
**Produits pétroliers et connexes
d'origine naturelle ou synthétique —
Détermination des caractéristiques de
distillation à pression atmosphérique**

*Petroleum and related products from natural or synthetic sources —
Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure*

iTeh Standards

(<https://standards.iteh.ai>)

Document Preview

[ISO 3405:2019](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/99b7749a-ed74-463a-9773-000d3e24bdbf/iso-3405-2019>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 3405:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/99b7749a-ed74-463a-9773-000d3e24bdbf/iso-3405-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/99b7749a-ed74-463a-9773-000d3e24bdbf/iso-3405-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	3
5 Appareillage	3
5.1 Généralités.....	3
5.2 Ballons de distillation.....	4
5.3 Tube condenseur et bain de refroidissement.....	4
5.4 Écran métallique ou enveloppe protectrice pour le ballon (appareil manuel seulement) ...	5
5.5 Chauffage.....	8
5.6 Support du ballon.....	8
5.7 Éprouvettes graduées.....	9
5.8 Système de mesurage de la température.....	10
5.9 Dispositif de centrage du capteur de température.....	10
5.10 Baromètre.....	10
6 Échantillons et échantillonnage	12
6.1 Classement des échantillons.....	12
6.2 Préparation des échantillons avant l'essai.....	12
6.2.1 Généralités.....	12
6.2.2 Groupes 1 et 2.....	13
6.2.3 Groupes 3 et 4.....	13
6.3 Suppression de l'eau des échantillons.....	14
6.3.1 Généralités.....	14
6.3.2 Groupes 1 et 2.....	14
6.3.3 Groupes 3 et 4.....	14
7 Préparation de l'appareil	14
8 Vérification de l'appareil	16
8.1 Dispositif de suivi du niveau.....	16
8.2 Systèmes de mesurage de température électroniques.....	16
8.3 Système de mesurage électronique de la pression.....	17
9 Mode opératoire – Appareil manuel	17
10 Mode opératoire – Appareil automatisé	21
11 Calculs	23
12 Expression des résultats	25
13 Fidélité (appareil manuel)	26
13.1 Généralités.....	26
13.2 Répétabilité.....	27
13.3 Reproductibilité.....	27
14 Fidélité (appareil automatisé)	28
14.1 Généralités.....	28
14.2 Répétabilité.....	28
14.3 Reproductibilité.....	29
14.4 Écart systématique.....	30
14.4.1 Écart systématique.....	30
14.4.2 Écart systématique relatif.....	30
15 Rapport d'essai	30
Annexe A (normative) Caractéristiques des thermomètres	31

Annexe B (normative) Détermination du temps de retard des capteurs de température	32
Annexe C (normative) Détermination des données de distillation spécifiées	33
Annexe D (informative) Exemples de calculs	35
Annexe E (informative) Simulation des erreurs de colonne émergente	38
Annexe F (informative) Exemples de rapport d'essai	39
Bibliographie	41

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 3405:2019](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/99b7749a-ed74-463a-9773-000d3e24bdbf/iso-3405-2019>

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 attirée 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.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et produits connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 3405:2011) qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- une extension du domaine d'application aux produits d'origine biologique et synthétique en général et en particulier aux mélanges éthanol-essence pour automobiles et aux gazolex pouvant contenir des EMAG jusqu'à une teneur de 30 % (V/V);
- un alignement de la procédure avec l'ASTM D86,^[1] l'ASTM International ayant autorisé l'utilisation de ses données de fidélité le 5 juillet 2017;
- une mise à jour de la fidélité (pour les appareils automatisés) pour les groupes 1, 2, et 3, obtenue à partir de l'essai interlaboratoires de 2010^[2];
- pour le T95, la plage valide du groupe 4 s'étend désormais de 260 °C à 360 °C et la fidélité mise à jour, étant donné que l'examen d'une étude interlaboratoires de 2006 a révélé l'absence de certains échantillons du groupe 4 dont le point final d'ébullition est proche de 360 °C; les points finaux d'ébullition étant au-dessus;
- une mise à jour de l'exemple de rapport d'essai présenté en [Annexe F](#) du fait qu'il n'y a plus d'attribution pour le groupe 0 depuis la 4^{ème} édition de ce document;
- l'introduction d'une solution de remplacement des thermomètres à mercure.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 3405:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/99b7749a-ed74-463a-9773-000d3e24bdbf/iso-3405-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/99b7749a-ed74-463a-9773-000d3e24bdbf/iso-3405-2019>

