
NORME INTERNATIONALE 3405

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation

Petroleum products — Determination of distillation characteristics

Première édition — 1975-02-15

CDU 665.6/.7 : 536.423

Réf. N° : ISO 3405-1975 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, essai, matériel d'essai, distillation, caractéristique.

Prix basé sur 13 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 3405 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*, et soumise aux Comités Membres en novembre 1973.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Portugal
Allemagne	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Iran	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Irlande	Thaïlande
Canada	Israël	Turquie
Chili	Mexique	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pays-Bas	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination des caractéristiques de distillation, applicable à l'essence automobile, à l'essence aviation, aux carburants pour turbines d'avion, aux essences ayant un point d'ébullition spécial, aux naphthas, au kérosène, au pétrole lampant, au gas oil, aux distillats et produits pétroliers semblables.

NOTE — En ce qui concerne la distillation des carburants pour turbines d'avion et autres produits ayant un intervalle de distillation tel, que le thermomètre basse température spécifié dans le groupe 3 du tableau 1, ne puisse être utilisé, la présente méthode peut tout de même être appliquée en substituant au thermomètre basse température le thermomètre haute température tout en conservant les autres conditions de l'essai relatives au groupe 3 (voir 8.3).

2 DÉFINITIONS

2.1 point initial (de distillation) : Température relevée (et éventuellement corrigée) au moment où la première goutte de distillat tombe de l'extrémité du condenseur lors d'une distillation effectuée dans des conditions normalisées.

2.2 point final (de distillation) : Température maximale relevée (et éventuellement corrigée), dans la phase finale de l'essai de distillation effectué dans des conditions normalisées.

2.3 point sec (de distillation) : Température relevée (et éventuellement corrigée) au moment de la vaporisation de la dernière goutte de liquide au fond du ballon, au cours d'une distillation effectuée dans des conditions normalisées.

NOTE — Le point final (de distillation) plutôt que le point sec est nécessaire pour l'usage courant. Le point sec peut être noté en vue d'une utilisation spéciale des naphthas comme par exemple dans l'industrie de la peinture. Par ailleurs, il peut être substitué au point final (de distillation) lorsque l'échantillon est d'une nature telle que la précision avec laquelle est déterminé le point final (de distillation) ne correspond pas de manière valable aux critères du chapitre 9.

2.4 point de décomposition : Température lue sur le thermomètre qui correspond aux premiers signes de décomposition thermique du liquide dans le ballon.

NOTE — Les signes caractéristiques de la décomposition thermique se manifestent par un dégagement de fumées et l'irrégularité des indications du thermomètre qui se traduit généralement par une décroissance très nette malgré les efforts faits pour ajuster la température.

2.5 volume condensé : Volume, exprimé en millilitres, de distillat recueilli dans l'éprouvette graduée, à une température qui doit être lue simultanément avec le volume.

2.6 volume total condensé : Volume maximum de distillat recueilli conformément aux indications de 7.7.

2.7 récupération totale : Somme du volume total condensé et du résidu dans le ballon, la mesure étant effectuée conformément aux indications de 7.8.

2.8 pertes : Différence entre 100 et la récupération totale.

2.9 résidu : Différence entre la récupération totale et le volume total condensé, ou mesure directe du volume en millilitres.

2.10 volume évaporé : Somme du volume condensé et des pertes.

3 PRINCIPE

Distillation d'une prise d'essai de 100 ml dans les conditions prescrites appropriées à la nature du produit (voir tableau 1). Observation systématique des indications thermométriques et des volumes de distillat et calcul des résultats à partir de ces données.

TABLEAU 1 – Conditions d'essai

	Groupe 1	Groupe 2	Groupe 3	Groupe 4
Caractéristiques de l'échantillon				
Pressions de vapeur à 37,8 °C (ISO 3007)	≥ 0,65 bar	< 0,65 bar	< 0,65 bar	< 0,65 bar
Distillation :				
– point initial ¹⁾	≤ 100 °C	> 100 °C
– point final	≤ 250 °C	≤ 250 °C	> 250 °C	> 250 °C
Préparation de l'appareillage				
Thermomètre de distillation (voir 4.8)	basse température	basse température	basse température	basse température
Diamètre du trou dans le support du ballon	50 mm	50 mm	50 mm	50 mm
Température au début de l'essai :				
– ballon et thermomètre	13 à 18 °C	13 à 18 °C	13 à 18 °C	≤ température ambiante
– support du ballon et écran	≤ température ambiante	≤ température ambiante	≤ température ambiante
– éprouvette graduée et charge de 100 ml	13 à 18 °C	13 à 18 °C	13 à 18 °C	de 13 °C à la température ambiante
Ballon (voir 4.1)	125 ml	125 ml	125 ml	125 ml
Conditions au cours du mode opératoire				
Température du bain du réfrigérant	0 à 1 °C	0 à 4 °C	0 à 4 °C	0 à 60 °C ²⁾
Température de l'atmosphère entourant l'éprouvette graduée	13 à 18 °C	13 à 18 °C	13 à 18 °C	à ± 3 °C près de la température de la prise d'essai
Temps entre le début du chauffage et le point initial de distillation	5 à 10 min	5 à 10 min	5 à 10 min	5 à 15 min
Temps entre le point initial de distillation et le volume 5 % condensé	60 à 75 s	60 à 75 s
Allure moyenne uniforme de condensation depuis 5 % condensé jusqu'à 5 ml de résidu dans le ballon	4 à 5 ml/min			
Temps entre 5 ml de résidu et le point final	3 à 5 min	3 à 5 min	≤ 5 min	≤ 5 min

1) Déterminé en respectant toutes les conditions d'essai du groupe concerné.

