# Norme internationale ISO 1388/7

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

## Éthanol à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 7 : Dosage du méthanol [teneurs de 0,01 à 0,20 % (*V*/*V*)] — Méthode photométrique

*Ethanol for industrial use — Methods of test — Part 7 : Determination of methanol content [methanol contents between* 0,01 *and* 0,20 % *(V/V)] — Photometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

**Première édition — 1981-11-01**

ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b187f9d7-6cc5-42a1-8947-0000da9306aa/iso-1388-7-1981

**CDU 661.722 : 543.42 : 547.261** **Réf. nº : ISO 1388/7-1981 (F)**

**Descripteurs** : produit industriel, éthanol, essai, dosage, méthanol, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 4 pages

ISO 1388/7-1981 (F)

## 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 1388/7 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en février 1980.

ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b187f9d7-6cc5-42a1-8947-0000da9[illegible]1388-7-1981

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

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

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

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.

© Organisation internationale de normalisation, 1981 ●

Imprimé en Suisse

# Éthanol à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 7 : Dosage du méthanol [teneurs de 0,01 à 0,20 % (*V*/*V*)] — Méthode photométrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1388 spécifie une méthode photométrique de dosage du méthanol dans l'éthanol à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en méthanol est comprise entre 0,01 et 0,20 % (*V*/*V*).

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1187f9d7-6ec5-42e1-8947-0000da9306aa/iso-1388-7-1981

## 2 Principe

Transformation du méthanol présent dans une prise d'essai en formaldéhyde par oxydation avec une solution phosphorique de permanganate de potassium. Réaction du formaldéhyde formé avec l'acide chromotropique.

Mesurage photométrique de la coloration violette obtenue à une longueur d'onde aux environs de 570 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 Permanganate de potassium,** solution phosphorique à 30 g/l.

Dissoudre 3 g de permanganate de potassium dans un peu d'eau, ajouter 15,5 ml d'une solution d'acide orthophosphorique, $\varrho$ 1,69 g/ml, compléter le volume à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

**3.2 Disulfite de disodium** (Métabisulfite de sodium $-Na_2S_2O_5$), solution à 100 g/l.

Dissoudre 10 g de métabisulfite de sodium dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

**3.3 Acide dihydroxy-4,5 naphtalène disulfonique-2,7** (Acide chromotropique), solution sulfurique.

**3.3.1 Préparation de la solution**

Dissoudre 0,1 g d'acide chromotropique, ou de son sel disodique, avec 10 ml d'eau. Ajouter, en refroidissant, 90 ml d'une solution d'acide sulfurique, $\varrho$ 1,81 g/ml environ, solution à 90 % (*m*/*m*) environ, et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

Si la solution donne une coloration significative lors du développement de la coloration de la solution de compensation (voir 5.3.1) ou de la solution de l'essai à blanc (5.2), purifier l'acide chromotropique, ou son sel disodique, selon les modalités spécifiées en 3.3.2.

**3.3.2 Purification de l'acide chromotropique**

Dissoudre 10 g environ d'acide chromotropique, ou de son sel disodique, dans 25 ml d'eau. Si l'on utilise le sel disodique, ajouter, en refroidissant, 2 ml d'une solution d'acide sulfurique, $\varrho$ 1,84 g/ml environ, solution à 98 % (*m*/*m*) environ, afin de le transformer en acide libre. Ajouter 50 ml de méthanol, chauffer jusqu'à début d'ébullition et filtrer sur un entonnoir à plaque filtrante en verre fritté de la série P 10*. Ajouter, à la solution, 100 ml de propanol-2 pour précipiter l'acide chromotropique. Recueillir le précipité sur un entonnoir à plaque filtrante en verre fritté de la série P 10* et le laver avec des petites fractions de propanol-2. Laisser sécher d'abord à l'air puis dans un dessiccateur garni d'une solution d'acide sulfurique, $\varrho$ 1,84 g/ml environ, solution à 98 % (*m*/*m*) environ, comme agent déshydratant.

Si, après purification, la solution de l'essai à blanc est encore colorée, rejeter le produit.

