
Norme internationale



3838

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

Pétrole brut et produits pétroliers liquides ou solides — Détermination de la masse volumique ou de la densité relative — Méthodes du pycnomètre à bouchon capillaire et du pycnomètre bicapillaire gradué

iTeh STANDARD PREVIEW

Crude petroleum and liquid or solid petroleum products — Determination of density or relative density — Capillary-stoppered pycnometer and graduated bicapillary pycnometer methods

Première édition — 1983-06-01

ISO 3838:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0c32ffb-ba10-470d-9b3c-a2d6521e279f/iso-3838-1983>

CDU 665.6/.7 : 531.756.4

Réf. n° : ISO 3838-1983 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, pétrole brut, liquide, solide, méthode pycnométrique, masse volumique, mesurage de densité, conditions d'essai, matériel d'essai, étalonnage.

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 confiée aux comités techniques de l'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 3838 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, et incorpore le projet de Norme internationale ISO/DIS 3658. Ces deux documents ont été soumis aux comités membres en juillet 1981.

ISO 3838:1983

Ils ont été approuvés par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pérou *
Allemagne, R. F.	Hongrie	Pologne
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Iraq	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suède
Brésil	Italie	Suisse
Canada	Japon	URSS
Chine	Norvège	USA
Espagne	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne les a désapprouvés.

- * Le Pérou a approuvé le DIS 3838 seulement.

Pétrole brut et produits pétroliers liquides ou solides — Détermination de la masse volumique ou de la densité relative — Méthodes du pycnomètre à bouchon capillaire et du pycnomètre bicapillaire gradué

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie des méthodes de détermination de la masse volumique ou de la densité relative du pétrole brut et des produits pétroliers sous forme liquide.

1.2 La méthode, qui utilise le pycnomètre à bouchon capillaire, s'applique aussi aux produits sous forme solide et cette méthode peut aussi être appliquée aux goudrons de houille, y compris les goudrons pour revêtement routier, les créosotes et les brais, ou à des mélanges de ces goudrons avec des produits pétroliers. Cette méthode ne convient pas à la détermination de la masse volumique ou de la densité relative de liquides très volatils dont les pressions de vapeur Reid déterminées selon l'ISO 3007 sont supérieures à 50 kPa (0,5 bar) ou dont le point d'ébullition initial est inférieur à 40 °C.

1.3 La méthode utilisant le pycnomètre bicapillaire gradué est recommandée pour la détermination précise de la masse volumique ou de la densité relative de tous les produits, à l'exception des plus visqueux; elle est particulièrement utile lorsque de faibles quantités d'échantillon sont disponibles. L'application de la méthode est limitée aux liquides dont la pression de vapeur Reid déterminée selon l'ISO 3007 est inférieure ou égale à 130 kPa (1,3 bar) et dont la viscosité cinématique est inférieure à 50 cSt (50 mm²/s) à la température de l'essai.

Des précautions spéciales sont spécifiées dans le cas de la détermination de la masse volumique ou de la densité relative des liquides très volatils.

2 Références

ISO 91, *Tables de mesurage du pétrole.*¹⁾

ISO 653, *Thermomètres de précision, sur tige, type long.*

ISO 3007, *Produits pétroliers — Détermination de la pression de vapeur — Méthode Reid.*

ISO 3507, *Pycnomètres.*

ISO 5024, *Produits pétroliers liquides et gazeux — Mesurage — Conditions normales de référence.*

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables :

3.1 masse volumique : Rapport de la masse du produit à son volume.

Dans l'expression des résultats de la masse volumique, les unités de masse volumique ainsi que la température doivent être explicitement précisées, par exemple : kilogrammes par mètres cubes ou grammes par millilitres, à t °C.

3.2 masse apparente dans l'air : Valeur obtenue lors de pesées dans l'air avec des masses, sans effectuer de corrections correspondant à la poussée de l'air, aussi bien sur ces masses que sur le produit pesé.

3.3 masse volumique observée : Valeur requise pour pouvoir utiliser les tables 53A et 53B auxquelles il est fait référence dans l'ISO 91/1, ou donnée dans la table A de l'ISO/R 91, additif 1, déterminée à l'aide d'un appareil en verre sodocalcique, à une température d'essai différente de la température d'étalonnage de l'appareil, aucune correction n'ayant été apportée quant à la dilatation thermique ou la contraction du verre.

3.4 densité relative : Rapport de la masse d'un volume d'une substance, à une température t_1 , à la masse d'un volume égal d'une autre substance à une température t_2 , les températures t_1 et t_2 peuvent être égales. Dans le cas de la présente Norme internationale, lorsque l'on fait référence à une autre substance, il s'agit de l'eau; la densité relative est le rapport de la masse volumique de la substance à la température t_1 à la masse volumique de l'eau à la température t_2 .

