
NORME INTERNATIONALE



1897 / III

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 III : Dosages des huiles neutres et des bases pyridinées**

*Phenol, o-cresol, m-cresol, p-cresol, cresylic acid and xylenols for industrial use — Methods of test —
Part III : Determination of neutral oils and pyridine bases*

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-04-15

ISO 1897-3:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fff1c777-9b59-4e92-bb1b-f11ec499bac/iso-1897-3-1977>

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 1899-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. Le numéro 1899 a toutefois été modifié en 1897/III. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1899-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1899 :

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

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 III : Dosages des huiles neutres et des bases pyridinées

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 1897 spécifie une méthode volumétrique, après distillation, de dosage des huiles neutres, ainsi qu'une méthode titrimétrique, après distillation, de dosage des bases pyridinées, 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 des huiles neutres et des bases pyridinées à partir d'une solution alcaline aqueuse d'une prise d'essai. Mesurage du volume des huiles neutres recueillies. Titration des bases pyridinées présentes dans le distillat aqueux et dans les huiles neutres par une solution titrée d'acide chlorhydrique, en présence de méthylorange additionné de xylène cyanol FF comme indicateur.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

- 3.1 **Chlorure de sodium**, solution à 20 g/l.
- 3.2 **Hydroxyde de sodium**, solution à 270 g/l.
- 3.3 **Acide chlorhydrique**, solution 0,1 N environ.
- 3.4 **Acide chlorhydrique**, solution titrée 1 N.
- 3.5 **Phénolphthaléine**, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et amener à coloration rose pâle par addition d'une solution diluée d'hydroxyde de sodium.

- 3.6 **Méthylorange et xylène cyanol FF**, solution éthanolique aqueuse.

Dissoudre 1 g de méthylorange et 1,4 g de xylène cyanol FF dans 500 ml d'éthanol à 50 % (V/V).

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

- 4.1 **Appareil de distillation**, représenté à la figure 1, comprenant les éléments suivants :

- 4.1.1 *Ballon de distillation* (A), en verre borosilicaté, de capacité 1 000 ml.

- 4.1.2 *Dévésiculateur* (B), représenté à la figure 2.

- 4.1.3 *Tube barboteur* (C), représenté à la figure 3.

- 4.1.4 *Réfrigérant de Liebig* (D), en verre borosilicaté, représenté à la figure 4.

- 4.1.5 *Ampoule à décanter* (E) : l'un des deux modèles représentés à la figure 5, suivant que l'échantillon est présumé contenir plus ou moins de 1 % (m/m) d'huiles neutres.

- 4.1.6 *Écran de protection*, placé entre l'appareil et l'opérateur.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Prise d'essai

Dans le ballon (A), peser, à 0,1 g près, 100 g environ de l'échantillon pour essai.

5.2 Préparation de l'appareillage

Avant d'entreprendre l'essai, il est essentiel de s'assurer que l'ampoule à décanter (E) et la fiole conique mentionnée en 5.4 soient absolument propres. Un lavage avec un détergent, suivi d'un rinçage énergique à l'eau courante puis à l'eau distillée, convient généralement.

5.3 Distillation

Dans le ballon (A) contenant la prise d'essai (5.1), ajouter 170 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2), puis 100 ml d'eau, en utilisant la même éprouvette graduée, sans nettoyage ni rinçage intermédiaire, pour les deux opérations. Homogénéiser soigneusement. Pour éviter des soubresauts, ajouter un petit fragment de porcelaine poreuse. Introduire 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2) dans le tube barboteur intérieur (C). Remplir la partie graduée

de l'ampoule à décanter (E) avec la solution de chlorure de sodium (4.1) pour éviter que les huiles neutres ne s'y accumulent. Assembler l'appareillage comme indiqué à la figure 1, l'écran de protection (4.1.6) étant mis en place, et s'assurer que le réfrigérant soit constamment alimenté en eau. S'assurer que l'orifice du tube barboteur ne soit pas bouché. Distiller le produit à une vitesse telle que 100 ml de condensat soient recueillis en 10 à 15 min. S'assurer que le condensat s'écoule le long des parois de l'ampoule à décanter et non directement sur la surface liquide. Vers la fin de la distillation, couper l'arrivée d'eau et vider aux deux tiers l'eau du réfrigérant (D) pour fondre toutes les matières solides condensées. Empêcher la vapeur de s'échapper de l'extrémité du réfrigérant pendant toute la durée de la distillation.

