

ESSAIS DES CARBURANTS

ÉDITION N° 2 PROVISOIRE DU 15 MAI 1972

COMPOSITION DU DOCUMENT

PAGES N°s	DATE CORRESPONDANTE
1 à 32 Annexes A et B	1 9 7 2

Documents **référéncés** : AIR 3401.
NF M 07-003, M 07-005, M 15-006, M 07-011, M 07-015, M 07-022,
M 07-029, T 20-052.

OBSERVATION IMPORTANTE. -- En cas de reproduction de ce document, il est essentiel de reproduire exactement et séparément chaque feuille (même texte, mêmes indications, même numéro d'ordre).

Tous **droits de reproduction réservés**

"Norme Défense, © 2008, droits réservés.

Commercialisation interdite sans accord spécifique.

Reproduction et diffusion autorisées sous réserve de reproduire intégralement le présent avertissement."

RÉPERTOIRE

	PAGES
PRÉAMBULE	1
Couleurs des essences	3
Point de congélation	5
Teneur en soufre mercaptan	9
1 Objet	9
2 Principe	9
3 Titrage ampèrométrique	10
4 Titrage potentiométrique	13
Teneur en eau totale	17
Tolérance à l'eau	19
Teneur en additif antiglace	21
1 Méthode cryométrique	21
2 Méthode iodométrique	22
Indice de peroxydes	25
Stabilité thermique	29
ANNEXE A. — Solvants pétroliers	33
ANNEXE B. — Méthodes d'essais techniquement équivalentes	35

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

1

PRÉAMBULE

La présente édition provisoire de la norme AIR 1652, annule et remplace l'édition n° 1 du 30 novembre 1955; elle est applicable dès sa parution, mais le Service Technique Aéronautique souhaite que les difficultés éventuelles d'application soient portées à sa connaissance afin qu'il puisse en être tenu compte dans la rédaction définitive de la norme.

La norme AIR 1652 A abandonne la plupart des méthodes d'essais décrites dans la première édition; celles-ci figurent maintenant au Répertoire des normes AFNOR.

Elle donne, en Annexe A, les définitions techniques des solvants pétroliers utilisés et, en Annexe B, un tableau d'équivalences des méthodes d'essais.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

3

COULEUR DES ESSENCES

1 OBJET

L'essai a pour objet la détermination de la couleur des essences pour moteurs à pistons, il permet de vérifier que la teinte correspond à celle (rose, bleue, verte ou pourpre) imposée par la norme AIR 3401 et que son intensité est satisfaisante.

2 PRINCIPE

La couleur de l'essence, teinte et intensité, est comparée, dans des conditions optiques définies, à celles de verres Étalons colorés.

3 APPAREILLAGE

L'appareillage ⁽¹⁾ comprend (voir schéma page 4) :

— un colorimètre spécial pouvant recevoir deux tubes de Nessler destinés à contenir, l'un l'essence en essai, l'autre de l'eau distillée; ce colorimètre est muni d'un disque comportant des verres étalons colorés; à chaque teinte correspondent deux verres étalons dont les intensités de couleur sont minimale pour l'un et maximale pour l'autre; le système optique permet l'examen simultané de la prise d'essai et des verres étalons présentés tour à tour au-dessus de la colonne d'eau distillée.

deux tubes de Nessler pour examen optique à travers une colonne de liquide de 200 mm avec fond à faces optiquement planes et parallèles et plongeurs en verre optique poli.

4 MODE OPÉRATOIRE

Vérifier le bon état et la propreté du système optique du colorimètre et de ses accessoires.

Retirer les tubes et les remplir l'un avec de l'essence en essai l'autre avec de l'eau distillée; mettre en place les plongeurs; essuyer soigneusement toute trace de liquides.

Insérer dans le colorimètre les deux tubes vides et propres et s'assurer que la lumière qui traverse chacun des deux tubes a bien la même intensité.

Insérer les deux tubes dans le colorimètre en disposant le tube d'eau distillée sous les verres étalons.

Comparer la couleur de la prise d'essai à celle des verres colorés.

(1) L'appareil Hellige « Aqua Tester » n° 611 A ou 611 BA et ses accessoires, fournis par la Société Hellige (Garden City, N. Y.) conviennent pour cet essai ainsi que tout appareil équivalent approuvé par le Service Technique Aéronautique.

5

RÉSULTAT

Identifier la teinte de la prise d'essai et noter son intensité en fonction des limites, minimale et maximale, données par chacun des deux verres étalons correspondants.

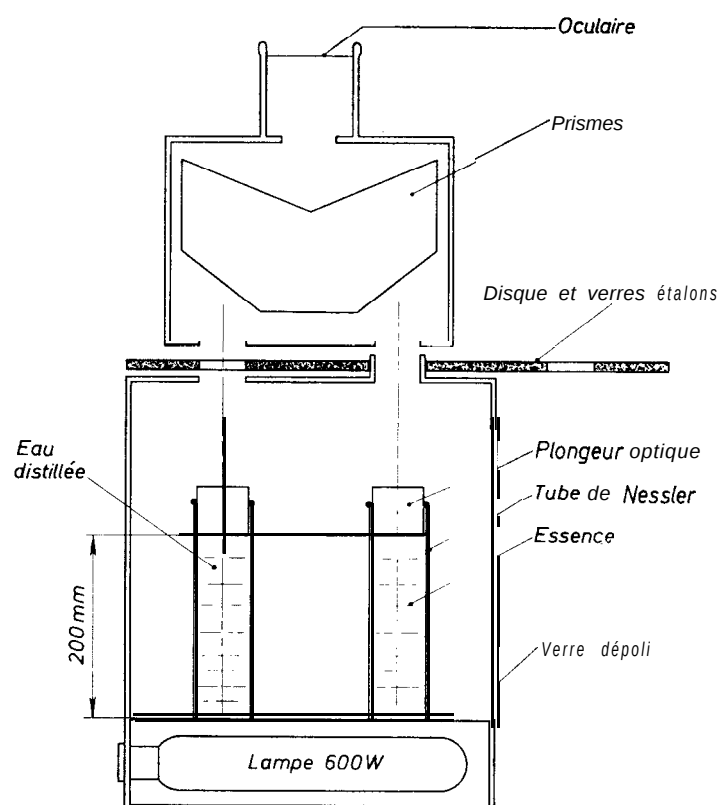


Schéma du colorimètre Hellige

POINT DE CONGÉLATION

1 OBJET

L'essai a pour objet la détermination du point de congélation des carburants d'aviation.

2 DÉFINITION

Le point de congélation est, conventionnellement, la température notée lorsque, après avoir refroidi le carburant jusqu'à formation de cristaux d'hydrocarbures, on observe la disparition complète de ces cristaux, tandis que la température remonte lentement.

3 APPAREILLAGE

L'appareillage utilisé doit être conforme à celui représenté page 6; le vase isolant contenant le mélange réfrigérant doit être aussi large que possible pour éviter les risques de débordement; le thermomètre doit être conforme aux caractéristiques données au paragraphe 6.

4 MODE OPÉRATOIRE

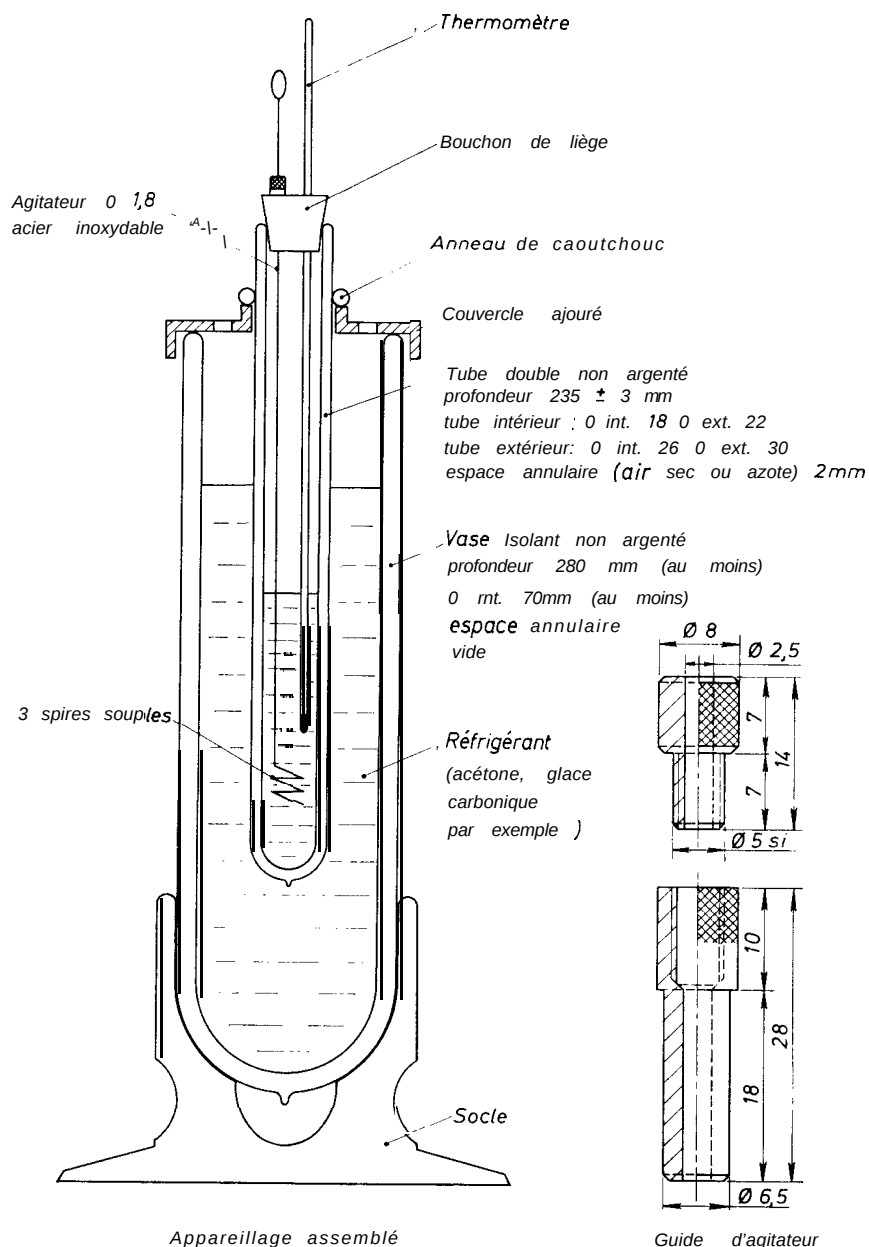
Introduire une prise d'essai de 25 ml dans le tube à essai, mettre en place le bouchon muni du thermomètre et de l'agitateur. Ajuster la hauteur du thermomètre dans le tube pour que le bulbe soit à mi-hauteur dans la prise d'essai. Faire glisser une goutte d'alcool le long de l'agitateur pour humecter le coton absorbant prisonnier dans le guide de l'agitateur. Plonger le tube dans le mélange réfrigérant de telle manière que le niveau de celui-ci soit nettement au-dessus du niveau de la prise d'essai. Ajuster en conséquence la position de l'anneau de caoutchouc.

