

28

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 2977



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés – Détermination du point d'aniline et du point d'aniline en mélange

*Petroleum products and hydrocarbon solvents – Determination of aniline point and mixed aniline point*

Première édition – 1974-07-01

CDU 665.7 : 547.551

Réf. N° : ISO 2977-1974 (F)

**Descripteurs** : produit pétrolier, solvant, essai, essai physique, point d'aniline, détermination.

Prix basé sur 7 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2977 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*, et soumise aux Comités Membres en mars 1973.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie
Allemagne	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suède
Bésil	Mexique	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Canada	Norvège	Turquie
Chili	Pays-Bas	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.S.A.
Hongrie	Portugal	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

France

# Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés – Détermination du point d'aniline et du point d'aniline en mélange

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les méthodes de détermination du point d'aniline des produits pétroliers et des solvants hydrocarbonés, utilisables lorsque le point d'aniline du produit est inférieur au point de bulle, et supérieur au point de solidification du mélange aniline-prise d'essai.

Elle décrit également une variante dite de détermination du point d'aniline «en mélange», applicable aux produits pétroliers et aux solvants hydrocarbonés dont les points d'aniline sont inférieurs à la température de cristallisation de l'aniline dans le mélange d'aniline et de prise d'essai.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 2049, *Produits pétroliers – Détermination de la couleur.*

## 3 DÉFINITIONS

**3.1 point d'aniline :** Température la plus basse à laquelle des volumes égaux d'aniline et de produit soumis à l'essai sont complètement miscibles, dans des conditions normalisées.

**3.2 point d'aniline en mélange :** Température la plus basse à laquelle deux volumes d'aniline, un volume de produit soumis à l'essai et un volume d'heptane normal sont complètement miscibles, dans des conditions normalisées.

**3.3 point de bulle :** Température relevée au moment où des bulles apparaissent pour la première fois au sein du mélange, dans des conditions normalisées.

## 4 PRINCIPE

Des volumes définis d'aniline et de produits à examiner, ou d'aniline, de produit à examiner et d'heptane normal, sont placés dans un tube et mélangés mécaniquement. Le mélange est chauffé, à vitesse définie, jusqu'à ce que les deux phases se résolvent en une seule, puis refroidi à vitesse définie. Le point d'aniline ou le point d'aniline en mélange est la température à laquelle les deux phases se séparent.

## 5 RÉACTIFS

### 5.1 Aniline

Sécher de l'aniline, de qualité pure pour analyse, le jour de l'emploi, sur de l'hydroxyde de potassium en pastilles, la décarter et la distiller en éliminant les premiers et les derniers 10 % de distillat. Le point d'aniline de l'heptane normal, déterminé, conformément au chapitre 8, avec de l'aniline ainsi préparée, doit être de  $69,3 \pm 0,2$  °C, moyenne de deux résultats indépendants ne différant pas de plus de 0,1 °C.

Au lieu de distiller l'aniline le jour de son emploi, on peut également la distiller comme indiqué ci-dessus, puis conserver le distillat sous vide ou en atmosphère d'azote anhydre, dans des ampoules scellées et placées dans un endroit frais et obscur, en vue d'un emploi ultérieur. Dans les deux cas, toutes les précautions doivent être prises pour éviter une contamination par l'humidité de l'atmosphère (note de 6.2). Dans de telles conditions, l'expérience montre que l'aniline peut se conserver environ 6 mois.

### NOTES

1 Le point d'aniline de l'heptane normal, déterminé avec un appareil automatique, obtenu avec l'aniline ainsi préparée, doit être, après correction suivant l'équation donnée en C.2.1, de  $69,3 \pm 0,2$  °C.

2 **PRÉCAUTIONS.** Du fait de son extrême toxicité, l'aniline ne doit pas être pipetée directement avec la bouche. Étant également toxique par absorption au travers de la peau, même en très faibles quantités, elle doit être manipulée avec beaucoup de précautions.

