



Transports Canada
Sécurité et sûreté

Transport Canada
Safety and Security

Sécurité routière

Road Safety

Division des normes et règlements

DOCUMENT DE NORMES TECHNIQUES

N° 116, Révision 0

Liquides pour frein de véhicules automobiles

Le texte du présent document se fonde sur le *Code of Federal Regulations* des États-Unis, titre 49, partie 571, *Federal Motor Vehicle Safety Standard No. 116, Motor vehicle brake fluids*, révisé le 1^{er} octobre 2004, ainsi que sur la *Final Rule* publiée dans le *Federal Register* le vendredi 19 novembre 2004 (vol. 69, n° 223, p. 67654).

Date d'entrée en vigueur : **x mois année**
Date d'application obligatoire : **mois+6 année**

Direction de la recherche et du développement en matière de normes
Direction générale de la sécurité routière et de la réglementation automobile
TRANSPORTS CANADA
Ottawa (Ontario)
K1A 0N5

Document de normes techniques Numéro 116, Révision 0

Liquides pour frein de véhicules automobiles

(This Document is also available in English.)

Introduction

Conformément à l'article 12 de la Loi sur la sécurité automobile, un Document de normes techniques (DNT) est un document qui reproduit un texte réglementaire d'un gouvernement étranger (par ex., une Federal Motor Vehicle Safety Standard publiée par la National Highway Traffic Safety Administration des États-Unis). Conformément à la Loi, le Règlement sur la sécurité des véhicules automobiles peut modifier ou supplanter certaines dispositions incluses dans un DNT ou prescrire des exigences supplémentaires. En conséquence, il est recommandé d'utiliser un DNT conjointement avec la Loi et le Règlement pertinents. À titre indicatif, lorsque des modifications ont été apportées, le numéro du paragraphe est indiqué entre parenthèses dans la marge du DNT.

Les DNT sont révisés de temps à autre afin d'y incorporer les modifications apportées au document de référence et un avis de révision est publié dans la Partie I de la Gazette du Canada. Un numéro de révision est assigné à tous les DNT, « Révision 0 » indiquant la version originale.

Identification des changements

Afin de faciliter l'incorporation d'un DNT, certains changements de nature non technique peuvent être apportés au texte réglementaire étranger. Il peut s'agir de la suppression de mots, d'expressions, de figures ou de passages qui ne s'appliquent pas aux termes de la Loi ou du Règlement, de la conversion d'unités impériales en unités métriques, de la suppression de dates périmées et de remaniements mineurs du texte. Les ajouts sont soulignés, et les dispositions qui ne s'appliquent pas sont rayées. Lorsqu'un passage complet a été supprimé, il est remplacé par « [PASSAGE SUPPRIMÉ] ». Des changements sont aussi apportés dans les exigences relatives aux rapports ou dans la référence à un texte réglementaire étranger qui ne s'applique pas au Canada. Par exemple, le nom et l'adresse du Department of Transportation des États-Unis sont remplacés par ceux du ministère des Transports.

Dates d'entrée en vigueur

La version originale d'un DNT entre en vigueur à la date de la publication dans la Partie II de la Gazette du Canada du Règlement dans lequel elle est incorporée pour la première fois par renvoi. Les révisions subséquentes d'un DNT entrent en vigueur à la date de publication de l'avis de révision dans la Partie I de la Gazette du Canada. La date d'entrée en vigueur est celle de la publication de la modification finale ou de l'avis de révision dans la Gazette du Canada. La conformité aux exigences d'un nouveau DNT n'est pas obligatoire pendant les six mois qui suivent la date d'entrée en vigueur. Au cours de cette période, il est permis de continuer de se conformer aux exigences du Règlement ou du DNT antérieur. Les fabricants

et les importateurs doivent se conformer aux exigences du nouveau DNT à partir de la date de son application obligatoire.

Version officielle des Documents de normes techniques

Les Documents de normes techniques peuvent être consultés électroniquement dans les formats HTML et PDF sur le site Web du ministère des Transports à www.tc.gc.ca/Securiteroutiere/mvstm_tsd/index_f.htm. La version PDF est une réplique du DNT publié par le Ministère et elle doit être utilisée aux fins d'interprétation et d'application juridiques. La version HTML est fournie à titre d'information seulement.

(Copie originale signée par)

Directeur, Recherche et développement en
matière de normes
pour le ministre des Transports
Ottawa (Ontario)

TABLE DES MATIÈRES**Document de normes techniques
Numéro 116, Révision 0****LIQUIDES POUR FREIN DE VÉHICULES
AUTOMOBILES**

<i>Introduction</i>	<i>i</i>
<i>S1. Portée</i>	<i>1</i>
<i>S2. Objet</i>	<i>1</i>
<i>S3. Domaine d'application</i>	<i>1</i>
<i>S4. Définitions</i>	<i>1</i>
<i>S5. Exigences</i>	<i>2</i>
<i>S5.1 Liquides pour frein</i>	<i>2</i>
<i>S5.2 Exigences concernant l'emballage et l'étiquetage pour les liquides pour frein de véhicules automobiles</i>	<i>6</i>
<i>S5.3 Exigence concernant les véhicules automobiles</i>	<i>7</i>
<i>S6. Procédures d'essai</i>	<i>7</i>
<i>S6.1 Point d'équilibre d'ébullition à reflux (ERBP)</i>	<i>7</i>
<i>S6.2 ERBP humide</i>	<i>10</i>
<i>S6.3 Viscosité cinématique</i>	<i>12</i>
<i>S6.4 Valeur du pH</i>	<i>15</i>
<i>S6.5 Stabilité du liquide</i>	<i>18</i>
<i>S6.6 Corrosion</i>	<i>19</i>
<i>S6.7 Fluidité et aspect à basse température</i>	<i>23</i>
<i>S6.8 Évaporation</i>	<i>24</i>
<i>S6.9 Réaction à l'eau</i>	<i>24</i>
<i>S6.10 Miscibilité</i>	<i>25</i>
<i>S6.11 Résistance à l'oxydation</i>	<i>26</i>
<i>S6.12 Effets sur les coupelles SBR</i>	<i>28</i>
<i>S6.13 Caractéristiques de mouvement</i>	<i>29</i>
<i>S7. Méthodes d'essai auxiliaires et normes relatives aux réactifs</i>	<i>33</i>
<i>S7.1 Eau distillée</i>	<i>33</i>
<i>S7.2 Teneur en eau des liquides pour frein de véhicules automobiles</i>	<i>34</i>

S7.3 Éthanol _____	34
S7.4 Mesure de la dureté des coupelles de freins SBR _____	34
S7.5 Sédiments obtenus par centrifugation _____	34
S7.6 Coupelles de freins normalisées en caoutchouc butadiène-styrène (SBR) _____	37
S7.7 Isopropanol _____	38

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I _____	3
Tableau II — Fluidité et aspect à basse température _____	4
Tableau III — Correction due à la variation de la pression barométrique _____	10
Tableau IV — Thermomètres de viscosité cinématique _____	13
Tableau V — Tolérances d'étalonnage pour un tube de centrifugation de 8 pouces ____	36
Tableau VI — Vitesses de rotation de centrifugeuses de divers diamètres _____	37

LISTE DES FIGURES

Figure 1 — Point d'ébullition — appareillage d'essai.....	8
Figure 2 — Détail du ballon de 100 mL à col court.....	9
Figure 3 — Humidification — appareillage d'essai	12
Figure 4 — Assemblage des lamelles d'essai de corrosion.....	21
Figure 5 — Essai de corrosion — appareillage d'essai	23
Figure 6 — Tube de centrifugation ASTM de 8 pouces.....	35

Document de normes techniques
Numéro 116, Révision 0

Liquides pour frein de véhicules automobiles

Le texte du présent document se fonde sur le *Code of Federal Regulations* des États-Unis, titre 49, partie 571, *Federal Motor Vehicle Safety Standard No. 116, Motor vehicle brake fluids*, révisé le 1^{er} octobre 2004, ainsi que sur la *Final Rule* publiée dans le *Federal Register* le vendredi 19 novembre 2004 (vol. 69, n° 223, p. 67654).

S1. Portée

Le présent Document de normes techniques (DNT) ~~La présente norme~~ prescrit les exigences concernant les liquides pour frein utilisés dans les systèmes de freinage hydraulique des véhicules automobiles, ~~les contenants pour ces liquides et l'étiquetage de ces contenants.~~

S2. Objet

Le présent DNT ~~La présente norme~~ vise à réduire les défaillances dans les systèmes de freinage hydraulique des véhicules automobiles qui peuvent survenir en raison de la fabrication ou de l'utilisation d'un liquide impropre ou contaminé.

(1)

S3. Domaine d'application

[PASSAGE SUPPRIMÉ] Aux fins d'application, se référer à l'Annexe III et à l'article 116 de l'Annexe IV du Règlement sur la sécurité des véhicules automobiles.

S4. Définitions

Ampoule désigne une poche à la surface d'une coupelle de frein. (*Blisters*)

Ébréchée qualifiant une coupelle de frein, désigne l'état de la surface extérieure de cette coupelle lorsque de petits morceaux s'en sont détachés. (*Chipping*)

Échantillons identiques désigne deux échantillons de liquide pour frein prélevés dans un lot contenu dans un même emballage et soumis simultanément à des essais. (*Duplicate samples*)

~~**Emballeur** désigne une personne qui remplit des contenants avec du liquide pour frein qui sont par la suite distribués pour la vente au détail. (*Packager*)~~

Encrassement désigne la détérioration d'une coupelle de frein qui se traduit par la présence, sur la surface de la coupelle, de noir de carbone se détachant facilement et laissant une trace noire visible sur une feuille de papier bond blanc, lorsque la coupelle, chargée à 500 ± 10 grammes, est tirée, base vers le bas, sur la feuille placée sur une surface plane rigide. (*Sloughing*)

Éraflure désigne une érosion visible d'une partie de la surface extérieure d'une coupelle de frein. (*Scuffing*)

Gommage désigne l'état d'une coupelle de frein dont la surface retient les fibres d'un tampon de coton hydrophile U.S.P. passé sur la surface de la coupelle. (*Stickiness*)

Huile minérale pour système hydraulique désigne un liquide à base d'huile minérale conçu pour être employé dans les systèmes de freinage hydraulique des véhicules automobiles dans lesquels le liquide n'entre pas en contact avec du caoutchouc butadiène-styrène (SBR), du caoutchouc éthylène-propylène (EPR) ou du caoutchouc naturel (NR). (*Hydraulic system mineral oil*)

Liquide pour frein désigne un liquide conçu pour être utilisé dans un système de freinage hydraulique d'un véhicule automobile dans lequel il entrera en contact avec des composés élastomères faits de caoutchouc butadiène-styrène (SBR), de caoutchouc éthylène-propylène (EPR), l'âme de intérieur d'un boyau de frein de polychloroprène (CR) ou du caoutchouc naturel (NR). (*Brake fluid*)

Liquide pour frein à base de silicone (SBBF) désigne un liquide pour frein qui consiste en au moins 70 p. 100 en poids d'un diorgano polysiloxane. (*Silicone base brake fluid*)

Lot emballé désigne la quantité de liquide pour frein expédié par le fabricant à l'emballleur dans un seul contenant, ou la quantité de liquide pour frein fabriqué par une seule usine en 24 heures ou moins, avec le même matériel et sans changements dans les ingrédients. (*Packaged lot*)

S5. Exigences

La présente section prescrit les exigences de rendement des liquides pour frein des catégories DOT 3, DOT 4 et DOT 5; ~~les exigences concernant la certification des liquides pour frein; et les exigences concernant le scellage, l'étiquetage et le codage couleur des contenants pour les liquides pour frein et les huiles minérales pour circuit hydraulique.~~ Lorsqu'une gamme de tolérances est précisée, le liquide pour frein doit satisfaire aux exigences à tous points dans la gamme.

