NORME INTERNATIONALE ISO 1897/IX

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 IX : Détermination de la teneur en *m*-crésol (Acide crésylique uniquement)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Première édition — 1977-04-15

ISO 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17cb9cb3-d64b-4791-a115-b7c4f3b18fec/iso-1897-9-1977

CDU 661 : 547.562/563 : 543.8

Réf. nº : ISO 1897/IX-1977 (F)

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

Prix basé sur 4 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 1911-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. Le numéro 1911 a toutefois été modifié en 1897/IX. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1911-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

ISO 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1/cb9cb3-d64b-4791-a115-b7c4f3b18fec/iso-1897-9-1977

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1911 :

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

Les comités membres des pays suivants l'avaient désapprouvée pour des raisons techniques :

Japon
Pays-Bas

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

Pays-Bas

© **Organisation internationale de normalisation, 1977** •

Imprimé en Suisse

Phénol, *o*-crésol, *m*-crésol, *p*-crésol, acide crésylique et xylénols à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie IX : Détermination de la teneur en *m*-crésol (Acide crésylique uniquement)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

La méthode est applicable à l'acide crésylique dont la teneur en *m*-crésol varie de 35 à 60 % (*m/m*), la teneur en phénol n'est pas supérieure à 5 % (*m/m*) et la teneur en *o*-crésol n'est pas supérieure à 35 % (*m/m*), déterminée selon la méthode spécifiée dans la partie VIII (voir l'annexe), et dont 5 % (*V/V*) au maximum distillent au-dessous de 190 °C et 95 % (*V/V*) au maximum distillent au-dessous de 208 °C, lorsqu'ils sont essayés selon la méthode spécifiée dans l'ISO/R 1906 (voir l'annexe).

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17a9cc05-d0a6-4791-a1c5-b7c4f3b18fec/iso-1897-9-1977

2 PRINCIPE

Déshydratation d'une quantité d'un échantillon pour essai. Formation d'un complexe entre le *m*-crésol et l'urée après addition d'un excès d'urée à une prise d'essai de l'échantillon déshydraté. Détermination du point de cristallisation du complexe. Calcul de la teneur en *m*-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 Urée ($NH_2 - CO - NH_2$).

Conserver dans un flacon ouvert placé dans un dessiccateur contenant du gel de silice.

3.2 Complexe *m*-crésol/urée.

Chauffer et agiter 11 g de *m*-crésol et 3 g d'urée (3.1) dans un petit bécher, jusqu'à l'obtention d'une masse fondue limpide; laisser refroidir en agitant jusqu'à semi-solidité (cela peut prendre un certain temps). Laisser reposer le mélange. Une fois refroidi, ajouter un peu d'éther de pétrole à point d'ébullition compris entre 40 et 60 °C. Transvaser dans un entonnoir muni d'une plaque en verre fritté, laver à fond par aspiration avec le même éther de pétrole et, enfin, sécher par aspiration.

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 bécher 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, du type à mercure, en verre, étalonné pour une immersion à 100 mm et couvrant un intervalle de 0 à 100 °C, de précision garantie, gradué à intervalles de 0,5 °C et dont l'erreur d'échelle connue n'est pas supérieure à ± 0,3 °C.

4.3 Thermomètre, 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 thermo-régulateur.

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 100 ml de l'échantillon pour essai en le chauffant lentement dans le ballon (4.6) auquel est adapté le réfrigérant à air (4.7), jusqu'à ce que 2 ml de distillat aient été recueillis 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'appareil pour la détermination du point de cristallisation (4.1) et peser, avec précision, dans le tube, 20,0 g de l'échantillon séché (5.1) et 4,0 g de l'urée (3.1). Enfoncer le bouchon portant le thermomètre (4.2) et l'agitateur.

NOTE — 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.

5.2.2 *Détermination*

Chauffer le tube à la flamme d'un bec Bunsen, et agiter le mélange jusqu'à ce que le thermomètre indique une température comprise entre 80 et 85 °C et qu'une masse fondue limpide soit obtenue. Agiter de façon constante, tandis que le tube refroidit à l'air. Lorsque des cristaux commencent à se former, ajouter quelques cristaux du complexe *m*-crésol/urée (3.2), continuer le refroidissement et l'agitation, et noter la température approximative à laquelle les cristaux soyeux du complexe se séparent.

