

NORME
INTERNATIONALE

ISO
2977

Deuxième édition
1989-07-15

**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*



Numéro de référence
ISO 2977 : 1989 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2977 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2977 : 1974), qui a été révisée de manière à inclure deux méthodes supplémentaires convenant pour la détermination du point d'aniline d'échantillons pouvant subir une forte vaporisation à cette température.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

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

AVERTISSEMENT — 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 de très faibles quantités, elle doit être manipulée avec beaucoup de précautions.

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie les méthodes de détermination du point d'aniline des produits pétroliers et des solvants hydrocarbonés.

1.2 Elle décrit aussi 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 la prise d'essai.

1.3 La méthode 1 s'applique aux prises d'essai transparentes présentant un point initial d'ébullition supérieur à la température ambiante et dont le point d'aniline est inférieur au point de bulle mais supérieur au point de solidification du mélange d'aniline-prise d'essai.

La méthode 2, qui est une méthode en couche mince, convient aux échantillons trop foncés pour subir la méthode 1.

Les méthodes 3 et 4 concernent les échantillons qui peuvent subir une forte vaporisation au point d'aniline. La méthode 4 convient particulièrement aux cas où l'on ne dispose que de faibles quantités de la prise d'essai.

La méthode 5 concerne l'utilisation d'un appareil automatique pouvant être utilisé en liaison avec les méthodes 1 et 2.

1.4 Le point d'aniline (ou le point d'aniline en mélange) présente une grande utilité pour aider à caractériser des hydrocarbures purs et à analyser des mélanges d'hydrocarbures.

Ce sont les hydrocarbures aromatiques qui présentent les points d'aniline les plus faibles, et les hydrocarbures paraffiniques les points d'aniline les plus élevés.

Les cycloparaffines et les oléfines présentent des points d'aniline intermédiaires entre ceux des paraffines et des aromatiques.

Dans des séries homologues, les points d'aniline augmentent avec la masse moléculaire.

Bien que l'on puisse l'utiliser en combinaison avec d'autres propriétés physiques dans des méthodes de corrélation avec l'analyse des hydrocarbures, c'est le point d'aniline dont on se sert le plus fréquemment pour obtenir une estimation de la teneur des mélanges en hydrocarbures aromatiques.

2 Références

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

ISO 3838, *Pétrole brut et produits pétroliers liquides ou solides — Détermination de la masse volumique ou de la densité relative — Méthodes du pycnomètre à bouchon capillaire et du pycnomètre bicapillaire gradué.*

ISO 5163, *Carburants pour moteur automobile et aviation — Détermination des caractéristiques antidétonantes — Méthode « Moteur ».*

ISO 5661, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Détermination de l'indice de réfraction.*

ASTM D 1015, *Standard test method for freezing points of high-purity hydrocarbons.*

3 Définitions

3.1 point d'aniline: Température minimale, en degrés Celsius, d'une solution à l'équilibre pour des volumes égaux d'aniline et de produit soumis à l'essai.

3.2 point d'aniline en mélange: Température minimum, en degrés Celsius, de solution en équilibre d'un mélange de deux volumes d'aniline, d'un volume du produit soumis à l'essai et d'un volume d'heptane.

3.3 point de bulle: Température relevée, en degrés Celsius, au moment où des bulles apparaissent pour la première fois au sein du mélange lorsque celui-ci est chauffé, dans des conditions normalisées.

4 Principe

Des volumes définis d'aniline et d'échantillon, ou d'aniline, d'échantillon et d'heptane, 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. Le mélange est

alors refroidi à vitesse définie et la température à laquelle les deux phases se séparent est notée comme étant le point d'aniline ou le point d'aniline en mélange.

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 décanter et la distiller en éliminant les premiers et derniers 10 % de distillat. Le point d'aniline de l'heptane, déterminé conformément à 8.1 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 sous atmosphère d'azote anhydre, dans des ampoules scellées ou 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 au moins 6 mois.

NOTE — Pour les contrôles de routine, la distillation n'est pas obligatoire, du moment que l'aniline satisfait aux exigences de l'essai d'heptane.

Le point d'aniline du mélange aniline-heptane déterminé par l'appareil automatique doit être de $69,3 \pm 0,2$ °C après correction conformément à l'équation donnée en E.2.1.

