



## Pétrole brut et fuel-oils – Détermination de la teneur en eau et en sédiments – Méthode par centrifugation

*Crude petroleum and fuel oils – Determination of water and sediment – Centrifuge method*

Première édition – 1976-08-15

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3734:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e863708d-0976-4a8e-920a-f73f903b77fc/iso-3734-1976>

CDU 665.6/.7 : 543.814 : 543.812.2

Réf. n° : ISO 3734-1976 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, pétrole brut, fuel-oil, analyse chimique, dosage, eau, sédiment, méthode par centrifugation.

Prix basé sur 4 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3734 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	Ghana	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suède
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Iran	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.

# Pétrole brut et fuel-oils – Détermination de la teneur en eau et en sédiments – Méthode par centrifugation

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en eau et en sédiments du pétrole brut et des fuel-oils par centrifugation.

NOTE – L'expérience a montré que, pour certains types de pétroles bruts ou de fuel-oils, il est difficile d'obtenir une séparation totale de l'eau et des sédiments avec la présente méthode. Dans ce cas, on peut appliquer l'ISO 3733 et l'ISO 3735.

Le critère d'abandon de cette méthode doit être l'impossibilité d'obtenir soit une séparation nette, soit la répétabilité ou la reproductibilité spécifiée dans le chapitre 8.

## 2 RÉFÉRENCES

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

ISO 3735, *Pétrole brut et fuel-oils – Détermination de la teneur en sédiments – Méthode par extraction.*

ISO 5272, *Toluène – Spécifications.*<sup>1)</sup>

## 3 SOLVANT

**3.1 Toluène**, conforme à l'ISO 5272, qualité 2, sauf exception prévue en 3.2. Le solvant doit être saturé d'eau à température ambiante, mais exempt d'eau en suspension. À cet effet, il suffit d'ajouter 2 ml d'eau à 1 000 ml de solvant. Le fait d'agiter la préparation facilite la saturation, mais il faut laisser un temps suffisant de décantation pour être sûr que le solvant ne comporte pas de gouttes d'eau en suspension avant d'être utilisé.

**ATTENTION** – Le toluène est toxique. Il faut, en particulier, prendre garde à ne pas en respirer les vapeurs, et de se protéger les yeux.

**3.2** Il est reconnu que certains fuel-oils ou pétroles bruts peuvent nécessiter l'utilisation de solvants autres que le toluène. Des solvants ayant fait l'objet d'un accord entre acheteur et vendeur peuvent être utilisés, à condition qu'ils ne modifient en rien la teneur en eau et en sédiments.

**3.3 Agents désémulsionnants.** Un agent désémulsionnant peut uniquement être utilisé dans le cas où des essais en ont démontré la nécessité. Si un agent désémulsionnant est nécessaire, le type et la quantité à utiliser doivent faire l'objet d'un accord entre acheteur et vendeur.

## 4 APPAREILLAGE

**4.1 Centrifugeuse**, capable de faire tourner deux ou plusieurs tubes de centrifugation remplis à une vitesse pouvant être contrôlée de façon à développer une force centrifuge relative comprise entre 500 et 800 à la pointe des tubes. 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.

La commande de la centrifugeuse ne doit pas pouvoir entraîner l'inflammation des vapeurs de solvant au cours de l'exécution de l'essai.

La vitesse de la tête tournante se calcule de la façon suivante :

