
Norme internationale



6615

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

Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode Conradson

Petroleum products — Determination of carbon residue — Conradson method

Première édition — 1983-10-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6615:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f517ba4c-c530-49aa-a575-c140e069729b/iso-6615-1983>

CDU 665.7 : 543.814

Réf. n° : ISO 6615-1983 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, essai, dosage, carbone, évaporation, matériel d'essai, résultats d'essai.

Prix basé sur 7 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 6615 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f517ba4c-c530-49aa-a575-c140e069729f/iso-6615-1983>

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Portugal
Allemagne, R.F.	Espagne	Roumanie
Australie	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Sri Lanka
Belgique	Inde	Suède
Brésil	Israël	Suisse
Bulgarie	Italie	Turquie
Canada	Japon	URSS
Chine	Pérou	USA
Corée, Rép. de	Pologne	Vénézuéla

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques:

Pays-Bas

Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode Conradson

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de déterminer la quantité du résidu de carbone restant après évaporation et pyrolyse d'une huile. Elle est destinée à donner une certaine indication de la tendance relative à former du coke. La méthode s'applique d'une manière générale à des produits pétroliers relativement non volatils, qui se décomposent partiellement lors d'une distillation à la pression atmosphérique. Les produits pétroliers contenant des constituants formant des cendres selon ISO 6245 donnent un résidu de carbone trop élevé, qui dépend de la quantité de cendres formées.

NOTES

1 L'expression « résidu de carbone » est utilisée dans la présente Norme internationale pour désigner le résidu charbonneux formé après évaporation et pyrolyse d'un produit pétrolier. Le résidu n'est pas entièrement composé de carbone, mais il s'agit d'un coke qui peut subir une modification ultérieure par pyrolyse. L'expression « résidu de carbone » est encore utilisée dans la présente Norme internationale, mais uniquement par référence à son utilisation très répandue.

2 Les valeurs obtenues par cette méthode ne sont numériquement pas identiques à celles obtenues selon ISO 4262. De même, aucune corrélation satisfaisante n'a été observée entre les résultats des deux méthodes pour tous les produits susceptibles de faire l'objet d'un essai, car l'essai du résidu de carbone s'applique à une grande variété de produits pétroliers. Le résidu de carbone Conradson trouve son utilisation pour caractériser les charges des unités de cokéfaction, les fuels lourds résiduels, etc, qui ne peuvent être facilement introduits dans l'ampoule de l'appareil de Ramsbottom, et quand il est souhaitable d'étudier le résidu ou d'effectuer des essais supplémentaires sur celui-ci.

1.2 Le résidu de carbone du combustible pour brûleurs sert d'approximation grossière à la tendance de ce combustible à former des dépôts dans des brûleurs à vaporisation de types pot de combustion ou à manchon. De même, et à la condition qu'il n'y ait pas de nitrate d'amyle (ou bien, en présence de nitrate d'amyle, à la condition que l'essai soit effectué sur le combustible de base, sans additif), le résidu de carbone des combustibles diesel présente une corrélation approximative avec les dépôts dans les chambres de combustion.

1.3 Le résidu de carbone des gas-oils est une indication utile dans la fabrication du gaz à partir du gas-oil, tandis que la valeur du résidu de carbone des pétroles bruts résiduels des huiles de base pour cylindres et des bright stock est une indication utile dans la fabrication des lubrifiants.

1.4 Il convient de noter les anomalies suivantes :

a) Huiles moteurs. Le résidu de carbone des huiles moteurs, qui était autrefois considéré comme une bonne indication de la quantité de dépôts charbonneux qu'une huile moteur pourrait former dans la chambre de combustion d'un moteur, est maintenant considéré comme ayant une signification douteuse, en raison de la présence d'additifs dans de nombreuses huiles. Par exemple, un additif détergent formant des cendres peut augmenter le résidu de carbone d'une huile mais réduira généralement sa tendance à former des dépôts.

b) Combustibles diesel. Le résidu de carbone des combustibles diesel contenant du nitrate d'amyle est faux par excès. Cependant, si l'essai est réalisé sur des combustibles diesel ne contenant pas de nitrate d'amyle, ou bien sur le combustible de base avant son mélange avec le nitrate d'amyle, l'on aura une corrélation approximative entre le résidu de carbone et les dépôts dans la chambre de combustion.

c) Produits pétroliers contenant des additifs formant des cendres. Ces produits peuvent conduire à des résidus de carbone ne présentant pas de corrélation avec la tendance à former des dépôts, et ces résidus de carbone peuvent être plus élevés que la tendance correspondante à former des dépôts.

