
Norme internationale



1388/3

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

**Éthanol à usage industriel — Méthodes d'essai —
Partie 3 : Évaluation de la teneur en composés carbonylés
présents en faible quantité — Méthode photométrique**

Ethanol for industrial use — Methods of test — Part 3 : Estimation of content of carbonyl compounds present in small amounts — Photometric method

Première édition — 1981-12-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 1388-3:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7284d1-d4f9-42b4-b66d-a1c9a5fb1cf2/iso-1388-3-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7284d1-d4f9-42b4-b66d-a1c9a5fb1cf2/iso-1388-3-1981>



CDU 661.722 : 543.854.6

Réf. n° : ISO 1388/3-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, éthanol, essai, détermination, composé carbonylé, méthode spectrophotométrique.

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 1388/3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en février 1980.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7284d1-d4f9-42b4-b66d-a1c9a5fb1c2e/iso-1388-3-1981>

Afrique du Sud, Rép. d'	Chine	Pologne
Allemagne, R.F.	Corée, Rép. de	Roumanie
Australie	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Pays-Bas	Thaïlande
Bulgarie	Philippines	URSS

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Les Normes internationales ISO 1388/1 à ISO 1388/12 annulent et remplacent la Recommandation ISO/R 1388-1970, dont elles constituent une révision technique.

Éthanol à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 3 : Évaluation de la teneur en composés carbonyles présents en faible quantité — Méthode photométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1388 spécifie une méthode photométrique d'évaluation de la teneur en composés carbonyles présents en faible quantité dans l'éthanol à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en composés carbonyles, exprimés en acétaldéhyde, est comprise entre 0,000 25 et 0,01 % (*m/m*).

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

Le présent document devra être lu conjointement avec l'ISO 1388/1 (voir l'annexe).

2 Principe

Réaction en milieu acide des composés carbonyles 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.

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

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.

3.1 Éthanol, exempt de composés carbonyles, purifié de la façon suivante.

Faire bouillir à reflux 500 ml d'éthanol avec 5 g de dinitro-2,4 phénylhydrazine et 5 gouttes de la solution d'acide chlorhydrique (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 tout autre colonne appropriée. Rejeter les premiers 50 ml de distillat, recueillir 400 ml de distillat et rejeter le résidu. Si le distillat est coloré, le redistiller.

3.2 Dinitro-2,4 phénylhydrazine, solution saturée dans l'éthanol (3.1) à la température ambiante.

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

3.4 Hydroxyde de potassium, solution à 100 g/l dans une solution de l'éthanol (3.1) à 70 % (*V/V*).

3.5 Composés carbonyles, solution étalon correspondant à 0,440 g de composés carbonyles, exprimés en acétaldéhyde, par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,200 g de méthylphénylcétone (acétophénone) et la dissoudre dans un peu de l'éthanol (3.1). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'éthanol de même qualité et homogénéiser. Prélever 10,0 ml de cette solution, les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'éthanol (3.1) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 440 μ g de composés carbonyles, exprimés en acétaldéhyde.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Bain d'eau, réglable à 50 ± 2 °C.

4.2 Tubes à essais, munis de bouchons rodés.

4.3 Spectrophotomètre, ou

4.4 Électrophotomètre, muni de filtres assurant un maximum de transmission à une longueur d'onde aux environs de 445 nm.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Prélever 1,0 ml de l'échantillon pour laboratoire et l'introduire dans l'un des tubes à essais (4.2).

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 de l'éthanol (3.1).

5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

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 (3.5) indiqués dans le tableau suivant et compléter au volume avec de l'éthanol (3.1).

Solution étalon de composés carbonylés (3.5)	Masse correspondante de composés carbonylés, exprimés en CH ₃ CHO	Masse de composés carbonylés contenue dans 1 ml de solution étalon diluée
ml	µg	µg
0*	0	0
0,15	66,0	2,6
0,25	110,0	4,4
0,50	220,0	8,8
0,75	330,0	13,2
1,00	440,0	17,6
1,25	550,0	22,0

* Solution de compensation.

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

Dans une série de sept des tubes à essais (4.2), introduire 1,0 ml de chacune des solutions étalons diluées (5.3.1)

5.3.3 Développement de la coloration

Ajouter 1,0 ml de la solution de dinitro-2,4 phénylhydrazine (3.2) et 1 goutte de la solution d'acide chlorhydrique (3.3). Boucher les tubes et les chauffer durant 30 min sur le bain d'eau (4.1) réglé à 50 ± 2 °C. Laisser refroidir, ajouter 5,0 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.4), homogénéiser et laisser reposer durant 5 min.

5.3.4 Mesurages photométriques

Immédiatement après, effectuer les mesurages photométriques sur chaque solution témoin (5.3.2) en employant le spectrophotomètre (4.3) réglé à une longueur d'onde aux environs de 445 nm, ou l'électrophotomètre (4.4) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'éthanol (3.1).

5.3.5 Tracé de la courbe

Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des solutions témoins (5.3.2). Tracer un graphique en portant,

par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de composés carbonylés contenues dans 1 ml de chaque solution étalon diluée (5.3.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances corrigées.

5.4 Dosage

5.4.1 Développement de la coloration

Traiter la prise d'essai (5.1) contenue dans le tube à essais selon les modalités spécifiées en 5.3.3.

5.4.2 Mesurages photométriques

Immédiatement après, effectuer les mesurages photométriques sur la solution d'essai et sur celle de l'essai à blanc selon les modalités spécifiées en 5.3.4, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'éthanol (3.1).

NOTE — Si l'absorbance dépasse le maximum de la courbe d'étalonnage, effectuer un nouveau dosage (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) de l'éthanol (3.1).

6 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.3.5), déterminer les masses de composés carbonylés correspondant aux valeurs des mesures photométriques.

La teneur en composés carbonylés, exprimée en pourcentage en masse d'acétaldéhyde (CH₃CHO), 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;

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 ISO 1388/1, chapitre 4);

r_D est le rapport du volume de la solution d'essai diluée (voir 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 (5.1).

Annexe

Publications ISO relatives à l'éthanol à usage industriel

ISO 1388/1 — Généralités.

ISO 1388/2 — Détection de l'alcalinité ou détermination de l'acidité à la phénolphtaléine.

ISO 1388/3 — Évaluation de la teneur en composés carbonylés présents en faible quantité — Méthode photométrique.

ISO 1388/4 — Évaluation de la teneur en composés carbonylés présents en quantité modérée — Méthode titrimétrique.

ISO 1388/5 — Dosage des aldéhydes — Méthode colorimétrique visuelle.

ISO 1388/6 — Essai de miscibilité à l'eau.

ISO 1388/7 — Dosage du méthanol [teneurs de 0,01 à 0,20 % (V/V)] — Méthode photométrique.

ISO 1388/8 — Dosage du méthanol [teneurs de 0,10 à 1,50 % (V/V)] — Méthode colorimétrique visuelle.

ISO 1388/9 — Dosage des esters — Méthode titrimétrique après saponification.

ISO 1388/10 — Évaluation des hydrocarbures — Méthode par distillation.

ISO 1388/11 — Essai de détection du furfural.

ISO 1388/12 — Détermination du temps de permanganate.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7284d1-d4f9-42b4-b66d-a1c9a5fb1cf2/iso-1388-3-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-3:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7284d1-d4f9-42b4-b66d-a1c9a5fb1cf2/iso-1388-3-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-3:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7284d1-d4f9-42b4-b66d-a1c9a5fb1cf2/iso-1388-3-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-3:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7284d1-d4f9-42b4-b66d-a1c9a5fb1cf2/iso-1388-3-1981>