
NORME INTERNATIONALE



1389 / V

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

**Anhydride phtalique à usage industriel — Méthodes d'essai —
Partie V : Détermination de l'acidité libre — Méthode
potentiométrique**

*Phthalic anhydride for industrial use — Methods of test —
Part V : Determination of free acidity — Potentiometric method*

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-02-15

[ISO 1389-5:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01b8a00f-016f-4180-9211-c1c30bfb90e/iso-1389-5-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01b8a00f-016f-4180-9211-c1c30bfb90e/iso-1389-5-1977>

CDU 661.73 : 620.1 : 543.8

Réf. n° : ISO 1389/V-1977 (F)

Descripteurs : anhydride phtalique, essai, analyse chimique, détermination, coloration, point de cristallisation, acidité, anhydride phtalique, anhydride maléique, cendre, impureté, fer, naphthoquinone.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1389-1970 peut, du point de vue technique, être transformée. Toutefois, le comité technique a divisé la recommandation en onze parties (ISO 1389, parties I à XI), qui remplacent donc la Recommandation ISO/R 1389-1970, à laquelle elles sont techniquement identiques.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1389.

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Iran	Suisse
Brésil	Irlande	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Italie	Thaïlande
Cuba	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
Espagne	Portugal	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Les comités membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

France
Pays-Bas

Anhydride phtalique à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie V : Détermination de l'acidité libre — Méthode potentiométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 1389 spécifie une méthode potentiométrique de détermination de l'acidité libre de l'anhydride phtalique à usage industriel.

Le présent document devra être lu conjointement avec la partie I (voir l'annexe).

2 PRINCIPE

Titration potentiométrique de l'acidité libre d'une prise d'essai avec une solution titrée de triéthylamine dans la butanone anhydre.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acétone.

3.2 Acide phtalique [$1,2-(\text{COOH})_2\text{C}_6\text{H}_4$].

3.3 Triéthylamine [$(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N}$], exempte d'amines primaires et secondaires, solution titrée 0,1 N dans la méthyléthylcétone (butanone) ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_3$), préalablement étalonnée avec l'acide phtalique (3.2), suivant le mode opératoire spécifié dans le chapitre 5.

NOTE — De la butanone de qualité satisfaisante peut être obtenue par traitement avec du chlorure de calcium anhydre, décantation et distillation.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Microburette, de capacité 10 ml, graduée en 0,02 ml ou en divisions plus petites.

4.2 pH-mètre, muni d'une électrode de mesurage en verre et d'une électrode de référence au calomel.

Remplacer la solution aqueuse de chlorure de potassium de l'électrode au calomel par une solution méthanolique saturée de chlorure de potassium. L'électrode au calomel sera de préférence du type à manchon muni d'un joint rodé.

4.3 Agitateur électromagnétique.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Peser, à 0,01 g près, une quantité de l'échantillon pour essai ne dépassant pas 10 g et ne contenant pas de 0,150 g d'acide phtalique. Transférer cette prise d'essai dans un bécher sec de 150 ml et dissoudre dans 75 ml de l'acétone (3.1).

5.2 Plonger les électrodes en verre et au calomel dans la solution, agiter au moyen de l'agitateur électromagnétique (4.3), couvrir le bécher pour réduire l'évaporation et titrer potentiométriquement avec la solution de triéthylamine (3.3) placée dans la microburette (4.1). À l'approche du point d'équivalence, ajouter la solution de triéthylamine par fractions de 0,02 ml et lire, après chaque ajout, la valeur du potentiel correspondant.

5.3 Si la prise d'essai contient moins de 0,008 g d'acide phtalique, les incréments Δ_1 , Δ_0 et Δ_2 du potentiel coïncideront avec l'importante variation de potentiel du début du titrage. En conséquence, si le volume de la solution de triéthylamine utilisé est inférieur à 0,5 ml, ajouter 0,010 g au moins de l'acide phtalique (3.2) et recommencer la détermination.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1 Calculer les incréments de potentiel correspondant à chaque ajout de 0,02 ml de la solution de triéthylamine (3.3). Soit Δ_1 , Δ_0 et Δ_2 les trois incréments les plus importants, Δ_0 étant le plus grand, Δ_1 celui qui précède Δ_0 et Δ_2 celui qui suit Δ_0 .

Calculer le volume, V_1 , en millilitres, de la solution de triéthylamine à l'aide de la formule

$$V_1 = V_0 + \frac{0,02 \times (\Delta_0 - \Delta_1)}{2\Delta_0 - (\Delta_1 + \Delta_2)}$$

où V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de triéthylamine (3.3) ajouté pour obtenir le potentiel séparant Δ_0 et Δ_1 .

NOTE — Ce calcul du volume de la solution de triéthylamine n'est pas exact. Les différences entre les valeurs théoriques et les valeurs obtenues de cette façon sont cependant négligeables, car seulement de très petites quantités de réactif titrant sont ajoutées à l'approche du point d'équivalence. Pour des raisons de simplicité, ce mode de calcul a été préféré.

6.2 L'acidité libre, A , exprimée en pourcentage en masse d'acide phtalique [1,2-(COOH)₂C₆H₄], est donnée par la formule

$$A = \frac{(16,6 \times V_1) - m_1}{m_0 \times 10}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 5.1);

m_1 est la masse, en milligrammes, de l'acide phtalique (3.2) éventuellement ajouté (voir 5.3);

V_1 a la même signification qu'en 6.1.

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'ANHYDRIDE PHTALIQUE À USAGE INDUSTRIEL

ISO 1389/I – Généralités.

ISO 1389/II – Mesurage de la coloration du produit fondu.

ISO 1389/III – Mesurage de la stabilité de la coloration.

ISO 1389/IV – Mesurage de la coloration après traitement à l'acide sulfurique.

ISO 1389/V – Détermination de l'acidité libre – Méthode potentiométrique.

ISO 1389/VI – Détermination de la teneur en anhydride phtalique – Méthode titrimétrique.

ISO 1389/VII – Dosage de l'anhydride maléique – Méthode polarographique.

ISO 1389/VIII – Détermination des cendres.

ISO 1389/IX – Détermination des matières oxydables à froid par le permanganate de potassium – Méthode iodométrique.

ISO 1389/X – Dosage de la naphtaquinone-1,4 – Méthode colorimétrique.

ISO 1389/XI – Dosage du fer – Méthode photométrique au bipyridyle-2,2'.