

MAj = 00/02

CENTRE UNIVERSITAIRE LARBI BEN M'HIDI OUM EL BOUAGHI

INSTITUT DES SCIENCES EXACTES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



1<sup>er</sup> Exp: ch. 54

**ETUDE DE QUELQUES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES  
MOTEURS EN SERVICE  
CAS DE 20W50**

**Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de magister**

**EN : CHIMIE ORGANIQUE INDUSTRIELLE**

**PAR : Soumia Hamdane**

**Sous la direction de : Said Hafsi**

**Devant le jury composé de :**

**Yacine Al-Hillo**

**Malek RASSOUL**

**Président**

**Amar**

**DIBI**

**Examineur**

**Mustafa**

**BOUHENGUEL**

**Examineur**

**Ahcène**

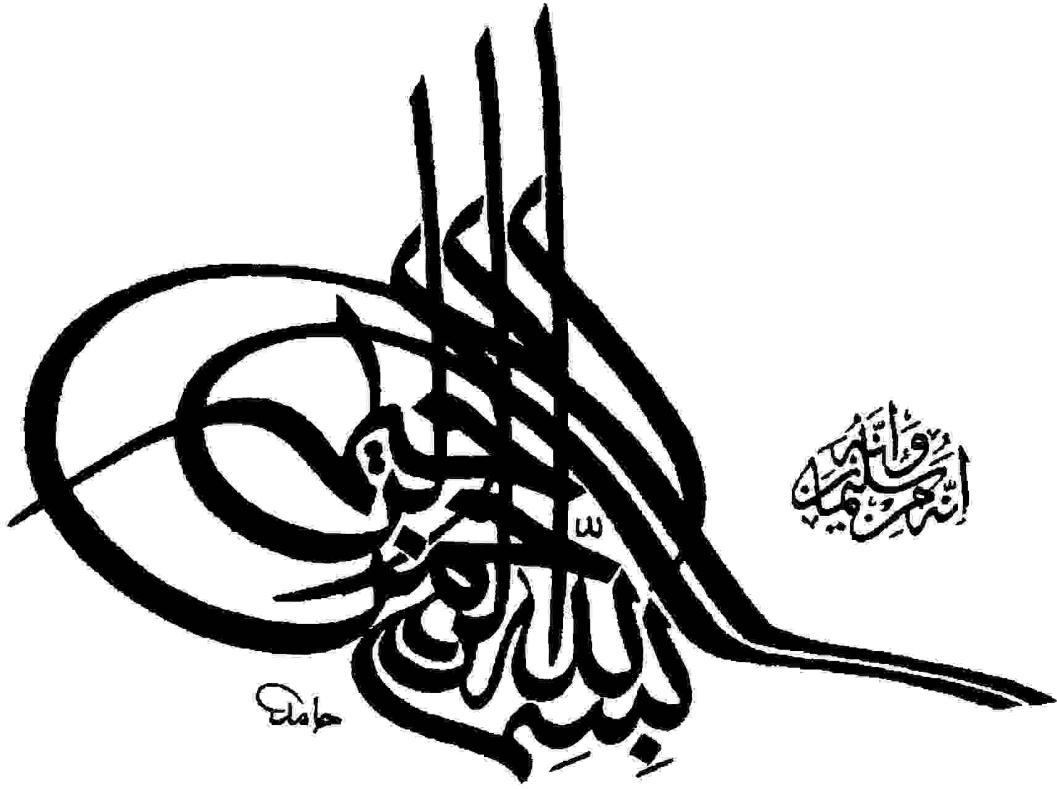
**BOUCHAMA**

**Examineur**

**LE :**

10 / 2001

06/A 44



## Remerciements

*Ce travail a été effectué sous la direction de monsieur  
HAFSI SAID, maître de conférences au centre universitaire  
LARBI BEN M'HIDI Oum El Bouaghi.*

*Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour sa vive  
contribution à l'élaboration de ce travail.*

*Je lui suis reconnaissante à la fois pour ces encouragements  
et pour l'efficacité de nombreux conseils qu'il m'a prodigués.*

*J'exprime ma profonde reconnaissance au professeur  
M. RASSOUL YACINE AL-HILLO qui m'a fait l'honneur de  
présider le jury.*

*Je tiens aussi à remercier messieurs A. DIBI professeur à  
l'Université de BATNA ,*

*M. BOUHENGUEL, H. BOUCHAMA maîtres de  
conférence qui m'ont honoré*

*en examinant ce travail et en participant au jury.*

*je remercie tout particulièrement monsieur S.ROMANI chef  
de service de laboratoire d'analyse et contrôle de qualité à la  
SONATRACH pour sa précieuse collaboration.*

*En fin mes remerciements s'adressent aussi à messieurs :*

*H. KOURDANI , Y. REZGUI, et A. TIGHEZZA*

إهداء

إلى كل أطفال القدس

•

## SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

### CHAPITRE 1

#### LES LUBRIFIANTS

1.1 GENERALITE.....	3
1.2 LA FONCTION DES LUBRIFIANTS.....	4
1.3 COMPOSITION DES HUILES POUR MOTEURS.....	5
1.4 LES HUILES DE BASES .....	6
1.5 FABRICATION DES HUILES MINERALES DE BASE.....	7
1.6 LES ADDITIFS .....	8
1.6.1 Définition des additifs .....	8
1.6.2 Classement des additifs.....	8
1.6.3 Les additifs de couleur et de fluorescence.....	9
1.6.4 Les additifs améliorants la viscosité.....	10
1.6.5 Les additifs détergents – dispersifs .....	13
1.6.6 Les additifs anti- oxydant et anti-corrosifs.....	14
1.6.7 Les additifs anti-mousse .....	14
1.7 LES HUILES ALGERIENNES.....	15
1.8 CLASSIFICATION DES HUILES POUR MOTEUR .....	15

### • CHAPITRE 2

#### PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES

2.1 INTRODUCTION.....	17
2.2 Densité .....	18
2.3 VISCOSITE .....	18

2.3.1 La viscosité cinématique .....	20
2.3.2. Variation de viscosité en fonction de la température .....	20
2.4 Le point d'éclair .....	21
2.5 Le point d'inflammabilité .....	21
2.6 Acidité des huiles .....	21
2.7 Teneur en cendres .....	22
2.8 Détergence et dispersivité .....	22
2.9 Indice de réfraction .....	23
2.10 Spectroscopie infrarouge (IR) .....	24

### CHAPITRE 3

#### RESULTATS ET INTERPRETATIONS

3.1 INTRODUCTION.....	26
3.2.1 Teneur en eau .....	26
3.2.1.1 Objet .....	27
3.2.1.2 Mode Opérateur .....	27
3.2.1.3 Résultats et interprétation .....	28
3.2.2 Indice d'acidité .....	30
3.2.2.1 Objet .....	30
3.2.2.2 Mode Opérateur .....	30
3.2.2.3 Résultats et interprétation.....	31
3.2.3 Viscosité cinématique.....	32
3.2.3.1 Objet.....	32
3.2.3.2 Mode Opérateur.....	32
3.2.3.3 Résultat et interprétation.....	33
3.2.4 Densité.....	34
3.2.4.1 Objet .....	34

<b>3.2.4.2 Mode opératoire .....</b>	<b>34</b>
<b>3.2.4.3 Résultat et interprétation.....</b>	<b>35</b>
<b>3.2.5 Teneur en cendre.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.5.1 Objet .....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.5.2 Mode opératoire .....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.5.3 Résultat et interprétation.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.6 Point d'éclair et d'inflammabilité.....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.6.1 Objet.....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.6.2 Mode opératoire .....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.6.3 Résultats et interprétation.....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.7. Indice de réfraction.....</b>	<b>40</b>
<b>3.2.7.1 Objet .....</b>	<b>40</b>
<b>3.2.7.2 Mode opératoire.....</b>	<b>40</b>
<b>3.2.7.3 Résultats et interprétation .....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.7.4 Variation de l'indice réfraction en fonction de la densité .....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.8 Propriétés dispersantes ( Méthode à la tache d'huile) .....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.8.1 Objet .....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.8.2 Mode opératoire.....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.8.3 Résultats et interprétation.....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.9 Approche Mathématique .....</b>	<b>45</b>
<b>3.2.10 Spectroscopie IR .....</b>	<b>46</b>
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>48</b>
<b>ANNEXE .....</b>	<b>49</b>

# **INTRODUCTION GENERALE**

Le progrès scientifique et technique a mis à notre disposition un nombre important de produits et d'équipements qui nécessitent un haut niveau de connaissance. Les lubrifiants par leur diversité, leur spécificité et leur haute technologie en font partie. Ces derniers sont nécessaires pour permettre le frottement sans grippage des pièces entre elles et pour limiter l'usure et les échauffements. Les lubrifiants sont utilisés partout où les pièces en mouvement ne sont pas autolubrifiantes.

La lubrification du moteur nécessite des huiles qui permettent de :

- Réduire les frottements entre les organes mécaniques en mouvement,
- Refroidir les pièces,
- Diminuer l'usure,
- Nettoyer et éviter la formation de dépôts,
- Empêcher l'oxydation.

Les huiles lubrifiantes peuvent provenir de deux origines : soit des huiles minérales issues de la distillation du pétrole brut, soit des huiles synthétiques. Mais minérales ou synthétiques et quelles que soient leurs caractéristiques, les huiles de base ne peuvent prétendre satisfaire seules toutes les exigences des moteurs de véhicules. Il faut rehausser leurs qualités ou leurs en ajouter d'autres, ce que l'on fait par l'incorporation d'additifs « dopes ». Cela leur confère des qualités correspondant aux exigences spécifiques aux utilisations auxquelles ces huiles sont destinées. Les additifs sont incorporés aux huiles de base, dans le but d'améliorer certaines de leurs propriétés ou de leurs en apporter de nouvelle. Il existent des additifs ne possédant qu'une seule fonction tandis que d'autres, à structure souvent plus complexes, sont multifonctionnels [1,2].

Il existe un grand nombre de systèmes de classification des lubrifiants dans le monde. En Algérie, deux systèmes sont utilisés, A.P.I (Américain) et CCMC (Européen). Dans les deux cas, on distingue les lubrifiants en fonction du carburant actionnant le moteur :

- Lubrifiant pour moteurs à essence,
- Lubrifiant pour moteurs diesel,
- Lubrifiant mixte essence et diesel.

Dans les deux systèmes, les lubrifiants sont classés en fonction de leur viscosité.

Pour y participer même modestement dans ce domaine , on a travaillé sur une huile dont l'utilisation est très répandue, classée selon la norme S.A.E. « huile multigrade 20 W 50 » et qui doit être vidangée, selon le fabricant, après dix milles kilomètres de service [3].

Notre travail a été consacré à l'étude des quelques propriétés physico-chimiques de l'huile de graissage en fonction du nombre d'heures de marche du moteur. On remplit le carter avec de l'huile du moteur et on effectue des prélèvements successifs respectivement après 20, 50, 80, 100 heures de marche. Pour chaque échantillon on a effectué les analyses selon les normes internationales publiées dans ce domaine [4]. Une partie de ces analyses a été réalisée avec la collaboration des laboratoires de SONATRACH.

Ce travail comporte trois chapitres :

Le premier chapitre du mémoire a été consacré à une description générale des lubrifiants et plus spécialement aux huiles pour moteurs.

Dans le deuxième chapitre on a présenté les propriétés physico-chimiques des huiles pour moteur.

Enfin le troisième chapitre traite d'une façon très détaillée la partie expérimentale concernant les analyses avec leurs modes opératoires, les résultats et leurs interprétations.

•

# **CHAPITRE 1**

# **LES LUBRIFIANTS**

## 1.1 GENERALITE

Le lubrifiant du latin « *lubricus* », à savoir glissant, est un produit qui interposé entre les surfaces frottantes d'un mécanisme, en facilite le fonctionnement, réduit le frottement et par conséquent l'échauffement, tout en combattant l'usure des organes en mouvement.

Historiquement, l'usage des lubrifiants sous forme de graisses animales, d'huiles végétales de bitume, d'argiles mouillées, remonte à la plus haute antiquité. Les produits utilisés furent essentiellement des huiles et corps gras d'origine animale ou végétale. Puis les huiles d'origine pétrolière s'imposèrent vers la fin du 19<sup>ème</sup> siècle, mais ce n'est qu'à partir de 1930 et surtout entre 1940 et 1950, que les grandes découvertes en matières d'additifs et de lubrifiants de synthèses ont été faites[5,6,7].

S'il est permis de dire que le formidable essor de l'industrie, depuis le début de ce siècle jusqu'à nos jours, est incontestablement lié aux constants progrès réalisés dans les domaines de la mécanique et de la métallurgie, il convient de préciser qu'il est aussi à mettre à l'actif et dans une très large mesure, à l'emploi de lubrifiants et aux remarquables améliorations apportées à ceux-ci pour augmenter leurs caractéristiques rhéologiques, et pour accroître leur résistance aux diverses agressions chimiques et thermiques engendrées par la sévèrisation des conditions d'utilisation des machines.

La mise au point d'un nouveau lubrifiant, pour une application donnée, relève de plus en plus du tour de force technique et requiert de la part du formateur des connaissances encore plus étendues [8,9,10] :

- Sur les caractéristiques des huiles dites de « base » mises à sa disposition par l'industrie du raffinage du pétrole et/ou par l'industrie chimique.
- Sur les performances des additifs élémentaires et des interactions « parfois néfastes » auxquelles ils peuvent conduire une fois assemblés.
- Des moyens d'évolution et de contrôle physico-chimique et mécanique des performances lubrifiantes du produit préparé.

## 1.2 LA FONCTION DES LUBRIFIANTS

Dans tous les cas, les lubrifiants ont essentiellement pour fonction [10, 11, 12] de : Réduire les frottements dans les machines et par conséquent économiser l'énergie. Combattre l'usure des machines sous toutes ses formes, usure adhésive et grippage, par fatigue de contact, corrosion de contact, en vue d'augmenter la longévité et la fiabilité des machines.

- Protéger les organes contre les corrosions humides et acides. Les lubrifiants peuvent aussi avoir d'autres fonctions importantes, en particulier :
  - Evacuer les calories ; étant en contact intime avec les organes, souvent très chauds, le lubrifiant contribue d'une façon très active à leur refroidissement et à l'évacuation de ces calories. Cette fonction réfrigérante, importante pour les moteurs thermiques et les mécaniques rapides, est primordiale pour la plupart des fluides de travail des métaux, pour les huiles de trempe et pour les fluides caloporteurs.
  - Contribuer à parfaire l'étanchéité aux gaz, aux liquides et aux contaminants solides. Par exemple, dans le cas des moteurs à essences ou diesels, le lubrifiant permet d'améliorer l'étanchéité des segments et des joints, de même que la graisse empêche la contamination des roulements par les fuites et les poussières.
  - Neutraliser ou évacuer les impuretés : le lubrifiant garde propre les surfaces et les circuits en neutralisant ou en évacuant les produits indésirables suite de combustion dans les moteurs à combustion interne, poussière, débris d'usure, produits de dégradation thermique ou chimique du lubrifiant du fait d'une activité détergente et d'une aptitude à favoriser l'élimination des contaminants par filtration ou autre séparation physique de purge.
  - Transmettre l'énergie dans les systèmes hydrauliques.
  - Absorber les chocs et réduire le bruit.
  - Assurer des fonctions passives diverses telles que résistance au feu, moussage à l'aération et aux bactéries.

