

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 2083



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Carburants — Détermination de la teneur en plomb — Méthode volumétrique au chromate

Première édition — 1973-12-01

28

À annuler

Résolution 9 de l'ISO/TC 28

TOKYO: 1988-06-09

CDU 662.75 : 546.815 : 543.242

Réf. N° : ISO 2083-1973 (F)

**Descripteurs** : produit pétrolier, essence (carburant), dosage, plomb, analyse volumétrique.

Prix basé sur 4 pages

## AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2083 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*, et soumise aux Comités Membres en février 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie
Allemagne	France	<del>Royaume-Uni</del>
Australie	Inde	Suède
Autriche	Italie	Suisse
Belgique	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Pays-Bas	Turquie
Chili	Pologne	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Portugal	U.S.A.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Carburants – Détermination de la teneur en plomb – Méthode volumétrique au chromate

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale décrit une méthode de détermination volumétrique de la teneur en plomb total des carburants et autres distillats volatils mélangés au plomb alkyls (plomb tétraéthyle, plomb tétraméthyle, plomb triméthyléthyle, plomb diméthyl-diéthyle, plomb méthyltriéthyle, ou leur mélange) dont les teneurs en plomb sont comprises entre 0,05 et 1,1 g par litre.

## 2 PRINCIPE

Le plomb alkyle est transformé en chlorure de plomb qui est extrait du carburant par chauffage à reflux en présence d'acide chlorhydrique concentré. L'extrait acide est évaporé à sec et les matières organiques présentes sont éliminées par oxydation par l'acide nitrique. Le plomb est précipité sous forme de chromate et dosé par une méthode iodométrique.

## 3 RÉACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité «pur pour analyse». L'eau utilisée au cours de l'essai doit être de l'eau distillée exempte de plomb ou de l'eau de pureté équivalente.

### 3.1 Iodure de potassium (KI).

### 3.2 Acide acétique, solution (1 + 1).

Diluer 1 volume d'acide acétique cristallisable dans 1 volume d'eau.

### 3.3 Acide chlorhydrique concentrée (HCl, $\rho$ 1,19 g/ml).

### 3.4 Acide nitrique concentré (HNO<sub>3</sub>, $\rho$ 1,42 g/ml).

### 3.5 Acide nitrique, solution (1 + 20).

Diluer 1 volume d'acide nitrique concentré (3.4) dans 20 volumes d'eau distillée.

### 3.6 Hydroxyde d'ammonium, solution (1 + 1).

Mélanger 1 volume d'hydroxyde d'ammonium concentré (NH<sub>4</sub>OH,  $\rho$  0,90 g/ml) avec 1 volume d'eau

### 3.7 Acétate de plomb trihydraté, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g d'acétate de plomb trihydraté [Pb(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O] dans de l'eau et diluer à 1 l.

### 3.8 Bichromate de potassium, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de bichromate de potassium (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) dans de l'eau, diluer à 1 l et filtrer.

### 3.9 Chlorate de potassium, solution nitrique.

Dissoudre 78 g de chlorate de potassium (KClO<sub>3</sub>) dans 550 ml d'acide nitrique concentré (3.4).

### 3.10 Solvant pour chromate de plomb.

Préparer deux solutions comme suit :

– Solution A : 200 ml d'acide chlorhydrique concentré (3.3) dans 350 ml d'eau;

– Solution B : 300 g de chlorure de sodium (NaCl) dans 1 l d'eau.

Mélanger les solutions A et B.

### 3.11 Plomb, solution étalon.

Introduire 3,197 g de nitrate de plomb [Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] dans un flacon de 1 l, dissoudre dans l'eau et compléter au volume avec de l'eau.

1 ml de cette solution étalon contient 2 mg de Pb.

### 3.12 Thiosulfate de sodium, solution titrée 0,05 N.

*3.12.1 Préparation*  
Peser environ 12,4 g de thiosulfate de sodium pentahydraté (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O) et les dissoudre dans 1 l d'eau dans un flacon en verre sombre (ambré).

