

NORME
INTERNATIONALE

ISO
13757

Première édition
1996-07-15

**Gaz de pétrole liquéfiés — Détermination
des résidus huileux — Méthode à haute
température**

iTeh STANDARD PREVIEW

*(Liquefied petroleum gases — Determination of oily residues —
High-temperature method)*

ISO 13757:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24b50cfl-a73c-4659-92a4-4a3bc466f70f/iso-13757-1996>



Numéro de référence
ISO 13757:1996(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 13757 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13757:1996
<https://international.iso.org/standards/13757-1996>
4a3bc466f70fiso-13757-1996

Gaz de pétrole liquéfiés — Détermination des résidus huileux — Méthode à haute température

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.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une procédure pour la détermination des résidus pouvant être contenus dans les gaz de pétrole liquéfiés (GPL), subsistant après évaporation à 105 °C. Ces résidus, dénommés «résidus huileux», correspondent à tous les produits piégés dans les systèmes de vaporisation qui sont susceptibles d'être soumis à un apport calorifique externe supérieur à l'évaporation ambiante.

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

ISO 4257:1988, *Gaz de pétrole liquéfiés — Méthode d'échantillonnage*.

3 Définition

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

3.1 gaz de pétrole liquéfié: Mélange d'hydrocarbures gazeux pouvant être stocké et/ou manipulé en phase liquide dans des conditions de pression modérée à température ambiante. Il s'agit principalement d'alcanes ou d'alcènes en C₃ et C₄ ou un mélange de ces produits. Il contient généralement moins de 5 % en volume liquide d'hydrocarbures plus lourds et a une pression de vapeur relative qui ne dépasse pas 1 600 kPa environ à 40 °C.

4 Principe

Une masse connue d'échantillon filtré de GPL est concentrée par évaporation. Le concentré est transféré dans un ballon d'évaporation à l'aide de dichlorométhane, puis évaporé au moyen d'un évaporateur rotatif. Après quoi, le résidu d'évaporation est placé à l'étuve à 105 °C pendant 1 h, puis refroidi et pesé.

5 Réactifs

5.1 Acétone, de qualité analytique.

5.2 Peroxodisulfate d'ammonium, (NH₄)₂S₂O₈, en solution dans l'acide sulfurique.

Préparer le volume de solution nécessaire en dissolvant la quantité appropriée (8 g/dm³) de peroxy-

disulfate d'ammonium dans de l'acide sulfurique concentré (de pureté minimale 98 %).

ATTENTION — L'acide sulfurique et le peroxydisulfate d'ammonium sont des agents d'oxydation forts et, de ce fait, il convient d'éviter tout contact avec des matières organiques. Le port de lunettes, gants et tablier de sécurité, fabriqués dans des matériaux appropriés, est nécessaire pendant toute la durée des manipulations.

5.3 Glace carbonique, solide, pour le bain de refroidissement.

5.4 Dichlorométhane, de qualité analytique, contenant moins de 4 mg/kg de résidu huileux après évaporation à 105 °C.

NOTE 1 Dans le cas où l'utilisation du dichlorométhane poserait des problèmes d'hygiène et de réglementation, il pourra être remplacé par du pentane de même qualité (contenant moins de 4 mg/kg de résidu à 105 °C). Dans ce cas le mode opératoire reste inchangé.

ATTENTION — Le dichlorométhane est un irritant et présente des risques pour la santé s'il est manipulé d'une manière incorrecte. Extraire les vapeurs en travaillant sous hotte aspirante.

5.5 Détergent de laboratoire, voir l'annexe A, référence [6].

5.6 Eau, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

6 Appareillage

6.1 Bouteille d'échantillon, en acier inoxydable, équipée de deux robinets en acier inoxydable et dont le robinet supérieur comporte un tube plongeur, pression maximale d'utilisation 3 MPa, de 3,75 dm³ de capacité minimale, contenant les GPL dont les résidus huileux sont à analyser.

6.2 Support de filtre en ligne, en acier inoxydable, pour haute pression (voir l'annexe A, référence [1]).

6.3 Disques filtrants, membrane blanche unie, de 47 mm de diamètre en mélange d'esters de cellulose, dimension nominale des pores 0,8 µm (voir l'annexe A, référence [2]).

6.4 Bobine de refroidissement, en acier inoxydable, effectuée en bobinant 5 m de tube de 3 mm de diamètre extérieur et de 2 mm de diamètre intérieur sur un mandrin de 50 mm de diamètre environ et

équipée des raccords nécessaires (voir l'annexe A, référence [3]).

