
**Produits pétroliers et lubrifiants —
Détermination de la pénétrabilité au cône
à basse température des graisses
lubrifiantes**

*Petroleum products and lubricants — Determination of low-temperature
cone penetration of lubricating greases*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13737:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-
e9477041c41a/iso-13737-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004)



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 13737:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004>

© ISO 2004

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	
1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Principe	1
4	Appareillage	2
5	Préparation et conditionnement de la prise d'essai	2
5.1	Préparation	2
5.2	Conditionnement	4
6	Mesure de la pénétration	4
7	Expression des résultats	4
8	Fidélité	4
8.1	Généralités	4
8.2	Répétabilité	5
8.3	Reproductibilité	5
9	Rapport d'essai	5
Annexe A (normative)	Caractéristiques du thermomètre	6

iTeH STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 ISO 13737:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004>

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 13737 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13737:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004>

Produits pétroliers et lubrifiants — Détermination de la pénétrabilité au cône à basse température des graisses lubrifiantes

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur 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 Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la pénétrabilité au cône à basse température des graisses lubrifiantes.

NOTE 1 La fidélité n'a été déterminée que dans le domaine de températures de -40 °C à -20 °C . La présente Norme internationale peut être utilisée à d'autres températures, par exemple de -20 °C à $+20\text{ °C}$, mais il n'existe pas de données de fidélité pour ces conditions.

NOTE 2 La pénétrabilité au cône est exprimée en unités de 0,1 mm.

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 2137:—¹⁾, *Produits pétroliers et lubrifiants — Détermination de la pénétrabilité au cône des graisses lubrifiantes et des pétrolatums*

ISO 6743-99:2002, *Lubrifiants, huiles industrielles et produits connexes (classe L) — Classification — Partie 99: Généralités*

CEI 60751:1983, *Capteurs industriels à résistance thermométrique de platine*

3 Principe

La pénétrabilité est déterminée au moyen du pénétromètre et du cône entier tels que définis dans l'ISO 2137. La mesure est effectuée sur un échantillon refroidi, dans des conditions spécifiées, à la température de l'essai, et en utilisant le cône refroidi à la même température.

1) À publier. (Révision de l'ISO 2137:1985)

4 Appareillage

Appareillage et verrerie courants de laboratoire ainsi que ce qui suit.

4.1 Équipement

Tout l'équipement nécessaire pour réaliser les mesures de pénétrabilité tel que spécifié dans l'ISO 2137.

NOTE 1 Un pénétromètre à déclenchement automatique peut être utilisé.

NOTE 2 Seul le cône entier (ou la variante du cône pour des pénétrabilités supérieures ou égales à 400 unités) est nécessaire.

NOTE 3 Seul le malaxeur à l'échelle 1 est nécessaire.

NOTE 4 Deux coupelles identiques sont nécessaires (une pour le contrôle de la température et une pour l'essai).

4.2 Enceinte thermostatée et ventilée, permettant de travailler de -50 °C à 0 °C avec une exactitude de $\pm 1\text{ °C}$. La puissance frigorifique de l'enceinte doit être telle que la température d'essai puisse être atteinte en 2 h, enceinte vide.

4.3 Capteur de température, de préférence une sonde platine $100\ \Omega$ à 0 °C conforme à la norme CEI 60751, ou un thermomètre à immersion totale, conforme à la description donnée en Annexe A.

4.4 Spatule, résistante à la corrosion, à bout carré, possédant une lame rigide d'approximativement 32 mm de large et d'au moins 150 mm de long.

4.5 Chronomètre, avec une alarme sonore, permettant de mesurer $4\text{ h} \pm 5\text{ min}$.

5 Préparation et conditionnement de la prise d'essai

5.1 Préparation

5.1.1 Généralités

S'assurer que l'enceinte est réglée et stabilisée à la température d'essai. Préparer deux prises d'essai, l'une pour le contrôle de la température, l'autre pour la détermination de la pénétrabilité.

5.1.2 Préparation de la prise d'essai pour le contrôle de la température

Opérer comme décrit dans l'Article 7 de l'ISO 2137, pour la pénétrabilité des graisses non travaillées (échelle 1), c'est-à-dire prendre, de préférence en une seule fois, la prise d'essai dans le récipient et en remplir, avec excès, la coupelle du malaxeur. Effectuer ce transvasement de manière à manipuler la graisse le moins possible. Éliminer les bulles d'air en secouant le récipient puis en tassant la graisse à l'aide de la spatule, cela avec le moins de manipulations possible, de façon à obtenir une coupelle pleine sans poches d'air. Araser la graisse en excès se trouvant au-dessus du bord, en déplaçant la lame de la spatule maintenue inclinée à un angle de 45° par rapport au sens du mouvement.