2) La température du bain du réfrigérant dépend de la teneur en produits paraffineux de la prise d'essai et de ses fractions de distillation. La température minimale qui donne satisfaction devra être prise.

4 APPAREILLAGE

Des montages types de l'appareil sont représentés sur les figures 2 et 3.

NOTE – Des renseignements sommaires ont été obtenus selon lesquels certains types d'appareils automatiques peuvent donner des résultats d'essai correspondants en niveau de précision à ceux obtenus avec l'appareillage manuel décrit dans la présente méthode lorsque cet appareil a été étalonné selon les indications du fabricant. Lorsque l'on procède à des déterminations en suivant les indications de la présente Norme Internationale, un tel appareil automatique ne peut être utilisé que s'il y a eu accord entre les parties intéressées et si le type d'appareil utilisé est mentionné dans le procès-verbal d'essai.

4.1 Ballon de distillation

Les ballons doivent être en verre borosilicaté et fabriqués aux dimensions et tolérances indiquées sur la figure 1.

4.2 Réfrigérant et bain de refroidissement

Des réfrigérants types et des bains de refroidissement sont représentés sur les figures 2 et 3. D'autres types d'appareils peuvent être utilisés pourvu que les résultats d'essai soient obtenus avec la précision requise au chapitre 9.

4.2.1 Le réfrigérant doit être constitué par un tube de laiton sans soudures, de 560 mm de longueur. Il doit avoir un diamètre extérieur de 14 mm et une paroi d'épaisseur comprise entre 0,8 et 0,9 mm.

4.2.2 Le réfrigérant doit être disposé de telle sorte qu'environ 390 mm du tube se trouvent immergés dans le milieu réfrigérant et qu'environ 50 mm dépassent du bain à la partie supérieure et qu'environ 114 mm dépassent à la partie inférieure. La portion du tube dépassant à la partie supérieure doit être inclinée de 75° par rapport à la

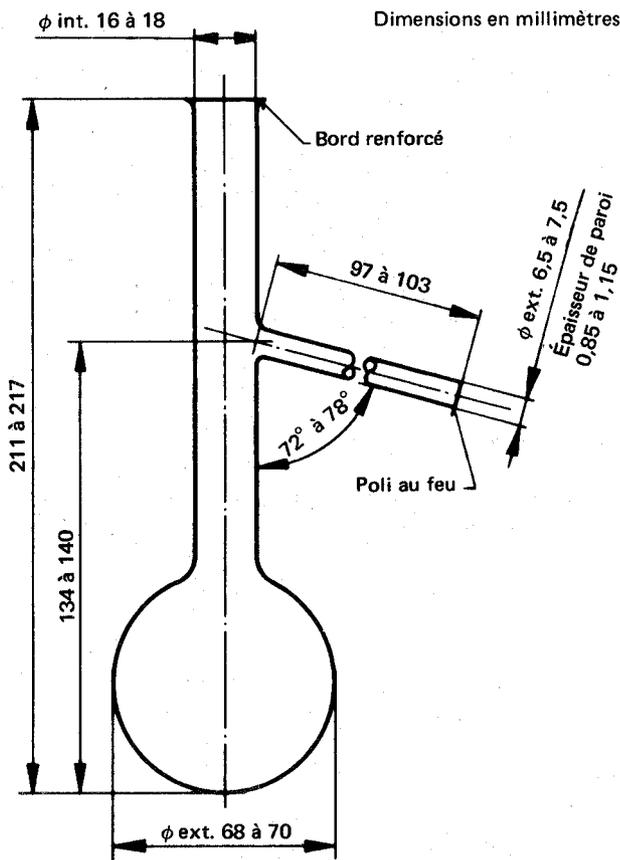


FIGURE 1 — Ballon de distillation

verticale. La portion de tube située à l'intérieur du bain de refroidissement peut être soit droite, soit incurvée selon une courbe continue et douce. La pente moyenne doit être de 0,26 mm par millimètre de tube (équivalent à un angle de 15°) et aucune portion du tube du réfrigérant, dans sa partie immergée, ne doit avoir une pente inférieure à 0,24 mm ni supérieure à 0,28 mm par millimètre du tube. La portion de tube dépassant à la partie inférieure doit être incurvée vers le bas et légèrement en arrière sur une longueur de 76 mm afin d'assurer le contact avec la paroi de l'éprouvette graduée en un point situé approximativement entre 25 et 32 mm au-dessous du bord supérieur de celle-ci lorsqu'elle est en position pour recevoir le distillat. L'extrémité inférieure du tube doit être coupée en biseau afin de pouvoir amener l'extrémité en contact avec la paroi de l'éprouvette graduée.