2 Références

ISO 3405, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation.*

ISO 4262, *Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode Ramsbottom.*

ISO 6245, *Produits pétroliers — Détermination des cendres.*

3 Principe

Une masse connue du produit à examiner est introduite dans un creuset et soumise à une distillation destructive. Le résidu est soumis à des réactions de craquage et de cokéfaction pendant une période fixe, correspondant à un chauffage très fort. À la fin de la période spécifiée de chauffage, le creuset d'essai contenant le résidu charbonneux est refroidi dans un dessiccateur, puis pesé. On calcule le résidu restant, en pourcentage de la masse initiale, et on l'appelle le résidu Conradson.

4 Appareillage

4.1 Creuset de porcelaine, de forme évasée, entièrement vernissé, ou creuset de silice; capacité 29 à 31 ml, diamètre intérieur 46 à 49 mm à sa partie supérieure. Creuset de porcelaine 1/45, décrit dans l'ISO 1772.

4.2 Creuset de Skidmore, en fer, muni d'une bague et d'une bride, d'une capacité de 65 à 82 ml; au niveau de la bride, le diamètre intérieur est de 53 à 57 mm et le diamètre extérieur de 60 à 67 mm; sa hauteur est de 37 à 39 mm. Le creuset est livré avec un couvercle, sans les tubes d'alimentation. L'ouverture verticale est fermée. L'ouverture horizontale, d'environ 6,5 mm, doit être maintenue propre. Le diamètre extérieur du fond plat doit être compris entre 30 et 32 mm.

4.3 Creuset en fer embouti, avec couvercle, diamètre extérieur 78 à 82 mm à sa partie supérieure, hauteur 58 à 60 mm, épaisseur approximative 0,8 mm. Placer sur le fond du creuset, et niveler avant chaque essai, une couche d'environ 25 ml de sable sec, ou bien suffisamment pour amener le creuset de Skidmore, avec son couvercle, au voisinage de la partie supérieure du creuset en tôle.

4.4 Support triangulaire en fil métallique, formé d'un fil nu de Nichrome, d'environ 2,0 à 2,3 mm, possédant une ouverture suffisamment faible pour supporter le fond du creuset de

fer embouti au même niveau que le fond du bloc isolant ou de la boîte en tôle creuse (4.6).

4.5 Hotte circulaire en tôle, diamètre 120 à 130 mm, la hauteur du côté vertical inférieur devant être comprise entre 50 et 53 mm, garnie à sa partie supérieure d'une cheminée de 50 à 60 mm de hauteur et de 50 à 56 mm de diamètre intérieur, laquelle est fixée à la partie inférieure (possédant les côtés verticaux) par une partie tronçonnique, ce qui porte la hauteur totale de la hotte à 125 à 130 mm. La hotte peut être faite d'une seule pièce de métal, pourvu que les dimensions ci-dessus soient respectées. Pour donner une idée de la hauteur de la flamme au-dessus de la cheminée, il faut fixer une anse, en un fil de fer ou de Nichrome d'environ 3 mm, et ayant une hauteur de 50 mm, au-dessus du haut de la cheminée.

4.6 Bloc isolant en céramique, thermo-résistant, bague isolante, ou boîte en tôle creuse, de diamètre 150 à 175 mm s'il est circulaire, ou de 150 à 175 mm de côté s'il est carré, épaisseur 32 à 38 mm, et présentant une ouverture centrale tronçonnique inversée, doublée de métal, de 83 mm de diamètre à la base et de 89 mm de diamètre à la partie supérieure. Dans le cas de la bague réfractaire, un revêtement métallique n'est pas nécessaire, du moment que la bague est en un matériau dur et thermorésistant.

