
**Pétrole brut — Dosage de l'eau par
la méthode à l'hydrure — Méthode
de terrain**

*Crude petroleum — Determination of water content by hydride reaction —
Field method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9114:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/905b7d21-f67f-439d-9ee0-1247cfb209f2/iso-9114-1997>

Sommaire		Page
1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Principe	2
4	Produits et réactifs	2
5	Appareillage	2
6	Échantillonnage	6
7	Mode opératoire	7
8	Calculs	9
9	Fidélité	10
10	Rapport d'essai	11
Annexe A	(normative) Manipulation de l'échantillon	12

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/905b7d21-f67f-439d-9ee0-1247cfb209f2/iso-9114-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

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 9114 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, sous-comité SC 6, *Transfert des livraisons en vrac, prise en compte, inspection et résolutions des divergences*.

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

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9114:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/905b7d21-f67f-439d-9ee0-1247cfb209f2/iso-9114-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/905b7d21-f67f-439d-9ee0-1247cfb209f2/iso-9114-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9114:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/905b7d21-f67f-439d-9ec0-1247cfb209f2/iso-9114-1997>

Pétrole brut — Dosage de l'eau par la méthode à l'hydrure — Méthode de terrain

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 terrain pour la détermination de l'eau dans le pétrole brut à des concentrations comprises entre 0,05 % (V/V) et 2 % (V/V). Elle est applicable lorsqu'en raison des circonstances, les méthodes de laboratoire ne sont pas utilisables. Cette méthode n'est pas destinée aux analyses pour transfert de garde, mais peut être utilisée dans ce but si toutes les parties concernées se mettent d'accord préalablement.

NOTE — Pour les besoins de la présente Norme internationale, l'expression «% (V/V)» représente la fraction volumique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/905b7d21-f67f-439d-9ec0-1247cfb209f2/iso-9114-1997>

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.*

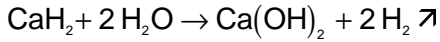
ISO 3171:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc.*

ISO 3733:1976, *Produits pétroliers et produits bitumineux — Détermination de la teneur en eau — Méthode par distillation.*

ISO 3734:1997, *Produits pétroliers — Détermination de la teneur en eau et en sédiments dans les fuel-oils résiduels — Méthode par centrifugation.*

3 Principe

Après homogénéisation du pétrole brut à l'aide d'un agitateur, une prise d'essai est placée dans un vase de réaction dans lequel l'hydrure de calcium réagit avec l'eau contenue dans le pétrole brut, suivant la réaction:



La quantité d'hydrogène libéré est proportionnelle à la quantité d'eau présente. Elle est mesurée volumétriquement, ce qui permet de calculer le pourcentage en volume d'eau dans l'échantillon.

4 Produits et réactifs

4.1 **Gélules**, contenant 0,6 g à 0,7 g d'hydrure de calcium en poudre.

4.2 **Huile minérale légère, exempte d'hydrocarbures aromatiques** (type médicinal), utilisée comme fluide d'équilibrage dans l'éprouvette à gaz et le flacon d'équilibrage [masse volumique comprise entre 830 kg/m³ et 850 kg/m³ à 15 °C et viscosité comprise entre 14 mm²/s et 30 mm²/s (14 cSt et 30 cSt) à 20 °C].

4.3 **Agent mouillant** (par exemple: dioctylsulfosuccinate de sodium, technique).

4.4 **Kérosène**, clair et limpide.

4.5 **Acétone**.

4.6 **Heptane**.