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

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

Indice d'octane moteur (ISO 5163)	$0,0 \pm 0,2$
Masse volumique à 20 °C (ISO 3838)	$0,683\ 80 \pm 0,000\ 15$ g/ml
Indice de réfraction n_D^{20} (ISO 5661)	$1,387\ 70 \pm 0,000\ 15$
Point de congélation (ANSI/ASTM D 1015) ¹⁾	$-90,710$ °C min.
Distillation ²⁾ : Température du point 50 % (à 101,3 kPa)	$98,427 \pm 0,025$ °C
Distillation différentielle, augmentation de température entre les points 20 % et 80 %	$0,020$ °C max.

1) Édition de 1984.

2) 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, pp. 309 et 310 (RP 2079).

6 Appareillage

6.1 Se référer aux annexes suivantes pour les détails concernant l'appareillage de détermination du point d'aniline, selon la méthode utilisée:

annexe A pour la méthode 1

annexe B pour la méthode 2

annexe C pour la méthode 3

annexe D pour la méthode 4

annexe E pour la méthode 5

NOTE — On peut utiliser un autre appareillage, par exemple la méthode du tube en U pour les huiles foncées, à la condition que l'on ait pu montrer que cet appareil donnait des résultats présentant la même fidélité et la même précision que ceux décrits dans les annexes.

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

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 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, pour protéger le mélange d'échantillon d'aniline.

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 indiquées dans le tableau.

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

NOTE — Les pipettes à un trait de 10 ml classe B et de 5 ml classe A selon l'ISO 648 peuvent être utilisées.

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

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

6.7 Gants en matière plastique, imperméables à l'aniline.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Sécher l'échantillon en l'agitant vigoureusement durant 3 à 5 min avec environ 10 % (V/V) d'un agent déshydratant approprié, par exemple, le sulfate de calcium anhydre ou le sulfate de sodium anhydre. Réduire éventuellement sa visco-

sité en le chauffant à une température inférieure à celle qui provoquerait la perte des fractions légères ou la déshydratation du déshydratant.

Éliminer les traces de déshydratant en suspension par centrifugation ou filtration. Chauffer les éléments contenant de la cire jusqu'à ce qu'ils soient homogènes et les maintenir à la température au cours des opérations de filtration ou de centrifugation, afin d'éviter la séparation de la cire. La centrifugation est également un procédé acceptable pour éliminer l'eau en suspension lorsque celle-ci est visible, et lorsque l'on sait que l'échantillon dissout moins de 0,03 % (m/m) d'eau.

8 Mode opératoire

8.1 Choix de la méthode

Cinq méthodes, ayant chacune son domaine d'application, sont spécifiées ci-après :

— Méthode 1: décrite en détail dans l'annexe A, s'applique aux échantillons limpides et peu colorés, ou aux échantillons dont la coloration, déterminée selon l'ISO 2049, n'est pas plus foncée que 6.5, présentant un point initial d'ébullition au-dessus du point d'aniline attendu.

— Méthode 2: décrite en détail dans l'annexe B, s'applique aux échantillons peu colorés, aux échantillons modérément foncés ou aux échantillons très colorés. Elle s'applique aux échantillons trop foncés pour pouvoir subir la méthode 1.

— Méthode 3: décrite en détail dans l'annexe C, s'applique aux échantillons clairs, ou aux échantillons présentant une coloration inférieure à 6.5 selon l'ISO 2049, et présentant un point initial d'ébullition trop bas pour que la méthode 1 donne des résultats corrects pour le point d'aniline, par exemple, dans le cas des essences d'aviation.

— Méthode 4: décrite en détail dans l'annexe D, s'applique aux mêmes types d'échantillons que la méthode 3. Elle est particulièrement utile quand on ne dispose que de quantités limitées de l'échantillon.

— Méthode 5: cette méthode s'applique lors de l'utilisation de l'appareil automatique selon les instructions de l'annexe E.

8.2 Détermination du point d'aniline en mélange

Ce procédé est applicable aux échantillons dont le point d'aniline est inférieur à la température à laquelle l'aniline cristallise dans le mélange. Dans ce cas pipetter 10 ml d'aniline (voir avertissement), 5 ml de l'échantillon et 5 ml d'heptane dans un appareil propre et sec. Déterminer le point d'aniline du mélange par la méthode 1 ou 2 comme il est décrit dans l'annexe A ou B.