4.2.3 La capacité du bain de refroidissement ne doit pas être inférieure à 5,5 l. La disposition du tube dans le bain de refroidissement doit être telle que son axe soit situé au moins 32 mm au-dessous du plan supérieur du bain à son entrée dans celui-ci et au moins 19 mm au-dessous du plan inférieur à sa sortie.

4.2.4 La distance séparant le tube des parois du bain doit être d'au moins 13 mm sauf pour les parties proches des points d'entrées et de sorties. Toutes sortes d'installations tubulaires sont possibles pourvu qu'elles soient conformes aux exigences dimensionnelles et que la capacité du bain ne soit pas inférieure à 5,5 l par tube.

4.3 Enveloppe protectrice pour ballon

4.3.1 Enveloppe protectrice du type 1 (figure 2), de 480 mm de hauteur, 280 mm de longueur et 200 mm de largeur, réalisée à l'aide d'une feuille de métal d'environ 0,8 mm d'épaisseur. Elle doit être munie d'une porte sur un des côtés étroits et de deux ouvertures de 25 mm de diamètre à égale distance sur chacun des deux côtés étroits et d'une fente sur l'un des côtés pour le tube de vapeur. Les centres de ces quatre ouvertures doivent être situés à 215 mm au-dessous du bord supérieur de l'enveloppe. Il doit y avoir trois trous d'environ 13 mm sur chacun des quatre côtés dont les centres doivent être à 25 mm au-dessus de la base de l'enveloppe.

4.3.2 Enveloppe protectrice du type 2 (figure 3), de 440 mm de hauteur, de 200 mm de longueur et de 200 mm de largeur réalisée dans une feuille métallique d'environ 0,8 mm d'épaisseur et munie d'une fenêtre du côté face. Le fond ouvert de l'enveloppe doit être situé environ à 50 mm de la base de l'ensemble. La partie arrière de l'enveloppe doit comporter un trou elliptique pour le tube de vapeur. Un bouton de réglage doit être situé face à l'enveloppe pour ajuster la position du support du ballon. Si un appareil de chauffage électrique (figure 3) est utilisé, celui-ci doit être à réglage continu et être muni d'un cadran. L'élément de chauffe et le dispositif de réglage doivent être montés dans la partie inférieure de l'enveloppe; la partie supérieure de celle-ci, au-dessus de la plaque supportant le ballon (4.5.2), doit être identique à celle utilisée pour le brûleur à gaz; par contre, la partie inférieure peut être supprimée, et l'élément de chauffe, le dispositif de réglage et la partie supérieure de l'enveloppe peuvent être supportés par tout moyen convenable.

4.4 Source de chaleur

4.4.1 Brûleur à gaz (figure 2) capable de fournir suffisamment de chaleur pour distiller le produit à la vitesse spécifiée. Un robinet de réglage sensible et une soupape de régulation de la pression du gaz permettant d'obtenir un contrôle complet du chauffage peuvent être utilisés.

4.4.2 Dispositif de chauffage électrique (figure 3), pouvant être utilisé à la place d'un brûleur à gaz pourvu qu'il soit capable de distiller le produit à la vitesse spécifiée. Les appareils de chauffage à faible rétention de chaleur, réglables entre 0 et 1 000 W donnent satisfaction.

4.5 Support du ballon

4.5.1 Type 1 pour emploi avec un brûleur à gaz (figure 2). Support, en forme d'anneau, d'emploi courant en laboratoire, d'au moins 100 mm de diamètre, supporté par un trépied à l'intérieur de l'enveloppe ou une plate-forme et que l'on peut régler de l'extérieur de l'enveloppe.

4.5.1.1 Deux plaques en céramique ou en amiante dure de 3 à 6 mm d'épaisseur doivent être déposées sur l'anneau ou sur la plate-forme selon la solution retenue. La plaque immédiatement au-dessus de l'anneau ou de la plate-forme

doit avoir une ouverture centrale de 76 à 100 mm de diamètre et des dimensions extérieures légèrement plus petites que les limites intérieures de l'enveloppe.

4.5.1.2 La deuxième des plaques support du ballon doit avoir des dimensions extérieures plus petites que celles de la première plaque et une ouverture centrale de 50 mm de diamètre. Elle doit avoir 3 à 6 mm d'épaisseur au niveau du trou central. Cette plaque support du ballon doit pouvoir être légèrement mobile pour centrer le ballon et celui-ci doit être chauffé directement par l'ouverture de la plaque.