Actionner l'agitateur énergiquement et continuellement et observer l'apparition des cristaux d'hydrocarbures, ne pas prendre en considération le trouble qui apparaît vers -10°C et qui ne s'intensifie pas lorsque la température continue à baisser (ce trouble est dû aux traces d'eau contenues dans le carburant).

Noter la température d'apparition des premiers cristaux d'hydrocarbures, retirer le tube du bain et laisser la température remonter lentement tout en agitant continuellement.

Noter la température de disparition des derniers cristaux; si l'écart entre les deux températures est supérieur à 3°C , recommencer les mesures jusqu'à ce que cette différence soit inférieure à 3°C ; si cette condition est satisfaite, la température de disparition des derniers

cristaux, observée à mieux que $0,5^{\circ}\text{C}$ près est, par convention, le point de congélation du carburant en essai. Appliquer, s'il y a lieu, la correction d'erreur d'échelle thermométrique propre au thermomètre utilisé.



5

FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

Fidélité de répétition (même opérateur, même appareillage).

Deux résultats sont considérés suspects s'ils diffèrent de plus de $0,7^{\circ}\text{C}$.

Fidélité de reproduction (autres cas).

Deux résultats sont considérés suspects s'ils diffèrent de plus de $2,6^{\circ}\text{C}$.

6

THERMOMÈTRE

Le thermomètre utilisé doit être conforme aux caractéristiques ci-après, tirées de la définition du thermomètre ASTM. 114 C :

- liquide thermométrique toluène coloré en rouge;
- longueur totale 300 mm $\pm$ 5 mm;
- diamètre de la tige 5,5 à 8 mm;
- longueur du bulbe 8 à 16 mm;
- diamètre du bulbe inférieur ou égal à celui de la tige.

Echelle thermométrique (de — 80° C à + 20° C, graduée de 0,5° C en 0,5° C).

Distance du fond du bulbe à la graduation — 80° C : 50 à 70 mm;

Distance du fond du bulbe à la graduation + 20° C : 240 à 260 mm.

Étalonnage.

Le thermomètre doit être étalonné aux températures : — 75, — 60, — 40 et 0.

L'erreur d'échelle thermométrique ne doit pas être supérieure à 1° C pour toute température inférieure à 0° C.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972**AIR****1652/A**

9

TENEUR EN SOUFRE MERCAPTAN PAR TITRAGE AMPÉROMÉTRIQUE OU POTENTIOMÉTRIQUE

1 OBJET

L'essai a pour objet la détermination de la teneur en soufre mercaptan dans les carburants pour turbomachines d'aviation, par titrage ampérométrique ou potentiométrique.

Lorsque on ne dispose pas de l'appareillage nécessaire à l'application de l'une ou l'autre de ces deux méthodes on peut appliquer la méthode chimique décrite dans la norme NF M 07-022, mais celle-ci est moins pratique.

2 PRINCIPE

L'hydrogène sulfuré est préalablement éliminé par lavage avec une solution acide de sulfate de cadmium.

2,1 TITRAGE AMPEROMETRIQUE.

La prise d'essai est dissoute dans un solvant de titrage et titrée ampérométriquement avec une solution de nitrate d'argent en utilisant une électrode tournante en platine et une électrode au calomel.

On trace la courbe de l'intensité du courant électrique pour un potentiel imposé constant, en fonction du volume de solution de nitrate d'argent utilisé, et on en déduit la teneur en soufre mercaptan.

2,2 TITRAGE POTENTIOMETRIQUE.

La prise d'essai est dissoute dans une solution alcoolique d'acétate de sodium et titrée potentiométriquement avec une solution alcoolique de nitrate d'argent en utilisant, comme indication, la différence de potentiel entre une électrode de verre et une électrode d'argent-sulfure d'argent.

Le soufre mercaptan réagit avec le nitrate d'argent et précipite sous forme de mercaptide d'argent; le point final correspond au point d'inflexion de la courbe représentant la différence de potentiel observée en fonction du volume de solution utilisée.

3

TITRAGE AMPÈROMÉTRIQUE

3,1 APPAREILLAGE.

L'appareillage comprend :

- une burette de 25 ml graduée en 0,1 ml;
- un bécher de 250 ml (forme haute);
- une électrode au calomel;
- une électrode tournante en platine ; cette électrode peut être constituée par un fil de platine de 6 à 8 mm de longueur et de 0,5 à 1 mm de diamètre scellé dans l'extrémité

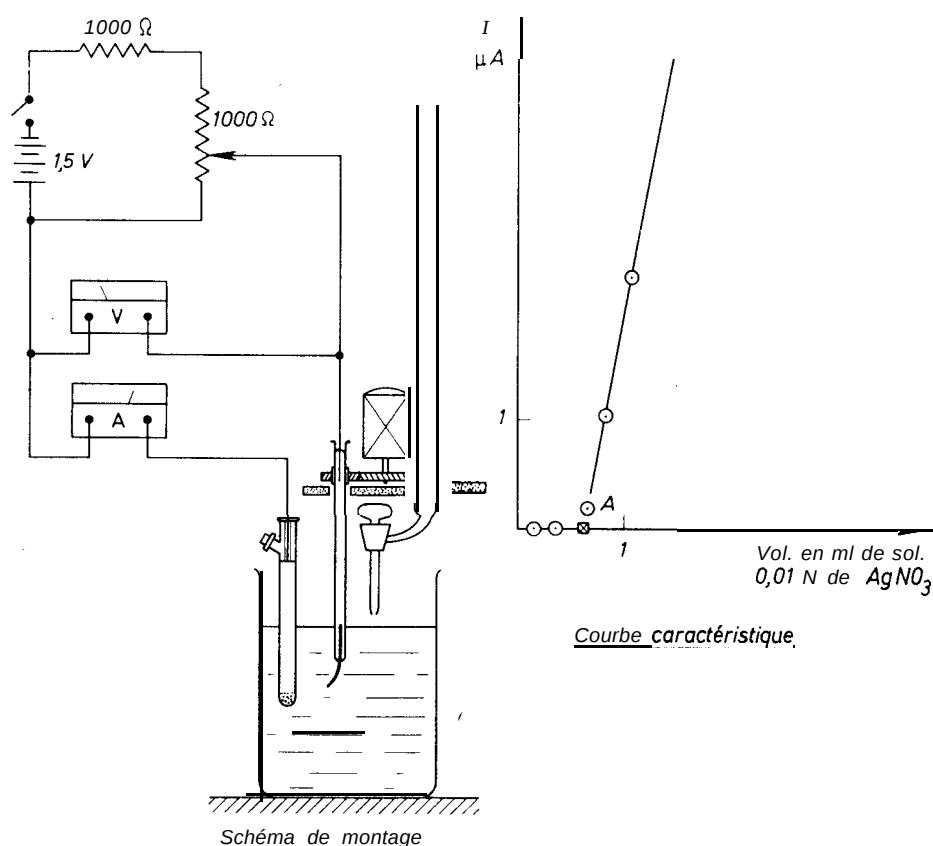


Schéma de montage

Titration ampérométrique

recourbée d'un tube de verre de 6 à 8 mm de diamètre extérieur; le tube lui-même est scellé dans une pièce métallique (poulie ou roue dentée) permettant l'entraînement en rotation au moyen d'un petit moteur électrique. Le « contact électrique tournant » est obtenu avec du mercure emplissant le tube de verre et mouillant, à la fois, le fil de platine et un fil de cuivre relié au circuit de mesure;

un moteur électrique avec entraînement mécanique de l'électrode de platine capable de maintenir constante une vitesse de rotation comprise entre 500 et 1 000 tr/mn;

— un micro-ampèremètre sensible à $0,2 \mu A$ dans l'intervalle de 0 à $30 \mu A$ et présentant une résistance comprise entre 150 et 500Ω ;

— un voltmètre sensible à 0,01 V dans l'intervalle de 0 à 1 V;

— un potentiomètre de réglage.

