

NORME INTERNATIONALE

ISO
4260

Première édition
1987-04-01



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

Produits pétroliers et hydrocarbures — Dosage du soufre — Méthode de combustion Wickbold

Petroleum products and hydrocarbons — Determination of sulfur content — Wickbold combustion method

(standards.iteh.ai)

ISO 4260:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5554be0-0039-495f-adf7-787ea8b72f72/iso-4260-1987>

Numéro de référence
ISO 4260:1987 (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 normalement 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4260 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 4260:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5554bc0-0039-495f-adf7-787e9c772f72/iso-4260-1987>

Produits pétroliers et hydrocarbures — Dosage du soufre — Méthode de combustion Wickbold

ATTENTION — Le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale prévoit la combustion d'hydrogène dans un appareil en verre, ou en acier inoxydable (dans le cas des oléfines), ce qui présente des risques; aussi toutes les précautions d'emploi doivent être rigoureusement observées.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du soufre total dans les produits pétroliers, le gaz naturel et les oléfines. Elle est applicable aux produits ayant des teneurs en soufre allant de 1 à 10 000 mg/kg, et convient particulièrement aux distillats dont la teneur en soufre total est inférieure à 300 mg/kg. Les prises d'essai de produits visqueux, très aromatiques, ou à haute teneur en soufre, peuvent être d'abord diluées avec un solvant exempt de soufre.

La méthode peut être utilisée pour la détermination de la teneur en soufre total des gaz naturels, des gaz de raffinerie et des produits présentés à l'état liquide au brûleur. Elle peut également être utilisée pour le dosage du soufre volatil dans les produits présentés au brûleur à l'état gazeux après vaporisation de la phase liquide. Elle ne peut pas être utilisée pour la détermination de la teneur en soufre dans les huiles moteurs en service sévère. Pour la détermination de la teneur en soufre dans les oléfines légères, se reporter aux prescriptions du chapitre 13 « Cas particulier ».

NOTES

1 Si nécessaire, la teneur en chlore total dans les produits pétroliers peut être déterminée selon les méthodes de dosages classiques, titrimétriques, gravimétriques ou potentiométriques, des ions chlorure présents dans la solution d'absorption après combustion.

Le chlore inorganique lié devrait être éliminé par extraction à l'eau avant de procéder à la combustion, sinon, des interférences peuvent se produire.

2 Lorsque des produits visqueux ou solides, comme les fiouls lourds et les bitumes sont brûlés dans une nacelle de combustion, une partie du soufre peut être retenue dans les cendres demeurant dans la nacelle. Si cela est le cas, le soufre retenu dans les cendres devrait être dosé dans le résidu.

2 Références

ISO 641, *Verrerie de laboratoire — Assemblages sphériques rodés interchangeables.*

ISO 3170, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Échantillonnage manuel.*

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

ISO 4850, *Protecteurs individuels de l'œil pour le soudage et les techniques connexes — Filtres — Utilisation et spécifications de transmission.*

3 Principe

Les prises d'essai de produits gazeux ou liquides sont passées dans la flamme oxydrique d'un brûleur à aspiration où elles sont brûlées avec un large excès d'oxygène. Les prises d'essai de produits visqueux ou solides sont de préférence dissoutes dans un mélange essence légère/toluène et traitées ensuite comme des prises d'essai de produits liquides; elles peuvent également être brûlées dans un courant d'oxygène, dans une nacelle à combustion.

Les oxydes de soufre obtenus sont transformés en acide sulfurique par absorption dans une solution de peroxyde d'hydrogène. En fonction de la quantité de soufre dans la prise d'essai, les ions sulfate de la solution d'absorption sont dosés comme indiqué dans le tableau 1 et dans le chapitre 9.

Tableau 1 — Relation entre la teneur présumée en soufre, la masse de la prise d'essai et la méthode de dosage recommandée

Teneur présumée en soufre mg/kg	Masse de la prise d'essai ¹⁾ g	Quantité de soufre dans la solution d'absorption µg	Partie aliquote de solution d'absorption	Quantité de soufre dans la partie aliquote µg	Méthode de dosage recommandée pour les différents niveaux de teneurs en soufre		
1	100	100	1/2	50	Conductimétrie (9.4)	Néphélométrie (9.2)	Turbidimétrie (9.3)
	50	50	1/1	50			
	20	20	1/1	20			
5	20	100	1/2	50			
	50	250	1/5	50			
	50	250	1/1	250			
10	5	50	1/1	50	Dosage avec indicateur coloré (9.1)		
	10	100	1/2	50			
	20	200	1/2	100			
30	50	500	1/2	250			
	5	150	1/2	75			
	10	300	1/2	150			
	20	600	1/2	300			
50	50	1 500	1/5	300			
	5	250	1/2	125			
	10	500	1/2	250			
100	30	1 500	1/5	300			
	2	200	1/2	100			
	5	500	1/2	250			
1 000	10	1 000	1/5	200			
	1	1 000	1/5	200			
	2	2 000	1/5	400			
10 000	1	10 000	1/10	1 000			

1) Le volume d'échantillon gazeux nécessaire peut être calculé avec une précision suffisante à partir de la masse volumique et de la masse du gaz. La fidélité donnée dans le chapitre 12 ne s'applique pas aux échantillons gazeux.

4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. Solutions titrées et autres réactifs, tels que spécifiés dans le chapitre 9, pour les différentes méthodes de dosage, et

4.1 Peroxyde d'hydrogène, solution à 3 % (m/m), exempt de soufre.

4.2 Éthanol, à 96 % (V/V), exempt de soufre.

