

NORME INTERNATIONALE

ISO
3405

Deuxième édition
1988-12-01



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

Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation

Petroleum products — Determination of distillation characteristics

Numéro de référence
ISO 3405 : 1988 (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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3405 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3405 : 1975), dont elle constitue une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de déterminer les caractéristiques de distillation des essences pour moteur, des essences aviation, des carburateurs, des essences spéciales, des naphtas, du white-spirit, du kérosène, des gazoles, des fuel-oils distillés et des produits pétroliers analogues.

NOTE — Pour ce qui est de la distillation des carburateurs et autres produits dont l'intervalle de distillation est trop large pour utiliser le thermomètre basse température spécifié au groupe 3 du tableau 1, on peut néanmoins employer la présente méthode en utilisant en remplacement le thermomètre haute température, tout en respectant les autres conditions d'essai, spécifiées pour le groupe 3 (voir 8.3).

1.2 Les caractéristiques de distillation (ou caractéristiques de volatilité) des produits pétroliers constituent des indicateurs de l'aptitude de ces produits dans les applications prévues. Les spécifications des produits pétroliers contiennent généralement des limites de distillation, de façon à assurer certaines propriétés de volatilité à ces produits.

1.3 Il a été constaté que les résultats empiriques obtenus par l'utilisation de la présente méthode de distillation présentaient une bonne corrélation avec les conditions de fonctionnement des équipements automobiles et les autres caractéristiques des produits pétroliers, liées à leur volatilité.

2 Références

ISO 3007, *Produits pétroliers — Détermination de la pression de vapeur — Méthode Reid*.

ASTM E1, *Specification for ASTM thermometers*.

IP standards for petroleum and its products — Part 1: *Methods for analysis and testing (Appendix A)*.

3 Définitions

3.1 point initial: Température relevée (éventuellement après correction) au moment où la première goutte du condensat tombe de l'extrémité du tube du condenseur, dans le cadre d'une distillation exécutée dans des conditions normalisées.

3.2 point final: Température maximale relevée (après correction si nécessaire) pendant la phase finale d'une distillation exécutée dans des conditions normalisées. Ce point final se

produit habituellement après l'évaporation de la totalité du liquide du fond du ballon. On utilise aussi le synonyme courant «température maximale».

3.3 point sec: Température relevée (après correction si nécessaire) au moment de la vaporisation de la dernière goutte de liquide au fond d'un ballon de distillation, pendant un essai de distillation exécuté dans des conditions normalisées. On ne tient pas compte des éventuelles gouttes ou d'un éventuel film de liquide se trouvant sur les parois latérales du ballon ou du thermomètre.

NOTE — Le point final est une caractéristique plus généralement utilisée que le point sec. Le point sec est à retenir avec les naphtas pour usages spéciaux, par exemple ceux utilisés dans l'industrie des peintures. De plus, il peut remplacer le point final chaque fois que l'échantillon, de par sa nature, ne peut satisfaire aux critères donnés au chapitre 9 pour ce qui est de la fidélité de la méthode de détermination du point final.

3.4 point de décomposition: Température notée lorsque se manifestent les premiers signes de décomposition thermique du liquide contenu dans le ballon.

NOTE — Les signes caractéristiques d'une décomposition thermique sont une apparition de fumées, des variations irrégulières de la température lue sur le thermomètre, qui présente habituellement une forte chute malgré toute tentative d'augmentation du chauffage.

3.5 volume condensé: Volume de condensat, exprimé en millilitres, recueilli dans l'éprouvette graduée lorsque le thermomètre a atteint la température spécifiée.

3.6 volume total condensé: Volume maximum condensé, observé selon 8.7.

3.7 récupération totale: Somme du volume total condensé et du résidu contenu dans le ballon, observé selon 8.7.

3.8 pertes: Différence entre le volume de la prise d'essai (100 ml) et la récupération totale.

3.9 résidu: Différence entre la récupération totale et le volume total condensé, ou volume du résidu, exprimé en millilitres, s'il est mesuré directement.

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

4 Principe

Une prise d'essai de 100 ml est distillée dans des conditions prescrites appropriées à la nature du produit (voir tableau 1). Les observations systématiques des volumes de condensat et des indications thermométriques sont mentionnées dans le procès-verbal d'essai et permettent le calcul des résultats.

