

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1388

ÉTHANOL À USAGE INDUSTRIEL

MÉTHODES D'ESSAIS

1^{ère} ÉDITION

Juin 1970

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1388:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32d389a9-603e-406b-bc26-9dbf31589ff4/iso-r-1388-1970>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1388, *Ethanol à usage industriel – Méthodes d'essais*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1388 qui fut soumis, en février 1968, 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 :

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

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

France
Portugal

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

TABLE DES MATIÈRES

	Pages
Introduction	5
1. Objet	5
2. Echantillon	5
3. Détermination de la masse volumique à 20 °C	5
4. Détermination du résidu d'évaporation sur bain d'eau	6
5. Détection de l'alcalinité et détermination de l'acidité à la phénolphthaléine	6
6. Estimation de la teneur en composés carbonylés présents en faible quantité (de 0,00025 à 0,0025 % de composés carbonylés, exprimés en acétaldéhyde)	6
7. Estimation de la teneur en composés carbonylés présents en faible quantité (au-dessus de 0,05 % de composés carbonylés, exprimés en acétaldéhyde)	8
8. Dosage des aldéhydes	9
9. Essai de miscibilité à l'eau	10
10. Dosage du méthanol (méthode applicable aux teneurs en méthanol comprises entre 0,01 et 0,20 %)	11
11. Dosage du méthanol (méthode applicable aux teneurs en méthanol comprises entre 0,10 et 1,50 %)	12
12. Dosage des esters	13
13. Dosage de l'eau	15
14. Dosage des hydrocarbures	15
15. Essai pour l'absence de furfural	15
16. Détermination du temps de permanganate	16
17. Procès-verbal d'essais	17

ÉTHANOL À USAGE INDUSTRIEL

MÉTHODES D'ESSAIS

INTRODUCTION

La présente Recommandation ISO décrit des méthodes générales pour l'analyse de l'éthanol à usage industriel, et les résultats de ces méthodes d'analyses sont exprimés, dans les cas appropriés, en pourcentage en masse.

Dans certains pays, cependant, certaines impuretés sont calculées en milligrammes par 100 ml ou par litre d'éthanol à 100 %. Afin de convertir les résultats obtenus en pourcentage en masse par les méthodes décrites dans cette Recommandation ISO, il suffit de les multiplier respectivement par les facteurs $\frac{10^5 \rho}{P}$ et $\frac{10^6 \rho}{P}$

où

- ρ est la masse volumique de l'échantillon à 20 °C, exprimée en grammes par millilitre;
 P est le pourcentage d'éthanol (m/m) dans la prise d'essai.

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit des méthodes d'essais de l'éthanol à usage industriel.

2. ÉCHANTILLON*

L'échantillon pour laboratoire doit avoir un volume suffisant pour effectuer toutes les analyses prévues. Il doit être placé dans un flacon en verre propre et sec, à bouchon en verre rodé, étanche, de contenance telle qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon et, si cela est prescrit pour certains essais, le flacon devra être conservé au froid et dans l'obscurité.

S'il est nécessaire de sceller le récipient, prendre soin d'éviter tout risque de pollution de son contenu.

3. DÉTERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE À 20 °C

Utiliser la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 758, *Méthode de détermination de la masse volumique des liquides à 20 °C*.

NOTE. – D'autres méthodes ou conditions différentes peuvent être utilisées si les Règlements locaux le demandent.

* L'échantillonnage de produits chimiques fera l'objet d'une Recommandation ISO ultérieure.

4. 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*.

NOTE. – Si le résidu à déterminer est inférieur à 0,001 %, il convient de mettre en œuvre une prise d'essai de 250 ml, introduite par petites fractions dans la capsule.

5. DÉTECTION DE L'ALCALINITÉ ET DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ À LA PHÉNOLPHTALÉINE

5.1 Principe

Titrage avec une solution d'hydroxyde de sodium, après élimination du dioxyde de carbone par ébullition, en présence de phénolphtaléine.

5.2 Réactifs

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

5.2.1 *Hydroxyde de sodium*, solution titrée 0,1 N.

5.2.2 *Phénolphtaléine*, solution éthanolique à 5 g/l.

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

5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

5.3.1 *Fiole conique*, en verre borosilicaté, de 500 ml, munie d'un bouchon surmonté d'un tube à chaux sodée.

5.3.2 *Microburette*, graduée en divisions inférieures ou égales à 0,02 ml.