4.3 Mélange exempt de soufre, comprenant 4 volumes d'essence légère (intervalle de distillation 60 à 80 °C) et 1 volume de toluène exempt de soufre (ce mélange sera désigné, dans la suite du texte, sous la dénomination «mélange essence légère/toluène»).

4.4 Oxygène, gaz comprimé, de qualité technique, exempt de soufre.

4.5 Hydrogène, gaz comprimé, de qualité technique, exempt de soufre.

4.6 Acide chlorhydrique, concentré, ρ_{20} 1,19 g/ml.

4.7 Mercure.

4.8 Mélange étalon de disulfure de dihexyle ou de dibenzothiophène.

Dissoudre une masse connue de disulfure de dihexyle ou de dibenzothiophène, pesée à 0,1 mg près, dans le mélange essence légère/toluène (4.3). La concentration de l'un ou l'autre produit sera choisie à partir des plages de concentration en soufre indiquées dans la colonne 1 du tableau 1 en fonction de la méthode de dosage qui sera utilisée.

Le disulfure de dihexyle et le dibenzothiophène contiennent respectivement 27,36 % et 14,7 % (m/m) de soufre.

ATTENTION — Il est recommandé de ne pas conserver les bouteilles de gaz sous haute pression dans le laboratoire.

5 Appareillage

NOTE — Afin de fournir une description détaillée du mode opératoire, la présente Norme internationale se réfère à deux types de brûleurs et à un seul type d'appareil d'absorption.

D'autres types de brûleurs utilisant le principe de combustion d'une prise d'essai dans une flamme oxydrique avec excès d'oxygène peuvent être employés (voir chapitre 13). Ils doivent être utilisés suivant les instructions des constructeurs et être contrôlés à l'aide de prises d'essai étalons de teneur connue en soufre (voir chapitre 10).

Appareillage spécifié dans le chapitre 9, aux paragraphes concernant les différentes méthodes de dosage, et

5.1 Appareil de combustion (voir figure 1 pour une description schématique du dispositif de combustion pour échantillons liquides ou gazeux et figure 2 pour le dispositif de combustion pour échantillons visqueux ou solides), composé essentiellement des éléments suivants :

5.1.1 Manodétendeur (1), pour l'oxygène, gamme 0 à 5 bar (0 à 500 kPa)¹⁾.

5.1.2 Manodétendeur (2), pour l'hydrogène, gamme 0 à 2 bar (0 à 200 kPa)¹⁾.

5.1.3 Débitmètre (3), pour la ligne d'oxygène secondaire, type à flotteur, gamme 20 à 300 l/h, avec une vanne de contrôle de précision.

5.1.4 Débitmètre (4), pour la ligne d'hydrogène, type à flotteur, gamme 20 à 200 l/h, avec une vanne de contrôle de précision.

5.1.5 Débitmètre (5), pour la ligne d'oxygène primaire, type à flotteur, gamme 200 à 2 000 l/h, avec une vanne de contrôle de précision.

5.1.6 Trois récipients de garde pour la pression (6), par exemple des flacons laveurs contenant du mercure (4.7) et de l'huile blanche (voir 8.2), ou trois soupapes métalliques de sécurité. Les vannes d'arrivée doivent être du type à non-retour.

5.1.7 Brise-flamme (7), avec des connexions métalliques.

5.1.8 Indicateur de débit (8), en verre.

5.1.9 Jauge à vide (11), gamme d'environ 0,6 à 1,1 bar (60 à 110 kPa) absolus.

5.1.10 Ligne de vide (12), avec une vanne de vide (9), une connexion à la jauge à vide (11), une connexion avec le robinet (10) à l'indicateur de débit (8).

5.1.11 Fiole jaugée à col étroit (13), de capacité 100 ou 250 ml, munie d'un joint sphérique rodé, ISO 641-S29/15.

5.1.12 Chambre de combustion²⁾ (20), en quartz fondu transparent, réfrigérant (19), absorbeur (17), filtre à plaque en verre fritté (16) de 1,6 mm de diamètre de pore, chambre de purge (15), robinet à trois voies (14) et joint sphérique rodé, ISO 641-S29/15, assemblés en une seule pièce. La chambre de combustion, le réfrigérant et l'absorbeur sont enfermés dans une jaquette de refroidissement à l'eau.

5.1.13 Brûleur²⁾ (21), en acier inoxydable ou en quartz fondu transparent. Pour les produits gazeux ou liquides, le brûleur doit être du type à aspiration (voir figure 1). Un brûleur en acier inoxydable peut être utilisé en alternative et un tel brûleur doit être utilisé pour les oléfines légères (voir figure 3).

5.1.14 Robinet (18), monté sur la ligne reliant le récipient de solution d'absorption et l'absorbeur (17).

5.1.15 Récipient pour prise d'essai (22). L'ensemble du dispositif de combustion représenté à la figure 1 comporte un récipient pour prise d'essai, constitué par une fiole conique de capacité 100 ml environ. (Voir également 8.6.1 à 8.6.4.) Dans les essais sur des échantillons très volatils, la fiole conique doit être placée dans un vase de Dewar ou autre récipient analogue. La fiole est maintenue en place à l'aide d'un dispositif de support réglable.

L'ensemble du dispositif de combustion représenté à la figure 2 comporte une nacelle de combustion comme récipient pour prise d'essai.