S5.1 Liquides pour frein

Lorsqu'ils sont mis à l'essai conformément à S6, les liquides pour frein doivent satisfaire aux exigences suivantes :

S5.1.1 Point d'équilibre d'ébullition à reflux (ERBP)

Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.1, l'ERBP ne doit pas être inférieur à la valeur suivante pour la catégorie indiquée :

- a) DOT 3 : 205°C (401°F).
- b) DOT 4 : 230°C (446°F).
- c) DOT 5 : 260°C (500°F).

S5.1.2 ERBP humide

Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.2, l'ERBP humide ne doit pas être inférieure à la valeur suivante pour la catégorie indiquée :

- a) DOT 3 : 140°C (284°F).
- b) DOT 4 : 155°C (311°F).
- c) DOT 5 : \pm 180°C (356°F).

S5.1.3 Viscosités cinématiques

Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.3, les viscosités cinématiques en millimètres carrés par seconde à des températures prescrites ne doivent pas être inférieures à 1,5 mm²/s à 100°C (212°F) ni supérieures à la valeur maximale suivante pour la catégorie indiquée :

- a) DOT 3 : 1 500 mm²/s à -40°C (-40°F).
- b) DOT 4 : 1 800 mm²/s à -40°C (-40°F).
- c) DOT 5 : 900 mm²/s à -40°C (-40°F).

S5.1.4 Valeur du pH

Lorsqu'un liquide pour frein, sauf le DOT 5 SBBF, est mis à l'essai conformément à S6.4, la valeur du pH ne doit pas être inférieure à 7,0 ni supérieure à 11,5.

S5.1.5 Stabilité du liquide pour frein

S5.1.5.1 Stabilité à température élevée. Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.5.3, l'ERBP ne doit pas varier de plus de 3°C (5,4°F) plus 0,05°C (0,09°F) par degré du ERBP du liquide dépassant 225°C (437°F).

S5.1.5.2 Stabilité chimique. Lorsqu'un liquide pour frein, sauf le DOT 5 SBBF, est mis à l'essai conformément à S6.5.4, la variation de température dans le mélange de liquide en reflux ne doit pas dépasser 3,0°C (5,4°F) plus 0,05°C (0,09°F) par degré du ERBP du liquide dépassant 225°C (437°F).

S5.1.6 Corrosion

Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.6 :

- a) Les lamelles d'essai métalliques ne doivent pas montrer de variations de masse poids supérieures aux limites indiquées au tableau 1 :

Tableau I

Matériau des lamelles métalliques	Variation de <u>masse poids</u> maximale autorisée, en mg/cm² de surface
Acier, fer étamé, fonte	0,2
Aluminium	0,1
Laiton, cuivre	0,4

- b) Sauf en ce qui concerne la surface de contact [13 ± 1 mm ($1/2 \pm 1/32$ pouce)] mesurée à partir de l'extrémité trouée de la lamelle d'essai], les lamelles métalliques ne doivent pas montrer de traces de piqûres ou de corrosion visibles à l'œil nu;
- c) Le mélange eau-liquide pour frein ne doit pas montrer de traces de gélification à $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$) à la fin de l'essai;
- d) Aucun dépôt cristallin ne doit se former et adhérer aux parois du flacon en verre ou à la surface des lamelles métalliques;
- e) La sédimentation du mélange eau-liquide pour frein ne doit pas être supérieure à 0,10 p. 100 en volume à la fin de l'essai;
- f) La valeur du pH du mélange eau-liquide pour frein, sauf le DOT 5 SBBF, ne doit pas être inférieure à 7,0 ni supérieure à 11,5 à la fin de l'essai;
- g) Les coupelles ne doivent pas montrer de traces de désintégration se traduisant par la formation d'ampoules ou d'encrassement à la fin de l'essai;
- h) La dureté de la coupelle ne doit pas être réduite de plus de 15 degrés internationaux de dureté du caoutchouc (DIDC);
- i) Le diamètre de la base des coupelles ne doit pas augmenter de plus de 1,4 mm (0,055 pouce).

S5.1.7 Fluidité et aspect à basse température

Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.7, à la température de vieillissement et pour la durée qui figurent au tableau II :

- a) Le liquide ne doit pas montrer de traces de dépôts de boue, de sédimentation, de cristallisation ou de stratification;
- b) Après inversion du flacon d'essai, le temps requis à la bulle d'air pour remonter à la surface ne doit pas être supérieur aux temps de remontée de la bulle indiqués au tableau II;
- c) Après avoir été réchauffé à la température ambiante, le liquide doit reprendre le même aspect et la même fluidité qu'il avait avant d'être refroidi.

Tableau II — Fluidité et aspect à basse température

Température de vieillissement	Temps de vieillissement (en heures)	Temps maximal de remontée de la bulle (en secondes)
$-40 \pm 2^\circ\text{C}$ ($-40 \pm 3,6^\circ\text{F}$)	$144 \pm 4,0$	10
$-50 \pm 2^\circ\text{C}$ ($-58 \pm 3,6^\circ\text{F}$)	$6 \pm 0,2$	35

S5.1.8 Évaporation

[Réservé]

S5.1.9 Réaction à l'eau

- a) À basse température. Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.9.3 a) :

- 1) Le liquide ne doit pas montrer de traces de dépôts de boue, de sédimentation, de cristallisation ou de stratification;
 - 2) Après inversion du tube de centrifugation, la bulle d'air doit remonter à la surface du liquide en 10 secondes au maximum;
 - 3) S'il est devenu trouble, le mélange eau-liquide pour frein doit retrouver sa limpidité et sa fluidité originales lorsqu'il est réchauffé à la température ambiante;
- b) À 60°C (140°F). Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.9.3 b) :
- 1) Le liquide ne doit pas montrer de traces de stratification;
 - 2) La sédimentation ne doit pas être supérieure à 0,15 p. 100 en volume après centrifugation.

S5.1.10 Miscibilité

- a) À basse température. Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.10.3 a), l'échantillon d'essai ne doit pas montrer de traces de dépôts de boue, de sédimentation ou de cristallisation. De plus, les liquides, sauf le DOT 5 SBBF, ne doivent pas montrer de traces de stratification.
 - b) À 60°C (140°F). Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.10.3 b) :
- 1) La sédimentation ne doit pas être supérieure à 0,05 p. 100 en volume après centrifugation;
 - 2) Les liquides, sauf le DOT 5 SBBF, ne doivent pas montrer de traces de stratification.

S5.1.11 Résistance à l'oxydation

Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.11 :

- a) Les lamelles métalliques ne doivent pas montrer de traces de piqûres ou de corrosion visibles à l'œil nu, à l'exclusion des surfaces en contact avec la feuille d'étain;
- b) Au plus une trace de gomme doit se déposer sur les lamelles métalliques, à l'exclusion des surfaces en contact avec la feuille d'étain;
- c) Les lamelles d'aluminium ne doivent pas varier de masse poids de plus de 0,05 mg/cm²;
- d) Les lamelles de fonte ne doivent pas varier de masse poids de plus de 0,3 mg/cm².

S5.1.12 Effets sur les coupelles

Lorsque les coupelles de frein sont en contact avec le liquide pour frein conformément à S6.12 :

- a) L'augmentation du diamètre de la base des coupelles ne doit pas être inférieure à 0,15 mm (0,006 pouce) ou supérieure à 1,40 mm (0,055 pouce);
- b) La réduction de la dureté des coupelles ne doit pas être supérieure à 10 DIDC à 70°C (158°F) ou supérieure à 15 DIDC à 120°C (248°F), et il ne doit se produire aucune augmentation de la dureté des coupelles;
- c) Les coupelles ne doivent pas montrer de traces de désintégration se traduisant par un gommage, la formation d'ampoules ou un encrassement.

S5.1.13 Caractéristiques de mouvement

Lorsqu'un liquide pour frein est mis à l'essai conformément à S6.13 :

- a) Les parties métalliques du dispositif d'essai ne doivent pas montrer de traces de piqûres ou de corrosion visibles à l'œil nu;
- b) La variation du diamètre de tout cylindre ou piston ne doit pas être supérieure à 0,13 mm (0,005 pouce);
- c) La diminution moyenne de la dureté de sept des huit coupelles à l'essai (six coupelles de cylindre de roue et une coupelle primaire de maître-cylindre) ne doit pas être supérieure à 15 DIDC. Une diminution de la dureté supérieure à 17 DIDC ne peut se produire que dans une des sept coupelles;
- d) Aucune des huit coupelles ne doit être en mauvaise condition de fonctionnement se traduisant par un gommage, des éraflures, la formation d'ampoules, des craquelures, des ébréchures ou tout autre changement de forme par rapport à son aspect d'origine;
- e) Aucune des huit coupelles ne doit montrer une augmentation du diamètre de la base supérieure à 0,90 mm (0,035 pouce);
- f) La déformation du diamètre moyen de lèvres des huit coupelles ne doit pas être supérieure à 65 p. 100;
- g) Pendant n'importe quelle période de 24 000 cycles, la perte de volume du liquide ne doit pas être supérieure à 36 mL;
- h) Les pistons des cylindres ne doivent pas geler ou mal fonctionner au cours de l'essai;
- i) La perte totale de liquide pendant les 100 derniers cycles de l'essai ne doit pas être supérieure à 36 mL;
- j) Le liquide ne doit pas montrer de formation de gelée à la fin de l'essai;
- k) La quantité de sédiments ne doit pas être supérieure à 1,5 p. 100 en volume à la fin de l'essai;
- l) Les cylindres de freins doivent être exempts de dépôts abrasifs ou qui ne peuvent être enlevés par frottement modéré avec un chiffon doux imbibé d'éthanol.

S5.1.14 Couleur du liquide

Le liquide pour frein et l'huile minérale pour système hydraulique doivent être de la couleur indiquée :

DOT 3, DOT 4 et DOT 5.1 non SBBF — incolore à ambré.

DOT 5 SBBF — violet.

Huile minérale pour système hydraulique — verte.

S5.2 Exigences concernant l'emballage et l'étiquetage pour les liquides pour frein de véhicules automobiles

[PASSAGE SUPPRIMÉ]

(1) **S5.3 Exigence concernant les véhicules automobiles**

[PASSAGE SUPPRIMÉ] Aux fins d'application, se référer à l'Annexe III et à l'article 116 de l'Annexe IV du Règlement sur la sécurité des véhicules automobiles.

S6. Procédures d'essai

S6.1 Point d'équilibre d'ébullition à reflux (ERBP)

Déterminer l'ERBP d'un liquide pour frein en soumettant deux échantillons identiques à la procédure suivante et en calculant la moyenne des résultats.

