

---

---

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

Partie 3:

**Méthode anhydre pour les fluides  
hydrauliques synthétiques**

*Petroleum and related products — Determination of the ageing  
behaviour of inhibited oils and fluids — TOST test —  
Part 3: Anhydrous procedure for synthetic 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 4263-3:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb354bf6-e3a9-4094-87c7-5874c07f4b01/iso-4263-3-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb354bf6-e3a9-4094-87c7-5874c07f4b01/iso-4263-3-2006>

© ISO 2006

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>2</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Produits et réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>11</b>
<b>7</b> <b>Préparation des produits et de l'appareillage</b> .....	<b>11</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>12</b>
<b>9</b> <b>Calculs</b> .....	<b>13</b>
<b>10</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>14</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>14</b>
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe A</b> (normative) <b>Spécifications pour les thermomètres en verre</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe B</b> (normative) <b>Mode opératoire pour le conditionnement et la conservation des bobines de catalyseur</b> .....	<b>17</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Méthode de détermination de la teneur en produits insolubles des huiles minérales et des fluides hydrauliques synthétiques</b> .....	<b>18</b>
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Cotation visuelle des fils de la bobine de catalyseur</b> .....	<b>21</b>
<b>Annexe E</b> (informative) <b>Détermination de la teneur en métaux</b> .....	<b>22</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>23</b>

## 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 4263-3 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 3: Méthode anhydre pour les fluides hydrauliques synthétiques

**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 synthétiques des catégories HFDR, HFDU, HEES et HEPG définies par exemple dans l'ISO 12922<sup>[4]</sup> et l'ISO 15380<sup>[5]</sup>. Le vieillissement est accéléré par la présence d'oxygène et de catalyseurs métalliques à température élevée, et la dégradation du fluide est suivie par l'évolution de son indice d'acide. D'autres parties de l'ISO 4263 spécifient des méthodes similaires permettant d'évaluer le comportement au vieillissement des huiles minérales et de catégories spécifiques de fluides difficilement inflammables utilisés dans des applications hydrauliques et autres.

**NOTE** D'autres signes peuvent indiquer la détérioration des fluides, comme la formation de dépôts insolubles, la corrosion de la bobine de catalyseur, ou une perte de viscosité. Cela traduit une oxydation du fluide mais il n'en est pas tenu compte pour la prévision de la durée de résistance à l'oxydation. Une étude est en cours pour essayer d'établir une corrélation entre ces phénomènes et l'utilisation en service.

La présente méthode d'essai peut servir à comparer la stabilité à l'oxydation de fluides qui ne sont pas sujets à la contamination par l'eau. Cependant, en raison du très grand nombre de types d'applications sur le terrain, la corrélation des résultats de ces essais avec les performances réelles en service peut beaucoup varier, et il est préférable de faire appel à l'expérience.

La fidélité de la présente méthode d'essai pour fluides hydrauliques synthétiques n'est pas établie, car aucune donnée provenant d'essais interlaboratoires n'est disponible. Tant que de tels essais n'auront pas été effectués, il se peut que la méthode soit jugée inacceptable pour le contrôle des spécifications ou en cas de litige. Cependant, une fidélité pour les huiles turbines inhibées est donnée dans l'Article 11, afin de servir d'indication sur ce qui pourrait exister pour les fluides hydrauliques synthétiques.

## 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 3170:2004, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

ISO 7537, *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'une bobine de fils d'acier et de cuivre faisant office de catalyseur. De petites parties aliquotes de fluide sont soutirées à intervalles réguliers et leur indice d'acide est déterminé (voir la Note 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 500 h ou 1 000 h), alors que l'indice d'acide est encore inférieur à 2,0 mg de KOH par gramme de prise d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 4 Produits et réactifs

4.1 **Eau**, qui, sauf indication contraire, doit être conforme aux exigences de la qualité 2 de l'ISO 3696:1987. 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** (C<sub>7</sub>H<sub>16</sub>), de pureté minimale de 99,75 %.

4.3 **Acétone** (CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>), de qualité pour usage général.

