

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9029

Première édition
1990-12-15

**Pétrole brut — Détermination de la teneur en
eau — Méthode de distillation**

iTeh STANDARD PREVIEW
Crude petroleum — Determination of water — Distillation method
(standards.iteh.ai)

ISO 9029:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1833b7d8-a525-4826-80d9-d45b8e33d6e0/iso-9029-1990>



Numéro de référence
ISO 9029:1990(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9029 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Pétrole brut — Détermination de la teneur en eau — Méthode de distillation

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de la teneur en eau des pétroles bruts par distillation. Les valeurs de fidélité n'ont été déterminées que pour des teneurs en eau allant jusqu'à 1 % (V/V).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 383:1976, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

ISO 3170:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*.

ISO 3171:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc*.

ISO 4259:1979, *Produits pétroliers — Détermination et application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai*.

ISO 5280:1979, *Xylène à usage industriel — Spécifications*.

3 Signification

La connaissance de la teneur en eau des pétroles bruts est importante pour le raffinage, l'achat, la vente et le transfert de produit.

La quantité d'eau ainsi déterminée à l'aide de la présente méthode, doit être prise en compte pour déterminer le volume réel de pétrole brut concerné par le transfert de propriété.

4 Principe

Une prise d'essai dissoute dans un solvant non miscible avec l'eau, est chauffée sous reflux. Le solvant et l'eau codistillent et sont recueillis dans une recette graduée au fur et à mesure de l'opération. L'eau s'accumule dans la partie graduée tandis que le solvant retourne dans le récipient de distillation.

5 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, et

5.1 Généralités.

L'appareillage recommandé, représenté à la figure 1, comprend un récipient de distillation, un condenseur, un tube de recette gradué et un dispositif de chauffage. D'autres types d'appareils peuvent être utilisés dans le cadre de la présente Norme internationale, dans la mesure où il peut être démontré qu'ils fonctionnent avec la même préci-

sion (établie conformément à l'ISO 4259) que l'appareillage recommandé.

5.2 Récipient de distillation.

Utiliser comme récipient de distillation, un ballon en verre d'une capacité de 1 000 ml, muni d'un raccord conique rodé de 24/39.

5.3 Tube récupérateur.

Un tube récupérateur en verre d'une capacité de 5 ml gradué de 0,05 ml en 0,05 ml, équipé d'un rodage conique 24/39 doit être utilisé.

5.4 Condenseur.

Le tube récupérateur (5.3) doit être muni d'un condenseur de Liebig de 400 mm.

5.5 Tube de séchage.

Un tube de séchage rempli d'un déshydratant avec indicateur de saturation doit être placé sur le condenseur (5.4).

NOTE 1 Le tube sert à empêcher l'entrée d'humidité atmosphérique.

5.6 Dispositif de chauffage.

Utiliser un dispositif de chauffage électrique ou à gaz approprié permettant de répartir la chaleur de façon homogène dans la moitié inférieure du récipient. Pour des raisons de sécurité, une jaquette électrique est préférable.

5.7 Tube à pulvérisation, pour le lavage du tube intérieur du condenseur, comme représenté à la figure 2.

5.8 Pointeau, en laiton ou en bronze, ou **râcleur**, en acier, avec pointe en PTFE, comme représenté à la figure 2.

5.9 Étalonnage de l'appareillage.

L'appareillage doit être étalonné conformément à l'article 7; les valeurs lues ne doivent pas dépasser les tolérances spécifiées.

6 Solvant

Utiliser du xylène conforme à l'ISO 5280. La teneur en eau du xylène est déterminée en effectuant un essai à blanc (voir 9.6).

7 Étalonnage et essai de récupération

7.1 Généralités

Avant l'utilisation initiale, étalonner le tube récupérateur conformément à 7.2. Avant d'effectuer une série d'essais, contrôler l'ensemble de l'appareillage, conformément à 7.3.

