

NORME INTERNATIONALE **ISO** 3733



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Produits pétroliers et produits bitumineux — Détermination de la teneur en eau — Méthode par distillation

Petroleum products and bituminous materials — Determination of water — Distillation method

Première édition — 1976-02-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3733:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/963c7a5a-0579-44c2-be3-7f19cbde4638/iso-3733-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/963c7a5a-0579-44c2-be3-7f19cbde4638/iso-3733-1976>

CDU 665.7 : 543.812.2

Réf. n° : ISO 3733-1976 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, bitume, pétrole brut, goudron, hydrocarbure, analyse chimique, dosage, eau, méthode par distillation.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 3733 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*, et soumise aux Comités Membres en octobre 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Autriche	Iran	Tchécoslovaquie
Belgique	Irlande	Turquie
Brésil	Israël	U.R.S.S.
Bulgarie	Japon	U.S.A.
Canada	Pays-Bas	Yougoslavie
Chili	Pologne	
Espagne	Portugal	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Produits pétroliers et produits bitumineux — Détermination de la teneur en eau — Méthode par distillation

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en eau du pétrole brut, des goudrons et des produits dérivés de ces matières, à l'exception des émulsions bitumineuses.

Les produits spécifiques énumérés en 8.1.1 représentent la gamme des matières dont il a été tenu compte pour la mise au point des détails de la présente méthode.

2 RÉFÉRENCES

ISO 3170, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Échantillonnage manuel.*

ISO 3171, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Échantillonnage automatique en oléoducs.*

ISO 5272, *Toluène — Spécifications.*¹⁾

ISO 5280, *Xylène — Spécifications.*¹⁾

ISO . . . , *Produits pétroliers solides — Échantillonnage.*¹⁾

3 PRINCIPE

La prise d'essai est chauffée sous reflux avec un solvant non miscible dans l'eau qui codistille avec l'eau contenue dans la prise d'essai. Le solvant condensé et l'eau sont séparés en continu dans un tube de recette, l'eau restant dans la partie graduée du tube de recette et le solvant retournant dans l'appareil de distillation.

4 LIQUIDE SOLVANT-EXTRACTEUR

4.1 On peut utiliser n'importe quel solvant à base d'hydrocarbure, exempt d'eau, dans l'intervalle de distillation 100 à 200 °C. Avec des pétroles bruts asphaltiques, des fuel-oils résiduels et des bitumes, il est souhaitable d'employer des solvants aromatiques afin d'éviter une séparation des asphaltènes. Pour ce qui concerne la détermination de la teneur en eau de certaines graisses lubrifiantes, des distillats de pétrole à intervalle de distillation étroit (4.3) se sont révélés nécessaires.

4.2 Les solvants suivants ont été jugés convenables :

- Toluène — ISO 5272, qualité 2.
- Xylène — ISO 5280.
- Coupes de distillat de pétrole dans l'intervalle de distillation 100 à 200 °C.

ATTENTION — Les vapeurs de toluène sont toxiques, et il faut prendre garde de ne pas les respirer. Il faut, en particulier, éviter tout risque de projection, dans les yeux, de toluène ou de tout autre solvant spécifié.

4.3 Distillats de pétrole à intervalle de distillation étroit. Utiliser soit

- essence minérale distillant entre 100 et 120 °C, soit
- iso-octane, de pureté égale ou supérieure à 95 %.

1) En préparation.

5 APPAREILLAGE

5.1 L'appareillage comprend un récipient de distillation en verre ou en métal, un élément chauffant, un réfrigérant à reflux de longueur minimale de chemise 400 mm, et un tube de recette en verre gradué. Le récipient de distillation, le tube de recette et le réfrigérant peuvent être reliés par n'importe quel moyen approprié dans la mesure où les joints sont étanches. Les joints en verre rodés sont préférables pour le verre et les joints toriques pour les connexions métal-verre. Des montages classiques sont illustrés par les figures 1 et 2.