Produits pétroliers et connexes d'origine naturelle ou synthétique — Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. Le présent document n'est pas censé aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité des utilisateurs de ce document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel avant son application, et pour déterminer l'applicabilité de toutes autres restrictions à cette fin.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de laboratoire pour la détermination des caractéristiques de distillation des distillats pétroliers légers et moyens, ainsi que des produits connexes d'origine biologique ou synthétique, ayant un point initial de distillation supérieur à 0 °C et un point final inférieur à environ 400 °C, utilisant un équipement manuel ou automatisé. Les distillats légers habituels sont les essences pour moteur automobiles, les essences pour moteurs automobiles contenant jusqu'à 85 % (V/V) d'éthanol et l'essence aviation. Les distillats moyens habituels sont le carburacteur, le kérosène, le gazole, le gazole contenant jusqu'à 30 % (V/V) d'EMAG, le combustible de chauffe et les combustibles pour la marine qui n'ont pas une quantité de résidus appréciable.

NOTE Pour les besoins du présent document, l'expression "% (V/V)" est utilisée pour désigner la fraction volumique des produits.

Les caractéristiques de distillation (volatilité) des hydrocarbures et des produits connexes d'origine synthétique ou biologique sont importantes en matière de sécurité et de performances, en particulier dans le cas des carburants et des solvants. L'intervalle de distillation donne des renseignements importants sur la composition et le comportement pendant le stockage et l'utilisation, et la vitesse d'évaporation est une caractéristique essentielle dans l'utilisation de nombreux solvants. La plupart des spécifications applicables aux distillats pétroliers et aux carburants liquides fixent des valeurs limites pour certaines caractéristiques de distillation, afin de mieux maîtriser les performances en utilisation et pour contrôler la formation de vapeurs qui pourraient devenir explosives en présence d'air ou s'échapper dans l'atmosphère (COV).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 918, *Liquides organiques volatils à usage industriel — Détermination des caractéristiques de distillation*

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

ISO 4788, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1
point de décomposition
indication thermométrique (corrigée) notée lorsque se manifestent les premiers signes de décomposition thermique du liquide contenu dans le ballon

Note 1 à l'article: Les signes caractéristiques d'une décomposition thermique sont l'apparition de fumées, les indications erratiques du thermomètre et dans la majorité des cas un abaissement de cette température malgré une augmentation du chauffage.

3.2
point sec
indication thermométrique (corrigée) relevée au moment de la vaporisation de la dernière goutte de liquide au fond du ballon; les gouttes ou films de liquide se trouvant sur les parois latérales du ballon ou sur le thermomètre n'étant pas tenus en compte

Note 1 à l'article: Le point final (point final de distillation) est une caractéristique plus généralement utilisée que le point sec. Le point sec peut être utilisé pour les naphthas spéciaux, tels que ceux utilisés dans l'industrie des peintures. Il peut aussi être retenu comme point final (point final de distillation) dès lors que l'échantillon est d'une composition telle qu'il ne permet pas de déterminer le point final dans les conditions de fidélité exigées dans les [Articles 13](#) ou [14](#).

3.3
point final de distillation
indication thermométrique maximale (corrigée) du point final relevée au cours de l'essai

Note 1 à l'article: Cela a généralement lieu après évaporation de tout le liquide au fond du ballon.

3.4
point initial de distillation
indication thermométrique (corrigée) relevée au moment où la première goutte de condensat tombe de l'extrémité inférieure du tube condenseur

3.5
pourcentage évaporé
somme du pourcentage récupéré et du pourcentage de pertes

3.6
pourcentage de pertes
quantité calculée de produit non condensé

Note 1 à l'article: Quelquefois appelé «pertes de tête»; il s'agit des produits légers incondensés, perdus en début de distillation.

3.7
pertes corrigées
pourcentage de pertes corrigé de la pression atmosphérique

3.8
pourcentage récupéré
volume de condensat recueilli dans l'éprouvette de recette à tout point de la distillation, exprimé en pourcentage du volume de la prise d'essai, correspondant à une indication de température

3.9
pourcentage de récupération
pourcentage maximal récupéré en fin d'essai, conformément aux indications de [9.10](#) ou [10.10](#)

3.10**pourcentage de résidu**

volume du résidu mesuré conformément à [9.11](#) ou [10.11](#), et exprimé en pourcentage du volume de la prise d'essai

3.11**pourcentage de récupération totale**

somme du pourcentage de récupération et du pourcentage de résidu dans le ballon, déterminé conformément à [11.1](#)

3.12**indication thermométrique**

température de la vapeur saturée indiquée par le capteur, et mesurée dans le col du ballon au-dessous du niveau du tube de dégagement de vapeurs, dans les conditions prescrites pour cet essai

3.13**indication de température**

indication thermométrique ([3.12](#)) ou d'un dispositif de mesure de température, ramenée à la pression standard de 101,3 kPa

3.14**effet de colonne émergente**

écart d'indication de température résultant de l'utilisation d'un thermomètre à mercure en verre à immersion totale en mode immersion partielle

Note 1 à l'article: La partie émergente de la colonne de mercure se trouve à une température inférieure à la partie immergée, ce qui conduit à une indication de température inférieure à celle qui aurait été obtenue avec le thermomètre totalement immergé.

