

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO

R 1911

ACIDE CRÉSILIQUE
À USAGE INDUSTRIEL

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN *m*-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.

1897 / IX

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1911, *Acide crésilique à usage industriel – Détermination de la teneur en m-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° 1911 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'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Israël	Suisse
Australie	Italie	Tchécoslovaquie
Belgique	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pologne	Turquie
France	Portugal	U.R.S.S.
Grèce	R.A.U.	
Hongrie	Roumanie	

Les Comités Membres suivants se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Japon
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.

ACIDE CRÉSILIQUE
À USAGE INDUSTRIEL

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN *m*-CRÉSOL

AVERTISSEMENT. Ce produit brûle la peau et peut être absorbé 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

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

2. DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable à l'acide crésilique contenant de 35 à 60 % (m/m) de *m*-crésol et ne contenant pas plus de 5 % (m/m) de phénol, ni plus de 35 % (m/m) d'*o*-crésol, déterminés selon la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 1910, *Acide crésilique et xylénols à usage industriel - Détermination de la teneur en o-crésol*, dont 5 % (V/V) au maximum distillent au-dessous de 190 °C et 95 % (V/V) au maximum distillent au-dessous de 208 °C, quand ils sont essayés selon la méthode ISO faisant l'objet de la Recommandation ISO/R 1906, *Acide crésilique et xylénols à usage industriel - Détermination des caractéristiques de distillation*.

3. 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.

4. PRINCIPE

Formation d'un complexe entre le *m*-crésol et l'urée, lorsqu'un excès d'urée est ajouté à l'échantillon déshydraté, et détermination du point de cristallisation du complexe.

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

5. RÉACTIFS

5.1 *Urée*, de qualité pour analyse.

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

5.2 *Complexe m-crésol/urée*

Chauffer et agiter 11 g de *m*-crésol pur et 3 g d'urée (5.1) dans un petit bécher, jusqu'à obtention d'une masse fondue limpide; laisser refroidir en agitant jusqu'à semi-solidité (ceci 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.

6. APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 *Appareil pour la détermination du point de cristallisation* (voir Figure 1), constitué par un tube à essai en verre, de dimension nominale 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 (6.2 ou 6.3). 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 (6.4) pour le bain d'eau (6.5) passe par un orifice de la plaque de métal et est maintenu par une bague de caoutchouc.

6.2 *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 d'erreur connue, inférieure à ± 0,30 °C.

6.3 *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 d'erreur connue, inférieure à ± 0,4 °C.

6.4 *Thermomètre à usage général*, étalonné pour une immersion à 75 mm, couvrant un intervalle de 0 à 50 °C, gradué en 1 °C et d'erreur connue, inférieure à ± 0,5 °C.

6.5 *Bain d'eau*

6.6 *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*).

6.7 *Réfrigérant à air*, tel que représenté à la Figure 2, muni d'un joint conique en verre rodé, pour y adapter la fiole (6.6).

6.8 *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 destiné à fixer la fiole (6.6). Ce tube est garni de chlorure de calcium anhydre, maintenu en place au moyen de tampons d'ouate, placés aux extrémités.

7. MODE OPÉRATOIRE

7.1 Déshydratation de l'échantillon

Sécher 100 ml de l'échantillon pour laboratoire en le chauffant lentement dans la fiole (6.6) adaptée au réfrigérant à air (6.7), jusqu'à ce que 2 ml de distillat aient été recueillis dans une éprouvette de 10 ml (le but de cette distillation étant de supprimer toutes traces d'eau, sans altérer matériellement la composition de l'échantillon). Remplacer le réfrigérant par le tube (6.8) et laisser refroidir avant de prélever la prise d'essai.

7.2 Détermination du point de cristallisation

7.2.1 *Prise d'essai.* Peser 20,0 g de l'échantillon déshydraté (7.1) dans le tube intérieur de l'appareil pour la détermination du point de cristallisation (6.1) et ajouter 4,0 g d'urée (5.1). Enfoncer le bouchon portant le thermomètre (6.2) et l'agitateur.

NOTE. — L'agitateur peut être supprimé et l'agitation peut être faite à la main en utilisant le thermomètre, mais des précautions doivent être prises afin que le thermomètre ne touche pas les parois du tube.

7.2.2 *Détermination.* Chauffer le tube à la flamme d'un brûleur de 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 (5.2), 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 (6.1) et la maintenir à une température de 4 à 5 °C en dessous du point de cristallisation approximatif. Remplacer le thermomètre (6.2) par le thermomètre (6.3).

Chauffer le contenu du tube intérieur à une faible flamme d'un brûleur 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 secondes. Lorsque la température atteint le point de cristallisation approximatif, ajouter quelques cristaux du complexe (5.2). 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 à nouveau à une vitesse constante. Si aucune surfusion n'apparaît, répéter l'essai en utilisant une nouvelle portion de l'échantillon déshydraté (7.1).

Le point de cristallisation correspond à la valeur maximale mentionnée au paragraphe précédent, corrigée comme indiqué au paragraphe 7.2.3.

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

8. EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul

Déterminer le pourcentage en masse de *m*-crésol dans l'échantillon sec en se référant au Tableau.

