
NORME INTERNATIONALE



1392

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

Détermination du point de cristallisation – Méthode générale

Determination of crystallizing point – General method

Première édition – 1977-02-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1392:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cb1e0f5-9248-4a74-8942-28c7efeae47e/iso-1392-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cb1e0f5-9248-4a74-8942-28c7efeae47e/iso-1392-1977>

CDU 536.421.4

Réf. no : ISO 1392-1977 (F)

Descripteurs : essai chimique, mesurage, point de cristallisation.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1392-1970 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1392-1970 à laquelle elle est techniquement identique. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cb1e0f5-9248-4a74-8942-28c7efae47e/iso-1392-1977>

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1392.

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Portugal
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suisse
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	Turquie
France	Pérou	U.R.S.S.

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Aucun comité membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1392 en Norme internationale.

Détermination du point de cristallisation — Méthode générale

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale de détermination des points de cristallisation compris entre -50 et $+250$ °C environ.

Le point de cristallisation peut être déterminé soit directement sur l'échantillon tel quel, soit sur l'échantillon séché, soit sur les deux. La méthode d'essai spécifique d'un produit donné précisera suivant laquelle de ces possibilités l'échantillon sera essayé et, si la détermination doit être effectuée sur l'échantillon séché, quelle méthode de séchage devra être utilisée.

2 PRINCIPE

Refroidissement de l'échantillon liquide ou liquéfié, et détermination du point de cristallisation par observation de la température au cours de la cristallisation dans des conditions définies.

3 RÉACTIFS

3.1 Acétone.

3.2 Dioxyde de carbone, solide.

3.3 Glace.

3.4 Sulfate de calcium, séché à 170 °C environ.

Dessécher du sulfate de calcium dihydraté ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) durant 24 h, à 170 °C environ, le laisser refroidir en dessiccateur et le conserver dans un récipient étanche à l'air.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et appareillage représenté aux figures 1, 2, 3 et 4 comprenant les éléments suivants :

4.1 Tube de cristallisation, de diamètre extérieur 25 mm environ et de longueur 150 mm environ.

4.2 Tube extérieur de protection, de diamètre intérieur 28 mm environ, de longueur 120 mm environ et d'épaisseur de paroi 2 mm environ.

4.3 Agitateur, en verre ou en acier inoxydable, comportant une boucle de diamètre 20 mm environ; il peut être actionné à la main ou par un système mécanique ayant une course d'environ 30 mm par seconde.

4.4 Thermomètre de précision, gradué en intervalles de $0,1$ °C, dont l'erreur maximale d'échelle connue est de $0,1$ °C, et dont l'échelle est conforme aux indications de la méthode d'essai spécifique du produit considéré.

4.5 Vase de Dewar, de capacité 500 ml environ, contenant le mélange réfrigérant approprié (dioxyde de carbone/acétone, ou glace/eau, ou eau), muni d'un thermomètre de laboratoire approprié. Un exemple d'un tel vase de Dewar est donné à la figure 2, mais d'autres récipients de même capacité peuvent être utilisés.

4.6 Vase de Dewar, du modèle représenté à la figure 3. (Il n'est pas nécessaire que la surface intérieure de ce récipient soit argentée.)

4.7 Bain chauffant, du modèle représenté à la figure 4, contenant de l'huile de silicone ou tout autre milieu liquide de transfert de chaleur, muni d'un thermomètre de laboratoire approprié.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Préparation de l'échantillon pour la détermination directe du point de cristallisation sur le produit tel quel

5.1.1 Produits liquides

Remplir le tube de cristallisation (4.1), sur une hauteur de 60 mm environ, avec l'échantillon non traité et poursuivre comme spécifié en 5.3.

5.1.2 Produits solides

Avant la détermination de leur point de cristallisation, ces produits doivent être liquéfiés dans un bain d'eau, une étuve ou un bain d'huile [cette opération peut être effectuée dans le tube de cristallisation (4.1), en utilisant le bain chauffant (4.7)], en prenant les précautions nécessaires pour que la température du produit liquéfié ne soit pas supérieure de plus de quelques degrés à son point de fusion. Remplir le tube de cristallisation, sur une hauteur de 60 mm environ, avec l'échantillon liquéfié et poursuivre comme spécifié en 5.3.

