

# ISO

47

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 918

MÉTHODE DE DÉTERMINATION  
DES CARACTÉRISTIQUES DE DISTILLATION

1<sup>ère</sup> ÉDITION  
Janvier 1969

### REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

Vérifié par :

## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 918, *Méthode de détermination des caractéristiques de distillation*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par le Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question, entrepris par le Comité Technique, aboutirent, en 1962, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En novembre 1963, ce Projet de Recommandation ISO (N° 658) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Allemagne	France	Portugal
Australie	Hongrie	R.A.U.
Autriche	Inde	Roumanie
Belgique	Israël	Royaume-Uni
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Colombie	Japon	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Yougoslavie
Espagne	Pologne	

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Nouvelle-Zélande

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en janvier 1969, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

## MÉTHODE DE DÉTERMINATION DES CARACTÉRISTIQUES DE DISTILLATION

### 1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit un appareillage et un mode opératoire destinés à déterminer les caractéristiques de distillation des liquides.

La méthode est applicable toutes les fois qu'une autre Recommandation ISO relative à un produit déterminé le prévoit.

### 2. PRINCIPE

Distillation d'un volume donné d'échantillon dans des conditions soigneusement définies et détermination soit des volumes de condensat recueillis en fonctions des températures correspondantes, soit de l'inverse.

### 3. APPAREILLAGE

L'appareillage nécessaire est représenté à la Figure 1 et comprend les éléments suivants :

3.1 *Ballon à distiller* de 100 ml de capacité utile, en verre borosilicaté, conforme à la Figure 2.

3.2 *Thermomètre* à mercure, en verre, gradué en 0,2 degC, avec une erreur maximale de  $\pm 0,2$  degC et une échelle convenant à l'échantillon à essayer.

La distance entre le haut du réservoir et la première graduation est d'au moins 100 mm. Le thermomètre ne comporte pas de chambre de contraction, sauf si celle-ci est très voisine du réservoir ou comprise dans ce dernier.

L'étalonnage est fait pour une immersion de 100 mm (éventuellement pour une immersion totale).

Des indications complémentaires, concernant plus particulièrement l'échelle, pourront être données dans les normes de produit.

3.3 *Eprouvette* de 100 ml, conforme à la Figure 3.

3.4 *Réfrigérant* de bonne qualité, en verre borosilicaté, conforme à la Figure 4, le tube intérieur ayant les dimensions suivantes :

– diamètre intérieur	14,0 $\pm$ 1,0 mm
– épaisseur de la paroi	1,0 à 1,5 mm
– longueur de la partie rectiligne de la branche la plus grande	600 $\pm$ 10 mm
– longueur de la branche la plus courte	55 $\pm$ 5 mm
– angle de la branche la plus grande avec la branche la plus courte	97 $\pm$ 3°

L'entrée du tube intérieur du réfrigérant est perpendiculaire à l'axe et sa sortie, finement rodée, fait un angle de 45° environ avec l'axe du tube, en ce point, comme indiqué sur la Figure 4.

La longueur de la partie centrale rectiligne de la jaquette est de 450  $\pm$  10 mm et son diamètre externe est de 35  $\pm$  3 mm (voir Fig. 4).

3.5 *Enveloppe protectrice* de section rectangulaire, ouverte au sommet et à la base. Elle a les dimensions indiquées à la Figure 5 et elle est réalisée en tôle métallique de 0,7 mm d'épaisseur.

Deux orifices d'aération ayant un diamètre de 25 mm, situés au-dessous de la plaque d'amiante, sont ménagés sur les deux faces étroites de l'enveloppe, comme indiqué sur la Figure 5.

Trois orifices d'aération, dont le centre est situé à 25 mm au-dessus de la base de l'enveloppe, sont ménagés sur chacune des quatre faces. Ces orifices occupent les positions indiquées sur la Figure 5, le diamètre des orifices centraux, situés dans les grandes faces, étant de 25 mm et le diamètre des dix autres orifices étant de 12,5 mm.

Au milieu de chacune des grandes faces, une fente verticale est ménagée à partir du sommet de l'enveloppe pour le passage de la tubulure latérale du ballon à distiller; les dimensions de cette fente sont indiquées sur la Figure 5. Un volet amovible, conforme aux dimensions indiquées sur la Figure 5, est prévu pour la fermeture de celle des fentes verticales qui n'est pas en usage.

