NORME INTERNATIONALE

ISO 10370

Deuxième édition
2014-11-01

Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode micro

Petroleum products — Determination of carbon residue — Micro method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

Numéro de référence
ISO 10370:2014(F)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos .... **iv**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **2**
5 Réactifs et matériaux **2**
6 Appareillage **2**
7 Préparation de l'échantillon **4**
7.1 Instructions générales 4
7.2 Mode opératoire usuel 5
7.3 Mode opératoire modifié 5
8 Transfert de l'échantillon **5**
9 Mode opératoire **6**
10 Calculs **7**
11 Expression des résultats **7**
12 Fidélité **7**
12.1 Généralités 7
12.2 Répétabilité (r) 7
12.3 Reproductibilité (R) 8
13 Rapport d'essai **9**
Annexe A (informative) **Relation entre le résidu de carbone (méthode micro) et le résidu de carbone Conradson** **10**
Bibliographie **11**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ec3e542-cb2e-45b8-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3e542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

L'ISO 10370 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et connexes d'origine synthétique ou biologique*, et par le comité technique CEN/TC 19, *Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique* en collaboration.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 10370:1993). Outre les actualisations concernant les réactifs et carburants de référence, les résultats de l'essai interlaboratoires réalisé par l'Energy Institute au Royaume-Uni sur la procédure pour les résidus de distillation de 10 % en volume des distillats moyens avec des tubes de 4 ml et des unités de distillation automatique, ont été introduits.L'ISO 10370:1993/Cor1:1996 a également été incorporé dans cette révision.

 © ISO 2014 – Tous droits réservés

Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode micro

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente norme internationale n'est pas censée 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 spécifie une méthode pour la détermination de la quantité de résidu de carbone obtenue après évaporation et pyrolyse d'un produit pétrolier dans des conditions spécifiques. La méthode s'applique aux produits dont le résidu de carbone est compris entre 0,10 % (*m*/*m*) et 30,0 % (*m*/*m*).

NOTE 1 La valeur de résidu de carbone donne une idée de la tendance de produits pétroliers à former des dépôts carbonés dans des conditions de dégradation similaires. Elle peut être utile dans l'évaluation des tendances relatives à former des matières carbonées de produits d'une même catégorie. Il est recommandé dans ce cas d'être prudent dans l'interprétation des résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour les produits dont le résidu de carbone est supérieur à 0,10 % (*m*/*m*), les résultats sont équivalents à ceux obtenus suivant l'essai de résidu de carbone Conradson (voir ISO 6615[1]) dans l'intervalle compris entre 0,10 % (*m*/*m*) et 25,0 % (*m*/*m*) (pour de plus amples précisions, se reporter à l'Annexe A).

ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ea3e542-ab2c-45bf-a358-6fae1f4f2df3/iso-10370-2014

La présente Norme internationale peut également s'appliquer aux produits pétroliers constitués essentiellement de distillats et dont le résidu de carbone est inférieur à 0,10 % (*m*/*m*). Sur de tels produits, un résidu de distillation de 10 % (*V*/*V*) est préparé selon le mode opératoire donné en 7.3.1 et 7.3.2 avant analyse.

Les constituants formant des cendres, tels que définis dans l'ISO 6245,[2] ainsi que les additifs non volatils présents dans l'échantillon, augmentent la valeur du résidu de carbone et leur contribution est incluse dans la valeur totale reportée.

NOTE 2 Les nitrates organiques additionnés dans certains combustibles distillés conduisent à des valeurs anormalement élevées de résidu de carbone. La présence de nitrates d'alkyle dans un combustible peut être détectée selon la méthode d'essai ISO 13759[3].

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3405, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, la définition suivante s'applique.

3.1
résidu de carbone
totalité du résidu obtenu d'un échantillon dans les conditions spécifiques d'évaporation et de pyrolyse décrites dans la présente Norme internationale

© ISO 2014 – Tous droits réservés

4 Principe

Une partie aliquote de l'échantillon de produit pétrolier est placée dans un tube en verre puis chauffée jusqu'à 500 °C de manière régulée, durant un temps spécifié, sous un flux de gaz inerte (azote). Les matières volatiles formées durant les réactions sont entrainées par le gaz inerte. Le résidu carboné restant est pesé.

