
**Pétrole brut et fuel-oils — Détermination
de la teneur en sédiments — Méthode par
extraction**

*Crude petroleum and fuel oils — Determination of sediment — Extraction
method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3735:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-aeff0-44f4-bccf-7c77b67ce2fb/iso-3735-1999>



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 3735 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 résolution des divergences*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3735:1975), dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3735:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-aeff0-44f4-bccf-7c77b67ce2fb/iso-3735-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-aeff0-44f4-bccf-7c77b67ce2fb/iso-3735-1999>

© ISO 1999

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Pétrole brut et fuel-oils — Détermination de la teneur en sédiments — Méthode par extraction

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractères dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée 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 sédiments du pétrole brut et des fuel-oils par extraction au toluène. La fidélité s'applique à un intervalle de teneur en sédiments compris entre 0,01 % (*m/m*) et 0,40 % (*m/m*), bien que des niveaux plus élevés puissent être déterminés.

NOTE 1 Si la présente Norme internationale est appliquée aux échantillons de pétrole brut contenant des quantités significatives de sels, une surestimation de la teneur en sédiments peut être obtenue parce qu'une certaine quantité des sels non organiques peut être retenue dans la cartouche d'extraction. Ce problème n'est en général pas significatif pour les échantillons de pétrole brut contenant moins de 0,1 % (*m/m*) de sels totaux.

NOTE 2 Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes «% (*m/m*)» et «% (*V/V*)» sont utilisés pour représenter respectivement les fractions massiques et volumiques des produits.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-aeff0-44f4-bccf-7c77b67ce2fb/iso-3735-1999>

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 1773:1997, *Verrerie de laboratoire — Fioles coniques et ballons à col étroit.*

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

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

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

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

3 Principe

Dans une cartouche d'extraction en matière réfractaire, une prise d'essai est extraite avec du toluène chaud jusqu'à ce que le résidu atteigne une masse constante.

4 Produits et réactifs

4.1 **Méthylbenzène (toluène)** ($C_6H_5CH_3$), conforme à la qualité 2 de l'ISO 5272.

5 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, ainsi que

5.1 **Appareil d'extraction**, tel que représenté aux figures 1 et 2, et comprenant les éléments décrits de 5.1.1 à 5.1.6.

5.1.1 **Récipient d'extraction**, conique, à col large (Erlenmeyer), de capacité 1 litre, et conforme aux exigences de l'ISO 1773, mais avec un col dont le diamètre externe est de 50 mm minimum.

5.1.2 **Réfrigérant**, ayant la forme d'un serpentin métallique de diamètre 25 mm environ et de longueur 50 mm environ, rattaché à un couvercle de diamètre suffisant pour recouvrir le col du flacon comme le montre la figure 1. Le serpentin doit être fabriqué à partir d'un tube en acier inoxydable, en étain, en laiton ou en cuivre étamé, de diamètre extérieur 5 mm à 8 mm et d'épaisseur de paroi 1,5 mm environ. Si le serpentin est fabriqué en laiton ou en cuivre étamé, l'étamage doit présenter une épaisseur minimale de 0,075 mm.

NOTE La surface de serpentin développée aux fins de refroidissement est de 115 cm² environ.

5.1.3 **Cartouche d'extraction**, poreuse, en matière réfractaire, de porosité P 16 selon l'ISO 4793, de diamètre 25 mm sur 70 mm de hauteur, de masse comprise entre 15 g et 17 g, limites incluses. La cartouche doit être suspendue au serpentin à l'aide d'un panier et située à peu près à mi-chemin entre la surface du solvant d'extraction (4.1) et l'extrémité inférieure du réfrigérant à serpentin (5.1.2).

5.1.4 **Panier support de cartouche**, inoxydable, en platine, en acier inoxydable, ou en autre matière similaire. Il doit être conforme au dessin et aux dimensions indiquées sur la figure 2.

5.1.5 **Coupelle à eau**, utilisée pour les essais d'échantillons ayant une teneur en eau excédant 10 % (V/V) [voir figure 1b)]. La coupelle doit être en verre, de forme conique, de diamètre 20 mm environ et de profondeur 25 mm, pour une capacité de 3 ml environ. Un crochet en verre doit être soudé sur le bord supérieur, de forme telle que, lorsque la coupelle est suspendue au réfrigérant, son bord supérieur se trouve dans un plan horizontal.

Dans ces montages, le panier de la cartouche doit être suspendu soit comme le montre la figure 1a), à l'aide d'un fil inoxydable enroulé autour de l'extrémité inférieure du réfrigérant à serpentin et attaché aux montants du panier, soit comme le montre la figure 1b), où les fils qui maintiennent le panier sont attachés aux crochets soudés à la face interne du couvercle du réfrigérant.