Une plaque d'amiante rigide de 6 mm d'épaisseur et présentant un orifice central de 110 mm de diamètre est placée horizontalement dans l'enveloppe protectrice et ajustée soigneusement aux faces de cette enveloppe, en vue d'éviter que les gaz chauds, provenant de la source de chauffage, ne puissent venir en contact avec les parois ou le ~~sol~~ du ballon. Les supports de cette plaque d'amiante peuvent consister en pièces triangulaires de tôle métallique solidement fixées au/ quatre coins de l'enveloppe.

Une porte ayant les dimensions indiquées sur la Figure 5, recouvrant une ouverture de l'enveloppe et débordant d'environ 5 mm autour de cette ouverture, est prévue sur une des faces étroites de l'enveloppe.

Une fenêtre en mica est ménagée au centre de chacune des faces étroites de l'enveloppe, la base de la fenêtre étant au niveau du sommet de la plaque d'amiante. La position et les dimensions de la fenêtre sont indiquées sur la Figure 5.

3.6 *Plaque d'amiante*. En complément à la plaque d'amiante prévue au paragraphe 3.5, une plaque d'amiante, de 150 mm de côté et de 6 mm d'épaisseur, est nécessaire. Cette plaque présente une ouverture centrale de 50 mm de diamètre, sauf indications contraires dans la spécification du produit en essai.

#### 4. ASSEMBLAGE DE L'APPAREIL

L'appareil est assemblé comme indiqué sur la Figure 1; l'attention est attirée sur les détails suivants :

##### 4.1 Position du thermomètre

Le thermomètre est maintenu dans le col du ballon au moyen d'un bouchon réalisé en une matière non attaquée par le liquide et assurant une obturation efficace; le point de jonction du tube capillaire et du réservoir du thermomètre est maintenu au niveau de l'extrémité inférieure du joint entre la tubulure latérale et le col du ballon. Le bouchon doit dépasser de 10 mm environ le sommet du col du ballon.

Quand le thermomètre est fixé dans la position indiquée ci-dessus, la ligne d'immersion du thermomètre doit se trouver au voisinage de la partie supérieure du bouchon qui maintient le thermomètre en position dans le col du ballon.

##### 4.2 Support du ballon

La plaque d'amiante (3.6) est placée sur la plaque d'amiante de l'enveloppe protectrice de telle manière que les deux trous soient approximativement concentriques. Le ballon est alors mis en place de telle manière qu'il ferme complètement l'orifice de la plaque d'amiante.

##### 4.3 Raccord du ballon et du réfrigérant

Le ballon est raccordé au réfrigérant de telle manière que l'extrémité de la tubulure latérale pénètre d'au moins 25 mm dans le réfrigérant et que celui-ci et la tubulure latérale soient coaxiaux.

## 5. CORRECTIONS À APPORTER AUX TEMPÉRATURES DE DISTILLATION SPÉCIFIÉES AVANT LE COMMENCEMENT DE LA DISTILLATION

(Cas du relevé des volumes en fonction des températures)

### 5.1 Correction de pression barométrique

Quand la pression barométrique (corrigée comme indiqué au chapitre 8) est différente de 760 mmHg, appliquer des corrections aux températures de distillation indiquées dans la spécification du produit en essai. Il est à noter que ces corrections sont seulement applicables pour les pressions supérieures à 700 mm.

### 5.2 Correction du thermomètre

Si le thermomètre donne des lectures incorrectes aux températures de distillation spécifiées et corrigées conformément au paragraphe 5.1, effectuer une correction supplémentaire de température par addition ou soustraction de l'erreur, selon que le thermomètre enregistre les températures par excès ou par défaut. Effectuer aussi la correction de colonne émergente lorsque le thermomètre utilisé est du type à immersion totale.

## 6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Mesurer 100 ml d'échantillon dans l'éprouvette (3.3). Transvaser le liquide aussi complètement que possible dans le ballon de distillation (3.1) et ajouter quelques morceaux de porcelaine poreuse, propre et sèche. Placer le ballon, le thermomètre (3.2) et l'éprouvette en position d'utilisation et vérifier la circulation d'eau dans le réfrigérant\*. Allumer le brûleur et régler la flamme de telle manière que la première goutte de condensat tombe de l'extrémité du réfrigérant après un intervalle de temps compris entre 5 et 10 minutes pour les produits à point d'ébullition inférieur à 100 °C, compris entre 10 et 15 minutes pour les produits à point d'ébullition supérieur à 100 °C, ou compris entre toutes autres valeurs indiquées dans la spécification du produit en essai.

