
Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre sous forme de thiols (mercaptans) dans les distillats légers et moyens — Méthode par potentiométrie

Petroleum products — Determination of thiol (mercaptan) sulfur in light and middle distillate fuels — Potentiometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3012:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3da7cf61-b186-4600-9ef2-49708e939722/iso-3012-1999>



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 3.

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 3012 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3012:1991), dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3012:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3da7cf61-b186-4600-9ef2-49708e939722/iso-3012-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3da7cf61-b186-4600-9ef2-49708e939722/iso-3012-1999>

© ISO 1999

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre sous forme de thiols (mercaptans) dans les distillats légers et moyens — Méthode par potentiométrie

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'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 pour le dosage du soufre sous forme de thiols (mercaptans) dans les distillats légers, tels que les essences et les naphthas, et les distillats moyens, tels que les kérosènes et les gas-oils, dans l'intervalle 0,000 3 % (m/m) à 0,010 0 % (m/m) [3 mg/kg à 100 mg/kg]. Les composés organiques contenant du soufre, comme les sulfures, les disulfures et le thiophène, n'interfèrent pas. Le soufre élémentaire n'interfère pas si sa teneur est inférieure à 0,000 5 % (m/m). Le sulfure d'hydrogène interfère s'il n'est pas éliminé comme décrit en 8.2.

NOTE Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme «% (m/m)» représente la fraction massique d'un produit.

[ISO 3012:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3da7cf61-b186-4600-9ef2-49708e939722/iso-3012-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3da7cf61-b186-4600-9ef2-49708e939722/iso-3012-1999>

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invités à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

ISO 3170:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel.*

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

ISO 3675:1998, *Pétrole brut et produits pétroliers liquides — Détermination en laboratoire de la masse volumique — Méthode à l'aréomètre.*

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

ISO 12185:1996, *Pétroles bruts et produits pétroliers — Détermination de la masse volumique — Méthode du tube en U oscillant.*

3 Principe

Un échantillon, exempt de sulfure d'hydrogène, est mis en solution dans un solvant de titrage formé d'une solution alcoolique d'acétate de sodium, puis la solution obtenue est titrée par une méthode potentiométrique avec une solution alcoolique de nitrate d'argent étalon, en utilisant comme indicateur le potentiel existant entre une électrode de verre (électrode de référence) et une électrode indicatrice argent/sulfure d'argent. Dans ces conditions, le soufre présent sous forme de mercaptans précipite sous forme de thiolate d'argent, et le point final du titrage est indiqué par un point d'inflexion dans la courbe du volume de réactif titrant en fonction du potentiel de la cellule.

4 Produits et réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

4.1 Propan-2-ol, de pureté 99 % minimum.

Il est important que tout le propan-2-ol utilisé dans cette analyse soit exempt de peroxydes. S'assurer que l'alcool ne contient pas de peroxydes par une analyse, ou le passer sur une colonne d'alumine activée pour éliminer les peroxydes susceptibles de s'être formés au cours du stockage.

4.2 Solution acide de sulfate de cadmium.

Pour les analyses d'arbitrage, dissoudre dans de l'eau 150 g \pm 1 g de sulfate de cadmium ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), ajouter 10 ml d'une solution d'acide sulfurique à environ 16 % (m/m) et diluer à 1 litre avec de l'eau.

Pour les analyses de routine, utiliser de l'hydrogénocarbonate de sodium (4.2.1).

AVERTISSEMENT – Le sulfate de cadmium est toxique, et il faut s'en débarrasser en le considérant comme un déchet toxique pour l'environnement.

ISO 3012:1999

4.2.1 Solution d'hydrogénocarbonate de sodium.

Dissoudre 50 g \pm 1 g d'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO_3) dans l'eau, et compléter à 1 litre. Le sulfure de sodium étant incolore, la confirmation de l'élimination du sulfure d'hydrogène doit être réalisée par l'utilisation d'un papier d'acétate de plomb (4.2.2).

4.2.2 Papier d'acétate de plomb.

Laisser tremper des bandes de papier filtre dans une solution d'acétate de plomb [$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] à 5 % (m/m) dans l'eau, et en laissant sécher dans un récipient fermé.

