
**Pétrole et produits connexes —
Détermination du comportement au
vieillessement des fluides et huiles
inhibées — Essai TOST**

Partie 2:

**Méthode pour les fluides hydrauliques de
catégorie HFC**

*Petroleum and related products — Determination of the ageing
behaviour of inhibited oils and fluids — TOST test —
Part 2: Procedure for category HFC hydraulic fluids*



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4263-2:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa020a77-7560-46fb-a6be-3783bc5cb89a/iso-4263-2-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa020a77-7560-46fb-a6be-3783bc5cb89a/iso-4263-2-2003>

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Produits et réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	7
7 Préparation des produits et de l'appareillage	7
8 Mode opératoire	8
9 Calculs	9
10 Expression des résultats	9
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (normative) Spécifications pour les thermomètres en verre	11
Annexe B (normative) Mode opératoire pour le conditionnement et la conservation des bobines de catalyseur	12
Annexe C (normative) Méthode de détermination de la teneur en produits insolubles dans les fluides hydrauliques de catégorie HFC	13
Annexe D (normative) Cotation visuelle des fils de la bobine de catalyseur	14
Bibliographie	15

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 4263-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

L'ISO 4263 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Pétrole et produits connexes — Détermination du comportement au vieillissement des fluides et huiles inhibées — Essai TOST*:

- *Partie 1: Méthode pour les huiles minérales*
- *Partie 2: Méthode pour les fluides hydrauliques de catégorie HFC*
- *Partie 3: Méthode anhydre pour les fluides hydrauliques synthétiques*
- *Partie 4: Méthode pour les huiles pour engrenages industriels*

Pétrole et produits connexes — Détermination du comportement au vieillissement des fluides et huiles inhibées — Essai TOST —

Partie 2:

Méthode pour les fluides hydrauliques de catégorie HFC

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 4263 peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente partie de l'ISO 4263 n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 4263 de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4263 spécifie une méthode permettant d'évaluer le comportement au vieillissement des fluides hydrauliques de catégorie HFC, tels qu'ils sont définis dans l'ISO 6743-4 (voir [2] en Bibliographie) et spécifiés dans l'ISO 12922 (voir [3] en Bibliographie). Dans cette méthode, le vieillissement est accéléré par la présence d'oxygène, d'eau et de catalyseur métallique à température élevée. La dégradation du fluide est suivie par l'évolution de la valeur du pH et de la teneur en produits insolubles. D'autres parties de l'ISO 4263 décrivent des méthodes similaires permettant d'évaluer les caractéristiques de vieillissement des huiles minérales et de catégories spécifiques de fluides difficilement inflammables utilisés dans des applications hydrauliques et autres.

NOTE Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 4263, l'expression «% (m/m)» est utilisée pour représenter la fraction massique d'un produit.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3170:—¹⁾, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

ISO 20843:—²⁾, *Pétrole et produits connexes — Détermination du pH des fluides difficilement inflammables de catégorie HFAE, HFAS ou HFC*

1) À publier. (Révision de l'ISO 3170:1988)

2) À publier.

3 Principe

Une prise d'essai est portée à 95 °C sous courant d'oxygène, à l'abri de la lumière, en présence d'un enroulement de fils d'acier et de cuivre faisant office de catalyseur. De petites parties aliquotes de fluide sont soutirées à intervalles réguliers, puis la valeur du pH est déterminée ainsi que la teneur en produits insolubles. L'essai est poursuivi jusqu'à atteindre soit une valeur de pH de 4,0, soit une teneur en produits insolubles supérieure à 4,0 % (*m/m*) ou une durée d'essai de 200 h.

4 Produits et réactifs

4.1 Eau, qui, sauf indication contraire, doit être conforme aux exigences de la qualité 2, telle que définie dans l'ISO 3696. L'expression «eau potable» se réfère à l'eau du robinet, sauf si la distribution normale par réseau est polluée par des particules solides ou si elle contient une teneur élevée en minéraux solubles.

4.2 Heptane (C₇H₁₆), de pureté minimale de 99,75 %.

4.3 Acétone (CH₃COCH₃), de qualité pour usage général.

4.4 Propan-2-ol (CH₃CHOHCH₃), de qualité pour usage général.

4.5 Oxygène, de pureté minimale de 99,5 %. Distribué par un dispositif de régulation de pression apte à maintenir le débit spécifié pendant toute la durée de l'essai.

