
NORME INTERNATIONALE 1897/II

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

Phénol, *o*-crésol, *m*-crésol, *p*-crésol, acide crésylique et xylénols à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie II : Dosage de l'eau — Méthode de Dean et Stark

*Phenol, o-cresol, m-cresol, p-cresol, cresylic acid and xylenols for industrial use — Methods of test —
Part II : Determination of water — Dean and Stark method*

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-04-15

[ISO 1897-2:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3905c2b1-b285-4e45-8869-44db28cb4ad8/iso-1897-2-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3905c2b1-b285-4e45-8869-44db28cb4ad8/iso-1897-2-1977>

CDU 661 : 547.562/563 : 543.812

Réf. n° : ISO 1897/II-1977 (F)

Descripteurs : phénol, phénol, crésol, xylénol, analyse chimique, dosage, eau, méthode volumétrique, réactif de Karl Fischer.

Prix basé sur 5 pages

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 1898-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. Le numéro 1898 a toutefois été modifié en 1897/II. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1898-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1898 :

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

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Le comité membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale :

Pays-Bas

Phénol, *o*-crésol, *m*-crésol, *p*-crésol, acide crésylique et xylénols à usage industriel – Méthodes d'essai – Partie II : Dosage de l'eau – Méthode de Dean et Stark

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 1897 spécifie la méthode de Dean et Stark pour le dosage de l'eau dans le phénol, l'*o*-crésol, le *m*-crésol, le *p*-crésol, l'acide crésylique et les xylénols à usage industriel.

Le présent document devra être lu conjointement avec la partie I (voir l'annexe).

2 PRINCIPE

Distillation d'une prise d'essai en présence d'un solvant approprié, dans un appareil de Dean et Stark.

Lecture du volume du condensat recueilli dans le tube de recette, amené à la température ambiante, ce liquide étant supposé être de l'eau.

3 RÉACTIF

Au cours de l'analyse, n'utiliser qu'un réactif de qualité analytique reconnue et *exempt d'eau*.

3.1 Xylène.

La différence entre les températures de distillation auxquelles les 5 % et les 95 % du volume mis en œuvre ont été recueillis ne doit pas dépasser 5 °C, et ces températures doivent être comprises entre 137,0 et 145,5 °C.

Ou, en variante,

3.2 Solvant naphta.

96 % du produit doivent distiller au-dessous de 160 °C.

Ou, en variante,

3.3 Toluène.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil de Dean et Stark, comprenant un ballon de distillation en verre, de capacité 500 ml, adaptable à un réfrigérant, comportant un tube de recette de 2 ml avec une erreur maximale de ± 0,02 ml, ou un tube de recette de 10 ml avec une erreur maximale de ± 0,06 ml, ou un tube de recette de 25 ml avec une erreur maximale de ± 0,1 ml,

suivant la teneur présumée en eau. Les figures 1 à 5 représentent un ensemble typique de l'appareil de Dean et Stark, une forme convenable du réfrigérant et des tubes de recette de 2, 10 et 25 ml. L'emploi d'un tube de recette de 25 ml muni d'un robinet d'arrêt est admis comme variante.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, 200 g environ de l'échantillon pour essai, à la température ambiante.

Dans le cas du phénol liquéfié, peser, à 0,1 g près, 100 g environ de l'échantillon pour essai.

5.2 Dosage

Verser la prise d'essai (5.1) dans le ballon de l'appareil de Dean et Stark (4.1) et ajouter 100 ml du solvant (3.1, 3.2 ou 3.3).

Fixer le ballon à l'appareil. Chauffer le ballon de manière que le condensat s'écoule de l'extrémité du réfrigérant à la cadence de 2 à 5 gouttes par seconde.

Continuer la distillation jusqu'à ce que l'eau condensée ne soit plus visible en aucun endroit de l'appareil, sauf au fond du tube de recette, et jusqu'à ce que le volume d'eau recueilli demeure constant. Si un anneau persistant d'eau condensée se forme dans le tube réfrigérant, le faire disparaître en augmentant la vitesse de distillation de quelques gouttes par seconde.