Dans l'expression des résultats, donner la densité relative en explicitant les valeurs des températures t_1 et t_2 . L'ISO 91 ne renvoie qu'à des tables de réduction de la densité relative à 60/60 °F. Si les résultats sont demandés à une autre température de référence, la détermination devra se faire à cette température.

1) L'ISO 91/1 est publiée, mais la révision de l'ISO/R 91 additif 1 est actuellement au stade de projet.

4 Principe

4.1 Pycnomètre à bouchon capillaire

Les masses de volumes égaux de l'échantillon et de l'eau sont comparées. Pour assurer l'égalité des volumes, placer le pycnomètre rempli jusqu'à débordement dans un bain à la température de l'essai, et attendre que l'équilibre soit atteint. Le calcul (chapitre 10) comprend les corrections dues à la dilatation thermique du verre et à la poussée de l'air.

4.2 Pycnomètre bicapillaire gradué

Les branches graduées du pycnomètre sont étalonnées, à l'aide d'eau, en fonction de la masse apparente, dans l'air, de l'eau contenue dans le pycnomètre et un graphique est préparé. La prise d'essai de liquide est introduite dans le pycnomètre sec. Lorsqu'elle a atteint la température de l'essai, les niveaux auxquels arrive le liquide sont notés et le pycnomètre est pesé. La masse apparente dans l'air d'un égal volume d'eau est obtenue par lecture sur le graphique et la masse volumique ou la densité relative de la prise d'essai est calculée en tenant compte des corrections comme en 4.1.

5 Appareillage

5.1 Pycnomètre à bouchon capillaire, de l'un des trois types indiqués sur la figure 1 (voir en 8.1.1).

Les pycnomètres doivent être conformes aux exigences de l'ISO 3507.

NOTE — Le type de pycnomètre à garde (voir a) sur la figure 1) est recommandé pour toutes les matières à l'exception des produits visqueux ou solides et doit toujours être utilisé pour les produits volatils. Le capuchon en verre dépoli, ou garde, réduit considérablement les pertes par expansion et évaporation et cette forme de pycnomètre peut être utilisée lorsque la température d'essai est inférieure à celle du laboratoire.

5.1.1 La forme du pycnomètre illustré en b) sur la figure 1, connu sous le nom de type Gay-Lussac, convient aux liquides non volatils à l'exception de ceux qui présentent une forte viscosité.

5.1.2 Le pycnomètre à large col (type Hubbard) [voir en c) sur la figure 1] est utilisé pour les solides et les liquides très visqueux.

5.1.3 Comme les pycnomètres montrés en b) et c) de la figure 1 ne comportent pas de garde, c'est-à-dire pas de chambre d'expansion, ils ne peuvent être utilisés lorsque la température de l'essai est inférieure à celle du laboratoire, au point de provoquer une perte de l'échantillon par expansion par le capillaire, au cours de la pesée.

5.2 Pycnomètre bicapillaire gradué, d'une capacité de 1 à 10 ml, conforme aux dimensions données à la figure 2 et au tableau 1, construit en verre borosilicaté ou verre sodocalcique, recuit après fabrication et dont la masse totale ne dépasse pas 30 g. Tout pycnomètre, conforme aux spécifications pour le pycnomètre de Lipkin, données dans l'ISO 3507, peut être utilisé.