En cas de conservation prolongée, le titre de la solution doit être vérifié au moins une fois par mois. Avant d'établir le titre de la solution, ajouter 0,5 g de carbonate de sodium pour la conservation, agiter vigoureusement et laisser reposer durant 3 jours avant l'étalonnage. ~~Étalonner la solution de la manière suivante~~

*Étalonnage*  
3.12.1<sup>1</sup> Introduire, à l'aide d'une pipette, 25 ml de solution étalon de plomb (3.11) dans un bécher de 400 ml, ajouter

10 ml d'acide nitrique (3.5) et diluer la solution avec 250 à 300 ml d'eau. Poursuivre l'étalonnage conformément aux paragraphes 5.6 à 5.9.

**3.12.2** Calcul  $\checkmark$  Calculer le titre,  $F$ , de la solution de thiosulfate de sodium, exprimé en grammes de plomb par millilitre de solution, selon la formule suivante :

$$F = \frac{m}{V}$$

où

$m$  est la masse, en grammes, du plomb contenu dans 25 ml de solution titrée de nitrate de plomb;

$V$  est le volume, en millilitres, de solution de thiosulfate de sodium nécessaire au titrage.

**3.13 Amidon**, solution à 1 %, récemment préparée comme suit :

Dissoudre 1 g d'amidon soluble dans 100 ml d'eau, porter à ébullition et filtrer à chaud. Il est recommandé d'ajouter quelques gouttes de toluène ou de chloroforme pour améliorer la conservation.

**3.14 Indicateur au paranitrophénol.**

Dissoudre 0,5 g de *p*-nitrophénol dans 100 ml d'eau et filtrer, si nécessaire, pour éliminer les matières insolubles.

**3.15 Indicateur mixte** (rouge de méthyle et bleu de méthylène).

Préparer deux solutions comme suit :

- Solution C : 0,05 g de bleu de méthylène dans 50 ml d'éthanol;
- Solution D : 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol.

Mélanger les solutions C et D.

**3.16 Distillat lourd de pétrole.**

Fraction de distillation directe de pétrole, exempte de plomb, ayant un indice de brome inférieur ou égal à 1,5, dont environ 10 % distillent à 205 °C et environ 90 % distillent à 240 °C.

## 4 APPAREILLAGE

**4.1 Appareil d'extraction** dont la conception et les dimensions sont celles indiquées dans la figure, construit en verre résistant à la chaleur, et se composant des éléments suivants :

**4.1.1 Ballon**, de 500 ml.

**4.1.2 Entonnoir cylindrique à robinet**, d'environ 70 ml de capacité.

**4.1.3 Serpentin de chauffage**, de 250 W, constitué d'un fil de nickel-chrome de diamètre et de longueur convenables.

**4.1.4 Tube chauffant**, muni d'une cheminée intérieure destinée à accroître la convection dans le liquide.

**4.1.5 Réfrigérant à reflux**, de type Hopkins, dont le tube de sortie de vapeur est relié par un tube en caoutchouc soit à l'extérieur, soit à une hotte à tirage forcé.

**4.1.6 Rhéostat**, de résistance et de capacité convenables, pour régler la chaleur dans le serpentin de chauffage.

**4.2 Plaque chauffante électrique**, à serpentin de chauffage incorporé.

**4.3 Creuset filtrant**, d'une capacité de 25 ml environ, en porcelaine poreuse ou en verre fritté, dont la dimension maximale des pores est de 15 μm.

**4.4 Fiole conique**, d'une capacité de 500 ml, munie d'un bouchon rodé.

## 5 MODE OPÉRATOIRE

**5.1** Mesurer la température de l'échantillon à 0,5 °C près avant de prélever la prise d'essai.

NOTE – Pour les carburants ayant une pression de vapeur Reid supérieure à 0,5 bar, le récipient scellé contenant l'échantillon doit être refroidi à environ 15 °C avant le prélèvement de la prise d'essai.

**5.2** À l'aide d'une pipette (voir note), introduire, dans le ballon (4.1.1), par l'entonnoir cylindrique (4.1.2), une prise d'essai de 50 ± 0,05 ml (voir figure). Ajouter environ 50 ml de distillat lourd de pétrole (3.16) et 50 ml d'acide chlorhydrique (3.3).