5.1.16 Compteur pour échantillon gazeux. Un compteur à gaz sec, relié à une vanne de précision, doit être utilisé pour mesurer la quantité de la prise d'essai dans le cas d'échantillons gazeux, à moins qu'elle ne soit déterminée par pesée. La capacité du compteur doit être appropriée à la quantité d'échantillon à brûler et le compteur doit avoir été étalonné peu de temps avant.

5.1.17 Raccords. Pour raccorder les bouteilles d'oxygène et d'hydrogène aux débitmètres (3), (4) et (5), employer des tuyaux en métal «haute pression». Les autres tuyaux des circuits peuvent être en élastomère, par exemple élastomère aux silicones.

5.1.18 Bec Bunsen.

5.1.19 Balance analytique.

1) 1 Pa = 1 N/m² = 10⁻⁵ bar

2) Le brûleur et la chambre de combustion représentés sont protégés par un brevet dans certains pays. Des informations sur ce sujet pourront être obtenues auprès des fournisseurs locaux. Toutefois, il est possible que la plupart de ces brevets ne soient plus en vigueur.

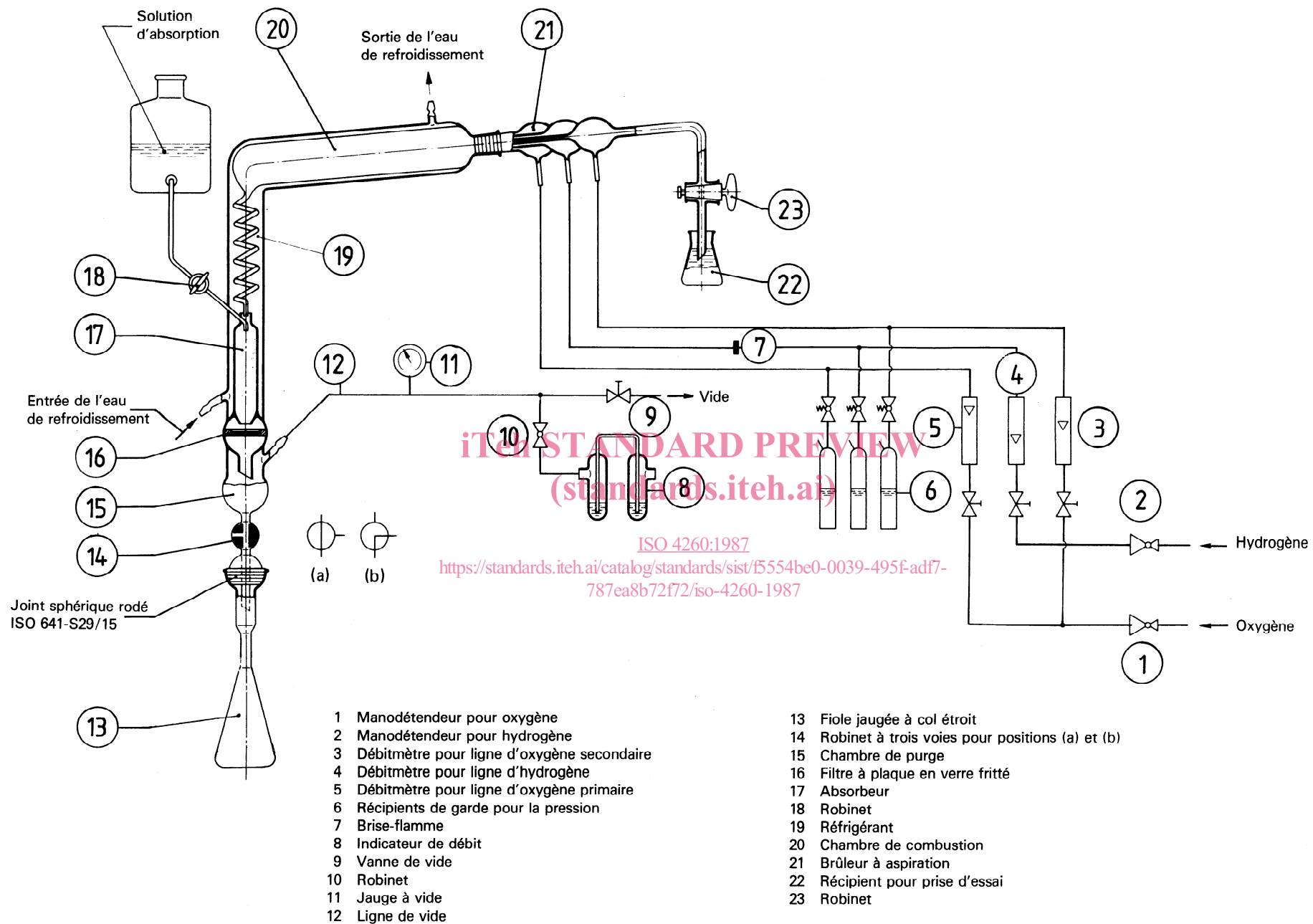
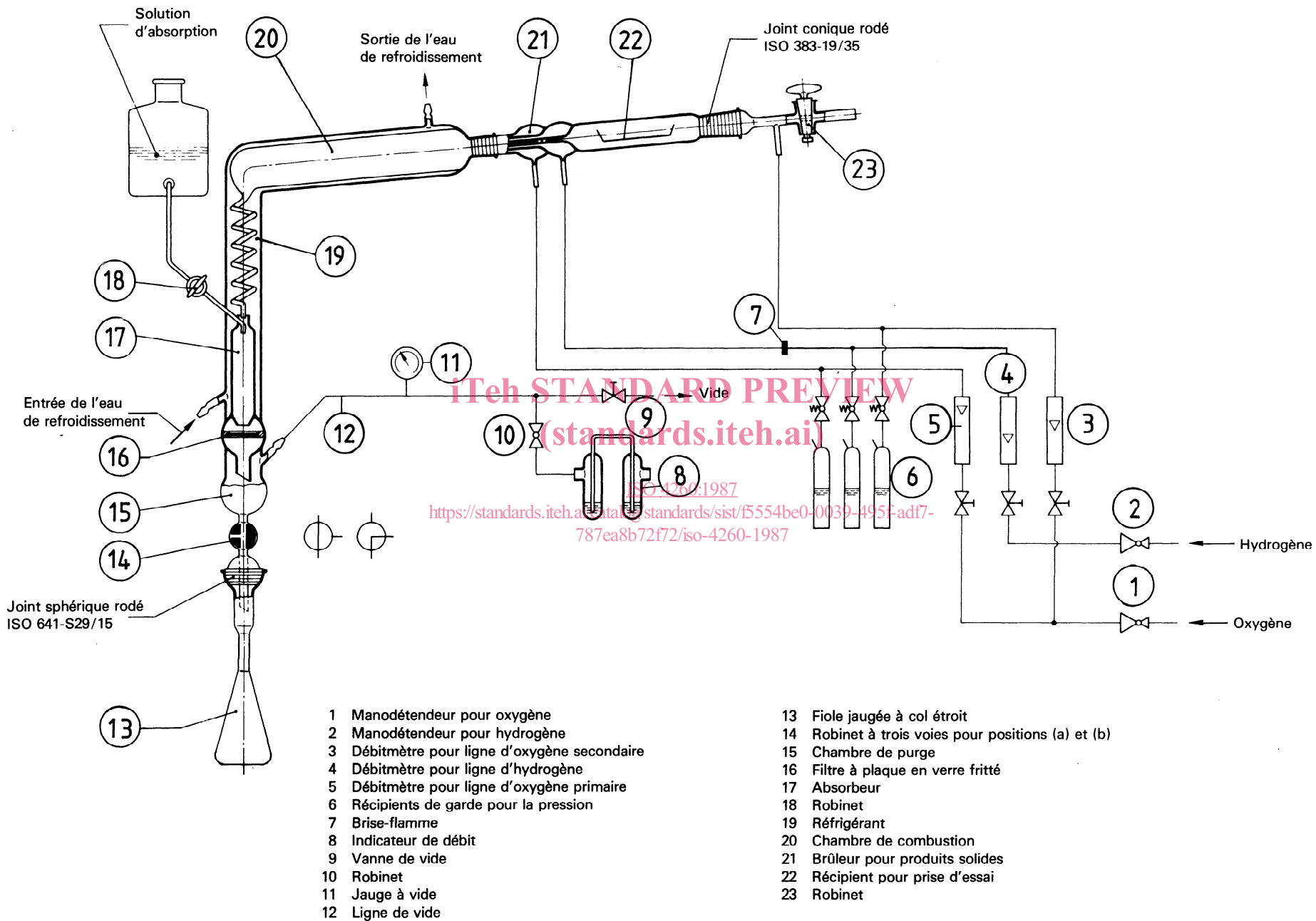