L'assemblage doit être conforme au schéma ci-dessus.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

11

3,2 REACTIFS.

3,21 Acétone pure pour analyse.

3,22 Solution acide de sulfate de cadmium.

Dissoudre 150 g de sulfate de cadmium cristallisé ($3 \text{ CdSO}_4, 8 \text{ H}_2\text{O}$) dans de l'eau distillée; ajouter 10 ml d'acide sulfurique 1/5 et compléter jusqu'à 1 l avec de l'eau distillée.

3,23 Acide sulfurique 1/5.

A 5 volumes d'eau distillée ajouter avec précaution 1 volume d'acide sulfurique concentré ($\rho = 1,84$).

3,24 Solution saturée de chlorure de potassium.

3,25 Solution titrée 0,1 N de nitrate d'argent.

Dissoudre dans de l'eau distillée 16,989 g de nitrate d'argent (AgNO_3) sec (1 h à 110°C) et, en utilisant une fiole jaugée, compléter jusqu'à 1 l avec de l'eau distillée.

3,26 Solution titrée 0,01 N de nitrate d'argent.

Verser 100 ml de solution 0,1 N dans une fiole jaugée de 1 l et compléter avec de l'eau distillée.

3,27 Solution électrolytique.

Dissoudre 20 g de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3) dans 100 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré (NH_4OH , $\rho = 0,90$).

3,3 PREPARATION.

S'assurer que la solution de remplissage de l'électrode au calomel est bien saturée de chlorure de potassium.

Mélanger 100 ml d'acétone et 5 ml de solution électrolytique dans un bécher de 250 ml (forme haute).

Mettre le moteur en route après avoir vérifié le bon état de tous les contacts électriques et conserver ensuite sa vitesse constante pendant toute la durée du titrage.

Fermer le circuit électrique et ajuster la résistance du potentiomètre pour que l'électrode de platine soit soumise à un potentiel négatif de $0,25 \text{ V} \pm 0,02 \text{ V}$.

Essayer l'appareillage comme suit :

constater d'abord que l'intensité du courant augmente jusqu'à 20 ou 30 μA puis diminue pour se stabiliser à 0 ou légèrement au-dessus ;

verser 0,1 ml de solution 0,01 N de nitrate d'argent et noter l'intensité du courant. Continuer ainsi, par additions successives, jusqu'à 1 ml en observant chaque fois l'indication du micro-ampèremètre.

L'état de l'appareillage est satisfaisant si l'aiguille du micro-ampèremètre se détache du zéro avant d'avoir utilisé plus de 0,05 ml de solution 0,01 N de nitrate d'argent, et si l'intensité du courant devient alors proportionnelle aux quantités de solution délivrées.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

12

3,4 **MODE OPERATOIRE.**

3,41 Extraction de l'hydrogène sulfuré.

Mélanger 5 ml de carburant et 5 ml de solution acide de sulfate de cadmium, la formation d'un précipité jaune révèle la présence d'hydrogène sulfuré; dans ce cas, l'extraire comme suit :

— dans une ampoule à décanter, introduire une quantité de carburant 3 ou 4 fois supérieure à celle nécessaire au titrage et une quantité de solution acide de sulfate de cadmium sensiblement égale à la moitié de la quantité de carburant introduite. Secouer énergiquement, laisser décanter et soutirer la phase aqueuse; répéter l'opération, puis laver l'échantillon deux ou trois fois de suite avec des quantités d'eau distillée voisines de 25 ml; soutirer chaque fois la phase aqueuse;

— vérifier, enfin, que l'échantillon ne contient plus d'hydrogène sulfuré en prélevant un peu de carburant dans un tube à essai dans lequel on ajoute quelques millilitres de solution acide; si après agitation aucun précipité n'apparaît, procéder au titrage; dans le cas contraire, reprendre l'extraction jusqu'à disparition complète de l'hydrogène sulfuré.

3,42 Titrage.

Introduire une prise d'essai de 25 à 50 ml de carburant, mesurée avec précision, dans le bécher de 300 ml contenant 100 ml d'acétone et 5 ml de solution électrolytique. Mettre en place, actionner le moteur électrique et fermer le circuit (le potentiel imposé est le même que celui indiqué § 3,3).

Commencer le titrage par additions successives de petites quantités de solution 0,01 N de nitrate d'argent. Rapporter sur un graphique les indications du micro-ampèremètre en fonction de la quantité totale de solution 0,01 N utilisée. Le point final est atteint lorsque on observe une variation sensible du micro-ampèremètre. Dès cet instant, utiliser des quantités de solution de nitrate d'argent plus importantes.

Tracer la courbe, le point final est donné par l'intersection de la partie linéaire de la courbe et de l'axe des **abscisses** (voir courbe type page 10). Ce point indique le volume de solution 0,01 N de nitrate d'argent équivalent à la quantité de soufre mercaptan contenue dans la prise d'essai,

3,5 **RESULTAT.**

La teneur en soufre mercaptan est donnée par la formule :

$$S_m = \frac{A \cdot N \times 3,206}{V \cdot \rho},$$

dans laquelle :

S_m est la teneur en soufre mercaptan exprimée en pour cent en masse;

A est le volume en millilitres de solution 0,01 N de nitrate d'argent correspondant au point final;

N est la normalité de la solution de nitrate d'argent;

V est le volume en millilitres de la prise d'essai;

ρ est la masse volumique du carburant à la température de l'essai.

3,6 FIDELITE DE LA METHODE.

Fidélité de répétition (même opérateur, même appareillage).

Deux résultats sont considérés suspects s'ils diffèrent de plus de :

0,0001 pour des teneurs S_m comprises entre 0,0003 et 0,001 %

0,0002 pour des teneurs S_m comprises entre 0,001 et 0,005 %

0,0005 pour des teneurs S_m comprises entre 0,005 et 0,010 %

Fidélité de reproduction (autres cas).

Deux résultats sont considérés suspects s'ils diffèrent de plus de :

0,0004 pour des teneurs S_m comprises entre 0,0003 et 0,001 %

0,0006 pour des teneurs S_m comprises entre 0,001 et 0,005 %

0,0009 pour des teneurs S_m comprises entre 0,005 et 0,010 %

4 TITRAGE POTENTIOMÉTRIQUE

4,1 APPAREILLAGE.

L'appareillage comprend :

— une burette de 10 ml graduée en 0,05 ml;

— un **bécher** de 250 ml (forme haute);

— une électrode de référence constituée par une électrode de verre;

— une électrode de mesure constituée par un fil d'argent de 2 mm de diamètre environ scellé dans un support isolant;

— un voltmètre de précision absorbant moins de 9×10^{-12} A et sensible à 30 mV dans un intervalle de mesure de ± 1 V;

— un assemblage de titrage pourvu de supports d'électrodes et d'un agitateur magnétique connectés à une prise de terre commune.

4,2 REACTIFS.

4,21 Solution acide de sulfate de cadmium (§ 3,22).

4,22 Solution 0,1 N de iodure de potassium (KI).

Peser 17 g $\pm$ 10 mg de iodure de potassium (KI), dissoudre dans de l'eau distillée et compléter jusqu'à 1 l dans une fiole jaugée, calculer la normalité exacte.

4,23 Alcool isopropylique pur pour analyse.

Avant utilisation, l'alcool isopropylique doit être débarrassé des peroxydes qu'il peut contenir; pour cela, utiliser une colonne d'alunone activée.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

14

4,24 Solution alcoolique 0,1 N de nitrate d'argent.

Peser 17 g de nitrate d'argent (AgNO_3), dissoudre dans 100 ml d'eau distillée et, avec de l'alcool isopropylique, compléter jusqu'à 1 l dans une fiole jaugée. Conserver la préparation dans un flacon opaque, titrer une fois par semaine en procédant de la façon suivante :

— verser 100 ml d'eau distillée dans un **bécher** de 250 ml (forme haute), ajouter 6 gouttes d'acide nitrique concentré ($\rho = 1,42$), porter à ébullition pendant 5 mn pour éliminer les oxydes d'azote et laisser refroidir. Introduire à la pipette 5 ml de solution 0,1 N de iodure de potassium et titrer avec la solution de nitrate d'argent en prenant comme point final le point d'inflexion de la courbe.

4,25 Solution alcoolique 0,01 N de nitrate d'argent.

Préparer journellement la solution 0,01 N par dilution de la solution 0,1 N avec de l'alcool isopropylique.

4,26 Solution de sulfure de sodium (à 10 g/l).

Dissoudre 10 g de sulfure de sodium (Na_2S) dans de l'eau distillée et compléter jusqu'à 1 l. Cette solution doit être préparée peu de temps avant son utilisation.

4,27 Solvant de titrage.

Dissoudre 2,7 g d'acétate de sodium hydraté ($\text{NaCH}_3\text{CO}_2, 3\text{H}_2\text{O}$) ou 1,6 g d'acétate de sodium **anhydre**, dans 20 ml d'eau distillée dépourvue d'oxygène dissous; la verser dans 975 ml d'alcool isopropylique et ajouter 4,6 ml d'acide acétique glacé. Pour éliminer l'oxygène dissous dans l'eau procéder par barbotage d'azote pendant 10 à 15 mn. Opérer de même avec le solvant de titrage tous les jours avant emploi.

Conserver dans un flacon bien bouché.

4,3 PREPARATION.

verre.

Avant et après usage essuyer avec un chiffon propre et rincer avec de l'eau distillée.

Nettoyer à intervalles réguliers (une fois par semaine au moins pour un usage continu) en agitant pendant quelques secondes dans une solution d'acide **chromique**.

