
**Produits pétroliers — Détermination de la
teneur en plomb de l'essence — Méthode
au monochlorure d'iode**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Petroleum products — Determination of lead content of gasoline —
Iodine monochloride method*

ISO 3830:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e01ea50-f10f-4cfa-bdd4-daf59ad8eeb9/iso-3830-1993>



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 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.

La Norme internationale ISO 3830 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3830:1981), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination de la teneur en plomb de l'essence — Méthode au monochlorure d'iode

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'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 prescrit une méthode pour la détermination de la teneur totale en plomb des essences contenant des alkyles de plomb à des concentrations comprises entre 0,026 g et 1,300 g de plomb par litre.

La présente Norme internationale n'est pas applicable aux essences contenant des additifs manganiques antidétonants.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 835-1:1981, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1770:1981, *Thermomètres sur tige d'usage général.*

ISO 3007:1986, *Produits pétroliers — Détermination de la pression de vapeur — Méthode Reid.*

ISO 3170:1988, *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.*

ISO 3839:1978, *Distillats du pétrole et oléfines aliphatiques commerciales — Détermination de l'indice de brome — Méthode électrométrique.*

ISO 4788:1980, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques.*

ISO 4800:1977, *Verrerie de laboratoire — Ampoules à décanter et ampoules à introduire.*

3 Principe

Un volume connu de l'échantillon est dilué dans un distillat lourd et mélangé avec du monochlorure d'iode en solution aqueuse. Les composés tétra-alkyles de plomb présents réagissent avec le monochlorure d'iode et sont extraits dans la phase aqueuse comme les composés dialkyles de plomb. L'extrait aqueux est séparé de l'essence et évaporé presque jusqu'à

siccité afin de décomposer le monochlorure d'iode libre. Toute matière organique présente est éliminée par oxydation à l'acide nitrique, qui sert aussi à convertir les composés dialkyles de plomb en composés de plomb inorganiques. Le résidu est dissous dans l'eau et ramené à pH 5 à l'aide d'une solution tampon acétique d'acétate de sodium. La teneur en plomb de la solution tamponnée est déterminée par titrage avec une solution de Na₂EDTA en présence de xylénol orange comme indicateur.

4 Réactifs

Pour l'analyse décrite dans la présente Norme internationale, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau respectant les exigences de la qualité 3 de l'ISO 3696.

4.1 Acide nitrique, concentré [69 % (m/m) à 70,5 % (m/m)].

4.2 Acide chlorhydrique, concentré [35,4 % (m/m)].

4.2.1 Acide chlorhydrique, solution (1 + 1).

Mélanger un volume de solution concentrée d'acide chlorhydrique (4.2) avec un volume d'eau.

4.3 Hydroxyde d'ammonium, solution (1 + 1).

Mélanger un volume de solution concentrée d'hydroxyde d'ammonium [35 % (m/m)] avec un volume d'eau.

4.4 Distillat lourd.

Distillat pétrolier de distillation directe ayant un indice maximal de brome de 1,5, dont environ 10 % distillent à 205 °C et 90 % à 240 °C. Ce distillat doit également être exempt de plomb, le plomb ayant été préalablement extrait, s'il y a lieu, avec la solution de monochlorure d'iode (4.6).

4.5 Acétate de sodium/acide acétique, solution tampon (pH 5).

Dissoudre 23,0 g d'acétate de sodium anhydre (CH₃COONa) dans environ 500 ml d'eau. À l'aide d'une burette, ou d'une pipette graduée, ajouter 7,2 ml d'acide acétique cristallisable. Diluer au volume avec de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, et agiter pour bien mélanger.

4.6 Monochlorure d'iode, solution à 1,0 mol/l.

Dissoudre 111,0 g d'iodure de potassium (KI) dans environ 400 ml d'eau. Ajouter 445 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.2) et laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter 75,0 g d'iodate de potassium (KIO₃), lentement et en remuant jusqu'à ce

que tout l'iode libre initialement formé soit juste redissous, afin d'obtenir une solution transparente rouge orangé. Laisser refroidir à la température ambiante et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Conserver dans un flacon fermé avec un bouchon en verre.

