
NORME INTERNATIONALE 1897 / VIII

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 VIII : Détermination de la teneur en *o*-crésol (Acide crésylique et xylénols uniquement)

*Phenol, o-cresol, m-cresol, p-cresol, cresylic acid and xylenols for industrial use — Methods of test —
Part VIII : Determination of o-cresol content (Cresylic acid and xylenols only)*

Première édition — 1977-04-15

[ISO 1897-8:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a418b35-789e-4ed2-a1f4-718f70656ffd/iso-1897-8-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a418b35-789e-4ed2-a1f4-718f70656ffd/iso-1897-8-1977>

CDU 661 : 547.562/563 : 543.8

Réf. n° : ISO 1897/VIII-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 1910-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. Le numéro 1910 a toutefois été modifié en 1897/VIII. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1910-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1910 :

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

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

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 VIII : Détermination de la teneur en *o*-crésol (Acide crésylique et xylénols uniquement)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 1897 spécifie une méthode de détermination de la teneur en *o*-crésol de l'acide crésylique à forte teneur en *o*-crésol, de l'acide crésylique à forte teneur en *m*-crésol et des xylénols à usage industriel.

La méthode était primitivement applicable aux produits dont la teneur en *o*-crésol est égale ou supérieure à 40 % (*m/m*), mais son domaine d'application a été étendu aux teneurs plus faibles en enrichissant le produit avec de l'*o*-crésol pur.

NOTE – Cette méthode est la meilleure qui soit disponible actuellement; une méthode par chromatographie en phase gazeuse peut être utilisée pour des teneurs en *o*-crésol inférieures à 40 % (*m/m*), mais les détails de celle-ci n'ont pas encore été normalisés.

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

2 PRINCIPE

Déshydratation d'une quantité d'un échantillon pour essai. Formation d'un complexe entre l'*o*-crésol et le cinéol après addition d'un excès de cinéol à une prise d'essai de l'échantillon déshydraté. Détermination du point de cristallisation du complexe. Calcul de la teneur en *o*-crésol à partir de la teneur en eau de l'échantillon pour essai et du point de cristallisation du complexe.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

3.1 Cinéol ($C_{10}H_{18}O$), ayant un point de cristallisation non inférieur à 1,2 °C lorsqu'il est déterminé au moyen de l'appareil (4.1), la température du bain d'eau (4.5) étant réglée de manière appropriée.

Ce produit doit être conservé tout à fait sec, et à l'abri d'une forte lumière, dans des flacons de couleur ambrée contenant une faible quantité de chlorure de calcium anhydre. Le point de cristallisation doit être contrôlé avant l'utilisation du produit; s'il est inférieur à 1,2 °C, chauffer, dans un tube à essais, suffisamment de cinéol pour l'essai, jusqu'à ce qu'un anneau de vapeur atteigne le sommet du tube. Déterminer à nouveau le point de cristallisation; s'il est encore inférieur à 1,2 °C, le cinéol doit être rejeté. Dans certaines circonstances, il est nécessaire

d'utiliser du cinéol ayant un point de cristallisation supérieur à 1,35 °C (voir le tableau).

3.2 *o*-Crésol ($CH_3-C_6H_4-OH$), déshydraté, ayant un point de cristallisation non inférieur à 30,6 °C.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil pour la détermination du point de cristallisation (voir figure 1), constitué par un tube à essais en verre, de dimensions nominales 150 mm × 25 mm, placé à l'intérieur d'un tube à essais de 160 mm × 38 mm.

Ce dernier tube comporte un rebord destiné à le maintenir sur une plaque métallique au centre d'un béccher de 1 000 ml, de forme haute, rempli d'eau jusqu'à 20 mm du sommet.

Le tube le plus large est lesté avec de la grenaille de plomb ou un matériau similaire, et le tube intérieur est obturé au moyen d'un bouchon qui supporte un agitateur en verre et, traversant son centre, un thermomètre étalonné (4.2 ou 4.3). L'agitateur est muni d'une boucle, de diamètre extérieur 18 mm environ, qui entoure le thermomètre. Le thermomètre est fixé au bouchon de manière que le fond de son réservoir soit à 15 mm environ du fond du tube intérieur. Un thermomètre (4.4) pour le bain d'eau (4.5) passe par un orifice de la plaque métallique et est maintenu par une bague en caoutchouc.

4.2 Thermomètre, pour l'essai du cinéol (3.1), du type à mercure, en verre, étalonné pour une immersion à 100 mm et couvrant un intervalle de -10 à +20 °C, de précision garantie, gradué à intervalles de 0,1 °C et dont l'erreur d'échelle connue n'est pas supérieure à ± 0,2 °C.