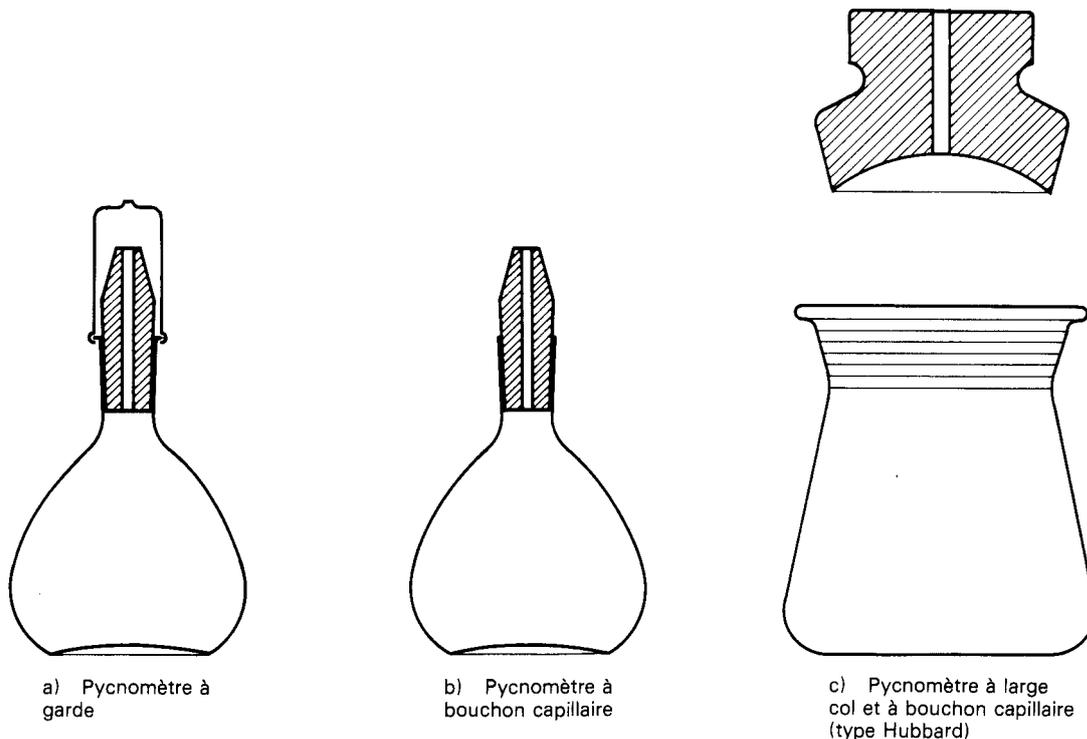


Figure 1 — Pycnomètres à bouchon capillaire

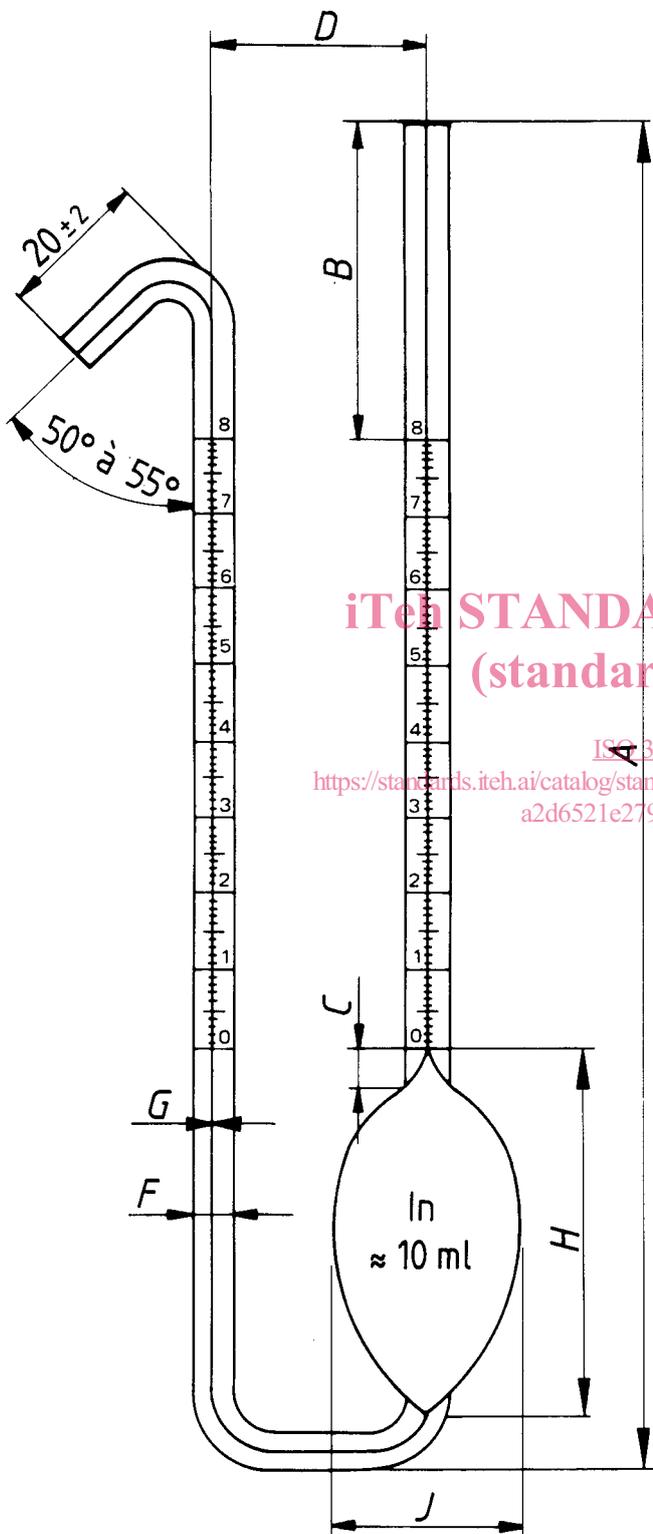


Tableau 1 — Caractéristiques du pycnomètre bicapillaire gradué

Capacité nominale, ml	1	2	5	10
Différence maximale entre la capacité réelle et la capacité nominale, ml	± 0,2	± 0,3	± 0,5	± 1
Masse maximale, g	30	30	30	30
Hauteur hors tout, A, mm	175 ± 5			
Hauteur minimale au-dessus de l'échelle, B, mm	40			
Distance minimale entre le réservoir et l'échelle, C, mm	5			
Distance entre les axes des tubes verticaux, D, mm	28 ± 2			
Diamètre extérieur du tube, F, mm	6			
Diamètre intérieur du tube, G, mm	1 ± 0,1			
Longueur du fond du réservoir jusqu'au trait zéro, H, mm	40			
Diamètre extérieur du réservoir, J, mm	11	14	20	25