4.3 Solution d'iodure de potassium.

Dissoudre 17,0 g \pm 0,5 g d'iodure de potassium (KI), pesé à 0,01 g près, dans 100 ml d'eau et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec du propan-2-ol (4.1). Calculer la concentration en moles par litre.

4.4 Solutions de nitrate d'argent.

4.4.1 Préparation de la solution à 0,1 mol/l

Dissoudre 17,0 g \pm 0,5 g de nitrate d'argent (AgNO_3) dans 100 ml d'eau et diluer à 1 litre avec du propan-2-ol (4.1). Conserver dans un flacon en verre foncé, et titrer à des intervalles suffisamment rapprochés pour détecter une variation de 0,000 5 mol/l ou supérieure.

4.4.2 Titrage

Ajouter 6 gouttes d'acide nitrique concentré [$\text{HNO}_3 = 35\%$ (m/m)] à 100 ml d'eau dans un bécher de 300 ml de forme haute, et faire bouillir pendant 5 min. Refroidir à température ambiante et ajouter 5 ml de solution d'iodure de potassium (4.3) à la pipette. Titrer avec la solution de nitrate d'argent en choisissant le point final au point d'inflexion de la courbe de titrage.

4.4.3 Préparation de la solution à 0,01 mol/l

À préparer chaque jour en diluant 100 ml de la solution à 0,1 mol/l (4.4.1) à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec du propan-2-ol (4.1).

NOTE Les solutions titrées disponibles dans le commerce conviennent.

4.5 Solution de sulfure de sodium.

À préparer chaque jour en dissolvant 10 g de sulfure de sodium (Na_2S) dans de l'eau et en diluant à 1 litre.

NOTE Le sulfure de sodium anhydre n'est pas disponible facilement, et reste cher. Une solution aqueuse de sulfure de sodium hydraté ($\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$) à 30,5 g/l est satisfaisante.

4.6 Solvants de titrage.

Les mercaptans à faible masse moléculaire, du type de ceux que l'on rencontre habituellement dans les distillats légers, s'échappent facilement de la solution de titrage si l'on utilise un solvant de titrage acide. Pour ce qui est du dosage des mercaptans à masse moléculaire plus élevée, du type de ceux que l'on rencontre dans les distillats moyens, on utilise un solvant de titrage acide de façon à atteindre plus rapidement un équilibre entre les additions successives du titrant.

4.6.1 Solvant de titrage alcalin.

Dissoudre 2,7 g d'acétate de sodium trihydraté ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ou 1,6 g d'acétate de sodium anhydre (CH_3COONa) dans 25 ml d'eau exempte d'oxygène, et les verser dans 975 ml de propan-2-ol (4.1). Éliminer l'oxygène dissous en purgeant la solution avec un courant rapide d'azote, 10 min par jour avant l'utilisation. Protéger le solvant de l'atmosphère.

4.6.2 Solution de titrage acide.

Dissoudre 2,7 g d'acétate de sodium trihydraté ou 1,6 g d'acétate de sodium anhydre dans 20 ml d'eau exempte d'oxygène, et les verser dans 975 ml de propan-2-ol (4.1), puis ajouter 4,6 ml d'acide acétique cristallisable. Éliminer l'oxygène dissous en purgeant la solution avec un courant rapide d'azote, 10 min par jour avant l'utilisation. Protéger le solvant de l'atmosphère.

5 Appareillage

Tout système de titrage automatique qui satisfait aux exigences de fidélité de la présente Norme internationale, et qui est capable de sélectionner les points finaux comme spécifié dans l'article 8, convient. Les paragraphes 5.1 à 5.4 décrivent un système manuel.

5.1 Burette pour titrage, satisfaisant aux exigences de l'ISO 385-1, de 10 ml de capacité, graduée en 0,05 ml et dont la pointe dépasse d'environ 120 mm en dessous du robinet d'arrêt.

