Norme internationale ISO 4626

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

Liquides organiques volatils — Détermination de l'intervalle de distillation des solvants organiques utilisés comme matières premières

Volatile organic liquids — Determination of boiling range of organic solvents used as raw materials

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1980-03-01

ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbf6478-ef1f-4d4f-abb6-ae212df9e7dd/iso-4626-1980

CDU 667.62 : 661.71/.727 : 536.423 **Réf. nº : ISO 4626-1980 (F)**

Descripteurs : peinture, vernis, matière organique, matière volatile, liquide, essai, essai à température d'ébullition, mesurage, point d'ébullition, caractéristiques de distillation.

Prix basé sur 12 pages

ISO 4626-1980 (F)

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'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 4626 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Pologne
Australie	Iran	Roumanie
Autriche	Israël	Royaume-Uni
Brésil	Italie	Suède
Bulgarie	Mexique	Suisse
Canada	Norvège	Tchécoslovaquie
Chili	Nouvelle-Zélande	Turquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Pérou	

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbf6478-ef1f-4d4f-abb6-ae212df9e7dd/iso-4626-1980

Allemagne
U.S.A.

Cette Norme internationale est l'une des trois publications ISO traitant de la détermination des caractéristiques de distillation. Les deux autres sont :

- l'ISO/R 918, *Méthode de détermination des caractéristiques de distillation;*
- l'ISO 3405, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation.*

Il est reconnu qu'il peut y avoir quelques chevauchements entre ces trois documents qui ont été élaborés par des comités techniques distincts. En l'absence d'un accord sur une Norme internationale générale concernant ce sujet, il a cependant été estimé nécessaire de les publier.

La mise au point dans l'avenir d'une norme générale de ce genre peut donc déboucher sur l'amendement ou l'annulation de cette Norme internationale.

© **Organisation internationale de normalisation, 1980** •

Imprimé en Suisse

Liquides organiques volatils — Détermination de l'intervalle de distillation des solvants organiques utilisés comme matières premières

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ

A Formation de peroxyde

Certains solvants et produits chimiques intermédiaires, particulièrement les éthers et les composés non saturés mais non seulement ceux-ci, peuvent former des peroxydes pendant le stockage. Ces peroxydes peuvent présenter un risque d'explosion lorsque le produit est distillé, surtout lorsque l'on atteint le point sec.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Lorsque la formation de peroxyde est probable, à cause de la nature chimique du produit, du type de produit ou de sa durée de stockage, le produit doit être analysé pour déterminer l'éventuelle présence de peroxydes et, s'ils sont présents, des précautions adéquates doivent être prises, telles que leur élimination avant la distillation ou la protection de l'opérateur.

ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbf6478-ef1f-4d4f-abb6-ae212df9e7dd/iso-4626-1980

Essai pour la détermination de la présence de peroxydes

Ajouter 0,5 à 1,0 ml du produit à essayer à un volume égal d'acide acétique cristallisable auquel 100 mg de cristaux d'iodure de potassium ou de sodium ont été ajoutés.

Effectuer un essai à blanc. Une couleur jaune indique une faible concentration de peroxydes dans l'échantillon, et une couleur brune indique une forte concentration de peroxydes.

B Inflammabilité

La plupart des solvants organiques et des produits chimiques intermédiaires sont inflammables. Un risque d'explosion existe lorsque l'on effectue une distillation et des précautions de sécurité doivent être prises.

Avant de commencer l'essai, examiner le ballon pour déceler tout éventuel défaut ou fêlure et prendre soin d'obtenir une bonne étanchéité au niveau du raccordement de la tubulure latérale avec le réfrigérant et au niveau du thermomètre dans le col du ballon. Quelques solvants sont susceptibles d'auto-inflammation lorsqu'ils sont distillés. La distillation de ces produits doit être évitée. Pendant la distillation, un récipient et un écran de protection doivent être utilisés pour retenir le liquide qui se répandrait lors d'une casse accidentelle du ballon de distillation.