Conserver dans l'eau distillée.

Electrode d'argent-sulfure d'argent.

Avant emploi, former une couche **fraîche** de sulfure d'argent en procédant de la façon suivante :

— polir au papier abrasif n° 00, monter l'électrode dans son support de titrage et l'immerger dans 100 ml de solvant de titrage contenant 8 ml de solution de sulfure de sodium, actionner l'agitateur et, en 10 ou 15 mn, ajouter progressivement à la burette 10 ml de solution alcoolique 0,1 N de nitrate d'argent, retirer l'électrode, rincer à l'eau distillée et essuyer.

Entre deux titrages maintenir l'électrode pendant 5 mn au moins dans 100 ml de solvant de titrage contenant 0,5 ml de solution 0,1 N de nitrate d'argent.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

15

4,4 MODE OPERATOIRE.

4,41 Extraire l'hydrogène sulfuré en procédant comme indiqué au paragraphe 3,41.

4,42 Titrage.

Mesurer avec précision une prise d'essai de 25 à 50 ml de carburant et l'introduire dans le bécher de 300 ml contenant 100 ml de solvant de titrage; mettre en place de manière que les électrodes soient à moitié immergées; remplir la burette de solution alcoolique 0,01 N de nitrate d'argent et mettre en marche l'agitateur, brancher le voltmètre de précision et relever les valeurs initiales (lecture du voltmètre et volume de la burette).

Verser une petite quantité de solution 0,01 N et attendre que l'indication du voltmètre soit stabilisée avant de faire les relevés (on admet que l'indication est stabilisée lorsqu'elle ne varie pas de plus de 6 mV/mn); continuer ainsi en augmentant à 0,5 ml environ la quantité de solution délivrée à chaque fois, tant que la déviation du voltmètre reste faible, lorsque celle-ci atteint 6 mV pour 0,1 ml réduire à 0,05 ml les quantités de solution ajoutées successivement.

A l'approche du point final, l'indication du voltmètre se stabilise lentement (10 à 15 mn). Attendre que l'indication soit bien stabilisée avant d'effectuer la lecture, mais ne pas prolonger cette attente afin d'éviter une réaction avec l'oxygène atmosphérique (ne jamais interrompre le titrage pour le reprendre ensuite).

Continuer le titrage au-delà de ± 350 mV jusqu'à ce que le voltmètre tende à indiquer une valeur constante. Arrêter le titrage, rincer les électrodes à l'alcool et à l'eau distillée puis essuyer et repolir légèrement l'électrode d'argent; entre chaque déterminations journalières conserver les électrodes dans 100 ml de solvant de titrage contenant 0,5 ml de solution 0,1 N de nitrate d'argent.

Tracer la courbe représentant la différence de potentiel observée en fonction du volume de solution utilisée; le point final est donné par le point d'inflexion obtenu dans la zone des ± 300 mV.

4,5 INTERPRETATION DES RESULTATS.

Si l'échantillon ne contient ni soufre élémentaire, ni soufre mercaptan, le potentiel se stabilise initialement à ± 300 mV environ et, dès les premières gouttes de solution de titrage, passe à ± 300 mV environ.

Si l'échantillon ne contient que du soufre élémentaire, le potentiel initial se stabilise à ± 600 mV environ et se maintient sensiblement à cette valeur au cours du titrage jusqu'à ce que tout le soufre élémentaire ait précipité, sous forme de sulfure d'argent par suite d'une interaction chimique entre le soufre libre, le nitrate d'argent et le solvant de titrage (courbe type 1).

Si l'échantillon ne contient que du soufre mercaptan le potentiel initial se stabilise entre ± 300 mV et ± 330 mV environ et se maintient sensiblement à cette valeur au cours du titrage jusqu'à ce que tout le soufre mercaptan ait précipité sous forme du mercaptide d'argent (courbe type 2).

Si l'échantillon contient, à la fois, du soufre élémentaire et du soufre mercaptan, le potentiel initial se stabilise à ± 600 mV et se maintient sensiblement à cette valeur tant qu'il reste du soufre élémentaire; si le soufre élémentaire est en excès sur le soufre mercaptan il reste encore du soufre élémentaire quand le soufre mercaptan est épuisé : on obtient encore une courbe du type 1.

ESSAIS DES CARBURANTS

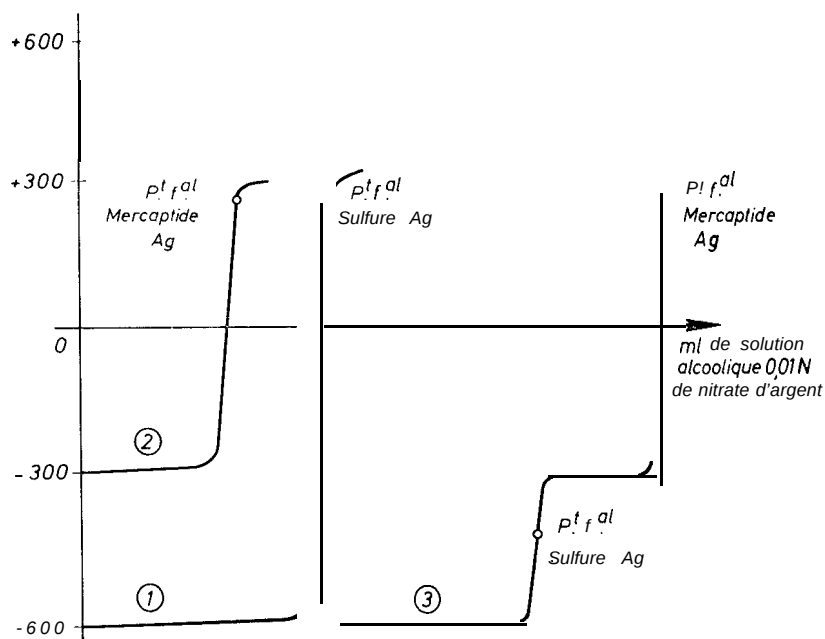
1 5
Mai
1972

AIR

1652/A

16

Si l'échantillon contient du soufre mercaptan en excès sur le soufre élémentaire, le potentiel initial se stabilise à -600 mV et se maintient sensiblement à cette valeur tant qu'il reste du soufre élémentaire; puis, celui-ci épuisé, le soufre mercaptan continue à précipiter sous forme de mercaptan d'argent tandis que le potentiel se maintient à -300 mV environ jusqu'à épuisement du soufre mercaptan : on obtient une courbe du type 3.



4,6 CALCUL.

Calculer la teneur en soufre mercaptan en prenant pour point final, dans tous les cas, le point obtenu dans la zone $+300$ mV :

$$S_m = \frac{A \cdot N \times 3,206}{V \cdot \rho}$$

avec :

S_m : teneur en soufre mercaptan exprimée en pour cent en masse;

A : nombre de millilitres de solution $0,01$ N de nitrate d'argent utilisés jusqu'au point final ;

N : normalité exacte de la solution $0,01$ N de nitrate d'argent;

V : volume en millilitres de la prise d'essai;

ρ : masse volumique en grammes par millilitre du carburant à la température d'essai.

4,7 FIDELITE DE LA METHODE (voir § 3,6).

TENEUR EN EAU TOTALE

1

PRINCIPE

La teneur en eau totale est déterminée par titrage électrométrique direct suivant la méthode décrite par la norme AFNOR NF T 20-052 (méthode Karl Fisher) **précisée** comme suit.

2

RÉACTIFS**2,1 ETALON POUR L'APPORT D'EAU.**

L'eau nécessaire pour l'étalonnage journalier des réactifs est apportée par pesée d'eau distillée.

2,2 SOLVANT POUR PRISE D'ESSAI.

Le solvant est constitué par un mélange de 1 volume de méthanol pur pour analyse et de 3 volumes de chloroforme.

La teneur en eau du méthanol doit être inférieure à **0,05 %** en masse. Si cette qualité n'est pas disponible, elle peut être obtenue par la préparation suivante : dissoudre 8 g de copeaux de magnésium dans 70 ml de méthanol (faire attention, la réaction est violente); lorsque la réaction est terminée ajouter 1 l de méthanol; laisser décanter puis distiller directement dans la bouteille destinée à conserver l'alcool **anhydre**; au cours de la distillation, prendre toutes précautions pour interdire l'introduction d'humidité.

2,3 REACTIF DE KARL FISHER.

Ce réactif peut être obtenu dans le commerce ou **préparé** au laboratoire.

Réactif du commerce : utiliser exclusivement le réactif « normal ».

Réactif préparé au laboratoire : utiliser exclusivement le méthanol défini ci-dessus et suivre la norme AFNOR NF T 20-052.

3

**MODE OPÉRATOIRE DE LA MÉTHODE
PAR TITRAGE ÉLECTROMÉTRIQUE DIRECT****3,1 ETALONNAGE DU REACTIF DE KARL FISHER.**

Introduire dans le vase à réaction, une masse d'eau distillée (m_0) mesurée à **0,1 mg** **près** et voisine de 30 mg; titrer avec le **réactif** de Fisher. Noter le volume **utilisé** (V_0) exprimé en millilitres.

L'équivalent en eau (T) du réactif de Fisher est donné, en milligrammes d'eau par millilitre, par le rapport $T = \frac{m_0}{V_0}$.

3,2 TITRAGE.

Introduire dans le vase à réaction 50 ml de solvant (§ 2,2) faire fonctionner l'agitateur et veiller à ce que les réglages soient les mêmes que pour l'étalonnage.