5.1.1 Récipient de distillation

Récipient en verre ou en métal présentant un col court et un joint permettant le raccordement du tube de recette. Des récipients d'une capacité nominale de 500, 1 000 et 2 000 ml ont été jugés satisfaisants.

5.1.2 Dispositif de chauffage

Avec le récipient de distillation en verre, on peut utiliser un brûleur à gaz ou un dispositif électrique.

On doit utiliser un brûleur-couronne à gaz percé d'orifices sur sa circonférence interne avec le récipient de distillation en métal. Ce brûleur doit être de dimensions telles qu'il puisse être déplacé de haut en bas du récipient pendant les essais de matières susceptibles de former de la mousse ou de se solidifier dans l'appareil de distillation.

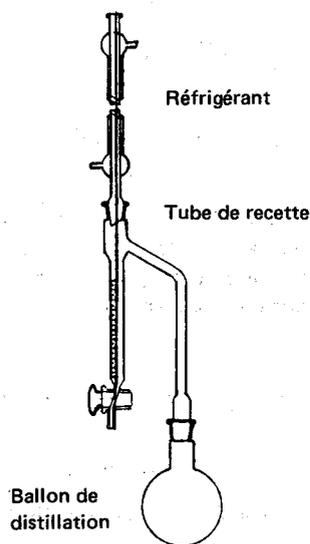


FIGURE 1 — Montage classique avec récipient de distillation en verre (appareil de Dean et Stark)

5.2 Les dimensions et les descriptions de la verrerie particulière à utiliser avec cette méthode sont illustrées par la figure 3.

5.3 Les récipients de distillation et les tubes de recette seront choisis afin de couvrir la gamme des matières et des teneurs en eau présumées. Si la quantité d'eau recueillie est susceptible de dépasser 25 ml, on peut utiliser un tube de recette d'une capacité de 25 ml équipé d'un robinet d'arrêt, l'excédent d'eau étant évacué dans une éprouvette graduée.

NOTE — Un appareillage sera jugé satisfaisant s'il permet d'obtenir des résultats précis avec la méthode d'étalonnage spécifiée dans le chapitre 7.

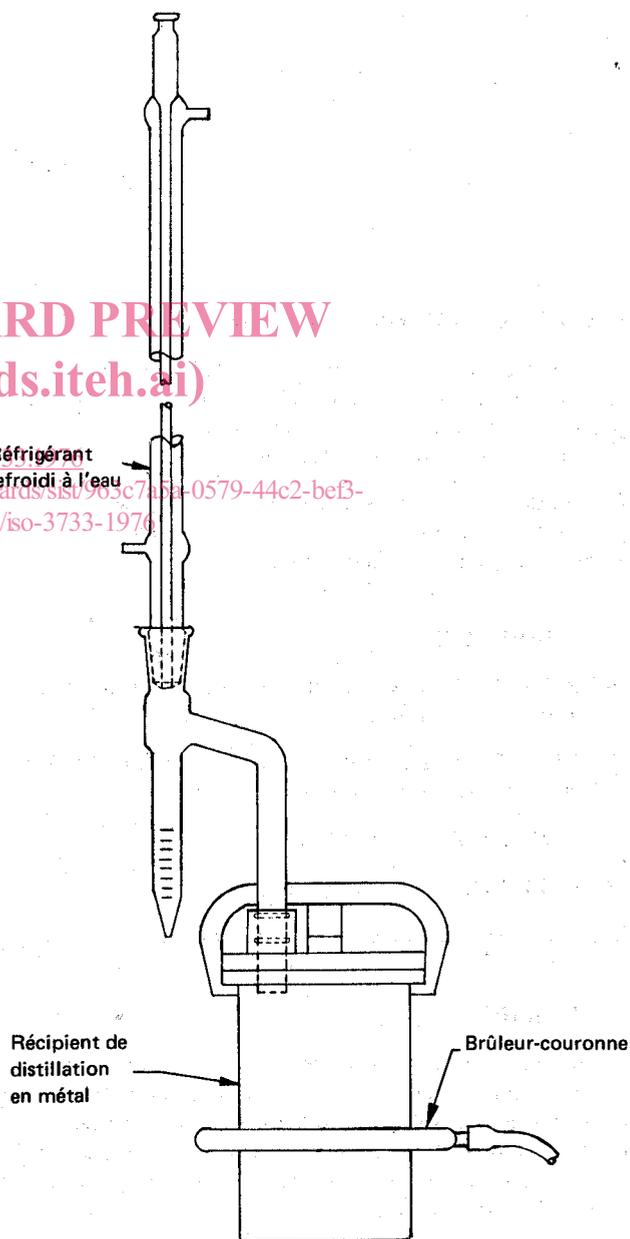
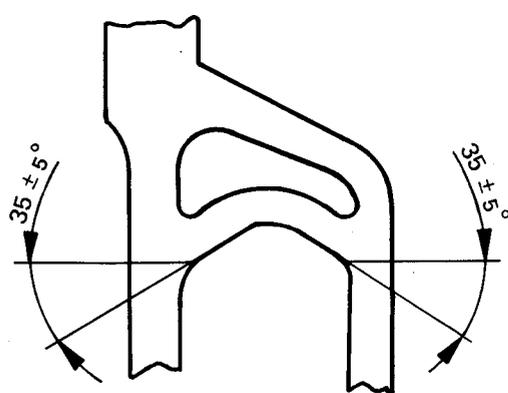


