
**Produits pétroliers et lubrifiants — Huiles
minérales inhibées pour turbines —
Détermination de la stabilité à l'oxydation**

*Petroleum products and lubricants — Inhibited mineral turbine oils —
Determination of oxidation stability*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7624:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a7731d0-2046-4de5-8c3c-c950ba90d38d/iso-7624-1997>



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 7624 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Les annexes A, B et C font partie intégrante de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a7731d0-2046-4de5-8c3c-c950ba90d38d/iso-7624-1997>

© ISO 1997

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers et lubrifiants — Huiles minérales inhibées pour turbines — Détermination de la stabilité à l'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 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 d'essai pour déterminer la résistance à l'oxydation dans des conditions spécifiées des huiles minérales neuves inhibées pour turbines. La méthode est aussi applicable à d'autres types d'huiles telles que les huiles hydrauliques.

NOTE — Cette méthode peut être utilisée à des fins de spécifications. Elle est valable pour estimer, en laboratoire, la stabilité à l'oxydation des lubrifiants pour turbines. Il convient, cependant, de reconnaître que la corrélation entre les résultats obtenus à partir de quelque méthode d'essai, que ce soit pour la stabilité à l'oxydation et la stabilité d'une huile en service, varie avec les conditions de service.

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

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire - Échelle de porosité - Classification et désignation*.

3 Principe

De l'oxygène est envoyé pendant 164 h dans un échantillon d'huile additionnée de catalyseurs métalliques solubles (fer et cuivre) et maintenue à 120 °C. La teneur en produits acides volatils, l'acidité de l'huile et la quantité de boues formées sont déterminées. S'il est nécessaire de mesurer le délai d'obtention d'une augmentation prononcée de la vitesse de formation des acides volatils (période d'induction), une courbe acidité/temps est obtenue par la mesure quotidienne des acides volatils.

4 Produits et réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696 ou une eau de pureté équivalente.

4.1 Catalyseurs

Préparer des solutions à 1 % (*m/m*) de naphtéate de cuivre et de naphtéate de fer par dilution de solutions mères conformes à l'annexe A. Après dilution, la teneur totale en traces de métaux (autre que le sodium) ne doit pas être supérieure à 300 mg/kg. Utiliser une huile minérale contenant environ 5 % de carbone aromatique comme diluant des solutions d'essais. Conserver les solutions à l'obscurité.

NOTE — Il est recommandé d'utiliser une huile de base turbine à haut point d'ébullition et de viscosité ISO VG 32.

Ne pas utiliser d'huiles blanches paraffiniques en raison de la solubilité plus faible du naphtéate de fer.

4.2 Oxygène commercial, de pureté minimale: 99,4 %.

L'oxygène doit être séché par passage sur un agent déshydratant approprié. Le système de distribution d'oxygène doit être conçu de façon à fournir un débit régulier d'oxygène dans l'appareil de mesure. Au début de chaque essai, le débit d'oxygène donné par le système de mesure doit être réglé à 1,0 l/h ± 0,1 l/h et vérifié à l'aide du débitmètre à bulles de savon (5.6). À partir de là, lors des vérifications quotidiennes, le débit doit être maintenu à 1,0 l/h ± 0,1 l/h pendant la durée de l'essai et vérifié à l'aide du débitmètre à bulles de savon, si nécessaire.

AVERTISSEMENT — N'utiliser que des équipements conditionnés pour l'emploi d'oxygène en les nettoyant soigneusement pour éliminer huile, graisse et autres matières combustibles. Ne pas utiliser d'huile ou de graisse dans les régulateurs, les jauges et les systèmes de contrôle. En cas de fuite dans le circuit d'oxygène, arrêter immédiatement et demander l'assistance de personnes qualifiées. Dépressuriser le circuit avant de rechercher la fuite. Le circuit d'oxygène doit être vérifié régulièrement.

4.3 Bleu alcalin, solution à 20 g/l dans l'éthanol (4.10).

Pour obtenir un point final de virage satisfaisant avec l'indicateur au bleu alcalin, il faut, après dissolution dans l'éthanol (4.10), ajouter 0,03 ml d'HCl (4.6) par millilitre de solution d'indicateur. Après 24 h, faire une vérification de mesure d'acidité pour s'assurer de la sensibilité de l'indicateur coloré, c'est-à-dire qu'il se produit un changement net de couleur du bleu à un rouge comparable à la couleur d'une solution à 10 % de nitrate de cobalt [Co(NO₃)₂·6H₂O]

4.4 Phénolphaléine, solution alcoolique à 10 g/l d'indicateur.

4.5 Heptane, pour analyse ou de pureté égale ou supérieure.

4.6 Acide chlorhydrique, solution aqueuse à 0,1 mol/l de HCl.

4.7 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique titrée, $c_{\text{KOH}} = 0,1 \text{ mol/l}$.