Pour une alimentation à partir d'une bouteille d'oxygène, il convient d'utiliser un système de régulation à deux étages couplé à un robinet à aiguille pour améliorer la stabilité de la régulation du débit de gaz.

AVERTISSEMENT — Utiliser l'oxygène seulement avec des équipements certifiés pour le service oxygène. Ne pas laisser d'huile ou de graisse entrer en contact avec l'oxygène, nettoyer et inspecter chaque régulateur, manomètre et équipement de contrôle. Rechercher régulièrement la présence éventuelle de fuites sur le réseau d'alimentation en oxygène. Si une fuite est suspectée, fermer immédiatement l'alimentation et solliciter une assistance qualifiée.

4.6 Solutions de nettoyage

4.6.1 Solution acide fortement oxydante

Il convient d'utiliser une solution de nettoyage acide fortement oxydante, telle que du persulfate d'ammonium à 8 g/l dans l'acide sulfurique concentré, ou toute autre solution fortement oxydante de marque déposée utilisée selon les instructions du fabricant. Une solution à 10 % de trois parties d'acide chlorhydrique (1 mol/l) et d'une partie d'acide orthophosphorique (concentré, de qualité pour usage général) permet d'éliminer les dépôts d'oxydes de fer.

4.6.2 Fluide de nettoyage tensioactif

L'usage d'un fluide de nettoyage tensioactif de marque déposée est préférable à une solution de nettoyage fortement oxydante dans la mesure où l'état de la verrerie le permet.

4.6.3 Détergent de laboratoire

Ce détergent doit être soluble dans l'eau.

4.7 Fils de catalyseur

4.7.1 Fil en acier à faible teneur en métalloïdes, de 1,60 mm ± 0,05 mm de diamètre, en acier au carbone recuit, poli et exempt de rouille.

4.7.2 Fil en cuivre, de $1,63 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ de diamètre, soit un fil de cuivre électrolytique de pureté minimale de 99,9 %, soit un fil de cuivre doux de qualité équivalente.

4.8 Toile abrasive, en carbure de silicium de $150 \text{ }\mu\text{m}$ (grain P100) sur support textile ou une toile abrasive de qualité équivalente.

4.9 Coton hydrophile

5 Appareillage

5.1 Cellule d'oxydation, composée d'un grand tube en verre borosilicaté marqué d'un repère à $300 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$, qui s'applique au tube à essai seul à $20 \text{ }^\circ\text{C}$. Sur ce tube viennent s'adapter un condenseur du type «champignon» et un tube d'arrivée d'oxygène, tous deux également en verre borosilicaté. La cellule doit présenter la configuration et les dimensions indiquées sur la Figure 1.

5.2 Bain chauffant, thermostaté capable de maintenir la prise d'essai de fluide hydraulique contenue dans la cellule d'oxydation à $95 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$. Il doit être suffisamment spacieux pour abriter le nombre voulu de cellules d'oxydation (5.1) immergées à une profondeur de $355 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$ dans le milieu de transfert de chaleur. Il doit être conçu de manière que les prises d'essai soient abritées de la lumière tout au long de l'essai. Si un bain à fluide est utilisé, il doit être équipé d'un dispositif d'agitation adapté permettant d'assurer une température uniforme en tout point du bain. Si le bain à fluide est muni d'un couvercle, la partie de la cellule d'oxydation se trouvant à l'intérieur du bain doit avoir une longueur totale de $390 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$. Si un bain du type bloc métallique est utilisé, les éléments chauffants doivent être distribués de manière à assurer une température uniforme en tout point du bain. Les alésages du bloc doivent avoir un diamètre minimum de 50 mm et une profondeur de $390 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$, incluant, le cas échéant, l'épaisseur du couvercle isolant.

