

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**6246**

Deuxième édition  
1995-08-15

---

---

**Produits pétroliers — Teneur en gommages  
des distillats légers et moyens — Méthode  
d'évaporation au jet**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Petroleum products — Gum content of light and middle distillate  
fuels — Jet evaporation method*

ISO 6246:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3e9970c-09ea-4232-a624-9573a50d7b56/iso-6246-1995>



Numéro de référence  
ISO 6246:1995(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 6246 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6246:1981), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1995

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

Imprimé en Suisse

# Produits pétroliers — Teneur en gommes des distillats légers et moyens — Méthode d'évaporation au jet

**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 de la teneur en gommes présentes au moment de l'essai dans les essences aviation et dans les essences automobiles et les distillats volatils dans leur forme finie.

Pour les essences autres que pour l'aviation, une procédure de détermination de la fraction insoluble dans l'heptane du résidu est également décrite.

**ATTENTION** — Cette méthode n'est pas applicable aux essences qui possèdent un fort pourcentage de composants insaturés à bas point d'ébullition, étant donné qu'ils peuvent provoquer des explosions au cours de la phase d'évaporation.

NOTE 1 La signification réelle de cette méthode de détermination de la teneur en gommes dans l'essence automobile n'est pas solidement établie. Il a été prouvé qu'une teneur élevée en gommes peut provoquer des dépôts sur le système d'admission, ainsi que le bouchage des soupapes d'admission et, dans bien des cas, on peut constater qu'une faible teneur en gommes supprime les difficultés se rapportant au système d'admission. L'utilisateur doit toutefois bien comprendre que l'essai n'est pas en soi directement lié à la quantité de dépôt sur le système d'admission. Le premier objectif de l'essai, lorsqu'on l'applique à l'essence automobile, est de mesurer les produits dus à l'oxydation formés dans l'échantillon avant et pendant l'essai dont les conditions ne sont pas aussi sévères que celles rencontrées en usage normal. Depuis que de nombreuses essences automobiles sont volontairement mélangées à des huiles non volatiles ou des additifs, l'étape d'extraction à l'heptane est nécessaire pour les éliminer du

résidu d'évaporation afin que le produit nocif, en l'occurrence les gommes, puisse être dosé. En ce qui concerne les carburateurs, de grandes quantités de gommes indiquent une contamination du combustible par des huiles à haut point d'ébullition, ou par des particules, et reflètent, en général, une défaillance du système de mise en place en aval de la raffinerie.

## 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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 3170:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel.*

ISO 3171:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 4788:1980, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques.*

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 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

**3.1 gommes présentes:** Résidu d'évaporation des essences aviation, sans autre traitement.

**3.2 résidu d'évaporation:** Substance restant après chauffage contrôlé sous débit d'air ou de vapeur.

**3.3 teneur en gommes, non lavées** (essence autre que pour l'aviation): Résidu d'évaporation du produit testé, sans autre traitement.

**3.4 teneur en gommes, lavées au solvant** (essence autre que pour l'aviation): Résidu restant après lavage à l'heptane du résidu d'évaporation et élimination du solvant de lavage.

### 4 Principe

Une prise d'essai déterminée de carburant est évaporée dans des conditions définies de température et de débit d'air ou de vapeur. Le résidu obtenu est pesé et peut faire l'objet d'un traitement ultérieur par lavage au solvant et d'une nouvelle pesée.

### 5 Produits et réactifs

Pour cette analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs prescrits dans l'ISO 6353-2 ou l'ISO 6353-3. S'ils n'y sont pas prescrits, utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue. L'eau, lorsque c'est prescrit, doit être de pureté équivalente à la qualité 3 de l'ISO 3696.