Figure 1 — Plan schématique de l'appareillage de combustion pour échantillons liquides ou gazeux



- | | | | |
|----|--|----|---|
| 1 | Manodétendeur pour oxygène | 13 | Fiole jaugée à col étroit |
| 2 | Manodétendeur pour hydrogène | 14 | Robinet à trois voies pour positions (a) et (b) |
| 3 | Débitmètre pour ligne d'oxygène secondaire | 15 | Chambre de purge |
| 4 | Débitmètre pour ligne d'hydrogène | 16 | Filtre à plaque en verre fritté |
| 5 | Débitmètre pour ligne d'oxygène primaire | 17 | Absorbeur |
| 6 | Récipients de garde pour la pression | 18 | Robinet |
| 7 | Brise-flamme | 19 | Réfrigérant |
| 8 | Indicateur de débit | 20 | Chambre de combustion |
| 9 | Vanne de vide | 21 | Brûleur pour produits solides |
| 10 | Robinet | 22 | Réceptacle pour prise d'essai |
| 11 | Jauge à vide | 23 | Robinet |
| 12 | Ligne de vide | | |

Figure 2 — Plan schématique de l'appareillage de combustion pour échantillons solides ou visqueux

5.2 Dispositifs de sécurité

5.2.1 Écran, par exemple un verre de sécurité, ou une toile métallique serrée, ou une plaque en plastique transparent, ou tout autre procédé équivalent, pour faire écran devant le brûleur, la chambre de combustion et l'absorbeur.

5.2.2 Paire de lunettes protectrices filtrantes, capables d'absorber le rayonnement dangereux provoqué par la combustion, devant être portées par l'opérateur. Une paire de lunettes pour soudure autogène donne satisfaction (voir ISO 4850).

5.2.3 Électrovannes de sécurité, capables de couper le courant d'hydrogène: l'une sur le circuit de l'eau de réfrigération qui ne fonctionne qu'en cas d'arrêt de l'arrivée d'eau, et l'autre sur le circuit de vide (12) qui ne fonctionne qu'au cas où il y a une variation de la dépression dans la chambre de combustion.