6.5 Bain de refroidissement, composé d'un vase Dewar de 3 dm³, rempli aux trois quarts d'un liquide approprié, par exemple acétone refroidie à l'aide de glace carbonique, de manière à obtenir une température inférieure à – 60 °C.

Pour obtenir rapidement un bain de refroidissement à la température correcte, introduire environ 1 kg de glace carbonique dans un bécher de 3 dm³ et verser lentement de l'acétone. Transvaser l'acétone ainsi refroidie dans le vase Dewar contenant environ 200 g de glace carbonique. Répéter l'opération jusqu'à l'obtention du volume désiré.

NOTE 2 Un tel bain est capable de maintenir une température inférieure à – 60 °C pendant plusieurs heures.

6.6 Thermomètre, capable de mesurer une température de – 60 °C ± 1 °C.

6.7 Lignes de prélèvement, en acier inoxydable, conformes aux prescriptions de 6.4. La capacité de l'ensemble de prélèvement (filtre, bobine de refroidissement, lignes) doit être inférieure à 25 cm³.

6.8 Robinets à aiguille

6.8.1 Robinet à aiguille, en acier inoxydable, muni de raccords de 3 mm, permettant de régler le débit (matériel de qualité chromatographique) (voir l'annexe A, référence [4]).

6.8.2 Robinet à pointeau, en acier inoxydable, muni de raccords de 3 mm (voir l'annexe A, référence [4]).

6.9 Bécher, en verre, gradué, de 5 dm³ de capacité, de forme basse.

6.10 Bain-marie, composé d'un bac en tôle d'approximativement 300 mm × 300 mm × 300 mm, avec arrivée et départ d'eau, réglable à une température de 15 °C ± 5 °C; ou **bain de vapeur** muni d'un orifice de diamètre compris entre 58 mm et 62 mm.

6.11 Évaporateur rotatif, tout modèle permettant l'évaporation d'au moins 200 cm³ de solvant, sur un bain d'eau permutée réglé à 65 °C ± 5 °C, à partir d'un ballon d'évaporation à col rodé.

NOTE 3 Un réfrigérant à double serpentín peut suffire pour un appareil placé sous hotte aspirante; sinon, un refroidisseur à glace carbonique/acétone est nécessaire (voir l'annexe A, référence [5]).

6.12 Ballon d'évaporation, ballon en verre, à col rodé, de 200 cm³, à fond rond, muni d'un bouchon en verre et tarant moins de 130 g (bouchon compris).

6.13 Étuve, réglable à une température de 105 °C ± 5 °C.

6.14 Balances

6.14.1 Pour la bouteille d'échantillon, balance de portée de 10 kg minimum, précise à ± 1 g ou mieux.

6.14.2 Pour le ballon d'évaporation, balance de portée de 160 g minimum, précise à ± 0,1 mg ou mieux.

6.15 Gants de laboratoire, en PVC fin, résistant au dichlorométhane et exempts de talc.

6.16 Dessiccateur, sans agent desséchant.

7 Préparation du matériel

7.1 Cas de la verrerie neuve

Nettoyer la verrerie neuve en l'immergeant dans le détergent de laboratoire (5.5) pendant 12 h au minimum avant l'utilisation. En cas de contestation ou lorsque des résultats anormaux ont été obtenus, tremper la verrerie dans une solution de peroxydisulfate d'ammonium dans l'acide sulfurique (5.2) pendant 12 h.

Après nettoyage au détergent ou à la solution de peroxydisulfate dans l'acide sulfurique, retirer la verrerie et la rincer à l'eau du robinet, puis à l'eau de qualité 3 (5.6), en utilisant des gants (6.15) ou des pinces. Continuer à manipuler la verrerie avec des gants tout au long du mode opératoire. Sécher la verrerie à l'étuve (6.13) pendant 30 min. Laisser refroidir dans un dessiccateur (6.16) pendant au moins 2 h avant utilisation (prendre garde au risque de blocage du bouchon lors du refroidissement).

Après nettoyage du matériel, effectuer la tare en pesant le ballon d'évaporation (avec le bouchon) à 0,1 mg près, après l'avoir débouché pendant 30 s.

7.2 Cas de la verrerie déjà utilisée

Enlever toute trace de produit organique de la verrerie déjà utilisée en la lavant soigneusement au dichlorométhane (5.4), tout en utilisant des gants. Rincer à l'acétone (5.1) et sécher à l'étuve (6.13) pendant 30 min. Continuer à manipuler la verrerie avec des gants tout au long du mode opératoire. Éliminer soi-

gneusement les vapeurs de solvant du ballon d'évaporation, soit en retournant ce ballon pendant 10 s environ, soit en le soufflant à l'azote. Placer le ballon muni de son bouchon et le reste de la verrerie dans un dessiccateur (6.16) pendant au moins 2 h avant utilisation (prendre garde au risque de blocage du bouchon lors du refroidissement).