5.4 Dosages

5.4.1 Huiles neutres

Chauffer, si nécessaire, le distillat dans l'ampoule à décanter (E), juste pour liquéfier les matières solides. Verser, avec précaution, le distillat aqueux dans une fiole conique de 250 ml, de manière que les huiles neutres demeurent dans la partie graduée de l'ampoule à décanter. Noter le volume d'huile obtenu.

5.4.2 Bases pyridinées

Transvaser les huiles neutres de l'ampoule à décanter (E) dans la fiole conique contenant le distillat aqueux. Laver l'ampoule avec deux fractions de 10 ml d'eau et transvaser les eaux de lavage dans la fiole conique. Ajouter 3 gouttes de la solution de phénolphtaléine (3.5).

Si une coloration se développe, ajouter, goutte à goutte, à l'aide d'une burette, la solution d'acide chlorhydrique (3.3), jusqu'à ce que la coloration disparaisse. À cette solution ou, si aucune coloration n'est apparue, à la solution initiale, ajouter 2 gouttes de la solution de méthylorange et de xylène cyanol FF (3.6). Titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (3.4), en agitant énergiquement le mélange après chaque ajout, jusqu'à virage du vert au magenta.

NOTE — Il est conseillé de procéder au nettoyage de l'appareillage après chaque détermination, en distillant 400 ml d'eau distillée dans l'appareil assemblé, mais sans faire passer d'eau dans le réfrigérant.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1 Teneur en huiles neutres

Indiquer le volume, en millilitres, d'huiles neutres obtenu (voir 5.4.1) à partir d'une prise d'essai de 100 g.

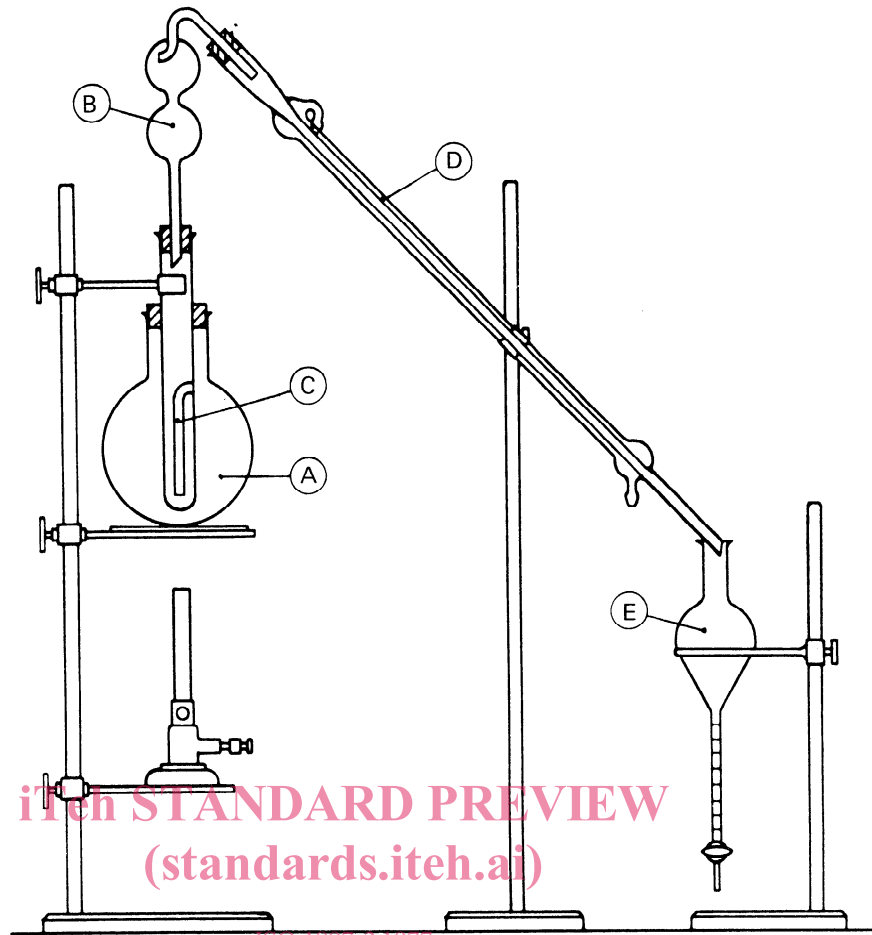
6.2 Teneur en bases pyridinées

La teneur en bases pyridinées, exprimée en pourcentage en masse de pyridine (C_5H_5N), est donnée par la formule

$$0,079 \times V$$

où V est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) utilisé pour le titrage (5.4.2).

NOTE — Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.