9 Expression des résultats

9.1 Notation des résultats

9.1.1 Si trois observations 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, l'arrondir à 0,05 °C près, après avoir apporté les corrections correspondant aux erreurs d'étalonnage du thermomètre.

9.1.2 Si cinq déterminations successives ne permettent pas d'obtenir une telle fidélité, faire un nouvel essai en utilisant de nouvelles prises d'essai et un appareil propre et sec; si les mesures consécutives de la température montrent un changement progressif, ou bien si les écarts entre les résultats d'essai répétés sont supérieurs à 0,16 °C dans le cas d'échantillons peu colorés, ou à 0,3 °C dans le cas d'échantillons foncés, indiquer dans le procès-verbal d'essai que la méthode est inapplicable.

Tableau — Spécifications des thermomètres

Échelle	-38 à +42 °C	25 à 105 °C	90 à 170 °C
Immersion	50 mm	50 mm	50 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	420 ± 5 mm	420 ± 5 mm	420 ± 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 20 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.

9.2 Fidélité¹⁾

La fidélité de la méthode (c'est-à-dire répétabilité et reproductibilité) obtenue à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante.

9.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais successifs obtenus par le même opérateur avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur 20.

	Répétabilité
Point d'aniline	
— des échantillons clairs, peu colorés	0,16 °C
— des échantillons modérément ou fortement colorés	0,3 °C ²⁾
Point d'aniline en mélange	
— des échantillons clairs, peu colorés	0,16 °C ²⁾
— des échantillons modérément ou fortement colorés	0,3 °C ²⁾

9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit, au cours

d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur 20:

	Reproductibilité
Point d'aniline	
— des échantillons clairs, peu colorés	0,7 °C
— des échantillons modérément ou fortement colorés	1,0 °C ²⁾
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

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) le type et les caractéristiques du produit soumis à l'essai;
- b) la référence à la présente Norme internationale ou à une norme nationale;
- c) le résultat de l'essai (voir 9.1);
- d) toute modification au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- e) la date de l'essai.

1) La fidélité de la méthode pour la détermination des points d'aniline des échantillons modérément et très colorés, ainsi que la fidélité de la méthode pour la détermination du point d'aniline en mélange, n'ont pas été déterminées 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.

2) Valeurs non déterminées à partir d'essais interlaboratoires récents.

Annexe A

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Méthode 1

A.1 Appareillage

L'appareillage décrit sur la figure 1 doit comporter les éléments suivants.

A.1.1 Tube à essai, en verre résistant à la chaleur, diamètre approximatif 25 mm, longueur approximative 150 mm.

A.1.2 Jaquette, diamètre approximatif 37 à 42 mm, longueur approximative 175 mm, en verre résistant à la chaleur.

A.1.3 Agitateur, manuel, en fil d'acier doux, diamètre approximatif 2 mm, et comportant à sa partie inférieure un anneau concentrique d'environ 19 mm de diamètre (voir figure 1). La longueur de l'agitateur jusqu'au coude à angle droit formant l'anneau doit être d'environ 200 mm. Le bras droit formant l'anneau doit avoir 55 mm de long. Un tube de verre d'environ 65 mm de long et de 3 mm de diamètre intérieur doit être utilisé pour guider l'agitateur. On peut remplacer le fonctionnement manuel de l'agitateur par tout dispositif mécanique convenable.

A.2 Mode opératoire

A.2.1 Nettoyer et sécher l'appareil. Pipetter 10 ml d'aniline (précautions, voir avertissement) et 10 ml de l'échantillon sec dans le tube muni de sa chemise à air et équipé de l'agitateur et du thermomètre. Si le produit est trop visqueux pour être

pipetté en peser, à 0,01 g près, une quantité correspondant à 10 ml à la température ambiante. Centrer le thermomètre dans le tube à essai, de manière que son repère d'immersion se trouve au niveau du liquide, et s'assurer que le réservoir ne touche pas les parois du tube. Centrer le tube à essai dans la jaquette.

A.2.2 Agiter rapidement le mélange, en donnant au mouvement de l'agitateur une amplitude de 50 mm et en évitant toute inclusion de bulles d'air. Si nécessaire, chauffer à environ 1 à 3 °C/min jusqu'à obtention d'une miscibilité complète, en appliquant la chaleur directement sur la jaquette du tube. Si le mélange d'échantillon-aniline est complètement miscible à la température ambiante, remplacer la source de chaleur par un bain de refroidissement non aqueux. Tout en poursuivant l'agitation, laisser le mélange refroidir lentement à raison de 0,5 à 1 °C/min. 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 dans tout son volume (voir la note). Cette température, et non celle qui correspond à la séparation des constituants mineurs des échantillons, est la température minimale d'équilibre de la solution.