Titrer la solution quotidiennement ou selon une autre fréquence appropriée.

4.8 Toluène.

4.9 Dichlorométhane.

Éliminer les déchets de dichlorométhane suivant une méthode approuvée.

4.10 **Éthanol**, dénaturé, contenant environ 5 % (V/V) d'eau.

4.11 **Acide sulfurique**, concentré à 98 % (m/m) minimum de H₂SO₄.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 **Tubes d'oxydation**, en verre borosilicaté ou neutre, conforme aux dimensions données à la figure 1.

5.2 **Tubes d'absorption**, identiques aux tubes d'oxydation (5.1).

Le raccord entre le tube d'oxydation et le tube d'absorption doit être aussi court que possible et fait d'une gaine en caoutchouc siliconé (longueur entre les axes des deux tubes 150 mm ± 50 mm). Ces tubes doivent être assemblés hors du bain.

5.3 **Bain chauffant**, consistant en un bloc chauffant en alliage d'aluminium ou un bain d'huile thermostaté, capable de maintenir l'huile dans le nombre voulu de tubes d'oxydation à la température de 120 °C ± 0,5 °C (voir figure 2).

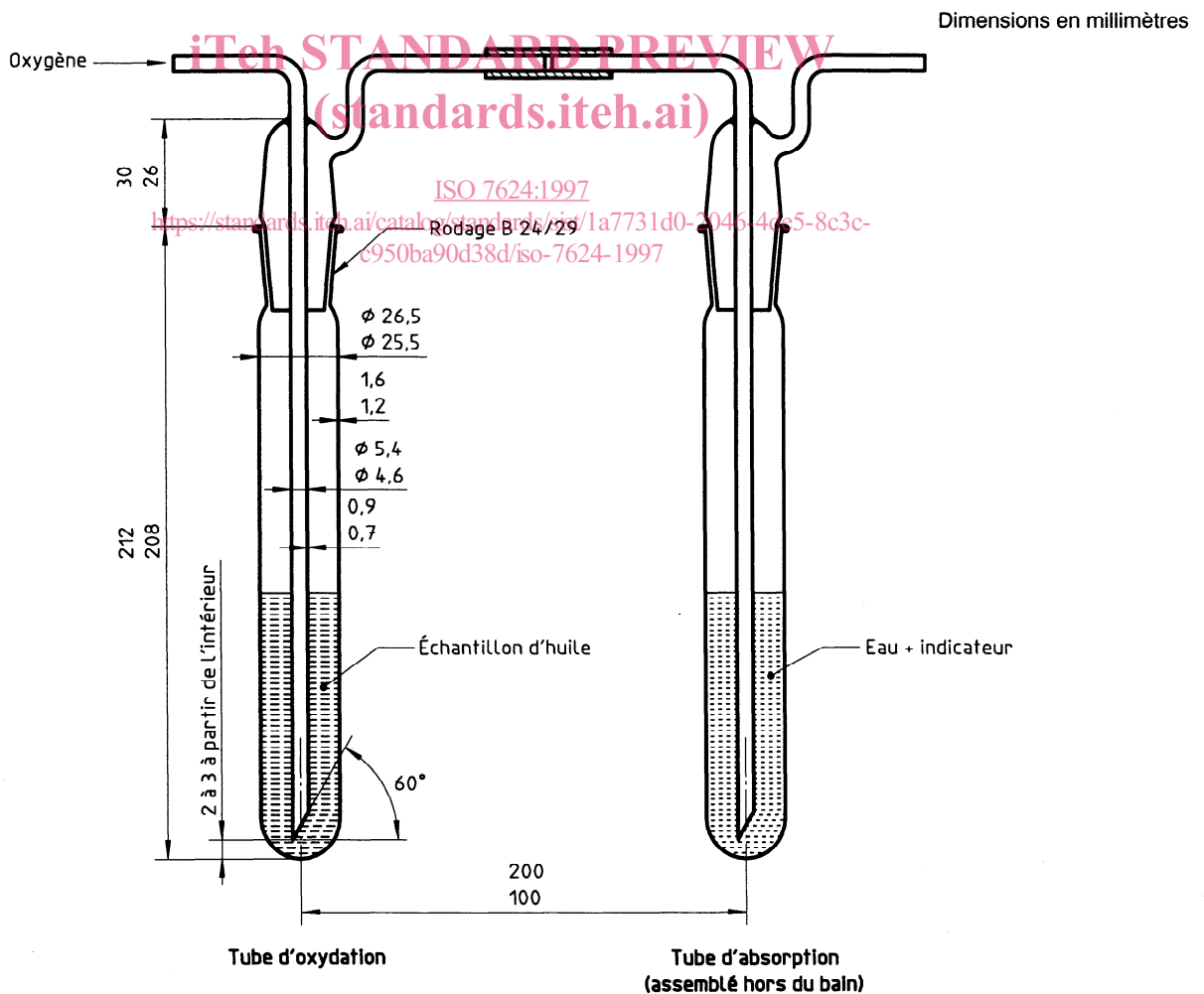


Figure 1 — Tubes d'absorption et d'oxydation

