



Transports Canada  
Sécurité et sûreté

Transport Canada  
Safety and Security

Sécurité routière

Road Safety

## **Division des normes et règlements**

# **MÉTHODE D'ESSAI ARTICLE 116**

## **Liquides pour freins hydrauliques**

Révisée : le 1 novembre 1996

Publiée : le 7 décembre 1973

Direction des normes et recherches relatives aux véhicules automobiles  
Direction générale de la sécurité routière et de la réglementation automobile  
TRANSPORTS CANADA  
Ottawa (Ontario)  
K1A 0N5

# MÉTHODE D'ESSAI ARTICLE 116 — LIQUIDES POUR FREINS HYDRAULIQUES

## 1. INTRODUCTION

---

Les paragraphes 2 à 4, les figures 1 à 6, et les tableaux I à IV du présent chapitre constituent les méthodes d'essai auxquelles renvoie l'article 116 de l'Annexe IV du Règlement sur la sécurité des véhicules automobiles, afin de démontrer la conformité aux dispositions de l'article 116 de l'Annexe IV dudit Règlement.

(Copie originale signée par)

Harvey J. Layden  
pour le ministre des Transports  
Ottawa (Ontario)

## 2. DÉFINITIONS

---

Dans le présent article,

« échantillons identiques » désigne deux échantillons de liquide pour freins prélevés dans un lot contenu dans un même emballage, et soumis simultanément à des essais;

« SBBF » signifie « Silicone Base Brake Fluid » ou liquide pour freins à base de silicone et est un liquide pour freins qui est composé d'au moins 70 pour cent par poids de diorgano polysiloxane;

« TEGME » désigne le matériel de référence (TEGME) : éther glycol monométhyle de triéthylène SAE, (SAE triéthylène glycol monométhyl ether), de qualité « liquide pour freins », tel que décrit l'appendice E de la norme SAE J1703 NOV83, « Motor Vehicle Brake Fluid », novembre 1983.

### 2.1 RENVOIS

Le tableau suivant donne les rapports entre les essais prescrits par l'article 116 du Règlement sur la sécurité des véhicules automobiles et les méthodes d'essai correspondantes du présent document.

	MÉTHODES D'ESSAI	EXIGENCES NSVAC 116
Point d'équilibre d'ébullition à reflux (ERBP)	3.1	(2)a), (3)a), (4)a)
ERBP humide	3.2	(2)b), (3)b), (4)b)
Viscosité cinématique	3.3	(2)c), (3)c), (4)c)
Mesure du PH	3.4	(5)a)
Stabilité à température élevée	3.5.3	(5)b)
Stabilité chimique	3.5.4	(5)c)
Corrosion	3.6	(5)d)
Fluidité et aspect	3.7	(5)e)
Évaporation	3.8	(5)f)
Réaction à l'eau	3.9	(5)g)
Miscibilité	3.10	(5)h)
Résistance à l'oxydation	3.11	(5)i)
Effets sur les coupelles SBR	3.12	(5)j)
Caractéristiques de fonctionnement	3.13	(5)k)

### 3. MÉTHODE D'ESSAI

#### 3.1 POINT D'ÉQUILIBRE D'ÉBULLITION À REFLUX (ERBP)

Déterminer l'ERBP d'un liquide pour freins en faisant subir à deux échantillons identiques les essais décrits ci-après et en calculant la moyenne des résultats obtenus.

- 3.1.1 Sommaire de l'essai. Soixante millilitres (mL) de liquide pour freins sont amenés à ébullition dans les conditions d'équilibre prescrites (reflux), à la pression atmosphérique, dans un ballon de 100 mL. L'ERBP est la température moyenne du liquide en ébullition à la fin de la période de reflux, corrigée au besoin suivant la pression barométrique.

3.1.2 Appareillage (voir figure 1). L'appareillage nécessaire pour l'essai comprend ce qui suit :

- a) ballon (voir figure 2) - un ballon de 100 mL à fond rond, à col court, en verre résistant à la chaleur, à joint en verre à rodage femelle standard 19/38 et ouverture latérale de diamètre extérieur de 10 millimètres (mm) pouvant recevoir un thermomètre dont le bulbe est directement centré dans le ballon à 6,5 mm du fond;
- b) condenseur - condenseur à tube de verre, du type à refroidissement par eau, à reflux, de 200 mm de longueur de jaquette; l'extrémité inférieure est biseautée et comporte un joint à rodage mâle, à bout à goutte, standard 19/38;
- c) billes - trois grains de carbure de silicium n° 8 environ 2 mm de diamètre propres et non utilisés;
- d) thermomètre - thermomètre étalonné et calibré, à immersion partielle (76 mm) et tige en verre plein, conforme aux exigences relatives aux thermomètres ASTM 2°C ou 2°F et aux thermomètre ASTM 3°C ou 3°F; ainsi qu'une
- e) source de chaleur - manchon de chauffage contrôlé par autotransformateur, conçu pour s'adapter au ballon, ou chauffage électrique réglé par rhéostat.

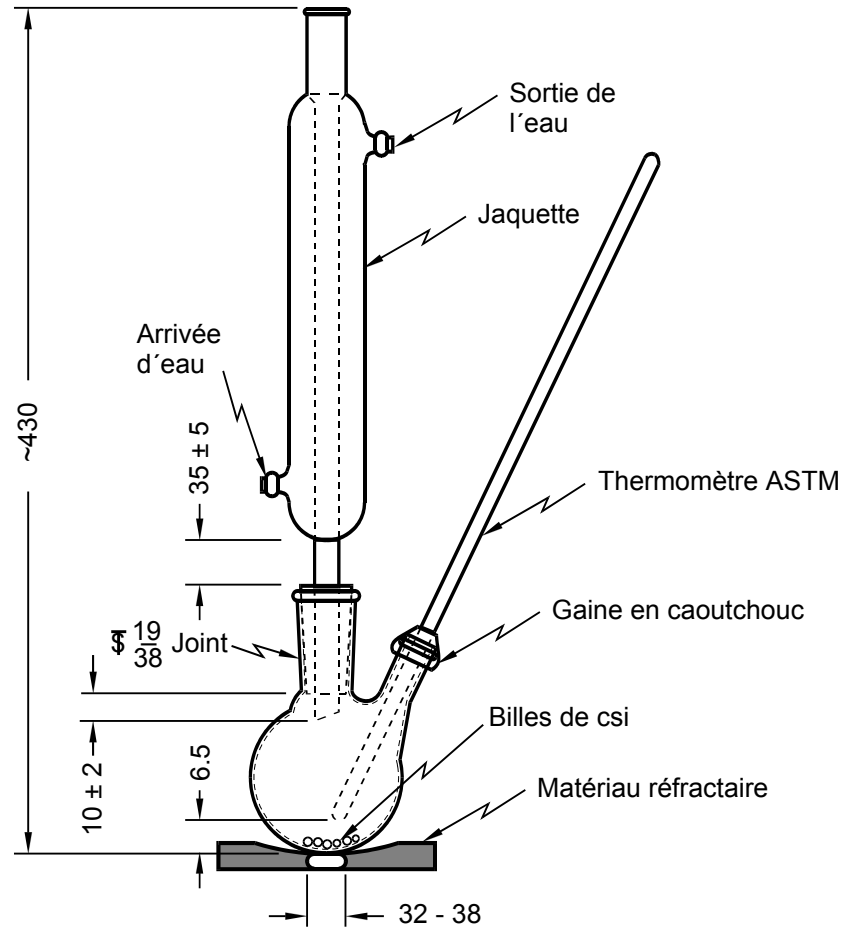
3.1.3 Préparation de l'appareillage

- a) Nettoyer et assécher soigneusement toute la verrerie.
- b) Introduire le thermomètre dans l'orifice latéral de façon que l'extrémité du bulbe soit à 6,5 mm du centre du fond du ballon. Obturer au moyen d'une petite gaine de caoutchouc naturel, EPDM, SBR ou de caoutchouc synthétique.
- c) Verser  $60 \pm 1$  mL du liquide pour freins dans le ballon et ajouter les grains de carbure de silicium.
- d) Assurer le condenseur sur le ballon. Si l'on chauffe au moyen d'un manchon, le placer sous le ballon sur un anneau dont le manche est fixé à un support de laboratoire à l'aide d'une pince. Si l'on se sert d'un élément chauffant contrôlé par rhéostat, centrer au-dessus de l'élément une plaque réfractaire ordinaire en porcelaine ou en amante rigide, percée d'une ouverture de 32 à 38 mm de diamètre, et placer le flacon de façon qu'il ne reçoive directement la chaleur que par l'ouverture de la plaque. Placer le

---

tout à l'abri des courants d'air ou d'autres éléments susceptibles de provoquer des changements brusques de température. Raccorder au condenseur les tubes d'arrivée et de sortie d'eau de refroidissement. Ouvrir l'arrivée d'eau. La température de celle-ci ne doit pas excéder 28°C et la hausse de température au cours de son passage dans le condenseur ne doit pas excéder 2°C.

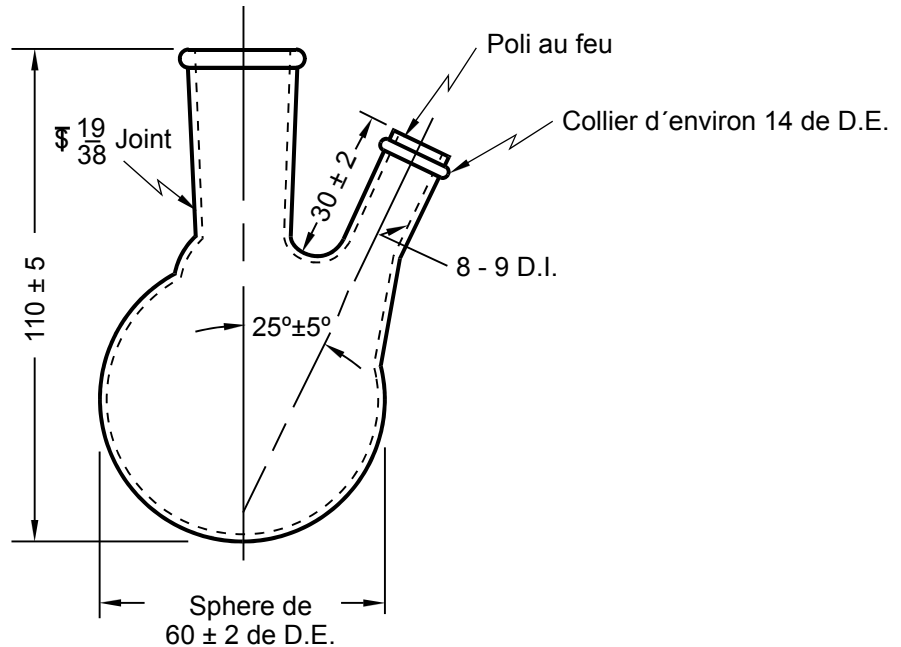
- 3.1.4 Mode opératoire. Régler l'allure de chauffe du ballon pour obtenir en  $10 \pm 2$  minutes un reflux de plus d'une goutte par seconde. Le taux de reflux ne doit jamais dépasser 5 gouttes par seconde. Réduire immédiatement le chauffage afin d'obtenir un taux de reflux régulier de 1 à 2 gouttes par seconde pendant les  $5 \pm 2$  minutes suivantes. Maintenir le reflux à ce niveau pendant 2 minutes de plus, en prenant quatre lectures de température à 30 secondes d'intervalle. La moyenne de ces lectures est l'ERBP observé. S'il n'y a aucun reflux lorsque la température du liquide a atteint 260°C, interrompre le chauffage et indiquer que l'ERBP est supérieur à 260°C.



Remarques :

1. Dimensions en mm sauf indication contraire.
2. Pas à l'échelle

**FIGURE 1 — POINT D'ÉBULLITION - APPAREILLAGE D'ESSAI**



Remarques :

1. Dimensions en mm sauf indication contraire.
2. Pas à l'échelle

**FIGURE 2 — DÉTAIL DU FLACON DE 100 ML À COL COURT**

### 3.1.5 Calcul

- a) Imprécision du thermomètre. Corriger l'ERBP observé au moyen de tout facteur de correction obtenu en étalonnant le thermomètre.
- b) Variations de pression barométrique. Se servir des chiffres figurant au tableau I pour calculer la correction qu'il faut apporter au ERBP pour le ramener à la pression barométrique normale.

**TABLEAU I — CORRECTIONS DUES À LA PRESSION**

#### **BAROMÉTRIQUE**

ERBP observé, après étalonnage du thermomètre	Correction par mm de différence de pression* °C
De 100 °C à 190 °C	0,039
Au-dessus de 190 °C	0,04

\* À ajouter lorsque la pression barométrique est inférieure à 760 mm; à soustraire lorsque la pression barométrique est supérieure à 760 mm.