6.2 Régler ensuite le chauffage de telle manière que le condensat soit recueilli à une vitesse de 3 à 4 ml par minute, sauf indication contraire dans la spécification du produit en essai. Ce réglage peut être obtenu en ajustant la distance entre le brûleur et le fond du ballon de telle façon que la flamme ait une hauteur juste suffisante.

### 6.3 Noter

- soit les températures correspondant à des volumes de condensat définis dans la spécification du produit à l'essai; ces températures doivent être corrigées comme indiqué au chapitre 7, sauf si la spécification du produit prévoit uniquement la détermination d'une différence de température entre deux volumes de condensat;
- soit les volumes de condensat lorsque le thermomètre indique les températures de distillation (préalablement corrigées comme indiqué au chapitre 5) prévues dans la spécification du produit à l'essai.

## 7. CORRECTIONS A APPORTER AUX TEMPÉRATURES RELEVÉES APRÈS LA DISTILLATION

(Cas du relevé des températures en fonction des volumes)

### 7.1 Correction de thermomètre

Si le thermomètre donne des lectures incorrectes pour le point initial de distillation ou pour le point sec, corriger les températures relevées en ajoutant ou en soustrayant l'erreur, selon que le thermomètre enregistre les températures par excès ou par défaut.

Effectuer aussi la correction de colonne émergente lorsque le thermomètre utilisé est du type à immersion totale.

\* Pour les produits dont la température d'ébullition présumée est inférieure à 70 °C, la température de l'eau ne doit pas excéder 20 °C.

## 7.2 Correction de pression barométrique

Quand la pression barométrique (corrigée comme indiqué au paragraphe 8) est différente de 760 mm de mercure, appliquer des corrections aux températures de distillation indiquées dans la spécification du produit en essai. Il est à noter que ces corrections sont seulement applicables pour les pressions supérieures à 700 mm de mercure.

## 8. DÉTERMINATION DE LA PRESSION ATMOSPHÉRIQUE

Déterminer la pression atmosphérique à l'aide d'un baromètre à mercure\*, gradué en millimètres et apporter les corrections suivantes à la valeur lue :

### 8.1 Correction d'étalonnage

Apporter, à l'indication lue sur le baromètre, la correction mentionnée sur le certificat de contrôle du baromètre. L'indication ainsi corrigée donne la pression atmosphérique telle qu'elle serait indiquée par un baromètre "juste" à la température et à la pesanteur du lieu de l'observation et une nouvelle correction devra lui être apportée pour déterminer la valeur équivalente en millimètres de mercure à 0 °C.

### 8.2 Correction de température à 0 °C

Si le baromètre à mercure est du type Fortin ou d'un autre modèle dans lequel le mercure est ajusté à un niveau de repère lors de la lecture de la pression barométrique, appliquer les corrections de température données dans le Tableau 1 à la valeur obtenue au paragraphe 8.1.

Si le baromètre utilisé est du type Kew, c'est-à-dire dans lequel la lecture est effectuée sans ajustement du niveau du mercure dans le réservoir, la correction de la température est légèrement différente de celle indiquée dans le Tableau 1. Le coefficient de température d'un baromètre Kew dépend, en partie, des dimensions de l'instrument, mais une précision suffisante est généralement obtenue en apportant, à l'indication lue sur un baromètre Kew, une correction égale à celle indiquée dans le Tableau 1, majorée de 5 %.

### 8.3 Correction de pesanteur

La correction suivante doit être apportée quand les distillations sont effectuées à des latitudes où les valeurs de la pesanteur diffèrent sensiblement de la valeur normale.

L'indication lue, corrigée conformément au paragraphe 8.2, donne la pression en millimètres de mercure étalons à 0 °C au lieu de l'observation. Pour obtenir la pression équivalente à 0 °C et à la pesanteur normale, il conviendrait de multiplier la valeur obtenue comme indiqué ci-dessus par  $\frac{g}{980,665}$ , où  $g$  est l'accélération de la pesanteur, exprimée en  $\text{cm/s}^2$ , au lieu de l'observation. Les variations de pesanteur dues à des causes autres qu'au changement de latitude, par exemple l'élévation au-dessus du niveau de la mer, peuvent toutefois être négligées et la correction de pesanteur sera obtenue à l'aide du Tableau 2 qui donne les corrections correspondant aux différentes latitudes. Selon que le signe de la correction indiquée dans le Tableau 2 est positif ou négatif, ajouter ou soustraire la quantité indiquée à celle lue sur le baromètre.