5 Appareillage

Les figures 2 et 3 présentent des exemples caractéristiques de montage de l'appareil.

On a obtenu certains résultats, limités, qui indiqueraient que certains types d'appareil de distillation automatique sont à même de donner des résultats qui correspondent, en valeur et en fidélité, à ceux obtenus par les modes opératoires manuels présentés dans la présente méthode, du moment que l'appareil a été étalonné conformément aux instructions du fabricant. Lors de l'exécution de déterminations des caractéristiques de distillation conformément à la présente Norme internationale, de tels appareils automatiques ne doivent être utilisés qu'après accord des parties concernées par l'essai, et à la condition que le type d'appareil soit mentionné dans le procès-verbal d'essai.

On trouvera un résumé des renseignements correspondants dans l'annexe C.

5.1 Ballon de distillation

Les ballons doivent être en verre résistant à la chaleur et satisfaire aux dimensions et tolérances présentées sur la figure 1.

NOTE — Pour les essais destinés à mesurer le point sec, il est souhaitable d'utiliser des ballons spéciaux, dont le fond et la paroi présentent une épaisseur uniforme.

5.2 Condenseur et bain de refroidissement

Les figures 2 et 3 présentent des types caractéristiques de condenseurs et de bains de refroidissements. On peut utiliser d'autres types d'appareillage, du moment que les résultats obtenus par leur utilisation satisfont aux critères de fidélité du chapitre 10.

5.2.1 Le condenseur doit être réalisé en un tube en laiton sans soudure, de 560 mm de long. Son diamètre extérieur doit être de 14 mm, l'épaisseur de la paroi devant être de 0,8 à 0,9 mm.