6 Échantillonnage

Les échantillons pour essai doivent être prélevés suivant les règles appropriées à l'échantillonnage de produits pétroliers. Des modes opératoires propres à l'échantillonnage fait à partir de stockage en vrac et à l'échantillonnage automatique fait à partir d'oléoducs, sont respectivement spécifiés dans l'ISO 3170 et l'ISO 3171. Pour les produits gazeux, un échantillonnage et des analyses sur ligne sont recommandés.

7 Importance de la prise d'essai

L'importance de la prise d'essai dépend de la teneur en soufre de l'échantillon et de la méthode de dosage employée pour déterminer la teneur en soufre. Les masses de prises d'essai requises en fonction des teneurs en soufre et des méthodes de dosage sont indiquées dans le tableau 1.

8 Mode opératoire à suivre pour la combustion

8.1 Nettoyage de l'appareillage

Une propreté scrupuleuse des récipients pour prises d'essai et de l'appareillage est indispensable. Laver les récipients pour prises d'essai, lignes, robinets et raccords, utilisés pour les gaz et gaz de pétrole liquéfiés, avec le mélange essence légère/toluène (4.3) jusqu'à ce que la teneur en soufre des rinçages, déterminée selon le mode opératoire pour les produits liquides, soit négligeable. Vérifier que les récipients sont exempts de solvant avant l'introduction des prises d'essai. La verrerie et les appareils en silice peuvent être nettoyés avec un détergent concentré, mais doivent ensuite être rincés soigneusement avec de l'eau pour éliminer les composés soufrés. Un nettoyage plus poussé peut être réalisé à l'aide d'un agent de nettoyage (dichromate/acide nitrique). Les appareils en silice peuvent être nettoyés par chauffage dans un four à moufle.

Il est préférable de destiner une série de récipients pour prises d'essai et appareils en verre et en silice aux échantillons à basse teneur en soufre et d'en conserver une seconde série pour les échantillons à haute teneur en soufre.

NOTE — Après chaque essai ou série d'essais, la chambre de combustion doit être lavée soigneusement avec de l'acide chlorhydrique (4.6) dilué (1 + 1) et avec de l'eau.

8.2 Assemblage de l'appareillage

Pour les essais sur des échantillons liquides ou gazeux, assembler l'appareillage soigneusement nettoyé comme indiqué sur la figure 1; pour les échantillons visqueux ou solides, assembler l'appareillage soigneusement nettoyé comme indiqué sur la figure 2.

Remplir les trois récipients de garde (6) avec du mercure (4.7) jusqu'à un niveau de 300 mm environ et compléter sur 20 mm environ avec de l'huile blanche, ou régler les soupapes de sécurité à une valeur de pression équivalente.

Remplir l'indicateur de débit (8) avec de l'eau jusqu'à ce que le niveau dans les deux compartiments atteigne 30 mm environ.

Dans l'assemblage représenté à la figure 1, maintenir le brûleur à aspiration (21) en position à l'aide d'un fil ou serpentín de fil métallique de longueur appropriée.

Vérifier que les dispositifs de sécurité (voir 5.2) sont en place.

8.3 Préparation de l'appareillage

Faire circuler un courant rapide d'eau froide, suivant le sens indiqué sur les figures 1 et 2, dans la jaquette de refroidissement entourant la chambre de combustion, le réfrigérant et l'absorbeur.

Remplir le réservoir de la solution d'absorption avec de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.1).

Régler le manodétendeur pour oxygène (1) à une pression de sortie de 1 bar (100 kPa) et le manodétendeur pour hydrogène (2) à une pression de sortie de 0,5 bar (50 kPa). Vérifier que les vannes des débitmètres (3), (4) et (5) sont fermées. Tourner le robinet à trois voies (14) en position (a).

Enlever le brûleur (21) et ouvrir le robinet (10) en amont de l'indicateur de débit (8). Ouvrir la vanne placée en amont du débitmètre (5) pour obtenir un débit d'oxygène de 600 à 800 l/h dans la ligne d'oxygène primaire, et ouvrir la vanne placée en amont du débitmètre (3) pour obtenir un débit d'oxygène de 100 à 200 l/h dans la ligne d'oxygène secondaire. Replacer le brûleur (21) et, en même temps, ouvrir la vanne de vide (9) jusqu'à ce que l'indicateur de débit (8) retombe à zéro. Fermer le robinet (10).

Régler la vanne de vide (9) de façon que la jauge à vide (11) indique une pression absolue de 0,135 à 0,35 bar (13,5 à 35 kPa).

8.4 Allumage de la flamme oxhydrique

8.4.1 Brûleur à aspiration (voir figure 1)

Retirer le brûleur à aspiration (21) de la chambre de combustion (20). Ouvrir la vanne placée en amont du débitmètre (4) pour obtenir un débit d'hydrogène de 200 l/h environ (voir note 2). Laisser l'hydrogène s'écouler librement durant 30 s environ, allumer la flamme oxhydrique à l'aide d'un allumeur électrique ou d'une mèche. Ne pas utiliser d'allumettes.

ATTENTION — Porter des lunettes de sécurité (voir 5.2.2).

NOTES

1 Le présent mode opératoire est modifié lors de la combustion de certains échantillons gazeux (voir 8.6.1).

2 Lorsque le brûleur est balayé par l'hydrogène, veiller à ce que l'hydrogène sortant de l'orifice du brûleur n'entre pas dans la chambre de combustion; dans le cas contraire, des dégâts pourraient se produire au moment de l'allumage du brûleur.