4.5.2 Type 2 pour emploi avec un dispositif de chauffage électrique (figure 3). La partie supérieure de l'appareil électrique doit être constituée d'une plaque en céramique ou en amiante dure ayant une ouverture centrale de 50 mm de diamètre. Elle doit avoir 3 à 6 mm d'épaisseur au niveau du trou central. On doit s'assurer de pouvoir déplacer le dispositif de chauffage de façon à centrer le ballon de distillation pour qu'il soit chauffé directement seulement par l'ouverture de la plaque.

4.6 Éprouvette graduée

L'éprouvette graduée doit avoir une capacité de 100 ml et être graduée à des intervalles de 1 ml. La forme de sa base n'est pas fixée, mais doit être telle que l'éprouvette ne culbute pas lorsqu'elle est placée vide sur une surface faisant un angle de 15° avec le plan horizontal.

Les détails de construction et les tolérances sont indiqués à la figure 4. L'utilisation d'un récepteur de Crow est permise, à condition que la dimension verticale et la longueur de l'échelle soient celles indiquées sur la figure.

4.7 Bain réfrigérant pour l'éprouvette

Bain réfrigérant facultatif (voir note en 6.7), tel que bécber en verre transparent ou en plastique, de forme haute, suffisamment haut pour permettre à l'éprouvette d'être immergée dans un liquide réfrigérant jusqu'au trait-repère 100 ml.