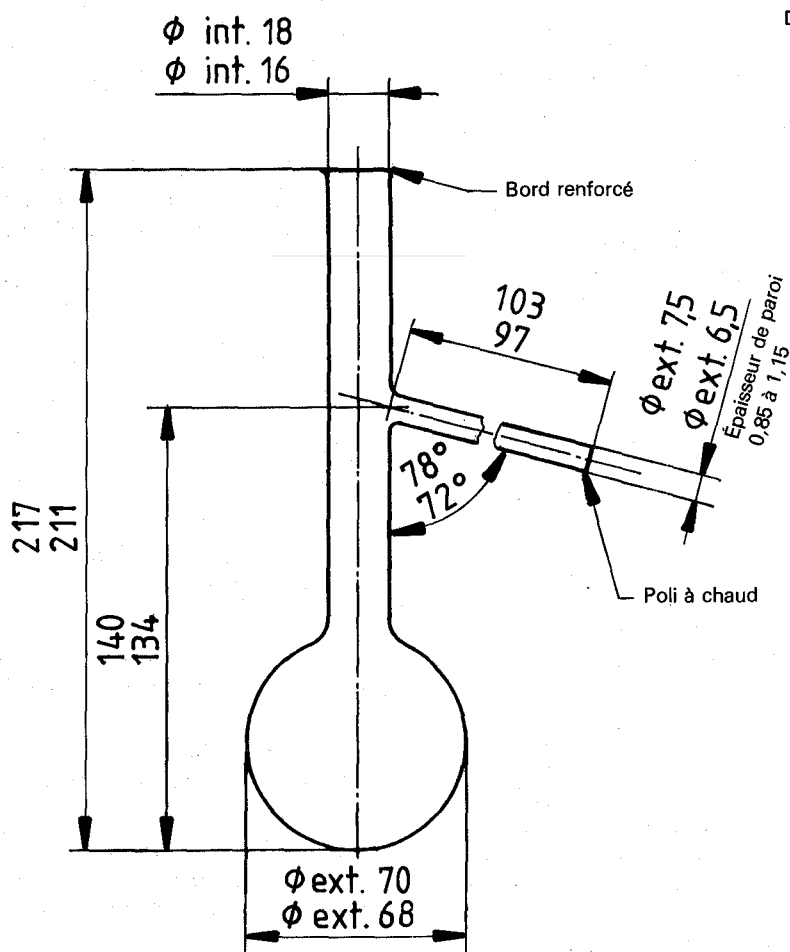


Figure 1 — Ballon de distillation

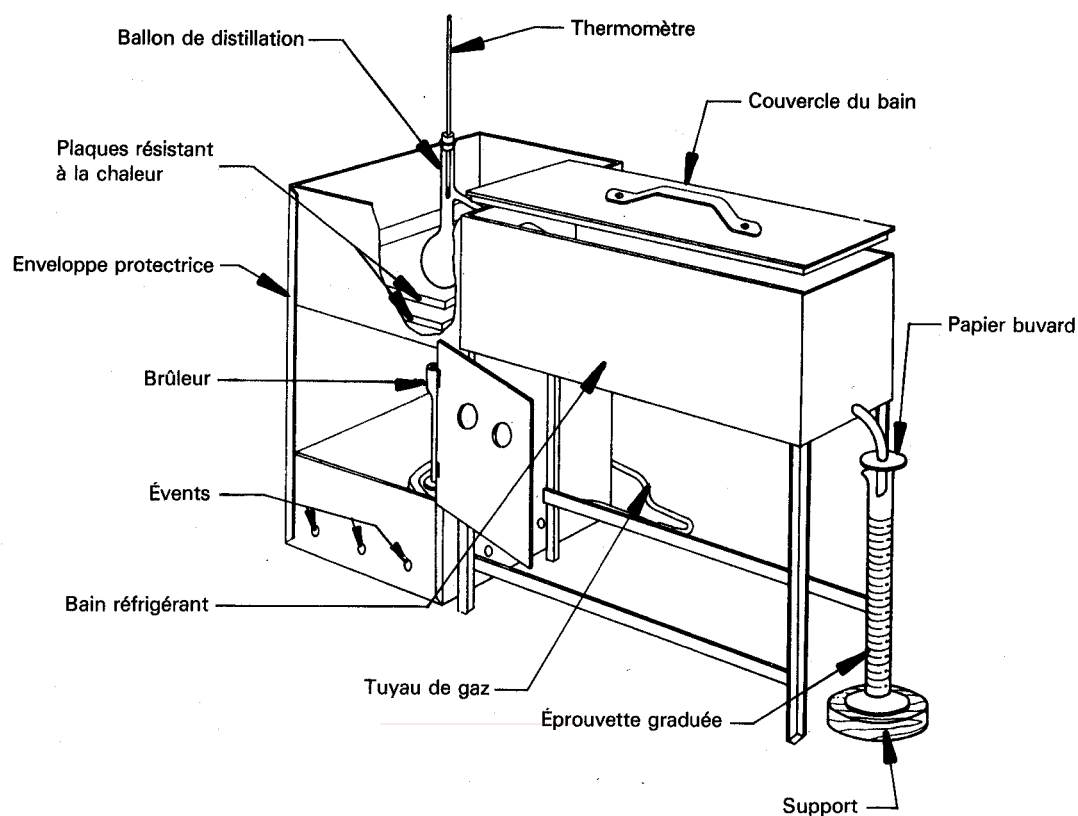


Figure 2 — Ensemble appareil de distillation avec brûleur à gaz

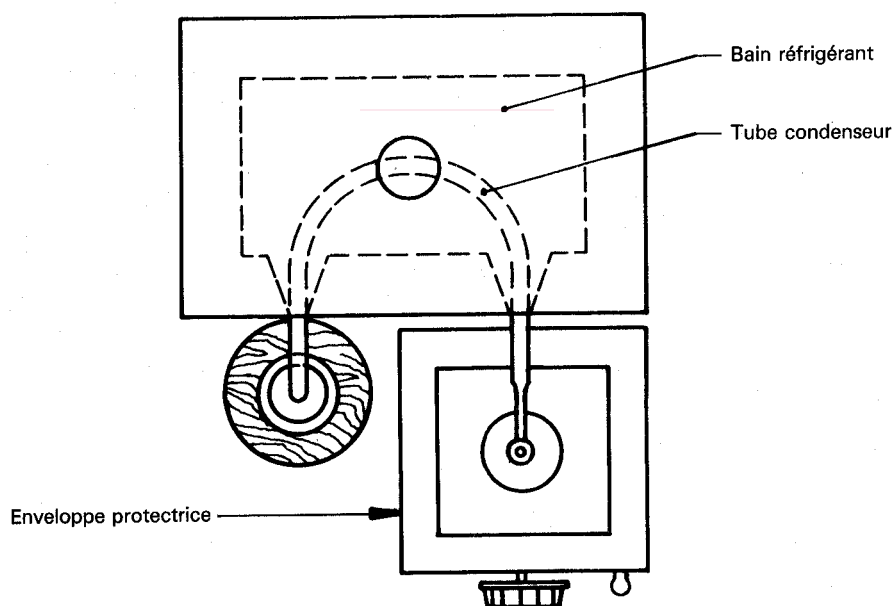
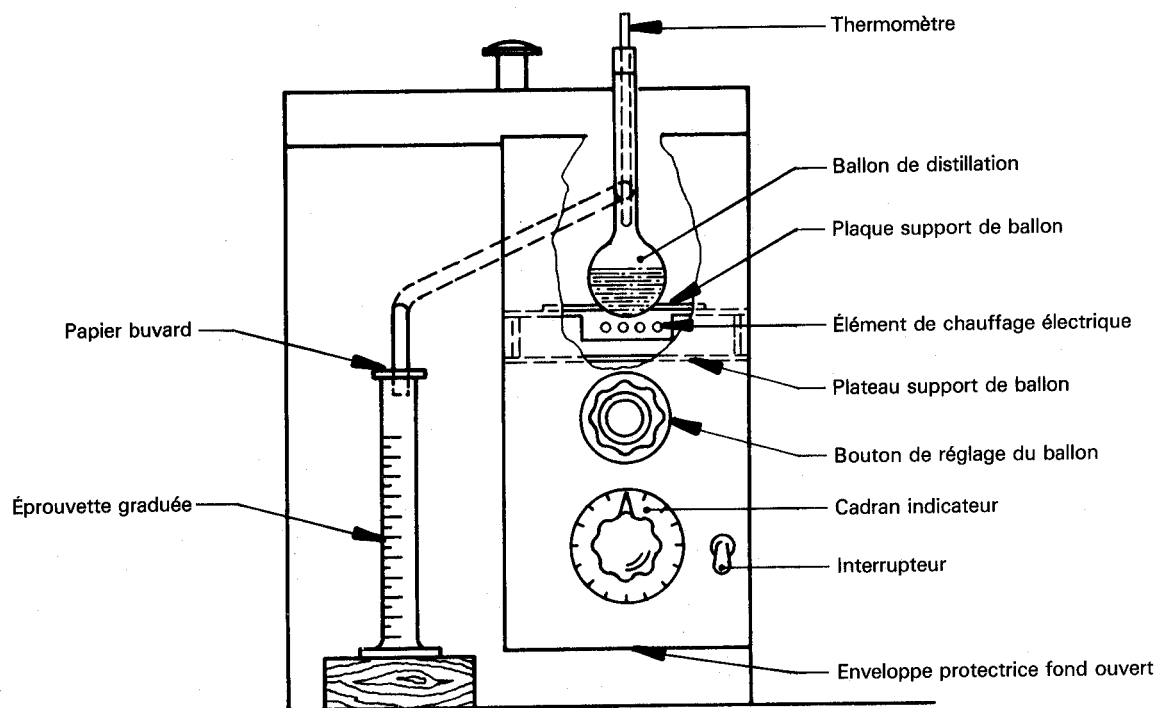


Figure 3 — Ensemble appareil de distillation avec chauffage électrique

5.2.2 Le condenseur doit être mis en place de façon qu'environ 390 mm du tube soient en contact avec le fluide de refroidissement, le tube dépassant du bain de refroidissement d'environ 50 mm à l'extrémité supérieure et d'environ 114 mm à l'extrémité inférieure. La partie du tube qui dépasse à la partie supérieure doit faire un angle de 75° par rapport à la verticale. La partie du tube intérieure au bain de refroidissement peut être ou bien rectiligne, ou bien repliée selon une courbe appropriée quelconque, continue. La pente moyenne doit être de 0,26 mm par millimètre linéaire de tube (ce qui correspond à un angle de 15°), et aucun tronçon de la partie immergée du tube ne doit avoir une pente inférieure à 0,24 mm ou supérieure à 0,28 mm par millimètre linéaire du tube. Le tronçon inférieur du tube, qui dépasse du bain, doit être recourbé vers le bas sur une longueur de 76 mm, et légèrement vers l'arrière, de façon à assurer un contact avec la paroi intérieure de l'éprouvette graduée, en un point situé approximativement entre 25 mm et 32 mm en dessous de l'extrémité supérieure de l'éprouvette graduée quand elle est en position pour recevoir le distillat. L'extrémité inférieure du tube doit être découpée selon un angle aigu, de façon à permettre la mise en contact de la pointe avec la paroi de l'éprouvette graduée.

