

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10370

Première édition
1993-09-15

**Produits pétroliers — Détermination du
résidu de carbone — Méthode micro**

iTeh STANDARD PREVIEW
Petroleum products — Determination of carbon residue — Micro method
(standards.iteh.ai)

ISO 10370:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea8f6ce8-d1a7-4000-b739-3eeb144aaa94/iso-10370-1993>



Numéro de référence
ISO 10370:1993(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 10370 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

[ISO 10370:1993](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88e8-d1a7-4000-b739-3ceb144aaa94/iso-10370-1993>

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

Version française tirée en 1995

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode micro

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 l'utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination des quantités de résidu de carbone, comprises entre 0,10 % (*m/m*) et 30,0 % (*m/m*), obtenu après évaporation et pyrolyse des produits pétroliers dans des conditions normalisées. Pour les produits donnant un résidu supérieur à 0,10 % (*m/m*), les résultats sont équivalents à ceux obtenus par la méthode Conradson de détermination du résidu (voir ISO 6615).

La présente Norme internationale s'applique aux produits pétroliers composés essentiellement de produits légers et pouvant conduire à des teneurs en résidu de carbone inférieures à 10 % (*m/m*). Il faut alors préparer un résidu de distillation de 10 % (*V/V*) selon la méthode décrite dans l'ISO 3405.

Les constituants formant des cendres telles que définies dans l'ISO 6245, et les additifs non volatils présents dans les échantillons s'ajoutent au résidu de carbone et sont comptés dans le résultat.

NOTES

1 Les valeurs du carbone résiduel fournissent une indication approximative sur la tendance des produits pétroliers à former des dépôts charbonneux dans des conditions semblables de dégradation. Elles peuvent être utilisées pour l'évaluation de la tendance à former du carbone de produits de même catégorie. Il y a lieu d'interpréter les résultats avec précaution.

2 La présence de nitrates organiques dans certains distillats combustibles entraîne des valeurs anormalement élevées de carbone résiduel. La présence de nitrate d'alkyle dans le combustible peut être détectée par la méthode ASTM D 4046.

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 3405:1988, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 résidu de carbone: Totalité du résidu obtenu dans les conditions spécifiques d'évaporation et de pyrolyse décrites dans la présente Norme internationale.

4 Principe

Une prise d'essai pesée de l'échantillon est placée dans un tube en verre et chauffée à 500 °C sous atmosphère inerte (azote) dans des conditions contrôlées pendant une durée donnée. Les fractions volatiles formées pendant les réactions sont entraînées par un courant d'azote. Le résidu carbonneux restant est pesé.

5 Produits et réactifs

5.1 Azote, exempt d'oxygène, distribué à travers un système de régulation pouvant fournir une pression comprise entre 0 kPa et 200 kPa.

NOTE 3 En pratique, la pression minimale est de 140 kPa.

6 Appareillage

6.1 Tubes à essai, d'une capacité de 2 ml, de 12 mm de diamètre extérieur, et de 35 mm environ de hauteur.

NOTE 4 Un tube de 4 ml de capacité, de 12 mm de diamètre extérieur et d'environ 72 mm de hauteur convient pour les échantillons à très basse teneur en résidu [inférieur à environ 0,20 % (*m/m*)]. Aucune valeur de fidélité n'est disponible pour cette variante.

6.2 Compte-gouttes ou baguette en verre, pour le transfert de l'échantillon.

6.3 Four à cokéfaction, comportant une enceinte de 85 mm de diamètre et de 100 mm de profondeur avec chargement par le haut, capable de chauffer jusqu'à 500 °C, avec une vitesse de chauffe de 10 °C/min à 40 °C/min. Le four est muni d'un tuyau d'échappement de 13 mm de diamètre intérieur pour la circulation d'azote dans l'enceinte (admission près du sommet, échappement au milieu de la zone inférieure). Un thermocouple est situé dans l'enceinte, au plus près mais sans contact avec les tubes en verre, le four étant aussi muni d'un couvercle étanche à l'air. La sortie des condensats conduit à une courte partie verticale où la plupart des vapeurs sont condensées et tombent dans un piège amovible situé directement sous le four. Un schéma du four est donné à la figure 1.