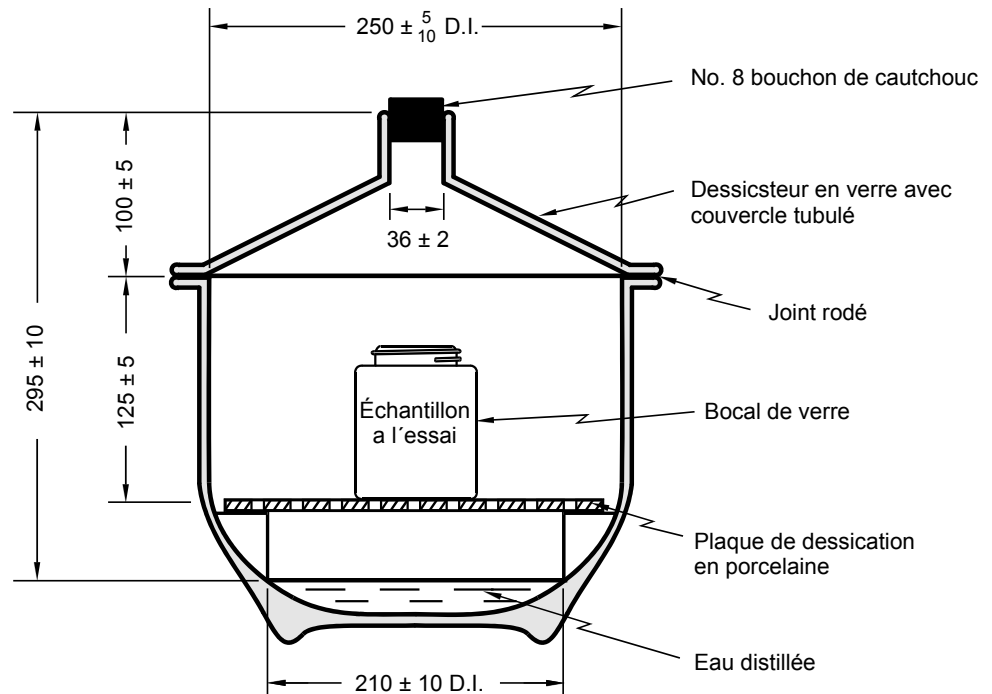
- c) Si les deux ERBP corrigés obtenus ne diffèrent pas de plus de  $2^{\circ}\text{C}$  ( $4^{\circ}\text{C}$  dans le cas de liquides pour freins ayant un ERBP supérieur à  $230^{\circ}\text{C}$ ), inscrire comme ERBP la moyenne des résultats obtenus pour les deux échantillons identiques; sinon, reprendre entièrement l'essai, puis faire la moyenne des 4 valeurs corrigées observées afin de déterminer l'ERBP d'origine.

## 3.2 ERBP HUMIDE

Déterminer l'ERBP humide d'un liquide pour freins en soumettant des échantillons identiques aux essais décrits ci-dessous.

- 3.2.1 Sommaire de l'essai. Un échantillon de 350 mL du liquide pour freins est humidifié dans des conditions contrôlées; 350 mL de TEGME sont utilisés pour déterminer le point final d'humidification. Après humidification, on détermine la teneur en eau et l'ERBP du liquide pour freins.
- 3.2.2 Appareillage d'humidification (voir figure 3). L'appareillage comprend ce qui suit :
- a) bocal en verre - quatre bocaux d'essai de corrosion SAE RM-49 ou des bocaux équivalents, à col fileté, cylindriques, ayant une capacité d'environ 475 mL et des dimensions intérieures d'environ 100 mm de hauteur et 75 mm de diamètre, avec couvercle muni d'une rondelle intérieure neuve et propre, formant un joint d'étanchéité à l'épreuve de l'eau et de la vapeur;
  - b) dessiccateur et couvercle - deux dessiccateurs cratériformes en verre, diamètre intérieur 250 mm, munis de couvercles tubulés à bouchon en caoutchouc n° 8; et
  - c) plaques de dessiccation - deux plaques de dessiccation perforées en porcelaine de 230 mm de diamètre, sans pied, émaillées sur un côté.
- 3.2.3 Réactifs et composés
- a) Eau distillée (voir 4.1).
  - b) Matériel de référence SAE TEGME (voir 3.2.1).





Remarques :  
 1. Dimensions en mm  
 2. Pas à l'échelle

**FIGURE 3 – HUMIDIFICATION - APPAREILLAGE D'ESSAI**

- 3.2.4 Préparation du matériel. Lubrifier le joint rodé du dessiccateur. Charger chaque dessiccateur de  $450 \pm 10$  mL de sulfate d'ammonium et ajouter les plaques de porcelaine. Placer les dessiccateurs dans un four où la température est réglée à  $50 \pm 1^\circ\text{C}$  pour toute la durée de l'essai d'humidification.
- 3.2.5 Mode opératoire. Verser  $350 \pm 5$  mL de liquide pour freins dans un bocal d'essai de corrosion. Préparer de la même façon un spécimen identique du liquide à l'essai, et deux spécimens identiques de liquide de référence SAE TEGME ( $350 \pm 5$  mL de TEGME dans chaque bocal). Régler à  $0,50 \pm 0,05$  pourcent en poids la teneur en eau de liquide SAE TEGME au début de l'essai, conformément à 4.2. Placer un échantillon du liquide pour freins à l'essai et un échantillon du liquide SAE TEGME dans le même dessiccateur. Répéter pour un second échantillon du liquide pour freins à l'essai et du liquide SAE TEGME dans un deuxième dessiccateur. Placer les dessiccateurs dans un four réglé à  $50^\circ\text{C}$  et couvrir. À intervalles réguliers, enlever les bouchons de caoutchouc du couvercle de chaque dessiccateur contenant du liquide SAE TEGME. Au moyen d'une seringue hypodermique à longue aiguille, prélever un échantillon d'au plus 2 mL de chaque bocal et en déterminer la teneur en eau. Ne pas enlever plus de

10 mL de liquide de chaque échantillon SAE TEGME au cours de tout l'essai d'humidification. Lorsque la teneur en eau de liquide SAE TEGME atteint  $3,70 \pm 0,05$  pourcent en poids (moyenne des deux échantillons), enlever les deux échantillons du liquide à l'essai de leurs dessiccateurs et aussitôt couvrir hermétiquement chaque bocal. Laisser refroidir les bocaux pendant 60 à 90 minutes jusqu'à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ . Mesurer la teneur en eau de chaque échantillon de liquide à l'essai, conformément aux indications données en 4.2, et déterminer leur ERBP selon les indications de 3.1. Si les deux ERBP calculés ne présentent pas plus de  $4^\circ\text{C}$  de différence, en faire la moyenne pour obtenir le ERBP humide; sinon, recommencer l'essai et prendre la moyenne des quatre ERBP individuels comme ERBP humide du liquide pour freins.

### 3.3 VISCOSITÉ CINÉMATIQUE

Déterminer la viscosité en millimètres carrés par seconde ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ) d'un liquide pour freins par la méthode décrite ci-après. Essayer des échantillons identiques à chacune des températures prescrites, en faisant deux essais chronométrés pour chaque échantillon.

3.3.1 Sommaire de l'essai. Il s'agit de mesurer le temps d'écoulement d'un volume fixe de liquide pour freins dans un viscosimètre capillaire en verre étalonné, à une différence de pression exactement reproductible, et à une température étroitement contrôlée. La viscosité cinématique est alors calculée d'après le temps d'écoulement et la constante d'étalonnage du viscosimètre.

3.3.2 Appareillage

- a) Viscosimètres. Viscosimètres étalonnés de type capillaire en verre, conformes à la norme ASTM D2515-66 « Standard Specification for Kinematic Glass Viscometers », et capables de mesurer la viscosité avec la précision prescrite en 3.4.7. Pour les mesures de viscosité à basse température, utiliser des viscosimètres à écoulement inversé par aspiration. À la température ambiante ou à une température supérieure, employer un viscosimètre Cannon-Fenske Routine ou un autre genre de viscosimètre Ostwald modifié.
- b) Support des viscosimètres. Monter le viscosimètre dans le bain thermostatique de façon que le tube montant soit à moins de  $1^\circ$  de la verticale.

- c) Bain du viscosimètre. Un bain de liquide transparent d'une profondeur suffisante pour qu'au cours de l'opération de mesure, aucune partie de l'échantillon dans le viscosimètre ne soit ni à moins de 2 cm au-dessous de la surface, ni à moins de 2 cm au-dessus du fond. Le bain doit être contenu dans un récipient de forme cylindrique, et subir une agitation turbulente suffisante pour satisfaire aux exigences de maintien de la température. Pour des mesures prises entre 15° et 100°C la température du bain ne doit pas varier de plus de 0,01°C sur la longueur des viscosimètres, entre les diverses positions des viscosimètres ou entre les différents emplacements des thermomètres. Dans les autres parties du bain, les variations ne doivent pas excéder 0,03°C.
- d) Thermomètres. Thermomètres d'essai de viscosité cinématique du type à liquide sous verre, capables de mesurer les températures d'essai minimales et maximales figurant au tableau II, conformes à la norme ASTM E1-68, « Specifications for ASTM Thermometers », et satisfaisant aux exigences IP concernant les thermomètres IP normalisés. Étalonner chaque thermomètre avant usage (voir 3.3.3 b)). Placer deux thermomètres étalonnés dans le bain.

**Tableau II — THERMOMÈTRES DE VISCOSITÉ CINÉMATIQUE**

Étendue de mesure	Pour des essais à	Subdivisions	Thermomètre n°	
			ASTM	IP
°C	°C	°C		
-55,3 à -52,5	-55	0,05	74 F	69 F ou C
-41,4 à -38,6	-40	0,05	73 F	68 F ou C
98,6 à 101,4	100	0,05	30 F	32 F ou C

- e) Appareil de chronométrage. Chronomètre ou autre appareil de chronométrage gradué en divisions représentant au plus 0,2 seconde, d'une précision d'au moins ± 0,05 pourcent sur 15 minutes. On peut se servir d'appareils électriques de chronométrage lorsque la fréquence du courant est contrôlée à 0,01 pourcent ou mieux.

---

### 3.3.3 Étalonnage

- a) Viscosimètres. Utiliser des viscosimètres étalonnés conformément aux prescriptions de l'Annexe 1 de la norme ASTM D445-65, « Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (Kinematic and Dynamic Viscosities) ». La constante d'étalonnage (C) dépend de l'accélération gravitationnelle au lieu d'étalonnage. Cette accélération doit donc être obtenue du laboratoire d'étalonnage en même temps que la constante de l'instrument.

Lorsque l'accélération gravitationnelle (g) diffère de plus de 0,1 pourcent d'un endroit à un autre, corriger la constante d'étalonnage à l'aide de la formule suivante :

$$C_2 = (g_2/g_1) \times C_1$$

où les indices 1 et 2 désignent respectivement le laboratoire d'étalonnage et le laboratoire d'essai.

- b) Thermomètres. Vérifier les thermomètres à liquide sous verre à 0,01 °C près par comparaison directe avec un thermomètre étalonné. Les thermomètres d'essai de viscosité cinématique doivent être étalonnés par « immersion totale ». Le point de congélation des thermomètres étalonnés doit être déterminé avant usage et les corrections officielles ajustées pour tenir compte des changements dans les points de congélation. (Voir la norme ASTM E77-66, « Verification and Calibration of Liquid-in-Glass Thermometers »).
- c) Chronomètres. Des signaux sont transmis par la station CHU d'Ottawa, Canada, sur 3.330, 7.335 et 14.670 MHz. Des signaux sont aussi transmis par le National Bureau of Standards, Station WWV, Washington, D.C. sur 2.5, 5, 10, 15, 20, 25, 30 et 35 MHz ainsi que par la station MSF de Rugby, Royaume-Uni, sur 2.5, 5 et 10 MHz.

### 3.3.4 Mode opératoire

- a) Amener et maintenir le bain à la température d'essai appropriée, dans les limites prescrites en 3.3.2 c). Appliquer les corrections nécessaires, s'il y en a, à toutes les lectures de thermomètre.
- b) Choisir un viscosimètre étalonné propre et sec, donnant un temps d'écoulement au moins égal à son minimum prescrit, ou à 200 secondes, selon celle de ces durées qui est la plus longue.

