

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9030

Première édition
1990-12-15

**Pétrole brut — Détermination de la teneur en
eau et en sédiments — Méthode par
centrifugation**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Crude petroleum — Determination of water and sediment — Centrifuge
method*

ISO 9030:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c2f0b67-35a8-46f3-ab8c-f484e4e7fa8f/iso-9030-1990>



Numéro de référence
ISO 9030:1990(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 9030 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 9030:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/siv/7c2f0667-35a8-46f3-ab8c-f484e4e7fa8f/iso-9030-1990

Pétrole brut — Détermination de la teneur en eau et en sédiments — Méthode par centrifugation

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 laboratoire permettant de déterminer la teneur en eau et en sédiments du pétrole brut par centrifugation. Les valeurs de fidélité n'ont été déterminées que pour des teneurs en eau allant jusqu'à 1 % (V/V).

NOTE 1 Il a été observé que des méthodes de détermination de la teneur en eau et en sédiments par centrifugation peuvent entraîner, dans certains cas, des résultats erronés. Ceci peut arriver avant tout dans le cas où un agitateur à grande vitesse est utilisé pour obtenir un échantillon représentatif. En conséquence, la méthode n'est pas entièrement satisfaisante et la quantité d'eau déterminée est presque toujours inférieure à la teneur en eau réelle.

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

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

ISO 4787:1984, *Verrerie de laboratoire — Verrerie volumétrique — Méthodes d'utilisation et de vérification de la capacité.*

ISO 5272:1979, *Toluène à usage industriel — Spécifications.*

ISO 9029:1990, *Pétrole brut — Détermination de la teneur en eau — Méthode de distillation.*

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

Des volumes égaux de pétrole brut et de toluène saturé d'eau sont introduits dans un tube de centrifugation de forme conique. Après centrifugation, on note le volume d'eau de masse volumique plus élevée et de la couche de sédiments rassemblés au fond du tube.

5 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, et

5.1 Centrifugeuse.

5.1.1 Utiliser une centrifugeuse capable de faire tourner deux ou plusieurs tubes de centrifugation, de forme conique, remplis, d'une longueur de 203 mm, à une vitesse pouvant être contrôlée de façon à développer une force centrifuge relative (fcr) d'au moins 600 à la pointe des tubes (voir 5.1.5).

5.1.2 La tête tournante, les tourillons ainsi que les porte-tubes, tampons compris, doivent être d'une construction solide pour résister à la force centrifuge maximale pouvant être développée par la source d'énergie. Les porte-tubes, les tampons et les paliers doivent maintenir fermement les tubes lorsque la centrifugeuse est en marche. La centrifugeuse doit être enfermée dans une enceinte métallique ou dans un carter suffisamment résistant pour éviter tout danger en cas de rupture.

5.1.3 La centrifugeuse doit être chauffée de manière à ce que la température de l'échantillon puisse être maintenue à $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ au cours de toutes les opérations (voir 8.7). Si un régulateur thermostatique existe, celui-ci doit être en mesure de maintenir la température dans ces limites et fonctionner de façon sûre dans une atmosphère inflammable.

5.1.4 Des centrifugeuses alimentées et chauffées électriquement doivent satisfaire à toutes les exigences de sécurité applicables dans des endroits dangereux.

5.1.5 La vitesse de la tête tournante se calcule de la façon suivante, exprimée en tours par minute (tr/min):

$$\text{tr/min} = 1335 \sqrt{\frac{\text{fcr}}{d}}$$

où

fcr est la force centrifuge relative;

d est le diamètre de rotation, en millimètres, mesuré entre les pointes de tubes opposés lorsque ces derniers sont placés en position de rotation.

5.2 Tubes de centrifugation.

5.2.1 Tous les tubes de centrifugation doivent avoir une forme de cône et une longueur de 203 mm, les dimensions étant conformes à celles indiquées dans la figure 1, et être fabriqués en verre soigneusement recuit. Les graduations, énumérées comme indiqué

sur la figure 1, doivent être claires et distinctes, et le col doit être rétréci afin de pouvoir être fermé par un bouchon. Les tolérances sur l'erreur d'échelle, ainsi que sur les plus petites graduations entre diverses chiffraisons, sont indiquées dans le tableau 1 et sont applicables à des étalonnages effectués avec de l'eau exempte d'air, à 20 °C, la lecture se faisant au niveau bas du ménisque.