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

A.2.3 Répéter l'essai en chauffant et refroidissant alternativement jusqu'à obtenir des résultats correspondant aux spécifications de 9.1.

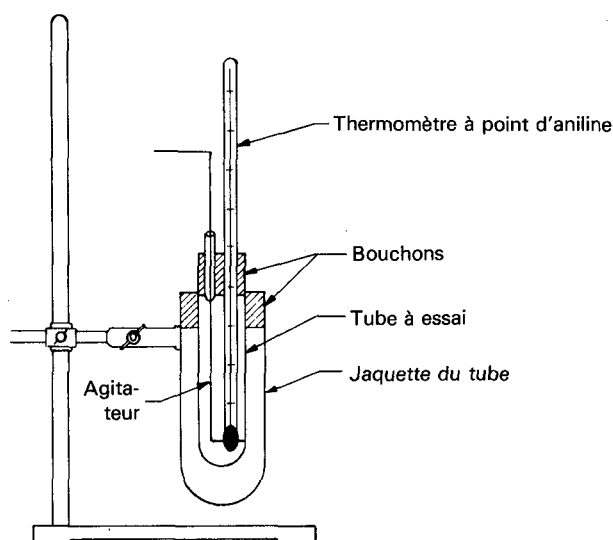


Figure 1 — Appareil à point d'aniline

Annexe B

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Méthode 2

B.1 Appareillage

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

B.2 Mode opératoire

B.2.1 Nettoyer et sécher l'appareil. Pipetter 10 ml d'aniline (précautions, voir avertissement) et 10 ml d'échantillon séché dans le tube 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 écoulement continu du mélange échantillon-aniline sous la 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, puis 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/min, 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 la note). Interrompre le chauffage et régler la tension de la lampe pour que le filament paraisse clair et distinct, mais sans être trop brillant au risque d'éblouir. Régler la température du bain de façon que le mélange prise d'essai-aniline se refroidisse

