
**Pétrole et produits connexes —
Détermination du comportement au
vieillessement des fluides et huiles
inhibés au moyen de l'essai TOST —**

Partie 3:

**Méthode anhydre pour les fluides
hydrauliques synthétiques**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Part 3: Anhydrous procedure for synthetic hydraulic fluids

ISO 4263-3:2015



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4263-3:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ba3176ff-37d0-4336-bfb2-8583acdcada0/iso-4263-3-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

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	11
7 Préparation des produits et de l'appareillage	12
7.1 Nettoyage des fils de catalyseur.....	12
7.2 Préparation de la bobine de catalyseur.....	12
7.3 Conservation de la bobine de catalyseurs.....	12
7.4 Nettoyage de la verrerie neuve.....	12
7.5 Nettoyage de la verrerie après utilisation.....	12
7.6 Nettoyage des dispositifs de prélèvement des parties aliquotes.....	13
8 Mode opératoire	13
9 Calculs	14
10 Expression des résultats	15
11 Fidélité	15
11.1 Généralités.....	15
11.2 Répétabilité, r	16
11.3 Reproductibilité, R	16
11.4 Reproductibilité avec des essais en double.....	16
12 Rapport d'essai	16
Annexe A (normative) Spécifications pour les thermomètres en verre	17
Annexe B (normative) Mode opératoire pour le conditionnement et la conservation des bobines de catalyseur	18
Annexe C (informative) Méthode de détermination de la teneur en produits insolubles des huiles minérales et des fluides synthétiques anhydres	19
Annexe D (informative) Cotation visuelle des fils de la bobine de catalyseur	22
Annexe E (informative) Détermination de la teneur en métaux	23
Bibliographie	24

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ba5176ff-57d0-4536-b1b2-8583acdcada0/iso-4263-3-2015).

L'ISO 4263-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et connexes d'origine synthétique ou biologique, carburants et lubrifiants, d'origine pétrolière, synthétique et biologique*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième (ISO 4263-3:2010). Les principaux changements consistent en la révision du mode de calcul spécifié dans l'Article 9, pour inclure à la fois les calculs pour une huile d'essai ayant un indice d'acide (TAN) de 2,0 mg KOH par gramme et pour une huile d'essai dont l'indice d'acide (TAN) augmente de 2,0 mg KOH par gramme. Par ailleurs, l'introduction des fluides HETG et l'exclusion des fluides HFDR du domaine d'application ont été adoptées.

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 au moyen de l'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*

NOTE À partir de la date de publication de cette partie de l'ISO 4263, les titres des Parties 1, 2 et 4 ont commencé par *Pétrole et produits connexes — Détermination du comportement au vieillissement des fluides et huiles inhibées — Essai TOST*.

Pétrole et produits connexes — Détermination du comportement au vieillissement des fluides et huiles inhibés au moyen de l'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 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 les caractéristiques de vieillissement des fluides hydrauliques synthétiques des catégories HFDU, HEES, HEPG et HETG définies par exemple dans l'ISO 12922^[1] et l'ISO 15380^[2]. 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 les caractéristiques de 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 du bobinage de catalyseurs, ou un changement 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 varier beaucoup, et il est préférable de faire appel à l'expérience. La fidélité de la présente méthode d'essai n'est pas établie car aucun essai interlaboratoires n'a été effectué. Tant que de tels essais n'ont pas été faits, il se peut que la méthode soit jugée inacceptable pour le contrôle des spécifications ou en cas de litige.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés normativement dans ce document et sont indispensables pour son application. 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, *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*

ISO 10130:2007, *Produits plats laminés à froid, en acier à bas carbone pour formage à froid — Conditions techniques de livraison*

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 soit jusqu'à ce que l'indice d'acide atteigne une valeur de 2,0 mg d'hydroxyde de potassium (KOH) par gramme, soit jusqu'à ce qu'une augmentation d'indice d'acide de 2,0 mg d'hydroxyde de potassium (KOH) par gramme de prise d'essai soit atteinte 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 n'a pas encore atteint ou augmenté de 2,0 mg de KOH par gramme de prise d'essai.

4 Produits et réactifs

4.1 Eau, qui sauf indication contraire, doit être conforme aux exigences de la qualité 2 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.

