NORME INTERNATIONALE

ISO 5275

Deuxième édition
2003-06-01

Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés — Détection des thiols (mercaptans) et autres espèces soufrées — Méthode au plombite de sodium («Doctor test»)

Petroleum products and hydrocarbon solvents — Detection of thiols and other sulfur species — Doctor test

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

Numéro de référence
ISO 5275:2003(F)

© ISO 2003

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

© ISO 2003 — Tous droits réservés

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

iTeh STANDARD PREVIEW

L'ISO 5275 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

(standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5275:1979), qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

© ISO 2003 — Tous droits réservés

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés — Détection des thiols (mercaptans) et autres espèces soufrées — Méthode au plombite de sodium («Doctor test»)

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractères dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détection («Doctor test») des thiols (mercaptans), du sulfure d'hydrogène et du soufre élémentaire dans les solvants hydrocarbonés et les charges et produits pétroliers distillés. Des essais préliminaires permettent aussi de détecter la présence de composés phénoliques et de peroxydes; si présents en concentrations supérieures à des traces, ces types de composés rendent la présente Norme internationale inapplicable. Le disulfure de carbone, en concentration relativement élevée [supérieure à 0,4 % (*m/m*) en soufre], gêne également l'interprétation de l'essai en produisant un assombrissement de la couche aqueuse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE Dans le cadre de la présente Norme internationale, l'expression «% (*m/m*)» est utilisée pour désigner la fraction massique d'un produit.

ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

Il s'agit d'une méthode d'essai du type «passe/ne passe pas» dont le seuil de détection envers les thiols dépend de la nature du produit soumis à l'essai. Cet essai est souvent pratiqué à la place d'une méthode quantitative de détermination de la teneur en thiols.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1995:1981, *Hydrocarbures aromatiques — Échantillonnage*

ISO 3170:—[1)], *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3171:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

1) À publier. (Révision de l'ISO 3170:1988)

© ISO 2003 — Tous droits réservés

3 Principe

Une prise d'essai est agitée avec une solution de plombite de sodium et le mélange résultant est observé. D'après son aspect, on peut conclure à la présence ou l'absence de thiols, de sulfure d'hydrogène, de soufre élémentaire ou de peroxydes. La présence de thiols peut être confirmée par addition de soufre élémentaire, agitation puis observation de l'aspect du mélange final.

4 Produits et réactifs

4.1 Généralités

Sauf avis contraire dans les prescriptions d'usage, tous les produits spécifiés de 4.2 à 4.11 doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau doit être conforme aux spécifications relatives à la qualité 3 de l'ISO 3696.

4.2 Acétate de plomb trihydraté [$(CH_3COO)_2Pb,3H_2O$], en cristaux.

4.3 Hydroxyde de sodium (NaOH), solide.

4.4 Solution de plombite de sodium («Doctor»)

Dissoudre 25 g d'acétate de plomb (4.2) dans 200 ml d'eau. Filtrer la solution et ajouter le filtrat à une solution de 60 g d'hydroxyde de sodium (4.3) dans 100 ml d'eau. Chauffer le mélange au bain-marie bouillant pendant 30 min ± 5 min, laisser refroidir puis compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW

Conserver cette solution dans un flacon hermétiquement fermé. La filtrer avant emploi si elle n'est pas limpide.

(standards.iteh.ai)

4.5 Chlorure de cadmium ($CdCl_2$)

ISO 5275:2003

Voir l'avertissement en 4.7. https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

4.6 Acide chlorhydrique (HCl), concentré, à environ 36 % (*m/m*) d'HCl (11 mol/l).

4.7 Solution de chlorure de cadmium

Dissoudre 100 g de chlorure de cadmium (4.5) dans de l'eau, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.6) puis compléter à 1 000 ml.

AVERTISSEMENT — Le chlorure de cadmium est toxique. Il doit être jeté en observant les mesures relatives au respect de l'environnement.

Pour les analyses de routine, on peut utiliser une solution à 50 g/l d'hydrogénocarbonate de sodium ($NaHCO_3$) dans l'eau. Toutefois, le sulfure de sodium étant incolore, il sera nécessaire d'utiliser du papier acétate de plomb pour s'assurer de l'élimination du sulfure d'hydrogène (voir 7.3).