- 
- c) Charger le viscosimètre de la manière employée lors de l'étalonnage de l'instrument. Ne pas filtrer ni sécher le liquide pour freins, mais veiller qu'il ne s'y introduise aucune impureté ni humidité pendant les opérations de remplissage et de mesure.
  - i) Charger le viscosimètre à écoulement inversé par aspiration en l'inclinant à environ  $30^\circ$  de la verticale et en versant par le tube de remplissage suffisamment de liquide pour freins dans le réservoir inférieur pour que le ménisque soit situé entre les marques de remplissage lorsque le viscosimètre est remis à la verticale. Pour les mesures à moins de  $0^\circ\text{C}$ , avant de placer le viscosimètre plein dans le bain thermostatique, aspirer l'échantillon dans le tube capillaire en service et dans le réservoir de repérage, puis placer de petits bouchons en caoutchouc pour maintenir le liquide dans cette position et prévenir l'accumulation de condensation d'eau sur les parois des parties critiques du viscosimètre. Il est aussi possible, pour prévenir la condensation de l'eau, d'insérer des tubes de séchage dans les extrémités ouvertes du viscosimètre, mais sans créer dans l'instrument des pressions susceptibles de nuire à l'écoulement de l'échantillon au cours de l'essai.
  - ii) S'il s'agit d'un viscosimètre Cannon-Fenske Routine, le charger en renversant le petit bras et en l'immergeant dans le liquide pour freins et en faisant le vide dans le grand bras. Remplir le tube jusqu'au repère le plus élevé et remettre le viscosimètre à la verticale dans sa position première.
  - d) Monter le viscosimètre dans le bain, à la verticale (voir 3.3.2 b).
  - e) Laisser le viscosimètre dans le bain jusqu'à ce qu'il soit à la température d'essai.
  - f) À des températures de moins de  $0^\circ\text{C}$ , effectuer un essai préliminaire non chronométré en laissant s'écouler le liquide pour freins dans le tube capillaire jusqu'au réservoir inférieur, une fois que la température d'essai est atteinte.
  - g) Régler le niveau du liquide pour freins dans le tube capillaire à peu près 5 mm au-dessus du premier point de repère.
  - h) Le liquide pour freins s'écoulant librement, mesurer à 0,2 seconde près le temps nécessaire au ménisque pour passer du premier au second point de repère. Si le temps d'écoulement est inférieur au minimum prescrit pour le viscosimètre, ou 200 secondes, selon celle de ces durées qui est la plus longue, recommencer l'essai en

utilisant un viscosimètre dont le tube capillaire est d'un plus petit diamètre.

- i) Refaire les opérations prescrites en 3.3.4 g) et h). Si les résultats obtenus lors des deux essais chronométrés diffèrent de plus de 0,2 pourcent, les rejeter et recommencer l'essai avec un nouvel échantillon de liquide pour freins.

#### 3.3.5 Nettoyage des viscosimètres

- a) Nettoyer périodiquement les viscosimètres au moyen d'acide chromique afin de faire disparaître les dépôts organiques. Rincer soigneusement à l'eau distillée et à l'acétone, puis assécher au moyen d'un jet d'air sec et propre.
- b) Entre les essais successifs, rincer le viscosimètre avec de l'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés); puis avec un produit de rinçage à l'acétone ou à l'éther. Faire passer un faible jet d'air sec filtré à travers le viscosimètre jusqu'à ce que la dernière trace de solvant ait disparu.

#### 3.3.6 Calcul

- a) Chargés à la température ambiante, les types suivants de viscosimètre ont un volume fixe, et, par conséquent, leurs C respectifs varient suivant la température de l'essai : Cannon-Fenske Routine, Pinkevitch, Cannon-Manning Semi-Micro et Cannon-Fenske Opaque. Pour calculer la valeur de C à des températures d'essai autres que les températures d'étalonnage de ces viscosimètres, voir la norme ASTM D2515-66, « Kinematic Glass Viscometers », ou suivre les instructions données sur le certificat d'étalonnage du fabricant.
- b) Faire la moyenne des résultats des quatre essais d'échantillons identiques pour déterminer les viscosités cinématiques.

#### 3.3.7 Précision (au niveau de confiance de 95 %)

- a) Répétabilité. Si les résultats obtenus par la même personne pour des échantillons identiques s'écartent de plus de 1 pourcent de leur moyenne, recommencer les essais.

## 3.4 MESURE DU PH

La valeur pH d'un liquide pour freins est mesurée en soumettant un échantillon du liquide à l'essai prescrite ci-après.

- 3.4.1 Sommaire de l'essai. Le liquide pour freins est dilué dans une solution éthanol-eau d'égal volume. Le pH du mélange ainsi obtenu est mesuré à 23 °C au moyen d'un montage de pH mètre prescrit.
- 3.4.2 Appareillage. Le montage nécessaire pour mesurer le pH comprend le pH mètre, une électrode de verre et une électrode de calomel conformes aux dispositions des annexes A1.1, A1.2 et A1.3 de la norme ASTM D1121-67, « Standard Method of Test for Reserve Alkalinity of Engine Antifreezes and Antirusts ». L'électrode en verre est d'un type gradué de 0 à 14 à faible erreur de sodium.
- 3.4.3 Réactifs. Réactifs conformes aux spécifications du Committee on Analytical Reagents de l'American Chemical Society.
- a) Eau distillée. L'eau distillée (voir 4.1) doit être bouillie pendant environ 15 minutes pour en chasser le gaz carbonique, et être protégée à l'aide d'un tube de chaux sodée ou l'équivalent lorsqu'elle refroidit ou qu'elle est entreposée. (Il faut prendre soin d'éviter qu'elle ne soit contaminée par les produits utilisés pour la protéger contre le gaz carbonique). Le pH de l'eau distillée bouillie doit se situer entre 6.2 et 7.2 à 25 °C.
- b) Solutions tampons de référence. À partir de sels spécialement vendus pour servir, soit individuellement soit en combinaison, de produits de référence de pH, préparer des solutions tampons pour étalonner le pH mètre et les deux électrodes. Faire sécher les sels pendant 1 heure à 110 °C avant de les utiliser, sauf s'il s'agit de borax destiné à servir de sel décahydraté. Conserver dans des bouteilles en verre résistant aux agents chimiques ou en polyéthylène les solutions dont le pH est inférieur à 9.5. Garder la solution de phosphate alcalin dans une bouteille de verre enduite de paraffine à l'intérieur. Ne pas utiliser de produit de référence conservé depuis plus de trois mois.
- i) Solution tampon de phtalate acide de potassium (0,05M, pH = 4,01 à 25 °C). Dissoudre 10,21 g de phtalate acide de potassium ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ) dans de l'eau distillée, de façon à obtenir un litre de solution.
- ii) Solution tampon de phosphate neutre (0,025M relativement à chaque sel de phosphate, pH = 6,86 à 25 °C). Dissoudre 3,40 g de phosphate de potassium monobasique ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) et 3,55 g de phosphate de sodium dibasique anhydre ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) dans de l'eau distillée.

- iii) Solution tampon de borax (0,01M, pH = 9,18 à 25°C). Dissoudre 3,81 g de tétraborate disodique décahydraté ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau distillée, de façon à obtenir un litre de solution. Fermer hermétiquement la bouteille lorsqu'on ne s'en sert pas.
  - iv) Solution tampon de phosphate alcalin (0,01M de phosphate trisodique; pH = 11,72 à 25°C). Dissoudre 1,42 g de phosphate de sodium dibasique anhydre ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) dans 100 mL d'une solution à 0,1M d'hydroxide de sodium sans carbonate. Diluer dans de l'eau distillée, de façon à obtenir un litre de solution.
  - v) Électrolyte au chlorure de potassium. Préparer une solution saturée de chlorure de potassium (KCl) dans de l'eau distillée.
- c) Mélange éthanol-eau. Ajouter 20 parties en volume d'eau distillée à 80 parties en volume d'éthanol (voir 4.3). Régler le pH du mélange à  $7 \pm 0,1$  en utilisant une solution de soude (NaOH) à 0,1 N. S'il faut plus de 4 mL de solution de NaOH par litre de mélange pour obtenir la neutralisation, rejeter le mélange.
- 3.4.4 Préparation du système des électrodes
- a) Entretien des électrodes. Nettoyer avant usage l'électrode de verre en la plongeant dans une solution nettoyante d'acide chromique froid. Vider l'électrode de calomel et la remplir d'électrolyte (KCl) en prenant soin que le niveau de l'électrolyte soit toujours plus élevé que celui du mélange. Lorsque les électrodes ne sont pas utilisées, en immerger les moitiés inférieures dans de l'eau distillée; entre les mesures, éviter de les soumettre à une immersion d'une durée appréciable dans le mélange.
  - b) Préparation des électrodes. Conditionner les électrodes de verre neuves et les électrodes entreposées sèches selon les recommandations du fabricant. Avant et après usage, essuyer soigneusement l'électrode de verre avec un chiffon propre ou avec du papier absorbant doux, et rincer à l'eau distillée. Avant chaque mesure de pH, tremper l'électrode préparée dans de l'eau distillée pendant au moins 2 minutes. Immédiatement avant usage, enlever tout surplus d'eau des extrémités de l'électrode.
- 3.4.5 Étalonnage du montage de mesure du pH et vérification des électrodes
- a) Immédiatement avant usage, étalonner le montage de mesure du pH au moyen d'une solution tampon de référence. Puis, utiliser une deuxième solution tampon pour vérifier la linéarité de la



réponse des électrodes à différentes valeurs de pH et pour détecter toute électrode de verre défectueuse ou toute compensation incorrecte de température. Le pH anticipé du liquide pour freins à l'essai doit se situer entre les pH respectifs des deux solutions tampons de référence.

- b) Laisser réchauffer les instruments et les ajuster selon les instructions du fabricant. Plonger les extrémités des électrodes dans une solution tampon de référence et laisser s'égaliser les températures des électrodes et de la solution tampon. Mettre le bouton de réglage de la température à la température de la solution de référence. Régler la commande d'étalonnage du potentiel de l'asymétrie de façon que l'instrument indique une valeur de pH égale au pH connu de la solution de référence.
- c) Rincer les électrodes à l'eau distillée et enlever le surplus d'eau des extrémités. Plonger les électrodes dans une deuxième solution tampon de référence. La valeur de pH indiquée par l'instrument ne doit pas s'écarter de plus de 0,05 unité du pH connu de la deuxième solution tampon de référence, et cela sans qu'il faille procéder au moindre réglage de la commande d'étalonnage du potentiel de l'asymétrie.
- d) Si l'instrument n'indique pas la valeur correcte de pH de la deuxième solution de référence, après étalonnage au moyen de la première solution de référence, l'électrode doit être considérée comme défectueuse.

3.4.6 Mode opératoire. Ajouter  $50 \pm 1$  mL de mélange éthanol-eau (voir 3.4.3 c) à  $50 \pm 1$  mL du liquide pour freins à l'essai et mélanger soigneusement. Plonger les électrodes dans le mélange. Laisser l'équilibre s'établir dans le système, régler à nouveau la compensation thermique si nécessaire et relever la valeur de pH indiquée.

### 3.5 STABILITÉ DU LIQUIDE

Évaluer la stabilité thermique et chimique d'un liquide pour freins de la façon décrite ci-après, en utilisant deux échantillons identiques pour chaque essai et en faisant la moyenne des résultats obtenus.

3.5.1 Sommaire de l'essai. La stabilité à haute température d'un liquide pour freins, seul ou mélangé à un liquide de référence, est évaluée par la détermination du changement qui se produit dans son point d'ébullition après chauffage dans des conditions de reflux.

- 
- 3.5.2 Appareillage. Utiliser l'appareillage et le mode de préparation prescrits en 3.1.2 et 3.1.3.
- 3.5.3 Stabilité à Température Élevée
- 3.5.3.1 Mode opératoire. Chauffer un nouvel échantillon de  $60 \pm 1$  mL du liquide pour freins à  $185 \pm 2^\circ\text{C}$ . Maintenir cette température pendant  $120 \pm 5$  minutes. Régler le chauffage pour obtenir en 5 minutes un reflux de plus de 1 goutte par seconde. Le reflux ne doit jamais dépasser 5 gouttes par seconde. Au cours des  $5 \pm 2$  minutes suivantes, régler l'allure de chauffe pour obtenir un reflux régulier de 1 à 2 gouttes par seconde. Maintenir ce reflux pendant 2 minutes de plus, en prenant quatre lectures de température à 30 secondes d'intervalle. Faire la moyenne des résultats de ces quatre lectures pour obtenir le ERBP observé. S'il n'y a aucun reflux lorsque la température du liquide atteint  $260^\circ\text{C}$ , interrompre le chauffage et noter que l'ERBP est supérieur à  $260^\circ\text{C}$ .
- 3.5.3.2 Calcul. Corriger l'ERBP observé pour tenir compte des imperfections du thermomètre et des variations de la pression barométrique, selon les indications données en 3.1.5 a) et b). Faire la moyenne des ERBP corrigés des échantillons identiques. La différence entre cette moyenne et l'ERBP d'origine obtenu en 3.1 est le changement d'ERBP du liquide pour freins.
- 3.5.4 Stabilité Chimique
- 3.5.4.1 Accessoires - Liquide de compatibilité SAE.
- 3.5.4.2 Mode opératoire
- a) Dans un ballon du type décrit en 3.1.2 a), mélanger  $30 \pm 1$  mL du liquide pour freins avec  $30 \pm 1$  mL de liquide de compatibilité SAE. Déterminer l'ERBP initial du mélange en chauffant le ballon de façon à obtenir en  $10 \pm 2$  minutes un taux de reflux de plus de 1 goutte par seconde sans dépasser 5 gouttes par seconde. Noter la température maximale du liquide observée au cours de la première minute qui suit le début du reflux à plus d'une goutte par seconde. Au cours des  $15 \pm 1$  minutes suivantes, régler l'allure de chauffe de façon à maintenir le reflux entre 1 et 2 gouttes par seconde. Maintenir ce taux pendant 2 minutes de plus pour prendre quatre lectures de température à intervalles de 30 secondes; la moyenne de ces lectures constitue l'ERBP final.
-

- b) Aucune correction n'est nécessaire relativement à l'étalonnage du thermomètre ou à la pression barométrique.
- 3.5.4.3 Calcul. La différence entre l'ERBP initial et la moyenne finale est le changement de température que subit le mélange en reflux. Faire la moyenne des résultats obtenus pour les échantillons identiques, à 0,5°C près.