5.2 Préparation de l'échantillon pour la détermination du point de cristallisation sur le produit séché

5.2.1 Produits liquides

Les produits liquides dont la teneur en eau est normale [c'est-à-dire égale ou inférieure à 2 % (m/m)] doivent être séchés dans le tube de cristallisation (4.1), par addition de sulfate de calcium. Remplir le tube de cristallisation, sur une hauteur de 60 mm environ, avec l'échantillon liquide, ajouter du sulfate de calcium (3.4) (2 à 5 g sont généralement nécessaires) et poursuivre comme spécifié en 5.3.

Dans certains cas, d'autres méthodes de séchage peuvent être nécessaires; elles seront alors spécifiées dans la méthode d'essai spécifique du produit considéré.

5.2.2 Produits solides

La méthode de séchage pour les produits solides dépend de la teneur en eau de l'échantillon et de la valeur du point de cristallisation.

5.2.2.1 PRODUITS À FAIBLE TENEUR EN EAU [c'est-à-dire égale ou inférieure à 2 % (m/m)]

Les produits solides dont le point de fusion est inférieur à 150 °C environ doivent être séchés à l'aide de sulfate de calcium. Remplir le tube de cristallisation (4.1), sur une hauteur de 60 mm environ, avec l'échantillon liquéfié, ajouter du sulfate de calcium (3.4) (2 à 5 g sont généralement nécessaires) et poursuivre comme spécifié en 5.3.

Les produits solides dont le point de fusion est supérieur à 150 °C environ doivent être séchés soit dans une étuve à 60 °C, soit sous vide, soit par passage d'air, et la détermination du point de cristallisation est ensuite effectuée sur l'échantillon liquéfié. Remplir le tube de cristallisation (4.1), sur une hauteur de 60 mm environ, avec l'échantillon liquéfié et poursuivre comme spécifié en 5.3.

Pour ces échantillons à point de fusion élevé, la méthode de séchage et sa durée seront indiquées dans la méthode d'essai spécifique du produit considéré; dans certains cas, d'autres méthodes de séchage peuvent être préconisées en variantes, quel que soit le point de fusion du produit considéré.

5.2.2.2 PRODUITS À HAUTE TENEUR EN EAU

Les échantillons dont la teneur en eau est élevée (par exemple les pâtes) doivent, dans tous les cas, être séchés avant la détermination du point de cristallisation, par exemple dans une étuve à 60 °C, ou bien sous vide, etc. La détermination est ensuite effectuée sur l'échantillon liquéfié. Remplir le tube de cristallisation (4.1), sur une hauteur de 60 mm environ, avec l'échantillon liquéfié et poursuivre comme spécifié en 5.3.

En outre, pour des produits se liquéfiant au-dessous de 150 °C environ, ajouter du sulfate de calcium (3.4) (2 à 5 g sont généralement nécessaires) dans le tube de cristallisation, avant de commencer la détermination.

La méthode de séchage, sa durée ou d'autres méthodes de séchage doivent être spécifiées dans la méthode d'essai spécifique du produit considéré.

NOTE — Avant la détermination du point de cristallisation, les échantillons solides doivent être liquéfiés dans un bain d'eau, une étuve ou un bain d'huile [cette opération peut être effectuée dans le tube de cristallisation, en utilisant le bain chauffant (4.7)], en prenant les précautions nécessaires pour que la température du produit liquéfié ne soit pas supérieure de plus de quelques degrés à son point de fusion.

