

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10307-1

Première édition
1993-09-15

**Produits pétroliers — Insolubles existants
dans les fuel-oils résiduels —**

Partie 1:

**Détermination par filtration à chaud
(standards.iteh.ai)**

Petroleum products — Total sediment in residual fuel oils —

Part 1: Determination by hot filtration
<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso-10307-1-1993>
<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso-10307-1-1993>



Numéro de référence
ISO 10307-1:1993(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 10307-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

L'ISO 10307 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Produits pétroliers — Insolubles existants dans les fuel-oils résiduels*:

- *Partie 1: Détermination par filtration à chaud*
- *Partie 2: Détermination à l'aide de méthodes de vieillissement de référence*

© ISO 1993

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

Produits pétroliers — Insolubles existants dans les fuel-oils résiduels —

Partie 1:

Détermination par filtration à chaud

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/si/611919e800/iso-10307-1-1993>

La présente partie de l'ISO 10307 prescrit une méthode permettant de déterminer les sédiments existants dans les fuel-oils résiduels ayant une viscosité maximale de 55 mm²/s à 100 °C, et pour les mélanges de distillats contenant des résidus. Le maximum d'insolubles existants dosable par les évaluations de fidélité de cette méthode est de 0,50 % (m/m) pour les fuels résiduels et 0,40 % (m/m) pour les distillats contenant des résidus. Certains fuels peuvent dépasser le temps maximal de filtration spécifié dans cette méthode à cause de facteurs autres que la présence de quantités importantes de matières organiques ou inorganiques insolubles.

Les sédiments insolubles dans le toluène peuvent être déterminés selon l'ISO 3735.

NOTES

1 La méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 10307 peut être utilisée pour évaluer la teneur totale en insolubles potentiels après les cycles de prétraitement du combustible conçus pour accélérer le processus de vieillissement (voir partie 2 de la présente Norme internationale).

2 Des quantités appréciables d'insolubles dans un fuel-oil résiduel peuvent provoquer l'encrassement des installations de traitement, et poser des problèmes dans les mécanis-

mes du brûleur. Les insolubles peuvent s'accumuler dans les cuves de stockage, sur les grilles des filtres, ou sur les pièces du brûleur, provoquant ainsi une obstruction de l'écoulement de pétrole de la cuve vers le brûleur.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 10307. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 10307 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3735:1975, *Pétrole brut et fuel-oils — Détermination de la teneur en sédiments — Méthode par extraction.*

ISO 6353-2:1983, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série.*

ISO 6353-3:1987, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 10307, la définition suivante s'applique.

3.1 teneur en sédiments existants: somme des matières organiques et inorganiques insolubles qui se séparent de la masse de l'échantillon par filtration à travers un milieu filtrant spécifié, et qui sont également insolubles dans un solvant à prédominance paraffinique.

4 Principe

On filtre, à 100 °C, une aliquote de l'échantillon de pétrole dans l'appareillage prescrit, et après lavage et séchage du solvant on pèse les insolubles sur la membrane filtrante. L'essai est effectué en double.

5 Matériaux

Au cours de l'analyse, sauf prescription différente, utiliser uniquement des réactifs signalés dans l'ISO 6353-2 et dans l'ISO 6353-3, si listés, sinon utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Heptane, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$.

AVERTISSEMENT — L'heptane est un hydrocarbure volatil toxique et doit être utilisé avec une ventilation adéquate. Éviter toute inhalation de vapeur ou de brouillard et tout contact prolongé avec la peau.

5.2 Toluène, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$.

AVERTISSEMENT — Le toluène est un hydrocarbure volatil toxique qui est absorbé lors de l'inhalation de la vapeur ou à travers la peau par contact avec le liquide. L'utiliser avec une ventilation adéquate et éviter tout contact avec la peau.