Figure 2 — Pycnomètre bicapillaire gradué (type Lipkin)

Dimensions en millimètres

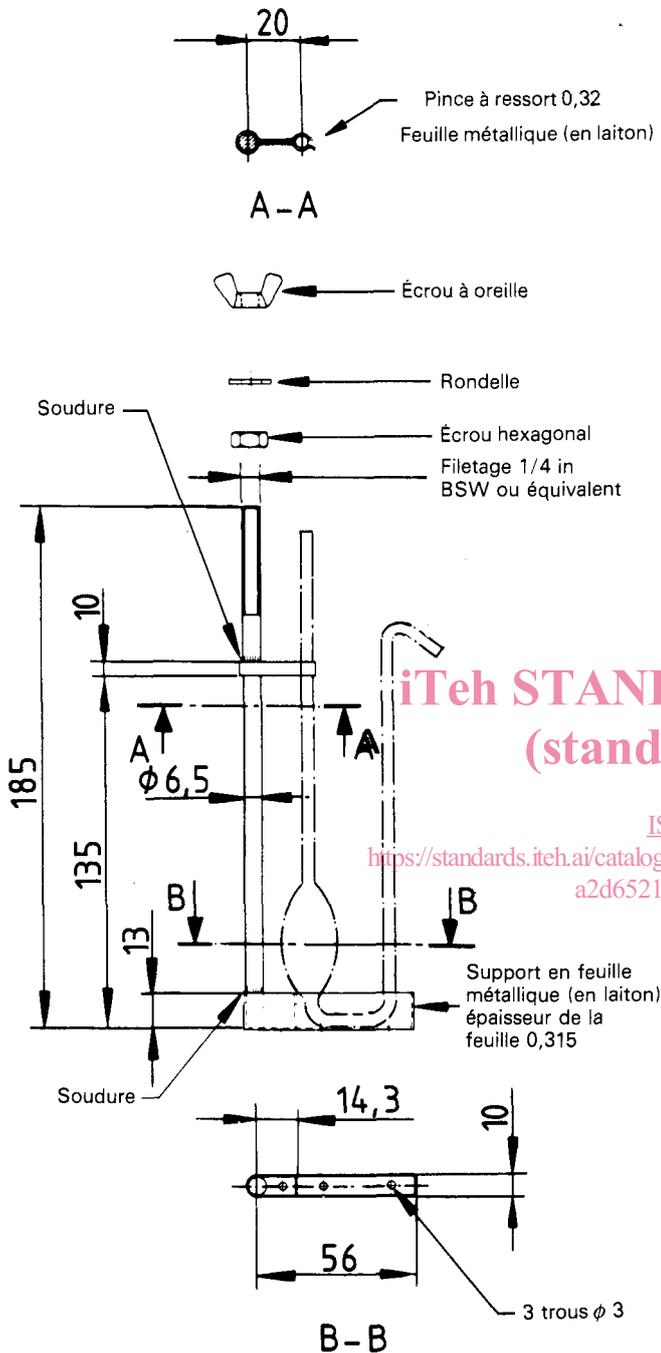


Figure 3 — Dispositif convenable pour le support du pycnomètre bicapillaire gradué

5.3 Bain d'eau à température constante, d'une profondeur supérieure à celle du pycnomètre, pouvant être maintenu à la température voulue à 0,05 °C (0,1 °F) près.

5.4 Thermomètre du bain, conforme à la spécification ISO 653/STL/0,1/ - 5/ + 25. D'autres thermomètres à immersion totale, présentant une échelle appropriée et une précision égale ou supérieure, peuvent aussi être utilisés.

Pour les déterminations de densité relative 60/60 °F, on peut employer un thermomètre Fahrenheit présentant une échelle appropriée graduée tous les 0,2 °F, ou bien le thermomètre Celsius spécifié utilisé à 15,56 °C.

5.5 Porte-pycnomètre (facultatif), pour maintenir le pycnomètre verticalement et à la bonne profondeur dans le bain à température constante. Il doit être constitué de n'importe quel métal qui ne soit pas corrodé dans le bain d'eau.

Un dispositif convenable de support pour les pycnomètres bicapillaires gradués est représenté à la figure 3.