**5.2 Sulfate de calcium, anhydre, ou sulfate de sodium, anhydre.**

**5.3 Heptane normal,** conforme aux spécifications ci-dessous, vérifiées à l'aide des méthodes indiquées ou à l'aide de méthodes équivalentes.

Indice d'octane (ASTM D2700)	0,0 ± 0,2
Masse volumique à 20 °C (ASTM D1217)	0,683 80 ± 0,000 15 g/ml
Indice de réfraction $n_D^{20}$ (ASTM D1218)	1,387 70 ± 0,000 15

Point de congélation  
(ASTM D1015) - 90,710 °C min.

Distillation<sup>1)</sup> :  
Température du point  
50 % (à 1,013 bar) 98,427 ± 0,025 °C

Différentielle, augmen-  
tation de température  
entre les points 20 et  
80 % 0,020 °C max.

Un appareil automatique à point d'aniline peut être utilisé, s'il permet de respecter la prescription de la note 1 de 5.1 (voir annexe C).

**6.2 Bain de chauffage et de refroidissement**, consistant en un bain d'air, ou bain de liquide non aqueux, non volatil et transparent, ou lampe infrarouge (250 à 375 W), muni d'un dispositif de réglage du chauffage.

NOTE - Ne pas utiliser l'eau comme agent de chauffage ou de refroidissement : L'aniline étant hygroscopique, il pourrait s'ensuivre des résultats erronés. Par exemple, le point d'aniline de l'heptane normal est augmenté d'environ 0,5 °C si l'aniline contient 0,1 % d'eau. Si le point d'aniline est inférieur au point de rosée de l'atmosphère ambiante, faire circuler un courant lent de gaz inerte dans le tube où se fait la détermination.

## 6 APPAREILLAGE

**6.1 Tube à essai ou appareil à couche mince**, fabriqués en verre résistant à la chaleur, et conformes aux dimensions indiquées dans les annexes A et B respectivement.

**6.3 Thermomètres à point d'aniline**, du type à immersion partielle, ayant respectivement les échelles de température - 38 à + 42 °C, 25 à 105 °C, et 90 à 170 °C, conformes aux spécifications suivantes :

### Spécification des thermomètres

	- 38 à + 42 °C	25 à 105 °C	90 à 170 °C
Échelle	- 38 à + 42 °C	25 à 105 °C	90 à 170 °C
Immersion	51 mm	51 mm	51 mm
Échelon	0,2 °C	0,2 °C	0,2 °C
Trait plus long chaque	1 °C	1 °C	1 °C
Chiffraison chaque	2 °C	2 °C	2 °C
Erreur d'échelle, max.	0,2 °C	0,2 °C	0,2 °C
Chambre d'expansion permettant le chauffage à	100 °C	150 °C	220 °C
Longueur totale	419 ± 5 mm	419 ± 5 mm	419 ± 5 mm
Diamètre de la tige	6 à 7 mm	6 à 7 mm	6 à 7 mm
Longueur du réservoir	10 à 20 mm	10 à 19 mm	10 à 20 mm
Diamètre du réservoir	5 à 6 mm	5 à 6 mm	5 à 6 mm
Distance du fond du réservoir au trait repère	- 35 °C : 112 à 124 mm	25 °C : 106 à 120 mm	90 °C : 101 à 115 mm
Distance du fond du réservoir au trait repère	40 °C : 352 à 377 mm	105 °C : 358 à 379 mm	170 °C : 358 à 384 mm
Distance du fond du réservoir au sommet de la chambre de contraction	-	-	35 mm (max.)

1) La méthode et l'appareillage à utiliser sont décrits dans le Journal of Research, U.S. National Bureau of Standards, volume 44, N° 3, 1950 pages 309 et 310 (RP2079).

**6.4 Pipettes**, capacité  $10 \pm 0,04$  ml et  $5 \pm 0,02$  ml (voir note). Prévoir une poire d'aspiration en caoutchouc à adapter à l'une des pipettes de 10 ml pour prélever l'aniline.