5.3 Solvant de lavage, composé de 85 % (V/V) d'heptane (5.1), et de 15 % (V/V) de toluène (5.2).

6 Appareillage

6.1 Appareillage de filtration, dont un exemple d'appareillage est présenté à la figure 1 et son montage à la figure 2. Il est fabriqué en laiton, chauffé par de la vapeur à travers des spires en cuivre fixées et convenablement maintenues au-dessus d'une fiole à vide protégée de façon appropriée contre les effets d'implosion.

NOTE 3 D'autres appareillages peuvent convenir, pourvu que les caractéristiques dimensionnelles et l'aptitude au chauffage soient strictement identiques.

6.2 Thermomètre, à immersion partielle avec une plage d'immersion de 50 mm à 80 mm et une longueur maximale de 220 mm. Le thermomètre doit pouvoir indiquer la température avec une plage de 95 °C à 105 °C avec un intervalle maximum de graduation de 0,5 °C.

6.3 Étuve électrique, capable de maintenir une température de $110\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. L'étuve doit être capable de permettre l'évaporation du solvant sans risque de feu ou d'explosion.

6.4 Agitateur, en verre ou en PTFE (polytétrafluoroéthylène) d'environ 150 mm de long sur 3 mm de diamètre.

6.5 Bêcher en verre, d'une capacité de 30 ml, de forme basse avec un bec, ou de forme conique.

6.6 Vases à peser, avec des bouchons en verre dépoli, numérotés, de 80 mm de diamètre sur 40 mm de haut.

6.7 Plaque chauffante, électrique, ou autre dispositif de chauffage approprié.

6.8 Générateur de vapeur, permettant d'avoir une source de vapeur à $100\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. D'autres possibilités de chauffage de la vapeur sont acceptées lorsque la vapeur n'est pas prête ou lorsque la température spécifiée n'est pas atteinte.

6.9 Source à vide, permettant de réaliser la pression absolue spécifiée de $40\text{ kPa} \pm 2\text{ kPa}$ (vide de 61,3 kPa).

6.10 Jauge de vide, permettant de noter le vide absolu spécifié ou le vide tel que donné en 6.9.

6.11 Membrane filtrante, en fibre de verre, de 0,001 6 mm de porosité nominale et de 47 mm de diamètre.

NOTE 4 Le GF/A fabriqué par Whatmann ou tout autre appareil équivalent convient pour cet usage. Des types équivalents conviennent également.

6.12 Agitateur à haute vitesse, approprié ayant une vitesse minimale de 400 trs/min.

6.13 Dessiccateur, fermé hermétiquement avec un desséchant.

6.14 Récipient de refroidissement, du type dessiccateur, ou tout autre type de récipient fermé hermétiquement pour refroidir les filtres avant la pesée. Ne pas utiliser d'agent de séchage.

6.15 Seringue ou pissette graduée, de 25 ml de capacité minimale, graduée tous les 0,5 ml.

6.16 Pincés, à bouts larges.

6.17 Balance, simple ou à double plateau, d'une précision de 0,1 mg près, pour peser les filtres. Une seconde balance d'une précision inférieure à 10 mg doit être utilisée pour peser l'échantillon.

7 Préparation de l'échantillon

Mélanger intimement la totalité de l'échantillon à l'aide d'un agitateur à haute vitesse (6.12), si possible pendant 30 s. Un échantillon prélevé sur un verre ou sur une tige en verre ou en PTFE (6.4) plongée jusqu'au fond du récipient doit avoir une apparence homogène. Pour les fuels ayant une teneur élevée en paraffine lourde (point d'écoulement élevé) ou ayant une viscosité très élevée, chauffer l'échantillon avant agitation. La température doit être soit de 15 °C à 18 °C au-dessus du point d'écoulement pour les combustibles à faible viscosité, soit suffisante pour ramener la viscosité entre 150 mm²/s et 250 mm²/s pour les combustibles à forte viscosité. La température ne doit pas dépasser 80 °C au stade de préparation.

