
Norme internationale 1897/11

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 11 : Détermination du point de cristallisation (Acide crésylique et xylénols exclus)

Phenol, o-cresol, m-cresol, p-cresol, cresylic acid and xylenols for industrial use — Methods of test — Part 11 : Determination of crystallizing point (Excluding cresylic acid and xylenols)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1983-11-01

ISO 1897-11:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5207c3fa-0dda-4531-be29-38a8c718a455/iso-1897-11-1983>

CDU 661 : 547.562/ .563 : 532.78

Réf. n° : ISO 1897/11-1983 (F)

Descripteurs : produit industriel, composé chimique, phénols, hydroxybenzène, crésol, xylénol, analyse chimique, détermination, 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.

La Norme internationale ISO 1897/11 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 1897-11:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5207c3fa-0dda-4531-be29-90d3c7184452/iso-1897-11-1983)

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	France	Pologne
Australie	Hongrie	Portugal
Autriche	Inde	Roumanie
Belgique	Italie	Suisse
Bulgarie	Nigeria	Tchécoslovaquie
Chine	Nouvelle-Zélande	URSS

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1901-1971, dont elle constitue une révision technique.

Phénol, *o*-crésol, *m*-crésol, *p*-crésol, acide crésylique et xylénols à usage industriel – Méthodes d'essai – Partie 11 : Détermination du point de cristallisation (Acide crésylique et xylénols exclus)

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1897 spécifie une méthode de détermination du point de cristallisation du phénol, de l'*o*-crésol, du *m*-crésol et du *p*-crésol à usage industriel.

L'essai peut être effectué sur les produits tels qu'ils sont reçus et non séchés, ou sur un échantillon séché. Dans ce dernier cas, la méthode de séchage spécifiée dans l'ISO 2208 doit être utilisée.

Le présent document devra être lu conjointement avec l'ISO 1897/1 (voir l'annexe).

2 Références

ISO 1392, *Détermination du point de cristallisation – Méthode générale.*

ISO 2208, *Phénol, o-crésol, m-crésol et p-crésol à usage industriel – Détermination du point de cristallisation après séchage à l'aide d'un tamis moléculaire.*

3 Principe

Refroidissement d'une prise d'essai liquide ou liquéfiée, et détermination du point de cristallisation par observation de la température au cours de la cristallisation dans des conditions définies.

4 Appareillage

NOTE — Sur la base de l'appareillage spécifié dans l'ISO 1392, chapitre 4, qu'on peut toutefois utiliser, un appareillage simplifié a été mis au point pour la détermination du point de cristallisation du phénol, de l'*o*-crésol, du *m*-crésol et du *p*-crésol, compte tenu des propriétés de ces produits.

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil pour la détermination du point de cristallisation (voir la figure), comprenant les éléments suivants :

4.1.1 Tube de cristallisation, de dimensions nominales 150 mm × ϕ 25 mm, obturé au moyen d'un bouchon qui sup-

porte l'agitateur (4.1.2) et le thermomètre (4.2). Le thermomètre est fixé au bouchon de manière que le fond de son réservoir soit à 15 mm environ du fond du tube de cristallisation.

4.1.2 Agitateur, en verre, comportant une boucle de diamètre extérieur 18 mm, pour entourer le thermomètre (4.2).

4.1.3 Tube extérieur de protection, de dimensions nominales 160 mm × ϕ 38 mm, lesté avec de la grenaille de plomb ou autre matériau similaire. Ce tube comporte un rebord destiné à le maintenir au centre de la plaque de métal couvrant le bain d'eau (4.1.4).

4.1.4 Bain d'eau, constitué par un béccher de 1 000 ml, forme haute, contenant de l'eau jusqu'à 20 mm du sommet et couvert par une plaque de métal. Cette plaque a deux orifices, l'un au centre qui maintient le tube extérieur de protection (4.1.3) et l'autre sur le côté pour le passage du thermomètre (4.3) maintenu par une bague de caoutchouc.

4.2 Thermomètre de précision STL/0,1/ -5/ +25 ou STL/0,1/20/45 à immersion partielle de 100 mm, conforme aux spécifications de l'ISO 653.

