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

Partie 1:
Méthode pour les huiles minérales

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Petroleum and related products — Determination of the ageing
behaviour of inhibited oils and fluids — TOST test —*

ISO 4263-1:2003
Part 1: Procedure for mineral oils

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c08e428-6fd5-4f41-b3bd-fbb00acf6ae3/iso-4263-1-2003>



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 4263-1:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c08e428-6fd5-4f41-b3bd-fbb00acf6ae3/iso-4263-1-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c08e428-6fd5-4f41-b3bd-fbb00acf6ae3/iso-4263-1-2003>

© 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	2
3 Principe	2
4 Produits et réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	5
7 Préparation des produits et de l'appareillage	7
8 Mode opératoire	8
9 Calculs	10
10 Expression des résultats	10
11 Fidélité	10
12 Rapport d'essai	11
Annexe A (normative) Spécifications pour les thermomètres en verre	12
Annexe B (normative) Mode opératoire pour le conditionnement et la conservation des bobines de catalyseur	13
Annexe C (informative) Méthode de détermination de la teneur en produits insolubles des huiles minérales	14
Annexe D (informative) Cotation visuelle des fils de la bobine de catalyseur	17
Annexe E (informative) Détermination de la teneur en métaux	18
Bibliographie	19

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 4263-1 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 inhibés — 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 inhibés — Essai TOST —

Partie 1: Méthode pour les huiles minérales

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'application 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 huiles minérales contenant des additifs antioxydants et antirouille dont la masse volumique est inférieure à celle de l'eau, et utilisées comme huiles pour turbines (catégories TSA, TGA, TSE, TGE de l'ISO 6743-5, voir [4] en Bibliographie), comme fluides hydrauliques (catégories HL, HM, HR, HV, HG de l'ISO 6743-4, voir [3] en Bibliographie) et comme huiles de graissage par circulation (catégorie CKB de l'ISO 6743-6, voir [5] en Bibliographie). Il est possible de tester par cette méthode des huiles contenant des composés synthétiques, mais il n'existe aucune donnée de fidélité disponible à ce jour pour de tels produits.

NOTE 1 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.

NOTE 2 La dégradation de l'huile peut se manifester par d'autres signes, comme la formation de produits insolubles, la corrosion de la bobine de catalyseur ou l'abaissement de la valeur du pH. Ces phénomènes indiquent également une oxydation de l'huile, mais ne sont pas pris en compte dans le calcul de la durée de résistance à l'oxydation. La corrélation entre ces critères et les performances en service est actuellement en cours d'étude.

Il est largement fait appel à cette méthode d'essai dans les spécifications. Celle-ci est considérée comme très utile lorsqu'il s'agit de comparer la stabilité à l'oxydation d'huiles sujettes à la pollution par l'eau. Cependant, en raison du grand nombre d'applications différentes, la corrélation entre les résultats de cet essai et les performances réelles en service peut varier fortement et de ce fait l'expérience reste le meilleur moyen pour l'évaluer.

Les valeurs de fidélité de la présente partie de l'ISO 4263 ont été établies seulement pour les huiles inhibées pour turbines et s'appliquent aux durées de résistance à l'oxydation comprises entre 700 h et 3 900 h.

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 6618:1997, *Produits pétroliers et lubrifiants — Détermination de l'indice d'acide ou de l'indice de base — Méthode par titrage en présence d'un indicateur coloré*

ISO 6619:1988, *Produits pétroliers et lubrifiants — Indice de neutralisation — Méthode par titrage potentiométrique*

ISO 7537:1997, *Produits pétroliers — Détermination de l'indice d'acide — Méthode de titrage semi-micro par indicateur coloré*

3 Principe

Une prise d'essai est portée à 95 °C sous courant d'oxygène, à l'abri de la lumière, en présence d'eau et d'une bobine de fils d'acier et de cuivre faisant office de catalyseur. De petites parties aliquotes d'huile sont soutirées à intervalles réguliers et leur indice d'acide est déterminé (voir la Note 2 de l'Article 1). L'essai est poursuivi jusqu'à ce que l'indice d'acide atteigne une valeur de 2,0 mg d'hydroxyde de potassium (KOH) par gramme de prise d'essai et le nombre d'heures d'essai écoulé à ce moment est noté comme durée de résistance à l'oxydation. Pour certaines exigences, l'essai peut être interrompu après un nombre d'heures préalablement fixé (par exemple 1 000 h), alors que l'indice d'acide est encore inférieur à 2,0 mg de KOH par gramme de prise d'essai.

[ISO 4263-1:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c08e428-6fd5-4f41-b3bd-fbb00acf6ae3/iso-4263-1-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c08e428-6fd5-4f41-b3bd-fbb00acf6ae3/iso-4263-1-2003>

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.