5.3 Préparation de l'appareillage

Placer l'agitateur (4.3) dans le tube de cristallisation (4.1), préparé conformément aux spécifications de 5.1 et 5.2. Positionner le thermomètre (4.4) spécifié verticalement dans le liquide ou produit fondu, de sorte que le bas de son réservoir soit à 15 mm environ du fond du tube de cristallisation. Fixer le tube extérieur (4.2) à cet ensemble (avec un bouchon en liège ou un manchon en caoutchouc, si nécessaire), et placer le tout dans la position suivante :

a) pour les points de cristallisation compris entre la température ambiante et - 50 °C environ : dans le vase de Dewar (4.5) rempli du mélange réfrigérant approprié (dioxyde de carbone/acétone, ou glace/eau, ou eau), à une température de 3 à 5 °C au-dessous du point de cristallisation à déterminer.

b) pour les points de cristallisation compris entre la température ambiante et 100 °C environ : dans le vase de Dewar (4.6);

c) pour les points de cristallisation compris entre 100 et 250 °C environ : dans le bain chauffant (4.7), à une température de 5 à 7 °C au-dessous du point de cristallisation à déterminer.

5.4 Détermination

Vérifier que l'échantillon est encore à l'état liquide à ce stade; actionner l'agitateur en notant la température. Celle-ci doit décroître régulièrement tout d'abord, puis remonter brusquement lorsque la substance cristallise; il arrive parfois que la température reste constante durant un court instant. Si l'élévation de température dépasse 1 à 2 °C, cela indique qu'une surfusion excessive a eu lieu. Dans ce cas, l'essai doit être recommencé en ensemençant le liquide ou la masse fondue pour supprimer cette surfusion excessive. Lire la température la plus élevée, atteinte après la cristallisation, et corriger, si nécessaire, cette lecture de l'erreur d'échelle et de l'erreur de colonne émergente. Noter cette température, arrondie au plus proche 0,1 °C, comme étant le point de cristallisation du produit examiné.

NOTES

1 L'agitateur peut être supprimé et l'agitation peut être exécutée à la main, à l'aide du thermomètre, mais des précautions doivent être prises afin que le thermomètre n'entre pas en contact avec les parois du tube de cristallisation.

2 En vue d'une détermination correcte du point de cristallisation, il est nécessaire de fondre le produit pendant l'essai, sans aucune décomposition. Il est possible de vérifier que cette condition a été respectée en recommençant l'essai et en comparant les deux résultats. Si les deux températures de cristallisation sont identiques, cela prouve que la condition précédente a été respectée.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Noter le point de cristallisation ainsi déterminé à 0,1 °C près, en indiquant l'état de l'échantillon, c'est-à-dire si la détermination a été effectuée sur l'échantillon tel quel ou séché, ou sur les deux.

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) référence de la méthode utilisée;

b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1392:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cb1e0f5-9248-4a74-8942-28c7efeae47e/iso-1392-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cb1e0f5-9248-4a74-8942-28c7efeae47e/iso-1392-1977>