NOTE – Les carburants au plomb ou les liquides corrosifs ne doivent pas être aspirés dans la pipette avec la bouche.

**5.3** Chauffer au maximum jusqu'au début de l'ébullition (en général, 0,5 à 1 min.), ajuster ensuite le rhéostat (4.1.6) pour régler le chauffage de façon à maintenir l'ébullition à une allure importante mais de telle sorte qu'il ne se forme pas de grosses bulles de surchauffe contre les parois du ballon (voir note 1) et que le réfrigérant ne soit pas noyé (voir note 2).

### NOTES

1 Un extracteur neuf ou qui vient d'être nettoyé a tendance à provoquer des surchauffes, et il peut se produire des soubresauts dans la solution, dus à la formation soudaine de grosses bulles. Cette difficulté disparaîtra dès que l'appareil aura servi pour plusieurs analyses.

2 Pendant le cycle de chauffage, le gas chlorhydrique est évaporé et recondensé, et de l'acide chlorhydrique à point d'ébullition constant est obtenu. Une ébullition forte et continue est nécessaire pour obtenir un mélange intime de l'acide avec la prise d'essai afin d'extraire complètement du carburant, les plombs alkyles décomposés.

**5.4** Après un reflux de 30 min, arrêter le chauffage, laisser refroidir l'échantillon quelques minutes et soutirer la couche acide dans un bécher de 400 ml. Ajouter 50 ml d'eau à la prise d'essai restant dans l'appareil et chauffer le mélange à reflux pendant 5 min, à plein chauffage. Soutirer l'eau dans le même bécher de 400 ml et répéter l'extraction à l'eau.

**5.5** Évaporer à sec l'ensemble de l'extrait aqueux (voir note 1). Ajouter 3 ml d'acide nitrique (3.4) au résidu, couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer pour oxyder les particules organiques qui peuvent se trouver dans le résidu. Recommencer le traitement à l'acide nitrique. Si un résidu blanc n'est pas obtenu après deux additions d'acide nitrique, oxyder les matières organiques résiduelles avec la solution nitrique de chlorate de potassium (3.9) (voir note 2). Ajouter au résidu 4 ml d'acide nitrique (3.5) et 25 ml d'eau et chauffer le résidu jusqu'à dissolution complète du plomb.

#### NOTES

1 Pour réduire la durée d'évaporation, il est admis d'utiliser un jet d'air dans les conditions suivantes : substituer au bécher une fiole conique de 500 ml; procéder à l'évaporation sur une plaque chauffante dont la température en surface est comprise entre 230 et 260 °C, pendant qu'un courant d'air propre, porté à une température d'environ 75 °C et à un débit de 10 l par minute, balaie la surface du liquide. Le courant d'air peut passer dans la fiole au moyen d'un tube en verre dont l'orifice de 5 mm de diamètre environ est placé à 60 mm au-dessus de la surface du liquide. Le courant d'air ne doit pas être employé pendant l'évaporation de l'acide nitrique.

2 Si le résidu s'enflamme pendant le chauffage avec l'acide nitrique, rejeter l'essai et recommencer l'extraction à l'acide chlorhydrique sur une autre prise d'essai. Évaporer ensuite l'extrait jusqu'au début de la cristallisation mais non à siccité complète. Ajouter 10 ml de solution nitrique de chlorate de potassium (3.9), couvrir le bécher avec un verre de montre et évaporer le mélange presque jusqu'à siccité. Recommencer ce traitement, si nécessaire, pour obtenir un résidu blanc.

**5.6** Refroidir la solution, ajouter 6 gouttes d'indicateur au *p*-nitrophénol (3.14) ou d'indicateur mixte (3.15) et neutraliser la solution en ajoutant de la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.6) jusqu'au virage de l'indicateur, ajouter ensuite 4 à 5 ml supplémentaires d'hydroxyde d'ammonium. Ajouter de l'acide acétique (3.2) pour neutraliser l'hydroxyde d'ammonium, puis en ajouter 1 à 2 ml en excès. Diluer la solution avec 300 à 350 ml d'eau.