Dimensions en millimètres

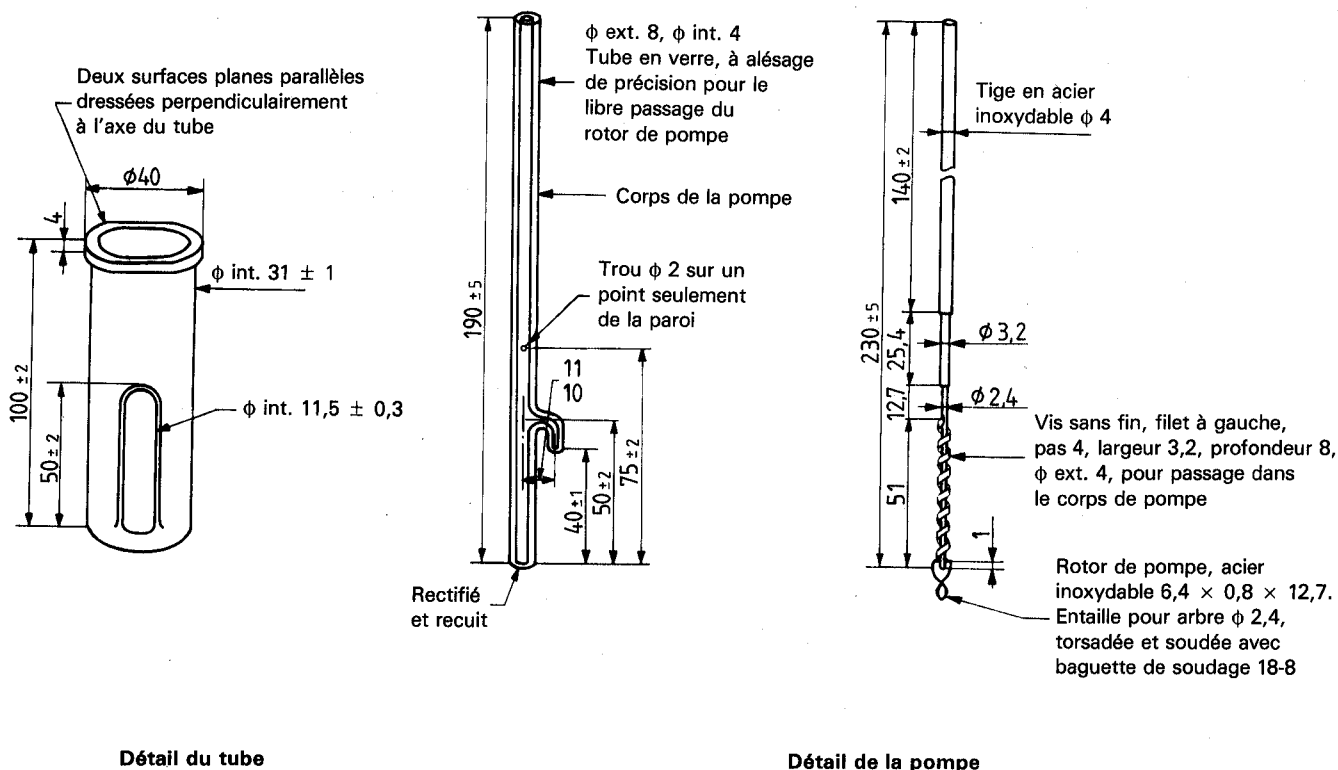


Figure 2 – Détail de l'appareil à couche mince

à raison de 0,5 à 1,0 °C/min et noter l'aspect de la couche mince du filament de la lampe. Noter en tant que point d'aniline la température, à 0,1 °C près, à laquelle se forme une deuxième phase, ce qui est mis en évidence soit par la réapparition de l'opalescence de la couche mince (ce qui produit généralement un halo autour du filament de la lampe), soit par un obscurcissement soudain de ce filament, soit encore 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, il se forme un halo ou un trouble autour du filament, les bords de ce dernier étant vus comme des lignes d'apparence brumeuse ou nuageuse. À des températures plus basses, le nuage autour du filament s'obscurcit encore, mais ce phénomène ne doit pas être confondu avec le point d'aniline.

NOTE — En vue de se familiariser avec l'appareillage, il est recommandé d'effectuer des essais et des mises au point préliminaires en utilisant un mélange d'aniline et échantillon incolore, puis en observant les changements qui se produisent, tant dans la masse du liquide que dans la couche mince. Effectuer ensuite des essais bruts 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 du point d'aniline, à un état opalescent en dessous du point d'aniline. Si l'échantillon est tel qu'il est difficile d'observer le point exact de changement, faire des essais sur cet échantillon en faisant varier l'intensité de la source lumineuse et en portant une attention particulière à l'aspect de la lumière au voisinage immédiat du filament.

B.2.3 Répéter l'observation du point d'aniline en chauffant et refroidissant alternativement jusqu'à ce que l'on satisfasse aux conditions de 9.1.