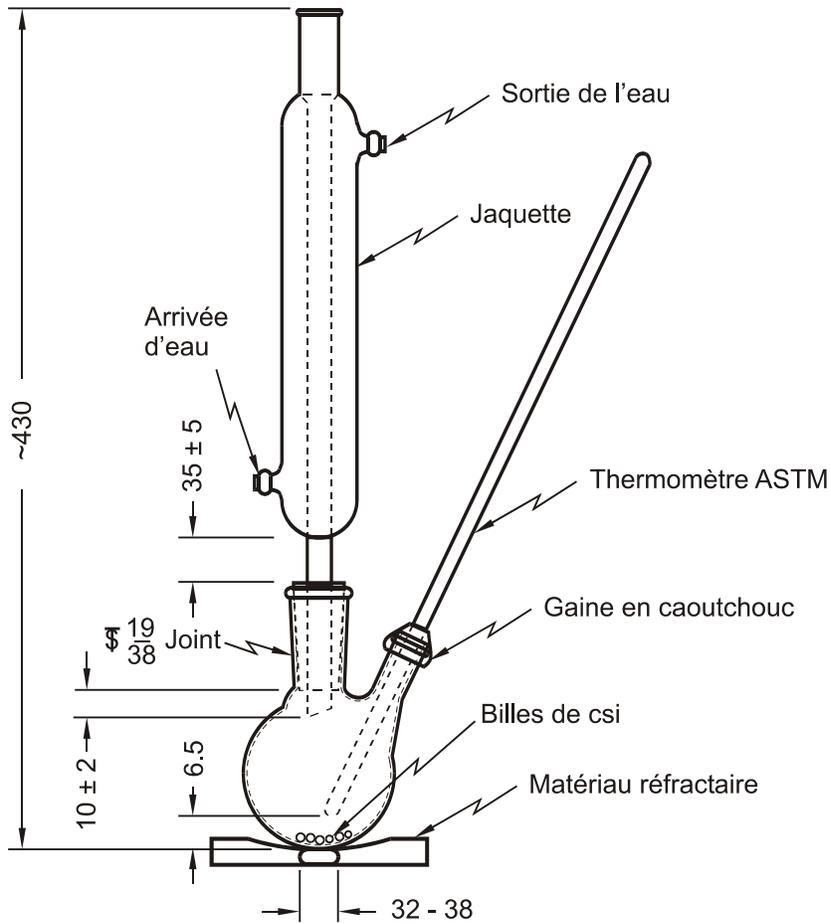
S6.1.1 Sommaire de la procédure

Soixante millilitres (mL) de liquide pour frein 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 selon les variations de la pression barométrique.

S6.1.2 Appareillage (voir la figure 1)

L'appareillage d'essai comprend ce qui suit :

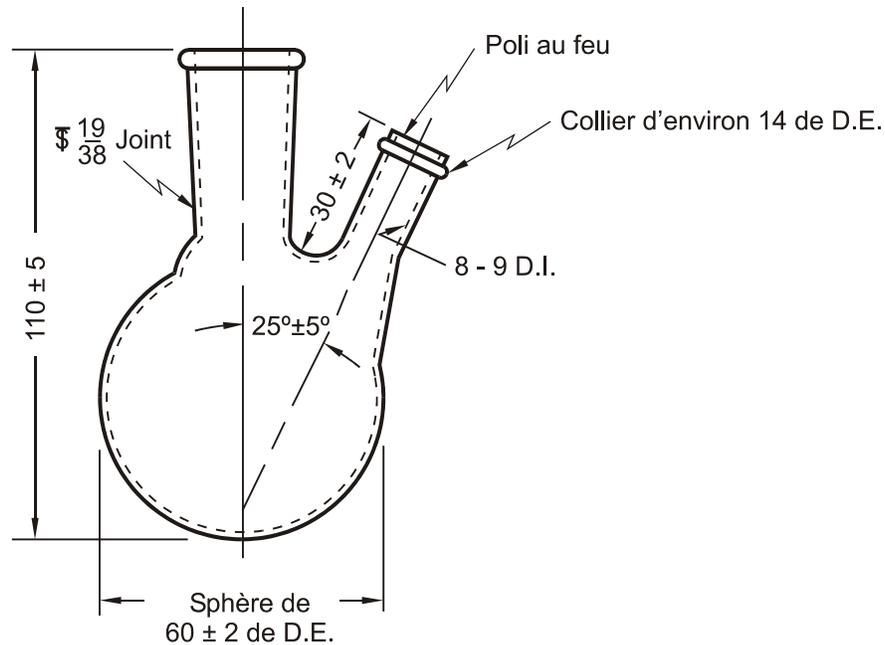
- a) Ballon (voir la figure 2). Un ballon de 100 mL à fond rond, à col court, en verre résistant à la chaleur, à col avec joint en verre à rodage femelle standard de 19/38 et ouverture latérale de diamètre extérieur de 10 mm, pouvant recevoir un thermomètre dont le bulbe est directement centré dans le ballon à 6,5 mm du fond;
- b) Condenseur. Un condenseur à tube de verre, du type à refroidissement par eau, à reflux, de 200 mm de longueur de jaquette, l'extrémité inférieure comporte un joint à rodage mâle standard de 19/38 à bout à goutte;
- c) Billes. Trois grains de carbure de silicium n° 8 d'environ 2 mm (0,08 pouce) de diamètre propres et non utilisés;
- d) Thermomètres. Des thermomètres étalonnés et calibrés, à immersion partielle (76 mm), et tige en verre plein, conformes aux exigences relatives aux thermomètres ASTM 2C ou 2F, et un thermomètre ASTM 3C ou 3F;
- e) Source de chaleur. Un manchon de chauffage variable contrôlé par autotransformateur, conçu pour s'adapter au ballon, ou un chauffage électrique réglé par rhéostat.



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 ballon de 100 mL à col court

S6.1.3 Préparation de l'appareillage

- a) Nettoyer et assécher soigneusement tout le matériel de verre.
- b) Introduire le thermomètre dans l'ouverture latérale jusqu'à ce que l'extrémité du bulbe soit à 6,5 mm (¼ pouce) du centre du fond du ballon. Obturer à l'aide d'une petite pièce de caoutchouc naturel, d'EPDM, de SBR, ou d'un tube de butyle.
- c) Verser 60 ± 1 mL de liquide pour frein dans le ballon et ajouter les grains de carbure de silicium.
- d) Fixer le ballon au condenseur. Si l'on chauffe au moyen d'un manchon, le placer sous le ballon et le soutenir par un collier de serrage et un support de laboratoire maintenant tout l'appareil en place à l'aide d'une pince. Si l'on se sert d'un élément chauffant réglé par rhéostat, centrer au-dessus de l'élément chauffant une plaque réfractaire ordinaire en porcelaine ou en amiante rigide, percée d'une ouverture de 32 à 38 mm de diamètre, et placer le ballon de façon à ce qu'il ne reçoive directement la chaleur que par l'ouverture de la plaque réfractaire. 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 dépasser 28°C ($82,4^{\circ}\text{F}$) et la hausse de température au cours de son passage dans le condenseur ne doit pas dépasser 2°C ($3,6^{\circ}\text{F}$).

S6.1.4 Procédure

Régler l'allure de chauffe du ballon pour obtenir en 10 ± 2 minutes un reflux de plus d'une goutte par seconde. Le taux de reflux ne doit jamais dépasser 5 gouttes par seconde. Régler immédiatement le chauffage afin d'obtenir un reflux de 1 à 2 gouttes par seconde pendant les 5 ± 2 minutes suivantes. Maintenir le reflux à ce niveau pendant 2 autres minutes, en prenant quatre lectures de température à 30 secondes d'intervalle. Inscire la moyenne de ces lectures comme étant l'ERBP observé. Si aucun reflux n'est manifeste lorsque la température a atteint 260°C (500°F), interrompre le chauffage et indiquer que l'ERBP est supérieur à 260°C (500°F).

S6.1.5 Calcul

- Imprécision du thermomètre. Corriger l'ERBP observé au moyen de tout facteur de correction obtenu en étalonnant le thermomètre.
- Variation par rapport à la pression barométrique normale. Se servir du facteur qui figure au tableau III pour calculer la correction à apporter au ERBP pour le ramener à la pression barométrique normale.

Tableau III — Correction due à la variation de la pression barométrique

ERBP observé et corrigé en raison de l'imprécision du thermomètre	Correction par 1 mm de différence de pression, °C*
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.

- Si les deux ERBP observés et corrigés ne diffèrent pas de plus de 2°C [4°C pour les liquides pour frein ayant un ERBP de plus de 230°C (446°F)], inscrire comme ERBP la moyenne des deux résultats obtenus pour les deux échantillons; sinon, répéter entièrement l'essai, en faisant la moyenne des quatre valeurs observées et corrigées pour déterminer l'ERBP original.

S6.2 ERBP humide

Déterminer l'ERBP humide d'un liquide pour frein en soumettant deux échantillons identiques à la procédure suivante.

S6.2.1 Sommaire de la procédure

Un échantillon de 350 mL du liquide pour frein est humidifié dans des conditions contrôlées; 350 mL d'éther glycol monométhyle de triéthylène SAE, de qualité liquide pour frein, matériel de référence (TEGME) tel que décrit dans l'appendice E de la norme J1703 Nov. 83, « *Motor Vehicle Brake Fluid* », novembre 1983 de la SAE, sont utilisés pour déterminer le point final d'humidification. Après humidification, on détermine la teneur en eau et l'ERBP du liquide pour frein.

S6.2.2 Appareillage d'humidification (voir la figure 3)

L'appareillage d'essai comprend ce qui suit :

- a) Récipients en verre. Quatre récipients d'essai de corrosion SAE RM-49 ou des récipients de verre droits 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) Dessiccateurs et couvercles. Deux dessiccateurs cratériiformes en verre, de 250 mm de diamètre intérieur, munis de couvercles tubulés à bouchon en caoutchouc n° 8;
- c) Plaques de dessiccation. Deux plaques de dessiccation perforées en porcelaine de 230 mm de diamètre, sans pied, émaillées sur un côté.

S6.2.3 Réactifs et composés

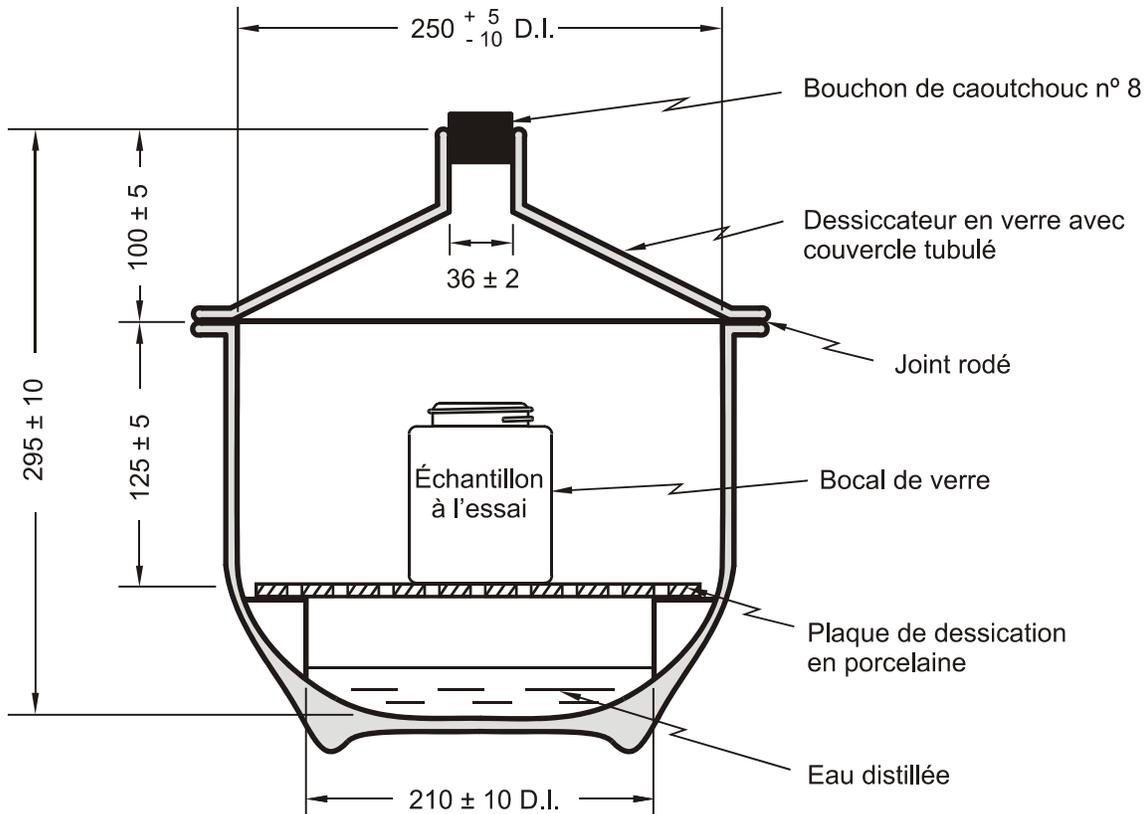
- a) Eau distillée, voir S7.1.
- b) Matériel de référence SAE TEGME.