FIGURE 2 — Montage classique avec récipient de distillation en métal

Finis de la partie supérieure :
 bord en chapelet;
 ou
 joint en verre à rodage conique femelle, ISO/R 383/24/29;
 ou
 joint en verre à rodage sphérique femelle, ISO 641/35/20.

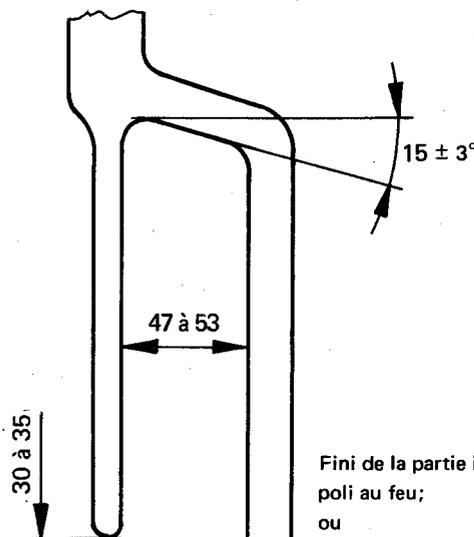
Dimensions en millimètres



Autre conception de la partie supérieure



Autre extrémité de type conique



Finis de la partie inférieure :
 poli au feu;
 ou
 joint en verre à rodage conique mâle, ISO/R 383/24/29;
 ou
 joint en verre à rodage sphérique mâle, ISO 641/35/20.

En cas de besoin, les tubes de recette de 25 ml peuvent être équipés d'un robinet d'arrêt

Caractéristiques essentielles des tubes de recette

Capacité du tube de recette, ml	5		10		25	
	0 à 5	0 à 1 >1 à 10	0 à 10	0 à 1 >1 à 25	0 à 1	>1 à 25
Échelle graduée, ml	0 à 5	0 à 1 >1 à 10	0 à 10	0 à 1 >1 à 25	0 à 1	>1 à 25
Plus petite division de l'échelle, ml	0,1	0,1 0,2	0,1	0,1 0,2	0,1	0,2
Erreur maximale d'échelle, ml	0,05	0,05 0,1	0,1	0,05 0,1	0,05	0,1
Fond du tube gradué	rond	conique	rond	conique		
Longueur de la partie graduée, mm	120 à 140	120 à 140	120 à 140	140 à 160		

Les dimensions indiquées autres que celles qui figurent dans le tableau ne sont données qu'à titre indicatif.