5.3 Débitmètre, de capacité minimale de 3 l/h et d'une exactitude de $\pm 0,1 \text{ l/h}$.

5.4 Dispositifs de mesurage de température

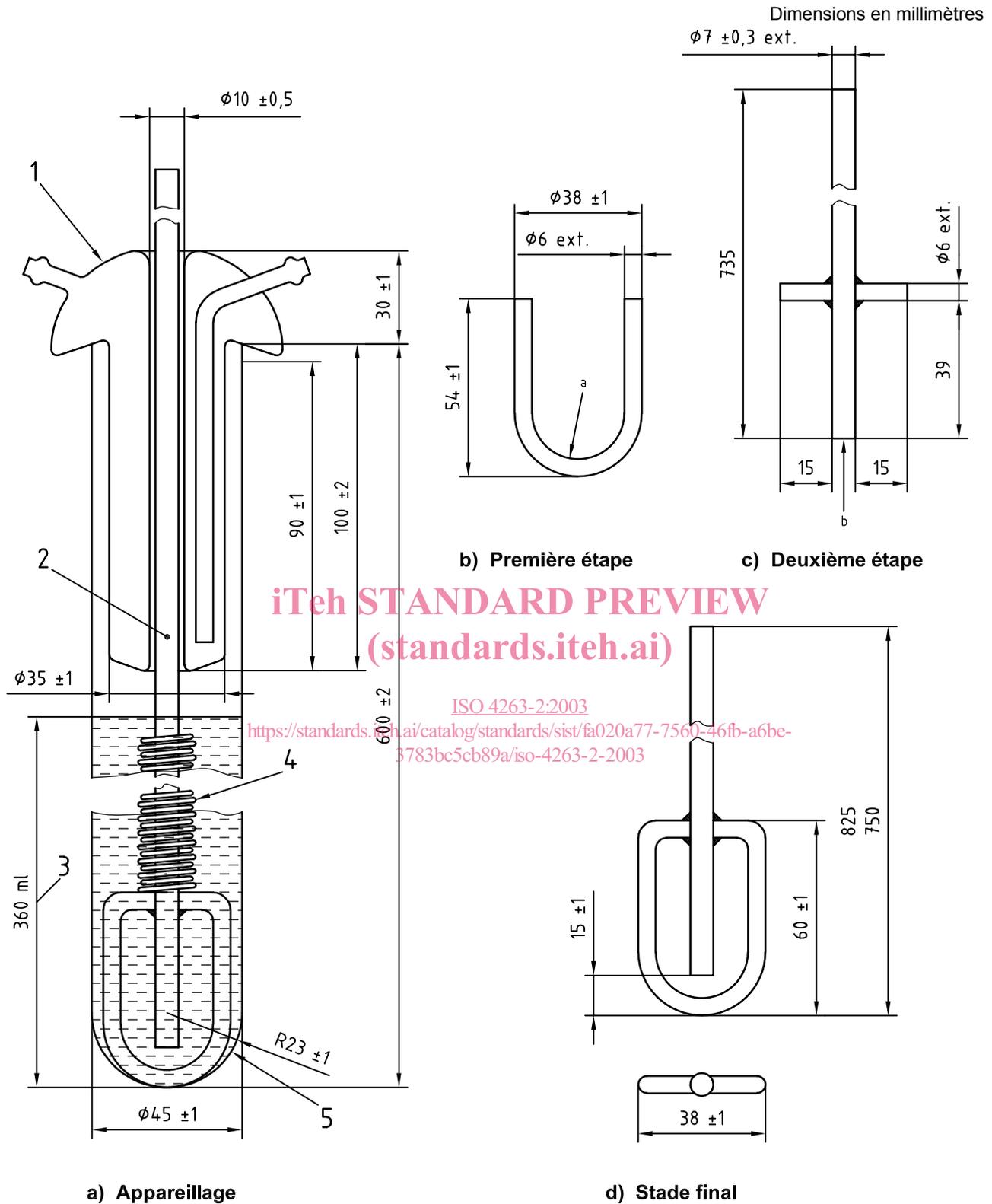
5.4.1 Bain chauffant. La température des bains chauffants à liquide doit être mesurée soit avec un thermomètre en verre conforme aux spécifications données dans l'Annexe A, soit avec un dispositif de mesurage de température équivalent dont les indications sont lisibles à $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ et étalonné à mieux que $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$. Les bains du type bloc métallique doivent être dotés d'un système de mesurage de température comportant éventuellement plusieurs dispositifs et présentant la même lisibilité et la même précision

5.4.2 Cellule d'oxydation. La température régnant dans la cellule d'oxydation doit être mesurée soit avec un thermomètre en verre conforme aux spécifications données dans l'Annexe A, soit avec un dispositif de mesurage de température équivalent dont les indications sont lisibles à $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ et étalonné à mieux que $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.4.3 Support de thermomètre. S'il est fait usage d'un thermomètre en verre dans la cellule d'oxydation, celui-ci doit être suspendu à l'aide d'un support comme illustré à la Figure 2. Le thermomètre est maintenu dans le support soit par deux joints toriques en élastomère fluoré d'environ 5 mm de diamètre, soit au moyen d'un fil en acier inoxydable fin.

