

ISO

+ transmise

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO

R 1899

1897 / III

PHÉNOL, *o*-CRÉSOL, *m*-CRÉSOL, *p*-CRÉSOL, ACIDE CRÉSILIQUE ET XYLÉNOLS
À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DES HUILES NEUTRES ET DES BASES PYRIDINÉES

1^{ère} ÉDITION

Mai 1971

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1899:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d0fc31cb-19e1-4417-b97a-bf16c8cd9b1/iso-r-1899-1971>

HISTORIQUE

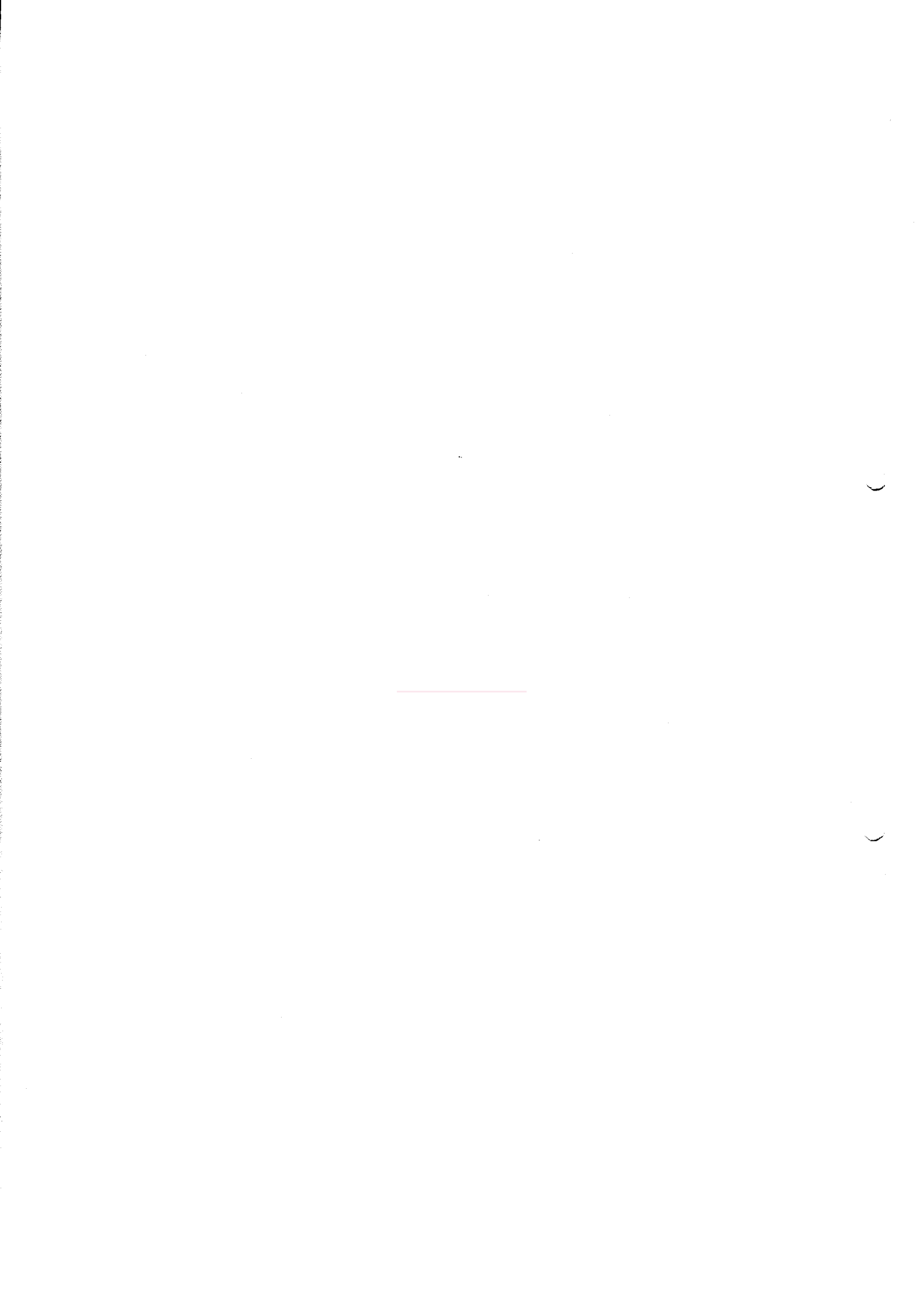
La Recommandation ISO/R 1899, *Phénol, o-crésol, m-crésol, p-crésol, acide crésilique et xylénols à usage industriel – Dosage des huiles neutres et des bases pyridinées*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, dont le Secrétariat est assuré par l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1899 qui fut soumis, en novembre 1969, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

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

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.