Replacer le brûleur à aspiration (21), en évitant le contact entre le joint rodé de la chambre de combustion (20) et la flamme oxydrique. À l'aide de la vanne placée en amont du débitmètre (4), régler le débit d'hydrogène de façon à obtenir une longueur de flamme oxydrique de 10 à 20 mm, ce qui entraîne une chute de pression sur la jauge à vide (11). Réajuster le vide à 0,135 à 0,35 bar (13,5 à 35 kPa) au moyen de la vanne de vide (9). Il est important de maintenir ce vide pour assurer une combustion régulière.

S'il est prévu d'effectuer un essai à blanc sur les gaz, la durée de la combustion doit être notée.

8.4.2 Brûleur pour produits solides (voir figure 2)

Le paragraphe 8.4.1 s'applique également à l'allumage de la flamme oxydrique dans le cas du brûleur (21) pour produits solides.

8.5 Contrôle de l'alimentation en solution d'absorption

Tourner le robinet (18) de façon que l'alimentation en solution d'absorption soit réglée à un débit de 1 à 5 gouttes par seconde.

8.6 Combustion de la prise d'essai

8.6.1 Échantillons pour essai de produit gazeux (généralités)

8.6.1.1 Dans le mode opératoire habituel, les échantillons sont brûlés dans une flamme oxydrique; cependant, les échantillons de gaz naturels contiennent souvent très peu de soufre (environ 1 mg/kg), aussi est-il nécessaire de brûler des prises d'essai plus importantes. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire d'utiliser une flamme oxydrique comme flamme d'appoint pour la combustion des gaz, car ceux-ci peuvent être brûlés directement dans un courant d'oxygène comme spécifié en 8.6.2.

NOTE — Les modes opératoires spécifiés en 8.6.1 et 8.6.2 s'appliquent aux prises d'essai prélevées directement à partir d'un échantillon en vrac ou contenu dans un grand récipient. Par ailleurs, cette prise d'essai peut être constituée de la quantité totale d'échantillon gazeux contenue dans le récipient; dans ce cas, la quantité de prise d'essai peut être obtenue par pesée du récipient avant et après la combustion. Il est important de s'assurer que toute la prise d'essai a été transférée dans la chambre de combustion.

8.6.1.2 Laisser la prise d'essai de produit gazeux s'écouler du récipient contenant l'échantillon jusqu'à la ligne d'alimentation du brûleur à aspiration (21) à travers une vanne de précision et un compteur à gaz sec. Une vanne de sécurité limitant la pression peut être placée avant le compteur.

Régler la vanne de vide (9) et le robinet (23) de façon à obtenir une flamme atteignant les 3/4 de la longueur de la chambre de combustion (20). Veiller à ce que la flamme ne s'allonge pas jusqu'à toucher le serpentin du réfrigérant.

S'assurer que, pendant la combustion, la jauge à vide (11) indique un vide stable.

8.6.1.3 Lorsqu'un volume suffisant de prise d'essai est brûlé (voir tableau 1), fermer la vanne du compteur à gaz. Pincer la ligne de raccordement entre le compteur à gaz et la ligne d'alimentation du brûleur de façon à pousser le gaz restant dans la ligne d'alimentation vers le brûleur à aspiration (21) et le brûler. Fermer le robinet (18) pour arrêter l'alimentation en solution d'absorption.

NOTE — Si la prise d'essai correspond à la totalité du contenu du récipient pour échantillons gazeux et si cette prise d'essai est complètement brûlée, introduire dans le récipient, par deux fois, une partie de mélange essence légère/toluène (4.3) correspondant à environ 2 % du volume du récipient, de façon à dissoudre tout ce qui aurait pu rester de prise d'essai et brûler chacune de ces parties dans la flamme oxydrique.

8.6.1.4 Arrêter le courant d'hydrogène en fermant la vanne placée en amont du débitmètre (4). Lorsque l'extrémité du brûleur est visiblement libre de particules incandescentes, couper les deux courants d'oxygène en fermant les vannes placées en amont des débitmètres (3) et (5), et retirer immédiatement le brûleur à aspiration de la chambre de combustion.

8.6.1.5 Rincer de plusieurs jets d'eau distillée les parois intérieures de la chambre de combustion de façon à entraîner tous les produits de combustion résiduels à travers le réfrigérant et l'absorbant dans la fiole jaugée à col étroit (13).

8.6.1.6 Tourner le robinet à trois voies (14) en position (b) pour remettre la fiole jaugée (13) à la pression atmosphérique et enlever ensuite cette fiole. Fermer la vanne de vide (9) et ouvrir le robinet (10).

NOTE — Si une série de prises d'essai doit être brûlée, il n'est pas besoin d'éteindre la flamme oxydrique et de couper le vide après la combustion de chaque prise. Après avoir brûlé la première prise d'essai, couper l'alimentation en solution d'absorption et retirer le brûleur allumé (21) de la chambre de combustion (20). Après avoir rincé à l'eau distillée la chambre de combustion (voir 8.6.1.5), remplacer la fiole jaugée (13) par une autre et réintroduire le brûleur dans la chambre de combustion.