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

4.6 Solutions de nettoyage

4.6.1 Solution acide fortement oxydante

La solution de nettoyage fortement oxydante de référence sur laquelle sont fondées les valeurs de fidélité est l'acide sulfochromique (voir l'avertissement suivant). Cependant l'expérience montre que d'autres solutions exemptes de chrome, telles que le persulfate d'ammonium à 8 g/l dans l'acide sulfurique concentré, conduisent à un état de propreté satisfaisant. L'utilisation d'une solution à 10 % de trois parties d'acide chlorhydrique (1 mole/l) et d'une partie d'acide orthophosphorique (concentré, de qualité pour usage général) permet d'éliminer les dépôts d'oxydes de fer.

AVERTISSEMENT — L'acide sulfochromique est dangereux pour la santé. Il s'agit d'un carcinogène reconnu en raison des composés du Cr(VI) qu'il contient, il est toxique, très corrosif et potentiellement dangereux lorsqu'il est en contact avec des produits organiques. Il est indispensable de porter des vêtements et des lunettes de protection lors de l'utilisation de solutions de nettoyage à base d'acide sulfochromique. Ne jamais pipetter la solution de nettoyage à la bouche. Après usage, ne pas verser la solution de nettoyage directement à l'égout, mais la neutraliser avec de grandes précautions en raison de l'acide sulfurique présent, puis rejeter conformément aux procédures normales relatives aux déchets toxiques de laboratoire (le chrome est très dangereux pour l'environnement).

Les solutions de nettoyage acides fortement oxydantes exemptes de chrome sont également très corrosives et potentiellement dangereuses lorsqu'elles sont en contact avec des produits organiques, mais elles ne présentent pas les problèmes spécifiques de rejet relatifs au chrome.

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.

ISO 4263-1:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c08e428-6fd5-4f41-b3bd-1b600acf6ae3/iso-4263-1-2003>

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 mm ± 0,05 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 µm (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 ml ± 1 ml, qui s'applique au tube à essai seul à 20 °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.