PHÉNOL, *o*-CRÉSOL, *m*-CRÉSOL, *p*-CRÉSOL, ACIDE CRÉSILIQUE ET XYLÉNOLS
À USAGE INDUSTRIEL

DOSAGE DES HUILES NEUTRES ET DES BASES PYRIDINÉES

AVERTISSEMENT. Ces produits brûlent la peau et peuvent être absorbés à travers la peau. Il est nécessaire, pour l'échantillonneur, de porter des gants de protection, par exemple en polychlorure de vinyle, ainsi qu'un masque. L'inhalation des vapeurs provenant du produit chauffé doit être évitée.

Les phénols étant extrêmement hygroscopiques, toutes précautions doivent être prises pour éviter une contamination par l'humidité atmosphérique ou autre.

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage des huiles neutres et des bases pyridinées dans le phénol, l'*o*-crésol, le *m*-crésol, le *p*-crésol, l'acide crésilique et dans les xylénols à usage industriel.

2. ÉCHANTILLONNAGE

Appliquer les modalités décrites dans la Recommandation ISO/R . . .*. Toutefois, les modalités indiquées ci-après devront être respectées.

Introduire l'échantillon pour laboratoire, représentatif du produit prélevé sur l'échantillon global, dans un flacon en verre de coloration sombre, à bouchon rodé, propre et sec, de contenance telle qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon; s'il est nécessaire de sceller ce flacon, prendre soin d'éviter tout risque de contamination de son contenu.

* L'échantillonnage des produits chimiques fera l'objet d'une Recommandation ISO ultérieure.

3. PRINCIPE

Distillation des huiles neutres et des bases pyridinées à partir d'une solution alcaline aqueuse. Mesure du volume des huiles neutres recueillies. Titration des bases pyridinées présentes dans le distillat aqueux et dans les huiles neutres à l'aide d'une solution titrée d'acide chlorhydrique, en utilisant comme indicateur du méthylorange additionné de xylène cyanol.

4. RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente.

4.1 *Chlorure de sodium*, solution à 20 g/l.

4.2 *Hydroxyde de sodium*, solution à 270 g/l.

4.3 *Acide chlorhydrique*, solution 0,1 N environ.

4.4 *Acide chlorhydrique*, solution titrée N.

4.5 *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 légèrement rose par addition d'une solution d'hydroxyde de sodium diluée.

4.6 *Méthylorange et xylène cyanol*, solution éthanolique.

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

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 *Appareil de distillation*, représenté à la Figure 1, comprenant les éléments suivants :

- *ballon (A)*, en verre borosilicaté, de 1 litre de capacité;
- *dévésiculateur (B)*, représenté à la Figure 2;
- *tube barboteur (C)*, représenté à la Figure 3;
- *réfrigérant de Liebig (D)*, en verre borosilicaté, représenté à la Figure 4;
- *ampoule à décantation (E)* : l'un des deux modèles représentés sur la Figure 5, suivant que l'échantillon est présumé contenir plus ou moins de 1 % d'huile neutre;
- *écran de protection*, placé entre l'appareil et l'opérateur.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 **Prise d'essai**

Peser, dans le ballon (A), à 0,1 g près, 100 g de l'échantillon pour laboratoire.

6.2 **Préparation de l'appareil (5.1)**

Avant d'entreprendre l'essai, il est essentiel de s'assurer que l'ampoule à décantation (E) et la fiole conique mentionnée au paragraphe 6.4 soient absolument propres. Un lavage avec un détergent, suivi d'un rinçage énergique à l'eau, puis à l'eau distillée, convient généralement.

6.3 Distillation

Ajouter, dans le ballon (A), 170 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2), 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 (4.2) dans le tube barboteur intérieur (C). Remplir la partie graduée de l'ampoule à décantation (E) avec la solution de chlorure de sodium (4.1) pour éviter que l'huile neutre ne s'y accumule. Assembler l'appareillage comme indiqué sur la Figure 1, avec l'écran de protection en place, et s'assurer que le réfrigérant est constamment alimenté en eau. S'assurer que l'orifice du tube barboteur n'est pas bouché. Distiller le produit à une vitesse telle que 100 ml de condensat soient recueillis en 10 à 15 minutes. S'assurer que le condensat s'écoule le long des parois de l'ampoule à décantation 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 tous les produits solides condensés. Empêcher la vapeur de s'échapper de l'extrémité du réfrigérant pendant toute la durée de la distillation.

6.4 Dosage

6.4.1 *Huile neutre.* Chauffer, si nécessaire, le distillat dans l'ampoule à décantation (E), juste pour liquéfier les solides. Verser avec précaution le distillat aqueux dans une fiole conique de 250 ml, de manière que l'huile neutre demeure dans la partie graduée de l'ampoule à décantation. Noter le volume d'huile obtenu.