7.2 Étalonnage

Avant l'utilisation initiale, vérifier la justesse des marques de graduation sur le tube récupérateur en ajoutant des volumes élémentaires de 0,05 ml d'eau distillée pris sur une microburette de 5 ml ou une micropipette précise à 0,01 ml près. Si l'écart entre le volume d'eau ajouté et celui de l'eau mesuré est supérieur à 0,05 ml, rejeter le tube récupérateur ou procéder à un nouvel étalonnage.

7.3 Essai de récupération

Vérifier la récupération globale de l'eau dans l'appareillage en introduisant dans l'appareil 400 ml de xylène anhydre (0,02 % d'eau au maximum) et en effectuant l'essai conformément à l'article 9. Cet essai terminé, jeter le contenu du tube récupérateur et introduire 1,00 ml ± 0,01 ml d'eau distillée, en utilisant une burette ou micropipette, directement dans le ballon de distillation, puis effectuer de nouveau l'essai conformément à l'article 9. Répéter cette opération, mais en versant directement dans le ballon de distillation, 4,50 ml ± 0,01 ml d'eau distillée au xylène.

Le montage de l'appareil n'est considéré comme satisfaisant que si les valeurs lues sur le tube de recette ne dépassent pas les tolérances spécifiées au tableau 1.

Tableau 1 — Tolérances pour la récupération d'eau

Capacité maximale du tube de recette à 20 °C ml	Volume d'eau ajouté, à 20 °C ml	Limite admissible pour l'eau récupérée/recueillie à 20 °C ml
5,00	1,00	1,00 ± 0,025
5,00	4,50	4,50 ± 0,025

7.4 Défaut de fonctionnement

Une valeur lue qui s'écarte des valeurs limites spécifiées peut indiquer que l'appareil fonctionne mal à la suite d'une fuite de vapeur, d'une ébullition trop rapide, d'imprécisions au niveau de la graduation du tube de recette, ou de l'entrée d'humidité de l'extérieur. S'il est possible d'identifier et de supprimer le défaut, répéter l'essai décrit en 7.3.

8 Échantillonnage (voir annexe A)

8.1 Généralités

L'échantillonnage se définit comme étant l'ensemble des étapes nécessaires pour obtenir un échantillon représentatif du contenu d'un tube, d'un réservoir ou d'un autre système, et introduire l'échantillon dans le récipient d'essai de laboratoire.

8.2 Échantillon de laboratoire

Seront utilisés dans le cadre de la présente Norme internationale, les seuls échantillons représentatifs obtenus conformément aux dispositions de l'ISO 3170 et de l'ISO 3171.

8.3 Préparation des échantillons soumis à l'essai

En plus des dispositions de 8.2, appliquer la méthode suivante pour la manipulation des échantillons:

8.3.1 La quantité de la prise d'essai doit être choisie en fonction de la teneur en eau présumée de l'échantillon, conformément aux indications du tableau 2.

S'il existe un doute quant à l'homogénéité de l'échantillon, des déterminations doivent être faites sur le volume total de l'échantillon si la quantité d'échantillon est compatible avec la teneur en eau attendue (voir tableau 2). Si cela n'est pas possible, une détermination doit être faite sur trois prises d'essai au minimum. Noter toutes les valeurs obtenues

dans le rapport d'analyse et déterminer leur moyenne comme teneur en eau de l'échantillon.

8.3.2 Pour la détermination de l'eau en pourcentage de volume dans les liquides fluides, utiliser une éprouvette graduée étalonnée d'une capacité conforme à la quantité de prise d'essai indiquée en 8.3.1. Verser l'échantillon lentement et avec précaution dans l'éprouvette graduée, afin d'éviter des poches d'air, de manière à ce que le niveau atteigne la graduation adéquate avec la plus grande précision possible. Verser le contenu de l'éprouvette avec précaution dans le récipient de distillation, rincer l'éprouvette avec le volume de xylène compatible avec la capacité de l'éprouvette (voir article 6), réparti en cinq prises d'essai et verser le liquide de rinçage dans le récipient. Vider l'éprouvette soigneusement afin de s'assurer du transvasement complet de la prise d'essai.