5.2.3 La capacité du bain de refroidissement ne doit pas être inférieure à 5,5 litres de fluide de refroidissement. La disposition du tube dans le bain de refroidissement doit être telle que son axe ne soit pas à moins de 32 mm en dessous du plan supérieur du bain en son point de pénétration, et pas à moins de 19 mm au-dessus du fond du bain en son point de sortie.

5.2.4 Entre le tube condenseur et les parois du bain, il doit y avoir un espace d'au moins 13 mm, sauf pour ce qui est des tronçons situés au voisinage immédiat des points d'entrée et de sortie du tube dans le bain. On peut utiliser des installations à tubes multiples, à condition qu'elles soient conformes aux spécifications de dimensions (5.2.2 et 5.2.3), et à condition que la capacité du bain ne soit pas inférieure à 5,5 litres par tube.

5.3 Enceinte ou enveloppe métallique de protection pour le ballon

5.3.1 Enceinte type 1 (voir figure 2): parallélépipède de 480 mm de haut, de 280 mm de long et de 200 mm de large, en tôle métallique d'environ 0,8 mm d'épaisseur. Il doit présenter une porte sur l'un des petits côtés, et deux ouvertures de 25 mm de diamètre, équidistantes dans chacun des deux petits côtés, une échancrure étant découpée sur l'une des faces pour laisser passer la partie supérieure du tube condenseur. Les centres de ces quatre ouvertures doivent se trouver à 215 mm en dessous de la partie supérieure de l'enceinte. Il doit y avoir trois trous, chacun de diamètre approximatif 13 mm, aménagés sur chacun des quatre côtés, les centres des trous se trouvant à 25 mm au-dessus de la base de l'enceinte.

5.3.2 Enceinte type 2 (voir figure 3): parallélépipède de 440 mm de haut, 200 mm de long et 200 mm de large, en tôle métallique d'environ 0,8 mm d'épaisseur et garni d'une fenêtre sur la face frontale. Le fond ouvert de cette enveloppe doit être placé à environ 50 mm de la base de l'unité. L'arrière de l'enceinte doit présenter un trou elliptique destiné au passage de la partie supérieure du tube condenseur. Un bouton de réglage doit être placé devant l'enceinte, pour permettre le réglage du support du ballon. Si l'on utilise un chauffage électrique (figure 3), celui-ci doit être muni d'un dispositif de

contrôle continu du chauffage, avec un cadran indicateur. L'élément chauffant et le dispositif de contrôle doivent être incorporés dans la partie inférieure de l'enveloppe protectrice. La partie de cette enveloppe restant au-dessus de la plaque de support du ballon (voir 5.5.2) doit être la même que celle utilisée pour le brûleur à gaz; cependant, on peut omettre la partie inférieure, l'élément chauffant, le dispositif de contrôle du chauffage et la partie supérieure de l'enveloppe protectrice pouvant être supportés par toute méthode appropriée.

5.4 Source de chauffage

5.4.1 Brûleur à gaz (voir figure 2), construit de façon que l'on puisse obtenir à partir du gaz disponible une quantité de chaleur suffisante pour distiller le produit à une vitesse spécifiée. On peut prévoir un robinet régulateur très sensible et un régulateur de pression du gaz, permettant une régulation complète du chauffage.

5.4.2 Réchauffeur électrique (voir figure 3), pouvant être utilisé en remplacement d'un brûleur à gaz, du moment qu'il peut distiller le produit à la vitesse spécifiée. On a constaté que les unités de chauffage présentant une faible rétention de chaleur, et réglables de 0 à 1 000 W, étaient satisfaisantes.