**3.4 Méthanol,** solution étalon correspondant à 0,05 % (*V*/*V*) de méthanol.

Introduire 1,00 ml de méthanol absolu dans une fiole jaugée de 250 ml, ajouter une quantité d'éthanol exempt de méthanol correspondant à 99 ml d'éthanol anhydre, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

* Voir ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

Introduire 25,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,000 5 ml de méthanol.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Bain d'eau**, réglable à 70 ± 2 °C.

**4.2 Spectrophotomètre**, ou

**4.3 Électrophotomètre**, muni de filtres assurant un maximum de transmission à une longueur d'onde aux environs de 570 nm.

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Prendre comme prise d'essai un volume ($V_2$) de l'échantillon pour laboratoire correspondant à 5,0 ml d'éthanol anhydre et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Préparer la solution d'essai en complétant au volume avec de l'eau et en homogénéisant.

### 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 un volume d'éthanol exempt de méthanol correspondant à 5,0 ml d'éthanol anhydre.

### 5.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

**5.3.1 Préparation des solutions étalons**, en vue de la préparation des solutions témoins

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de méthanol (3.4) indiqués dans le tableau suivant, compléter au volume avec une solution à 5 % ($V/V$) d'éthanol exempt de méthanol dans l'eau, et homogénéiser.

| Solution étalon de méthanol (3.4) | Volume correspondant de méthanol |
|---|---|
| ml | ml |
| 0* | 0 |
| 1,00 | 0,000 5 |
| 2,50 | 0,001 25 |
| 5,00 | 0,002 5 |
| 10,00 | 0,005 |
| 20,00 | 0,010 |

* 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 six tubes à essais, introduire 2,0 ml de chacune des solutions étalons de méthanol (5.3.1).

**5.3.3 Développement de la coloration**

Ajouter, dans chaque tube, 1,0 ml de la solution de permanganate de potassium (3.1), puis, après 15 min, 0,6 ml de la solution de métabisulfite de sodium (3.2). À ces solutions, qui doivent être incolores, ajouter, en refroidissant avec de la glace, 10,0 ml de la solution d'acide chromotropique (3.3) et chauffer durant 20 min sur le bain d'eau (4.1) réglé à 70 ± 2 °C. Retirer les tubes du bain d'eau et les laisser refroidir.

NOTES

1 Si la coloration de la solution de compensation est plus intense que celle de la solution témoin la plus diluée, purifier l'acide chromotropique, ou son sel disodique, selon les modalités spécifiées en 3.3.2.

2 Établir une nouvelle courbe d'étalonnage chaque fois qu'on utilise un nouveau flacon d'acide chromotropique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1879d7-6ce5-42a1-8947-0000da9306aa/iso-1388-7-1981

**5.3.4 Mesurages photométriques**

Effectuer les mesurages photométriques sur chaque solution témoin (5.3.2) en employant le spectrophotomètre (4.2) réglé à une longueur d'onde aux environs de 570 nm, ou l'électrophotomètre (4.3) muni de filtres appropriés, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à une solution à 5 % ($V/V$) d'éthanol dans l'eau.

**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 volumes, en millilitres, de méthanol contenus dans chaque solution étalon (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**

Prélever 2,0 ml de la solution d'essai (5.1), les introduire dans un tube à essais et les traiter selon les modalités spécifiées en 5.3.3.

**5.4.2 Mesurages photométriques**

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 une solution à 5 % ($V/V$) d'éthanol dans l'eau.

## 6 Expression des résultats

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

La teneur en méthanol, exprimée en pourcentage en volume de méthanol ($CH_3OH$), est donnée par la formule

$$\frac{(V_1 - V_0) \times 100}{V_2}$$

où

$V_0$ est le volume, en millilitres, de méthanol trouvé dans la solution de l'essai à blanc;

$V_1$ est le volume, en millilitres, de méthanol trouvé dans la solution d'essai;

$V_2$ est le volume, en millilitres, de la prise d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b187f9d7-6cc5-42a1-8947-0000da9306aa/iso-1388-7-1981

# 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)
ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b187f9d7-6cc5-42a1-8947-0000da9306aa/iso-1388-7-1981

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b187f9d7-6cc5-42a1-8947-0000da9306aa/iso-1388-7-1981

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-7:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b187f9d7-6cc5-42a1-8947-0000da9306aa/iso-1388-7-1981