

éditée par l'association française de normalisation (afnor) — tour europe cedex 7 92080 paris la défense — tél. (1) 778-13-26

<p>NORME FRANÇAISE ENREGISTRÉE</p>	<p><b>BUTADIÈNE À USAGE INDUSTRIEL</b> Dosage du <i>tert</i>-butyl-catéchol (TBC) [[Diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2]] Méthode spectrométrique</p>	<p><b>NF</b> <b>T 20-811</b> Mars 1983 ISO 6684</p>
<p><b>AVANT-PROPOS</b></p> <p><i>La présente norme reprend la norme internationale ISO 6684, première édition de juillet 1982.</i></p> <p><i>Le document mentionné au chapitre 2 «Référence» fait l'objet de la norme française NF B 35-502.</i></p>		
<p>Enregistrée par décision du 1983-02-22 pour prendre effet le 1983-03-22</p>		<p>© afnor 1983 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays</p>

afnor 83060

NF T 20-811 1<sup>er</sup> tirage 83-02

**Butadiene for industrial use — Determination of *tert*-butyl-catechol (TBC)  
4-(1,1-dimethylethyl)-1,2 benzenediol — Spectrometric method**

**Butadien für industrielle Zwecke — Bestimmung von *tert*-Butyl-Catechin (TBC)  
4-(1,1-Dimethyläthyl)-Pyrocatechin — Spektrometrisches Verfahren**

**Avertissement** — Le [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] est irritant pour la peau, particulièrement quand il est fondu ou en solution concentrée. Il est également toxique en cas d'ingestion ou par contact avec la peau.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique de dosage du [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2] (tertio-butyl-catéchol ou TBC) introduit comme inhibiteur d'oxydation dans le butadiène-1,3 à usage industriel.

La méthode est applicable au butadiène (et à tout mélange d'hydrocarbures en  $C_4$ ) ne contenant aucun composé phénolique autre que le TBC, et aucun composé phénolique oxydé autre que ceux provenant de l'oxydation du TBC. Dans le cas contraire, tous les phénols et les quinones provenant de leur oxydation sont dosés comme TBC. De petites quantités de résidu non volatil n'interfèrent pas. La méthode est applicable au butadiène contenant plus de 50 mg de TBC par kilogramme.

## 2 Référence

ISO 653, *Thermomètres de précision, sur tige, type long*.

## 3 Principe

Séparation de l'inhibiteur après évaporation du butadiène. Dissolution du résidu dans l'eau et ajout d'un excès de chlorure de fer(III). Mesurage spectrométrique de l'absorbance du complexe coloré jaune formé à une longueur d'onde aux environs de 425 nm.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Chlorure de fer (III)**, solution acide à 20 g/l dans l'éthanol.

Dissoudre 20,0 g de chlorure de fer(III) hexahydraté ( $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ) dans de l'éthanol à 95 % (V/V). Ajouter 9,2 ml de solution d'acide chlorhydrique  $\rho$  1,19 g/ml, diluer à 1 000 ml avec le même éthanol et homogénéiser.

**4.2 TBC**  $[(CH_3)_3C-C_6H_3(OH)_2]$ , solution étalon à 6,7 g/l.

Peser à 0,000 1 g près, 0,670 g de [(diméthyléthyl-1,1)-4 benzènediol-1,2], les dissoudre dans 10 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Compléter le volume à 100 ml en fiole jaugée avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 6,7 mg de TBC.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

NOTE — Si l'on utilise une prise d'essai de 100 ml (67 g) à  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ , 1,00 ml de cette solution étalon correspond à 100 mg de TBC par kilogramme de butadiène.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectromètre ou spectromètre à filtres.**

**5.2 Thermomètre de précision STL/0,2/ -55/5** (voir ISO 653).

## 6 Échantillonnage

Il est nécessaire pour cet essai de disposer d'un échantillon liquide d'au moins 100 ml, prélevé à partir du produit d'origine dans une bouteille en acier inoxydable.

## 7 Mode opératoire

**7.1 Établissement de la courbe d'étalonnage**

**7.1.1 Préparation des solutions témoins**, se rapportant à des mesurages spectrométriques effectués en cuves de 1 cm d'épaisseur

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de TBC (4.2) indiqués dans le tableau 1.