
**Produits pétroliers — Détermination
de la teneur en eau et en sédiments
dans les fuel-oils résiduels — Méthode
par centrifugation**

*Petroleum products — Determination of water and sediment in residual
fuel oils — Centrifuge method*
(standards.iteh.ai)

ISO 3734:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/506e3330-2ea0-41d1-98b2-16222b79088e/iso-3734-1997>



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 3734 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*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/506e3330-2ea0-41d1-98b2-16322b79088e/iso-3734-1997>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3734:1976), dont elle constitue une révision technique.

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

© 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

Produits pétroliers — Détermination de la teneur en eau et en sédiments dans les fuel-oils résiduels — 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 l'utilisation.

1 Domaine d'application

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La présente Norme internationale prescrit une méthode de laboratoire pour la détermination par centrifugation de la teneur en eau et en sédiments dans les fuel-oils résiduels. Pour certains types d'huiles, il est difficile d'obtenir une séparation totale de l'eau et des sédiments avec la présente méthode. Dans ce cas, il convient d'appliquer l'ISO 3733 et l'ISO 3735.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/506e3330-2ea0-41d1-98b2-16222b79088e/iso-3734-1997>

NOTE — Il a été observé que les méthodes de détermination de l'eau et des sédiments par centrifugation peuvent, dans de nombreux cas, donner des résultats erronés. C'est particulièrement le cas lorsqu'on a utilisé un homogénéisateur rapide pour obtenir un échantillon représentatif. La méthode n'est donc pas pleinement satisfaisante, et la teneur en eau déterminée est presque toujours inférieure à la teneur en eau réelle.

Des quantités significatives d'eau et de sédiments peuvent engendrer des problèmes lors de la manipulation des équipements, dans les moteurs et les brûleurs, particulièrement lorsque l'eau présente contient des sels minéraux. La conception des systèmes industriels pour le traitement des fuel-oils résiduels, comme les filtres ou les centrifugeuses, est basée sur le principe de l'élimination de la plus grande quantité possible de matières avant la combustion. Par ailleurs, il importe que les teneurs en eau et en sédiments des fuel-oils résiduels destinés à des traitements ultérieurs en raffinerie soit faible afin de minimiser les problèmes de corrosion.

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:—¹⁾, *Produits pétroliers et produits bitumineux — Détermination de la teneur en eau — Méthode par distillation.*

ISO 3735:—²⁾, *Pétroles bruts et fuel-oils — Détermination de la teneur en sédiments — Méthode par extraction.*

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 12937:—³⁾, *Produits pétroliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode par titrage coulométrique de Karl Fisher.*

3 Principe

Des volumes égaux de fuel-oils et de toluène saturé d'eau sont introduits dans un tube de centrifugation de forme conique. Après la centrifugation, on note le volume de la couche d'eau et de sédiments, dont la masse volumique est plus élevée et qui est rassemblée au fond du tube.

4 Produits et réactifs

4.1 **Toluène**, conforme aux exigences de la qualité 1 comme prescrit dans l'ISO 5272.

Le solvant doit être saturé d'eau à la température de l'essai, $50\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ ou $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ selon les besoins, mais doit être exempt d'eau en suspension (voir annexe B pour le mode opératoire de la saturation solvant/eau).

4.2 **Agent désémulsionnant**, pour faciliter la séparation de l'eau et de l'échantillon, et empêcher que l'eau n'adhère aux parois du tube de centrifugation. Le type, la concentration et la qualité de l'agent désémulsionnant doivent être convenus entre les parties. La solution mère recommandée comporte 25 % (V/V) d'agent désémulsionnant et 75 % (V/V) de toluène. Pour certains fuel-oils, un autre rapport agent désémulsionnant-toluène peut être requis.

Lorsque la concentration et la quantité recommandée pour l'agent désémulsionnant sont respectées, celui-ci n'augmente pas le volume d'eau et de sédiments déterminé. Stocker la solution dans la bouteille en verre brun, fermée de façon étanche.

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

5 Appareillage

5.1 Centrifugeuse

La centrifugeuse doit être capable de faire tourner deux ou plusieurs tubes de centrifugation de 200 mm, de forme conique (5.2) à une vitesse pouvant être contrôlée de façon à développer une force centrifuge relative (fcr) comprise entre 500 et 850 à la pointe des tubes.

1) À publier. (Révision de l'ISO 3733:1976)

2) À publier. (Révision de l'ISO 3735:1975)

3) À publier.