NOTE – Les pipettes à un trait de 10 ml classe B et de 5 ml classe A, spécifiées dans l'ISO/R 648, conviennent.

**6.5 Balance**, précise à 0,01 g, permettant de peser le tube et la prise d'essai lorsque cette dernière ne peut être pipetée.

**6.6 Lunettes de sécurité**, pour protéger les yeux contre les projections.

## 7 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Sécher l'échantillon en l'agitant vigoureusement durant 3 à 5 min, avec environ 10 % en volume d'un agent déshydratant tel que sulfate de calcium ou de sodium anhydre. Réduire éventuellement sa viscosité en le chauffant à une température inférieure à celle qui provoquerait la perte des fractions légères ou la déshydratation de l'agent desséchant.

Éliminer l'agent desséchant par centrifugation ou par filtration. La centrifugation est également un procédé acceptable pour éliminer l'eau en suspension, lorsque celle-ci est visible, et lorsque l'échantillon est connu pour dissoudre moins de 0,03 % en masse d'eau.

## 8 MODE OPÉRATOIRE

### 8.1 Choix de la méthode

Trois méthodes, ayant chacune leur domaine d'application, sont spécifiées :

Méthode 1 : décrite en détail dans l'annexe A, est applicable aux échantillons clairs et peu colorés, ou aux échantillons dont la coloration, déterminée selon l'ISO 2049, n'est pas supérieure à 6.5.

Méthode 2 : décrite dans l'annexe B, est applicable aux échantillons peu colorés, aux échantillons modérément colorés, et aux échantillons très colorés.

Méthode 3 : est applicable lorsqu'on utilise un appareil automatique, conformément aux instructions de l'annexe C.

### 8.2 Détermination du point d'aniline en mélange

Ce procédé est applicable en particulier aux échantillons dont le point d'aniline est inférieur à la température à laquelle l'aniline cristallise dans le mélange aniline-prise d'essai. Dans ce cas, pipetter 10 ml d'aniline, (**Précautions** : voir note 2 de 5.1), 5 ml d'échantillon et 5 ml d'heptane normal dans un appareil propre et sec. Déterminer le point d'aniline du mélange en appliquant la méthode décrite dans l'annexe A.

## 9 FIDÉLITÉ<sup>1)</sup>

Les critères suivants doivent être utilisés pour juger de l'acceptabilité des résultats (niveau de confiance : 95 %).

### 9.1 Répétabilité

Deux résultats, c'est-à-dire deux moyennes de températures obtenues au cours d'une série d'observations, par le même opérateur, conformément aux instructions du chapitre 10, doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus que les quantités suivantes :

	Répétabilité
Point d'aniline :	
– des échantillons clairs, peu colorés	0,2 °C
– des échantillons modérément ou fortement colorés	0,3 °C
Point d'aniline en mélange :	
– des échantillons clairs, peu colorés	0,2 °C
– des échantillons modérément ou fortement colorés	0,3 °C

### 9.2 Reproductibilité

Deux résultats, fournis chacun par un laboratoire, peuvent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus que les quantités suivantes :

	Reproductibilité
Point d'aniline :	
– des échantillons clairs, peu colorés	0,5 °C
– des échantillons modérément ou fortement colorés	1,0 °C
Point d'aniline en mélange :	
– des échantillons clairs, peu colorés	0,7 °C
– des échantillons modérément ou fortement colorés	1,0 °C

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

**10.1** Si, au cours d'un même essai, trois déterminations successives du point d'aniline conduisent à des températures ne différant pas de plus de 0,1 °C dans le cas d'échantillons peu colorés, ou de 0,2 °C dans le cas d'échantillons foncés, prendre comme point d'aniline, la moyenne des températures relevées et l'arrondir à 0,1 °C près, après avoir apporté les corrections du thermomètre.