Chauffer l'eau dans l'appareil pour la détermination du point de cristallisation (4.1) et la maintenir à une température de 4 à 5 °C en dessous du point de cristallisation approximatif. Remplacer le thermomètre (4.2) par le thermomètre (4.3).

Chauffer le contenu du tube intérieur à une faible flamme d'un bec Bunsen, à une température de 4 à 5 °C au-dessus du point de cristallisation approximatif. Introduire le tube dans son enveloppe. Agiter *doucement* et continuellement, et noter les indications du thermomètre toutes les 30 s. Lorsque la température atteint le point de cristallisation approximatif, ajouter quelques cristaux du complexe *m*-crésol/urée (3.2). La température devra s'abaisser à une vitesse moyenne constante jusqu'à une valeur minimale, puis s'élever et passer par une valeur maximale, avant de retomber de nouveau à une vitesse constante. Si aucune surfusion ne se produit, répéter l'essai en utilisant une nouvelle prise d'essai (5.2.1).

Le point de cristallisation correspond à la valeur maximale mentionnée précédemment, corrigée comme spécifié en 5.2.3.

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

6.1 Mode de calcul

Déterminer, en se référant au tableau ci-dessous, le pourcentage en masse de *m*-crésol dans l'échantillon séché.

La teneur en *m*-crésol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

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

où

D est la teneur en *m*-crésol de l'échantillon séché (5.1), exprimée en pourcentage en masse, déterminée à l'aide du tableau ci-dessous.

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).

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

Point de cristallisation, °C	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8
27	34,8	35,0	35,1	35,3	35,4
28	35,6	35,8	35,9	36,1	36,2
29	36,4	36,6	36,7	36,9	37,0
30	37,2	37,4	37,6	37,7	37,9
31	38,1	38,3	38,5	38,6	38,8
32	39,0	39,2	39,4	39,5	39,7
33	39,9	40,1	40,3	40,5	40,7
34	40,9	41,1	41,3	41,5	41,7
35	41,9	42,1	42,3	42,5	42,7
36	42,9	43,1	43,3	43,6	43,8
37	44,0	44,2	44,4	44,7	44,9
38	45,1	45,3	45,5	45,8	46,0
39	46,2	46,4	46,7	46,9	47,2
40	47,4	47,7	47,9	48,2	48,4
41	48,7	49,0	49,3	49,5	49,8
42	50,1	50,4	50,7	51,0	51,3
43	51,6	51,9	52,2	52,5	52,8
44	53,1	53,4	53,7	54,1	54,4
45	54,7	55,0	55,4	55,7	56,1
46	56,4	56,7	57,1	57,4	57,8
47	58,1	58,5	58,8	59,2	59,5
48	59,9	60,3	—	—	—

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17eb9eb3-d64b-4791-ab15-b7e4f3b18fec/iso-1897-9-1977

6.2 Répétabilité et reproductibilité

6.2.1 *Répétabilité*

Deux résultats obtenus par un même opérateur sont à considérer comme douteux si leur différence est supérieure à la valeur appropriée indiquée dans le tableau ci-contre.

6.2.2 *Reproductibilité*

Des résultats individuels obtenus par chacun des deux opérateurs sont à considérer comme douteux si leur différence est supérieure à la valeur appropriée indiquée dans le tableau ci-dessous.