4.3 Thermomètre d'usage général C «75», conforme aux spécifications de l'ISO 1770.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Prélever 20 ml de l'échantillon pour laboratoire.¹⁾

NOTE — Si l'échantillon pour laboratoire se présente sous la forme d'une masse cristalline, ou s'il contient des cristaux, il doit être complètement fondu et soigneusement homogénéisé avant le prélèvement de la prise d'essai, toutes les précautions étant prises pour éviter une surchauffe ou une contamination par l'humidité.

Dans ce dernier cas, sécher l'échantillon comme spécifié dans l'ISO 2208.

1) L'échantillonnage des produits chimiques liquides à usage industriel fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

5.2 Détermination

Verser la prise d'essai (5.1) directement dans le tube de cristallisation (4.1.1), et mettre en place le bouchon portant le thermomètre approprié (4.2) et l'agitateur (4.1.2). Si la prise d'essai a commencé à cristalliser, chauffer doucement jusqu'à ce qu'elle fonde à nouveau complètement, puis refroidir rapidement afin de déterminer le point de cristallisation approximatif. Chauffer le tube dans le bain d'eau (4.1.4) à une température de 5 °C environ au-dessus de ce point, de manière que les cristaux fondent, excepté une légère trace, nécessaire pour l'ensemencement.

Replacer le tube de cristallisation (4.1.1) dans son enveloppe (4.1.3) en maintenant l'eau dans l'appareillage à une température de 6 à 8 °C au-dessous du point de cristallisation présumé. Agiter **doucement et continuellement** la prise d'essai 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 5.3) pendant lesquelles la température reste 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 pen-

dant les cinq premières lectures suivant l'élévation de température, enregistrer six lectures en commençant par le point auquel la température maximale est atteinte en premier lieu.

Tracer la courbe complète de refroidissement de la température en fonction du temps et tracer éventuellement une ligne droite passant à égale distance entre le premier et le second point et entre le cinquième et le sixième point mentionnés précédemment. Prolonger cette ligne de manière qu'elle rencontre la section de la courbe de refroidissement située avant l'élévation de température.

Noter la température (corrigée comme spécifié en 5.3) correspondant au point d'intersection comme étant le point de cristallisation.

5.3 Correction à apporter aux températures

Corriger les températures en appliquant la correction pour l'erreur du thermomètre.

6 Expression des résultats

Le point de cristallisation est la température déterminée en 5.3, arrondie au 0,1 °C le plus proche. Indiquer si la détermination a été conduite sur l'échantillon non séché ou séché.