S6.2.4 Préparation de l'appareillage

Lubrifier le joint rodé du dessiccateur. Verser 450 ± 10 mL d'eau distillée dans chaque dessiccateur et ajouter les plaques de dessiccation perforées en porcelaine. Placer les dessiccateurs dans un four où la température est réglée à $50 \pm 1^\circ\text{C}$ ($122 \pm 1,8^\circ\text{F}$) pour toute la durée de la procédure d'humidification.

S6.2.5 Procédure

Verser 350 ± 5 mL de liquide pour frein dans un récipient d'essai de corrosion ouvert. Préparer de la même façon un échantillon identique du liquide à l'essai, et deux échantillons identiques de matériel de référence SAE TEGME (350 ± 5 mL de TEGME dans chaque récipient). La teneur en eau du liquide SAE TEGME est réglée à $0,50 \pm 0,05$ p. 100 en poids au début de l'essai, conformément à S7.2. Placer un échantillon du liquide pour frein à l'essai et un échantillon du liquide SAE TEGME dans le même dessiccateur. Répéter pour le second échantillon du liquide pour frein à l'essai et du liquide SAE TEGME dans un deuxième dessiccateur. Placer les dessiccateurs dans un four réglé à 50°C (122°F) et couvrir. À intervalles réguliers au cours de l'humidification au four, enlever les bouchons de caoutchouc du couvercle de chaque dessiccateur. Au moyen d'une seringue hypodermique à longue aiguille, prélever un échantillon d'au plus 2 mL de chaque échantillon de TEGME et en déterminer la teneur en eau. Ne pas enlever plus de 10 mL de liquide de chaque échantillon SAE TEGME au cours de toute la procédure d'humidification. Lorsque la teneur en eau du liquide SAE TEGME atteint $3,70 \pm 0,05$ p. 100 en poids (moyenne des deux échantillons), enlever les deux échantillons du liquide à l'essai de leurs dessiccateurs et couvrir aussitôt hermétiquement chaque récipient. Laisser refroidir les récipients pendant 60 à 90 minutes jusqu'à $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$). Mesurer la teneur en eau de chaque échantillon de liquide à l'essai, conformément aux indications données en S7.2, et déterminer leur ERBP selon les indications de S6.1. Si les deux ERBP ne diffèrent pas plus de 4°C (8°F), en faire la moyenne pour déterminer le ERBP humide; sinon, répéter la procédure et prendre la moyenne des quatre ERBP individuels comme ERBP humide du liquide pour frein.



Remarques :

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

Figure 3 — Humidification — appareillage d'essai

S6.3 Viscosité cinématique

Déterminer la viscosité cinématique du liquide pour frein en mm^2/s à l'aide de la procédure suivante. Mettre à l'essai deux échantillons identiques à chacune des températures prescrites, en faisant deux essais chronométrés pour chaque échantillon.

S6.3.1 Sommaire de la procédure

Il s'agit de mesurer le temps d'écoulement d'un volume fixe de liquide pour frein 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.

S6.3.2 Appareillage

- (4) a) Viscosimètres. Viscosimètres étalonnés de type capillaire en verre, conformes à la norme ASTM D 2515-66 « *Standard Specification for Kinematic Glass Viscometers* », et capables de mesurer la viscosité dans les limites de précision prescrites en S6.3.7 S6.4.7. Pour les mesures de viscosité à basses températures, utiliser des viscosimètres à écoulement inversé par aspiration. À la température ambiante ou à une température

supérieure, employer des viscosimètres Cannon-Fenske Routine ou d'autres genres de viscosimètres Ostwald modifiés.

- b) Supports et cadres des viscosimètres. Monter le viscosimètre dans le bain thermostatique de façon que le tube montant soit à moins de 1° de la verticale.
- c) Bain de 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 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 (60 à 212°F), la température du bain ne doit pas varier de plus de 0,01°C (0,02°F) sur la longueur des viscosimètres, ou entre les diverses positions des viscosimètres ou aux emplacements des thermomètres. Dans les autres parties du bain, les variations ne doivent pas dépasser 0,03°C (0,05°F).
- (4) d) Thermomètres. Thermomètres d'essai de viscosité cinématique du type à liquide sous verre, capables de mesurer les gammes de températures d'essai indiquées au tableau II, conformes à la norme ASTM E 1-68, « *Specifications for ASTM Thermometers* », et satisfaisant aux exigences IP concernant les thermomètres IP normalisés. Étalonner chaque thermomètre avant usage (voir S6.3.3 b)). Utiliser deux thermomètres étalonnés dans le bain.

Tableau IV — Thermomètres de viscosité cinématique

Gamme des températures		Pour des essais à		Subdivisions		Thermomètre n°	
°C	°F	°C	°F	°C	°F	ASTM	IP
-55,3 à -52,5	-67,5 à -62,5	-55	-67	0,05	0,1	74 F	69 F ou C
-41,4 à -38,6	-42,5 à -37,5	-40	-40	0,05	0,1	73 F	68 F ou C
98,6 à 101,4	207,5 à 212,5	100	212	0,05	0,1	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 $\pm 0,05$ p. 100 sur des intervalles de 15 minutes. On peut se servir d'appareils électriques de chronométrage lorsque la fréquence du courant est contrôlée à 0,01 p. 100 ou mieux.

S6.3.3 Étalonnage

- (4) a) Viscosimètres. Utiliser des viscosimètres étalonnés conformément à l'annexe 1 de la norme ASTM D 445-65, « *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 p. 100 d'un endroit à un autre, corriger la constante d'étalonnage à l'aide de la formule suivante :

$$C_2 = \frac{g_2}{g_1} \times C_1$$

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

- (4) b) Thermomètres. Vérifier les thermomètres à liquide sous verre à 0,01°C (0,02°F) près par comparaison directe avec un thermomètre étalonné. Les thermomètres d'essai de viscosité cinématique doivent être étalonnés à « 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 E 77-66, « Verification and Calibration of Liquid-in-Glass Thermometers ».*)
- c) Chronomètres. Des signaux sont transmis par le National Institute of Standards and Technology National Bureau of Standards, Station WWV, Fort Collins, Colorado, Washington, D.C. sur 2,5, 5, 10, 15, 20, 25, 30 et 35 Mc/s (MHz). Des signaux sont aussi transmis par la station CHU d'Ottawa, Canada, sur 3,330, 7,335 et 14,670 Mc/s) ainsi que par la station MSF de Rugby, Royaume-Uni, sur 2,5, 5 et 10 Mc/s.

S6.3.4 Procédure

- a) Amener et maintenir le bain à la température d'essai appropriée (*voir S5.1.3*), dans les limites prescrites en S6.3.2 c). Appliquer, le cas échéant, les corrections nécessaires 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 même manière que pour l'étalonnage de l'instrument. Ne pas filtrer ni sécher le liquide pour frein, mais veiller qu'il ne s'y introduise aucune impureté ni humidité pendant les opérations de remplissage et de mesure.
- (1) Charger le viscosimètre à écoulement inversé par aspiration en l'inclinant à environ 30° de la verticale et en versant par le tube de remplissage suffisamment de liquide pour frein dans le réservoir inférieur pour que le ménisque soit situé entre les repères de remplissage lorsque le viscosimètre est remis à la verticale. Pour les mesures à moins de 0°C (32°F), 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.
- (2) 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 frein 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.
- d) Monter le viscosimètre dans le bain en position verticale (*voir S6.3.2 b*)).

- e) Le viscosimètre doit demeurer dans le bain jusqu'à ce qu'il atteigne la température d'essai.
- f) À des températures de moins de 0°C (32°F), effectuer un essai préliminaire non chronométré en laissant s'écouler le liquide pour frein dans le tube capillaire jusque dans le réservoir inférieur, une fois que la température d'essai est atteinte.
- g) Régler le niveau du liquide pour frein dans le tube capillaire à environ 5 mm au-dessus du premier repère.
- h) Le liquide pour frein s'écoulant librement, mesurer à 0,2 seconde près le temps nécessaire au ménisque pour passer du premier au second 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 S6.3.4 g) et h). Si les résultats obtenus lors des deux essais chronométrés diffèrent de plus de 0,2 p. 100, les rejeter et recommencer l'essai avec un nouvel échantillon de liquide pour frein.

S6.3.5 Nettoyage du viscosimètre

- a) Nettoyer périodiquement le viscosimètre avec de l'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 (de l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai), 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 toute trace de solvant soit disparue.

S6.3.6 Calcul

- (4) a) Chargés à la température ambiante, les types suivants de viscosimètre ont un volume fixe, et, par conséquent, leur C varient en fonction de 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 la température d'étalonnage de ces viscosimètres, voir la norme ASTM D 2515-66, « *Kinematic Glass Viscometers* », ou suivre les instructions données sur le certificat d'étalonnage du fabricant.
- b) Faire la moyenne des résultats des quatre essais chronométrés d'échantillons identiques pour déterminer les viscosités cinématiques.

S6.3.7 Précision (au niveau de confiance de 95 p. 100)

- a) Répétabilité. Si les résultats obtenus par la même personne pour des échantillons identiques s'écartent de plus de 1 p. 100 de leur moyenne, recommencer les essais.

S6.4 Valeur du pH

Déterminer la valeur du pH en soumettant un échantillon du liquide pour frein à la procédure suivante.

S6.4.1 Sommaire de la procédure

Le liquide pour frein est dilué dans une solution éthanol-eau d'égal volume. Le pH du mélange ainsi obtenu est ensuite mesuré à 23°C (73,4°F) à l'aide d'un montage de pH-mètre prescrit.

(4) S6.4.2 Appareillage

Le montage de pH-mètre comprend le pH-mètre, une électrode de verre et une électrode au calomel, tel que précisé dans les annexes A1.1, A1.2 et A1.3 de la norme ASTM D 1121-67, « *Standard Method of Test for Reserve Alkalinity of Engine Antifreezes and Antirusts* ». L'électrode de verre est d'un type gradué pour un pH de 0 à 14, à faible erreur en sodium.

S6.4.3 Réactifs

Des produits chimiques réactifs de qualité conformes aux spécifications du *Committee on Analytical Reagents* de l'*American Chemical Society*.

- a) Eau distillée. L'eau distillée (S7.1) est bouillie pendant environ 15 minutes pour en chasser le gaz carbonique, et est 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 (77°F).
- 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 la paire d'électrodes. Faire sécher les sels pendant 1 heure à 110°C (230°F) 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.
 - (1) Solution tampon de phtalate acide de potassium [(0,05 M, pH = 4,01 à 25°C (77°F)]. Dissoudre 10,21 g de phtalate acide de potassium (KHC₈H₄O₄) dans de l'eau distillée, de façon à obtenir un litre de solution.
 - (2) Solution tampon de phosphate neutre [0,025 M relativement à chaque sel de phosphate, pH = 6,86 à 25°C (77°F)]. Dissoudre 3,40 g de phosphate de potassium monobasique (KH₂PO₄) et 3,55 g de phosphate de sodium dibasique anhydre (Na₂HPO₄) dans de l'eau distillée.
 - (3) Solution tampon de borax [0,01 M, pH = 9,18 à 25°C (77°F)]. Dissoudre 3,81 g de tétraborate disodique décahydraté (Na₂B₄O₇·10 H₂O) dans de l'eau distillée, de façon à obtenir un litre de solution. Fermer hermétiquement la bouteille lorsqu'on ne s'en sert pas.
 - (4) Solution tampon de phosphate alcalin [0,01 M de phosphate trisodique; pH = 11,72 à 25°C (77°F)]. Dissoudre 1,42 g de phosphate de sodium dibasique anhydre (Na₂HPO₄) dans 100 mL d'une solution à 0,1 M d'hydroxyde de sodium sans carbonate. Diluer dans de l'eau distillée de façon à obtenir un litre de solution.
 - (5) 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* 7.3). Régler le pH du mélange à $7 \pm 0,1$ en utilisant une solution d'hydroxyde de sodium (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.