5.1.6 **Source de chaleur**, appropriée pour vaporiser le toluène.

NOTE On utilise une plaque chauffante de préférence.

5.2 **Balance analytique**, ayant une précision de lecture de 0,1 mg.

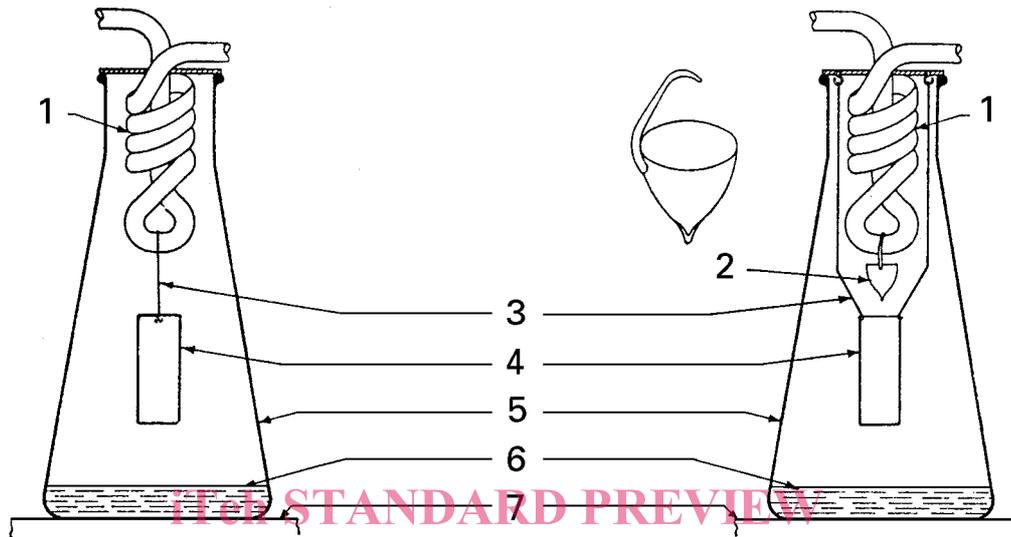
5.3 **Mélangeur ne provoquant pas d'aération**, remplissant les conditions d'efficacité d'homogénéisation spécifiées dans l'ISO 3170 et dans l'ISO 3171.

NOTE Les mélangeurs intégrés et les mélangeurs à circulation externe sont acceptables à condition qu'ils remplissent le critère précédent.

5.4 **Étuve**, capable de maintenir une température de 115 °C à 120 °C.

5.5 **Enceinte de refroidissement**, consistant en un dessiccateur sans agent desséchant.

5.6 **Thermomètre**, capable de mesurer la température de l'échantillon à 1 °C près.



a) Teneur en eau $\leq 10\%$ (V/V)

b) Teneur en eau $> 10\%$ (V/V)

ISO 3735:1999

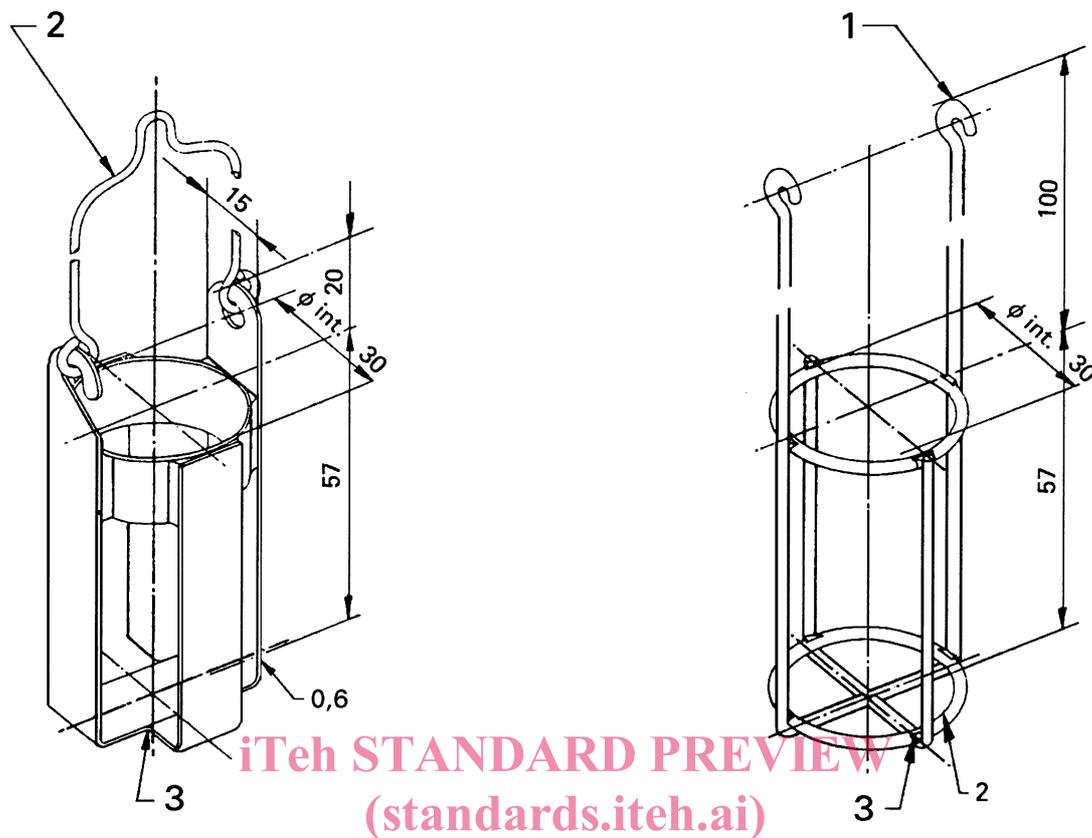
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-aeef0-44f4-bccf-7c77b67ce2fb/iso-3735-1999>