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

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

**5.3 Acétone**,  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ .

**5.4 Solvant pour gommes**, mélange à volumes égaux de toluène (5.2) et d'acétone (5.3).

**5.5 Source d'air**, filtrée, à une pression relative maximale de 34,5 kPa.

**5.6 Source de vapeur d'eau**, exempte de résidu huileux, à une pression minimale de 34,5 kPa.

## 6 Appareillage

**6.1 Balance**, précise à 0,1 mg.

**6.2 Bêchers**, d'une capacité de 100 ml, de forme haute, tels que celui représenté à la figure 1 et marqués individuellement de façon permanente.

NOTE 2 Il est pratique de grouper les bêchers en séries, le nombre de bêchers dans chaque série dépendant du nombre de logements dans le bain d'évaporation. Il convient dans ce cas d'utiliser pour servir de tare, le bêcher ayant la masse la plus faible.

**6.3 Récipient de refroidissement**, hermétiquement fermé pour refroidir les bêchers avant de les peser.

NOTE 3 Si un dessiccateur est utilisé, l'emploi d'un agent déshydratant n'est pas recommandé.

**6.4 Bain d'évaporation**, constitué par un bloc métallique ou un bain liquide chauffé électriquement et construit selon les principes généraux indiqués à la figure 1, muni de logements et de systèmes d'injection pouvant recevoir au moins deux bêchers.

Le débit d'air ou de vapeur à la température d'essai à chaque système d'injection doit être de 1 000 ml/s  $\pm$  150 ml/s. Si l'on utilise un bain liquide, il doit être rempli d'un liquide de composition convenable jusqu'à 25 mm du bord. La température est maintenue soit par contrôles thermostatiques, soit par reflux de liquides de composition convenable.

**6.5 Débitmètre**, capable de mesurer un débit total d'air ou de vapeur égal à 1 000 ml/s pour chaque injecteur.

**6.6 Entonnoir de filtration en verre fritté**, d'une capacité de 150 ml, dont le diamètre maximal des pores est compris entre 150  $\mu\text{m}$  et 250  $\mu\text{m}$ .

**6.7 Surchauffeur de vapeur**, chauffé par brûleur à gaz ou électriquement, capable de fournir à l'admission du bain le débit nécessaire de vapeur d'eau à 232  $^{\circ}\text{C} \pm 3$   $^{\circ}\text{C}$ .

**6.8 Deux thermomètres**, conformes aux spécifications données dans l'annexe A.

**6.9 Éprouvettes graduées**, d'une capacité de 50 ml ou 100 ml et 2 litres, conformes aux prescriptions de l'ISO 4788.

**6.10 Pincés**, en acier inoxydable, à bouts plats.

**6.11 Étuve**, réglable à  $150\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

## 7 Préparation de l'appareil à jet d'air

**7.1** Assembler l'appareil à jet d'air comme indiqué à la figure 1. L'appareil étant à température ambiante, régler le débit d'air de façon à obtenir à l'un des injecteurs, un débit de 600 ml/s, avec les adaptateurs coniques en position. Vérifier les autres injecteurs individuellement dans les mêmes conditions. Le débit d'air doit être uniforme dans le domaine  $600\text{ ml/s} \pm 90\text{ ml/s}$ .

NOTE 4 Une valeur de débit de  $600\text{ ml/s} \pm 90\text{ ml/s}$  à chaque système d'injection, garanti, lorsqu'elle a été obtenue sur un débitmètre étalonné à la température ambiante et à la pression atmosphérique, un débit de  $1\ 000\text{ ml/s} \pm 150\text{ ml/s}$  à la température de  $155\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ , pourvu que la pression à la sortie du débitmètre ne dépasse pas 34,5 kPa.

**7.2** Pour mettre l'appareil en marche, chauffer le bain. Quand la température de celui-ci atteint  $162\text{ °C}$ , admettre l'air dans l'appareil jusqu'à ce que la valeur déterminée en 7.1 soit atteinte sur le débitmètre. Mesurer la température dans chaque logement à l'aide d'un thermomètre (6.8) dont le réservoir repose sur le fond d'un bécher (6.2) situé dans le logement. Ne pas utiliser de logement dont la température diffère de plus de  $5\text{ °C}$  de  $155\text{ °C}$  pour les essais normalisés.