## 9. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Indiquer, dans le procès-verbal d'essai, les caractéristiques demandées pour le produit considéré.

## 10. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Donner les indications suivantes :

- a) la référence à la méthode employée;
- b) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO ou toutes opérations facultatives.

\* Il est également possible d'utiliser un baromètre anéroïde ayant une échelle graduée en millimètres de mercure étalons.

TABLEAU 1 – Correction à 0 °C des lectures barométriques effectuées avec un baromètre de Fortin avec échelle en laiton  
(Soustraire la correction de la lecture barométrique)

Température du baromètre  °C	Lecture barométrique, mmHg						
	700	720	740	760	780	800	820
10	1,14	1,17	1,21	1,24	1,27	1,30	1,34
11	1,26	1,29	1,33	1,36	1,40	1,44	1,47
12	1,37	1,41	1,45	1,49	1,53	1,57	1,60
13	1,48	1,53	1,57	1,61	1,65	1,70	1,74
14	1,60	1,64	1,69	1,73	1,78	1,83	1,87
15	1,71	1,76	1,81	1,86	1,91	1,96	2,00
16	1,82	1,88	1,93	1,98	2,03	2,09	2,14
17	1,94	1,99	2,05	2,10	2,16	2,22	2,27
18	2,05	2,11	2,17	2,23	2,29	2,35	2,40
19	2,17	2,23	2,29	2,35	2,41	2,48	2,54
20	2,28	2,34	2,41	2,47	2,54	2,60	2,67
21	2,39	2,46	2,53	2,60	2,67	2,73	2,80
22	2,51	2,58	2,65	2,72	2,79	2,86	2,94
23	2,62	2,69	2,77	2,84	2,92	2,99	3,07
24	2,73	2,81	2,89	2,97	3,05	3,12	3,20
25	2,85	2,93	3,01	3,09	3,17	3,25	3,33
26	2,96	3,04	3,13	3,21	3,30	3,38	3,47
27	3,07	3,16	3,25	3,34	3,42	3,51	3,60
28	3,19	3,28	3,37	3,46	3,55	3,64	3,73
29	3,30	3,39	3,49	3,58	3,68	3,77	3,87
30	3,41	3,51	3,61	3,71	3,80	3,90	4,00

TABLEAU 2 – Correction des lectures barométriques à la pesanteur normale  
( $g = 980,66 \text{ cm/s}^2$ )

Latitude degrés	Lecture barométrique, mmHg				
	700	720	740	760	780
0	-1,88	-1,93	-1,99	-2,04	-2,10
5	-1,85	-1,90	-1,95	-2,01	-2,06
10	-1,77	-1,82	-1,87	-1,92	-1,97
15	-1,63	-1,68	-1,72	-1,77	-1,82
20	-1,45	-1,49	-1,53	-1,57	-1,61
25	-1,22	-1,25	-1,29	-1,32	-1,36
30	-0,96	-0,98	-1,01	-1,04	-1,07
35	-0,67	-0,68	-0,70	-0,72	-0,74
40	-0,36	-0,37	-0,38	-0,39	-0,40
45	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04	-0,04
50	+0,29	+0,29	+0,30	+0,31	+0,32
55	+0,60	+0,61	+0,62	+0,65	+0,67
60	+0,89	+0,91	+0,94	+0,97	+0,99
65	+1,15	+1,19	+1,22	+1,25	+1,29
70	+1,38	+1,42	+1,46	+1,50	+1,54



