

ISO

transmise

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO
R 1902

1597/IV

PHÉNOL, *o*-CRÉSOL, *m*-CRÉSOL, *p*-CRÉSOL,
À USAGE INDUSTRIEL

ESSAI DE CONTRÔLE DE LA TENEUR EN IMPURETÉS
INSOLUBLES DANS UNE SOLUTION D'HYDROXYDE DE SODIUM

ESSAI VISUEL

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.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1902, *Phénol, o-crésol, m-crésol, p-crésol à usage industriel – Essai de contrôle de la teneur en impuretés insolubles dans une solution d'hydroxyde de sodium – Essai visuel*, 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° 1902 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	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Australie	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Chili	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	Turquie
France	Pologne	U.R.S.S.
Grèce	R.A.U.	

Le Comité Membre suivant se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Japon

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,
À USAGE INDUSTRIEL

ESSAI DE CONTRÔLE DE LA TENEUR EN IMPURETÉS
INSOLUBLES DANS UNE SOLUTION D'HYDROXYDE DE SODIUM

ESSAI VISUEL

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 un essai visuel de contrôle de la teneur en impuretés insolubles dans une solution d'hydroxyde de sodium. Cet essai est applicable au phénol, à l'*o*-crésol, au *m*-crésol et au *p*-crésol à usage industriel.

Cet essai est empirique et ne conduit pas à une grande précision.

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.

3. PRINCIPE

Agitation d'une prise d'essai avec une solution d'hydroxyde de sodium dans des conditions spécifiées et évaluation de toute matière insoluble présente en suspension dans le mélange, par comparaison soit avec une solution turbidimétrique étalon convenue, soit avec une solution d'hydroxyde de sodium.

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

4. RÉACTIFS

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

- 4.1 *Mélange éthanol/glycérol* contenant 2 volumes d'éthanol à 95 % (V/V) pour 1 volume de glycérol.
- 4.2 *Chlorure de baryum cristallisé* ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- 4.3 *Hydroxyde de sodium*, solution à 50 g/l.
- 4.4 *Acide sulfurique*, solution titrée 0,01 N.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et

- 5.1 *Bain d'eau*, thermorégularisé à $20 \pm 0,5$ °C.
- 5.2 Deux *tubes de Nessler* identiques ayant chacun un volume maximal de 150 ml et une longueur minimale de 100 mm.
- 5.3 *Ecran noir*, comportant, à la base, une plaque en verre opalescent.
- 5.4 *Lampe électrique* comportant une ampoule « lumière du jour » bleutée, de 60 W environ.
- 5.5 *Agitateur magnétique*.

NOTE. – L'appareillage est représenté sur la Figure, page 6.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 g près, environ 10 g de l'échantillon pour laboratoire dans une fiole conique à bouchon rodé de 250 ml, préalablement tarée.

6.2 Comparaison avec une solution turbidimétrique agréée

6.2.1 *Préparation de la solution d'essai*. Ajouter, dans la fiole conique contenant la prise d'essai (6.1), un volume V de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3), calculé d'après la formule suivante :

$$V = m \times \frac{150}{10}$$

où m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Agiter la fiole jusqu'à la mise en solution complète et l'introduire dans le bain d'eau (5.1), thermorégularisé à $20 \pm 0,5$ °C, pendant 30 minutes.

6.2.2 *Préparation de la solution turbidimétrique étalon*. Introduire 0,23 g de chlorure de baryum (4.2) dans une fiole conique à bouchon en verre rodé de 250 ml préalablement tarée; ajouter un volume d'eau égal à $(V - 30)$ ml (voir paragraphe 6.2.1) et 30 ml du mélange éthanol/glycérol (4.1). Mélanger le contenu de la fiole en utilisant l'agitateur magnétique (5.5) jusqu'à dissolution complète du chlorure de baryum. Ajouter le volume agréé (par accord entre les parties) de la solution d'acide sulfurique (4.4) et agiter pendant 1 minute.

6.2.3 *Comparaison.* Verser la solution turbidimétrique étalon (6.2.2) dans l'un des deux tubes de Nessler (5.2) et verser la solution d'essai (6.2.1) dans l'autre tube. Placer les deux tubes de Nessler à l'intérieur de l'écran noir (5.3) comme indiqué sur la Figure, page 6.