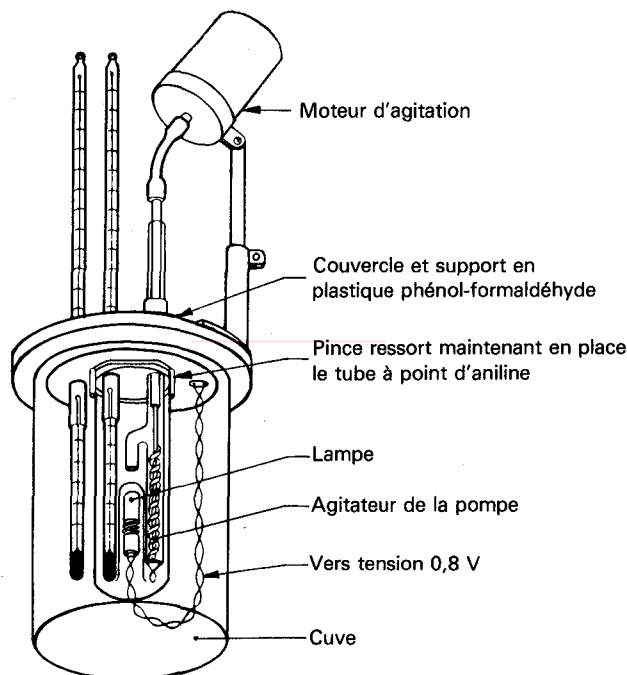


Figure 3 — Ensemble de l'appareil à couche mince

Annexe C

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Méthode 3

C.1 Appareillage

C.1.1 Tube pour détermination du point d'aniline, en verre résistant à la chaleur, ayant la forme et les dimensions données sur la figure 4, et possédant à l'intérieur un tube thermométrique en verre peu épais, scellé à son extrémité inférieure. Ce dernier tube possède un bouchon étanche (en liège ou en toute autre matière adéquate), qui supporte le thermomètre, dont le réservoir repose sur une bague de liège ou sur un disque placé au fond du tube. Le tube contient une huile pour transformateur, suffisamment légère, et recouvrant le réservoir du thermomètre. Le tube intérieur est maintenu dans la partie supérieure du tube de détermination du point d'aniline grâce à un bouchon très ajusté, et une bride de serrage permet de maintenir ce bouchon en position pour éviter les pertes de vapeur se dégageant de l'échantillon.

NOTE — On peut utiliser toute autre disposition appropriée, comme par exemple un presse-étoupe fileté en matière plastique supportant le thermomètre, du moment que ce dispositif empêche le dégagement des vapeurs. Dans ce cas, il est possible d'omettre le tube thermométrique et d'immerger le réservoir du thermomètre directement dans le mélange échantillon-aniline.

C.1.2 Protection, en une toile métallique de forte résistance mécanique, et entourant le tube de détermination du point d'aniline. Ce dispositif de protection est de préférence combiné à la bride de serrage soutenant le tube thermométrique.

C.2 Mode opératoire

C.2.1 Nettoyer et sécher l'appareillage. Pipetter 5 ml d'aniline (précautions, voir avertissement) et 5 ml de l'échantillon séché (chapitre 7), l'ensemble étant refroidi à la température à laquelle l'échantillon peut subir l'essai sans dégagement de vapeur. Fermer le tube au moyen du bouchon et installer le tube thermométrique au centre du tube de détermination du point d'aniline, de façon que le tube thermométrique se trouve à 5 mm au-dessus du fond du tube de détermination du point d'aniline. Fixer le bouchon en position et mettre en place le dispositif de protection.

ATTENTION — Porter des lunettes en verre de sécurité, ainsi que des gants en matière plastique imperméables à l'aniline.

C.2.2 Suivre le mode opératoire décrit en A.2.2 et A.2.3, mais mélanger l'échantillon et l'aniline en secouant le tube. Si la vitesse de changement de la température est supérieure à 1 °C/min quand on approche du point d'aniline, placer le tube dans une jaquette préalablement chauffée ou refroidie à la température appropriée.

C.2.3 Répéter l'observation du point d'aniline en chauffant et refroidissant alternativement jusqu'à ce que l'on puisse préparer un procès-verbal selon 9.1.

Dimensions en millimètres

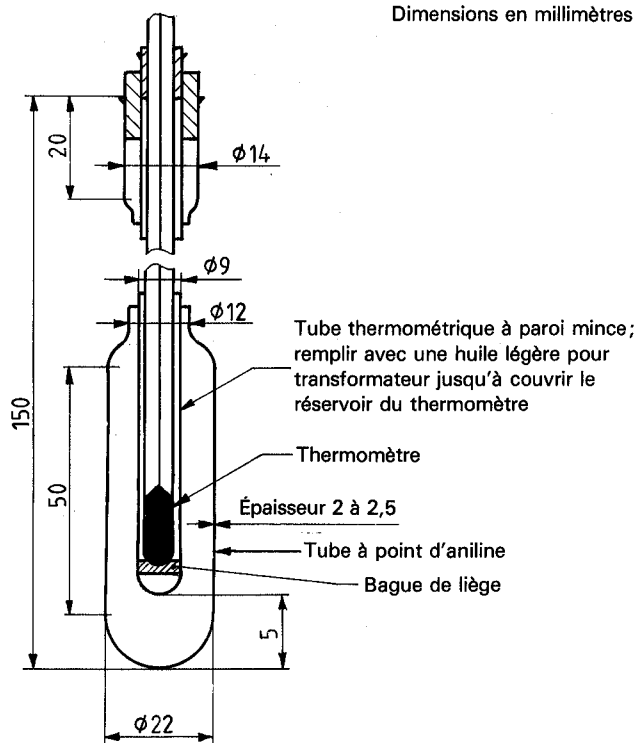


Figure 4 — Appareil pour les échantillons volatils