
Norme internationale



5274

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

Hydrocarbures aromatiques — Détermination de l'indice de coloration sulfurique

Aromatic hydrocarbons — Acid-wash test

Première édition — 1979-07-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5274:1979](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42b8bb7-ee58-4fb2-b227-9ae1665fe719/iso-5274-1979>

CDU 547.53 : 543.862.28

Réf. n° : ISO 5274-1979 (F)

Descripteurs : hydrocarbure aromatique, analyse chimique, méthode colorimétrique, indice de coloration sulfurique, reproductibilité.

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 confiée aux comités techniques de l'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 5274 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 78, *Hydrocarbures aromatiques*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1977.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5274:1979](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Portugal
Allemagne, R. F.	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Mexique	Turquie
Bulgarie	Pays-Bas	URSS
Chili	Philippines	
Corée, Rép. de	Pologne	

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d42b8bb7-ee58-4fb2-b227-9ae16631e117/iso-5274-1979>

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Hydrocarbures aromatiques — Détermination de l'indice de coloration sulfurique

AVERTISSEMENT — Les hydrocarbures aromatiques sont généralement toxiques par inhalation, ingestion ou absorption cutanée. Les hydrocarbures aromatiques volatils sont également très inflammables.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de coloration sulfurique pour les hydrocarbures aromatiques.

La méthode donne une indication sur le degré de raffinage, mais elle ne donne pas une mesure précise de la teneur en hydrocarbures non saturés car ceux-ci donnent, avec l'acide sulfurique, des colorations différentes.

2 PRINCIPE

Agitation d'un mélange à volumes égaux de l'échantillon et d'acide sulfurique à 95 % (*m/m*). Comparaison de la couleur de la couche acide avec celles des solutions étalons.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'essai, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Dichromate de potassium, anhydre.

3.2 Acide sulfurique, concentré, à 98 % (*m/m*) ou 18 M environ.

3.3 Acide sulfurique, concentré, à $95 \pm 0,5$ % (*m/m*), vérifié par titrage.

3.4 Permanganate de potassium, solution à 3,2 g/l.

4 APPAREILLAGE

4.1 Trois tubes colorimétriques, à paroi mince en verre incolore, ayant un diamètre intérieur de $13 \pm 0,5$ mm. Chaque tube doit avoir environ 100 mm de hauteur jusqu'au renflement et porter deux repères disposés de façon que le trait supérieur soit à 70 ± 1 mm de la base du

cylindre et que le volume compris entre le fond du tube et le trait inférieur soit, à 0,1 ml près, égal au volume compris entre les deux repères.

Il est essentiel que les trois tubes soient identiques pour toutes leurs caractéristiques, y compris la couleur.

4.2 Bain d'eau, réglable à 20 ± 1 °C.

5 ÉCHANTILLONNAGE¹⁾

Prélever un échantillon représentatif, d'au moins 1 000 ml, sur le produit en vrac.

6 MODE OPÉRATOIRE

AVERTISSEMENT — Cet essai peut être dangereux pour l'opérateur, et les précautions qui conviennent doivent être prises pour éviter le contact des solutions très corrosives et oxydantes avec la peau ou les yeux. Il faut porter des lunettes protectrices.

6.1 Préparation des étalons de coloration

Les étalons de coloration doivent être préparés par dissolution du dichromate de potassium (3.1) dans de l'acide sulfurique et de l'eau. Pour leur préparation, suivre soigneusement le processus suivant.

6.1.1 Les étalons ont des propriétés oxydantes et doivent être préparés et conservés à l'abri du contact de toute matière organique. Pour la préparation et la conservation des solutions, utiliser des tubes munis de bouchons en verre, absolument exempts de graisse et de poussière.

6.1.2 Préparer une solution mère d'acide dilué en mélangeant des volumes égaux de l'acide sulfurique à 98 % (*m/m*) (3.2) et d'eau, en ajoutant, avec précaution et en agitant constamment, l'acide dans l'eau, et en laissant revenir à la température ambiante avant l'emploi.

6.1.3 Vérifier que l'eau et l'acide sulfurique sont exempts de matière organique, en ajoutant, à 100 ml de la solution mère, 2 gouttes (0,1 ml) de la solution de permanganate de potassium (3.4). Le permanganate ne doit pas se décolorer en 5 min.