**10.2** Si cinq déterminations successives ne permettent pas d'obtenir une telle fidélité, faire un nouvel essai en utilisant de nouvelles prises d'essais et un appareil propre et sec et, si les mesures consécutives de température montrent un changement progressif ou si les écarts entre les résultats d'essais répétés sont supérieurs à 0,2 °C dans le cas d'échantillons peu colorés, ou à 0,3 °C dans le cas d'échantillons foncés, indiquer dans le procès-verbal que la méthode est inapplicable.

1) La fidélité de la méthode pour la détermination des points d'aniline des échantillons modérément et très colorés et la fidélité de la méthode pour la détermination du point d'aniline en mélange, n'ont pas été déterminés par des essais interlaboratoires récents. Des essais interlaboratoires vont être organisés, et l'on peut penser qu'ils conduiront à l'obtention de valeurs fiables.

## ANNEXE A

## MÉTHODE 1

## A.1 APPAREILLAGE

L'appareillage décrit à la figure 1 doit comporter les éléments suivants :

**A.1.1 Tube à essai**, en verre résistant à la chaleur, de 25 mm environ de diamètre et de 150 mm de longueur.

**A.1.2 Jaquette**, de 37 à 42 mm de diamètre et de 175 mm de longueur environ, fabriquée en verre résistant à la chaleur.

**A.1.2.3 Agitateur**, en fil d'acier doux de 2 mm de diamètre environ (voir figure 1). Il doit comporter, à sa partie inférieure, un anneau d'environ 19 mm de diamètre. La longueur de l'agitateur, jusqu'au coude à angle droit terminé par cet anneau, doit être d'environ 200 mm. Le bras coudé à angle droit doit avoir environ 55 mm de longueur. Un tube de verre d'environ 65 mm de longueur et de 3 mm de diamètre intérieur doit être utilisé comme guide de l'agitateur. L'agitation peut être faite à la main, ou par tout dispositif mécanique approprié.

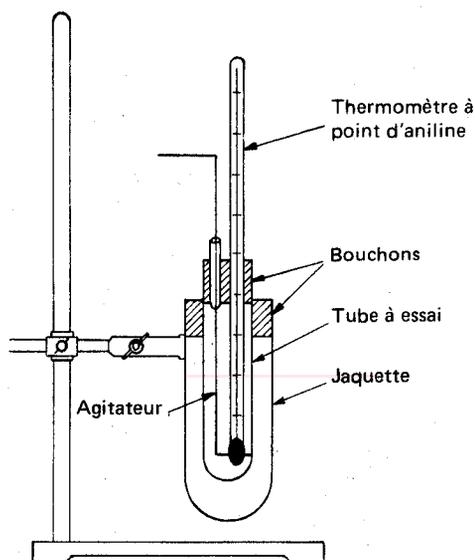


FIGURE 1 — Appareil à point d'aniline

## A.2 MODE OPÉRATOIRE

**A.2.1 Nettoyer et sécher l'appareil.** Pipetter 10 ml d'aniline (**Précautions** : voir note 2 de 5.1) et 10 ml d'échantillon sec dans le tube muni de la jaquette à air et équipé de l'agitateur et du thermomètre. Si le produit est trop visqueux pour être pipeté, en peser, à 0,01 g près, une quantité correspondant à 10 ml à la température ambiante. Centrer le thermomètre dans le tube à essais, de manière que son trait d'immersion se trouve au niveau du liquide, et s'assurer que le réservoir ne touche pas les parois du tube.

**A.2.2 Agiter rapidement le mélange**, en donnant au mouvement de l'agitateur une amplitude de 50 mm environ, en évitant toute inclusion de bulles d'air et, si cela est nécessaire, chauffer en appliquant directement la source de chaleur sur la jaquette, de manière à faire monter la température d'environ 1 à 3 °C par minute, jusqu'à ce qu'une miscibilité complète soit obtenue. Si le mélange est complètement miscible à la température ordinaire, substituer un bain de refroidissement non aqueux à la source de chaleur. Tout en poursuivant l'agitation, laisser le mélange refroidir lentement, à raison de 0,5 à 1,0 °C par minute. Poursuivre le refroidissement jusqu'à une température de 1 à 2 °C inférieure à celle qui correspond à la première apparition d'un trouble et noter à 0,1 °C près, comme étant le point d'aniline, la température à laquelle le mélange présente soudain un trouble net (voir note). Cette température doit être la température minimale d'équilibre de la solution et non celle qui correspond à la séparation de constituants mineurs des échantillons.