La tête tournante, les tourillons ainsi que les porte-tubes, tampons compris, doivent être de construction solide pour résister à la force centrifuge maximale pouvant être développée par la source d'énergie. Les porte-tubes et les tampons 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 centrifugeuse doit être réglée thermostatiquement afin d'éviter des situations dangereuses. Elle doit être capable de maintenir la température d'essai pendant la durée de l'opération à $50\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$.

La vitesse de la tête tournante, exprimée en nombre de tours par minute (tr/min), est calculée comme suit:

$$\text{tr/min} = 1\,335 \sqrt{\text{fcr}/d}$$

où

fcr est la force centrifuge relative;

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

5.2 Tubes de centrifugation

Chaque tube de centrifugation doit être de forme conique, de 200 mm de hauteur, avec une hauteur maximale de 203 mm, conforme aux dimensions indiquées sur la figure 1, et fabriqué en verre soigneusement recuit avec un cône à parois lisses et droites. 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 données dans le tableau 1, et sont applicables à des étalonnages avec de l'eau exempte d'air à 20 °C , la lecture se faisant au bas du ménisque. La précision des graduations sur le tube de centrifugation doit être vérifiée volumétriquement avant l'utilisation du tube, conformément à l'ISO 4787.

La vérification doit comprendre l'étalonnage à chaque graduation jusqu'à 0,5 ml, puis aux graduations 1,0 ml, 1,5 ml, 2,0 ml, 50,0 ml et 100 ml. Le tube ne doit pas être utilisé si la marge d'erreur à chaque graduation dépasse la norme de tolérance indiquée dans le tableau 1.

5.3 Bain chauffant

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 les températures à $50\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ ou $60\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