S6.4.4 Préparation du système d'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 au 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.

S6.4.5 Étalonnage du montage de pH-mètre et vérification des électrodes

- a) Immédiatement avant usage, étalonner le montage de pH-mètre 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 frein à l'essai doit se situer entre les pH respectifs des deux solutions tampons de référence.
- b) Laisser réchauffer l'instrument et le régler 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 $\pm 0,05$ 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 une valeur correcte pour le pH de la deuxième solution de référence, après étalonnage au moyen de la première solution de référence, l'électrode doit être considérée comme défectueuse.

S6.4.6 Procédure

Ajouter 50 ± 1 mL de mélange éthanol-eau (S6.4.3 c)) à 50 ± 1 mL du liquide pour frein 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 recueillir la valeur du pH indiquée.

S6.5 Stabilité du liquide

Évaluer la stabilité thermique et chimique d'un liquide pour frein à l'aide de la procédure suivante, en utilisant deux échantillons identiques pour chaque essai et en faisant la moyenne des résultats obtenus.

S6.5.1 Sommaire de la procédure

La dégradation d'un liquide pour frein à température élevée, seul ou mélangé à un liquide de référence, est évaluée en déterminant le changement qui se produit dans son point d'ébullition après une période de chauffage dans des conditions de reflux.

S6.5.2 Appareillage

Utiliser l'appareillage et le mode de préparation prescrits en S6.1.2 et S6.1.3.

S6.5.3 Stabilité à température élevée

S6.5.3.1 Procédure

- a) Chauffer un nouvel échantillon de 60 ± 1 mL du liquide pour frein à $185 \pm 2^\circ\text{C}$ ($365 \pm 3,6^\circ\text{F}$). Maintenir cette température pendant 120 ± 5 minutes. Régler le chauffage pour obtenir en 5 minutes un reflux de plus de 1 goutte par seconde. Le taux de reflux ne doit jamais dépasser 5 gouttes par seconde. Au cours des 5 ± 2 minutes suivantes, régler l'allure de chauffe pour obtenir un taux de reflux régulier de 1 à 2 gouttes par seconde. Maintenir ce reflux pendant 2 minutes de plus, en prenant quatre lectures de température à des intervalles de 30 secondes. 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°C (500°F), interrompre le chauffage et noter que l'ERBP est supérieur à 260°C (500°F).

S6.5.3.2 Calcul. Corriger l'ERBP observé pour tenir compte des facteurs liés au thermomètre et à la pression barométrique, selon les indications données en S6.1.5 a) et b). Faire la moyenne des ERBP corrigés des échantillons identiques. La différence entre cette moyenne et l'ERBP d'origine obtenu en S6.1 est le changement d'ERBP du liquide pour frein.

S6.5.4 Stabilité chimique

S6.5.4.1 Matériaux. Liquide de compatibilité SAE RM-66-04 tel que décrit dans l'annexe B de la norme J1703 JAN 1995 de la SAE, « *Motor Vehicle Brake Fluid* ». [PHRASE SUPPRIMÉE]

S6.5.4.2 Procédure

- a) Dans un ballon du type décrit en S6.1.2 a), mélanger 30 ± 1 mL du liquide pour frein avec 30 ± 1 mL de liquide de compatibilité SAE RM-66-04. Déterminer l'ERBP initial du mélange en chauffant le ballon de façon à obtenir en 10 ± 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 de 1 goutte par seconde. Au cours des 15 ± 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 en prenant quatre lectures de température à des intervalles de 30 secondes; la moyenne de ces lectures constitue l'ERBP final.
- b) Aucune correction n'est requise relativement à l'étalonnage du thermomètre ou à la pression barométrique.

S6.5.4.3 Calcul. La différence entre l'ERBP initial et la température 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 (1,0°F) près.

S6.6 Corrosion

Évaluer la corrosivité d'un liquide pour frein en soumettant des échantillons identiques à la procédure suivante.

S6.6.1 Sommaire de la procédure. Six lamelles d'essai de corrosion métalliques prescrites sont polies, nettoyées, pesées et ensuite 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 frein dilué d'eau; le récipient est bouché puis placé dans un four à 100°C (212°F) pendant 120 heures. Après avoir été retirés du four et refroidies, les lamelles, le liquide et les coupelles sont examinés et mis à l'essai.

S6.6.2 Appareillage

- a) Balance. Une balance de précision d'une capacité minimale de 50 g et d'une précision au 0,1 mg près.
- b) Dessiccateurs. Des dessiccateurs contenant du gel de silice ou un autre déshydratant approprié.
- c) Four. Un four à convection par gravité capable de maintenir une température donnée à 2°C (3,6°F) près.
- d) Micromètre. Un micromètre mécanique d'une capacité de 25 à 50 mm (1 à 2 pouces), ou un comparateur optique capable de mesurer le diamètre de coupelles SBR de cylindre de roue à 0,02 mm (0,001 pouce) près.

S6.6.3 Matériaux

- a) Lamelles d'essai de corrosion. Deux séries de lamelles de chacun des métaux énumérés à l'annexe C de la norme J1703b, « Motor Vehicle Brake Fluid » de juillet 1970 de la SAE. Chaque lamelle doit avoir environ 8 cm de longueur, 1,3 cm de largeur, au plus 0,6 cm d'épaisseur et une aire de surface 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 (0,16 à 0,20 pouce) de diamètre, situé à environ 6 mm d'une 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 de cylindre de roue neuves conformes aux normes de la SAE, tel que prescrit en S7.6.
- c) Récipients d'essai de corrosion et couvercles. Deux récipients de verre droits, à col fileté, cylindriques, 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 $0,8 \pm 0,1 \text{ mm}$ ($0,031 \pm 0,004$ pouce) de diamètre (foret n° 68).
- d) Boulons et écrous mécaniques. Boulons mécaniques à tête ronde ou cylindrique bombée, en acier doux sans revêtement, propres, exempts de rouille ou d'huile, taille 6 ou

8-32 UNC – classe 2A, 5/8 ou 3/4 de pouce de longueur (ou l'équivalent en dimensions métriques) et des écrous correspondants, également sans revêtement.

- e) Accessoires pour le polissage des lamelles. Papier au carbure de silicium à l'épreuve de l'eau, grain 320A et grain 1200; chiffon non pelucheux.
- f) Eau distillée, tel que prescrit en S7.1.
- g) Éthanol, tel que prescrit en S7.3.
- h) Isopropanol, tel que prescrit en S7.7.

S6.6.4 Préparation

- a) Lamelles d'essai de corrosion. Sauf pour les lamelles en fer étamé, frotter toutes les surfaces de chaque lamelle d'essai avec du papier au carbure de silicium à grain 320A imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF sont à l'essai), jusqu'à ce que soient enlevées toutes les rayures, entailles et piqûres visibles d'une distance de 300 mm (11,8 po) pour un observateur dont l'acuité visuelle corrigée est de 20/40 (fraction de Snellen). Utiliser une nouvelle feuille de papier pour chaque métal différent. Sauf pour les lamelles en fer étamé, frotter de nouveau toutes les surfaces des lamelles d'essai avec du papier au carbure de silicium à grain 1200 imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF sont à l'essai), en utilisant encore une nouvelle feuille de papier pour chaque métal différent. Laver toutes les lamelles, y compris les lamelles de fer étamé et les ferrures du montage, avec de l'éthanol (ou de l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF sont à l'essai); 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 $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$) pendant au moins 1 heure. Manipuler les lamelles avec des pincettes après le polissage. Peser chaque lamelle à 0,1 mg près et inscrire la masse le poids de chacune. Monter les lamelles sur un boulon mécanique propre et sec, en plaçant successivement, dans l'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 $3 \pm 0,5$ mm ($1/8 \pm 1/64$ pouce), à environ 5 cm (2 pouces) de leur extrémité libre (*voir* la 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 p. 100. Assécher au moyen d'un jet d'air sec comprimé et filtré, puis mettre au dessiccateur au moins 1 heure avant usage.

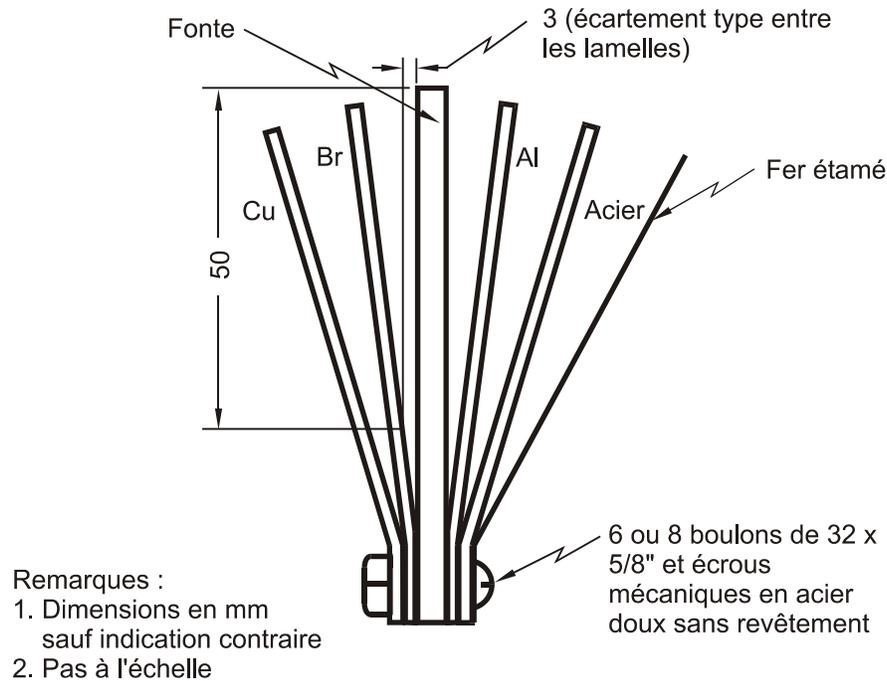


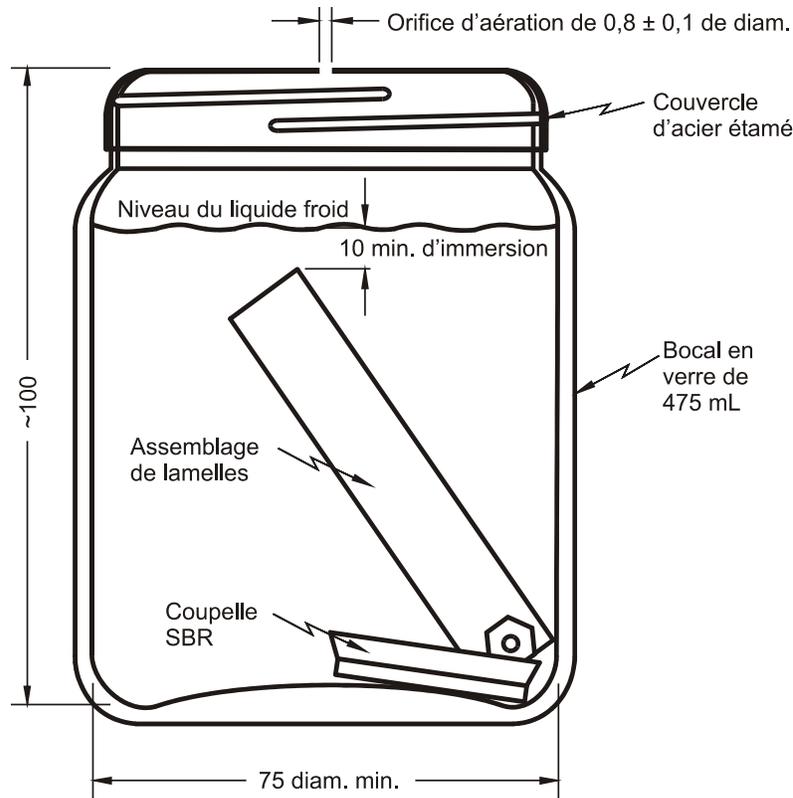
Figure 4 — Assemblage des lamelles d'essai de corrosion

- b) Coupelles SBR de cylindre de roue. Mesurer à 0,02 mm (0,001 pouce) près le diamètre de base de 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 de celle identifiant le type de caoutchouc et à angles droits par rapport à cet axe. Mesurer à au moins 0,4 mm (0,015 pouce) 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 (0,003 pouce) de différence. Prendre la moyenne des deux lectures pour chaque coupelle. Déterminer la dureté des coupelles conformément à S7.4.