4.7 Brûleur, du type Meker ou équivalent, possédant un orifice de diamètre approximatif 25 mm.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6615:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f517ba4c-c530-49aa-a575-c140e069729b/iso-6615-1983>

Dimensions en millimètres

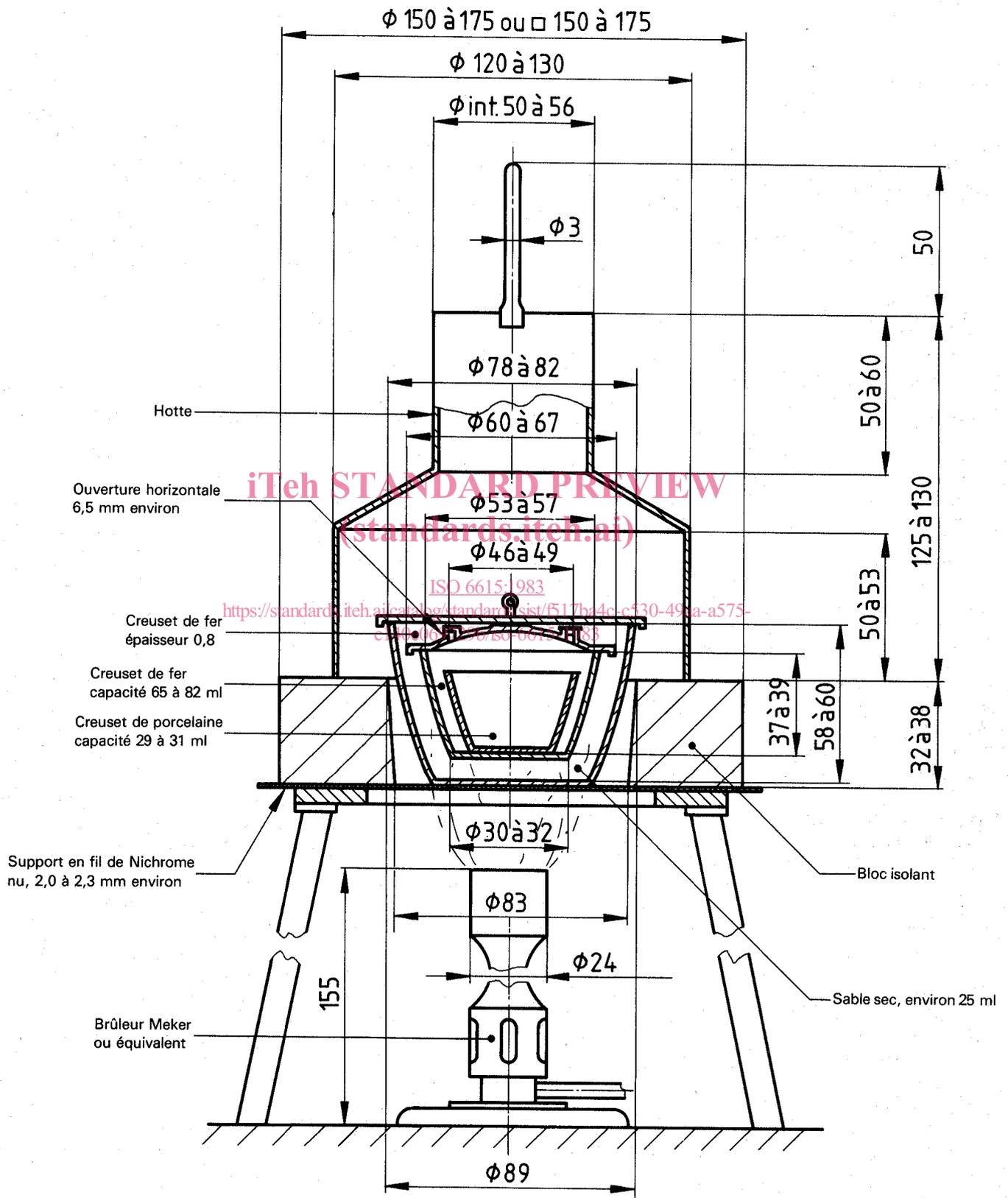


Figure 1 — Appareil pour la détermination du résidu Conradson

5 Échantillon

Prendre un échantillon représentatif du produit soumis à l'essai conformément à l'ISO 3170 ou l'ISO 3171 (ou toute autre méthode appropriée).

6 Mode opératoire

6.1 Peser, à 5 mg près, une prise d'essai de $10 \pm 0,5$ g de l'huile, exempte d'humidité et d'autres substances en suspension. L'introduire dans un creuset taré de porcelaine ou de silice (4.1) contenant deux billes de verre de diamètre approximatif 2,5 mm. Placer ce creuset au centre du creuset de Skidmore (4.2). Nivelier la couche de sable se trouvant dans le grand creuset en tôle (4.3) et placer dessus le creuset de Skidmore, exactement au centre du creuset de fer. Poser les couvercles du creuset de Skidmore et du creuset de fer, le couvercle de ce dernier étant posé assez librement pour permettre l'évacuation libre des vapeurs au fur et à mesure qu'elles se forment.