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, telle 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 lunettes de protection lors de l'utilisation de solutions de nettoyage à base d'acide sulfochromique. Ne jamais pipeter 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, par exemple la combinaison d'un détergent non ionique avec un détergent anionique dont le pH est de 9,5 à 11,0.

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 à bas carbone EN 10130 DC04, recuit, poli et exempt de rouille.

4.7.2 Fil en cuivre, de 1,63 mm ± 0,05 mm de diamètre, fil de cuivre électrolytique de pureté minimale de 99,9 %, conforme à l'EN 13601[3]. Un fil de cuivre doux de qualité équivalente peut aussi être utilisé.

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.

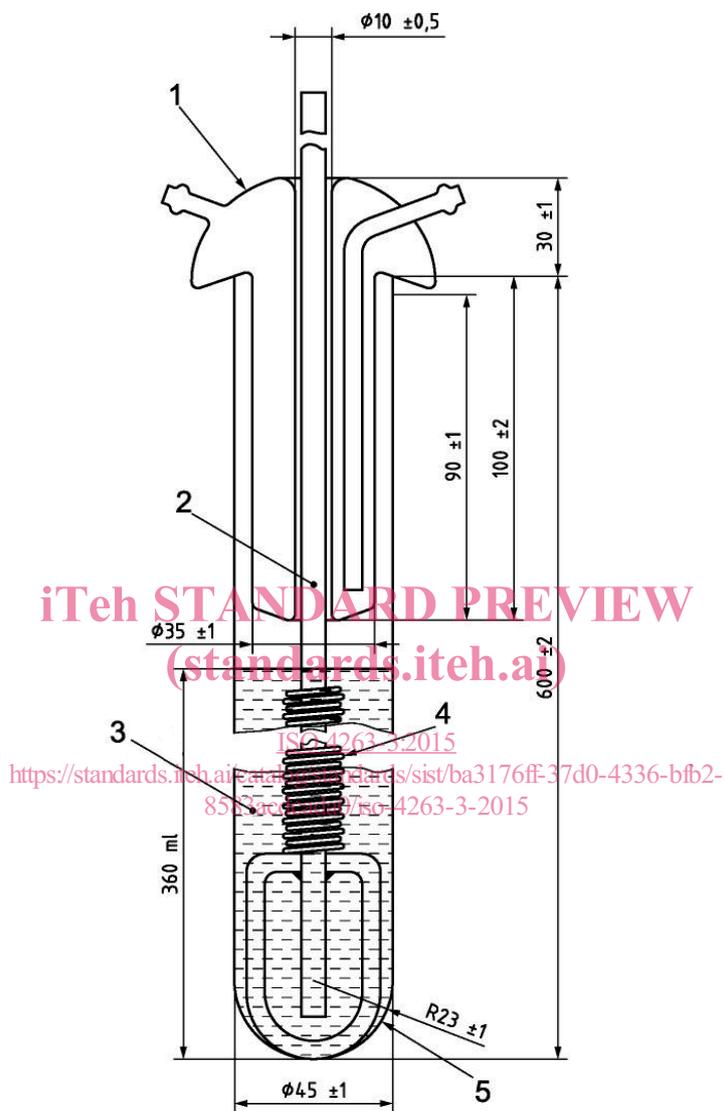
5 Appareillage iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

5.1 Cellule d'oxydation, composée d'un grand tube en verre borosilicaté. 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 à la [Figure 1](#). Les étapes de préparation du tube d'arrivée d'oxygène sont illustrées en [Figure 2](#).

5.2 Bain chauffant, thermostaté capable de maintenir la prise d'essai de fluide hydraulique placée dans la cellule d'oxydation à 95,0 ± 0,2 °C. Il doit être suffisamment spacieux pour abriter le nombre voulu de cellules d'oxydation (5.1) immergées à une profondeur de 355 ± 10 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 ± 10 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 minimal de 50 mm et une profondeur de 390 ± 10 mm, comprenant, le cas échéant, l'épaisseur du couvercle isolant.