Si la verrerie n'est pas suffisamment propre, ou en cas de contestation, ou lorsque des résultats anormaux ont été obtenus, nettoyer la verrerie comme décrit en 7.1, tout en utilisant des gants, après avoir enlevé tout produit organique par rinçage au dichlorométhane (5.4), suivi par un rinçage à l'acétone (5.1).

Après nettoyage du matériel, effectuer la tare en pesant le ballon d'évaporation (avec le bouchon) à 0,1 mg près, après l'avoir débouché pendant 30 s.

7.3 Ligne d'échantillonnage

La ligne d'échantillonnage doit être rincée d'abord au dichlorométhane (5.4), puis ensuite avec le GPL à analyser.

8 Mode opératoire

ATTENTION — Il est impératif de travailler sous une hotte anti-déflagrante ou à l'air libre, en prenant toutes les mesures de sécurité nécessaires et, notamment, les mises à la terre réglementaires, pour éliminer les risques liés à l'électricité statique.

8.1 Échantillonnage

Agiter doucement la bouteille d'échantillon contenant le GPL à analyser de façon à bien mélanger le contenu, puis transférer une masse de produit comprise entre 800 g et 1 200 g, pesée à 1 g près, dans un bécher de 5 dm³ de forme basse, conformément à la procédure définie en 8.1.1 et 8.1.2.

8.1.1 Effectuer le montage de l'appareillage, tel que décrit à la figure 1, en raccordant au robinet inférieur de la bouteille d'échantillon, la ligne de prélèvement composée:

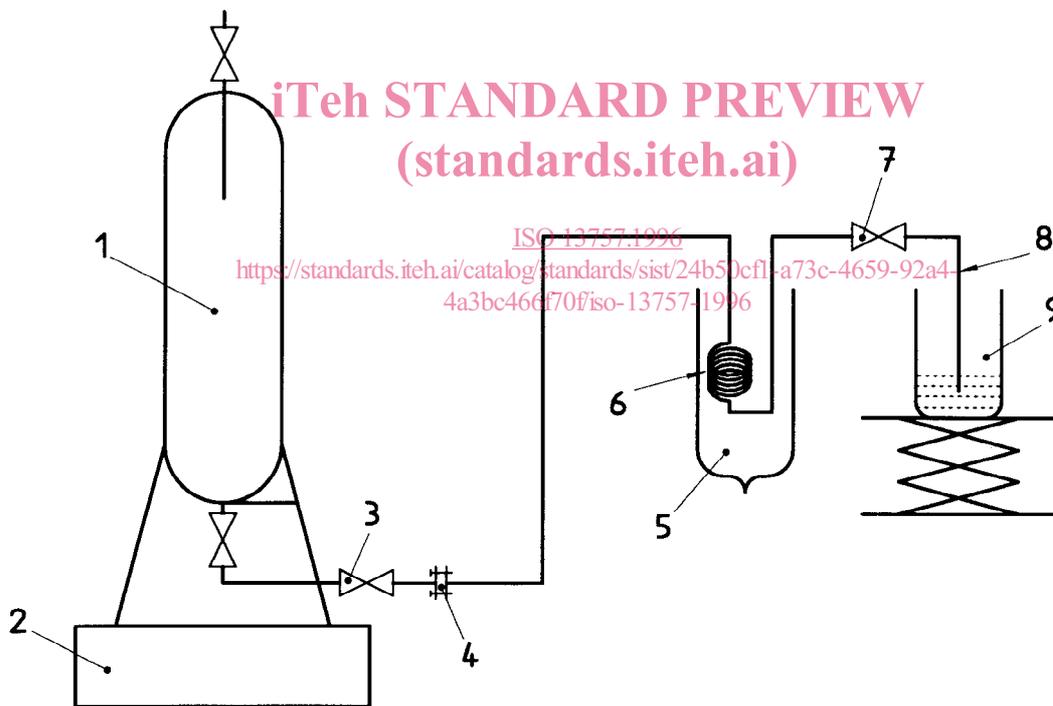
- du robinet à pointeau (3);
- du filtre en ligne (4);
- de la bobine de refroidissement (6) immergée dans le bain (5), dont la température (inférieure à - 60 °C) a été contrôlée avec un thermomètre;
- du robinet à aiguille (7);

— d'un embout en forme de tube en polytétrafluoroéthylène (PTFE) souple (8) ou, à défaut, d'un tube en acier inoxydable, permettant l'écoulement dans le béccher (9).