Il est nécessaire de disposer d'une ventilation adéquate pour maintenir la concentration de vapeur de solvant au-dessous de la limite d'explosion au voisinage immédiat de l'appareillage de distillation, et en dessous de la valeur limite du seuil fixée pour les lieux de travail en général.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'intervalle de distillation des liquides ayant des points d'ébullition compris entre 30 et 300 °C à la pression normale, chimiquement stables au cours de la distillation et qui ne corrodent pas l'appareillage.

1.2 La méthode est applicable aux liquides organiques tels que les hydrocarbures, les esters, les alcools, les cétones, les éthers et produits assimilés.

NOTE — La méthode diffère de celle décrite dans l'ISO/R 918 par le volume du ballon à distiller, le type de réfrigérant et l'éprouvette.

La méthode diffère de celle spécifiée dans l'ISO 3405 par le volume du ballon à distiller et le diamètre de l'ouverture du support du ballon.

2 RÉFÉRENCES

ISO 842, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO/R 918, *Méthode de détermination des caractéristiques de distillation.*

ISO 3165, *Échantillonnage des produits chimiques à usage industriel — Sécurité dans l'échantillonnage.*

ISO 3405, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation.*

3 DÉFINITIONS

3.1 produit initial de distillation : Température relevée (et éventuellement corrigée) au moment où la première goutte de distillat tombe de l'extrémité du condenseur, lors d'une distillation effectuée dans des conditions normalisées.

3.2 point sec (de distillation) : Température relevée (et éventuellement corrigée) au moment de la vaporisation de la dernière goutte de liquide au fond du ballon, au cours d'une distillation effectuée dans des conditions normalisées, sans tenir compte du liquide sur les parois du ballon et sur le thermomètre.

3.3 intervalle de distillation : Intervalle de température entre le point initial et le point sec.

3.4 point final (de distillation) : Température maximale relevée (et éventuellement corrigée), dans la phase finale de l'essai de distillation effectué dans des conditions normalisées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbf6478-ef1f-4d4f-abb6-ae212df9e7dd/iso-4626-1980

4 PRINCIPE

Distillation d'une prise d'essai de 100 ml, dans les conditions prescrites équivalant à une simple distillation de lot. Observation systématique des indications thermométriques et des volumes de distillat et calcul des résultats à partir de ces données, avec correction par rapport à la pression atmosphérique normale.

5 APPAREILLAGE

L'appareillage, dont un modèle convenable est représenté aux figures 1 à 4, doit comprendre les éléments suivants :

5.1 Ballon à distiller, en verre résistant à la chaleur, de capacité 200 ml et de dimensions conformes aux cotes de la figure 1.

NOTE — La surchauffe des liquides dans des ballons neufs peut être évitée, en plaçant une petite quantité de carbone dans le fond du ballon. Cela peut être réalisé en chauffant et en décomposant une pincée d'acide tartrique dans le fond du ballon. Le ballon est ensuite préparé pour utilisation, en le lavant avec de l'eau, en le rinçant avec de l'acétone et en le séchant.

Une exception est faite pour le diacétone alcool : pour éviter une valeur erronée du point initial de distillation, le ballon à distiller doit être propre et sans dépôt résiduel de charbon.

5.2 Thermomètres, à mercure, en verre, sous azote, gradués sur tige, à dos émaillé et conformes aux spécifications du tableau 1.

NOTE — Les thermomètres doivent avoir subi un vieillissement artificiel à l'aide d'un traitement adéquat, avant d'être gradués, afin que la stabilité du point le plus bas de l'échelle soit assurée. Ce traitement doit être tel que, après le mode opératoire décrit ci-dessous, l'élévation d'un point de référence ne soit pas supérieure à l'erreur maximale spécifiée et que la précision du thermomètre soit dans les limites spécifiées.