## 8 Préparation de l'appareil à jet de vapeur

**8.1** Assembler l'appareil à jet de vapeur comme indiqué à la figure 1.

**8.2** Pour mettre l'appareil en marche, chauffer le bain. Lorsque la température de celui-ci atteint  $232\text{ °C}$ , mettre le surchauffeur en service et admettre lentement la vapeur surchauffée dans l'appareil, jusqu'à obtention d'un débit de  $1\ 000\text{ ml/s} \pm 150\text{ ml/s}$  par système d'injection. Régler la température du bain à  $239\text{ °C} \pm 7\text{ °C}$  et celle du surchauffeur pour obtenir une température de  $232\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  dans les logements. Mesurer la température à l'aide d'un thermomètre (6.8) dont le réservoir repose sur le fond d'un bécher (6.2) situé dans le logement. Ne pas uti-

liser de logement dont la température diffère de plus de  $3\text{ °C}$  de  $232\text{ °C}$  pour les essais normalisés.

**8.3** Étalonner le débitmètre en condensant la vapeur successivement à chaque système d'injection et en pesant la quantité totale d'eau condensée. Pour cela, relier un tube de cuivre à un système d'injection de vapeur, l'autre extrémité du tube étant introduite dans une éprouvette de 2 litres (6.9), remplie de glace pilée et préalablement tarée. Faire passer la vapeur dans l'éprouvette pendant environ 60 s. L'éprouvette est disposée de façon que l'extrémité du tube de cuivre ne plonge pas dans l'eau sur plus de 50 mm afin d'éviter une contrepression excessive. Peser l'éprouvette. L'augmentation de masse représente la quantité de vapeur condensée. Calculer le débit de vapeur,  $S$ , comme suit:

$$S = (m_0 - m_1) 1\ 000/kt$$

où

$S$  est le débit de vapeur, en millilitres par seconde, à  $232\text{ °C}$ ;

$m_0$  est la masse, en grammes, de l'éprouvette graduée et de la vapeur condensée;

$m_1$  est la masse, en grammes, de l'éprouvette graduée et de la glace;

$k$  est la masse (0,434 g) de 1 000 ml de vapeur à  $232\text{ °C}$  à la pression atmosphérique;

$t$  est le temps de passage de la vapeur, en secondes.

**8.4** Ajuster l'appareil de façon à obtenir un débit de vapeur de 1 000 ml/s au système d'injection servant à l'essai. Vérifier que les autres systèmes d'injection ont un débit de vapeur uniforme. Effectuer les réglages nécessaires à chaque système d'injection pour que les débits ne varient pas de plus de 150 ml de vapeur par seconde, puis noter la valeur indiquée par le débitmètre et utiliser ce réglage pour les essais ultérieurs.

## 9 Échantillons et échantillonnage

Les échantillons testés selon la méthode prescrite dans la présente Norme internationale doivent être prélevés conformément à l'ISO 3170 et à l'ISO 3171, ou à une norme nationale équivalente.