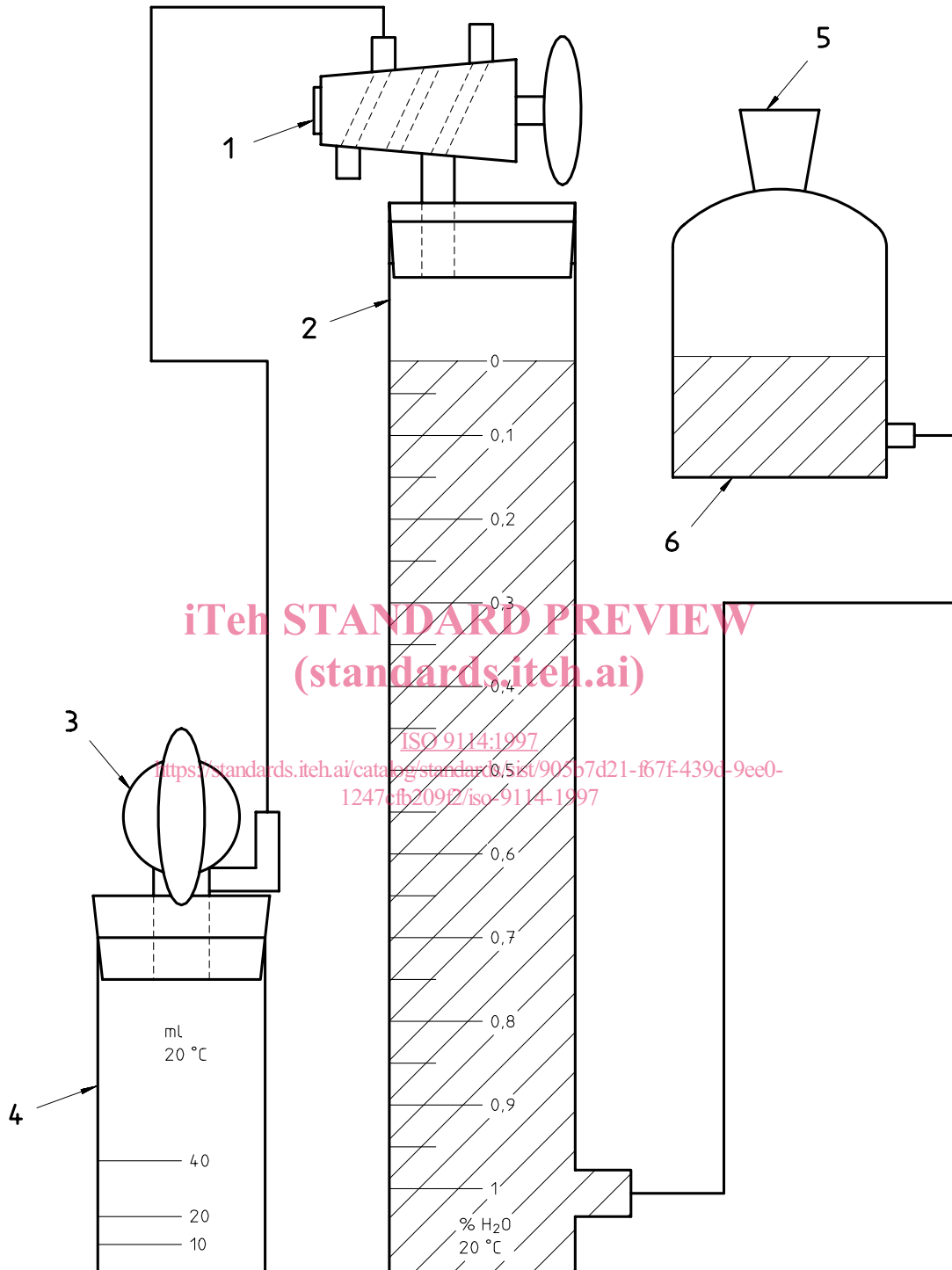
4.7 **Graisse**, anhydre, à base de silicones.