4.3 Thermomètre, pour la détermination du point de cristallisation du complexe *o*-crésol/cinéol, du type à mercure, en verre, étalonné pour une immersion à 100 mm et couvrant un intervalle de 15,5 à 45 °C ou de 39,5 à 70,5 °C, de précision garantie, gradué à intervalles de 0,1 °C et dont l'erreur d'échelle connue n'est pas supérieure à ± 0,4 °C.

4.4 Thermomètre, à usage général, étalonné pour une immersion à 75 mm et couvrant un intervalle de 0 à 50 °C, gradué à intervalles de 1 °C et dont l'erreur d'échelle connue n'est pas supérieure à ± 0,5 °C.

4.5 Bain d'eau, muni d'un thermorégulateur.

4.6 Ballon, de capacité 100 ml, à fond rond et à col court, muni d'un joint conique 24/29 en verre rodé, conforme à l'ISO 383.

4.7 Réfrigérant à air, représenté à la figure 2, muni d'un joint conique en verre rodé s'adaptant au ballon (4.6).

4.8 Tube, ayant une tige de longueur 115 mm environ et un diamètre intérieur minimal de 16,5 mm, muni, à l'une de ses extrémités, d'un joint conique en verre rodé s'adaptant au ballon (4.6). Ce tube est garni de chlorure de calcium anhydre, maintenu en place au moyen de tampons d'ouate placés aux extrémités.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Déshydratation de l'échantillon pour essai

Sécher 50 ml de l'échantillon pour essai en les chauffant lentement dans le ballon (4.6) auquel est adapté le réfrigérant à air (4.7), jusqu'à ce que 1 ml de distillat ait été recueilli dans une éprouvette de 10 ml. (Le but de cette distillation est de supprimer toute trace d'eau, sans altérer matériellement la composition de l'échantillon.) Remplacer le réfrigérant par le tube (4.8) et laisser refroidir avant de prélever la prise d'essai (5.2.1).

5.2 Détermination du point de cristallisation

5.2.1 Prise d'essai

Retirer de son enveloppe le tube intérieur de l'appareillage pour la détermination du point de cristallisation (4.1) et peser, avec précision, dans le tube, 8,40 g de l'échantillon séché (5.1) et 12,00 g du cinéol (3.1). Si la teneur en *o*-crésol de l'échantillon est connue comme étant inférieure à 40 % (*m/m*), peser, avec précision, dans le tube, 4,20 g de l'échantillon séché (5.1), 4,20 g de l'*o*-crésol (3.2) et 12,00 g du cinéol (3.1). Enfoncer le bouchon portant le thermomètre (4.3) et l'agitateur.

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.

2 Ajouter du tamis moléculaire à la prise d'essai, afin d'éliminer toute humidité atmosphérique qui pourrait contaminer l'échantillon après déshydratation.

5.2.2 Détermination

Agiter le mélange jusqu'à l'homogénéité, en évitant d'exposer le produit à l'air plus longtemps qu'il n'est nécessaire. Chauffer doucement le mélange jusqu'à ce qu'il soit complètement fluide, puis le refroidir rapidement pour déterminer approximativement le point de cristallisation. Chauffer le tube dans le bain d'eau (4.5) à une température de 5 °C environ au-dessus de ce point, de façon que les cristaux fondent, sauf une trace qui est nécessaire pour l'ensemencement.

Replacer le tube intérieur dans son enveloppe, en maintenant l'eau dans l'appareillage à une température de 6 à 8 °C en dessous du point de cristallisation escompté. Agiter *doucement* et continuellement, et noter les indications du thermomètre toutes les 30 s.

Le point de cristallisation correspond à la plus élevée des cinq premières lectures consécutives (corrigées comme spécifié en 5.2.3) durant lesquelles la température demeure constante dans un intervalle de 0,05 °C.

Si une surfusion se produit, ce qui se traduit par une élévation de température, noter la température constante après cette élévation. Une élévation de température de 1 °C est le maximum admis. Si une température constante n'est pas obtenue durant les cinq premières lectures suivant l'élévation de température, procéder à six lectures, en commençant par la température maximale atteinte.

Tracer la courbe complète, en portant les températures en fonction du temps. Tracer une ligne droite passant à égale distance entre le premier et le deuxième point, et entre les cinquième et sixième points mentionnés précédemment. Prolonger cette droite jusqu'à son intersection avec la portion de la courbe précédant l'élévation de température.

Noter la température correspondant au point d'intersection (corrigée comme indiqué en 5.2.3) comme étant le point de cristallisation.