3.15**retard de température**

écart entre l'indication de température d'un thermomètre à mercure en verre et d'un système de mesurage de température électronique, causé par la différence de temps de réponse des systèmes mis en jeu

[ISO 3405:2019](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/99b7749a-ed74-463a-9773-000d3e24bdbf/iso-3405-2019>

4 Principe

L'échantillon est classé dans l'un des quatre groupes définis sur la base de son origine et de ses caractéristiques de volatilité présumées. Pour chaque groupe de produits, il est stipulé des conditions d'essai différentes en ce qui concerne la disposition de l'appareillage, la température du condenseur et les variables opératoires. Une prise d'essai de 100 ml est distillée dans les conditions spécifiées pour le groupe de produits auquel appartient l'échantillon, et des observations systématiques des indications thermométriques et des volumes de condensat récupérés sont effectuées. Le volume de résidu restant dans le ballon est mesuré, et les pertes de distillation sont notées. Les indications thermométriques sont corrigées de la pression barométrique, et les résultats sont alors utilisés pour des calculs appropriés à la nature de l'échantillon et aux exigences de la spécification.

5 Appareillage**5.1 Généralités**

Les [Figures 1](#) et [2](#) présentent des exemples d'ensembles d'appareils manuels. En plus des composants de base décrits dans [l'Article 5](#), les appareils automatisés sont équipés d'un système qui mesure et enregistre automatiquement la température des vapeurs et le volume associé recueilli dans l'éprouvette de recette.

Les appareils automatisés, construits depuis 1999, doivent être équipés d'un système qui éteint automatiquement l'unité et qui disperse, en cas d'inflammation, des vapeurs ou un gaz inertes dans la pièce où est monté le ballon de distillation.

NOTE Les inflammations peuvent être provoquées par le bris du ballon de distillation, les courts-circuits ou par le moussage et l'éjection de l'échantillon liquide à travers l'ouverture supérieure du ballon.

5.2 Ballons de distillation

Les ballons doivent avoir une capacité de 125 ml et être fabriqués en verre résistant à la température, selon les dimensions et tolérances indiquées à la [Figure 3](#).

Pour les essais nécessitant la détermination du point sec, l'emploi de ballons spécialement choisis comportant des fonds et des parois d'épaisseur uniforme est recommandé.

5.3 Tube condenseur et bain de refroidissement

5.3.1 Les [Figures 1](#) et [2](#) montrent des types courants de tube condenseur et de bain de refroidissement.

L'utilisation d'autres types d'appareils est admise, à condition que les résultats d'essai obtenus avec ces appareils se corrélient avec les résultats obtenus avec les appareils présentés ici, et satisfassent aux critères de fidélité de [l'Article 13](#) ou [14](#).

5.3.2 Le condenseur doit être réalisé avec un tube métallique sans soudure, résistant à la corrosion, de $560 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$ de longueur, de 14 mm de diamètre extérieur et d'épaisseur de paroi comprise entre $0,8 \text{ mm}$ et $0,9 \text{ mm}$.

NOTE Des tubes en acier inoxydable ou en cuivre peuvent être utilisés.

5.3.3 Le condenseur doit être positionné de façon que $393 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ de longueur de tube soient en contact avec le milieu de refroidissement. Les extrémités du tube doivent dépasser à l'extérieur du bain de refroidissement, de $50 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ côté ballon de distillation et de $114 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ côté éprouvette graduée. La partie de tube dépassant côté ballon doit être inclinée avec un angle de $75^\circ \pm 3^\circ$ par rapport à la verticale. La partie du tube se trouvant à l'intérieur du bain de refroidissement doit être droite ou cintrée selon une courbe douce et continue. La pente moyenne doit être de $15^\circ \pm 1^\circ$ par rapport à l'horizontale, et aucune partie de tube de 100 mm de longueur ne doit avoir une pente de plus de $15^\circ \pm 3^\circ$. La partie inférieure du tube condenseur doit être courbée vers le bas sur une longueur de 76 mm et l'extrémité inférieure coupée selon un angle aigu. Des moyens doivent être prévus pour permettre au condensat de s'écouler le long des parois de l'éprouvette de recette. La [Figure 4](#) présente une illustration de la partie inférieure du tube condenseur.

