

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6617

Première édition
1994-10-15

**Huile de graissage à base de pétrole —
Caractéristiques de vieillissement —
Détermination de l'augmentation du résidu
de carbone Conradson après oxydation
(standards.iteh.ai)**

*Petroleum-based lubricating oils — Ageing characteristics —
Determination of change in Conradson carbon residue after oxidation*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15dbc461-4e85-4ba8-b07a-8196ccfbd9db/iso-6617-1994>



Numéro de référence
ISO 6617:1994(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 6617 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, sous-comité SC 4, *Classifications et spécifications*. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3dbc46f-4e85-4ba8-b07a-8196ecfbd9db/iso-6617-1994>

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

Imprimé en Suisse

Huile de graissage à base de pétrole — Caractéristiques de vieillissement — Détermination de l'augmentation du résidu de carbone Conradson après oxydation

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 les règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant l'utilisation.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination des caractéristiques de vieillissement d'huiles de graissage à base de pétrole. Elle s'applique aux huiles qui présentent une perte par évaporation inférieure à 15 % (*m/m*) conformément à la procédure décrite en 9.3.

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 3585:1991, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés*.

ISO 6615:1993, *Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode Conradson (Publiée actuellement en anglais seulement)*.

3 Définition

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

3.1 caractéristiques de vieillissement: Caractéristiques des huiles de graissage à base de pétrole déterminées, conformément à la présente Norme internationale, en mesurant l'augmentation du résidu de carbone Conradson dans l'huile usagée par rapport à l'huile neuve.

4 Principe

L'échantillon d'huile subit un vieillissement pendant deux périodes de 6 h à une température de 200 °C, tout en étant traversé par un flux d'air. On mesure le résidu de carbone de l'échantillon vieilli conformément à l'ISO 6615. Le résidu de carbone de l'huile non vieillie, également déterminé conformément à l'ISO 6615, est soustrait. L'augmentation du résidu de carbone dans l'huile usagée par rapport à l'huile neuve est notée en tant que résultat.

La méthode prescrite dans l'ISO 6615 ne saurait en aucun cas être modifiée ni substituée à la présente méthode.

5 Appareillage

5.1 Appareillage d'essai, comprenant un récipient de vieillissement et un support pourvu d'un tube d'admission d'air et d'un tube d'échappement d'air (figure 1), tous les éléments étant réalisés en verre borosilicaté selon l'ISO 3585.

5.1.1 Récipient de vieillissement, réalisé à partir d'un tube en verre borosilicaté de 28 mm × 1,4 mm selon l'ISO 3585 et complété par un joint conique rodé de 29/32.

5.1.2 Récipient de mesure de la température, réalisé comme indiqué pour le récipient de vieillissement (5.1.1), mais sans comporter de joint rodé.

5.1.3 Support, avec tube d'admission et d'échappement d'air.

Le tube d'admission doit être réalisé à partir d'un tube

de verre borosilicaté de 7 mm × 1 mm, selon l'ISO 3585 et doit être scellé dans le support comme représenté en figure 1. Le tube d'admission doit être placé au centre du support et sa partie inférieure doit être découpée à angle droit. Le tube d'admission doit être d'une longueur appropriée de façon que, le support étant bien centré dans le récipient de vieillissement, sa partie inférieure se trouve à une distance de $1 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ du fond du récipient de vieillissement.

Chaque récipient de vieillissement (5.1.1) et support doivent être réalisés ensemble et marqués de façon appropriée afin d'éviter les mélanges entre appareillages de même type.

