

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9950

Première édition
1995-05-01

**Huiles industrielles pour trempe —
Détermination des caractéristiques de
refroidissement — Méthode d'essai à la
sonde en alliage de nickel**
(standards.iteh.ai)

*Industrial quenching oils — Determination of cooling characteristics —
Nickel-alloy probe test method*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9b52849-ae28-4f53-9cb3-a6e56d6454c0/iso-9950-1995>

INTERNATIONAL

ISO



Numéro de référence
ISO 9950:1995(F)

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Liquide de trempe de référence	2
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	7
7 Mode opératoire	7
8 Expression des résultats	8
9 Rapport d'essai	9

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9950:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9b52849-ae28-4f53-9cb3-a6e56d6454c0/iso-9950-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9b52849-ae28-4f53-9cb3-a6e56d6454c0/iso-9950-1995>

© ISO 1995

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

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 9950 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

[ISO 9950:1995](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9b52849-ae28-4f53-9cb3-a6e56d6454c0/iso-9950-1995>

Introduction

Lors de la trempe de l'acier, le refroidissement est normalement la phase la plus critique du procédé. Pour le refroidissement, l'unité de traitement thermique doit choisir entre différents types de milieux de refroidissement, tels que des huiles, des solutions aqueuses de polymères, des émulsions, etc. De plus, il existe dans le commerce une grande variété de liquides de trempe pour chaque type de milieu. Les caractéristiques de refroidissement de chaque milieu de trempe peuvent également varier en cours de service en raison de la dégradation thermique, de la contamination, de l'entraînement de matières, etc.

Un certain nombre de méthodes ont été utilisées pour évaluer les milieux de refroidissement. L'essai indirect impliquant la trempe d'éprouvettes réalisées dans un certain type d'acier ne donne que des indications limitées sur les caractéristiques de refroidissement. La méthode la plus courante pour l'essai direct est la méthode dite de la sphère d'argent, dans laquelle une sphère d'argent (éprouvette) comportant en son centre un thermocouple est chauffée puis trempée dans le milieu de refroidissement en question. La température est enregistrée en fonction du temps, et souvent la vitesse de refroidissement est également enregistrée en fonction de la température (ou en fonction du temps).

En raison des difficultés inhérentes à la fabrication de l'éprouvette et à l'évaluation des résultats d'essai, plusieurs éprouvettes modifiées ont été utilisées avec cependant la même méthode de base. Les éprouvettes ont été réalisées dans divers matériaux, et de différentes tailles, la forme étant généralement cylindrique.

Afin de permettre la comparaison entre les résultats d'essai provenant de différents laboratoires et entre les descriptions techniques des milieux de trempe provenant de différents fournisseurs, il est nécessaire d'utiliser la même méthode d'essai. C'est pourquoi, le comité technique IFHT, *Aspects scientifiques et technologiques de la trempe*, a évalué les différentes méthodes existantes et mis en place des essais dans plusieurs pays afin de parvenir à un accord sur la méthode à recommander en tant que norme. La prescription de la présente Norme internationale est le résultat des travaux effectués par ce comité.

NOTE 1 Cette méthode normalisée s'appuie, en en reprenant les points essentiels, sur une méthode élaborée par un groupe de travail du Centre de traitement thermique Wolfson (Wolfson Heat Treatment Centre Engineering Group) de l'Université d'Aston à Birmingham, au Royaume-Uni. La différence entre les deux méthodes réside dans le système de mesure, un système informatique pour l'enregistrement et la différenciation du signal du thermocouple ayant été ajouté comme alternative dans la méthode décrite dans la présente Norme internationale.

Huiles industrielles pour trempe — Détermination des caractéristiques de refroidissement — Méthode d'essai à la sonde en alliage de nickel

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'essai de laboratoire pour la détermination des caractéristiques de refroidissement des huiles industrielles de trempe. L'essai est effectué dans des huiles non agitées, ce qui permet de classer les caractéristiques de refroidissement des différentes huiles dans des conditions normalisées. Aucune corrélation ne peut être faite entre les résultats de cet essai et les vitesses de trempe dans les installations de trempe industrielles où il existe des degrés variables d'agitation.

