
Norme internationale



1388/8

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

**Éthanol à usage industriel — Méthodes d'essai —
Partie 8 : Dosage du méthanol [teneurs de 0,10
à 1,50 % (V/V)] — Méthode colorimétrique visuelle**

Ethanol for industrial use — Methods of test — Part 8 : Determination of methanol content [methanol contents between 0,10 and 1,50 % (V/V)] — Visual colorimetric method

Première édition — 1981-11-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1388-8:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5d1c2f-d090-401a-bbb8-f1d3c0ca3117/iso-1388-8-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5d1c2f-d090-401a-bbb8-f1d3c0ca3117/iso-1388-8-1981>

CDU 661.722 : 543.432 : 547.261

Réf. n° : ISO 1388/8-1981 (F)

Descripteurs : produit industriel, éthanol, essai, dosage, méthanol, 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 1388/8 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en février 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

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.

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

1 Objet et domaine d'application

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

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en méthanol est comprise entre 0,10 et 1,50 % (V/V).

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

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 le réactif de Schiff. Comparaison visuelle de la coloration obtenue avec celles des solutions témoins contenant des quantités connues de formaldéhyde.

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, ρ 1,69 g/ml, compléter le volume à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

3.2 Acide oxalique, solution sulfurique à 50 g/l.

AVERTISSEMENT — Nocif par contact avec la peau et par ingestion. Éviter le contact avec la peau et les yeux.

Dissoudre 5 g d'acide oxalique dans 100 ml d'une solution d'acide sulfurique à 50 % (V/V) préparée en diluant une solution d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, solution à 98 % (m/m) environ, 1 + 1 (V/V) avec de l'eau.

3.3 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.

3.3.1 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 (fuchsine basique) et agiter jusqu'à dissolution. Ajouter $9,6 \pm 0,05$ 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.

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

Prélever 10 ml du réactif (3.3.1) 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 $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$, jusqu'à l'apparition de la coloration bleu intense caractéristique.

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

3.4 Méthanol, solution étalon correspondant à 0,2 % (V/V) de méthanol.

Introduire 2,00 ml de méthanol absolu dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter une quantité d'éthanol exempt de méthanol correspondant à 98 ml d'éthanol anhydre, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,002 ml de méthanol.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Tubes colorimétriques, munis de bouchons rodés en verre, de capacité 20 ml environ.

4.2 Bain d'eau, réglable à 20 ± 1 °C.

5 Mode opératoire

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

Prendre comme prise d'essai un volume (V_1) de l'échantillon pour laboratoire correspondant à 10,0 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. Prélever 5,0 ml de cette solution et les introduire dans l'un des tubes colorimétriques (4.1).

5.2 Préparation des solutions étalons, en vue de la préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq 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 10 % (V/V) d'éthanol exempt de méthanol dans l'eau, et homogénéiser.

Solution étalon de méthanol (3.4)	Volume correspondant de méthanol
ml	ml
5,00	0,010
10,0	0,020
25,0	0,050
50,0	0,100
75,0	0,150

5.3 Préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq tubes colorimétriques (4.1), introduire 5,0 ml de chacune des solutions étalons de méthanol (5.2).

Traiter le contenu de chaque tube, y compris le tube contenant 5,0 ml de la solution d'essai (5.1), de la façon suivante.

Ajouter 2,0 ml de la solution de permanganate de potassium (3.1), mélanger et laisser reposer durant 10 min dans le bain d'eau (4.2) réglé à 20 ± 1 °C. Ajouter ensuite 2,0 ml de la solution d'acide oxalique (3.2) et homogénéiser. À ce stade, les solutions doivent être incolores et exemptes de précipités de manganèse.

Ajouter 5 ml du réactif de Schiff (3.3), homogénéiser et laisser reposer durant 1 h.

5.4 Dosage

Examiner verticalement les tubes et noter la solution témoin de méthanol dont la coloration est la plus proche de celle de la solution d'essai.

NOTE — En cas de doute, choisir la solution témoin dont la concentration est la plus faible.

6 Expression des résultats

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

$$\frac{V_0 \times 100}{V_1}$$

ISO 1388-8:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5d1c2f-d090-401a-bbb8-f1d3c0ca3117/iso-1388-8-1981>

V_0 est le volume, en millilitres, de méthanol contenu dans la solution étalon diluée (voir 5.2) à partir de laquelle on a préparé la solution témoin de coloration la plus proche de celle de la solution d'essai;

V_1 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai.

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/cc5d1c2f-d090-401a-bbb8-f1d3c0ca3117/iso-1388-8-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-8:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5d1c2f-d090-401a-bbb8-f1d3c0ca3117/iso-1388-8-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-8:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5d1c2f-d090-401a-bbb8-f1d3c0ca3117/iso-1388-8-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1388-8:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc5d1c2f-d090-401a-bbb8-f1d3c0ca3117/iso-1388-8-1981>