Amener l'eau recueillie à la température ambiante et noter son volume.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V \times 100}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de l'eau recueillie, à la température ambiante;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (5.1).

NOTE — Dans cette formule, la masse volumique de l'eau recueillie dans le tube de recette, à la température ambiante, est considérée égale à 1,00 g/ml.

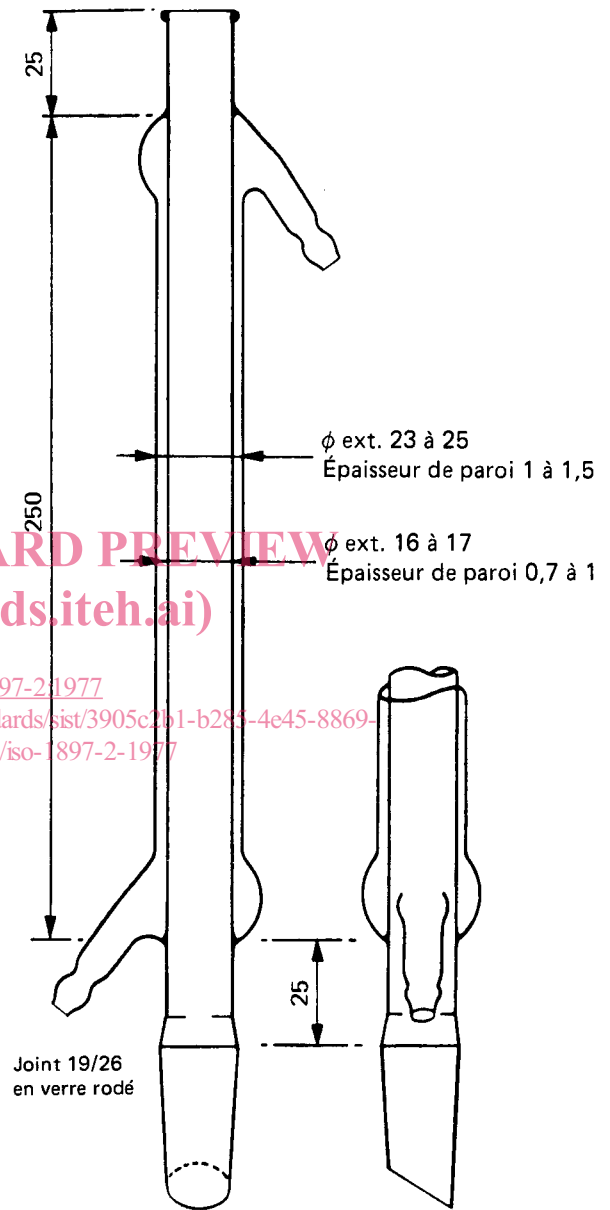
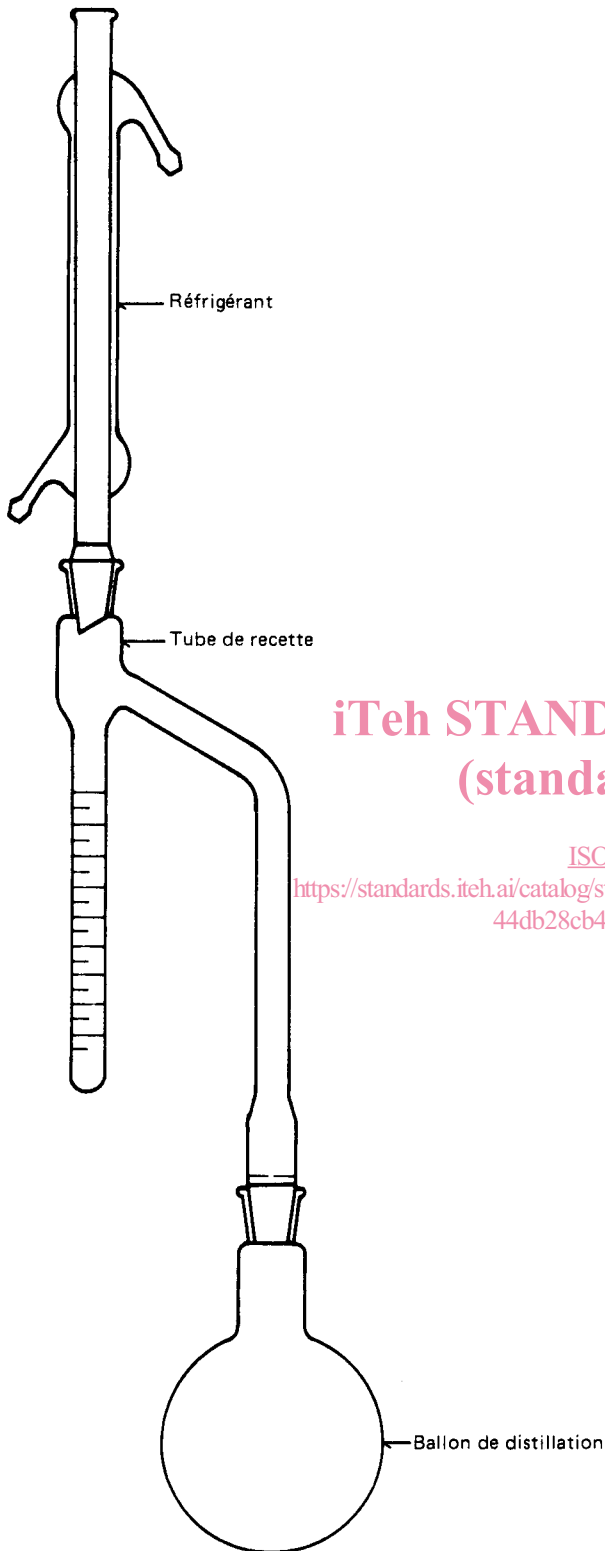