5.2.2 La précision des graduations sur le tube de centrifugation doit être vérifiée, avant l'emploi de chaque tube, conformément à la procédure décrite dans l'ISO 4787. La vérification comprendra l'étalonnage à chaque repère gradué à partir du repère de 0,25 ml (voir figure 2), puis aux repères gradués de 0,5 1,0, 1,5, 2,0 50,0 et 100 ml. Le tube ne doit pas être utilisé si la marge d'erreur à chaque repère dépasse la norme de tolérance mentionnée dans le tableau 1.

5.3 Bain.

Le bain doit être constitué soit par un bloc de métal solide, soit par un bain liquide d'une profondeur suffisante pour immerger le tube de centrifugation, en position verticale, jusqu'à la graduation 100 ml. On doit prévoir des moyens pour maintenir la température à $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$.

NOTE 2 Après accord entre les parties, on peut fixer une température de $49\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, mais la fidélité obtenue peut ne pas atteindre la précision indiquée dans la présente Norme internationale.

6 Réactifs

6.1 Toluène, conforme aux exigences de l'ISO 5272, qualité 1.

Le solvant doit être saturé d'eau à une température de $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ (voir note), mais exempt d'eau en suspension (voir annexe B) relative au mode opératoire pour la saturation d'eau du solvant.

NOTE 3 Après accord entre les parties, on peut fixer une température de $49\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, mais la fidélité obtenue peut ne pas atteindre la précision indiquée dans la présente Norme internationale.

6.2 Agent désémulsionnant, permettant de faciliter la séparation de l'eau de la prise d'essai et d'empêcher que l'eau n'adhère aux parois du tube de centrifugation. La solution mère recommandée comporte 25 % d'agent désémulsionnant et 75 % de toluène. Pour certains pétroles bruts, un autre rapport agent désémulsionnant-toluène peut être requis.

Lorsque la concentration et la quantité indiquées dans la présente Norme internationale pour l'agent désémulsionnant sont respectées, celui-ci n'augmente pas le volume d'eau et de sédiments déter-

miné. La solution doit être stockée dans une bouteille foncée fermée de façon étanche.

Le type de l'agent désémulsionnant, ainsi que la concentration et la quantité utilisées, doivent être convenus entre les parties.

7 Échantillonnage (voir annexe A)

7.1 Généralités

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

7.2 Échantillons de laboratoire

Seuls les échantillons obtenus selon l'ISO 3170 ou l'ISO 3171 doivent être utilisés dans la présente Norme internationale. Avant de prendre une prise d'essai à partir de l'échantillon reçu par le laboratoire, homogénéiser l'échantillon en procédant comme décrit en annexe A.

8 Mode opératoire

8.1 Remplir chacun des deux tubes (5.2) d'échantillon prélevé directement sur le récipient contenant les échantillons jusqu'à la graduation 50 ml. Puis, à l'aide d'une pipette, ajouter 50 ml de toluène saturé d'eau à 60 °C (voir note). Lire le niveau haut du ménisque aux graduations 50 ml et 100 ml. Ajouter à chaque tube 0,2 ml de solution d'agent désémulsionnant (6.2) en utilisant une pipette de 0,2 ml. Une pipette automatique peut être utilisée. Bien boucher les tubes et les renverser dix fois de suite, afin de s'assurer que le mélange de pétrole et de solvant soit homogène.

NOTE 4 Les parties intéressées peuvent convenir d'utiliser une température de $49\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, mais la fidélité obtenue peut ou ne pas atteindre la précision indiquée dans la présente Norme internationale.

8.2 Lorsque le pétrole brut est très visqueux et qu'il est difficile de mélanger le solvant et le pétrole, le solvant peut être introduit en premier dans le tube de centrifugation pour faciliter le mélange. En introduisant l'échantillon dans le tube de centrifugation, veiller à ne pas dépasser la graduation 100 ml.