NOTE — La masse de l'échantillon peut être modifiée, selon le résidu de carbone prévu après cokéfaction, selon le tableau suivant.

Résidu de carbone prévu, %	Masse de l'échantillon, g
moins de 0,1	$10 \pm 0,005$ ¹⁾
0,1 à moins de 5	$10 \pm 0,005$
5 à 15	$5 \pm 0,005$
plus de 15	$3 \pm 0,005$

1) La prise d'essai doit être échantillonnée à partir du résidu 10 % de distillation.

6.2 Placer un support convenable, ou une bague convenable, le triangle en fil métallique (4.4), et le bloc isolant (4.6) sur ce dernier. Puis centrer le creuset de tôle dans le bloc isolant, son fond reposant sur la partie supérieure du triangle, et recouvrir l'ensemble avec la hotte en tôle (4.5) de façon obtenir une répartition uniforme de la chaleur pendant l'opération (voir figure 1).

6.3 Appliquer une chaleur à l'aide d'une flamme forte et haute provenant du brûleur à gaz de Meker (4.7), de façon que la période de préignition soit de $10 \pm 1,5$ min (un temps plus court risquerait de provoquer une distillation trop rapide, qui produirait un moussage ou une flamme trop haute). Quand la fumée apparaît au-dessus de la cheminée, déplacer immédiatement le brûleur, ou bien l'incliner, de façon que la flamme de gaz vienne lécher les côtés du creuset afin d'enflammer les vapeurs. Cesser alors provisoirement le chauffage et, avant de le réinstaller, régler la vitesse de chauffage, de façon que les vapeurs enflammées brûlent uniformément, avec une flamme au-dessus de la cheminée, mais pas au-dessus de l'anse de fil métallique. Le chauffage peut être augmenté si nécessaire, si la flamme ne dépasse pas la cheminée. La durée de combustion des vapeurs doit être de 13 ± 1 min. Si l'on constate qu'il est impossible de satisfaire aux exigences relatives à la flamme et au temps de combustion, il faut s'efforcer de respecter celle correspondant au temps de combustion.

NOTE — Si la prise d'essai déborde, réduire la quantité, tout d'abord à 5 g, puis à 3 g si nécessaire, pour éviter ce phénomène (voir également 7.2).

6.4 Quand les vapeurs ont cessé de brûler et qu'il n'apparaît plus de fumée bleue, régler de nouveau le brûleur et maintenir la chaleur comme au début de l'opération, de façon à amener le fond et la partie inférieure du creuset de tôle au rouge cerise, et l'y maintenir pendant exactement 7 min. La durée totale du chauffage doit être de 30 ± 2 min, ce qui constitue une limitation supplémentaire aux tolérances relatives au temps de préignition et de combustion. Il ne doit y avoir aucune difficulté à réaliser l'essai exactement comme il est indiqué, avec le brûleur à gaz du type mentionné ci-dessus, qui utilise du gaz de ville (environ 20 à 40 MJ/m³), la partie supérieure du brûleur se trouvant à environ 50 mm en dessous du fond du creuset. Les temps spécifiés doivent être respectés quels que soient le creuset et le gaz utilisés.

6.5 Enlever le brûleur et laisser refroidir l'appareil jusqu'à disparition de la fumée (environ 15 min), puis enlever le couvercle du creuset de Skidmore. Enlever le creuset de porcelaine ou de silice avec des pinces chauffées, le placer dans le dessiccateur, le refroidir et le peser. Calculer le pourcentage du résidu de carbone rapporté à l'échantillon pour analyse.

7 Mode opératoire spécial pour les résidus supérieurs à 5 %

7.1 Domaine d'application

Ce mode opératoire s'applique aux pétroles bruts lourds, aux résidus, aux fuels lourds et aux gas-oils lourds. Quand le résidu de carbone, tel qu'obtenu par le mode opératoire décrit au chapitre 6 (en utilisant une prise d'essai de 10 g) dépasse 5 %, on peut être confronté à des difficultés dues à un débordement de l'huile. De même, les produits lourds difficiles à déshydrater peuvent également provoquer des ennuis.