5 Réactifs et matériaux

5.1 Azote, à faible teneur en oxygène, c.-à-d. de pureté au moins égale à 99,998 % (*V*/*V*), avec une régulation appropriée permettant de fournir une pression de service comprise entre 0 kPa et 200 kPa.

NOTE En pratique la pression de service minimale est de 140 kPa.

6 Appareillage

6.1 Tubes à échantillon en verre, de 2 ml de capacité, 12 mm de diamètre extérieur et environ 35 mm de hauteur.

Pour les échantillons à très faible valeur de résidu de carbone, c'est-à-dire inférieur à approximativement 0,20 % (*m*/*m*), un tube de 4 ml de capacité, 12 mm de diamètre extérieur et environ 72 mm de hauteur peut être utilisé, mais aucune donnée de fidélité n'a été obtenue avec eux.

NOTE 1 L'Energy Institute a mené un essai circulaire[4] sur des résidus de distillation de 10 % volume obtenus selon le mode opératoire pour distillats moyens. Les essais ont été réalisés avec des tubes de 4 ml et des appareils de distillation automatiques; la fidélité est donnée dans l'Article 12.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 2 Un flacon d'échantillon en verre d'environ 20 ml de capacité (20,5 mm à 21 mm de diamètre extérieur par (70 ± 1) mm de hauteur) pour des échantillons qui devraient donner des résidus < 0,10% (*m*/*m*) peuvent également être utilisés, de sorte qu'une différence de masse plus appréciable peut être déterminée. Dans ce cas, une taille d'échantillon de 5 g est suggérée. Aucune fidélité n'a été déterminée pour cette technique, mais elle peut être trouvée appropriée pour des échantillons de très faibles résidus de 10 %.

ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-43bf-a358-6fac1f4fe202/iso-10370-2014

6.2 Compte-goutte ou petite tige de verre, approprié pour le transfert de l'échantillon.

6.3 Four, comprenant une enceinte chauffante circulaire d'environ 85 mm de diamètre et 100 mm de profondeur, à chargement par le haut, capable d'atteindre 500 °C à une vitesse de chauffe comprise entre 10 °C/min et 40 °C/min. L'enceinte comporte un orifice de sortie de 13 mm de diamètre intérieur permettant la purge à l'azote de l'enceinte (arrivée d'azote près du haut, sortie au centre du fond), un thermocouple situé à l'intérieur de l'enceinte près des tubes à échantillon sans toutefois les toucher, et un couvercle étanche à l'air.

L'orifice de sortie des condensats se prolonge par une courte section verticale dans laquelle se condensent la plus grande partie des vapeurs. Les condensats formés s'écoulent dans un piège amovible situé directement sous le four. La Figure 1 présente un schéma du four.

6.4 Porte-échantillons, constitué d'un bloc cylindrique en aluminium d'environ 76 mm de diamètre et 17 mm d'épaisseur comportant 12 trous régulièrement espacés (pour les tubes) de 13 mm de diamètre et 13 mm de profondeur.

Les trous doivent être répartis de façon circulaire à environ 3 mm de la périphérie. Le porte-échantillons doit être pourvu de pieds de 6 mm de longueur dotés de guides permettant de le centrer dans l'enceinte chauffante. Il doit présenter un repère sur le côté servant de position de référence. La Figure 2 présente un schéma de porte-échantillons usuel.

