

# Norme internationale 6614

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

## Huiles de pétrole et fluides synthétiques — Détermination des caractéristiques de désémulsion

*Petroleum oils and synthetic fluids — Determination of demulsibility characteristics*

Première édition — 1983-10-01

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.itih.ai)

[ISO 6614:1983](https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/fc1c8822-00ec-4fdb-9554-dfdb557efed/iso-6614-1983)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/fc1c8822-00ec-4fdb-9554-dfdb557efed/iso-6614-1983>

CDU 665.76 : 532.695

Réf. n° : ISO 6614-1983 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, essai, détermination, émulsion, caractéristique, matériel d'essai, résultat d'essai.

Prix basé sur 4 pages

## 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 6614 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

ISO 6614:1983

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R.F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Sri Lanka
Autriche	Israël	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Brésil	Japon	URSS
Canada	Pays-Bas	USA
Corée, Rép. de	Pérou	Venezuela
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	
Espagne	Portugal	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Huiles de pétrole et fluides synthétiques — Détermination des caractéristiques de désémulsion

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de mesurer l'aptitude des huiles de pétrole ou des huiles synthétiques à se séparer de l'eau. Les températures d'essai recommandées sont  $54 \pm 2$  °C et  $82 \pm 1$  °C, cette dernière étant utilisée lorsque la viscosité à 40 °C est supérieure à 90 cSt\*.

NOTE — Bien que cette méthode ait été mise au point particulièrement pour les huiles turbines ayant une viscosité comprise entre 32 et 95 cSt à 40 °C, elle peut être utilisée pour essayer des huiles d'autres types, présentant différentes viscosités, ainsi que des fluides synthétiques. Il est recommandé d'augmenter à  $82 \pm 1$  °C la température d'essai quand l'essai porte sur des produits de viscosité supérieure à 90 cSt à 40 °C. On peut aussi utiliser d'autres températures d'essai.

Cette méthode ne convient pas aux huiles à haute viscosité, quand il est manifeste que le mélangeage de l'huile et de l'eau est insuffisant pendant l'agitation.

Lors de l'essai de fluides synthétiques dont la masse volumique est supérieure à celle de l'eau, la méthode reste la même, mais il convient de noter que l'eau va probablement flotter sur l'émulsion ou le liquide.

## 2 Principe

On agite pendant 5 min à la température d'essai, dans une éprouvette graduée, un échantillon de 40 ml et 40 ml d'eau distillée. On enregistre le temps nécessaire pour que l'émulsion se sépare en ses constituants. S'il ne se produit pas une séparation complète après repos pendant 1 h, on indique les volumes d'huile (ou de fluide), d'eau, et d'émulsion restante au bout de ce temps.

## 3 Matériaux

**3.1 Eau**, qualité pour analyse, déminéralisée par distillation et/ou échange d'ions. Pour les échantillons de référence, utiliser de l'eau distillée présentant une conductivité inférieure à  $10^{-4}$  S/m à 25 °C.

**3.2 Solvants de nettoyage**, hydrocarbures légers, par exemples du naphta de précipitation ou du pentane pour les huiles de pétrole. Utiliser les solvants convenables pour dissoudre les fluides synthétiques.

**3.3 Acétone.**

**3.4 Acide chromosulfurique.**

## 4 Appareillage

**4.1 Éprouvette**, cylindrique, graduée d'une capacité de 100 ml, conforme à l'ISO 4788, en verre, de préférence thermo-résistant. Le diamètre intérieur ne doit pas être inférieur à 27 mm et ne doit pas être supérieur à 30 mm sur toute la longueur, mesurée du haut de l'éprouvette jusqu'à 6 mm de son fond.

**4.2 Bain de chauffage**, suffisamment large et profond pour permettre l'immersion d'au moins deux éprouvettes d'essai jusqu'au repère 85 ml. Le bain doit pouvoir être maintenu au moins à  $\pm 1$  °C de la température d'essai (voir la note au chapitre 1). Il doit être muni de pinces permettant de fixer l'éprouvette dans une position telle que l'axe longitudinal de la pale d'agitation corresponde à l'axe vertical de l'éprouvette pendant l'opération d'agitation. Les pinces maintiennent fixement l'éprouvette pendant l'agitation de son contenu.