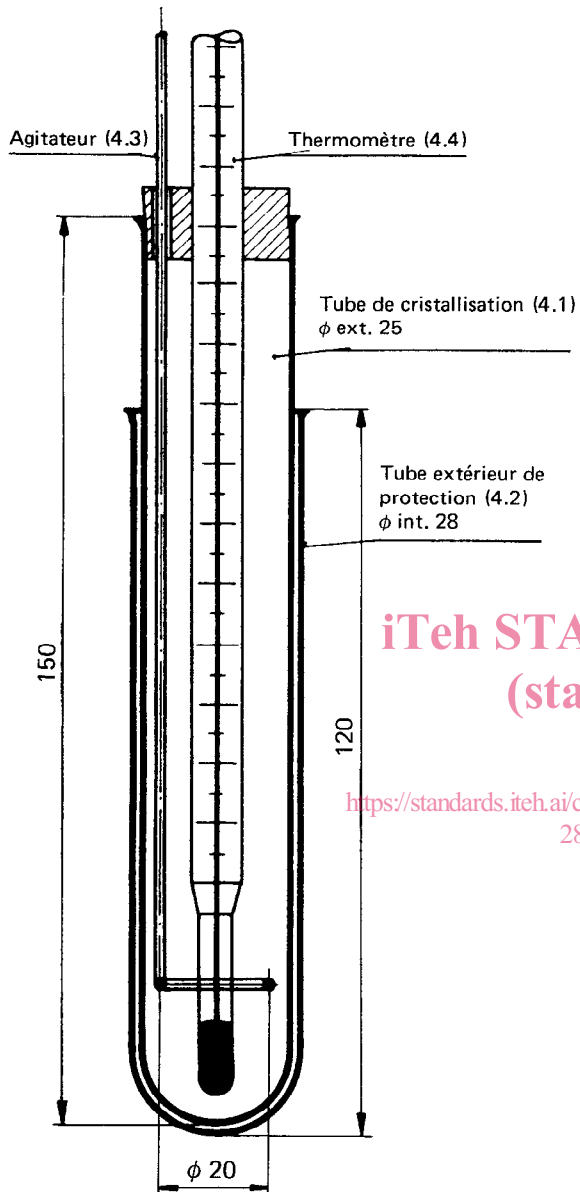


FIGURE 1 – Appareil pour la détermination du point de cristallisation

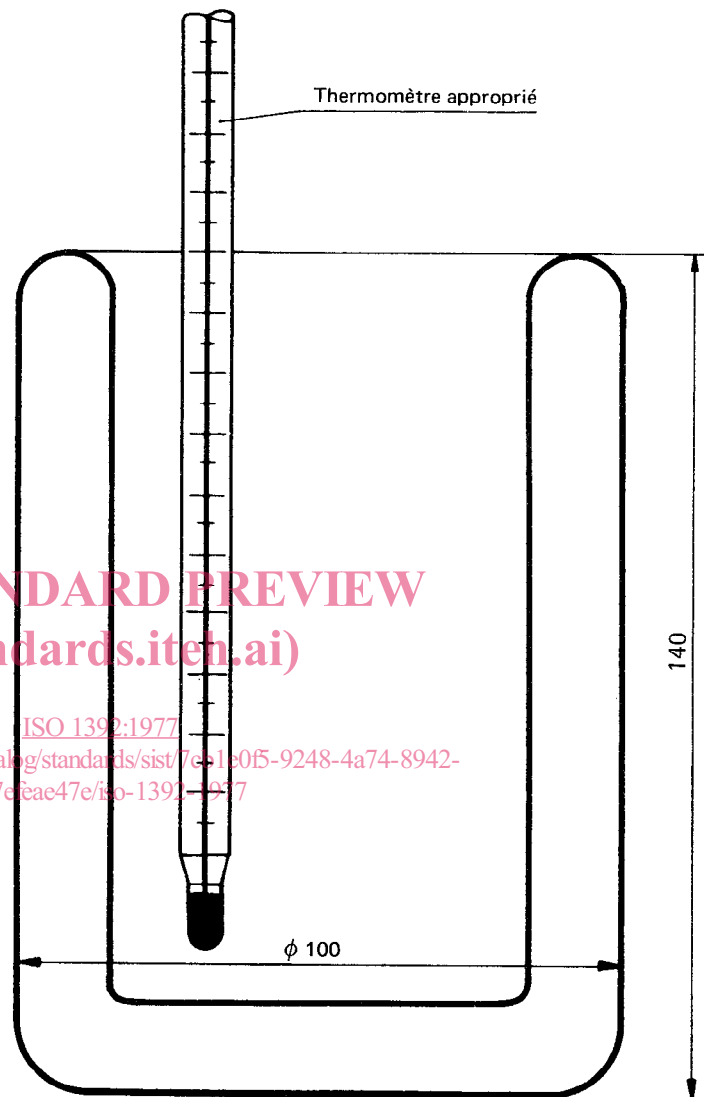


FIGURE 2 – Vase de Dewar (4.5)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1392:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7e51e0f5-9248-4a74-8942-28c7e7eac47e/iso-1392-1977>