7.2 Mode opératoire utilisant une prise d'essai de $5 \pm 0,5$ g

7.2.1 Pour les échantillons présentant un résidu de carbone supérieur à 5,0 et inférieur à 15,0 %, tel qu'obtenu par le mode opératoire spécifié en 6.1, reprendre l'essai en utilisant une prise de $5 \pm 0,5$ g mesurée à 5 mg près. Si l'on obtient un résultat supérieur à 15,0 %, reprendre l'essai en réduisant la prise d'essai à $3 \pm 0,1$ g, à 5 mg près.

7.2.2 Quand on utilise la prise d'essai de 5 ou 3 g, il n'est pas toujours possible d'agir sur le temps de préignition et le temps de combustion de la vapeur de façon qu'ils restent dans les limites spécifiées en 6.3. Dans ces cas, les résultats n'en sont pas moins valables.

8 Mode opératoire spécial adapté à la détermination d'un résidu de carbone sur un résidu 10 % de distillation

8.1 Domaine d'application

Cette méthode s'applique aux distillats légers présentant un résidu Conradson inférieur à 0,1 % avant la distillation.

8.2 Mode opératoire utilisant un échantillon de 200 ml

8.2.1 Monter l'appareil de distillation décrit dans l'ISO 3405, sauf qu'il faut utiliser un ballon de distillation de 250 ml et une fiole jaugée de 200 ml.

Un thermomètre n'est pas essentiel, mais il est recommandé d'utiliser un thermomètre pour haute température tel que spécifié dans l'ISO 3405.

8.2.2 Placer dans le ballon un volume d'échantillon équivalant à 200 ml pour une température comprise entre 13 et 18 °C. Maintenir la température du bain du condenseur entre 0 et 4 °C; pour certaines huiles, il peut être nécessaire de maintenir la température entre 30 et 60 °C pour éviter une solidification des produits du type cire se trouvant dans le tube du condenseur. Utiliser en tant que bac de recette, sans la nettoyer, l'éprouvette dans laquelle avait été introduit l'échantillon, et la placer de façon que l'extrémité du condenseur ne touche pas la paroi de l'éprouvette.

8.2.3 Appliquer la chaleur au ballon, à une vitesse uniforme, réglée de façon que la première goutte de condensat tombe du condenseur 10 à 15 min après le début de l'application de la chaleur. Après la chute de la première goutte, déplacer l'éprouvette de mesure, de façon que l'extrémité du tube du condenseur soit en contact avec la paroi de l'éprouvette. Régler alors la chaleur de façon que la distillation se déroule à la vitesse uniforme de 8 à 10 ml par min. Continuer la distillation jusqu'à l'obtention de 178 ± 1 ml de distillat, puis arrêter le chauffage et laisser le condenseur se purger jusqu'à ce que 180 ml (90 % de la charge se trouvant dans le ballon) soient recueillis dans l'éprouvette.

8.2.4 Remplacer immédiatement l'éprouvette par un petit ballon et recueillir dans ce ballon les éventuels écoulements restants. Ajouter à ce ballon le résidu encore chaud restant dans le ballon de distillation, et bien mélanger. Le contenu du ballon représente alors un résidu de distillation à 10 % du produit initial.

8.2.5 Pendant que le résidu de distillation est encore suffisamment chaud pour s'écouler librement, en verser environ $10 \pm 0,5$ g dans le creuset précédemment pesé et destiné à être utilisé dans l'essai de détermination du résidu de carbone.

Après refroidissement, déterminer, à 5 mg près la masse de la prise d'essai, et exécuter l'essai de détermination du résidu de carbone selon le mode opératoire décrit au chapitre 6.

9 Expression des résultats

9.1 Méthode de calcul

Calculer comme suit le résidu de carbone Conradson, CR, de l'échantillon ou du résidu de distillation à 10 %, en pourcentage en masse :

$$CR = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse de la prise d'essai, en grammes ;

m_1 est la masse du résidu de carbone, en grammes.

Exprimer le résultat en « pourcentage de résidu Conradson », ou « résidu Conradson sur résidu 10 %, en pourcents ».

9.2 Fidélité

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

9.2.1 Répétabilité

La différence entre des résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur avec 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 correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs de répétabilité indiquées sur la figure 2 qu'une fois sur vingt.

9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenue 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 correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs de reproductibilité indiquées sur la figure 2 qu'une fois sur vingt.