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 2719:1988, *Produits pétroliers et lubrifiants — Détermination du point d'éclair — Méthode Pensky-Martens en vase clos.*

ISO 2909:1981, *Produits pétroliers — Calcul de l'indice de viscosité à partir de la viscosité cinématique.*

ISO 3104:1994, *Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents — Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.*

ISO 3405:1988, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation.*

ISO 3675:1993, *Pétroles bruts et produits pétroliers liquides — Détermination en laboratoire de la masse volumique ou de la densité relative — Méthode à l'aréomètre.*

British Standard BS 1041, Part 4:1966, *Thermocouples.*

British Standard BS 4937, Part 4:1973, *Nickel-chromium/nickel-aluminium thermocouples. Type K.*

3 Principe

Une éprouvette cylindrique en alliage de nickel («sonde») contenant un thermocouple en son centre géométrique est chauffée dans un four à une température spécifiée, puis transférée dans un volume donné du liquide de trempe soumis à l'essai. La variation de la température en fonction du temps, au centre de la sonde, est enregistrée.

La vitesse de refroidissement peut être enregistrée simultanément ou déterminée par la suite.

Les mesures obtenues à partir de ces enregistrements sont utilisées pour évaluer le liquide de trempe soumis à l'essai.

4 Liquide de trempé de référence

4.1 Généralités

Un liquide de refroidissement de référence est recommandé pour la vérification initiale et régulière de la sonde (voir 5.2). Il doit être conservé dans un récipient hermétique lorsqu'il n'est pas utilisé et doit être renouvelé après 200 trempes ou 2 ans, selon la condition atteinte en premier.

4.2 Caractéristiques physiques

Le liquide de trempé de référence doit être une huile minérale paraffinique pure, de distillation directe, à haut indice de viscosité, totalement exempte de tout additif. Elle doit présenter les caractéristiques physiques indiquées dans le tableau 1.

4.3 Caractéristiques de refroidissement

Le liquide de trempé de référence doit présenter des caractéristiques de refroidissement dont les valeurs

moyennes sont comprises dans les limites indiquées dans le tableau 2 lorsqu'il est soumis à l'essai de trempé normalisé.

5 Appareillage

5.1 Récipient

L'échantillon doit être contenu dans un récipient de forme haute préalablement nettoyé et séché de diamètre $115 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$, fabriqué de préférence dans un matériau incassable.

5.2 Sonde thermique

5.2.1 Description générale

La sonde thermique consiste en un cylindre en alliage de nickel possédant en son centre géométrique un thermocouple, monté sur un tube support en alliage de nickel (voir figure 1).