### 1.3 COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES POUR MOTEURS

La composition chimique d'une huile moteur est dictée par les caractéristiques que l'on désire obtenir en fonction des exigences de telle ou telle spécification que l'on veut satisfaire, et cela dans les meilleures conditions de prix.

Pour obtenir un bon produit fini, il est indispensable aussi d'exercer un contrôle très rigoureux de la pureté des produits de base à mettre en œuvre.

Les huiles modernes pour moteurs sont composées [4, 7, 13]:

- D'une ou plusieurs huiles de base obtenues par raffinage des fractions lubrifiantes tirées dans la majorité des cas de pétroles bruts.
- De produits chimiques complexes, appelés additifs ou dopes, dont la teneur globale est comprise entre 2 et 20% selon le type d'huile.

Le choix d'une ou plusieurs huiles de base est à déterminer :

1. En fonction de la viscosité de l'huile finie à obtenir. Par exemple la réalisation d'une huile S. A. E 20 peut se faire à partir d'une seule huile de base. Par contre pour obtenir une huile S. A. E 30 on procède le plus souvent par mélange d'au moins deux huiles de base, l'une dite légère, l'autre dite lourde.

2. En fonction de la nature chimique recherchée.

Le choix convenable des huiles de base permet d'obtenir des huiles finies à tendance paraffinique, naphénique ou mixte. Ce choix de la nature chimique prépondérante dépend des applications. Par exemple, certaines huiles peuvent contenir trois huiles de base différentes: une base légère de tendance paraffinique, une base moyenne de tendance naphénique et base lourde de tendance paraffinique.

3. En fonction des additifs utilisés.

Le choix des additifs est déterminé par l'ensemble des caractéristiques et propriétés que l'on désire conférer à l'huile finie. Par conséquent, certains additifs travaillent beaucoup mieux dans des types d'huiles que d'autres.

## 1.4 LES HUILES DE BASES

Les lubrifiants d'origine végétale et animale (huile grasse, corps gras et cires liquides) furent les premiers produits utilisés pour la lubrification ; ils sont aujourd'hui supplantés par les huiles minérales et les produits de synthèse. Seules quelques applications particulières leur sont encore réservées[14].

Les lubrifiants d'origine minérale ou huiles de pétrole sont extraits de coupes pétrolières provenant de la distillation du pétrole brut. Selon que le pétrole brut appartient aux types paraffiniques ou naphthéniques, les huiles de bases sont dites à tendance paraffinique ou à tendance naphthénique[8, 9, 15].

- *Tendance paraffinique*

Elle est représentée par l'ensemble des hydrocarbures saturés à chaîne linéaire ou ramifiée, mais non cyclique. Ces types d'huiles sont stables à l'oxydation, possèdent un indice de viscosité élevé, une faible agressivité vis-à-vis des élastomères. Pour une viscosité donnée, ces huiles ont une faible densité, une faible volatilité, un faible pouvoir solvant et une variation relativement faible de la viscosité en fonction de la température.

- *Tendance naphthénique*

Elle est composée d'hydrocarbures saturés, tout comme les paraffines, mais en outre cycliques ou polycyclique. Les arrangements moléculaires sont très complexes. Les caractéristiques physiques et chimiques s'éloignent d'autant plus de celles des paraffines que les chaînes fixées sur les noyaux sont plus courtes. Ces huiles sont moins stables à l'oxydation, possèdent un indice de viscosité plus faible, sont plus agressives vis-à-vis des joints moteurs mais ont un bon pouvoir solvant et un bas point d'écoulement. Pour une viscosité donnée les huiles à tendance naphthénique ont une densité relativement élevée, une plus grande volatilité et une variation assez rapide de viscosité en fonction de la température.

Les aromatiques produits cycliques insaturés, présentes des caractères encore plus accusés que les naphthènes. Il est nécessaire de les éliminer au maximum.

Les huiles de synthèse sont issues de réactions chimiques, et se répartissent en trois familles selon leurs composants et le type de réactions :

- Polyglycols ce sont des hydrocarbures synthétisés par la condensation de noyau de benzène sur le tétraptopylène en présence de chlorure d'aluminium ;
  - Esters produites par la réaction d'estérification entre un alcool et un acide organique ;
- L'huile de synthèse, ayant une structure moléculaire bien définie donnant un produit homogène et stable, a de meilleures propriétés. Elle jouit d'une viscosité bien définie aux températures basses et élevées, d'une bonne stabilité à l'oxydation, d'une faible volatilité et d'une bonne tenue à chaud. L'huile minérale, qui est un mélange et donc un produit hétérogène et moins stable, pour peu que base et additifs soient convenablement sélectionnés et dosés, suffit à couvrir tous les besoins avec un produit relativement bon marché.

## 1.5 FABRICATION DES HUILES MINERALES DE BASE

Les huiles de base pour moteur sont tirées de fractions lubrifiantes obtenues par distillation sous vide du brut réduit, c'est-à-dire, du pétrole brut dont les gaz et les produits blancs (essences, pétrole lampant et gaz-oil) ont été retirés au préalable par distillation sous pression atmosphérique. Les procédés de traitement mis en œuvre sont nombreux et variés [6, 12, 16] ; parmi les plus utilisés on a :

1. Le traitement à l'acide sulfurique, peu utilisé de nos jours pour les huiles moteurs .
2. Le traitement aux solvants tels que :
  - Le phénol,
  - L'anhydride sulfureux liquide,
  - Le furfural,
  - Le duo-sol soit deux solvants, le propane et le crésol,
  - Le propane ;
3. Le traitement de paraffinage
  - Par filtration sur filtre-presse ou par centrifugation de l'huile diluée et refroidie (procédé assez ancien)

- Avec des solvants, tels que : le propane, le mélange méthyléthylecétone-benzène ou le toluène, ect.
4. Les traitements de neutralisation et de décolorisation avec des terres spéciales :
- Par percolation
  - Par contact.

## 1.6 LES ADDITIFS

Juste avant la dernière guerre, la technique du raffinage des fabrications lubrifiantes tirées du pétrole étaient arrivées à un stade tel de perfectionnement qu'il ne semblait plus guère possible de compter sur une amélioration spectaculaire de la qualité des huiles de moteurs.

Or, du fait de nouveaux dessins de moteurs, les huiles minérales appelées encore « huiles classiques » ne répondaient plus que d'une manière imparfaite aux nouvelles exigences du graissage.

Le besoin se faisait donc sentir de trouver « quelque chose », en plus de raffinage, qui permette simultanément d'améliorer les caractéristiques des huiles de base, de rehausser certaines de leurs propriétés potentielles qu'elles possèdent à des degrés divers, et mieux encore leur conférer des propriétés nouvelles.

Cette limitation qualitative des huiles minérales pures, et ce quelque chose dont le besoin était de plus en plus pressant, sont à la base de la création des additifs ou dopes [15, 16, 17].

### 1.6.1 Définition des additifs

Les additifs sont des produits complexes incorporés aux huiles de bases, dans le but d'améliorer certaines de leurs propriétés ou de leur en porter des nouvelles. Les mélanges et les dosages des différents composants entrant dans une formulation de lubrifiant doivent tenir compte des antagonismes ou des synergies des produits entre eux. Il existe des additifs ne possédant qu'une seule fonction tandis que d'autres, à structure souvent plus complexe, sont multifonctionnels [18].

### 1.6.2 Classement des additifs

Les additifs pour huiles moteurs peuvent être classés selon leurs actions sur :

### *1. Les propriétés physiques*

telles que :

- La couleur et la fluorescence,
- La viscosité,
- La congélation.

### *2. Les propriétés physico-chimiques*

telles que :

- le pouvoir dispersif,
- la réduction du frottement et de l'usure,
- l'aptitude au rodage,
- le pouvoir anti-rouille,
- la résistance au moussage.

### *3. Les propriétés chimiques*

En particulier :

- la résistance à la corrosion et à l'oxydation.

## **1.6.3 Les additifs de couleur et de fluorescence**

Le raffinage sélectif aux solvants ou le raffinage à l'acide sulfurique diminuent la fluorescence naturelle des huiles en retirant de très faibles quantités de produits colorants. Cela ne paraît avoir qu'une importance négligeable sur le comportement des huiles ; par contre, il n'en est pas toujours de même sur le plan commercial. La persistance de cette fluorescence en cours de service est prise quelque fois aussi, mais de manière erronée, comme un indice de qualité, et parfois même de base d'appréciation de la vidange des moteurs.

Quoi qu'il en soit, les additifs de fluorescence synthétiques sont utilisables pour conférer aux huiles l'apparence. Les quantités à utiliser sont très faibles tout au plus de l'ordre de 2.5 à 5mg par litre d'huile [7].

#### 1.6.4 Les additifs améliorants la viscosité

Dans la phase du graissage, l'huile est susceptible d'être mise à des écarts de température de l'ordre de 200°C (Fig1.1). La tendance est d'utiliser des huiles dont les variations de viscosité avec la température soient réduites que possible. Les huiles doivent être donc ni trop visqueuses à basse température, ni trop fluides à haute température.

Pour satisfaire les deux conditions, la première solution adoptée réside dans le mélange de deux huiles de bases, l'une suffisamment fluide, l'autre lourde. Cette solution est toujours appliquée, mais présente deux inconvénients, le premier est que l'huile lourde contribue à la formation de carbone dans les chambres de combustion, le deuxième, c'est que les méthodes de raffinages ne permettent pas de préparer des huiles de base lourdes et légères avec un indice de viscosité élevé.

Pour contourner cette difficulté, et à fin de répondre au besoin de plus en plus important d'huiles à haut indice de viscosité, on s'est orienté vers la deuxième solution qui est l'incorporation dans les huiles de base fluide des additifs dits « améliorant d'indice de viscosité » qui ont ainsi conduit aux huiles dites « multigrades »

Un additif d'indice de viscosité est un produit qui, ajouté à des faibles concentrations (de l'ordre de quelque pour cent) à une huile, améliore ses propriétés rhéologiques. La modification de ces propriétés peut se caractériser par un épaissement de l'huile à toute température, de plus ce type d'additifs doit répondre à plusieurs exigences d'ordre général, qui sont :

- stabilité à l'oxydation et absence d'action corrosive,
- stabilité thermique,
- compatibilité avec les autres additifs présents dans une huile moteur.

Les additifs d'indice de viscosité actuellement commercialisés se classent en deux grandes catégories :

- Les polymères hydrocarbonés non dispersants et dispersants .
- Les polymères d'esters non dispersants et dispersants.

Les polymères hydrocarbonés les plus répandus sont :

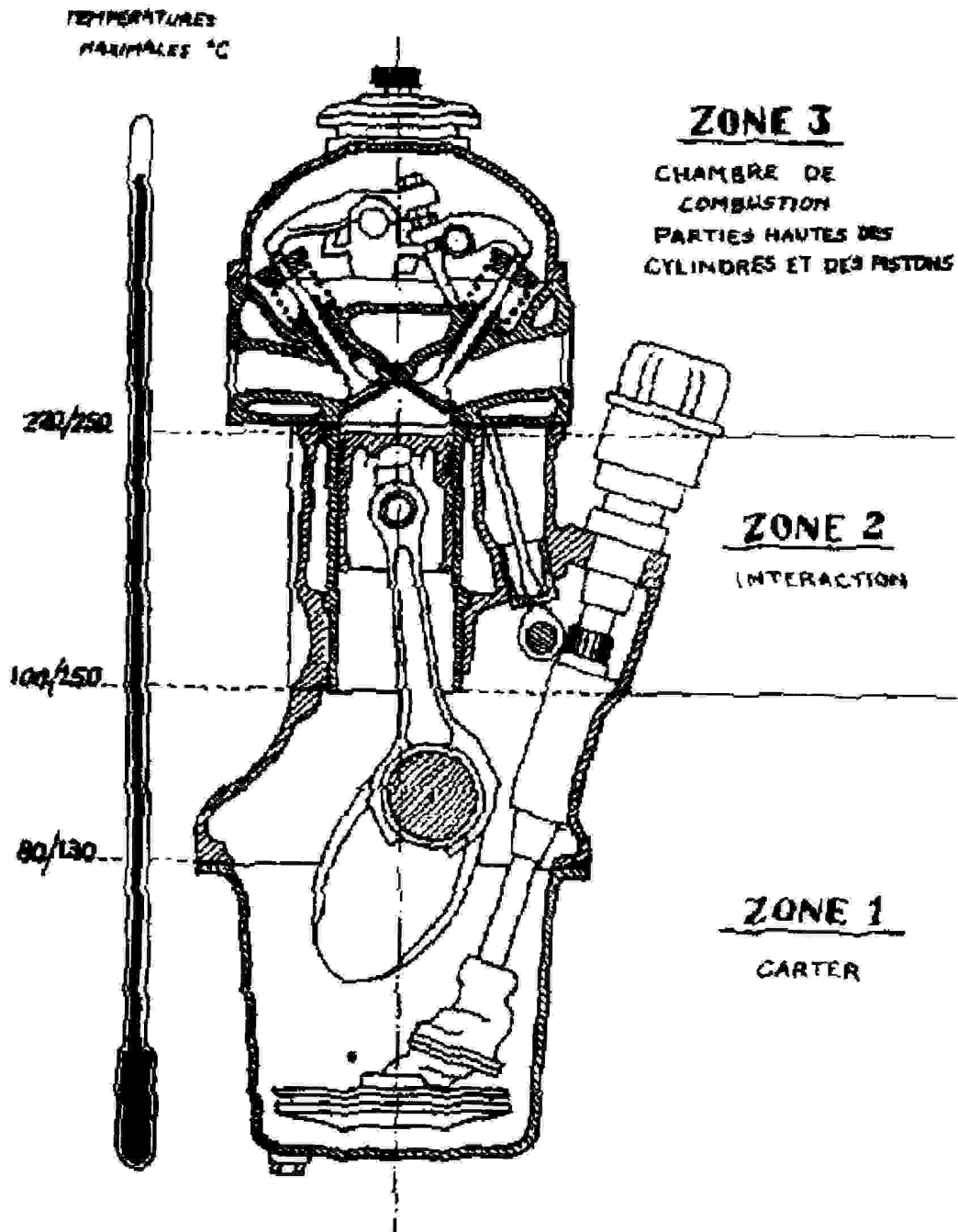
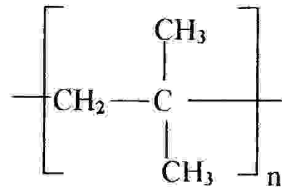
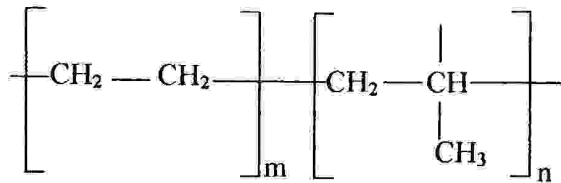


Figure 1.1 : Allure générale de l'évolution de la température de l'huile de graissage dans un moteur à essence [48]

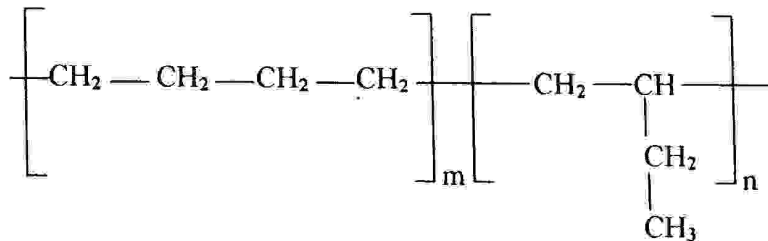
- Les polyisobutylènes .



