
NORME INTERNATIONALE 1904

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

Phénol liquéfié à usage industriel — Dosage du phénol et de ses homologues — Méthode par bromuration

Première édition — 1972-03-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1904:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e83531a-58a5-4e07-bff9-347f5d19b9a/iso-1904-1972>

CDU 661 : 547.562

Réf. N° : ISO 1904-1972 (F)

Descripteurs : analyse chimique, dosage, hydrobenzène, phénol.

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 1904 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en avril 1970 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	ISO 1904:1972
Allemagne	Hongrie	Pologne
Australie	Inde	Portugal
Belgique	Israël	Roumanie
Chili	Italie	Suisse
Egypte, Rép. arabe d'	Japon	Tchécoslovaquie
Espagne	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
France	Pays-Bas	Turquie
		U.R.S.S.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Phénol liquéfié à usage industriel – Dosage du phénol et de ses homologues – Méthode par bromuration

AVERTISSEMENT. Les phénols brûlent la peau et peuvent être absorbés à travers la peau. Il est essentiel, pour l'échantillonneur, de porter des gants de protection, par exemple en polychlorure de vinyle, ainsi qu'un masque. L'inhalation de vapeurs provenant du produit chauffé doit être évitée.

Les phénols étant extrêmement hygroscopiques, toutes précautions doivent être prises pour éviter une contamination par l'humidité atmosphérique ou autre.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale décrit une méthode de détermination par bromuration de la teneur en phénol et de ses homologues dans les phénols liquéfiés à usage industriel. La méthode n'est pas spécifique du phénol mais détermine la quantité totale de produits pouvant être bromurés dans les conditions de l'essai.

La méthode, telle qu'elle est décrite, est applicable aux mélanges d'environ 80 % de phénol à usage industriel et 20 % d'eau (V/V) (couramment appelés « phénols liquéfiés »). Elle peut être appliquée à n'importe quel mélange de phénol dans l'eau, en l'adaptant de manière convenable.

2 ECHANTILLONNAGE

Appliquer les modalités décrites dans ISO ...¹⁾. Toutefois, les modalités indiquées ci-après devront être respectées.

Introduire l'échantillon pour laboratoire, représentatif du produit prélevé sur l'échantillon global, dans un flacon en verre de coloration sombre, à bouchon rodé, propre et sec, de contenance telle qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon. S'il est nécessaire de sceller ce flacon, prendre soin d'éviter tout risque de contamination de son contenu.

3 PRINCIPE

Réaction entre le phénol et du brome provenant d'une quantité mesurée d'une solution titrée de bromure/bromate avec formation de tribromophénol suivie d'une détermination iodométrique de l'excès de brome, en utilisant une solution titrée de thiosulfate de sodium.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Chloroforme, ρ 1,49 g/ml environ.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml solution à 38 % (m/m) environ.

4.3 Iodure de potassium, solution à 150 g/l.

4.4 Bromure/bromate de potassium, solution titrée 0,1 N. Dissoudre, dans un bécher de capacité convenable, 10 g de bromure de potassium et 2,784 g de bromate de potassium, puis transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

4.5 Thiosulfate de sodium, solution titrée 0,1 N

4.6 Indicateur. Employer en alternative :

4.6.1 Empois d'amidon, solution à 5 g/l, fraîchement préparée, ou

4.6.2 Glycocolate de sodium, solution à 5 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Flacon à iode, capacité 500 ml, comme représenté sur la Figure.

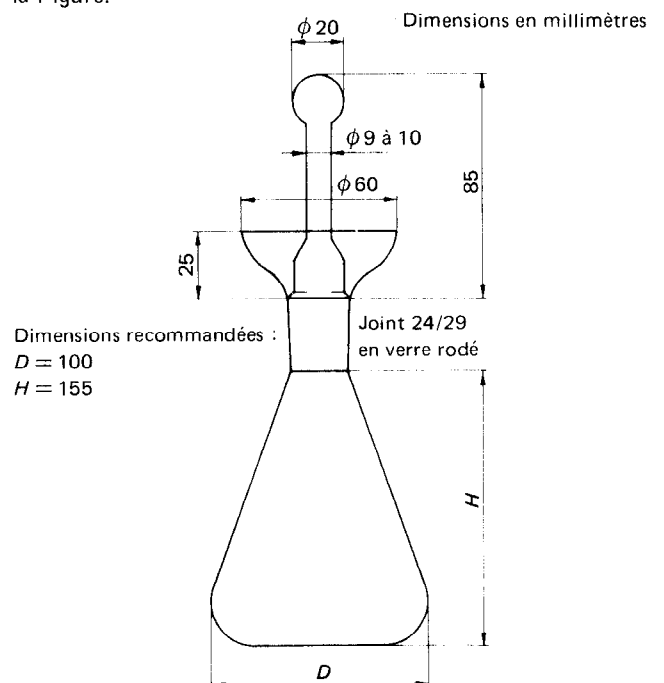


FIGURE – Flacon à iode de 500 ml (5.1)

1) L'échantillonnage des produits chimiques fera l'objet d'une Norme Internationale ultérieure.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, à l'aide d'une pipette à peser, environ 2,5 g de l'échantillon pour laboratoire et les placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

6.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc des réactifs, de la manière suivante : Introduire 50,0 ml de la solution de bromure/bromate de potassium (4.4) dans le flacon à iode (5.1). Ajouter 15 ml de la solution d'iodure de potassium (4.3), 10 ml de chloroforme (4.1), puis 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Boucher immédiatement et agiter énergiquement. Titrer l'iode libéré à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium (4.5) jusqu'à ce que le contenu du flacon devienne faiblement jaune, ajouter quelques gouttes de la solution de l'indicateur (4.6.1 ou 4.6.2) et continuer le titrage jusqu'à ce que les dernières traces de la coloration bleue aient disparu.

