

NORME FRANÇAISE
HOMOLOGUÉE

HYDROCARBURES AROMATIQUES
**DÉTECTION DU SOUFRE CORROSIF
DANS LES TOLUÈNES, XYLÈNES
ET SOLVANTS NAPHTAS**
Essai à la lame de cuivre

NF
T 67-115
Avril 1969

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme a pour objet la description d'une méthode permettant de déceler la présence de soufre corrosif dans les toluènes, les xylènes et les solvants naphtas.

PRINCIPE

Immersion d'une lame de cuivre fraîchement polie dans la prise d'essai qui est ensuite chauffée pendant trois heures à 100 °C.

Comparaison de la coloration prise par la lame de cuivre avec celles des lames d'une série de référence ou avec les descriptions données dans la présente norme.

RÉACTIFS

- 1 — Acétone ou iso-octane exempts de soufre.
- 2 — Lame de cuivre électrolytique, de 75 mm de longueur, 12 à 13 mm de largeur et 1,6 à 3 mm d'épaisseur, préparée comme indiqué au chapitre « Mode opératoire » (*).

APPAREILLAGE

L'appareillage comprend essentiellement :

- a) Un bain thermostatique d'huile ou d'eau, maintenu à $100\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, muni d'un support permettant de maintenir des tubes à essais immergés verticalement sur environ 100 mm.
- b) Un tube à essai en verre, conforme à la figure 1, exempt de rayures ou d'autres défauts visibles, destiné à protéger les lames au cours de leur examen.
- c) Des produits de polissage :
 - tissus ou papiers abrasifs au carbure de silicium ou au corindon, de divers degrés de finesse, comprenant en particulier du tissu ou du papier dont les grains passent au tamis module 19 (0,063 mm);
 - poudre de carbure de silicium passant au tamis module 21 (0,10 mm);
 - coton hydrophile pharmaceutique.
- d) Tubes à essai de 150 mm de longueur et 25 mm de diamètre.
- e) Un porte-lame permettant de maintenir fermement la lame de cuivre pendant le polissage sans en abîmer les bords, ou un petit étau garni de mâchoires en acier inoxydable.
- f) Série de lames corrodées de référence, reproduisant les états de corrosion décrits dans le tableau ci-après.

(* Ces lames peuvent être utilisées plusieurs fois mais elles doivent être réformées si elles présentent des piqûres ou des rayures profondes qui ne peuvent être éliminées par polissage, ou lorsque leur surface est déformée.

Homologuée
par arrêté du 21-3-69

J. O. du 30-3-69

MODE OPÉRATOIRE

Préparation de la prise d'essai

Les échantillons destinés à cet essai doivent être recueillis dans des récipients propres et conservés à l'abri de la lumière solaire directe ou diffuse (*). L'essai doit être effectué le plus tôt possible après l'échantillonnage.

Si l'échantillon est limpide et exempt d'eau en suspension ou entraîné, il peut être soumis à l'essai sans aucun traitement. Dans le cas contraire, il convient de le filtrer avant l'essai, à l'abri de la lumière, sur un filtre rapide (**).

Préparation des lames

Au cours d'un polissage préalable, éliminer toutes les taches sur les six faces de la lame en utilisant du papier au carbure de silicium ou au corindon de finesse convenable. Dans ce but, placer la feuille de papier abrasif sur une surface plane, l'humecter avec de l'iso-octane et frotter la lame contre le papier en faisant parcourir une trajectoire circulaire, tout en la protégeant du contact des doigts par l'interposition d'une feuille de papier filtre sans cendres (la lame peut également être préparée par polissage mécanique au moyen d'un polisseur à moteur muni des papiers ou tissus abrasifs appropriés).

Poursuivre le polissage à l'aide d'un papier ou d'un tissu abrasif au carbure de silicium à grains de 0,06 mm pour faire disparaître toutes traces provenant des qualités de papier utilisées auparavant.

Conserver la lame ainsi préparée dans de l'acétone ou de l'iso-octane exempts de soufre.

Polissage final

Retirer la lame du solvant de nettoyage. Puis en la tenant à l'aide d'un papier filtre sans cendres, polir les faces avec la poudre de carbure de silicium passant au tamis module 21, prélevée sur une plaque de verre propre au moyen d'un tampon de coton hydrophile mouillé avec une goutte de solvant (1). Bien essuyer avec des tampons de coton propres et à partir de ce moment, manipuler la lame uniquement avec des pinces en acier inoxydable, la fixer dans le porte-lame et polir les faces principales comme indiqué ci-dessus. Frotter dans la direction du grand axe de la lame, en poursuivant chaque mouvement au-delà de l'extrémité de la lame avant de changer le sens du frottement. Éliminer toutes les poussières métalliques adhérant à la lame en la frottant énergiquement avec des tampons de coton propres jusqu'à ce qu'un tampon neuf ne se salisse plus.

Essai

Au cours de la minute qui suit le polissage final, immerger la lame de cuivre dans un tube à essai (d) propre et sec dans lequel un certain volume de prise d'essai préparée comme indiqué précédemment a été introduit (ce volume doit être tel que le niveau obtenu dépasse de 5 mm la partie supérieure de la lame). Boucher le tube à l'aide d'un bouchon percé et le placer dans un bain maintenu à $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Au bout de $180\text{ mn} \pm 5\text{ mn}$, vider le contenu du tube dans un bécher en y laissant glisser doucement la lame. Retirer aussitôt cette lame avec des pinces en acier inoxydable et la plonger dans un solvant de nettoyage (1). La retirer, la sécher avec du papier filtre par simple pression sans essuyer.

Insérer la lame dans le tube à essai (b) le boucher avec du coton hydrophile et observer la lame en tenant le tube de manière à recevoir la lumière réfléchi sous un angle de 45° .

INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Relever la cotation correspondant à la coloration de la lame après essai, en se référant aux descriptions données dans le tableau ou, de préférence, en examinant parallèlement une série de lames corrodées de référence.

Lorsqu'une lame ne présente aucune des altérations mentionnées dans le tableau, noter que l'échantillon n'attaque pas la lame de cuivre.

Si la lame a pris un aspect présentant les caractères de deux descriptions voisines, noter la cotation correspondante au type de lame le plus terni.

Une lame d'essai plus orangée que la lame de référence 1b, sans traces de rouge, sera cotée 1b.

Pour distinguer une corrosion multicolorée classée 2c d'une corrosion multicolorée classée 3b, placer la lame dans un tube à essai (a) et porter l'ensemble, en quatre à six minutes, à une température de $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $380\text{ }^{\circ}\text{C}$, sur une plaque chauffante; ajuster la température en plaçant en parallèle sur la plaque un second tube à essai contenant un thermomètre. Une corrosion à noter sous le numéro 2c passe, au cours de ce traitement par les colorations 2d ou 2e, alors qu'une corrosion à noter 3b prend un des aspects décrits sous le numéro 4.

(*) Les radiations de courte longueur d'onde (violet, ultra-violet) ont pour effet de réduire ou de fausser complètement le changement de coloration de la lame de cuivre, dû au soufre corrosif présent dans l'échantillon.

(**) Le contact de la lame de cuivre et de l'eau entraîne la formation de taches qui rendraient difficile la détection du soufre corrosif.