
Norme internationale



1388/5

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

**Éthanol à usage industriel — Méthodes d'essai —
Partie 5 : Dosage des aldéhydes — Méthode
colorimétrique visuelle**

Ethanol for industrial use — Methods of test — Part 5 : Determination of aldehydes content — Visual colorimetric method

Première édition — 1981-12-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1388-5:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca53d8dc/iso-1388-5-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca53d8dc/iso-1388-5-1981>

CDU 661.722 : 543.432 : 547.281

Réf. n° : ISO 1388/5-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, éthanol, essai, dosage, aldéhyde, méthode colorimétrique.

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 1388/5 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/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca5185de/iso-1388-5-1981>

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

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 5 : Dosage des aldéhydes — Méthode colorimétrique visuelle

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1388 spécifie une méthode colorimétrique visuelle de dosage des aldéhydes dans l'éthanol à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en aldéhydes, exprimés en acétaldéhyde, est comprise entre 0,000 25 et 0,001 25 % (*m/m*).

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

2 Principe

Réaction des aldéhydes présents dans une prise d'essai avec le réactif de Schiff. Comparaison visuelle de la coloration obtenue avec celles de solutions témoins contenant des quantités connues d'acétaldéhyde.

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, à 95 % (*V/V*), exempt d'aldéhydes, purifié de la façon suivante.

Faire bouillir à reflux 1 500 ml d'éthanol absolu avec 15 g de *m*-phénylène diamine, durant 2 h. Distiller le mélange 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 homogénéiser.

Suivre les modalités spécifiées dans le chapitre 5 pour vérifier si l'éthanol ainsi purifié est exempt d'aldéhydes.

3.2 Réactif de Schiff.

AVERTISSEMENT — La fuchsine basique est cancérigène. Éviter le contact avec la peau de la fuchsine basique et de ses solutions et éviter d'en respirer les poussières.

3.2.1 Préparation

Introduire 1 500 ml d'eau dans une fiole conique de 3 000 ml, ajouter $4,500 \pm 0,005$ g de chlorhydrate de *p*-rosaniline (fuch-

sine basique) et agiter jusqu'à dissolution. Ajouter $9,60 \pm 0,05$ g de disulfite de disodium (métabisulfite de sodium — $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), mélanger et laisser reposer durant 5 à 10 min. Ajouter ensuite 40 ml d'une solution d'acide sulfurique à 295 g/l environ, mélanger soigneusement, boucher la fiole et laisser reposer durant 12 h environ. Décolorer la solution, si nécessaire, par traitement avec du charbon actif.

3.2.2 Détermination et ajustement de la teneur en dioxyde de soufre libre

Prélever 10 ml du réactif (3.2.1) incolore et les introduire dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter 20 ml d'eau et 5 ml de solution d'empois d'amidon fraîchement préparée, et titrer la solution avec une solution titrée d'iode, $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1$ mol/l, jusqu'à l'apparition de la coloration bleu intense caractéristique.

NOTE — 1 ml de solution d'iode $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1$ mol/l, correspond à 0,003 2 g de SO_2 .

Si la teneur en dioxyde de soufre libre n'est pas comprise entre 0,18 et 0,31 g par 100 ml de réactif, l'ajuster en conséquence, en l'augmentant par addition d'une quantité calculée de disulfite de disodium, ou en la diminuant par barbotage d'air dans la solution de réactif.

3.3 Acétaldéhyde, solution étalon correspondant à 1 g d'acétaldéhyde par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,693 0 g d'acétaldéhyde ammoniacal [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{NH}_2)\text{OH}$] purifié et le dissoudre dans de l'éthanol (3.1). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'éthanol de même qualité et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,001 g d'acétaldéhyde.

NOTE — Si l'on ne dispose pas d'aldéhyde ammoniacal de qualité analytique, purifier le produit du commerce de la façon suivante.

Dissoudre 5 g environ d'aldéhyde ammoniacal dans une petite quantité d'éthanol absolu et le précipiter par addition d'un volume double d'oxyde diéthylique ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$) anhydre. Filtrer le précipité sur un entonnoir de Buchner et, après l'avoir lavé avec de l'oxyde diéthylique, le transférer immédiatement dans un dessiccateur sous vide garni d'une solution d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 98 % (*m/m*) environ, comme agent déshydratant, et l'y laisser durant 3 à 4 h. Répéter les opérations de purification, si nécessaire, jusqu'à l'obtention d'un produit incolore.

AVERTISSEMENT — L'oxyde diéthylique est très inflammable et ses vapeurs sont irritantes. Éviter d'en respirer les vapeurs.

3.4 Acétaldéhyde, solution étalon correspondant à 0,1 g d'acétaldéhyde par litre.

Prélever 25,0 ml de la solution étalon d'acétaldéhyde (3.3), les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'éthanol (3.1) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,000 1 g d'acétaldéhyde.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Tubes colorimétriques, munis de bouchons rodés en verre, de capacité 20 ml environ, avec deux traits repères à 10 et 14 ml.

4.2 Pipettes graduées, de capacité 5 ml, graduées en 0,02 ml.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

À l'aide de l'une des pipettes graduées (4.2), introduire 3,0 ml de l'échantillon pour laboratoire dans l'un des tubes colorimétriques (4.1).

5.2 Préparation de la solution d'essai et des solutions témoins

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution d'acétaldéhyde (3.4) indiqués dans le tableau suivant, compléter au volume avec de l'éthanol (3.1) et homogénéiser.

Solution étalon d'acétaldéhyde (3.4)	Masse correspondante d'acétaldéhyde
ml	g
2,0	0,000 2
3,0	0,000 3
5,0	0,000 5
7,0	0,000 7
9,0	0,000 9
10,0	0,001 0

À l'aide de pipettes graduées (4.2), introduire, dans une série de six tubes colorimétriques (4.1), 3,0 ml de chacune de ces solutions étalons diluées d'acétaldéhyde.

Traiter le contenu de chaque tube, y compris le tube contenant la prise d'essai (5.1), de la façon suivante.

Diluer à 10 ml avec de l'eau et ajouter une quantité suffisante du réactif de Schiff (3.2) pour compléter au trait repère de 14 ml. Boucher les tubes, homogénéiser les solutions (de préférence-simultanément) et laisser reposer sur un support durant 25 min.

5.3 Dosage

Comparer, à la lumière du jour dispersée, la coloration de la solution d'essai avec celles des solutions témoins.

NOTE — Si la coloration de la solution d'essai est plus foncée que celle de la solution témoin plus concentrée, répéter l'essai en employant plus d'échantillon pour laboratoire convenablement dilué avec de l'éthanol (3.1) et en tenir compte dans le calcul des résultats.

6 Expression des résultats

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

$$\frac{m}{\rho}$$

ISO 1388-5:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca53d8dc/iso-1388-5-1981>

ou

m est la masse, en grammes (voir le tableau), d'acétaldéhyde utilisé pour préparer la solution étalon diluée donnant une coloration la plus proche de celle qui s'est développée 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).

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/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca53d8dc/iso-1388-5-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-5:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca53d8dc/iso-1388-5-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-5:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca53d8dc/iso-1388-5-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-5:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42d0373-0c9f-4ccb-a880-5266ca53d8dc/iso-1388-5-1981>