## 3.6 CORROSION

Évaluer l'action corrosive d'un liquide pour freins en faisant subir à des échantillons identiques l'essai décrit ci-après.

- 3.6.1 Sommaire de l'essai. Six échantillons métalliques données sont polies, nettoyées et pesées, puis assemblées de la façon indiquée. L'ensemble est placé dans un récipient d'essai de corrosion, sur une coupelle ordinaire de cylindre de roue, et immergé dans le liquide pour freins dilué d'eau; le récipient est bouché, puis placé dans un four à 100°C pendant 120 heures. Après avoir été retirés du four et refroidis, les échantillons, le liquide et les coupelles sont examinés et soumis à des essais.
- 3.6.2 Appareillage
- a) Balance. Une balance de précision d'une capacité minimale de 50 g et d'une précision de 0,1 mg.
  - b) Dessiccateurs. Des dessiccateurs contenant du gel de silice ou un autre déshydratant approprié.
  - c) Four. Un four à convection capable de maintenir une température donnée à 2°C près.
  - d) Micromètre. Micromètre de machiniste, capacité de 25 à 50 mm ou comparateur optique capable de mesurer le diamètre de coupelles de cylindres de roues SBR à 0,02 mm près.
- 3.6.3 Lamelles et accessoires
- a) Lamelles d'essais de corrosion. Deux séries de lamelles des métaux énumérés à l'Annexe C de la norme SAE J1703 NOV83, « Motor Vehicle Brake Fluid », novembre 1983. Chaque lamelle doit avoir environ 8 cm de longueur, 1,3 cm de largeur, au plus 0,6 cm d'épaisseur et une surface développée de  $25 \pm 5 \text{ cm}^2$ ; elle doit de plus être percée, sur son axe longitudinal, d'un trou d'environ 4 à 5 mm de diamètre, situé à environ 6 mm de son

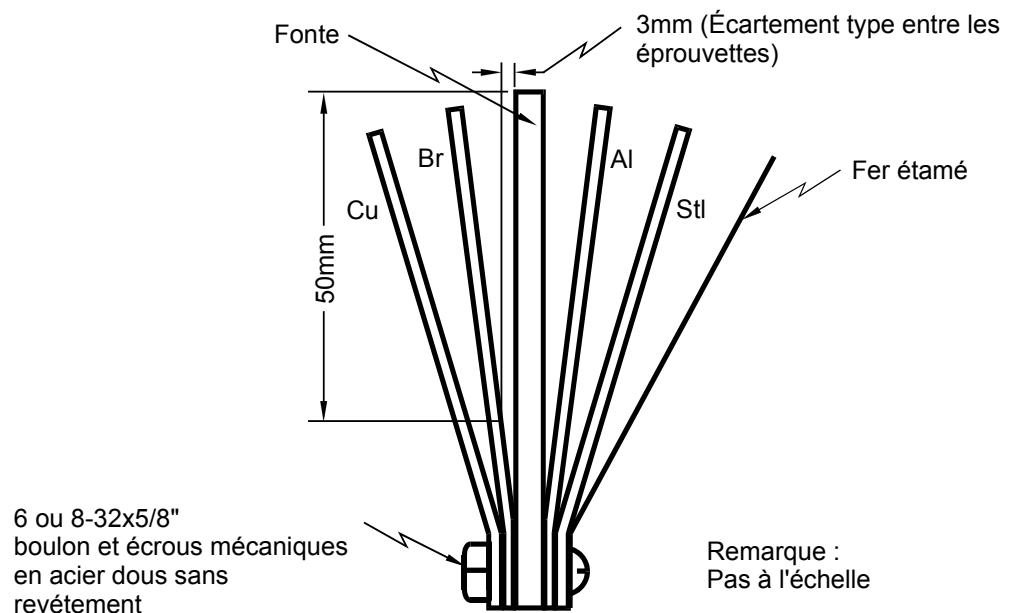
extrémité. Le trou doit être propre et exempt de barbes. Les lamelles en fer étamé doivent être neuves. Les autres lamelles, si elles ne sont pas neuves, ne doivent être utilisées que si le polissage peut leur donner un fini parfait.

- b) Coupelles SBR. Deux coupelles SBR neuves de cylindres de roue conforme aux normes de la SAE (voir 4.6).
- c) Récipients d'essai de corrosion et couvercles. Deux récipients cylindriques en verre à col fileté, d'une capacité d'environ 475 mL chacun, de dimensions intérieures d'environ 100 mm de hauteur et 75 mm de diamètre, munis d'un couvercle d'acier étamé (sans rondelle d'étanchéité ni enduit organique) percé d'un trou de  $0,8 \pm 0,1$  mm de diamètre (foret n° 68).
- d) Boulons et écrous mécaniques. Boulons et écrous ronds, en acier doux sans revêtement, propres, exempts de rouille ou d'huile, grandeur 6 ou 8-32 UNC - classe 2A, 5/8 ou 3/4 de pouce de long (ou l'équivalent en dimensions métriques) et des écrous plats correspondants, également sans revêtement.
- e) Accessoires pour le polissage des lamelles. Papier au carbure de silicium à l'épreuve de l'eau, grain no 320A; laine d'acier 00; chiffon non pelucheux.
- f) Eau distillée conforme à ce qui est prescrit en 4.1.
- g) Éthanol conforme à ce qui est prescrit en 4.3.
- h) Isopropanol conforme à ce qui est prescrit en 4.7.

#### 3.6.4 Préparation

- a) Lamelles d'essai de corrosion. Sauf pour ce qui est des lamelles en fer étamé, frotter toutes les surfaces de chaque lamelle d'essai avec du papier au carbure de silicium imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) afin de faire disparaître les rayures, les entailles et les piqûres. Utiliser une nouvelle feuille de papier pour chaque métal différent. Polir les lamelles avec de la laine d'acier 00. Laver toutes les lamelles, y compris les lamelles de fer étamé et les ferrures du montage, avec de l'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés); assécher les lamelles et les ferrures du montage avec un chiffon propre non pelucheux ou au moyen d'un jet d'air comprimé et filtré, puis placer les lamelles et les ferrures dans un dessiccateur contenant du gel de silice ou un autre déshydratant

approprié et maintenir la température à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$  pendant au moins 1 heure. Manipuler les lamelles avec des pincettes après le polissage. Peser chaque lamelle à 0,1 mg près et inscrire le résultat. Monter les lamelles sur un boulon mécanique propre et sec, en plaçant successivement, dans cet ordre, les lamelles de fer étamé, d'acier, d'aluminium, de fonte, de laiton et de cuivre, et serrer avec un écrou correspondant. Plier les lamelles, sauf la lamelle en fonte, de façon qu'elles soient séparées l'une de l'autre de  $3 \pm \frac{1}{2}$  mm, à environ 5 cm de leur extrémité libre (voir figure 4). Serrer le boulon de chaque ensemble de lamelles d'essai de façon qu'il y ait contact électrolytique entre les lamelles, et de manière que l'assemblage puisse être soulevé par l'une ou l'autre des lamelles extérieures (de fer étamé ou de cuivre) sans qu'aucune des lamelles ne se déplace par rapport aux autres, lorsque l'assemblage est en position horizontale. Immerger les ensembles de lamelles dans de l'alcool éthylique à 90 pour cent. Assécher au moyen d'un jet d'air sec comprimé et filtré, puis mettre au dessiccateur au moins 1 heure avant usage.



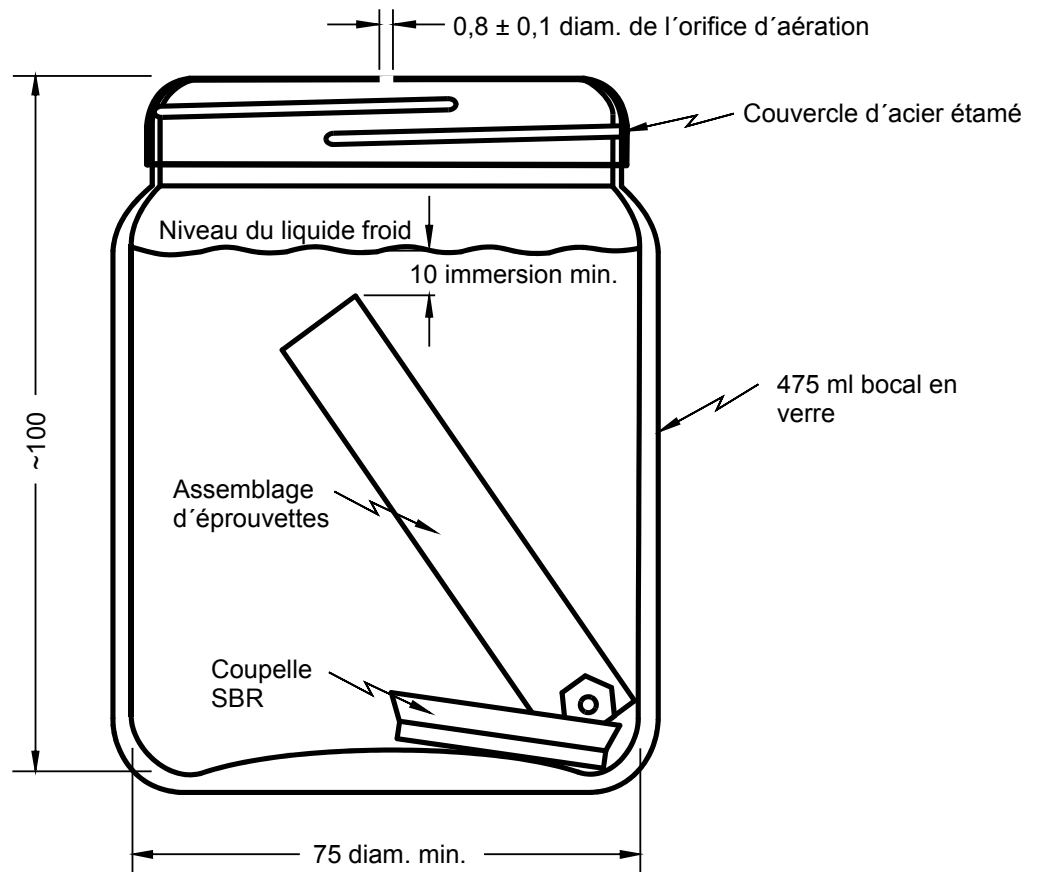
**FIGURE 4 – ASSEMBLAGE DES ÉPROUVETTES DE CORROSION**

- b) Coupelle SBR de cylindres de roue. Mesurer à 0,02 mm près le diamètre de base des deux coupelles SBR normalisées au moyen d'un comparateur optique ou d'un micromètre, le long de l'axe des inscriptions de la SAE et des inscriptions identifiant le type de caoutchouc, puis perpendiculairement à cet axe. Mesurer à au moins 0,4 mm au-dessus du rebord inférieur, parallèlement à la

base de la coupelle. Rejeter toute coupelle dont les deux diamètres mesurés présenteraient plus de 0,08 mm de différence. Prendre la moyenne des deux lectures pour chaque coupelle. Déterminer la dureté des coupelles conformément aux indications données en 4.4.