Tableau 1 — Caractéristiques physiques du liquide de trempé de référence

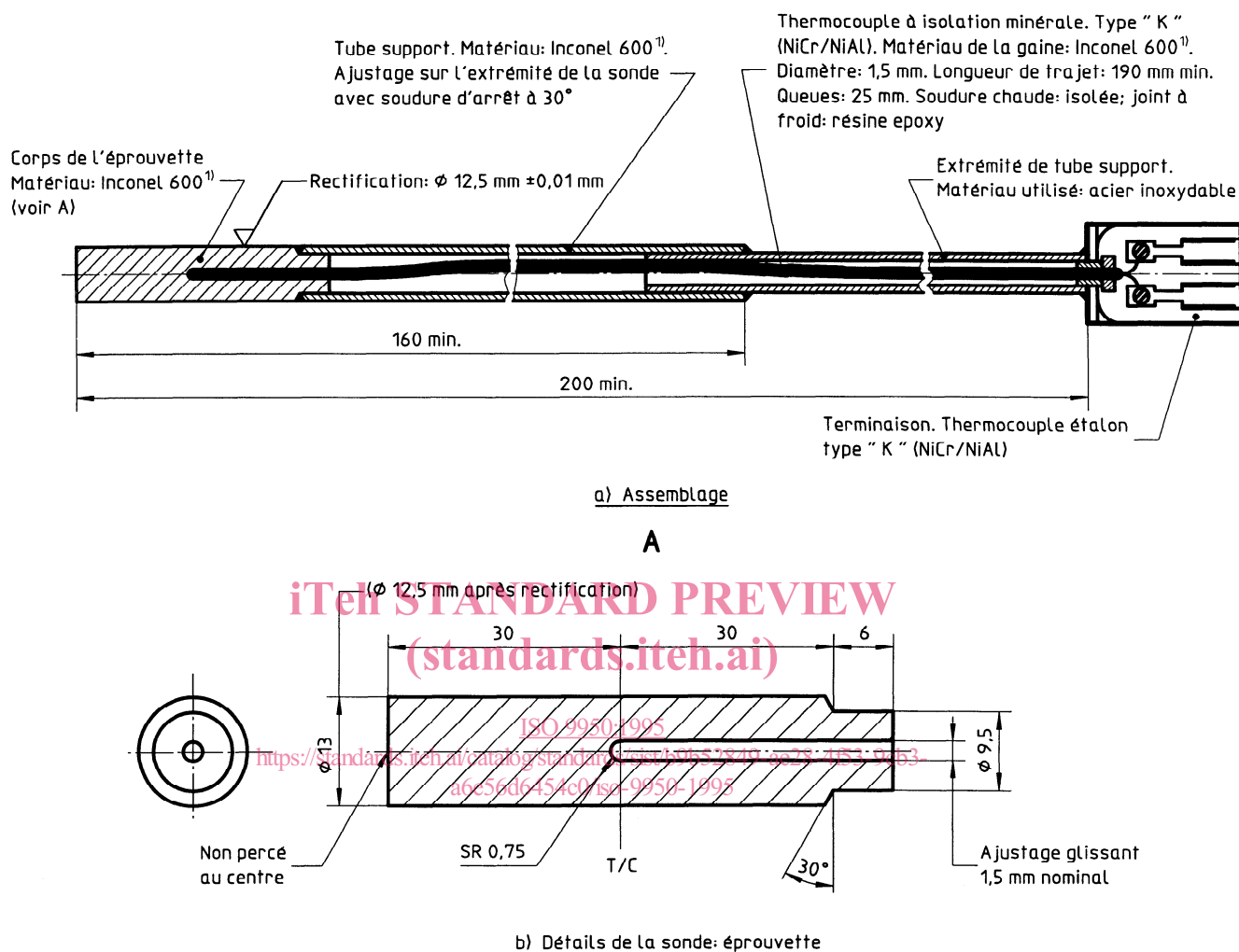
Caractéristiques physiques	Méthode d'essai ISO	Valeur minimale	Valeur maximale
Viscosité cinématique à 40 °C, cSt ¹⁾	ISO 3104	19,0	23,0
Viscosité cinématique à 100 °C, cSt ¹⁾	ISO 3104	3,9	4,4
Indice de viscosité cinématique	ISO 2909	95	105
Masse volumique à 15 °C, kg/l	ISO 3675	0,855	0,870
Point d'éclair, Pensky-Martens en vase clos, °C	ISO 2719	190	210
Distillation à 5 %, °C	ISO 3405	330	360
Distillation à 50 %, °C	ISO 3405	400	420
Cendres, %	—	2	8

1) $1 \text{ cSt} = 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$.

Tableau 2 — Caractéristiques de refroidissement du liquide de trempé de référence

Caractéristiques de refroidissement	Valeur minimale	Valeur maximale
Vitesse maximale de refroidissement, °C/s	47,0	53,0
Température à la vitesse maximale de refroidissement, °C	490	530
Vitesse de refroidissement à 300 °C en °C/s	6,0	8,0
Temps, en secondes, à partir de la température d'immersion jusqu'à		
a) 600 °C	12,0	14,0
b) 400 °C	19,0	21,0
c) 200 °C	50,0	55,0

Dimensions en millimètres
Tolérances $\pm 0,25$ sauf spécification contraire
Diamètres concentriques



1) Ou alliage équivalent.

Figure 1 — Sonde thermique

5.2.2 Dimensions de l'éprouvette

L'éprouvette doit avoir un diamètre de 12,5 mm et une longueur de 60 mm. La soudure chaude du thermocouple doit être située en son centre géométrique [voir figure 1 b)].

5.2.3 Matériau de l'éprouvette

L'éprouvette doit être fabriquée dans un alliage de nickel, de chrome et de fer de type Inconel 600¹⁾ ou dans un autre alliage présentant les mêmes propriétés physiques et thermiques.

