

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1910

ACIDE CRÉSILIQUE ET XYLÉNOLS
À USAGE INDUSTRIEL

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN *o*-CRÉSOL

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 1910:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29d6eef1-35f4-426c-a328-dadf42e656dd/iso-r-1910-1971>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1910, *Acide crésilique et xylénols à usage industriel – Détermination de la teneur en o-crésol*, 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° 1910 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	Pologne	Turquie
Grèce	Portugal	U.R.S.S.

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

Pays-Bas

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



Recommandation ISO

R 1910

Mai 1971

ACIDE CRÉSILIQUE ET XYLÉNOLS
À USAGE INDUSTRIEL
DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN *o*-CRÉSOL

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

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de détermination de la teneur en *o*-crésol dans l'acide crésilique à forte teneur en *m*-crésol, dans l'acide crésilique à forte teneur en *o*-crésol, et dans les xylénols à usage industriel.

La méthode était primitivement destinée aux échantillons contenant 40 % ou plus d'*o*-crésol, mais a été étendue aux teneurs plus faibles en renforçant le produit avec de l'*o*-crésol pur.

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

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 couleur 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

Formation d'un complexe entre l'*o*-crésol et le cinéole lorsqu'un excès de cinéole est ajouté à l'échantillon déshydraté, et détermination du point de cristallisation du complexe. Calcul de la teneur en *o*-crésol à partir de la teneur en eau de l'échantillon et du point de cristallisation du complexe.

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

4. RÉACTIFS

- 4.1 *Cinéole*, ayant un point de cristallisation supérieur à 1,2 °C lorsqu'il est déterminé au moyen de l'appareil représenté à la Figure 1, la température du bain d'eau (5.5) étant réglée de manière appropriée. Le 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, suffisamment de cinéole 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 cinéole doit être rejeté. Dans certaines circonstances, il est nécessaire d'utiliser du cinéole ayant un point de cristallisation supérieur à 1,35 °C (voir Tableau, page 9).
- 4.2 *o-Crésol*, pur et déshydraté, ayant un point de cristallisation supérieur à 30,6 °C.

5. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

- 5.1 *Appareil pour la détermination du point de cristallisation* (voir Figure 1), constitué par un tube à essai en verre, de dimension nominale de 150 mm × 25 mm, placé à l'intérieur d'un tube à essai de 160 mm × 38 mm. Ce dernier tube comporte un rebord destiné à le maintenir sur une plaque de métal au centre d'un bécher de 1000 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 (5.2 ou 5.3). L'agitateur est muni d'une boucle de 18 mm de diamètre extérieur qui entoure le thermomètre. Le thermomètre est fixé au bouchon de manière que le fond de son réservoir soit à environ 15 mm du fond du tube intérieur. Un thermomètre (5.4) pour le bain d'eau (5.5) passe par un orifice de la plaque de métal et est maintenu par une bague de caoutchouc.
- 5.2 *Thermomètre* pour l'essai du cinéole (4.1), 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 d'erreur connue, inférieure à ± 0,2 °C.
- 5.3 *Thermomètre* pour la détermination du point de cristallisation du complexe *o*-crésol/cinéole, 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 d'erreur connue, inférieure à ± 0,4 °C.
- 5.4 *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 d'erreur connue, inférieure à ± 0,5 °C.
- 5.5 *Bain d'eau*
- 5.6 *FiOLE*, capacité 100 ml, à fond arrondi et à col court, munie d'un assemblage conique femelle 24/29 (voir Recommandation ISO/R 383, *Assemblages coniques rodés interchangeables en verre*).
- 5.7 *Réfrigérant à air*, représenté à la Figure 2, muni d'un joint conique en verre rodé pour y adapter la fiole (5.6)
- 5.8 *Tube*, ayant une tige d'environ 115 mm de longueur et un diamètre intérieur minimal de 16,5 mm, muni à une extrémité d'un joint conique en verre rodé s'adaptant à la fiole (5.6). Ce tube est garni de chlorure de calcium anhydre, maintenu en place au moyen de tampons d'ouate placés aux extrémités.

6. MODE OPÉRATOIRE

6.1 Déshydratation de l'échantillon

Sécher 50 ml de l'échantillon pour laboratoire en le chauffant lentement dans la fiole (5.6) adaptée au réfrigérant à air (5.7), jusqu'à ce que 1 ml de distillat ait été recueilli dans une éprouvette de 10 ml (le but de cette distillation étant de supprimer toute trace d'eau sans altérer matériellement la composition de l'échantillon). Remplacer le réfrigérant par le tube (5.8) et laisser refroidir avant de prélever la prise d'essai.

6.2 Détermination du point de cristallisation

6.2.1 *Prise d'essai.* Retirer de son enveloppe le tube intérieur de l'appareillage pour la détermination du point de cristallisation (5.1) et peser dans le tube 8,40 g de l'échantillon séché (6.1) et 12,00 g de cinéole (4.1). Si la teneur en *o*-crésol de l'échantillon est connue comme étant inférieure à 40 %, peser, dans le tube, 4,20 g de l'échantillon sec (6.1), 4,20 g d'*o*-crésol (4.2) et 12,00 g de cinéole (4.1).

NOTES

1. L'agitateur peut être supprimé et l'agitation peut se faire à la main à l'aide du thermomètre, mais des précautions doivent être prises afin que le thermomètre ne touche pas 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.