8.3.3 Pour la détermination de l'eau en pourcentage de masse, peser une prise d'essai (voir 8.3.1), en versant la prise d'essai directement dans le récipient de distillation. S'il est nécessaire d'utiliser un récipient de transvasement (par exemple, un bécher ou une éprouvette), rincer le récipient avec au moins cinq prises d'essai de xylène pesées, de la même manière que décrite en 8.3.2 et verser le liquide de rinçage dans le récipient, puis calculer la masse de la prise d'essai.

9 Mode opératoire (voir également annexe A)

9.1 La précision de la présente Norme internationale peut être affectée par des gouttelettes d'eau adhérentes aux surfaces de l'appareil et qui ne s'accumulent donc pas dans le tube de recette destiné au mesurage. Afin de minimiser ce problème, tout appareil doit faire l'objet d'un nettoyage chimique au moins une fois par jour pour enlever de la surface des pellicules et poussières qui empêchent l'écoulement libre de l'eau dans l'appareil d'essai. Il est recommandé de nettoyer l'appareil plus fréquemment lorsque la nature des échantillons utilisés provoque une contamination permanente.

Tableau 2 — Quantité de prise d'essai

Teneur en eau présumée % (m/m) ou % (V/V)	Quantité de prise d'essai approximative g ou ml
50,1 à 100,0	5
25,1 à 50,0	10
10,1 à 25,0	20
5,1 à 10,0	50
1,1 à 5,0	100
0,5 à 1,0	200
inférieure à 0,5	200

9.2 Pour la détermination de la teneur en eau en pourcent en volume, procéder conformément à 8.3.2. Verser une quantité suffisante de xylène dans le récipient pour obtenir un volume total de 400 ml.

9.2.1 Pour la détermination de la teneur en eau en pourcent en masse, procéder conformément à 8.3.3. Verser une quantité suffisante de xylène dans le récipient pour obtenir un volume total de 400 ml.

9.2.2 Un agitateur magnétique est le dispositif le plus efficace pour régulariser l'ébullition et éviter les projections. Des billes de verre ou d'autres moyens auxiliaires facilitant l'ébullition se sont avérés utiles, quoique moins efficaces.

9.3 Monter l'appareil conformément à la figure 1 et s'assurer que tous les raccordements sont étanches à la vapeur et aux liquides. Il est recommandé de ne pas graisser les joints en verre. Faire circuler l'eau dans la jaquette du condenseur, à une température comprise entre 20 °C et 25 °C.

9.4 Chauffer le récipient. Le type de pétrole brut faisant l'objet de la mesure peut modifier de façon significative les caractéristiques d'ébullition du mélange de pétrole brut/solvant. Au cours des premières phases de distillation (environ 1/2 h à 1 h), il convient de chauffer le récipient lentement afin d'éviter les projections et une éventuelle perte d'eau par le système (le condensat ne doit pas monter plus haut que les trois quarts de la hauteur du tube intérieur du condenseur — point A, figure 1; pour faciliter l'écoulement vers le bas du condensat, il convient de le tenir le plus près possible de la sortie du condenseur). Après le chauffage initial, régler la vitesse d'ébullition de manière à ce que le condensat ne monte pas plus haut que les trois quarts de la hauteur du tube intérieur du condenseur. Le distillat doit s'écouler dans le tube de recette à une vitesse d'environ 2 à 5 gouttes par seconde. Poursuivre la distillation jusqu'à ce que l'on n'aperçoive plus d'eau dans aucune partie de l'appareil, à l'exception du tube récupérateur et que le volume d'eau dans le tube récupérateur reste constant pendant au moins 5 min.