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/905b7d21-f67f-439d-9ee0-1247cfb209f2/iso-9114-1997>

5 Appareillage

L'appareillage est représenté à la figure 1. Il comprend les éléments suivants:

5.1 Vase de réaction, de 100 ml, marqué de trois graduations correspondant aux volumes 10 ml, 20 ml et 40 ml.

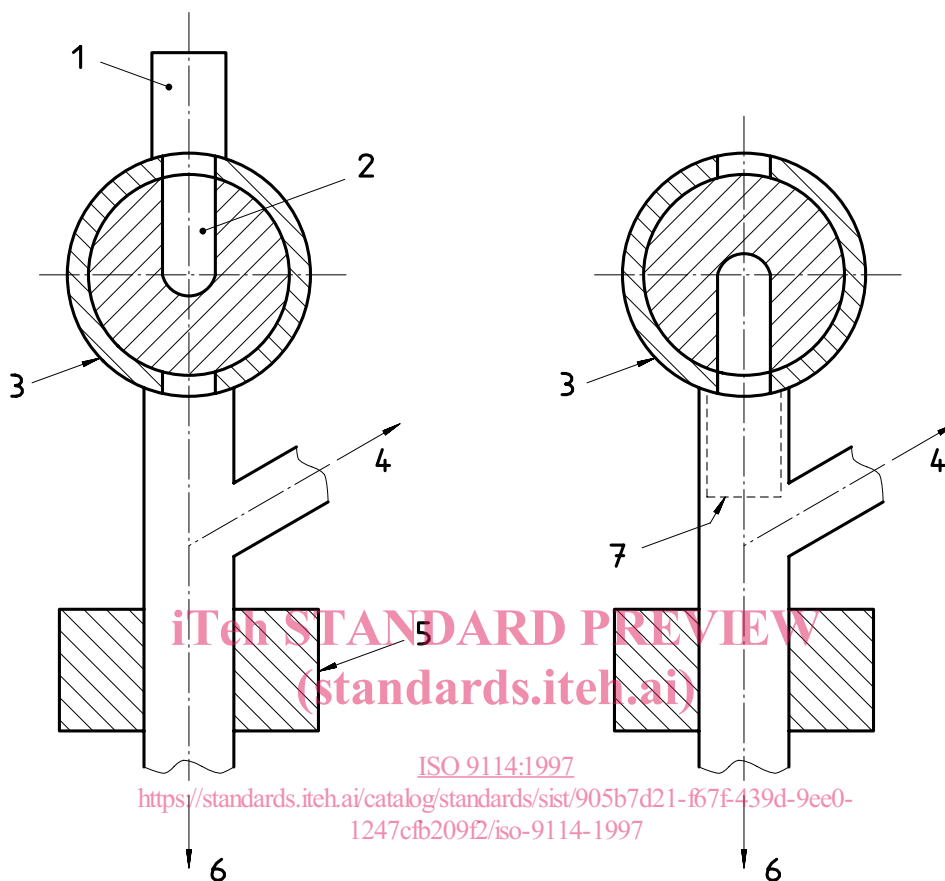


Légende

- 1 Robinet R
- 2 Éprouvette à gaz
- 3 Robinet R₁
- 4 Vase de réaction
- 5 Bouchon à deux positions
- 6 Flacon d'équilibrage

Figure 1 — Schéma de l'appareil

5.2 Robinet R₁, composé d'un bouchon imperméable aux hydrocarbures, s'adaptant sur le vase et traversé par un dispositif en polytétrafluoroéthylène (PTFE) à deux voies, dont l'une se termine par un robinet à deux positions et l'autre relie le vase à l'éprouvette à gaz (figure 2).