Teneur en *m*-crésol, % (*m*/*m*)	35	40	45	50	55
Répétabilité	0,5	0,6	0,7	0,9	1,1
Reproductibilité	0,7	0,9	1,1	1,4	1,6

La répétabilité et la reproductibilité, en ce qui concerne le point de cristallisation du complexe *m*-crésol/urée, sont constantes dans la gamme couverte par l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17cb9cb3-d64b-4791-a115-b7cd2b18fcc/iso-1897-9-1977

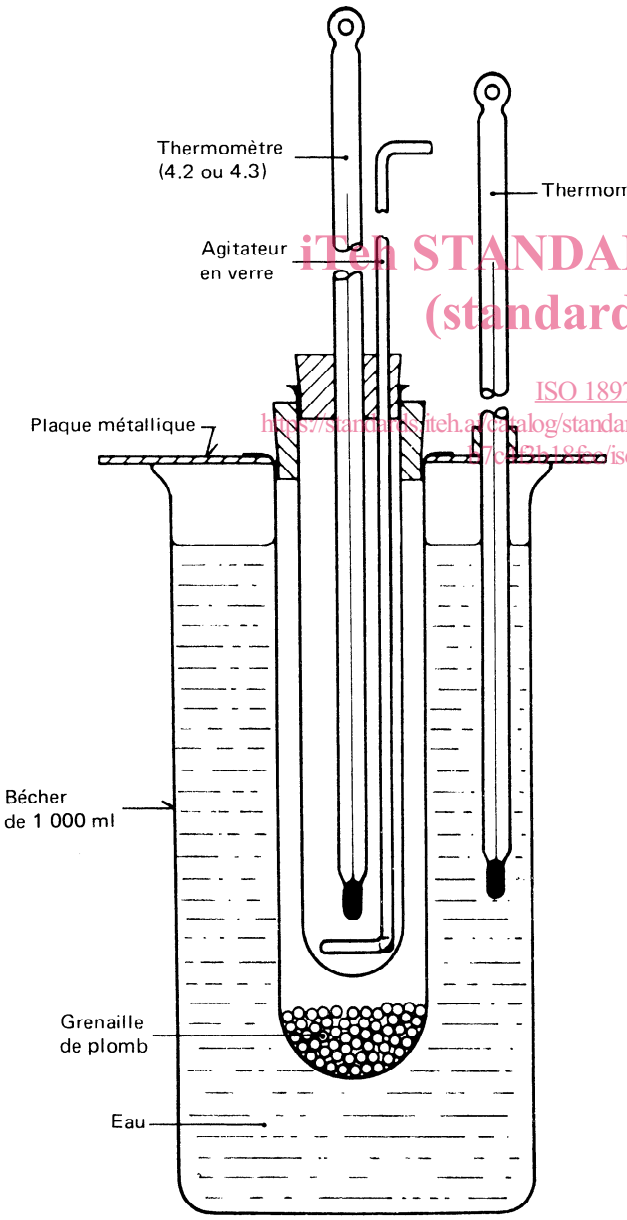

FIGURE 1 — **Appareil pour la détermination du point de cristallisation (4.1)**

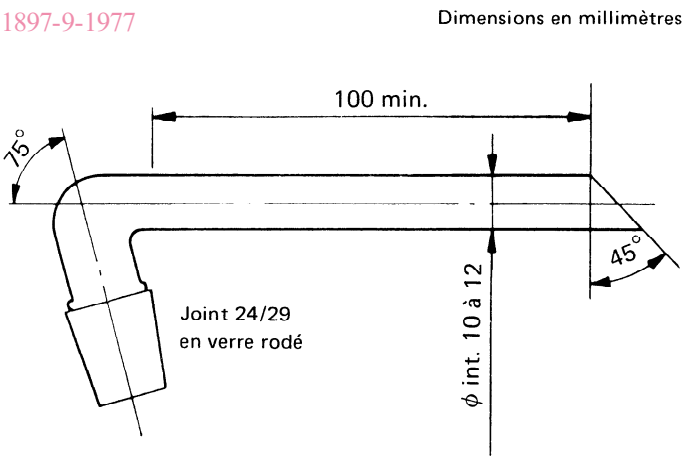

FIGURE 2 — **Réfrigérant à air (4.7)**

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 *o*-crésol.
				E		ISO 1897/IX — Détermination de la teneur en *m*-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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17c09eb5-d0f0-4791-a115-b7c4f3b18fec/iso-1897-9-1977

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 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17cb9cb3-d64b-4791-a115-b7c4f3b18fec/iso-1897-9-1977

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1897-9:1977
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17cb9cb3-d64b-4791-a115-b7c4f3b18fec/iso-1897-9-1977