8 Préparation du filtre

Pour chaque essai, sécher deux membranes filtrantes (6.11) pendant 20 min dans l'étuve (6.3) à 110 °C. Transférer chaque filtre séparément et rapidement dans un vase à peser numéroté (6.6) et laisser refroidir dans le récipient de refroidissement (6.14) à la température ambiante (5 min à 10 min). Si l'on utilise des balances à double plateau (voir 6.17), peser chaque vase avec le milieu filtrant par la méthode de la tare par rapport à un vase similaire vide, à 0,000 1 g près.

NOTES

5 Pour plus de commodité, il est utile d'avoir un certain nombre de vases à peser réservés à cette procédure, et l'on prendra le plus léger comme tare.

6 On s'est aperçu que l'on obtenait le même niveau de résultat en utilisant un support type tamis métallique (voir figure 1) combiné à un troisième filtre jetable. Placer ce troisième filtre sous les deux filtres d'essai sur l'écran support et le soumettre au même cycle de préséchage que les membranes filtrantes, mais pas peser le troisième filtre avant sa mise en place et le mettre au rebut lorsque la filtration est terminée.

Les membranes filtrantes en fibres de verre sont fragiles et doivent être manipulées avec soin. Avant l'utilisation, l'homogénéité et la présence éventuelle de petits défauts (trous) de chaque filtre doivent être vérifiées avec un éclairage de fond.

Stocker tous les vases à peser dans un dessiccateur à proximité de la balance.

Les vases à peser ne doivent pas être placés dans l'étuve.

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

La détermination doit être effectuée en double.

9.2 Montage de l'appareillage

Avant l'utilisation, vérifier que la surface de support du filtre est propre et, si nécessaire, le nettoyer en le faisant bouillir dans un solvant aromatique à point d'ébullition élevé tel que le toluène (5.2). Refaire l'opération si plus de 2 % de la surface frittée (c'est-à-dire un nombre significatif de pores visibles à l'œil nu) est bloquée par des matières particulières après ce nettoyage.

L'unité de filtration (6.16) doit être propre et sèche avant le montage. Empiler les deux membranes filtrantes préalablement séchées et pesées sur le support fritté, la trame visible étant tournée vers le bas. À l'aide des pincés (6.16), placer celui du vase à peser ayant le plus petit numéro en-dessous. Faire un léger vide afin d'aider à centrer les membranes filtrantes et placer soigneusement la partie haute de l'appareil de filtration au centre avant de la fixer. Fermer la prise de vide et pousser la vapeur ou l'autre moyen de chauffage (voir 6.8) à 100 °C ± 1 °C dans l'installation pendant 10 min avant de mettre la prise d'essai, et pendant le stade de la filtration.

9.3 Addition de la prise d'essai

Verser dans un bécher de 30 ml (6.5), environ 11 g de l'échantillon de fuel résiduel ou environ 10,5 g de l'échantillon de distillat mélangé, préparés selon l'article 7, et peser à 0,01 g près (voir note 7). Connecter la prise de vide (6.9) et faire le vide pour obtenir une pression absolue de 40 kPa ± 2 kPa (vide de 61,3 kPa). Transférer le contenu du bécher, non chauffé pour un distillat mélangé, ou à 100 °C ± 2 °C pour un fuel résiduel (voir note 8), au centre du filtre en veillant à ce qu'aucun échantillon ne touche les parois de la cellule de filtration pendant le transfert. Les prises d'essai qui doivent être chauffées au-delà de 105 °C doivent être mises au rebut et non réutilisées. Peser à nouveau le bécher à 0,01 g près. La quantité transférée doit être de 10 g ± 0,5 g.

Pour les échantillons à forte viscosité et/ou à niveau d'insolubles élevé, la filtration sera facilitée par une petite addition de petites quantités ou même goutte à goutte. Il est indiqué d'utiliser le maximum du filtre, à éviter que l'échantillon d'huile non filtrée n'entre en contact avec les parois de la cellule de filtration. Pour les échantillons ayant une vitesse de filtration lente, la pression de 40 kPa ± 2 kPa devra être maintenue pendant la période de 25 min.