- Les copolymères d'éthylène et de propylène .

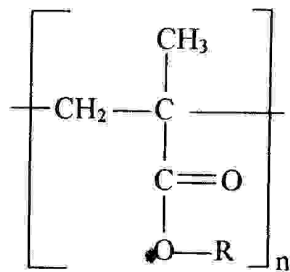


- Les polybutadiènes .

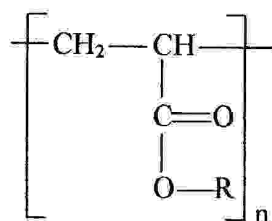


Parmi les polymères d'esters non dispersants et dispersants on trouve :

- Les polymétacrylates



- Les polyacrylates



### 1.6.5 Les additifs détergents – dispersifs

La fabrication des moteurs a permis de constater que les huiles minérales pures, même à tendance naphténiq ue ne donnaient plus satisfaction en raison des révisions fréquentes des moteurs. L'idée donc est d'introduire dans l'huile de graissage un savon pour le nettoyage des pièces de moteur. Le moteur utilisé dans ces conditions a fonctionné alors plus longtemps sans incident du fait de la mise en suspension dans l'huile des matières qui auparavant, encrassaient les gorges de segments et provoquaient le gommage de ces derniers.

Le graissage des moteurs à essence et Diesel à l'heure actuelle est assuré pratiquement à 90% avec des huiles détergentes dont les teneurs en additifs varient de 2 à 25%. D'une manière générale les additifs détergents représentent 50% des additifs utilisés dans tous les lubrifiants [19].

Les huiles détergentes ne sont pas utilisées pour nettoyer les moteurs encrassés, mais au contraire pour empêcher l'encrassement des moteurs en maintenant les matières solides ou semi-solide en suspensions dans l'huile. L'action des huiles détergentes ne se limite pas à la seule mise en suspension des ces matières, mais elles exercent en plus un rôle important dans la réduction de l'usure de certaines parties du moteur.

Les additifs détergents-dispersants appartiennent à des familles chimiques très différentes, mais représentent néanmoins des caractéristiques communes.

Les additifs détergent dispersants peuvent être divisés en deux grandes classes

- les additifs renfermant un métal dans leurs molécules .
- les additifs ne renfermant un métal dans leurs molécules .

Parmi les additifs renfermant un métal dans leurs molécules , on distingue :

- Les sulfonates de formule générale  $R-SO_3H$  .
- Les alkylphénates et les alkylphénates sulfurés .
- Alcoylphosphanates .

Parmi les sans cendres (ne renfermant pas un métal dans leurs molécules), on distingue :

- Le méthacrylate de dodécyle
- Le méthacrylate de N diéthyl-éthylamine .
- Le vinylpyridine .

### 1.6.6 Les additifs anti- oxydants et anti-corrosifs

La dégradation des huiles dans les moteurs est essentiellement due à une réaction d'oxydation. Le mécanisme de cette réaction dans le moteur est complexe, en raison des conditions qui y règnent, en particulier :

- la température élevée à laquelle sont portées les pièces proches de la chambre de combustion : pistons, segments, etc.
- la pollution du lubrifiant par les résidus de combustion ;
- l'action des métaux : fer, cuivre, plomb.

Pour diminuer l'effet de l'oxydation des huiles, divers additifs sont utilisés ; ils sont en général, polyfonctionnels et assurent en plus la protection des coussinets envers la corrosion.

Les additifs anti-oxydants et anti-corrosifs sont ajoutés à faible concentration, de l'ordre de 1 à 1.5% en poids. Les inhibiteurs d'oxydation et de corrosion utilisés se rattachent au types indiqués ci-après :

1. Les composés sulfurés tels que les alkylphénates sulfurés ou disulfurés .
2. Les composés phosphorés comme les sels de calcium des alkylphosphates .
3. Les composés azotés qui sont en général des dérivés aminés aromatiques comme les méthyldiaminodiphényl-méthane.

### 1.6.7 Les additifs anti-mousse

L'utilisation des additifs détergents-dispersants permet de stabiliser la mousse dans les huiles. La résolution de ce problème réside donc dans l'addition des additifs anti-mousse. Un agent anti-mousse agit en modifiant soit la quantité, soit la stabilité de la mousse, ou encore les deux à la fois. La plus part des additifs anti-mousse sont solubles dans l'huile. les plus utilisés sont les polyméthylsiloxane .

## 1.7 LES HUILES ALGERIENNES

Comme c'est cité au-dessus, les huiles de moteurs sont soit minérales, soit synthétiques. Les huiles algériennes sont des huiles minérales, fabriquées exclusivement à partir des bases minérales provenant du raffinage de pétrole brut algérien dans la raffinerie d'Arzew. Le brut distillé dans une colonne à pression atmosphérique, produit des G.P.L ( gaz de pétrole liquéfiés), des carburants et un résidu lourd.

Le résidu dont la température d'ébullition est supérieure à 360°C est à son tour distillé sous vide pour produire quatre coupes d'huiles brutes qui, après un raffinage complexe, elles sont transformées en bases nécessaires à la fabrication des différents types de lubrifiants.

## 1.8 CLASSIFICATION DES HUILES POUR MOTEUR

La classification quasi internationale adoptée pour les huiles est celle de la S.A.E. américaine (Society of Automotive Engineers). Elle est très insuffisante et repose uniquement sur la viscosité de l'huile. Elle indique un indice de viscosité à froid suivi de la lettre W (de winter, hiver), et un indice de viscosité à chaud. A froid on a 0W, 5W, 10W, 15W ou 20W. A chaud on a 20, 30, 40 et 50. Ces chiffres n'indiquent pas une valeur de viscosité, mais ne sont que des chiffres repères arbitraires ; plus le chiffre à froid est bas, plus l'huile est fluide à basse température, plus le chiffre à chaud est élevé, plus elle reste épaisse et capable de résister aux fortes températures. A ces chiffres correspondent en fait des intervalles de viscosité dont les valeurs de base fixées par l'organisme américain sont exprimées en « secondes Saybolt Universel », qui est une viscosité relative. Le tableau 1.1 indique les intervalles de viscosité de quelques huiles [20].

Tab.1.1: Intervalles de viscosités de quelques huiles.

Nombre S.A.E. de viscosité	Intervalles de viscosité, exprimée en secondes Saybolt Universel			
	A 0°F, soit -18°C		A 210°F, soit 98,9°C	
	minimale	maximale	minimale	maximale
5W	—	4000	—	—
10W	6000 (*)	< à 12000	—	—
20W	12000 (**)	48000	—	—
20	—	—	45	< à 58
30	—	—	58	< à 70
40	—	—	70	< à 85

(\*): Cette viscosité minimale à 0°F peut être abandonnée si la viscosité à 210°F est au moins de 40 S.S.U.

(\*\*): Cette viscosité minimale à 0°F peut être abandonnée si la viscosité à 210°F est au moins de 45 S.S.U.

La classification selon l'organisme A.P.I. (American Petroleum Institute) tient compte des autres caractéristiques du lubrifiant (détergence, dispersivité, etc.) et de leur domaine d'application en fonction des conditions de service, de la conception des moteurs et de la qualité des carburants. Pour les moteurs à essences, les huiles sont répertoriées par la lettre S (Service) suivie d'une gradation de A à G. Pour les Diesel, elles sont répertoriées par la lettre C (Commercial) suivie d'une gradation de A à E. SA ou CA sont pratiquement des huiles de base.

La classification selon les organismes C.C.M.C. (Comité des Constructeurs du Marché Commun) est plus sévère que les exigences américaines et résulte d'essais effectués sur des moteurs européens.

**CHAPITRE 2**  
**PROPRIETES**  
**PHYSICO-CHIMIQUES**  
**DES LUBRIFIANTS**

## 2.1 INTRODUCTION

Un lubrifiant se qualifie pour une application déterminée, par les propriétés requises pour cet emploi. Ces propriétés sont consignées dans une norme ou une spécification. Certaines sont reprises, sous forme résumée, dans les fiches techniques destinées aux utilisateurs.

Dans certains cas, il est signalé la présence dans la composition, de constituants valorisants ou originaux (bases de synthèse, bases hydrotraitées à très haut indice de viscosité, nouveaux additifs, etc.) permettant de mieux promouvoir le produit, mais l'indication reste toujours assez vague quant à la nature exacte des constituants des lubrifiants et en aucun cas ne renseigne sur leurs concentrations.

Les propriétés des huiles se classent en deux groupes : les caractéristiques d'identification et d'utilisation et les caractéristiques de performances[20,21].

Les caractéristiques d'identification (densité, indice de réfraction, etc.) et d'utilisation sont des propriétés physiques et/ou chimiques, habituellement désignées « propriétés physico-chimiques », évaluées par des essais normalisés au laboratoire. Certains de ces caractéristiques sont véritablement des propriétés fonctionnelles (caractéristiques d'utilisation) ; c'est le cas, par exemple, de la viscosité.

Les caractéristiques de performances physico-chimiques sont évaluées par des essais effectués au laboratoire, sur bancs d'essai.

La détermination de certaines propriétés physico-chimiques permet de donner des renseignements sur la composition, l'état et la qualité de l'huile (neuve ou usagée).

## 2.2 Densité

La densité d'une substance, qui est généralement l'une des premières propriétés massiques par les quelles un corps est caractérisé, est le rapport de la masse volumique du corps à la masse volumique d'un corps de référence dans des conditions qui doivent être spécifiées pour les deux corps. En générale, les corps de références sont l'eau pour les liquides et l'air pour les gaz. La densité est donc un nombre sans dimension, qui permet de s'affranchir de l'influence de la variation de l'attraction de la pesanteur. Habituellement, la masse volumique est prise à 20°C pour le cops étudié et à 4°C pour l'eau. On désigne alors la densité par  $d_4^{20}$ .

On peut déterminer la densité à n'importe quelle température et ensuite calculer la valeur de la densité à 20°C selon la formule suivante[22] :

$$d_4^{20} = d_4^t + \gamma(t - 20) \quad (2-1)$$

Où :

$d_4^t$  : est la densité à la température de l'essai .

$\gamma$  : le coefficient de dilatation volumétrique.

$t$  : la température de l'essai en degré Celsius (°C).

On doit indiquer qu'aux Etats-Unis et en Angleterre, la densité est déterminée à 15,56 °C soit (60 °F). Elle s'écrit dans ce cas  $d_4^{15}$ . Il existe des tables de conversion qui permettent le passage de  $d_4^{20}$  à  $d_4^{15}$ .

D'une manière générale, les huiles à base aromatiques sont plus denses que les huiles à base naphténiqes, elles mêmes plus denses que les huiles à base aliphatiques [21].

### 2-3 VISCOSITE

Les propriétés rhéologiques des lubrifiants ne jouent pas uniquement un rôle essentiel dans fonctions qui leur sont désignées comme:

- les pertes d'énergie mécanique dans les moteurs ;
- l'usure et les frottements des pièces en mouvements ;
- la corrosion des pièces (éléments) en contact avec le lubrifiant ;

is aussi de la dissipation de la chaleur et l'évacuation des impuretés, et des dépôts formés ours du fonctionnement des moteurs. C'est pour toutes ces raisons qu'il est important de naître et de pouvoir mesurer et contrôler les propriétés rhéologiques des lubrifiants avec ision, en particulier la viscosité. Cette dernière est la propriété résultant de la résistance pposent les molécules d'un liquide à une force tendant à les déplacer par glissement [15, 7].

Au sein d'un liquide homogène dont la masse volumique est supposée constante, les déformations auxquelles ce corps peut être soumis sont des glissements ou des cisaillements auxquels il oppose une résistance mesurable.

Les liquides visqueux sont ceux qui manifestent une résistance  $F$ , fonction de la vitesse avec laquelle se produisent les glissements imposés et qui s'annulent avec eux.

Si au sein d'un tel liquide, un élément de surface  $S$  glisse sur un plan de même liquide distant de  $dx$ , avec une vitesse relative  $dv$ , le gradient de vitesse est conventionnellement égal à  $\frac{dv}{dx}$

La tension tangentielle  $F/S$  est fonction de  $\frac{dv}{dx}$ . Si le gradient de vitesse est assez faible pour que la relation entre ces deux grandeurs soit linéaire, elle s'exprime alors par l'équation de Newton [24] :

$$\frac{F}{S} = \eta \frac{dv}{dx} \quad (2-2)$$

où :

$\eta$  : est par définition le coefficient de viscosité dynamique.

L'unité de la viscosité dynamique dans le système S.I est le pascal-seconde (Pa.s)

### 2.3.1 La viscosité cinématique

En général on mesure la viscosité à partir du temps d'écoulement dans un capillaires d'une quantité donnée de liquide sous l'effet de la pesanteur. Les résultats des calculs ont montré que le temps d'écoulement est proportionnel à la viscosité et inversement proportionnel à la masse volumique du liquide  $\rho$ , soit :

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (2-3)$$

où :

$\nu$  : viscosité cinématique. \*

$\eta$  : viscosité dynamique.

Dans le système S.I, l'unité de mesure de la viscosité cinématique est  $m^2/s$ . Dans le système C.G.S, l'unité est  $cm^2/s$  ou stokes. On utilise beaucoup le centistokes ( cSt) ou  $mm^2/s$ .

