunâtre.

Mesurage spectrométrique de la coloration à une longueur d'onde aux environs de 445 nm.

11.3 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.

11.3.1 Méthanol, exempt de composés carbonylés, purifié de la façon suivante.

Faire bouillir à reflux 1 000 ml de méthanol avec 10 g de dinitro-2,4 phénylhydrazine et 10 gouttes de la solution d'acide chlorhydrique (11.3.3), durant 2 à 3 h. Distiller lentement le mélange en utilisant une colonne de Widmer, de longueur 300 mm environ et de diamètre 25 mm environ, ou toute autre colonne appropriée. Rejeter les premiers 75 ml de distillat, recueillir 850 ml de distillat et rejeter le résidu. Si le distillat est coloré, le redistiller.

11.3.2 Dinitro-2,4 phénylhydrazine, solution saturée dans le méthanol (11.3.1) à la température ambiante [solution à 0,06 % (m/m) environ].

11.3.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ.

11.3.4 Hydroxyde de potassium, solution à 100 g/l dans une solution du méthanol (11.3.1) à 70 % (V/V).

11.3.5 Composés carbonylés, solution étalon correspondant à 0,030 g de composés carbonylés, exprimés en formaldéhyde, par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,200 g de méthylphénylcétone (acétophénone) et la dissoudre dans un peu du méthanol (11.3.1). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec le même méthanol et homogénéiser. Prélever 5,0 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec du méthanol (11.3.1) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 30 μ g de composés carbonylés, exprimés en formaldéhyde.

11.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

11.4.1 Bain d'eau, réglable à 50 ± 2 °C.

11.4.2 Tubes à essais, munis de bouchons rodés.

11.4.3 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue, équipé de cuves de 1 cm d'épaisseur, ou

11.4.4 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue, muni de filtres assurant un maximum de transmission à une longueur d'onde aux environs de 445 nm.

11.5 Mode opératoire

11.5.1 Prise d'essai

Prélever 1,0 ml de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 3) et l'introduire dans l'un des tubes à essais (11.4.2).

11.5.2 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 remplaçant la prise d'essai par 1,0 ml du méthanol (11.3.1).

11.5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

11.5.3.1 Préparation des solutions étalons diluées, en vue de la préparation des solutions témoins

Dans une série de sept fioles jaugées de 25 ml, introduire les volumes de la solution étalon de composés carbonylés (11.3.5) indiqués dans le tableau suivant et compléter au volume avec du méthanol (11.3.1).

Solution étalon de composés carbonylés (11.3.5)	Masse correspondante de composés carbonylés, exprimés en HCHO	Masse de composés carbonylés contenue dans 1 ml de solution étalon diluée
ml	μ g	μ g
0*	0	0
1,5	45,0	1,8
2,5	75,0	3,0
5,0	150,0	6,0
7,5	225,0	9,0
10,0	300,0	12,0
12,5	375,0	15,0

* Solution de compensation.

11.5.3.2 Préparation des solutions témoins, se rapportant à des mesurages spectrométriques effectués en cuves de 1 cm d'épaisseur

Dans une série de sept des tubes à essais (11.4.2), introduire 1,0 ml de chacune des solutions étalons diluées (11.5.3.1) et traiter le contenu de chaque tube selon les modalités spécifiées en 11.5.3.3.

11.5.3.3 Développement de la coloration

Ajouter 1,0 ml de la solution de dinitro-2,4 phénylhydrazine (11.3.2) et 1 goutte de la solution d'acide chlorhydrique (11.3.3). Boucher les tubes et les chauffer durant 30 min sur le bain d'eau (11.4.1) réglé à 50 ± 2 °C. Laisser refroidir, ajouter 5,0 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (11.3.4), homogénéiser et laisser reposer durant 5 min.

11.5.3.4 Mesurages spectrométriques

Immédiatement après, effectuer les mesurages spectrométriques sur chaque solution témoin colorée (11.5.3.3) en employant le spectromètre (11.4.3) réglé à une longueur d'onde aux environs de 445 nm, ou le spectromètre (11.4.4) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au méthanol (11.3.1).