Chauffer le thermomètre à une température égale à la valeur maximale de l'échelle et le maintenir à cette température durant 5 min. Laisser le thermomètre refroidir, soit par refroidissement naturel dans l'air calme, soit par refroidissement (à une vitesse prescrite) dans le bain d'essai, jusqu'à 20 °C au-dessus de la température ambiante ou jusqu'à 50 °C, la plus basse de ces deux températures devant être retenue, puis déterminer le point le plus bas de l'échelle. Si un refroidissement rapide est opéré, le point le plus bas de l'échelle doit être déterminé dans un intervalle de 1 h. Chauffer à nouveau le thermomètre à une température égale à la valeur maximale de l'échelle, le maintenir à cette température durant 24 h, le laisser refroidir jusqu'à l'une des deux températures précitées, à la même vitesse qu'au début de l'essai, et déterminer à nouveau le point le plus bas de l'échelle dans les mêmes conditions que précédemment.

5.3 Enveloppe protectrice

5.3.1 *Utilisation avec chauffage au gaz*

L'enveloppe protectrice doit avoir une section droite rectangulaire et être ouverte au sommet et à la base. Elle doit avoir des dimensions conformes aux cotes de la figure 2 et elle doit être constituée d'une tôle métallique d'épaisseur 0,8 mm environ.

Dimensions en millimètres

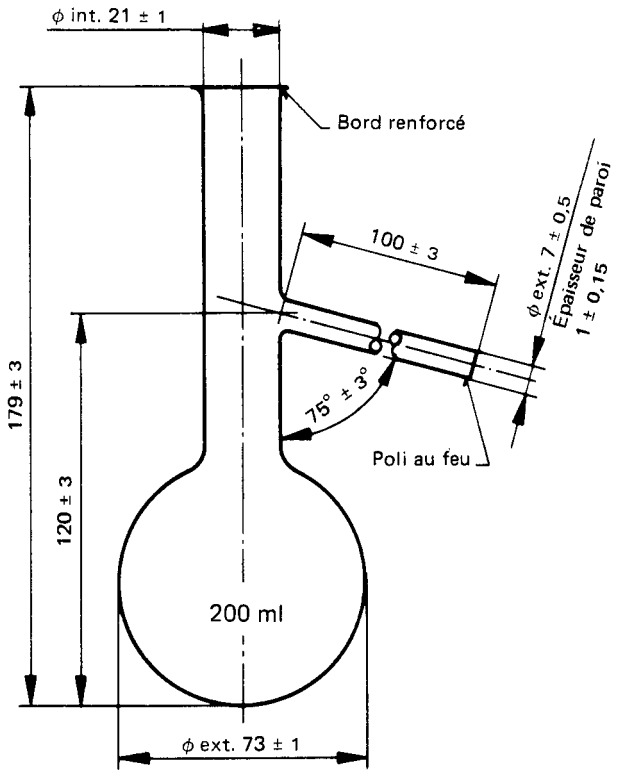


FIGURE 1 — **Ballon à distiller (5.1)**

TABLEAU 1 — **Thermomètres pour distillation de solvant**

Désignation[1]	38 C-75	39 C-75	40 C-75	41 C-62	42 C-62	102 C-65	103 C-65	104 C-75	105 C-65	106 C-75	107 C-75
Immersion, mm	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Étendue de l'échelle, °C	24 à 78	48 à 102	72 à 126	98 à 152	95 à 255	123 à 177	148 à 202	173 à 227	198 à 252	223 à 277	243 à 302
Graduation, °C	0,2	0,2	0,2	0,2	0,5	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Traits plus long tous les, °C	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Chiffraison tous les, °C	2	2	2	2	5	2	2	2	2	2	2
L'erreur de l'échelle ne doit pas dépasser, °C	0,2	0,2	0,2	0,2	0,5	0,2 jusqu'à 150 °C 0,3 au-dessus de 150 °C	0,4	0,4	0,4 jusqu'à 225 °C 0,6 au-dessus de 225 °C	0,8	1,0
Longueur hors-tout, mm	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5	395 ± 5
Diamètre de la tige, mm	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 7,0	6,0 à 8,0	6,0 à 8,0
Longueur du réservoir, mm	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20	15 à 20
Distance de l'extrémité inférieure du réservoir, mm — au trait repère — au trait repère	24 °C 125 à 145 78 °C 335 à 360	48 °C 125 à 145 102 °C 335 à 360	72 °C 125 à 145 126 °C 335 à 360	98 °C 125 à 145 152 °C 335 à 360	95 °C 125 à 145 255 °C 335 à 360	123 °C 125 à 145 177 °C 335 à 360	148 °C 125 à 145 202 °C 335 à 360	173 °C 125 à 145 227 °C 335 à 360	198 °C 125 à 145 252 °C 335 à 360	223 °C 125 à 145 277 °C 335 à 360	248 °C 125 à 145 302 °C 335 à 360
Chambre d'expansion permettant un chauffage jusqu'à, °C	105	130	150	180	280	200	225	250	275	300	325