Si des gouttes d'eau continuent à s'accumuler dans le tube intérieur du condenseur, rincer au xylène. Un tube équipé d'un système de rinçage par pulvérisation (5.7) ou un dispositif équivalent est recommandé. Le chauffage doit être coupé 15 min avant le rinçage au moins, afin d'éviter les projections. Le fait d'ajouter au rinçage au xylène un produit désémulsifiant soluble dans l'huile à une concentration de 1000 ppm aide à enlever des gouttes d'eau persistante. Après ce rinçage, distiller de nouveau pendant au moins 5 min. Après rinçage, chauffer lentement pour éviter les projections.

Répéter ce processus jusqu'à ce que l'on n'aperçoive plus d'eau dans le condenseur et que le volume d'eau dans le tube récupérateur reste constant pendant au moins 5 min. Si l'eau n'a pas pu être enlevée par ce processus, utiliser le racleur en PTFE (5.8), un pointeau ou un dispositif équivalent pour provoquer l'écoulement de l'eau dans le tube de recette.

9.5 Lorsque le transvasement de l'eau est terminé, laisser refroidir le tube récupérateur et son contenu à la température ambiante. Enlever les gouttes d'eau adhérant aux parois du tube récupérateur à l'aide du racleur en PTFE ou un pointeau, et les transférer à la phase aqueuse. Lire le volume d'eau sur le tube récupérateur. Le tube récupérateur a une graduation en 0,05 ml, mais le volume est estimé à 0,025 ml près.

9.6 Effectuer une détermination à blanc en mettant 400 ml de solvant dans le récipient de distillation et en procédant comme décrit en 9.1 à 9.5.

10 Expression des résultats

Calculer la teneur en eau de l'échantillon en utilisant l'une des expressions suivantes:

$$a) \% (V/V) = \frac{V_2 - V_0}{V_1} \times 100$$

$$b) \% (V/V) = \frac{V_2 - V_0}{m/\rho} \times 100$$

$$c) \% (m/m) = \frac{V_2 - V_0}{m} \times 100$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, d'eau mesurée lors de l'essai à blanc sur le solvant (arrondi au 0,025 ml près);

V_1 est le volume, en millilitres, de la prise d'essai;

V_2 est le volume, en millilitres, d'eau dans le tube récupérateur (arrondi au 0,025 ml près);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitres, de l'échantillon.

La masse volumique de l'eau est considérée comme égale à 1 g/ml.

Les matières volatiles solubles dans l'eau, si elles existent, peuvent être comptées comme eau.

Exprimer le résultat comme teneur en eau, arrondi au 0,025 % près.

11 Fidélité

La fidélité de la méthode obtenue par l'analyse statistique des résultats d'essais interlaboratoires dans la gamme de 0,01 % à 1,0 % est la suivante.

11.1 Répétabilité

La différence entre des résultats d'essais successifs obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser qu'une fois sur vingt les valeurs ci-dessous:

teneur en eau: 0,0 % (V/V) à 0,1 % (V/V): voir figure 3;

teneur en eau: 0,1 % (V/V) à 1,0 % (V/V): 0,08 % (V/V).

11.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents, sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série

d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs ci-dessous qu'une fois sur vingt:

teneur en eau: 0,0 % (V/V) à 0,1 % (V/V): voir figure 3;

teneur en eau: 0,1 % (V/V) à 1,0 % (V/V): 0,11 % (V/V).

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les indications suivantes:

- tous les détails nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- la référence à la présente Norme internationale;
- le résultat d'essai (voir article 10);
- les résultats individuels de chaque prise d'essai, si plusieurs prises d'essai ont été examinées (voir 8.3);
- toute modification au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- la date de l'essai.

