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

Partie 4:

**Méthode pour les huiles pour engrenages
industriels**
(standards.iteh.ai)

*Petroleum and related products — Determination of the ageing
behaviour of inhibited oils and fluids — TOST test —
Part 4: Procedure for industrial gear oils*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0648e6d-e46c-42cc-80a1-7073e4d12930-iso-4263-4-2006>



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 4263-4:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0648e6d-e46c-42cc-80a1-70775a4dfff3/iso-4263-4-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0648e6d-e46c-42cc-80a1-70775a4dfff3/iso-4263-4-2006>

© 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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Produits et réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	5
8 Préparation de l'appareillage — Nettoyage de la verrerie	5
9 Mode opératoire	5
10 Expression des résultats	6
11 Fidélité	7
12 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Spécifications pour les thermomètres en verre	9
Annexe B (informative) Méthode de détermination de la teneur en insolubles (indice de précipitation)	10
Annexe C (informative) Méthode de détermination de la teneur en sédiments par filtration	12
Annexe D (informative) Méthode d'évaluation de la variation de la teneur en additifs	13
Annexe E (informative) Méthode d'évaluation de l'oxydation par infrarouge	14
Bibliographie	16

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 4263-4 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 4: Méthode pour les huiles pour engrenages industriels

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 huiles pour engrenages des catégories CKC, CKD, CKS et CKT, définies dans l'ISO 6743-6^[5]. Le vieillissement est accéléré par la présence d'air et par des températures élevées, et la dégradation de l'huile est suivie par l'évolution de la viscosité cinématique à 100 °C, par la teneur en produits insolubles (indice de précipitation) et éventuellement, par l'accroissement de l'indice d'acide, la teneur en sédiments par filtration, l'évolution de la teneur en additifs et l'oxydation par infrarouge.

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 2977, *Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés — Détermination du point d'aniline et du point d'aniline en mélange*

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

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3405, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation à pression atmosphérique*

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

ISO 3734, *Produits pétroliers — Détermination de la teneur en eau et en sédiments dans les fuel-oils résiduels — Méthode par centrifugation*

ISO 12185, *Pétroles bruts et produits pétroliers — Détermination de la masse volumique — Méthode du tube en U oscillant*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 teneur en insolubles
indice de précipitation
nombre de millilitres de précipité formé lorsque 10 ml d'huile lubrifiante sont mélangés à 90 ml de naphta de précipitation puis centrifugés dans les conditions de l'essai

3.2 sédiments par filtration
quantité de matière insoluble, exprimée en milligrammes par 100 ml, retenue sur une membrane filtrante de 1,2 µm de diamètre de pores, après filtration sous vide

4 Principe

Une prise d'essai est portée, à l'abri de la lumière et en présence d'air, à une température appropriée au type de l'huile pour engrenages industriels qui est soumise à l'essai: 95 °C pour le type CKC, 121 °C pour le type CKD, 150 °C pour les types CKS et CKT. À la fin d'une période d'essai de 312 h, on mesure l'accroissement de la viscosité cinématique à 100 °C, la teneur en produits insolubles (indice de précipitation), éventuellement l'accroissement de l'indice d'acide, la teneur en sédiments par filtration, la diminution de la teneur en additifs, et l'oxydation par infrarouge.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Produits et réactifs

5.1 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.

5.2 Heptane (C₇H₁₆), pour analyse, de pureté minimale de 99,75 %.

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

5.4 Air, sec, sans huile, distribué sous pression constante.

Il est possible d'utiliser de l'air comprimé en bouteille ou de l'air issu d'un réseau de distribution d'air comprimé. Il convient alors de prévoir un système de régulation afin d'améliorer la constance du débit.

5.5 Solutions de nettoyage

5.5.1 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.

5.5.2 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.

5.5.3 Détergent de laboratoire

Le détergent doit être soluble dans l'eau.

6 Appareillage

6.1 Cellule d'oxydation, composée d'un grand tube en verre borosilicaté, de 600 mm de longueur et de 41 mm de diamètre intérieur, marqué d'un repère correspondant à un volume de 300 ml \pm 1 ml à 20 °C, avec un tube d'arrivée d'air et un bouchon de liège comportant une encoche. La cellule doit présenter la configuration et les dimensions indiquées sur la Figure 1.