NOTE — Le vrai point d'aniline est caractérisé par un trouble dont l'importance s'accroît fortement lorsque la température est abaissée.

**A.2.3 Répéter l'essai en chauffant et refroidissant alternativement** jusqu'à ce que les lectures thermométriques satisfassent aux conditions spécifiées au chapitre 10.

ANNEXE B

MÉTHODE 2

B.1 APPAREILLAGE

Appareil à couche mince, fabriqué en verre résistant à la chaleur, et en acier inoxydable, conforme à la figure 2. Un exemple de montage est représenté par la figure 3.

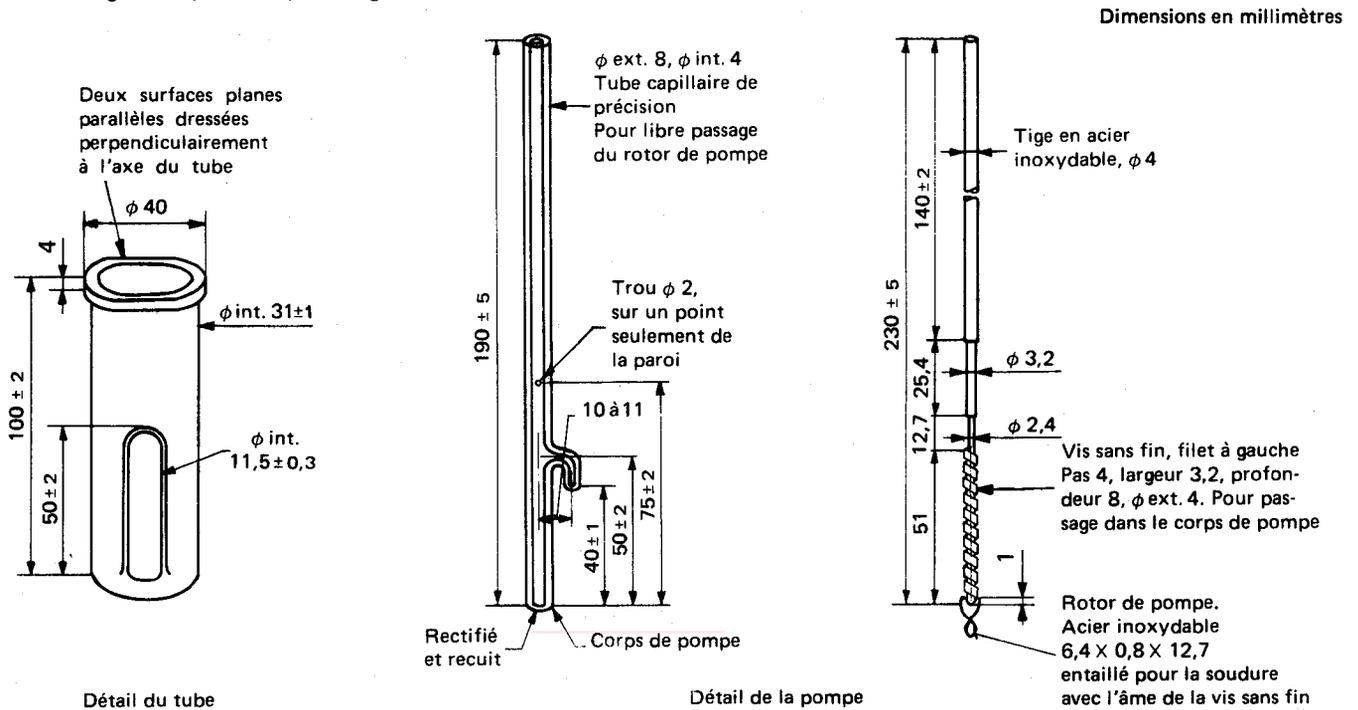


FIGURE 2 — Détails de l'appareil à couche mince

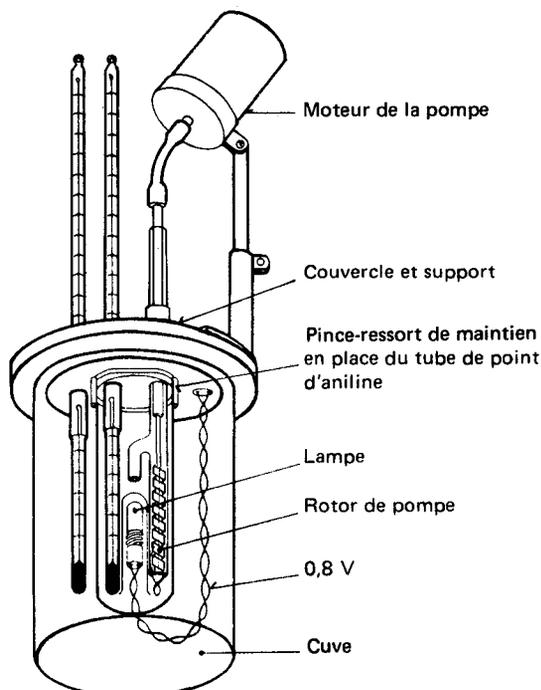


FIGURE 3 — Ensemble de l'appareil à couche mince

## B.2 MODE OPÉRATOIRE

**B.2.1** Nettoyer et sécher l'appareil. Pipetter 10 ml d'aniline (**Précautions** : voir note 2 de 5.1) et 10 ml d'échantillon dans le tube muni de la jaquette d'air, et équipé de l'agitateur et du thermomètre. Si le produit est trop visqueux pour être pipeté, peser à 0,01 g près, une quantité correspondant à 10 ml d'échantillon à la température ambiante. Placer le thermomètre dans le tube de manière que la chambre de contraction se trouve au-dessous du niveau du liquide et que le réservoir à mercure ne touche pas les parois du tube.

**B.2.2** Régler la vitesse du moteur de la pompe de manière à obtenir un courant continu du mélange échantillon-aniline sous forme d'une couche mince s'écoulant le long de la paroi éclairée. Dans le cas des échantillons très foncés, faire fonctionner la pompe lentement, et l'abaisser jusqu'à ce que le tube de refoulement touche presque le sommet de la paroi éclairée; on obtient ainsi une couche