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

Conserver dans un récipient fermé.

4.9 Solution d'iodure de potassium (KI)

Solution à 100 g/l d'iodure de potassium dans l'eau, fraîchement préparée (du jour) avant utilisation.

4.10 Solution d'acide acétique (CH_3COOH)

Solution à 100 g/l d'acide acétique glacial dans l'eau, fraîchement préparée (du jour) avant utilisation.

© ISO 2003 — Tous droits réservés

4.11 Solution d'amidon

Solution à 5 g/l d'amidon dans l'eau, fraîchement préparée (du jour) avant utilisation.

5 Appareillage

5.1 Éprouvettes de mélange, en verre, bouchées, de 50 ml de capacité.

5.2 Éprouvettes de mesurage, en verre, de 5 ml et de 10 ml de capacité.

5.3 Ampoule à décanter, en verre, bouchée, de 50 ml de capacité.

6 Échantillons et échantillonnage

6.1 Sauf avis contraire dans les prescriptions d'usage, les échantillons de laboratoire doivent être prélevés selon les méthodes adaptées au type et à l'origine du produit à analyser, décrites dans l'ISO 1995, l'ISO 3170 ou l'ISO 3171.

6.2 Mélanger minutieusement les échantillons de laboratoire avant d'en soutirer une prise d'essai. Éviter toute augmentation de pression dans le récipient pour les produits dont la pression de vapeur dépasse 30 kPa à la température ambiante. Si nécessaire, dépressuriser fréquemment en observant les précautions de sécurité requises.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Mode opératoire

7.1 Essais préliminaires

ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

7.1.1 Composés phénoliques

La présence d'additifs antioxydants phénoliques dans le produit à analyser peut gêner l'interprétation des résultats de l'essai (coloration de la couche aqueuse). Lorsque la présence de tels composés est suspectée, introduire 10 ml de prise d'essai et 5 ml d'une solution à 10 % (*m/m*) d'hydroxyde de sodium dans l'eau (4.3) dans une éprouvette de mélange (5.1) et agiter vigoureusement pendant 15 s. Observer le degré de coloration du mélange et l'utiliser pour comparaison lors de l'évaluation des résultats de 7.1.2. Si la coloration est significative, arrêter l'essai.

NOTE Toute coloration plus intense que jaune pâle est significative. Si une coloration jaune apparaît, il peut s'avérer nécessaire de modifier le quatrième énoncé du Tableau 1 en fonction de l'intensité de la coloration.

7.1.2 Composés soufrés et peroxydes

Introduire 10 ml de prise d'essai et 5 ml de solution de plombite de sodium (4.4) dans une éprouvette de mélange (5.1) et agiter vigoureusement pendant 15 s. Observer l'aspect du mélange puis poursuivre comme indiqué dans le Tableau 1.

© ISO 2003 — Tous droits réservés

Tableau 1 — Résultats de l'essai préliminaire

Observation	Inférence	Poursuivre l'essai comme décrit au paragraphe
Un précipité noir se forme immédiatement	Présence de sulfure d'hydrogène	7.3
Un précipité brun se forme lentement	Présence probable de peroxydes	7.2
Au cours de l'agitation, la solution devient opalescente et ensuite s'assombrit	Présence de thiols (mercaptans) et/ou de soufre élémentaire	7.4
Aucun changement ne survient ou bien une couleur jaune apparaît	Présence possible de thiols	7.4

7.2 Peroxydes

Introduire 10 ml de prise d'essai dans une éprouvette de mélange (5.1), y ajouter 2 ml de solution d'iodure de potassium (4.9), quelques gouttes de solution d'acide acétique (4.10) et quelques gouttes de solution d'amidon (4.11). Agiter vigoureusement pendant 15 s et observer la couche aqueuse après décantation. Une coloration bleue prise par la couche aqueuse confirme la présence de peroxydes en concentration suffisamment élevée pour fausser l'essai.

