
NORME INTERNATIONALE



3362

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

Chlorure de benzyle à usage industriel — Méthodes d'essai

Benzyl chloride for industrial use — Methods of test

Première édition — 1976-04-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3362:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46b1e7c3-bbaa-4ee8-8070-d4e45eab4d7e/iso-3362-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46b1e7c3-bbaa-4ee8-8070-d4e45eab4d7e/iso-3362-1976>

CDU 661.723-13 : 620.1

Réf. n° : ISO 3362-1976 (F)

Descripteurs : chlorure de benzyle, essai, analyse chimique.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3362 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en janvier 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Allemagne	Inde	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Chlorure de benzyle à usage industriel – Méthodes d'essai

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les méthodes d'essai du chlorure de benzyle à usage industriel.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 758, *Méthode de détermination de la masse volumique des liquides à 20 °C.*

ISO/R 1392, *Détermination du point de cristallisation – Méthode générale.*

ISO 2209, *Hydrocarbures halogénés liquides à usage industriel – Échantillonnage.*

ISO 2718, *Plan normalisé de méthode d'analyse chimique par chromatographie en phase gazeuse.*

3 CARACTÉRISTIQUES DU PRODUIT

3.1 AVERTISSEMENT. Le chlorure de benzyle est un produit lacrymogène : des précautions appropriées devront donc être prises pendant toute la durée des opérations.

3.2 Composants

Les principales impuretés sont le chlorure de benzyldène, le benzaldéhyde et les chlorotoluènes. Les échantillons peuvent aussi contenir du toluène, du 2,4-dichlorotoluène et des composants inconnus.

4 ÉCHANTILLONNAGE

Pour la préparation de l'échantillon pour laboratoire, suivre la méthode spécifiée dans l'ISO 2209, mais n'utiliser qu'un appareillage en verre ou en nickel.

NOTE – Le chlorure de benzyle se décompose par chauffage en présence de fer, même à l'état de traces.

5 DÉTERMINATION DU POINT DE CRISTALLISATION

Déterminer le point de cristallisation de l'échantillon non séché en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO/R 1392 et en utilisant un thermomètre de précision garantie, présentant les caractéristiques suivantes :

- Gradué à intervalles de 0,1 °C

- Précision : 0,1 °C

- Échelle : – 50 °C à 0 °C ou toute autre échelle convenable

- Liquide de remplissage : alliage eutectique mercure-thallium

6 DÉTERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO/R 758.

7 ANALYSE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

7.1 Principe

Dosage du chlorure de benzyle et des impuretés, notamment : chlorure de benzyldène, benzaldéhyde, toluène, chlorotoluènes, etc., par chromatographie en phase gazeuse. (Considérer ISO 2718.)

Dans les conditions décrites, le benzaldéhyde est probablement élué en même temps que des composants non connus.

7.2 Produits nécessaires

7.2.1 Gaz vecteur

Hélium, séché avant emploi par passage à travers un tamis moléculaire fraîchement régénéré.

7.2.2 Substances de référence

7.2.2.1 Chlorure de benzyle

7.2.2.2 Chlorure de benzyldène

7.2.2.3 Benzaldéhyde

7.2.2.4 *o*- et *p*-Chlorotoluène

7.2.2.5 Toluène

7.2.2.6 2,4-Dichlorotoluène

7.3 Appareillage

7.3.1 Type

Tout chromatographe pour chromatographie en phase gazeuse, disponible dans le commerce, équipé d'une cellule de conductivité thermique (catharomètre).

7.3.2 Dispositif d'injection

Tout dispositif d'injection chauffable, dont les appareils du commerce sont généralement pourvus.

7.3.3 Colonne

7.3.3.1 Tube en verre, de 2 m de longueur, ayant un diamètre intérieur de 4,5 mm environ. La forme et le diamètre extérieur peuvent être quelconques.

7.3.3.2 Remplissage

7.3.3.2.1 Support, terre à diatomées calcinée¹⁾ lavée à l'acide; granulométrie : 180 à 250 μm ; surface 1 à 3,5 m^2/g ; volume des pores : 2,78 cm^3/g ; masse volumique : 2,20 g/cm^3 ; masse volumique après tassement : 0,3 à 0,4 g/cm^3 .

7.3.3.2.2 Phase stationnaire, comprenant une partie organique, constituée par un mélange d'éthers méthylphényl polymérisés et d'hydrocarbures d'une masse molaire allant jusqu'à 15 000²⁾ et une partie minérale constituée par de l'acide ortho-phosphorique.