Différents supports des pycnomètres peuvent eux-mêmes être commodément maintenus dans le bain d'eau par une barre de section rectangulaire, en métal non corrodé par l'eau, d'une longueur suffisante pour qu'elle soit supportée par les bords du bain. Une série de trous, d'un diamètre suffisant pour laisser passer la tige de 6,5 mm du support du pycnomètre, est pratiquée dans cette barre à des intervalles d'environ 45 mm. Chaque tige est bloquée dans son trou en serrant la barre entre l'écrou hexagonal, l'écrou à oreille et la rondelle.

5.6 Balance, pouvant peser à 0,1 mg près.

6 Préparation du pycnomètre

Bien nettoyer le pycnomètre et le bouchon avec du produit de nettoyage surfactant, bien rincer avec de l'eau distillée, puis avec un solvant volatil soluble à l'eau, tel que de l'acétone et sécher. S'assurer qu'il ne subsiste plus aucune trace d'humidité et faire passer un courant d'air filtré, en cas de besoin. Un nettoyage doit être effectué de cette manière chaque fois que le pycnomètre doit être étalonné ou lorsqu'un liquide ne s'écoule pas proprement des parois internes du pycnomètre ou du capillaire du bouchon. Normalement, entre les déterminations, le pycnomètre doit être nettoyé par un lavage, à l'aide d'une essence légère appropriée, telle que l'essence distillant à 40/60 °C suivi d'un séchage sous vide.

NOTE — Si des produits de nettoyage surfactants particuliers ne donnent pas satisfaction, une solution d'acide chromique peut être utilisée. L'acide chromique est un acide fort et un puissant agent oxydant; en conséquence faire très attention lors de son utilisation.

7 Étalonnage du pycnomètre

7.1 Préparation

À l'issue du séchage, laisser le pycnomètre revenir à la température de la pièce. Dissiper toute charge statique susceptible de s'être formée à la surface de celui-ci, puis le peser à 0,1 mg près.

NOTES

- Si la balance n'est pas équipée d'un supprimeur de charges statiques, ces dernières peuvent être dissipées en soufflant sur le pycnomètre, mais s'assurer que le pycnomètre est revenu à masse constante avant de noter la masse.
- Pour une plus grande précision, effectuer toutes les pesées à des températures qui ne doivent pas varier entre elles de plus de 5 °C, afin de limiter les différences sur la masse volumique de l'air.

7.2 Pycnomètre à bouchon capillaire

7.2.1 Remplir le pycnomètre d'eau distillée récemment bouillie, ramenée à une température légèrement inférieure à la température de référence choisie, et introduire fermement le bouchon en prenant soin d'éviter de laisser entrer des bulles d'air. Plonger le pycnomètre jusqu'au col dans le bain à température constante et l'y maintenir à $15 \pm 0,05$ °C, $20 \pm 0,05$ °C ou $60 \pm 0,1$ °F selon le cas, pendant au moins 1 h.

7.2.2 Lorsque le pycnomètre et son contenu ont atteint la température du bain, essuyer le dessus du bouchon de telle sorte qu'il soit sec et que le ménisque de la colonne d'eau dans le capillaire arrive juste au sommet du bouchon. Lors de cette opération, il est indispensable de procéder avec soin, car le fait d'essuyer le bouchon peut entraîner du produit par capillarité. Placer fermement la garde sur le bouchon (si le pycnomètre est de ce type).

7.2.3 Retirer le pycnomètre du bain. S'il n'est pas d'un type à garde, refroidir le pycnomètre et son contenu jusqu'à une température légèrement inférieure à celle du bain.

7.2.4 Sécher la surface extérieure du pycnomètre en l'essuyant à l'aide d'un chiffon propre ne peluchant pas, dissiper toute charge statique et peser à 0,1 mg près.

7.2.5 La différence entre les masses apparentes dans l'air du pycnomètre plein et du pycnomètre vide donne l'équivalent en eau à la température de référence voulue.

7.3 Pycnomètre bicapillaire gradué

7.3.1 Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée, fraîchement bouillie et refroidie, en quantité suffisante pour que les niveaux se situent presque à l'extrémité supérieure des graduations des capillaires. Ce remplissage est aisément obtenu en plaçant l'extrémité courbe du pycnomètre, maintenu droit, dans le liquide; le liquide est ainsi aspiré à travers la partie courbe par attraction capillaire. Placer le pycnomètre ainsi rempli par siphonnage dans le bain d'eau à température constante, de façon que la totalité du liquide contenu dans le pycnomètre se trouve en dessous de la surface du liquide du bain. Maintenir la température du bain à $15 \pm 0,05$ °C ou à $20 \pm 0,05$ °C, ou encore à $60 \pm 0,1$ °F, suivant le cas. Laisser le pycnomètre dans le bain durant 20 min, puis lire sur les échelles, à la plus petite division près, le niveau du liquide dans chaque bras.