- 3.6.5 Mode opératoire. Rincer les coupelles dans de l'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) pendant au plus 30 secondes et assécher avec un chiffon propre non pelucheux. Dans chaque récipient, placer une coupelle, lèvres tournées vers le haut. Dans chacune des coupelles, insérer un ensemble de lamelles, l'extrémité serrée étant placée en bas, l'extrémité libre, en haut (voir figure 5). Lorsque des liquides pour freins sont essayés (à l'exception du DOT 5 SBBF), mélanger 760 mL de liquide pour freins à 40 mL d'eau distillée ou, lors d'essais sur du liquide pour freins DOT 5 SBBF, humidifier 800 mL de liquide pour freins suivant les indications données en 3.2, sans calculer l'ERBP. Verser dans les récipients une quantité suffisante de ce mélange aqueux pour que le niveau du liquide soit à 10 mm au-dessus de l'extrémité des lamelles. Serrer les couvercles et placer les récipients dans un four à  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant  $120 \pm 2$  heures. Puis, laisser les récipients refroidir à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$  pendant 60 à 90 minutes. Sortir immédiatement les lamelles avec des pincettes, en les agitant dans le liquide afin d'en détacher les sédiments non incrustés. Examiner les lamelles et les récipients pour voir si des dépôts cristallins y adhèrent. Détacher les lamelles et les débarrasser de tout résidu de liquide d'essai en les rinçant à grande eau; nettoyer chaque lamelle en l'essuyant avec un chiffon propre imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés). Vérifier si les lamelles portent des traces de corrosion ou des piqûres. Ne pas tenir compte des taches ou de la décoloration. Placer les lamelles pendant au moins 1 heure dans un dessiccateur contenant du gel de silice ou un autre déshydratant approprié, à une température de  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ . Peser chaque lamelle à 0,1 mg près. Calculer le changement de poids de chaque lamelle. Faire la moyenne des résultats obtenus pour les deux lamelles de chaque type de métal. Immédiatement après la période de refroidissement, sortir les coupelles des récipients à l'aide de pincettes. Débarrasser les coupelles des sédiments non incrustés en les agitant dans le mélange. Rincer les coupelles dans de l'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) et sécher à l'air. Vérifier si les coupelles portent des traces d'encrassement, des ampoules ou d'autres signes de désintégration. Mesurer le diamètre de base et la dureté de chaque coupelle dans les 15 minutes qui suivent sa sortie du mélange.

Vérifier s'il y a de la gélification du mélange. L'agiter pour mettre les sédiments en suspension et les disperser uniformément. De chaque récipient, prélever 100 mL du mélange et les verser dans un tube conique de centrifugation ASTM. Déterminer le pourcentage de sédimentation après centrifugation, selon les indications données en 4.5. Mesurer le pH du liquide soumis à l'essai de corrosion conformément aux indications données en 3.4.6. Mesurer le pH du mélange à l'essai conformément aux indications données en 3.4.6.



Remarques :

1. Dimensions en mm sauf indication contraire.
2. Pas à l'échelle

### FIGURE 5 – CORROSION - APPAREILLAGE D'ESSAI

#### 3.6.6 Calcul

- a) Mesurer la surface développée de chaque type de lamelle d'essai, à un centimètre carré près. Diviser le changement de poids moyen pour chaque type par la surface développée de ce type.

- b) Noter les autres renseignements et résultats d'évaluation indiquant la conformité aux dispositions de l'article 116 du Règlement. Si l'inspection démontre que les caractéristiques des échantillons se situent à la limite du minimum exigé, ou si l'un des échantillons identiques ne satisfait pas aux exigences, recommencer l'essai avec une autre série d'échantillons identiques. Les deux nouveaux échantillons doivent être conformes aux prescriptions de l'article 116 du Règlement.

### 3.7 FLUIDITÉ ET ASPECT À BASSE TEMPÉRATURE

Déterminer la fluidité et l'aspect d'un échantillon de liquide pour freins, à chacune des deux températures choisies, en suivant les prescriptions ci-après.

3.7.1 Sommaire de l'essai. Le liquide pour freins est refroidi aux températures minimales auxquelles il pourra être exposé puis est examiné pour déterminer la transparence, la gélification, la sédimentation, l'homogénéité, la viscosité ou la thixotropie.

3.7.2 Appareillage

- a) Flacons. Deux flacons en verre flint transparent de 4 onces, spécialement conçus pour l'échantillonnage de l'huile et d'autres liquides, ayant une capacité d'environ 125 mL, un diamètre extérieur de  $37 \pm 0,05$  mm et une hauteur totale de  $165 \pm 2,5$  mm.
- b) Chambre froide. Une chambre froide à bain d'air capable de maintenir des températures pouvant aller jusqu'à  $-55^{\circ}\text{C}$ , à  $2^{\circ}\text{C}$  près.
- c) Appareil de chronométrage. Une appareil de chronométrage conforme à ce qui est prescrit en 3.3.2 e).

3.7.3 Mode opératoire

- a) Placer  $100 \pm 1$  mL de liquide pour freins à la température ambiante dans un flacon d'essai. Boucher le flacon avec un bouchon de liège neuf et le placer dans la chambre froide à la température de vieillissement la plus élevée du tableau du paragraphe 5 e) de l'article 116 du Règlement. Après  $144 \pm 4$  heures, sortir le flacon de la chambre et l'essuyer rapidement avec un chiffon non pelucheux, imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) ou d'acétone. Voir si le liquide montre des traces de dépôt de boues, de cristallisation, de stratification ou de sédimentation. Retourner le flacon et déterminer le nombre de secondes qu'il faut à la bulle d'air pour remonter à la surface du



liquide. Laisser l'échantillon se réchauffer jusqu'à la température ambiante puis l'examiner.

- b) Recommencer les opérations prescrites en 3.7.3 a), mais en réglant la chambre à la température la moins élevée de vieillissement du tableau du paragraphe 5 e) de l'article 116 du Règlement et en y laissant le flacon d'essai pendant une période de 6 heures  $\pm$  12 minutes.

REMARQUE : Les échantillons utilisés pour un essai à l'une des températures de vieillissement ne peuvent être réutilisés pour un essai à l'autre température que s'ils ont été au préalable réchauffés à la température ambiante.

### 3.8 ÉVAPORATION

Le résidu d'évaporation et le point d'écoulement du résidu d'évaporation du liquide pour freins sont déterminés en effectuant sur quatre échantillons identiques les essais décrits ci-après.

- 3.8.1 Sommaire de l'essai. La partie volatile diluante d'un liquide pour freins est évaporée dans un four à 100°C. On mesure la partie lubrifiante non volatile (résidu d'évaporation) et on l'examine pour voir s'il s'y trouve des particules abrasives; les résidus sont ensuite mélangés et on vérifie leur fluidité à -5°C.
- 3.8.2 Appareillage
- a) Capsules d'évaporation. Quatre capsules d'évaporation en verre, avec couvercles, d'environ 100 mm de diamètre et 15 mm de hauteur.
- b) Four. Four à convection, aéré par le haut, capable de maintenir une température de 100  $\pm$  2°C.
- c) Balance. Balance de précision d'une capacité d'au moins 100 g, capable de peser à 0,01 g près, permettant de peser les capsules d'évaporation.
- d) Flacon d'échantillons d'huile. Flacon d'échantillonnage en verre, conforme à ce qui est prescrit en 3.7.2 a).
- e) Chambre froide. Chambre froide à bain d'air capable de conserver un flacon d'échantillonnage à -5  $\pm$  1°C.

- f) Appareil de chronométrage. Appareil de chronométrage conforme aux prescriptions de 3.3.2 e).
- 3.8.3 Mode opératoire. Tarer chacune des quatre capsules couvertes à 0,01 g près. Verser  $25 \pm 1$  mL de liquide pour freins dans chaque capsule, remettre soigneusement le couvercle de chaque capsule et repeser. Calculer la différence des deux lectures pour obtenir le poids de chaque échantillon de liquide pour freins. Placer les quatre capsules, chacune étant placée sur son couvercle renversé, dans le four à  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant  $46 \pm 2$  heures. (REMARQUE : Ne pas chauffer plus d'un type de liquide à la fois dans le même four). Sortir les capsules du four, laisser refroidir à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ , et peser. Remettre au four pendant  $24 \pm 2$  heures de plus. Si, après  $72 \pm 4$  heures, la perte moyenne de poids par évaporation est inférieure à 60 %, arrêter le processus d'évaporation et procéder à l'examen du résidu. Autrement, poursuivre l'évaporation jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint, c'est-à-dire jusqu'à ce que la perte de poids soit inférieure à 0,25 g par 24 heures, ou pendant 7 jours, au maximum. Si, au cours des opérations de chauffage ou de pesage, il faut sortir les capsules du four pendant une période supérieure à 1 heure, celles-ci devront être placées dans un dessiccateur dès qu'elles seront refroidies à la température ambiante. Calculer le pourcentage de liquide évaporé dans chaque capsule. Après une période d'une heure à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ , examiner le résidu des capsules. Frotter tout sédiment du bout du doigt pour voir s'il est graveleux ou abrasif. Mélanger les résidus des quatre capsules dans un flacon d'échantillonnage de 4 onces et l'entreposer, en position verticale, dans une chambre froide à  $-5 \pm 1^\circ\text{C}$  pendant  $60 \pm 10$  minutes. Puis enlever rapidement le flacon et le placer en position horizontale. Le résidu doit couler le long des parois du tube sur une distance d'au moins 5 mm en 5 secondes.
- 3.8.4 Calcul. La moyenne des pourcentages d'évaporation dans les quatre capsules constitue la perte par évaporation.

### 3.9 RÉACTION À L'EAU

Évaluer la réaction à l'eau d'un liquide pour freins en faisant subir à un seul échantillon les essais décrits ci-après.

- 3.9.1 Sommaire de l'essai. Le liquide pour freins, à l'exception du DOT 5 SBBF, est dilué d'eau à 3.5 %, (le liquide pour freins DOT 5 SBBF est humidifié) puis entreposé à  $-40^\circ\text{C}$  pendant 120 heures. On examine d'abord le liquide froid dilué pour vérifier sa transparence et y déceler toute trace de stratification et

de sédimentation, puis on le place dans un four à  $60^{\circ}\text{C}$  pendant 24 heures. On l'examine encore pour y déceler la stratification puis on calcule le pourcentage en volume de sédiments après centrifugation.

### 3.9.2 Appareillage

- a) Tube de centrifugation. Voir 4.5.1 a).
- b) Centrifugeuse. Voir 4.5.1 b).
- c) Chambre froide. Voir 3.7.2 b).
- d) Four. À convection par gravité ou à convection forcée. Voir 3.6.2 c).
- e) Appareil de chronométrage. Voir 3.3.2 e).

### 3.9.3 Mode opératoire

- a) À basse température. Humidifier  $100 \pm 1$  mL de liquide pour freins DOT 5 SBBF suivant les indications données en 3.2, sans calculer l'ERBP. Pour l'essai des liquides pour freins, à l'exception du DOT 5 SBBF, mélanger  $3,5 \pm 0,1$  mL d'eau distillée et  $100 \pm 1$  mL de liquide pour freins et verser dans un tube de centrifugation. Fermer avec un bouchon de liège propre et placer dans la chambre froide, à  $-40 \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Après  $120 \pm 2$  heures, sortir le tube, l'essuyer rapidement avec un chiffon propre non pelucheux imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) ou d'acétone et examiner le liquide pour voir s'il montre des traces de dépôt de boues, de cristallisation, de stratification ou de sédimentation. Retourner le tube et déterminer le nombre de secondes qu'il faut à la bulle d'air pour remonter à la surface du liquide. (On considère que la bulle d'air a atteint la surface du liquide lorsqu'elle arrive à la graduation de 2 mL du tube de centrifugation). Si le liquide est troublé, le chauffer jusqu'à une température de  $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$  et noter son aspect et sa fluidité.
- b) À  $60^{\circ}\text{C}$ . Placer le tube et le liquide pour freins visés en 3.9.3 a) dans un four maintenu à  $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant  $24 \pm 2$  heures. Retirer le tube du four et examiner sur-le-champ le liquide pour voir s'il montre de la stratification. Déterminer le pourcentage de sédiment en volume, après centrifugation, conformément aux indications données en 4.5.

### 3.10 MISCIBILITÉ

La miscibilité d'un liquide pour freins avec d'autres liquide pour freins est évaluée en faisant subir à un échantillon les essais décrits ci-après.

- 3.10.1 Sommaire de l'essai. Un liquide pour freins est mélangé avec un égal volume de liquide de compatibilité SAE, puis mis à l'épreuve selon le processus adopté pour les essais de réaction à l'eau (voir 3.9.3), sauf que le temps de remontée de la bulle d'air n'est pas mesuré. L'essai donne une indication de la compatibilité du liquide à l'essai avec d'autres liquides pour freins de véhicules automobiles, tant à haute qu'à basse température.
- 3.10.2 Appareillage
- a) Tube de centrifugation. Voir 4.5.1 a).
  - b) Centrifugeuse. Voir 4.5.1 b).
  - c) Chambre froide. Voir 3.7.2 b).
  - d) Four. Voir 3.6.2 c).
  - e) Liquide de compatibilité SAE.
- 3.10.3 Mode opératoire
- a) À basse température. Mélanger  $50 \pm 0,5$  mL de liquide pour freins avec  $50 \pm 0,5$  mL de liquide de compatibilité SAE. Verser ce mélange dans un tube de centrifugation et fermer le tube avec un bouchon de liège sec et propre. Placer le tout dans la chambre froide, à  $-40 \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Après  $24 \pm 2$  heures, sortir le tube, l'essuyer rapidement avec un chiffon propre non pelucheux imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) ou d'acétone. Examiner l'échantillon pour y déceler toute trace de dépôt de boues, de cristallisation et de sédimentation. Il faut également examiner les liquides soumis aux essais, à l'exception du DOT 5 SBBF, pour voir s'ils montrent des traces de stratification.
  - b) À  $60^{\circ}\text{C}$ . Placer le tube et le liquide à l'essai visés en 3.10.3 a) dans un four maintenu à  $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant  $24 \pm 2$  heures. Retirer le tube du four et examiner sur-le-champ les mélanges de liquides soumis aux essais, à l'exception du DOT 5 SBBF, pour voir s'il y a eu stratification. Déterminer le pourcentage de sédiments après centrifugation, conformément aux indication données en 4.5.