5.5 Support du ballon

5.5.1 Type 1, pour utilisation avec un brûleur à gaz (voir figure 2)

On peut utiliser un support annulaire, type courant de laboratoire, diamètre 100 mm ou plus, supporté par un dispositif placé à l'intérieur de l'enveloppe protectrice, ou encore un plateau pouvant être réglé de l'extérieur.

Deux plaques de céramique ou d'un autre matériau résistant à la chaleur, d'épaisseur 3 mm à 6 mm, doivent reposer sur l'anneau ou sur le plateau, selon le support utilisé. La plaque située immédiatement au-dessus de l'anneau ou du plateau doit présenter une ouverture centrale de 76 à 100 mm de diamètre, et des dimensions extérieures légèrement plus petites que les limites intérieures de l'enveloppe protectrice.

La deuxième plaque support, destinée au ballon, doit présenter des dimensions extérieures légèrement plus petites que la première plaque, et présenter une ouverture centrale conforme aux dimensions données dans le tableau 1. Elle doit avoir de 3 à 6 mm d'épaisseur au niveau du bord du trou central. Cette plaque support du ballon peut être légèrement déplacée selon le sens de mise en place du ballon de distillation, et ce n'est qu'à travers l'ouverture aménagée dans cette plaque que l'on peut appliquer directement la chaleur au ballon.

5.5.2 Type 2, pour utilisation avec réchauffeur électrique (voir figure 3)

Le haut du réchauffeur électrique doit être une plaque support de ballon, en céramique ou en un autre matériau résistant à la chaleur et présentant une ouverture centrale conforme aux dimensions données dans le tableau 1. L'épaisseur au bord du trou central doit être de 3 à 6 mm. Il faut prévoir la possibilité de déplacer l'unité de chauffage avec sa partie supérieure, de façon à pouvoir placer le ballon de distillation de telle sorte que toute application directe de la chaleur au ballon ne puisse se faire qu'à travers l'ouverture aménagée dans la plaque support.

Tableau 1 — Conditions d'essai

	Groupe 1	Groupe 2	Groupe 3	Groupe 4
Caractéristiques de l'échantillon				
Pression de vapeur à 37,8 °C (ISO 3007)	> 65,5 kPa	< 65,5 kPa	< 65,5 kPa	< 65,5 kPa
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 5.8)	Basse température	Basse température	Basse température	Haute température
Diamètre du trou dans le support du ballon ²⁾	37,5 mm	37,5 mm	50 mm	50 mm
Température au début de l'essai :				
— du ballon et du thermomètre	13 à 18 °C	13 à 18 °C	13 à 18 °C	< ambiante
— du support du ballon et de l'enveloppe	< ambiante	< ambiante	< ambiante	—
— de l'éprouvette graduée et de la prise d'essai de 100 ml	13 à 18 °C	13 à 18 °C	13 à 18 °C	13 °C à ambiante
Ballon (voir 5.1)	125 ml	125 ml	125 ml	125 ml
Conditions au cours de l'essai				
Température du bain du condenseur	0 à 1 °C	0 à 4 °C	0 à 4 °C	0 à 60 °C ³⁾
Température du fluide 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	5 à 10 min	5 à 10 min	5 à 10 min	5 à 15 min
Temps entre le point initial et la récupération de 5 %	60 à 75 s	60 à 75 s	—	—
Vitesse moyenne uniforme de condensation entre 5 % de condensation et 5 ml de résidu dans le ballon	4 à 5 ml/min	4 à 5 ml/min	4 à 5 ml/min	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 dans toutes les conditions d'essai du groupe considéré.

2) Vérifier le diamètre des trous.

3) La température appropriée du bain du condenseur dépend de la teneur en paraffine de la prise d'essai et de ses fractions de distillation. Il faut utiliser la température minimum permettant un déroulement satisfaisant des essais.

5.6 Éprouvette graduée

L'éprouvette graduée doit avoir une capacité de 100 ml. L'intervalle de graduation doit être de 1 ml. La forme de la base de l'éprouvette est libre mais elle doit empêcher l'ensemble de basculer quand on le place vide sur une surface inclinée de 15° par rapport à l'horizontale.