Ajouter le réactif de Fisher jusqu'à ce que le point d'équivalence soit atteint.

Introduire 50 ml de prise d'essai et titrer avec le réactif de Fisher. Noter le volume (V_1) ajouté exprimé en millilitres.

La quantité d'eau (M) exprimée en partie par million en masse (p.p.m.), présente dans la prise d'essai, est donnée par l'expression :

$$M = 1\,000 \times T \times \frac{V_1}{50 \cdot \rho},$$

avec ρ masse volumique en grammes par millilitre du carburant en essai.

TOLÉRANCE A L'EAU

1 OBJET

L'essai a pour objet la détermination de la présence de composés solubles dans l'eau et la détermination de l'influence de ces composés sur la tension interfaciale carburant-eau. Cette influence est notée par cotation conventionnelle de l'aspect de l'interface.

Il existe une certaine corrélation entre les résultats de cet essai et l'aptitude à la séparation d'eau du carburant en essai. Cette caractéristique influe sur la vitesse de décantation naturelle et sur le fonctionnement des filtres séparateurs d'eau utilisés dans les systèmes de ravitaillement.

2 PRINCIPE

Des volumes définis d'eau tamponnée et de carburant sont mis en présence; après agitation puis repos, on détermine :

- la variation de volume de la phase aqueuse;
- l'aspect de l'interface carburant-eau et l'aspect de chacune des phases.

3 APPAREILLAGE

Utiliser une éprouvette de 100 ml graduée en millilitre et munie d'un bouchon.

4 RÉACTIFS

Utiliser de l'eau distillée tamponnée (pH 7) obtenue en dissolvant dans 100 ml d'eau distillée 1,15 g de phosphate monoacide de potassium anhydre (K_2HPO_4) et 0,47 g de phosphate diacide de potassium anhydre ($K_2H_2PO_4$).

5 PRÉPARATION

Nettoyer la verrerie au mélange sulfochromique (solution saturée de bichromate de potassium ou de sodium dans de l'acide sulfurique concentré).

Rincer à l'eau courante puis à l'eau distillée et laisser égoutter jusqu'à séchage; recommencer le nettoyage si l'éprouvette s'égoutte mal (gouttes adhérentes).

6 MODE OPÉRATOIRE

Verser dans l'éprouvette 20 ml $\pm$ 0,5 ml d'eau distillée tamponnée, puis ajouter 80 ml de carburant et boucher.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972**AIR****1652/A**

20

Secouer manuellement dans le sens vertical pendant 2 mn très exactement à raison de 2 à 3 secousses par seconde, laisser reposer pendant 5 mn sur une surface non soumise à des vibrations puis, sans toucher à l'éprouvette :

— lire à 0,5 ml près le niveau moyen de la phase aqueuse;

— noter l'aspect de l'interface carburant-eau en utilisant les indices de cotation suivants et observer l'aspect de chacune des phases (pour mieux observer il est conseillé de placer une feuille de papier blanc derrière l'éprouvette).

7 COTATION DE L'ASPECT DE L'INTERFACE CARBURANT-EAU

INDICES	ASPECTS DE L'INTERFACE
1	Clair et propre.
1 b	Quelques bulles claires ne couvrant pas plus de 50 % de l'interface sans films, ni lambeaux, ni filaments.
2	Films, lambeaux, filaments.
3	Légère émulsion, franges.
4	Emulsion importante, franges denses.

8 RÉSULTATS

Rapporter comme résultats de l'essai de tolérance à l'eau :

- la variation de volume de la phase aqueuse déterminée à 0,5 ml près;
- l'indice correspondant à l'aspect de l'interface;
- compléter éventuellement par la description de l'aspect de chacune des phases.

TENEUR EN ADDITIF ANTIGLACE

1 MÉTHODE CRYOMÉTRIQUE

1,1 PRINCIPE.

La méthode consiste à déterminer le point de congélation d'un extrait aqueux du carburant en essai et à comparer cette caractéristique aux résultats obtenus sur des solutions témoins.

Cette méthode, dite rapide, est applicable aux carburants dont la teneur en additif est comprise entre 0,06 et 0,17 % en volume.

1,2 MODE OPERATOIRE.

Introduire une prise d'essai de 800 ml de carburant dans une ampoule à décanter de 1 l. Ajouter à la pipette 10 ml d'eau distillée. Boucher soigneusement et agiter énergiquement pendant 6 mn.

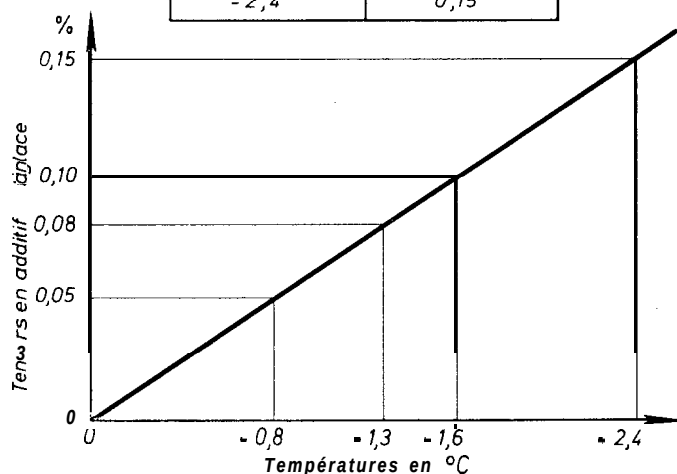
Laisser reposer puis soutirer la phase aqueuse dans un tube à essai bien sec.

Boucher le tube à essai à l'aide d'un bouchon de liège traversé d'un agitateur et d'un thermomètre, conforme à la norme NF B 35-503 STC/0,1/-11/1. Plonger le thermomètre jusqu'à ce que le bulbe se situe à mi-hauteur de l'extrait aqueux.

Placer le tube à essai dans le bain réfrigérant (glace pilée 2/3, sel 1/3). Agiter continuellement et observer très attentivement les variations de la température. Celle-ci va s'abaisser jusqu'à un minimum, puis s'élever brusquement et rester constante pendant quelques secondes avant de s'abaisser à nouveau. La température maximale observée après la brusque élévation et lue à 0,05° C près est considérée comme le point de congélation.

La teneur en additif antiglace, exprimée en pour cent en volume est lue sur le graphique suivant défini par les points :

°C	% en volume
0	0
- 0,8	0,05
- 1,3	0,08
- 1,6	0,10
- 2,4	0,15



ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972**AIR****1652/A****22**

1.3 OBSERVATIONS.

Il est indispensable de contrôler l'état du thermomètre avant de procéder à l'essai. Ce contrôle s'effectue en examinant la continuité de la colonne mercurielle et en plongeant le thermomètre dans la glace fondante pour contrôler le point zéro. Faire la correction éventuelle.

Afin d'obtenir des résultats corrects, il est indispensable d'agiter le mélange carburant-eau d'extraction pendant plus de 5 mn; l'agitation contrôlée au chronomètre est de 6 mn.

En cas de doute ou de contestation sur les résultats des essais, seule la méthode iodométrique fait foi.

1.4 PRECISION DE LA METHODE.

La teneur en additif antiglace est obtenue à 0.01 % près en volume.

2 MÉTHODE IODOMÉTRIQUE

2.1 PRINCIPE.

La méthode consiste à séparer d'abord l'additif antiglace du carburant par extraction à l'eau. La solution aqueuse est ensuite additionnée, en excès, d'une solution de bichromate de potassium en présence d'acide sulfurique et l'excès de bichromate de potassium est déterminé par iodométrie.

La méthode est applicable lorsque la teneur en additif est comprise entre 0,05 % et 0,20 % en volume.

2.2 REACTIFS.

2.21 Solution à 0,10 % en volume, d'additif antiglace.

Introduire à la pipette 10 ml d'additif antiglace dans une fiole jaugée de 1 l et compléter avec de l'eau distillée. Prélever à la pipette 10 ml de cette solution, l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter avec de l'eau distillée en mélangeant soigneusement.

La solution finale contient 0,10 % en volume, d'additif antiglace.

2.22 Solution 0,2 N de bichromate de potassium.

Dans un flacon jaugé de 500 ml contenant de l'eau distillée, dissoudre exactement 4,9035 g de bichromate de potassium déshydraté à l'étuve (une heure à 100° C), et compléter jusqu'à 500 ml avec de l'eau distillée. Mélanger soigneusement.

2.23 Empois d'amidon.

Mélanger 1 g d'amidon et 1 mg de iodure mercurique dans 10 ml d'eau distillée: verser lentement le mélange dans 100 ml d'eau bouillante; faire bouillir pendant 5 mn puis laisser refroidir à la température ambiante. La solution d'empois d'amidon ainsi préparée doit être conservée dans un flacon bouché.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

23

2,24 Solution 0,1 N de thiosulfate de sodium.

Dans un litre d'eau **distillée**, dissoudre 25 g $\pm$ 0,1 g de thiosulfate de sodium. Ajouter 0,01 g de carbonate de sodium et 0,4 ml de chloroforme pour **stabiliser** la solution puis mélanger soigneusement. Laisser reposer la solution pendant 24 h avant titration. Cette solution devra être **titrée** toutes les deux semaines.

Titrage de la solution de thiosulfate de sodium.

Introduire à la pipette 10 ml de solution 0,2 N de bichromate de potassium dans un flacon à indice d'iode de 500 ml.

Ajouter lentement à la burette 5 ml d'acide sulfurique concentré, ajouter 50 ml d'eau distillée et laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter, approximativement, 3 g de iodure de potassium cristallisé et mélanger soigneusement.