5.5 Mandrin de bobinage des fils. Un mandrin tel qu'illustré à la Figure 3 est utilisé pour confectionner la double spirale de fils de cuivre et d'acier. Ce mandrin fait partie d'un dispositif de bobinage approprié.

5.6 Tuyau d'alimentation en oxygène. Pour alimenter la cellule d'oxydation en oxygène il est nécessaire de disposer de tuyau souple en chlorure de polyvinyle (PVC) d'environ $6,4 \text{ mm}$ de diamètre intérieur et $1,5 \text{ mm}$ d'épaisseur de paroi.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4263-2:2003

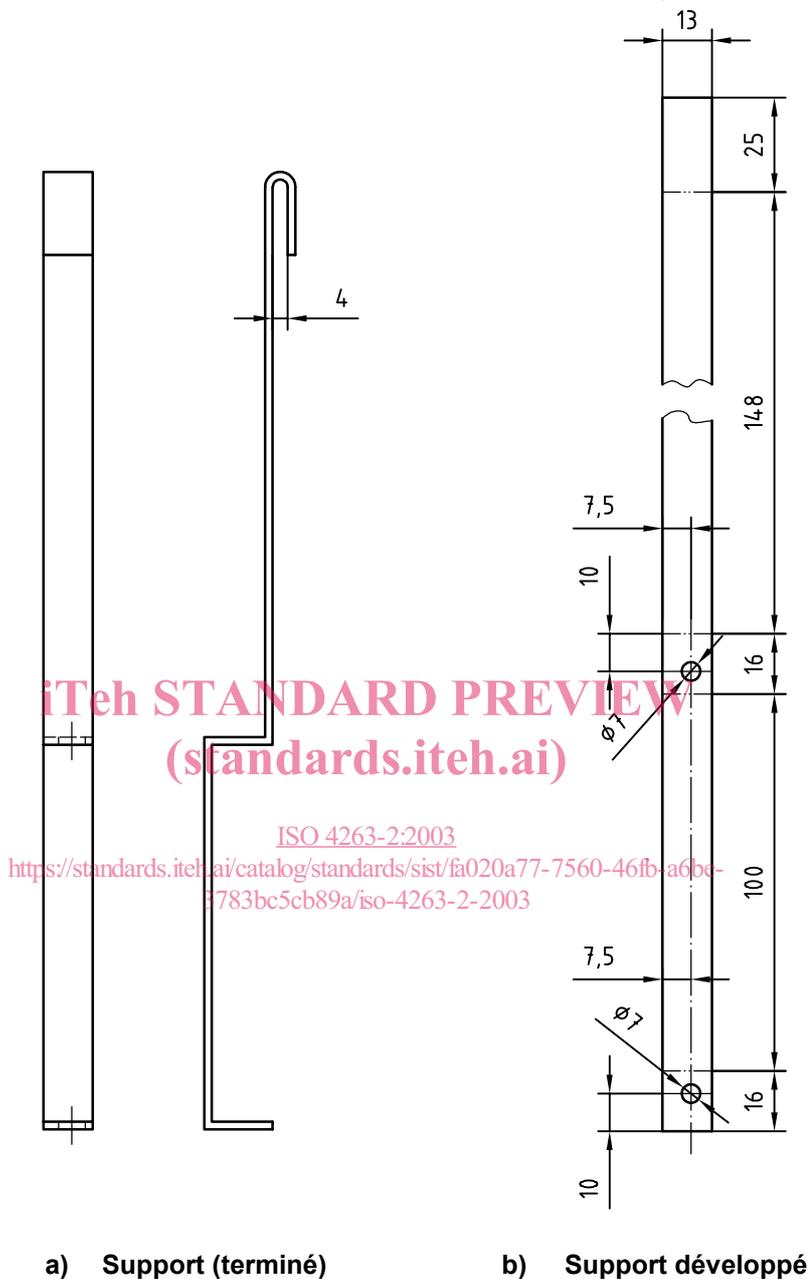
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa020a77-7560-46fb-a6be-3783bc5cb89a/iso-4263-2-2003>

Légende

- | | | | | | |
|---|--------------------------|---|---|---|--------------------------------------|
| 1 | condenseur en verre | 4 | bobine de catalyseur | a | Courbé sur un mandrin de diamètre 26 |
| 2 | tube d'arrivée d'oxygène | 5 | rayon de courbure du fond du tube d'essai | b | Extrémité du tube rodé |
| 3 | prise d'essai de fluide | | | | |