7.3.2 Retirer le pycnomètre du bain, laisser s'égoutter l'eau le long de sa paroi extérieure. Pour faciliter le séchage, le pycnomètre peut être plongé dans un béccher contenant de l'acétone, puis il est essuyé avec un tissu propre, sec et qui ne peluche pas. Laisser le pycnomètre atteindre la température ambiante, dissiper toute charge statique et peser à 0,1 mg près.

7.3.3 La différence entre les masses apparentes dans l'air du pycnomètre plein et du pycnomètre vide donne la masse d'eau contenue dans le pycnomètre, à la température d'essai, correspondant à la somme des lectures sur les échelles. Vider le pycnomètre par volumes successifs de l'eau qu'il contient et répéter la détermination de façon à obtenir au moins trois cou-

ples de valeurs (et les masses apparentes dans l'air correspondantes) pour des niveaux d'eau différents dans les bras gradués. L'un de ces couples doit correspondre à des niveaux situés dans les parties supérieures des échelles, un autre à des niveaux situés dans les parties inférieures. Porter sur un graphique les points correspondant aux masses en fonction de la somme des lectures. Ces points doivent être situés sur une ligne droite qui donne la masse d'eau contenue dans le pycnomètre pour un couple quelconque de lectures sur les deux bras. Si des points présentent, de part et d'autre de cette ligne droite, une dispersion supérieure à deux fois la valeur de la plus petite division de l'échelle, et si des essais supplémentaires ne corrigent pas cette dispersion, considérer le pycnomètre comme insatisfaisant et le rejeter.

7.4 Autres températures de référence

Si l'on veut déterminer la densité relative par rapport à l'eau à une température autre que 60 °F, ou déterminer la masse volumique à une température autre que 15 °C ou 20 °C, étalonner le pycnomètre à la température voulue.

7.5 Réétalonnage

Réétalonner les pycnomètres à des intervalles de temps déterminés sur la base de l'expérience.

NOTE — Il est recommandé de réétalonner les nouveaux pycnomètres au bout d'un an, puis à des intervalles de temps dépendant de l'ampleur des changements observés.

8 Mode opératoire concernant les pycnomètres à bouchon capillaire

8.1 Mode opératoire pour les liquides

8.1.1 Choisir un pycnomètre de forme et de dimension appropriées pour l'échantillon à soumettre à l'essai. Les capacités de 25 ml et 50 ml sont celles qui conviennent normalement le mieux.

8.1.2 Peser le pycnomètre étalonné propre et sec, en dispersant s'il y a lieu toute charge statique (voir notes de 7.1). Les pycnomètres de 25 ml ou d'une capacité supérieure doivent être pesés à 0,5 mg près, et les pycnomètres d'une capacité inférieure doivent être pesés à 0,1 mg près.

8.1.3 Remplir le pycnomètre avec l'échantillon à soumettre à l'essai en chauffant, s'il y a lieu, l'échantillon et le pycnomètre, afin de faciliter le remplissage et la séparation des bulles d'air. Amener le pycnomètre et son contenu à la température de l'essai t_t (voir 10.1), en plongeant le pycnomètre jusqu'au col dans le bain à température constante (voir note et 10.2.3). Plonger le pycnomètre dans le bain pendant 20 min, afin de stabiliser la température et de permettre aux bulles d'air de remonter à la surface. Si, à l'issue de cette période, le niveau du liquide se modifie encore, maintenir le pycnomètre dans le bain jusqu'à ce que le niveau du liquide devienne stable.

NOTE — Pour des mélanges de produits, il est indispensable de s'assurer que la température de l'essai est la même que la température finale inscrite au procès-verbal, à moins qu'une valeur approximative soit

acceptable et que la composition volumétrique du mélange ainsi que les coefficients de correction des composants du mélange soient connus.

8.1.4 Lorsque la température est constante, placer fermement le bouchon capillaire, qui a aussi été porté à la température de l'essai, en prenant soin d'éviter d'emprisonner des bulles d'air sous le bouchon.

NOTE — Il est indispensable de s'assurer qu'aucune bulle d'air n'est restée prisonnière du liquide; il faut donc laisser suffisamment de temps aux bulles d'air pour remonter à la surface avant d'introduire le bouchon.

Essuyer l'excédent de liquide sur le dessus du bouchon afin que le ménisque de la colonne de liquide dans le capillaire arrive exactement au sommet du bouchon. Placer la garde sur le bouchon (si le pycnomètre est de ce type).

8.1.5 Retirer le pycnomètre du bain et, s'il n'est pas d'un type à garde, le refroidir jusqu'à une température légèrement inférieure à t_t . Refroidir le pycnomètre et son contenu jusqu'à la température ambiante, si la température de l'essai est supérieure à celle-ci.

8.1.6 Retirer toute trace d'échantillon et d'eau de la surface supérieure du pycnomètre en l'essuyant avec un chiffon propre ne peluchant pas, disperser toute charge statique et peser avec une précision identique à celle indiquée en 8.1.2.

