

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6614

Deuxième édition
1994-12-15

**Produits pétroliers — Détermination des
caractéristiques de séparation d'eau des
huiles de pétrole et fluides synthétiques**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Petroleum products — Determination of water separability of petroleum
oils and synthetic fluids*

ISO 6614:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7a96a5c-27d9-4610-9254-78ea0eeef4534/iso-6614-1994>



Numéro de référence
ISO 6614:1994(F)

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 6614 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6614:1983), qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1994

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

Version française tirée en 1996

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de séparation d'eau des huiles de pétrole et fluides synthétiques

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

La présente Norme internationale prescrit une méthode permettant de mesurer l'aptitude des huiles de pétrole ou des fluides synthétiques à se séparer de l'eau à une température spécifiée.

NOTE 1 La température normale d'essai est de $54\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, mais elle peut être portée à $82\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ pour des produits dont la viscosité dépasse $90\text{ mm}^2/\text{s}$ à 40 °C . On peut également spécifier d'autres températures d'essai.

Cette méthode d'essai a été spécifiquement développée pour les huiles pour turbines à vapeur avec des viscosités variant entre $32\text{ mm}^2/\text{s}$ et $95\text{ mm}^2/\text{s}$ à 40 °C , mais elle peut être utilisée pour tester des huiles de types et de viscosités différentes, ainsi que pour tester des fluides synthétiques. Elle peut ne pas convenir pour des produits de haute viscosité lorsque le mélange eau et huile apparaît comme étant insuffisant.

NOTE 2 Le mode opératoire est identique pour les fluides synthétiques dont la masse volumique dépasse 1000 kg/m^3 à 15 °C , mais l'eau aura dans ce cas tendance à flotter sur l'émulsion ou sur le liquide.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, consti-

tuent 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 4788:1980, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques.*

ISO 7120:1987, *Produits pétroliers et lubrifiants — Huiles de pétrole et autres fluides — Détermination des caractéristiques anti-rouille en présence d'eau.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 séparation d'eau: Aptitude d'une huile de pétrole ou d'un fluide synthétique à se séparer de l'eau à une température spécifiée.

Elle est exprimée par un code numérique, déterminé conformément à la présente Norme internationale, représentant les volumes respectifs d'huile, d'eau et d'émulsion, la durée (entre parenthèses), ainsi qu'une description normalisée de l'aspect de chaque couche (voir annexe A).

4 Principe

Un échantillon de 40 ml d'huile de pétrole ou de fluide synthétique et 40 ml d'eau distillée sont agités pendant 5 min à la température d'essai, dans une éprouvette graduée. Le temps nécessaire pour que l'émulsion se sépare en ses constituants est enregistré. S'il ne se produit pas une séparation complète après repos pendant 1 h, les volumes d'huile (ou de fluide), d'eau et d'émulsion restante au bout de ce temps sont notés.

5 Produits et réactifs

5.1 Eau, qualité pour analyse, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

Pour les essais de référence, utiliser de l'eau distillée ayant une conductivité inférieure à 10^{-4} S/m à 25 °C.

5.2 Solvant de nettoyage, totalement miscible au produit testé.

Pour les fluides synthétiques, utiliser un solvant volatil approprié au produit testé.

NOTE 3 On peut utiliser une essence minérale ou du pentane pour les huiles de pétrole.

5.3 Acétone, d'une pureté minimale de 99 %.

5.4 Acide sulfochromique, ou solution acide de nettoyage équivalente, ne contenant pas de chrome.¹⁾

AVERTISSEMENT — L'acide sulfochromique est dangereux pour la santé. Il est toxique, reconnu

1) Une solution chaude de NOCHROMIX® ou un trempage de 24 h dans une solution de MICRO® a fourni des résultats statistiquement équivalents à ceux obtenus avec le mélange sulfochromique chaud.

NOCHROMIX et MICRO sont des exemples de produits appropriés ne contenant pas de chrome, disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

comme étant cancérigène car il contient des composés Cr(VI), est fortement corrosif et potentiellement dangereux en contact avec des composés organiques. Il faut impérativement se protéger les yeux et l'ensemble du corps (lunettes et vêtements) lors de l'utilisation d'une solution nettoyante d'acide sulfochromique. Si l'on doit prélever avec une pipette, ne jamais aspirer avec la bouche. Après utilisation, ne pas vider dans l'évier des solutions, mais les neutraliser prudemment compte tenu de la présence de l'acide sulfurique concentré. Suivre les procédures normales en vigueur pour éliminer les déchets toxiques du laboratoire (le chrome est extrêmement dangereux pour l'environnement).

Les solutions acides de nettoyage, fortement oxydantes qui ne contiennent pas de chrome sont aussi très corrosives et représentent un danger potentiel en contact avec des matières organiques, mais ne contenant pas de chrome, elles ne posent pas de problèmes spécifiques d'élimination.

5.5 Eau de mer synthétique, utiliser soit une solution de chlorure de sodium (NaCl) à 1 % (m/m) dans l'eau (5.1) soit de l'eau de mer synthétique telle que décrite dans l'ISO 7120.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Éprouvette graduée, d'une capacité de 100 ml, conforme à l'ISO 4788, en verre, de préférence thermorésistant. 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.