FIGURE 3 – Détails de tubes de recette classiques

6 ÉCHANTILLONNAGE

6.1 Échantillon pour laboratoire

Selon la nature du produit, les échantillons pour laboratoire seront prélevés conformément aux prescriptions de l'ISO 3170, de l'ISO 3171 ou de l'ISO ...

6.2 Préparation des prises d'essai

6.2.1 Les échantillons solides suffisamment friables doivent être écrasés et bien mélangés. Une prise d'essai

représentative doit alors être prélevée à partir de ce mélange.

6.2.2 Les échantillons liquides doivent être soigneusement mélangés, après chauffage s'il y a lieu, de façon à garantir une bonne homogénéité. Une prise d'essai représentative doit alors être prélevée à partir de l'échantillon ainsi mélangé.

NOTE – S'il y a un doute quelconque quant à l'homogénéité de la prise d'essai préparée conformément aux prescriptions de 6.2.1 ou de 6.2.2, les déterminations se feront sur plusieurs prises d'essai et la moyenne des résultats sera rapportée comme étant la teneur en eau.

7 ÉTALONNAGE

7.1 Un appareillage donné sera jugé satisfaisant s'il permet d'obtenir des lectures exactes après addition de quantités connues d'eau distillée ou déminéralisée, à l'aide d'une burette ou d'une pipette étalonnée à une huile minérale claire, le mélange étant soumis à l'essai conformément aux prescriptions du chapitre 8.

7.2 Les lectures seront jugées exactes si les limites admissibles indiquées dans le tableau 1 pour les tubes de recette gradués de diverses dimensions ne sont pas dépassées.

7.3 Toute lecture au-delà des limites admissibles laisse supposer un mauvais fonctionnement dû à des fuites de vapeurs, à une ébullition trop rapide, à des imprécisions dans l'étalonnage du tube de recette, ou à la prise d'humidité extérieure. Supprimer ces facteurs avant de refaire l'étalonnage.

TABLEAU 1 – Limites admissibles

Capacité du tube de recette à 20 °C ml	Volume d'eau ajouté dans le récipient à 20 °C ml	Limites admissibles pour l'eau récupérée à 20 °C ml
5	1	1 ± 0,1
10	1	1 ± 0,1
10	5	5 ± 0,2
25	12	12 ± 0,2

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Mesurer une prise d'essai de 100 ml ou de 100 g avec une précision de ± 1 % et la transférer dans le récipient de distillation.

8.1.1 Pour les produits liquides peu visqueux, utiliser une éprouvette graduée d'une capacité appropriée. Rincer le produit qui adhère à l'éprouvette avec une fraction de 50 ml ou deux fractions de 25 ml de liquide solvant-extracteur, celui-ci étant l'un des produits énumérés dans le chapitre 4 et correspondant le mieux, d'après le tableau 2, au produit particulier soumis à l'essai. Bien vider l'éprouvette après le transfert de la prise d'essai et après chaque rinçage.

TABLEAU 2 – Types de liquide solvant-extracteur

Type de liquide solvant-extracteur	Produits
Aromatique	produits bitumineux, à l'exception des émulsions
Distillat de pétrole	pétrole brut, bitumes fluxés, fuels-oils, huiles lubrifiantes et sulfonates de pétrole
Distillat de pétrole à intervalle de distillation étroit	graisses lubrifiantes

8.1.2 Peser les produits solides ou visqueux directement dans le récipient de distillation et y ajouter 100 ml du liquide solvant-extracteur choisi.

8.1.3 S'il s'agit d'un produit à faible teneur en eau, lorsque des prises d'essai importantes sont utilisées, il peut être nécessaire d'employer plus de 100 ml de solvant-extracteur.

8.1.4 On peut ajouter des billes en verre ou d'autres adjuvants de distillation, s'il y a lieu, pour réduire les gros bouillons.