8.6.2 Échantillons pour essai de produits gazeux (à basse teneur en soufre)

8.6.2.1 Remplacer la ligne d'alimentation en hydrogène du brûleur à aspiration (21) par la ligne d'alimentation en prise d'essai gazeuse. Cette ligne d'alimentation doit comporter une vanne de précision et un compteur à gaz sec (5.1.16) et peut également comporter une vanne de limitation de pression avant le compteur. Préparer l'appareillage comme spécifié de 8.1 à 8.3, mais ne pas allumer le brûleur comme spécifié en 8.4.

8.6.2.2 Retirer le brûleur à aspiration (21) de la chambre de combustion (20), laisser l'échantillon gazeux s'écouler à travers la vanne de précision et le compteur à gaz sec jusqu'au brûleur. Laisser le robinet (23) fermé. Laisser le gaz s'écouler librement durant 30 s environ avant de l'enflammer à l'aide d'une mèche ou d'un allumeur électrique. Ne pas utiliser d'allumettes. Remettre le brûleur à aspiration dans la chambre de combustion, en évitant tout contact de la flamme avec le joint de la

chambre de combustion. Régler la vanne de vide (9) et la vanne de précision de la ligne d'alimentation en prise d'essai gazeuse, de façon à obtenir une flamme atteignant les 3/4 de la longueur de la chambre de combustion (20). Veiller à ce que la flamme ne s'allonge pas jusqu'à toucher le serpentin du réfrigérant. S'assurer que, pendant la combustion, la jauge à vide (11) indique un vide stable.

8.6.2.3 Lorsqu'un volume suffisant de prise d'essai est brûlé (voir tableau 1), fermer la vanne de précision. Pincer la ligne de raccordement entre le compteur à gaz et la ligne d'alimentation du brûleur de façon à pousser le gaz restant dans la ligne d'alimentation vers le brûleur à aspiration (21) et faire brûler le plus possible. Dans le cas d'échantillons à basse teneur en soufre, la quantité de produit imbrûlé n'est pas suffisante pour introduire une erreur significative. Fermer le robinet (18) pour arrêter l'alimentation en solution d'absorption.

NOTE — Si la prise d'essai correspond à la totalité du contenu du récipient pour échantillons gazeux, procéder comme spécifié dans la note en 8.6.1.3.

8.6.2.4 Lorsque l'extrémité du brûleur est visiblement libre de particules incandescentes, couper les deux courants d'oxygène en fermant les vannes placées en amont des débitmètres (3) et (5), et retirer immédiatement le brûleur à aspiration de la chambre de combustion. Procéder comme spécifié en 8.6.1.5 et 8.6.1.6 (sans tenir compte de la note).

8.6.3 Échantillons pour essai de gaz de pétrole liquéfiés

Depuis le récipient de stockage, transvaser une prise d'essai prélevée sur l'échantillon pour essai dans une bouteille d'échantillonnage, en restant toujours en phase liquide. Faire passer le liquide de cette bouteille dans un serpentin de vaporisation à une température de 60 à 80 °C et amener ensuite le gaz obtenu dans le brûleur à aspiration (21) au moyen de la ligne d'alimentation.

Régler la taille de la flamme comme spécifié en 8.6.1.2 (sans tenir compte du premier alinéa), régler si nécessaire le débit d'oxygène et effectuer la combustion (voir la note en 8.6.4.2) en procédant comme spécifié de 8.6.1.3 à 8.6.1.6.

Calculer la quantité de prise d'essai utilisée par différence de pesée entre la bouteille vide et la bouteille pleine. Généralement, une quantité de 30 à 50 g est suffisante.

8.6.4 Échantillons pour essai de produits liquides

Les hydrocarbures liquides, jusqu'au fioul léger, peuvent être brûlés par alimentation directe dans la flamme oxhydrique. Les huiles lubrifiantes exemptes de cendres, et les produits pétroliers ayant des viscosités supérieures à celles du fioul léger peuvent être également brûlés dans l'appareillage représenté à la figure 1, après dilution avec le mélange essence légère/toluène (4.3).

ATTENTION — Les liquides dont la volatilité est comparable à celle de l'isopentane peuvent être la cause d'explosions. De tels échantillons devront être mélangés avant combustion à un solvant à point d'ébullition élevé, tel que l'iso-octane.

8.6.4.1 Peser, à 0,05 g près, une prise d'essai (voir tableau 1) dans le récipient pour prise d'essai (22) préalablement taré. Placer le récipient contenant la prise d'essai sur un support réglable et au-dessous de l'extrémité libre de la ligne d'alimentation du brûleur à aspiration (21). Soulever le récipient pour prise d'essai jusqu'à ce que la ligne d'alimentation atteigne le fond de celui-ci.

8.6.4.2 Augmenter le vide avec précaution à l'aide de la vanne de vide (9) de façon que la prise d'essai soit doucement aspirée vers la flamme oxhydrique. Régler la vanne de vide (9) jusqu'à ce que la flamme atteigne approximativement les 3/4 de la longueur de la chambre de combustion (20), ce qui correspond à un débit pour la combustion de 3 à 5 ml/min environ. S'assurer que la flamme est exempte de fumée et ne touche pas le serpentin du réfrigérant.

NOTE — Si une prise d'essai ne brûle pas facilement, vérifier la pression indiquée par la jauge à vide (11). La combustion peut être améliorée en réglant la vanne de précision placée en amont du débitmètre (3) de façon à augmenter le débit d'oxygène secondaire. Régler de nouveau la pression à la jauge à vide (11).

En variante, la combustion peut être améliorée en réduisant l'écoulement du liquide à l'aide du robinet (23) placé sur la ligne d'alimentation.