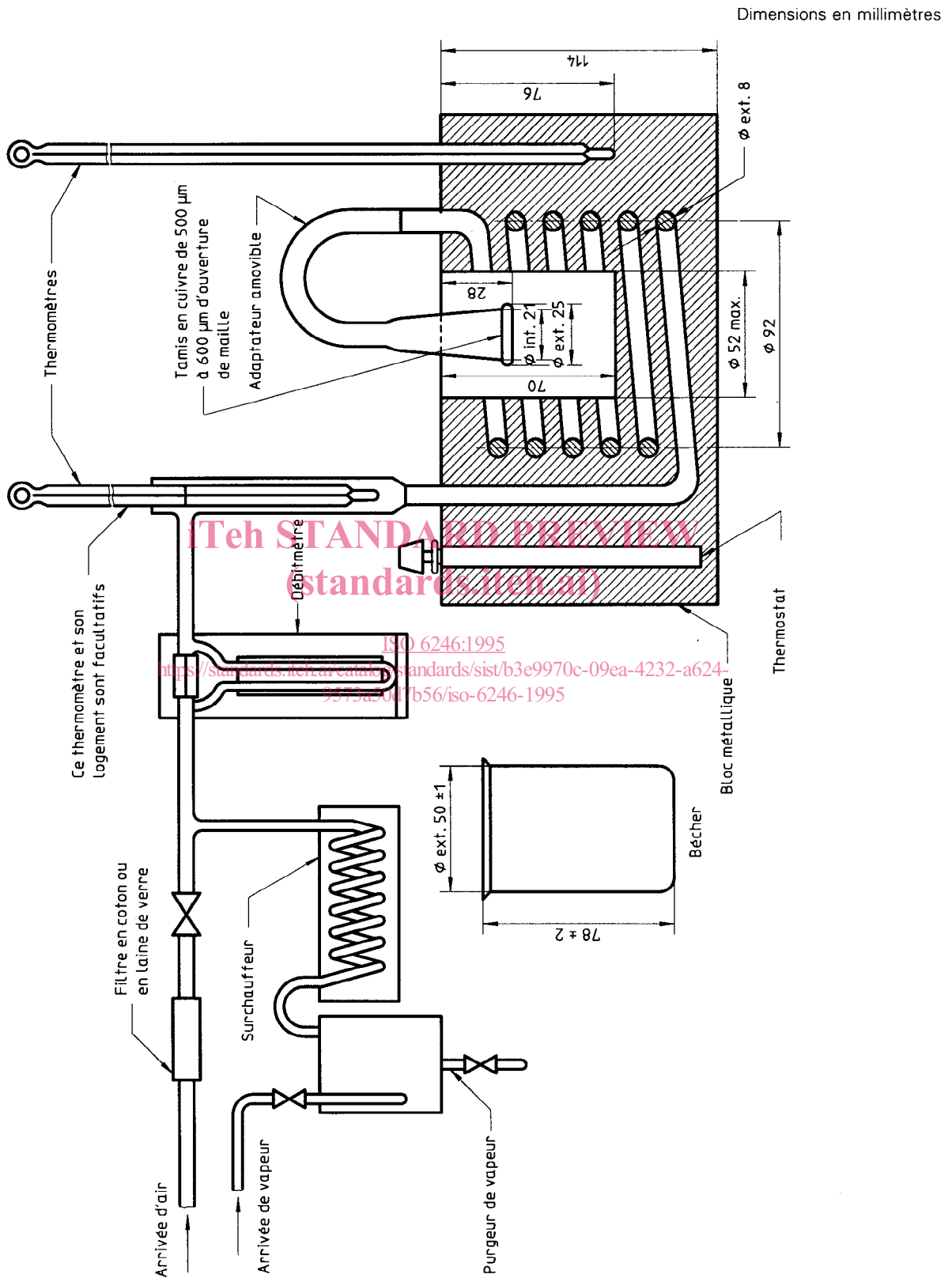


Figure 1 — Appareil de détermination de la teneur en gommés par évaporation au jet



## 10 Mode opératoire

**10.1** Laver les béchers (6.2) et le bécher-tare avec le solvant pour gommes (5.4) pour éliminer toute trace de gomme. Les rincer soigneusement à l'eau et les immerger ensuite dans une solution détergente de nettoyage. Le type de détergent et ses conditions d'utilisation doivent être déterminés par chaque laboratoire. On peut considérer que l'on obtient un bon nettoyage si le résultat est comparable à celui obtenu avec une solution de nettoyage d'acide sulfochromique sur les béchers utilisés (acide sulfochromique frais, période de trempage de 6 h, rinçage à l'eau et séchage). Retirer les béchers de la solution à l'aide des pinces (6.10) et, par la suite, ne les manipuler qu'avec les pinces. Laver soigneusement les béchers, d'abord à l'eau de ville puis avec de l'eau de qualité 3 et les sécher ensuite dans l'étuve (6.11) réglée à 150 °C pendant au moins 1 h. Les laisser refroidir pendant au moins 2 h dans le récipient de refroidissement (6.3) placé à proximité de la balance (6.1).