8.1.2 Après avoir raccordé la ligne de prélèvement [robinets (3) et (7) fermés] à la bouteille d'échantillon, ouvrir la vanne inférieure de celle-ci et:

- purger et remplir la ligne avec le GPL à analyser en ouvrant le robinet (7) et ensuite, progressivement, le robinet (3), pour ne pas détériorer le filtre (4);
- fermer respectivement les robinets (7) et (3) et la vanne inférieure de la bouteille d'échantillon;
- débrancher la ligne de prélèvement de la bouteille d'échantillon et peser celle-ci pour obtenir sa masse T en grammes;

- raccorder la ligne de prélèvement purgée et remplie à la bouteille d'échantillon;
- mettre en place le béccher (9) contenant 50 cm³ de dichlorométhane (5.4) de façon que le tube en PTFE soit immergé dans le dichlorométhane;
- ouvrir la vanne inférieure de la bouteille d'échantillon et régler les robinets (7) et (3) pour obtenir un écoulement régulier d'échantillon de GPL dans le béccher, jusqu'à l'obtention d'une masse d'environ 1 000 g \pm 200 g;
- refermer les robinets (7) et (3) et la vanne inférieure de la bouteille d'échantillon;
- débrancher la ligne de prélèvement de la bouteille d'échantillon et peser encore une fois cette dernière pour obtenir la masse de la bouteille après échantillonnage, P , en grammes.



Légende

- 1 Bouteille d'échantillon, telle que définie en 6.1
- 2 Balance précise à 1 g près (voir 6.14.1)
- 3 Robinet à pointe d'admission du GPL dans le circuit (voir 6.8.2)
- 4 Support de filtre en ligne (voir 6.2 et 6.3)
- 5 Vase Dewar rempli comme stipulé en 6.5
- 6 Bobine de refroidissement en acier inoxydable (voir 6.4)
- 7 Robinet à aiguille (voir 6.8.1)
- 8 Tube en PTFE de 20 cm de longueur
- 9 Béccher de 5 dm³ de forme basse (6.9) contenant 50 cm³ de dichlorométhane (5.4)

Figure 1 — Schéma de montage pour l'échantillonnage

8.1.3 La masse de la prise d'essai, m_1 , en grammes, est déterminée par:

$$m_1 = T - P$$

NOTE 4 Dans le cas où la balance est à disposition près de l'emplacement de la manipulation, l'ensemble bouteille et ligne de prélèvement peut être pesé globalement après le remplissage de cette dernière, puis après la prise de l'échantillon.

8.2 Évaporation du GPL

Immerger à une profondeur de 10 mm le bécher dans un bain-marie (6.10) à $15\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (dont la température est régulée par circulation d'eau), ou placer le bécher sur un bain de vapeur (6.10).

Laisser évaporer jusqu'à ce que le volume de liquide restant dans le bécher soit proche du volume de dichlorométhane (5.4) introduit au départ (50 cm^3).

8.3 Évaporation du dichlorométhane

Rincer soigneusement les parois du bécher avec environ 25 cm^3 de dichlorométhane (5.4) et transférer le contenu dans un ballon d'évaporation (6.12) préalablement nettoyé et préparé (7.2). Rincer à nouveau le bécher avec 25 cm^3 de dichlorométhane (5.4) et transférer dans le ballon. Placer le ballon sur l'évaporateur rotatif et l'immerger partiellement dans un bain d'eau permutée, réglé à $65\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et évaporer le contenu jusqu'à ce qu'il ne reste que quelques centimètres cubes. Démontez le ballon de l'évaporateur rotatif. Rincer soigneusement le bécher avec 50 cm^3 de dichlorométhane (5.4) et transférer ce volume dans le ballon d'évaporation. Répéter cette opération avec 50 cm^3 de dichlorométhane (5.4) et récupérer ce volume dans le ballon d'évaporation. Replacer le ballon sur l'évaporateur rotatif et évaporer le contenu jusqu'à ce qu'il ne reste que le résidu huileux.

IMPORTANT — Ne pas placer l'évaporateur sous vide lors de ces évaporations.

8.4 Séchage à l'étuve et pesage

Retirer le ballon de l'évaporateur rotatif. Rincer les parois extérieures à l'acétone (5.1). Disposer horizontalement le ballon dans une étuve (6.13) pendant 1 h. (Contrôler la température de l'étuve avec un thermomètre.)