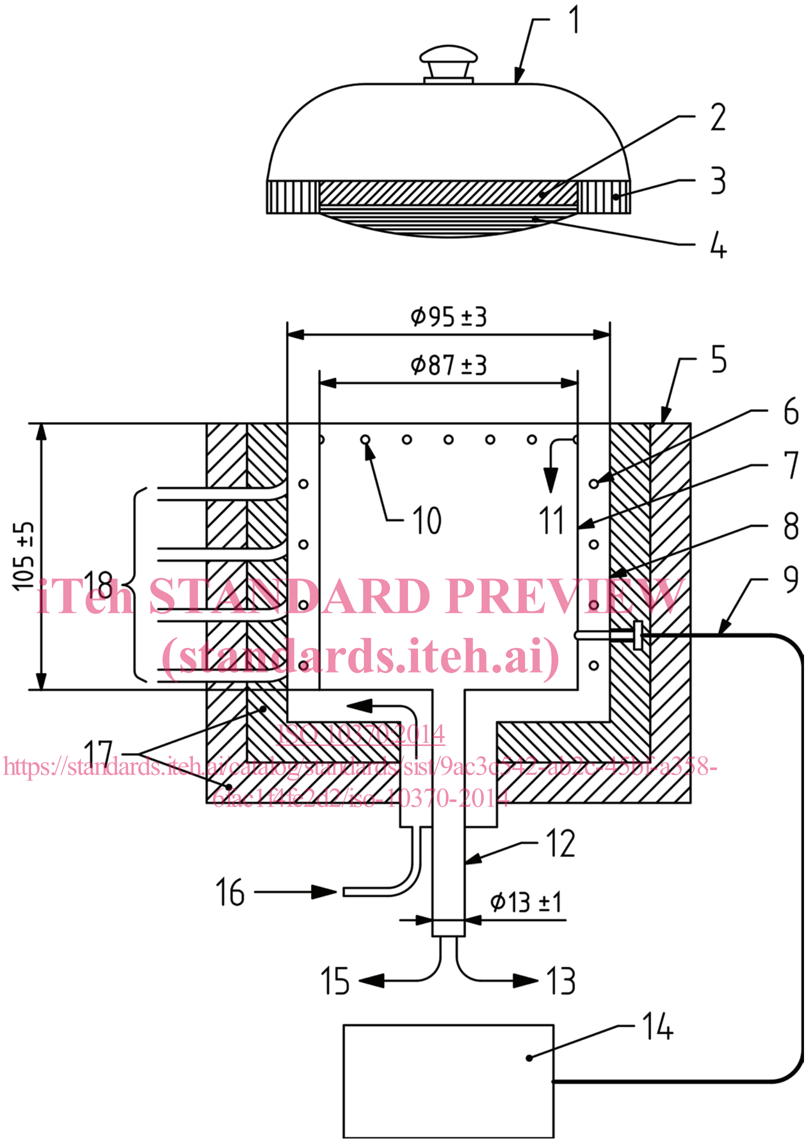
6.5 Thermocouple, fer-constantan, doté d'un afficheur externe ayant une plage de lecture comprenant 450 °C à 550 °C.

 © ISO 2014 – Tous droits réservés

6.6 Balance analytique, de sensibilité 0,1 mg.

6.7 Récipient de refroidissement: dessiccateur ou récipient équivalent fermant hermétiquement, ne contenant pas d'agent dessiquant.

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c942-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fc2d2/iso-10370-2014

