

NORME INTERNATIONALE

**ISO
3012**

Deuxième édition
1991-04-15

Essence, pétroles lampants et fuel-oils distillés — Dosage du soufre sous forme de mercaptans — Méthode potentiométrique

*Gasoline, kerosine and distillate fuels — Determination of mercaptan
sulfur — Potentiometric method*



Numéro de référence
ISO 3012:1991(F)

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3012:1974), dont elle constitue une révision technique. Cette révision a été faite en supprimant la méthode ampérométrique qui était initialement prévue dans la norme.

© ISO 1991

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

Essence, pétroles lampants et fuel-oils distillés — Dosage du soufre sous forme de mercaptans — Méthode potentiométrique

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale peut porter sur des matériaux, des opérations et des équipements dangereux. Elle n'a pas la prétention de répertorier tous les problèmes de sécurité afférents à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente Norme de se renseigner et de mettre au point les méthodes appropriées en matière de sécurité et de santé et de déterminer l'applicabilité des limites imposées avant son utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage du soufre sous forme de mercaptans dans les essences, les pétroles lampants et les fuel-oils distillés contenant de 0,0003 % à 0,01 % de soufre sous forme de mercaptans. Les composés organiques contenant du soufre, comme par exemple, les sulfures, les disulfures et le thiophène, n'interfèrent pas. Le soufre élémentaire n'interfère pas si sa teneur est inférieure à 0,0005 %. Le sulfure d'hydrogène interfère s'il n'est pas éliminé comme prescrit en 7.2.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3675:1976, *Pétroles bruts et produits pétroliers liquides — Détermination en laboratoire de la masse volumique ou de la densité relative — Méthode à l'aréomètre.*

3 Principe

L'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 titré par une méthode potentiométrique avec une solution alcoolique de nitrate d'argent étalon, en utilisant en tant qu'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 mercapture d'argent, et le point final du titrage est indiqué par un net changement du potentiel de la cellule.

4 Réactifs

Utiliser, dans tous les essais, des produits chimiques de qualité analytique. Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être conformes aux normes reconnues concernant les produits chimiques utilisés comme réactifs. On peut utiliser d'autres qualités, à condition de s'assurer au préalable qu'elles sont de pureté suffisante pour ne pas abaisser la précision du dosage.

Sauf indication contraire, l'eau utilisée doit être de l'eau distillée, ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Sulfate de cadmium, solution acide à 150 g/l.

Dissoudre dans l'eau 150 g de sulfate de cadmium ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$). Ajouter 10 ml d'acide sulfurique et diluer à 1 l avec de l'eau.

4.2 Sulfure de sodium, solution à 10 g/l.

Dissoudre 10 g de sulfure de sodium (Na_2S) dans l'eau et diluer à 1 l avec de l'eau. Préparer la solution juste avant l'emploi.

4.3 Solvant de titrage.

Les mercaptans à faible masse moléculaire relative du type de ceux que l'on rencontre habituellement dans l'essence, 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 élevée, du type de ceux que l'on rencontre dans les pétroles lampants et les fuel-oils distillés, on utilise un solvant de titrage acide de façon à atteindre plus rapidement un équilibre entre les additions successives du titrant.

4.3.1 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 propanol-2 à 99 % (voir 4.5, deuxième alinéa). Éliminer l'oxygène dissous en purgeant la solution avec un courant rapide d'azote, 10 min par jour juste avant l'utilisation. Protéger la solution de l'atmosphère.

4.3.2 Solvant de titrage acide.

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 20 ml d'eau exempte d'oxygène et les verser dans 975 ml de propanol-2 à 99 %, puis ajouter 4,6 ml d'acide acétique glacial. Éliminer l'oxygène dissous en purgeant la solution avec un courant rapide d'azote pendant 10 min chaque jour avant l'utilisation. Protéger le solvant de l'atmosphère.

4.4 Iodure de potassium, solution titrée 0,1 mol/l.

Dissoudre dans l'eau environ 17 g d'iodure de potassium (KI), pesés à 0,01 g près dans 100 ml d'eau, puis diluer à 1 l dans un ballon jaugé avec de l'eau.

4.5 Nitrate d'argent, solution alcoolique titrée à 0,1 mol/l.

4.5.1 Préparation.

Dissoudre 17 g de nitrate d'argent (AgNO_3) dans 100 ml d'eau et diluer à 1 l avec du propanol-2 à 99 % (voir alinéa suivant). Conserver dans un flacon en verre foncé et titrer chaque semaine.

Il est important de faire passer l'alcool isopropylique sur une colonne d'alumine activée pour éliminer les peroxydes susceptibles de s'être formés en cours

de stockage. Si les peroxydes ne sont pas éliminés, les résultats seront faux par défaut. Cette opération n'est pas nécessaire si l'alcool a subi un essai qui a montré qu'il était exempt de peroxydes.

4.5.2 Étalonnage.

Pour étalonner, ajouter 6 gouttes d'acide nitrique concentré (HNO_3) ($\rho = 1,42 \text{ g/ml}$) à 100 ml d'eau dans un bécher de forme haute, et éliminer les oxydes d'azote par ébullition pendant 5 min. Refroidir à la température ambiante. Pipetter 5 ml de la solution d'iodure de potassium (4.4) dans le bécher et titrer avec la solution de nitrate d'argent (préparée en 4.5.1) en choisissant le point final au point d'inflexion de la courbe de titrage.

4.6 Nitrate d'argent, solution alcoolique titrée à 0,01 mol/l.

À préparer chaque jour, en diluant à 1 l avec du propanol-2 à 99 %, 100 ml d'une solution alcoolique de nitrate d'argent (4.5) dans une fiole jaugée.

5 Appareillage

5.1 Burette, capacité 10 ml, graduée en 0,05 ml, avec une pointe dépassant d'environ 120 mm en dessous du robinet d'arrêt.

NOTE 1 On peut utiliser des burettes de 10 ml conformes aux spécifications de l'ISO 385-1¹⁾, classe B.

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

L'électrode de référence doit être une électrode de verre, solide, du 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.

5.3 Voltmètre, satisfaisant aux spécifications minimales suivantes:

gamme $\pm 1 \text{ V}$;

sensibilité $\pm 2 \text{ mV}$ sur la gamme entière avec une intensité d'entrée maximale inférieure à $9 \times 10^{-12} \text{ A}$.

NOTE 2 Tout appareillage donnant une fidélité égale ou meilleure conviendra.

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

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