S6.6.5 Procédure

Rincer les coupelles dans de l'éthanol (ou de l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF sont à l'essai) 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, vers le haut (*voir* la figure 5). Lorsque des liquides pour frein sont à l'essai (à l'exception des liquides de catégorie DOT 5 SBBF), mélanger 760 mL de liquide pour frein à 40 mL d'eau distillée. Lors d'essais sur des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF, humidifier 800 mL de liquide pour frein en suivant les indications données en S6.2, sans calculer l'ERBP. Verser dans les récipients une quantité suffisante du mélange liquide et eau pour que le niveau du liquide soit à au moins 10 mm au-dessus de l'extrémité des lamelles. Serrer les couvercles et placer les récipients dans un four à $100 \pm 2^\circ\text{C}$ ($212 \pm 3,6^\circ\text{F}$) pendant 120 ± 2 heures. Puis, laisser les récipients refroidir à $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$) 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 liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai). 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 $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ($73,4 \pm 9^{\circ}\text{F}$). Peser chaque lamelle à 0,1 mg près. Calculer le changement de masse ~~po~~ids 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 de l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF sont à l'essai) 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 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 S7.5. Mesurer la valeur du pH du liquide soumis à l'essai de corrosion conformément à S6.4.6. Mesurer la valeur du pH du mélange d'essai de corrosion conformément à S6.4.6.



Remarques :

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

Figure 5 — Essai de corrosion — appareillage d'essai

S6.6.6 Calcul

- a) Mesurer l'aire de surface de chaque lamelle au centimètre carré près. Diviser le changement de masse moyen de chaque type par l'aire de surface de ce type.
- b) Noter les autres données et résultats d'évaluation indiquant la conformité à S5.1.6. 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 à toutes les exigences de S5.1.6.

S6.7 Fluidité et aspect à basse température

Déterminer la fluidité et l'aspect d'un échantillon de liquide pour frein à chacune des deux températures choisies à l'aide de la procédure suivante.

S6.7.1 Sommaire de la procédure

Le liquide pour frein est refroidi aux températures minimales auxquelles il pourra être exposé et il est examiné pour en déterminer la transparence, la gélification, la sédimentation, l'homogénéité, l'excès de viscosité ou la thixotropie.

S6.7.2 Appareillage

- a) Flacons pour l'échantillonnage de l'huile. Deux flacons en verre flint transparent de 118 mL (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 de vieillissement pouvant aller jusqu'à -55°C (-67°F), à $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ($3,6^{\circ}\text{F}$) près.
- c) Appareil de chronométrage. Une appareil de chronométrage conforme à S6.3.2 e).

S6.7.3 Procédure

- a) Placer 100 ± 1 mL de liquide pour frein à la température ambiante dans un flacon pour l'échantillonnage de l'huile. Boucher le flacon avec un bouchon de liège neuf et le placer dans la chambre froide à la température de vieillissement la plus élevée précisée au tableau II (S5.1.7 c)). Après 144 ± 4 heures, sortir le flacon de la chambre et l'essuyer rapidement avec un chiffon propre non pelucheux imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai) ou d'acétone. Vérifier si le liquide montre des traces de dépôts de boue, de sédimentation, de cristallisation ou de stratification. 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 S6.7.3 a), mais en réglant la chambre à la température de vieillissement la moins élevée précisée au tableau II 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.

S6.8 Évaporation

[Réservé]

S6.9 Réaction à l'eau

Évaluer la réaction à l'eau d'un liquide pour frein en soumettant un seul échantillon d'essai à la procédure suivante.

S6.9.1 Sommaire de la procédure

Le liquide pour frein, à l'exception du DOT 5 SBBF, est dilué d'eau à 3,5 p. 100, (le liquide pour frein de catégorie DOT 5 SBBF est humidifié) puis entreposé à -40°C (-40°F) pendant 120 heures. Le mélange froid est d'abord examiné pour vérifier sa transparence et y déceler toute trace de stratification et de sédimentation, puis placé dans un four à 60°C (140°F) pendant 24 heures. Après il est encore examiné pour y déceler la stratification, puis le pourcentage en volume de sédiments est déterminé par centrifugation.

S6.9.2 Appareillage

- a) Tube de centrifugation. Voir S7.5.1 a)).

- b) Centrifugeuse. *Voir S7.5.1 b)*).
- c) Chambre froide. *Voir S6.7.2 b)*).
- d) Four. Four à convection par gravité ou forcée.
- e) Appareil de chronométrage. *Voir S6.3.2 e)*).

S6.9.3 Procédure

- a) À basse température. Humidifier 100 ± 1 mL de liquide pour frein de catégorie DOT 5 SBBF conformément à S6.2, sans calculer l'ERBP. Pour l'essai des liquides pour frein, à l'exception du DOT 5 SBBF, mélanger $3,5 \pm 0,1$ mL d'eau distillée et 100 ± 1 mL de liquide pour frein et verser dans un tube de centrifugation. Fermer avec un bouchon de liège propre et placer dans la chambre froide, à $-40 \pm 2^\circ\text{C}$ ($-40 \pm 3,6^\circ\text{F}$). Après 120 ± 2 heures, sortir le tube, l'essuyer rapidement avec un chiffon propre non pelucheux imbibé d'éthanol ou d'acétone et examiner le liquide pour voir s'il montre des traces de dépôts de boue, de sédimentation, de cristallisation ou de stratification. 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 lorsque le haut de la bulle arrive au repère de 2 mL du tube de centrifugation.) Si le liquide est troublé, le chauffer jusqu'à une température de $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$) et noter son aspect et sa fluidité.
- b) À 60°C (140°F). Placer le tube et le liquide pour frein visés en S6.9.3 a) dans un four à $60 \pm 2^\circ\text{C}$ ($140 \pm 3,6^\circ\text{F}$) pendant 24 ± 2 heures. Retirer le tube du four et examiner immédiatement le liquide pour voir s'il montre de la stratification. Déterminer le pourcentage de sédiment en volume, après centrifugation, conformément à S7.5.

S6.10 Miscibilité

La miscibilité d'un liquide pour frein avec d'autres liquides pour frein est évaluée en soumettant un échantillon à la procédure suivante.

S6.10.1 Sommaire de la procédure

Un liquide pour frein est mélangé avec un égal volume de liquide de compatibilité SAE RM-66-04, puis mis à l'épreuve de la même manière que pour les essais de réaction à l'eau (S6.9), sauf que le temps de remontée de la bulle d'air n'est pas mesuré. L'essai donne une indication de la miscibilité du liquide à l'essai avec d'autres liquides pour frein de véhicules automobiles, tant à haute qu'à basse températures.

S6.10.2 Appareillage

- a) Tube de centrifugation. *Voir S7.5.1 a)*.
- b) Centrifugeuse. *Voir S7.5.1 b)*.
- c) Chambre froide. *Voir S6.7.2 b)*.
- d) Four. *Voir S6.9.2 d)*.
- e) Liquide de compatibilité SAE RM-66-04. Tel que décrit dans l'annexe B de la norme J1703 JAN 1995 de la SAE « *Motor Vehicle Brake Fluid* ». [PHRASE SUPPRIMÉE]

S6.10.3 Procédure

- a) À basse température. Mélanger $50 \pm 0,5$ mL de liquide pour frein avec $50 \pm 0,5$ mL de liquide de compatibilité SAE RM-66-04. Verser ce mélange dans un tube de centrifugation et fermer le tube avec un bouchon de liège sec et propre. Placer le tube dans la chambre froide, à -40 ± 2 C (-40 ± 4 °F). Après 24 ± 2 heures, sortir le tube, l'essuyer rapidement avec un chiffon propre non pelucheux imbibé d'éthanol (ou d'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai) ou d'acétone. Examiner l'échantillon pour y déceler toute trace de dépôts de boue, de sédimentation ou de cristallisation. Les liquides soumis aux essais, à l'exception des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF, doivent être examinés pour voir s'ils montrent des traces de stratification.
- b) À 60°C (140°F). Placer le tube et le liquide à l'essai visés en S6.10.3 a) dans un four à $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ($140 \pm 3,6^{\circ}\text{F}$) pendant 24 ± 2 heures. Retirer le tube du four et examiner immédiatement le mélange de liquide à l'essai, à l'exception des liquides DOT 5 SBBF, pour voir s'il montre de la stratification. Déterminer le pourcentage de sédiment en volume, après centrifugation, conformément à S7.5.

S6.11 Résistance à l'oxydation

La stabilité d'un liquide pour frein sous l'action d'un oxydant doit être évaluée en soumettant deux échantillons identiques à la procédure suivante.

S6.11.1 Sommaire de la procédure

Les liquides pour frein, à l'exception des liquides DOT 5 SBBF, sont activés par l'addition d'environ 0,2 p. 100 de peroxyde de benzoyle et 5 p. 100 d'eau. Le liquide pour frein de catégorie DOT 5 SBBF est humidifié conformément à S6.2, en omettant le calcul de l'ERBP, puis environ 0,2 p. 100 de peroxyde de benzoyle y est ajouté. Un assemblage de lamelles d'essai 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 un morceau de 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 (158°F) pendant 168 heures. À la fin de la période, les lamelles métalliques sont examinées pour voir si elles portent des traces de piqûres ou de corrosion, et si elles ont subi une perte de masse.

S6.11.2 Appareillage

- a) Balance. Voir S6.6.2 a).
- b) Dessiccateurs. Voir S6.6.2 b).
- c) Four. Voir S6.6.2 c).
- d) Trois éprouvettes en verre d'environ 22 mm de diamètre extérieur et 175 mm de longueur.

S6.11.3 Réactifs et accessoires

- (4) a) Peroxyde de benzoyle, catégorie réactif, 96 p. 100. (Ne pas employer de peroxyde de benzoyle brunâtre, sale ou d'un degré de pureté inférieur à 90 p. 100). La concentration du réactif peut être évaluée selon la norme ASTM E 298-68, « *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 J1703b de la SAE.
- c) Feuilles d'étain. Quatre carrés de feuille d'étain neuve, ayant environ 12 mm (0,5 pouce) de côté et entre 0,02 et 0,06 mm (0,0008 et 0,0024 pouce) d'épaisseur. Les feuilles doivent être faites d'étain à au moins 99,9 p. 100 et contenir au plus 0,025 p. 100 de plomb.
- d) Coupelles SBR. Deux parties (environ un huitième chacune) d'une coupelle SBR de cylindre de roue neuves conforme aux exigences de la SAE (tel que décrit en S7.6).
- e) Boulons et écrous mécaniques. Deux boulons, 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.