5.1.3 Préparation de la prise d'essai pour la détermination de la pénétrabilité

5.1.3.1 Généralités

Opérer comme pour la pénétrabilité des graisses travaillées (échelle 1), selon la procédure décrite dans l'Article 7 de l'ISO 2137 et donnée en 5.1.3.2 et en 5.1.3.3.

5.1.3.2 Préparation de l'échantillon d'essai

5.1.3.2.1 Prendre un échantillon suffisant (au moins 0,5 kg) pour remplir avec excès la coupelle du malaxeur.

5.1.3.2.2 Pour le travail de la graisse, placer dans la coupelle du malaxeur propre une quantité suffisante de l'échantillon de laboratoire, avec un excès (en formant un dôme dont le sommet dépasse de 13 mm environ le bord de la coupelle). Éviter les occlusions d'air en tassant la graisse avec la spatule. Retirer l'air éventuellement piégé en secouant la coupelle de temps à autre pendant le mouvement de tassement.

Monter le malaxeur avec le piston plongeur en position haute, et, le robinet d'évent étant ouvert, pousser le piston plongeur vers le fond. Faire passer un thermomètre à travers le robinet d'évent de façon que son extrémité se trouve au sein de la graisse. Placer l'ensemble dans le bain d'eau thermostaté à 25 °C (voir les NOTES 1 et 2 et les derniers alinéas du présent paragraphe), jusqu'à ce que la température du malaxeur et de son contenu, lue sur le thermomètre, soit de 25 °C ± 0,5 °C. Retirer alors le malaxeur du bain et essuyer l'eau en excès adhérent à sa surface. Retirer le thermomètre et fermer le robinet d'évent. Soumettre la graisse à 60 cycles (un cycle correspond à un aller et retour du piston) en environ 1 min et ramener le piston plongeur à sa position haute. Ouvrir le robinet d'évent, retirer le couvercle et le plongeur, puis faire retomber dans la coupelle autant qu'il est possible de la graisse adhérent aux parois du plongeur. Comme la pénétrabilité d'une graisse travaillée peut fortement varier au repos, mener sans retard les opérations décrites en 5.1.3.3.

NOTE 1 On peut utiliser, à la place du bain d'eau, un local d'essai à température constante, ou encore un bain d'air.

NOTE 2 La pénétrabilité des graisses molles dépend du diamètre du récipient. Il convient en conséquence que la pénétrabilité d'une graisse non travaillée, quand elle est supérieure à 265 unités, soit déterminée dans des récipients qui ont les mêmes limitations sur le diamètre que la coupelle du malaxeur. Quand la pénétrabilité des graisses est inférieure à 265 unités, elle ne change pour ainsi dire pas si le diamètre du récipient dépasse celui de la coupelle du malaxeur.

Si la température initiale de la prise d'essai dépasse de plus de 25 °C environ la température prévue de 8 °C, ou bien si l'on utilise une méthode de substitution pour ajuster la température de la prise d'essai à 25 °C, il convient de laisser un temps supplémentaire suffisant avant d'effectuer l'essai, afin de permettre à la prise d'essai d'atteindre sa température de 25 °C ± 0,5 °C. De même, si la masse de l'échantillon est supérieure à 0,5 kg, il convient de laisser un temps supplémentaire suffisant pour permettre l'équilibre de température à 25 °C ± 0,5 °C. L'essai ne peut être réalisé que si la prise d'essai est à une température uniforme de 25 °C ± 0,5 °C.

Si l'on désire immerger complètement la partie du malaxeur se trouvant au-dessus de sa fermeture, il convient de s'assurer que le couvercle est étanche, de façon à empêcher que de l'eau ne pénètre dans le malaxeur.

5.1.3.3 Préparation de la prise d'essai

5.1.3.3.1 Préparer l'échantillon pour essai malaxé (5.1.3.2.2) dans la coupelle d'essai, de façon à obtenir une structure uniforme et reproductible de la graisse.

5.1.3.3.2 Taper vigoureusement la coupelle sur la table ou le sol, et tasser la graisse au fond de la coupelle à l'aide de la spatule pour remplir les trous laissés libres par le piston plongeur et pour supprimer les éventuelles poches d'air.