6.2 Bain chauffant, 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 ± 1 °C de la température d'essai (voir note 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 (6.3) corresponde à l'axe vertical de l'éprouvette pendant l'opération d'agitation. Les pinces doivent maintenir

fixement l'éprouvette pendant l'agitation de son contenu.

NOTE 4 Il est préférable que le bain ait des parois transparentes, pour permettre de lire le volume des couches formées sans enlever l'éprouvette du bain.

6.3 Pale d'agitation, en acier chromé ou en acier inoxydable, conforme aux dimensions suivantes:

longueur, mm:	120 ± 1,5
largeur, mm:	19 ± 0,5
épaisseur, mm:	1,5 à 1,6

La pale doit être fixée sur un arbre vertical, du 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 tr/min ± 15 tr/min. L'appareil doit être conçu de telle manière que, lorsque l'éprouvette est maintenue en position et que le dispositif supportant la pale est abaissé dans celle-ci, une butée stoppe l'ensemble lorsque le bord inférieur de la pale se trouve à 6 mm du fond de l'éprouvette. Pendant le fonctionnement de 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 relevé verticalement de manière à dégager le sommet de l'éprouvette graduée.

6.4 Tige de verre, recouverte d'un matériau de type caoutchouc, résistant aux huiles ou aux fluides à soumettre à l'essai.

7 Échantillonnage

Les échantillons doivent être obtenus en suivant la procédure prescrite dans l'ISO 3170, l'ISO 3171 ou dans toute norme nationale équivalente. Les prises d'essai doivent être prélevées après mélange soigneux (mécanique si nécessaire) de l'échantillon.

8 Préparation de l'appareillage

8.1 Nettoyer l'éprouvette graduée (6.1) en éliminant tout film d'huile (ou de fluide) avec le solvant de nettoyage (5.2) suivi d'un rinçage d'abord avec de l'acétone (5.3), puis avec de l'eau de ville. Immerger complètement l'éprouvette dans la solution d'acide sulfochromique (5.4). Chauffer, si nécessaire, mais pas au delà de 50 °C. Rincer soigneusement avec de l'eau de ville puis avec de l'eau (5.1).

8.2 Nettoyer la pale d'agitation (6.3) et l'arbre avec du coton absorbant ou un morceau de tissu imprégné du solvant de nettoyage (5.2) et sécher à l'air. Veiller à ne pas tordre ou excentrer le montage de la pale pendant l'opération de nettoyage.

9 Mode opératoire

9.1 Chauffer, à la température d'essai, de l'eau (5.1) ou de l'eau de mer synthétique (5.5) dans le cas d'applications maritimes et verser dans l'éprouvette graduée (6.1) jusqu'au repère 40 ml. Chauffer la prise d'essai d'huile ou de fluide à la même température et la verser dans l'éprouvette jusqu'au repère 80 ml. Placer l'éprouvette dans le bain chauffant (6.2), immergée au moins jusqu'à la graduation 85 ml. Laisser l'ensemble atteindre la température du bain.

NOTE 5 Il suffit en général de 20 min pour que la prise d'essai atteigne la température d'essai.

9.2 Mettre l'éprouvette (6.1) en place et la fixer au-dessous de la pale d'agitation (6.3). Abaisser la pale dans l'éprouvette jusqu'à ce que la butée la stoppe à la profondeur requise. Déclencher simultanément l'agitateur (6.3) et un chronomètre, puis régler l'agitateur à la vitesse requise de rotation de 1 500 tr/min ± 15 tr/min. Au bout de 5 min, arrêter l'agitateur et le soulever pour dégager la pale de l'éprouvette.

Raclar la pale avec la tige de verre (6.4), en laissant le liquide ainsi enlevé s'égoutter dans l'éprouvette. Dégager l'éprouvette de ses pinces de fixation et la transférer avec précaution dans une autre partie du bain.

9.3 À des intervalles de 5 min, noter les volumes des couches d'huile (ou de fluide), d'eau et d'émulsion par observation à travers les parois du bain chauffant si elles sont transparentes, ou en sortant l'éprouvette du bain pour lire les graduations.

9.4 Noter le temps (à des intervalles de 5 min) nécessaire pour que le volume d'émulsion soit réduit 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.

9.5 L'aspect de chaque couche et de chaque interface doit être décrit conformément à l'annexe A.

10 Expression des résultats

Noter les résultats des essais (voir 9.3 à 9.5) selon les exemples ci-après, en indiquant, dans cet ordre, les volumes d'huile, d'eau et d'émulsion et le temps entre parenthèses. Le volume de la couche d'huile qui doit être noté ne peut excéder 43 ml. Ajouter un code descriptif conformément à l'annexe A, par exemple b) a) b) b).