1) Ces désignations correspondent à celles de la norme ASTM E1, *Standard specification for ASTM thermometers*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bb8478-eff f-4d4f-ab86-ae212df9e7dd/iso-4626-1980

Dans chacune des deux faces étroites de l'enveloppe protectrice, il doit y avoir deux trous circulaires de diamètre 25 mm, dont les centres sont situés à 215 mm au-dessous du bord supérieur de l'enveloppe protectrice, comme indiqué à la figure 2.

Dans chacune des quatre faces de l'enveloppe protectrice, il doit y avoir trois trous circulaires de diamètre 12,5 mm, dont les centres sont situés à 25 mm au-dessus du bord inférieur de l'enveloppe protectrice. Ces trous doivent occuper les positions indiquées à la figure 2.

Au milieu de chacune des plus grandes faces, une fente verticale, ayant les dimensions approximatives indiquées à la figure 2, doit être ménagée à partir du bord supérieur de l'enveloppe protectrice, pour le passage de la tubulure du réfrigérant. Un volet mobile, de dimensions appropriées, doit être prévu pour la fermeture de celle des fentes verticales qui n'est pas utilisée. Ce dispositif permet de placer le réfrigérant (5.6) sur chacune des faces de l'enveloppe protectrice.

Une plaquette rigide de céramique, d'épaisseur 3 à 6 mm et présentant en son centre un trou circulaire de diamètre 75 à 100 mm, doit être maintenue horizontalement dans l'enveloppe protectrice et étroitement ajustée aux faces de cette enveloppe, afin d'empêcher les gaz chauds émanant de la source de chaleur (5.5) de venir au contact des parois ou du col du ballon (5.1). Les supports de cette plaque peuvent être constitués par des pièces de tôle métallique, triangulaires, solidement fixées aux quatre coins de l'enveloppe protectrice.

Une plaque comme décrite en 5.4 doit reposer sur cette plaquette.

Sur l'une des faces étroites de l'enveloppe protectrice, une porte doit être prévue, présentant les dimensions approximatives indiquées à la figure 2 et débordant approximativement de 5 mm tout autour de l'ouverture pratiquée dans l'enveloppe protectrice.

5.3.2 *Utilisation avec chauffage électrique*

Lorsqu'on utilise un chauffage électrique, la partie de l'enveloppe protectrice située au-dessus de la plaquette de céramique doit être conforme à la description donnée en 5.3.1, mais la partie inférieure (y compris la plaquette de céramique) peut être modifiée ou omise, dans la mesure où cette modification n'expose pas le ballon à distiller à des courants d'air (voir figure 3). Prendre soin de bien disposer la plaquette pour faciliter l'ajustage du ballon.

5.4 Plaques de céramique carrées, d'au moins 150 mm de côté, d'épaisseur 3 à 6 mm, présentant des orifices centraux de diamètre 32 et 38 mm, respectivement. Lorsqu'un chauffage au gaz est utilisé, cette plaque doit reposer sur la plaquette décrite en 5.3.1. Lorsqu'un chauffage électrique est utilisé, la même disposition est adoptée si la plaquette subsiste; autrement, la plaque peut être posée directement sur la source de chaleur ou bien elle peut constituer la face supérieure de la source de chaleur. Prendre soin de bien ajuster la hauteur de la source de chaleur.