5.4 Mode opératoire

Introduire dans la fiole (5.3.1) 100 ml d'eau et quelques morceaux de porcelaine poreuse propre et faire bouillir doucement pendant 5 minutes afin d'éliminer le dioxyde de carbone. Refroidir légèrement et ajouter 100 ml de l'échantillon pour laboratoire. Faire à nouveau bouillir doucement pendant 10 minutes.

Ensuite, fermer le col de la fiole au moyen du bouchon surmonté d'un tube à chaux sodée et laisser refroidir. Après refroidissement, ôter le bouchon, ajouter 0,5 ml de la solution de phénolphtaléine (5.2.2) et voir si le liquide est alcalin; s'il ne l'est pas, titrer le mélange par la solution d'hydroxyde de sodium (5.2.1) jusqu'à apparition d'une coloration rose persistant pendant 15 secondes.

5.5 Expression des résultats

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

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

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (5.2.1) utilisé;

ρ est la masse volumique de l'échantillon à 20 °C, exprimée en grammes par millilitre.

6. ESTIMATION DE LA TENEUR EN COMPOSÉS CARBONYLÉS PRÉSENTS EN FAIBLE QUANTITÉ

(de 0,00025 à 0,0025 % de composés carbonyles, exprimés en acétaldéhyde)

NOTE. – Bien que cette méthode soit utilisée dans la pratique commerciale, elle ne convient pas pour tous les types de composés carbonyles.

6.1 Principe

Réaction en milieu acide de tout composé carbonylé présent, avec la 2,4-dinitrophénylhydrazine et formation des 2,4-dinitrophénylhydrazones correspondantes qui ont une coloration rouge en milieu alcalin. Comparaison visuelle avec les colorations obtenues à partir de solutions étalons, ou mesure de la densité optique et détermination de la teneur en composés carbonylés en se référant à une courbe d'étalonnage.

6.2 Réactifs

6.2.1 *Ethanol* purifié

Faire bouillir à reflux, pendant 2 heures, 500 ml d'éthanol avec 5 g de 2,4-dinitrophénylhydrazine et quelques gouttes d'acide chlorhydrique (6.2.3). Distiller le mélange en rejetant les 50 premiers et les 50 derniers millilitres de distillat. Celui-ci devra être incolore et ne devra pas contenir plus de 0,0001 % (m/m) de composés carbonylés exprimés en acétaldéhyde (CH_3CHO).

6.2.2 2,4-dinitrophénylhydrazine, solution saturée dans l'éthanol (6.2.1).

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

6.2.4 Hydroxyde de potassium, solution à 100 g/l dans une solution d'éthanol (6.2.1) à 70 % (V/V).

6.2.5 Solution étalon éthanolique carbonylée.

Dissoudre 1,200 g d'acétophénone dans l'éthanol (6.2.1) et diluer à 100 ml avec le même éthanol. Prélever 10 ml et diluer à 100 ml avec le même éthanol.

1 ml de cette solution correspond à 440 μg de composés carbonylés exprimés en acétaldéhyde (CH_3CHO).

6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

6.3.1 Bain d'eau, thermorégularisé à 50 °C.

6.3.2 Spectrophotomètre, réglé à 445 nm, ou électrophotomètre muni d'un filtre ayant une transmission maximale à 445 nm, ou tubes colorimétriques d'environ 20 ml, de diamètres égaux, à bouchon en verre rodé.

6.4 Mode opératoire

6.4.1 Méthode instrumentale

6.4.1.1 A 1 ml de l'échantillon pour laboratoire, contenu dans un tube à essai muni d'un bouchon rodé en verre, ajouter 1 ml de la solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine (6.2.2) et une goutte de la solution d'acide chlorhydrique (6.2.3).

Chauffer pendant 30 minutes sur le bain d'eau (6.3.1); laisser refroidir, ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (6.2.4) et après 5 minutes, lire la densité optique de la solution par rapport à un essai à blanc préparé à partir de l'éthanol purifié (6.2.1). Utiliser des cuves de même épaisseur que celles utilisées ci-dessous pour l'établissement de la courbe d'étalonnage.

6.4.1.2 Etablir une courbe d'étalonnage en traitant de la même manière 1 ml des solutions préparées en diluant 0,125 – 0,25 – 0,50 – 0,75 – 1,00 et 1,25 ml de la solution étalon carbonylée (6.2.5) à 25 ml avec l'éthanol (6.2.1).

6.4.1.3 Si la densité optique de la solution d'essai obtenue en 6.4.1.1 est supérieure à celle couverte par la courbe d'étalonnage, diluer la prise d'essai avec une quantité appropriée de l'éthanol (6.2.1) et effectuer une nouvelle détermination selon le même mode opératoire. (Tenir compte de cette dilution dans le calcul des résultats.)