5.3 Débitmètre, de capacité minimale de 3,0 l/h et d'une précision de ± 0,1 l/h.

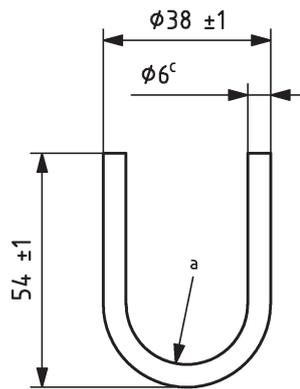
Dimensions en millimètres (sauf indication contraire)



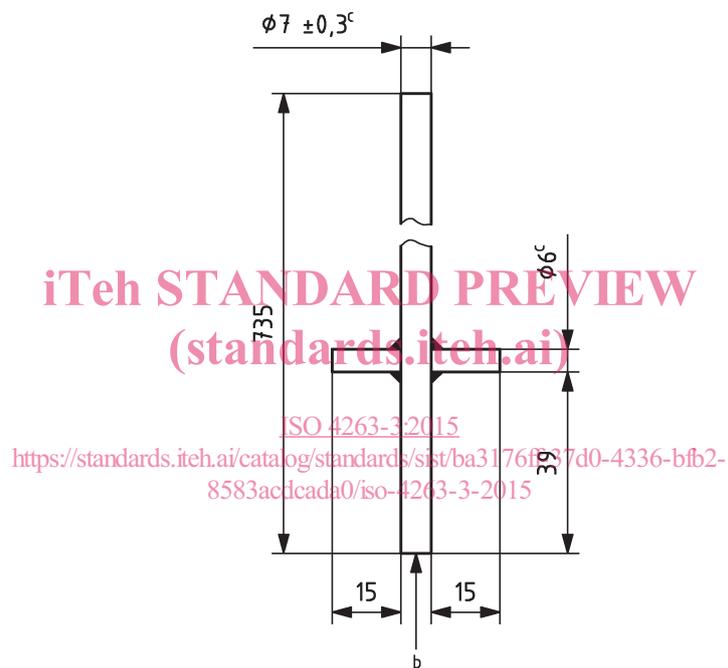
Légende

- 1 condenseur en verre
- 2 tube d'arrivée d'oxygène
- 3 prise d'essai de fluide
- 4 bobine de catalyseur
- 5 rayon de courbure du fond du tube à essai

Figure 1 — Cellule d'oxydation

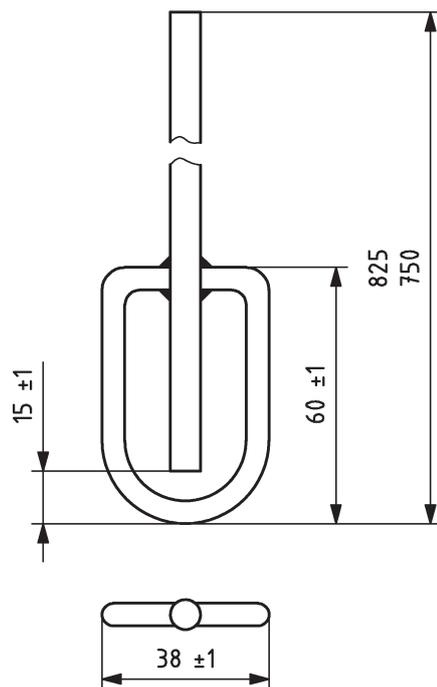


a) Première étape — Préparation de la base du tube



b) Deuxième étape — Préparation de la section médiane du tube

Figure 2 — Construction du tube d'arrivée d'oxygène (suite page suivante)



c) Troisième étape — Assemblage final du tube

- a Courbé sur un mandrin de diamètre 26 mm
- b Extrémité du tube rodé à fond plat.
- c Diamètre externe. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ba3176ff-37d0-4336-bfb2-8583acdcada0/iso-4263-3-2015>

Figure 2 — Construction du tube d'arrivée d'oxygène

5.4 Dispositifs de mesure 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 mesure de température équivalent dont les indications sont lisibles à $\pm 0,1$ °C près et gradué par incréments de 0,1 °C. Les bains du type bloc métallique doivent être dotés d'un système de mesure 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 mesure de température équivalent dont les indications sont lisibles à $\pm 0,1$ °C près 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, comme illustré à la [Figure 3](#). 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 4](#) est utilisé pour confectionner la double spirale de fils de cuivre et d'acier. Ce mandrin fait partie d'un dispositif de bobinage approprié.