Comparer la turbidité des deux solutions en observant verticalement, la lampe électrique (5.4) étant allumée.

6.3 Comparaison avec une solution d'hydroxyde de sodium

6.3.1 *Préparation de la solution d'essai.* Ajouter, dans la fiole conique contenant la prise d'essai (6.1), un volume V de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3), calculé à l'aide de la formule suivante :

$$V = m \times R$$

où

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

R est le rapport agréé (par accord entre les parties) entre le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3) et la masse de la prise d'essai.

6.3.2 *Comparaison.* Agiter la fiole jusqu'à la mise en solution complète. Verser la solution d'essai (6.3.1) dans l'un des tubes de Nessler (5.2) et verser dans l'autre tube de Nessler (5.2) un volume qui, exprimé en millilitres, est numériquement égal à $(V + m)$ (voir paragraphe 6.3.1) de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3)

Placer les deux tubes dans le bain d'eau (5.1), thermorégularisé à $20 \pm 0,5$ °C, pendant 30 minutes, puis les placer à l'intérieur de l'écran noir (5.3) comme indiqué sur la Figure, page 6.

Comparer la turbidité des deux solutions en observant verticalement, la lampe électrique (5.4) étant allumée.

7. EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Comparaison avec une solution turbidimétrique agréée

Indiquer si la solution d'essai (6.2.1) est limpide ou bien si sa turbidité est supérieure, égale ou inférieure à celle de la solution turbidimétrique étalon (6.2.2), en indiquant le volume agréé de la solution d'acide sulfurique (4.4) utilisé pour la préparation de la solution turbidimétrique étalon (6.2.2).

7.2 Comparaison avec une solution d'hydroxyde de sodium

Indiquer si la solution d'essai (6.3.1) est limpide ou trouble en indiquant le rapport agréé entre le volume de la solution d'hydroxyde de sodium et la masse de la prise d'essai (voir paragraphe 6.3.1).

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.