On peut faire écouler le condensat le long des parois de l'éprouvette graduée, soit à l'aide d'un déflecteur de gouttes inséré dans l'éprouvette graduée, soit en ayant la partie terminale du condenseur légèrement courbée vers l'arrière de manière à toucher la paroi de l'éprouvette en un point situé entre 25 mm et 32 mm au-dessous du sommet de celle-ci lorsqu'elle est en place pour recevoir le condensat.

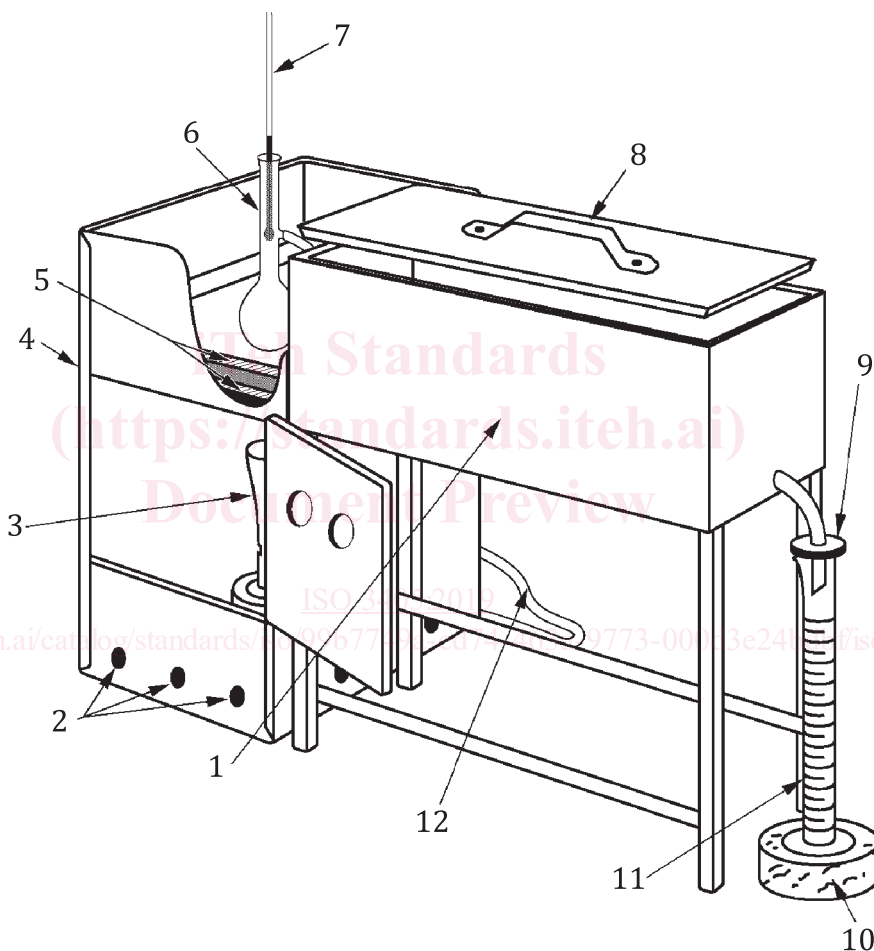
5.3.4 Le volume et la conception du bain de refroidissement dépendent du milieu réfrigérant utilisé. La capacité de refroidissement du bain doit être appropriée pour maintenir la température requise pour le condenseur. Il est permis d'utiliser le même bain de refroidissement pour plusieurs tubes condenseurs.

5.4 Écran métallique ou enveloppe protectrice pour le ballon (appareil manuel seulement)

Des écrans doivent être prévus pour protéger l'opérateur durant l'opération et pour maintenir le ballon de distillation à l'abri des courants d'air. Ils doivent permettre un accès facile durant la distillation et doivent comporter au moins une fenêtre pour observer le point sec à la fin de la distillation.

NOTE 1 L'exemple courant d'enveloppe protectrice d'un appareil équipé d'un brûleur à gaz est réalisé en tôle métallique d'environ 0,8 mm d'épaisseur et présente les dimensions suivantes: hauteur 480 mm, largeur 200 mm, profondeur 280 mm (voir [Figure 1](#)).