Dimensions approximatives en millimètres

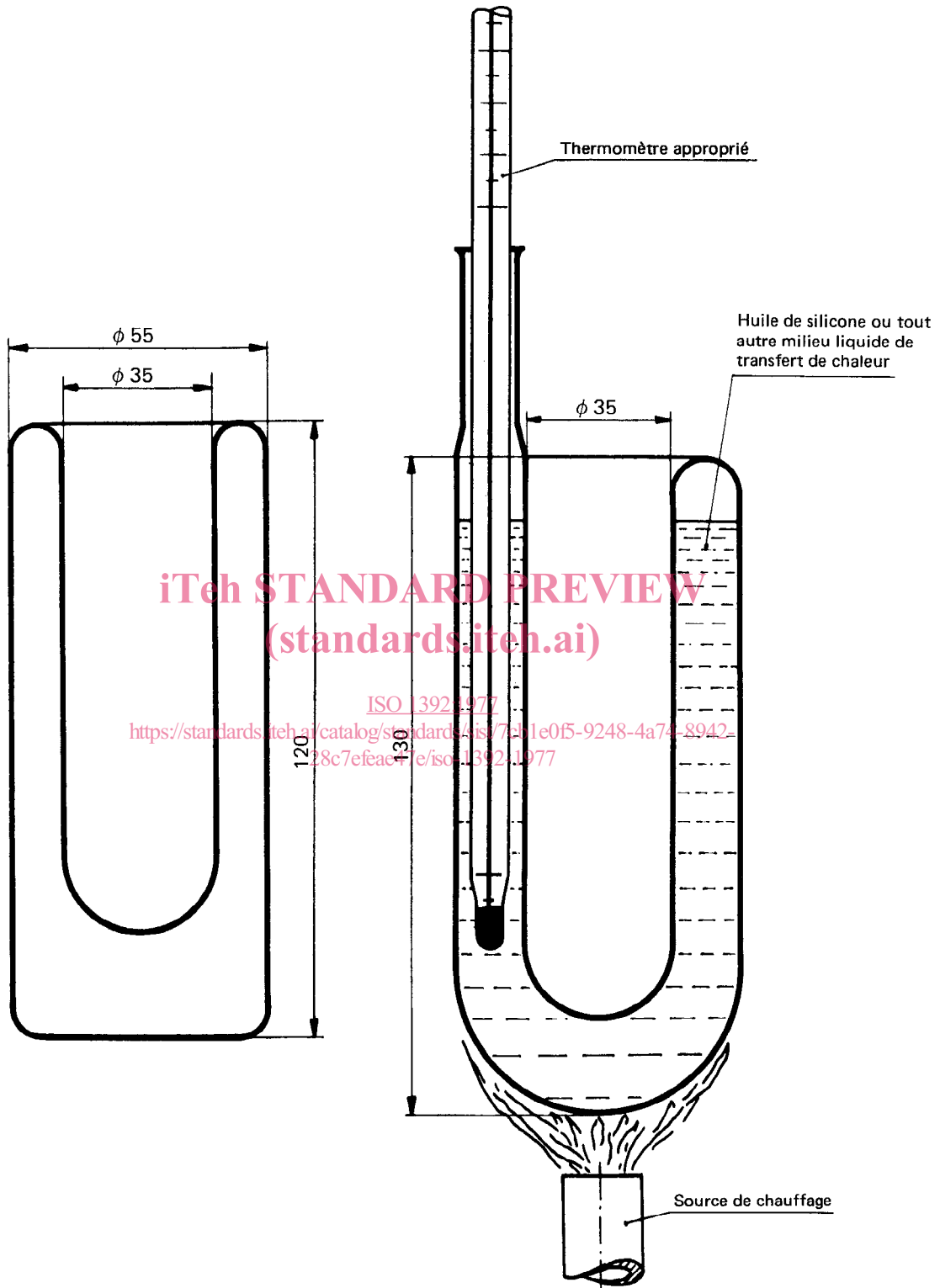


FIGURE 3 – Vase de Dewar (4.6)

FIGURE 4 – Bain chauffant (4.7)

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1392:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7cb1e0f5-9248-4a74-8942-28c7efeae47e/iso-1392-1977>