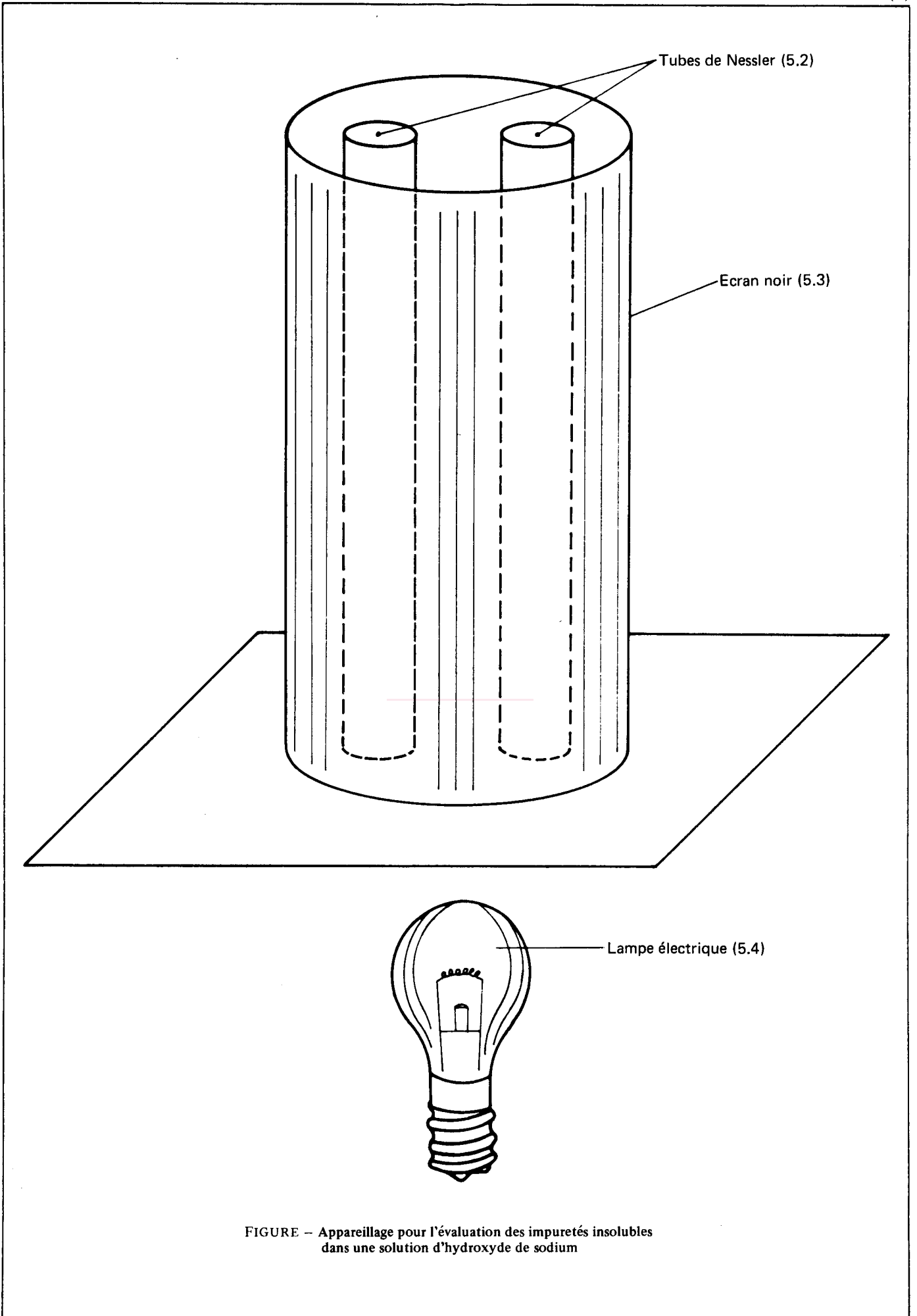


FIGURE - Appareillage pour l'évaluation des impuretés insolubles dans une solution d'hydroxyde de sodium

ANNEXE

Ce document fait partie d'une série de Recommandations ISO décrivant des méthodes d'essais pour le phénol, les crésols, l'acide crésilique et les xylénols à usage industriel.

La liste complète des Recommandations déjà préparées, ou en cours de préparation, est la suivante :

PHÉNOL, *o*-CRÉSOL, *m*-CRÉSOL, *p*-CRÉSOL, ACIDE CRÉSILIQUE, XYLÉNOLS

- ISO/R 1897, *Dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer.*
- ISO/R 1898, *Dosage de l'eau par la méthode de Dean et Stark.*
- ISO/R 1899, *Dosage des huiles neutres et des bases pyridinées.*

PHÉNOL, *o*-CRÉSOL, *m*-CRÉSOL, *p*-CRÉSOL

- ISO/R 1900, *Détermination du résidu à l'évaporation.*
- ISO/R 1901, *Détermination du point de cristallisation.*
- ISO/R 2208, *Détermination du point de cristallisation après séchage à l'aide d'un tamis moléculaire.**
- ISO/R 1902, *Essai de contrôle de la teneur en impuretés insolubles dans une solution d'hydroxyde de sodium – Essai visuel.*
- ISO/R 2273, *Dosage, après combustion, du soufre total (méthode conductimétrique) et du chlore (méthode potentiométrique ou spectrophotométrique).**

PHÉNOL LIQUÉFIÉ, *m*-CRÉSOL, ACIDE CRÉSILIQUE, XYLÉNOLS

- ISO/R 1903, *Détermination de la masse volumique à 20 °C.*

PHÉNOL

- ISO/R 1904, *Dosage du phénol et de ses homologues – Méthode par bromuration.**
- ISO/R 1905, *Essai de contrôle de la teneur en impuretés insolubles dans l'eau – Essai visuel.*

ACIDE CRÉSILIQUE ET XYLÉNOLS

- ISO/R 1906, *Détermination des caractéristiques de distillation.*
- ISO/R 1907, *Détermination du résidu de distillation.*
- ISO/R 1908, *Contrôle de l'absence de sulfure d'hydrogène.*
- ISO/R 1909, *Mesure de la coloration.*
- ISO/R 1910, *Détermination de la teneur en *o*-crésol.*

ACIDE CRÉSILIQUE

- ISO/R 1911, *Détermination de la teneur en *m*-crésol.*

NOTE. – Un échantillon pour laboratoire d'au moins 500 ml (pour phénol et crésols) ou de 1000 ml (pour acide crésilique et xylénols) est nécessaire pour exécuter l'ensemble des essais décrits dans les documents mentionnés.

* Actuellement au stade de Projet de Recommandation ISO.