8.6.4.3 Lorsque la prise d'essai est complètement brûlée, introduire à deux reprises 2 ml d'éthanol (4.2) dans le récipient pour prise d'essai (22), pour entraîner les résidus non brûlés et brûler chaque quantité de 2 ml dans la flamme oxhydrique. Pour entraîner les produits pétroliers à point d'ébullition élevé, utiliser le mélange essence légère/toluène (4.3).

8.6.4.4 Arrêter les lignes d'hydrogène et d'oxygène comme spécifié en 8.6.1.4. Enlever la fiole jaugée (13), fermer la vanne de vide (9) et ouvrir le robinet (10) en procédant comme spécifié en 8.6.1.5 et 8.6.1.6.

NOTE — Pour la combustion de séries de prises d'essai, voir la note en 8.6.1.6.

8.6.5 Échantillons pour essai de carburants contenant du plomb (voir la note en 12.2)

8.6.5.1 Autres modes opératoires

Si la teneur en plomb de l'échantillon est connue avec précision, le mode opératoire par combustion directe spécifié en 8.6.5.3 peut être suivi.

Si cependant la teneur en plomb n'est pas connue, ou est connue, mais si la valeur de l'expression

$$\text{concentration en plomb} \times \frac{32}{207}$$

est significative par rapport à la concentration en soufre recherchée, il sera préférable d'utiliser le mode opératoire par extraction spécifié en 8.6.5.2.

NOTE — Si le mode opératoire spécifié en 8.6.5.3 est utilisé, l'oxyde de plomb produit pendant la combustion peut se condenser sur le brûleur et provoquer une combustion parasite; il se peut également que des traces d'oxyde de plomb restent dans l'appareil et interfèrent sur les résultats d'essais suivants pratiqués sur des échantillons exempts de plomb, si le dosage au Thorin (9.1) est choisi.

8.6.5.2 Carburants à teneur en plomb inconnue

Introduire une prise d'essai de 100 ml environ et 50 ml d'acide chlorhydrique (4.6) dans un appareil d'extraction (voir figure 4). Pour éviter toute perte de constituants volatils, faire passer un courant d'eau glacée à travers le réfrigérant à reflux. Extraire durant 5 min environ, à partir du début de l'ébullition. Après refroidissement et séparation des phases, soutirer la couche d'acide chlorhydrique et l'éliminer. Laver le carburant avec de l'eau jusqu'à ce que les eaux de lavage soient neutres au méthylorange. Brûler ensuite le carburant comme un échantillon liquide.

NOTE — S'il est prévu d'utiliser le dosage turbidimétrique spécifié en 9.3, cette procédure d'extraction peut être omise et la prise d'essai peut être brûlée comme un échantillon liquide (voir 8.6.4). S'il n'est pas utilisé d'extraction, seul le dosage turbidimétrique doit être utilisé.

8.6.5.3 Carburants à teneur en plomb connue

Brûler la prise d'essai sans extraction et utiliser le dosage au Thorin (9.1). Appliquer la correction pour le plomb prévue en 9.1.7.2 à la teneur en soufre calculée (voir 9.1.7.1).

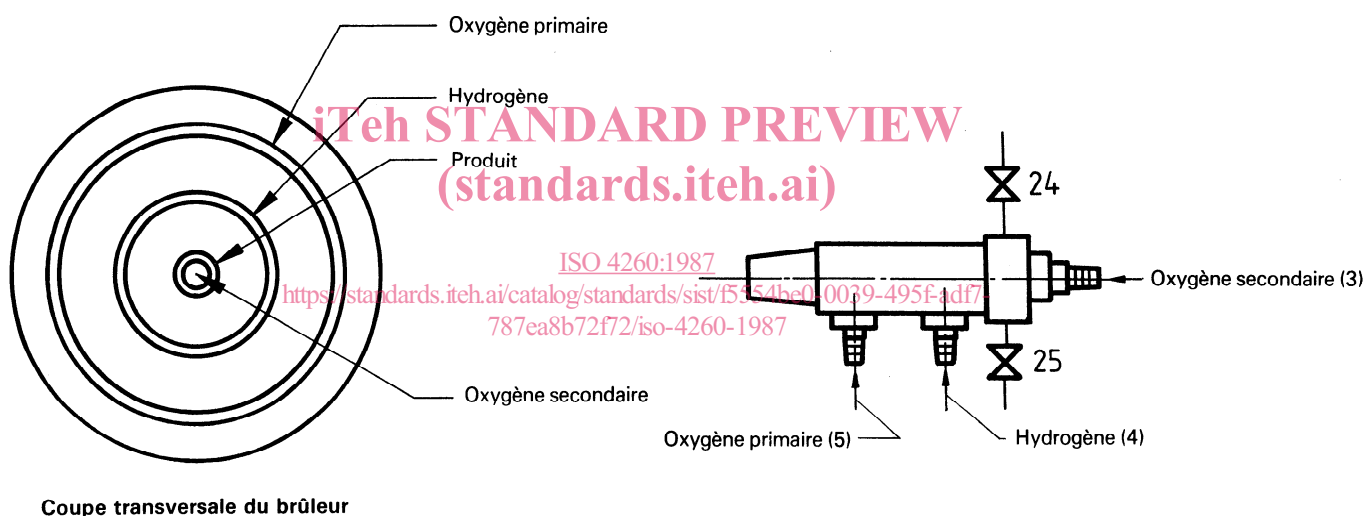


Figure 3 — Brûleur en acier inoxydable pour les oléfines