4.4 **Propan-2-ol** (CH<sub>3</sub>CHOHCH<sub>3</sub>), 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

La solution de nettoyage fortement oxydante de référence sur laquelle sont fondées les valeurs de fidélité est l'acide sulfochromique (voir l'avertissement ci-après). 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 mol/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 la présence d'acide sulfurique concentré, 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

Le détergent doit être soluble dans l'eau.

#### 4.7 Fils de catalyseur

**4.7.1 Fil en acier à faible teneur en métalloïdes**, de  $1,60 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$  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  $150 \mu\text{m}$  (grain P100) sur support textile, ou une toile abrasive de qualité équivalente.

#### 4.9 Coton hydrophile

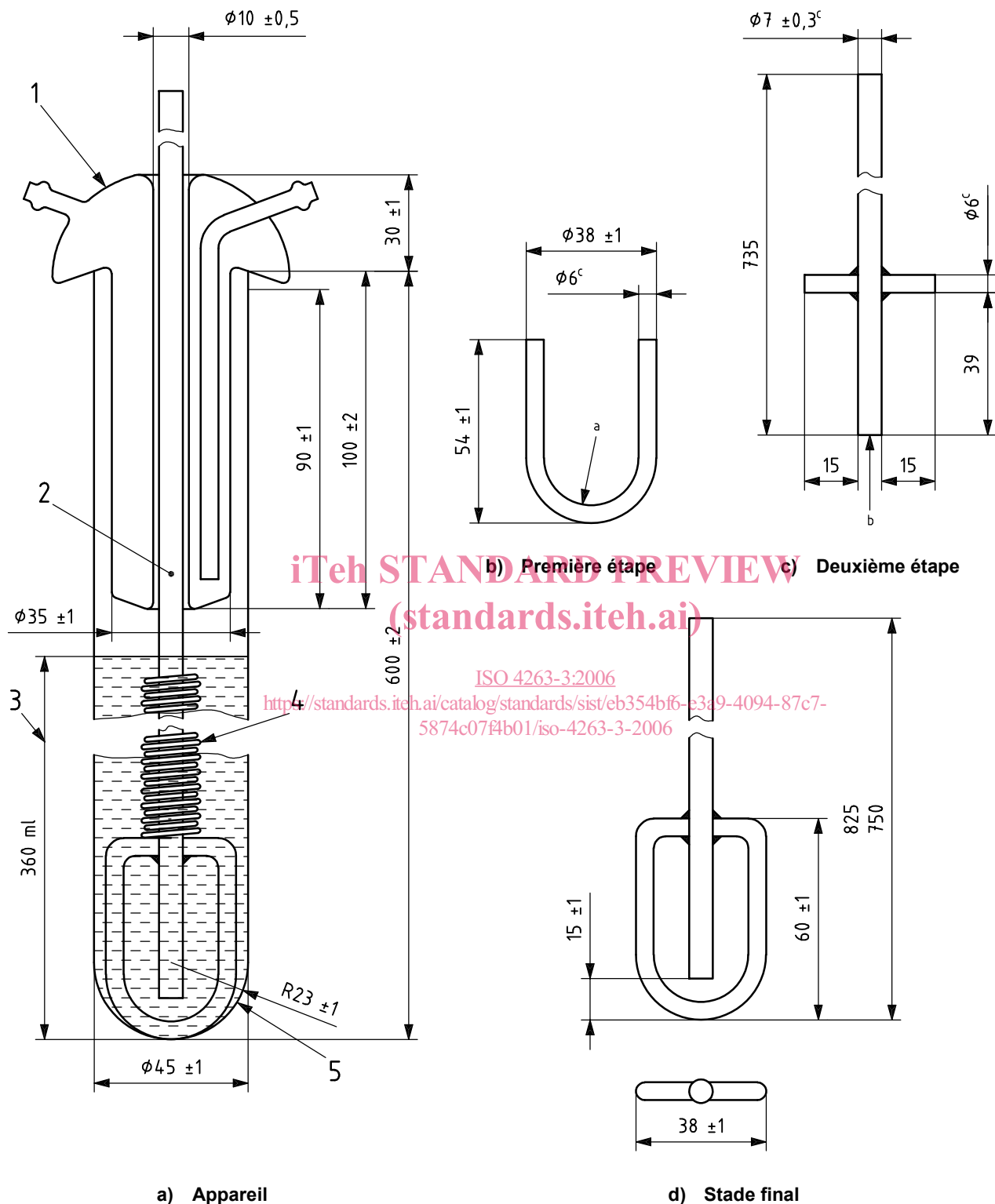
### 5 Appareillage

**5.1 Cellule d'oxydation**, composée d'un grand tube en verre borosilicaté marqué d'un repère correspondant à un volume de  $300 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$  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 placée dans la cellule d'oxydation à  $95,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ . 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 bloc. Les alésages du bloc doivent avoir un diamètre minimum de  $50 \text{ mm}$  et une profondeur de  $390 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$ , comprenant, le cas échéant, l'épaisseur du couvercle isolant.

**5.3 Débitmètre**, capable de mesurer  $3,0 \text{ l/h}$  avec une exactitude de  $\pm 0,1 \text{ l/h}$ .

Dimensions en millimètres  
(sauf indication contraire)



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4263-3:2006  
<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb354bf6-e3a9-4094-87c7-5874c07f4b01/iso-4263-3-2006>

**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 à essai | b Extrémité du tube rodé.               |
| 3 prise d'essai de fluide  |   | c Diamètre extérieur.                   |

Figure 1 — Cellule d'oxydation



## 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  $\pm 0,1$  °C et gradué par incréments de 0,1 °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  $\pm 0,1$  °C et étalonné à mieux que  $\pm 0,1$  °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 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,** tel qu'illustré à la Figure 3, utilisé pour confectionner la double spirale de fils de cuivre et d'acier et faisant partie d'un dispositif de bobinage approprié.

**5.6 Tuyau d'alimentation en oxygène,** souple, en chlorure de polyvinyle (PVC), d'environ 6,4 mm de diamètre intérieur et 1,5 mm d'épaisseur de paroi, pour alimenter la cellule d'oxydation en oxygène.

**5.7 Dispositifs de prélèvement des parties aliquotes.** Différents dispositifs sont nécessaires en fonction de la taille et de la fréquence prévues 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 (5.9) 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb354bf6-e3a9-4094-87c7-5874c07f4b01/iso-4263-3-2006>