Quel que soit le type de chauffage utilisé, un chauffage direct ne doit être appliqué au ballon qu'à travers l'orifice central de la plaque de céramique.

5.5 Source de chaleur, comprenant soit un brûleur à gaz capable de fournir une chaleur suffisante pour distiller le produit à la vitesse uniforme spécifiée en 8.3.1 (il est souhaitable d'adapter un robinet de réglage sensible ou un régulateur), soit un réchaud électrique répondant aux mêmes caractéristiques (un réchaud de faible capacité calorifique, réglable de 0 à 1 kW, a été jugé satisfaisant). Voir aussi 9.6.

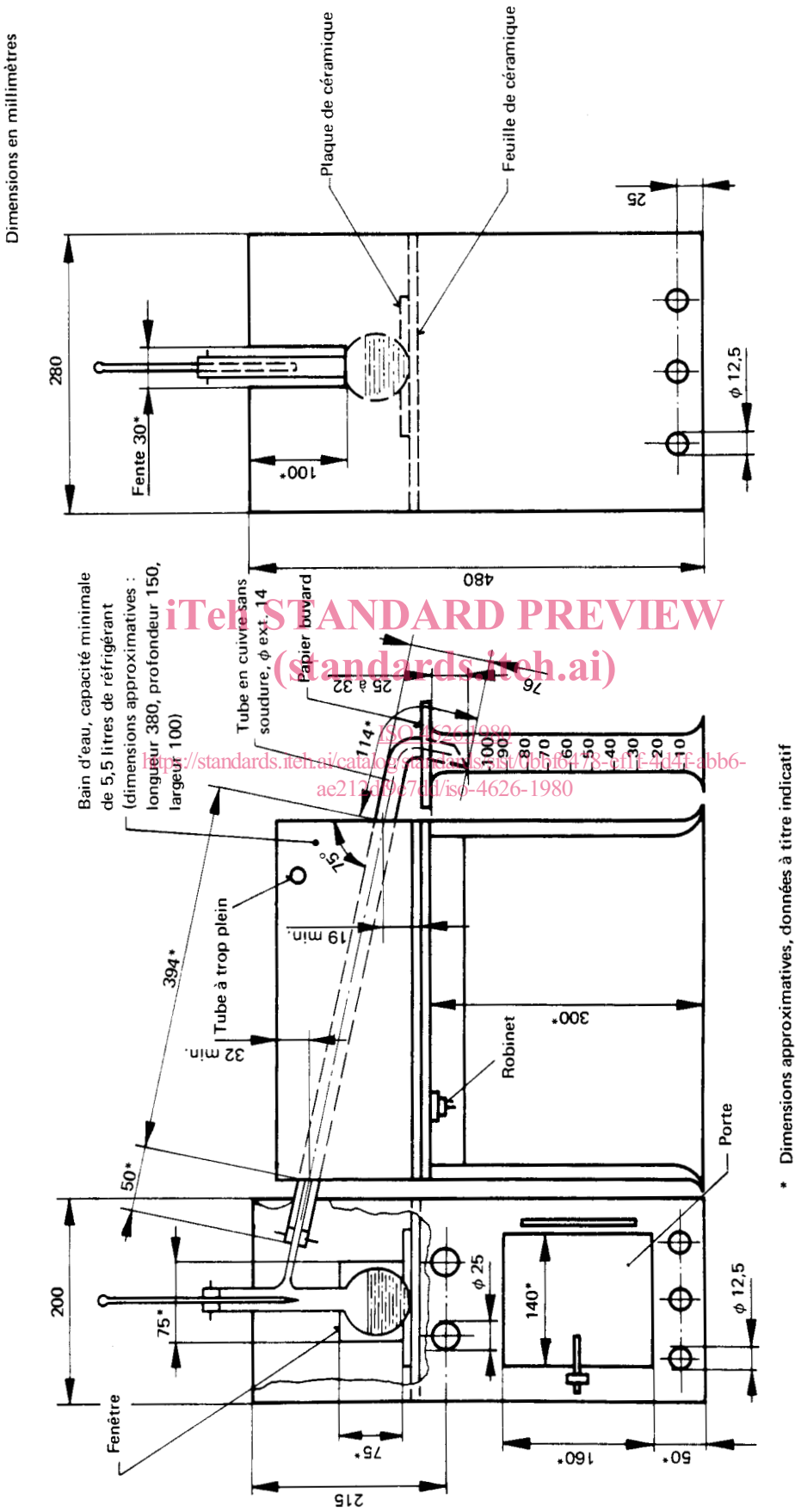
5.6 Réfrigérant, constitué d'un tube en laiton sans soudure, de longueur 560 mm, de diamètre extérieur 14 mm et d'épaisseur de paroi 0,8 à 0,9 mm, plongé dans un bac métallique de refroidissement, de préférence en cuivre ou en laiton. Le tube doit être placé de telle sorte que 390 mm environ de sa longueur soient en contact avec le milieu refroidissant dans le bac, et que ses extrémités dépassent les parois du bac d'environ 50 mm côté ballon et 115 mm côté éprouvette. La partie supérieure du tube située à l'extérieur du bac doit être rectiligne et former un angle de 75° avec la verticale. La partie du tube située à l'intérieur du bac peut soit être rectiligne, soit présenter une courbe de grand rayon; la pente moyenne de cette partie doit être de 0,26 mm par millimètre du tube réfrigérant (sinus de l'angle 15°) et, en aucune partie, cette pente ne doit être inférieure à 0,24 mm ni supérieure à 0,28 mm par millimètre du tube. La partie située à l'extrémité inférieure du tube du réfrigérant doit être courbée vers le bas, sur une longueur de 76 mm, et légèrement ramenée vers l'arrière, de façon à venir en contact avec la paroi de l'éprouvette (5.7) en un point situé entre 25 et 32 mm sous le sommet de l'éprouvette, lorsque celle-ci est disposée pour recevoir le distillat. L'extrémité inférieure du tube doit être coupée en biseau à angle aigu, de façon que l'extrémité puisse toucher la paroi de l'éprouvette.