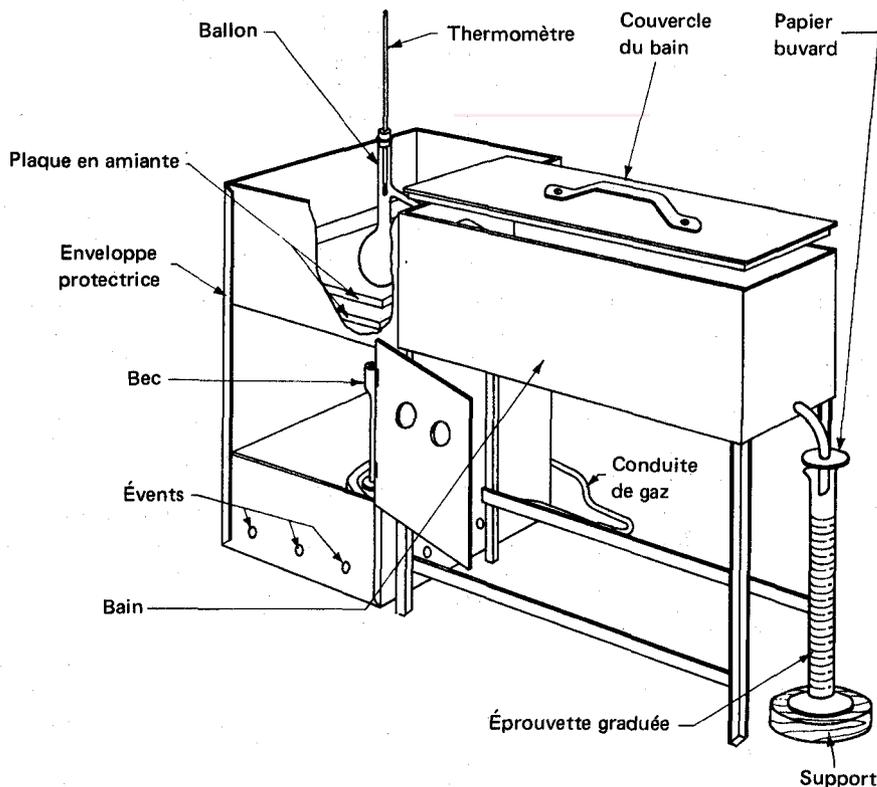


FIGURE 2 — Montage de l'appareil de distillation avec chauffage au gaz

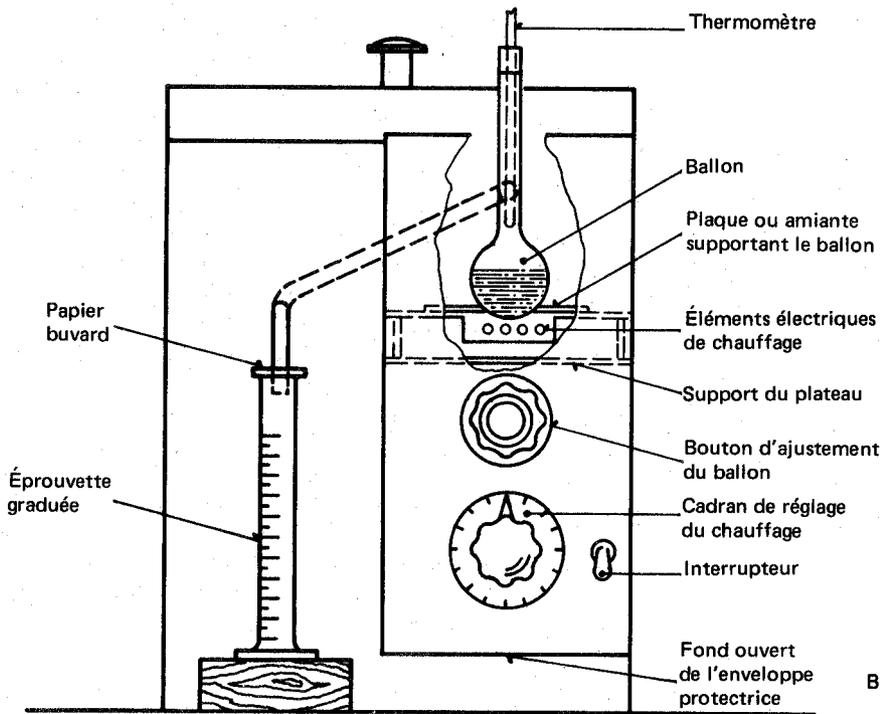
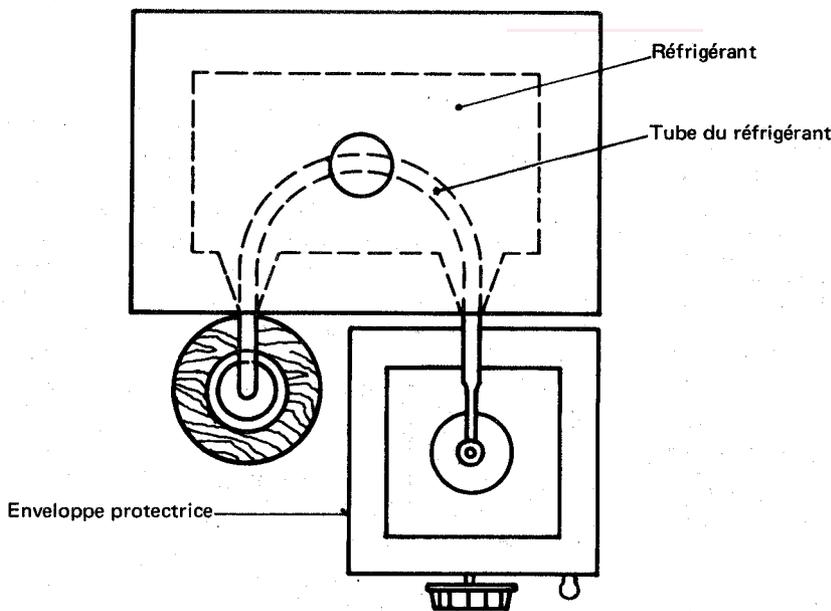


FIGURE 3 — Montage de l'appareil de distillation avec chauffage électrique



Dimensions en millimètres

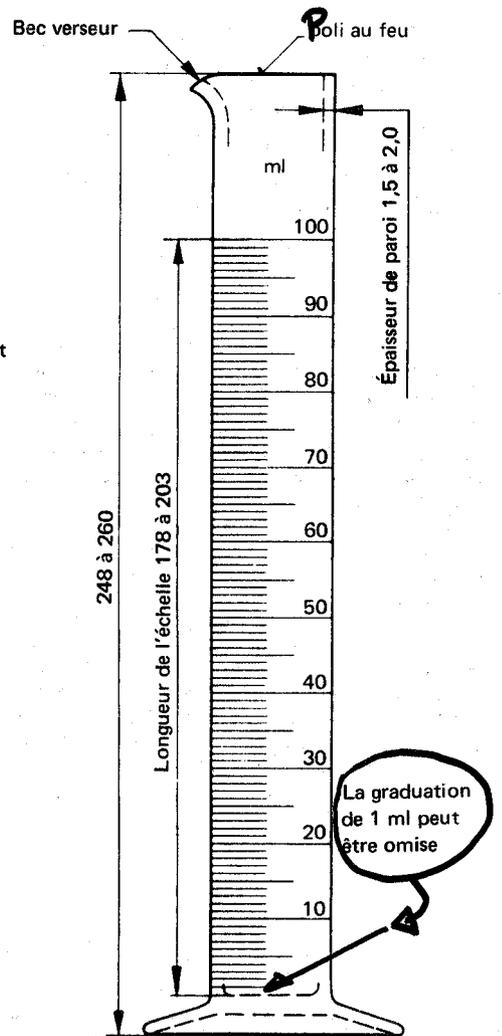


FIGURE 4 — Éprouvette graduée 100 ml avec graduations de 1 ml Tolérance $\pm 1,0$ ml

4.8 Thermomètre¹⁾

Le thermomètre doit être du type à mercure, en verre, rempli d'azote, gradué sur la tige, avec dos émaillé, et doit être conforme aux spécifications suivantes :