6.4 Porte-tubes, constitué d'un bloc cylindrique en aluminium d'environ 76 mm de diamètre et 17 mm d'épaisseur, percé de 12 trous (pour les tubes), chacun de 13 mm de diamètre et de 13 mm de profondeur. Les trous doivent être régulièrement répartis sur

la circonférence à environ 3 mm du bord extérieur du cylindre. Le porte-tubes doit avoir des pieds de 6 mm de longueur, avec des guides pour le centrer dans le four et un index sur le côté pour repérer les positions. Un porte-tubes type est illustré à la figure 2.

6.5 Thermocouple, en fer-constantan avec lecture extérieure, couvrant la plage de 450 °C à 550 °C.

6.6 Balance analytique, d'une sensibilité de 0,1 mg.

6.7 Récipient de refroidissement, dessiccateur ou tout autre récipient similaire, hermétiquement fermé, sans agent desséchant.

7 Préparation de l'échantillon

7.1 Pour les échantillons essentiellement constitués de distillats, suivre la procédure donnée de 7.2 à 9.4 ou préparer un résidu de distillation selon une variante de l'ISO 3405 donnée en 7.1.1 et 7.1.2.

7.1.1 Assembler l'appareillage selon l'ISO 3405 sans monter le thermomètre. Fermer le col du ballon par un bouchon souple de type liège roulé et bien ajusté, ou caoutchouc siliconé.

NOTE 5 L'usage d'un thermomètre n'est pas requis, car seul le volume distillé est crucial, pas la température.

7.1.2 Arrêter le chauffage lorsque 89 ml de distillat ont été collectés puis, une fois le niveau de 90 ml atteint, remplacer l'éprouvette par une petite fiole. Recueillir les égouttures du condenseur et les mélanger au résidu du ballon de distillation. Ce résidu combiné représente les 10 % (*V/V*) de fraction lourde de l'échantillon de départ. L'utiliser à la place de l'échantillon pour l'essai décrit de 7.2 à 9.4.

7.2 Agiter soigneusement l'échantillon à tester, en le chauffant d'abord, si nécessaire, pour diminuer sa viscosité. Les échantillons liquides peuvent être versés directement dans le tube avec une baguette en verre ou une seringue. Les produits solides doivent être chauffés, ou congelés dans l'azote liquide puis découpés en morceaux manipulables.

8 Transfert de l'échantillon

8.1 Lors des pesées et des opérations de remplissage, manipuler les tubes avec des pinces afin de minimiser les erreurs de pesée. Ne pas réutiliser les tubes après essai.