### 3.11 RÉSISTANCE À L'OXYDATION

La stabilité d'un liquide sous l'action d'un oxydant est évaluée. À cette fin, on fait subir à deux échantillons identiques les essais décrits ci-après.

- 3.11.1 Sommaire de l'essai. Les liquides pour freins, à l'exception du DOT 5 SBBF, sont activés par l'addition d'environ 0,2 % de peroxyde de benzoyle et 5 % d'eau. Le liquide pour freins DOT 5 SBBF est humidifiée suivant les prescriptions en 3.2, sans le calcul de l'ERBP, puis environ 0,2 % de peroxyde de benzoyle y est ajouté. Un assemblage de lamelles de corrosion, comprenant une lamelle de fonte et une lamelle d'aluminium séparées aux extrémités par des feuilles d'étain découpées en carrés est placé sur une coupelle SBR de cylindre de roue, de façon que les lamelles soient à moitié immergées dans le liquide puis placé dans un four à 70°C pendant 168 heures. À la fin de la période de vieillissement, les lamelles de métal sont examinées pour voir si elles portent des piqûres ou des traces de corrosion, et si elles ont subi une perte de poids.
- 3.11.2 Appareillage
- a) Balance. Voir 3.6.2 a).
  - b) Dessiccateurs. Voir 3.6.2 b).
  - c) Four. Voir 3.6.2 c).
  - d) Trois éprouvettes en verre, d'environ 22 mm de diamètre extérieur et 175 mm de longueur.
- 3.11.3 Réactifs, lamelles et accessoires
- a) Peroxyde de benzoyle, catégorie réactif, 96 %. (Ne pas employer de peroxyde de benzoyle brunâtre, sale ou d'un degré de pureté inférieur à 90 %). La concentration du réactif peut être évaluée selon la norme ASTM E298-68, norme « Standard Methods for Assay of Organic Peroxides ».
  - b) Lamelles d'essai de corrosion. Deux séries de lamelles, les unes en fonte et les autres en aluminium, conformes aux dispositions de l'Annexe C de la norme SAE J1703 NOV83, « Motor Vehicle Brake Fluid », novembre 1983.
  - c) Feuilles d'étain. Quatre carrés de feuille d'étain non utilisés, ayant environ 12 mm de côté et 0,02 à 0,06 mm d'épaisseur. Les feuilles

doivent être faites d'étain à au moins 99.9 % et contenir au plus 0,025 % de plomb.

- d) Coupelles SBR. Deux parties (environ un huitième chaque) de coupelle de cylindre de roue SAE SBR WC neuves (tel que décrite à la section 4.6).
- e) Vis et écrous mécaniques. Deux, exempts d'huile n° 6 ou 8-32, 3/8 ou 1/2 po de long (ou l'équivalent en dimensions métriques), à tête ronde ou cylindrique bombée, en acier doux sans revêtement, avec les écrous plats correspondants.

#### 3.11.4 Préparation

- a) Lamelles d'essai de corrosion. Préparer deux séries de lamelles, les unes en aluminium et les autres en fonte, en suivant les indications données en 3.6.4 a) sauf en ce qui a trait à l'assemblage. Peser chaque lamelle à 0,1 mg près et relier les lamelles des deux extrémités avec une feuille de papier d'étain. Serrer l'écrou suffisamment pour tenir les deux morceaux de papier d'étain fermement en place.
- b) Mélange d'essai. Placer  $30 \pm 1$  mL du liquide pour freins à l'essai dans une éprouvette de 22 x 175 mm. Pour tous liquides pour freins, à l'exception du DOT 5 SBBF, ajouter  $0,060 \pm 0,002$  g de peroxyde de benzoyle et  $1,50 \pm 0,05$  mL d'eau distillée. Pour ce qui est des liquides DOT 5 SBBF, utiliser le liquide soumis aux essais et humidifié suivant les indications données en 3.2 et n'y ajouter que le peroxyde de benzoyle. Fermer l'éprouvette avec un bouchon de liège sec et propre, sans trop l'enfoncer puis secouer et placer au four pendant 2 heures à  $70 \pm 2$  °C. Agiter l'éprouvette toutes les 15 minutes pour mélanger le peroxyde, mais ne pas mouiller le bouchon. Retirer l'éprouvette du four et laisser refroidir à  $23 \pm 5$  °C. Exécuter 3.11.5 pas plus de 24 heures après avoir retiré les éprouvettes du four.

- 3.11.5 Mode opératoire. Placer une section d'un huitième d'une coupelle SBR dans le fond de chaque tube. Y verser 10 mL de mélange d'essai préparé. Placer une lamelle de métal dans le tube sans que le bouchon soit en contact avec le caoutchouc, de façon que la solution recouvre environ la moitié de la longueur de la lamelle. Fermer le tube avec un bouchon de liège sec et propre et l'entreposer verticalement, pendant  $70 \pm 2$  heures à  $23 \pm 5$  °C. Desserrer les bouchons et placer les tubes dans un four à  $70 \pm 2$  °C pendant  $168 \pm 2$  heures. Ensuite, retirer du four et désassembler les lamelles. Les examiner et noter tout dépôt de gomme. Les

essuyer avec un chiffon propre imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) et noter toute piquûre, corrosion ou rugosité apparaissant sur leurs surfaces, sans tenir compte des taches ni de la décoloration. Déposer les lamelles dans un dessiccateur contenant du gel de silice ou un autre déshydratant approprié et les y laisser pendant au moins 1 heure, à  $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Peser à nouveau chaque lamelle à 0,1 mg près.

- 3.11.6 Calcul. Déterminer la perte par corrosion en divisant le changement de poids de chaque lamelle de métal par sa surface développée totale, mesurée en centimètres carrés, à un centimètre carré près. Faire la moyenne des résultats obtenus pour les deux lamelles de chaque type de métal, en arrondissant à 0,05 mg par centimètre carré près. Si un seul des deux échantillons identiques n'est pas conforme aux prescriptions, pour une raison ou une autre, refaire l'essai avec deux autres échantillons. Les deux doivent alors satisfaire à toutes les prescriptions de l'article 116 du Règlement concernant la résistance à l'oxydation.

### 3.12 EFFETS SUR LES COUPELLES SBR

Les effets d'un liquide pour freins, se traduisant par le renflement, ramollissement ou toute autre forme de détérioration des coupelles SBR de cylindre de roue sont évalués grâce aux essais décrits ci-après.

- 3.12.1 Sommaire de l'essai. Quatre coupelles SBR de cylindre de roue, conformes aux normes de la SAE, sont mesurées et leur dureté est évaluée. Elles sont ensuite immergées, deux par bocal, dans le liquide d'essai. Un bocal est chauffé à  $70^{\circ}\text{C}$  pendant 70 heures, et l'autre, à  $120^{\circ}\text{C}$  pendant 70 heures. Les coupelles sont ensuite lavées, examinées pour voir si elles montrent des traces de désintégration, remesurées et leur dureté est réévaluée.
- 3.12.2 Appareillage
- a) Four. Voir 3.6.2 c).
  - b) Bocaux en verre avec couvercles. Deux bocaux cylindriques en verre, à col fileté, ayant chacun une capacité d'environ 250 mL et des dimensions intérieures d'environ 125 mm de hauteur et 50 mm de diamètre, munis d'un couvercle d'acier étamé (sans rondelle d'étanchéité ni enduit organique).
  - c) Coupelles SBR. Voir 4.6.

- 3.12.3 Préparation. Mesurer le diamètre de base des coupelles SBR, selon les indications données en 3.6.4 b), et la dureté de chacune, conformément à ce qui est prescrit en 4.4.
- 3.12.4 Mode opératoire. Laver les coupelles dans de l'éthanol à 90 % (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) (voir 4.3) pendant 30 secondes au maximum et sécher rapidement avec un chiffon propre non pelucheux. Au moyen de pincettes, placer deux coupelles dans chacun des deux bocal; verser 75 mL de liquide pour freins dans chaque bocal et boucher hermétiquement. Placer l'un des bocal dans un four à  $70 \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant  $70 \pm 2$  heures, et l'autre dans un four à  $120 \pm 2^{\circ}\text{C}$  pendant  $70 \pm 2$  heures. Laisser chaque bocal refroidir pendant 60 à 90 minutes à  $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Retirer les coupelles et les laver à l'éthanol (ou à d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) pendant 30 secondes au maximum; assécher rapidement. Voir s'il y a eu désintégration des coupelles se traduisant par le gommage, la formation d'ampoules ou l'encrassement. Mesurer le diamètre de base et la dureté de chaque coupelle dans les 15 minutes qui suivent sa sortie du liquide à l'essai.
- 3.12.5 Calcul
- Calculer la variation du diamètre de base de chaque coupelle. Si les deux valeurs, à chaque température, diffèrent par 0,10 mm au maximum, en faire la moyenne à 0,02 mm près. Si les deux valeurs diffèrent par plus de 0,10 mm, répéter l'essai à la température appropriée et faire la moyenne des quatre valeurs pour obtenir le changement du diamètre de base.
  - Calculer la variation de dureté de chaque coupelle. La moyenne des résultats obtenus pour chaque paire constitue la variation de dureté.
  - Noter toute désintégration se traduisant par du gommage, la formation d'ampoules ou l'encrassement.

### 3.13 CARACTÉRISTIQUES DE FONCTIONNEMENT

Évaluer les propriétés de lubrification, la compatibilité des composants, la résistance aux fuites et autres qualités connexes d'un liquide pour freins en effectuant sur un échantillon, les essais décrits ci-après.

- 3.13.1 Sommaire de l'essai. Un liquide pour freins est mis à l'essai dans des conditions contrôlées, à haute température, dans un système de freinage hydraulique de véhicule automobile simulé consistant en



trois cylindres de roues commandés directement par un maître cylindre auxquels ils sont reliés par des tubes d'acier. Des pièces de référence normalisées sont utilisées. Toutes les pièces sont soigneusement nettoyées, examinées et certaines mesures sont faites immédiatement avant de procéder au montage requis pour l'essai. Au cours de l'essai, la température, le taux d'élévation de la pression, la pression maximale et le régime de fonctionnement sont spécifiés et contrôlés. Le système est examiné périodiquement en cours de fonctionnement pour s'assurer qu'il ne s'y produit pas de fuites trop importantes. Par la suite, le système est démonté. Les pièces métalliques et les coupelles SBR sont examinées et mesurées à nouveau. Le liquide pour freins et tout dépôt ou débris qu'il contiendrait sont recueillis, examinés et mis à l'essai.

- 3.13.2 Appareillage. Soit l'appareillage d'essai à tambour et segment (voir figure 1 de la norme SAE J1703b) en utilisant seulement trois ensembles d'assemblages à tambour et segment, soit un dispositif d'essai tel que démontré à la figure 2 de la norme SAE J1703 NOV83, « Motor Vehicle Brake Fluid », novembre 1983, et monté selon les indications de la figure 1 de la norme SAE J1703 NOV83. L'essai nécessite les pièces énumérées ci-après.
- a) Montages de freins. Avec l'appareillage d'essai à tambour et segment : trois ensembles de tambours et segments (SAE RM-29a) comprenant trois segments de freins comprimés et trois segments de freins tendus avec revêtements, et trois assemblages de tambour de freins avant ainsi que les pièces d'assemblage nécessaires. Avec le second dispositif d'essai : trois ensembles d'essai comprenant les plaques de montage nécessaires pour assembler les cylindres de roue.
- b) Mécanisme de serrage de frein. Un mécanisme de commande permettant d'appliquer une force sur la tige de poussée du maître-cylindre sans pression latérale. L'intensité de la force appliquée à l'aide du mécanisme de commande doit être réglable et suffisante pour produire, par l'intermédiaire du cylindre, une force de serrage d'au moins 6 867 kPa dans le système de freinage simulé. Un manomètre hydraulique ou un manomètre enregistreur, dont la graduation va au moins de 0 à 6 867 kPa doit être installé entre le maître cylindre et les freins et muni d'une soupape d'arrêt et d'une valve de drainage destinée à évacuer l'air des tubes de raccord. Le mécanisme de commande doit être conçu pour permettre des régimes d'essai d'environ 1000 cycles à l'heure. Utiliser un

compteur mécanique ou électrique pour enregistrer le nombre total de cycles.