Il convient d'utiliser de nouveaux bouchons pour chaque essai.

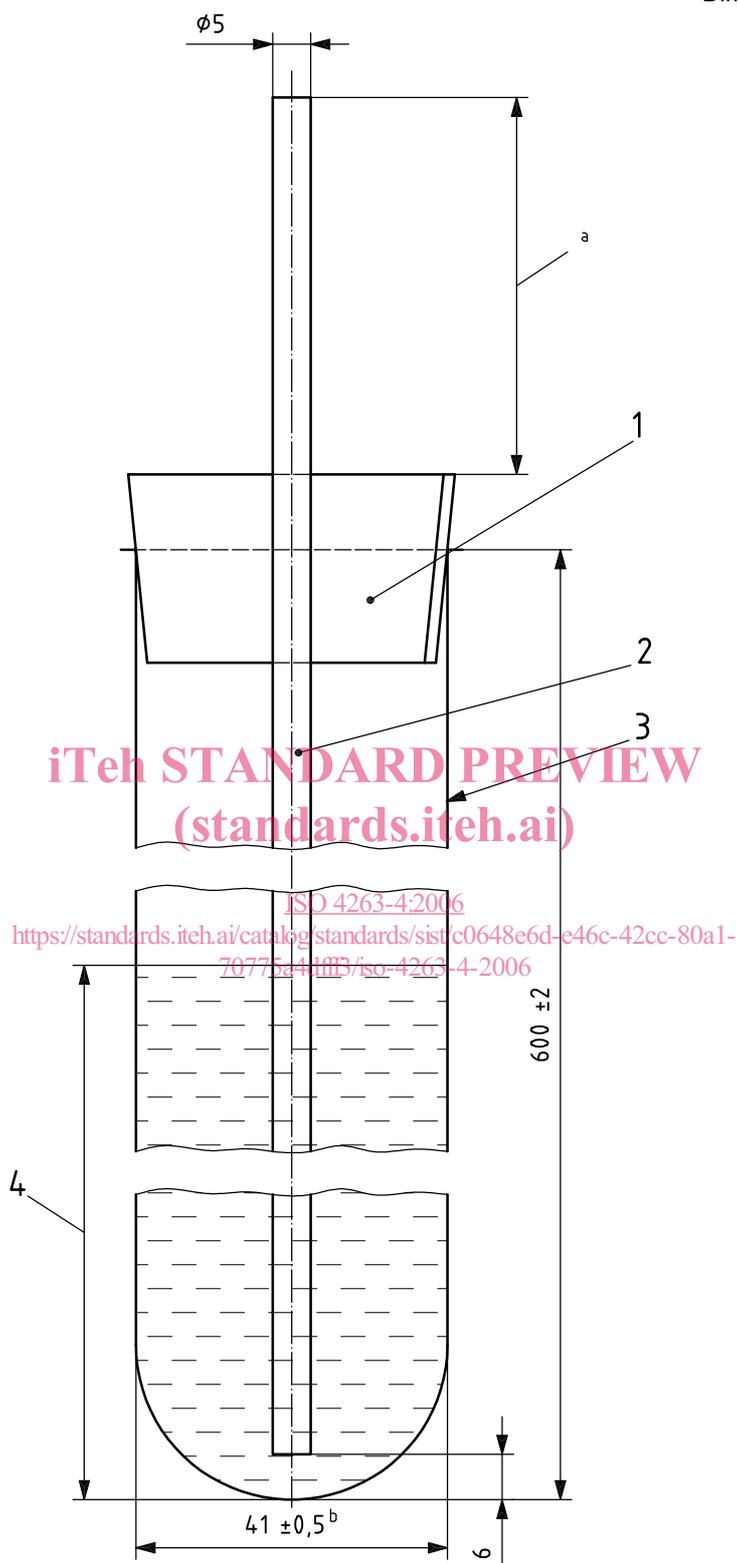
6.2 Bain chauffant, thermostaté, capable de maintenir la prise d'essai de l'huile soumise à l'essai contenue dans la cellule d'oxydation à la température spécifiée \pm 0,2 °C. Il doit être suffisamment spacieux pour abriter le nombre voulu de cellules d'oxydation (6.1) immergées dans le milieu de transfert de chaleur à une profondeur telle que le liquide du bain soit au moins à 50 mm au-dessus du niveau de l'échantillon d'huile. 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 mm \pm 10 mm.

