

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4407

Première édition
1991-06-01

**Transmissions hydrauliques — Pollution des
fluides — Détermination de la pollution
particulaire solide — Méthode de comptage au
microscope**
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Hydraulic fluid power — Fluid contamination — Determination of
particulate contamination by the counting method using a microscope*
[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73a7a6c9-6638-414c-9d37-
d72bf2b8bdf/iso-4407-1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73a7a6c9-6638-414c-9d37-d72bf2b8bdf/iso-4407-1991)



Numéro de référence
ISO 4407:1991(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 4407 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 131, *Transmissions hydrauliques et pneumatiques*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73a7a6c9-6638-414c-9d37-d72bf2b8bdf/iso-4407-1991>

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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

Imprimé en Suisse

Introduction

Dans les systèmes de transmissions hydrauliques, l'énergie est transmise et commandée par l'intermédiaire d'un liquide sous pression circulant en circuit fermé. Ce liquide fait office à la fois de lubrifiant et de milieu de transmission de l'énergie.

La fiabilité de fonctionnement du système exige un contrôle du fluide. Pour déterminer quantitativement et qualitativement la pollution particulaire du fluide, il est nécessaire de garantir la fidélité du prélèvement de l'échantillon et de la détermination de la nature et de l'ampleur de la pollution.

La méthode microscopique de détermination de la pollution du fluide procède par comptage des particules filtrées et éclairées sous un microscope. La méthode utilise à cet effet des filtres à membrane qui conservent au fluide sa propreté en éliminant les polluants insolubles.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4407:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73a7a6c9-6638-414c-9d37-d72bf2b8bdf/iso-4407-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73a7a6c9-6638-414c-9d37-d72bf2b8bdf/iso-4407-1991>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4407:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73a7a6c9-6638-414c-9d37-d72bfa2b8bdf/iso-4407-1991>

Transmissions hydrauliques — Pollution des fluides — Détermination de la pollution particulaire solide — Méthode de comptage au microscope

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de la pollution particulaire solide des fluides utilisés dans les systèmes de transmissions hydrauliques par comptage au microscope, en lumière transmise ou incidente, du nombre de particules à la surface d'un filtre à membrane.

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 4021:1977, *Transmissions hydrauliques — Analyse de la pollution par particules — Prélèvement des échantillons de fluide dans les circuits en fonctionnement.*

ISO 5598:1985, *Transmissions hydrauliques et pneumatiques — Vocabulaire.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 5598 et les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 comptage à blanc: Comptage résultant de l'introduction par d'autres sources de polluants tels que réactifs ou produits de nettoyage de verrerie et

ne devant pas dépasser 1 000 particules de dimension égale ou supérieure à 5 µm.

NOTE 1 Pour ce comptage, il convient d'utiliser une membrane neuve et propre, préparée de la manière indiquée dans l'article 9, en remplaçant l'échantillon par le même volume de solvant filtré. Les comptages supérieurs à 1 000 particules témoignent de conditions non satisfaisantes à corriger pour revenir à la normale avant analyse des échantillons.

3.2 facteur de calcul: Rapport de la surface utile à la surface totale de comptage.

3.3 surface utile: Surface de la membrane exposée au débit du fluide pendant la filtration. (Elle correspond en règle générale à 100 carrés de quadrillage et à une surface de 890 mm².)

3.4 fibre: Particule de longueur supérieure à 100 µm dont le rapport longueur sur largeur est égal ou supérieur à 10:1.

3.5 fixatif: Fluide qui, sous l'effet d'une cuisson, fait adhérer la membrane filtrante polluée à une lame de verre, donnant un résidu opaque en nid d'abeilles.

3.6 carré de quadrillage: Carré de 3,08 mm de côté imprimé sur la membrane du filtre.

3.7 fluide de transparence: Fluide qui appliqué au résidu sec en nid d'abeilles sur la lame de verre le rend transparent.

3.8 taille de particule: Taille déterminée par un mesurage à l'oculaire micrométrique étalonné.