La capacité du bac de refroidissement doit être au minimum de 5,5 litres de milieu refroidissant. La disposition du tube dans le bain refroidissant doit être telle que son axe soit situé à au moins 32 mm au-dessous du plan supérieur du bac, à son entrée dans le bain, et à au moins 19 mm au-dessus du plan inférieur de ce bac, à sa sortie. La distance séparant le tube des parois du bain doit être de 13 mm au minimum, sauf pour les parties proches des points d'entrée et de sortie.

Le bac de refroidissement peut être pourvu d'un robinet disposé au fond, pour assurer la vidange ou l'alimentation, et comporter un tube de trop plein à proximité du bord supérieur.

Les dimensions principales du tube et du bac de refroidissement sont données à la figure 2.

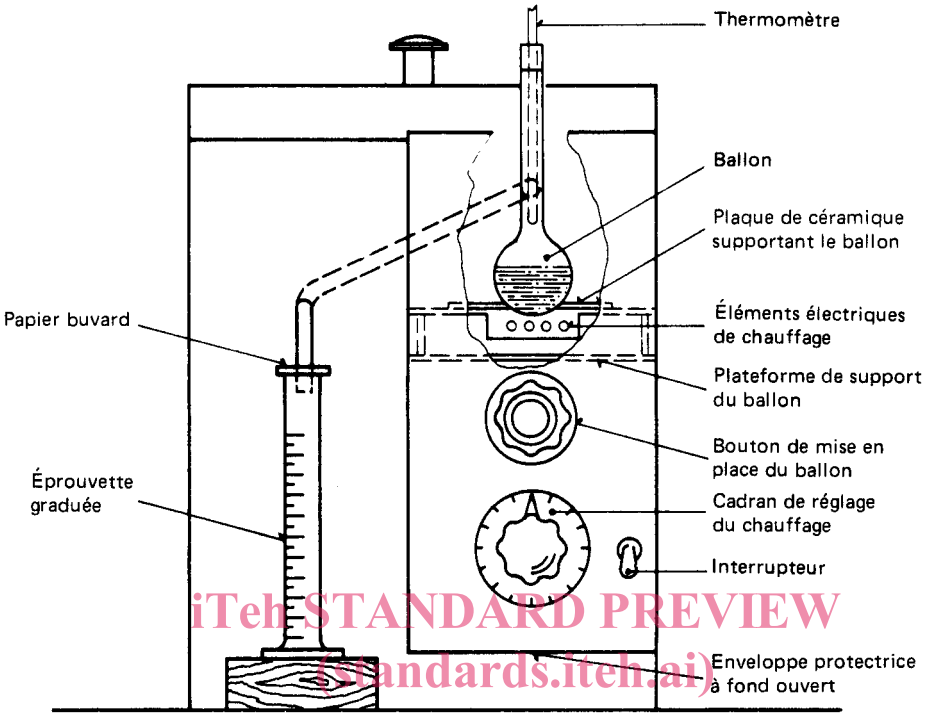
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bb6478-af1f-4d4f-abb6-ae212df9e7dd/iso-4626-1980