NOTE 5 Pour la comparaison de l'efficacité du nettoyage, on peut procéder par appréciation visuelle et par mesure de la perte de masse en chauffant la verrerie dans des conditions déterminées. Le nettoyage au détergent supprime les risques possibles et les inconvénients relatifs à la manipulation des solutions corrosives d'acide sulfochromique. Ce dernier procédé reste le procédé de nettoyage de référence et, en tant que tel, peut être utilisé comme méthode alternative à la méthode préférentielle qui est le nettoyage avec les solutions détergentes.

**AVERTISSEMENT — L'acide sulfochromique est dangereux pour la santé. Il est toxique, reconnu comme étant cancérigène car il contient des composés Cr(VI), est fortement corrosif et potentiellement dangereux au contact des matières organiques. Il faut impérativement utiliser des lunettes et des vêtements de protection lors de l'utilisation d'une solution de nettoyage d'acide sulfochromique. Si l'on doit prélever avec une pipette, ne jamais aspirer avec la bouche. Après utilisation, ne pas vider dans l'évier les solutions mais les neutraliser prudemment compte tenu de la présence d'acide sulfurique concentré. Suivre les procédures normales en vigueur pour éliminer les déchets toxiques du laboratoire (le chrome est extrêmement dangereux pour l'environnement).**

**Les solutions acides de nettoyage fortement oxydantes qui ne contiennent pas de chrome sont aussi très corrosives et représentent un danger potentiel au contact des matières organiques, mais ne contenant pas de chrome elles ne posent pas de problèmes spécifiques d'élimination.**

**10.2** Choisir les conditions opératoires de l'essai correspondant à l'essence automobile et à l'essence aviation ou au carburéacteur à partir du tableau 1 et mettre l'appareil en marche en suivant les instructions données en 7.2 ou 8.2 selon le cas. Si l'on utilise un préchauffeur externe, régler la température du fluide évaporateur pour obtenir dans chaque logement la température prescrite.

**10.3** Peser, à 0,1 mg près, les béchers d'essai par rapport au bécher-tare. Si l'on utilise une balance à un seul plateau, peser le bécher-tare comme étant un essai à blanc. Noter la masse de chaque bécher.

Tableau 1 — Conditions d'essai

Type d'échantillon	Fluide évaporateur	Température d'essai	
		Bain	Logement
Essences aviation et automobile	Air	160 à 165	150 à 160
Carburéacteurs	Vapeur	232 à 246	229 à 235

**10.4** Si l'échantillon contient des dépôts ou des matières en suspension, le rendre homogène en l'agitant vigoureusement. Filtrer immédiatement une certaine quantité d'échantillon, à la pression atmosphérique, sur l'entonnoir en verre fritté (6.6). Traiter le filtrat comme indiqué en 10.5 à 10.7 inclus.

**10.5** À l'aide d'éprouvettes graduées (6.9), verser 50 ml d'échantillon dans chaque bécher, sauf dans le bécher-tare en utilisant un bécher pour chaque carburant à essayer.

