

HUILES LUBRIFIANTES VOLATILITE A HAUTE TEMPERATURE

Page 1/16

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est en conformité technique avec la méthode d'essai RENAULT n° 1636.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable de RENAULT.

Il est conforme à l'accord intervenu entre les Services Normalisation de PEUGEOT S.A. et RENAULT en MARS 1989.

Ce document est en conformité technique avec la norme NF T 60-161 (Décembre 1984).

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination des pertes, par évaporation, subies par les huiles lubrifiantes neuves, en particulier les huiles moteurs, lorsqu'elles sont soumises à de hautes températures (jusqu'à 350 °C) au moyen d'un appareil normalisé.

2.PRINCIPE

Un échantillon de l'huile à examiner est maintenu pendant une heure à la température d'essai dans un creuset d'évaporation normalisé. Les vapeurs d'huile sont entraînées par un courant d'air provoqué par une dépression constante. Le creuset d'évaporation contenant l'huile est pesé avant et après essai. La différence de masse exprimée en pourcentage, donne la volatilité NOACK.

3.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.CREUSET D'EVAPORATION

(voir annexe 1).

Ce creuset se compose de deux parties :

3.1.1.UNE COUPE EN ACIER INOXYDABLE FILETEE

pour le vissage du couvercle.

3.1.2.UN COUVERCLE EN LAITON NICKELE

bloqué sur la coupe par une surface d'étanchéité conique ; trois buses en acier trempé, destinées à l'entrée d'air, traversent perpendiculairement le couvercle.

Un tube d'aspiration de diamètre intérieur 4,35 mm $\pm$ 0,05 mm, en acier inoxydable courbé vers le bas, est hermétiquement joint au couvercle par vissage en son centre.

3.2.BLOC DE CHAUFFAGE

(voir annexe 2).

Ce bloc en alliage d'aluminium est chauffé par effet Joule sur l'enveloppe et la sole de façon uniforme avec une puissance totale de 1 à 1,2 kW. Il est protégé des pertes de chaleur par un revêtement isolant.

Au centre du bloc, un puits permet de recevoir le creuset d'évaporation, un dispositif de verrouillage sert à le fixer et à le maintenir dans le bain métallique.

Deux autres puits, à égale distance du centre du bloc, reçoivent, l'un, un thermomètre de contrôle, l'autre, une sonde thermostatique ou un thermomètre à contact.

3.3.ALLIAGE DE WOOD

Alliage à bas point de fusion, 75 °C environ.

3.4.THERMOMETRES

Utiliser des thermomètres étalonnés conformes aux caractéristiques données en annexe 3 :

- pour mesures en dessous de 200 °C, thermomètres de 40 °C à 260 °C,
- pour mesures au-dessus de 200 °C, thermomètres de 190 °C à 410 °C.

3.5.THERMOMETRE A CONTACT OU SONDE THERMOSTATIQUE

gradué en degrés Celsius, avec relais approprié pour le réglage et le maintien de la température choisie à ± 1 °C.

3.6.TUBE EN Y, EN VERRE

de diamètre intérieur 4 mm (voir annexe 4).

Les branches droites doivent former un angle tel que la branche partant vers le tube d'aspiration du creuset se trouve dans le prolongement rectiligne de ce tube.

La branche verticale, biseautée à son extrémité, est munie au tiers de sa longueur d'un robinet à une voie de 4 mm.

3.7.PETIT COMPRESSEUR A MEMBRANE, OU POMPE A VIDE AVEC PIEGE POUR VAPEURS D'HUILE CONDENSEE

permettant de garantir une dépression constante de 196,13 Pa (20 mm d'H₂O).

3.8.MANOMETRE A TUBE INCLINE

Type PECLET gradué de 0 à 40 mm d'H₂O avec une précision de 0,2 mm d'H₂O.

3.9.BOUTEILLE DE WOOLF, A DEUX COLS

de 3 litres environ.

3.10.BOUTEILLE TAMPON EN VERRE

de 3 litres environ.

3.11.TROIS TUBES ABDUCTEURS COUDES A ANGLES DROIT, EN VERRE

de diamètre intérieur 4 mm et de diamètre extérieur 7 mm.