**5.7** Chauffer la solution jusqu'à ébullition sur une plaque chauffante et ajouter, goutte à goutte avec une pipette, 10 ml de bichromate de potassium (3.8). Laisser bouillir jusqu'à ce que le chromate de plomb précipité soit orange foncé (généralement 5 à 7 min). Refroidir le précipité à la température ambiante durant 3 à 4 h, puis filtrer à travers un filtre poreux ou un creuset filtrant. Laver le précipité dans le bécher et dans le creuset avec de l'eau chaude jusqu'à ce que 1 goutte de solution d'acétate de plomb

(3.7) ajoutée à 1 goutte de filtrat, ne produise plus de trouble, indiquant que le lavage est complet.

**5.8** Dissoudre le précipité de chromate de plomb lavé dans le creuset filtrant et le chromate de plomb restant dans le bécher utilisé pour la précipitation, dans 50 ml de solvant (3.10), celui-ci étant ajouté par petites quantités jusqu'à ce que les sédiments soient complètement dissous. Laver le bécher et le creuset filtrant plusieurs fois avec de petites quantités d'eau froide. Rassembler les eaux de lavage dans une fiole conique de 500 ml (Erlenmeyer) munie d'un bouchon en verre rodé. Le volume final de la solution doit être compris entre 200 et 250 ml.

**5.9** Ajouter à la solution 1 g d'iodure de potassium solide (3.1) et titrer immédiatement l'iode libéré avec la solution titrée de thiosulfate de sodium jusqu'à ce qu'une légère couleur jaune soit observée. Ajouter 1 ml de solution d'amidon (3.13) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition, durant 30 s, de la teinte bleu-violet.

## 6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la teneur en plomb, en grammes par litre à 15 °C, à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Pb (g/l)} \text{ à } 15 \text{ }^{\circ}\text{C} = 20 F V [1 + 0,0012 (t - 15)]$$

où

*F* est le titre, en grammes de plomb par millilitre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium;

*V* est le volume, en millilitres, de solution de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer la prise d'essai;

*t* est la température, en degrés Celsius, du carburant au moment du prélèvement de la prise d'essai;

20 est le facteur de conversion du volume de la prise d'essai à 1 l;

0,0012 est le coefficient de dilatation du carburant automobile et aviation, par degré Celsius, à 15 °C.

## 7 FIDÉLITÉ<sup>1)</sup>

Les critères suivants doivent être appliqués pour juger de la validité des résultats (au niveau de confiance 95 %) lorsque seul le plomb tétraéthyle est présent à des teneurs comprises entre 0,25 et 1,1 g de plomb par litre.

### 7.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations effectuées par le même opérateur utilisant le même appareillage ne doivent pas différer de plus de la valeur suivante :

0,014 + 0,007 *X*, où *X* est la teneur en plomb, en grammes par litre, à 15 °C.

1) Les valeurs de la fidélité indiquées dans ce chapitre ont été obtenues au cours d'un programme d'essais comparatifs entrepris par le Comité Technique ISO/TC 28 sur divers carburants contenant du plomb tétraéthyle seulement. Les valeurs de la fidélité n'ont pas encore été établies pour les produits contenant d'autres plombs alkyles.

7.2 Reproductibilité

Les résultats de deux déterminations effectuées par deux laboratoires différents ne doivent pas différer de plus de la valeur suivante :