La colonne est remplie avec un mélange comportant 20 % (m/m) de partie organique²⁾ de la phase stationnaire, 2 % (m/m) environ d'acide ortho-phosphorique et 78 % (m/m) environ de support (7.3.3.2.1). Ce mélange est préparé comme suit :

Dissoudre, dans une capsule en porcelaine, 1 g d'acide ortho-phosphorique concentré (ρ 1,7 g/ml environ) dans 200 ml de méthanol, ajouter 40 g du support (7.3.3.2.1) et bien agiter. Faire évaporer le méthanol sur un bain d'eau à 80 °C, en agitant constamment (opérer sous une hotte).

Dissoudre ensuite, dans une capsule en porcelaine, 10 g de partie organique²⁾ dans 200 ml de toluène, ajouter le support chargé d'acide ortho-phosphorique et bien agiter. Faire évaporer le toluène sur un bain d'eau à 95 °C, en agitant constamment (opérer sous une hotte).

7.3.3.2.3 Masse du matériau de remplissage : 8 g environ sont nécessaires pour remplir le tube (7.3.3.1).

7.3.4 Détecteur, consistant en une cellule de conductivité thermique (catharomètre) avec électrodes de platine, ou autre matériau convenable, scellées dans du verre.

7.3.5 Enregistreur, couvrant l'échelle : 1 à 2,5 mV, avec ou sans dispositif intégrateur approprié.

7.4 Mode opératoire

7.4.1 Réglage de l'appareil

- température de l'injecteur : 160 °C;
- température de la colonne : 130 \pm 5 °C;
- débit du gaz vecteur : 90 cm^3/min environ, avec une pression intérieure de 170 kPa^* ;
- température du détecteur : 130 \pm 5 °C;
- vitesse de déroulement de la bande de l'enregistreur : 10 mm/min .

7.4.2 Étalonnage

Utiliser la méthode par normalisation interne.

Pour la détermination des impuretés dans le chlorure de benzyle à usage industriel, le facteur de correction (K_i , voir 7.5) peut être pris égal à 1.

7.4.3 Essai

7.4.3.1 Injecter, à l'aide d'une seringue de 0,010 ml de capacité, un volume d'échantillon pour essai égal à 0,002 5 ml.

7.4.3.2 Effectuer la chromatographie, dans les conditions spécifiées, jusqu'à élution de tous les constituants (25 min environ) après avoir réglé l'atténuation de l'enregistreur à sa valeur optimale.

7.4.4 Interprétation du chromatogramme

7.4.4.1 CHROMATOGRAMME DE RÉFÉRENCE

Préparer un chromatogramme de référence en utilisant un mélange contenant les substances de référence répertoriées en 7.2.2 et en suivant le mode opératoire indiqué en 7.4.3.

Ce chromatogramme n'est destiné qu'à des fins d'identification.

1) Le Chromosorb W-AW, par exemple, possède les caractéristiques requises.

2) L'apiezon L est un produit commercial dont la composition correspond à la partie organique de la phase stationnaire.

* 1 Pa = 1 N/m²

7.4.4.2 ORDRE D'ÉLUTION DES COMPOSANTS

- 1) toluène;
- 2) benzaldéhyde;
- NOTE — Il est possible que le benzaldéhyde soit élué en même temps que des composants imprévus.
- 3) chlorotoluènes;
- 4) chlorure de benzyle;
- 5) chlorure de benzylidène;
- 6) 2,4-dichlorotoluène.

L'élué de tous les composants est achevée en 25 min environ. Identifier les pics par comparaison avec le chromatogramme de référence (7.4.4.1).

7.4.4.3 MESURAGE DES PICS

Évaluer la surface de chacun des pics en utilisant une méthode appropriée, par exemple en lisant la surface du pic donnée par un intégrateur.

7.5 Expression des résultats

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

$$\frac{K_i \times A_i}{\sum (K_j \times A_j)} \times 100$$

ISO 3362:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46b1e7c3-bbaa-4ee8-8070-d4e45eab4d7e/iso-3362-1976>
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46b1e7c3-bbaa-4ee8-8070-d4e45eab4d7e/iso-3362-1976>

où

A_i est la surface du pic correspondant au composant i ;

K_i est le facteur de correction correspondant au composant i .

NOTE — Tous les K_i peuvent être pris égaux à 1 (voir 7.4.2).

Exprimer la teneur en chlorure de benzyle à 0,1 % (m/m) et les teneurs en impuretés à 0,01 % (m/m) près.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou dans les Normes Internationales auxquelles il est fait référence ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3362:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46b1e7c3-bbaa-4ee8-8070-d4e45eab4d7e/iso-3362-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3362:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46b1e7c3-bbaa-4ee8-8070-d4e45eab4d7e/iso-3362-1976>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3362:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46b1e7c3-bbaa-4ee8-8070-d4e45eab4d7e/iso-3362-1976>