5.2 Système de cellule, comprenant une électrode de référence et une électrode indicatrice.

L'électrode de référence doit être une électrode de verre, solide, de type crayon, à fil blindé raccordé à la terre. L'électrode indicatrice doit être en un fil d'argent de 2 mm de diamètre ou plus, monté sur un support isolé.

NOTE Une électrode en argent en forme de barre convient également comme électrode indicatrice.

5.3 Voltmètre électronique, fonctionnant avec une intensité inférieure à 9×10^{-12} A, et avec une sensibilité de ± 2 mV sur une amplitude de gamme d'au moins 1 V.

Le voltmètre doit être électrostatiquement protégé, et l'écran protecteur doit être relié à la terre.

5.4 Plateau de titrage, de préférence faisant partie intégrante de l'installation de mesure et possédant des supports pour les électrodes et l'agitateur électrique, l'ensemble étant raccordé à la terre.

Le branchement ou le débranchement du moteur de l'agitateur ne doit pas conduire à une modification permanente de la valeur lue sur le voltmètre.

5.5 Toile ou papier abrasif, ayant une granulométrie moyenne de 18 µm (800 particules).

6 Échantillons et échantillonnage

6.1 Sauf indication contraire, les échantillons doivent être prélevés en suivant les modes opératoires décrits dans l'ISO 3170 ou dans l'ISO 3171.

6.2 Les échantillons des distillats légers doivent être conservés à basse température (< 4 °C) pour éviter les pertes des composés volatils contenant des thiols. Lorsque les analyses sont effectuées sur des distillats légers avec une forte teneur en thiols, le solvant de titrage, et de préférence la burette pour titrage et la pipette de mesure de la portion d'échantillon, doivent également être refroidis à une température similaire, et l'analyse doit être réalisée aussi rapidement que possible après qu'ils aient été retirés de la chambre de refroidissement.

NOTE Il a été démontré que les fractions légères de naphta avec une teneur élevée en thiols (> 100 mg/kg) bouillant à moins de 85 °C sont très sensibles à la température de titrage.

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Électrodes de verre

Après chaque titrage manuel, ou série de titrages dans le cas des systèmes de titrage automatiques, essuyer l'électrode avec un tissu ou un papier propre et doux, puis rincer à l'eau. Nettoyer fréquemment l'électrode (au moins une fois par semaine) en l'agitant dans une solution d'acide fortement oxydante pendant 5 s à 10 s. Quand l'électrode n'est pas utilisée, maintenir sa moitié inférieure immergée dans l'eau.

NOTE L'acide chromique était historiquement la solution d'acide fortement oxydante de référence, mais il est recommandé aux utilisateurs d'utiliser une solution ne contenant pas de chrome, permettant d'obtenir une propreté équivalente.

7.2 Électrode d'argent/sulfure d'argent

7.2.1 Avant utilisation, enrober fraîchement de sulfure d'argent l'électrode par la méthode donnée de 7.2.2 à 7.2.6.

7.2.2 Polir avec une toile ou un papier abrasif (5.5) jusqu'à obtention d'une surface d'argent polie et propre.

7.2.3 Placer l'électrode en position d'utilisation et l'immerger dans 100 ml du solvant de titrage (4.6) contenant 8 ml de la solution de sulfure de sodium (4.5).

7.2.4 Ajouter lentement à l'aide d'une burette, sous agitation, pendant 10 min à 15 min, 10 ml de la solution à 0,1 mol/l de nitrate d'argent (4.4.1).

7.2.5 Enlever l'électrode de la solution, la laver à l'eau, et l'essuyer avec un tissu ou un papier propre et doux.

7.2.6 Entre les titrages manuels, ou les séries de titrages dans le cas des systèmes de titrage automatique, entreposer l'électrode pendant au moins 5 min dans 100 ml de solvant de titrage (4.6) contenant 0,5 ml de la solution de nitrate d'argent à 0,1 mol/l (4.4.1).

8 Mode opératoire

8.1 Détermination de la masse volumique

Si l'échantillon doit être mesuré volumétriquement, déterminer la masse volumique conformément à l'ISO 3675 ou à l'ISO 12185, à la température à laquelle l'échantillon sera prélevé.