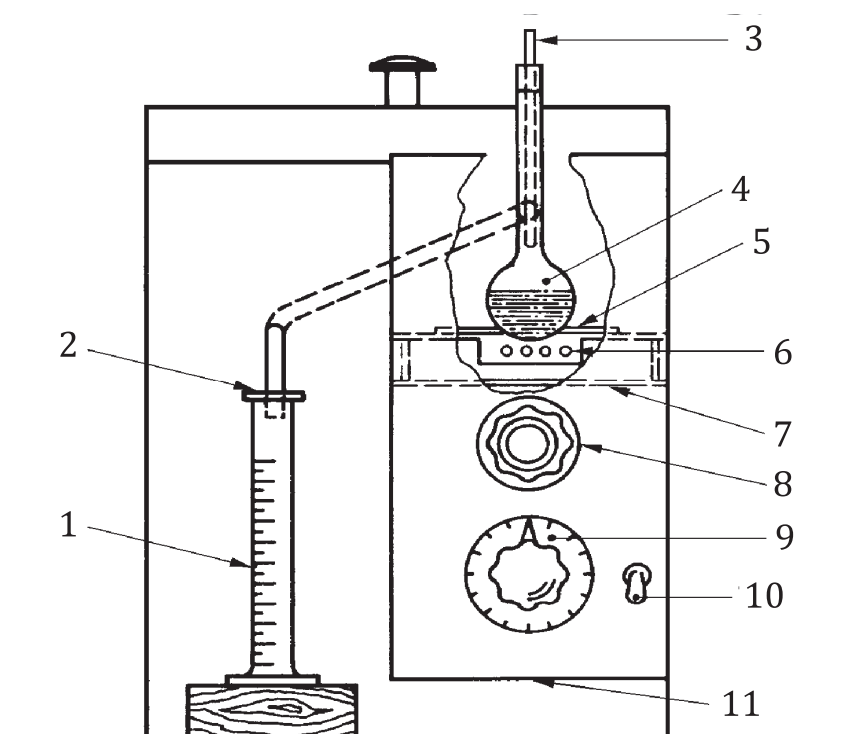
NOTE 2 L'exemple courant d'écran d'un appareil équipé d'un chauffage électrique est réalisé en tôle métallique d'environ 0,8 mm d'épaisseur et présente les dimensions suivantes: hauteur 440 mm, largeur 200 mm, profondeur 200 mm (voir [Figure 2](#)).



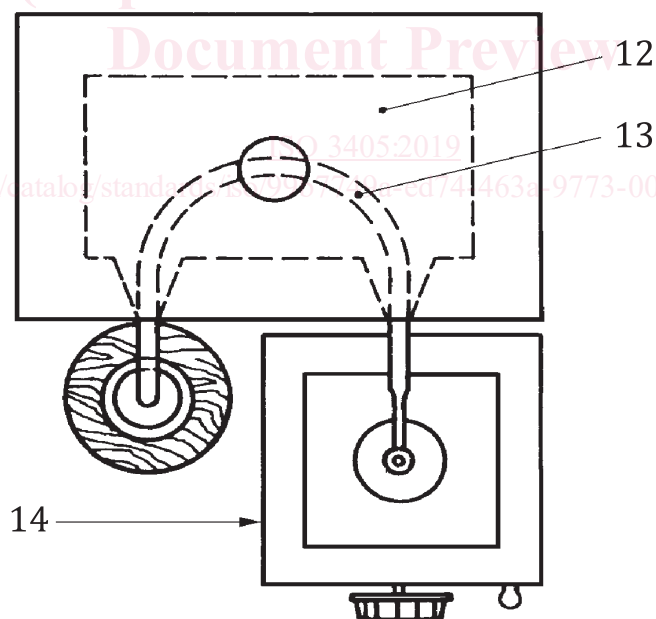
Légende

1	bain de refroidissement	7	thermomètre
2	évents	8	couvercle de bain
3	brûleur à gaz	9	papier-buvard
4	enveloppe protectrice	10	support
5	plaques résistantes au feu	11	éprouvette graduée
6	ballon de distillation	12	tuyau d'arrivée de gaz

Figure 1 — Ensemble de l'appareil de distillation avec chauffage au gaz



iTeh Standards
 (https://standards.itih.ai)
 Document Preview



Légende

- | | | | |
|---|------------------------|----|--|
| 1 | éprouvette de recette | 8 | bouton d'ajustement du ballon |
| 2 | papier buvard | 9 | cadran de réglage du chauffage |
| 3 | thermomètre | 10 | interrupteur |
| 4 | ballon de distillation | 11 | fond ouvert de l'enveloppe protectrice |