FIGURE 2 – Réfrigérant approprié

FIGURE 1 – Ensemble typique de l'appareil de Dean et Stark (4.1)

Dimensions en millimètres

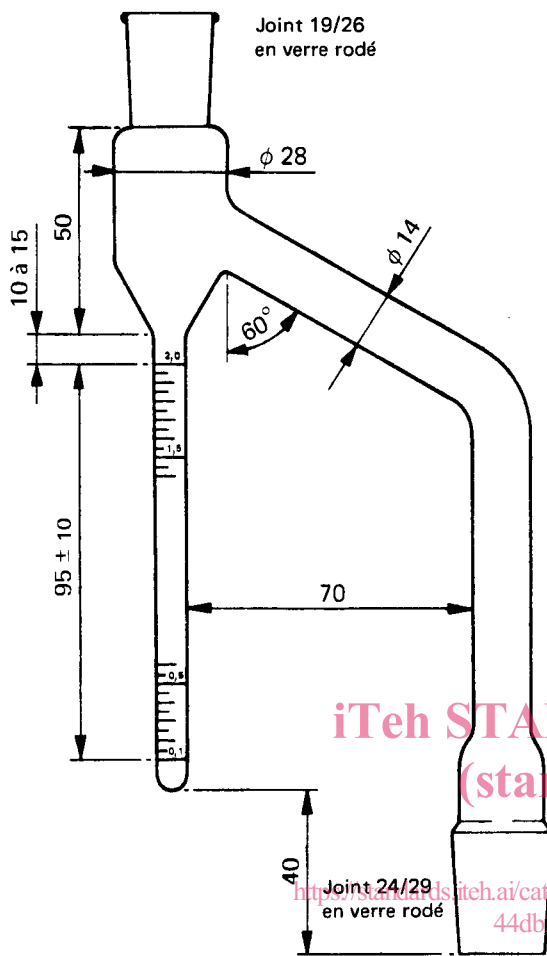


FIGURE 3 – Tube de recette de 2 ml

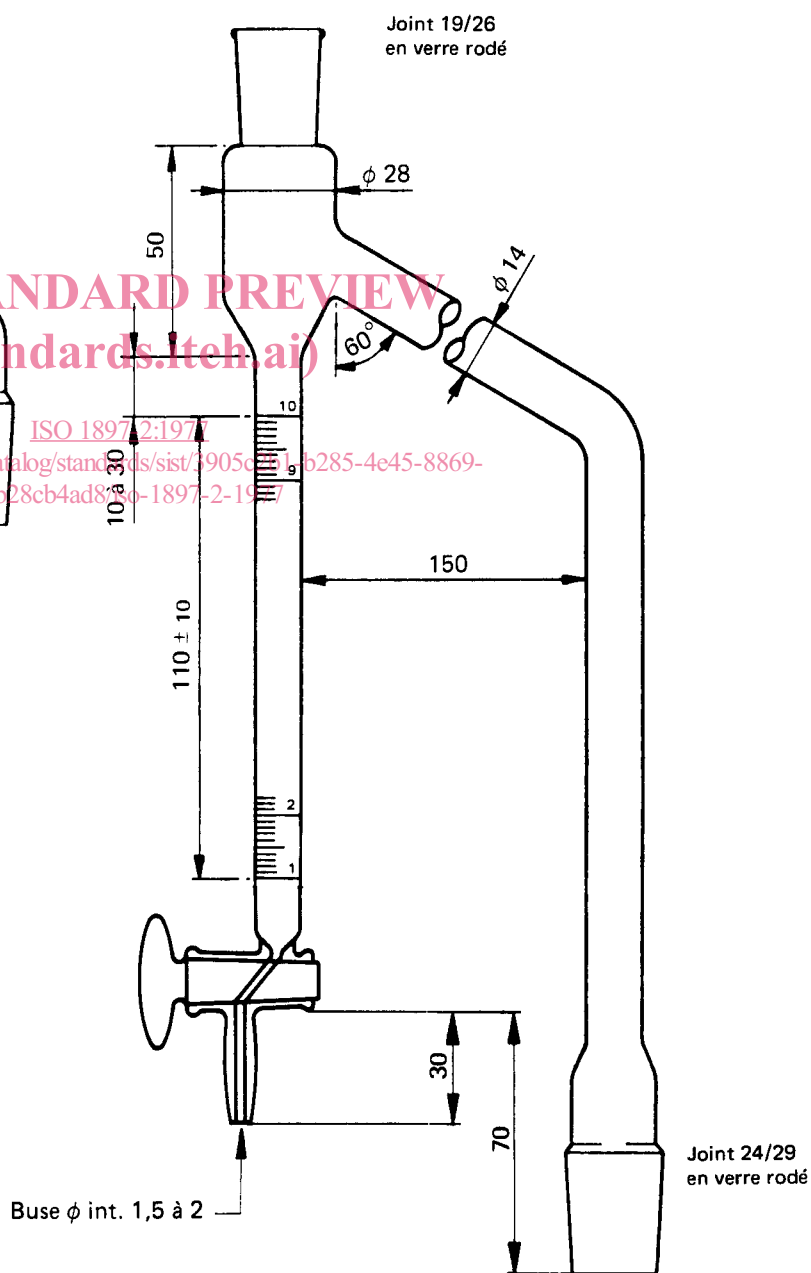


FIGURE 4 – Tube de recette de 10 ml

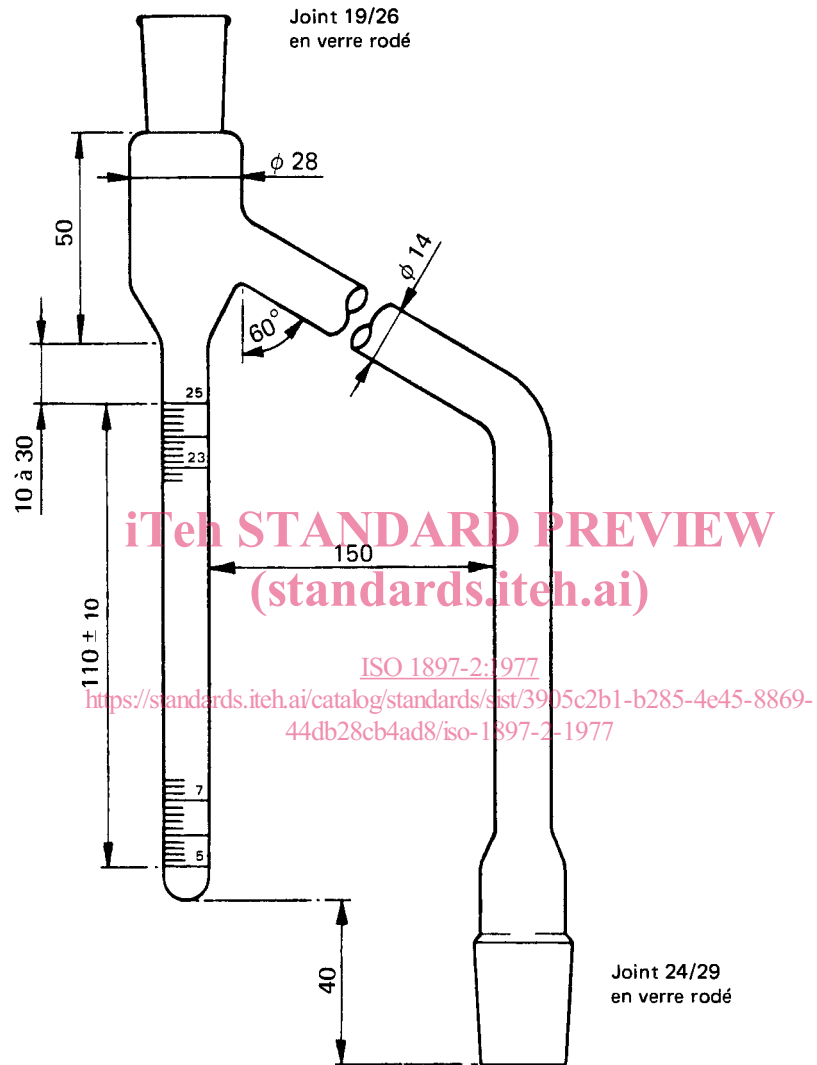


FIGURE 5 — Tube de recette de 25 ml

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES (A) AU PHÉNOL, (B) À L'*o*-CRÉSOL, (C) AU *m*-CRÉSOL, (D) AU *p*-CRÉSOL, (E) À L'ACIDE CRÉSYLIQUE ET (F) AUX XYLÉNOLS, À USAGE INDUSTRIEL

Applicabilité

A ¹⁾ B ²⁾ C	D ²⁾ E	F	ISO 1897/I – Généralités.			
A	B	C	D	E	F	ISO 1897/II – Dosage de l'eau – Méthode de Dean et Stark.