Titrer avec la solution 0,1 N de thiosulfate de sodium en agitant constamment le liquide jusqu'à ce que la couleur brune vire au jaune vert. Ajouter 2 ml d'une solution d'empois d'amidon à 1 % comme indicateur et continuer le titrage jusqu'au virage du bleu foncé au bleu vert. Agiter vigoureusement à l'approche du point final.

La normalité N de la solution de thiosulfate de sodium se calcule comme suit :

$$\text{normalité N} = \frac{\text{nombre de ml de solution de bichromate} \times \text{normalité de cette solution}}{\text{nombre de ml de solution de thiosulfate}}$$

(Si le titrage est fait avec précision, le numérateur est égal à 2.)

2,3 MODE OPERATOIRE.

2,31 Détermination du facteur F.

Le facteur F est égal au nombre de millilitres d'additif antiglace par millilitre de solution 0,2 N de bichromate de potassium.

Introduire 5 ml de solution à 0,10 % d'additif antiglace dans un tube à essai de 22 mm $\times$ 175 mm. Ajouter à la pipette 10 ml de solution 0,2 N de bichromate de potassium et placer le tube à essai dans un bain de glace. Après refroidissement de la solution, ajouter 5 ml d'acide sulfurique concentré en agitant constamment le tube dans le bain de glace; il est essentiel que le mélange soit fait sans échauffement. Après complète mise en solution et refroidissement, placer le tube pendant 10 mn exactement dans un bain d'eau bouillante. Remplacer le tube dans le bain de glace et laisser refroidir.

Transvaser le contenu du tube dans un flacon à indice d'iode de 500 ml. Laver le tube quatre fois avec des portions de 5 ml d'eau distillée et ajouter les solutions de lavage dans le flacon à indice d'iode. Ajouter approximativement 3 g de iodure de potassium et titrer en présence d'empois d'amidon, avec la solution 0,1 N de thiosulfate de sodium jusqu'à virage du bleu foncé au bleu-vert clair; à l'approche du point final agiter énergiquement. Calculer le facteur F comme suit :

$$F = \frac{0,005}{V_b N_b - V_t N_t} = \frac{0,005}{2,00 - V_t N_t}$$

avec :

0,005 : quantité en millilitre d'additif antiglace contenue dans les 5 ml de la solution aqueuse définie au paragraphe 2,21;

V_b : quantité en millilitre de solution de bichromate de potassium;

N_b : normalité de la solution de bichromate de potassium;

V_t : quantité en millilitre de solution de thiosulfate de sodium utilisée;

N_t : normalité de la solution de thiosulfate de sodium.

Effectuer trois déterminations du facteur F et calculer la valeur moyenne, aucune des trois déterminations ne doit différer de plus de 0,0001 de la moyenne.

2,32 Détermination de la teneur en additif antiglace.

Introduire dans une ampoule à décantation de 125 ml préalablement séchée, une prise d'essai de 25 ml de carburant. Ajouter 25 ml d'eau distillée, fermer et agiter énergiquement pendant 2 mn. Après repos et complète séparation, soutirer la phase aqueuse dans un flacon d'Erlenmeyer sec de 50 ml.

Introduire à la pipette 5 ml de cette solution dans un tube à essai de 22 mm $\times$ 175 mm. Ajouter 10 ml de solution 0,2 N de bichromate de potassium et procéder ensuite comme il est décrit au paragraphe 2,31.

Dans ces conditions la teneur en additif antiglace est donnée par la formule :

$$V \% \text{ en volume} = 100 F \frac{(V_b N_b - V_t N_t)}{AS}$$

Si la quantité V est inférieure à 5 ml cela signifie que la teneur en additif antiglace est supérieure à 0,20 % en volume, dans ce cas la méthode n'est pas applicable.

V_b : volume en millilitre de solution de bichromate de potassium;

N_b : normalité de la solution de bichromate de potassium;

V_t : volume en millilitre de solution de thiosulfate de sodium;

N_t : normalité de la solution de thiosulfate de sodium;

A : fraction aliquote d'eau d'extraction utilisée;

S : volume en millilitre de la prise d'essai de carburant;

F : facteur déterminé au paragraphe 3,1.

Lorsque la méthode est observée scrupuleusement :

$$V_b N_b = 2, \quad A = \frac{5}{25}, \quad S = 25 \quad \text{et} \quad V \% = 20 F (2 - V_t N_t).$$

La valeur V ainsi obtenue doit être corrigée par soustraction de la valeur obtenue lors de l'essai à blanc.

2,33 Essai à blanc.

Appliquer le mode opératoire décrit au paragraphe 2,32 sur une prise d'essai de carburant n'ayant pas encore reçu l'additif antiglace ou sur une prise d'essai de carburant débarrassé de son additif antiglace. Pour éliminer l'additif antiglace contenu dans le carburant procéder comme suit :

— à une prise d'essai de carburant ajouter un égal volume d'eau. Secouer énergiquement pendant 5 mn; laisser reposer et séparer l'eau de décantation. Renouveler la même opération sur la phase constituée par le carburant. Après cette deuxième opération le carburant ne contient plus d'additif antiglace.

2.4 FIDELITE DE LA METHODE.

Fidélité de répétition (même opérateur, même appareillage) : toute détermination qui diffère de plus de 0,005 de la moyenne des déterminations effectuées, doit être considérée comme suspecte.

INDICE DE PEROXYDES PAR IODOMÉTRIE

1 OBJET

La détermination de l'indice de peroxydes des carburants revêt une certaine importance du fait de l'effet néfaste des peroxydes sur les élastomères (oxydation des joints, membranes, canalisations, etc.).

Cette détermination est plus **particulièrement** recommandée pour les carburants à teneur en soufre pratiquement nulle et pour les carburants d'origine inconnue; elle ne se justifie pas lorsque le carburant contient des inhibiteurs d'oxydation naturels ou non.

2 DÉFINITION

L'indice de peroxydes est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif présent, sous forme peroxydique, dans un litre de carburant.

1 milliéquivalent d'oxygène actif par litre de carburant (1 **mEq/l**) représente 8 mg d'oxygène actif présent dans un litre de carburant.

3 PRINCIPE

Les peroxydes sont des oxydes instables susceptibles de libérer des atomes d'oxygène actif.

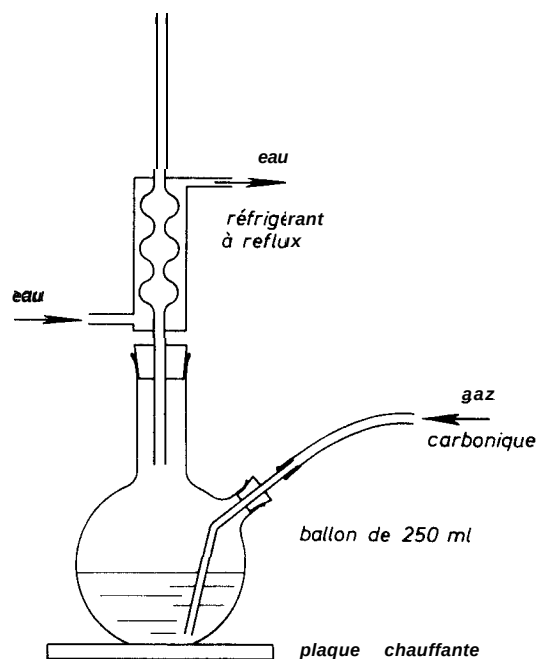
La méthode consiste à libérer l'oxygène actif (peroxydique) et à le faire réagir avec une solution de iodure de sodium, la quantité d'iode libérée est déterminée par réaction avec une solution titrée de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$); on en déduit la teneur en oxygène actif exprimée en milliéquivalents par litre de carburant ou en milligrammes d'oxygène actif par litre de carburant.

La méthode s'applique aux hydrocarbures incolores ou très faiblement colorés dont les teneurs en oxygène actif sont supérieures à 0,01 milliéquivalent par litre.

4 APPAREILLAGE

L'appareil comprend (voir schéma page 26) :

- un ballon de 250 ml muni latéralement d'un tube adducteur de gaz carbonique;
- une source de gaz carbonique ;
- un réfrigérant à reflux;
- une plaque chauffante.



Appareillage d'essai

5 RÉACTIFS

5,1 ACIDE ACETIQUE GLACIAL PUR POUR ANALYSE.

5,2 ALCOOL ISOPROPYLIQUE **ANHYDRE** PUR POUR ANALYSE.

5,3 SOLUTION ALCOOLIQUE DE IODURE DE SODIUM.

Préparer une solution saturée de iodure de sodium pur pour analyse, dans l'alcool isopropylique anhydre et conserver dans une bouteille de couleur foncée.

5,4 SOLUTION **0,2 N** DE BICHROMATE DE POTASSIUM.

Dans un flacon jaugé de 500 ml contenant de l'eau distillée, dissoudre exactement 4,9035 g de bichromate de potassium déshydraté à l'étuve (une heure à 110° C), et compléter jusqu'à 500 ml avec de l'eau distillée. Mélanger soigneusement.

5,5 EMPOIS D'AMIDON.

Mélanger 1 g d'amidon et 1 mg de iodure mercurique dans 10 ml d'eau distillée; verser lentement le mélange dans 100 ml d'eau bouillante; faire bouillir pendant 5 mn puis laisser refroidir à la température ambiante. La solution d'empois d'amidon ainsi préparée doit être conservée dans un flacon bouché.

5,6 SOLUTION **0,1 N** DE THIOSULFATE DE SODIUM.