NOTE — Il est préférable que le bain ait des parois transparentes, ce qui permettra de lire le volume des couches formées sans enlever l'éprouvette du bain.

**4.3 Pale d'agitation**, en acier chromé ou en acier inoxydable, ayant les dimensions suivantes:

Longueur, mm	.....	120 $\pm$ 1,5
Largeur, mm	.....	19 $\pm$ 0,5
Épaisseur, mm	.....	1,5 à 1,6

Elle est fixée à un arbre vertical, en même métal, ayant environ 6 mm de diamètre. Cet arbre est relié à un dispositif mécanique d'entraînement qui fait tourner la pale sur son axe longitudinal à  $1\,500 \pm 15$  tr/min. L'appareil est conçu de telle manière que, lorsque l'éprouvette est maintenue en position et que le dispositif supportant la pale est abaissé dans l'éprouvette, une butée immobilise celui-ci quand le bord inférieur de la pale se trouve à 6 mm du fond de l'éprouvette. Pendant le fonctionnement de

\* 1 cSt = 1 mm<sup>2</sup>/s = 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s.

l'agitateur, le milieu du bord inférieur de la pale ne doit pas s'écarter de plus de 1 mm de l'axe de rotation. Lorsqu'il est arrêté, le dispositif supportant la pale peut être soulevé verticalement de manière à dégager le sommet de l'éprouvette graduée.

## 5 Échantillonnage

Prendre un échantillon représentatif du produit soumis à l'essai, conformément à l'ISO 3170 ou l'ISO 3171 (ou toute autre méthode appropriée).

## 6 Préparation de l'appareillage

**6.1** Nettoyer l'éprouvette graduée (4.1) en éliminant tout film d'huile (ou de fluide) avec du solvant de nettoyage (3.2). Rincer ensuite, d'abord avec de l'acétone, puis avec de l'eau du robinet. Immerger complètement l'éprouvette dans une solution de nettoyage d'acide chromosulfurique chaud. Rincer à fond avec de l'eau du robinet, puis avec l'eau utilisée comme réactif.

**6.2** Nettoyer le pale d'agitation (4.3) et l'arbre avec du coton hydrophile ou un morceau de tissu imprégné du solvant de nettoyage (3.2) et sécher à l'air sec. Veiller à ne pas courber ou excentrer le montage de la pale pendant l'opération de nettoyage.

## 7 Mode opératoire

**7.1** Chauffer le bain, à la température d'essai et le maintenir à  $\pm 1$  °C pendant toute la durée de l'essai. Introduire dans l'éprouvette graduée (4.1) jusqu'au repère 40 ml, de l'eau distillée (3.1) (voir note 1) à la température de l'essai, puis introduire dans cette même éprouvette un échantillon représentatif de l'huile (ou du fluide) faisant l'objet de l'essai, cet échantillon ayant été préchauffé à la température d'essai, et ce jusqu'à ce que le niveau supérieur de l'huile atteigne le repère 80 ml de l'éprouvette. Placer l'éprouvette dans le bain (4.2), l'immerger jusqu'au repère 85 ml et laisser l'éprouvette et son contenu atteindre la température du bain (voir note 2). Normalement, 10 min suffisent.

### NOTES

1 On peut utiliser à la place de l'eau distillée, une solution de chlorure de sodium (NaCl) à 1 % ou de l'eau de mer synthétique, comme indiqué dans l'ISO 7120\*, lors de l'essai de certaines huiles ou certains carburants utilisés dans les applications marines.

2 Le niveau de l'eau dans le bain de chauffage doit être maintenu au niveau du repère 85 ml de l'éprouvette, ou au-dessus.

**7.2** Mettre l'éprouvette en place (4.1) et la fixer en dessous de la pale d'agitation (4.3). Abaisser la pale dans l'éprouvette jusqu'à ce que la butée s'enclenche à la profondeur requise. Enclencher simultanément l'agitateur (4.3) et un chronomètre, puis régler l'agitateur, selon les besoins, à une vitesse raisonnable de  $1\ 500 \pm 15$  tr/min. Au bout de 5 min, arrêter l'agitateur et le soulever pour dégager la pale de l'éprouvette.