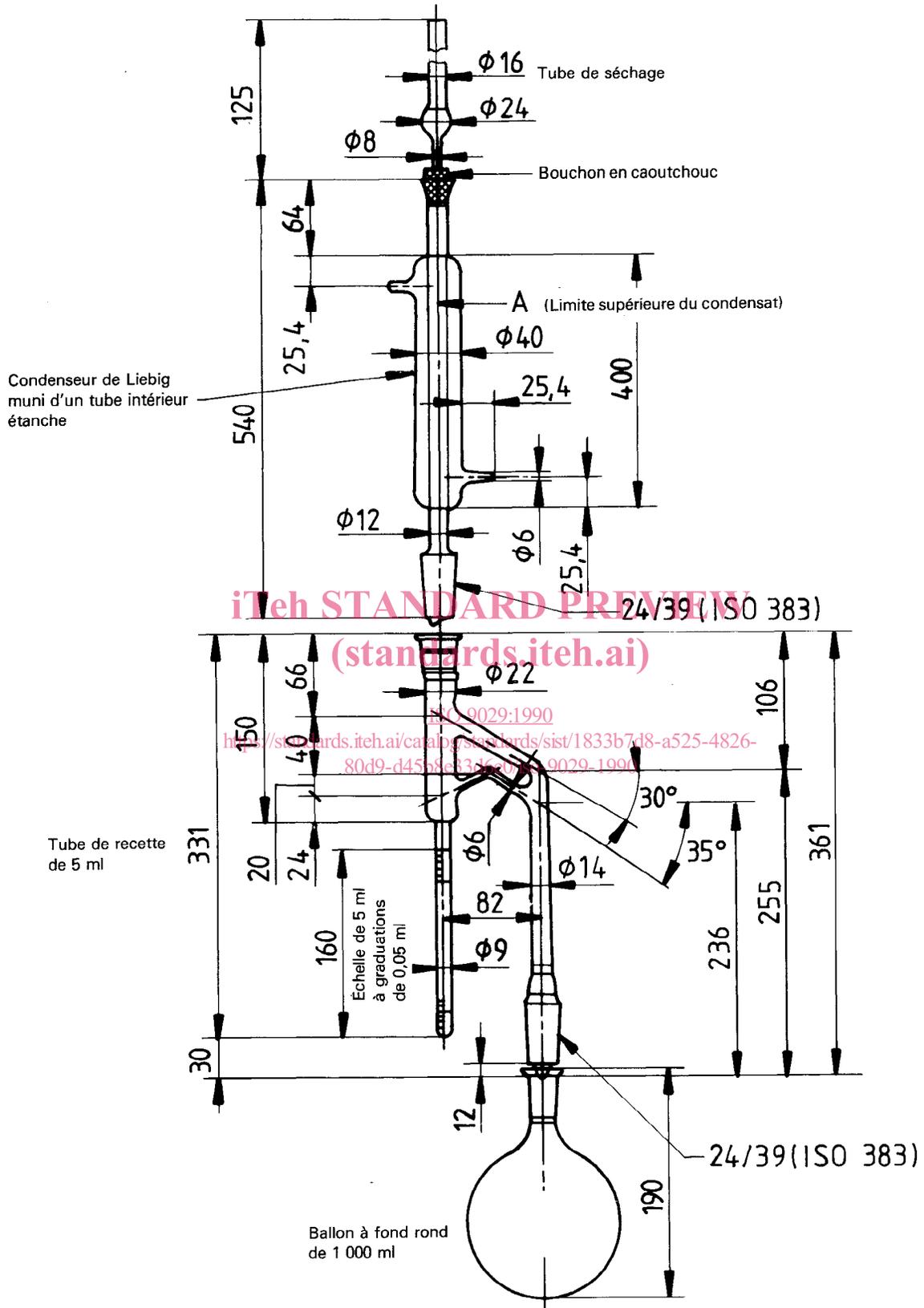


Figure 1 — Appareil de distillation

Dimensions en millimètres