5.2 Four, capable de maintenir une température de 105 °C à 110 °C.

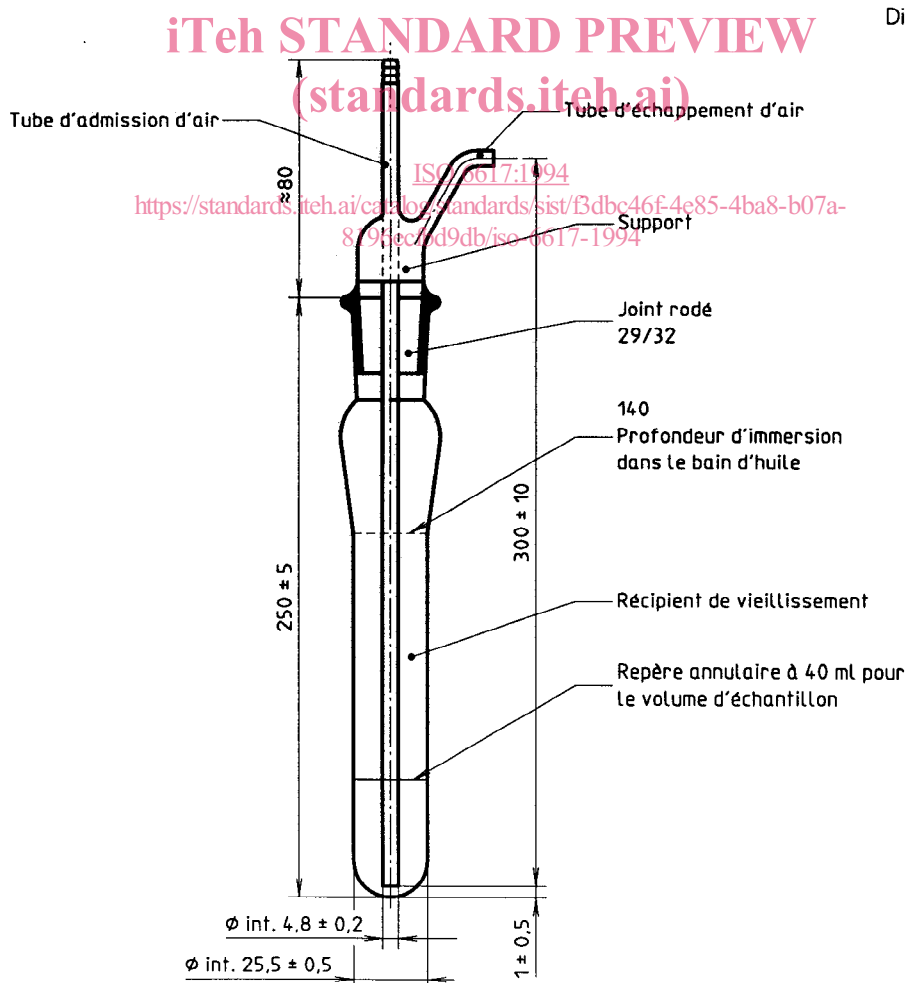


Figure 1 — Récipient de vieillissement et support

5.3 Dispositif de chauffage.

Il doit être prévu un bain d'huile équipé d'un agitateur et d'un thermostat, complété par un couvercle et une isolation adéquate pour minimiser la déperdition de chaleur. L'effet de l'agitation et l'effet de chauffage doivent permettre d'obtenir une température uniforme de $200\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ pour chaque échantillon. La quantité d'huile doit être telle qu'à $200\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, elle se dilate à concurrence de 13 mm du couvercle. Un thermomètre étalonné (5.4) doit être placé dans un second récipient de vieillissement (5.1.2) et rempli d'huile jusqu'à un niveau de remplissage de 110 mm. Le récipient de vieillissement ne doit avoir ni joint rodé ni tube d'admission d'air.

Un support pour le récipient de vieillissement doit être placé dans le bain d'huile de telle sorte que les récipients soient immergés dans l'huile jusqu'à une profondeur de 140 mm. Le couvercle servant à fermer le bain d'huile est percé de trous d'un diamètre juste suffisant pour admettre chacun un récipient de vieillissement. Pour protéger des courants d'air les sections des récipients de vieillissement dépassant le couvercle ainsi que le thermomètre, les parois du bain d'huile doivent dépasser le couvercle d'au moins 150 mm. Un chapeau de protection de cette hauteur peut être placé sur le couvercle pour obtenir le même effet.

Un bloc de métal peut également servir de dispositif de chauffage si l'on est sûr de maintenir une température d'huile de $200\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ dans le récipient de vieillissement. Si un bloc de métal est utilisé comme dispositif de chauffage, un chapeau de protection de 155 mm doit être placé sur le bloc de métal pour protéger le dispositif des courants d'air.

NOTE 1 Pour bénéficier d'un meilleur transfert thermique, on peut remplir le vide séparant le bloc de métal et le récipient de vieillissement d'huile par un fluide de transfert de chaleur tel que le silicone.

5.4 Thermomètre, conforme aux spécifications données en annexe A.

5.5 Éléments d'admission d'air.

5.5.1 Dispositif de nettoyage du gaz, garni de laine de verre.

5.5.2 Régulateur de pression, contrôlé électriquement ou mécaniquement.

Par exemple, un régulateur de pression consistant en un tube de verre borosilicaté selon l'ISO 3585, de 24 mm × 1,8 mm, d'une longueur d'environ 1 200 mm, à fond soudé et rempli d'une solution d'eau glycinée (composée de glycérine et d'eau dans un rapport 2/1 en volume), la colonne de liquide atteignant environ 1 000 mm.