11.5.3.5 Tracé de la courbe

Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des solutions témoins (11.5.3.3). Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de composés carbonylés, exprimés en HCHO, contenues dans 1 ml de chaque solution étalon diluée (11.5.3.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances corrigées.

11.5.4 Dosage

11.5.4.1 Développement de la coloration

Traiter la prise d'essai (11.5.1) contenue dans le tube à essais selon les modalités spécifiées en 11.5.3.3.

11.5.4.2 Mesurages spectrométriques

Immédiatement après, effectuer les mesurages spectrométriques sur la solution d'essai colorée (11.5.4.1) et sur celle de l'essai à blanc selon les modalités spécifiées en 11.5.3.4, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au méthanol (11.3.1).

NOTE — Si l'absorbance dépasse le maximum de la courbe d'étalonnage, effectuer un nouveau dosage (11.5.4) en utilisant une prise d'essai de 1,0 ml d'une solution d'essai préparée par dilution de 1,0 ml de l'échantillon pour laboratoire avec un volume approprié (4,0 ml au maximum) du méthanol (11.3.1).

11.6 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (11.5.3.5), déterminer les masses de composés carbonylés correspondant aux valeurs des mesures spectrométriques.

La teneur en composés carbonylés, exprimée en pourcentage en masse de formaldéhyde (HCHO), est donnée par la formule

$$\frac{(m_1 - m_0) \times 100}{1,0 \times \rho \times 10^6} \times r_D$$

$$= \frac{m_1 - m_0}{\rho \times 10^4} \times r_D$$

où

m_0 est la masse, en microgrammes, de composés carbonylés, trouvée dans la solution de l'essai à blanc (11.5.2);

m_1 est la masse, en microgrammes, de composés carbonylés, trouvée dans la solution d'essai;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon à 20 °C (voir chapitre 5);

r_D est le rapport du volume de la solution d'essai diluée (voir 11.5.4.2, note) au volume de la partie aliquote prélevée pour le dosage (si la prise d'essai n'a pas été diluée, r_D est égal à 1);

1,0 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (11.5.1).

12 Évaluation de la teneur en composés carbonylés présents en quantité modérée — Méthode titrimétrique

12.1 Applicabilité

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en composés carbonylés, exprimés en formaldéhyde, est supérieure ou égale à 0,01 % (m/m).

NOTE — Cette méthode, utilisée dans la pratique commerciale, permet de doser seulement les composés carbonylés capables de réagir dans les conditions spécifiées.

12.2 Principe

Réaction du chlorure d'hydroxylammonium avec les composés carbonylés présents dans une prise d'essai et titrage de l'acide chlorhydrique formé avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de bleu de bromophénol comme indicateur.

12.3 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.

12.3.1 Réactif au chlorure d'hydroxylammonium.

AVERTISSEMENT — Ce réactif est corrosif et irritant. Éviter le contact avec les yeux et la peau.

Dissoudre 4 g de chlorure d'hydroxylammonium dans 20 ml d'eau et diluer à 200 ml avec de l'éthanol à 95 % (V/V). Chauffer à reflux durant 30 min sur bain d'eau bouillante, refroidir jusqu'à la température ambiante, ajouter 5 ml de la solution de bleu de bromophénol (12.3.4) et une quantité de la solution d'hydroxyde de sodium juste suffisante pour l'obtention d'une coloration dichroïque verte.

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

12.3.3 Acide chlorhydrique, solution à 4 g/l environ.

12.3.4 Bleu de bromophénol, solution éthanolique à 2 g/l.

Dissoudre 0,2 g de bleu de bromophénol dans 1,5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (12.3.2) et compléter le volume à 100 ml avec de l'éthanol à 95 % (V/V).

12.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

12.4.1 Fioles coniques, de capacité 250 ml, munies de bouchons rodés en verre.

12.5 Mode opératoire

12.5.1 Prise d'essai

Prélever, à l'aide d'une pipette de sécurité, $50 \pm 0,1 \text{ ml}$ de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 3) et les introduire dans l'une des fioles coniques (12.4.1).

