
**Produits pétroliers et solvants
hydrocarbonés — Détermination du point
d'aniline et du point d'aniline en mélange**

*Petroleum products and hydrocarbon solvents — Determination of aniline
point and mixed aniline point*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2977:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997>



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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2977 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2977:1989), dont elle constitue une révision technique, en particulier en ce qui concerne l'addition de l'annexe F.

Les annexes A à F font partie intégrante de la présente Norme internationale.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés — Détermination du point d'aniline et du point d'aniline en mélange

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par sa mise en œuvre. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination du point d'aniline des produits pétroliers et des solvants hydrocarbonés, ainsi que du point d'aniline en mélange, applicable aux produits pétroliers et aux solvants hydrocarbonés dont les points d'aniline sont inférieurs à la température de cristallisation de l'aniline dans le mélange d'aniline et de la prise d'essai.

[ISO 2977:1997](http://standards.iso.org/standards/info/702e94-bd97-489-93e6-bf1826659/iso_2977_1997)

La méthode 1 s'applique aux échantillons transparents présentant un point initial d'ébullition supérieur à la température ambiante et pour ceux dont le point d'aniline est inférieur au point de bulle mais supérieur au point de solidification du mélange d'aniline-prise d'essai.

La méthode 2, qui est une méthode en couche mince, convient aux échantillons trop foncés pour subir la méthode 1.

Les méthodes 3 et 4 concernent les échantillons qui peuvent subir une forte vaporisation au point d'aniline.

NOTE 1 La méthode 4 convient particulièrement aux cas où l'on ne dispose que de faibles quantités de la prise d'essai.

La méthode 5 concerne l'utilisation d'un appareil automatisé pouvant être utilisé en liaison avec les méthodes 1 et 2.

NOTE 2 Le point d'aniline (ou le point d'aniline en mélange) présente une grande utilité pour aider à caractériser des hydrocarbures purs et à analyser des mélanges d'hydrocarbures. Ce sont les hydrocarbures aromatiques qui présentent les points d'aniline les plus faibles, et les hydrocarbures paraffiniques les points d'aniline les plus élevés. Les cycloparaffines et les oléfines présentent des points d'aniline intermédiaires entre ceux des paraffines et des aromatiques. Dans des séries homologues, les points d'aniline augmentent avec la masse moléculaire.

NOTE 3 Bien que l'on puisse l'utiliser en combinaison avec d'autres propriétés physiques dans des méthodes de corrélation avec l'analyse des hydrocarbures, c'est le point d'aniline dont on se sert le plus fréquemment pour obtenir une estimation de la teneur des mélanges en hydrocarbures aromatiques (ou de l'«aromaticité»).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 2049:1996, *Produits pétroliers — Détermination de la couleur (échelle ASTM).*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.1 point d'aniline: Température minimale, en degrés Celsius, d'une solution à l'équilibre pour des volumes égaux d'aniline et de produit soumis à l'essai.⁹⁹⁷

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997>

3.2 point d'aniline en mélange: Température minimale, en degrés Celsius, de solution en équilibre d'un mélange de deux volumes d'aniline, d'un volume du produit soumis à l'essai et d'un volume d'heptane.

3.3 point de bulle: Température relevée, en degrés Celsius, au moment où des bulles apparaissent pour la première fois au sein du mélange lorsque celui-ci est chauffé, dans des conditions normalisées.

4 Principe

Des volumes définis d'aniline et d'échantillon, ou d'aniline, d'échantillon et d'heptane, sont placés dans un tube et mélangés mécaniquement. Le mélange est chauffé à vitesse définie jusqu'à ce que les deux phases se résolvent en une seule. Le mélange est alors refroidi à vitesse définie et la température à laquelle les deux phases se séparent est notée comme étant le point d'aniline ou le point d'aniline en mélange.

5 Produits et réactifs

5.1 Aniline.

AVERTISSEMENT — L'aniline est extrêmement toxique, même lorsqu'elle est en très petites quantités, et elle est absorbée par la peau. La manipuler avec de grandes précautions. Porter des lunettes de sécurité et des gants qui soient étanches à l'aniline à chaque fois que l'on pratique des opérations qui comprennent une manipulation d'aniline.

Sécher l'aniline, de qualité pure pour analyse, le jour de l'emploi, sur de l'hydroxyde de potassium en pastilles, la décanter et la distiller en éliminant les premiers et derniers 10 % (V/V) de distillat. Le point d'aniline de l'heptane (5.3), déterminé conformément à 8.1 avec de l'aniline ainsi préparée doit être de $69,3\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$, moyenne de deux résultats indépendants ne différant pas de plus de $0,1\text{ °C}$.