Un tube de verre en T, en verre borosilicaté de 6 mm × 1 mm selon l'ISO 3585 est également nécessaire. La branche verticale, qui a une longueur d'environ 1 200 mm, est pourvue d'un bouchon à entaille supportant la partie en T.

5.5.3 Débitmètre, un pour chaque récipient de vieillissement, ayant une plage moyenne de mesurage d'environ 15 l/h, étalonné à l'air à 20 °C, avec une marge d'erreur maximum de $\pm 0,25$ l/h.

5.5.4 Débitmètre à bulle de savon, d'un volume de mesurage de 150 ml à graduations de 1 ml ou tout autre débitmètre approprié.

6 Réactifs et produits

6.1 Solution d'acide sulfochromique, ou, éventuellement, solution de nettoyage acide, fortement oxydante et sans chrome.¹⁾

AVERTISSEMENT — Le mélange sulfochromique présente des risques pour la santé. Il est toxique, est reconnu cancérigène en raison des composés de Cr(VI) qu'il contient, est fortement corrosif et peut réagir dangereusement avec des produits organiques. Lorsqu'un nettoyage est effectué au mélange sulfochromique, il est essentiel de porter des lunettes de sécurité et des vêtements de protection. Ne jamais aspirer le mélange à la bouche. Après usage, ne pas rejeter les produits à l'évier, mais les neutraliser avec beaucoup de précaution, en raison de la présence d'acide sulfurique, et les jeter en respectant les réglementations relatives aux déchets toxiques de laboratoire (le chrome est très nocif pour l'environnement).

Les solutions de nettoyage acides fortement oxydantes sont aussi très corrosives et risquent de réagir dangereusement avec des produits organi-

1) Une solution chaude de Nochromix® ou un trempage de 24 h dans une solution Micro® donne des résultats similaires à ceux obtenus avec une solution d'acide sulfochromique. Nochromix® et Micro® sont des exemples de produits commercialisés. 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 de ces produits. Des produits similaires peuvent être utilisés s'il est établi qu'ils donnent des résultats équivalents.

ques mais ne contiennent pas de chrome qui pose des problèmes pour son élimination.

Une solution d'acide sulfochromique peut être obtenue en dissolvant 50 g de $K_2Cr_2O_7$ dans 1 litre d'acide sulfurique concentré (pourcentage en masse $H_2SO_4 = 96 \%$, masse volumique = 1,84 g/ml). Conserver cette solution dans des bouteilles à goulots et bouchons rodés.

Il est possible d'utiliser des solutions d'acide sulfochromique commercialement disponibles.

6.2 Air sec et sans huile, comprimé provenant d'une bouteille d'air comprimé.

6.3 Acétone (propane-2-one), de pureté analytique.

7 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage selon l'ISO 3170.

8 Préparation de l'appareillage

Nettoyer soigneusement les récipients de vieillissement ainsi que leurs supports à l'aide de solvants appropriés (6.1 et 6.3) puis les sécher en étuve. Si des dépôts sont présents à la surface du verre, les enlever à l'acide sulfochromique, en observant les précautions d'usage décrites en 6.1. Après avoir retiré l'acide, rincer les récipients de vieillissement dans un premier temps à l'eau du robinet, puis à l'eau déminéralisée jusqu'à la constatation d'une réaction neutre. Faire ensuite sécher les différentes pièces à l'étuve (5.2) à $105 \text{ }^\circ\text{C}$ à $110 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant au moins 3 h. Après les avoir fait sécher, les laisser refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur où elles séjourneront jusqu'à leur utilisation.

Régler le dispositif de chauffage à une température de $200 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ dans le récipient de mesurage de la température selon 5.3.

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Effectuer une double détermination comme décrit en 9.2 à 9.4 .

9.2 Opération de vieillissement

L'échantillon d'huile est introduit à la température ambiante ($18 \text{ }^\circ\text{C}$ à $28 \text{ }^\circ\text{C}$) dans deux récipients de vieillissement à concurrence du trait des 40 ml puis fermé avec le support. Afin de déterminer la perte par

évaporation selon 9.3, peser le récipient de vieillissement en même temps que l'échantillon et le support à 0,01 g près. Après l'avoir pesé, placer le récipient de vieillissement dans le dispositif de chauffage et brancher le tube d'arrivée d'air dans le débitmètre. Faire passer pendant 6 h un flux d'air à un débit de $15 \text{ l/h} \pm 0,25 \text{ l/h}$ dans l'échantillon maintenu à $200 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. Au terme de ces 6 h, couper le flux d'air et retirer le récipient de vieillissement du dispositif de chauffage.

Contrôler plusieurs fois pendant le vieillissement le débit d'air à la sortie, à l'aide d'un débitmètre à bulle de savon (5.5.4).