Application	Basse température	Haute température
Étendue de l'échelle	- 2 à + 300 °C	- 2 à + 400 °C ²⁾
Valeur de l'échelon	1 °C	1 °C
Immersion	totale	totale
Longueur totale	381 à 391 mm	381 à 391 mm
Diamètre de la tige	6 à 7 mm	6 à 7 mm
Forme du réservoir	cylindrique	cylindrique
Longueur du réservoir	10 à 15 mm	10 à 15 mm
Diamètre du réservoir	5 à 6 mm	5 à 6 mm
Distance du fond du réservoir au trait repère 0 °C	100 à 110 mm	25 à 45 mm
Distance du fond du réservoir au trait repère 300 °C	333 à 354 mm	—
Distance du fond du réservoir au trait repère 400 °C	—	333 à 354 mm
Traits longs, tous les	5 °C	5 °C
Chiffraison tous les	10 °C	10 °C
Erreur d'échelle, max.	0,5 °C jusqu'à 300 °C	1,0 °C jusqu'à 370 °C
Épaisseur de trait maximale	0,23 mm	0,23 mm
Chambre d'expansion	—	nécessaire ³⁾
Stabilité à la chaleur	voir note	voir note

NOTE — Les thermomètres doivent subir un vieillissement artificiel au moyen d'un traitement à chaud avant graduation de façon à assurer la stabilité du zéro. Ce traitement doit être tel qu'après avoir subi la procédure décrite ci-dessous l'erreur maximum se trouve dans les limites spécifiées.

Porter le thermomètre à une température correspondant à la valeur maximale de l'échelle et le maintenir à cette température durant 5 min. Laisser refroidir le thermomètre soit naturellement à l'air ambiant, ou lentement à une vitesse reproductible dans un bain jusqu'à une température de 20 °C au-dessus de la température ambiante ou jusqu'à 50 °C, la plus basse de ces deux températures devant être retenue, et déterminer l'erreur à un point de référence déterminé. Si l'on utilise le refroidissement naturel à l'air, l'erreur doit être déterminée dans l'heure qui suit. Porter à nouveau le thermomètre à une température égale à la valeur maximale de l'échelle et le maintenir à cette température durant 24 h, le laisser refroidir à l'une des deux températures précitées à la même vitesse qu'au début de l'essai et déterminer à nouveau l'erreur dans les mêmes conditions que précédemment.

1) Les thermomètres ASTM 7C et 8C et IP 5C et 6C conviennent.

2) Dans certaines conditions d'essai, le réservoir du thermomètre peut se trouver à une température supérieure de 28 °C à celle que le thermomètre indique et pour une température lue de 371 °C, la température du réservoir se rapproche de la température critique maximum du thermomètre. Si un thermomètre est utilisé à une température indiquée supérieure à 371 °C, il ne devrait pas être réutilisé sans vérification du point zéro.

3) Une chambre d'expansion est prévue pour recevoir les gaz sous pression et éviter la distorsion du réservoir à des températures élevées. Elle n'est pas située au niveau de la séparation du mercure. En aucun cas, le thermomètre ne doit être utilisé à des températures supérieures à celles pour lesquelles il est conçu.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Dans le cas d'un produit ayant une pression de vapeur Reid d'au moins 0,65 bar, refroidir la bouteille à échantillonner à une température comprise entre 13 et 18 °C. Introduire l'échantillon dans la bouteille préalablement refroidie, de préférence par immersion dans le liquide, si possible, et en rejetant le premier échantillon. Si l'immersion n'est pas possible, prélever l'échantillon dans une bouteille refroidie préalablement, en prenant garde de l'agiter le moins possible. Fermer immédiatement la bouteille avec un bouchon très étanche et la placer dans un bain de glace ou dans un réfrigérateur capable de maintenir l'échantillon à une température n'excédant pas 15 °C.

5.2 Les échantillons de produits contenant visiblement de l'eau ne doivent pas être utilisés pour l'essai. Si l'échantillon n'est pas sec et si le point initial de distillation présumé est inférieur à 66 °C, recueillir un autre échantillon exempt d'eau en suspension pour réaliser l'essai. Si le point initial de distillation présumé est supérieur à 66 °C, agiter l'échantillon avec du sulfate de sodium anhydre ou tout autre agent déshydratant convenable et le séparer par décantation.

6 PRÉPARATION DE L'APPAREILLAGE

6.1 Se reporter au tableau 1 et choisir le thermomètre qui convient à l'échantillon à soumettre à l'essai. Porter le ballon, le thermomètre, l'éprouvette graduée, le support du ballon et l'enveloppe protectrice à leurs températures respectives de début d'essai.

6.2 Remplir le bac du réfrigérant de manière à recouvrir le tube condenseur de produit réfrigérant non inflammable tel que glace pilée, eau, saumure, ou solution d'éthylène glycol et correspondant aux températures spécifiées dans le tableau 1. Si l'on choisit de la glace pilée, ajouter suffisamment d'eau pour recouvrir le tube du réfrigérant. Si nécessaire, prévoir tout moyen convenable de circulation, pour maintenir la température requise du bac du réfrigérant pendant tout l'essai, tel que agitation, ou soufflage d'air. De même façon, faire en sorte que la température du bain autour de l'éprouvette graduée reste dans les limites spécifiées dans le tableau 1.

6.3 Retirer tout liquide résiduel dans le tube du réfrigérant en le nettoyant avec un morceau d'étoffe attaché au bout d'une ficelle ou au bout d'un fil de cuivre.