- c) Chambre à bain d'air chauffée. Chambre isolée ou four d'une capacité suffisante pour contenir les trois freins montés ou le second dispositif d'essai, le maître cylindre et les raccords nécessaires. Un système de chauffage à réglage thermostatique est nécessaire pour maintenir une température de  $70 \pm 5^\circ\text{C}$  ou de  $120 \pm 5^\circ\text{C}$ . Les éléments chauffants devront être protégés pour empêcher tout rayonnement calorifique de parvenir directement aux cylindres de roues ou au maître cylindre.
- d) Montage de maître cylindre (MC) (SAE RM-15a). Un cylindre de système de freinage hydraulique à enveloppe en fonte, d'environ 28 mm de diamètre, muni d'un couvercle de remplissage et d'un tuyau de refoulement (voir 3.13.2 e)). Le piston du MC doit être fait de l'alliage à base de cuivre SAE CA 360 (semi dur). Utiliser un nouveau maître cylindre pour chaque essai.
- e) Couvercle de remplissage et tuyau de refoulement. Bouchon de remplissage muni d'un tuyau de refoulement en verre ou en acier sans revêtement. Le tuyau de refoulement doit avoir un diamètre suffisant pour permettre la dilatation thermique tout en rendant possible la mesure et le réglage du niveau de liquide dans le circuit, à 3 mL près. Le couvercle et le tuyau de refoulement peuvent être nettoyés et réutilisés.
- f) Cylindres de roue (SAE RM-14a). Trois cylindres de roues à alésage cylindrique et enveloppe en fonte, neufs, d'environ 28 mm de diamètre chacun pour chaque essai. Les pistons doivent être faits d'alliage d'aluminium SAE AA 2024 sans traitement anodique.
- g) Micromètre. Voir 3.6.2 d).

### 3.13.3 Accessoires

- a) Coupelles de freins SBR normalisées. Pour chaque essai, six coupelles SBR de cylindre de roue, une coupelle primaire, et une coupelle secondaire de maître cylindre normalisées, conformes à ce qui est prescrit en 4.6.
- b) Tubes d'acier. Tubes en acier, à double paroi, conformes à la norme SAE J527. Il est indispensable de remplacer tous les tubes lorsqu'une inspection visuelle révèle la présence de corrosion ou de dépôts sur la surface intérieure des tubes. Le tube raccordant le

maître cylindre et un cylindre de roue doit être remplacé après chaque essai (longueur minimale : 91 cm). Les tubes reliant le maître cylindre aux cylindres de roue doivent avoir un diamètre uniforme. Le maître cylindre normalisé possède deux ouvertures destinées à recevoir des tubes qui doivent toutes deux être utilisées.

#### 3.13.4 Préparation de l'appareillage d'essai

- a) Cylindres de roue. Utiliser des cylindres de roue neufs. Démontez les cylindres et rejetez les coupelles. Nettoyer à l'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) toutes les parties métalliques. S'assurer que les surfaces de travail sont exemptes d'entailles, d'usure et de piqûres, et que l'alésage des cylindres ne présente pas de rugosités; rejeter toute pièce défectueuse. Faire disparaître toutes les taches des parois des cylindres avec un chiffon à polir et de l'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés). S'il est impossible de faire disparaître les taches, rejeter le cylindre. Mesurer, à environ 19 mm de chaque extrémité de l'alésage du cylindre, le diamètre intérieur de chaque cylindre, le long de l'axe de l'ouverture d'arrivée du liquide et perpendiculairement à cet axe. Rejeter le cylindre si l'une de ces quatre dimensions ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,66 et 28,60 mm. Mesurer le diamètre extérieur de chacune des extrémités du piston du maître cylindre, à deux points situés environ à 90° l'un de l'autre. Rejeter le piston si l'une de ces quatre dimensions ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,55 et 28,52 mm. Choisir les pièces en veillant que le jeu entre chaque piston et son cylindre soit compris entre 0,08 et 0,13 mm. Utiliser des coupelles SBR neuves. Pour enlever la poussière et les débris, rincer les coupelles dans de l'alcool éthylique à 90 % pendant au plus 30 secondes et sécher avec un chiffon propre non pelucheux. Rejeter toute coupelle montrant des imperfections comme des entailles, des défauts de moulure ou des ampoules. Mesurer à 0,02 mm près, le diamètre de lèvre et le diamètre de base de chaque coupelle au moyen d'un comparateur optique ou d'un micromètre, le long de l'axe des inscriptions de la SAE et des inscriptions identifiant le type de caoutchouc et perpendiculairement à cet axe. Mesurer le diamètre de base à au moins 0,4 mm au-dessus du rebord inférieur et parallèlement à la base de la coupelle. Rejeter toute coupelle dont les diamètres de lèvre et de base mesurés différeraient de plus de 0,08 mm. Calculer la moyenne des diamètres de base et de lèvre de chaque coupelle. Déterminer la dureté de toutes les coupelles, selon les indications données en 4.4. Tremper les pièces

de caoutchouc et de métal des cylindres de roue, à l'exception de l'enveloppe et des gaines d'étanchéité en caoutchouc, dans le liquide à l'essai, et les monter conformément aux instructions du fabricant. Actionner manuellement les pistons pour s'assurer qu'ils se déplacent facilement. Installer les cylindres dans le système de freinage simulé.

- b) Maître cylindre. Utiliser un maître cylindre neuf et des coupelles SBR normalisées de maître cylindre primaire et secondaire neuves. Inspecter, nettoyer et mesurer les coupelles de la manière prescrite en 3.13.4 a), en omettant la mesure de la dureté de la coupelle de maître cylindre secondaire. Toutefois, avant de mesurer les diamètres de lèvre et de base de la coupelle secondaire, la tremper dans le liquide pour freins à l'essai, la monter sur le piston de maître cylindre et maintenir l'ensemble en position verticale à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$  pendant au moins 12 heures. Inspecter les orifices d'alimentation et de décharge du maître cylindre; le rejeter si ces orifices présentent des barbes ou des aspérités. Mesurer le diamètre intérieur du cylindre à deux endroits (à mi-chemin entre les orifices d'alimentation et de décharge et à environ 19 mm au-delà de l'orifice de décharge, vers le bas ou l'extrémité de décharge de l'alésage) en prenant les mesures, à chaque endroit, le long des axes horizontaux et verticaux de l'alésage. Rejeter le cylindre si l'une des dimensions mesurées ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,65 et 28,57 mm. Mesurer le diamètre extérieur de chacune des extrémités du piston du maître cylindre, à deux points situés environ à  $90^\circ$  l'un de l'autre. Rejeter le piston si l'une de ces quatre dimensions ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,55 et 28,52 mm. Tremper les pièces de caoutchouc et de métal du maître cylindre, à l'exception de l'enveloppe et de l'ensemble tige de poussée-gaine d'étanchéité, dans le liquide pour freins, et monter le tout conformément aux instructions du fabricant. Actionner manuellement le piston du maître cylindre afin de s'assurer qu'il se déplace facilement. Installer le maître cylindre dans le système de freinage simulé.
- c) Montage et ajustement de l'appareillage d'essai.
- (i) Lorsqu'on utilise un appareillage du type à segment et tambour, ajuster le segment de frein de façon à laisser un jeu au bout du segment de  $1,0 \pm 0,1$  mm. Remplir le circuit de liquide pour freins, en purgeant tous les cylindres de roues et le manomètre de l'air qu'ils contiennent. Actionner manuellement la commande de façon à appliquer une pression plus élevée que la pression de

fonctionnement et inspecter le système pour voir s'il y a eu des fuites. Régler le commande ou la soupape de décharge (ou les deux) pour obtenir une pression de  $6\,867 \pm 343$  kPa. Il est nécessaire d'établir un diagramme de pression régulier lorsqu'on utilise un appareillage de type à tambour et segments. La pression est relativement faible au cours de la première partie du cycle, puis augmente doucement jusqu'au maximum, enregistré au bout de la course du piston, ce qui permet à la coupelle primaire de dépasser l'orifice de compensation à une pression relativement faible. Dans le cas du second dispositif d'essai, régler le commande ou la soupape de décharge (ou les deux) pour obtenir une pression de  $6\,867 \pm 343$  kPa.

- (ii) Régler le régime à  $1000 \pm 100$  cycles à l'heure. Noter le niveau de liquide dans le tuyau de refoulement du maître cylindre.

3.13.5 Mode opératoire. Faire fonctionner le circuit pendant  $16\,000 \pm 1\,000$  cycles à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ . Réparer toute fuite, régler à nouveau le jeu des segments de frein et, au besoin, rajouter du liquide dans le tuyau de refoulement du maître cylindre afin de rétablir le niveau d'origine. Recommencer l'essai et régler l'allure de chauffage de la chambre de façon que la température atteigne  $120 \pm 5^\circ\text{C}$  en  $6 \pm 2$  heures. Au cours de l'essai, observer si les cylindres de roue fonctionnent correctement et noter la quantité de liquide nécessaire pour compenser les pertes, à des intervalles de 24 000 cycles. Arrêter l'essai après avoir enregistré un total de 85 000 cycles. Ce total doit inclure les cycles accomplis au cours de l'essai à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$  et les cycles nécessaires pour amener le circuit à la température de fonctionnement. Laisser le système refroidir à la température ambiante. Voir s'il y a eu des fuites aux cylindres de roue. Faire fonctionner l'ensemble pendant 100 cycles additionnels, examiner à nouveau les cylindres de roue pour voir s'il s'y est produit des fuites et noter la perte de liquide en volume. Dans les 16 heures qui suivent la fin de l'essai, retirer le maître cylindre et les cylindres de roue du système, en bouchant immédiatement les orifices pour retenir le liquide dans les cylindres. Démontez ces derniers et recueillir dans un bocal en verre le liquide qu'ils contiennent. En recueillant le liquide à l'essai, enlever tous les résidus déposés sur les parties intérieures en métal ou en caoutchouc en rinçant et en agitant ces parties dans le liquide et en utilisant une brosse à poil mou pour détacher tous les sédiments non incrustés. Nettoyer les coupelles SBR dans l'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés) et sécher. Examiner les coupelles pour voir si elles montrent des traces de gommage, d'érosion, de formation d'ampoules, de

fendillement, d'ébrèchement ou tout autre changement anormal de forme par rapport à leur aspect primitif. Dans l'heure qui suit le démontage, mesurer les diamètres de lèvre et de base de chaque coupelle, en suivant les indications données en 3.13.4 a) et b), sauf que les diamètres de lèvre et de base de chaque coupelle peuvent différer de plus de 0,08 mm. Déterminer la dureté de chaque coupelle, conformément aux indications données en 4.4. Noter tout dépôt boueux ou gelée présent dans le liquide à l'essai. Dans l'heure qui suit la purge des cylindres, agiter le liquide dans le bocal de verre pour mettre les dépôts en suspension, prélever 100 mL de ce liquide et le verser dans un tube de centrifugation, puis déterminer le pourcentage de sédimentation selon les indications données en 4.5. Laisser reposer le tube et le liquide pendant 24 heures, centrifuger à nouveau et noter toute augmentation du pourcentage de sédimentation. Inspecter les diverses parties des cylindres, noter tout gommage ou toute piqûre sur les pistons et les parois des cylindres. Ne pas tenir compte des taches ni de la décoloration. Frotter, avec un chiffon doux et propre imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des DOT 5 SBBF sont essayés), tous les dépôts adhérant aux parois des cylindres, afin de voir s'ils sont abrasifs et se détachent. Nettoyer les pièces des cylindres dans de l'éthanol (ou dans l'isopropanol lorsque des liquides DOT 5 sont essayés) et sécher. Mesurer les diamètres des pistons et des cylindres, conformément à ce qui est prescrit en 3.13.4 a) et b). Recommencer l'essai si l'on constate une anomalie mécanique susceptible de nuire à l'évaluation du liquide pour freins.

### 3.13.6 Calcul

- a) Calculer les variations de diamètre des cylindres et des pistons.
- b) Calculer la diminution moyenne de dureté des sept coupelles essayées, ainsi que leurs diminutions de dureté respectives.
- c) Calculer l'augmentation du diamètre de base de chacune des huit coupelles.
- d) Calculer le pourcentage de déformation du diamètre de lèvre de chacune des huit coupelles par la formule ci-après et obtenir la moyenne des huit résultats.

$$(D_1 - D_2) / (D_1 - D_3) \times 100 \% = \text{pourcentage de déformation du diamètre de lèvre}$$

où :

$D_1$  = Diamètre de lèvre primitif

$D_2$  = Diamètre de lèvre final

$D_3$  = Diamètre primitif de l'alésage du cylindre.