12.5.2 Dosage

Introduire 50 ml du réactif au chlorure d'hydroxylammonium (12.3.1) dans une deuxième fiole conique (12.4.1), à utiliser comme témoin de virage.

Dans la fiole contenant la prise d'essai (12.5.1), ajouter 1,25 ml de la solution de bleu de bromophénol (12.3.4) et, goutte à goutte, de la solution d'hydroxyde de sodium (12.3.2) ou

d'acide chlorhydrique (12.3.3) jusqu'à l'obtention d'une coloration identique à celle du témoin de virage. Ajouter alors, au contenu de chacune des fioles, 25 ml du réactif au chlorure d'hydroxylammonium (12.3.1) et boucher la fiole témoin de virage.

Boucher, sans serrer, la fiole contenant la solution d'essai et la chauffer durant 10 min sur un bain d'eau bouillante. Retirer la fiole du bain d'eau, la refroidir jusqu'à la température ambiante et titrer la solution avec la solution d'hydroxyde de sodium (12.3.2) jusqu'à ce que la coloration devienne la plus proche possible de celle du témoin de virage.

12.6 Expression des résultats

La teneur en composés carbonylés, exprimée en pourcentage en masse de formaldéhyde (HCHO), est donnée par la formule

$$\frac{0,003\ 0 \times V \times 100}{50 \times \rho}$$

$$= \frac{0,006\ V}{\rho}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (12.3.2), utilisé pour le dosage;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon à 20 °C (voir chapitre 5);

0,003 0 est la masse, en grammes, de composés carbonylés, exprimés en formaldéhyde, correspondant à 1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,100\ \text{mol/l}$;

50 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (12.5.1).

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

13 Essai de miscibilité à l'eau

13.1 Principe

Addition d'eau à une prise d'essai, dans des conditions spécifiées, et examen de toute opalescence.

13.2 Réactif

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

13.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

13.3.1 Deux tubes de Nessler, rigoureusement identiques, de capacité 100 ml.

13.4 Mode opératoire

13.4.1 Prise d'essai

Prélever 5 ml de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 3) ou un volume différent agréé entre les parties intéressées.

13.4.2 Essai

Introduire la prise d'essai (13.4.1) dans l'un des tubes de Nessler (13.3.1) et diluer avec de l'eau jusqu'au trait repère de 100 ml. Homogénéiser et ajuster la température à 20 °C environ. Introduire 100 ml d'eau dans l'autre tube de Nessler.

Examiner verticalement sur un fond noir, avec un éclairage latéral, le tube de Nessler contenant la solution d'essai afin de déceler toute opalescence, en utilisant comme témoin le deuxième tube de Nessler contenant 100 ml d'eau.

13.5 Expression des résultats

Indiquer le rapport de dilution de la prise d'essai et la présence ou l'absence d'une opalescence.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

14 Détermination du temps de permanganate

14.1 Définition

temps de permanganate : Nombre de minutes nécessaires pour obtenir une coloration identique à celle de la solution étalon colorée, après addition, à 50 ml de l'échantillon, de 2 ml d'une solution de permanganate de potassium à 0,2 g/l.

14.2 Principe

Addition à une prise d'essai, dans des conditions spécifiées, d'une solution de permanganate de potassium. Détermination du temps au bout duquel la coloration de la solution d'essai devient identique à celle d'une solution étalon colorée de chlorure de cobalt(II) et de nitrate d'uranyle.

14.3 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.

14.3.1 Permanganate de potassium, solution à 0,2 g/l.

Utiliser de l'eau préalablement bouillie durant 30 min avec l'ajout d'une quantité suffisante de solution diluée de permanganate de potassium pour lui communiquer une coloration rose pâle stable. Refroidir l'eau jusqu'à la température ambiante avant de préparer la solution.

Préparer cette solution immédiatement avant l'emploi et la protéger de la lumière du jour trop intense.

14.3.2 Chlorure de cobalt(II) et nitrate d'uranyle, solution étalon colorée.

À 5 ml d'une solution de chlorure de cobalt(III) hexahydraté ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) à 50 g/l, ajouter 7 ml d'une solution de nitrate d'uranyle hexahydraté [$\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] à 40 g/l et diluer à 50 ml avec de l'eau.

