

METHODE UFIP N°1 - TEST ACETATE PHASE VAPEUR

Test au papier acétate dans la phase gaz des distillats (FOD et GO)

I - OBJET & DOMAINE D'APPLICATION

Identification de traces d'H₂S émis par un distillat.

II - PRINCIPE DE LA METHODE

Le principe de l'essai est la mise en évidence de ces composés par réaction au contact d'un papier acétate de plomb humidifié.

Pour éviter la perte des fractions légères par évaporation, le prélèvement et la manipulation des échantillons doivent être effectués avec précaution.

III - MATERIEL

Flaconnage - *ASTM D5705 – 8.1*

Les récipients d'échantillonnage et de test doivent être en matière neutre vis-à-vis de l'H₂S et des vapeurs d'hydrocarbures.

Le flacon verre à col large est retenu pour faciliter le remplissage de l'échantillon.

Utiliser des récipients propres et secs avec des capsules à vis.

La capacité est de 1 litre.

Réactif -

Papier acétate de plomb.

Minuteur

Minuteur permettant de mesurer 10 minutes.

IV – ECHANTILLONNAGE

Lieu de prélèvement - *ASTM D5705 – 9.1 modifié*

L'H₂S du produit de surface est perdu par dégazage. Pour obtenir des échantillons représentatifs du risque maximum d'émission à l'H₂S durant les mouvements de produit, les échantillons ponctuels prélevés aux niveaux Milieu et Bas sont donc à privilégier.

Des échantillons running peuvent également être prélevés.

Les échantillons composites sont à éviter du fait d'une perte possible des fractions légères.

Volume à prélever

Un flacon de 1L doit être utilisé et rempli à 80%

Attention : On ne doit utiliser un échantillon que pour un seul test. Pour d'éventuels doublages, prévoir plusieurs échantillons.

Consignes de prélèvement

Il est impératif de reboucher hermétiquement chaque flacon immédiatement après remplissage. (*ASTM D5705 – 9.2*)

Afin d'éviter au maximum le barbotage et le dégazage ultérieur, il est vivement conseillé d'incliner le récipient.

V - MODE OPERATOIRE

- Stocker l'échantillon dans des conditions permettant une stabilisation rapide à la température du laboratoire, soit environ $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$.
- Découper une bande de papier acétate de plomb d'environ 6 cm de long, la replier à environ 2 cm d'une des extrémités et humidifier avec une goutte d'eau distillée la partie la plus longue.
- Déboucher rapidement le flacon, introduire la partie humide du papier acétate dans le col du flacon et reboucher aussitôt en bloquant la partie repliée sèche dans le filetage du bouchon.
- Laisser le papier acétate humide en contact avec le ciel gazeux de l'échantillon pendant 10 minutes.
- Effectuer la cotation visuelle du papier acétate.

VI - EXPRESSION DES RESULTATS

Toute présence de traces d' H_2S dans la phase gazeuse se traduit par une coloration allant de brun / gris à brun foncé / noir sur tout ou partie de la surface du papier, l'intensité de la couleur et la surface couverte dépendant de la quantité de polluants.

- L'absence totale de coloration permet de conclure à l'absence d' H_2S ; noter "**Négatif**" pour le résultat de l'essai.
- Si une coloration est observée, noter "**Positif**" pour le résultat de l'essai.

UFIP METHOD N°1 - LEAD ACETATE VAPOUR PHASE TEST

Test with lead acetate paper in the vapor phase above distillate fuels
(Domestic heating oil and diesel oil)

I – SCOPE

Identification of trace levels of hydrogen sulfide (H₂S) emitted by a distillate fuel.

III - SUMMARY OF THE METHOD

Moistened lead acetate paper is used to test for the presence of hydrogen sulfide. Sampling and handling of the test fuel must be carried out with care to avoid the loss of light fractions by evaporation.

III - APPARATUS

Sample containers - *ASTM D5705 – 8.1*

The sample and test containers must be inert to H₂S and hydrocarbon vapors. A glass bottle with a broad neck is suitable to facilitate filling of the sample. Use clean, dry containers with screw caps, of 1L capacity.

Reagent -

lead acetate test paper.

Timer -

suitable to measure 10 minutes.

IV – SAMPLING

Place of sampling - *ASTM D5705 – 9.1 modified*

H₂S at the surface of the product is lost by degassing. To obtain representative samples of the maximum risk of H₂S emission during product movement, the midpoint and lower level samples of the storage tank must be prioritized. "Running" samples can also be taken. Composite samples should be avoided because of the possible loss of light fractions.

Sample quantity

A bottle of 1L must be used and filled to 80% full.

Caution: A sample is to be used for one test only. For repeated measurements separate samples should be used.

Sampling instructions

It is imperative to immediately tightly cap each bottle after filling, (*ASTM D5705 – 9.2*)

In order to avoid bubbling and later degasification, it is highly recommended to incline the sample container.

V - PROCEDURE

- Store the sample under conditions allowing rapid temperature stabilization, (temperature of the laboratory), that is to say approximately $(20 \pm 3)^{\circ}\text{C}$.
- Take a piece of lead acetate test paper, length approximately 6 cm, and fold over approximately 2 cm from one end. Moisten the longest part with a drop of distilled water.
- Uncap the bottle quickly and introduce the wet part of the lead acetate paper into the neck of the bottle. Recap immediately and trap the dry part in the thread of the cap.
- Leave the moist lead acetate paper in the gas phase above the sample for 10 minutes.
- Carry out a visual inspection of the lead acetate paper.

VI - REPORT

The presence of hydrogen sulfide in the gas phase is indicated by the whole or part of the test paper being stained a grey/brown, dark brown or black. The intensity of the color and the area covered depend on the quantity of pollutant.

- The total absence of staining indicates the absence of H_2S . In this case report the test result as “**negative**”.

- If staining is observed, report the test result as “**positive**”.