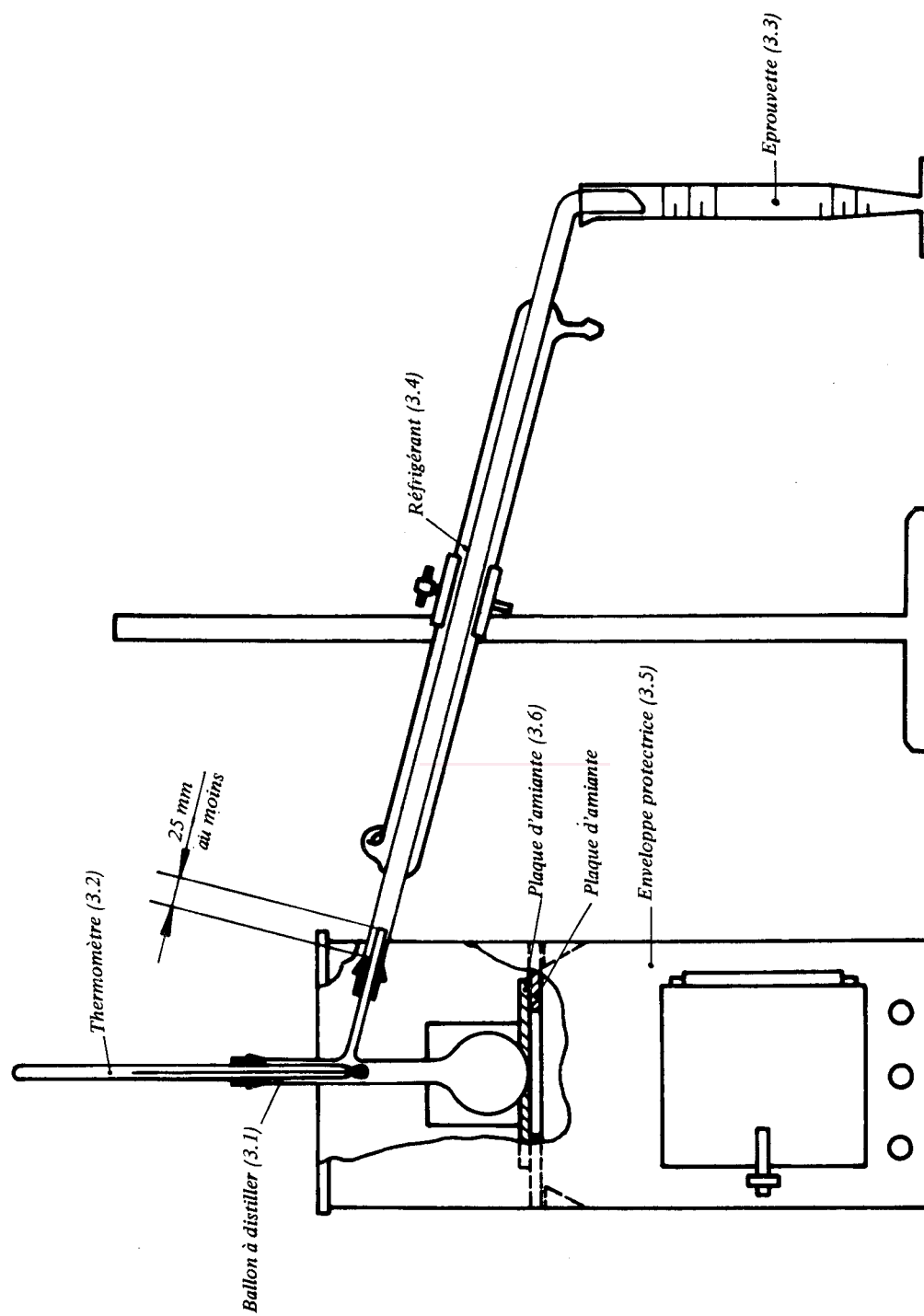


FIG. 1 — Appareillage de distillation assemblé

Dimensions linéaires en millimètres

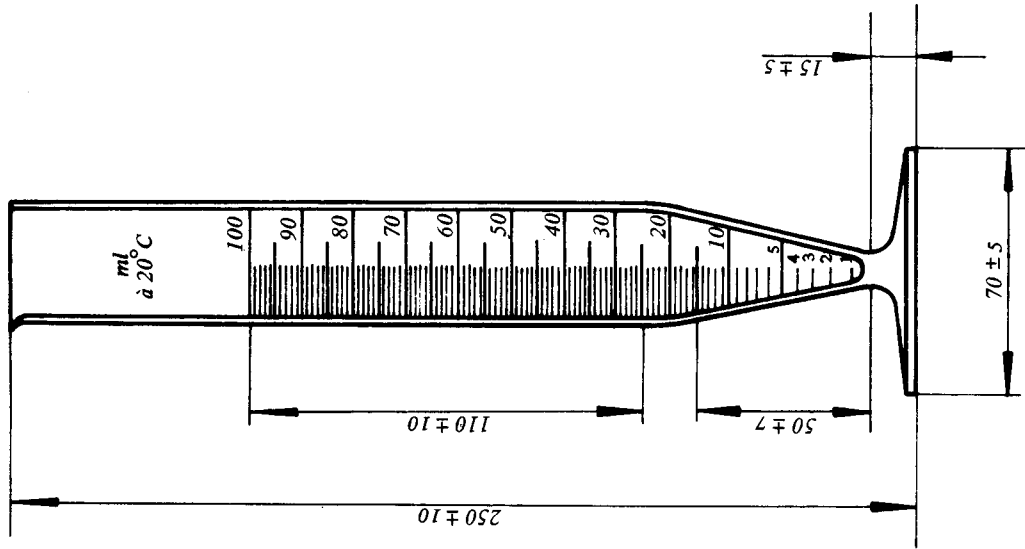


FIG. 3 — Eprouvette (3.3)