3.12.TROIS BOUCHONS DE CAOUTCHOUC

dont :

- 2 percés d'un trou,
 - 1 percé de deux trous,
- adaptés respectivement aux cols des bouteilles (3.9) et (3.10).

3.13.TUBE EN T

de diamètre intérieur 4 mm minimum.

3.14.ROBINET A POINTEAU

permettant d'ajuster la dépression avec précision.

3.15.TUBE EN SILICONE

de diamètre intérieur 4 mm.

3.16.TUBE EN SILICONE

de diamètre intérieur 5 mm.

3.17.CHRONOMETRE A LA SECONDE PRES

3.18.SUPPORT POUR RECEVOIR LE CREUSET D'EVAPORATION

(voir annexe 5).

3.19.CLE SPECIALE

(voir annexe 6).

3.20.ALESOIR POUR LE NETTOYAGE DES BUSES

de diamètre 2 mm (voir annexe 7).

3.21.BILLE "TYPE ROULEMENT"

de diamètre 3,5 mm.

3.22.GANTS ISOLANTS**3.23.BALANCE POUR PESEE**

de 500 g à $\pm 0,01$ g.

3.24.PINCEAU

(nettoyage du creuset).

3.25.PRODUIT ETALON

Di - (éthyl-2 hexyle) phtalate de qualité analytique reconnue.

3.26.SOLVANT CHLORE DU TYPE CHLOROFORME OU TRICHLORO-1,1,1 ETHANE**4.PRECAUTIONS**

Les pièces métalliques chaudes doivent être manipulées avec des gants isolants (3.22).

Porter obligatoirement des lunettes lors de la mise en place du creuset et pendant l'élimination des traces d'alliage de Wood au pinceau.

Les liaisons mentionnées aux paragraphes 5.1, 6.9 et 6.11 peuvent être réalisées à l'aide de raccords à rodages sphériques. Dans ce cas, les longueurs et diamètres précédemment définis doivent être rigoureusement respectés.

5.MONTAGE DE L'APPAREIL

5.1 Procéder au montage de l'appareil comme indiqué en annexe 8, le tube en silicone (3.15) de diamètre intérieur 4 mm et de longueur 40 mm relie le tube en Y (3.6) et le tube d'aspiration qui doivent être jointifs. Le tube en silicone (3.16) de diamètre intérieur 5 mm et de longueur 220 mm relie le tube en Y (3.6) et le manomètre (3.8). La bouteille tampon (3.10) placée entre la bouteille de Woolf (3.9) et le petit compresseur à membrane (3.7) sert de sécurité.

Intercaler le tube en T (3.3) et le robinet à pointe (3.14) entre le compresseur (3.7) et la bouteille tampon (3.10) de façon à maintenir une fuite permettant le réglage de la dépression obtenue par l'effet d'aspiration.

Toutes les liaisons sont faites à l'aide du tube en silicone (3.16).

5.2 Dans le puits du bloc de chauffage (3.2) où l'on introduira ultérieurement le creuset d'évaporation, déposer une quantité d'alliage de Wood (3.3) telle qu'après avoir placé le creuset, le niveau de métal fusible coïncide avec le bord supérieur du puits.

5.3 Remplir les puits des thermomètres d'alliage de Wood (3.3). Eventuellement une huile du type silicone stable à la température de l'essai peut être utilisée.

6.MODE OPERATOIRE DE CONTROLE SUR LE PRODUIT ETALON

6.1 Brancher le bloc de chauffage (3.2) en position chauffe rapide.

6.2 Dès que l'alliage de Wood est fondu, introduire les thermomètres (3.4) et (3.5) dans leurs logements respectifs de sorte que les réservoirs touchent le fond.

6.3 Régler le thermostat (ou le thermomètre à contact) à la température d'essai de $250\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.4 Dès que le bloc de chauffage a atteint la température d'essai lue sur le thermomètre de contrôle, mettre l'intensité de chauffage en position chauffe lente (régulation).

6.5 Après avoir pesé à 0,01 g près le creuset d'évaporation sans couvercle (3.1.1), y introduire $65\text{ g} \pm 2\text{ g}$ de produit étalon (3.25) à 0,01 g près (en déduire la masse M_1).