NOTE La masse volumique peut être calculée à partir de la masse volumique déterminée à une température de référence en utilisant les Tables de Mesure du Pétrole (ISO 91-1 et ISO 91-2).

8.2 Élimination du sulfure d'hydrogène

Évaluer qualitativement la présence dans l'échantillon de sulfure d'hydrogène en agitant 5 ml de l'échantillon avec 5 ml de la solution acide de sulfate de cadmium (4.2), ou par l'immersion d'une petite bande de papier d'acétate de plomb (4.2.2). Si aucun précipité n'apparaît, avec la solution acide de sulfate de cadmium, ou si la couleur du papier d'acétate de plomb ne passe pas au marron ou au noir, poursuivre comme décrit en 8.3. Si un précipité jaune se forme avec le sulfate de cadmium ou si la couleur du papier d'acétate de plomb change, éliminer le sulfure d'hydrogène comme décrit en 8.2.1 ou 8.2.2.

8.2.1 Méthode à la solution acide de sulfate de cadmium

8.2.1.1 Introduire une quantité d'échantillon (trois à quatre fois plus importante que la quantité requise pour l'analyse) dans une ampoule à décanter contenant un volume de la solution acide de sulfate de cadmium (4.2) égal à la moitié de celui de l'échantillon, puis agiter vigoureusement.

8.2.1.2 Extraire et rejeter la phase aqueuse contenant le précipité jaune. Répéter cette extraction avec une autre portion de la solution acide de sulfate de cadmium, en éliminant la phase aqueuse. Laver l'échantillon avec trois portions de 25 ml à 30 ml d'eau, en éliminant la phase aqueuse après chaque rinçage.

8.2.1.3 Filtrer l'hydrocarbure à travers un papier à filtration rapide, et faire l'essai sur une petite quantité de l'échantillon lavé et filtré, avec un volume à peu près équivalent de solution acide de sulfate de cadmium.

8.2.1.4 Si aucun autre précipité ne se forme, poursuivre comme décrit en 8.3.

8.2.1.5 Si un précipité apparaît, répéter l'extraction et la filtration décrites de 8.2.1.1 à 8.2.1.3 jusqu'à ce que la totalité du sulfure d'hydrogène soit éliminée.

8.2.2 Méthode à la solution d'hydrogénocarbonate de sodium

8.2.2.1 Introduire une quantité d'échantillon (trois à quatre fois plus importante que la quantité requise pour l'analyse) dans une ampoule à décanter contenant un volume de solution d'hydrogénocarbonate de sodium (4.2.1) égal à la moitié de celui de l'échantillon, puis agiter vigoureusement.

8.2.2.2 Extraire et rejeter la phase aqueuse, et vérifier l'existence de sulfure d'hydrogène dans la phase d'échantillon à l'aide du papier d'acétate de plomb comme décrit en 8.2.

8.2.2.3 Si du sulfure d'hydrogène est toujours présent dans la phase d'échantillon, répéter le lavage avec des quantités successives de solution d'hydrogénocarbonate de sodium jusqu'à ce que le sulfure d'hydrogène ne soit plus détecté.

8.2.2.4 Laver la phase d'échantillon avec 30 ml à 50 ml d'eau, tout en agitant vigoureusement, et éliminer la phase aqueuse.

8.3 Analyse de l'échantillon

8.3.1 Prélever à la pipette, ou peser, 20 ml à 50 ml de l'échantillon initial ou de l'échantillon traité dans un bécher de 300 ml contenant 100 ml du solvant de titrage approprié (4.6). Placer le bécher sur le plateau de titrage (5.4) ou sur l'échantillonneur automatique si le système de titrage automatique est utilisé. Régler sa position de façon que les électrodes soient approximativement à moitié immergées. Remplir la burette (5.1) avec la solution de nitrate d'argent à 0,01 mol/l (4.4.3), et placer la burette en position dans l'appareillage de façon que sa pointe soit immergée d'environ 25 mm en dessous de la surface du liquide se trouvant dans le bécher. Régler la vitesse de l'agitateur de manière à donner une agitation vigoureuse sans projections.