Position a de la manette
Introduction des gélules
dans le robinet

Position b de la manette
La gélule tombe
dans le vase de réaction

Légende

- 1 Manette permettant de faire tourner le robinet de 180°
- 2 Sas d'introduction des gélules
- 3 Robinet
- 4 Vers l'éprouvette à gaz
- 5 Bouchon de fermeture du bécher
- 6 Vers le vase de réaction
- 7 Manette du robinet

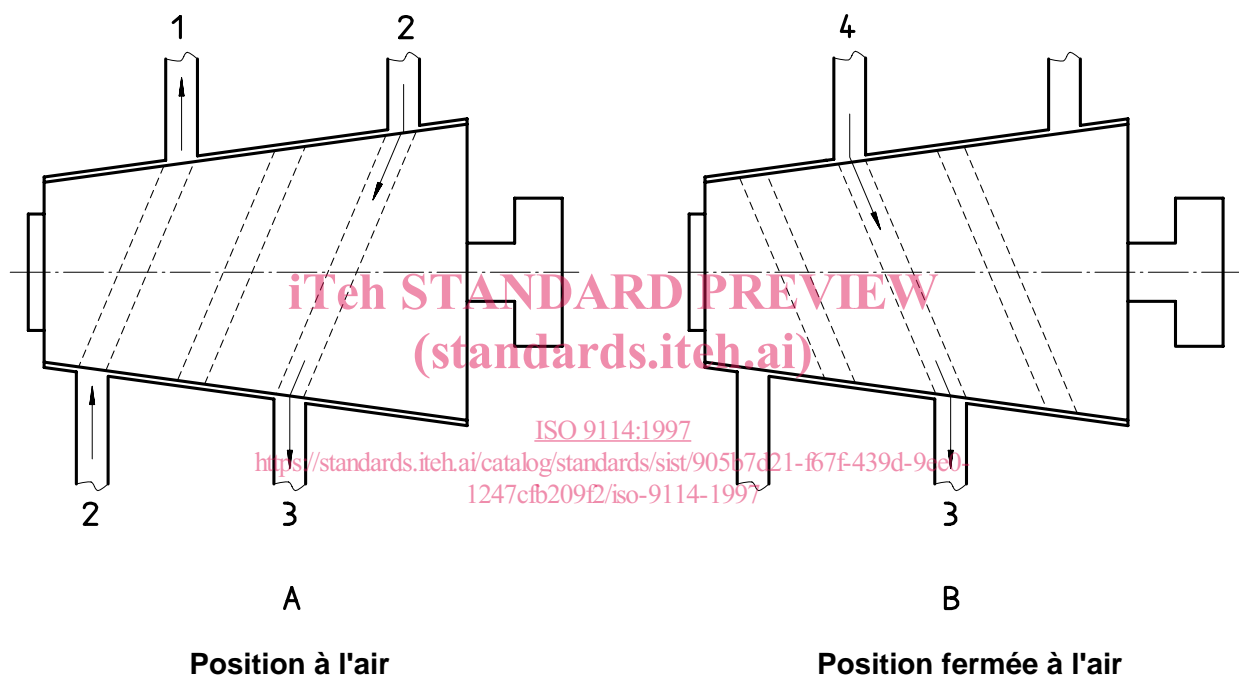
Figure 2 — Ensemble R₁ — Bouchon et dispositif à deux voies

5.3 Éprouvette à gaz, graduée de 0 % à 1,0 % H₂O par division de 0,01 % volume, équipée à son orifice supérieur d'un robinet R₂ relié au robinet R₁ par un tube en matière plastique souple, imperméable aux hydrocarbures.

La graduation de 1 % correspond au volume d'hydrogène qu'aurait dégagé, dans les conditions normales (20 °C et 101,325 kPa) la réaction de l'hydrure de calcium sur une prise d'essai de 20 ml à 1,0 % (V/V) d'eau.

Le robinet R₂ a deux positions possibles (figure 3):

- position «A», dans laquelle les gaz du vase et de la burette sont libérés dans l'atmosphère;
- position «B», dans laquelle le contenu gazeux du vase et de la burette sont isolés de l'atmosphère.



Légende

- 1 Vers robinet R₁ et vase de réaction
- 2 Air
- 3 Vers l'éprouvette à gaz
- 4 Du robinet R₁ et du vase de réaction

Figure 3 — Schéma du robinet R₂ dans ses deux positions

5.4 Flacon d'équilibrage, relié à la base de l'éprouvette à gaz par un tube en matière plastique souple, résistant aux hydrocarbures, rempli d'un liquide (4.2) permettant d'équilibrer les pressions à l'intérieur de l'appareil.