ISO 1897-8:1977

5.2.3 Correction des températures

Corriger les températures en appliquant la correction due à l'erreur d'échelle du thermomètre (4.3).

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Déterminer, en se référant au tableau, le pourcentage en masse d'*o*-crésol dans l'échantillon séché ou dans le mélange d'échantillon séché et d'*o*-crésol (3.2).

6.1 S'il n'y a pas eu d'addition d'*o*-crésol (3.2) avant la détermination du point de cristallisation, la teneur en *o*-crésol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{A \times (100 - W)}{100}$$

où

A est la teneur en *o*-crésol de l'échantillon séché (5.1), exprimée en pourcentage en masse, déterminée à l'aide du tableau situé dans la partie inférieure de la page 3;

W est la teneur en eau de l'échantillon pour essai, exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon l'une des méthodes spécifiées dans les parties I et II de l'ISO 1897 (voir l'annexe).

6.2 Si une addition d'*o*-crésol (3.2) a été faite avant la détermination du point de cristallisation, la teneur en *o*-crésol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(2B - C) \times (100 - W)}{100}$$

où

B est la teneur en *o*-crésol du mélange échantillon séché (5.1) et *o*-crésol (3.2), exprimée en pourcentage en masse, déterminée à l'aide du tableau ci-dessous;

C est la teneur en *o*-crésol, exprimée en pourcentage en masse, de l'*o*-crésol (3.2) ajouté;

W a la même signification qu'en 6.1.

NOTE - La pureté de l'*o*-crésol ajouté peut être contrôlée de la manière suivante :

Point de cristallisation	Taux de pureté
°C	%
31,0	100
30,8	99,5
30,6	99,0

TABLEAU - Relation entre le point de cristallisation et la teneur (en pourcentage en masse) en *o*-crésol, des mélanges *o*-crésol/cinéol

Point de cristallisation, °C	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
31	40,0	40,2	40,3	40,5	40,6	40,8	40,9	41,1	41,2	41,4
32	41,6	41,7	41,9	42,0	42,2	42,4	42,5	42,7	42,9	43,0
33	43,2	43,4	43,5	43,7	43,9	44,0	44,2	44,4	44,5	44,7
34	44,9	45,0	45,2	45,4	45,6	45,8	46,0	46,2	46,3	46,5
35	46,7	46,9	47,1	47,3	47,5	47,7	47,9	48,0	48,3	48,4
36	48,6	48,8	49,0	49,2	49,4	49,6	49,8	50,0	50,2	50,4
37	50,6	50,8	51,0	51,2	51,4	51,6	51,8	52,0	52,2	52,4
38	52,6	52,8	53,0	53,2	53,4	53,6	53,8	54,0	54,2	54,5
39	54,7	54,9	55,1	55,3	55,5	55,7	56,0	56,2	56,4	56,6
40	56,8	57,0	57,2	57,4	57,6	57,8	58,0	58,2	58,4	58,6
41	58,8	59,0	59,3	59,5	59,7	60,0	60,2	60,4	60,6	60,8
42	61,0	61,3	61,5	61,7	62,0	62,2	62,4	62,6	62,9	63,1
43	63,3	63,6	63,8	64,0	64,3	64,5	64,8	65,0	65,2	65,5
44	65,8	66,0	66,2	66,4	66,7	66,9	67,2	67,4	67,6	67,8
45	68,0	68,3	68,5	68,8	69,0	69,3	69,5	69,8	70,0	70,3
46	70,5	70,8	71,0	71,3	71,6	71,8	72,1	72,4	72,6	72,9
47	73,1	73,4	73,7	73,9	74,2	74,5	74,7	75,0	75,2	75,5
48	75,7	76,0	76,3	76,5	76,8	77,0	77,3	77,6	77,8	78,1
49	78,3	78,6	78,9	79,2	79,4	79,7	80,0	80,2	80,5	80,8
50	81,1	81,4	81,7	82,0	82,3	82,6	82,8	83,2	83,4	83,7
51	84,0	84,3	84,6	84,9	85,2	85,5	85,8	86,1	86,4	86,7
52	87,0	87,3	87,6	87,9	88,2	88,5	88,8	89,1	89,4	89,7
53	90,0	90,3	90,6	90,9	91,2	91,5	91,8	92,1	92,4	92,7
54	92,9	93,2	93,5	93,8	94,1	94,4	94,7	95,0	95,3	95,0
55	95,9	96,2	96,5	96,8	97,1	97,4	97,7	98,0	98,2	98,5
56	98,8	99,1	99,4	99,7	100,0	—	—	—	—	—

NOTE - La partie du tableau située au-dessus du double trait horizontal est applicable si le cinéol utilisé a un point de cristallisation supérieur à 1,2 °C. La partie du tableau située en dessous n'est applicable que si le cinéol a un point de cristallisation non inférieur à 1,35 °C.