$$tr/min = 1\,336 \sqrt{\frac{fcr}{d}}$$

où

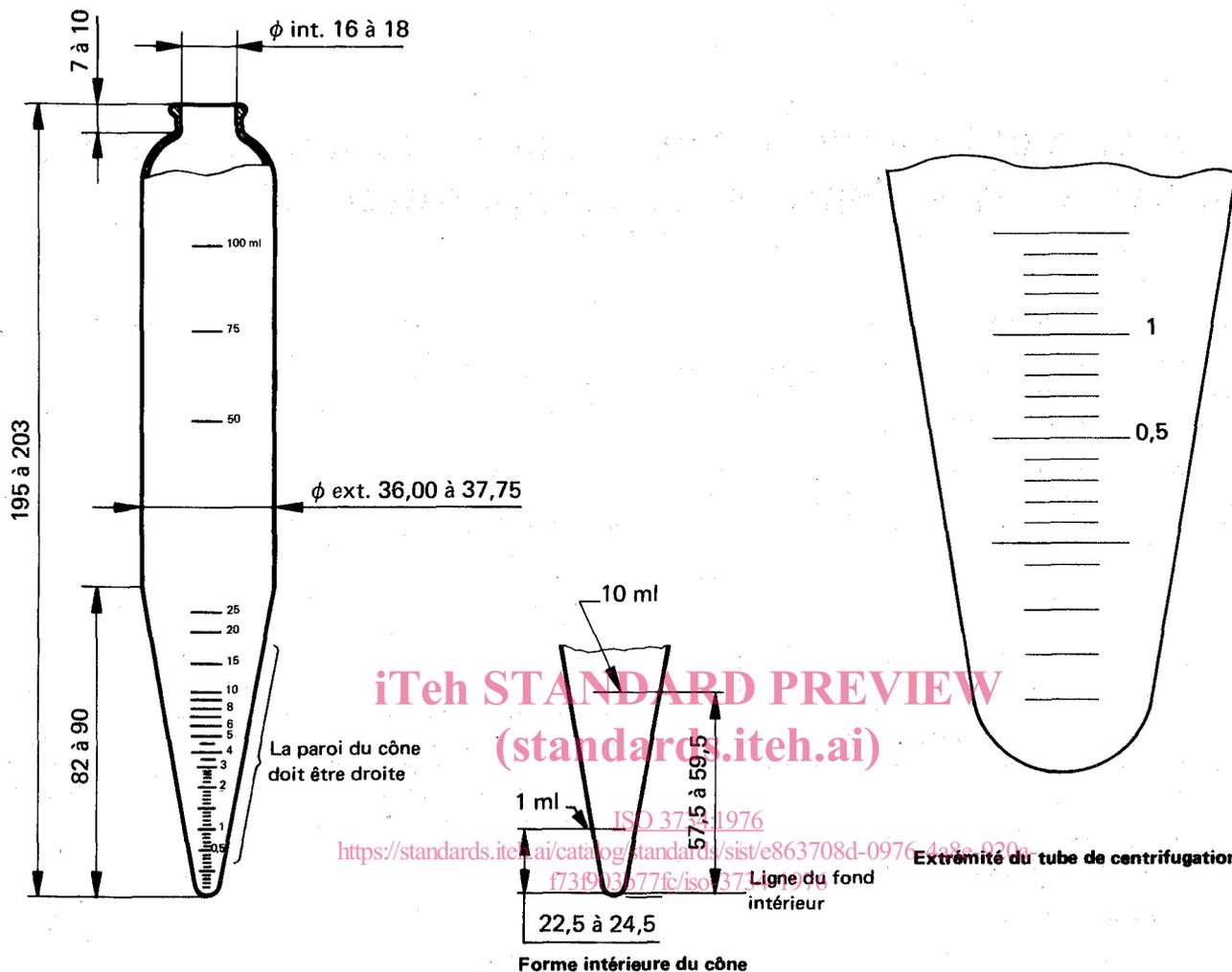
fcr est la force centrifuge relative;

*d* est le diamètre de rotation, c'est-à-dire deux fois le rayon de rotation, exprimé en millimètres, mesuré entre l'axe de rotation et la pointe du tube lorsque ce dernier est placé en position de rotation.

La centrifugeuse peut nécessiter un dispositif de chauffage pour assurer que la température ne descende pas en dessous de 46 °C au cours de l'opération de centrifugation.

1) En préparation.

Dimensions en millimètres, sauf spécification contraire



NOTE — Pour les tolérances en volume, voir tableau 1.

FIGURE 1 — Tube de centrifugation

**4.2 Tube de centrifugation**, en forme de cône, conforme aux dimensions indiquées sur la figure 1 et fabriqué 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 récemment bouillie, à 20 °C, la lecture se faisant au niveau bas du ménisque.

**4.3 Bain**, 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 les températures à 50 ± 1 °C et à 60 ± 1 °C.

**5 ÉCHANTILLONNAGE**

L'échantillon doit être en tout point représentatif du produit soumis à l'essai, et la prise d'essai elle-même doit être

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	± 1,00

en tout point représentative de l'ensemble de l'échantillon. Agiter vigoureusement l'échantillon immédiatement avant de prélever la prise d'essai. Les échantillons de produit froid doivent être chauffés afin d'en faciliter le mélange. Il est généralement difficile d'obtenir des échantillons représentatifs pour effectuer cette détermination. En conséquence, on ne saurait trop insister sur l'importance de l'échantillonnage.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

**6.1** Remplir de solvant saturé d'eau chacun des deux tubes de centrifugation (4.2) jusqu'à la graduation 50 ml; puis verser immédiatement l'échantillon bien mélangé directement du récipient d'échantillonnage dans les tubes de centrifugation jusqu'à ce que le volume total dans chaque tube soit de 100 ml (voir la note). Si un agent désémulsionnant est nécessaire, ajouter alors la quantité appropriée. Les tubes de centrifugation et leur contenu doivent être pesés et équilibrés à 0,5 g près en attachant des masses, par exemple un fil de cuivre, à l'extérieur du tube le plus léger; l'équilibrage par addition de solvant au tube le plus léger est proscrit. Bien boucher les tubes et agiter vigoureusement jusqu'à ce que leur contenu soit bien mélangé. Plonger les tubes jusqu'à la graduation 100 ml durant 10 min dans le bain maintenu à la température convenable, spécifiée en 6.2.

NOTE — Le volume du mélange prise d'essai solvant doit être lu au niveau haut du ménisque.