La figure 4 présente les détails de construction et les tolérances de l'éprouvette graduée. Il est autorisé d'utiliser un récepteur de Crow, du moment que sa dimension verticale et les graduations correspondent à la figure.

5.7 Bain de refroidissement pour l'éprouvette

On peut utiliser en option un bain de refroidissement (voir deuxième alinéa de 7.7), par exemple un béccher en verre transparent ou en matière plastique, suffisamment haut pour permettre d'y immerger l'éprouvette graduée jusqu'au repère 100 ml dans un liquide de refroidissement. La matière plastique doit être transparente.

5.8 Thermomètre¹⁾

Le thermomètre doit être un thermomètre à mercure, rempli d'azote, gradué sur la tige, émaillé et conforme aux spécifications indiquées au tableau 2.

1) On peut utiliser des thermomètres ASTM 7C et 8C et IP 5C et 6C (voir chapitre 2).

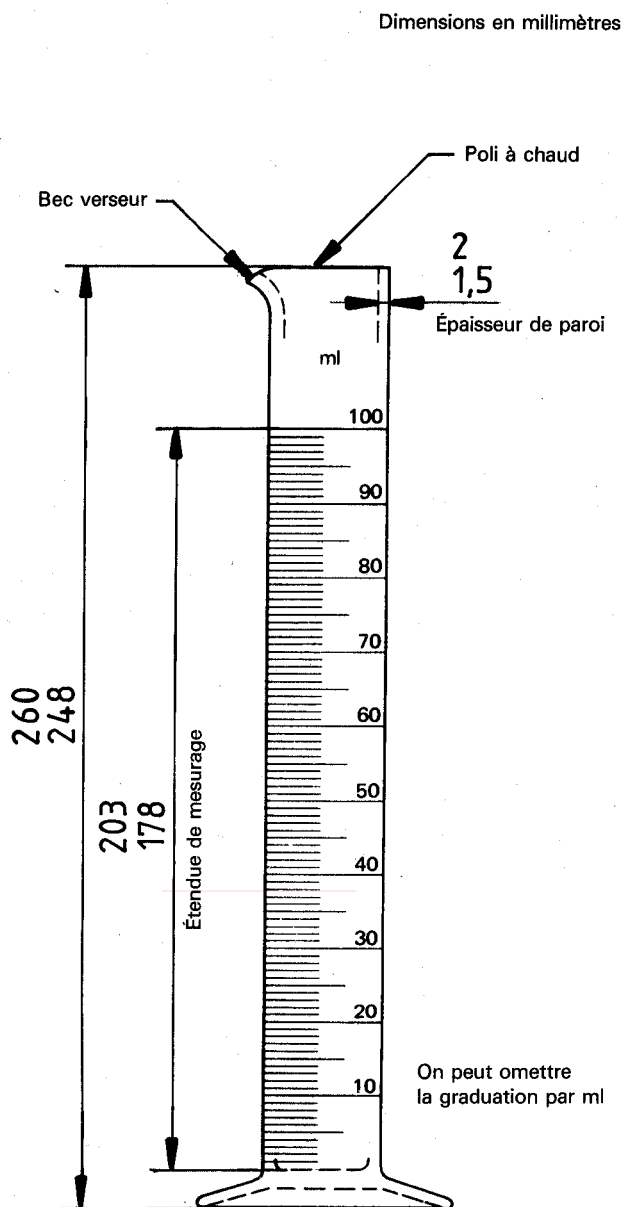


Figure 4 — Éprouvette graduée
(100 ml, graduation 1 ml, tolérance $\pm 1,0$ ml)

Tableau 2 — Spécifications pour le thermomètre utilisé

	Thermomètre basse température	Thermomètre haute température
Échelle de température	-2 à +300 °C	-2 à +400 °C ¹⁾
Graduations	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 à la graduation 0 °C	100 à 110 mm	25 à 45 mm
Distance du fond du réservoir à la graduation 300 °C	333 à 354 mm	—
Distance du fond du réservoir à la graduation 400 °C	—	333 à 354 mm
Traits de grande longueur, tous les	5 °C	5 °C
Chiffraison à chaque multiple de	10 °C	10 °C
Erreur d'échelle, max.	0,5 °C jusqu'à 300 °C	1,0 °C jusqu'à 370 °C
Largeur maximum des traits de graduations	0,23 mm	0,23 mm
Chambre d'expansion	nécessaire ²⁾	—
Stabilité thermique	voir note	voir note

1) Dans certaines conditions d'essai, le réservoir du manomètre peut se trouver à 28 °C au-dessus de la température indiquée par le thermomètre, de sorte que, pour une température indiquée de 371 °C, la température du réservoir peut atteindre une valeur critique pour le verre. Si au cours d'une utilisation, un thermomètre atteint une température indiquée supérieure à 371 °C, il ne faut le réutiliser qu'après avoir vérifié son point 0 °C.