6.3 Débitmètres, un par cellule d'oxydation, capables de mesurer un débit d'air de 10 l/h avec une exactitude de \pm 0,5 l/h.

6.4 Dispositifs de mesurage de la température

6.4.1 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 la température équivalent dont les indications sont lisibles à \pm 0,2 °C et étalonné à mieux que \pm 0,2 °C.

6.4.2 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 la température équivalent dont les indications sont lisibles à \pm 0,2 °C et étalonné à mieux que \pm 0,2 °C.



Légende

- 1 bouchon de liège avec encoche
- 2 tube en verre d'arrivée d'air
- 3 tube à essai (verre borosilicaté)
- 4 300 ml de fluide soumis à l'essai

- a 60 à 80 mm.
- b Diamètre intérieur.

Figure 1 — Cellule d'oxydation

6.5 Tuyau d'alimentation en air. Pour alimenter la cellule d'oxydation en air, 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.

6.6 Dispositif de séchage de l'air. Entre l'alimentation en air et les débitmètres, l'air doit passer à travers une colonne de séchage remplie de sulfate de calcium anhydre de qualité connue ou d'un produit équivalent. L'agent desséchant doit être en quantité suffisante pour rester opérationnel pendant toute la durée de l'essai.

7 Échantillonnage

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

8 Préparation de l'appareillage — Nettoyage de la verrerie

8.1 Nettoyage de la verrerie neuve

Laver les tubes d'arrivée d'air et les cellules d'oxydation neufs avec une solution chaude de détergent (voir 5.5.3) puis les rincer soigneusement avec de l'eau potable (5.1). Nettoyer l'intérieur des cellules d'oxydation, et aussi bien l'intérieur que l'extérieur des tubes d'arrivée d'air, soit par trempage pendant 24 h dans une solution à 10 % de fluide de nettoyage tensioactif (5.5.2), soit par lavage dans la solution acide fortement oxydante (5.5.1). Rincer soigneusement toutes les pièces avec de l'eau potable puis avec de l'eau (5.1) et procéder au séchage, soit dans une étuve, soit par un rinçage final avec de l'acétone (5.3) suivi d'un séchage à l'air à température ambiante.

8.2 Nettoyage de la verrerie après utilisation

Aussitôt après la fin de l'essai, et après contrôle du tube, rincer toute la verrerie avec de l'heptane (5.2) afin d'enlever toute trace d'huile. La nettoyer avec un écouvillon et une solution chaude de détergent (voir 5.5.3), puis rincer minutieusement à l'eau potable. Après élimination de la totalité des dépôts, suivre le mode opératoire de nettoyage décrit en 8.1. Stocker toute la verrerie nettoyée dans un environnement sec et exempt de poussières jusqu'à la prochaine utilisation.

9 Mode opératoire

9.1 Sur une portion nouvelle d'huile, mesurer la viscosité à 100 °C selon l'ISO 3104, ainsi que la teneur en insolubles (indice de précipitation) (voir l'Annexe B).

Il est recommandé de mesurer la teneur en additifs (voir l'Annexe D) et l'indice d'acide selon l'ISO 6618^[3] ou l'ISO 6619^[4]. On peut enregistrer le spectre infrarouge (IR) dans le domaine 2 000 cm⁻¹ à 1 650 cm⁻¹, en utilisant une cellule d'épaisseur contrôlée (voir l'Annexe E).

9.2 Régler la température du bain chauffant à un niveau suffisamment élevé pour maintenir l'huile soumise à l'essai à la température requise $\pm 0,2$ °C dans le nombre souhaité de cellules d'oxydation. La température doit être choisie en fonction du type de fluide soumis à l'essai: 95 °C pour les produits de catégorie CKC, 121 °C pour les produits de catégorie CKD et 150 °C pour les produits des catégories CKS et CKT.