6.4.2 Méthode visuelle

6.4.2.1 Dans une série de tubes colorimétriques (6.3.2), introduire respectivement 1 ml de l'échantillon pour laboratoire et 1 ml des solutions préparées en diluant 0,125 – 0,25 – 0,50 – 0,75 – 1,00 et 1,25 ml de la solution étalon carbonylée (6.2.5) à 25 ml avec l'éthanol (6.2.1).

- 6.4.2.2 Ajouter dans chaque tube, 1 ml de la solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine (6.2.2) et une goutte de la solution d'acide chlorhydrique (6.2.3) et chauffer au bain d'eau (6.3.1) pendant 30 minutes. Laisser refroidir, ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (6.2.4) à chaque tube et, après 5 minutes, comparer la coloration dans le tube contenant la solution d'essai à celles de la gamme étalon. En cas de doute sur le choix entre deux témoins, prendre la moyenne des deux valeurs.
- 6.4.2.3 Si la coloration de la solution d'essai est plus foncée que celle de la gamme étalon, diluer la prise d'essai avec une quantité appropriée d'éthanol (6.2.1) et effectuer une nouvelle détermination selon le même mode opératoire. (Tenir compte de cette dilution dans le calcul des résultats.)

6.5 Expression des résultats

- 6.5.1 *Méthode instrumentale.* Calculer le pourcentage en masse de composés carbonylés dans l'échantillon d'après la courbe d'étalonnage et la masse volumique de l'échantillon pour essai;
- 6.5.2 *Méthode visuelle.* La teneur en composés carbonylés, exprimée en acétaldéhyde (CH_3CHO) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{0,00176 V}{\rho}$$

où

- V est le volume, en millilitres, de la solution étalon carbonylée (6.2.5) utilisée pour préparer la dilution étalon donnant la coloration la plus voisine de celle de la solution d'essai ;
- ρ est la masse volumique de l'échantillon à 20 °C, exprimée en grammes par millilitre.

NOTE. — Pour obtenir la meilleure précision, utiliser la méthode instrumentale.

7. ESTIMATION DE LA TENEUR EN COMPOSÉS CARBONYLÉS PRÉSENTS EN FORTE QUANTITÉ

(au-dessus de 0,05 % de composés carbonylés, exprimés en acétaldéhyde)

NOTE. — Bien que cette méthode soit utilisée dans la pratique commerciale, elle ne convient pas pour tous les types de composés carbonylés.

7.1 Principe

Mise en liberté de l'acide chlorhydrique par réaction entre le chlorure d'hydroxylammonium et tout aldéhyde ou cétone présent, conduisant à la formation d'un oxime.

Titration de cet acide avec une solution d'hydroxyde de sodium, en présence de bleu de bromophénol.

7.2 Réactifs

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

7.2.1 *Hydroxyde de sodium*, solution titrée 0,1 N.

7.2.2 *Acide chlorhydrique*, solution titrée 0,1 N.

7.2.3 *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 (7.2.1) et diluer à 100 ml avec de l'éthanol à 95 % (V/V).

7.2.4 *Réactif au chlorure d'hydroxylammonium.*

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 sur bain d'eau bouillante pendant 30 minutes, refroidir et ajouter 5 ml de la solution de bleu de bromophénol (7.2.3) et une quantité de solution diluée d'hydroxyde de sodium juste suffisante pour communiquer au liquide une coloration dichroïque verte.

7.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

7.3.1 *Fioles coniques*, de 150 ml, à bouchon en verre.

7.4 Mode opératoire

Introduire 50 ml de l'échantillon pour laboratoire dans une des fioles (7.3.1) et ajouter 0,25 ml de la solution de bleu de bromophénol (7.2.3). Dans une seconde fiole, introduire 50 ml du réactif au chlorure d'hydroxylammonium (7.2.4).

A la première fiole, ajouter goutte à goutte de la solution d'hydroxyde de sodium (7.2.1) ou d'acide chlorhydrique (7.2.2) jusqu'à obtention d'une couleur identique à celle de la seconde fiole.

Ajouter à chacune des fioles 25 ml du réactif au chlorure d'hydroxylammonium (7.2.4) et boucher la seconde fiole. Boucher sans serrer la première fiole et chauffer pendant 10 minutes sur bain d'eau bouillante. Refroidir et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (7.2.1) jusqu'à ce que la coloration devienne la plus voisine possible de celle de la seconde fiole.