Placer les béchers remplis et le bécher-tare dans le bain d'évaporation (6.4). Le laps de temps compris entre le moment où on introduit le premier bécher dans le bain et le moment où on introduit le dernier doit être le plus court possible. Si l'on utilise le jet d'air, remettre en place l'adaptateur conique dès que chaque bécher est disposé dans le bain. Si l'on utilise le jet de vapeur, laisser les béchers chauffer pendant 3 min avant de mettre les adaptateurs coniques en place, ceux-ci doivent être préalablement chauffés dans le courant de vapeur avant d'être adaptés aux systèmes d'injection. Centrer les adaptateurs coniques au-dessus de la surface du liquide. Prendre les précautions nécessaires lors de l'introduction du jet d'air ou de vapeur pour éviter des projections qui pourraient donner lieu à des valeurs de gommes présentes erronées.

Maintenir la température et le débit d'air ou de vapeur et laisser évaporer les prises d'essais pendant 30 min. Si l'on essaie simultanément des prises d'essais, les caractéristiques d'évaporation de celles-ci doivent être semblables.

NOTE 6 Dans certains cas, des essais en double sont recommandés pour déterminer la fidélité.

**10.6** À la fin de l'évaporation, transférer les béchers du bain au récipient de refroidissement (6.3). Placer ce récipient à proximité de la balance pendant au moins 2 h. Peser les béchers conformément à 10.3. Noter la masse de chaque bécher.

**10.7** Mettre à part les béchers contenant des résidus de produits pour lesquels la détermination de la fraction de gommes insolubles dans l'heptane est également requise. Les autres béchers peuvent être nettoyés et réutilisés.

**10.8** Ajouter 25 ml d'heptane à chacun des béchers mis à part en 10.7, ainsi qu'au bécher-tare, puis agiter doucement pendant 30 s. Laisser reposer le mélange pendant 10 min.

**10.9** Décanter et éliminer la solution d'heptane en prenant toutes précautions pour éviter des pertes de résidu solide.

**10.10** Effectuer une nouvelle extraction avec une seconde portion de 25 ml d'heptane comme en 10.8 et 10.9. Recommencer une troisième fois si le liquide de décantation est coloré.

**10.11** Placer les béchers, y compris le bécher-tare, dans le bain d'évaporation maintenu à une température comprise entre 160 °C et 165 °C et les y maintenir pour séchage pendant 5 min, sans remettre les adaptateurs coniques en place.

**10.12** À la fin de la période de séchage, retirer les béchers du bain pour les introduire dans le récipient de refroidissement (6.3), les laisser refroidir pendant au moins 2 h à proximité de la balance. Peser les béchers et noter leur masse.

## 11 Calcul de la teneur en gommes

**11.1** Calculer la teneur en gommes,  $A$ , à l'aide de la formule suivante:

$$A = 2\,000 [(m_1 - m_3) - (m_2 - m_4)]$$

où

$A$  est la teneur en gommes, exprimée en milligrammes par 100 ml;

$m_1$  est la masse, en grammes, du bécher d'essai et du résidu;

$m_2$  est la masse, en grammes, du bécher-tare après traitement;

$m_3$  est la masse, en grammes, du bécher d'essai vide;

$m_4$  est la masse, en grammes, du bécher-tare avant traitement.

**11.2** Si une balance à double plateaux est utilisée, les pesées étant effectuées par rapport au bécher-tare avant et après traitement, employer la formule suivante:

$$A = 2\,000 (m_5 - m_6)$$

où

$m_5 = m_1 - m_2$ , en grammes;

$m_6 = m_3 - m_4$ , en grammes.

## 12 Expression des résultats

**12.1** Pour les essences aviation, exprimer les résultats à 1 mg/100 ml près, comme étant la teneur en gommes présentes.