La hauteur de ce flacon est réglable, ce qui permet d'équilibrer les niveaux des liquides.

Deux positions sont possibles pour le bouchon du flacon d'équilibrage (figure 4):

- position « α » (ouvert): pour mettre le flacon d'équilibrage à l'atmosphère (position de travail);
- position « β » (fermé): pour isoler l'atmosphère intérieure du flacon d'équilibrage (position de stockage et de transport).

Pour une manipulation aisée, il est bon que l'appareillage puisse être disposé dans une mallette portable, ou dans une boîte.

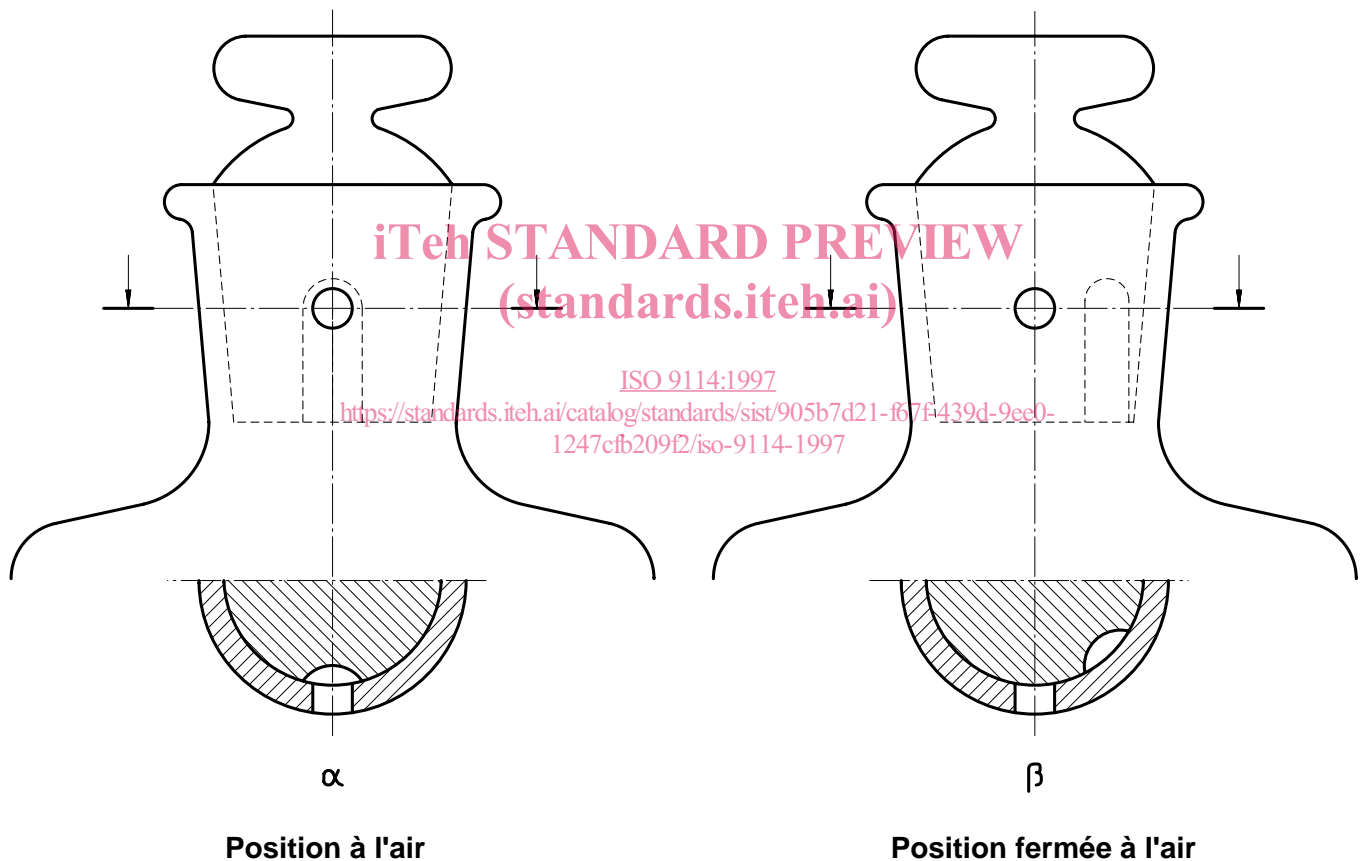


Figure 4 — Schéma du bouchon du flacon d'équilibrage dans ses deux positions

6 Échantillonnage (voir annexe A)

La teneur en eau d'un échantillon de pétrole brut dépend des conditions de prélèvement de celui-ci. La teneur en eau par cette méthode est largement dépendante de la représentativité de l'échantillon, et il faut veiller tout particulièrement à ce que l'échantillon prélevé soit représentatif de la cargaison.

La méthode de traitement, d'homogénéisation et de transfert des échantillons est donnée dans l'annexe A.

6.1 Généralités

On entend par échantillonnage toutes les étapes nécessaires pour obtenir une portion représentative du produit contenu dans un pipeline, un réservoir ou tout autre dispositif, et pour la transférer dans un récipient d'essai en laboratoire.

6.2 Échantillon pour laboratoire

Seuls les échantillons représentatifs obtenus selon les principes énoncés dans l'ISO 3170 ou l'ISO 3171 doivent être utilisés pour les besoins de la présente Norme internationale. Avant de prélever la prise d'essai sur l'échantillon reçu par le laboratoire, il faut homogénéiser l'échantillon en suivant le mode opératoire décrit dans l'annexe A.

6.3 Prise d'essai