En alternative à la distillation de l'aniline le jour de son emploi, la distiller comme indiqué ci-dessus, puis conserver le distillat sous vide ou sous atmosphère d'azote anhydre, dans des ampoules scellées ou placées dans un endroit frais et obscur, en vue d'un emploi ultérieur. Dans les deux cas, toutes les précautions doivent être prises pour éviter une contamination par l'humidité de l'atmosphère (voir 6.2).

NOTE 4 Dans de telles conditions, l'expérience montre que l'aniline peut se conserver au moins 6 mois.

NOTE 5 Pour les contrôles de routine, la distillation n'est pas obligatoire, du moment que l'aniline satisfait aux exigences de l'essai d'heptane.

NOTE 6 Pour les besoins de la présente norme internationale, le terme «% (V/V)» est utilisé et représente la fraction volumique du produit.

Le point d'aniline du mélange aniline-heptane déterminé par l'appareil automatisé doit être de $69,3\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$ après correction conformément à l'équation donnée en E.4.1.

5.2 Agent déshydratant, qui peut être du sulfate de calcium anhydre, ou du sulfate de sodium anhydre.

5.3 Heptane, de pureté minimale 99,75 %.

6 Appareillage

6.1 Appareil de point d'aniline, répondant aux caractéristiques requises pour la méthode utilisée:

- annexe A pour la méthode 1;
- annexe B pour la méthode 2;
- annexe C pour la méthode 3;
- annexe D pour la méthode 4;
- annexe E pour la méthode 5.

NOTE 7 On peut utiliser un autre appareillage, par exemple la méthode du tube en U pour les huiles foncées, à la condition que l'on ait pu montrer que cet appareil donnait des résultats présentant la même fidélité que dans l'article 10, et la même justesse que celle définie par le point d'aniline de l'heptane (voir 5.1), comme ceux décrits dans les annexes A à E.

6.2 Bain de chauffage et de refroidissement, consistant en un bain d'air, ou un bain de liquide non aqueux, non volatil et transparent, ou lampe infrarouge (250 W à 375 W), munie d'un dispositif de réglage du chauffage.

Ne pas utiliser l'eau comme agent de chauffage ou de refroidissement. L'aniline étant hygroscopique, il pourrait s'ensuivre des résultats erronés.

NOTE 8 Par exemple, le point d'aniline de l'heptane est augmenté d'environ 0,5 °C si l'aniline contient 0,1 % (V/V) d'eau.

Si le point d'aniline est inférieur au point de rosée de l'atmosphère ambiante, faire circuler un courant lent de gaz inerte dans le tube où se fait la détermination, pour protéger le mélange aniline-échantillon.

6.3 Thermomètres, conformes aux prescriptions de l'annexe F. Les thermomètres doivent être accompagnés de certificats d'étalonnage actualisés, reliés aux étalons nationaux et portant sur toute la gamme des corrections maximales de 0,02 °C.

6.4 Pipettes, conformes à la classe A de l'ISO 648 et munies d'une prise d'aspiration indirecte. Les capacités requises sont de 10,0 ml, 5,0 ml et 0,5 ml. La pipette de 0,5 ml (méthode 4) doit être pourvue d'une longue pointe effilée.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997>

6.5 Balance, donnant une lecture à 0,01 g près, permettant de peser le tube et la prise d'essai lorsque cette dernière ne peut être pipetée commodément.

6.6 Lunettes de sécurité, avec du verre de sécurité.

6.7 Gants de sécurité, imperméables à l'aniline.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Sécher l'échantillon en l'agitant vigoureusement durant 3 min à 5 min avec environ 10 % (V/V) de l'agent déshydratant (5.2). Réduire sa viscosité, s'il est visqueux ou paraffinique, en le chauffant à une température inférieure à celle qui provoquerait la perte des fractions légères ou la déshydratation du déshydratant. Si de l'eau en suspension est visible, centrifuger l'échantillon pour éliminer celle-ci avant le séchage final par l'agent déshydratant.

Éliminer les traces de déshydratant en suspension par centrifugation ou filtration. Chauffer les échantillons contenant de la paraffine jusqu'à ce qu'ils soient homogènes et les maintenir chauds au cours des opérations de filtration ou de centrifugation.