Séparation d'eau	Interprétation du code numérique
40-40-0 (20)	Séparation complète obtenue en 20 min. Après 15 min, le volume de l'émulsion était encore supérieur à 3 ml.
39-38-3 (20)	Il n'y a pas eu de 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, c'est-à-dire 39 ml d'huile, 35 ml d'eau et 6 ml d'émulsion.
43-37-0 (30)	Le volume d'émulsion était réduit à 3 ml ou moins après 30 min. Le volume d'émulsion était supérieur à 3 ml après 25 min, par exemple, 0-36-44 ou 43-33-4.

11 Fidélité

11.1 Répétabilité

La différence entre des résultats successifs, obtenus par le même opérateur dans des conditions opératoires identiques et 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 20 les valeurs indiquées sur le graphique de la figure 1.

11.2 Reproductibilité

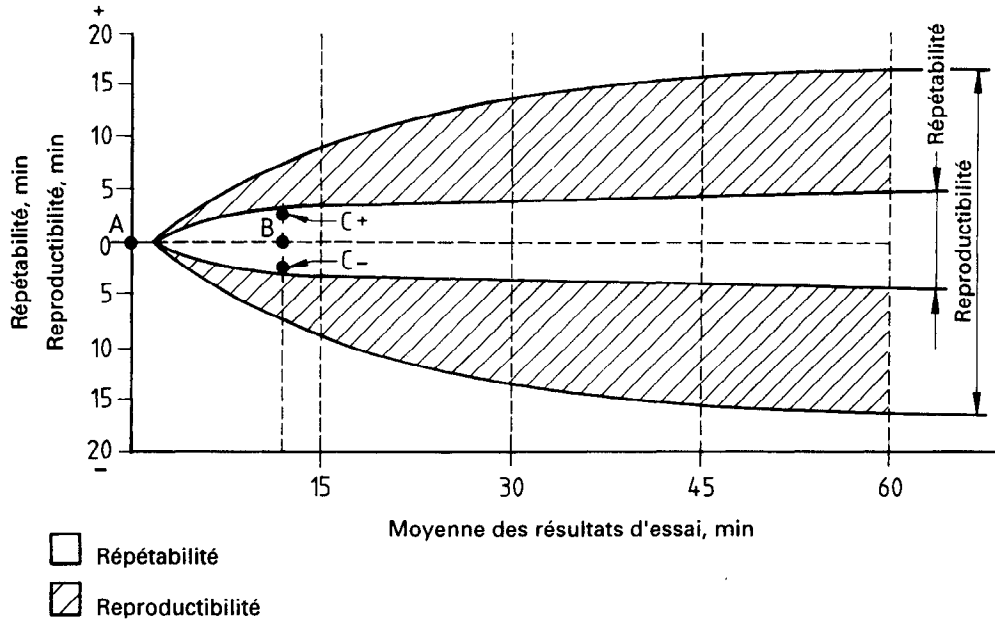
La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit pas, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur 20 les valeurs indiquées sur le graphique de la figure 1.

NOTE 6 La fidélité de la méthode a été déterminée par l'examen statistique de résultats d'essais interlaboratoires portant sur des huiles turbines ayant une viscosité comprise entre 32 mm²/s et 95 mm²/s à 40 °C.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- le type et l'identification du produit soumis à l'essai;
- une référence à la présente Norme internationale;
- la température d'essai et la nature de la solution aqueuse si elle est différente de celle spécifiée en 5.1;
- le résultat de l'essai exprimé conformément à l'article 10;
- tout écart par rapport au mode opératoire spécifié résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- la date de l'essai.



Emploi du graphique

Calculer la moyenne des résultats des essais, en minutes. Partir du point zéro, A, de l'axe des ordonnées et se déplacer vers la droite sur l'axe des abscisses vers le point B. Calculer et positionner les points d'écart C+ et C- d'après la moyenne des résultats. Si les points d'écart sont à l'intérieur de la zone de répétabilité, cela signifie que les résultats sont acceptables en terme de répétabilité.

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

Annexe A (normative)

Descriptions normalisées des couches d'émulsion, d'huile (ou de fluide) et d'eau et de leurs interfaces

A.1 Description des couches

Décrire l'aspect de chaque couche dans les termes suivants:

A.1.1 Couche d'huile (ou de fluide)

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

A.1.2 Couche aqueuse

- a) claire;
- b) présence de bulles ou aspect de dentelle, ou les deux;
- c) voilée;
- d) trouble (ou laiteuse).

A.1.3 Couche d'émulsion

- a) instable et aspect de dentelle;
- b) trouble (ou laiteuse);
- c) crémeuse.

A.2 Description des interfaces

Décrire l'aspect des interfaces huile/émulsion et eau/émulsion dans les termes suivants:

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

A.3 Explication des termes descriptifs

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

La principale différence entre des émulsions troubles et 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 trouble (ou laiteuse) pourra s'écouler facilement d'une éprouvette inclinée, au contraire d'une émulsion crémeuse.

Une couche ou émulsion à l'aspect de dentelle est définie comme étant une phase essentiellement aqueuse contenant en suspension instable une petite quantité d'huile pouvant donner une apparence de «tresses» ou de «gaze».

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6614:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7a96a5c-27d9-4610-9254-78ea0eef4534/iso-6614-1994>