8.3 Desserrer légèrement les bouchons et immerger les tubes jusqu'à la graduation 100 ml pendant 15 min au minimum dans le bain maintenu à $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$.

NOTE 5 Après accord entre les parties, on peut fixer une température de $49\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, mais la fidélité obtenue

peut ne pas atteindre la précision indiquée dans la présente Norme internationale.

Fixer les bouchons et renverser de nouveau les tubes dix fois de suite afin de s'assurer que le mélange de pétrole et de solvant soit homogène.

ATTENTION — À 60 °C, la pression de vapeur est à peu près deux fois plus élevée que celle qui est mesurée à 40 °C.

8.4 Introduire les tubes dans les porte-tubes qui se font face dans la centrifugeuse (5.1) et établir un équilibre. (S'il est impossible d'équilibrer les tubes à vue d'œil, ils doivent être placés dans leurs porte-tubes sur un des plateaux d'une balance et doivent être équilibrés en ajoutant de l'eau dans les porte-tubes.) Bien boucher et faire tourner pendant 10 min à une force centrifuge relative minimale de 600, calculée à l'aide de la formule donnée en 5.1.5.

8.5 Immédiatement après la rotation, lorsque la centrifugeuse est complètement arrêtée, lire et relever le volume d'eau et de sédiments rassemblés au fond de chaque tube, à 0,05 ml près pour un volume compris entre 0,1 ml et 1 ml, et à 0,1 ml près pour un volume supérieur à 1 ml. En dessous de 0,1 ml, l'estimation doit se faire à 0,025 ml près (voir figure 2). Remettre les tubes dans la centrifugeuse, sans les agiter et les centrifuger pendant 10 min à la même vitesse.

8.6 Répéter cette opération jusqu'à ce que le volume d'eau et de sédiments reste constant pendant deux relevés consécutifs. D'une manière générale, deux opérations de centrifugation suffisent.

8.7 Maintenir la température de l'échantillon à $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ pendant toute la durée de la centrifugation.

NOTE 6 Après accord entre les parties, on peut fixer une température de $49\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ mais la fidélité obtenue peut ne pas atteindre la précision indiquée dans la présente Norme internationale.

ATTENTION — Pour éviter tout risque de rupture des tubes dans les porte-tubes, il faut vérifier que les tubes reposent au fond sur le tampon, de sorte qu'aucune partie du tube ne soit en contact direct avec le porte-tube.

9 Expression des résultats

9.1 Relever le volume final d'eau et de sédiments dans chaque tube. Si la différence entre les deux lectures est supérieure à une subdivision du tube de centrifugation (voir tableau 1), ou à 0,025 ml pour des lectures de 0,10 ml au-dessous, les lectures

sont inadmissibles et la détermination doit être recommencée.

9.2 Reporter la somme de deux lectures admissibles comme étant le pourcentage en volume d'eau et de sédiments. (Voir tableau 2.)

10 Fidélité

La fidélité de la méthode, obtenue par l'analyse statistique des résultats d'essai interlaboratoires, est la suivante:

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

entre 0,0 % (V/V) et 0,3 % (V/V) d'eau et sédiments: voir figure 3;

entre 0,3 % (V/V) et 1,0 % (V/V) d'eau et sédiments: 0,12 % (V/V).

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

entre 0,0 % (V/V) et 0,3 % (V/V) d'eau et sédiments: voir figure 3;

entre 0,3 % (V/V) et 1,0 % (V/V) d'eau et sédiments: 0,28 % (V/V).

11 Rapport d'essai

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

- a) tous les détails nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- b) la référence à la présente Norme internationale;
- c) le résultat de l'essai (voir article 9);
- d) toute modification, après accord ou autre, à la procédure spécifiée;
- e) la date de l'essai.