7.5 Expression des résultats

La teneur en composés carbonylés, exprimée en acétaldéhyde (CH_3CHO) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{0,0088 V}{\rho}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (7.2.1) utilisé;

ρ est la masse volumique de l'échantillon à 20 °C, exprimée en grammes par millilitre.

8. DOSAGE DES ALDÉHYDES

8.1 Principe

Comparaison de la couleur obtenue par réaction des aldéhydes avec le réactif de Schiff avec des étalons contenant des quantités connues d'acétaldéhyde.

8.2 Réactifs

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

8.2.1 Réactif de Schiff.

Introduire 1500 ml d'eau dans une fiole conique de 3000 ml, ajouter $4,500 \pm 0,005$ g de chlorhydrate de *p*-rosaniline (fuchsine basique) et agiter pour dissoudre. Ajouter $9,60 \pm 0,05$ g de métabisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), mélanger et laisser reposer pendant 5 à 10 minutes, ajouter ensuite 40 ml de solution d'acide sulfurique 6 N, bien mélanger, boucher et laisser reposer pendant une nuit. Employer du charbon actif, si nécessaire, pour rendre incolore la solution dans la fiole.

Déterminer la teneur en dioxyde de soufre du réactif de la façon suivante : Pipetter 10 ml du réactif décoloré et les introduire dans une fiole conique de 250 ml, ajouter 20 ml d'eau et 5 ml de solution d'empois d'amidon et titrer le dioxyde de soufre libre, jusqu'au point de virage de l'empois d'amidon, avec une solution titrée 0,1 N d'iode. La teneur en SO_2 devra être comprise dans les limites de 2,8 à 4,8 millimoles de SO_2 par 100 ml de réactif de Schiff. Si elle est en dehors de cet intervalle optimal, la teneur en SO_2 devra être augmentée par addition d'une quantité appropriée de métabisulfite de sodium, ou diminuée en faisant passer de l'air dans le réactif.

8.2.2 Acétaldéhyde, solutions étalons.

Peser 1,386 g d'aldéhyde ammoniacale purifiée (voir Note 1) avec une précision de 0,0002 g et les dissoudre dans 1000 ml d'éthanol à 95 % (V/V) exempt d'aldéhydes (voir Note 2). Cette solution contient 1 g d'acétaldéhyde par litre. La diluer pour obtenir une solution de 0,1 g d'acétaldéhyde par litre. En diluant ultérieurement avec de l'éthanol exempt d'acétaldéhyde à 95 % (V/V) préparer des solutions étalons contenant 0,002, 0,003, 0,005, 0,007, 0,009 et 0,01 g d'acétaldéhyde par litre.

NOTES

1. L'aldéhyde-ammoniacale du commerce pourra être purifiée comme suit. Dissoudre 5 g d'aldéhyde ammoniacale dans une petite quantité d'éthanol absolu et la précipiter ensuite par addition d'un volume double d'éther diéthylique sec. Filtrer les cristaux avec un entonnoir de Büchner, les laver immédiatement avec de l'éther diéthylique et les sécher ensuite pendant 3 à 4 heures dans un dessiccateur sous vide contenant de l'acide sulfurique concentré. L'aldéhyde-ammoniacale purifiée de cette façon devra être tout à fait incolore. Si elle ne l'est pas, la purification devra être répétée.
2. Cet éthanol pourra être préparé en faisant bouillir 500 ml d'éthanol absolu à reflux pendant 2 heures avec 5 g de *m*-phénylènediamine, puis distiller, en rejetant les premiers 50 ml et les derniers 50 ml du distillat. Ajuster la concentration à 95 % (V/V) par addition du volume approprié d'eau et mélanger.

8.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

8.3.1 *Tubes colorimétriques*, à bouchon en verre rodé, capacité 20 ml environ, avec deux traits, à 10 ml et à 14 ml.

8.3.2 *Pipettes graduées*, capacité 5 et 10 ml, divisions 0,02 ml.

8.4 Mode opératoire

8.4.1 Pipetter 3 ml de l'échantillon pour laboratoire dans un des tubes colorimétriques (8.2.1) et 3 ml de chacune des solutions étalons dans les tubes restants. Diluer le contenu de tous les tubes à 10 ml avec de l'eau. Ajouter à chacun des tubes le réactif de Schiff (8.2.1) jusqu'au trait 14 ml. Boucher les tubes, mélanger soigneusement les solutions (simultanément si possible) et les placer sur un support pendant 25 minutes.