A	B	C	D	E	F	ISO 1897/III – Dosages des huiles neutres et des bases pyridinées.
A	B	C	D			ISO 1897/IV – Essai visuel de contrôle des matières insolubles dans une solution d'hydroxyde de sodium.
A						ISO 1897/V – Essai visuel de contrôle des matières insolubles dans l'eau.
				E	F	ISO 1897/VI – Contrôle de l'absence de sulfure d'hydrogène.
				E	F	ISO 1897/VII – Mesurage de la coloration.
				E	F	ISO 1897/VIII – Détermination de la teneur en <i>o</i> -crésol.
				E		ISO 1897/IX – Détermination de la teneur en <i>m</i> -crésol.
A	B	C	D			ISO/R 1900 – Détermination du résidu à l'évaporation.
A	B	C	D			ISO/R 1901 – Détermination du point de cristallisation.
A ³⁾						ISO 1904 – Dosage du phénol et de ses homologues – Méthode par bromuration.
				E	F	ISO/R 1906 – Détermination des caractéristiques de distillation.
				E	F	ISO/R 1907 – Détermination du résidu de distillation.
A	B	C	D			ISO 2208 – Détermination du point de cristallisation après séchage à l'aide d'un tamis moléculaire.

1) Dans le cas du phénol, la détermination de la masse volumique à 20 °C, spécifiée dans l'ISO 1897/I, n'est applicable qu'au phénol liquéfié.

2) La détermination de la masse volumique à 20 °C, spécifiée dans l'ISO 1897/I, n'est pas applicable à ce produit.

3) Applicable uniquement au phénol liquéfié.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1897-2:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3905c2b1-b285-4e45-8869-44db28cb4ad8/iso-1897-2-1977>