6.2.2 *Détermination.* Agiter le mélange jusqu'à 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 (5.5) à une température de 5 °C environ au-dessus de ce point, de façon que les cristaux fondent, sauf une trace, 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 l'échantillon *doucement* et continuellement, et noter les indications du thermomètre à 30 secondes d'intervalle.

Le point de cristallisation correspond à la plus élevée des cinq premières lectures consécutives (corrigées comme indiqué au paragraphe 6.2.3) 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 pendant les cinq premières lectures suivant l'élévation de température, enregistrer six lectures, en commençant par la température maximale atteinte.

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

Noter la température correspondant au point d'intersection (corrigé comme indiqué au paragraphe 6.2.3) comme étant le point de cristallisation.

6.2.3 *Correction des températures.* Corriger les températures en appliquant la correction pour l'erreur du thermomètre.

7. 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 pur.

7.1 S'il n'y a pas eu d'addition d'*o*-crésol pur (4.2) avant la détermination du point de cristallisation, la teneur en *o*-crésol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule suivante :

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

où

A est la teneur en *o*-crésol de l'échantillon séché, exprimée en pourcentage en masse, déterminée à l'aide du Tableau;

W est la teneur en eau de la prise d'essai, exprimée en pourcentage en masse, et déterminée selon l'une des méthodes décrites dans les Recommandations ISO/R 1897, *Phénol, o-crésol, m-crésol, p-crésol, acide crésilique et xylénols à usage industriel – Dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer*, et ISO/R 1898, *Phénol, o-crésol, m-crésol, p-crésol, acide crésilique et xylénols à usage industriel – Dosage de l'eau par la méthode de Dean et Stark*.

7.2 Si une addition d'*o*-crésol pur (4.2) 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 suivante :

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

où

B est la teneur en *o*-crésol du mélange échantillon séché et *o*-crésol pur (4.2), exprimée en pourcentage en masse et déterminée à l'aide du Tableau;

C est la teneur en *o*-crésol, exprimée en pourcentage en masse, de l'*o*-crésol pur (4.2) ajouté;

W est la teneur en eau de la prise d'essai, exprimée en pourcentage en masse et déterminée selon l'une des méthodes décrites dans les Recommandations ISO mentionnées au paragraphe 7.1 ci-dessus.

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

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

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

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 cinéole utilisé a un point de cristallisation supérieur à 1,2 °C. La partie du Tableau située en-dessous n'est applicable que si le cinéole a un point de cristallisation non inférieur à 1,35 °C.

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.

Dimensions en millimètres

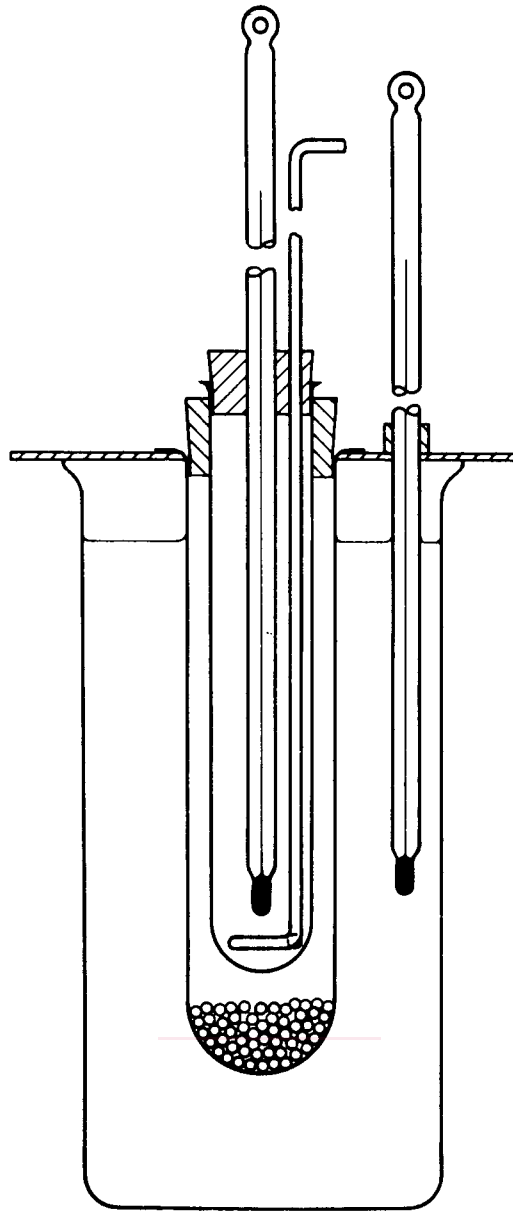


FIG. 1 - Appareil pour la détermination du point de cristallisation (5.2)

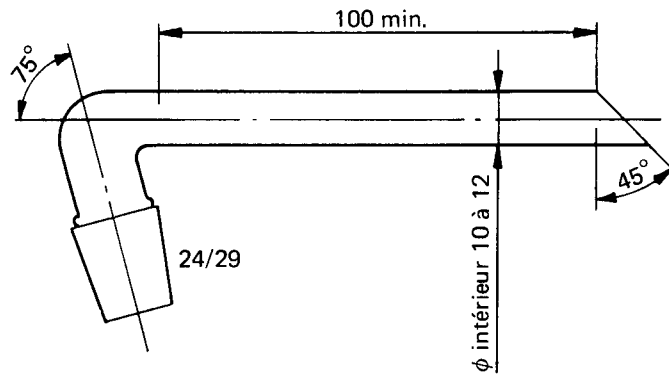


FIG. 2 - Réfrigérant à air (5.7)