1) Composition nominale (fraction massique, exprimée en pourcent) min. 72 Ni + Co; 14-17 Cr; 6-10 Fe; max. 0,15 C; max. 1 Mn; max. 0,015 S; max. 0,5 Si; max. 0,5 Cu.

Inconel est l'appellation commerciale d'un produit distribué par the Inco group of companies. 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 du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5.2.4 Thermocouple

La température de l'éprouvette doit être mesurée par un thermocouple en chromel/alumel à gaine métallique et isolation minérale, à soudure chaude isolée. Le thermocouple doit avoir un diamètre externe de 1,5 mm et doit posséder une gaine extérieure en alliage Inconel 600.

5.2.5 Tube support du thermocouple

Le tube support du thermocouple doit être fabriqué dans un tube de 12,5 mm de diamètre externe en alliage Inconel 600 ou autre alliage. L'ensemble éprouvette/tube support doit avoir une longueur minimale de 200 mm et une longueur de l'ordre de 355 mm; si nécessaire, des tubes supports plus longs peuvent être utilisés pour des raisons de transfert mécanique. Le diamètre extérieur du tube support en acier inoxydable peut être réduit à 10,0 mm à partir de 160 mm de l'extrémité de la sonde [voir figure 1 a)].

5.2.6 Montage

La sonde thermique doit être montée conformément à la figure 1 a). Le thermocouple doit être à ajustage glissant dans le corps de l'éprouvette et doit être inséré avant le montage des autres éléments afin de s'assurer que l'extrémité du thermocouple est bien placée à la base du trou usiné.

Le tube support externe du thermocouple doit être soudé à l'arc au corps de la sonde. Le soudage à l'arc doit également être utilisé pour assembler les éléments du tube support dans le montage.

Afin d'optimiser la durée de vie de la sonde, il est recommandé de fixer un raccord mâle et femelle du type indiqué à l'extrémité du thermocouple. Il est important que le thermocouple ait une longueur suffisante pour compenser les effets de la dilatation thermique.

5.2.7 État de surface de la sonde

5.2.7.1 Conditionnement des éprouvettes neuves

L'éprouvette doit être conditionnée avant d'être utilisée avec un liquide de refroidissement, en effectuant au moins six trempes fictives, ou un nombre supérieur si nécessaire jusqu'à résultat constant, dans une huile d'hydrocarbure à chaîne droite polyvalente à partir d'une température de 850 °C, un nettoyage étant effectué entre chaque trempe comme indiqué en 5.2.7.2.

5.2.7.2 Nettoyage

À la fin de chaque essai de trempe, retirer la sonde de l'huile et la laisser refroidir à moins de 50 °C. La surface de la sonde doit être nettoyée en utilisant un solvant chloré approprié, puis essuyée avec un tissu sec non pelucheux.

5.2.7.3 Nouveau conditionnement

Le reconditionnement doit être effectué lorsque la vitesse maximale de refroidissement varie de plus de $\pm 5 \%$ par rapport à la valeur constante obtenue après le conditionnement initial (voir 5.2.7.1).

La sonde peut être reconditionnée en retirant le dépôt non adhérent avec du papier émeri de grosseur 600 puis en effectuant un nombre suffisant de trempes fictives (au moins six) dans l'huile à partir d'une température de 850 °C jusqu'à ce qu'un film continu d'oxyde se forme sur la sonde et qu'on obtienne des résultats répétables, dans la gamme obtenue après le conditionnement initial.

5.3 Ensemble de chauffage

5.3.1 Four

Le four à réchauffer doit être de type tubulaire à résistance et peut être monté horizontalement ou verticalement. Le four doit pouvoir maintenir une température constante sur une zone chauffante d'au moins 120 mm et l'éprouvette doit être placée au centre de la zone chauffante de telle sorte que la température de l'éprouvette ne varie pas de plus de $\pm 2,5$ °C sur une longueur de 60 mm.

5.3.2 Contrôleur de température

Le contrôleur de température utilisé doit pouvoir maintenir la zone chauffante du four à une température de 850 °C ± 5 °C pendant la période de maintien.