6.4 Porter l'échantillon à une température comprise dans les limites prescrites au tableau 1. Mesurer 100 ml d'échantillon dans l'éprouvette graduée et transvaser aussi complètement que possible dans le ballon de distillation en prenant soin de ne pas faire couler de liquide dans le tube de dégagement des vapeurs.

6.5 Bien ajuster le thermomètre lui-même monté sur un bouchon de liège assoupli, serrant bien, dans le col du ballon de telle sorte que le réservoir soit centré par rapport au col et que la partie inférieure du capillaire du thermomètre se trouve au même niveau que le point le plus haut du bas de la paroi interne du tube de dégagement.

6.6 Placer le ballon contenant l'échantillon sur le support et, au moyen d'un bouchon à travers lequel passe le tube de dégagement, réaliser une liaison étanche avec le tube condenseur. Ajuster le ballon pour qu'il soit en position verticale et que le tube de dégagement pénètre dans le tube du réfrigérant sur 25 à 50 mm.

6.7 Placer l'éprouvette graduée qui a été utilisée pour mesurer l'échantillon sans la sécher dans son bain à la sortie du tube du réfrigérant de telle sorte que l'extrémité de ce dernier soit centrée dans l'éprouvette graduée et pénètre à l'intérieur sur au moins 25 mm mais sans descendre au-dessous du trait-repère 100 ml. Couvrir soigneusement l'éprouvette graduée avec une feuille de papier buvard ou de matière semblable convenablement lestée et préalablement découpée, de manière à s'adapter exactement au tube du réfrigérant. Maintenir le niveau du bain autour de l'éprouvette graduée pour qu'il atteigne au moins le trait-repère 100 ml.

NOTE — Si la température de l'atmosphère entourant l'éprouvette graduée ne satisfait pas aux spécifications du tableau 1, un bain réfrigérant (4.7) doit être utilisé et l'éprouvette doit être immergée de telle sorte que le liquide couvre le trait-repère 100 ml.

6.8 Noter la pression barométrique dominante et effectuer la distillation comme indiqué au chapitre 7.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Chauffer le ballon de distillation et son contenu. Le chauffage doit être réglé de telle sorte que l'intervalle de temps entre le début du chauffage et le point initial de distillation reste dans les limites prescrites dans le tableau 1.

7.2 Aussitôt après avoir observé le point initial de distillation, déplacer l'éprouvette graduée pour amener l'extrémité du réfrigérant en contact avec la paroi interne de celle-ci. Continuer à régler le chauffage pour que le volume de distillat recueilli dans l'éprouvette graduée augmente de façon uniforme et dans les limites prescrites dans le tableau 1. Recommencer toute opération qui ne satisfait pas aux conditions prescrites dans le tableau 1.

7.3 Entre le point initial de distillation et le point final, observer et noter tous les éléments nécessaires au calcul ou à la notation de résultats de l'essai ainsi qu'il est indiqué au chapitre 8. Ces éléments peuvent inclure les lectures

thermométriques correspondant aux volumes condensés ou les volumes condensés correspondant aux températures prescrites ou les deux. Noter tous les volumes dans l'éprouvette graduée à 0,5 ml près et toutes les lectures thermométriques à 0,5 °C près.

7.4 Si le thermomètre indique une température de 370 °C ou si le point de décomposition est atteint, arrêter le chauffage et poursuivre l'essai selon les indications de 7.7. Dans les autres cas, suivre les indications données en 7.5.

7.5 Lorsqu'il ne reste plus qu'environ 5 ml de liquide dans le ballon, effectuer si nécessaire un dernier réglage du chauffage afin que le temps prescrit pour atteindre le point final corresponde aux indications données au tableau 1. Si cette condition n'est pas remplie, recommencer l'essai en effectuant les modifications voulues au moment du dernier réglage du chauffage.

7.6 Noter le point final ou le point sec ou les deux selon les besoins, et arrêter le chauffage. Lors de l'observation du point final, vérifier si tout le liquide est évaporé au fond du ballon. Sinon préciser ce fait dans une note dans le procès-verbal d'essai comme indiqué au chapitre 8.

7.7 Pendant que le tube du réfrigérant continue à s'égoutter dans l'éprouvette graduée, observer le volume du distillat toutes les deux minutes jusqu'à volume constant. Mesurer soigneusement ce volume et le noter à 0,5 ml près comme étant le volume total condensé. Si la distillation a été interrompue en raison des conditions indiquées en 7.4, effectuer la différence entre 100 et le volume total condensé et noter le résultat comme résidus et pertes et ne pas effectuer les opérations décrites en 7.8 et 7.9.

7.8 Lorsque le ballon est refroidi, verser son contenu dans le distillat se trouvant dans l'éprouvette graduée et laisser égoutter le ballon jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'accroissement sensible du volume dans l'éprouvette graduée. Noter ce volume à 0,5 ml près comme récupération totale.

NOTE — En variante, il est possible de recueillir le liquide qui reste dans le ballon après refroidissement, dans une petite éprouvette graduée en 0,1 ml et noter son volume. Ajouter ce volume au volume total condensé de façon à obtenir la «récupération totale».