2) Une chambre d'expansion est destinée à détendre la pression du gaz, de façon à éviter une déformation du réservoir aux températures élevées. Elle n'a pas pour but d'éliminer les fractionnements de colonne de mercure. En aucun cas, le thermomètre ne doit être chauffé à une température supérieure à la valeur maximale inscrite sur les graduations.

Les thermomètres doivent subir un vieillissement artificiel, grâce à un traitement thermique approprié, avant la réalisation des graduations. On assure ainsi la stabilité du zéro. Ce traitement doit avoir pour conséquence que l'erreur maximale est inférieure aux limites spécifiées, après réalisation des opérations mentionnées ci-dessous.

Chauffer le thermomètre à une température correspondant à la graduation maximale de l'échelle, et le maintenir à cette température pendant 5 min. Laisser refroidir le thermomètre, ou bien naturellement dans l'air au repos, ou bien lentement dans le bain de refroidissement, à une vitesse de refroidissement reproductible, jusqu'à 20 °C au-dessus de la température ambiante, ou jusqu'à 50 °C si cette température est inférieure à la première, puis déterminer l'erreur au point de référence sélectionné. Si l'on effectue un refroidissement naturel dans l'air, l'erreur doit être déterminée dans l'heure qui suit. Chauffer de nouveau le thermomètre jusqu'à une température correspondant à la graduation maximale de l'échelle et le maintenir à cette température pendant 24 h, le laisser refroidir jusqu'à l'une des deux températures mentionnées ci-dessus, à la même vitesse de refroidissement que dans la première partie de l'essai, puis déterminer de nouveau l'erreur, dans les mêmes conditions que ci-dessus.

6 Échantillonnage

6.1 Dans le cas de produits dont la pression de vapeur Reid est supérieure ou égale à 65,5 kPa, refroidir le flacon d'échantillonnage à 13-18 °C. Recueillir l'échantillon dans le flacon préalablement refroidi, de préférence en immergeant ce flacon dans

le liquide, chaque fois que possible, et en rejetant le premier échantillon introduit. Lorsque l'immersion est impossible, introduire l'échantillon dans le récipient préalablement refroidi, en prenant soin d'éviter toute agitation inutile. Fermer immédiatement le flacon avec un bouchon étanche et le placer dans un bain réfrigérant ou dans un réfrigérateur permettant de conserver l'échantillon à une température inférieure ou égale à 15 °C.

6.2 Les échantillons de produit contenant visiblement de l'eau ne peuvent subir l'essai. Si l'échantillon n'est pas sec, et si le point initial prévu est inférieur à 66 °C, il faut se procurer pour l'essai un autre échantillon exempt d'eau en suspension. Si le point initial prévisible est supérieur à 66 °C, agiter l'échantillon avec du sulfate de sodium anhydre ou un autre agent déshydratant convenable, puis le séparer de l'agent déshydratant par décantation.

7 Préparation de l'appareil

7.1 Se reporter au tableau 1 et choisir le thermomètre nécessaire à l'essai. Porter le ballon, le thermomètre et l'éprouvette graduée, de même que le support du ballon et l'enveloppe protectrice, aux températures requises pour le début de l'essai.

7.2 Remplir le bac du condenseur de manière à recouvrir le tube avec un mélange ininflammable, par exemple de la glace pilée, de l'eau, de la saumure ou une solution d'éthylène glycol permettant d'obtenir la température spécifiée sur le tableau 1. Si l'on utilise de la glace pilée, il faut ajouter une quantité d'eau suffisante pour recouvrir le tube. Maintenir la température voulue dans le bac du condenseur tout au long de l'essai en