Dimensions en millimètres

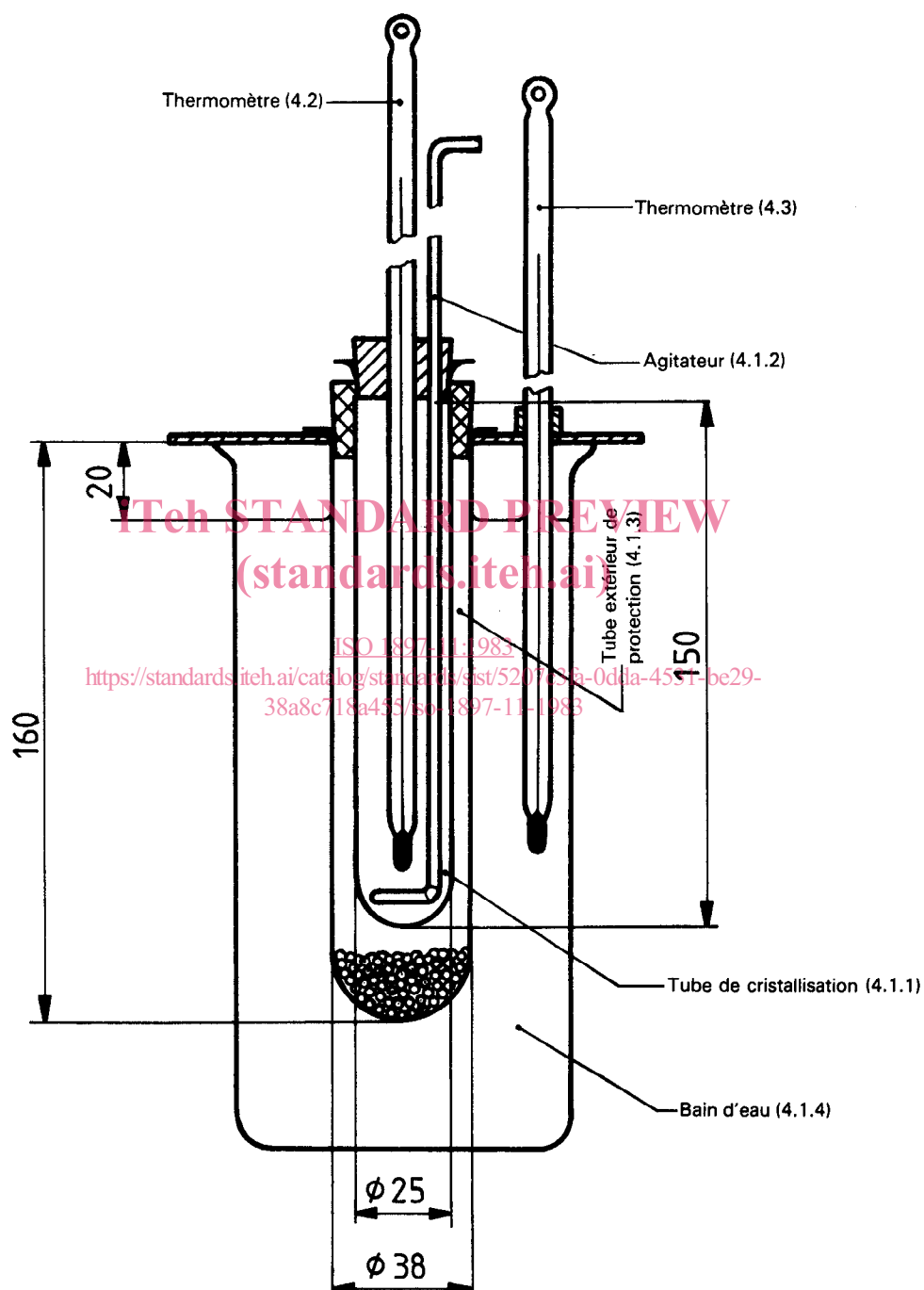


Figure — Appareillage pour la détermination du point de cristallisation

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 1897/1 — Généralités.
A B C D E F	ISO 1897/2 — Dosage de l'eau — Méthode de Dean et Stark.
A B C D E F	ISO 1897/3 — Dosages des huiles neutres et des bases pyridinées.
A B C D	ISO 1897/4 — Essai visuel de contrôle des matières insolubles dans une solution d'hydroxyde de sodium.
A	ISO 1897/5 — Essai visuel de contrôle des matières insolubles l'eau.
E F	ISO 1897/6 — Contrôle de l'absence de sulfure d'hydrogène.
E F	ISO 1897/7 — Mesurage de la coloration.
E F	ISO 1897/8 — Détermination de la teneur en <i>o</i> -crésol.
E	ISO 1897/9 — Détermination de la teneur en <i>m</i> -crésol.
A B C D	ISO 1897/10 — Détermination du résidu sec après évaporation sur bain d'eau.
A B C D	ISO 1897/11 — Détermination du point de cristallisation.
E F	ISO 1897/12 — Détermination des caractéristiques de distillation.
E F	ISO 1897/13 — Détermination du résidu de distillation.
A ³⁾	ISO 1904 — Dosage du phénol et de ses homologues — Méthode par bromuration.
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 1897/1, n'est applicable qu'au phénol liquéfié.
 2) La détermination de la masse volumique à 20 °C, spécifiée dans l'ISO 1897/1, n'est pas applicable à ce produit.
 3) Applicable uniquement au phénol liquéfié.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1897-11:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5207c3fa-0dda-4531-be29-38a8c718a455/iso-1897-11-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5207c3fa-0dda-4531-be29-38a8c718a455/iso-1897-11-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1897-11:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5207c3fa-0dda-4531-be29-38a8c718a455/iso-1897-11-1983>