Essuyer la pale avec une tige de verre recouverte de caoutchouc, en laissant le liquide ainsi enlevé s'égoutter dans l'éprouvette. Enlever l'éprouvette de ses pinces de fixation et la transporter avec précaution dans une autre partie du bain. A des intervalles de 5 min, ressortir l'éprouvette du bain, l'inspecter et noter les volumes de l'huile (ou du fluide), de l'eau et des couches des phases de l'émulsion.

NOTE — Si les parois du bain de chauffage sont transparentes, et si on peut lire les volumes, il n'est pas nécessaire de sortir l'éprouvette du bain. La tige de verre recouverte de caoutchouc doit être en un matériau résistant à l'huile ou au fluide.

**7.3** Noter le temps (à des intervalles de 5 min) nécessaire pour que l'émulsion soit réduite à 3 ml ou moins. Si le volume de l'émulsion est supérieur à 3 ml 1 h après la fin de la période d'agitation, arrêter l'essai et noter les quantités, en millilitres, d'huile, d'eau et d'émulsion restante.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Méthode de notation des résultats

**8.1.1** Noter les résultats des essais selon les exemples ci-après, en indiquant, dans cet ordre, les résultats pour l'huile, l'eau, l'émulsion et le temps (entre parenthèses).

40-40-0 (20) ..... Séparation complète obtenue en 20 min. Après 15 min, le volume de l'émulsion était supérieur à 3 ml.

40-37-3 (20) ..... Il n'y a pas eu séparation complète, mais le volume de l'émulsion était réduit à 3 ml. L'essai était donc terminé.

39-35-6 (60) ..... Il restait plus de 3 ml d'émulsion après 60 min (39 ml d'huile, 35 ml d'eau et 6 ml d'émulsion).

**8.1.2** L'apparence de chaque couche peut être décrite dans les termes suivants:

#### 8.1.2.1 Couche d'huile (ou de fluide)

- a) claire;
- b) voilée;
- c) louche (ou laiteuse).

#### 8.1.2.2 Couche d'eau

- a) claire;
- b) dentelée ou présence de bulles, ou les deux;
- c) voilée;
- d) louche (ou laiteuse).

\* Actuellement au stade de projet.

8.1.2.3 Émulsion

- a) peu stable et dentelée;
- b) louche (ou laiteuse);
- c) crémeuse (comme de la mayonnaise).

8.1.3 L'aspect des interfaces huile/émulsion et eau/émulsion peut être décrit dans les termes suivants:

- a) bien défini, net;
- b) mal défini, bulles;
- c) mal défini, dentelé.