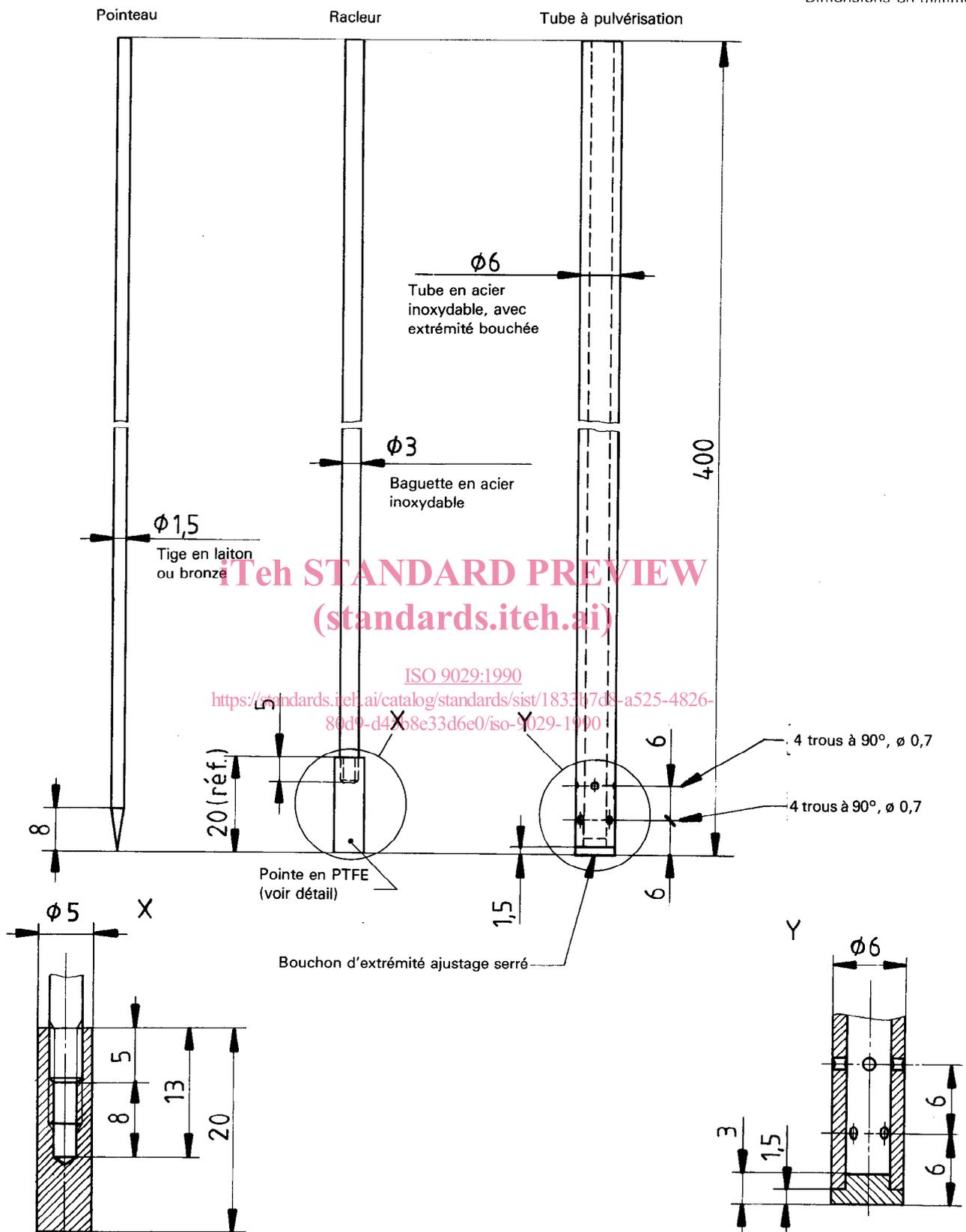


Figure 2 — Pointeau racleur et tube à pulvérisation pour l'appareil de distillation