3.9 sous-multiple de surface unitaire: Surface correspondant approximativement à un vingtième d'un carré et servant à l'estimation de populations égales ou supérieures à 25 000 sous un grossissement $\times 10$. Voir 10.2.

3.10 Surface unitaire: Surface délimitée dans le plan horizontal par deux lignes de quadrillage verticales adjacentes et dans le plan vertical par deux lignes parallèles de l'oculaire micrométrique à fils ou deux lignes tracées sur l'écran de projection. Les dimensions de cette surface doivent être mesurées à l'aide de l'oculaire micrométrique préalablement étalonné.

4 Principe du comptage

Dépôt des polluants particulaires solides sur la surface d'une membrane filtrante par filtration sous vide d'un volume connu de fluide hydraulique. Examen de la membrane au microscope en lumière incidente ou, après l'avoir rendue transparente, en lumière transmise afin de mesurer, de compter et de classer ces particules suivant leur plus grande dimension.

5 Appareillage

5.1 Support-filtre, comprenant

- un entonnoir en verre, gradué, d'une capacité de 250 ml;
- une pince de serrage;
- une base convenable pour tenir la membrane.

5.2 Couvercle pour entonnoir.

5.3 Membrane filtrante, de 47 mm de diamètre, blanche, quadrillée, avec un DMP¹⁾ inférieur à 1 µm. Chaque carré a 3,08 mm de côté et une surface correspondant à un centième de la surface effective.

NOTE 2 Si la méthode de transparisation choisie implique une destruction chimique de la membrane filtrante, il convient que cette dernière ait les mêmes caractéristiques mais il est recommandé qu'elle ne soit pas quadrillée.

5.4 Fiole à vide, d'une capacité de 1 l.

5.5 Dispositif, permettant de créer un vide de 86,6 kPa (0,866 bar²⁾) (c'est-à-dire 650 mmHg).

5.6 Distributeur de solvant filtré, (c'est-à-dire système fonctionnant sous pression et faisant passer le solvant à travers une membrane filtrante avec un DMP inférieur ou égal à 1,2 µm).

5.7 Pince à bouts plats, en acier inoxydable.

5.8 Lames de microscope et lamelles protectrices, d'épaisseur 0,25 mm (pour le comptage en lumière transmise uniquement).

5.9 Boîtes de Petri, en plastique ou équivalent, pour membranes filtrantes de 47 mm de diamètre (pour le comptage en lumière incidente uniquement).

5.10 Étuve, réglable jusqu'à une température de 70 °C.

5.11 Microscope monoculaire, muni d'un oculaire micrométrique pouvant séparer les particules jusqu'à 5 µm. Une platine doit être ajoutée pour permettre un balayage de la surface utile. Il est recommandé d'adopter les grossissements et combinaisons optiques indiqués dans le tableau 1 et le tableau 2. L'appareil le mieux adapté est un microscope à projection équipé d'un écran, d'un miroir sur oculaire et d'une platine tournante.

Tableau 1 — Grossissements nominaux et combinaisons optiques pour comptage en lumière transmise

Grossissement		Oculaire	Objectif
nom.	tol.		
×100	± 10	×10	×10
×200	± 20	×10	×20
×450	± 50	×10	×45

Tableau 2 — Grossissements nominaux et combinaisons optiques pour comptage en lumière incidente

Grossissement		Oculaire	Objectif
nom.	tol.		
×50	± 10	×10	×5 ± 1
×100	± 10	×10	×10 ± 1
×200	± 20	×10	×20 ± 2

5.12 Micromètre de platine, gradué en dixièmes et centièmes de millimètre.

5.13 Lampe extérieure, à intensité variable si le microscope n'incorpore pas de source de lumière dans son optique (pour le comptage en lumière incidente uniquement).

1) DMP = diamètre moyen de pore

2) 1 bar = 10⁵Pa

5.14 Lampe, convenable utilisée comme source de lumière (pour le comptage en lumière transmise uniquement).

5.15 Compteur-pointeur.

5.16 Flacons en verre, de contenance recommandée 250 ml, de préférence à large goulot et bouchon à vis.

5.17 Flacons en verre, d'une contenance d'au moins 100 ml, à repère indélébile marquant l'échantillon au niveau 100 ml, à bouchon à vis.

