

SOLVANTS

IDENTIFICATION DU BENZENE (METHODE COLORIMETRIQUE)

Page 1/3

Restrictions décrites dans la norme

INTERDITE pour ETUDE NOUVELLE et NON REMPLACÉE

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode d'essai a pour objet de décrire le mode opératoire permettant l'identification du benzène, pouvant se trouver dans des solvants ou des mélanges de solvants utilisés dans l'industrie automobile.

2.PRINCIPE

Sous l'action d'un mélange d'acide nitrique fumant et d'acide sulfurique concentré, le benzène et ses homologues supérieurs se transforment en dérivés méta-dinitrés qui fournissent avec la méthyléthylcétone, en milieu alcalin, des colorations violacées. Si l'on ajoute au réactif nitrant de l'acide chromique, le méta-dinitro benzène demeure inaltéré, alors que les dérivés nitrés des homologues supérieurs du benzène subissent l'oxydation de leur chaîne latérale et se transforment en acides aromatiques nitrés.

Après neutralisation du milieu, une extraction à la méthyléthylcétone permet d'isoler les dérivés méta-dinitrés du benzène qui passent dans la phase cétonique, les sels alcalins provenant des acides aromatiques nitrés restant en solution.

Cette séparation sélective permet la recherche qualitative du benzène par la mise en oeuvre d'une réaction colorimétrique spécifique.

3.REACTIFS

3.1.MELANGE NITRANT

constitué comme suit :

- Acide nitrique fumant ($d = 1,50$) qualité : pur pour analyses (PPA).
- Acide sulfurique concentré ($d = 1,83$) qualité : pur pour analyses (PPA).

Verser lentement l'acide sulfurique dans l'acide nitrique fumant préalablement refroidi dans la glace, de manière à réaliser un mélange 1/1 en volume.

3.2.SOLUTION SATURÉE D'ACIDE CHROMIQUE

préparée comme suit : dans un flacon à large ouverture à bouchon rodé, introduire 20 ml d'eau distillée et 50 g environ d'acide chromique (PPA).

Agiter de temps en temps pour faciliter la dissolution ; un excès d'anhydride chromique se dépose au fond du flacon.

3.3.HYDROXYDE DE SODIUM

en solution aqueuse ($d = 1,33$).

3.4.METHYLETHYLKETONE PURE

3.5.PAPIER

pH (de domaine de mesure 5 à 9).

4.APPAREILLAGE

- Bain-marie.
- Ampoule à décanter de 50 ml.
- Tubes à essai en pyrex de 20 ml.
- Flacon à large ouverture à bouchon rodé de 250 ml.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.NITRATION

Dans un tube à essai en pyrex, verser 5 ml de mélange nitrant, refroidir dans l'eau glacée et ajouter goutte à goutte 0,5 ml du solvant à analyser. Diluer avec précaution avec de l'eau distillée glacée (environ 5 ml).

5.2.RECHERCHE DU BENZENE

- Ajouter dans le tube à essai, 1 ml de la solution chromique et porter au bain-marie bouillant pendant 1/4 d'heure. Refroidir le tube dans l'eau glacée, neutraliser à la goutte à l'aide de l'hydroxyde de sodium en vérifiant à l'aide de papier pH (3.5) ; puis rendre la solution légèrement alcaline.
- Faire passer dans l'ampoule à décanter et verser 10 ml de méthyléthylcétone. Agiter énergiquement et laisser décanter.
- En présence de benzène, la couche supérieure cétonique se colore en rose.

6.REMARQUES

6.1 Cette méthode est valable pour des teneurs en benzène supérieures à 0,2 %.

6.2 Cette méthode permet un dosage quantitatif ultérieur du benzène par spectrophotométrie d'absorption dans le visible. D'autres méthodes comme la spectrographie infrarouge ou la chromatographie gazeuse peuvent selon le cas être également utilisées.

7.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal doit indiquer outre le résultat obtenu, la référence à la présente méthode d'essai et toutes conditions particulières différentes de celles décrites et susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

SOLVANTS - IDENTIFICATION DU BENZENE	D60 5060	3/3
--------------------------------------	----------	-----

8.HISTORIQUE ET DOCUMENT CITES

8.1.HISTORIQUE

8.1.1.CREATION

- OR : 01/03/1980 - CREATION DE LA NORME.

8.1.2.OBJET DE LA MODIFICATION

- B : 15/03/2002 Interdite pour Etude Nouvelle (B. CARRAZE)
- A : 05/03/1997 REPRISE SOUS IDEM.

8.2.DOCUMENTS CITES

8.2.1.DOCUMENTS PSA

8.2.1.1.Normes

8.2.1.2.Autres

8.2.2.DOCUMENTS EXTERIEURS

8.3.EQUIVALENT A :

8.4.CONFORME A :

8.5.MOTS CLEFS