ISO 1897-3:1977
 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11c717-9659-4692-0016-
 fl11ec499bac/iso-1897-3-1977

FIGURE 1 – Vue d'ensemble de l'appareil de distillation

Dimensions approximatives en millimètres

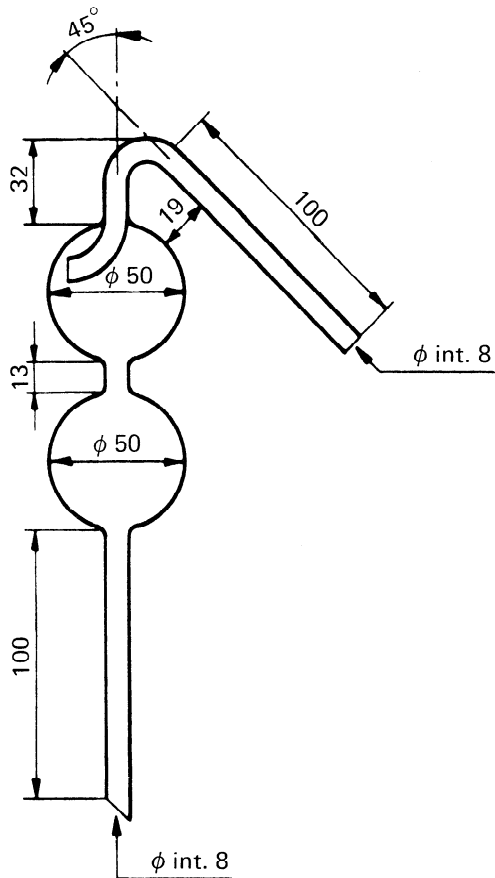


FIGURE 2 – Dévésiculateur (B)

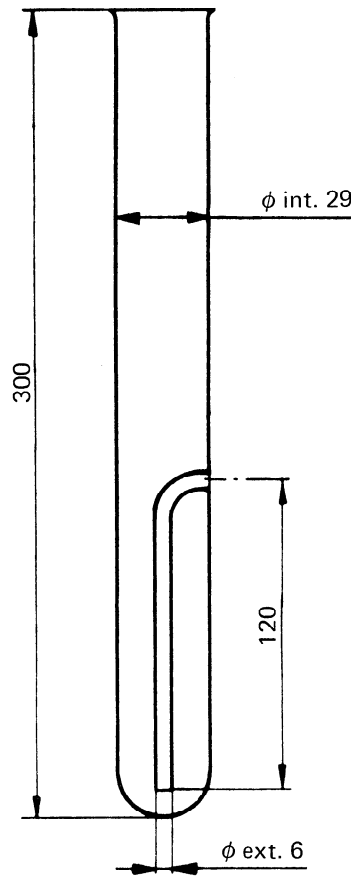


FIGURE 3 – Tube barboteur (C)