**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.

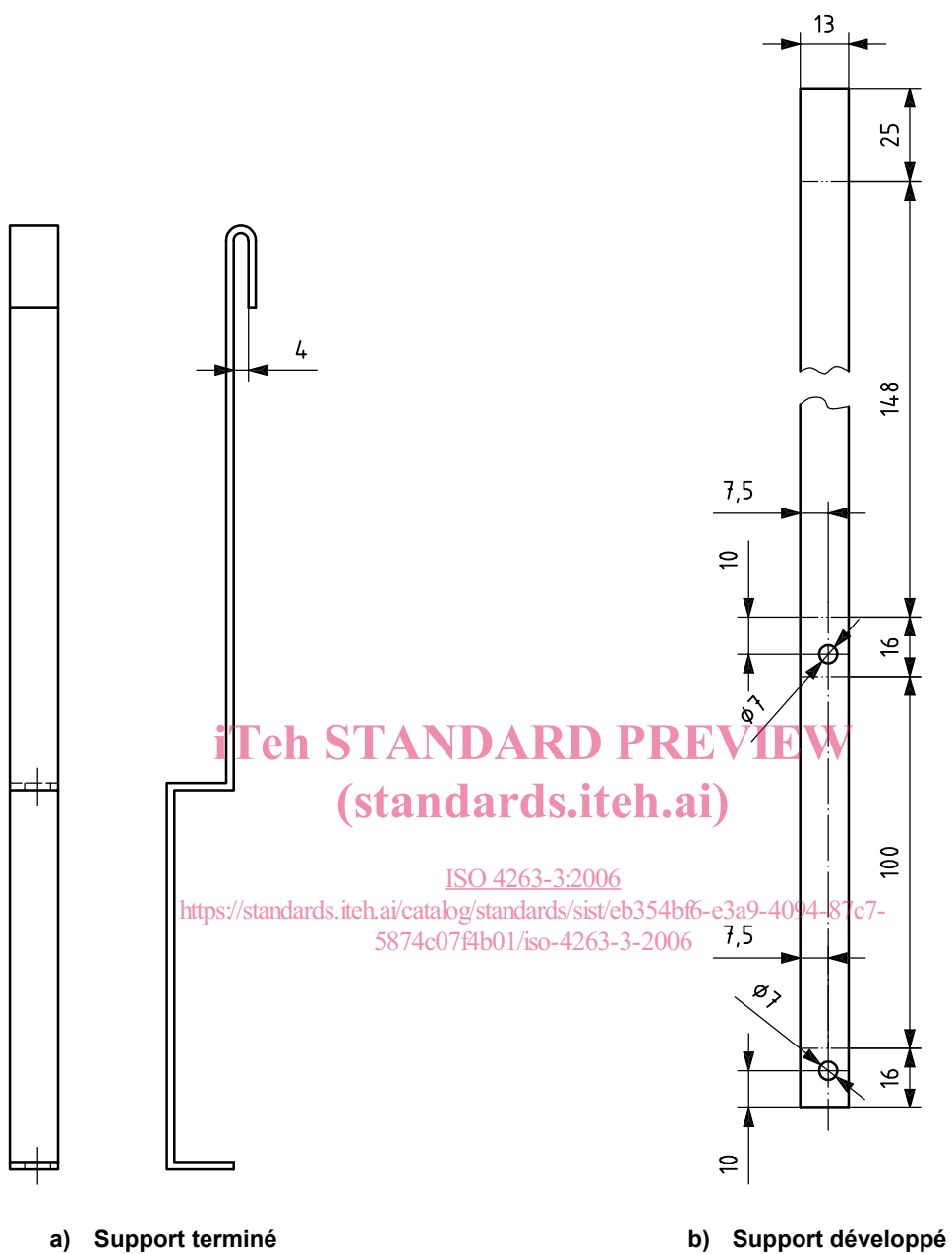
**5.9 Tube d'échantillonnage,** en acier inoxydable, de 2,11 mm de diamètre extérieur, 1,60 mm de diamètre intérieur, 6,10 mm  $\pm$  2 mm de long, avec une extrémité finie à 90° et l'autre munie en option d'un connecteur Luer femelle, si l'on utilise des seringues comme dispositifs de prélèvement des parties aliquotes (5.7). Le connecteur optionnel est de préférence fait d'un élastomère, tel que le polychlorure de fluorovinyle, afin de réaliser un bon raccord avec la seringue.

**5.10 Bouchon,** pour le connecteur optionnel Luer sur le tube d'échantillonnage (5.9), fait en polytétrafluoréthylène (PTFE) ou en polychlorure de fluorovinyle.

**5.11 Support de tube d'échantillonnage,** pour porter le tube d'échantillonnage (5.9), fait en résine de méthylmétacrylate, ayant les dimensions et les tolérances illustrées en Figure 4.

**5.12 Pièce de calage pour le tube d'échantillonnage,** pour positionner l'extrémité du tube d'échantillonnage (5.9) au dessus du support du tube d'échantillonnage (5.11), fait d'un tube de plastique en polychlorure de vinyle, polyéthylène, polypropylène, ou polytétrafluoréthylène, ayant un diamètre intérieur d'environ 3 mm et une longueur de 51 mm  $\pm$  1 mm.