Légende

- 1 Réfrigérant
- 2 Coupelle à eau
- 3 Fil
- 4 Cartouche d'extraction dans son panier
- 5 Récipient d'extraction
- 6 Solvant
- 7 Dessus de plaque chauffante

Figure 1 — Appareil d'extraction montrant en b) la coupelle à eau en position

Dimensions en millimètres



a) Support à bandes

ISO 3735:1999

b) Support à tiges

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-aef0-44f4-bccf-7c77b67ce2fb/iso-3735-1999>

Légende

- 1 Fixation par les crochets à la face interne du couvercle du réfrigérant
- 2 Suspension par l'enroulement du réfrigérant
- 3 Soudures à l'argent pour tous les joints

Figure 2 — Panier support de cartouche

6 Échantillons et échantillonnage

6.1 Sauf indication contraire, les échantillons doivent être prélevés conformément aux modes opératoires prescrits dans l'ISO 3170 ou dans l'ISO 3171.

6.2 Les prises d'essai faites sur les échantillons de laboratoire doivent être extraites immédiatement après une homogénéisation soignée. Chauffer les échantillons visqueux à une température les rendant liquides, et homogénéiser, en utilisant le mélangeur (5.3) si nécessaire (voir 6.3).

On rencontre de grandes difficultés pour obtenir une prise d'essai représentative pour cette détermination, d'où la nécessité d'une grande attention lors de l'homogénéisation et des opérations de prélèvement de fractions aliquotes.

6.3 Noter la température de l'échantillon avant l'homogénéisation. Mélanger l'échantillon de laboratoire dans son récipient originel en utilisant le temps d'homogénéisation, la puissance d'homogénéisation (vitesse) et la position relative au fond du conteneur approprié au pétrole brut ou au fuel-oil soumis à l'analyse, et comme cela a été établi lors de la vérification des exigences d'efficacité de mélange données dans l'ISO 3170 et dans l'ISO 3171. Pour éviter la perte de fractions légères des pétroles bruts ou d'autres échantillons contenant des produits volatils, faire

fonctionner le mélangeur à travers un joint souple dans la fermeture du récipient contenant l'échantillon. Effectuer la prise d'essai pour analyse immédiatement après l'homogénéisation. Noter la température de l'échantillon après l'homogénéisation. Si la hausse de température après l'homogénéisation dépasse 10 °C, refroidir l'échantillon et répéter l'homogénéisation à une énergie d'entrée inférieure.

NOTE Une hausse de température supérieure à 10 °C peut entraîner une baisse de la viscosité suffisante pour permettre aux sédiments de retomber.

7 Choix des cartouches et préparation

7.1 Choix des cartouches

Choisir une cartouche neuve ou usagée. Les exigences relatives aux cartouches neuves sont données en 5.1.3.

Utiliser des cartouches neuves pour les essais d'arbitrage.

NOTE Des cartouches usagées peuvent être utilisées pour les essais de routine. En cas de réutilisation de cartouches, on considère l'extraction à masse constante pour une détermination comme l'extraction préliminaire de la détermination suivante. Après plusieurs déterminations, la quantité de sédiments accumulée peut être suffisante pour interférer avec les déterminations ultérieures, et il convient de suivre la procédure décrite en 7.3.