6.3 Préparation de la solution d'essai et dosage

Diluer la prise d'essai (6.1) dans la fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Prélever 25,0 ml de cette solution et les introduire dans le flacon à iode (5.1). Ajouter 50,0 ml de la solution bromure/bromate de potassium (4.4), puis 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2). Boucher immédiatement le flacon et rendre étanche la fermeture en faisant écouler un peu de la solution d'iodure de potassium (4.3) dans l'espace annulaire compris entre le bouchon et le col en forme d'entonnoir du flacon. Mélanger le contenu du flacon en agitant de temps en temps, pendant 30 min, puis laisser reposer pendant les 15 min suivantes.

Ajouter, par petites portions, au contenu du flacon, 20 ml de la solution d'iodure de potassium (4.3) en les versant dans l'espace autour du col et en soulevant le bouchon avec précaution.

Agiter énergiquement le flacon et titrer le contenu au moyen de la solution de thiosulfate de sodium (4.5) jusqu'à ce qu'une faible coloration jaune subsiste. Ajouter 10 ml de chloroforme (4.1) pour dissoudre la masse du précipité de bromophénol, lequel est susceptible, sans cela, d'absorber de l'iode, puis ajouter quelques gouttes de la solution de l'indicateur (4.6.1 ou 4.6.2).

Continuer le titrage et l'agitation jusqu'à ce que les dernières traces de la coloration bleue aient disparu.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en phénol, exprimée en phénol, est donnée, en pourcentage en masse, par la formule :

$$\frac{156,8 (V_1 - V_2)}{25 m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.5) utilisée pour l'essai à blanc;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.5) utilisée pour le dosage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- la référence de la méthode employée;
- les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou toutes opérations facultatives.

ANNEXE

Ce document fait partie d'une série décrivant des méthodes d'essais pour le phénol, les crésols, l'acide crésilique et les xylénols à usage industriel.

La liste complète des documents déjà préparés, ou en cours de préparation, est la suivante :

PHÉNOL, o-CRÉSOL, m-CRÉSOL, p-CRÉSOL, ACIDE CRÉSILIQUE, XYLÉNOLS

- ISO/R 1897, *Dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer.*
 ISO/R 1898, *Dosage de l'eau par la méthode de Dean et Stark.*
 ISO/R 1899, *Dosage des huiles neutres et des bases pyridinées.*

PHÉNOL, o-CRÉSOL, m-CRÉSOL, p-CRÉSOL

- ISO/R 1900, *Détermination du résidu à l'évaporation.*
 ISO/R 1901, *Détermination du point de cristallisation.*
 ISO 2208, *Détermination du point de cristallisation après séchage à l'aide d'un tamis moléculaire.¹⁾*
 ISO/R 1902, *Essai de contrôle de la teneur en impuretés insolubles dans une solution d'hydroxyde de sodium – Essai visuel.*
 ISO 2273, *Dosage, après combustion, du soufre total (méthode conductimétrique) et du chlore (méthode potentiométrique ou spectrophotométrique).¹⁾*

iTeh STANDARD PREVIEW**PHÉNOL LIQUÉFIÉ, m-CRÉSOL, ACIDE CRÉSILIQUE, XYLÉNOLS**

- ISO/R 1903, *Détermination de la masse volumique à 20 ° C.*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e83531a-58a5-4e07-bff9-3475d1912e4a/iso-1904-1972>

PHÉNOL LIQUÉFIÉ

- ISO 1904, *Dosage du phénol et de ses homologues. Méthode par bromuration.*

PHÉNOL

- ISO/R 1905, *Essai de contrôle de la teneur en impuretés insolubles dans l'eau – Essai visuel.*

ACIDE CRÉSILIQUE ET XYLÉNOLS

- ISO/R 1906, *Détermination des caractéristiques de distillation.*
 ISO/R 1907, *Détermination du résidu de distillation.*
 ISO/R 1908, *Contrôle de l'absence de sulfure d'hydrogène.*
 ISO/R 1909, *Mesure de la coloration.*
 ISO/R 1910, *Détermination de la teneur en o-crésol.*

ACIDE CRÉSILIQUE

- ISO/R 1911, *Détermination de la teneur en m-crésol.*

NOTE – Un échantillon pour laboratoire d'au moins 500 ml (pour phénol et crésols) ou de 1 000 ml (pour acide crésilique et xylénols) est nécessaire pour exécuter l'ensemble des essais décrits dans les documents mentionnés.

1) Actuellement au stade de Projet.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1904:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e83531a-58a5-4e07-bff9-347f5d19b9a/iso-1904-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1904:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e83531a-58a5-4e07-bff9-347f5d19b9a/iso-1904-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1904:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e83531a-58a5-4e07-bff9-347f5d19b9a/iso-1904-1972>