Les vapeurs de dichlorométhane étant plus lourdes que l'air, veiller à les éliminer soigneusement du bal-

lon d'évaporation, soit en retournant le ballon pendant 10 s environ, soit en le soufflant à l'azote.

Placer ensuite le ballon muni de son bouchon (prendre garde au risque de blocage du bouchon lors du refroidissement) dans un dessiccateur (6.16) pendant au moins 2 h, puis peser le ballon (avec le bouchon) à $0,1\text{ mg}$ près, après l'avoir débouché pendant 30 s. La différence entre cette masse et la masse de la tare du ballon donne la masse m_2 du résidu huileux obtenu au cours de l'essai.

8.5 Essai à blanc

Effectuer un mesurage à blanc, en suivant la procédure décrite en 8.3 et 8.4, en prenant 200 cm^3 du même lot de dichlorométhane (5.4) que celui utilisé lors de l'essai, mais en l'absence d'échantillon.

La masse du résidu huileux obtenu au cours de l'essai à blanc est m_3 .

9 Calcul

Calculer le résidu huileux d'évaporation de l'échantillon, E , en milligrammes par kilogramme de GPL, en utilisant l'équation suivante:

$$E = \frac{(m_2 - m_3) \times 1\,000}{m_1}$$

m_1 est la masse de l'échantillon de GPL, en grammes (voir 8.1.3);

m_2 est la masse du résidu huileux obtenu au cours de l'essai, en milligrammes (voir 8.4);

m_3 est la masse du résidu huileux obtenu au cours de l'essai à blanc, en milligrammes (voir 8.5).

10 Expression des résultats

Noter le résultat en arrondissant au 1 mg/kg le plus proche.

11 Fidélité

La fidélité de la présente méthode, établie au cours d'essais interlaboratoires qui ont porté sur des échantillons de GPL de teneurs en résidu huileux comprises entre 70 mg/kg et 100 mg/kg , en utilisant du dichlorométhane comme solvant, et déterminée à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante.

11.1 Répétabilité, r

La différence entre les résultats de deux essais successifs obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans les mêmes conditions opératoires, sur un produit identique, ne doit pas, dans une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur 20 la valeur suivante:

$$r = 15 \text{ mg/kg}$$

11.2 Reproductibilité, R

La différence entre deux résultats d'essais uniques et indépendants obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents, sur un produit identique, ne doit pas, dans une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur 20 la valeur suivante:

$$R = 50 \text{ mg/kg}$$

12 Rapport d'essai

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

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) la nature et l'identification complète de l'échantillon analysé;
- c) le solvant utilisé;
- d) le résultat de l'essai, en milligrammes de résidu huileux par kilogramme d'échantillon de GPL (voir l'article 10);
- e) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit, résultant ou non d'un accord préalable;
- f) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13757:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24b50cfl-a73c-4659-92a4-4a3bc466f70f/iso-13757-1996>

Annexe A (informative)

Matériels du commerce adaptés au mode opératoire d'essai

Les appellations commerciales données ci-après sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

- | | |
|--|---|
| <p>[1] Support de filtre, n° XX 45 047 00
Millipore Corp., Ashby Road, Bedford,
MA 01730, États-Unis</p> <p>[2] Membranes filtrantes, n° AAWP 047 00
Millipore Corp., Ashby Road, Bedford,
MA 01730, États-Unis</p> <p>[3] Tube en acier inoxydable (type 304),
réf. 30203
Altech Europe, Begoniastraat 6, B-9731,
Nazareth (Eke), Belgique</p> <p>[4] Robinet à aiguille en acier inoxydable, vanne
de type SS-SS 2
Whitey Co., 15635 Saranac Road, Cleveland,
OH 44110, États-Unis</p> | <p>[4] Robinet à poiteau en acier inoxydable,
vanne de type SS-OVS 2
Whitey Co., 15635 Saranac Road, Cleveland,
OH 44110, États-Unis</p> <p>[5] Évaporateur rotatif
Modèle Buchi EL 130</p> <p>[6] Détergents de laboratoire
— Extram Flüssig
E. Merck, 6100 Darmstadt 1,
PO Box 4119, Allemagne
— Decontamin
ICI Ltd., Imperial Chemical House,
Millbank, Londres SW1, Angleterre
— Decon 90
Prolabo, 12, rue Pelée, 75011 Paris,
France</p> |
|--|---|

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13757:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24b50cfl-a73c-4659-92a4-4a3bc466f70f/iso-13757-1996>