8.4.2 Comparer à la lumière du jour dispersée la couleur de la solution d'essai avec celles des solutions étalons.

NOTE. — Si la couleur de la solution d'essai est plus foncée que celle de l'étalon le plus concentré, répéter la détermination en employant un échantillon dilué à dix fois avec l'éthanol exempt d'aldéhyde employé dans la préparation des solutions étalons. Appliquer une correction appropriée à la formule de calcul des résultats.

8.5 Expression des résultats

La teneur en aldéhydes, exprimée en acétaldéhyde (CH_3CHO), est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{A}{10 \rho}$$

où

A est la concentration, en grammes par litre, d'acétaldéhyde dans la solution étalon donnant la couleur se rapprochant le plus de celle de la solution d'essai;

ρ est la masse volumique de l'échantillon à 20 °C, exprimée en grammes par millilitre.

9. ESSAI DE MISCIBILITÉ À L'EAU

9.1 Principe

Addition d'eau à l'échantillon en agitant, dans les conditions de l'essai, et observation de toute opalescence ou trouble éventuel.

9.2 Réactif

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

9.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

9.3.1 *Deux tubes de Nessler*, de 100 ml, rigoureusement identiques.

9.4 Mode opératoire

Au volume convenu de prise d'essai, contenu dans l'un des tubes (9.3.1) ajouter de l'eau et porter à un volume de 100 ml, mélanger soigneusement et maintenir la température à 20 °C.

Examiner verticalement sur fond noir avec un éclairage latéral, pour déceler toute opalescence, en utilisant comme témoin, l'autre tube contenant 100 ml d'eau.

10. DOSAGE DU MÉTHANOL

(Méthode applicable aux teneurs en méthanol comprises entre 0,01 et 0,20 %)

10.1 Principe

Dilution d'une prise d'essai avec de l'eau et oxydation avec une solution de permanganate de potassium dans de l'acide phosphorique, le méthanol étant transformé en formaldéhyde; comparaison de l'intensité de la coloration violette produite par réaction de l'aldéhyde avec l'acide chromotrope à des étalons ou mesures absorptiométriques.

10.2 Réactifs

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

10.2.1 *Permanganate de potassium*, solution dans l'acide phosphorique.

Dissoudre 30 g de permanganate de potassium dans un mélange de 150 ml d'acide phosphorique, ρ 1,75 (g/ml) et 700 ml d'eau. Diluer à 1000 ml avec de l'eau.

10.2.2 *Métabisulfite de sodium*, solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de métabisulfite de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) dans de l'eau et diluer à 100 ml.

10.2.3 *Acide chromotrope*, solution acide.

Dissoudre 0,1 g d'acide chromotrope (acide 1,8-dihydroxynaphtalène-3,6-disulfonique) dans 10 ml d'eau, ajouter en refroidissant 90 ml d'acide sulfurique à 90 % (m/m). La solution devra être fraîchement préparée. Il est important que l'acide chromotrope utilisé soit très pur. S'il donne une coloration non négligeable dans l'essai à blanc, il devra être purifié ou repurifié, comme suit :

Dissoudre 10 g d'acide chromotrope, ou son sel, dans 25 ml d'eau. Si on utilise le sel, ajouter 2 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 (g/ml) pour le transformer en acide libre. Ajouter 50 ml de méthanol, chauffer jusqu'à début d'ébullition et filtrer. Ajouter 100 ml d'alcool isopropylique pour précipiter l'acide chromotrope libre.

NOTE. - Si des résultats satisfaisants ne sont pas obtenus, l'acide sulfurique devra être examiné pour s'assurer qu'il ne contient pas plus d'une partie par million d'acide nitrique. Si après purification le résultat de l'essai à blanc est inacceptable, l'acide chromotrope devra être rejeté.

10.2.4 *Méthanol, solutions étalons*.

Préparer une solution étalon aqueuse d'éthanol exempt de méthanol à 5 % (V/V).

Ajouter à 1,00 ml de méthanol absolu, une quantité d'éthanol exempt de méthanol équivalente à 99 ml d'éthanol anhydre et diluer à 250 ml avec de l'eau. Diluer ensuite 25,0 ml de cette solution à 200 ml avec de l'eau. La solution résultante contient 1,0 % (V/V) de méthanol par rapport aux alcools totaux présents.

Prélever les volumes suivants de la solution diluée de méthanol dans l'éthanol et diluer à 100 ml avec la solution aqueuse d'éthanol à 5 % : 1,00 ml, 2,50 ml, 5,00 ml, 10,0 ml et 20,0 ml.

Ces témoins contiennent donc respectivement 0,010 %, 0,025 %, 0,050 %, 0,10 % et 0,20 % (V/V) de méthanol exprimé par rapport aux alcools totaux.