1) L'échantillonnage des hydrocarbures aromatiques fera l'objet de l'ISO 1995.

6.1.4 À partir de la solution mère acide, préparer une solution de dichromate contenant une quantité connue de dichromate de potassium, en excès par rapport à l'étalon de concentration maximale. Pour la comparaison, réaliser les solutions étalons en diluant des parties aliquotes de la solution mère de dichromate avec des quantités appropriées de la solution mère acide. La quantité maximale de dichromate de potassium qu'il est possible de dissoudre est d'environ 10 g pour 1 000 ml d'acide sulfurique; cette quantité se dissout très lentement.

6.1.5 Les solutions étalons pour la comparaison doivent être utilisées le jour de leur préparation.

6.1.6 La solution mère acide, la solution mère de dichromate et les solutions étalons doivent être conservées à l'abri de la lumière.

6.2 Mesure

Laver les trois tubes (4.1) avec du mélange acide chromique, les rincer avec de l'eau et les sécher.

Il ne faut pas réaliser l'essai en lumière solaire directe.

Remplir l'un des tubes colorimétriques jusqu'au repère supérieur avec une solution de dichromate de potassium dont la concentration est égale à celle de l'étalon spécifié. De façon similaire, remplir un deuxième tube avec une solution de dichromate de potassium dont la concentration est supérieure à celle de l'étalon spécifié d'une valeur équivalente à celle de la répétabilité demandée, *r* (voir 8.1). Préparer ces solutions de dichromate comme décrit en 6.1, afin qu'elles contiennent la quantité spécifiée de dichromate, à 0,01 g/1 000 ml près.

Filtrer l'échantillon et rejeter les premiers 10 ml du filtrat. Remplir le troisième tube colorimétrique jusqu'au repère inférieur avec l'échantillon filtré. Boucher et placer le tube dans le bain d'eau (4.2) réglé à 20 ± 1 °C. Placer également, dans ce bain, un récipient convenable contenant une certaine quantité de l'acide sulfurique à 95 % (*m/m*) (3.3), et l'y laisser séjourner jusqu'à ce qu'il ait atteint la température du bain, puis verser l'acide dans le tube colorimétrique jusqu'à ce que le niveau de son contenu atteigne le repère supérieur.

Boucher le tube, l'agiter vigoureusement durant 2 min ± 5 s, le remettre dans le bain d'eau et le laisser ainsi durant 10 min ± 5 s. Comparer immédiatement la couleur de la couche acide avec celle du contenu des autres tubes, à la lumière du nord ou dans un cabinet à lumière blanche.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Noter si la couleur obtenue avec l'échantillon est égale, plus claire, ou plus foncée que celle de l'étalon mais dans les limites de fidélité de l'essai, ou plus foncée que celle de l'étalon.

8 FIDÉLITÉ

La fidélité de la méthode, chiffrée à partir de l'examen statistique des résultats d'essai interlaboratoires, est la suivante .

8.1 Répétabilité (*r*)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats obtenus sur un même produit, par un même opérateur dans un même laboratoire, en employant le même appareillage dans un court intervalle de temps et en appliquant la méthode d'essai normalisée, est donnée dans le tableau.

8.2 Reproductibilité (*R*)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats obtenus sur un produit identique, par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, en appliquant la méthode d'essai normalisée, est donnée dans le tableau.

TABLEAU – Fidélité de l'essai de détermination de l'indice de coloration sulfurique

Teneur en dichromate de potassium de l'étalon de coloration	<i>r</i>	<i>R</i>
g/l de solution acide		
0,1 à 0,4	0,05	0,1
0,5	0,1	0,2
1,0	0,1	0,5
1,5	0,2	0,6
2,0	0,4	1,0
3,0	0,8	1,8
5,0	2,0	3,5

NOTES

- 1 L'essai est moins fidèle pour des teneurs plus élevées.
- 2 Quelques échantillons peuvent donner des résultats plus élevés si l'âge de l'échantillon augmente.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) le type et l'identification du produit essayé;
- b) une référence à la présente Norme internationale;
- c) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- d) le résultat de l'essai;
- e) la date de l'essai.