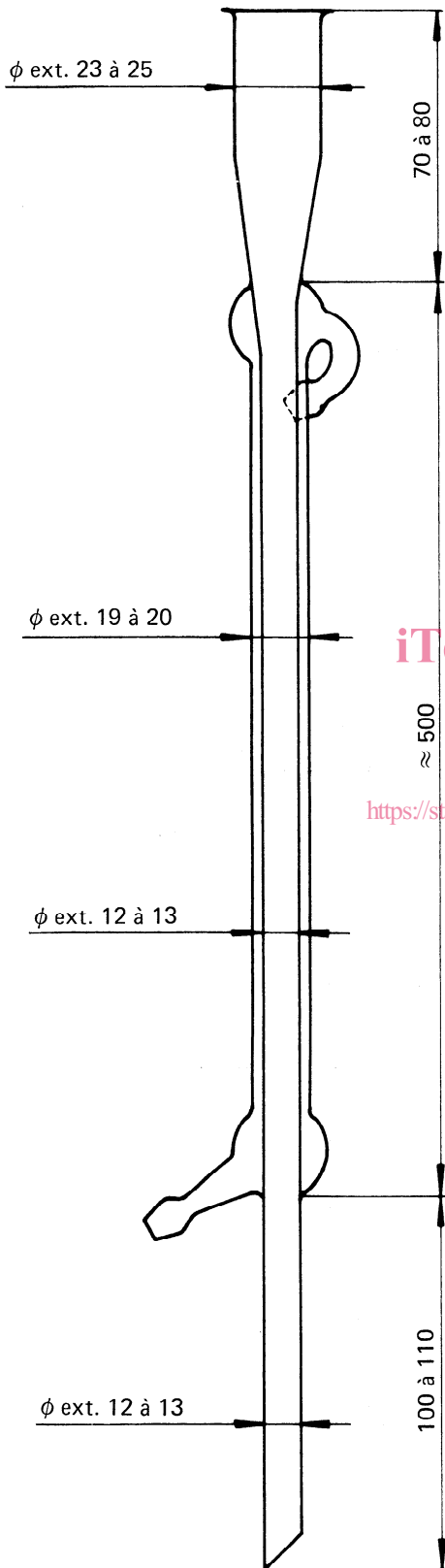
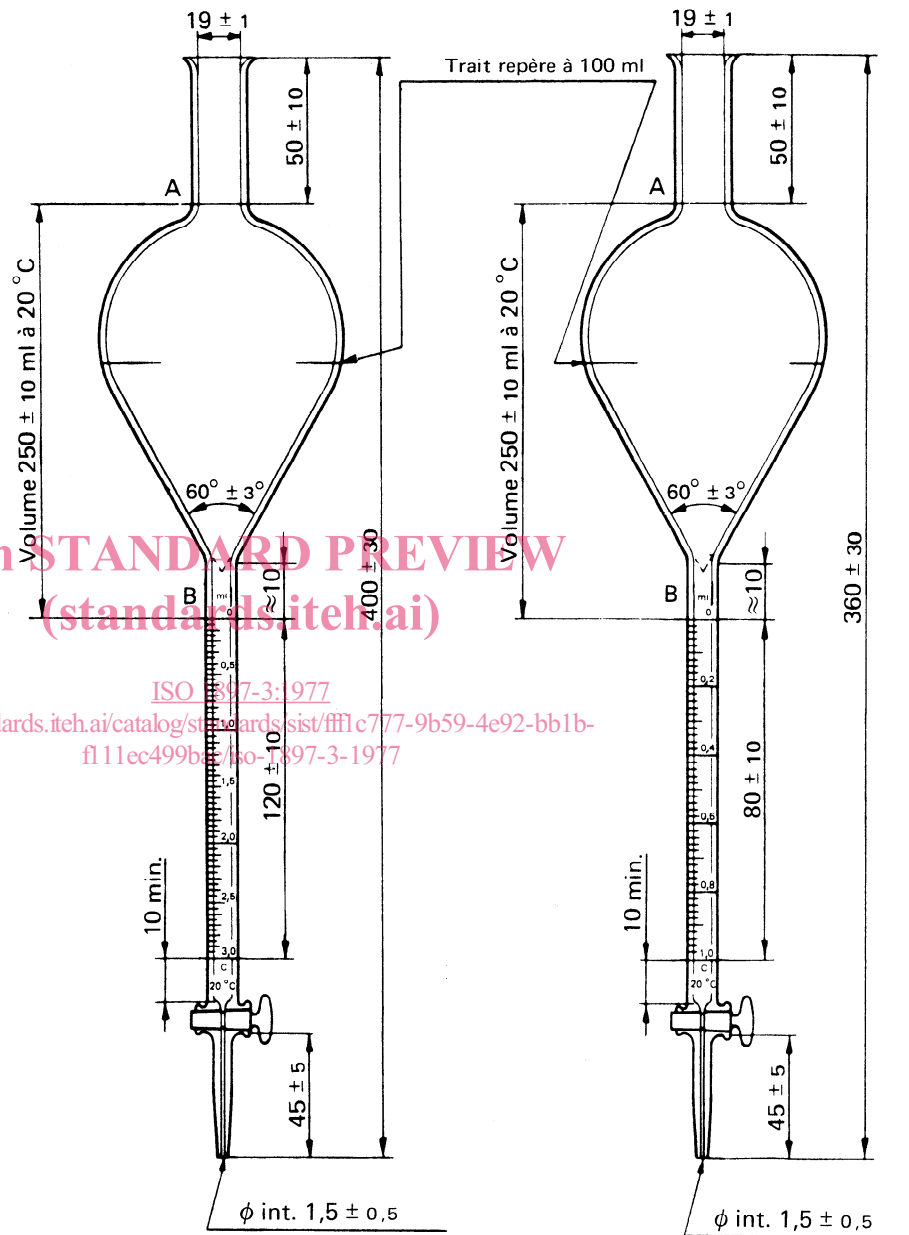


FIGURE 4 — Réfrigérant de Liebig, entièrement en verre borosilicaté (D)



a) Pour échantillons pouvant contenir plus de 1 % (m/m) d'huiles neutres

b) Pour échantillons pouvant contenir moins de 1 % (m/m) d'huiles neutres

FIGURE 5 — Ampoule à décanter (E)

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.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1897-3:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fff1c777-9b59-4e92-bb1b-f11ec499bac/iso-1897-3-1977>