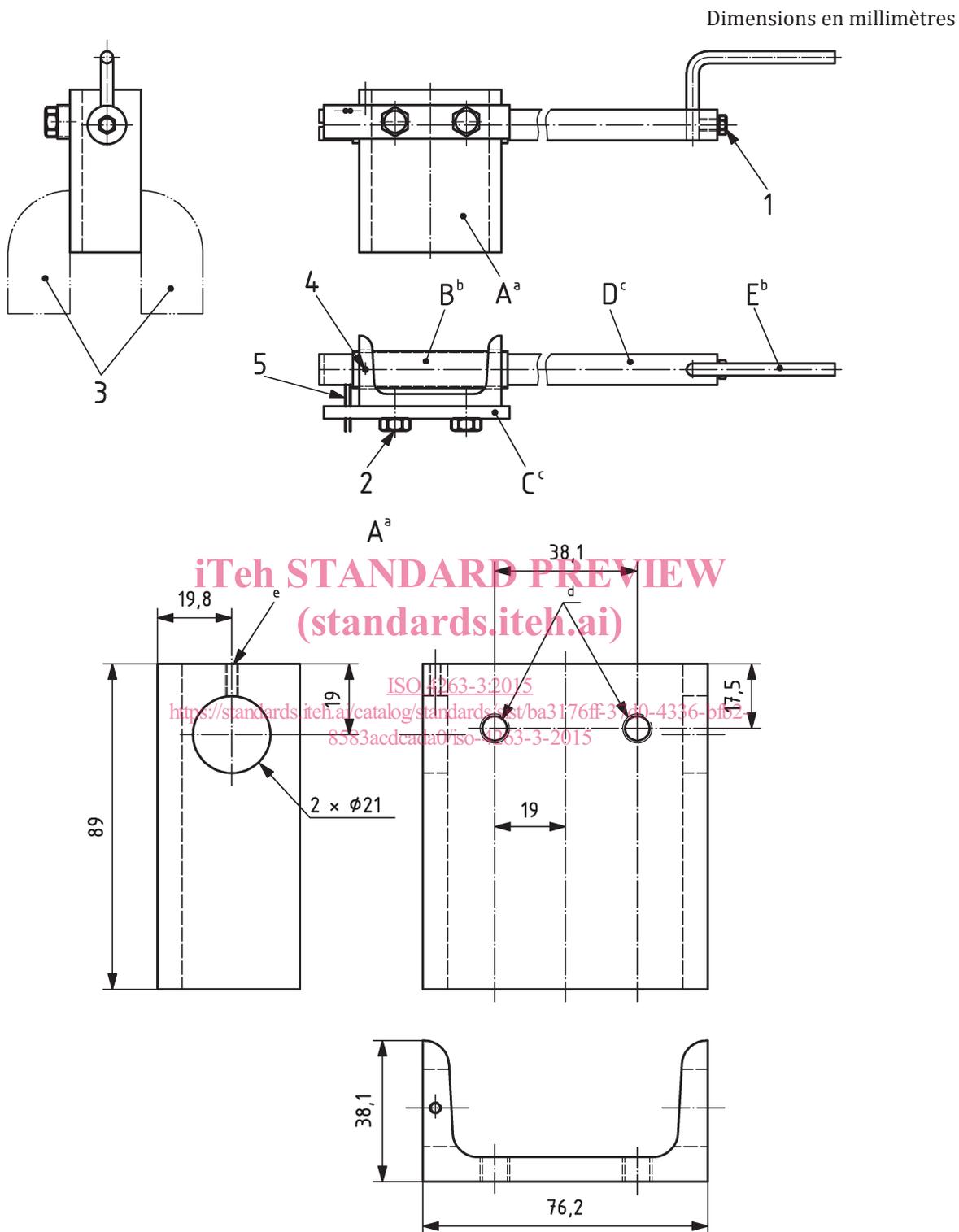


Figure 4 — Mandrin de bobinage des fils de catalyseur (suite page suivante)