Dimensions en millimètres

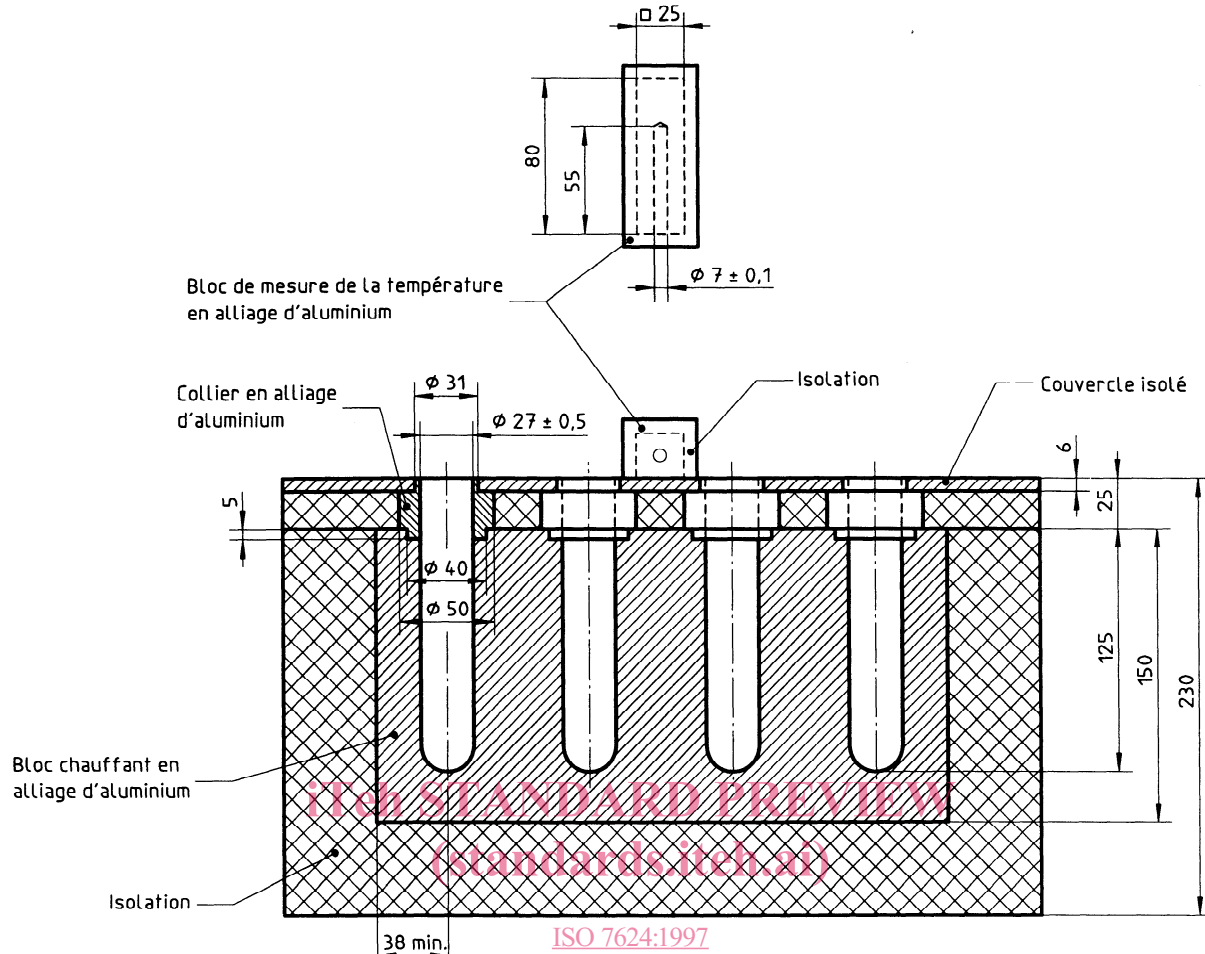


Figure 2 — Bain chauffant métallique type

Lire la température au moyen d'un thermomètre de type B ou un autre moyen de mesure de température (5.8), inséré dans un tube d'essai et positionné à au plus 5 mm du fond. Remplir le tube d'essai avec l'huile à soumettre à l'essai au moins jusqu'au repère d'immersion du thermomètre et le placer dans le bain chauffant.

La température de la paroi supérieure doit être maintenue à $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ (voir la note). Elle doit être mesurée avec un thermomètre de type A ou tout autre moyen de mesure (5.8) (voir figure 2). Les faces du bloc, autres que celles en contact avec la surface supérieure du bain chauffant, doivent être protégées avec une isolation adéquate. Ce bloc doit être placé aussi près que possible des trous et dans la partie chauffante du bloc d'aluminium.

NOTE — La température de $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ s'applique pour une température ambiante de 20 °C , température à laquelle il convient que soit évaluée la conformité de l'appareillage. L'utilisation en dehors de $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ due à des conditions de température ambiante extrêmes n'a que peu d'influence sur les résultats de l'essai.

Si un bloc chauffant en aluminium est utilisé, les tubes d'essai doivent être insérés dans les alésages jusqu'à une profondeur totale de 150 mm. La profondeur des alésages dans la partie chauffante du bloc doit être d'au moins 125 mm. De courtes bagues métalliques, passées dans le couvercle isolant et entourant chacun des tubes d'oxydation assurent le chauffage du tube sur une hauteur de 150 mm.

Si un bain d'huile est utilisé, les tubes d'oxydation doivent être immergés dans l'huile sur une profondeur de 137 mm et sur une hauteur de 150 mm dans le bain.

Pour les deux types de bains chauffants, la hauteur des tubes d'oxydation au-dessus de la surface doit être de 60 mm. Le diamètre des trous doit être tout juste suffisant pour insérer le tube spécifié. S'il y a un jeu, placer un joint torique de 25 mm autour du tube et le presser contre la surface chauffante.

