
Norme internationale



6244

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

Cires de pétrole et pétrolatums — Détermination du point de fusion

Petroleum waxes and petrolatums — Determination of drop melting point

Première édition — 1982-02-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6244:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab85ba93-5448-4f97-848e-0f5125b72dbb/iso-6244-1982>

CDU 665.772 : 536.421.1

Réf. n° : ISO 6244-1982 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, cire, cire de pétrole, pétrolatum, essai, détermination, point de fusion.

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 6244 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, et a été soumise aux comités membres en février 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R. F.	Espagne	Portugal
Australie	France	Roumanie
Autriche	Hongrie	Royaume-Uni
Belgique	Inde	Suède
Brésil	Iraq	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Israël	URSS
Canada	Italie	USA
Chine	Japon	Venezuela
Corée, Rép. de	Pays-Bas	

[ISO 6244:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab85ba93-5448-4f97-848e-0f5125b72d5b/iso-6244-1982>

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cires de pétrole et pétrolatums — Détermination du point de fusion

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination du point de fusion des cires de pétrole. Le point de fusion peut être une indication de la qualité de la cire. La présente Norme internationale permet de déterminer les caractéristiques de fusion des pétrolatums et autres cires de pétrole ayant une viscosité élevée.

NOTE — D'autres méthodes appliquées aux cires de pétrole sont décrites dans l'ISO 3841, *Cires de pétrole — Détermination du point de fusion (courbe de refroidissement)* et l'ISO 2207, *Cires de pétrole — Détermination du point de congélation*. Les résultats obtenus peuvent être différents selon la méthode utilisée. Pour les pétrolatums pharmaceutiques, il est habituellement préférable d'utiliser la présente Norme internationale.

2 Principe

Une pellicule de cire est déposée sur chacun des réservoirs de deux thermomètres en plongeant ceux-ci dans la prise d'essai. Les thermomètres sont alors placés dans des tubes à essais et chauffés dans un bain d'eau jusqu'à ce que la cire fonde et que la première goutte tombe de chaque réservoir des thermomètres. On relève la température à laquelle chaque goutte tombe, et la moyenne de ces valeurs est le point de fusion de l'échantillon.

3 Définition

point de fusion d'une cire de pétrole : Température à laquelle le produit devient suffisamment fluide pour tomber du réservoir du thermomètre, mesurée dans des conditions normalisées et notée comme étant la moyenne de deux déterminations.

4 Appareillage

4.1 Couple de tubes à essais, de 25 mm de diamètre extérieur et de 150 mm de hauteur. Chaque tube à essais doit être fermé par un bouchon de liège cannelé pour permettre la circulation de l'air et percé d'un trou central destiné à recevoir un thermomètre (4.3).

4.2 Bain d'eau, consistant en un récipient transparent, d'une capacité d'au moins 1 500 ml, pouvant être chauffé et permettant d'immerger les tubes à essais à une profondeur d'au

moins 100 mm, tout en respectant une couche d'eau de 15 mm, sous les couples de tubes à essais.

NOTE — D'autres liquides de transfert de chaleur peuvent être utilisés dans le bain, par exemple, de l'éthylène-glycol.

4.3 Couple de thermomètres conformes à la spécification dans l'annexe.

4.4 Thermomètre du bain, de n'importe quel type, précis à 0,5 °C près, sur toute son échelle.

4.5 Appareil de chauffage, de type approprié, pour le chauffage du bain d'eau.

5 Mode opératoire

5.1 Se procurer un échantillon de taille suffisante (approximativement 250 ml) pour qu'il soit représentatif du produit soumis à l'essai. Prélever à partir de l'échantillon, une prise d'essai nouvelle pour la préparation de chaque couple de thermomètres (4.3). Faire fondre lentement l'échantillon jusqu'à ce que sa température atteigne 93 °C ou dépasse de 11 °C environ le point de fusion présumé. Verser dans un récipient à fond plat, une quantité suffisante de prise d'essai pour obtenir une hauteur de produit de 12 ± 1 mm. Porter la température de la prise d'essai à une valeur supérieure de 6 à 11 °C à celle du point de fusion (voir note en 5.2) en contrôlant à l'aide de n'importe quel thermomètre courant de laboratoire. Refroidir le réservoir d'un des thermomètres d'essai jusqu'à 4 °C. Le sécher rapidement mais avec soin; plonger le réservoir refroidi verticalement, dans la prise d'essai chaude, jusqu'à ce que celui-ci touche le fond du récipient (immérgé sur 12 mm) et le retirer immédiatement. Maintenir le thermomètre dans cette position, éloigné de la source de chaleur jusqu'à ce que la surface enrobée devienne mate. L'immerger alors dans l'eau, pendant 5 min, à une température de 16 °C. Préparer un second thermomètre avec la même prise d'essai en utilisant le mode opératoire décrit.