* Dimensions approximatives, données à titre indicatif

FIGURE 2 — **Appareil à distillation à chauffage au gaz**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbf6478-cf1f-4d4f-abb6-ae212d9e7dd/iso-4626-1980



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbf6478-ef1f-4d4f-abb6-ae212df9e7dd/iso-4626-1980

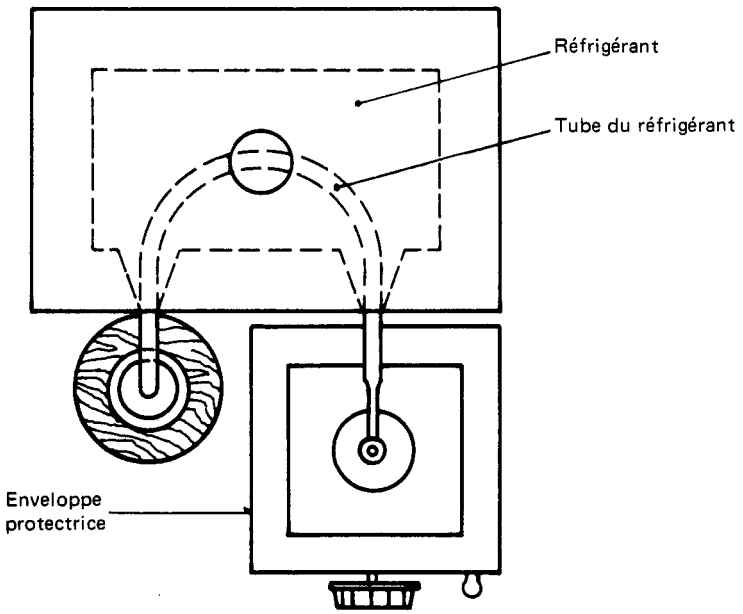


FIGURE 3 — **Appareil à distillation à chauffage électrique**

5.7 Éprouvette graduée, de capacité 100 ml, comportant les détails représentés à la figure 4. L'erreur de volume ne doit pas être supérieure à 1 ml en tout point de l'échelle. La forme de la base n'est pas fixée, mais doit être telle que l'éprouvette ne culbute pas lorsqu'elle est placée, vide, sur une surface inclinée faisant un angle de 15° avec un plan horizontal.