Tableau 1 — Tolérances d'étalonnage d'un tube de centrifugation

Volume ml	Subdivision ml	Tolérance en volume ml
0 à 0,1	0,05	± 0,02
Au-dessus de 0,1 à 0,3	0,05	± 0,03
Au-dessus de 0,3 à 0,5	0,05	± 0,05
Au-dessus de 0,5 à 1,0	0,10	± 0,05
Au-dessus de 1,0 à 2,0	0,10	± 0,10
Au-dessus de 2,0 à 3,0	0,20	± 0,10
Au-dessus de 3,0 à 5,0	0,5	± 0,20
Au-dessus de 5,0 à 10	1,0	± 0,50
Au-dessus de 10 à 25	5,0	± 1,00
Au-dessus de 25 à 100	25,0	

Tableau 2 — Expression des résultats

Volume d'eau et de sédiments dans		Pourcentage total d'eau et de sédiments
tube 1	tube 2	
ml	ml	% (V/V)
Ni eau, ni sédiments visibles	Ni eau, ni sédiments visibles	0
Ni eau, ni sédiments visibles	0,025	0,025
0,025	0,025	0,05
0,025	0,05	0,075
0,05	0,05	0,10
0,05	0,075	0,125
0,075	0,075	0,15
0,075	0,10	0,175
0,10	0,10	0,20
0,10	0,15	0,25

Dimensions en millimètres

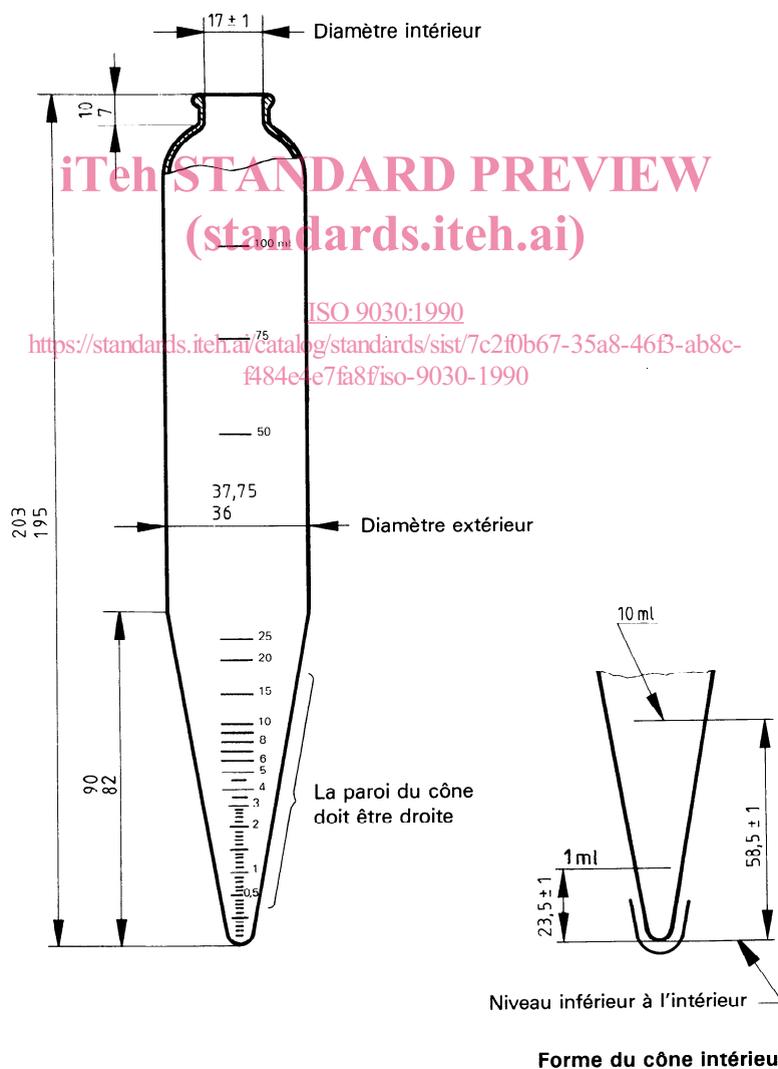
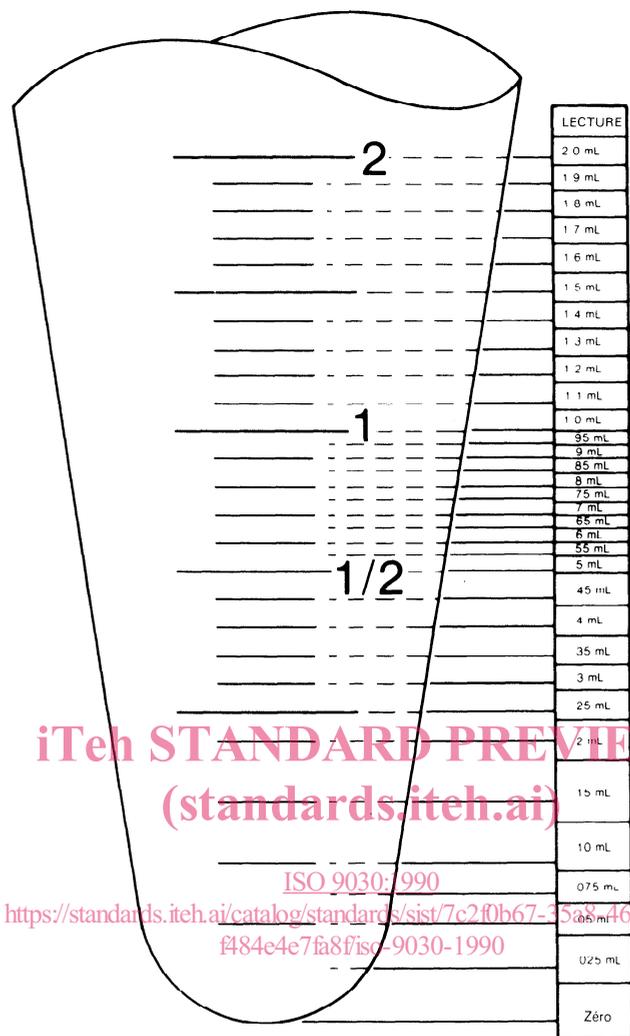