Dans un litre d'eau distillée, dissoudre 25 g $\pm$ 0,1 g de thiosulfate de sodium. Ajouter 0,01 g de carbonate de sodium et 0,4 ml de chloroforme; mélanger soigneusement. Laisser reposer la solution pendant 24 h avant titration. Cette solution devra être titrée toutes les deux semaines.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

27

5,7 TITRAGE DE LA SOLUTION DE THIOSULFATE DE SODIUM.

Introduire à la pipette 10 ml de solution 0,2 N de bichromate de potassium dans un flacon à indice d'iode de 500 ml.

Ajouter lentement à la burette 5 ml d'acide sulfurique concentré, ajouter 500 ml d'eau distillée et laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter, approximativement, 3 g de iodure de potassium cristallisé et mélanger soigneusement.

Titre avec la solution 0,1 N de thiosulfate de sodium en agitant constamment le liquide jusqu'à ce que la couleur brune vire au jaune vert. Ajouter 2 ml d'une solution d'empois d'amidon à 1 % comme indicateur et continuer le titrage jusqu'au virage du bleu foncé au bleu vert. Agiter vigoureusement à l'approche du point final.

La normalité N de la solution de thiosulfate de sodium se calcule comme suit :

$$\text{normalité} = \frac{\text{nombre de ml de solution de bichromate} \times \text{normalité de cette solution}}{\text{nombre de ml de solution de thiosulfate}}$$

(Si le titrage est fait avec précision, le numérateur est égal à 2.)

5,8 SOLUTION TITRÉE 0,01 N DE THIOSULFATE DE SODIUM.

Diluer la solution titrée 0,1 N de thiosulfate de sodium et ajouter 0,01 g de carbonate de sodium et 0,4 ml de chloroforme pour stabiliser la solution.

6

MODE OPÉRATOIRE

Dans le ballon bien sec, introduire 40 ml d'alcool isopropylique **anhydre**, 2 ml d'acide acétique glacial et une prise d'essai de 10 ml.

Mettre en place le réfrigérant à reflux et, aussitôt après, purger l'air du système par balayage au gaz carbonique pendant 5 mn à débit modéré.

Chauffer ensuite le mélange **jusqu'à** amorçage du reflux, puis ajouter 10 ml de la solution alcoolique de iodure de sodium en introduisant la pipette très avant dans le réfrigérant.

Chauffer à reflux pendant 15 mn $\pm$ 30 s.

A la **fin** de cette période, ouvrir à nouveau l'arrivée du gaz carbonique, retirer le ballon de la plaque chauffante, rincer les parois du réfrigérant en versant environ 5 ml d'eau distillée, enlever le réfrigérant à boules et, **après** refroidissement, titrer directement dans le ballon en maintenant le barbotage de gaz carbonique.

L'iode libéré est titré avec la solution 0,01 N de thiosulfate de sodium jusqu'à disparition de la coloration jaune; noter le volume en millilitres, de solution de thiosulfate utilisé. L'intensité de la coloration est fonction de la teneur en peroxydes; selon l'intensité de cette coloration ou selon la teneur en peroxydes obtenue au cours de cet essai, modifier le mode opératoire comme suit :

COLORATION	TENEUR EN PEROXYDES (mEq/l)	PRISE D'ESSAI (ml)	SOLUTION de thiosulfate de sodium
Faible	Inférieure à 10	10	0,01 N
Intense	Supérieure à 10, inférieure à 100	10	0,1 N
Très intense	Supérieure à 100	1	0,1 N

Effectuer un essai à blanc, en utilisant le même mode opératoire, mais sans utiliser de prise d'essai; noter le volume B, en millilitres, de solution de thiosulfate utilisé.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

28

7

RÉSULTAT

L'indice de peroxydes du carburant, exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif, sous forme peroxydique, par litre de carburant est donné par la formule :

$$I_p \text{ (en mEq/l)} = \frac{(A - B) N \times 1\,000}{V},$$

dans laquelle :

1, est l'indice de peroxydes en milliéquivalents par litre;

A est le volume, en millilitres, de solution de thiosulfate de sodium utilisé lors de l'essai;

B est le volume en millilitres, de solution de thiosulfate de sodium utilisé lors de l'essai à blanc;

N est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium;

V est le volume, en millilitres, de la prise d'essai.

L'indice de peroxydes du carburant, exprimé en milligrammes d'oxygène actif, sous forme peroxydique, par litre de carburant est numériquement égal à 8 fois l'indice de peroxydes exprimé en milliéquivalents par litres.

8

FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

Deux déterminations sont considérées suspectes si elles diffèrent de la moyenne de plus des valeurs suivantes.

I_p (mEq/l)	FIDÉLITÉ DE REPÉTITION (même opérateur, même appareillage)	FIDÉLITÉ DE REPRODUCTION (autres cas)
Inférieur à 10	0,1	0,2
Compris entre 10 et 100	1	2
Supérieur à 100	30	60

STABILITÉ THERMIQUE

1 OBJET

L'essai a pour objet d'apprécier la dégradation subie par le carburant lorsqu'il traverse certaines parties chaudes du circuit de carburant avant d'atteindre les injecteurs des turbo-machines.

2 PRINCIPE

Le carburant parcourt, dans un banc d'essai, un trajet représentatif du trajet réel parcouru par le carburant dans un aéronef, entre le réservoir et les injecteurs.

Ce trajet comporte en particulier :

- un élément préchauffeur représentatif des échangeurs thermiques;
- et, à la suite, un filtre, porté à plus haute température, représentatif des filtres d'injecteurs.

Les dépôts obtenus sur le tube préchauffeur et la « perte de charge » due au colmatage du filtre sont caractéristiques de la stabilité thermique du carburant.

3 BANC D'ESSAI

L'essai est effectué sur un banc d'essai de type agréé ou reconnu ⁽¹⁾ par le S.T.Aé. L'installation d'essai est représentée schématiquement page 30; elle comprend :

- un réservoir de charge contenant le carburant en essai;
- un débitmètre;
- une pompe;
- un élément préchauffeur constitué par deux tubes rectilignes concentriques entre lesquels passe le carburant en essai; le tube intérieur, en aluminium, contient une résistance chauffante; la surface extérieure polie sert de surface de référence dans la cotation des laques et dépôts formés au cours de l'essai.

(1) Le banc d'essai américain « ASTM. CRC. Fuel Coker » fourni par la Société « ERDCO Engineering Corporation » (Addison, Illinois) est reconnue conforme ainsi que toute installation équivalente approuvée par le S.T.Aé.

Un filtre d'essai en acier fritté de porosité $20\ \mu$ logé dans une alvéole en acier placée dans une enceinte chauffante;

- un manomètre différentiel indiquant la perte de charge à travers le filtre;
- un échangeur thermique à eau destiné à refroidir le carburant avant récupération;
- un réservoir de récupération (éventuellement disposé sur une balance pour contrôle périodique du débit).

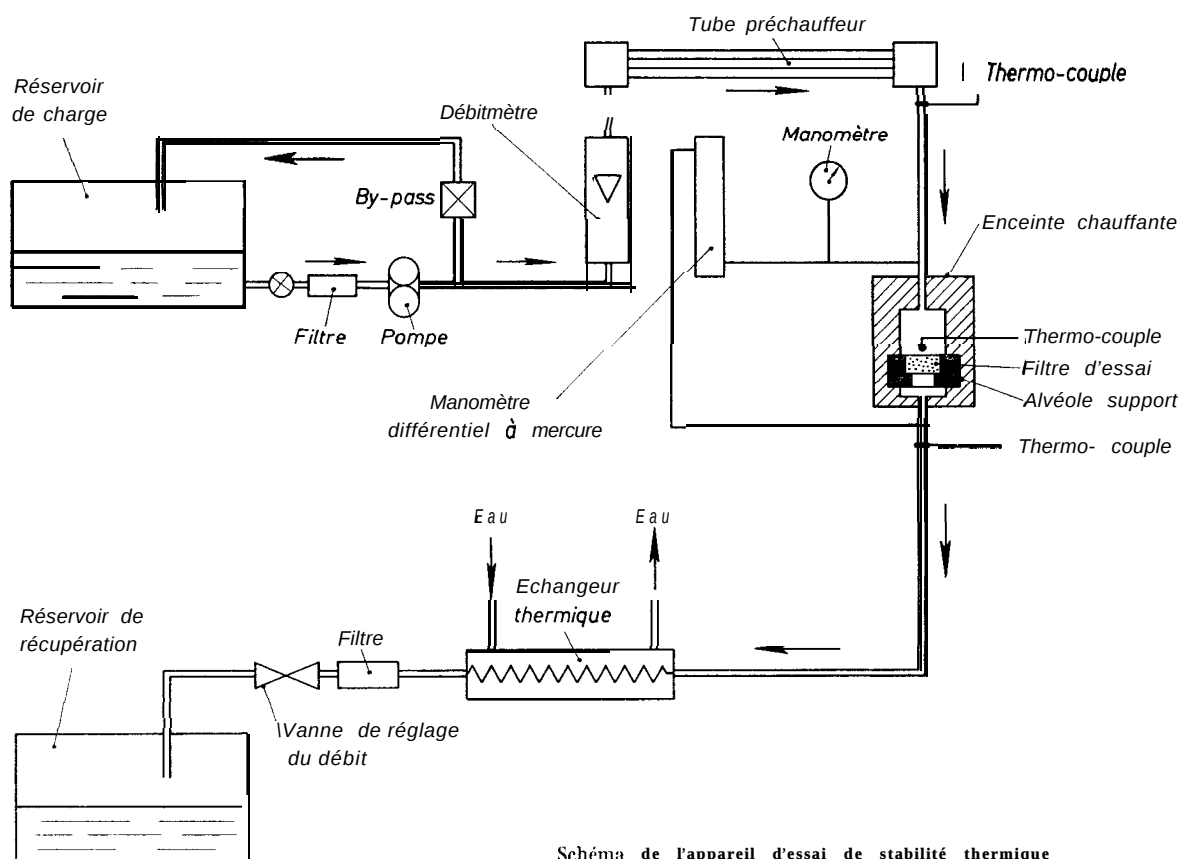


Schéma de l'appareil d'essai de stabilité thermique

4

PRODUITS ET ACCESSOIRES

4,1 PRODUITS.