9.3 Raccorder le tube d'arrivée d'air à la source d'air, en passant par le débitmètre (6.3), au moyen d'un tuyau souple (6.5). Régler le débit d'air à 10 l/h $\pm 0,5$ l/h. Après 30 min, contrôler la température de l'huile soumise à l'essai et ajuster la température du bain, si nécessaire. Contrôler le débit d'air, faire les réglages nécessaires, et noter l'heure à laquelle ces opérations ont été effectuées. Contrôler la température de l'huile soumise à l'essai une fois par heure pendant au moins 3 h, en faisant à chaque fois les réglages nécessaires, et ce jusqu'à ce que deux prises de température consécutives traduisent une température de l'huile constante à $\pm 0,2$ °C. Maintenir la température du bain constante, et la contrôler chaque jour pendant toute la durée de l'essai. Le débit d'air doit être contrôlé au moins deux fois par jour, et ajusté si nécessaire.

9.4 Après $312 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$, déconnecter le tube d'arrivée d'air et ôter les cellules du bain chauffant. Homogénéiser l'huile soigneusement et prélever une quantité suffisante d'échantillon pour déterminer:

- a) la viscosité à $100 \text{ }^\circ\text{C}$, selon l'ISO 3104;
- b) la teneur en insolubles (indice de précipitation) (voir l'Annexe B).

Il est recommandé de mesurer la teneur en sédiments par filtration (voir l'Annexe C), la teneur en additifs du filtrat (voir l'Annexe D) et l'indice d'acide selon l'ISO 6618^[3] ou l'ISO 6619^[4]. Il est aussi recommandé d'enregistrer le spectre infrarouge dans le domaine $2\,000 \text{ cm}^{-1}$ à $1\,650 \text{ cm}^{-1}$, pour déterminer l'oxydation par infrarouge (voir l'Annexe E) en mesurant l'absorbance à $1\,710 \text{ cm}^{-1}$.

Rincer l'extérieur de la cellule d'oxydation, afin d'enlever le fluide de chauffage. Transvaser alors dans un bécher l'huile soumise à l'essai qu'elle contient et placer la cellule d'oxydation à l'envers et à la verticale dans le bécher pendant 72 h, afin de laisser l'huile s'en écouler totalement. Inspecter la cellule d'oxydation à l'œil, de façon à évaluer les éventuels dépôts à l'interface huile/air (voir l'Article 10) sur les parois et sur le fond de la cellule.

NOTE Le lavage du tube avec un solvant tel que l'heptane (5.2) peut faciliter l'examen de la cellule.

10 Expression des résultats

La résistance au vieillissement d'une huile doit être exprimée par:

- a) l'accroissement de la viscosité cinématique à $100 \text{ }^\circ\text{C}$,
- b) l'accroissement de l'indice de précipitation,
- c) l'aspect du tube après l'essai, par la présence de dépôts et leur adhésivité, qui sont notés de la façon suivante:

- dépôts: — aucun
— léger
— gros
— très gros

- adhésivité: — faible
— forte

NOTE La résistance au vieillissement peut aussi être évaluée par:

- la variation de l'indice d'acide;
- la teneur en sédiments par filtration (voir l'Annexe C);
- la variation de la teneur en additifs (voir l'Annexe D);
- l'oxydation par infrarouge (voir l'Annexe E).

11 Fidélité

11.1 Généralités

La fidélité n'a été établie qu'à la température de 95 °C, et elle n'a pas été déterminée selon l'ISO 4259^[1]. Pour les autres températures, la fidélité n'est pas connue.

11.2 Accroissement de la viscosité

11.2.1 Répétabilité, r

La différence entre deux résultats d'essai, obtenus par le même opérateur travaillant avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, devrait, à long terme, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs données dans la Figure 2 a) seulement dans un cas sur vingt.

11.2.2 Reproductibilité, R

La différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur des produits d'essai réputés identiques, devrait, à long terme, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs données dans la Figure 2 a) seulement dans un cas sur vingt.

11.3 Accroissement de l'indice de précipitation

11.3.1 Répétabilité, r

La différence entre deux résultats d'essai, obtenus par le même opérateur travaillant avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, devrait, à long terme, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs données dans la Figure 2 b) seulement dans un cas sur vingt.

11.3.2 Reproductibilité, R

La différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur des produits d'essai réputés identiques, devrait, à long terme, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs données dans la Figure 2 b) seulement dans un cas sur vingt.