5.18 Feuilles de plastique, de 0,05 mm d'épaisseur sur 50 mm × 50 mm, à intercaler entre le bouchon et le goulot des divers flacons.

6 Réactifs

6.1 Produits chimiques de rinçage et de nettoyage

6.1.1 Détergent liquide, ne laissant pas de résidu solide.

6.1.2 Eau distillée ou **eau déminéralisée**.

6.1.3 Alcool isopropylique, sans acétone.

6.1.4 Éther de pétrole (température d'ébullition comprise entre 100 °C et 120 °C) ou **trichlorotrifluoroéthane** (F.113).

AVERTISSEMENT: Prendre les précautions appropriées lors de l'utilisation de solvants ayant des points éclairés bas ainsi que pour éviter l'inhalation des fumées toxiques émanant de ces solvants.

6.2 Fluides pour méthode d'échantillonnage (pour le comptage en lumière transmise)

6.2.1 Fixatif (voir 3.5).

6.2.2 Fluide de transparisation, ayant un indice de réfraction similaire à celui de la lame protectrice (voir 3.7).

7 Nettoyage de la verrerie

Nettoyer l'appareillage de filtration (5.1), les flacons (5.16), les lames (5.8) et les boîtes de Petri (5.9) comme suit:

a) laver la verrerie à l'eau de ville chaude additionnée de détergent liquide (6.1.1);

b) rincer trois fois à l'eau distillée ou déminéralisée (6.1.2);

c) rincer trois fois à l'alcool isopropylique filtré (6.1.3) pour éliminer l'eau;

d) rincer trois fois au trichlorotrifluoroéthane filtré ou à l'éther de pétrole (6.1.4) filtré (vérifier que l'éther de pétrole ne laisse pas de tache de graisse), et

— pour l'appareillage de filtration, maintenir l'entonnoir tête en bas pendant 15 s pour laisser le solvant s'écouler et s'évaporer,

— pour les flacons, laisser subsister une petite quantité de solvant et les fermer en insérant la feuille plastique (5.18) (rincée au solvant filtré) entre le goulot et le bouchon.

NOTE 3 L'évaporation du solvant met le flacon légèrement sous pression et empêche ainsi la pollution à l'ouverture.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8 Échantillonnage

Prélever l'échantillon conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 4021.

ISO 4407:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73a7a6c9-6638-414c-9d37-d72bfa2b8bdf/iso-4407-1991>

9 Mode opératoire

Les opérations suivantes doivent s'effectuer dans une salle ou enceinte propre.

9.1 Préparation

9.1.1 À l'aide d'une pince propre (5.7), retirer de son emballage une membrane filtrante (5.3) et la placer sur la grille du support de l'entonnoir (5.1). Mettre soigneusement l'entonnoir en position et le bloquer avec la pince de serrage. Ne pas enlever le couvercle de l'entonnoir (5.2) avant d'être prêt à filtrer.

9.1.2 Noter tous les détails nécessaires, enlever les étiquettes collées ou attachées en s'assurant que l'échantillon conserve un moyen d'identification.

9.1.3 Nettoyer soigneusement l'extérieur du flacon d'échantillonnage dans la région du bouchon à l'aide d'éther de pétrole filtré ou équivalent agréé. Agiter le flacon vigoureusement pendant au moins 1 min. Enlever le bouchon et la feuille, éventuellement intercalée, et rincer les matières adhérentes au goulot fileté avec un jet d'éther de pétrole filtré ou autre solvant agréé, en vérifiant que les eaux de lavage ne pénètrent pas dans le flacon.

9.1.4 Relier un dispositif à vide (5.5) à la tubulure latérale de la fiole à vide (5.4). Verser dans l'entonnoir filtrant 100 ml de l'échantillon contenu dans le flacon. Faire le vide. Quand le contenu de l'entonnoir a sensiblement réduit, rincer ses parois à l'aide d'un jet de solvant filtré dirigé en spirale en prenant garde de ne pas toucher les particules déposées sur la membrane filtrante. Faire le vide jusqu'à ce que le filtre soit sec et préparer la membrane suivant la méthode d'observation choisie (9.2 ou 9.3).