NOTE 1 Les échantillons ayant une teneur en thiols supérieure à 0,010 0 % (*m/m*) (100 mg/kg) peuvent être analysés par une réduction appropriée de la masse de la prise d'essai, en s'assurant que le volume minimal de solvant de titrage ajouté à celui de la prise d'essai dépasse 120 ml. Si une quantité supplémentaire de solvant de titrage est utilisée pour satisfaire cette exigence, il convient d'utiliser un volume similaire pour le titrage à blanc (voir 8.4). Aucune fidélité n'a été déterminée pour les teneurs en thiols supérieures à 0,010 0 % (*m/m*) (100 mg/kg).

NOTE 2 Si un système de titrage automatique est utilisé, des modifications appropriées peuvent être apportées aux paragraphes 8.3.1 à 8.3.4, en ligne avec les instructions du fabricant.

8.3.2 Relever la valeur initiale lue sur la burette et le potentiel de la cellule. Ajouter des petites quantités, appropriées, de la solution de nitrate d'argent, puis, après avoir attendu l'établissement d'un potentiel constant, noter la valeur lue sur la burette et sur le voltmètre (5.3).

NOTE 1 Les lectures classiques sur le voltmètre pour les mercaptans se situent dans la zone -250 mV à -350 mV.

NOTE 2 Si les mesures du potentiel effectuées avec des électrodes fraîchement préparées donnent des résultats aberrants, il se peut que les électrodes ne soient pas convenablement conditionnées. Cette difficulté disparaît habituellement lors des titrages ultérieurs.

NOTE 3 Le potentiel est considéré constant s'il varie de moins de 6 mV/min.

NOTE 4 Avec certains instruments, le signe algébrique des potentiels peut être inversé.

8.3.3 Quand la variation du potentiel est faible pour chaque incrément de la solution de nitrate d'argent, ajouter des volumes de 0,5 ml. Quand la variation de potentiel est supérieure à 6 mV pour 0,1 ml, utiliser des incréments de 0,05 ml de solution de nitrate d'argent. Quand on s'approche du point final de titrage, il peut se passer 5 min à 10 min avant l'obtention d'un potentiel constant. Il est tout aussi important que la durée du titrage soit aussi courte que possible de façon à éviter l'oxydation des composés sulfurés par l'oxygène de l'air. Dès que le titrage a commencé, il ne doit jamais être interrompu pour être repris ultérieurement.

8.3.4 Continuer le titrage jusqu'à ce que la variation du potentiel de la cellule par ajout de 0,1 ml de la solution de nitrate d'argent soit devenue relativement constante (voir note 1 en 8.3.1). Enlever la solution titrée, bien rincer les électrodes avec du propan-2-ol (4.1), et enfin essuyer avec un tissu ou un papier propre et sec. Si un système de titrage automatique est utilisé, bien rincer les électrodes avec du propan-2-ol, laisser l'excès s'éliminer des électrodes, puis poursuivre avec l'échantillon suivant. Entre des déterminations successives (ou séries de déterminations dans le cas d'un système de titrage automatique) effectuées le même jour, conserver les électrodes comme décrit en 7.1 et 7.2.5.

8.4 Détermination du blanc

Réaliser 8.3.1 à 8.3.4 sur 100 ml (voir note 1 en 8.3.1) du solvant de titrage approprié, en omettant l'ajout de la prise d'essai. Enregistrer le volume de la solution de nitrate d'argent nécessaire pour atteindre le point final de titrage.

9 Interprétation des résultats

9.1 Traitement des indications relevées

Porter sur un graphique les volumes cumulés des solutions à 0,01 mol/l de nitrate d'argent (4.4.3) en fonction des potentiels correspondants. Placer le point final à la valeur positive la plus élevée de la portion la plus raide de chaque «saut» de la courbe de titrage de la Figure 1. La forme de la courbe de titrage peut changer selon l'instrument. Cependant, il faut respecter l'interprétation ci-dessus du point final.