NOTE — Une température supérieure de 11 °C au point de figeage déterminé suivant l'ISO 2207, est habituellement supérieure de 6 à 11 °C au point de fusion réel.

5.2 Fixer solidement les thermomètres dans les tubes à essais au moyen de bouchons de liège, de manière que l'extrémité inférieure de chaque thermomètre se trouve à 15 mm du fond du tube à essais. Amener la température du bain d'eau à environ 16 °C. Plonger les tubes à essais dans le bain et ajuster la hauteur d'immersion pour que les repères des thermomètres

coïncident avec le niveau de l'eau. Élever la température du bain de 2 °C/min jusqu'à ce qu'elle atteigne 38 °C et, ensuite, de 1 °C/min jusqu'à ce que la première goutte de produit se détache de chacun des thermomètres. A ce moment précis, noter, à 0,2 °C près, pour l'un et l'autre thermomètre, la température correspondante.

NOTE — Si le point de fusion est supérieur à 85 °C, il est difficile de maintenir une allure de chauffage de 1 °C/min. Cependant, cela ne doit pas empêcher d'utiliser la méthode jusqu'à une température de 94 °C; au-delà de celle-ci, le point de fusion défini selon la présente méthode ne peut plus être déterminé.

6 Expression des résultats

6.1 Méthode de calcul

Calculer le point de fusion de la prise d'essai en faisant la moyenne des deux déterminations.

6.2 Fidélité

La fidélité de la méthode chiffrée à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires est la suivante :

6.2.1 Répétabilité

La différence entre des résultats d'essais successifs obtenus par le même opérateur, en utilisant le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser 0,8 °C qu'une fois sur vingt.

6.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser 1,3 °C qu'une fois sur vingt.

NOTE — Les valeurs de fidélité ci-dessus ont été adoptées en tant que résultats provenant d'un nouvel examen récent de la méthode et remplacent les valeurs suivantes obtenues en 1954 par examen statistique de résultats interlaboratoires.

Répétabilité	Reproductibilité
1 °C	1,2 °C

7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit mentionner au moins les indications suivantes :

- le type et l'identification du produit soumis à l'essai;
- la référence à la présente Norme internationale ou à une norme nationale correspondante;
- le résultat de l'essai (voir 6.1);
- toute modification du mode opératoire spécifié résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6244-1982

https://standards.iteh.ai/

015725b72dbb/iso-6244-1982

Annexe

Caractéristiques des thermomètres (4.3)¹⁾²⁾

Échelle de température	32 à 127 °C
Graduation	0,2 °C
Immersion, mm	79
Longueur totale, mm	375 à 385
Diamètre de la tige, mm	6,0 à 8,0
Forme du réservoir ³⁾	—
Longueur du réservoir, mm	18 à 28
Diamètre du réservoir, mm	5,0 à 6,0
Longueur de la partie graduée, mm	200 à 240
Distance du fond du réservoir au trait repère 32 °C, mm	105 à 115
Distance du fond du réservoir au trait repère 125 °C, mm	312 à 342
Distance du sommet de la chambre de contraction au sommet du thermomètre, mm	41
Traits longs chaque	1 °C
Graduation chiffrée tous les	2 °C
Chambre d'expansion permettant un chauffage jusqu'à	150 °C
Forme au sommet	Plein
Erreur maximale d'échelle	0,2 °C

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTES

- 1 Les thermomètres ASTM 61C et IP 63C sont conformes à ces caractéristiques et sont appropriés.
- 2 Au cours de la fabrication et de l'essai, la température moyenne de la colonne émergente de mercure, doit être de 25 °C pour la totalité de l'échelle et toutes corrections résultant de la différence entre la température réelle et la température indiquée doivent être calculées et doivent permettre de déterminer si oui ou non le thermomètre est conforme aux caractéristiques préconisées.
- 3 L'extrémité du réservoir doit être hémisphérique.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6244:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab85ba93-5448-4f97-848e-0f5125b72dbb/iso-6244-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6244:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab85ba93-5448-4f97-848e-0f5125b72dbb/iso-6244-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6244:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab85ba93-5448-4f97-848e-0f5125b72dbb/iso-6244-1982>