continue et suffisamment mince pour permettre l'observation du point d'aniline. Régler la tension de la lampe de manière qu'elle fournisse juste assez de lumière pour que son filament soit visible à travers la couche mince. Élever la température du mélange à raison de 1 à 2 °C par minute jusqu'à ce que le point d'aniline soit juste dépassé, ce qui est mis en évidence par une augmentation soudaine de la brillance du filament de la lampe et par la disparition de l'opalescence plus ou moins marquée de la couche mince (voir note). Interrompre le chauffage et régler la tension de la lampe pour que le filament paraisse clair et distinct, mais sans être trop brillant. Régler la température du bain de telle sorte que le mélange de la prise d'essai et de l'aniline se refroidisse à raison de 0,5 à 1,0 °C par minute, et observer l'aspect de la couche mince et du filament de la lampe. Noter comme point d'aniline, à 0,1 °C près, la température à laquelle une seconde phase se forme, ce qui est mis en évidence soit par la réapparition de l'opalescence de la couche mince (produisant généralement un halo autour du filament de la lampe), soit par un obscurcissement soudain du filament de la lampe, soit simultanément par ces deux phénomènes. À des températures supérieures au point d'aniline, les bords du filament sont clairs et distincts. À la température du point d'aniline, un halo ou un trouble se forme autour du filament et de ce fait les bords de celui-ci sont vus comme des lignes d'apparence brumeuses ou nuageuses. À des températures plus basses, le nuage autour du filament s'obscurcit encore, mais ce phénomène ne correspond plus au point d'aniline.