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

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

où

D est la teneur en *m*-crésol de l'échantillon sec, exprimée en pourcentage en masse et 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 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 et xylénols à usage industriel – Dosage de l'eau par la méthode de Dean et Stark*.

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

8.2 Répétabilité et reproductibilité

8.2.1 *Répétabilité*. Deux résultats obtenus par un même opérateur sont à considérer comme douteux si leur différence est supérieure à la valeur indiquée dans le Tableau ci-dessous.

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

Teneur en <i>m</i> -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 convertie par l'essai.

9. 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.

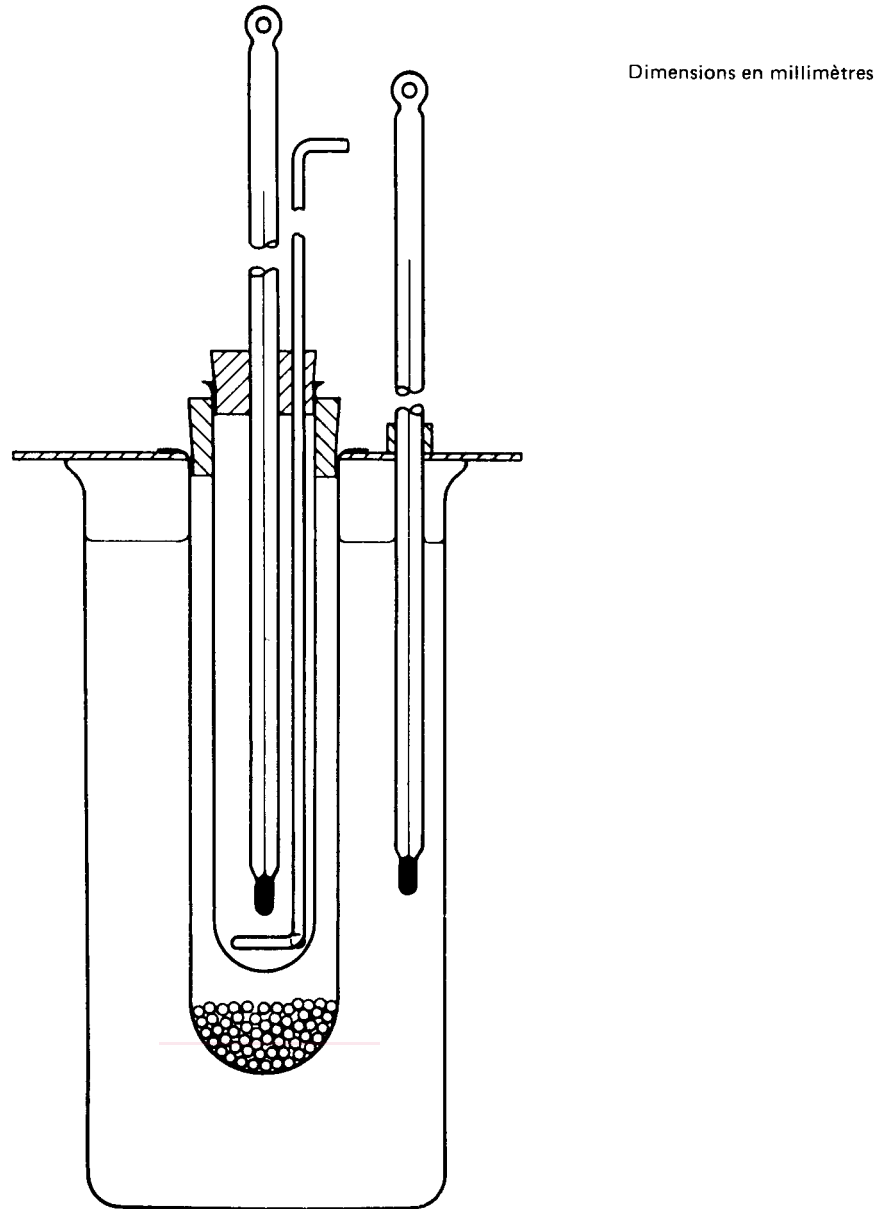


FIG. 1 - Appareil pour la détermination du point de cristallisation (6.1)

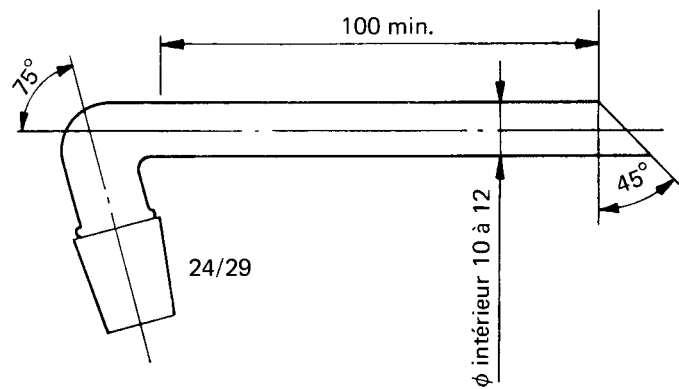


FIG. 2 - Réfrigérant à air (6.7)