

---

Norme internationale



1388/9

---

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

---

## Éthanol à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 9 : Dosage des esters — Méthode titrimétrique après saponification

*Ethanol for industrial use — Methods of test — Part 9 : Determination of esters content — Titrimetric method after saponification*

**iTeh STANDARD PREVIEW**

Première édition — 1981-12-01 ([standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai))

[ISO 1388-9:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981>

---

CDU 661.722 : 543.851.1

Réf. n° : ISO 1388/9-1981 (F)

**Descripteurs** : produit industriel, éthanol, essai, dosage, ester, détermination du titre, saponification.

## 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 1388/9 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.

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 9 : Dosage des esters — Méthode titrimétrique après saponification

## 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1388 spécifie une méthode titrimétrique, après saponification, de dosage des esters dans l'éthanol à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en esters, exprimés en acétate d'éthyle, est comprise entre 0,005 et 0,15 % (*m/m*).

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

## 2 Principe

Saponification des esters présents dans une prise d'essai par ébullition avec un excès d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium, et détermination de l'hydroxyde de sodium résiduel et par conséquent de la quantité consommée par la saponification, par titrage avec une solution titrée d'acide chlorhydrique, en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

## 3 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente exempte de dioxyde de carbone, récemment préparée.

### 3.1 Eau, exempte de dioxyde de carbone.

Faire bouillir de l'eau distillée et la laisser refroidir dans un ballon muni d'un bouchon portant un tube de garde rempli de chaux sodée.

**3.2 Hydroxyde de sodium**, solution titrée,  
 $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

**3.3 Acide chlorhydrique**, solution titrée,  
 $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

**3.4 Phénolphthaléine**, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (*V/V*) et amener à coloration rose pâle par addition de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2).

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Fiole conique**, en verre borosilicaté, de capacité 500 ml, à col rodé.

**4.2 Réfrigérant à reflux**, refroidi à l'eau, à joint rodé adaptable à la fiole (4.1).

NOTE — Nettoyer l'appareillage de la façon suivante.

Introduire, dans la fiole (4.1), un mélange formé d'éthanol et de solution d'hydroxyde de sodium (la proportion n'est pas critique), adapter le réfrigérant à reflux et chauffer doucement à reflux durant plusieurs minutes.

Rejeter le mélange, laver soigneusement la fiole et le réfrigérant à l'eau courante et ensuite rincer plusieurs fois à l'eau distillée.

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Prise d'essai

Prélever 50,0 ml de l'échantillon pour laboratoire. Si l'on prévoit une teneur en esters, exprimés en acétate d'éthyle, inférieure à 0,01 % (*m/m*), en prélever  $100 \pm 0,1 \text{ ml}$ .

### 5.2 Dosage

Introduire la prise d'essai (5.1) dans la fiole (4.1) et ajouter 20 ml d'eau et 0,5 ml de la solution de phénolphthaléine (3.4). Neutraliser la solution [habituellement avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.2) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant durant 15 s environ].

Ajouter 10,0 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2). Mettre en place le réfrigérant (4.2) et chauffer durant 1 h sur un bain d'eau bouillante. Fixer un tube de garde rempli de chaux sodée au sommet du réfrigérant et refroidir la fiole dans l'eau. Retirer le tube de garde rempli de chaux sodée, laver deux fois l'intérieur du réfrigérant avec chaque fois 10 ml d'eau, en recueillant les eaux de lavage dans la fiole. Déconnecter la fiole et laver le col rodé avec 10 ml d'eau, en recueillant les eaux de lavage toujours dans la même fiole.

Titrer, avec soin, la solution d'essai avec la solution d'acide chlorhydrique (3.3) jusqu'à disparition de la coloration rose.

### 5.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en utilisant la solution neutre provenant du dosage (5.2) et en suivant le mode opératoire spécifié en 5.2, 2<sup>e</sup> et 3<sup>e</sup> alinéas.

## 6 Expression des résultats

La teneur en esters, exprimée en pourcentage en masse d'acétate d'éthyle ( $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ ), est donnée par la formule

$$\frac{0,008\ 8 \times (V_2 - V_1) \times 100}{V_0 \rho}$$
$$= \frac{0,88 \times (V_2 - V_1)}{V_0 \rho}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (5.1);

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (3.3), utilisé pour le dosage;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (3.3), utilisé pour l'essai à blanc;

$\rho$  est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon à 20 °C (voir ISO 1388/1, chapitre 4);

0,008 8 est la masse, en grammes, d'esters, exprimés en acétate d'éthyle, correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,100$  mol/l.

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 1388-9:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981>

## 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 1388-9:1981  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 1388-9:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 1388-9:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 1388-9:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd96a4ab-860f-492b-9c54-b7cc2afc3649/iso-1388-9-1981>