Dimensions en millimètres

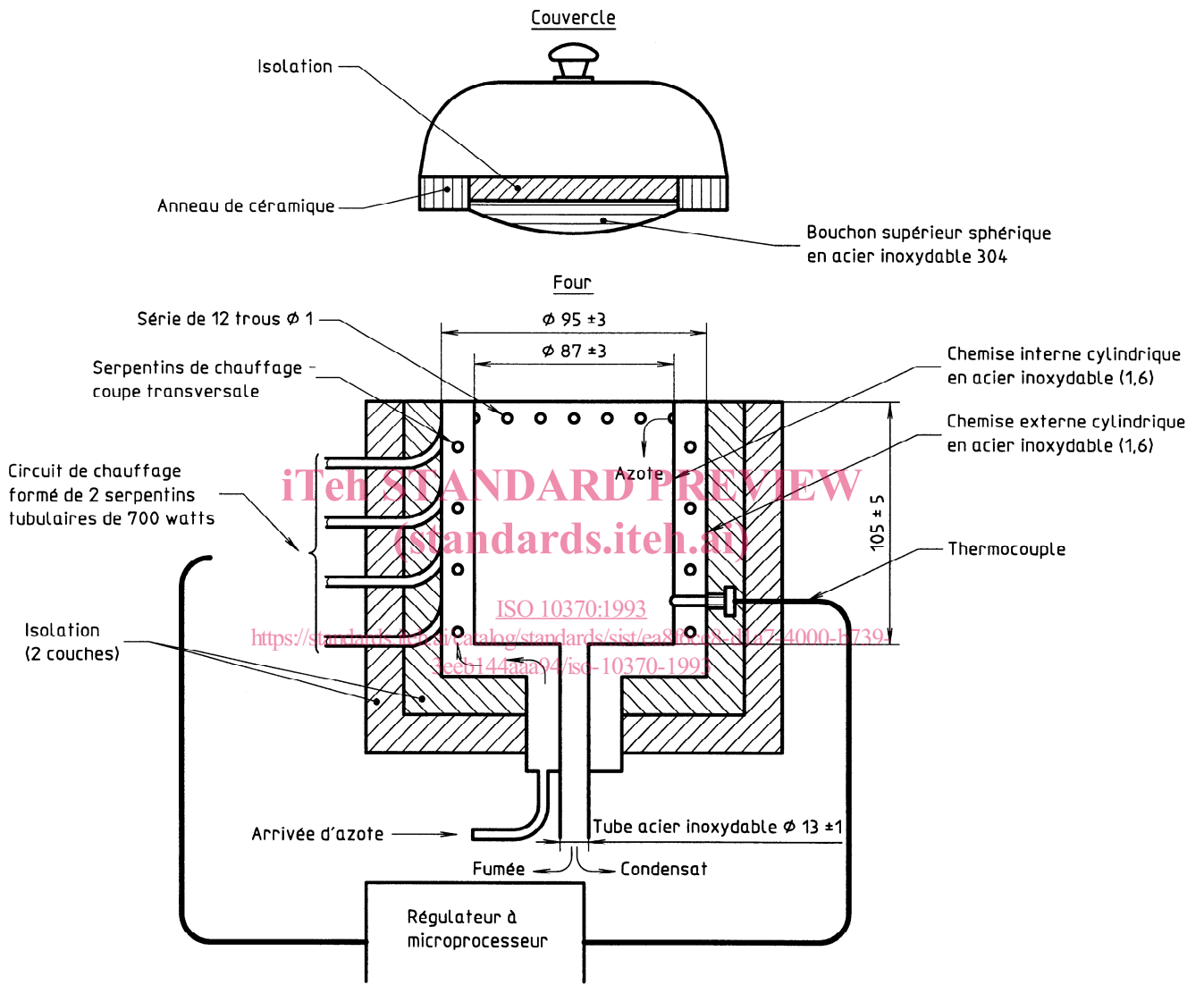


Figure 1 — Four et couvercle

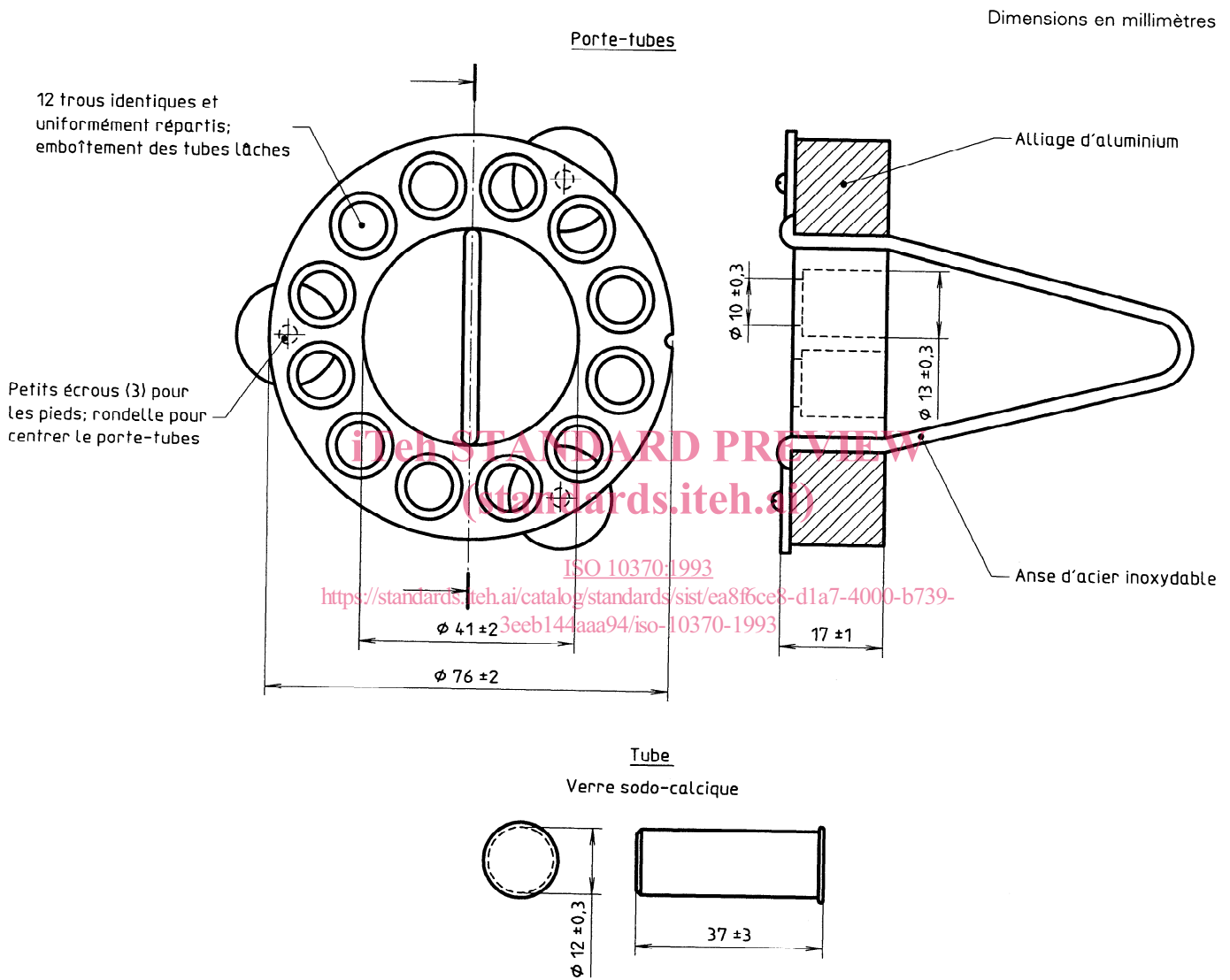


Figure 2 — Tube à essai et porte-tubes

8.2 Peser les tubes à essai propres et noter la masse à 0,1 mg près.

8.3 Verser une prise d'essai adéquate (tableau 1) au fond d'un tube à essai taré, en veillant à ce qu'elle ne touche pas les parois, peser à nouveau à 0,1 mg près et noter la masse. Mettre les tubes contenant la prise d'essai dans le porte-tubes (jusqu'à 12 tubes) et repérer la position de chaque échantillon.

NOTE 6 Un échantillon de contrôle peut être inclus dans chaque série. Il est recommandé que cet échantillon de contrôle soit un produit ayant été testé au moins 20 fois dans le même appareillage, afin de déterminer une valeur moyenne de carbone résiduel et l'écart-type.

Les résultats de chaque série sont considérés comme valables quand les résultats de l'échantillon de contrôle sont inclus dans l'intervalle formé par la valeur moyenne du carbone résiduel plus ou moins trois fois l'écart-type. Les résultats hors de ces limites indiquent des problèmes de procédure ou d'appareillage.