7.3 Sulfure d'hydrogène

Si un précipité noir s'est formé au cours de l'opération décrite en 7.1.2, introduire une prise d'essai fraîche de 20 ml dans l'ampoule à décanter (5.3), y ajouter 1 ml de solution de chlorure de cadmium (4.7) puis agiter vigoureusement pendant 15 s. Laisser les couches décanter, ensuite soutirer 10 ml de la couche non aqueuse et l'introduire dans une éprouvette de mélange et réitérer l'opération décrite en 7.1.2. Si, après ce premier lavage, aucun précipité noir ne se forme, poursuivre selon 7.4 avec la prise d'essai lavée additionnée de la solution de plombite de sodium. Si un précipité noir se forme à nouveau, soutirer la couche aqueuse de l'ampoule à décanter, y ajouter 0,5 ml de solution fraîche de chlorure de cadmium, puis réitérer les opérations de lavage et d'essai. S'il est utilisé de l'hydrogénocarbonate de sodium, voir 4.7.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

Il est improbable qu'un précipité noir se forme après deux lavages. Mais si c'est le cas, il convient d'effectuer des lavages et essais successifs sur un volume de prise d'essai suffisamment grand pour obtenir une prise d'essai d'au moins 10 ml exempte de sulfure d'hydrogène en vue de l'essai final selon 7.1.2 suivi de 7.4.

7.4 Thiols

Au mélange de prise d'essai et de plombite de sodium obtenu selon 7.1.2 ou 7.3, ajouter une petite quantité de soufre sublimé (4.8) juste suffisante pour couvrir l'interface entre les couches dans l'éprouvette. Agiter vigoureusement l'éprouvette pendant 15 s puis laisser décanter pendant 60 s ± 5 s. Observer le contenu de l'éprouvette. Si un précipité brun ou noir s'est formé, conclure à la présence de thiols en concentration supérieure au seuil de détection de la présente Norme internationale.

8 Expression des résultats

8.1 Si l'essai n'a pu être poursuivi à son terme en raison de la présence de composés perturbants, comme déterminés en 7.1, noter le résultat de l'essai ainsi: «Essai non valable — Présence de composés perturbants».

8.2 Si des peroxydes sont présents, comme déterminés en 7.2, noter le résultat de l'essai ainsi: «Essai non valable — Présence de peroxydes».

8.3 Si un précipité noir se forme immédiatement lors de l'agitation avec la solution de plombite de sodium, comme décrit en 7.1.2, noter le résultat de l'essai ainsi: «Essai au plombite positif — Présence de sulfure d'hydrogène».

© ISO 2003 — Tous droits réservés

Si, après élimination du sulfure d'hydrogène, un précipité noir ou brun se forme après addition de soufre, comme décrit en 7.4, noter le résultat de l'essai ainsi: «Essai au plombite positif — Présence de sulfure d'hydrogène et de thiols».

8.4 Si lors de l'agitation décrite en 7.1.2, la solution devient opalescente et ensuite s'assombrit, noter le résultat de l'essai ainsi: «Essai au plombite positif — Présence de thiols et/ou de soufre élémentaire».

8.5 Si une couleur opalescente se développe lors de l'agitation avec la solution de plombite de sodium, et qu'un précipité brun ou noir se forme après addition de soufre, comme décrit en 7.4, noter le résultat de l'essai ainsi: «Essai au plombite positif — Présence de thiols».

8.6 Si après l'agitation décrite en 7.1.2, aucun changement ne se produit, ou s'il ne se développe qu'une couleur jaune pâle et qu'il ne se forme aucun précipité après addition de soufre, comme décrit en 7.4, noter le résultat de l'essai ainsi: «Essai au plombite négatif».

9 Fidélité

Étant donné que cet essai permet uniquement de détecter la présence ou l'absence de composés soufrés actifs en concentration supérieure à des seuils qui dépendent eux-mêmes de la nature du produit soumis à l'essai, aucune valeur de fidélité justifiable ne peut être énoncée.

10 Rapport d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le rapport d'essai doit contenir au moins les indications suivantes:

a) une référence à la présente Norme internationale;

ISO 5275:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e0351bb-ec76-4de3-bc8c-45ab4ebbf122/iso-5275-2003

b) le type et l'identification complète du produit soumis à l'essai;

c) le résultat de l'essai (voir l'Article 8);

d) toute modification apportée au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;

e) la date de l'essai.

© ISO 2003 — Tous droits réservés