8 Mode opératoire

8.1 Choix de la méthode

Cinq méthodes, ayant chacune son domaine d'application, sont prescrites ci-après:

- **Méthode 1:** décrite en détail dans l'annexe A, s'applique aux échantillons limpides et peu colorés, ou aux échantillons dont la coloration, déterminée selon l'ISO 2049, n'est pas plus foncée que 6,5, présentant un point initial d'ébullition au-dessus du point d'aniline attendu.
- **Méthode 2:** décrite en détail dans l'annexe B, s'applique aux échantillons peu colorés, aux échantillons modérément foncés ou aux échantillons très colorés.

NOTE 9 La méthode 2 s'applique aux échantillons trop foncés pour être testés par la méthode 1.

- **Méthode 3:** décrite en détail dans l'annexe C, s'applique aux échantillons clairs, ou aux échantillons présentant une coloration inférieure à 6,5 selon l'ISO 2049, et présentant un point initial d'ébullition trop bas pour que la méthode 1 donne des points d'aniline corrects.

NOTE 10 C'est le cas par exemple, des essences d'aviation.

- **Méthode 4:** décrite en détail dans l'annexe D, s'applique aux mêmes types d'échantillons que la méthode 3. Elle est mise en œuvre quand on ne dispose que de quantités limitées de l'échantillon.
- **Méthode 5:** cette méthode s'applique lors de l'utilisation de l'appareil automatisé selon les instructions de l'annexe E.

ISO 2977:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997>

8.2 Point d'aniline en mélange

Ce procédé est applicable aux échantillons dont le point d'aniline est inférieur à la température à laquelle l'aniline cristallise dans le mélange. Dans ce cas pipetter 10 ml d'aniline, 5 ml de l'échantillon et 5 ml d'heptane (5.3) dans un appareil propre et sec. Déterminer le point d'aniline du mélange par la méthode 1 ou la méthode 2, qui sont décrites dans l'annexe A ou l'annexe B.

9 Expression des résultats

9.1 Si trois observations successives du point d'aniline conduisent à des températures ne différant pas de plus de 0,1 °C dans le cas d'échantillons peu colorés, ou de 0,2 °C dans le cas d'échantillons foncés, prendre comme point d'aniline ou comme point d'aniline en mélange la moyenne des températures relevées, l'arrondir à 0,05 °C près, après avoir apporté les corrections correspondant aux erreurs d'étalonnage du thermomètre.

9.2 Si cinq déterminations successives ne permettent pas d'obtenir une telle fidélité, faire un nouvel essai en utilisant de nouvelles prises d'essai et un appareil propre et sec; si les mesures consécutives de la température montrent un changement progressif, ou bien si les écarts entre les résultats d'essai répétés sont supérieurs à 0,16 °C dans le cas d'échantillons peu colorés, ou à 0,3 °C dans le cas d'échantillons foncés, indiquer dans le rapport d'essai que la méthode est inapplicable.

10 Fidélité

La fidélité de la méthode, obtenue par analyse statistique des résultats d'un essai interlaboratoire, est donnée en 10.1 et 10.2. Les valeurs de fidélité, à l'exception de celles correspondant aux échantillons clairs ou peu colorés, ne sont pas issues d'essais circulaires récents.

10.1 Limite de répétabilité, r

La différence entre deux résultats d'essais successifs obtenus par le même opérateur avec 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 correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur 20:

Limite de répétabilité

Point d'aniline:

- | | |
|--|-----------------------|
| — des échantillons clairs, peu colorés | $r = 0,16 \text{ °C}$ |
| — des échantillons modérément ou fortement colorés | $r = 0,3 \text{ °C}$ |

Point d'aniline en mélange:

- | | |
|--|-----------------------|
| — des échantillons clairs, peu colorés | $r = 0,16 \text{ °C}$ |
| — des échantillons modérément ou fortement colorés | $r = 0,3 \text{ °C}$ |

ISO 2977:1997

10.2 Limite de reproductibilité, R

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 correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur 20:

Limite de reproductibilité

Point d'aniline:

- | | |
|--|----------------------|
| — des échantillons clairs, peu colorés | $R = 0,5 \text{ °C}$ |
| — des échantillons modérément ou fortement colorés | $R = 1,0 \text{ °C}$ |

Point d'aniline en mélange:

- | | |
|--|----------------------|
| — des échantillons clairs, peu colorés | $R = 0,7 \text{ °C}$ |
| — des échantillons modérément ou fortement colorés | $R = 1,0 \text{ °C}$ |

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai d'essai doit comporter au moins les indications suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) le type et les caractéristiques du produit soumis à l'essai;
- c) le résultat de l'essai (voir article 9);
- d) toute modification au mode opératoire prescrit, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- e) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2977:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997>

Annexe A (normative)

Méthode 1

A.1 Appareillage

L'appareillage représenté à la figure A.1 doit être utilisé. Il comporte les éléments suivants:

A.1.1 Tube à essais, en verre résistant à la chaleur, diamètre approximatif 25 mm, longueur approximative 150 mm.