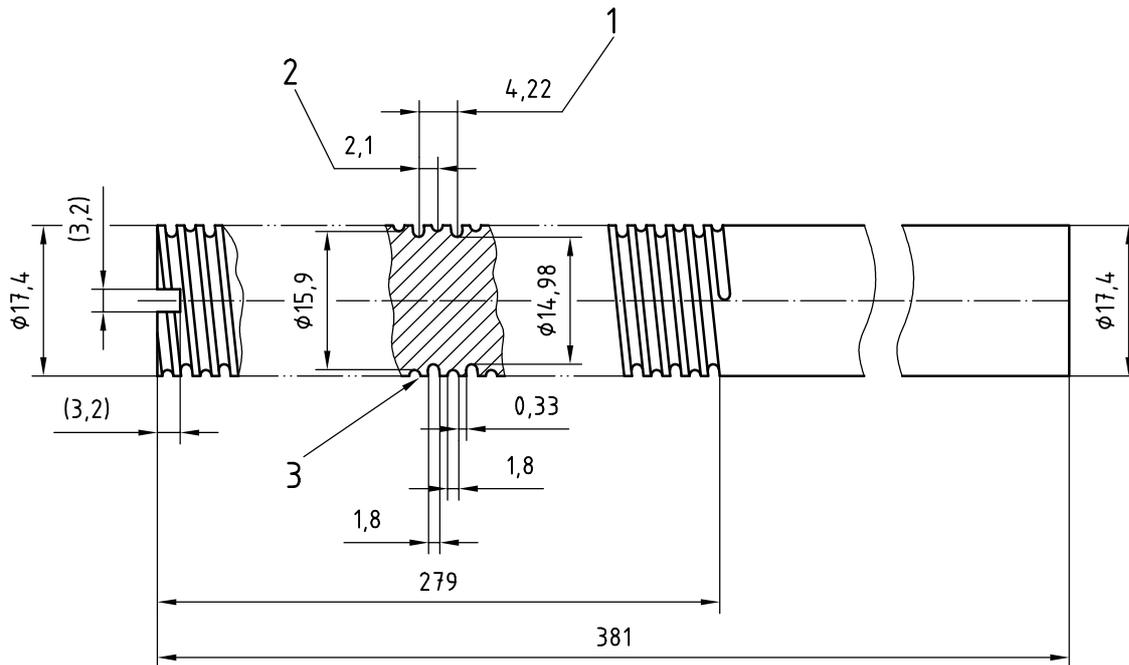
Figure 1 — Cellule d'oxydation

Dimensions en millimètres



Matière: Acier inoxydable 18/8 (0,792 mm)

Figure 2 — Support de thermomètre



Matière: bronze

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Légende

- 1 pas
- 2 pas de vis
- 3 double filetage

ISO 4263-2:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fa020a77-7560-46fb-a6be-789489489489>

Figure 3 — Mandrin de bobinage des fils de catalyseur

5.7 Dispositifs de prélèvement des parties aliquotes. Différents dispositifs sont nécessaires en fonction de la taille et de la fréquence prévue des prélèvements des parties aliquotes en vue d'analyse. Des seringues en verre munies d'embouts de raccordement du type Luer et d'aiguilles en acier inoxydable ou des pipettes à pointe longue équipées d'un dispositif de remplissage approprié, conviennent. Ces dispositifs peuvent être insérés par un tube d'échantillonnage installé à travers le condenseur. La taille des parties aliquotes sera généralement comprise entre 2 ml et 10 ml, et les dispositifs utilisés doivent être en mesure d'effectuer le prélèvement à $\pm 0,2$ ml près.

5.8 Récipients pour les prélèvements. Se servir de petits flacons en verre brun de 5 ml à 10 ml munis de capsules en polyéthylène à serrage étanche.

5.9 Ensemble de filtration normalisé, capable de maintenir fermement la membrane filtrante (5.10) sur un support de filtre entre l'entonnoir de filtration et la fiole à vide. La fiole à vide doit être protégée contre les implosions.

5.10 Membrane filtrante, inerte vis-à-vis du fluide soumis à l'essai et de l'eau, de 47 mm de diamètre et ayant un diamètre nominal de pores de $0,4 \mu\text{m}$.

NOTE Les filtres en nylon ou en fibre de verre sont généralement préférables. Les filtres en ester de cellulose peuvent ne pas être inertes vis-à-vis de tous les fluides.

5.11 Étuve, thermostatée à $105 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ pour le séchage des membranes filtrantes (5.10) et le cas échéant pour la verrerie.