6.6 Mettre le creuset sur le support (3.18).

6.7 Nettoyer le couvercle et le tube d'aspiration (3.1.2) avec le solvant (3.26), sécher, puis vérifier à l'aide de l'alésoir (3.20) et de la bille (3.21) qu'aucune laque ou résidu n'obture les buses ou le tube d'aspiration. Visser le couvercle avec la clé (3.19).

6.8 Enlever le creuset du support (3.18) et l'introduire dans le bloc de chauffage. S'assurer que le niveau de l'alliage fusible est correct (voir paragraphe 5.2), le compléter si nécessaire, fixer le creuset à l'aide des verrous. Enlever à l'aide du pinceau (3.24) l'excédent d'alliage fusible ayant débordé.

6.9 Raccorder rapidement le tube d'aspiration au tube en Y (3.6) et mettre le compresseur (3.7) en marche.

6.10 Ouvrir lentement le robinet du tube en Y (3.6) et déclencher simultanément le chronomètre (3.17). Régler la dépression à $20 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm d'H}_2\text{O}$, l'ajuster au besoin en agissant sur le robinet à pointeau (3.14). La température qui chute au moment de la mise en place du creuset doit revenir à la température d'essai en moins de 5 minutes. Dans le cas contraire, mettre l'intensité de chauffage en position chauffe rapide. Pour éviter un dépassement trop important de la température d'essai dû à l'inertie de chauffage, il est conseillé de mettre l'appareil en position de régulation environ 10°C avant de l'avoir atteinte.

6.11 Après $60 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$ d'essai, fermer le robinet du tube en Y. Débrancher le tube en silicone du tube d'aspiration, arrêter le compresseur (3.7).

6.12 Retirer le creuset avec précaution de façon à ne pas provoquer de projections sur le couvercle. A l'aide du pinceau (3.24) détacher l'alliage de Wood restant accroché sur le creuset puis déposer ce dernier sur le support (3.18).

L'enlèvement de l'alliage fusible doit être fait très soigneusement car il conditionne la précision de la pesée finale.

6.13 Retirer les thermomètres et la sonde de leurs logements puis arrêter le chauffage.

6.14 Quand l'ensemble creuset-échantillon est revenu à la température ambiante dévisser le couvercle à l'aide de la clé (3.19) et peser à nouveau le creuset sans le couvercle comme au paragraphe 6.5. En déduire la masse M_2 .

6.15 La volatilité du produit étalon, calculée comme indiqué au paragraphe 8.0, doit être égale à $24,9\% \pm 1\%$. Dans le cas contraire, l'appareillage doit être vérifié. Une attention particulière doit être apportée au contrôle de fuites éventuelles dans le circuit et à l'étalonnage du manomètre incliné (3.8).

7.MODE OPERATOIRE

Pour la température d'essai choisie, habituellement $250^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, appliquer à l'échantillon d'huile soumis à l'analyse le mode opératoire décrit aux paragraphes 6.1 à 6.14.

8.EXPRESSION DES RESULTATS

La volatilité NOACK de l'échantillon examiné est donnée par la formule :

$$\text{Volatilité NOACK \% en masse} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \cdot 100$$

dans laquelle : M_1 = masse initiale de l'échantillon,
 M_2 = masse de l'échantillon après essai.

9.FIDELITE

Pour une température d'essai de 250°C , les valeurs de fidélité, établies à la suite d'essais circulaires, sont :

9.1.REPETABILITE

La différence entre des résultats successifs, obtenue par le même opérateur avec le même appareillage dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit pas, au cours d'une longue série d'essais, effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs indiquées sur le graphique de l'annexe 9.

9.2.REPRODUCTIBILITE

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenue par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit pas, au cours d'une longue série d'essais, effectués en appliquant normalement et correctement la méthode, dépasser plus d'une fois sur vingt les valeurs indiquées sur le graphique de l'annexe 9.

10.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence de la présente méthode,
- la référence de l'échantillon d'huile examiné et le nom du fournisseur,
- le temps et la température choisis pour l'essai,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.