5.8 Baromètre, précis à 1 mbar, 0,1 kPa ou 1 mmHg.

Dimensions en millimètres

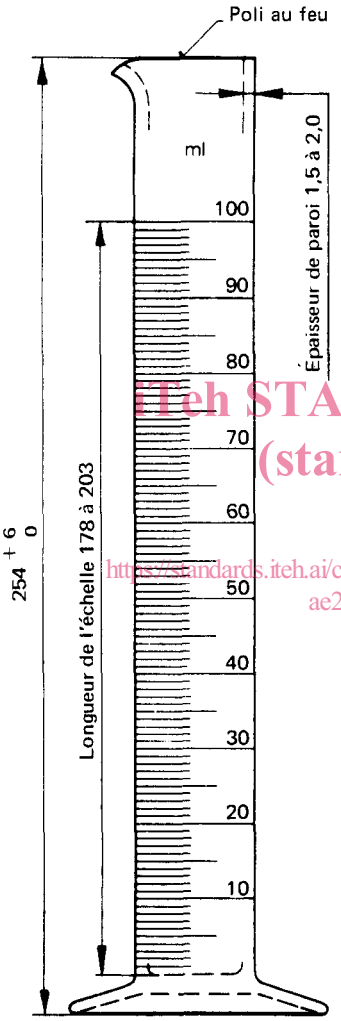


FIGURE 4 — **Éprouvette graduée**

6 ÉCHANTILLONNAGE

Des échantillons représentatifs, ayant chacun un volume minimal de 500 ml, doivent, chaque fois que cela est possible, être prélevés en triple, d'un ou de plusieurs emballages d'origine non ouverts au préalable, ou dans la masse en cours d'emballage suivant accord entre les parties intéressées, puis ils doivent être emballés dans des récipients propres, secs et étanches à l'air, en verre foncé ou métalliques. Les récipients doivent être de dimensions telles qu'ils soient presque complètement remplis par l'échantillon. Chaque récipient ainsi rempli doit être obturé, à l'aide d'une substance non susceptible d'être altérée par le contenu du récipient, et marqué de tous détails utiles et de la date d'échantillonnage.

Des indications concernant l'échantillonnage sont données dans l'ISO 842.

7 MONTAGE ET PRÉPARATION DE L'APPAREILLAGE

7.1 Montage

Assembler l'appareil comme indiqué à la figure 2 ou à la figure 3, après avoir nettoyé le tube du réfrigérant avec un morceau de tissu sans peluche, fixé à un fil de fer ou de toute autre manière convenable, et en observant les précautions suivantes.

7.1.1 *Position et choix du thermomètre*

Utiliser le thermomètre indiqué dans la spécification pour le produit à essayer ou celui indiqué dans le tableau 3. Si aucun thermomètre n'est spécifié, en choisir un dans le tableau 1, avec la plus petite graduation qui couvrira tout l'intervalle de distillation de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4626:1980
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bbf6478-ef1f-4d4f-abb6-ae212df9e7dd/iso-4626-1980

Centrer le thermomètre dans le col du ballon, à travers un bouchon en liège ou en caoutchouc de silicone bien ajusté, de façon que l'extrémité supérieure de la chambre de contraction soit au niveau de la partie inférieure de la tubulure, à sa jonction avec le col du ballon.

NOTE — Il est beaucoup plus important d'immerger le plus grand volume possible de mercure dans la zone de reflux, plutôt que de placer le trait d'immersion sur le thermomètre en un point spécifique.

7.1.2 *Support du ballon*

Si l'enveloppe protectrice est munie d'une plaquette de céramique, placer la plaque appropriée de céramique (voir 5.4 et 8.3) sur la plaquette, de façon que les deux orifices soient concentriques.

7.1.3 *Raccord du ballon et du réfrigérant*

Établir une liaison étanche entre le ballon (5.1) et le tube du réfrigérant (5.6), au moyen d'un bouchon en liège ou en caoutchouc de silicone traversé par le tube de dégagement des vapeurs. Connecter le ballon au tube du réfrigérant de telle manière que le ballon soit en position verticale, que le tube de dégagement pénètre dans le tube du réfrigérant d'une longueur de 25 mm au minimum et de 50 mm au maximum et que ces deux tubes soient coaxiaux.

Poser le ballon sur la plaque de manière que sa base obture complètement l'orifice de la plaque.

7.2 Remplissage du bac de refroidissement

Remplir le bac d'eau additionnée de glace pilée, en quantité suffisante pour recouvrir le tube du réfrigérant et pour assurer que la température du bain, en début et au cours de la distillation, soit conforme à celle indiquée dans le tableau 2.