8.2 Mode opératoire pour les échantillons solides ou semi-solides

8.2.1 Peser le pycnomètre étalonné, propre et sec, qui doit être du type à large col (voir c) de la figure 1) à 0,5 mg près. Seul le type à large col doit être utilisé pour les produits bitumineux.

8.2.2 Introduire une quantité suffisante d'échantillon sous la forme de petits morceaux, qui doivent être les plus réguliers possibles de façon à limiter le risque d'emprisonnement de bulles d'air. On peut aussi verser l'échantillon fondu dans le pycnomètre préchauffé, en prenant soin d'éviter l'introduction de bulles d'air.

8.2.3 Amener le pycnomètre et son contenu à température ambiante et peser à 0,5 mg près.

8.2.4 Remplir le pycnomètre d'eau distillée fraîchement bouillie mais refroidie, en prenant soin d'éliminer toutes les bulles d'air. On peut utiliser un fil fin pour faciliter l'élimination des bulles.

Amener le pycnomètre et son contenu à la température de l'essai (t_t), en plongeant le pycnomètre jusqu'au col dans le bain à température constante. Laisser le pycnomètre dans le bain pendant 20 min, de façon à stabiliser la température et à permettre aux bulles de remonter à la surface. Si, à l'issue de cette période, le niveau du liquide se modifie encore, maintenir le pycnomètre dans le bain jusqu'à ce que le liquide devienne stable.

8.2.5 Lorsque la température est constante, placer fermement le bouchon capillaire, qui a aussi été porté à la température de l'essai, en prenant soin d'éviter d'emprisonner des bulles d'air sous le bouchon. Essuyer l'excédent d'eau sur le dessus du bouchon de sorte que le ménisque de la colonne d'eau dans le capillaire arrive exactement au sommet du bouchon.

8.2.6 Retirer le pycnomètre du bain et le ramener à une température légèrement inférieure à t_t . Refroidir le pycnomètre et son contenu jusqu'à la température ambiante si la température de l'essai est supérieure à celle-ci.

8.2.7 Sécher la surface extérieure du pycnomètre en l'essuyant avec un chiffon propre ne peluchant pas, disperser toute charge statique et peser à 0,5 mg près.

9 Mode opératoire concernant les pycnomètres bicapillaires gradués

9.1 Peser un pycnomètre étalonné, propre et sec, à 0,1 mg près, après avoir, si nécessaire, éliminé les charges statiques. (Voir notes en 7.1.)

9.2 Remplir, en suivant la méthode spécifiée en 7.3.1, le pycnomètre avec une prise d'essai de l'échantillon à la température approximative de l'essai, de façon que les niveaux du liquide se trouvent dans les parties graduées des capillaires (voir note). Si la température d'essai est plus basse que celle du laboratoire, viser à obtenir des lectures dans les parties inférieures des échelles, de façon à minimiser les pertes par évaporation au cours des pesées. Amener le pycnomètre et son contenu à la température d'essai t_t (voir 10.1) en l'immergeant, comme il est spécifié en 7.3.1, durant 20 min dans le bain d'eau à température constante, puis lire les niveaux atteints par le liquide dans les deux bras gradués. S'il s'agit de liquides visqueux, laisser s'écouler, avant de faire les lectures, suffisamment de temps pour que le drainage ait la possibilité de s'achever. Une immersion durant 20 min est normalement suffisante, à condition que l'on ne touche pas au pycnomètre pendant cette période.

NOTE — Pour les mélanges de produits pétroliers et de produits non pétroliers, il est essentiel de s'assurer que la température d'essai est la même que celle à laquelle on veut exprimer les résultats, sauf si un résultat approximatif est suffisant ou si la composition volumétrique du mélange ainsi que les coefficients de correction qui découlent des composants des mélanges sont connus.

9.3 Retirer le pycnomètre du bain, laisser s'égoutter l'eau le long de l'extérieur du pycnomètre. Le pycnomètre peut être plongé dans un béccher contenant de l'acétone pour faciliter le séchage, puis essuyé avec un tissu propre, sec et qui ne peluche pas. Laisser le pycnomètre atteindre la température ambiante, dissiper toute charge statique et peser à 0,1 mg près.

9.4 Si la détermination est faite sur des produits très volatils contenant une quantité appréciable de composants bouillant en dessous de 20 °C, ou sur des produits pour lesquels on ignore s'ils donneront lieu à des pertes par évaporation durant la manipulation, refroidir, avant le remplissage, l'échantillon et le pycnomètre à une température comprise entre 0 et 5 °C. Si le point de rosée du produit est suffisamment élevé pour qu'il y ait

condensation d'humidité dans le pycnomètre pendant le refroidissement, adapter un tube à dessécher au bras libre du pycnomètre de façon à éviter cette éventualité. Avec des échantillons de ce type, il est essentiel de réduire le remplissage du pycnomètre, de façon à obtenir des niveaux dans les parties inférieures des échelles pour limiter les pertes par évaporation. Si la longueur totale du capillaire non rempli dépasse 10 cm, la vitesse de diffusion est tellement lente que, même avec des composés aussi volatils que l'isopentane, les pertes de vapeur au cours de la détermination sont négligeables.