5.4 Membrane filtrante, de 5 μm de porosité et 47 mm de diamètre, compatible avec le fluide à soumettre à l'essai.

5.5 Coupelle d'évaporation, d'une capacité de 50 ml.

5.6 Débitmètre à bulles de savon, pour vérifier le débit d'oxygène (voir assemblage type à la figure 3).

Dimensions en millimètres

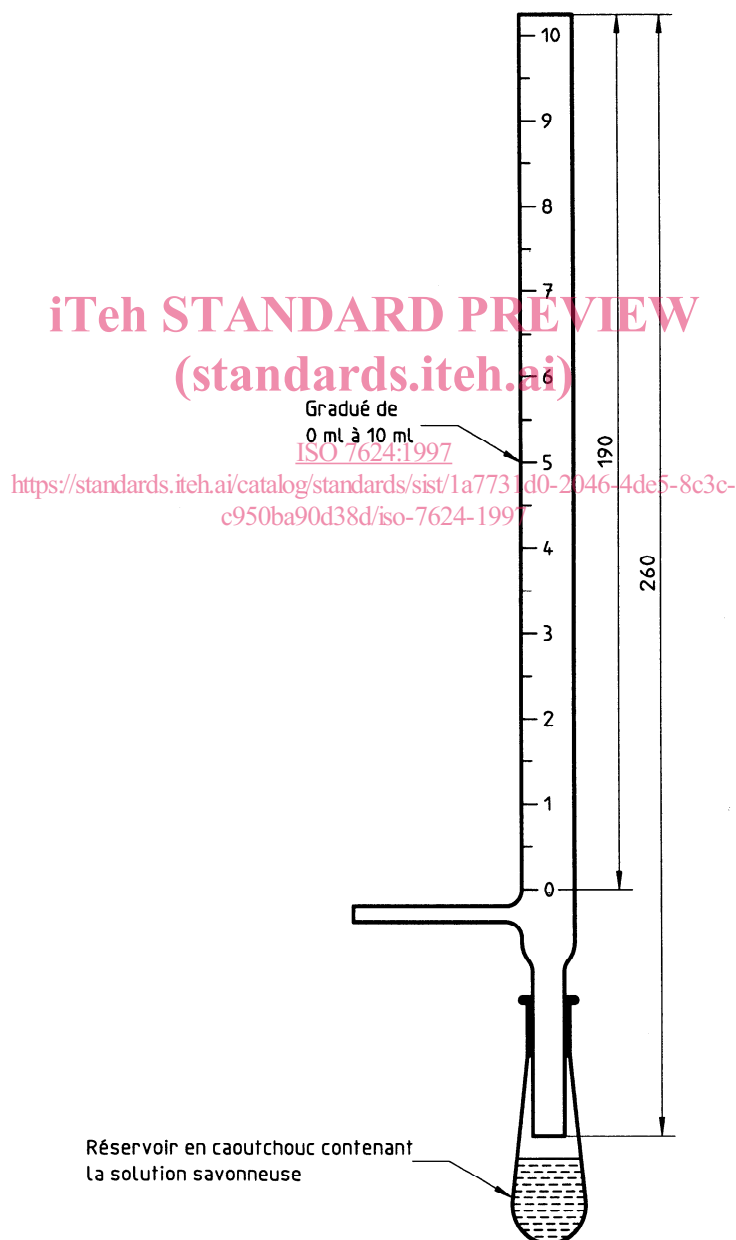


Figure 3 — Débitmètre à bulles de savon

5.7 Burette, graduée tous les 0,01 ml ou plus précis.

5.8 Thermomètres, conformes aux prescriptions données dans l'annexe B, ou tout autre moyen de mesure de température offrant une plage de mesures adéquate et d'une précision égale ou supérieure.

5.9 Étuve, pouvant être réglée à $75\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

5.10 Appareil de filtration, à utiliser avec la membrane filtrante (5.4) d'une capacité minimale de 1 litre.

5.11 Fiole conique, d'une capacité de 500 ml, fermée par un bouchon en verre rodé.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'appareillage

Nettoyer chimiquement les tubes d'oxydation et d'absorption.

NOTE — Une méthode satisfaisante de nettoyage consiste à laver les tubes à l'acétone puis à l'eau.

Égoutter puis tremper les tubes dans l'acide sulfurique concentré (4.11) pendant au moins 16 h. Laisser égoutter et éliminer l'acide en lavant, d'abord à l'eau du robinet, puis à l'eau (voir article 4). Sécher les tubes dans l'étuve (5.9) à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant au moins 3 h. Laisser refroidir à température ambiante.

6.2 Oxydation

ISO 7624:1997

6.2.1 Peser, dans un becher ou une fiole de taille convenable, les quantités de solutions de naphtéate de cuivre et de naphtéate de fer (4.1) nécessaires pour obtenir des concentrations de cuivre et de fer dans l'huile soumise à l'essai de $20\text{ mg/kg} \pm 0,5\text{ mg/kg}$ [$60\text{ mg} \pm 0,4\text{ mg}$ pour des solutions à 1,0 % (*m/m*)]. Peser $30\text{ g} \pm 0,04\text{ g}$ de l'huile à soumettre à l'essai dans le becher ou la fiole contenant les naphtéates de cuivre et de fer.

6.2.2 Chauffer l'échantillon doucement pendant 5 min au plus à 80 °C maximum. Après dissolution des catalyseurs, laisser refroidir et peser $25\text{ g} \pm 0,04\text{ g}$ de l'échantillon dans un tube d'oxydation (5.1). Placer le tube d'oxydation dans le bain chauffant (5.3), maintenir à $120\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$. Utiliser une goutte de l'échantillon pour assurer l'étanchéité du rodage.

6.2.3 Raccorder le tube d'oxydation au circuit d'oxygène (4.2) et à un tube d'absorption (5.2) contenant 25 ml d'eau et 5 ou 6 gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.4).

Pour éviter l'évaporation de l'eau, protéger le tube d'absorption en l'isolant du bain chauffant.

6.2.4 Régler le débit d'oxygène à $1\text{ l/h} \pm 0,1\text{ l/h}$, et le vérifier quotidiennement. Maintenir la température à $120\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ pendant les 164 h d'essai.