Tableau 1 — Tolérances d'étalonnage d'un tube de centrifugation de 200 mm

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

Dimensions en millimètres

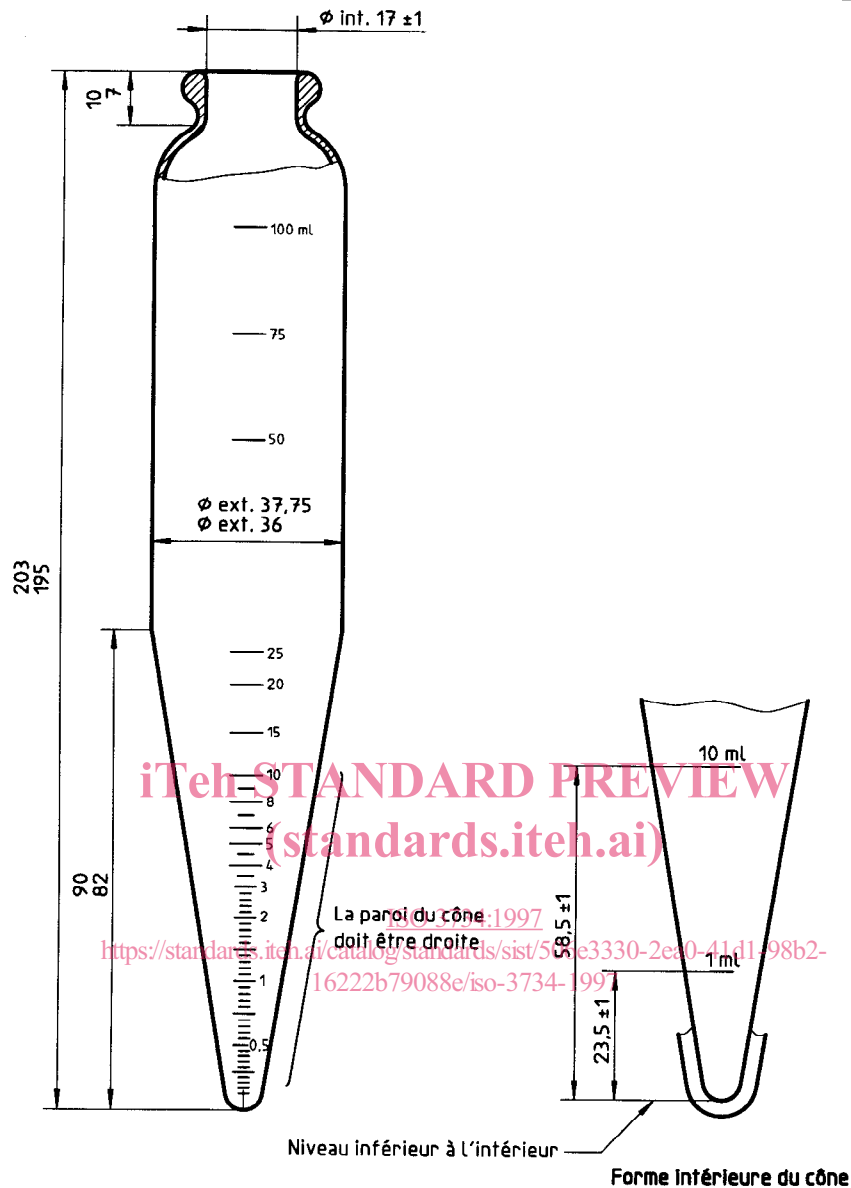


Figure 1 — Tube de centrifugation de 200 mm

5.4 Thermomètre, à même de mesurer la température de l'échantillon à 1 °C près.

6 Échantillonnage (voir annexe A)

6.1 Généralités

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

6.2 Échantillon pour laboratoire

Seuls les échantillons représentatifs obtenus comme spécifié dans l'ISO 3170 et l'ISO 3171 doivent être utilisés dans la présente Norme internationale. Avant de prélever une prise d'essai de l'échantillon pour laboratoire, homogénéiser l'échantillon en utilisant le mode opératoire décrit dans l'annexe A.

7 Mode opératoire

7.1 Remplir chacun des deux tubes de centrifugation (5.2) jusqu'à la graduation 50 ml avec du toluène saturé d'eau à 50 °C; puis verser immédiatement l'échantillon pour laboratoire directement du récipient d'échantillonnage dans les tubes de centrifugation jusqu'à ce que le volume total dans chaque tube soit de 100 ml. Lire le niveau haut du ménisque aux graduations 50 ml et 100 ml. Ajouter 0,2 ml de solution d'agent désémulsionnant (4.2) dans chaque tube, en utilisant une pipette de 0,2 ml, classique ou automatique. 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 50 °C ± 1 °C .

7.2 Si des paraffines contribuent à augmenter le volume de l'eau et des sédiments observés (voir 7.5), préchauffer le mélange huile/solvant à 60 °C avant chaque centrifugation; la température finale du mélange ne doit pas tomber au-dessous de 47 °C.

7.3 Retourner les tubes afin de s'assurer que l'huile et le solvant sont uniformément mélangés et secouer avec précaution.

7.4 Placer les tubes dans les porte-tubes qui se font face dans la centrifugeuse (5.1) afin d'établir un équilibre, et les faire tourner durant 10 min à une force centrifuge relative entre 500 et 850 à la pointe des tubes en rotation, calculée d'après l'équation donnée en 5.1 (voir le tableau 2 en ce qui concerne le rapport entre le diamètre de rotation, la force centrifuge relative et le nombre de tours par minute).

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Tableau 2 — Vitesses de rotation applicables à des centrifugeuses pour différents diamètres de rotation

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/506e3330-2ea0-41d1-98b2-162227341007>

Diamètre de rotation ¹⁾ mm	Rotations par minute avec une fcr de 500	Rotations par minute avec une fcr de 800
432	1 440	1 820
457	1 400	1 770
483	1 360	1 720
508	1 330	1 680
533	1 300	1 640
559	1 270	1 600
584	1 240	1 560
610	1 210	1 530

1) Mesuré en millimètres entre les pointes opposées des tubes lorsqu'ils sont en position de rotation.

7.5 Immédiatement après l'arrêt de la centrifugeuse, lire et relever le volume d'eau et de sédiments (voir 7.2) rassemblés au fond de chaque tube à 0,05 ml près pour un volume compris entre 0,1 ml et 1 ml. Au-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 supplémentaires à la même vitesse.