Il s'agit de l'aliquote prélevée pour l'analyse sur l'échantillon pour laboratoire. La prise d'essai doit être intégralement utilisée dans l'analyse.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareillage

Il est essentiel que tous les raccords verre et caoutchouc soient étanches aux gaz, et que le vase de réaction soit propre et sec avant chaque analyse.

Pour cela, effectuer les opérations suivantes avant chaque détermination:

7.1.1 Laver le vase de réaction à l'heptane puis à l'acétone et le sécher par un jet d'air sec ou un essuyage minutieux à l'aide d'un papier.

7.1.2 Nettoyer le robinet R₁ avec de l'heptane et le graisser soigneusement avec la graisse silicone (4.7) (cette étape est essentielle car ce robinet peut être facilement pollué par des traces d'hydrure de calcium, cause possible de fuites de gaz).

7.1.3 Examiner l'état des tubes en matière plastique. Si nécessaire, les remplacer par un tube neuf fait d'un matériau équivalent et ayant des dimensions proches.

7.1.4 Contrôler l'aspect de l'huile minérale contenue dans le flacon d'équilibrage et la burette à gaz. Si elle est polluée, la remplacer par un volume équivalent d'huile minérale propre (4.2).

7.1.5 S'assurer de l'étanchéité aux gaz de l'appareil. Ouvrir le robinet et abaisser le flacon d'équilibrage. Fermer et relever le flacon d'équilibrage tout en observant le niveau de l'huile minérale. Si ce niveau varie, c'est que l'appareillage a une fuite. Répéter les étapes 7.1.1 à 7.1.4 jusqu'à étanchéité de l'appareillage.

7.2 Mise en œuvre de l'analyse

7.2.1 Immédiatement après l'agitation, verser avec précaution le volume nécessaire d'échantillon prescrit (voir tableau 1), ou une masse pesée avec précision de l'échantillon équivalente à ce volume, dans le vase de réaction. En cas d'utilisation d'une pipette, nettoyer celle-ci avec une petite quantité de kérosène sec (4.4).