Si la filtration n'est pas terminée en 25 min, arrêter l'essai et répéter la procédure avec une prise d'essai

de 5 g ± 0,3 g. Si la seconde filtration n'est toujours pas terminée en 25 min, indiquer: «la filtration dépasse 25 min».

NOTES

7 Pendant l'essai des fuels résiduels, il peut être indiqué de peser le bécher plus l'agitateur plus le thermomètre (6.2) avant et après le transfert pour éviter les erreurs éventuelles lorsqu'on essaie d'obtenir une masse précise.

8 On peut utiliser tout moyen pratique de chauffer la prise d'essai de fuel à 100 °C ± 2 °C, tel que plaque chauffante, bain-marie ou bain d'huile, ou étuve (voir 6.7), si celle-ci est équipée d'un agitateur approprié.

9.4 Lavage du filtre

Lorsque la filtration est terminée et que le milieu filtrant supérieur semble sec, continuer à appliquer la vapeur et le vide pendant 5 autres minutes. Arrêter l'alimentation en vapeur et refroidir l'appareillage en faisant passer de l'eau du robinet dans les spires en cuivre. Laver la partie supérieure du filtre soigneusement avec deux parties de 25 ml ± 1 ml à l'aide du solvant de lavage, verser avec une seringue ou une pissette graduée à embout fin (6.15), en veillant à retirer tout échantillon collé sur la paroi de la partie supérieure de l'appareillage. Si la prise d'essai est filtrée très rapidement, arrêter le vide avant d'ajouter le premier solvant de lavage afin de s'assurer que ce solvant couvre totalement le filtre. Faire à nouveau le vide pour les opérations suivantes.

9.5 Démontage de l'appareillage

Lorsque la membrane filtrante semble sèche, casser le vide. À l'aide des pinces, retirer chaque filtre séparément et les transférer dans l'étuve à 110 °C. Sécher pendant 20 min et les transférer rapidement dans les mêmes vases à peser numérotés que ceux indiqués à l'article 8. Laisser refroidir dans le récipient de refroidissement à la température ambiante (5 min à 10 min), et peser à nouveau (par rapport à la tare) à 0,000 1 g près.

Placer le filtre le moins coloré dans le vase à peser ayant le numéro le plus petit.

10 Expression des résultats

Calculer le pourcentage en masse des insolubles à 0,01 % (m/m), près, avec l'équation suivante:

$$S = \frac{(m_5 - m_4) - (m_3 - m_2)}{10m_1}$$

où

- S désigne les sédiments totaux, exprimée en pourcentage en masse;
- m₁ est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

- m₂ est la masse, en milligrammes, de la membrane filtrante inférieure avant filtration;
- m₃ est la masse, en milligrammes, de la membrane filtrante inférieure après filtration;
- m₄ est la masse, en milligrammes, de la membrane filtrante supérieure avant filtration;
- m₅ est la masse, en milligrammes, de la membrane filtrante supérieure après filtration.

Consigner les insolubles par filtration à chaud comme étant la moyenne des déterminations faites en double à 0,01 % (m/m). Si l'on a utilisé un échantillon de 5 g, consigner le résultat comme étant les insolubles (5 g) par filtration à chaud. Si la filtration n'est pas terminée dans les 25 min spécifiées, noter le résultat comme suit: «le temps de filtration dépasse 25 min».

11 Fidélité

11.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essai 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 la valeur suivante qu'une fois sur vingt:

$$r = 0,123\sqrt{x} \text{ pour les fuels résiduels}$$

et

$$r = 0,048\sqrt{x} \text{ pour les distillats contenant des résidus,}$$

où x est la moyenne des résultats d'essai, exprimée en pourcentage, en masse.