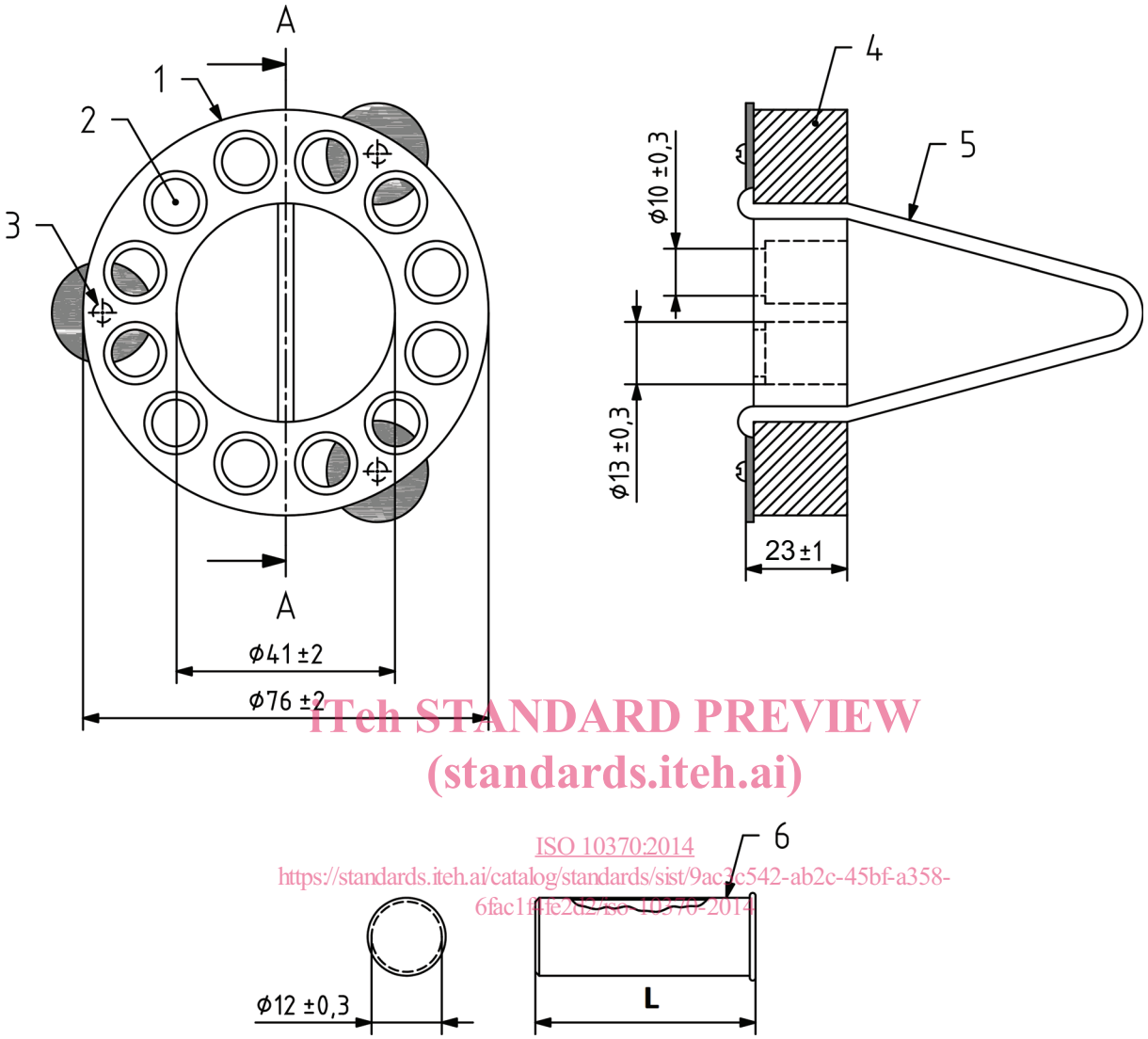
Légende

1 couvercle
2 isolation
3 anneau céramique
4 bouchon supérieur sphérique en acier inoxydable 304
5 four
6 Coupe transversale des enroulements chauffants
7 enveloppe cylindrique interne, acier inoxydable
8 enveloppe cylindrique externe, acier inoxydable
9 câbles du thermocouple
10 série de trous (Ø 1)
11 arrivée d'azote
12 tube de sortie en acier inoxydable
13 condensat
14 régulateur à microprocesseur
15 fumées
16 arrivée d'azote
17 isolation (2 couches)
18 Câbles d'alimentation des 2 enroulements chauffants tubulaires de 700 W

Figure 1 — Four

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

Légende

1 porte-échantillons
2 12 trous régulièrement espacés, les tubes y coulissent aisément
3 petites vis de fixation des pieds (3), rondelles de centrage en acier (une par pied)
4 anneau - alliage d'aluminium
5 poignée en acier inoxydable
6 tube à échantillon - verre sodo-calcique
L longueur du tube – (37 ± 3) pour 2 ml et (72 ± 3) pour 4 ml

Figure 2 — Tube à échantillon (verre sodo-calcique, schéma du dessous) et porte-échantillons (schéma du dessus)

7 Préparation de l'échantillon

7.1 Instructions générales

Pour les échantillons principalement constitués de distillats, soit effectuer la préparation spécifiée en 7.2, soit préparer un résidu de distillation selon le mode opératoire modifié de l'ISO 3405 présenté

© ISO 2014 – Tous droits réservés

à l'Article 7.3. Cette dernière procédure utilise des tubes de 4 ml (6.1) et doit être utilisée pour les échantillons de distillats moyens qui peuvent avoir un résidu de carbone inférieur à 0,30 % (*m/m*).