Après stockage des deux échantillons de 12 h à 18 h à température ambiante, répéter le processus de vieillissement comme décrit ci-dessus.

NOTE 2 Pour procéder à des contrôles de routine par lot, il est possible de conduire l'essai en deux étapes consécutives de 6 h à $200 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ sans respecter le temps de repos de 12 h à 18 h à température ambiante. Cet aménagement ne doit pas intervenir dans le cadre d'essais de référence.

9.3 Perte par évaporation

Une fois les échantillons vieillis parvenus à la température ambiante, déterminer la perte par évaporation en pesant les échantillons à 0,01 g près et en les comparant à la limite de 15 % spécifiée à l'article 1.

9.4 Détermination du résidu de carbone Conradson

Agiter fortement et séparément chacune des deux prises d'essai vieilles. Déterminer le résidu de carbone Conradson selon l'ISO 6615, en utilisant 5 g de la prise d'essai pesée à 5 mg près.

Si les deux prises d'essai vieilles ont été conservées pendant une période assez longue avant de procéder à la détermination du résidu de carbone Conradson, elles doivent être chauffées pendant 20 min dans un bain d'eau à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ et bien mélangées dans le récipient de vieillissement directement avant de procéder à l'essai.

Calculer la moyenne des résultats obtenus pour la détermination du résidu de carbone Conradson pour les deux prises d'essai vieilles.

10 Expression des résultats

10.1 Calculer l'augmentation du résidu de carbone à partir de la valeur obtenue pour l'échantillon non vieilli selon l'ISO 6615 et de la valeur moyenne de

résidu de carbone obtenue pour les deux échantillons vieillis. Cette valeur représente le résultat de l'essai.

10.2 Indiquer l'augmentation absolue de résidu de carbone en pourcentage en masse arrondi à 0,05 % en se référant à la présente Norme internationale. Indiquer la perte par évaporation en pourcentage en masse.

11 Fidélité

La fidélité de la méthode, chiffrée à partir de l'examen statistique des résultats interlaboratoires, est la suivante.

11.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats successifs obtenus par le même opérateur utilisant le même appareillage dans des conditions identiques et sur un même produit ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser les valeurs indiquées dans le tableau 1 qu'une fois sur vingt.

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, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser les valeurs indiquées dans le tableau 1 qu'une fois sur vingt.

Tableau 1

	Répétabilité % de la valeur moyenne des résultats	Reproductibilité % de la valeur moyenne des résultats
Lubrifiants sans cendres	20	30
Lubrifiants avec cendres	25 ¹⁾	40 ¹⁾
1) Valeur numérique déterminée lors d'un essai circulaire à partir de lubrifiants donnant des cendres. Le résidu de carbone Conradson se situait entre 0,9 g et 1,9 g pour 100 g (valeurs moyennes de l'essai circulaire).		

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- le type et l'identification du produit soumis à l'essai;
- une référence à la présente Norme internationale;
- les résultats de l'essai (voir 10.2);
- tous les détails ou incidents ou écart par rapport à la procédure, volontaire ou non, susceptibles d'avoir influencé les résultats;
- la date de l'essai.

Annexe A (normative)

Spécifications pour le thermomètre

Plage: 195 °C à 205 °C

Immersion, mm: 100

Chiffrage

Subdivisions: 0,1 °C

Traits longs à chaque: 0,5 °C

Chiffres à chaque: 1 °C

Erreur sur toute l'échelle, max.: 0,2 °C

Chambre d'expansion permettant de chauffer à: Comme souhaité

Longueur totale, mm: 300 ± 10

Diamètre de la colonne, mm: 6,5 ± 1,5

Longueur du bulbe, mm: 30 ± 5

Diamètre du bulbe, mm: Non supérieur à celui de la colonne

Distance minimum entre la partie inférieure du bulbe et le trait des 195 °C, mm: 165

Longueur de la partie graduée, mm: 90 ± 20

Renflement de la colonne

Diamètre, mm:

Longueur, mm:

Distance entre la partie renflée et la partie inférieure, mm:

Température de référence de la colonne sur toute la longueur: 40 °C

Marge de dilatation (bulbe de sûreté) Volume pour un équivalent de: 50 °C

Remplissage du thermomètre: Mercure et gaz protecteur

Tête du thermomètre: Anneau ou bouton

NOTE 3 Les thermomètres spécifiés par la norme DIN 12785 et l'essai d'oxydation IP 22C sont appropriés. Il n'existe pas à l'heure actuelle de Norme internationale équivalente.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6617:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3dbc46f-4e85-4ba8-b07a-8196ecfbd9db/iso-6617-1994>