### 2.3.2 Variation de la viscosité en fonction de la température

La variation de la viscosité en fonction de la température est une caractéristique très importante. IL est nécessaire dans ce cas de noter qu'avec l'abaissement de la température, l'accroissement de la viscosité ne soit brusque. Autrement dit, la courbe viscosité température doit être la plus coulante possible.

On se sert usuellement de deux grandeurs caractérisant la viscosité en fonction de la température : coefficient de viscosité et indice de viscosité. Le coefficient de viscosité est le rapport des viscosités cinématiques d'une huile à 40 et à 100°C ou à deux autres températures répondant aux limites de l'intervalle de températures dans lequel l'huile concernée est utilisée. Les huiles à courbe de température coulante se caractérisent par de faibles valeurs du coefficient de viscosité. Ce dernier ne reproduit pas entièrement l'allure de la courbe viscosité-température et son emploi ne s'est pas généralisé [25 ].

On utilise donc le plus souvent l'indice de viscosité ( IV). Cet indice , proposé par Dean et Davis [26], est fréquemment utilisé pour caractériser la viscosité des huiles en fonction de la température. C'est le rapport de la viscosité de l'huile étudiée à 37,8°C (100°F) et à 98,9 °C (210°F) aux valeurs de la viscosité, à ces mêmes températures, de deux huiles étalons qui auraient à 98,9°C la même viscosité que l'huile testée.

L'indice de viscosité d'une de ces huiles étalons (tirée d'un brut paraffineux de Pennsylvanie) est pris égal à 100 et celui de l'autre (brut résineux du littoral Méxicain) est pris égal à 0.

On trouve dans les tables la viscosité de ces deux huiles à 37,8°C.

L'indice de viscosité est calculé selon la formule [ 27 ]:

$$IV = L - X / (L - H) \times 100 \quad (2-4)$$

Où :

L : étant la viscosité à 37,8°C de l'huile étalon qui a l'indice de viscosité nul ;

H : la même chose pour l'huile à IV = 100 ;

X : Idem pour l'huile étudiée.

## 2.4 Point d'éclair

Le point d'éclair est défini par la température minimale à laquelle il faut porter l'huile pour que les vapeurs émises, en présence d'air forment un mélange susceptible de s'enflammer en présence d'une flamme ou étincelle électrique dans des conditions normalisées.

L'éclair est une faible explosion qui se produit dans le mélange d'huile et d'air pour des limites strictement définies de concentrations. On distingue les limites supérieures et inférieures.

La limite supérieure d'inflammabilité correspond à la concentration maximale de l'huile organique dans l'air, au-dessus de laquelle l'inflammation et la combustion par introduction d'une flamme extérieure sont impossibles à cause de déficit en oxygène.

La limite inférieure d'inflammabilité correspond à la concentration minimale de l'huile dans l'air, au-dessous de laquelle la chaleur dégagée à l'emplacement d'une inflammation locale n'est plus assez importante pour provoquer sa généralisation.

Le point d'éclair des huiles lubrifiantes est généralement compris entre 80 et 280°C [22,28].

## 2.5 Point d'inflammabilité

Le point d'inflammation ou d'inflammabilité est la température minimale à laquelle les vapeurs de l'huile forment une flamme stable et subsistante par introduction d'une source extérieure d'inflammation.

Le point d'inflammation est toujours supérieur au point d'éclair, parfois de plusieurs dizaines de degrés [28,29].

La nature des constituants de l'huile influe de manière considérable sur la température d'inflammabilité, elle est plus basse pour les huiles paraffiniques que pour les huiles naphthéniques [30].

## 2.6 Acidité des huiles

Les produits acides se rencontrent surtout dans les huiles usagées sous forme d'acides organiques provenant de l'oxydation des hydrocarbures, et d'acides inorganiques, en plus faible quantité, qui trouvent leur origine dans le soufre du gazole ou le chlore et le brome provenant de l'essence (chlorures ou bromures ajoutés au plomb tétraéthyle pour l'évacuation du plomb sous forme volatile).

Les huiles neuves peuvent aussi avoir un caractère acide apporté par certains additifs comme les composés phénoliques et les dithiophosphates de zinc [15, 21, 31].

La détermination de l'indice d'acidité d'une huile de lubrification neuve, nous permet de connaître ses propriétés initiales, et pour une huile en service ou usagée son degré d'altération **lié à la variation de l'indice d'acidité.**

L'indice d'acidité appelé encore Acid Number est, par définition, le nombre de milligrammes de potasse nécessaire à la neutralisation des acides organiques ou minéraux contenus dans un gramme d'huile.

## **2.7 Teneur en cendres métalliques**

La teneur en cendre d'une huile de graissage est le pourcentage en masse du résidu recueilli après calcination complète d'une quantité connue de cette huile. Les huiles de base ne donnent pas de cendres, tandis que les additifs qui sont généralement des sels organométalliques conduisent par calcination complète à la formation de cendres contenant de divers éléments chimiques, du calcium, du zinc, du magnésium, etc. [32]

## **2.8 Détergence et dispersivité**

Par la détergence, l'huile lutte contre la formation de tous les dépôts, exceptés ceux des chambres de combustion.

Les sources des dépôts trouvés dans les moteurs sont multiples. La quantité de ces dépôts dépend plus spécialement du carburant utilisé, de la manière dont il est brûlé, des températures d'huile et de refroidissement du moteur et enfin de l'étanchéité segment-cylindre. Autrement dit, c'est encore toute l'architecture, les performances, les conditions d'utilisation et d'entretien des moteurs qui sont en cause [33, 34].

La propriété détergente qui est conférée aux huiles minérales pures par l'introduction d'additifs apparaît agir d'une manière différente selon que les dépôts sont formés à basse ou à haute température du moteur.

A basse température, les corps complexes qui facilitent la formation de dépôts résultent principalement des produits d'oxydation des carburants et combustibles, et la propriété de détergence consiste à les maintenir en suspension ou à les solubiliser. Cette fonction prend de plus en plus d'importance en raison de la composition des essences à nombre d'octane élevé, des conditions de service de porte à porte dans les grandes villes, et du fait que les moteurs fonctionnent dans les conditions d'autant plus éloignées de leur régime normal que leur réserve de puissance est plus grande.

A haute température, ce sont les produits de détériorations des huiles qui tendent à se déposer et, dans ce cas-là encore, le rôle de la propriété de détergence est non seulement de maintenir ces produits en suspension, mais d'en arrêter le développement des réactions en chaîne, responsables de la formation de vernis et de laques.

Enfin à toute température, les additifs détergents maintiennent en suspension les résidus de la combustion directe des carburants et combustible et en limitent l'agglomération dans l'huile, puis les précipitations dans le moteur[35].

## 2.9 Indice de réfraction

L'indice de réfraction,  $n$ , d'un milieu transparent est définie par le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide, et sa vitesse dans ce milieu,  $v$

$$n = c / v \quad (2-5)$$

L'indice de réfraction présente un grand intérêt non seulement pour les substances pures, mais aussi pour les produits pétroliers (les huiles) qui sont des mélanges complexes de composés divers. On sait que l'indice de réfraction est d'autant plus petit que la teneur relative en hydrogènes des hydrocarbures est plus élevée [36]. L'indice de réfraction varie de l'ordre de 1,350 à 1,600 pour les hydrocarbures ; celui des hydrocarbures aromatiques est supérieur à celui des naphthéniques, lui même supérieur à celui des paraffiniques. Dans une série homologue, l'indice de réfraction augmente avec la taille de la chaîne. Les variations les plus sensibles s'observent pour les premiers termes d'une série homologue, puis ces variations s'atténuent progressivement. Mais cette règle connaît des exceptions.

Les lubrifiants ont un indice de réfraction de l'ordre de 1,470 à 1,550. On observe une relation linéaire entre la densité et l'indice de réfraction. Il est d'autant plus élevé que la masse moléculaire moyenne et la densité de l'huile sont élevées.

L'indice de réfraction dépend de la température à laquelle on fait les mesures et de la longueur d'onde de la lumière utilisée. On indique toujours les conditions de la détermination, qui est d'habitude faite à la raie D du sodium ( $\lambda = 589,3$  nm) et à une température  $t$  (°C). C'est pour cela l'indice de réfraction est désigné par  $n_D^t$ . Pour ramener à 20 °C la lecture de l'indice de réfraction mesurée à une autre température, on applique la formule[37] :

$$n_D^{20} = n_D^t + a(t-20) \quad (2-6)$$

Où :

$t$  : la température de la détermination ;  $a = 0,0004$ .

## 2.10 Spectroscopie infrarouge (IR)

L'absorption du rayonnement infrarouge proche ( $12500$  à  $4000\text{ cm}^{-1}$ ) et moyen ( $4000$  à  $650\text{ cm}^{-1}$ ) correspond à des énergies de transition entre niveaux vibrationnels, alors que pour l'infrarouge lointain ( $650$  à  $10\text{ cm}^{-1}$ ) les quanta d'énergie plus faible correspondent à des transitions entre niveaux rotationnels.

La spectroscopie d'absorption dans l'infrarouge moyen où l'on observe une résonance entre la fréquence du rayonnement et les fréquences de vibrations des liaisons de valence de la molécule, est la plus utilisée. On distingue les vibrations d'élongation des liaisons (stretching) et les vibrations de déformation des angles (bending).

Signalons toutefois que si la spectroscopie IR permet de déterminer la constitution des produits légers comme les essences, elle ne le permet pas pour les huiles minérales dont la constitution est trop complexe [38,39]. Elle permet cependant de distinguer les hydrocarbures aromatiques des hydrocarbures paraffiniques, caractérisés par deux bandes d'absorptions respectivement situées à  $1600\text{ cm}^{-1}$  et à  $720\text{ cm}^{-1}$ .

La spectroscopie IR permet également de détecter la présence d'eau, de liquide de refroidissement (antigel) dans les lubrifiants en service.

Le tableau 2.1 résume les principales fonctions détectables et leurs origines.

Tab.2.1 : principales fonctions détectables et leurs origines

fréquences d'absorption ( $\text{cm}^{-1}$ )	Groupes fonctionnels	Produits détectés	Origine
3450	-O-H	Eau	Liquide de refroidissement
1790-1770	C=O	Lactones	Oxydation
1745-1735	C=O	Esters	Oxydation
1720-1715	C=O	Acides organiques	Oxydation
1705-1680	C=O	Aldéhydes, cétones	Oxydation
860-855	$\text{CO}_3^{2-}$	Carbonates	Détergents basiques
1010-950	P-O-C	Contamination des additifs phosphorés	Additifs antiusure

# **CHAPITRE 3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS**

### 3.1 INTRODUCTION

Notre travail est consacré à l'étude de l'évolution de quelques propriétés physico-chimiques d'une huile de lubrification pour automobile, en fonction du nombre d'heures de fonctionnement du moteur.

L'huile choisie pour l'étude, d'usage courant, est une huile multigrade de type S.A.E 20 W 50. Cette huile pour moteurs à essence est formulée avec les pétroles de base vierge de plus haute qualité et un polymère de gamme des produits de cisaillement.

Le moteur dans le quel l'huile est testée est un banc d'essai à essence de type Volkswagen dont les principales caractéristiques sont les suivantes :

- nombre de cylindres 4
- cylindre unitaire en  $\text{cm}^3$  318
- cylindre globale  $\text{cm}^3$  1272
- puissance nominale (ch) 09
- vitesse maximale de rotation en trs/mn 5200
- système de refroidissement par circulation d'eau.

### 3.2 ANALYSES ET INTERPRETATION DES RESULTATS

Après avoir rempli le moteur avec quatre litres d'huile neuve, il a été mis en marche avec une vitesse qu'on a gardé constante tout au long des tests (100 Km/h), des prélèvements de 500ml d'huile ont été ensuite pris après 20, 50, 80 et 100 heures de service.

Une fois les échantillons sont récupérés, on a entamé la seconde étape qui est l'analyse des propriétés physico-chimique de ces échantillons.

Pour chaque échantillon on a déterminé les propriétés suivantes :

1. Teneur en eau
2. Indice d'acidité
3. Viscosité cinématique
4. Densité
5. Teneur en cendres
6. Point d'éclair
7. Point d'inflammabilité
8. Indice de réfraction
9. Propriétés dispersantes

Pour chaque analyse, nous avons suivi une norme internationale. Cette norme est indiquée entre parenthèse dans le mode opératoire de l'analyse correspondant.

### 3.2.1 Teneur en eau

#### 3.2.1.1 Objet

Détermination rapide de la teneur en eau d'une huile. Cette méthode est applicable quel que soit le pourcentage en eau. Elle est basée sur l'absence de miscibilité et la différence de densité de l'eau et de l'huile.

#### 3.2.1.2 Mode Opératoire (NF M 07-020 -1989)

- Introduire dans deux tubes de centrifugation du toluène jusqu'au repère 50. Compléter avec l'huile à examiner jusqu'au repère 100.
- Boucher les tubes, les agiter vigoureusement, jusqu'à ce que leur contenu soit complètement mélangé et les immerger pendant environ un quart d'heure jusqu'à la graduation supérieure du tube dans le bain chauffant maintenue à  $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ .
- Retirer les tubes du bain, les agiter vigoureusement, pendant dix secondes et les placer dans deux port-tubes de la centrifugeuse diamétralement opposés. Centrifuger pendant dix minutes à une vitesse constante, telle que l'accélération centrifuge soit comprise entre 500 et 800 g. Retirer les tubes et noter les volumes des dépôts rassemblés au fond de chaque tube.
- Replacer les tubes sur la centrifugeuse, les centrifuger à nouveau pendant dix minutes à la même vitesse, les retirer et lire comme précédemment le volume total

(eau + sédiment). Répéter cette opération jusqu'à ce que le volume total de chaque tube reste constant pour deux lectures consécutives. Il n'est généralement pas nécessaire d'effectuer plus de deux centrifugations.

Note : Il faut réchauffer le mélange huile-toluène à 60°C avant chaque centrifugation ; la température finale du mélange huile-toluène ne doit pas tomber au-dessous de 35°C.

### 3.2.1.3 Résultats et interprétation

Les résultats obtenus pour les cinq échantillons sont récapitulés dans le tableau (3.1).

Tab.3.1 : Teneur en eau des huiles testées avant et après usage.

Etat de l'huile	Teneur en eau
Huile neuve	0
Huile après 20 heures de service	Traces
Huile après 50 heures de service	Traces
Huile après 80 heures de service	Traces
Huile après 100 heures de service	Traces

D'après la littérature [40], l'huile du moteur peut être contaminée par l'eau provenant de plusieurs issus, tel que la combustion du carburant, l'air extérieur et le passage du liquide de refroidissement. Dans notre cas, l'analyse des différents échantillons d'huile ne donne que des traces, ce qui indique qu'après 100 heures de marche l'huile n'a pas été contaminée.