Il est nécessaire de disposer d'un produit de polissage de l'aluminium et des produits de nettoyage suivant :

- éther de pétrole;
- white-spirit;
- « trisolvant ».

Le trisolvant est obtenu par mélange en parties égales de benzène, d'acétone et d'alcool isopropylique.

Les produits de nettoyage et le carburant à essayer doivent être filtrés avec du papier filtre à texture serrée.

4,2 ACCESSOIRES.

⁽¹⁾ *pour tube préchauffeur.*

Le colorimètre permet d'examiner le tube préchauffeur sous une lumière diffuse en procédant par comparaison de sections successives avec des lames de couleurs étalons.

Pour cela, une réglette, divisée en 13 sections successives de 25,4 mm de longueur chacune se fixe parallèlement au tube de façon à ce que la première section commence à 70 mm de l'extrémité du tube, côté sortie du carburant. Le tube peut tourner autour de son axe sans entraîner la réglette et l'ensemble tube et règle est mobile de façon à pouvoir juxtaposer l'une quelconque des 13 sections examinées et l'une quelconque des 5 lames de couleurs étalons.

Les 5 lames de couleurs étalons correspondent chacune à l'un des indices 0 à 4 utilisés pour la cotation du tube; l'indice 0 correspond à l'aspect de l'aluminium poli et brillant, l'indice 1 correspond à l'aspect de l'aluminium terne, les indices 2 à 4 correspondent à des colorations de plus en plus foncées ayant l'aspect d'un bronze jaune.

Les lames étalons sont fixées sur une tablette ⁽²⁾ en matière plastique.

5 PRÉPARATION DE L'ESSAI

5,1 PREPARATION DU TUBE PRECHAUFFEUR.

Rejeter les tubes rayés ou ceux qui présentent une flèche supérieure à 0,1 mm.

Polir le tube préchauffeur jusqu'à l'obtention d'un état de surface brillant correspondant à l'indice 0.

Nettoyer le tube avec du white-spirit filtré, essuyer avec un chiffon propre et sec puis rincer le tube dans le trisolvant filtré.

5,2 PREPARATION DU CARBURANT EN ESSAI.

Filtrer le carburant en essai afin de le débarrasser de toutes impuretés solides en suspension et de toutes traces d'eau libre susceptibles de fausser les résultats de l'essai.

Immédiatement avant le début de l'essai, saturer le carburant filtré contenu dans le réservoir avec de l'air propre et sec, insufflé pendant 3 mn à raison de 1 à 2 l par minute, au moyen d'un diffuseur en verre fritté.

5,3 PREPARATION DU BANC D'ESSAI.

Nettoyer et rincer tous les éléments du circuit d'essai d'abord avec du white-spirit, puis avec de l'éther de pétrole, les sécher au jet d'air propre et sec et vérifier le bon état de propreté.

Assembler tous les éléments du circuit en remplaçant provisoirement le tube préchauffeur poli par un tube propre non poli; monter une alvéole antérieurement utilisée propre et dépourvue de son filtre.

(1) Le colorimètre « Tuberator » fourni par la Société « EPPI Precision Products » (Clarendon Hills, Illinois) est reconnue conforme ainsi que tout appareil équivalent approuvé par le S.T.Aé. (Bien que facultatif, l'emploi de cet accessoire est conseillé.)

(2) La tablette de lames de couleurs étalons, fournie par « ASTM » Headquarters, 1916 Race St, Philadelphia (Pa. 19103) est reconnue conforme ainsi que tout jeu de lames de couleurs étalons reconnues identiques par le S.T.Aé.

ESSAIS DES CARBURANTS

15
Mai
1972

AIR

1652/A

32

Rincer le circuit à température modérée; pour cela faire débiter du trisolvant à raison de 3,5 kg/h environ en réglant la température du tube préchauffeur à 50° C environ; poursuivre jusqu'à ce que le trisolvant sorte parfaitement clair; faire débiter ensuite dans les mêmes conditions, et pendant 5 mn environ, du white-spirit puis chasser le white-spirit en faisant passer une partie du carburant à essayer.

Monter alors le tube préchauffeur poli et le filtre d'essai logé dans son alvéole.

Dans le cas d'un contrôle périodique de débit, noter la masse du réservoir de récupération.

6 MODE OPÉRATOIRE

Actionner la pompe à carburant et régler la pression, les températures et le débit aux valeurs indiquées par les normes particulières; quand les conditions d'essais fixées par les normes particulières sont réalisées, noter la pression différentielle indiquée ou régler le manomètre au zéro.

Contrôler le débit du carburant toutes les heures et relever la valeur de la perte de charge à travers le filtre toutes les 30 mn.

A l'issue de la période d'essai indiquée par les normes particulières, arrêter le chauffage et noter la masse du réservoir de récupération.

Réduire le débit du carburant et laisser refroidir le circuit jusqu'à ce que la température du filtre d'essai atteigne 65° C environ.

Couper le débit du carburant et démonter le tube d'essai dès que la température le permet. Rincer le tube avec un jet d'éther de pétrole (ou par immersion rapide, sans agitation) et, dans les 30 mn qui suivent, procéder à la cotation des laques et dépôts.

7 RÉSULTATS

7,1 COTATION DU TUBE PRECHAUFFEUR.

Examiner le tube de préférence au moyen du colorimètre décrit au paragraphe 4,2 en procédant section par section. Pour chacune des 13 sections examinées, noter l'indice correspondant à la coloration maximale observée; lorsque cette coloration se situe entre deux indices voisins, noter l'indice le plus élevé en le faisant précéder de l'indication « inférieur à ».

Présenter les 13 cotations partielles sur un tableau mettant en évidence la cotation partielle d'indice le plus élevé (habituellement, les normes particulières imposent une limite supérieure pour cette valeur). Dans le cas où on ne dispose pas d'un colorimètre, utiliser un jeu de lames étalons agréé et procéder par comparaison directe.

7,2 PERTE DE CHARGE A TRAVERS LE FILTRE.

Noter, en millibars, la perte de charge à travers le filtre d'essai, obtenu par différence entre la perte de charge mesurée à la fin de l'essai et celle relevée au début de l'essai; si cette différence est supérieure à 860 mbars noter le temps au bout duquel cette valeur a été atteinte.

Eventuellement, calculer, en kilogrammes par heure, le débit moyen du carburant, à partir de la différence de masses du réservoir de récupération après et avant essai.

ANNEXE A

SOLVANTS PÉTROLIERS

ETHER DE PETROLE.

L'éther de pétrole est l'appellation courante de l'essence « G » définie par les spécifications de la Chambre Syndicale des Raffineurs de pétrole (essences spéciales).

WHITE-SPIRIT.

Le white-spirit est une fraction de distillation du pétrole dépourvue de particules en suspension et d'eau non dissoute. Il est défini par la norme AFNOR NF M 15-006 ou par la spécification 06 A de la Chambre Syndicale des Raffineurs de pétrole.

Le white-spirit fourni par le Service des Essences des Armées conforme à la spécification DCEA 202 convient également.

Les principales caractéristiques du white-spirit sont les suivantes :

— masse volumique à 15° C (NF T 60-101), maxi	0,795 g/ml;
— couleur Saybolt (NF M 07-003), mini	22;
— point d'éclair (NF M 07-011), mini	30° c;
— teneur en soufre (NF M 07-005), maxi	0,05 %;
— Doctor Test (NF M 07-029)	négatif;
corrosion sur cuivre (NF M 07-015), maxi	1 b;
-- distillation :	
— point initial, mini	135° c;
— point final, maxi	205° C;
— écart entre les points 5 % et 90 %, maxi	60° c;
— résidu, maxi	1,5 %;
— pertes, maxi	1,5 %.

ANNEXE B

ÉQUIVALENCES DES MÉTHODES D'ESSAIS

	METHODES D'ESSAIS		
	FRANÇAISES	AMÉRICAINES ASTM. D	BRITANNIQUES IP.
Couleurs des essences	AIR 1652/A	2392	17
Point de congélation	AIR 1652/A	2386	16
Teneur en soufre mercaptan (1) :			
— titrage ampèrométrique	AIR 1652/A	1323	
titrage potentiométrique	AIR 1652/A	1323	
Teneur en eau totale	AIR 1652/A	1744	
Tolérance à l'eau	AIR 1652/A	1094/67	
Teneur en additif antiglace :			
— méthode cryométrique	AIR 1652/A		
— méthode iodométrique	AIR 1652/A	FTM.S. 791-5327	277
Indice de peroxydes	AIR 1652/A		
Stabilité thermique	AIR 1652/A	1660	197

(1) La méthode AFNOR NF M 07-022 est également utilisable, elle est techniquement équivalente à la méthode ASTM. D-1210 et à la méthode IP. 104.