NOTE — En vue de se familiariser avec l'appareillage, il est recommandé d'effectuer des essais et mises au point préliminaires, en utilisant un mélange d'huile incolore et d'aniline. Observer les changements qui se produisent, tant dans la masse du liquide que dans la couche mince. Effectuer ensuite des essais avec des huiles foncées, pour se familiariser avec l'aspect de la couche mince et de la source lumineuse lorsque le mélange passe de l'état clair au-dessus de point d'aniline à un état translucide, en-dessous de celui-ci. Si l'échantillon est tel qu'il est difficile d'observer le point exact où le changement intervient, faire des essais sur cet échantillon en faisant varier l'intensité de la source lumineuse et en portant une attention particulière à l'apparence de la lumière au voisinage immédiat du filament.

**B.2.3** Répéter l'essai en chauffant et refroidissant alternativement, jusqu'à ce que l'on satisfasse aux conditions spécifiées au chapitre 10.

## ANNEXE C

## MÉTHODE 3

## C.1 APPAREILLAGE

**Appareillage automatique pour point d'aniline**, disponible dans le commerce, faisant appel à la technique en couche mince modifiée et à un chauffage direct de la prise d'essai obtenu par immersion d'une résistance chauffante. Un tel appareil est commercialisé. La détection du changement de turbidité du mélange, au point d'aniline, se fait à l'aide d'une cellule photoélectrique sur laquelle est dirigée la lumière passant à travers une couche mince de l'échantillon.

## C.2 MODE OPÉRATOIRE

**C.2.1** Déterminer le point d'aniline en suivant le mode d'emploi livré avec l'appareil. Corriger la valeur trouvée comme suit :

$$\text{Point d'aniline corrigé} = \frac{X_a - A}{B}$$

où

$X_a$  est le point d'aniline trouvé;

$A$  et  $B$  sont les constantes déterminées pour chaque appareil, conformément à C.2.2.

**NOTE** — Des essais interlaboratoires ont montré que les points d'aniline déterminés avec certains appareils automatiques, étaient inférieurs à ceux obtenus par les méthodes 1 et 2. La différence était d'autant plus importante que la vitesse de refroidissement obtenue avec l'appareil était plus élevée, et que le point d'aniline lui-même était également plus élevé.

**C.2.2** Déterminer le point d'aniline, d'une part avec l'une des méthodes 1 ou 2, d'autre part avec l'appareil automatique, de trois échantillons au moins, choisis tels que leurs points d'aniline se trouvent respectivement entre 43 et 50 °C, 60 et 65 °C, 75 et 80 °C. Calculer  $A$  et  $B$ , en résolvant simultanément les deux équations suivantes :

$$\Sigma(X_a) = NA + B\Sigma(X_c)$$

$$\Sigma(X_a X_c) = A\Sigma(X_c) + B\Sigma(X_c^2)$$

où

$\Sigma(X_a)$  est la somme de tous les points d'aniline obtenus avec l'appareil automatique;

$\Sigma(X_c)$  est la somme de tous les points d'aniline obtenus avec l'une des méthodes 1 ou 2;

$\Sigma(X_c^2)$  est la somme des carrés de tous les points d'aniline obtenus avec l'une des méthodes 1 ou 2;

$\Sigma(X_a X_c)$  est la somme des produits de chacun des points d'aniline obtenus pour chaque échantillon avec, d'une part, l'une des méthodes 1 ou 2, d'autre part l'appareil automatique;

$N$  est le nombre d'échantillons.

**NOTE** — Des essais interlaboratoires ont été effectués par cinq laboratoires sur cinq échantillons dont les points d'aniline étaient compris entre 34 et 87 °C.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2977:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09b450d9-4cd5-4ffa-88b6-04a647b13196/iso-2977-1974>