La présence des traces d'eau dans l'huile a été mise en évidence par l'analyse des spectres infrarouge IR des différents échantillons. Cette présence est caractérisée par l'apparition d'une bande large à 3400  $\text{cm}^{-1}$  attribuée au mode d'élongation de la liaison O-H (Figure 3.1)

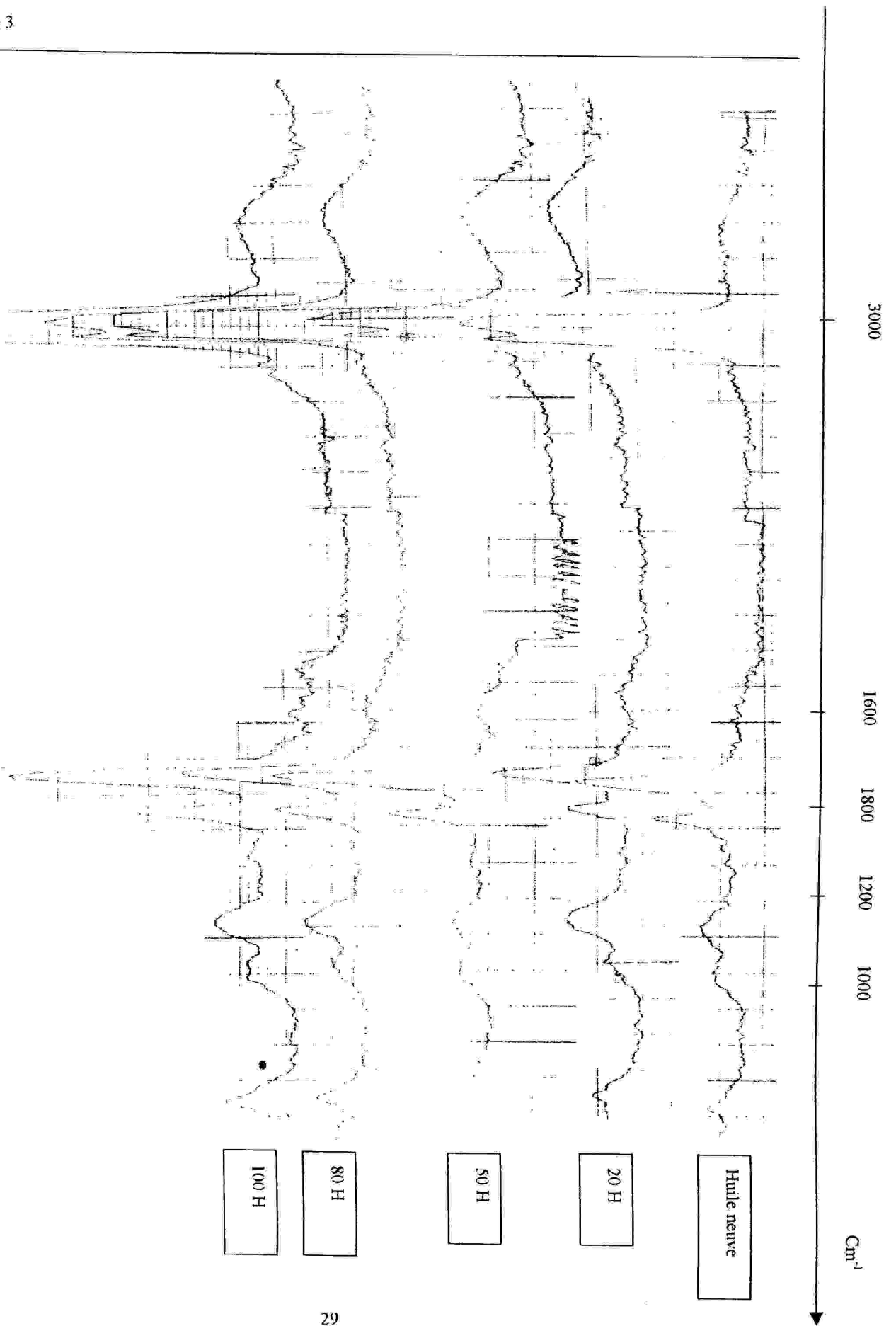


Fig. 3.1. Spectres Infrarouge de l'huile pour différents temps de marche du moteur

### 3.2.2 Indice d'acidité

#### 3.2.2.1 Objet

Cette méthode a pour objet la détermination de l'indice d'acidité d'huile, qui est la quantité de base, exprimée en mg de potasse, nécessaire pour neutraliser la totalité des acides présents dans un gramme d'huile à analyser.

#### 3.2.2.2 Mode Opérateur (ASTM D-664)

- Préparer l'hydroxyde de potassium alcoolique, pour cela, dissoudre 5,61g de KOH
- dans un litre d'alcool isopropylique.
- Préparer le solvant pour l'indicateur avec 500ml de toluène, 495ml d'alcool
- isopropylique et 5ml d'eau
- Préparer l'indicateur avec 10g de para naphtal benzène dans un litre de solvant préparé.
- Faire un dosage à blanc en titrant 100ml de solvant et 5ml de l'indicateur par le KOH alcoolique jusqu'au virage de couleur de l'orange au vert.
- Noter le volume  $V_1$ .
- Peser un poids  $P_1$  d'huile
- Ajouter 100ml de solvant + 0,5ml d'indicateur.
- Doser avec le KOH jusqu'au virage de couleur du l'orange au vert.
- Noter le volume  $V_2$ .

L'indice d'acidité est donné par la formule suivante :

$$\text{Indice d'acidité} = (V_2 - V_1) \times 0,1 \times 56,1 / P_1 = \text{mg de KOH} / \text{g d'échantillon. (3-1)}$$

### 3.2.2.3 Résultats et interprétation

Le tableau (3.2) récapitule les indices d'acidité calculés.

Tab.3.2 : Indices d'acidité des différents échantillons d'huile.

Etat de l'huile	Indice d'acidité (mg de KOH/g d'huile )
Huile neuve	1,87
Huile après 20 heures de service	2,11
Huile après 50 heures de service	3,79
Huile après 80 heures de service	4,32
Huile après 100 heures de service	4,28

Les résultats d'analyse de l'indice d'acidité pour les cinq échantillons mentionnés dans le tableau 3.2 et présentés dans la figure 3.2, montrent d'une façon très claire l'augmentation de l'indice d'acidité avec l'augmentation du nombre d'heures de marche du moteur. Ce qui s'explique par le fait que l'huile peut être oxydée, surtout auprès des parties les plus chaudes du moteur, ce qui engendre par conséquent l'élévation de son degré d'altération.

L'apparition d'une acidité dans l'huile neuve est due à la présence des additifs[41].

L'augmentation de l'acidité de l'huile lubrifiante peut initier une usure corrosive de certains éléments du moteur, qui sont en alliage cuivre-plomb (Ex : coussinets de bielle).

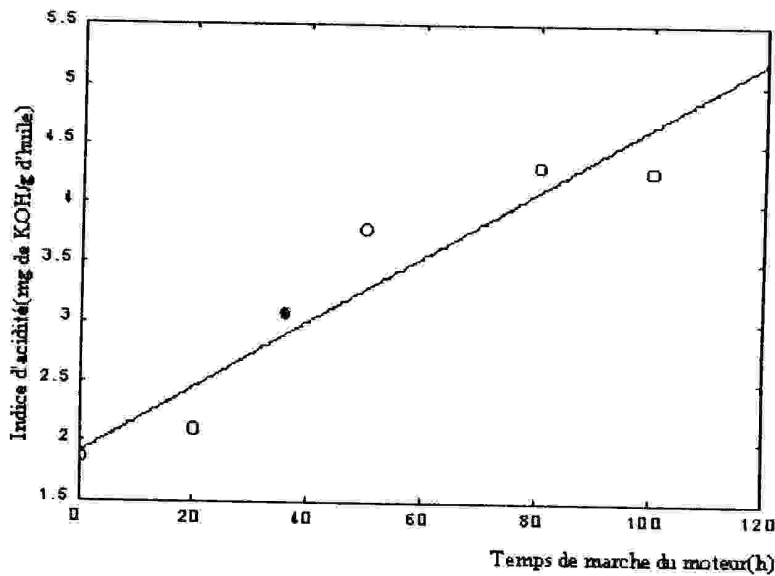


Figure 3.2: variation de l'indice d'acidité en fonction du temps de marche du moteur

## Viscosité cinématique

Cette méthode a pour objet la détermination de la viscosité cinématique des produits liquides, opaques et transparents, par mesure du temps d'écoulement d'un volume de l'action de son propre poids à travers un viscosimètre capillaire calibré en verre.

**Norme Opératoire (NF T 60-100 - janvier 1985)**

Préparation de l'échantillon :

Utiliser un viscosimètre propre, sec, étalonné, ayant une échelle qui encadre la viscosité supposée. Le temps d'écoulement ne devra pas être inférieur à 200 s.

Insérer le viscosimètre d'une manière appropriée à sa conception.

Le viscosimètre étant immergé dans le bain.

Régler le bain à la température de l'essai à 0.01°C près pour les températures comprises entre 15 et 100°C.

Utiliser le vide ou la pression pour ajuster le niveau de la prise d'essai dans le tube de l'instrument environ 5mm en amont de la première marque correspondant à une durée de temps, ou jusqu'au niveau supérieur fixé par le dossier du tube. Mesurer en 0,2 s près au maximum, le temps que met le ménisque pour passer de la première à la deuxième. Cas du viscosimètre de Cannon-Fenske.

Le viscosimètre étant tenu à l'envers, immerger le tube A dans l'échantillon. Appliquer la pression au tube Let aspirer le liquide dans le réservoir B jusqu'à la ligne C. Retourner le viscosimètre et essuyer le tube A.

Après que le ménisque s'est déplacé dans D et que le réservoir E est approximativement à plein, interrompre l'écoulement du liquide en plaçant sur A un tube de caoutchouc fermé au moyen d'une pince. Installer le viscosimètre sur un support et l'introduire dans le bain à température constante. Attendre environ 10 mn pour que le viscosimètre atteigne l'équilibre de température à 40°C et 15 mn pour qu'il atteigne l'équilibre à 100°C.

- Lorsque la température d'essai est atteinte, ouvrir la pince et mesurer le temps d'écoulement pour le réservoir G comme prescrit au mode opératoire. Effectuer une seconde détermination du temps d'écoulement en rechargeant le même viscosimètre.

La viscosité cinématique exprimée en millimètres carrés par seconde, est calculée d'après la formule :

$$v = C t - \frac{B}{t} \quad (3-2)$$

où :

$C$  : est la constante du viscosimètre.

$t$  : est la durée d'écoulement observé en seconde.

$B$  : est le coefficient du viscosimètre.

### 3.2.3.3 Résultat et interprétation

Le tableau suivant rassemble les valeurs de la viscosité cinématique pour les cinq échantillons.

Tab.3.3 : Valeurs des viscosités cinématiques mesurées pour les différents échantillons d'huile à 40°C.

Etat de l'huile	Viscosité cinématique (cSt)
Huile neuve	166,68
Huile après 20 heures de service	109,10
Huile après 50 heures de service	85,44
Huile après 80 heures de service	77,19
Huile après 100 heures de service	51,30

L'ajout des additifs (polymères) à une huile neuve améliore d'une manière considérable son indice de viscosité [15,42], au cours du fonctionnement du moteur, ces additifs sont soumis à des forces de cisaillement mécaniques qui causent une chute continue de la viscosité. Cette chute irréversible peut être expliquée par le découpage des macromolécules des polymères en tronçons de plus faible masse moléculaire, ces observations sont illustrées par les résultats d'analyse

rassemblés dans le tableau 3.3 et illustrés par la figure 3.3, où on aperçoit que les valeurs de la viscosité des différents échantillons diminuent avec l'augmentation du nombre d'heures de marche du moteur.

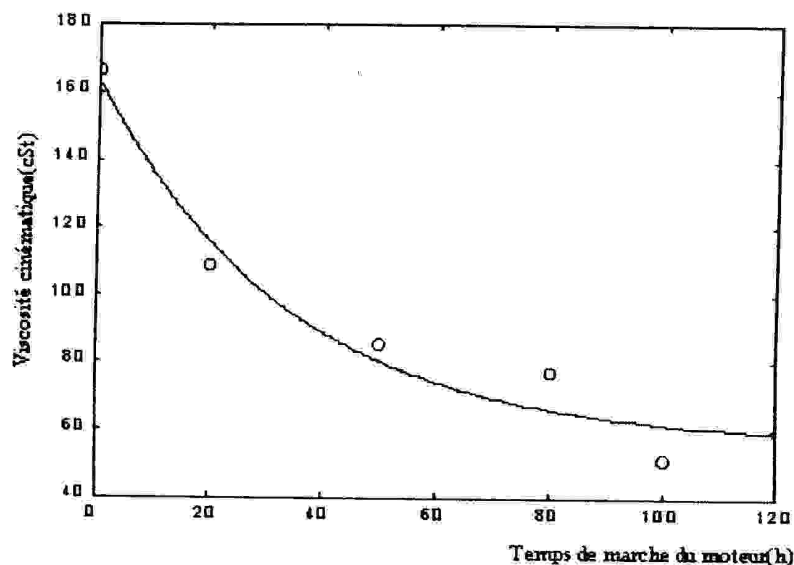


Figure 3.3: variation de la viscosité cinématique en fonction du temps de marche du moteur

### 3.2.4 Densité

#### 3.2.4.1 Objet

Le but de cette expérience est la mesure de la densité des échantillons d'huiles, la détermination est effectuée à l'aide d'un densimètre.

#### 3.2.4.2 Mode opératoire (NF T 60-101 - décembre 1988)

- Verser avec précaution la prise d'essai dans une éprouvette, propre et sèche, de façon à éviter autant que possible la formation de bulles d'air.
- Avant de plonger le densimètre dans le liquide, laisser les bulles remonter à la surface, puis les éliminer en les touchant avec un morceau de papier filtre.
- Prendre toutes les précautions utiles pour que la température d'essai ne varie pas de façon appréciable.
- Plonger avec précaution le densimètre au sein de la prise d'essai.
- Sur le densimètre, effectuer la lecture à la hauteur qui se trouve coupée par la surface du liquide.

### 3.2.4.3 Résultat et interprétation

Tab.3.4 : Densité des différents échantillons d'huile à 20°C.

Etat de l'huile	Densité
Huile neuve	0,882
Huile après 20 heures de service	0,881
Huile après 50 heures de service	0,879
Huile après 80 heures de service	0,877
Huile après 100 heures de service	0,875

On remarque, d'après les résultats du tableau 3.4 et la figure 3.4, une diminution progressive de la densité de l'huile avec le temps de service.