Il convient que cette opération soit aussi vigoureuse que nécessaire pour chasser l'air occlus, mais sans que l'échantillon sorte de la coupelle. Il convient d'effectuer un minimum de manipulation au cours de ces opérations, car une agitation continue de la graisse risque d'avoir pour effet une augmentation du malaxage au-delà des 60 cycles spécifiés.

5.1.3.3.3 Araser la graisse en excès se trouvant au-dessus du bord de la coupelle, en créant une surface plane, en déplaçant la lame de la spatule maintenue inclinée à un angle d'approximativement 45° par rapport au sens du mouvement, sur le bord de la coupelle. Conserver la portion de graisse ainsi retirée.

5.1.3.3.4 En particulier lors de la détermination de la pénétrabilité des graisses molles, conserver la graisse enlevée lors de l'arasage de la coupelle, de façon à garder suffisamment de graisse pour remplir une coupelle lors des essais ultérieurs. Maintenir propre l'extérieur du bord de la coupelle, de façon que la graisse sortant de la coupelle du fait de la pénétration du cône puisse y retourner avant de préparer l'échantillon pour l'essai suivant.

5.2 Conditionnement

Introduire le capteur de température (4.3) dans la prise d'essai destinée au contrôle de la température (préparée selon 5.1.2), en positionnant son extrémité au centre et à une profondeur d'environ 30 mm.

Placer les deux prises d'essai (5.1.2 et 5.1.3) dans l'enceinte thermostatée (4.2) préalablement réglée à la température d'essai, le temps compris entre l'arasage et l'introduction de la prise d'essai dans l'enceinte devant être inférieur à 30 min.

Introduire également dans l'enceinte le cône du pénétromètre. Laisser séjourner l'ensemble pendant $4 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ à la température d'essai. Au bout de ce temps, l'écart entre la température de la graisse et la température d'essai ne doit pas différer de plus de 1°C . Dans le cas contraire, recommencer l'essai.

6 Mesure de la pénétration

6.1 Placer le bâti du pénétromètre à proximité de l'enceinte (4.2). S'assurer que l'axe du cône est parfaitement vertical et libre de glisser dans le mécanisme de libération.

6.2 Relever la température exacte de la prise d'essai contenant le capteur de température, à $0,5^\circ\text{C}$ près.

6.3 Sortir rapidement le cône de l'enceinte, l'adapter sur la tige verticale du pénétromètre en s'assurant de la parfaite liberté du mécanisme de libération. Puis transférer la prise d'essai servant à la mesure, de l'enceinte au bâti du thermomètre.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004)

Sans araser la graisse, réaliser immédiatement la mesure de pénétrabilité comme indiqué ci-après.

- Mettre en contact la tige du comparateur et celle du cône, puis placer le comparateur à la position zéro. Régler soigneusement l'appareil de façon que la pointe du cône soit juste en contact avec le centre de la surface de la prise d'essai.
- Libérer rapidement la tige du cône et le laisser agir pendant $5 \text{ s} \pm 0,1 \text{ s}$. Abaisser doucement la tige du comparateur jusqu'à ce qu'elle soit arrêtée par la tige du cône et lire la pénétration sur l'échelle de l'indicateur.

Le temps entre la mesure et la sortie de l'enceinte doit être inférieur à 1 min pour éviter une variation trop importante de la température de la graisse et du cône.

7 Expression des résultats

La pénétrabilité de la graisse est égale au résultat de pénétration obtenu sur l'échantillon mesuré, arrondi au dixième de millimètre ($0,1 \text{ mm}$) près.

8 Fidélité

8.1 Généralités

La fidélité de la méthode, telle qu'elle a été déterminée à partir de l'examen statistique des résultats d'un essai circulaire impliquant 9 laboratoires sur des graisses de grade NLGI 2 (voir l'ISO 6743-99) à des températures d'essai comprises en -40°C et -20°C et pour des pénétrabilités variant entre 60 unités et 210 unités, est donnée en 8.2 et en 8.3.

NOTE La fidélité s'applique à toute graisse de quelque grade NLGI que ce soit, à toute température entre 25 °C et –40 °C.

8.2 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essai obtenus par le même opérateur avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas à long terme dépasser plus d'une fois sur 20 la valeur de 9 unités.

8.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur des produits réputés identiques, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas à long terme dépasser plus d'une fois sur 20 la valeur de 28 unités.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les indications suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) le type et l'identification complète du produit soumis à l'essai;
- c) le résultat de l'essai (voir Article 7);
- d) la température d'essai choisie;
- e) toute modification au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- f) la date de l'essai.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13737:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a67723c2-4be1-4a44-9716-e9477041c41a/iso-13737-2004>