
Norme internationale



3830

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

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

Petroleum products — Gasoline — Determination of lead content — Iodine monochloride method

Deuxième édition — 1981-10-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3830:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b0eb88c4-8227-4661-9653-1a7c9c91d1cb/iso-3830-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b0eb88c4-8227-4661-9653-1a7c9c91d1cb/iso-3830-1981>

CDU 665.73 : 543.24 : 546.815

Réf. n° : ISO 3830-1981 (F)

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

Prix basé sur 3 pages

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 confiée aux comités techniques de l'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 3830 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 3830-1977), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Ghana	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	Hongrie	Portugal
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suède
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Turquie
Canada	Japon	URSS
France	Mexique	USA

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

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

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur totale en plomb des essences contenant des alkyles de plomb à des concentrations comprises entre 0,03 et 1,0 g de plomb par litre.

NOTE — La méthode n'est pas applicable aux essences contenant des additifs manganiques antidétonants.

2 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 à l'EDTA, en présence de xylénol orange comme indicateur.

3 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Acide nitrique, concentré (ρ_{20} 1,42 g/ml).

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

Mélanger 1 volume de solution concentrée d'hydroxyde d'ammonium (ρ_{20} 0,880 g/ml) avec 1 volume d'eau.

3.3 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 (3.5).

3.4 Acétate de sodium, solution tampon acétique.

Dissoudre 23,0 g d'acétate de sodium anhydre dans environ 500 ml d'eau. À l'aide d'une burette, 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.

3.5 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 (ρ_{20} 1,18 g/ml) 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 (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 à l'EDTA). 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.

NOTES

1 Il ne faut jamais utiliser des bouchons en caoutchouc pour fermer des récipients contenant des solutions de monochlorure d'iode.

2 Le monochlorure d'iode réagit avec les ions ammonium dans certaines conditions pour donner le tri-iodure d'azote explosif. Il faut donc absolument éviter de faire entrer ce réactif en contact avec de l'hydroxyde ou des sels d'ammonium.

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

Peser, à $\pm 0,001$ 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 (3.1). 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 , de la solution de nitrate de plomb, en moles par litre, à l'aide de l'équation

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

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

3.7 Disodiuméthylènedinitrilotétraacétate dihydrate (Na_2EDTA), solution titrée à 0,005 mol/l.

3.7.1 Préparation

Dissoudre environ 3,75 g de Na_2EDTA dans 2 000 ml d'eau.

3.7.2 Étalonnage

À l'aide d'une pipette, introduire 25,0 ml de la solution étalon de nitrate de plomb (3.6) 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 (3.9). Titrer avec la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.2) 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 (3.4) et 5 gouttes de la solution de xylénol orange (3.8). En présence de plomb, la solution aura alors une couleur rouge prune. Titrer avec la solution de Na_2EDTA (3.7.1). 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 Na_2EDTA . L'addition d'un excès de solution de Na_2EDTA ne provoque aucun autre changement de couleur au point final.

3.7.3 Calcul

Calculer la concentration c_1 de la solution de Na_2EDTA , à 0,000 01 mol/l près, à l'aide de l'équation

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

où

c_0 est la concentration, en moles par litre, de la solution étalon de nitrate de plomb (3.6);

V est le volume, en millilitres, de la solution de Na_2EDTA , utilisé pour l'étalonnage.

3.8 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 solution (1 + 1) d'acide chlorhydrique (ρ_{20} 1,18 g/ml).

Préparer une nouvelle solution chaque semaine.

3.9 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.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Ampoule à décanter, en verre borosilicaté, avec un bouchon en verre, de capacité 250 ml.

4.2 Fiole conique, en verre borosilicaté, à col large, de capacité 500 ml.

4.3 Verre de montre, en verre borosilicaté, nervuré, d'une grandeur suffisante pour couvrir l'ouverture de la fiole conique (4.2).