6.4.2 *Bases pyridinées.* Transvaser l'huile neutre de l'ampoule à décantation (E) dans la fiole conique contenant le distillat aqueux. Laver l'ampoule à décantation avec deux portions de 10 ml d'eau et transvaser l'eau de rinçage dans la fiole conique. Ajouter 3 gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.5).

Si une coloration se développe, ajouter, goutte à goutte, à l'aide d'une burette, la solution d'acide chlorhydrique (4.3), jusqu'à ce que la coloration disparaisse. A cette solution ou, si aucune coloration n'est apparue à la solution originale, ajouter 2 gouttes de la solution de méthylorange (4.6). Titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (4.4), en agitant énergiquement le mélange après chaque addition, jusqu'à obtention du changement net de la coloration verte 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.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Indiquer le volume, en millilitres, d'huile neutre obtenu (voir paragraphe 6.4.1) à partir d'une prise d'essai de 100 g.

7.2 La teneur en bases pyridinées, exprimée en pyridine, est donnée, en pourcentage en masse, par la formule suivante :

$$0,079 \times V$$

où V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.4) utilisée.

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit mentionner les indications suivantes :

- a) la référence de la méthode employée;
- b) les résultats ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Recommandation ISO ou toutes opérations facultatives.

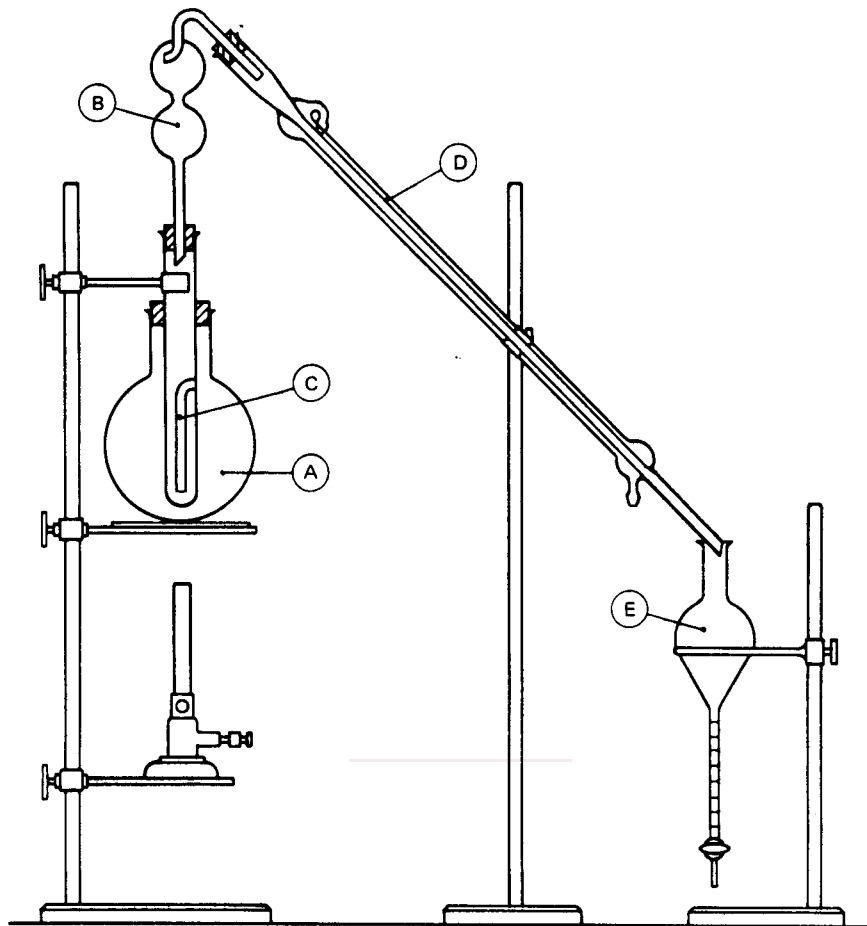


FIG. 1 - Vue d'ensemble de l'appareil de distillation

Dimensions approximatives en millimètres

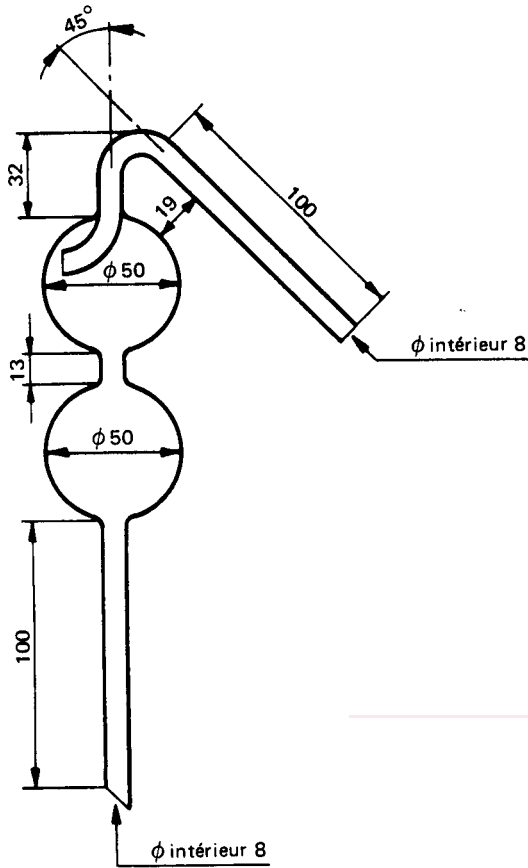


FIG. 2 - Dévésiculateur (B)

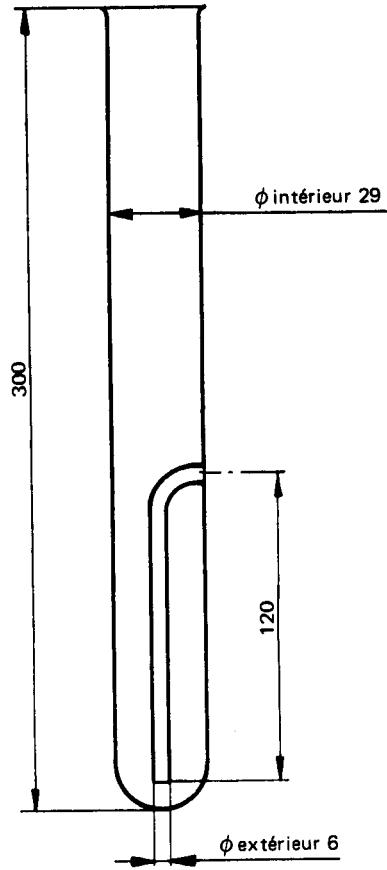


FIG. 3 - Tube barboteur (C)

Dimensions en millimètres

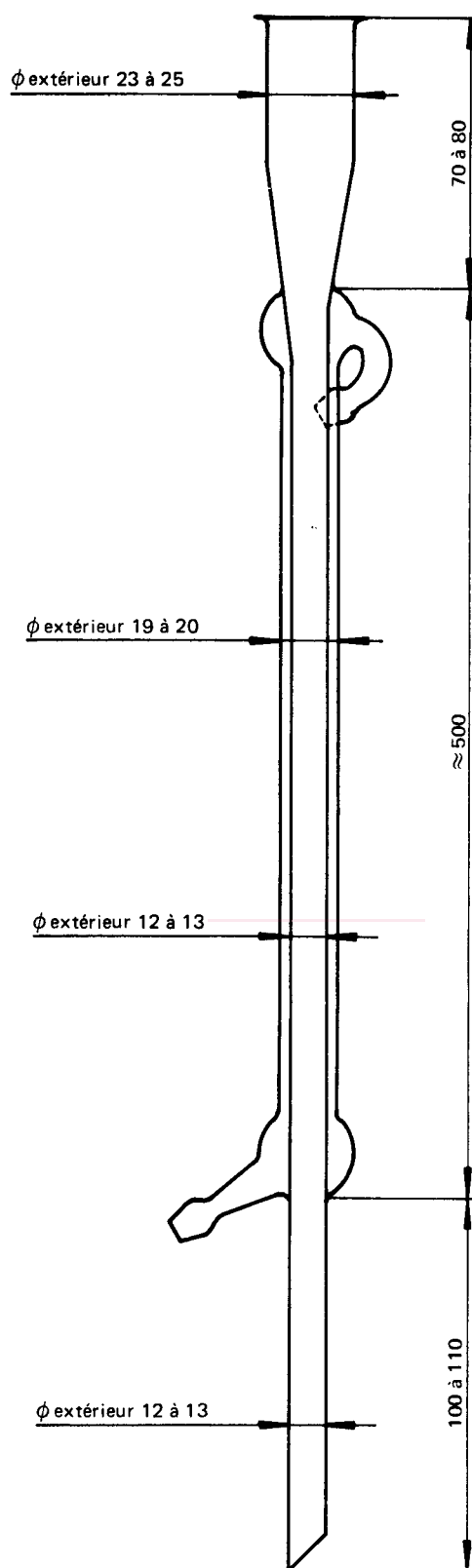


FIG. 4 - Réfrigérant de Liebig, entièrement en verre (D)