Dans une fraction pétrolière (huile), c'est la teneur en fractions légères qui détermine avant tout la densité, car la différence entre les densités des fractions légères et moyennes est plus importante que celle entre les moyennes et lourdes. Ainsi le passage d'une quantité infinitésimale de carburant (fraction légère) dans l'huile au cours du service (dilution au cours du démarrage à froid) ou l'augmentation des produits issus du craquage (produits de basse masse moléculaire) peuvent diminuer la densité globale de l'huile[43].

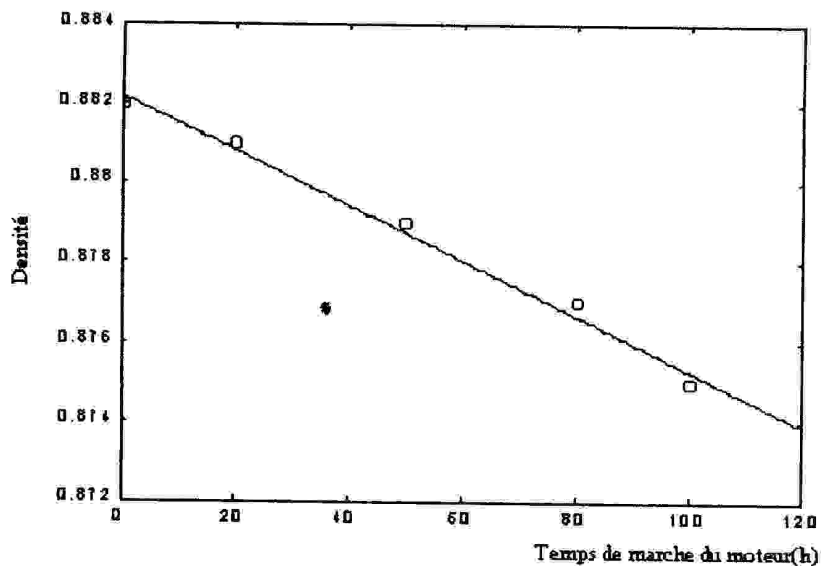


Figure 3.4: variation de la densité en fonction du temps de marche du moteur

### 3.2.5 Teneur en cendres métalliques

#### 3.2.5.1 Objet

Cette méthode a pour objet la détermination de la teneur en cendres dans l'huile.

#### 3.2.5.2 Mode opératoire (ASTM D-482)

- Peser le creuset en porcelaine.
- Mettre dans le creuset 1g d'huile et le déposer dans le four.
- Maintenir le creuset à 50°C pendant 1min, puis le porter de 50 à 750°C, à la vitesse de 50°C/ mn.
- Après un palier isotherme de 15 minutes à 750°C, enregistrer la masse résiduelle de l'échantillon.

#### 3.2.5.3 Résultat et interprétation

Les résultats d'analyse regroupés dans le tableau 3.5 et présentés sur la figure 3.5, permettent de dire que la teneur en cendre pour les cinq échantillons croît avec le nombre d'heures de marche, cela peut être justifié par le fait que, lors du fonctionnement du moteur, l'huile se charge de différents métaux et débris issus de l'usure, ainsi que des produits solides en suspension. Au fur et à mesure que le temps s'écoule la quantité de cette charge augmente[44].

On doit mentionner que les cendres ne sont pas seulement dues à cette charge mais aussi aux additifs constitués de sels organométalliques, qui par calcination complète conduisent à la formation de cendres contenant, à titre d'exemple, du calcium, du magnésium, etc. [45].

Tab.3.5 : Teneur en cendres des différents échantillons d'huile.

Etat de l'huile	Teneur en cendre (%)
Huile neuve	0,45
Huile après 20 heures de marche	0,50
Huile après 50 heures de marche	0,56
Huile après 80 heures de marche	0,65
Huile après 100 heures de marche	0,76

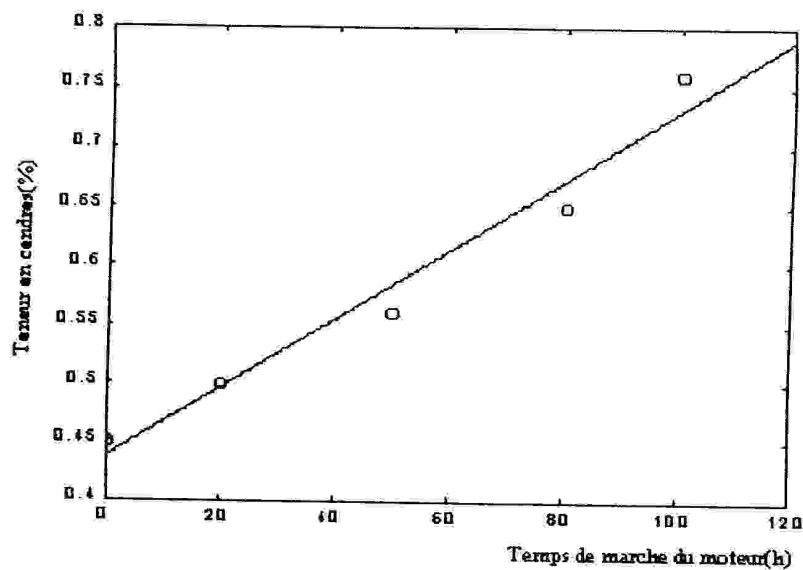


Figure 3.5: variation de la teneur en cendres en fonction du temps de marche du moteur

### 3.2.6 Point d'éclair et d'inflammabilité

#### 3.2.6.1 Objet

Cette méthode a pour objet de déterminer les points d'éclair et d'inflammabilité des différents échantillons d'huile.

#### 3.2.6.2 Mode opératoire (NF T 60-118 A)

- Mettre dans un creuset ouvert une quantité d'huile.
- Chauffer le produit à une vitesse déterminée jusqu'à ce qu'une quantité suffisante d'éléments volatils soit vaporisée et puisse être enflammée par une petite flamme placée au-dessus du creuset.
- Noter la température dès qu'une légère explosion se produit. Cette température correspond au point d'éclair.
- Continuer à chauffer jusqu'à l'obtention d'une flamme stable.
- Noter cette température correspondante au point d'inflammabilité.

#### 3.2.6.3 Résultats et interprétation

Les valeurs des points d'éclair des différents échantillons d'huile sont regroupées dans le tableau (3.6).

Tab.3.6 : Point d'éclair des différents échantillons d'huile.

Etat de l'huile	Point d'éclair (°C)
Huile neuve	224
Huile après 20 heures de marche	159
Huile après 50 heures de marche	108
Huile après 80 heures de marche	100
Huile après 100 heures de marche	92

Pour les résultats d'analyse du point d'éclair (Tab. 3.6, Fig.3.6), on remarque bien que les valeurs de ce dernier diminuent avec le nombre d'heures de marche.

La présence des fractions légères dans l'huile fait baisser d'une façon appréciable le point d'éclair, car le point d'éclair n'est pas une grandeur additive, de plus ces fractions (fractions légères) s'évaporent à une température beaucoup plus basse que celle de l'huile.

Pour le point d'inflammabilité, on a obtenu les résultats suivants (tableau 3.7) :

Tab.3.7 : Point d'inflammabilité des différents échantillons d'huile.

Etat de l'huile	Point d'inflammabilité (°C)
Huile neuve	232
Huile après 20 heures de service	170
Huile après 50 heures de service	115
Huile après 80 heures de service	110
Huile après 100 heures de service	105

Concernant les résultats du point d'inflammabilité (Tab.3.7 et Fig.3.7), on remarque pratiquement la même chose que pour le point d'éclair. Ceci s'explique facilement en sachant que le point d'inflammabilité varie de la même façon que le point d'éclair et qu'il est toujours supérieur à ce dernier qui peut atteindre quelques dizaines de degrés(Fig.3.8)[46].

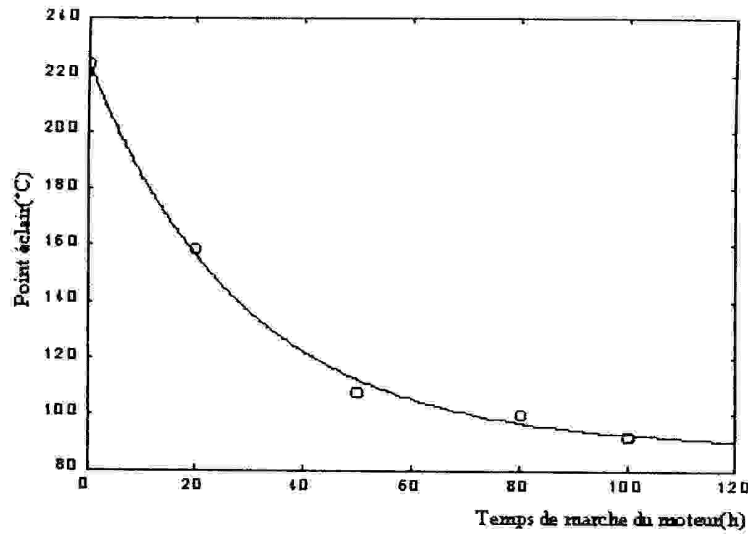


Figure 3.6: variation du point d'éclair en fonction du temps de marche du moteur

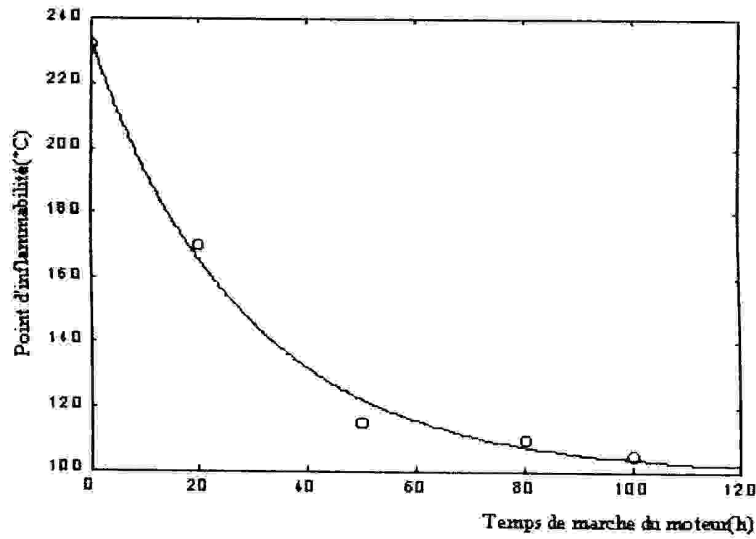


Figure 3.7: variation du point d'inflammabilité en fonction du temps de marche du moteur

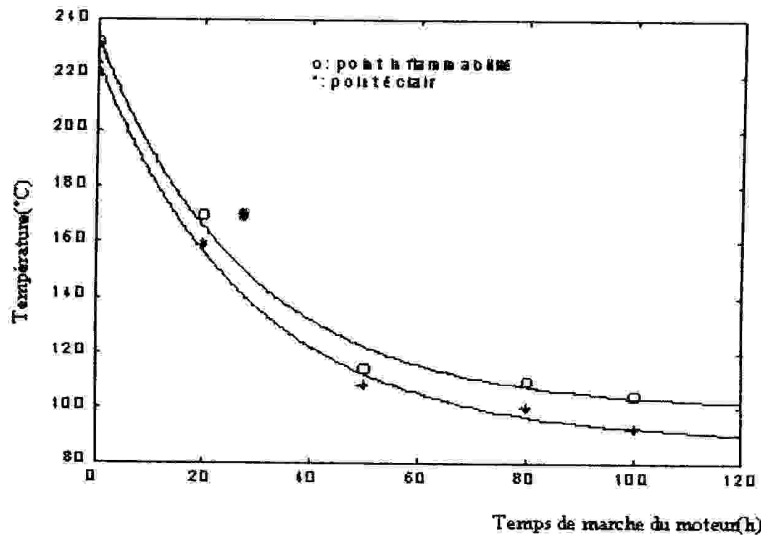


Figure 3.8: courbes comparatives entre le point d'éclair et le point d'inflammabilité

### 3.2.7. Indice de réfraction

#### 3.2.7.1 Objet

Cette méthode a pour objet la détermination de l'indice de réfraction afin de pouvoir caractériser le degré de pureté de l'huile.

#### 3.2.7.2 Mode opératoire

- Allumer l'appareil
- Déposer quelques gouttes d'échantillon entre les deux surfaces des prisme ;
- Regarder dans l'oculaire et tourner le bouton de réglage de l'indice de réfraction pour amener les zones sombres et éclairées au centre du réticule;
- Si nécessaire, ajuster les prismes compensateurs pour obtenir une ligne nette entre les deux zones ;
- Noter la valeur de l'indice de réfraction d'après le point de rencontre du trait vertical avec l'échelle supérieure.

#### 3.2.7.3 Résultats et interprétation

Tab3.8 : Indice de réfraction des différents échantillons d'huile.

Etat de l'huile	Indice de réfraction
Huile neuve	1,4707
Huile après 20 heures de service	1,4295
Huile après 50 heures de service	1,3915
Huile après 80 heures de service	1,3865
Huile après 100 heures de service*	1,3725

Les résultats concernant la mesure de l'indice de réfraction regroupés dans le tableau 3.8 et illustrés par la figure 3.9, montrent que cet indice diminue en fonction du temps de marche. Ceci permet de dire que l'huile s'éloigne progressivement de sa pureté initiale.

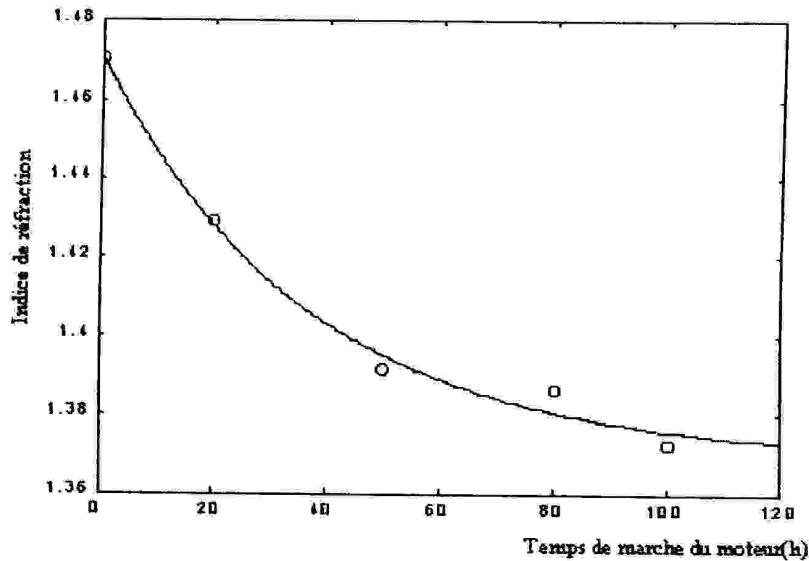


Figure 3.9: variation de l'indice de réfraction en fonction du temps de marche du moteur

### 3.2.7.4 Variation de l'indice de réfraction en fonction de la densité

comme l'indice de réfraction peut servir aux deux fonctions suivantes :

- 1- Identifier une substance et contrôler sa pureté.
- 2- Déterminer la composition d'un mélange.