AVERTISSEMENT — Le monochlorure d'iode réagit avec les ions ammonium dans certaines conditions pour donner le tri-iodure d'azote explosif. Il faut donc prendre garde de faire entrer ce réactif en contact avec de l'hydroxyde ou des sels d'ammonium. Il ne faut jamais utiliser des bouchons en caoutchouc pour fermer des récipients contenant des solutions de monochlorure d'iode.

NOTE 1 Les quantités de KI et de KIO₃ sont calculées afin de laisser un léger excès d'iodate; si l'excès est plus important, cela risque de provoquer une précipitation du plomb et des points finals imprécis au cours du titrage avec la solution Na₂EDTA.

4.7 Nitrate de plomb, solution étalon à 0,005 mol/l.

Peser, à 0,001 g près, environ 1,7 g de nitrate de plomb [Pb(NO₃)₂] préalablement séché à 105 °C et refroidi dans un dessiccateur. Dissoudre ce produit dans de l'eau et ajouter 10 ml de l'acide nitrique concentré (4.1). Diluer au volume avec de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, et agiter fortement pour homogénéiser.

Calculer la concentration, c_0 , en moles par litre, de la solution de nitrate de plomb à l'aide de l'équation

$$c_0 = \frac{m}{331,23}$$

où m est la masse, en grammes, de nitrate de plomb dissous.

4.8 Disodium-dihydrogène éthylène diamine-tétra-acétate, [−CH₂N(CH₂COOH)CH₂COONa]₂·2H₂O (Na₂EDTA), solution titrée à 0,005 mol/l.

4.8.1 Préparation

Dissoudre environ 3,75 g de Na₂EDTA dans 2 000 ml d'eau.

4.8.2 Étalonnage

À l'aide d'une pipette, introduire 25,0 ml de la solution étalon de nitrate de plomb (4.7) dans une fiole conique de 250 ml. Diluer à environ 75 ml avec de l'eau et y ajouter plusieurs gouttes de la solution indicatrice de bleu de bromothymol (4.10). Titrer avec la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3) jusqu'à ce que la couleur de la solution commence à virer du jaune au bleu, puis ajouter 10 ml de la solution tampon acétique d'acétate de sodium (4.5) et 5 gouttes de la solution de xylénol orange (4.9).

NOTE 2 En présence de plomb, la solution aura alors une couleur rouge prune.

Titrer avec la solution de Na₂EDTA (4.8). La couleur vire à l'orange à proximité du point final, ce dernier étant indiqué par un brusque virage de l'orange à un jaune citron vif persistant. Noter le volume utilisé et calculer la concentration de la solution de Na₂EDTA.

NOTE 3 L'addition d'un excès de solution de Na₂EDTA ne provoque aucun autre changement de couleur au point final.

4.8.3 Calcul

Calculer la concentration, c_1 , de la solution de Na₂EDTA, à 0,000 01 mol/l près, à l'aide de l'équation

$$c_1 = \frac{25c_0}{V}$$

où

c_0 est la concentration, en moles par litre, de la solution étalon de nitrate de plomb (4.7);

V est le volume, en millilitres, de la solution de Na₂EDTA, utilisé pour l'étalonnage.

4.9 Xylénol orange, solution indicatrice.

Dissoudre 0,2 g de xylénol orange, sel de sodium, dans 100 ml d'eau et y ajouter 1 goutte de la solution 1 + 1 d'acide chlorhydrique (4.2.1).

Préparer une nouvelle solution chaque semaine.

4.10 Bleu de bromothymol, solution indicatrice.

Dissoudre 0,1 g de bleu de bromothymol dans 80 ml d'éthanol à 95 % (V/V) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

5 Appareillage

5.1 Burette, de 25 ml de capacité, conformément à la classe A de l'ISO 385-1.

5.2 Pipette, de 25 ml de capacité, conformément à la classe A de l'ISO 835-1.

5.3 Fioles volumétriques, à graduation unique, de 1 000 ml et 2 000 ml de capacité, conformément à la classe A de l'ISO 1042.