9.2 Observation en lumière transmise

9.2.1 Prendre une lame de verre et y étendre une quantité suffisante de fixatif (6.2.1).

9.2.2 Prendre soigneusement avec des pinces la membrane filtrante polluée et la placer, face polluée sur le dessus, sur la lame imprégnée de fixatif en plaçant les lignes de quadrillage de la membrane parallèlement aux bords de la lame.

9.2.3 Placer la lame portant la membrane polluée soigneusement protégée dans une étuve (5.10) réglée à une température de 55 °C à 60 °C et laisser sécher pendant environ 1 h. Le temps de séchage n'est pas primordial en soi; une fois la membrane fixée sur la lame, elle doit prendre une couleur blanche opaque.

9.2.4 Après séchage, retirer la lame de l'étuve et laisser refroidir pendant 2 min à 3 min. Pendant ce temps, prendre une lamelle de verre et l'enduire de fluide de transparisation (6.2.2).

9.2.5 Prendre la lame sur laquelle est collée la membrane filtrante et coller par dessus la lamelle enduite de fluide de transparisation et laisser reposer les deux lames, bords des verres alignés.

NOTE 4 Il convient d'apporter une attention particulière pour éviter d'écraser les particules sous la lamelle de verre.

9.2.6 Replacer soigneusement les deux lames assemblées dans l'étuve réglée à une température de 55 °C à 60 °C pendant au moins 90 min. Plus la durée est longue (jusqu'à 36 h) et mieux le montage tiendra.

9.2.7 Une fois la période de séchage terminée, enlever l'assemblage de l'étuve et laisser refroidir.

9.2.8 Enregistrer et marquer l'assemblage pour son identification lors du comptage au microscope.

9.3 Observation en lumière incidente

9.3.1 Prendre soigneusement avec des pinces la membrane et la placer dans une boîte de Petri propre.

9.3.2 Enregistrer et marquer la boîte pour son identification.

9.4 Essai à blanc

9.4.1 À l'aide de la pince, retirer de son emballage une membrane filtrante. La rincer avec du solvant filtré (dans le cas d'un pulvérisateur de solvant filtré, utiliser un bec à jet conique afin de ne pas casser le filtre). Placer la membrane filtrante, face imprimée au-dessus, sur la base du support-filtre.

9.4.2 Descendre l'entonnoir à l'intérieur du support-filtre sans le glisser et le bloquer avec la pince de serrage.

9.4.3 Verser un volume de solvant filtré égal à celui du fluide testé dans un flacon propre d'échantillonnage et secouer ce dernier. Enlever le couvercle de l'entonnoir et verser dans ce dernier le contenu du flacon. Verser approximativement 50 ml de solvant filtré dans le flacon. Secouer le flacon et verser son contenu dans l'entonnoir. Remettre le couvercle de l'entonnoir.

9.4.4 Faire le vide et filtrer le reste jusqu'à ce qu'il ne reste qu'environ 50 ml dans l'entonnoir. Couper le vide. Enlever le couvercle de l'entonnoir, rincer les parois de ce dernier avec du solvant filtré et remettre son couvercle.

9.4.5 Faire le vide et filtrer le reste du solvant. Attendre que la membrane soit complètement sèche. Couper le vide. Enlever le couvercle de l'entonnoir, la pince de serrage et l'entonnoir.

9.4.6 Procéder comme décrit en 9.2 ou 9.3.

10 Étalonnage du microscope

10.1 À l'aide du micromètre de platine (5.12), étalonner le microscope (5.11) pour classer les particules aux grossissements de $\times 50$, $\times 100$, $\times 200$ et $\times 450$.