Le plus souvent, il est préférable de tracer la courbe de variation de l'indice de réfraction en fonction de la densité. On observe généralement une relation linéaire entre ces deux propriétés (Fig. 3.10).

L'indice de réfraction est d'autant plus élevé que la masse moléculaire moyenne et la densité du lubrifiant sont élevées.

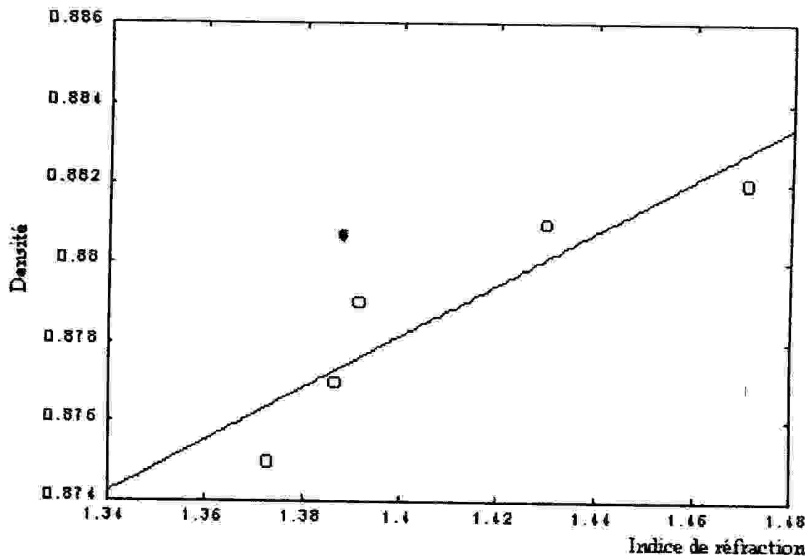


Figure 3.10: variation de la densité en fonction de l'indice de réfraction

### 3.2.8 Propriétés dispersantes (Méthode à la tache d'huile) :

#### 3.2.8.1 Objet

Cette méthode a pour objet le contrôle du pouvoir détergent-dispersant d'une huile en service, afin d'apprécier la réserve dispersante de l'huile vis-à-vis des polluants solides et en particulier des matières charbonneuses et des suies dans les moteurs.

#### 3.2.8.2 Mode opératoire (PSA-RENAULT)

- Déposer sur une feuille de papier chromatographique (papier filtre Durieux n° 122) une goutte d'huile.
- Au bout de quelques heures, sécher la tache d'huile en plaçant le papier chromatographique, sur lequel l'huile a été déposée, dans une étuve, pendant 1 heure à 80°C.
- Placer la feuille sur une table lumineuse.
- Pour chaque tache, déterminer le diamètre de diffusion des produits insolubles, à partir de la mesure de deux diamètres ( $d_1$  et  $d_2$ ) et en faire la moyenne :

$$d = (d_1 + d_2)/2 \quad (3-3)$$

- Déterminer également le diamètre de la zone de diffusion de l'huile, à partir de deux diamètres  $D_1$  et  $D_2$  et en faire la moyenne (Fig.3.11) :

$$D = (D_1 + D_2) / 2 \quad (3-4)$$

- Déterminer l'indice de dispersivité (ou mérite dispersant) ID qui s'exprime par :

$$ID = (d / D) \times 100. \quad (3-5)$$

#### 3.2.8.3 Résultats et interprétation

Les indices de dispersivité déterminés pour les quatre taches (figures : 3.12(a, b, c, et d)) par la procédure décrite ci-dessus sont données dans le tableau 3.9.

Tab.3.9 : Indices de dispersivité pour les différents échantillons d'huile.

Etat de l'huile	Indice de dispersivité(ID)
huile après 20 heures de service	0.82
huile après 50 heures de service	0.81
huile après 80 heures de service	0.80
huile après 100 heures de service	0.76

D'après les valeurs du tableau 3.9, on remarque que l'indice de dispersivité diminue progressivement en fonction du nombre d'heures de service.

Sachant que le pouvoir dispersif d'une huile est sa capacité de maintenir en suspension fine des résidus qui sont dû à des poussières, à des produits d'usure ou de corrosion du moteur ou à des produits de dégradation du carburant[48, 49], on peut dire que l'huile perd sa capacité de maintenir en suspension les différents polluants en fonction du temps de marche.

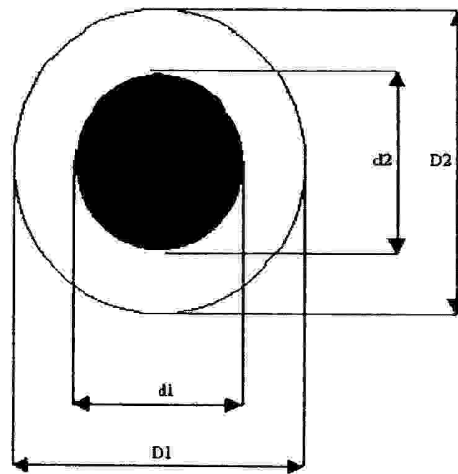
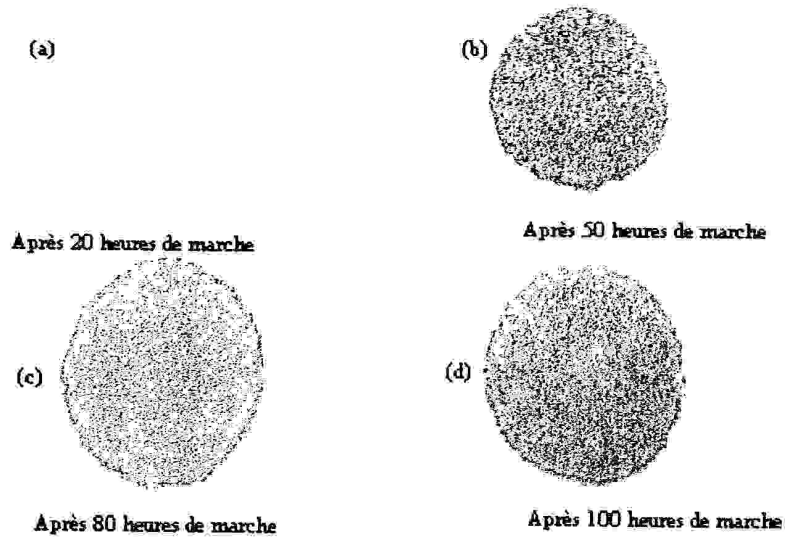


Figure 3.1: Mesure et interprétation de l'indice de dispersivité par la méthode à la tâche d'huile.



Figures 1.2(a, b, c, d): variation de l'aspect d'une tâche d'huile sur papier chromatographique en fonction du temps de marche du moteur

### 3.2.9 Approche mathématique des résultats

D'après les résultats obtenus, on remarque que certains de ces résultats obéissent à une loi linéaire de la forme  $y = A_0 + B_0 \times t$ , par contre certains résultats obéissent à une loi exponentielle de la forme  $y = y_0 + A_1 \exp(-t/B)$ , où  $t$  représente le temps de fonctionnement du moteur et  $y$  représente la valeur calculée pour un type d'analyse donné au temps  $t$ . le tableau 3.10 rassemble les formes de ces fonctions, avec les valeurs des différentes constantes ( $A_0, B_0, A_1, B_1, y_0$ )

Tab.3.10 : Forme des fonctions et valeurs des constantes

Type d'analyse	Nature de la fonction	Valeurs des constantes
Indice d'acidité	Linéaire	$A_0 = 1.86694$ $B_0 = 0.02894$
Viscosité cinématique	Exponentielle	$y_0 = 56.04609$ $A_1 = 107.8805$ $B_1 = 33.6605$
Densité	Linéaire	$A_0 = 4.3694$ $B_0 = 0.02941$
Teneur en cendre	Linéaire	$A_0 = 0.43694$ $B_0 = 0.00294$
Point d'éclair	Exponentielle	$y_0 = 88.335$ $A_1 = 136.32045$ $B_1 = 28.84621$
Point d'inflammabilité	Exponentielle	$y_0 = 99.80559$ $A_1 = 133.4567$ $B_1 = 28.08916$
Indice de réfraction	Exponentielle	$y_0 = 1.36904$ $A_1 = 0.10193$ $B_1 = 36.75062$

### 3.2.10 Spectroscopie I.R

La comparaison du spectre infrarouge de l'huile neuve (figure 3.1) avec celui d'une huile paraffinique (figure 3.13), montre d'une façon très claire qu'il y a une ressemblance entre ces deux spectres, ce qui permet de dire, que l'huile étudiée est une huile à tendance paraffinique.

L'analyse du spectre infrarouge de l'huile neuve met en évidence la présence des bandes de vibrations suivantes :

- Deux bandes situées  $2938\text{ cm}^{-1}$  et  $2846\text{ cm}^{-1}$  caractéristiques de vibrations d'élongation antisymétrique et symétrique des groupements ( $\text{CH}_3 + \text{CH}_2$ ) respectivement.
- Une bande de faible résolution située vers  $1456\text{ cm}^{-1}$  qui correspond au mode de déformation antisymétrique du groupement  $\text{CH}_3$  et au mode de déformation dans le plan (cisaillement) du groupe méthylène ( $-\text{CH}_2-$ ).
- Une bande située vers  $1368\text{ cm}^{-1}$  correspondant au mode de déformation symétrique du groupe ( $-\text{CH}_3$ ).
- Une bande située vers  $704\text{ cm}^{-1}$  correspondant à une rotation plane ou « rocking » du groupe méthylène ( $-\text{CH}_2-$ ).

Une bande de faible intensité située vers  $1136\text{ cm}^{-1}$  caractéristique des ramifications de la chaîne carbonée .

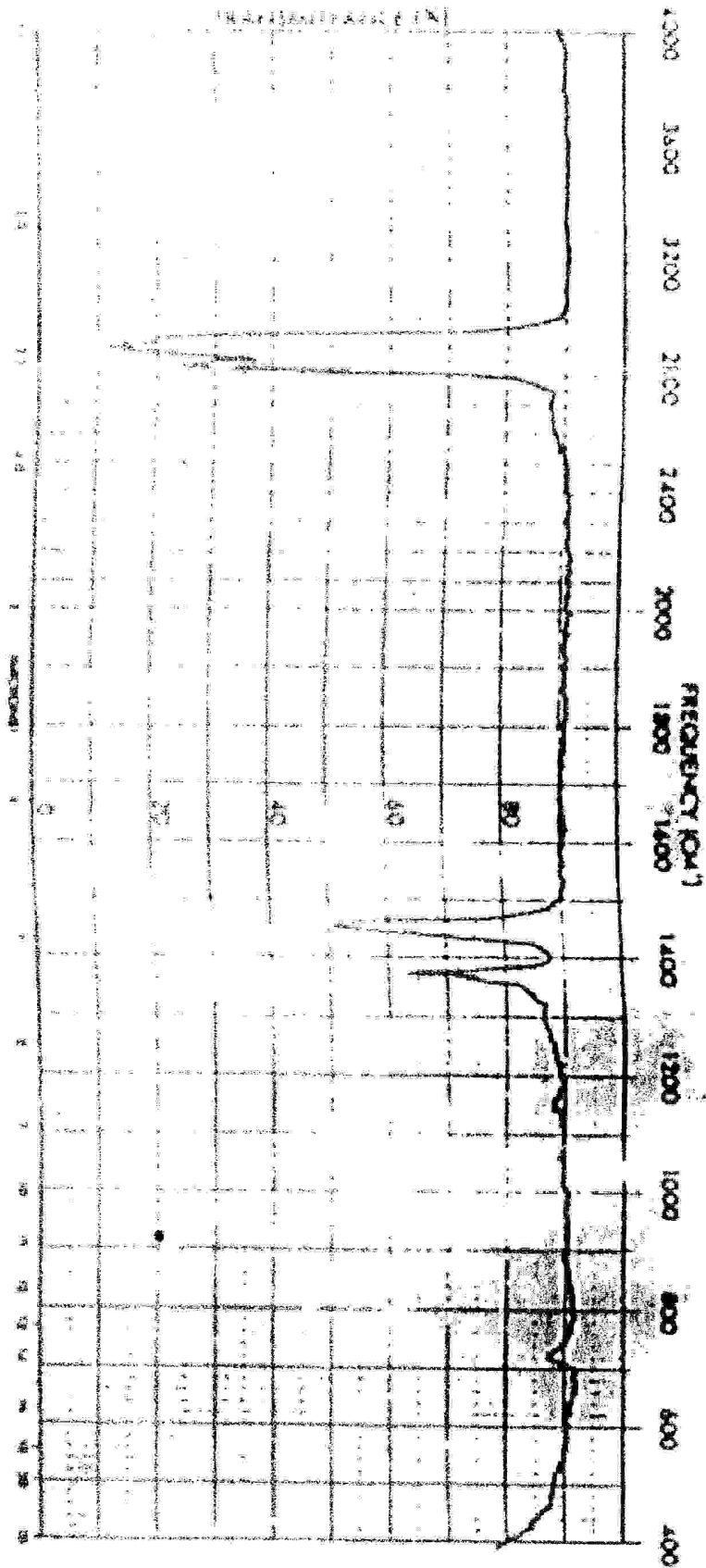


Fig. 3. 13 : spectre Infrarouge d'une huile minérale [50]

**CONCLUSION**

## Conclusion

Notre étude faite sur un lubrifiant de fabrication algérienne qui est l'huile multigrade 20w50 pour moteur à essence, avait pour objet le suivi de la variation des propriétés physico-chimiques de l'huile en fonction du nombre d'heure de marche du moteur, dans les limites d'utilisation consignées par le fabricant, à savoir 10000 Km [2].

Le prélèvement des échantillons a été fait respectivement après 20, 50, 80, 100 heures de service. Pour chaque échantillon, on a effectué les analyses concernant les propriétés physico-chimique, selon les normes internationales publiées dans ce domaine.