Tableau 1 — Masse de prise d'essai

Description de l'échantillon	Teneurs attendues en résidu de carbone % (m/m)	Masse de prise d'essai
Noir visqueux ou solide	> 5,0	0,15 ± 0,05
Brun ou noir opaque et mobile	de 1,0 à 5,0	0,50 ± 0,10
Transparent ou translucide	de 0,2 à 1,0 < 0,2	1,50 ± 0,50 1,50 ± 0,50 ou 3,00 ± 0,50 l'essai doit être mené dans le grand tube (voir note 4)

9 Mode opératoire

9.1 Le four étant à une température < 100 °C, placer le porte-tubes, chargé comme en 8.3, dans l'enceinte et fixer le couvercle. Purger à l'azote pendant au moins 10 min à 600 ml/min. Puis diminuer le débit à 150 ml/min et chauffer doucement le four jusqu'à 500 °C à une vitesse comprise entre 10 °C/min et 15 °C/min.

9.2 Maintenir le four à 500 °C ± 2 °C pendant 15 min. Puis laisser refroidir tout en maintenant le débit d'azote à 600 ml/min. Quand la température du four est inférieure à 250 °C, retirer le porte-tubes et le placer dans un dessiccateur pour la poursuite du refroidissement.

NOTE 7 Après avoir retiré les échantillons du four, la circulation d'azote peut être fermée.

Si l'échantillon mousse ou crépite, entraînant une perte de la prise d'essai, ne pas tenir compte de l'essai et le répéter.

NOTE 8 Le crépitement peut être dû à la présence d'eau qui peut être éliminée par chauffage modéré sous vide suivi d'un balayage d'azote. On peut aussi utiliser une prise d'essai de plus petite taille.

Si un autre essai doit être fait, retirer le couvercle pour faciliter un refroidissement plus rapide.

NOTE 9 L'essai suivant peut démarrer quand le four a été refroidi en dessous de 100 °C.

AVERTISSEMENT — Ne pas ouvrir le four pendant le cycle de chauffage. L'introduction d'air (oxygène) peut former un mélange explosif avec les produits volatils formés en cours de cokéfaction. Le four ne peut être ouvert que lorsque la température est descendue au-dessous de 250 °C. Maintenir le balayage d'azote après avoir retiré le porte-tubes du four. Le four doit être installé sous hotte aspirante pour éliminer sans danger les fumées et vapeurs. Sinon installer une ligne d'évacuation à partir de la sortie des fumées du four connectée à la gaine d'évacuation en prenant soin de ne pas créer de pression négative dans la gaine.

9.3 Mettre les tubes, en les manipulant avec des pinces, dans le dessiccateur et laisser refroidir à température ambiante. Après refroidissement, peser le tube à 0,1 mg près et noter le résultat. Jeter les tubes après essai.

9.4 De temps à autre, examiner le piège au fond du four, le vider si nécessaire et le remettre en place.

AVERTISSEMENT — Les résidus condensés dans le piège peuvent contenir certains composants cancérigènes, et leur contact doit être évité. Leur élimination doit être faite selon les procédures adéquates.

10 Calculs

Calculer le pourcentage en masse du résidu de carbone de l'échantillon d'origine, ou des 10 % (V/V) du résidu de distillation, à 0,01 % (m/m) près, d'après l'équation (1).

$$\text{Résidu de carbone} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots (1)$$

où

m_1 est la masse du tube vide, en grammes;

m_2 est la masse du tube + la prise d'essai, en grammes;

m_3 est la masse du tube + le résidu, en grammes.

11 Expression des résultats

Noter la valeur obtenue à partir de l'équation (1) comme «résidu de carbone — méthode micro» à 0,01 % (m/m) près.

12 Fidélité

12.1 La fidélité est illustrée sous forme de graphique à la figure 3.

NOTE 10 Ces valeurs de fidélité proviennent de l'examen statistique des résultats d'un essai interlaboratoire conformément à l'ISO 4259. Elles ont été publiées la première fois en 1983.