7.2 Préparation d'une cartouche neuve

Frotter la face externe de la cartouche avec du papier de verre fin, et éliminer toutes les matières s'en étant détachées avec une brosse dure. Placer la cartouche dans l'appareil d'extraction (5.1) et extraire au toluène (4.1), en laissant le solvant s'égoutter de la cartouche durant 1 h au moins. Sécher la cartouche durant 1 h dans l'étuve (5.4), la laisser refroidir dans l'enceinte (5.5) durant 1 h et la peser à 0,1 mg près. Répéter l'extraction et les étapes de refroidissement jusqu'à ce que la masse de la cartouche, après deux extractions successives, ne diffère pas de plus de 0,2 mg.

7.3 Préparation d'une cartouche usagée

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-ae0-44f4-bccf-7c77b67ce2f/iso-3735-1999>

Retirer la partie combustible des sédiments accumulés en chauffant la cartouche à la chaleur rouge mat durant 20 min. Extraire, refroidir et peser à masse constante en suivant la procédure décrite en 7.2.

NOTE Un four électrique maintenu à 750 °C environ convient pour chauffer la cartouche.

8 Mode opératoire

8.1 Placer dans la cartouche d'extraction (5.1.3) une prise d'essai de 10 g environ aussitôt après avoir agité l'échantillon de laboratoire. Ne pas essayer de prélever une prise d'essai d'une masse prédéterminée exacte.

Peser la cartouche et la prise d'essai à 0,01 g près. Ajouter 150 ml à 200 ml de toluène (4.1) dans le flacon, placer la cartouche dans l'appareil d'extraction (5.1), placer sur la source de chaleur (5.1.6) et procéder à l'opération d'extraction avec du toluène chaud et la continuer durant 30 min après que le solvant tombant de la cartouche soit incolore.

Vérifier que l'allure de l'extraction est telle que la surface du mélange de pétrole brut ou fuel-oil et de toluène dans la cartouche se maintienne à environ 20 mm du bord supérieur.

8.2 Lorsque la teneur en eau de l'échantillon est connue, ou que l'on soupçonne qu'elle soit au-dessus de 10 % (V/V), utiliser le montage représenté à la figure 1b).

NOTE Dans ce mode opératoire, toute l'eau de la prise d'essai est extraite avec son azéotrope toluénique et est recueillie dans la coupelle à eau où elle se sépare du toluène et constitue la couche inférieure. La couche de toluène est la couche supérieure.

Si la coupelle est remplie d'eau, refroidir l'appareil et vider la coupelle.

8.3 Quand l'extraction est terminée, sécher la cartouche durant 1 h dans l'étuve (5.4), la laisser refroidir durant 1 h dans l'enceinte (5.5) et la peser à 0,1 mg près.

8.4 Répéter l'extraction, en laissant le solvant s'écouler de la cartouche durant 1 h au moins, mais pas plus de 1 h 15 min. Ensuite, sécher, laisser refroidir et peser la cartouche comme décrit en 8.3. Répéter cette extraction par périodes de 1 h, s'il y a lieu, jusqu'à ce que la masse de la cartouche séchée augmentée de celle des sédiments ne diffère pas de plus de 0,2 mg entre deux extractions successives.

9 Calculs

Calculer la teneur en sédiments, S , en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation suivante:

$$S = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

- m_1 est la masse, en grammes, de la cartouche;
- m_2 est la masse, en grammes, de la cartouche et de la prise d'essai;
- m_3 est la masse, en grammes, de la cartouche et des sédiments.

10 Expression des résultats

Indiquer la teneur en sédiments de l'échantillon, en tant que «sédiments par extraction», en pourcentage en masse arrondi à 0,01 % (m/m) près.

Indiquer que «l'opération d'homogénéisation de l'échantillon a été effectuée selon le mode opératoire prescrit dans l'ISO 3170, ou dans l'ISO 3171».

Indiquer la température de l'échantillon avant et après l'homogénéisation.

11 Fidélité

11.1 Généralités

La fidélité de la méthode, obtenue par un examen statistique de résultats d'essais interlaboratoires d'une matrice d'échantillons ayant des teneurs en sédiments de 0,01 % (m/m) à 0,40 % (m/m), est donnée en 11.2 et 11.3.

11.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne devrait pas, à long terme et en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, excéder la valeur ci-dessous plus d'une fois sur 20.

$$r = 0,017 + 0,255 \bar{S}$$

où \bar{S} est la moyenne, en pourcentage en masse, des valeurs comparées.

11.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit ne devrait pas, à long terme et en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, excéder la valeur ci-dessous plus d'une fois sur 20.

$$R = 0,033 + 0,255 \bar{S}$$

où \bar{S} est la moyenne, en pourcentage en masse, des valeurs comparées.

12 Rapport d'essai

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

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires à une identification complète du produit soumis à l'essai;
- c) le résultat de l'essai (voir article 10);
- d) toute modification du mode opératoire prescrit, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- e) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3735:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18b7c7bd-ae0-44f4-bccf-7c77b67ce2fb/iso-3735-1999>