10.2 À chaque grossissement, mesurer la largeur des surfaces unitaires et sous-multiples de surfaces unitaires, celle-ci devant être inférieure à un carré du quadrillage. En cas d'utilisation d'un écran, il convient de monter celui-ci perpendiculairement au sens de projection et à une distance suffisante pour avoir l'agrandissement nécessaire. Des lignes horizontales peuvent être tracées sur l'écran pour délimiter les surfaces plus petites. Lorsque le microscope est muni d'une seconde optique micrométrique, c'est elle qu'on peut utiliser pour définir les zones requises.

11 Comptage des particules et classification

11.1 Intervalles granulométriques

Classer les particules dans les intervalles granulométriques suivants:

- 5 μm < particules \leq 15 μm
- 15 μm < particules \leq 25 μm
- 25 μm < particules \leq 50 μm
- 50 μm < particules \leq 100 μm
- particules > 100 μm
- fibres (voir 3.4)

11.2 Sélection de grossissements nominaux

Choisir le grossissement approprié à l'intervalle granulométrique à compter dans le tableau 3.

Tableau 3 — Intervalles granulométriques et grossissements nominaux

Intervalle granulométrique μm	Grossissement nominal en lumière	
	transmise	incidente
5 < particules \leq 15 ¹⁾	$\times 450$	$\times 200$
15 < particules \leq 25	$\times 200$	$\times 100$
25 < particules \leq 50	$\times 200$	$\times 100$
50 < particules \leq 100	$\times 100$	$\times 50$
particules > 100	$\times 100$	$\times 50$
fibres	$\times 100$	$\times 50$

1) Si nécessaire, cet intervalle peut être subdivisé en deux intervalles qui sont: 5 μm < particules \leq 10 μm et 10 μm < particules \leq 15 μm .

11.3 Comptage par surface unitaire

11.3.1 Vérifier la bonne distribution des particules sur toute la membrane. Si elle est homogène, compter comme indiqué en 11.3.2; sinon, compter toute la membrane ou préparer un autre échantillon.

11.3.2 Balayer la première surface unitaire et compter le nombre de particules suivant les critères de classification exposés en 3.9. Un modèle-type de comptage est représenté à la figure 1. Poursuivre le comptage des surfaces unitaires. Si dans les dix premières le nombre total de particules excède 300 dans un intervalle granulométrique donné, le comptage doit être considéré comme terminé pour cet intervalle. Si le nombre n'est pas atteint, le comptage doit se poursuivre sur des surfaces unitaires bien dispersées.

- a) jusqu'à ce que le total de 300 particules soit dépassé, ou bien
- b) jusqu'à 100 surfaces unitaires.

NOTE 5 Si le nombre de particules par surface unitaire dépasse 50, le comptage peut s'effectuer sur des sous-multiples de surface unitaire.

11.4 Calcul du comptage total

Le nombre total de particules s'obtient par multiplication du comptage obtenu par un facteur de calcul, F_c .

$$F_c = \frac{890 \text{ mm}^2}{l \times w \times n}$$

où

l est la dimension d'un carré, en millimètres (longueur de la surface unitaire);

w est la largeur de la surface unitaire ou sous-multiple de la surface unitaire, en millimètres;

n est le nombre de surfaces unitaires ou sous-multiples de surfaces unitaire comptées.

11.5 Comptage statistique

Pour obtenir le nombre total de particules dans chaque intervalle granulométrique, compter le nombre de particules sur un nombre donné de carrés et, à partir de ce nombre, calculer le nombre total de particules statistiquement présentes sur les 100 carrés du quadrillage représentant la surface de filtration. Le comptage statistique doit s'effectuer comme suit:

- a) si le nombre de particules dans un intervalle donné est estimé compris entre 1 et 50, effectuer le comptage sur toute la surface de filtration;
- b) si le nombre de particules est estimé compris entre 50 et 1000, compter le nombre de particules sur 20 carrés pris au hasard et multiplier le résultat par 5.
- c) si le nombre de particules est estimé compris entre 1000 et 5000, compter le nombre de particules sur 10 carrés pris au hasard et multiplier le résultat par 10.
- d) si le nombre de particules est estimé supérieur à 5000, compter le nombre de particules sur au moins 10 surfaces unitaires et multiplier le résultat par un facteur approprié.