**6.2** La température du bain doit être réglée de façon à présenter les conditions voulues, spécifiées en a) ou en b) ci-après :

- dans le cas d'échantillons contenant des produits non paraffineux, la température, au début de chaque opération de centrifugation, doit être de  $50 \pm 1$  °C;
- dans le cas d'échantillons contenant des produits paraffineux et des produits dont le point d'écoulement est supérieur à 10 °C, la température, au début de chaque opération de centrifugation, doit être de  $60 \pm 1$  °C.

La température de la prise d'essai, au cours de l'opération de centrifugation, ne doit pas descendre en dessous de 46 °C dans l'un ou l'autre des cas a) et b).

**6.3** Retirer les tubes du bain et les renverser pour s'assurer que leur contenu est homogène.

**ATTENTION** — Un fort accroissement de la pression peut se produire dans le tube à la suite d'un accroissement de la pression de vapeur du solvant en fonction de la montée en température.

**6.4** Placer les tubes dans les porte-tubes qui se font face dans la centrifugeuse afin d'établir un équilibre et les faire tourner durant 10 min à une vitesse, calculée d'après l'équation donnée en 4.1, suffisante pour développer une force centrifuge relative comprise entre 500 et 800 à la pointe des tubes en rotation (voir tableau 2 en ce qui concerne le rapport entre le diamètre de rotation, la force centrifuge relative (fcr) et le nombre de tours par minute).

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 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 1). Remettre les tubes dans la centrifugeuse, sans les agiter, et les centrifuger durant 10 min à la même vitesse. 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.

NOTE — 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.

TABLEAU 2 — Fréquences de rotation applicables à des centrifugeuses pour différents diamètres de rotation

Diamètre de rotation mm	Fréquence de rotation pour développer une force centrifuge relative de 500 tr/min	Fréquence de rotation pour développer une force centrifuge relative de 800 tr/min
450	1 410	1 780
500	1 340	1 690
550	1 280	1 610
600	1 235	1 542

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

**7.1** 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 et au-dessous, les lectures sont inadmissibles et la détermination doit être recommencée.

**7.2** Exprimer la somme de deux lectures admissibles (voir 7.1) comme étant le pourcentage en volume d'eau et de sédiments; reporter les résultats comme indiqué dans le tableau 3.

TABLEAU 3 — Expression des résultats

Lecture en ml			Pourcentage en volume d'eau et de sédiments
Tube 1	Tube 2	Total	
Ni eau, ni sédiments visibles	Ni eau, ni sédiments visibles	—	0 (Zéro)
Ni eau, ni sédiments visibles	0,025	0,025	0,05
0,025	0,025	0,05	0,05
0,025	0,05	0,075	0,10
0,05	0,05	0,10	0,10
0,05	0,075	0,125	0,15
0,075	0,075	0,15	0,15
0,075	0,10	0,175	0,20
0,10	0,10	0,20	0,20
0,10	0,15	0,25	0,25
etc.			

## 8 FIDÉLITÉ

La fidélité de la méthode, chiffrée à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante :

### 8.1 Répétabilité

La différence entre des résultats 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 normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser qu'une fois sur vingt les valeurs de répétabilité portées sur la figure 2.

### 8.2 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 de reproductibilité portées sur la figure 2.

## 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations suivantes :

- a) référence à la présente Norme Internationale;

<https://standards.itel.ai/catalog/standards/sist/e863708d-0976-4a8e-920a-f73f903b77fc/iso-3734-1976>

- b) résultats de l'essai conformément aux prescriptions du chapitre 7;
- c) solvant utilisé, s'il ne s'agit pas du toluène;
- d) nom et quantité d'agent désémulsifiant, le cas échéant;
- e) température du bain.

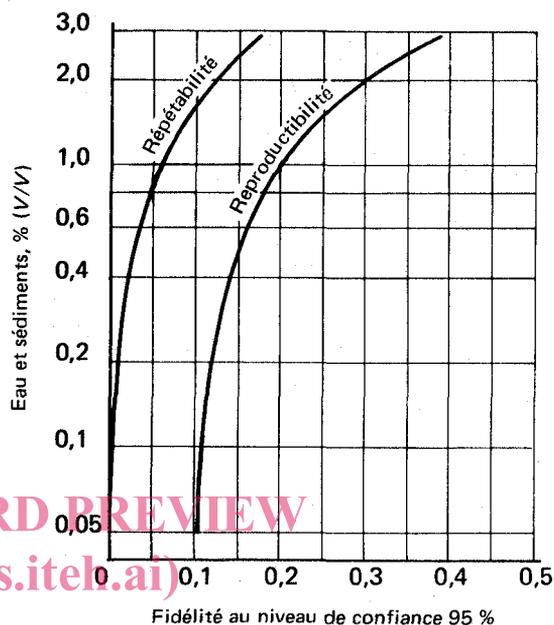


FIGURE 2 — Courbes de fidélité