
NORME INTERNATIONALE



2228

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

Solutions de formaldéhyde à usage industriel — Dosage du méthanol

Première édition — 1972-12-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2228:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ba03b4-7f35-47fd-bb7c-62a49e33662f/iso-2228-1972)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ba03b4-7f35-47fd-bb7c-62a49e33662f/iso-2228-1972>

CDU 661.727.1 : 542.61 : 547.261

Réf. N° : ISO 2228-1972 (F)

Descripteurs : formaldéhyde, analyse chimique, dosage, analyse volumétrique, méthanol.

Prix basé sur 3 pages

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 2228 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en juillet 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

[ISO 2228:1972](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Irlande	Royaume-Uni
Allemagne	Israël	Suède
Autriche	Italie	Suisse
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
France	Pays-Bas	Turquie
Hongrie	Roumanie	U.R.S.S.

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Belgique
U.S.A.

Solutions de formaldéhyde à usage industriel — Dosage du méthanol

AVERTISSEMENT

Le formaldéhyde est toxique. Il est donc nécessaire d'éviter de respirer ses vapeurs pendant les opérations d'échantillonnage et pendant l'exécution des essais.

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage du méthanol dans les solutions de formaldéhyde à usage industriel.

NOTE — Les résultats obtenus par cette méthode comprendront aussi le méthanol libéré des formes combinées, par exemple par saponification du formiate de méthyle présent. Toutefois, ces formes combinées ne sont pas normalement présentes en quantités suffisamment élevées pour affecter les résultats du dosage.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux teneurs en méthanol supérieure à 0,2 %, des erreurs significatives pouvant survenir si la teneur en méthanol est inférieure à cette valeur.

3 PRINCIPE

Estérification du méthanol présent par l'acide formique en utilisant comme catalyseur de l'acide sulfurique. Distillation du formiate de méthyle, réception de celui-ci dans une solution d'hydroxyde de sodium, et titrage en retour de l'excès d'hydroxyde de sodium par une solution titrée d'acide sulfurique, en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, fraîchement bouillie et refroidie, neutre à la phénolphtaléine.

4.1 Acide formique, solution à 80 % (*m/m*).

4.2 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, solution à 96 % (*m/m*) environ, dilué à 1 + 3 en volume.

4.3 Acétone, neutre, pure.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution N environ.

4.5 Acide sulfurique, solution titrée N.

4.6 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et ajouter une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N environ, jusqu'à coloration rose pâle.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et appareil (voir Figure) en verre borosilicaté, à joints rodés, comprenant :

5.1 Ballon, de 100 ml de capacité.

5.2 Colonne type Vigreux, de 400 mm de partie active et 20 mm de diamètre intérieur, enveloppée à sa partie supérieure et sur 300 mm, par un manchon de 30 mm de diamètre intérieur, dont l'extrémité supérieure est ouverte à l'atmosphère et l'extrémité inférieure est soudée à la colonne, cette dernière étant munie, à sa partie supérieure, d'une tubulure latérale reliée à un réfrigérant.

5.3 Thermomètre, couvrant l'intervalle de 0 à 100 °C et gradué en 0,5 °C.

5.4 Allonge spéciale, permettant de recueillir, sans perte à l'atmosphère, l'ester distillé.

5.5 Fiole conique, de 200 ml de capacité.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Appliquer les modalités décrites en 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, à bouchon en verre rodé, étanche à l'air, 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.

1) L'échantillonnage à partir de lots de fourniture fera l'objet d'une Norme Internationale ultérieure.

Du fait de la polymérisation, le paraformaldéhyde tendra à déposer et ceci se manifestera plus rapidement si la température descend au-dessous de 25 °C. En conséquence, le produit doit être échantillonné aussitôt que possible, après la réception.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, une masse d'environ 6 g dans le cas de solutions de formaldéhyde à 40 %, contenant 8 % de méthanol.

Dans le cas de solutions formaldéhyde contenant moins de 8 % de méthanol, augmenter la masse de la prise d'essai jusqu'à 50 g, de façon à utiliser au moins 20 ml de solution d'acide sulfurique N, lors du titrage en retour.

7.2 Dosage

A l'aide de pipettes, introduire dans le ballon de distillation (5.1), 20 ml de la solution d'acide formique (4.1), 5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2) et 10 ml d'acétone (4.3). Refroidir jusqu'à température ambiante, puis introduire la prise d'essai (7.1).

Ajuster le ballon (5.1) à la colonne (5.2). Remplir le manchon entourant cette colonne d'eau à la température ambiante, de manière à régulariser la vitesse de distillation, et permettre la séparation du formiate de méthyle formé. L'eau à l'intérieur du manchon n'est pas renouvelée ni refroidie au cours de l'essai. Fixer le thermomètre (5.3) au sommet de la colonne de Vigreux (5.2), et mettre en place l'allonge (5.4), dont le tube de dégagement à l'atmosphère est partiellement rempli par 3 ml d'eau.

Introduire 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) dans la fiole conique (5.5) et placer celle-ci sous l'allonge (5.4), de manière que l'extrémité de cette dernière plonge dans le liquide.

Chauffer doucement sous le ballon (5.1) le formiate de méthyle produit se séparant lentement dans la colonne (5.2).

Lorsque la distillation du formiate est terminée (ce qui prend environ 45 min), fermer le robinet de l'allonge et continuer à chauffer progressivement jusqu'à ce que 5 ml d'acétone (mesurés dans l'allonge) soient distillés, vers 56 °C environ, de façon que les vapeurs d'acétone entraînent toute trace de formiate de méthyle qui pourrait subsister dans l'appareillage.