7.2 Mode opératoire usuel

Agiter soigneusement l'échantillon à soumettre à essai, en le chauffant préalablement si nécessaire pour réduire sa viscosité. Si les échantillons sont sous forme liquide, les transférer directement dans le tube (6.1) au moyen d'une pipette ou d'une seringue. Si les échantillons sont des produits solides, ils doivent soit être chauffés, soit congelés à l'azote liquide puis brisés pour fournir des morceaux utilisables.

7.3 Mode opératoire modifié

7.3.1 S'assurer que les tubes de 4 ml (6.1) sont propres et les placer dans un dessiccateur (ne contenant pas d'agent dessiquant) avant utilisation. Mettre en place la distillation comme décrit dans l'ISO 3405 en utilisant un ballon de 125 ml propre ne présentant pas de dépôts de carbone. Ajouter six billes «antiprojections» en verre ou en céramique (il est recommandé d'utiliser des billes d'un diamètre compris entre 1,5 mm et 2,5 mm) pour à la fois régulariser l'ébullition et améliorer l'agitation du résidu.

Le thermomètre peut être omis et remplacé par un bouchon serrant bien en liège bien attendri ou en caoutchouc silicone. C'est en effet le volume de distillat recueilli qui est important et non la température de distillation. Avec les appareils automatiques, il peut s'avérer nécessaire de conserver le dispositif d'enregistrement de la température pour permettre à l'appareil de fonctionner.

7.3.2 Arrêter le chauffage lorsque 88 ml de distillat ont été recueillis dans le collecteur. À la fin de la distillation, laisser le ballon refroidir pendant 5 min. Bien mélanger le résidu contenu dans le ballon en le faisant tourbillonner. Aussitôt après cette opération, en transférer 2,5 ml à 3,0 ml dans un tube de 4 ml (6.1) préalablement taré puis le peser à nouveau. Veiller à ne pas transférer de billes antiprojections. Le résidu obtenu représente la fraction de queue de 10 % (*V/V*) de l'échantillon original.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

8 Transfert de l'échantillon

8.1 Afin de minimiser les erreurs de pesée, utiliser des pinces brucelles pour manipuler les tubes durant les opérations de remplissage et de pesée. Jeter les tubes après usage.

8.2 Peser les tubes à échantillon propres et consigner les masses à 0,1 mg près.

8.3 Transférer une masse appropriée d'échantillon telle qu'indiquée dans le Tableau 1 au fond d'un tube à échantillon pesé, en prenant soin d'éviter tout contact entre l'échantillon et la paroi verticale du tube. Peser à nouveau le tube à 0,1 mg près et noter la masse. Placer les tubes remplis dans le porte-échantillons (jusqu'à 12 tubes) en notant la position de chaque échantillon par rapport au repère.

Il est admis d'inclure un échantillon de contrôle parmi chaque lot d'échantillons soumis à l'essai. Il est recommandé que cet échantillon de contrôle soit représentatif et qu'il ait été soumis à l'essai au moins 20 fois avec le même équipement en vue de déterminer un pourcentage moyen de résidu de carbone ainsi qu'un écart-type.

Les résultats de chaque lot d'échantillons sont jugés acceptables lorsque le résultat obtenu avec l'échantillon de contrôle se situe dans la fourchette de son pourcentage moyen de résidu de carbone plus/moins trois fois l'écart-type. Tout résultat de l'échantillon de contrôle se situant hors de ces limites trahit un problème de mode opératoire ou d'équipement.

© ISO 2014 – Tous droits réservés