Figure 1 — Tube de centrifugation de 203 mm de longueur



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9030:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c2f0b67-35a8-46b3-ab8c-f484e4e7fa8f/iso-9030-1990>

Figure 2 — Méthode de détermination de la teneur en eau et en sédiments à basses teneurs

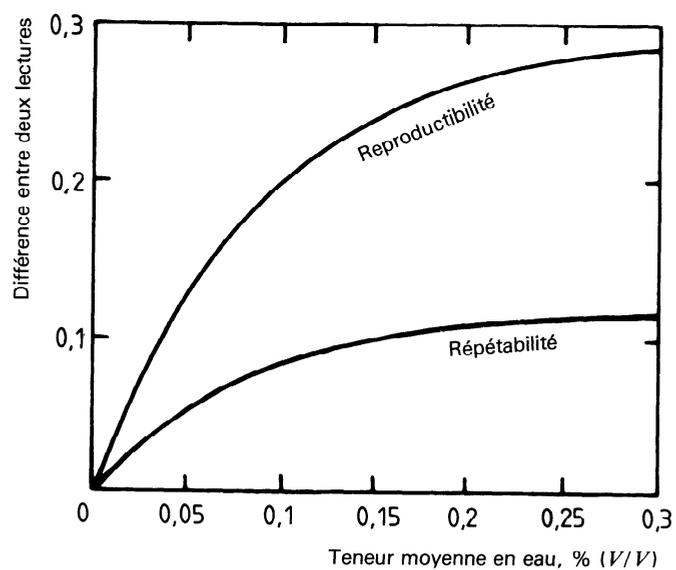


Figure 3 — Fidélité de la méthode de détermination des teneurs en eau et en sédiments dans l'intervalle compris entre 0,0 % (V/V) et 0,3 % (V/V)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9030:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c2f0b67-35a8-46f3-ab8c-f484e4e7fa8f/iso-9030-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c2f0b67-35a8-46f3-ab8c-f484e4e7fa8f/iso-9030-1990>