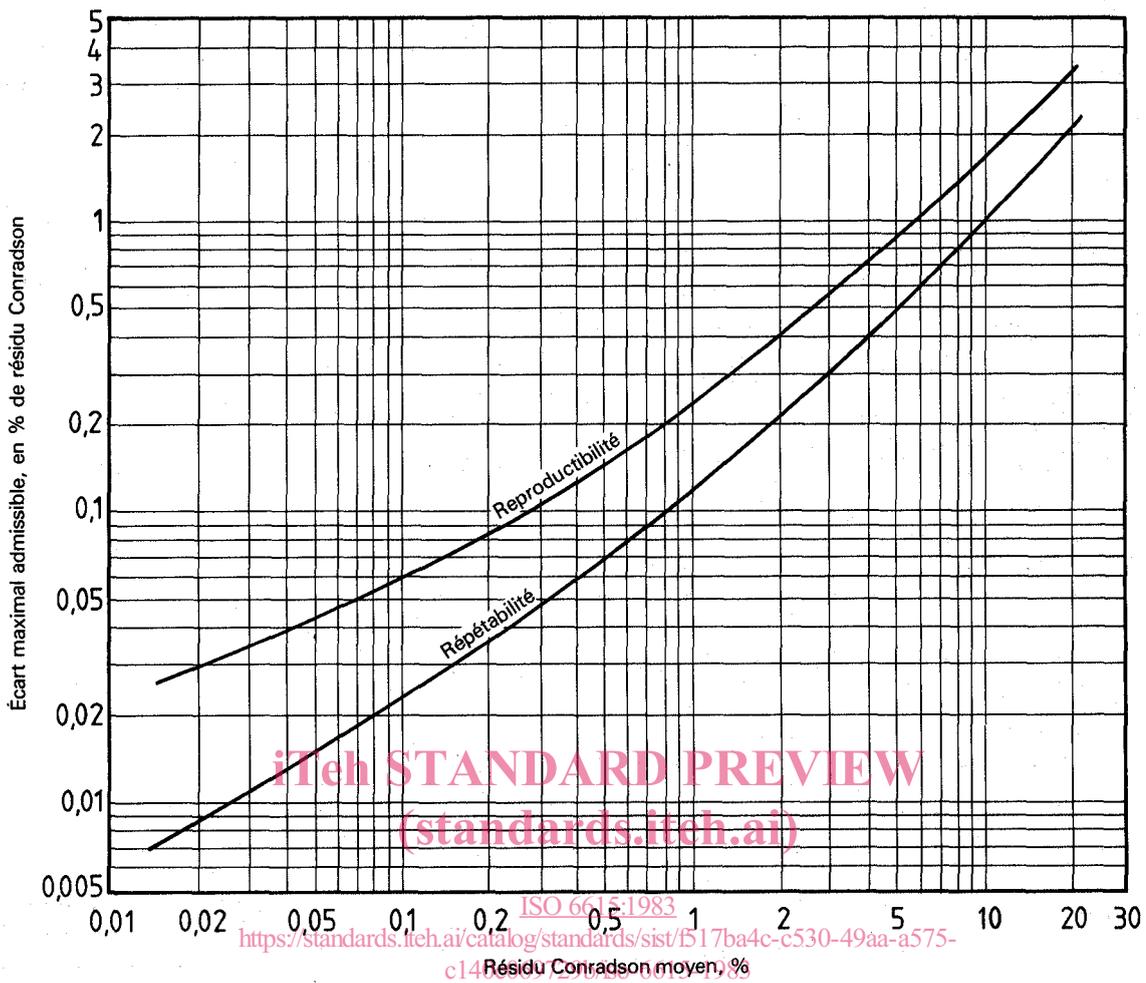


Figure 2 — Fidélité

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit mentionner au moins les informations suivantes :

- a) type et identification du produit soumis à l'essai ;
- b) référence à la présente Norme internationale ;
- c) résultat de l'essai exprimé selon 9.1 ;
- d) toute modification au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances ;
- e) date de l'essai.

Annexe

Information relative à la corrélation entre les résidus de carbone obtenus selon ISO 4262 et ISO 6615

(Ne fait pas partie de la Norme.)

Il n'existe pas de relation précise entre les résultats obtenus par les méthodes spécifiées, ISO 4262 et ISO 6615, en raison de la nature empirique des deux essais. Cependant, le Comité D-2 de l'ASTM a établi une relation approchée (figure 3), à partir des résultats coopératifs obtenus sur 18 produits pétroliers représentatifs et confirmés par des résultats supplémentaires sur environ 150 prises d'essai (qui n'avaient pas subi d'essai coopératif). Les résultats des essais effectués par ces deux méthodes sur des produits pétroliers peu courants risquent de ne pas tomber au voisinage de la courbe de corrélation de la figure 3.