NOTE — Bien que les verres de montre nervurés puissent ne pas être 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 Mode opératoire

5.1 Verser 50 ml de la solution de monochlorure d'iode (3.5) et 25 ml du distillat lourd (3.3) dans l'ampoule à décanter (4.1). Mesurer la température de l'échantillon à 0,5 °C près (voir note 1). À l'aide d'une pipette (voir note 2), introduire $25 \pm 0,05$ 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 (4.2). Laver la phase d'essence par trois fois avec 20 ml d'eau et recueillir les eaux de lavage dans la fiole conique.

NOTES

1 Pour les essences qui ont une pression de vapeur Reid supérieure à 0,5 bar (50 kPa), le récipient contenant l'échantillon doit être refroidi à environ 15 °C avant d'en extraire la prise d'essai à analyser.

2 Ne pas aspirer avec la bouche dans la pipette les essences contenant du plomb ou les liquides corrosifs.

5.2 Introduire quelques billes de verre dans la fiole conique, couvrir celle-ci avec le verre de montre (4.3) et porter la solution aqueuse à ébullition modérée sur une plaque chauffante. Lorsque le volume de solution est réduit à 15 ou 20 ml, ajouter lentement, sans retirer la fiole de la plaque chauffante, 5 ml de l'acide nitrique (3.1) 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.

5.3 Verser environ 200 ml d'eau dans la fiole et agiter en tournant pour dissoudre le résidu. Le résidu peut être rapidement dissous en chauffant la solution obtenue, mais il faut laisser refroidir celle-ci avant le titrage. Ajouter plusieurs gouttes de la solution de bleu de bromothymol (3.9) et titrer avec la solution d'hydroxyde d'ammonium (3.2) 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 (3.4) et 5 gouttes de la solution de xylénol orange (3.8). En présence de plomb, la solution aura alors une couleur rouge prune.

5.4 Titrer avec la solution de Na_2EDTA (3.7). La couleur de la solution 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. L'addition d'un excès de solution titrée de Na_2EDTA (sel disodique) ne provoque aucun autre changement de couleur au point final.

5.5 Effectuer une détermination à blanc sur les réactifs, en omettant le stade d'extraction et noter le volume utilisé.

6 Expression des résultats

6.1 Méthode de calcul

Calculer la teneur en plomb, en grammes par litre à 15 °C, à l'aide de la formule (voir la note) :

$$8,288 (V_1 - V_0) c_1 [1 + 0,001 2 (t - 15)]$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de Na₂EDTA (3.7), utilisé pour l'essai à blanc (5.5);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de Na₂EDTA (3.7), utilisé pour le titrage de la prise d'essai;

c_1 est la concentration, en moles par litre, de la solution titrée de Na₂EDTA (3.7);

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

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

Pour le plomb tétraéthyle = 0,946

Pour le plomb tétraméthyle = 0,648

Indiquer le résultat, à 0,002 g près de plomb par litre.

6.2 Fidélité¹⁾

La fidélité de la méthode, chiffrée à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante :

6.2.1 Répétabilité

La différence entre deux 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 :

$$0,003 65 + 0,007 3 A$$

où A est la moyenne des résultats, en grammes de plomb par litre à 15 °C.

6.2.2 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 :

$$0,013 5 + 0,027 A$$

où A est la moyenne des résultats, en grammes de plomb par litre à 15 °C.

7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les indications suivantes :

- le type et l'identification du produit soumis à l'essai;
- la référence de la présente Norme internationale ou d'une norme nationale correspondante;
- le résultat de l'essai (voir 6.1);
- toute modification du mode opératoire spécifié résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- la date de l'essai.

1) 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 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3830:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b0eb88c4-8227-4661-9653-1a7c9c91d1cb/iso-3830-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3830:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b0eb88c4-8227-4661-9653-1a7c9c91d1cb/iso-3830-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3830:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b0eb88c4-8227-4661-9653-1a7c9c91d1cb/iso-3830-1981>