S6.11.4 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 S6.6.4 a), sauf en ce qui a trait à l'assemblage. Peser chaque lamelle à 0,1 mg près et relier une lamelle de chaque métal avec un boulon mécanique en séparant les lamelles des deux extrémités avec un carré de feuille d'étain. Serrer l'écrou suffisamment pour tenir les deux morceaux de feuille d'étain fermement en place.
- b) Mélange d'essai. Placer 30 ± 1 mL du liquide pour frein à l'essai dans une éprouvette de 22 x 175 mm. Pour tous les liquides pour frein, à l'exception des liquides pour frein de catégorie 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 un liquide d'essai humidifié conformément à S6.2 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 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ($158 \pm 3,6^\circ\text{F}$). 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 $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$). Débuter l'essai conformément aux indications fournies en S6.11.5 pas plus de 24 heures après avoir retiré l'éprouvette du four.

S6.11.5 Procédure

Placer une section d'un huitième d'une coupelle SBR dans le fond de chaque éprouvette. Y verser 10 mL de mélange d'essai préparé. Placer un assemblage de lamelles de métal dans chaque éprouvette, l'extrémité des lamelles sans vis reposant sur le caoutchouc et la solution recouvrant environ la moitié de la longueur des lamelles. Fermer les éprouvettes avec des bouchons de liège secs et propres et les entreposer verticalement pendant 70 ± 2 heures à $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$). Desserrer les bouchons et placer les éprouvettes dans un four à $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ($158 \pm 3,6^\circ\text{F}$) pendant 168 ± 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 liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai) et noter toute trace de piqûre, de corrosion ou de 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 $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$). Peser à nouveau chaque lamelle à 0,1 mg près.

S6.11.6 Calcul

Déterminer la perte par corrosion en divisant le changement de masse de chaque lamelle de métal par son aire de surface totale, mesurée en millimètres carrés (mm^2), au millimètre carré près. Faire la moyenne des résultats obtenus pour les deux lamelles de chaque type de métal, en arrondissant à 0,05 mg près par 100 mm^2 . 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 exigences prescrites en S5.1.11.

S6.12 Effets sur les coupelles SBR

Les effets d'un liquide pour frein, se traduisant par le renflement, ramollissement ou toute autre forme de détérioration des coupelles SBR de cylindre de roue sont évalués à l'aide de la procédure suivante.

S6.12.1 Sommaire de la procédure

Quatre coupelles SBR de cylindre de roue normalisées, conformes aux normes de la SAE, sont mesurées et leur dureté est évaluée. Elles sont ensuite immergées, deux par récipient, dans le liquide d'essai. Un récipient est chauffé à 70°C (158°F) pendant 70 heures, et l'autre, à 120°C (248°F) pendant 70 heures. Les coupelles sont ensuite lavées, examinées pour voir si elles montrent des traces de désintégration, remesurées et leur dureté est réévaluée.

S6.12.2 Appareillage et accessoires

- a) Four. *Voir* 6.6.2 c).
- b) Récipients en verre avec couvercles. Deux récipients de verre droits, à col fileté, cylindriques, 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* S7.6.

S6.12.3 Préparation

Mesurer le diamètre de base des coupelles SBR, tel que décrit en S6.6.4 b), et la dureté de chacune, conformément à ce qui est prescrit en S7.4.

S6.12.4 Procédure

Laver les coupelles dans de l'éthanol à 90 p. 100 (ou de l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai) (*voir* S7.3) 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 récipients; verser 75 mL de liquide pour frein dans chaque récipient et boucher hermétiquement. Placer l'un des récipients dans un four à $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ($158 \pm 3,6^\circ\text{F}$) pendant 70 ± 2 heures, et l'autre dans un four à $120 \pm 2^\circ\text{C}$ ($248 \pm 3,6^\circ\text{F}$) pendant 70 ± 2 heures. Laisser chaque récipient refroidir pendant 60 à 90 minutes à $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$). Retirer les coupelles et les laver à l'éthanol (ou à l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai) pendant 30 secondes au maximum; assécher rapidement. Voir s'il y a eu désintégration des coupelles se traduisant par un gommage, la formation d'ampoules ou un 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.

S6.12.5 Calcul

- a) Calculer la variation du diamètre de base de chaque coupelle. Si les deux valeurs, à chaque température, ne diffèrent pas de plus de 0,10 mm (0,004 pouce), en faire la moyenne à 0,02 mm (0,01 pouce) près. Si les deux valeurs diffèrent de plus de 0,10 mm, répéter l'essai à la température appropriée et faire la moyenne des quatre valeurs pour obtenir la variation du diamètre de base.
- b) Calculer la variation de dureté de chaque coupelle. La moyenne des résultats obtenus pour chaque paire constitue la variation de dureté.
- c) Noter toute désintégration se traduisant par un gommage, la formation d'ampoules ou un encrassement.

S6.13 Caractéristiques de mouvement

Évaluer les propriétés de lubrification, la miscibilité des composants, la résistance aux fuites et les autres qualités connexes d'un liquide pour frein en soumettant un échantillon à la procédure suivante.

S6.13.1 Sommaire de la procédure

Un liquide pour frein est mis en mouvement dans des conditions contrôlées, à une température élevée, 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 précis 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 frein et tout dépôt ou débris qu'il contiendrait sont recueillis, examinés et mis à l'essai.

S6.13.2 Appareillage et accessoires

Soit l'appareillage d'essai à tambour et segment (*voir* la figure 1 de la norme J1703b de la SAE) en utilisant seulement trois ensembles d'assemblages à tambour et segment, soit le dispositif de mise en mouvement tel que présenté à la figure 2 de la norme J1703 Nov83 de la SAE, et monté selon les indications de la figure 1 de la norme J1703 Nov83 de la SAE. L'essai nécessite les pièces suivantes.

- 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 avant et trois segments de freins arrière avec revêtements, et trois assemblages de tambour de freins avant ainsi que les pièces d'assemblage nécessaires. Avec le dispositif de mise en mouvement : trois ensembles d'essai comprenant les plaques de montage nécessaires pour assembler les cylindres de roue.
- b) Mécanisme de serrage des freins. Un mécanisme de serrage 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 serrage doit être réglable et suffisante pour produire, par l'intermédiaire du maître-cylindre, une force de serrage d'au moins

6 867 kPa (1 000 lb/po²) 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 (0 à 1 000 lb/po²), 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 serrage doit être conçu pour permettre des régimes d'essai d'environ 1 000 cycles à l'heure. Utiliser un compteur mécanique ou électrique pour enregistrer le nombre total de cycles.

- c) Chambre à bain d'air chauffée. Une chambre isolée ou un four d'une capacité suffisante pour contenir les trois montages de freins ou le dispositif de mise en mouvement, le maître-cylindre et les raccords nécessaires. Un système de chauffage à réglage thermostatique est nécessaire pour maintenir une température de $70 \pm 5^\circ\text{C}$ ($158 \pm 9^\circ\text{F}$) ou de $120 \pm 5^\circ\text{C}$ ($248 \pm 9^\circ\text{F}$). Les éléments chauffants doivent être protégés pour empêcher tout rayonnement calorifique de parvenir directement à la roue ou au maître-cylindre.
- d) Montage de maître-cylindre (SAE RM-15a). Un cylindre de système de freinage hydraulique à enveloppe en fonte, d'environ 28 mm (1 1/8 pouce) de diamètre, muni d'un bouchon de remplissage et d'un tuyau de refoulement (*voir* S6.13.2 e)). Le piston du maître-cylindre doit être fait de l'alliage à base de cuivre SAE CA 360 (semi-dur). Utiliser un nouveau montage de maître-cylindre pour chaque essai.
- e) Bouchon de remplissage et tuyau de refoulement. Un bouchon de remplissage du maître-cylindre 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 système, à ± 3 mL près. Le bouchon et le tuyau de refoulement peuvent être nettoyés et réutilisés.
- f) Cylindres de roue (SAE RM-14a). Trois cylindres de roues hydrauliques à alésage cylindrique et enveloppe en fonte, neufs, d'environ 28 mm (1 1/8 pouce) de diamètre chacun pour chaque essai. Les pistons doivent être faits d'alliage d'aluminium SAE AA 2024 sans traitement anodique.
- g) Micromètre. *Voir* S6.6.2 d).

S6.13.3 Accessoires

- a) Coupelles SBR de frein normalisées. Pour chaque essai, six coupelles SBR de cylindre de roue normalisées conformes aux normes de la SAE, une coupelle primaire et une coupelle secondaire de maître-cylindre, conformes à ce qui est prescrit en S7.6.
- b) Tubes d'acier. Tubes d'acier, à double paroi, conformes à la spécification J527 de la SAE. 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. Un des tubes raccordant le maître-cylindre et un cylindre de roue doit être remplacé après chaque essai (longueur minimale de 0,9 m). Les tubes reliant le maître-cylindre à un cylindre 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.

S6.13.4 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 à l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de

catégorie DOT 5 sont à l'essai) toutes les parties métalliques. S'assurer que les surfaces de travail sont exemptes d'entailles, d'usure ou 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 de l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 SBBF sont à l'essai). S'il est impossible de faire disparaître les taches, rejeter le cylindre. Mesurer, à environ 19 mm (0,75 pouce) 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 à angles droits par rapport à cet axe. Rejeter le cylindre si l'une de ces quatre lectures ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,66 et 28,60 mm (1,128 à 1,126 pouce). Mesurer le diamètre extérieur de chacun des pistons, à deux points situés environ à 90° l'un de l'autre. Rejeter le piston si l'une de ces lectures ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,55 et 28,52 mm (1,124 à 1,123 pouce). Choisir les pièces en veillant à ce que le jeu entre chaque piston et son cylindre se situe entre 0,08 et 0,13 mm (0,003 et 0,005 pouce). Utiliser des coupelles SBR neuves. Pour enlever la poussière et les débris, rincer les coupelles dans de l'alcool éthylique à 90 p. 100 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 (0,001 pouce) 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 de celle identifiant le type de caoutchouc et à angles droits par rapport à cet axe. Mesurer le diamètre de base à au moins 0,4 mm (0,015 pouce) 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 diffèrent de plus de 0,08 mm (0,003 pouce). Calculer la moyenne des diamètres de base et de lèvre de chaque coupelle. Déterminer la dureté de toutes les coupelles, conformément à S7.4. 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) Montage de maître-cylindre. Utiliser un maître-cylindre neuf et des coupelles SBR normalisées de maître-cylindre primaire et secondaire neuves qui ont été inspectées, nettoyées et mesurées de la manière prescrite en S6.13.4 a), en omettant de mesurer 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 frein à l'essai, la monter sur le piston du maître-cylindre et maintenir l'ensemble en position verticale à $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ($73,4 \pm 9^{\circ}\text{F}$) 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 environ mi-chemin entre les orifices d'alimentation et de décharge et à environ 19 mm (0,75 pouce) 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 lectures ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,65 et 28,57 mm (1,128 et 1,125 pouce). Mesurer le diamètre extérieur de chacune des extrémités du piston du maître-cylindre, à deux points situés à environ 90° l'un de l'autre. Rejeter le piston si l'une de ces quatre lectures ne se situe pas entre les limites maximale et minimale de 28,55 et 28,52 mm

(1,124 et 1,123 pouce). 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 frein 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'appareil d'essai

(1) Lorsqu'on utilise un appareillage du type à tambour et segment, ajuster le segment de frein de façon à laisser un jeu au bout du segment de $1,0 \pm 0,1$ mm ($0,040 \pm 0,004$ pouce). Remplir le système de liquide pour frein, en purgeant tous les cylindres de roue 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 la commande ou la soupape de décharge (ou les deux) pour obtenir une pression de $6\,867 \pm 343$ kPa ($1\,000 \pm 50$ lb/po²). Il est nécessaire d'établir un diagramme de pression régulier lorsqu'on utilise un appareillage de type à tambour et segment. 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. Lorsqu'on utilise le dispositif de mise en mouvement, régler la commande ou la soupape de décharge (ou les deux) pour obtenir une pression de $6\,867 \pm 343$ kPa ($1\,000 \pm 50$ lb/po²).

(2) Régler le régime à $1\,000 \pm 100$ cycles à l'heure. Noter le niveau de liquide dans le tuyau de refoulement du maître-cylindre.