Dimensions en millimètres



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

Figure 2 — Support de thermomètre

Dimensions en millimètres (sauf indication contraire)

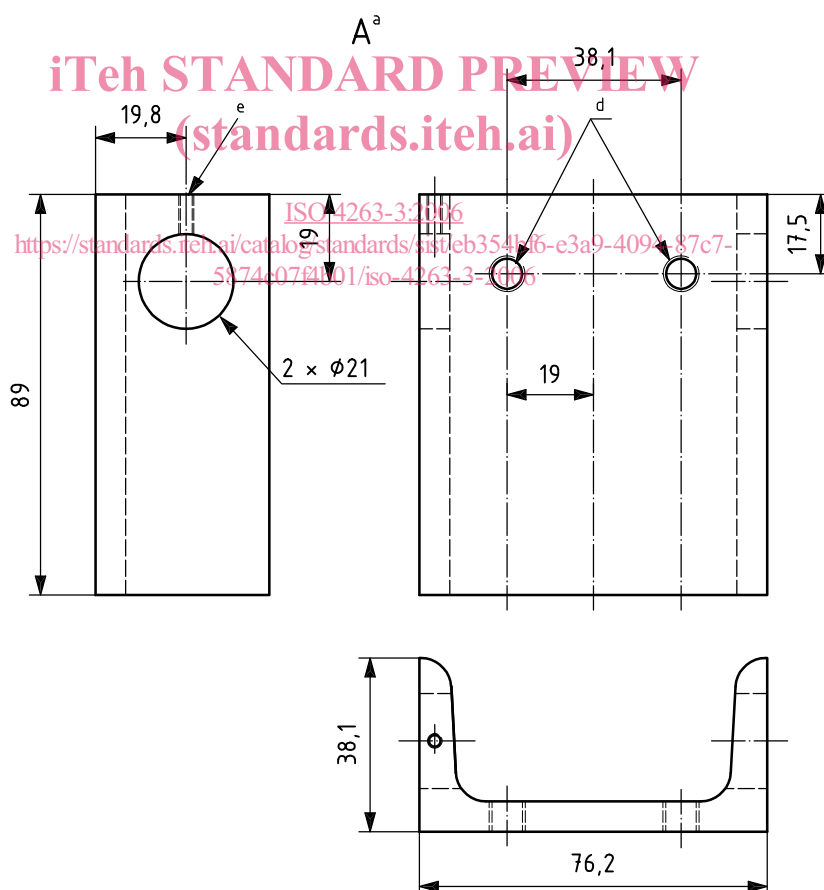
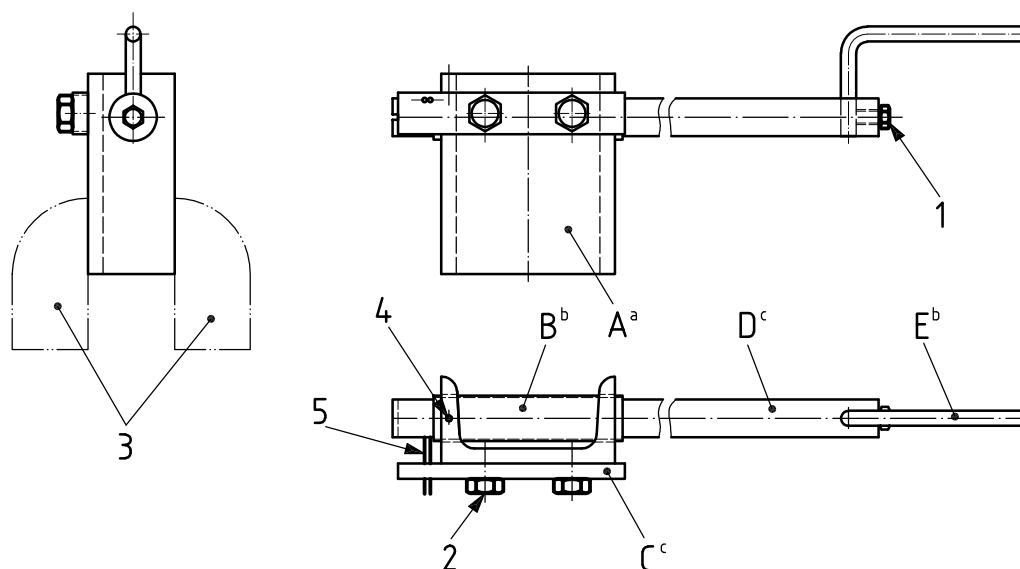


Figure 3 — Mandrin de bobinage des fils de catalyseur