6.2.5 S'il est nécessaire de déterminer la période d'induction, débrancher au bout de 24 h le tube d'absorption contenant l'eau et l'indicateur. Titrer les acides volatils recueillis au moyen de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (4.7), noter la quantité utilisée de réactif de titrage et calculer la teneur en acides volatils. Rebrancher le tube d'absorption contenant l'eau neutralisée. Recommencer cette procédure toutes les 24 h jusqu'à un total de 164 h. Tracer la courbe acidité/temps. S'il est nécessaire d'avoir plus de points, procéder à deux déterminations dont les temps de départ sont espacés de 6 h.

6.2.6 Si la détermination de la période d'induction n'est pas exigée, arrêter l'oxygène après 164 h, débrancher les tubes d'oxydation et d'absorption. Retirer le tube d'oxydation du bain chauffant.

6.3 Détermination de la teneur en acides volatils

Aussi vite que possible après l'essai, titrer l'eau du tube d'absorption avec la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (4.7).

6.4 Détermination de la teneur en boues

6.4.1 Pour les essais de référence ou concernant un litige, déterminer la teneur en boues selon la procédure décrite dans l'annexe C. Pour des essais de routine, déterminer la teneur en boues selon la procédure décrite de 6.4.2 à 6.4.6.

6.4.2 Laisser refroidir l'échantillon d'huile vieillie artificiellement dans l'obscurité pendant 1 h et le verser dans la fiole conique (5.11). Utiliser 300 ml d'heptane (4.5) pour récupérer la quantité d'échantillon adhérent sur les parois du tube d'essai et du tube d'arrivée d'oxygène. Ajouter les produits de rinçage à l'échantillon dans la fiole.

6.4.3 Laisser le mélange au repos dans l'obscurité pendant 16 h au minimum, à température ambiante, puis le filtrer sur une membrane filtrante (5.4), préalablement séchée à 80 °C pendant 1 h et pesée à $\pm 0,1$ mg. Filtrer à nouveau tout filtrat trouble sur le même filtre.

6.4.4 Éliminer avec précaution toute trace d'échantillon par lavage répété des boues avec de l'heptane (4.5). Utiliser un volume total de 150 ml d'heptane.

6.4.5 Le vide étant appliqué, retirer la pince et l'entonnoir avec précaution. Laver le bord du filtre avec un peu d'heptane (4.5) en le dirigeant en un jet léger du bord vers le centre et en faisant attention à ne pas entraîner les boues du filtre. Maintenir le vide après le lavage final pendant les quelques secondes nécessaires pour éliminer l'excès d'heptane. Garder le filtrat et les produits de rinçage pour déterminer la teneur en acides solubles (6.5). Retirer le filtre avec précaution, le sécher à 75 °C \pm 5 °C pendant 1 h à l'étuve et le peser à $\pm 0,1$ mg.

6.4.6 Dissoudre toute trace de boues adhérent aux parois du tube d'essai et du tube d'arrivée d'oxygène avec 30 ml de dichlorométhane (4.9). Transférer la solution dans un creuset de porcelaine taré. Après évaporation du dichlorométhane, sécher pendant 1 h à l'étuve (5.9), maintenue à 110 °C \pm 5 °C. Laisser refroidir et peser à $\pm 0,1$ mg.

6.5 Détermination de l'acidité soluble

6.5.1 Recueillir la solution d'heptane obtenue après filtration des boues (6.4) dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter jusqu'à la marque avec de l'heptane (4.5). Effectuer trois déterminations de l'indice d'acide sur des échantillons de 100 ml du mélange heptane/huile. Si la solution est très sombre, réduire le volume de chaque échantillon pour permettre de voir le point de virage. Noter le volume de la solution heptane/huile utilisé, soit V_3 .

NOTE — Une détermination unique de l'acidité suffit normalement, mais il convient de faire trois déterminations en cas d'arbitrage.

6.5.2 Immédiatement avant usage, préparer le solvant de titrage en ajoutant 2 ml de la solution de bleu alcalin (4.3) à 100 ml d'un mélange de 60 ml de toluène (4.8) et de 40 ml d'éthanol (4.10). Neutraliser le mélange avec la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (4.7) pour obtenir une couleur rouge comparable à celle d'une solution à 10% (m/m), de nitrate de cobalt $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ persistant pendant