Il convient donc de faire attention lors de l'application de cette relation approchée à des échantillons présentant de faibles résidus de carbone.

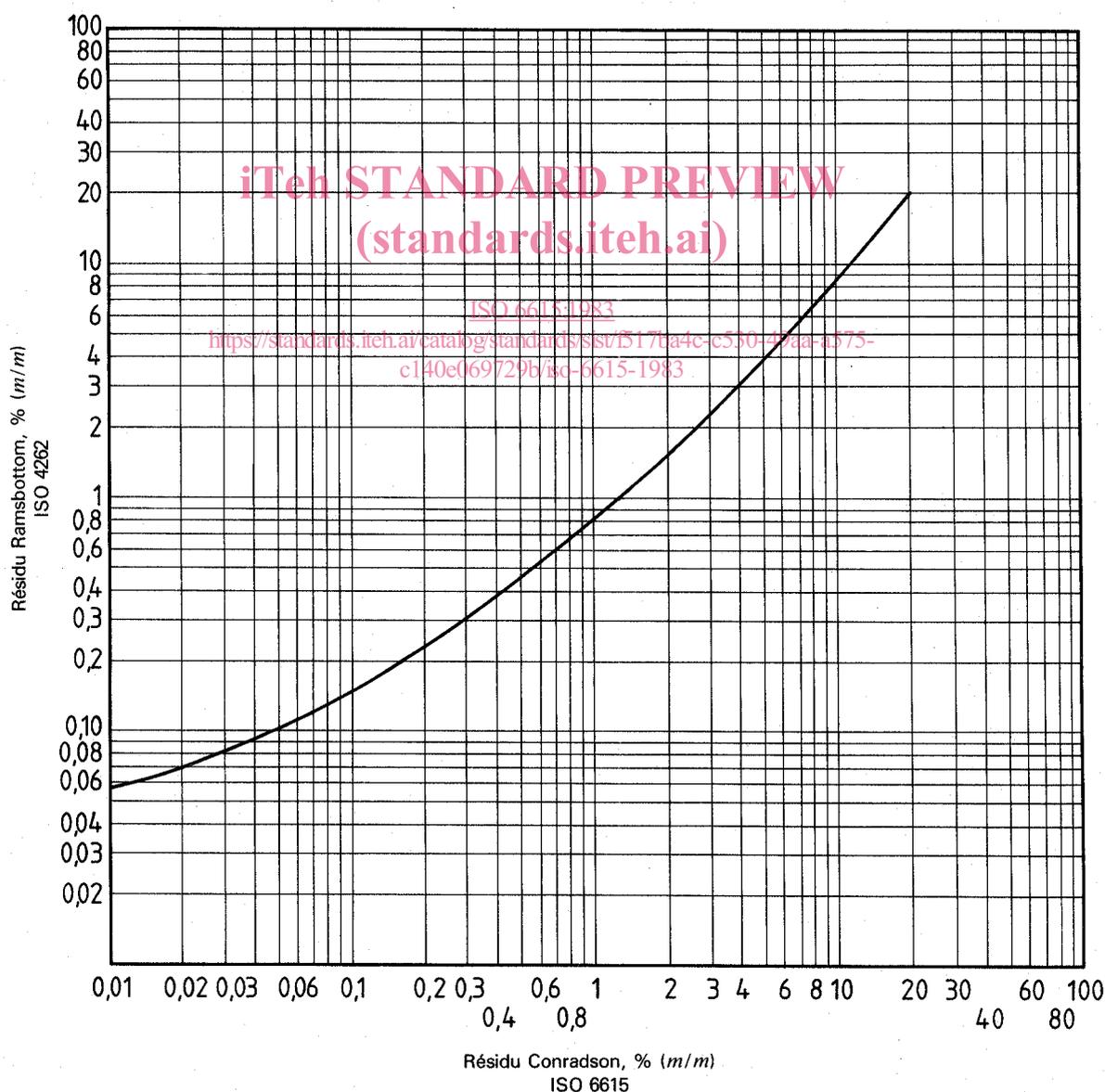


Figure 3 — Relation entre les différents résidus de carbone