5.12 Balance analytique, capable de peser à $0,1 \text{ mg}$ près.

5.13 Éprouvette graduée, d'une capacité de 500 ml, capable de mesurer $360 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$.

6 Échantillonnage

Sauf indication contraire, les échantillons doivent être prélevés conformément à l'ISO 3170.

7 Préparation des produits et de l'appareillage

7.1 Nettoyage des fils de catalyseur

Immédiatement avant de procéder au bobinage des fils de catalyseur, nettoyer une longueur de $3,00 \text{ m} \pm 0,01 \text{ m}$ de fil d'acier (4.7.1) et une longueur équivalente de fil de cuivre (4.7.2) à l'aide de tampons de coton hydrophile imprégnés d'heptane (4.2). Frotter ensuite avec la toile abrasive (4.8) jusqu'à découvrir une surface fraîche de métal. Enfin, essuyer avec un tampon de coton hydrophile sec (4.9) jusqu'à ce que toutes les particules de métal arraché et d'abrasif soient enlevées. Dans les opérations qui suivent, manipuler les fils de catalyseur avec des gants propres (en coton, en caoutchouc ou en plastique) afin d'éviter tout contact avec la peau.

7.2 Préparation de la bobine de catalyseur

Torsader ensemble et de façon serrée les fils d'acier et de cuivre par l'une de leurs extrémités en faisant trois tours et ensuite les enrouler simultanément côte à côte sur un mandrin fileté (5.5 et Figure 3) en insérant le fil d'acier dans le filet le plus profond. Torsader ensemble les extrémités libres des fils d'acier et de cuivre en faisant trois tours, puis courber les extrémités torsadées de manière à suivre la forme de l'enroulement. Retirer la bobine du mandrin en inversant le sens de la manœuvre de bobinage. S'assurer que la longueur totale de la bobine est de $225 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$, au besoin en l'étirant ou en la comprimant.

7.3 Conservation de la bobine de catalyseur

Avant usage, conserver la bobine de catalyseur sous une atmosphère inerte sèche, selon la méthode décrite dans l'Annexe B. Aussitôt avant utilisation, inspecter la bobine afin de s'assurer de l'absence de produits de corrosion ou de pollution. Pour une conservation d'une durée inférieure à 24 h, un stockage de la bobine dans de l'heptane exempt de traces d'eau et de produits corrosifs est satisfaisant.

NOTE Un flacon hermétiquement fermé contenant de l'heptane (4.2) redistillé convient pour la conservation de la bobine de catalyseur jusqu'au lendemain.

7.4 Nettoyage de la verrerie neuve

Laver les nouveaux tubes d'arrivée d'oxygène, les condenseurs et les tubes à essais neufs avec une solution chaude de détergent (voir 4.6.3) puis les rincer soigneusement avec de l'eau potable (4.1). Nettoyer l'intérieur des tubes à essais, l'extérieur des condenseurs et aussi bien l'intérieur que l'extérieur des tubes d'arrivée d'oxygène soit par trempage pendant 24 h dans une solution à 10 % de fluide de nettoyage tensioactif (4.6.2), soit par lavage dans la solution acide fortement oxydante (4.6.1). Rincer soigneusement toutes les pièces avec de l'eau potable puis avec de l'eau (4.1) et procéder ensuite au séchage soit dans une étuve (5.11), soit par un rinçage final avec du propan-2-ol (4.4) ou avec de l'acétone (4.3) suivi d'un séchage à l'air à température ambiante.

7.5 Nettoyage de la verrerie après utilisation

Aussitôt après la fin de l'essai, vidanger complètement le fluide hydraulique du tube à essai puis rincer toute la verrerie avec de l'heptane (4.2) afin d'en enlever toute trace. Le nettoyer avec un écouvillon et une solution chaude de détergent (voir 4.6.3), puis rincer minutieusement à l'eau potable.

NOTE Si des dépôts adhérents subsistent, ceux-ci peuvent être retirés en remplissant le tube à essai de solution de détergent, en mettant en place le tube d'arrivée d'oxygène et le condenseur, puis en remettant le tube dans le bain chauffant à la température d'essai. Souvent, après plusieurs heures de trempage, tous les dépôts adhérents, à l'exception des oxydes de fer, se trouvent détachés. Les oxydes de fer peuvent être éliminés par un trempage ultérieur dans le mélange acide chlorhydrique/acide orthophosphorique (voir 4.6.1).