## **4. METHODES D'ESSAI AUXILIAIRES ET NORMES CONCERNANT LES REACTIFS**

---

### **4.1 EAU DISTILLÉE**

Eau de réaction conforme aux dispositions de la norme ASTM D1193-70 « Standard Specifications for Reagent Water » ou eau d'égale pureté.

### **4.2 TENEUR EN EAU DES LIQUIDES POUR FREINS DE VÉHICULES AUTOMOBILES**

Employer des méthodes analytiques s'inspirant de la norme ASTM D1123-59, « Standard Method of Test for Water in Concentrated Engine Antifreezes by the Iodine Reagent Method », pour déterminer la teneur en eau des liquides pour freins, ou d'autres méthodes analytiques permettant d'obtenir des résultats comparables. Pour être acceptable, toute autre méthode doit permettre de mesurer le poids d'eau ajouté aux échantillons de liquide de compatibilité SAE et TEGME avec une précision minimale de  $\pm 15\%$ , si la proportion d'eau ajoutée ne dépasse pas  $0,8\%$  en poids, et, dans le cas contraire, avec une précision de  $\pm 5\%$ . Le liquide de compatibilité SAE utilisé dans la préparation des échantillons doit avoir un ERBP d'origine d'au moins  $205^\circ\text{C}$  lorsqu'il est mis à l'épreuve conformément à ce qui est prescrit en 3.1. Le liquide SAE TEGME utilisé pour préparer les échantillons doit avoir un ERBP d'au minimum  $240^\circ\text{C}$  lorsqu'essayé selon les exigences de 3.1.

### **4.3 ÉTHANOL**

Alcool éthylique USP ou ACS à  $95\%$  (190 de preuve) ou un alcool spécialement dénaturé, formule 3-A, de la même concentration (tel qu'indiqué à « Title 27, Code of Federal Regulations 21.35 »). Pour les lavages préliminaires du matériel, utiliser de l'alcool éthylique à  $90\%$  environ, obtenu en ajoutant 5 parties d'eau distillé à 95 parties d'éthanol.

## 4.4 MESURE DE LA DURETÉ DES COUPELLES DE FREINS SBR

Les mesures de dureté des coupelles SBR de cylindres de roue et des coupelles primaires de maître cylindre doivent être faites au moyen de l'appareillage et conformément au mode opératoire décrits ci-après.

### 4.4.1 Appareillage

- a) Enclume. Enclume en caoutchouc à sommet circulaire plat de  $20 \pm 1$  mm de diamètre, d'au moins 9 mm d'épaisseur et d'une dureté se situant à 5 IRHD près de celle de la coupelle SBR à l'essai.
- b) Appareil de mesure de la dureté. Appareil conforme aux dispositions de la norme ASTM D1415-68 « Standard Method of Test for International Hardness of Vulcanized Natural and Synthetic Rubbers » et gradué directement en unités IRHD.

4.4.2 Mode opératoire. Procéder à des mesures de la dureté à  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ . Mettre l'appareil d'essai et les enclumes à cette température, avant usage. Centrer les coupelles de freins, lèvre vers le bas, sur une enclume de la dureté appropriée. En suivant les instructions du fabricant concernant l'utilisation de l'appareil de mesure de la dureté, prendre des mesures en quatre points situés à 6 mm du centre de la coupelle présentant un écart angulaire de  $90^\circ$  l'un par rapport à l'autre. Calculer la moyenne des quatre résultats et arrondir à l'unité IRHD la plus proche.

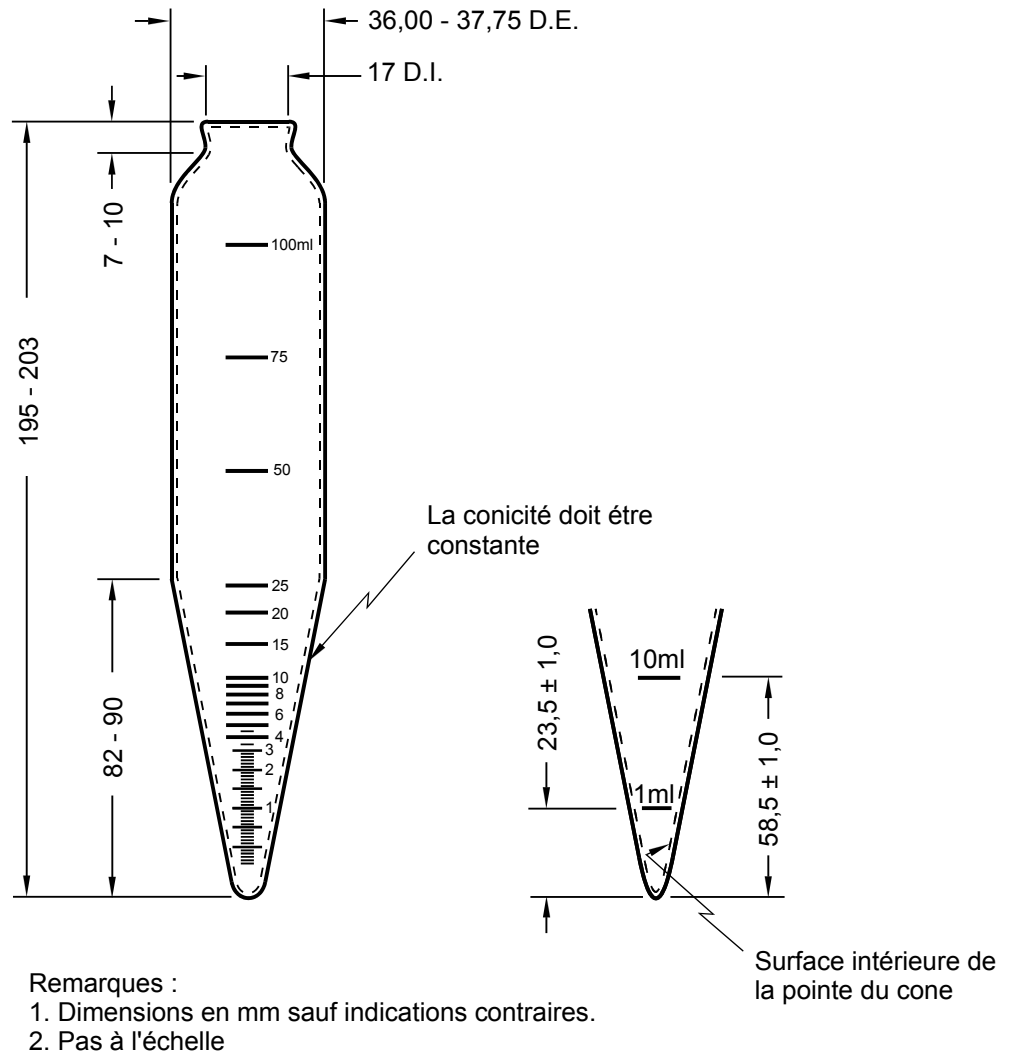
## 4.5 SÉDIMENTS OBTENUS PAR CENTRIFUGATION

La quantité de sédiments contenus dans le liquide à l'essai doit être mesurée par la méthode suivante.

### 4.5.1 Appareillage

- a) Tubes de centrifugation. Tubes de centrifugation coniques, de dimensions conformes à celles de la figure 6 et faits de verre entièrement recuit. La graduation doit être établie selon le modèle de la figure 6 et être clairement et distinctement visible. La marge d'erreur admissible pour l'échelle ainsi que les graduations secondaires subdivisant les diverses marques d'étalonnage sont prescrites au tableau III et s'appliquent à des étalonnages effectués à  $20^\circ\text{C}$  avec de l'eau exempte d'air.





**FIGURE 6 - ASTM TUBE DE CENTRIFUGATION 8 po.**

**TABLEAU III – TOLÉRANCES D'ÉTALONNAGE POUR UN TUBE DE CENTRIFUGATION DE 8 POUCES**

Échelle, mL	Subdivision, mL	Tolérance volumétrique, mL
0 à 0,1	0,05	± 0,02
>0,1 à 0,3	0,05	± 0,03
>0,3 à 0,5	0,05	± 0,05
>0,5 à 1	0,10	± 0,05
>1 à 2	0,10	± 0,10
>2 à 3	0,20	± 0,10
>3 à 5	0,5	± 0,20
>5 à 10	1	± 0,50
>10 à 25	5	± 1,00
>25 à 100	25	± 1,00

- b) Centrifugeuse. Une centrifugeuse capable de faire tourbillonner deux tubes de centrifugation pleins ou plus, à une vitesse pouvant être réglée pour donner une force centrifuge relative (f.c.r.) de 600 à 700, à l'extrémité des tubes. La tête tournante, la ceinture du convertisseur et les coupelles tourillons, y compris l'amortisseur en caoutchouc, doivent pouvoir supporter la force de centrifugation maximale que peut produire le couple moteur. Les coupelles tourillons et les amortisseurs doivent supporter fermement les tubes lorsque la centrifugeuse est en mouvement.

Calculer la vitesse de rotation de la tête tournante au moyen de l'équation suivante :

$$\text{tours par minute} = 265 \times (\text{f.c.r./d})^{1/2}$$

où:

f.c.r. = Force centrifuge relative, et

d = Diamètre de rotation, en pouces, mesuré entre les extrémités de deux tubes diamétralement opposés, en position de rotation.

Les rapports entre le diamètre de rotation, la force centrifuge relative (f.c.r.) et les tours par minute sont indiqués au tableau IV.

**TABLEAU IV - VITESSES DE ROTATION DE CENTRIFUGEUSES DE DIVERS DIAMÈTRES**

Diamètre de rotation, pouces <sup>a</sup>	Tours par minute à 600 f.c.r.	Tours par minute à 700 f.c.r.
19	1490	1610
20	1450	1570
21	1420	1530
22	1390	1500

<sup>a</sup> Mesuré en pouces, entre les extrémités de deux tubes diamétralement opposés en position de rotation.

- 4.5.2 Mode opératoire. Équilibrer les tubes de centrifugation bouchés avec leurs coupelles tourillons respectives, par paires, à l'aide d'une balance, conformément aux instructions du fabricant de la centrifugeuse, puis placer les tubes l'un vis-à-vis de l'autre sur la tête de la centrifugeuse. Lorsque l'essai ne porte que sur un seul tube, utiliser un montage factice pour remplacer le second. Faire tourner l'appareil en mouvement pendant 10 minutes, à un régime suffisant pour produire une f.c.r. de 600 à 700 aux extrémités des tubes en rotation. Recommencer jusqu'à ce que le volume de sédiment dans chaque tube demeure constant pendant trois lectures consécutives.
- 4.5.3 Calcul. Noter le volume de sédiment solide au bas du tube de centrifugation et calculer le pourcentage de sédimentation en volume. Lorsque plusieurs déterminations sont prescrites, inscrire la moyenne des résultats.

## **4.6 COUPELLES DE FREINS NORMALISÉES EN CAOUTCHOUC BUTADIÈNE - STYRÈNE (SBR)**

Les coupelles de freins SBR employées dans les essais de liquides pour freins de véhicules automobiles doivent être fabriquées selon la formule suivante :

## FORMULE DE COMPOSITION DU CAOUTCHOUC

Ingrédients	Parties, en poids
Caoutchouc butadiène-styrène type 1503	100
Noir d'huile de chauffe (NBS 378)	40
Oxyde de zinc (NBS 370)	5
Soufre (NBS 371)	0,25
Acide stéarique (NBS 372)	1
n-butyl tertiaire-2-benzothiazyl- sulfénamide (NBS 384)	1
Dibetanaphtyl-p- phénylénédiamine symétrique	1,5
Peroxyde de dicumyle à 40 % dilué dans un précipité de CaCO <sub>3</sub> <sup>2</sup>	4,5
Total	153,25

<sup>1</sup> Le philprène 1503 convient à cet usage.

<sup>2</sup> N'utiliser que dans les 90 jours qui suivent la fabrication et entreposer à une température inférieure à 27 °C.

**REMARQUE :** Les ingrédients accompagnés de la mention (NBS ...) doivent avoir des propriétés identiques à celles que prescrit le « National Bureau of Standards » (des États-Unis).

La composition, la vulcanisation, les propriétés physiques, les dimensions et les autres caractéristiques des coupelles finies doivent être conformes à ce qui est prescrit à l'Annexe B de la norme SAE J1703b. Les coupelles utilisées lors des essais de liquide pour freins doivent avoir été fabriquées moins de 6 mois auparavant, lorsqu'elles ont été entreposées à une température inférieure à 30 °C ou moins de 36 mois auparavant si elles ont été entreposées à des températures inférieures à -15 °C. Après leur sortie de la chambre réfrigérée, les coupelles doivent être conditionnées, base vers le bas, sur une surface plane, pendant au

moins 12 heures à la température ambiante afin qu'elles puissent reprendre leurs vraies dimensions avant d'être mesurées.

## **4.7 ISOPROPANOL**

ACS ou formule réactive.