9.2 Thiols (mercaptans) seulement

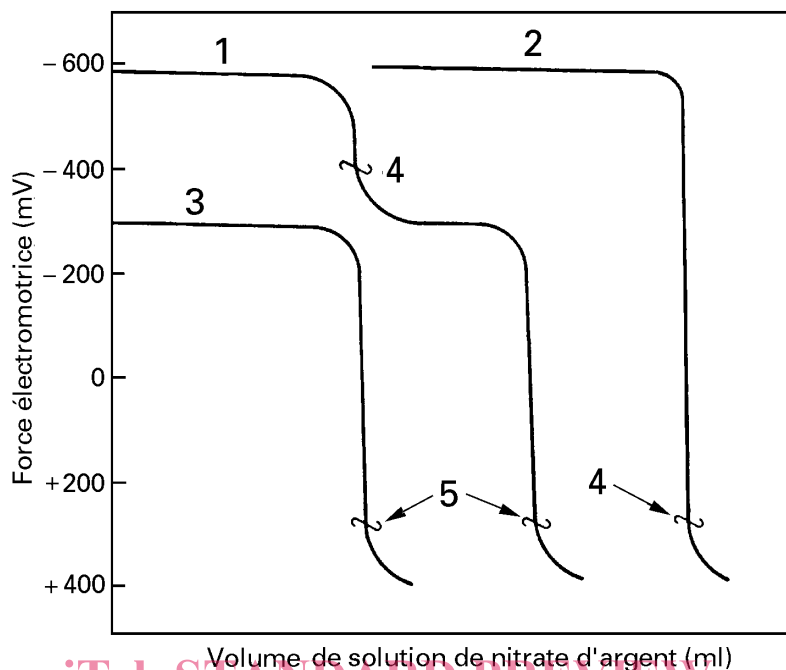
Si l'échantillon ne contient que des mercaptans, le titrage conduit à une courbe du type indiqué en première position sur la Figure 1: elle présente un plateau au voisinage de -300 mV à -350 mV, le point final se situant aux environs de $+300$ mV.

9.3 Mercaptans et soufre élémentaire

9.3.1 Si l'échantillon contient à la fois du soufre élémentaire et des mercaptans, une interaction chimique conduit, pendant le titrage, à la précipitation dans le solvant de sulfure d'argent.

9.3.2 Si les mercaptans sont en excès, la précipitation du sulfure d'argent cesse aux environs de -500 mV, et elle est suivie par la précipitation des thiolates d'argent au niveau du point final à $+300$ mV. Cette situation est illustrée par la courbe centrale de la Figure 1. Puisque tout le sulfure d'argent provient d'une quantité équivalente de mercaptans, le point final correspondant à la précipitation de tous les mercaptans doit être utilisé pour calculer la teneur en soufre sous forme de mercaptans.

9.3.3 Si le soufre élémentaire est en excès, la précipitation du sulfure d'argent cesse pour la même valeur du potentiel (+ 300 mV) comme dans le cas du thiolate d'argent, et il est compté comme soufre présent sous forme de mercaptans.



iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Légende

- 1 Soufre élémentaire + mercaptans en excès
- 2 Mercaptans + soufre en excès
- 3 Mercaptans seuls
- 4 Sulfure d'argent
- 5 Thiolate d'argent

ISO 3012:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3da7cf61-b186-4600-9ef2-49708e939722/iso-3012-1999>

Figure 1 — Exemples de courbes de titrage potentiométrique

10 Calculs

Calculer la teneur en soufre de l'échantillon sous forme de thiols (mercaptans), w_S , en pourcentage en masse [% (m/m)], à l'aide de l'équation suivante:

$$w_S = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 3,206}{m}$$

où

V_1 est le volume du titrant nécessaire au titrage de l'échantillon jusqu'au point final, en millilitres;

V_0 est le volume du titrant nécessaire au titrage du blanc jusqu'au point final, en millilitres;

c est la concentration de la solution de nitrate d'argent, en moles par litre;

m est la masse de la prise d'essai, en grammes;

3,206 est égal à 100 fois la masse millimolaire relative du soufre dans le mercaptan.

NOTE Si elle est mesurée volumétriquement, la masse de la prise d'essai est égale au volume multiplié par la masse volumique à la température de mesure (voir 8.1).