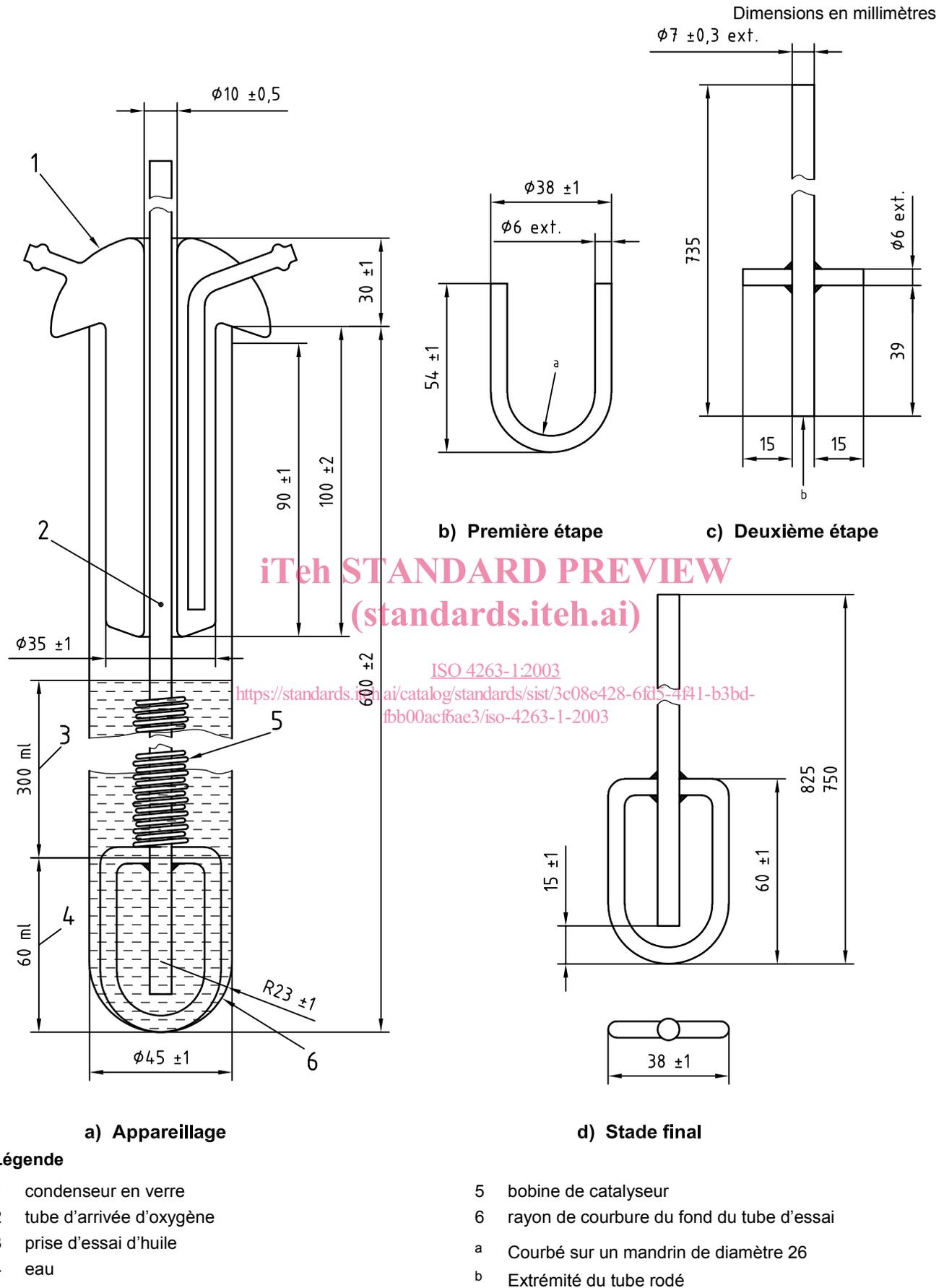


Figure 1 — Cellule d'oxydation

5.2 Bain chauffant, thermostaté capable de maintenir la prise d'essai d'huile placée dans la cellule d'oxydation à $95 \text{ °C} \pm 0,2 \text{ °C}$. 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 de 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 $390 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$, comprenant, 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 $\pm 0,1 \text{ °C}$ et étalonné à mieux que $\pm 0,1 \text{ °C}$. 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 $\pm 0,1 \text{ °C}$ et étalonné à mieux que $\pm 0,1 \text{ °C}$.

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 tel que celui décrit 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.

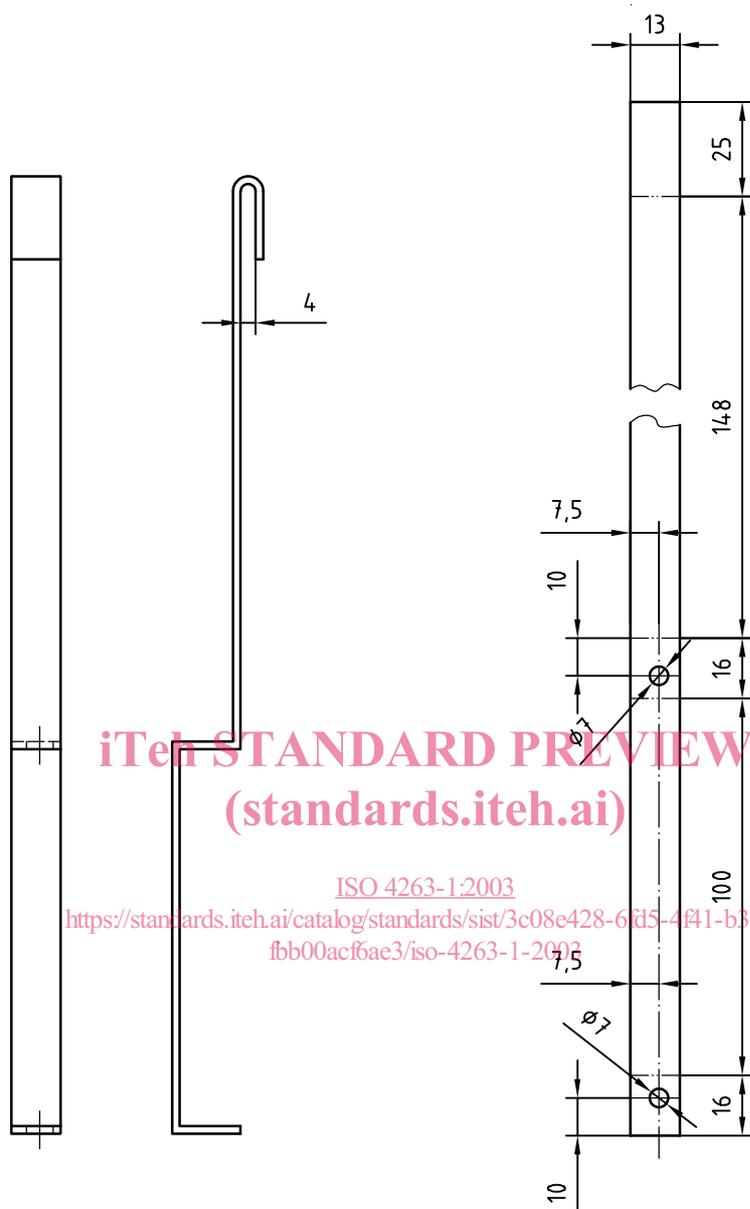
5.6 Tuyau d'alimentation en oxygène. Pour alimenter la cellule d'oxydation en oxygène il est nécessaire de disposer d'un tuyau souple en chlorure de polyvinyle (PVC) d'environ 6,4 mm de diamètre intérieur et 1,5 mm d'épaisseur de paroi.

5.7 Dispositifs de prélèvement des parties aliquotes. Différents dispositifs sont nécessaires en fonction de la taille et de la fréquence des prélèvements pour 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 $\pm 0,2 \text{ ml}$ 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.

6 Échantillonnage

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



a) Support terminé

b) Support développé

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

Figure 2 — Support de thermomètre