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

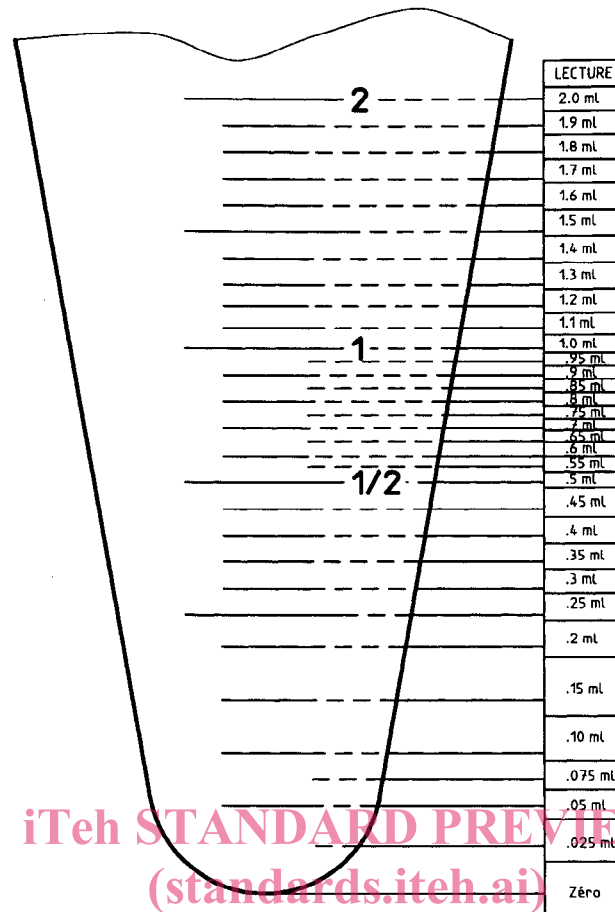


Figure 2 — Mode opératoire pour lire les faibles teneurs en eau et en sédiments
<https://standards.iteh.ai/en/standards/ISO-3734-1997/16222b79088e/iso-3734-1997>

8 Expression des résultats

Relever le volume final d'eau et de sédiments dans chaque tube, et exprimer la somme de ces deux résultats en pourcentage en volume d'eau et de sédiments, arrondis conformément à 7.5. Si les résultats sont inférieurs à 0,05 %, on retiendra 0 si le volume est plus près de 0, ou 0,05 si le volume est plus près de 0,05.

9 Fidélité

Le critère décrit en 9.1 et 9.2 doit être utilisé pour estimer si les résultats peuvent être acceptés (niveau de confiance 95 %).

9.1 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 devrait, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs portées sur la figure 3 qu'une fois sur 20.

9.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit ne devrait, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs portées sur la figure 3 qu'une fois sur 20.

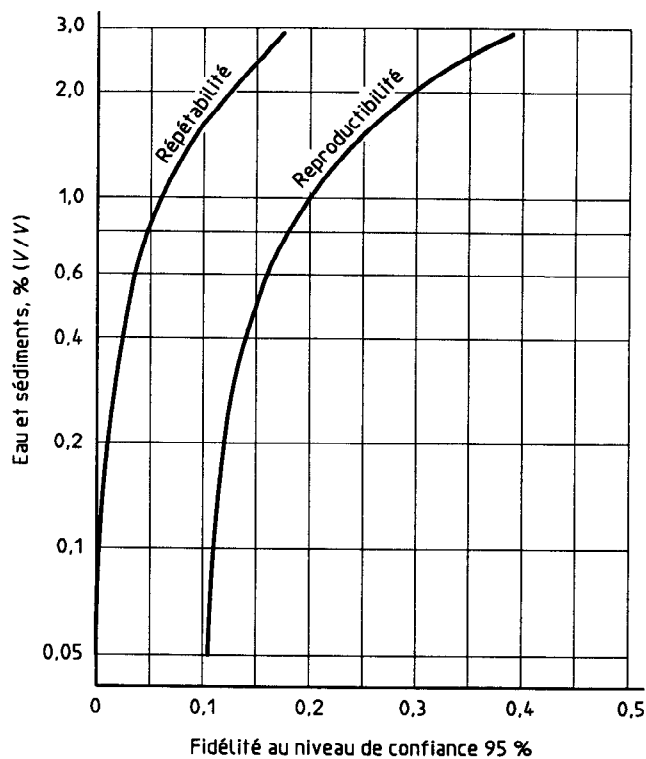


Figure 3 — Données de fidélité

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Rapport d'essai

ISO 3734:1997

Le rapport d'essai doit comporter au moins les indications suivantes: 3330-2ea0-41d1-98b2-16222b79088e/iso-3734-1997

- une référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails nécessaires à une identification complète du produit faisant l'objet de l'essai;
- les résultats de l'essai (voir article 8);
- le nom et la quantité d'agent désémulsionnant utilisé;
- la température du bain chauffant;
- toute modification, après accord ou toute autre raison, apportée au mode opératoire spécifié;
- la date de l'essai.