Dimensions linéaires en millimètres

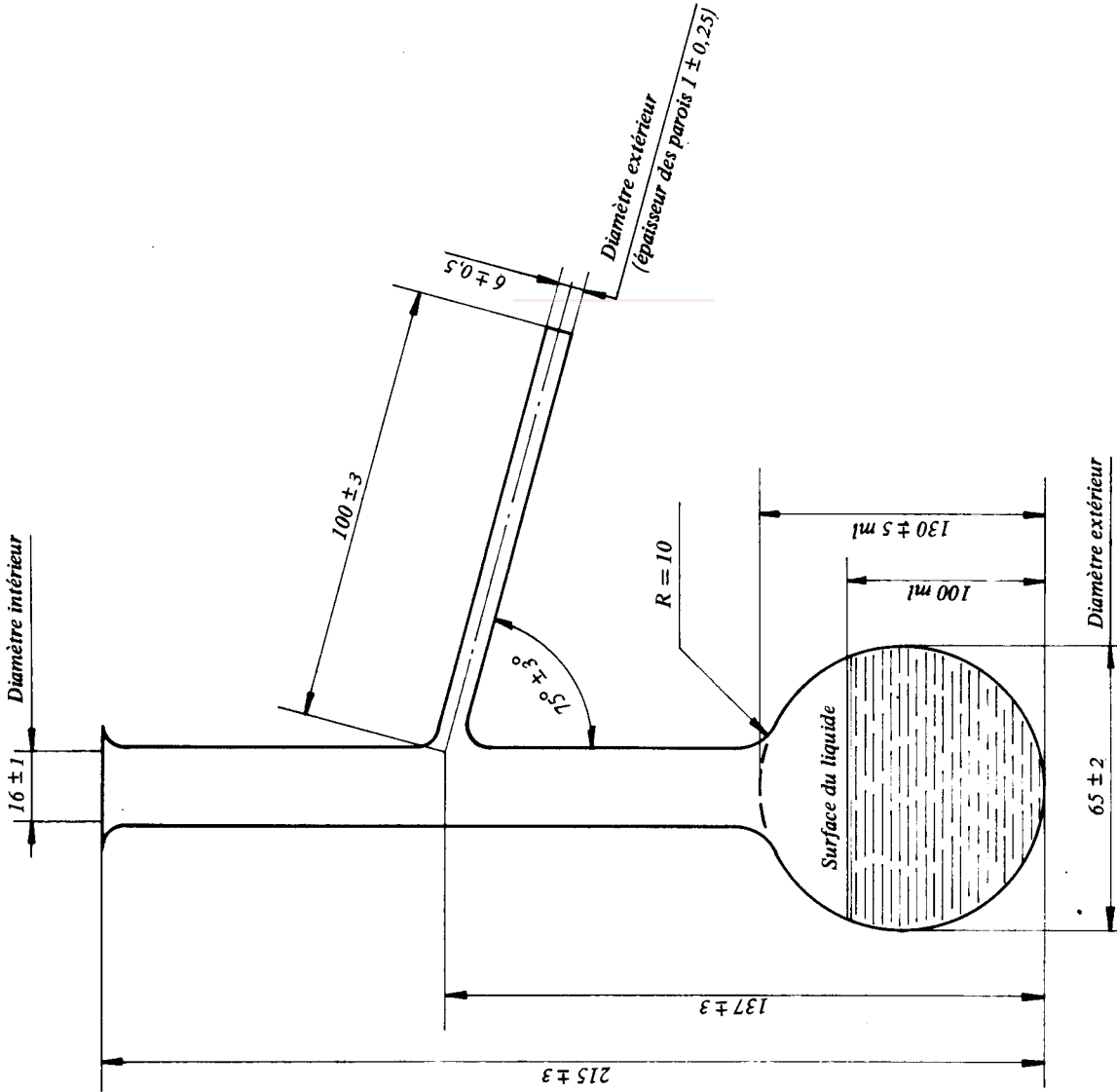


FIG. 2 — Ballon à distiller (3.1)