5.4 Fioles coniques, à col large, en verre borosilicaté, de 250 ml ou 500 ml de capacité.

5.5 Réservoir de mesure, de 100 ml et 500 ml de capacité, conformément à l'ISO 4788.

5.6 Ampoule à décanter, de 250 ml de capacité, en verre borosilicaté, avec un bouchon en verre, conformément à l'ISO 4800.

5.7 Verre de montre, en verre borosilicaté, d'une grandeur suffisante pour couvrir l'ouverture de la fiole conique de 500 ml (5.4).

NOTE 4 Les verres de montre nervurés sont recommandés mais ne sont pas aisément disponibles dans tous les pays. On a trouvé qu'ils réduisent notablement le temps nécessaire à l'évaporation des phases aqueuses contenant le plomb extrait.

5.8 Thermomètre, d'un usage général, échelle 0 °C à 50 °C ou 0 °C à 100 °C, conformément à l'ISO 1770 type L ou type M.

5.9 Balance, mono ou double plateau, pesant à 0,001 g près.

5.10 Dessiccateur, en verre, d'une capacité suffisante, avec desséchant.

6 Échantillonnage

Les échantillons doivent être prélevés conformément à l'ISO 3170, à l'ISO 3171 ou à une norme nationale équivalente. Les échantillons d'essence ayant une pression de vapeur Reid (ISO 3007) supérieure à 50 kPa doivent être refroidis dans un récipient à environ 15 °C avant d'en extraire la prise d'essai pour analyse. Le mode opératoire utilisé pour l'échantillonnage doit être noté dans le rapport d'essai.

7 Mode opératoire

7.1 Verser 50 ml de la solution de monochlorure d'iode (4.6) et 25 ml du distillat lourd (4.4) dans l'ampoule à décanter (5.6). Mesurer la température de l'échantillon à 0,5 °C près (voir article 6). À l'aide d'une pipette (5.2), introduire 25 ml de l'échantillon d'essence dans l'ampoule à décanter. Boucher immédiatement l'ampoule et agiter le contenu durant 1 min. Laisser reposer l'ampoule durant plusieurs minutes, jusqu'à séparation des deux phases, et verser la phase aqueuse inférieure dans la fiole conique de 500 ml (5.4). Laver la phase d'essence par trois fois avec 20 ml d'eau et recueillir les eaux de lavage dans la fiole conique.

AVERTISSEMENT — Aucun liquide ne doit être aspiré avec la bouche dans la pipette. Laisser s'échapper la pression régnant dans l'ampoule à décanter pendant l'agitation.

7.2 Introduire quelques billes de verre dans la fiole conique, couvrir celle-ci avec le verre de montre (5.7) et porter la solution aqueuse à ébullition modérée sur une plaque chauffante sous une hotte. Lorsque le volume de solution est réduit à 15 ml ou 20 ml, ajou-

ter lentement, sans retirer la fiole de la plaque chauffante, 5 ml de l'acide nitrique (4.1) le long de la paroi de la fiole et faire évaporer le contenu presque jusqu'à siccité afin d'oxyder toute matière organique présente. Répéter le traitement à l'acide nitrique jusqu'à l'obtention d'un résidu blanc. Enfin, retirer le verre de montre et faire évaporer jusqu'à siccité. Retirer la fiole de la plaque chauffante et laisser refroidir son contenu.

7.3 Verser environ 200 ml d'eau dans la fiole et agiter en tournant pour dissoudre le résidu.

NOTE 5 Le résidu peut être rapidement dissous en chauffant la solution.

Si la solution a été chauffée, la refroidir avant le titrage. Ajouter plusieurs gouttes de la solution de bleu de bromothymol (4.10) et titrer avec la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.2) jusqu'à ce que la couleur commence à virer du jaune paille au bleu, puis ajouter 10 ml de la solution tampon acétique d'acétate de sodium (4.5) et 5 gouttes de la solution de xylénol orange (4.9).

NOTE 6 Après addition de xylénol orange, en présence de plomb, la solution a une couleur rouge prune. A des hautes teneurs en plomb, une solution de xylénol orange à 1 % (m/m) peut donner une meilleure indication de la couleur.