8.2 Assembler les composants de l'appareil comme le montrent les figures 1 et 2, en choisissant le tube de recette en fonction de la teneur en eau présumée de l'échantillon et en s'assurant que tous les raccords sont étanches à la vapeur et au liquide. Si l'on utilise un récipient de distillation en métal avec un couvercle amovible, introduire un joint ou un papier fort imprégné de solvant entre le corps du récipient de distillation et le couvercle. Le tube du réfrigérant et le tube de recette doivent être chimiquement propres afin d'assurer un libre écoulement de l'eau dans le fond du tube de recette. Appliquer un tampon de coton lâche sur le dessus du réfrigérant afin d'éviter que l'humidité atmosphérique ne se condense à l'intérieur. Faire circuler de l'eau froide dans la chemise du réfrigérant.

8.3 Chauffer le récipient de distillation, en réglant l'ébullition de sorte que le distillat condensé s'échappe du réfrigérant au rythme de 2 à 5 gouttes par seconde. Si l'on utilise un récipient de distillation en métal, il faut commencer le chauffage à l'aide du brûleur-couronne à environ 75 mm au-dessus du fond du récipient de distillation, puis abaisser progressivement le brûleur au fur et à mesure que la distillation se déroule. Poursuivre la distillation jusqu'à ce qu'on ne voie plus d'eau dans aucune partie de l'appareil à l'exception du tube de recette, et que le volume de l'eau dans celui-ci reste constant durant 5 min. Si un anneau d'eau persiste dans le tube du réfrigérant, augmenter prudemment la vitesse de distillation ou bien couper l'eau du réfrigérant durant quelques minutes.

8.4 Lorsque le transfert de l'eau est terminé, laisser le tube de recette et son contenu refroidir jusqu'à la température ambiante. Retirer toutes les gouttes d'eau qui adhèrent aux parois du tube de recette, à l'aide d'une tige en verre ou d'un autre outil approprié, et les ramener dans la couche d'eau. Lire le volume d'eau dans le tube de recette en arrondissant à la graduation la plus proche.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la teneur en eau de l'échantillon, exprimée sous la forme d'un pourcentage en masse ou en volume, selon la

base sur laquelle la prise d'essai a été prélevée, de la manière suivante :

$$\text{teneur en eau, \% (m/m)} = \frac{V_0}{m} \times 100$$

$$\text{ou teneur en eau, \% (V/V)} = \frac{V_0}{V} \times 100$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, d'eau dans le tube de recette;

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

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

NOTE — Les matières volatiles, solubles dans l'eau, s'il y en a, peuvent être mesurées comme étant de l'eau.

10 FIDÉLITÉ

La fidélité de la méthode, si l'on utilise des tubes de recette de 10 ou 25 ml, chiffrée à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante :

10.1 Répétabilité

La différence entre des résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur utilisant 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 les valeurs suivantes qu'une fois sur vingt :

Eau recueillie

0,1 ml si la quantité d'eau recueillie est inférieure ou égale à 1,0 ml;

0,1 ml ou 2 % de la valeur moyenne, selon la valeur la plus grande, si la quantité d'eau recueillie est supérieure à 1,0 ml.

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 correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur vingt :

Eau recueillie

0,2 ml si la quantité d'eau recueillie est inférieure ou égale à 1,0 ml;

0,2 ml ou 10 % de la valeur moyenne, selon la valeur la plus grande, si la quantité d'eau recueillie est supérieure à 1,0 ml mais inférieure à 10 ml;

5 % de la valeur moyenne si la quantité d'eau recueillie est supérieure à 10 ml.

NOTE — La fidélité de la méthode, avec un tube de recette de 5 ml, n'a pas encore été établie.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Noter le résultat comme étant le pourcentage en masse ou en volume d'eau, à 0,1 % près, et faire référence à la présente Norme Internationale.

ISO 3733:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/963c7a5a-0579-44c2-bcf3-789-14638/iso-3733-1976>

789-14638/iso-3733-1976

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3733:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/963c7a5a-0579-44c2-bef3-7f19cbde4638/iso-3733-1976>