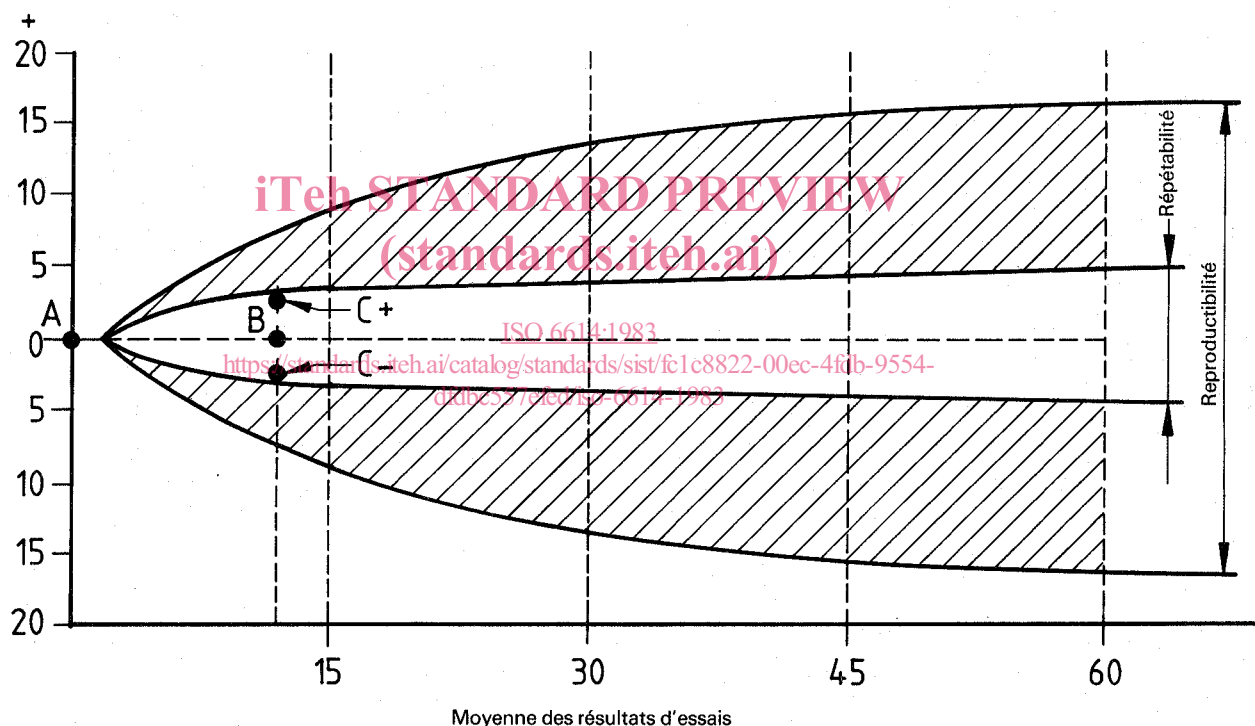
NOTES

1 Une couche voilée est définie comme étant translucide, et une couche louche (ou laiteuse) comme étant opaque.

2 La principale différence entre des émulsions louches et des émulsions crémeuses réside en ce que les premières sont tout à fait fluides et probablement instables, alors que les secondes présentent une certaine consistance (épaisse), et sont probablement stables. Une émulsion louche (ou laiteuse) pourra s'écouler facilement d'une éprouvette inclinée, au contraire d'une émulsion crémeuse.

8.2 Fidélité

La précision de la méthode, déterminée par l'étude statistique des résultats d'essai de plusieurs laboratoires portant sur des huiles turbines ayant une viscosité comprise entre 32 et 95 cSt à 40 °C, est la suivante:



- Répétabilité
- Reproductibilité

Emploi du graphique

Calculer la moyenne des résultats des essais, en minutes. Partir du point zéro, A, des ordonnées et se déplacer vers la droite, jusqu'à l'abscisse du point B. Calculer et positionner les points d'écart C+ et C- par rapport à la moyenne des résultats. Si les points d'écart sont à l'intérieur de la zone de répétabilité, cela signifie que les résultats sont répétables.

Exemple: Une huile possède des valeurs d'émulsion 40-40-0 (10 min) et 40-40-0 (15 min). La valeur moyenne des résultats est de 12,5 min (B), et l'écart par rapport à la moyenne est de +2,5 (C+) et -2,5 (C-).

Ces points sont à l'intérieur de la zone de répétabilité.

Utiliser ce graphique d'une manière analogue pour la reproductibilité des moyennes provenant de différents laboratoires.

Figure — Graphique pour la détermination de la fidélité de la méthode

### 8.2.1 Répétabilité

La différence entre des résultats successifs, obtenus par le même opérateur avec les mêmes appareillages dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit pas, au cours d'une longue série d'essais effectués, et en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs indiquées sur le graphique de la figure.

### 8.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats unique et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit pas, au cours d'une longue série d'essais, effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs indiquées sur le graphique de la figure.

## 9 Procès-verbal d'essai

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

- a) type et identification du produit faisant l'objet de l'essai;
- b) référence à la présente Norme internationale;
- c) température d'essai et nature de la solution aqueuse si elle est différente de l'eau distillée;
- d) résultat de l'essai, exprimé selon 8.1;
- e) toute modification, après accord ou toute autre raison, apportée au mode opératoire spécifié;
- f) date de l'essai.

---

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

ISO 6614:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc1e8822-00ec-4f1b-9554-df1bc557efed/iso-6614-1983>