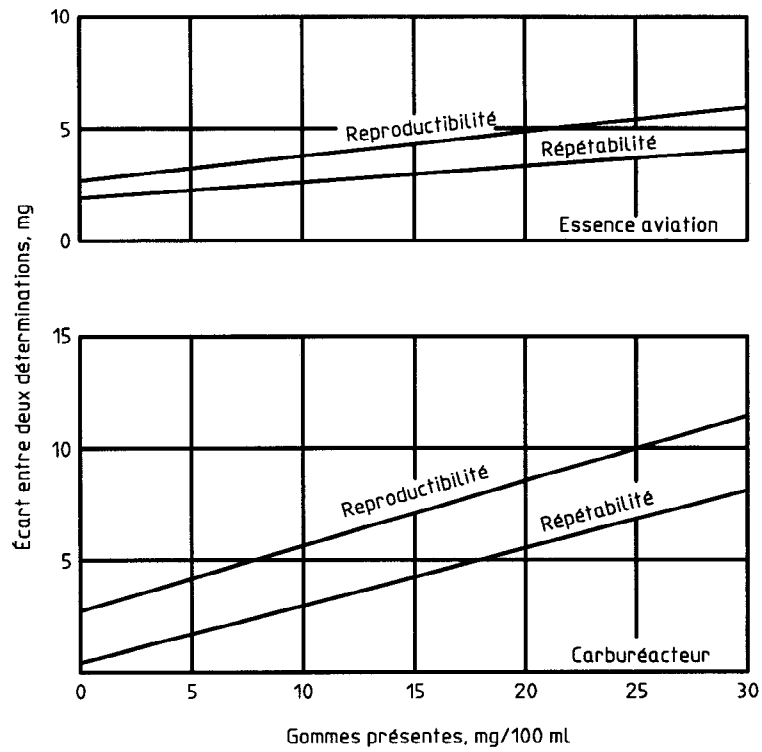
**12.2** Pour les autres essences, exprimer les résultats à 1 mg/100 ml près, comme étant la teneur en gommes non lavées ou lavées au solvant, ou les deux.

**12.3** Pour toutes les essences, si la phase de filtration (10.4) a été effectuée avant évaporation, le terme «filtré» doit être noté après la valeur numérique du résultat.

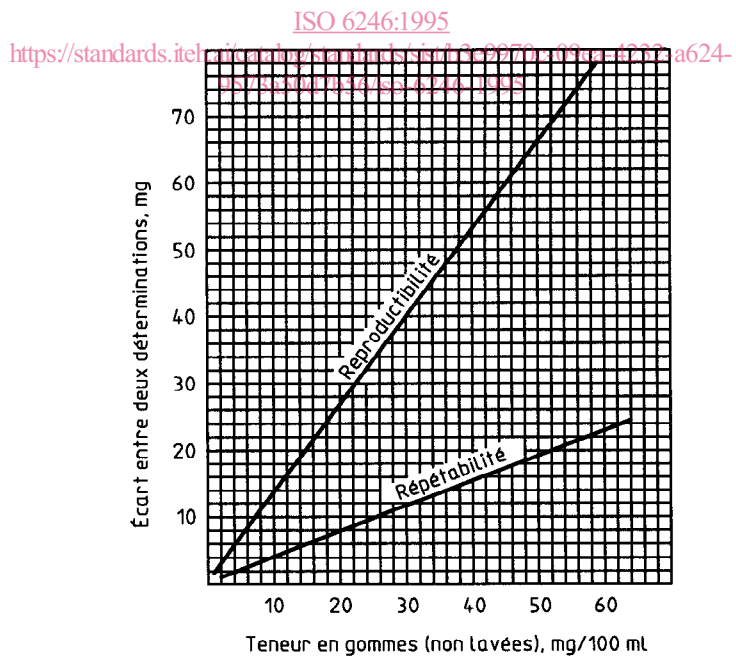
## 13 Fidélité

La fidélité, obtenue à partir du dépouillement statistique de résultats d'essais interlaboratoires, est donnée en 13.1 et 13.2 et est illustrée graphiquement aux figures 2 à 4.





**Figure 2 — Fidélité pour les gommes présentes**  
(standards.iteh.ai)



**Figure 3 — Fidélité pour les teneurs en gommes (non lavées)**