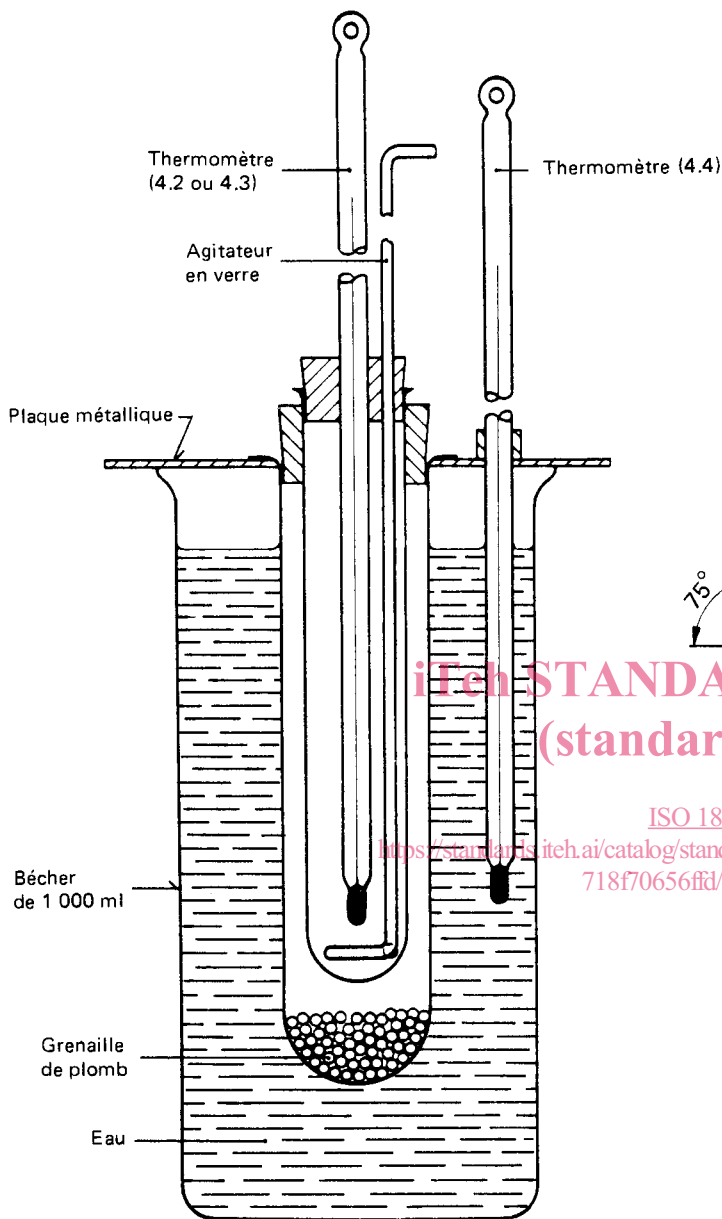


FIGURE 1 — Appareil pour la détermination du point de cristallisation (4.1)

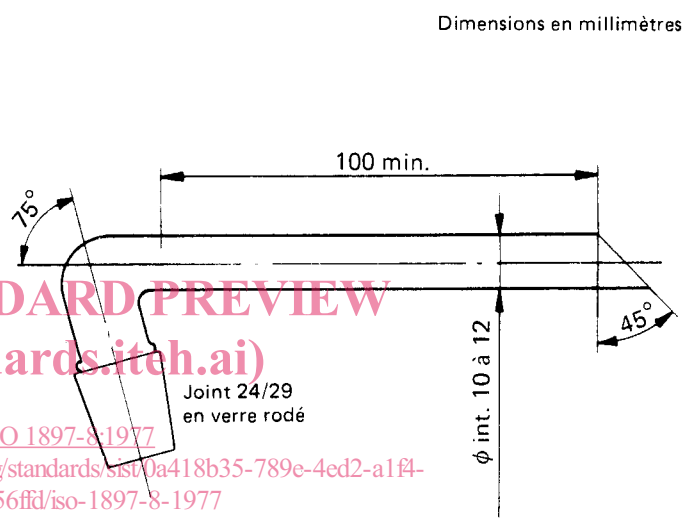


FIGURE 2 — Réfrigérant à air (4.7)

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 1897-8:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a418b35-789e-4ed2-a1f4-718f70656ffd/iso-1897-8-1977>