Ouvrir le robinet de l'allonge et rincer le réfrigérant (5.2), puis l'allonge entière (5.4) avec de l'eau; ne pas rincer la colonne. Ajouter les eaux de rinçage à la solution d'hydroxyde de sodium dans la fiole conique (5.5) et boucher immédiatement cette dernière. Agiter le contenu de la fiole conique et, après une attente d'au moins 20 min, titrer en retour par la solution titrée d'acide sulfurique (4.5) en présence de la solution de phénolphthaléine (4.6).

7.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en utilisant exactement le même procédé (y compris les conditions de distillation et de rinçage), avec les mêmes quantités de réactifs, mais en remplaçant la prise d'essai par de l'eau.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$\frac{3,2 \times (V_1 - V_2)}{m}$$

ou

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide sulfurique (4.5) utilisé pour le titrage de l'essai à blanc;

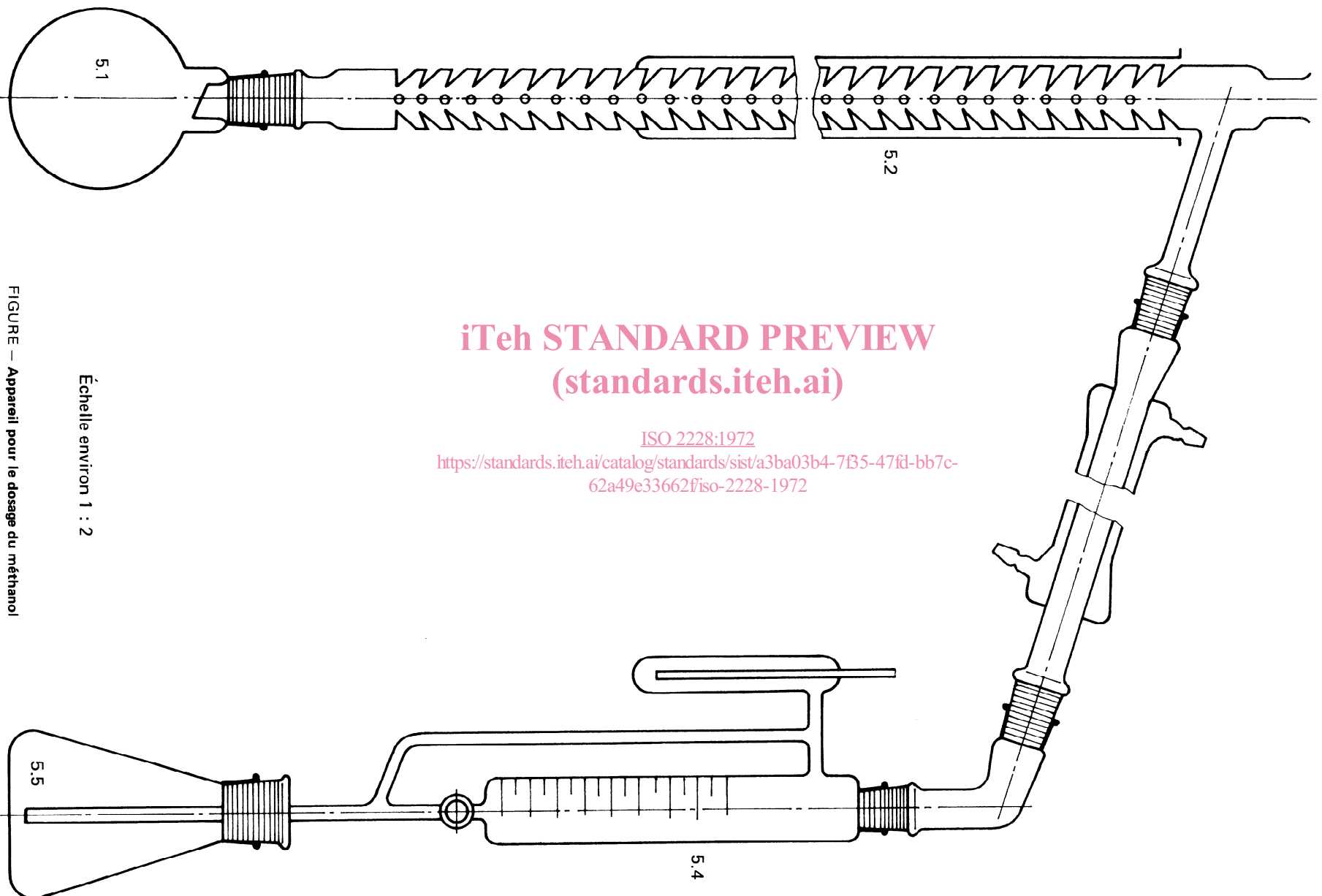
V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide sulfurique (4.5) utilisé pour le dosage;

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

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2228:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ba03b4-7f35-47fd-bb7c-62a49e33662f/iso-2228-1972>

Échelle environ 1 : 2

FIGURE – Appareil pour le dosage du méthanol

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2228:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ba03b4-7f35-47fd-bb7c-62a49e33662f/iso-2228-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2228:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ba03b4-7f35-47fd-bb7c-62a49e33662f/iso-2228-1972>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2228:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ba03b4-7f35-47fd-bb7c-62a49e33662f/iso-2228-1972>