7.9 Déduire de 100 la récupération totale pour obtenir les pertes.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Pour chaque essai, calculer et noter tous les éléments relatifs à la détermination d'une spécification bien déterminée ou qui correspond à une spécification habituellement établie sur l'échantillon en essai.

En l'absence de spécifications particulières, noter le point initial de distillation, le point final ou le point sec ou les deux; relever les températures à 5 % et 95 % de volume condensé et à tous les multiples de 10 % de volume condensé entre 10 et 90 compris.

8.2 Noter tous les volumes à 0,5 ml près, toutes les lectures thermométriques à 0,5 °C près et les pressions barométriques à 0,5 mbar près.

8.3 Pour les essais à réaliser sur des carburants pour turbines d'avion ou produits similaires, les lectures thermométriques peuvent être affectées par la présence du bouchon. Pour obtenir les renseignements voulus, la distillation d'une nouvelle prise d'essai peut être effectuée, selon les conditions définies dans la colonne 3 du tableau 1. Dans ce cas le procès-verbal d'essai doit mentionner une telle substitution. Si, par suite d'un accord entre les parties, les températures n'ayant pu être relevées sont abandonnées, le procès-verbal d'essai doit le mentionner également.

8.4 Si les résultats doivent être exprimés sur la base de lectures thermométriques ramenées à la pression barométrique à 1 013 mbar (voir note) calculer la correction à appliquer à chaque température au moyen de l'équation de Sidney Young donnée ci-dessous ou à l'aide du tableau 2. Après avoir effectué les corrections et arrondissements, chaque résultat étant donné à 0,5 °C près, utiliser les lectures thermométriques corrigées dans les calculs et procès-verbaux.

$$C = 0,000\ 090 (1\ 013 - p) (273 + t)$$

où

C est la correction qui doit être ajoutée algébriquement à la lecture thermométrique (les approximations suffisantes de ces corrections sont données dans le tableau 2);

p est la pression barométrique, en millibars, qui règne au moment de l'essai;

t est la lecture obtenue sur le thermomètre, en degrés Celsius.

NOTE — Les valeurs thermométriques intervenant dans la définition ou la spécification d'un produit ou les deux, devraient être exprimées en fonction de la pression atmosphérique à 1 013 mbar. Les lectures thermométriques devraient être ramenées à la pression 1 013 mbar dans le cas où l'on veut comparer des résultats d'essai ou juger de la conformité aux spécifications ou les deux. Si les résultats ne sont pas destinés à la comparaison avec d'autres valeurs corrigées à 1 013 bar, ou si l'essai a été effectué pour vérifier la conformité avec une spécification qui ne nécessite pas, pour la valeur considérée une correction à 1 013 bar, l'application des corrections barométriques est facultative. Au moment de rédiger le procès-verbal d'essai, indiquer si les corrections ont ou n'ont pas été faites.

8.5 Après avoir effectué les corrections barométriques, si nécessaire les éléments suivants peuvent être notés sans autres calculs : point initial de distillation, point sec, point final (point final de distillation), point de décomposition, volume total condensé, récupération totale et autres valeurs allant de pair comprenant les volumes condensés et les températures. Les pertes et résidus sont calculés en fonction de leur définition respective comme indiqué plus haut en 2.8 et 2.9.

TABLEAU 2 — Approximation des corrections des lectures thermométriques

Intervalles de température	Correction ¹⁾ correspondant à une différence de pression de 10 mbar
°C	°C
10 à 30	0,26
30 à 50	0,29
50 à 70	0,30
70 à 90	0,32
90 à 110	0,34
110 à 130	0,35
130 à 150	0,38
150 à 170	0,39
170 à 190	0,41
190 à 210	0,43
210 à 230	0,44
230 à 250	0,46
250 à 270	0,48
270 à 290	0,50
290 à 310	0,52
310 à 330	0,53
330 à 350	0,56
350 à 370	0,57
370 à 390	0,59
390 à 410	0,60

1) À ajouter dans le cas d'une pression barométrique inférieure à 1 013 mbar;
à retrancher dans le cas d'une pression barométrique supérieure à 1 013 mbar.

8.6 Il est recommandé de baser les résultats sur le rapport entre les lectures thermométriques et les volumes condensés dans tous les cas où l'échantillon est une essence ou tout autre produit classé au groupe 1 du tableau 1 ou un produit qui conduit à une perte supérieure à 2,0. Dans les autres cas, les résultats peuvent être basés sur le rapport entre les lectures thermométriques et les volumes évaporés ou les volumes condensés.

Tout procès-verbal doit indiquer clairement quelle base a été utilisée.

8.7 Pour déterminer les volumes évaporés correspondant à des lectures thermométriques prescrites, ajouter les pertes à chacun des volumes condensés notés aux températures prescrites et indiquer ces résultats comme les volumes évaporés respectifs.

8.8 Pour déterminer les températures correspondant aux volumes évaporés prescrits, utiliser l'une des deux méthodes