5.3.3 Dispositif de chauffage de l'échantillon

L'échantillon d'huile doit être chauffé dans le récipient (5.1), de préférence à l'aide d'un thermoplongeur.

5.4 Mécanisme de transfert

Le transfert de la sonde (5.2) du four (5.3.1) au récipient (5.1) ne doit pas être effectué en plus de 2 s, de préférence au moyen d'un mécanisme automatique. La sonde doit être placée au centre géométrique du volume d'huile échantillon, par exemple à l'aide d'un support mécanique afin d'éviter toute vibration ou agitation. Un marqueur électrique doit être incor-

poré au système pour indiquer, sur le tracé temps/température, l'instant où la sonde entre en contact avec l'huile.

5.5 Système de mesure

5.5.1 Généralités

Le système de mesure fournit un enregistrement permanent des caractéristiques de refroidissement de chaque échantillon d'huile essayé, en produisant un enregistrement des variations de température de la sonde en fonction du temps et de la vitesse de refroidissement en fonction de la température (voir 8.1).

Les enregistrements peuvent être produits en utilisant l'une ou l'autre des deux méthodes, à savoir, a) une technique informatique, ou b) une technique normalisée d'enregistrement avec différentiation électronique.

5.5.1.1 Technique informatique

Le signal de sortie du thermocouple de la sonde est échantillonné, numérisé et mis en mémoire dans un ordinateur. La fréquence d'échantillonnage ne doit pas être inférieure à 20 s^{-1} .

Le tracé température/temps est produit en ligne pendant la période d'essai ou en différé après l'essai en utilisant une table traçante.

La vitesse de refroidissement est calculée par différentiation numérique du signal de sortie du thermocouple de la sonde en fonction du temps. Cette vitesse est tracée en fonction de la température de la sonde.

5.5.1.2 Technique normalisée d'enregistrement

Le tracé température/temps est produit par une technique normalisée d'enregistrement du signal de sortie du thermocouple de la sonde en utilisant un enregistreur Y-t.

Le tracé vitesse de refroidissement/température nécessite un appareil à différentiation électronique, dont les détails sont présentés à la figure 2, pour produire un signal de vitesse proportionnel à la variation du signal de sortie du thermocouple de la sonde en fonction du temps. À l'aide d'un enregistreur X-Y, ce signal de vitesse est enregistré en fonction de la température.

5.5.2 Justesse

La justesse globale du système de mesure ne doit pas être inférieure à $\pm 2,5 \%$ de la valeur enregistrée *en excluant* les effets d'étalonnage du thermocouple.

La spécification de matériel suivante représente les exigences *minimales*.

5.5.2.1 Appareil à différentiation

L'appareil à différentiation électronique (figure 2) doit répondre à la spécification suivante:

- il doit accepter un signal d'entrée d'au moins 20 mV/s ;
- pour un signal d'entrée de 20 mV/s , le signal de sortie ne doit pas être inférieur à 100 mV avec un coefficient de température de la constante de temps inférieur ou égal à $\pm 100 \text{ ppm}$ par degré Celsius;
- il doit comprendre un système de filtrage des hautes fréquences avec une constante de temps inférieure ou égale à $0,1 \text{ s}$;
- la dérive de la tension de sortie ne doit pas être supérieure à 1% de l'échelle complète sur une période de 15 min .

5.5.2.2 Dispositif d'enregistrement

5.5.2.2.1 Généralités

Pour une analyse précise des données enregistrées, il est souhaitable que tous les résultats d'essai soient tracés sur des graphiques d'étalonnage à échelle normalisée. Par conséquent, le système préféré, spécifiant cet étalonnage, est décrit en 5.5.2.2.2 et 5.5.2.2.3. Toutefois, d'autres systèmes d'enregistreurs Y-t sont suggérés en 5.5.2.2.4, ce qui permet une flexibilité dans le choix du matériel.

5.5.2.2.2 Vitesse de refroidissement en fonction de la température

Un enregistreur X-Y destiné à reproduire la vitesse de refroidissement en fonction de la température doit remplir les spécifications minimales suivantes.

- Sensibilité:
 - température: $0,2 \text{ mV/mm}$;
 - vitesse: 5 mV/s , 10 mV/s ou 20 mV/s , doit occuper 250 mm .