S6.13.5 Procédure

Faire fonctionner le système pendant $16\,000 \pm 1\,000$ cycles à $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$). 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 noté à l'origine. Recommencer l'essai et régler l'allure de chauffage de la chambre de façon que la température atteigne $120 \pm 5^\circ\text{C}$ ($248 \pm 9^\circ\text{F}$) en 6 ± 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 $23 \pm 5^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 9^\circ\text{F}$) et les cycles nécessaires pour amener le système 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 les cylindres et recueillir dans un récipient en verre le liquide du maître-cylindre et des cylindres de roue. 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 recueillir tous les sédiments non incrustés. Nettoyer les coupelles SBR dans l'éthanol (ou l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai) et sécher. Examiner les coupelles pour voir si elles montrent des traces de gommage, d'éraflures, de formation d'ampoules, de craquelures, d'ébréchures et tout autre

changement anormal de forme par rapport à leur aspect d'origine. Dans l'heure qui suit le démontage, mesurer les diamètres de lèvre et de base de chaque coupelle, en suivant les procédures indiquées en S6.13.4 a) et b), sauf que les diamètres de lèvre et de base de chaque coupelle peuvent maintenant différer de plus de 0,08 mm (0,003 pouce). Déterminer la dureté de chaque coupelle, conformément à S7.4. Noter tout dépôt de boue ou de gel présent dans le liquide à l'essai. Dans l'heure qui suit la purge des cylindres, agiter le liquide dans un récipient de verre pour mettre les dépôts en suspension et les disperser uniformément, prélever 100 mL de ce liquide et le verser dans un tube de centrifugation, puis déterminer le pourcentage de sédimentation tel que prescrit en S7.5. 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 liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai), tous les dépôts adhérant aux parois des cylindres, afin de voir s'ils sont abrasifs et se détachent. Nettoyer les pièces des cylindres dans l'éthanol (ou l'isopropanol lorsque des liquides pour frein de catégorie DOT 5 sont à l'essai) et sécher. Mesurer et noter les diamètres des pistons et des cylindres, conformément à S6.13.4 a) et b). Recommencer l'essai si l'on constate une anomalie mécanique susceptible de nuire à l'évaluation du liquide pour frein.

S6.13.6 Calcul

- Calculer les variations de diamètre des cylindres et des pistons (*voir* S5.1.13 b)).
- Calculer la diminution moyenne de dureté des sept coupelles à l'essai, ainsi que leurs valeurs individuelles (*voir* S5.1.13 c)).
- Calculer l'augmentation du diamètre de base de chacune des huit coupelles (*voir* S5.1.13 e)).
- Calculer le pourcentage de déformation du diamètre de lèvre de chacune des huit coupelles en se servant de la formule ci-après et faire la moyenne des huit résultats (*voir* S5.1.13 f)).

$$\frac{D_1 - D_2}{D_1 - D_3} \times 100 = \text{Pourcentage de déformation du diamètre de lèvre}$$

où :

D_1 = Diamètre de lèvre original

D_2 = Diamètre de lèvre final

D_3 = Diamètre original de l'alésage du cylindre

S6.14 Renseignements relatifs aux contenants

[PASSAGE SUPPRIMÉ]

S7. Méthodes d'essai auxiliaires et normes relatives aux réactifs

(4) S7.1 Eau distillée

Eau de réaction conforme aux dispositions de la norme ASTM D 1193-70, « *Standard Specifications for Reagent Water* » ou eau d'égale pureté.

(4) S7.2 Teneur en eau des liquides pour frein de véhicules automobiles

Employer des méthodes analytiques fondées sur la norme ASTM D 1123-59, « *Standard Method of Test for Water in Concentrated Engine Antifreezes by the Iodine Reagent Method* », pour déterminer la teneur en eau des liquides pour frein, ou d'autres méthodes analytiques permettant d'obtenir des résultats comparables. Pour être acceptable, toute autre méthode doit permettre de mesurer ~~la masse le poids~~ la masse le poids d'eau ajoutée aux échantillons de liquides de compatibilité SAE RM-66-04 et TEGME avec une précision minimale de ± 15 p. 100 si la proportion d'eau ajoutée ne dépasse pas 0,8 p. 100 en poids, et avec une précision de ± 5 p. 100 pour les ajouts de plus de 0,8 p. 100 en poids. Le liquide de compatibilité SAE RM-66-04 utilisé dans la préparation des échantillons doit avoir un ERBP d'origine d'au moins 205°C (401°F) lorsqu'il est mis à l'essai conformément à S6.1. Le liquide SAE TEGME utilisé pour préparer les échantillons doit avoir un ERBP d'origine d'au moins 240°C (464°F) lorsqu'il est mis à l'essai conformément à S6.1.

S7.3 Éthanol

Alcool éthylique USP ou ACS à 95 p. 100 (190°) ou un alcool dénaturé, formule 3-A, de la même concentration (tel que précisé ~~titre 27 du CFR 21.35~~ dans le *Code of Federal Regulations*, titre 27, partie 21, section 35 des États-Unis). Pour les lavages du matériel avant les essais, utiliser de l'alcool éthylique à 90 p. 100 environ, obtenu en ajoutant 5 parties d'eau distillée à 95 parties d'éthanol.

S7.4 Mesure de la dureté des coupelles de freins SBR

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

S7.4.1 Appareillage

- a) Enclume. Enclume en caoutchouc à sommet circulaire plat de 20 ± 1 mm ($13/16 \pm 1/16$ pouce) de diamètre, d'au moins 9 mm (3/8 pouce) d'épaisseur et d'une dureté se situant à 5 DIDC près de celle de la coupelle SBR à l'essai.
- (4) b) Appareil de mesure de la dureté. Appareil conforme aux dispositions de la norme ASTM D 1415-68 « *Standard Method of Test for International Hardness of Vulcanized Natural and Synthetic Rubbers* » et gradué directement en unités DIDC.

S7.4.2 Procédure

Procéder à des mesures de la dureté à $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73,4 \pm 4^\circ\text{F}$). Mettre l'appareil d'essai et les enclumes à cette température, avant usage. Centrer les coupelles de freins, lèvres 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 à quatre points situés à 6 mm du centre de la coupelle et espacés de 90° l'un par rapport à l'autre. Calculer la moyenne des quatre résultats et arrondir à l'unité DIDC la plus proche.

S7.5 Sédiments obtenus par centrifugation

La quantité de sédiments dans le liquide pour frein à l'essai doit être mesurée à l'aide de la procédure suivante.

S7.5.1 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. Les tolérances pour la marge d'erreur pour l'échelle ainsi que les graduations secondaires subdivisant les diverses marques d'étalonnage sont prescrites au tableau V et s'appliquent à des étalonnages effectués à 20°C (68°F) avec de l'eau exempte d'air.

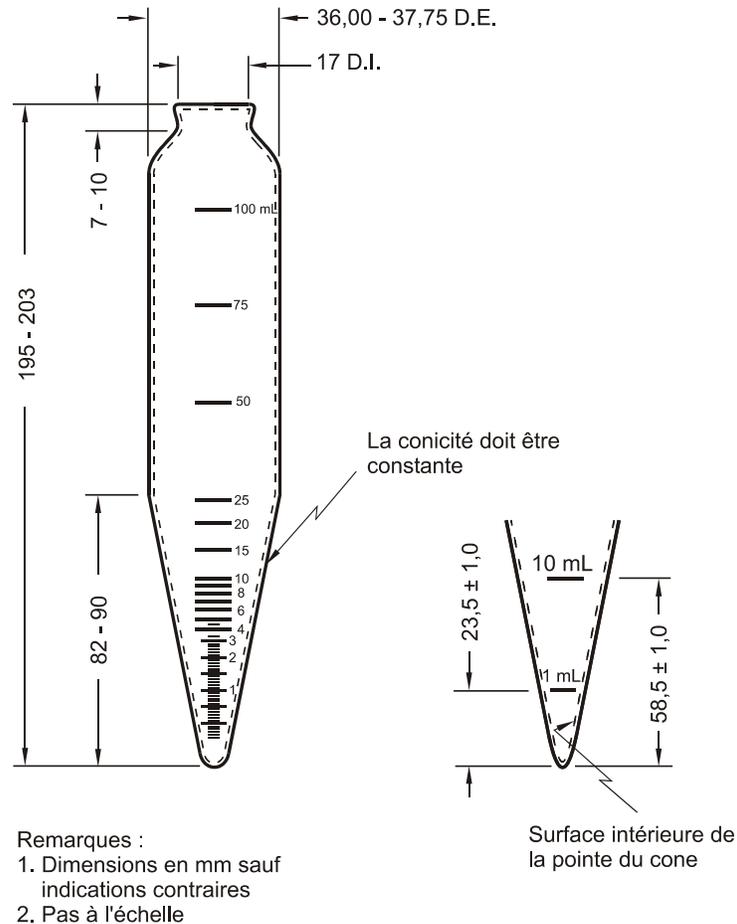


Figure 6 — Tube de centrifugation ASTM de 8 pouces

Tableau V — 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
Plus de 0,1 à 0,3	0,05	± 0,03
Plus de 0,3 à 0,5	0,05	± 0,05
Plus de 0,5 à 1	0,10	± 0,05
Plus de 1 à 2	0,10	± 0,10
Plus de 2 à 3	0,20	± 0,10
Plus de 3 à 5	0,5	± 0,20
Plus de 5 à 10	1	± 0,50
Plus de 10 à 25	5	± 1,00
Plus de 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, les ceintures du croisillon et les coupelles de tourillons, y compris l'amortisseur en caoutchouc, doivent pouvoir supporter la force de centrifugation maximale que peut produire la source d'énergie. Les coupelles de 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 :

$$\text{Tours par minute} = 265 \sqrt{25,4 \times \frac{f.c.r.}{d}}$$

où :

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

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

Le tableau VI montre le rapport entre le diamètre de rotation, la force centrifuge relative (f.c.r.) et les tours par minute.

Tableau VI — Vitesses de rotation de centrifugeuses de divers diamètres

Diamètre de rotation, en millimètres^a	Tours par minute à 600 f.c.r.	Tours par minute à 700 f.c.r.
483	1 490	1 610
508	1 450	1 570
533	1 420	1 530
559	1 390	1 500

^a Mesuré en millimètres entre les extrémités de deux tubes opposés en position de rotation.

S7.5.2 Procédure

Équilibrer les tubes de centrifugation bouchés avec leurs coupelles de tourillons respectives, par paires selon ~~la masse le poids~~, sur 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. Mettre 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.

S7.5.3 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.

S7.6 Coupelles de freins normalisées en caoutchouc butadiène-styrène (SBR)

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

Formule de composition du caoutchouc

Ingrédients	Parties en <u>masse poids</u>
SBR type 1503 ^a	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
Dibetanaphthyl-p-phénylénédiamine symétrique	1,5
Peroxyde de dicumyle à 40 p. 100 dilué dans un précipité de CaCO ₃ ^b	4,5
Total	153,25

^a Le philprène 1503 s'est avéré convenir à cet usage.

^b N'utiliser que dans les 90 jours qui suivent la fabrication et entreposer à une température inférieure à 27°C (80°F).

REMARQUE : Les ingrédients accompagnés de la mention (NBS) doivent avoir des propriétés identiques à celles que prescrit le « *National Institute ~~Bureau~~ of Standards and Technology* » 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 J1703b de la SAE. Les coupelles doivent être utilisées lors des essais de liquide pour frein moins de 6 mois après la date de leur fabrication, lorsqu'elles ont été entreposées à une température inférieure à 30°C (86°F) ou dans les 36 mois qui suivent la date de leur fabrication si elles ont été entreposées à des températures inférieures à -15°C (+5°F). 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 leur véritable configuration avant d'être mesurées.

S7.7 Isopropanol

ACS (*American Chemical Society*) ou formule réactive.