11.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats 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 correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser la valeur suivante qu'une fois sur vingt:

$$R = 0,341\sqrt{x} \text{ pour les fuels résiduels}$$

et

$R = 0,174\sqrt{x}$ pour les distillats contenant des résidus

où x est la moyenne des résultats d'essai, en pourcentage en masse.

NOTE 9 Ces valeurs de fidélité ont été obtenues par examen statistique des résultats interlaboratoires sur des matrices d'échantillon essayées entre 1986 et 1989 et publiées pour la première fois en 1990.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- la référence à la présente partie de l'ISO 10307;
- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon soumis à l'essai;
- le résultat de l'essai (voir article 10);
- tout écart, accepté ou non, par rapport aux modes opératoires spécifiés;
- la date de l'essai.

Dimensions en millimètres

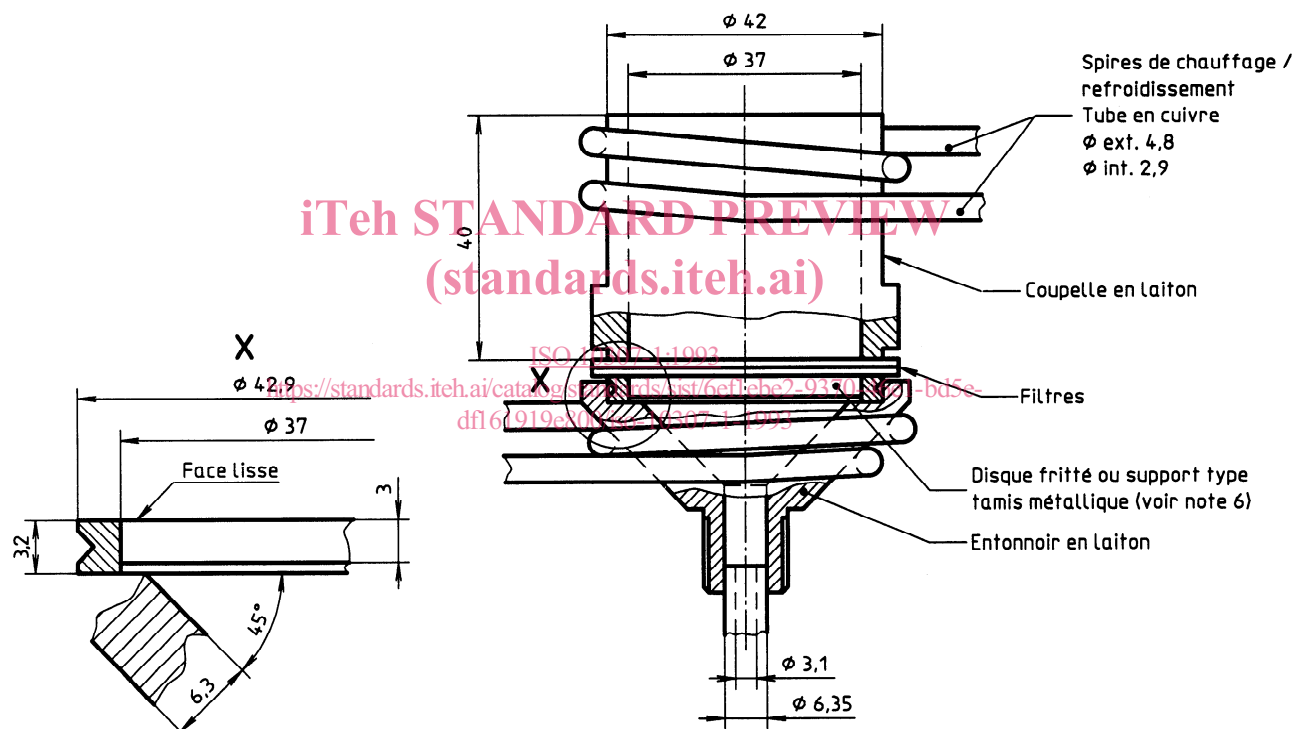


Figure 1 — Détail de la cellule de filtration

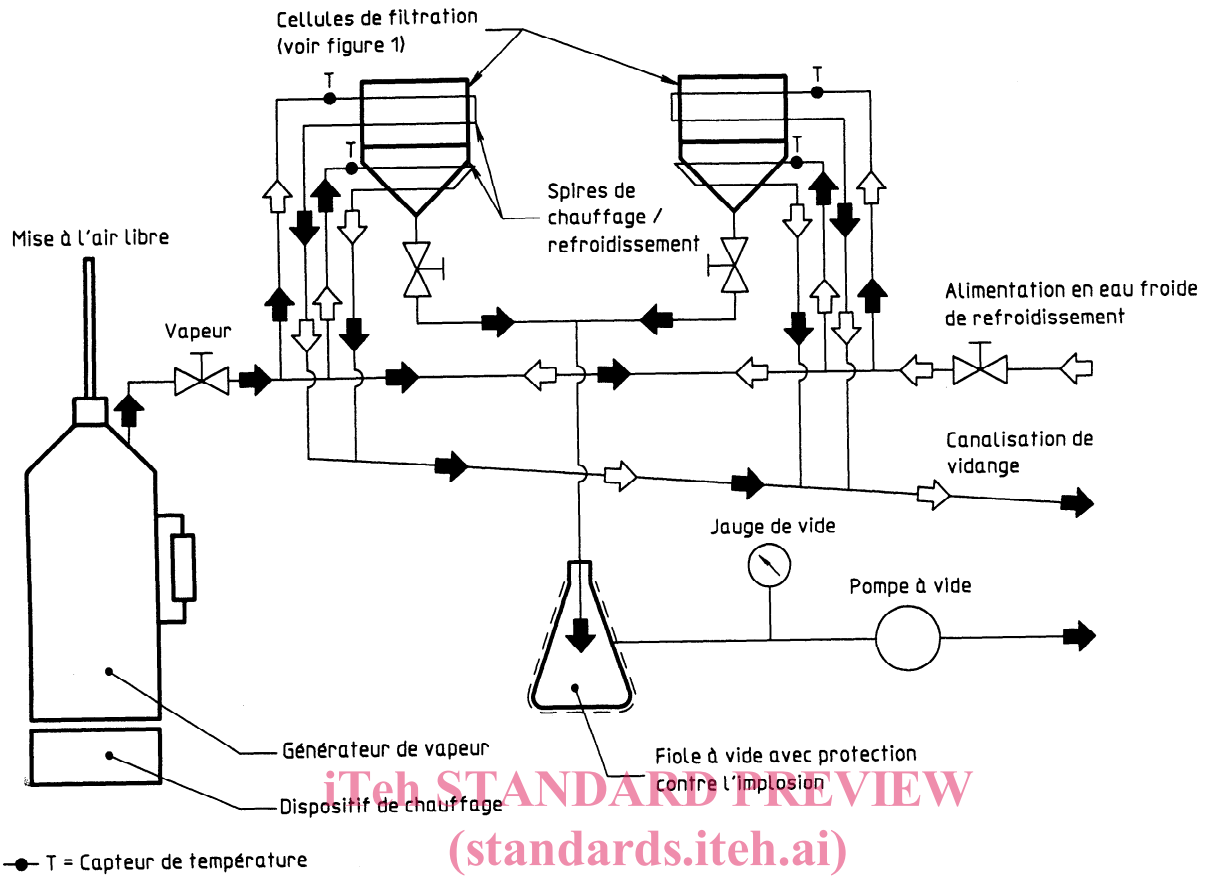


Figure 2 — Disposition de l'appareillage de filtration

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ef1e8e2-9370-46e1-bd5e-df161919e800/iso-10307-1-1993>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10307-1:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ef1e2-9370-46e1-bd5e-df161919e800/iso-10307-1-1993>