Préparer cette solution le jour de l'emploi.

14.4 Appareillage

NOTE — Nettoyer la verrerie employée afin d'éviter tout risque de contamination.

Matériel courant de laboratoire, et

14.4.1 Bain d'eau, réglable à $15 \pm 0,2$ °C.

14.4.2 Deux tubes cylindriques, identiques, de capacité 100 ml, en verre transparent et incolore, portant un trait repère à 50 ml et munis de bouchons rodés en verre.

14.4.3 Burette, de capacité 10 ml, graduée en 0,05 ml.

14.5 Mode opératoire

14.5.1 Prise d'essai

Effectuer l'essai le plus tôt possible dès réception de l'échantillon. (Des instructions pour la conservation de l'échantillon sont données dans le chapitre 3.)

Rincer l'un des tubes cylindriques (14.4.2) d'abord avec 15 à 20 ml d'une solution d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ, et ensuite six fois avec de l'eau courante, deux fois avec de l'eau distillée et finalement avec l'échantillon pour laboratoire.

Remplir immédiatement le tube cylindrique jusqu'au trait repère avec l'échantillon pour laboratoire, à une température de 15 °C environ.

14.5.2 Détermination

Remplir le second tube cylindrique (14.4.2) jusqu'au trait repère avec de la solution étalon colorée (14.3.2).

Placer le tube contenant la prise d'essai (14.5.1) dans le bain d'eau (14.4.1) réglé à $15 \pm 0,2$ °C de manière que le niveau de l'eau du bain soit à 25 mm environ au-dessous du col du tube cylindrique. Après 15 min, retirer le tube du bain d'eau et, à l'aide de la burette (14.4.3), ajouter 2,0 ml de la solution de permanganate de potassium (14.3.1). Noter l'heure. Boucher le tube immédiatement, agiter et placer à nouveau le tube dans le bain d'eau.

Retirer le tube du bain d'eau à intervalles de 1 min et comparer la coloration de la solution, en regardant verticalement sur un fond blanc, avec celle du tube contenant la solution étalon colorée. Éviter d'exposer la solution d'essai à l'action directe de la lumière du jour trop intense.

Noter l'heure à laquelle la coloration de la solution d'essai devient identique à celle de la solution étalon colorée.

14.6 Expression des résultats

Indiquer le temps, en minutes, qui s'écoule entre l'addition, à la prise d'essai, de la solution de permanganate de potassium et le moment où la coloration de la solution d'essai devient identique à celle de la solution étalon colorée.

15 Dosage des méthylcétones — Méthode iodométrique

15.1 Applicabilité

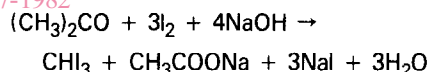
La méthode est applicable aux produits dont la teneur en méthylcétones, exprimées en acétone, est comprise entre 0,02 et 0,5 % (m/m).

15.2 Principe

Réaction de toutes méthylcétones présentes dans une prise d'essai avec un excès de solution d'iode en présence de solution d'hydroxyde de sodium. Titrage en retour de l'iode qui n'a pas réagi, avec une solution titrée de thiosulfate de sodium.

NOTE — Selon cette méthode, des impuretés autres que l'acétone (telles que les composés en $\text{CH}_3-\overset{\text{I}}{\underset{\text{OH}}{\text{C}}}$) sont également partiellement ou complètement oxydées.

15.3 Réaction



15.4 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.

15.4.1 Hydroxyde de sodium, solution à 80 g/l.

15.4.2 Iode, solution à 12,7 g/l.

Placer 12,7 g d'iode et 60 g d'iodure de potassium dans un bécher de capacité 800 ml, ajouter 30 ml d'eau et agiter jusqu'à dissolution complète. Diluer à 500 ml environ avec de l'eau et filtrer sur un creuset filtrant à plaque en verre fritté. Laver le filtre avec 15 ml environ d'eau et transférer le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en verre sombre, bouché avec un bouchon en verre rodé et dans un endroit frais.

15.4.3 Acide sulfurique, solution à 98 g/l.

15.4.4 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ mol/l.