
Norme internationale



5275

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

Hydrocarbures aromatiques — Essai de détection des mercaptans (thiols) — «Doctor test»

Aromatic hydrocarbons — Test for presence of mercaptans (thiols) — Doctor test

Première édition — 1979-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5275:1979](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd6612d8-ed1b-4c6f-bea6-2733e715ac78/iso-5275-1979>

CDU 547.53 : 547.569.1 : 543.857.6

Réf. n° : ISO 5275-1979 (F)

Descripteurs : hydrocarbure aromatique, essai chimique, détection, thiol.

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 5275 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 78, *Hydrocarbures aromatiques*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5275:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bd6612d8-ed1b-4c6f-bea6-2733e719a1c6/iso-5275-1979)

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Hydrocarbures aromatiques — Essai de détection des mercaptans (thiols) — «Doctor test»

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 un essai, dit «Doctor test», pour détecter la présence de mercaptans (thiols) dans les hydrocarbures aromatiques.

Le sulfure d'hydrogène peut être détecté également par cet essai.

La méthode est inapplicable en présence de quantités de peroxydes plus importantes que des traces.

2 PRINCIPE

Agitation d'une prise d'essai avec une solution de plombite de sodium et observation du mélange. D'après son aspect, on peut déduire la présence ou l'absence de mercaptans (thiols), de sulfure d'hydrogène, de peroxydes ou de soufre élémentaire. On peut la confirmer par addition de soufre, agitation et observation du mélange final.

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 Soufre, sublimé («fleur de soufre»), sec.

Conserver ce réactif dans un récipient fermé.

3.2 Plombite de sodium (solution «Doctor»).

Dissoudre 25 g d'acétate de plomb trihydraté $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}\cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ dans 200 ml d'eau, filtrer et ajouter le filtrat à une solution de 60 g d'hydroxyde de sodium dans 100 ml d'eau. Chauffer le mélange dans un bain d'eau bouillante durant 30 min, refroidir et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

Conserver cette solution dans un flacon hermétiquement fermé par un bouchon en caoutchouc, et filtrer avant l'emploi si elle n'est pas limpide.

3.3 Chlorure de cadmium, solution contenant, par litre, 100 g de chlorure de cadmium et 10 ml d'acide chlorhydrique à 36 % (m/m) ou 11 M environ.

3.4 Iodure de potassium, solution à 100 g/l, fraîchement préparée.

3.5 Acide acétique, solution à 100 g/l.

3.6 Amidon, solution à 5 g/l, fraîchement préparée.

4 APPAREILLAGE

4.1 Vase cylindrique, en verre, de capacité 50 ml, muni d'un bouchon de verre, et vases cylindriques en verre, non bouchés.

5 ÉCHANTILLONNAGE¹⁾

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

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Essai préliminaire

Introduire 10 ml de l'échantillon et 5 ml de la solution de plombite de sodium (3.2) dans le vase cylindrique muni d'un bouchon (voir 4.1), et agiter vigoureusement le mélange durant 15 s. Observer le mélange et poursuivre le mode opératoire comme indiqué dans le tableau.

TABLEAU — Variations de l'essai

Observation	Inférence	Poursuivre l'essai comme décrit en
Précipité noir formé immédiatement	Présence de sulfure d'hydrogène	6.2
Précipité brun formé lentement	Présence probable de peroxydes	6.3
Au cours de l'agitation, la solution devient opalescente et ensuite s'assombrit	Présence de mercaptans (thiols) et de soufre élémentaire	
Aucun changement ne survient, ou bien il y a apparition d'une couleur jaune	—	6.4

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

6.2 Présence de sulfure d'hydrogène

Agiter une nouvelle quantité de l'échantillon avec 5 % de son volume de la solution de chlorure de cadmium (3.3) pour éliminer le sulfure d'hydrogène. Séparer l'échantillon traité et effectuer un autre essai préliminaire (voir 6.1). Si ce deuxième essai ne donne pas un précipité noir, poursuivre comme décrit en 6.4.

Si le deuxième essai donne un précipité noir, répéter le lavage avec une nouvelle quantité de la solution de chlorure de cadmium (3.3), puis poursuivre comme décrit en 6.4.

6.3 Présence probable de peroxydes

Afin de confirmer la présence de peroxydes en quantité suffisamment importante pour fausser l'essai, agiter une autre quantité de l'échantillon avec 20 % de son volume de la solution d'iodure de potassium (3.4), quelques gouttes de la solution d'acide acétique (3.5) et quelques gouttes de la solution d'amidon (3.6). Une couleur bleue prise par la couche aqueuse confirme la présence de peroxydes.

6.4 Essai final

Au mélange obtenu comme décrit en 6.1 ou 6.2, ajouter une petite quantité de soufre (3.1) (juste suffisante pour couvrir l'interface entre l'échantillon et la solution de plombite de sodium), agiter le mélange durant 15 s et laisser reposer durant 1 min.

Observer le contenu du tube. Si un précipité brun ou noir se forme lors de l'addition de soufre, conclure à la présence de mercaptans (thiols).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Si une couleur opalescente apparaît lors de l'agitation avec la solution de plombite de sodium et si un précipité brun ou

noir se forme après l'addition de soufre élémentaire, noter le résultat de l'essai ainsi : «présence de mercaptans (thiols)».

Si, après l'élimination du sulfure d'hydrogène, un précipité brun ou noir se forme après l'addition de soufre élémentaire, noter le résultat de l'essai ainsi : «présence de mercaptans (thiols)».

Si aucun précipité ne se forme après l'addition de soufre élémentaire, noter le résultat de l'essai ainsi : «absence de mercaptans (thiols)».

Si des peroxydes sont présents, le résultat de l'essai n'est pas valable.

NOTE — Le disulfure de carbone, particulièrement en concentration supérieure à 0,40 % (*m/m*) de soufre, provoque un assombrissement de la solution après quelque temps. Par conséquent, l'essai est à rejeter pour des échantillons contenant de grandes quantités de disulfure de carbone. Il faut toujours se méfier, afin d'éviter de confondre cette teinte sombre avec le «noir immédiat» dû au sulfure d'hydrogène ou à la présence de mercaptans (thiols). De façon similaire, certaines substances phénoliques (qui peuvent avoir été introduites en tant qu'inhibiteurs) provoquent une coloration de la couche aqueuse, et, si leur présence est suspectée, un essai à blanc avec une solution d'hydroxyde de sodium en remplacement de la solution de plombite de sodium doit être effectué préalablement avec l'intention de comparer.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

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