A.1.2 Enveloppe (jaquette), diamètre approximatif 37 mm à 42 mm, longueur approximative 175 mm, en verre résistant à la chaleur.

A.1.3 Agitateur, manuel ou mécanique, en fil d'acier doux, diamètre approximatif 2 mm, et comportant à sa partie inférieure un anneau concentrique d'environ 19 mm de diamètre (voir figure A.1). La longueur de l'agitateur jusqu'au coude à angle droit en haut de la tige doit être d'environ 200 mm. Le bras coudé à angle droit doit avoir environ 55 mm de long. Un tube de verre d'environ 65 mm de long et de 3 mm de diamètre intérieur doit être utilisé pour guider l'agitateur.

A.2 Mode opératoire

A.2.1 Nettoyer et sécher l'appareil. Pipetter 10 ml d'aniline et 10 ml de l'échantillon sec dans le tube muni de son enveloppe et équipé de l'agitateur et du thermomètre. Si le produit est trop visqueux pour être pipeté, en peser, à 0,01 g près, une quantité correspondant à $10 \text{ ml} \pm 0,02 \text{ ml}$ à la température ambiante. Centrer le thermomètre dans le tube d'essai, de manière que son repère d'immersion se trouve au niveau du liquide, et s'assurer que le réservoir ne touche pas les parois du tube. Centrer le tube d'essai dans l'enveloppe.

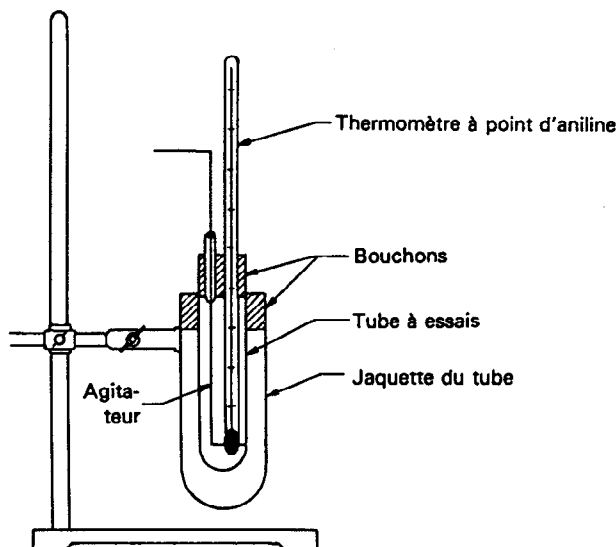


Figure A.1 — Appareil à point d'aniline

A.2.2 Agiter rapidement le mélange, en donnant au mouvement de l'agitateur une amplitude de 50 mm et en évitant toute inclusion de bulles d'air. Si nécessaire, chauffer à une vitesse de 1 °C/min à 3 °C/min jusqu'à obtention d'une miscibilité complète, en appliquant la chaleur directement sur l'enveloppe du tube. Si le mélange échantillon-aniline est complètement miscible à la température ambiante, remplacer la source de chaleur par un bain de refroidissement non aqueux. Tout en poursuivant l'agitation, laisser le mélange refroidir lentement à raison de 0,5 °C/min à 1 °C/min. Poursuivre le refroidissement jusqu'à une température de 1 °C à 2 °C inférieure à celle qui correspond à la première apparition d'un trouble, et noter à 0,1 °C près, comme étant le point d'aniline, la température à laquelle le mélange présente soudain un trouble net dans tout son volume (voir note 11). Cette température, et non celle qui correspond à la séparation des constituants mineurs des échantillons, est la température minimale d'équilibre de la solution.

NOTE 11 Le point d'aniline vrai est caractérisé par un trouble dont l'importance s'accroît fortement lorsque la température diminue.

A.2.3 Répéter l'observation du point d'aniline en chauffant et refroidissant alternativement jusqu'à obtenir des résultats correspondant aux prescriptions de 9.1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2977:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf702e94-bd97-4ff9-93ee-a6cbf1826659/iso-2977-1997>