7.4 Titrer avec la solution de Na₂EDTA (4.8) jusqu'à atteindre le point final indiqué par le virage de l'orange à un jaune citron vif persistant. Noter le volume de solution de Na₂EDTA utilisé.

NOTE 7 L'addition d'un excès de solution de Na₂EDTA ne provoque aucun autre changement de couleur au point final.

7.5 Effectuer une détermination à blanc selon de mode opératoire donné de 7.1 à 7.4, en omettant la prise d'essai et noter le volume, V₀, en millilitres, de solution de Na₂EDTA utilisé.

8 Calcul

Calculer la teneur en plomb, c_{Pb}, en grammes par litre à 15 °C, à l'aide de l'équation suivante (voir note 8):

$$c_{Pb} = 8,288(V_1 - V_0)c_1[1 + 0,001\ 2(t - 15)]$$

où

V₀ est le volume, en millilitres, de la solution titrée de Na₂EDTA utilisé pour l'essai à blanc (7.5);

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée de Na₂EDTA, utilisé pour le titrage de la prise d'essai;

c₁ est la concentration, en moles par litre, de la solution titrée de Na₂EDTA;

t est la température, en degrés Celsius, de l'essence au moment du prélèvement de l'échantillon;

8,288 est une constante permettant la conversion du Na₂EDTA en grammes par litre de plomb;

0,001 2 est le coefficient correspondant à la dilatation des essences pour 1 °C au niveau de 15 °C, et représentant un intermédiaire entre ceux des essences moteur et aviation.

NOTE 8 Pour les essences ne contenant que du plomb tétraéthyle (TEL), ou du plomb tétraméthyle (TML), on peut convertir les grammes de plomb par volume unitaire en millilitres par volume unitaire, en multipliant le résultat par les facteurs suivants:

pour TEL = 0,946;

pour TML = 0,648.

9 Expression des résultats

Noter la concentration, c_{Pb}, obtenue à 0,002 g de plomb près par litre à 15 °C.

10 Fidélité

La fidélité de la présente Norme internationale a été obtenue à la suite d'un programme ISO d'essais interlaboratoires portant sur des échantillons dont la teneur en plomb variait de 0,3 g à 1,0 g de plomb par litre. Dans un programme ultérieur d'essais organisés par l'ASTM, la gamme fut étendue aux produits ayant une teneur allant jusqu'à 0,03 g de plomb par litre avec une fidélité égale, voire meilleure. La fidélité a été établie en utilisant la solution indicatrice de jaune de diméthyle, à la place de bleu de bromothymol. Des essais limités ont montré que le changement de solution indicatrice n'affecte pas la fidélité.

10.1 Répétabilité

La différence entre des résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur utilisant le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser la valeur suivante qu'une fois sur vingt:

$$0,003\ 65 + 0,007\ 3\bar{c}_{Pb}$$

où \bar{c}_{Pb} est la moyenne des résultats, en grammes de plomb par litre à 15 °C.

10.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats d'essais uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser la valeur suivante qu'une fois sur vingt:

$$0,0135 + 0,027\bar{c}_{Pb}$$

où \bar{c}_{Pb} est la moyenne des résultats, en grammes de plomb par litre à 15 °C.

11 Rapport d'essai

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

- a) les détails suffisants pour l'identification complète du produit essayé;
- b) la référence à la présente Norme internationale;
- c) le mode opératoire utilisé (voir article 6);
- d) le résultat de l'essai (voir article 9);
- e) toute déviation, par accord ou autre, par rapport au mode opératoire spécifié;
- f) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3830:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e01ea50-f10f-4cfa-bdd4-daf59ad8eeb9/iso-3830-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e01ea50-f10f-4cfa-bdd4-daf59ad8eeb9/iso-3830-1993>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3830:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e01ea50-f10f-4cfa-bdd4-daf59ad8eeb9/iso-3830-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e01ea50-f10f-4cfa-bdd4-daf59ad8eeb9/iso-3830-1993>

CDU 665.73:543.24:546.815

Descripteurs: produit pétrolier, essence moteur, analyse chimique, dosage, plomb, méthode volumétrique.

Prix basé sur 5 pages