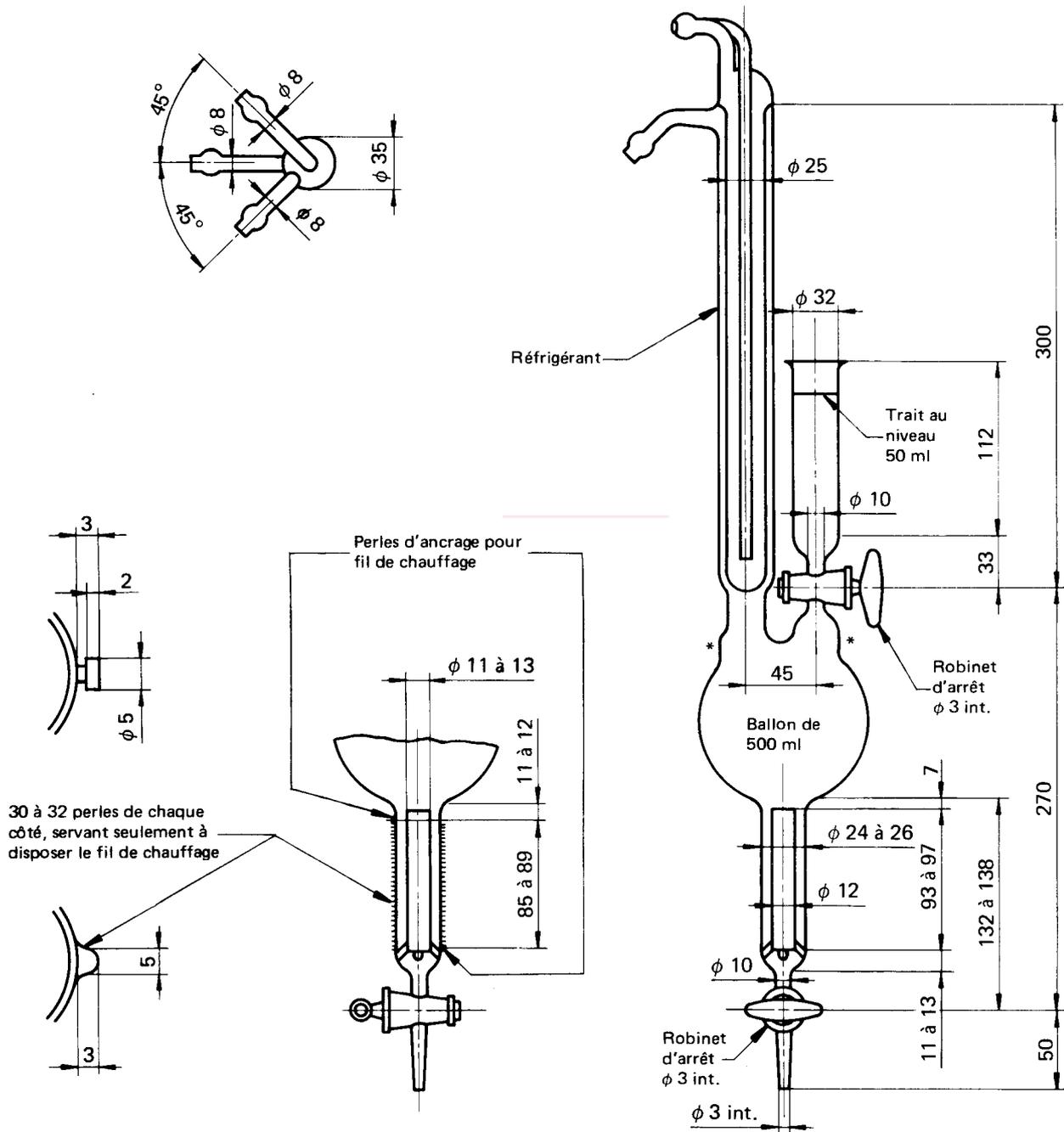
$0,040 + 0,019 X$ , où  $X$  est la teneur en plomb, en grammes par litre, à 15 °C.

8 RAPPORT D'ESSAI

Donner le résultat, à 0,01 g près, en grammes de plomb par litre à 15 °C, en donnant la référence de la présente Norme Internationale.

*et faire L<sub>2</sub>*

Dimensions en millimètres



• Le réfrigérant et l'entonnoir cylindrique à robinet doivent être ajustés au ballon à l'aide d'un joint en verre rodé 19/26 conforme à l'ISO/R 383 ou d'un autre joint équivalent.

NOTE — Le réfrigérant type Hopkins est utilisé.

FIGURE — Appareil d'extraction

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2083:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d378d04-b760-4654-94a2-c9f24aeb3bb9/iso-2083-1973>