
NORME INTERNATIONALE



1389 / VII

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

**Anhydride phtalique à usage industriel — Méthodes d'essai —
Partie VII : Dosage de l'anhydride maléique — Méthode
polarographique**

*Phthalic anhydride for industrial use — Methods of test —
Part VII : Determination of maleic anhydride content — Polarographic method*

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-02-15

ISO 1389-7:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f24535f-2bdb-4da9-b18d-3aa85d55be42/iso-1389-7-1977>



CDU 661.73 : 620.1 : 543.8

Réf. n° : ISO 1389/VII-1977 (F)

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

Prix basé sur 3 pages

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 VII : Dosage de l'anhydride maléique — Méthode polarographique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 1389 spécifie une méthode polarographique de dosage de l'anhydride maléique dans l'anhydride phtalique à usage industriel.

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

Introduire, dans une fiole jaugée de 100 ml, 10,0 ml de la solution acétonique étalon d'anhydride maléique (3.5), compléter au volume avec de l'acétone (3.1) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,020 mg d'anhydride maléique.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

2 PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai par l'acétone. Élimination de la naphtoquinone-1,4 présente dans la solution par extraction au benzène. Mesurage polarographique de la solution aqueuse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1389-7:1977
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/724535f2bdh-4da9-b18d-3aa85d55be42/iso-1389-7-1977>

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 Benzène.

3.3 Azote, exempt d'oxygène.

3.4 Acide chlorhydrique, solution 0,2 N environ.

3.5 Anhydride maléique, solution acétonique étalon correspondant à 0,200 g d'anhydride maléique par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, 0,020 0 g d'anhydride maléique ($C_4H_2O_3$), le dissoudre dans de l'acétone (3.1), compléter à 100 ml en fiole jaugée avec la même acétone et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,200 mg d'anhydride maléique.

3.6 Anhydride maléique, solution acétonique étalon correspondant à 0,020 g d'anhydride maléique par litre.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Polarographe.

4.2 Ampoule à décanter, de capacité 300 ml.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

5.1.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de sept béchers de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon d'anhydride maléique (3.5) indiqués dans le tableau 1.

TABLEAU 1

Solution étalon d'anhydride maléique (3.5)	Masse correspondante d'anhydride maléique
ml	mg
3,0	0,600
5,0	1,000
7,0	1,400
10,0	2,000
12,0	2,400
15,0	3,000
20,0	4,000

Dans une seconde série de cinq béchers de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon d'anhydride maléique (3.6) indiqués dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Solution étalon d'anhydride maléique (3.6)	Masse correspondante d'anhydride maléique
ml	mg
1,0	0,020
2,0	0,040
5,0	0,100
10,0	0,200
20,0	0,400

Traiter le contenu de chacun des douze béchers de la façon suivante :

Diluer à 20 ml environ avec de l'acétone (3.1), ajouter 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et évaporer sur bain d'eau bouillante jusqu'à réduction du volume à 25 ml environ.

Après refroidissement, filtrer sur papier filtre et laver celui-ci avec 20 ml environ d'eau, en recueillant le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.1.2 Mesures polarographiques

Transvaser dans une cellule du polarographe (4.1) et balayer par un courant lent de l'azote (3.3) durant 10 à 15 min, afin d'éliminer tout l'oxygène. Tracer le polarogramme de chacune des solutions témoins (5.1.1) pour des potentiels allant de -0,4 à -0,8 V. Lire la valeur de l'intensité moyenne du courant de diffusion pour chaque solution témoin.

5.1.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les valeurs, exprimées en milligrammes, des quantités d'anhydride maléique contenues dans 100 ml de solution témoin (5.1.1) et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des intensités moyennes du courant de diffusion mesurées.

5.2 Dosage

5.2.1 Prise d'essai

Dans une fiole conique de 200 ml, peser, à 0,001 g près, 0,5 g environ de l'échantillon pour essai.

5.2.2 Préparation de la solution d'essai

Dans la fiole conique contenant la prise d'essai (5.2.1), ajouter 20 ml de l'acétone (3.1). Après dissolution de la prise d'essai, ajouter 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et évaporer sur bain d'eau bouillante jusqu'à réduction du volume à 25 ml environ.

Après refroidissement, filtrer sur papier filtre et laver celui-ci avec 20 ml environ d'eau. Transvaser quantitativement le filtrat et les eaux de lavage dans l'ampoule à décanter (4.2) et extraire deux fois avec des fractions de 25 ml du benzène (3.2), afin d'éliminer la naphtaquinone-1,4. Soutirer la couche aqueuse en la recueillant dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.2.3 Mesure polarographique

Effectuer le mesurage polarographique de la solution d'essai selon les modalités spécifiées en 5.1.2.

NOTE — La température et la vitesse de chute des gouttes de mercure doivent être les mêmes que celles adoptées pour l'établissement de la courbe d'étalonnage.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (5.1.3), déterminer la masse d'anhydride maléique correspondant à la valeur de l'intensité moyenne du courant de diffusion pour la solution d'essai.

La teneur en anhydride maléique (C₄H₂O₃), *B*, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$B = \frac{100 m_1}{1\ 000 m_0} = \frac{m_1}{10 m_0}$$

où

*m*₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.2.1);

*m*₁ est la masse, en milligrammes, d'anhydride maléique trouvée dans la solution d'essai (5.2.2).

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'.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1389-7:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f24535f-2bdb-4da9-b18d-3aa85d55be42/iso-1389-7-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f24535f-2bdb-4da9-b18d-3aa85d55be42/iso-1389-7-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1389-7:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f24535f-2bdb-4da9-b18d-3aa85d55be42/iso-1389-7-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1389-7:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f24535f-2bdb-4da9-b18d-3aa85d55be42/iso-1389-7-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1389-7:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f24535f-2bdb-4da9-b18d-3aa85d55be42/iso-1389-7-1977>