12.2 La répétabilité (r), ou la différence entre des résultats d'essais successifs obtenus par le même opérateur avec le même appareillage dans des conditions opératoires identiques et sur des échantillons d'essai identiques ne doit pas, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser plus d'une fois sur 20, la valeur indiquée ci-dessous:

$$r = x^{2/3} \times 0,077 0$$

où x est la moyenne des résultats à comparer, en % (m/m).

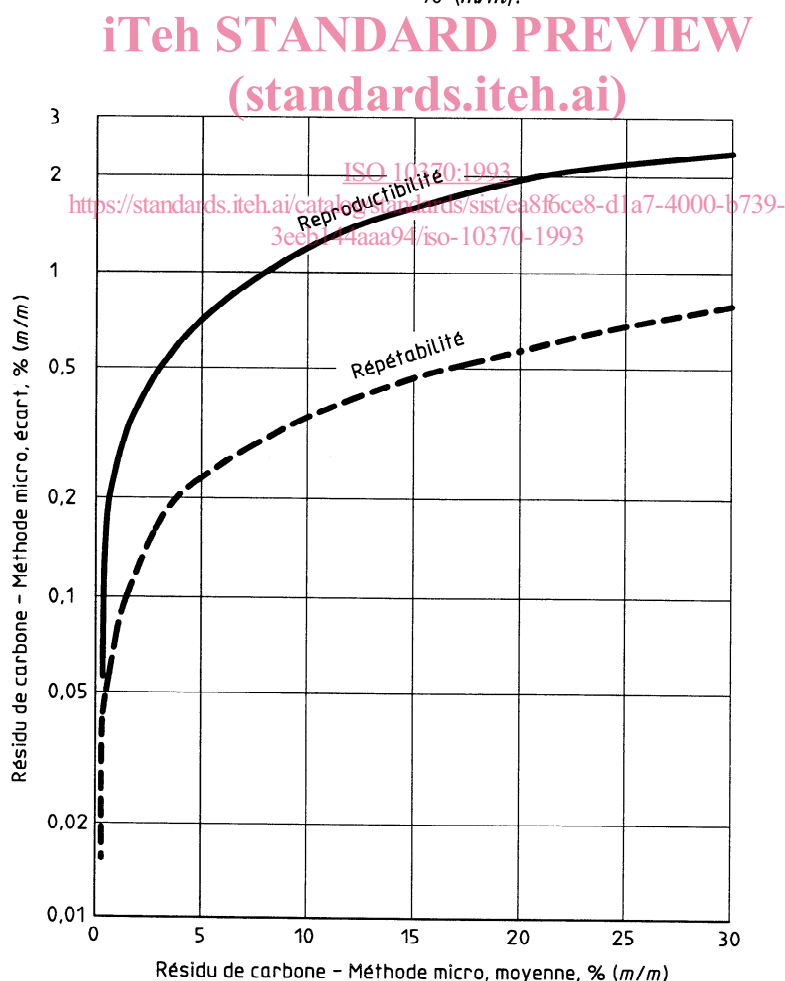


Figure 3 — Résidu de carbone — Méthode micro — Valeurs de fidélité

12.3 La reproductibilité (R), ou la différence entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents et sur des échantillons d'essai identiques, ne doit pas, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur 20, la valeur indiquée ci-dessous:

$$R = x^{2/3} \times 0,245 \text{ 1}$$

où x est la moyenne des résultats à comparer, en % (m/m).

13 Rapport d'essai

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

- a) le type et l'identification du produit à tester;
- b) la référence à la présente Norme internationale;
- c) les résultats de l'essai (voir article 11);
- d) toute modification au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- e) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10370:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea8f6ce8-d1a7-4000-b739-3eeb144aaa94/iso-10370-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea8f6ce8-d1a7-4000-b739-3eeb144aaa94/iso-10370-1993>