10 Calculs

10.1 Symboles

Dans les calculs, les symboles suivants sont utilisés :

t_r désigne toute température de référence, par exemple 15 °C, ISO 5024 (voir 10.2.1);

t_c est la température à laquelle le pycnomètre est étalonné par remplissage d'eau (voir 10.2.2);

t_t est la température à laquelle le pycnomètre est rempli avec le liquide d'essai (voir 10.2.3);

m_o est la masse apparente dans l'air, en grammes, du pycnomètre vide;

m_c est la masse apparente dans l'air, en grammes, du pycnomètre rempli d'eau, à la température d'étalonnage t_c ;

m_t est la masse apparente dans l'air, en grammes, du pycnomètre rempli avec le liquide d'essai à la température t_t ;

m_1 est la masse apparente dans l'air, en grammes, du pycnomètre avec le produit solide ou semi-solide soumis à l'essai;

m_2 est la masse apparente dans l'air, en grammes, du pycnomètre avec la prise d'essai rempli d'eau à la température t_t ;

C est la correction de la poussée de l'air, en kilogrammes, par mètre cube (voir tableau 2) (voir 7.1, note 2);

ρ_c est la masse volumique de l'eau, en kilogrammes par mètre cube, à la température de l'étalonnage t_c (voir tableau 3);

α_1 est le coefficient de dilatation thermique du verre borosilicaté (voir 10.3.2);

α_2 est le coefficient de dilatation thermique du verre sodocalcique (voir 10.3.3);

ρ_t est la masse volumique de la prise d'essai, en kilogrammes par mètre cube, à la température de l'essai t_t ;

ρ_r est la masse volumique de la prise d'essai, en kilogrammes par mètre cube, à une température de référence t_r ;

ρ_{15} est la masse volumique de la prise d'essai, en kilogrammes par mètre cube, à la température de référence de 15 °C;

ρ_{20} est la masse volumique de la prise d'essai, en kilogrammes par mètre cube, à la température de référence de 20 °C;

ρ_t^1 est la masse volumique observée, en kilogrammes par mètre cube, à la température de l'essai t_t , déterminée à l'aide de l'appareil en verre sodocalcique étalonné à la température de référence $t_r = 15$ °C ou 20 °C, c'est-à-dire la masse volumique observée, non corrigée de la dilatation du verre qui est exigée pour pouvoir utiliser les tables auxquelles il est fait référence dans l'ISO 91.

NOTE — Ces calculs ont été présentés sur la base d'une masse volumique exprimée en kilogrammes par mètre cube, mais si l'on veut utiliser la masse volumique en grammes par millilitre, le résultat devra être divisé par 1 000 (voir chapitre 12).

d_t est la densité relative à la température de l'essai t_t ;

d_r est la densité relative à la température de référence t_r ;

d_{60} est la densité relative à la température de référence de 60 °F;

d_t^1 est la densité relative observée à la température de l'essai t_t , déterminée à l'aide de l'appareil en verre, étalonné à la température de référence $t_r = 60$ °F, c'est-à-dire masse volumique observée non corrigée de la dilatation du verre indispensable pour pouvoir utiliser les tables auxquelles il est fait référence dans l'ISO 91.

10.2 Référence, étalonnage et températures de l'essai

10.2.1 La température de référence dans le commerce international du pétrole et des produits pétroliers est de 15 °C (ISO 5024); cependant, d'autres températures de référence peuvent être exigées pour la métrologie légale ou pour d'autres raisons particulières.

10.2.2 Le pycnomètre peut être étalonné à n'importe quelle température, ce qui peut correspondre à la température de référence ou aux températures de l'essai (voir 7.1, note 2).

10.2.3 Dans le cas de déterminations qualitatives, la température de l'essai est généralement choisie pour correspondre à la température de référence exigée, mais dans le cas de déterminations quantitatives, comprenant le calcul de la masse ou de la masse apparente dans l'air d'une quantité donnée de produit, la masse volumique ou la densité relative doivent être déterminées à une température pouvant varier dans un intervalle de 3 °C avec la température à laquelle le volume de produit est mesuré selon la méthode choisie, dynamique ou statique. Cependant, dans le cas de produits très volatils, afin de réduire la perte de fractions légères, l'essai doit être effectué à une température de 15 °C au plus, si la pression de valeur Reid dépasse les valeurs suivantes :

- pour le pycnomètre à bouchon capillaire de 10 kPa (0,1 bar);
- pour le pycnomètre bicapillaire de 50 kPa (0,5 bar).