Les résultats trouvés étaient en très parfait accord avec la littérature [4, 14, 25, 45] :

- Après cent heures de marche, l'huile étudiée ne contient que des traces d'eau .
- L'acidité augmente avec l'augmentation du temps de service, elle atteint sa valeur maximale (4.48) après cent heures .
- La viscosité qui est l'une des plus importantes caractéristiques des huiles, diminue progressivement, à cent heures sa valeur est presque le un tiers de sa valeur initiale .
- La teneur en cendres augmente en fonction du temps de service .
- La densité diminue progressivement avec le nombre d'heures de marche, cette diminution reste modeste comparée aux autres caractéristiques .
- Les points d'éclair et d'inflammabilité diminuent d'une façon considérable, quand le nombre d'heures de service augmente .
- Les indices de dispersivité et de réfraction diminuent avec la période de service .

Toutes ces observations nous permettent de dire que l'huile étudiée a nettement éloigné de sa composition initiale, sans toute fois pouvoir juger son utilisation qui reste un compromis entre toutes ces caractéristiques .

Enfin, il est utile de noter que la durée de vie d'une huile de lubrification ne dépend pas seulement de sa qualité, mais aussi des conditions de service, de la conception des moteurs et de la qualité des carburants.

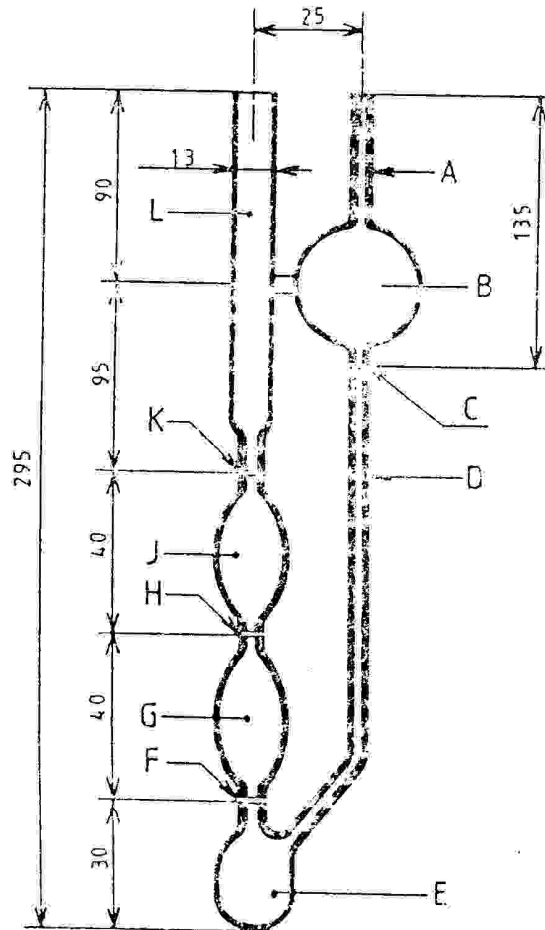


Figure 24—Viscosimètre CANNON—FENSKE pour liquides opaques

DIVISION PRODUCTION  
DIRECTION REGIONALE  
BOURDE - NOUSS  
DIVISION EXPLOITATION  
SERVICE LABORATOIRE

**FICHE DE CONTROLE  
DE LA QUALITE D' HUILE**

**UNITE : MOTEUR A ESSENCE  
CODE : 20W50**

QUALITE D' HUILE NEUVE

VISCOSITE	( Cst)	166.68
TAUX D' ACIDITE	Mg de KOH/g d' huile	01.87
POINT D' ECLAIR	°C	224.00
POINT D' INFLAMMABILITE	°C	232.00
TAUX DE SEDIMENT	% Volumique	0
TAUX D' HUMIDITE	% Volumique	0

ع/د/ب  
S/Reumani  
C. 2/1


DIVISION PRODUCTION  
DIRECTION REGIONALE  
ALGERIE - NOUVEAU  
DIVISION EXPLOITATION  
SERVICE LABORATOIRE

**FICHE DE CONTROLE  
DE LA QUALITE D' HUILE**

**UNITE : MOTEUR A ESSENCE  
CODE : 20W50**

QUALITE D' HUILE APRES 20 HEURES DE FONCTIONNEMENT

VISCOSITE	( Cst)	109.10
TAUX D' ACIDITE	Mg de KOH/g d' huile	02.11
POINT D' ECLAIR	°C	159.00
POINT D' INFLAMMABILITE	°C	170.00
TAUX DE SEDIMENT	% Volumique	Traces
TAUX D' HUMIDITE	% Volumique	Traces

ع / رئيس مصلحة المختبر  
S/Roumani  



PRODUCTION  
REGIONALE  
- NOUSS  
EXPLOITATION  
LABORATOIRE

## FICHE DE CONTROLE DE LA QUALITE D' HUILE

UNITE : MOTEUR A ESSENCE  
CODE : 20W50

LITE D' HUILE APRES 50 HEURES DE FONCTIONNEMENT

INDICE D'ACIDITE	( Cst)	85.44
INDICE D'ACIDITE	Mg de KOH/g d' huile	03.79
TEMPERATURE D' ECLAIR	°C	108.00
TEMPERATURE D' INFLAMMABILITE	°C	115.00
INDICE DE SEDIMENT	% Volumique	Traces
INDICE D' HUMIDITE	% Volumique	Traces

ح/ رئيس مصلحة المختبر  


VISION PRODUCTION  
RECTION REGIONALE  
IOURDE - NOUSS  
VISION EXPLOITATION  
RVICE LABORATOIRE

**FICHE DE CONTROLE  
DE LA QUALITE D' HUILE**

**UNITE : MOTEUR A ESSENCE  
CODE : 20W50**

QUALITE D' HUILE APRES 80 HEURES DE FONCTIONNEMENT

VISCOSITE	( Cst)	77.19
TAUX D' ACIDITE	Mg de KOH/g d' huile	04.32
POINT D' ECLAIR	°C	100.00
POINT D' INFLAMMABILITE	°C	110.00
TAUX DE SEDIMENT	% Volumique	Traces
TAUX D' HUMIDITE	% Volumique	Traces

ع/د/م/س  
S/ Raimani  
C/5/10


DIVISION PRODUCTION  
DIRECTION REGIONALE  
BOURDE - NOUSS  
DIVISION EXPLOITATION  
SERVICE LABORATOIRE

**FICHE DE CONTROLE  
DE LA QUALITE D' HUILE**

**UNITE : MOTEUR A ESSENCE  
CODE : 20W50**

QUALITE D' HUILE APRES 100 HEURES DE FONCTIONNEMENT

VISCOSITE	( Cst)	51.30
TAUX D' ACIDITE	Mg de KOH/g d' huile	04.28
POINT D' ECLAIR	°C	92.00
POINT D' INFLAMMABILITE	°C	105.00
TAUX DE SEDIMENT	% Volumique	Traces
TAUX D' HUMIDITE	% Volumique	Traces

ع / رئيس مصلحة المختبر  
S / Roumani  


## BIBLIOGRAPHIE

1. R. Navarre – Raffinage. Extraction sélective. Cours de l'Ecole Nationale Supérieure du Pétrole et Moteurs, Institut Français du pétrole, Paris, 1947-1948
2. J.A McGeehan, B.J. Fontana, Effect of soot on piston deposits and oils-Infrared spectrometric technique for analyzing soot, SAE paper 942030 (1980)
3. Norme Din 51452 Détermination de la teneur en suie des huiles moteurs Diesel usagées, par spectrométrie infrarouge(1992)
4. A. Schilling, B. Bernelin, C. Fosse La surveillance du graissage des moteurs en service, par l'examen des huiles usagées. Rev. IFP 13, 7-9 (1958) 1217-1242
5. Méthode PSA-Renault D59-5204 Huiles moteurs usagées, Essai à la tache(1982)
6. E. Sibenaler Exploitation photométrique des épreuves à la tache, dans les méthodes rapides d'analyses des huiles usagées, Collection Colloques et Séminaires 21, Editions Technip, Paris, 35-59 (1971)
7. C.E. Hodges and D.T. Rogers. Some new aspects of por-depressant treated oils. Oil and Gaz Journal, 46( 1947), 89-93 et 99
8. Paramins Post. Sludge blotter spot titrtion test. : Issue 6-2, 13, Aug (1988)
9. E.G. Ellis. –The reclamation of used oils. Scientific Lubrification 6(1954) 10-14, 6(1954) 14-19
10. P.R. Raysson P.R., Hansen T.P. Characterization of soot laden oils by quantitative voluminosity measurements. Communication CEC/93/EL/21, le Symposium CEC, Birmingham(1993)
11. J. Groff (J.). Evolution des huiles moteurs vers la formule dite « multigrade ». Bull de l'A.F.T.P, 116, (1958) 103-124.
12. Method for calculating viscosity index. A.S.T.M. Standards on Petroleum Products and lubricants, D 567-53.
13. T. Salomon. – Comment agissent les additifs de viscosité dans les huiles minérales. Rev. Inst. Franç. du Pétrole, , XI, 4 (1956) , 501-548
14. R. Houwinck Relation between the polymerization degree determined by osmotic and viscomtric methods. J. Prackt. Chem. 157, (1940) 15-18
15. K. Van Nes and H.A. Van Westen. Aspects of the constitution of mineral oils. Elsevier, New York(1951)

16. J. Groff ABC du graissage. Edition Technip, Paris (1961)
17. F. Noel . Thermal analysis of lubricating oils. *Thermochimica Acta* 4, (1972) 377-392
18. H. Krumm . Guide de définition des termes relatifs à la viscosité des huiles pour moteurs. Publication CEC (1983) P 173-82
- 19.J. Briant and J.Denis , G.Parc Propriétés rhéologiques des lubrifiants. Edition Tecnip, Paris(1985) ; Rheological properties of lubricants. Edition Technip, Paris(1989)
20. A. Cameron . Principles of Lubrication. Logmans, London (1966)
21. J.Briant . Application des viscosimètres à capillaire à l'étude des viscosités des fluides newtoniens, avec forts taux de cisaillement. In : Rhéologie des fluides hétérogènes. C.R. du 21<sup>e</sup> Colloque CFR, 5-35, 5-43, Strasbourg, (1986)
- 22.J.C.C Wang Liquid lubricant degradation characteristics at high temperatures. *Science & Engineering* 52, 1, (1991) 393-B
23. J.Ayel and J. Richard Evolution des classifications et spécifications des huiles pour moteurs. *Revue IFP* 44, (1989) 611-671
24. M. Moureau Guide pratique pour le système international d'unité (SI), Edition Technip, Paris (1996)
25. CEC SL-6 Shear Stability of Multigrade Engine Oils and Hydraulic Fluids, Round Robin Test 1992, Hambourg (1992)
- 26.ASTM Inter-laboratory study of the test methods for low temperature, low shear rate, viscosity/temperature profile of lubricating oils using a temperature-scanning technique. ASTM Research report D02-1261 (1990)
27. D. Faure . Oxidation stability of transmission lubricants : from the need to the CEC L-48-A-95 method (Report of CEC PT-048 Working group), 5<sup>th</sup> CEC international Symposium, 13-15 may 1997. Communication CEC 97/TL 05, 12p.
- 28.H. Mansuy Etude des interactions entre additifs anti-usure et dispersants. Influence sur la formation des films limite, Thèse. Edition Technip, Paris (1995)
29. B. Frapin , R. AuffrayR. and J.L. Pochat Effect of lubricant additives on properties of fluorohydrocarbon elastomers. 5<sup>th</sup> International Colloquium Esslingen. Paper 12.2 (1986)
30. B.Frapin , G.Sado and J.L Pochat. Compatibilité huiles moteurs-élastomères. Etude de l'influence et des interactions des principales familles d'additifs par un plan d'expériences. *Pétrole et techniques*. 302 (1983) 39-47

31. H.H.Zuidema –Performance of lubricating oils. Reinhold Publishing corporation, New York (1959).
32. Correspondance. Scientific Lubrication. Avr., 13 (1961), 27-30
33. A.S.T.M. (American Society for Testing Materials). –Standard Viscosity –Temperature Charts D-341
- 34.A. Shilling Essai de laboratoire pour l'étude du pouvoir dispersif, dans : les huiles pour moteurs et le graissage des moteurs, Tome 1, Edition technip, Paris, (1975)
35. A.B. Stern –Study on new and regenerated motor oil. Scientific lubrication, , 9(1959), 16-20
- 36.J.C Hipeaux J.C. et al. Evaluation, au laboratoire, du pouvoir dispersant d'une huile pour moteurs à essence et relation avec les résultats obtenus dans la séquence VE. Rev. IFP 49, 3, (1996) 287-299 et Tribotest J., 2, 4, (1994) 351-373
37. M<sup>me</sup> de Mayo. –Contribution à l'étude du comportement des huiles multigrades. Inst. Franç. Du Pétrole. Document référence 5236(1960)
38. H.H. Horowitz and F.E.Steidler . –The calculated journal-bearing performance of polymer-thickened lubricants. A.S.L.E. Transactions, , 3, 1(1960) 124-133.
39. G.L. Weamer –Additives – A way to quality – In motor oils. Petroleum Refiner, ), 38(1959), 215-219
40. C.B. Biswell , W.E.Catlin ,J.F. Froning and G.B Robbins –New polymeric dispersants for hydrocarbon systems. Industrial and Engineering Chemistry, , 47(1955), 1598-1601
- 41.A. Schilling . –Motor oils and engine lubrication. Scientific Publications (GB) Ltd, (1968)
42. T.C.Davenport . –The rheology of lubricants. Applied Sciences Publishers, (1973)
- 43.S.M.Oarling and J.M Musselman . –The contribution of polymers to oil properties important to engine lubrication. ASLE Annual Meeting, Buffalo, (1959).
44. R.C.Rosenberg -A method for detemining the influence of multigrade oils on journal bearing performance. SAE National Automobile Engineering Meeting, (1973)730-483, Detroit,.
45. M.Chavanne , A.Jullien, G.J.Beaudoin,E. Flamand . -Chimie organique expérimentale. Edition Belin, Paris (1986)
46. V. Proskouriakov et A.Drabkine . –La Chimie du Pétrole et du Gaz. Edition MIR , Moscou, (1983).
47. J.Briant , J.Denis and G. Parc –Propriétés Rhéologiques des Lubrifiants. Edition Technip. Publication de l'Institut français du pétrole, (1985)

48. A. Schilling –Les Huiles pour Moteurs et le Graissage des Moteurs. Tome 1. Edition Technip , Paris Publication de l'Institut français du pétrole, (1975 )
49. J. Denis , J. Briant et J.C. Hipeaux . Physico-Chimie des Lubrifiants analyses et essais. Edition Technip , Paris Publication de l'Institut français du pétrole, (1997)
50. Infrared spectra of organic compounds ; Summary charts of principal Group frequencies Ottawa (1959 )

**ANNEXE**

## ANNEXE

Pour la réalisation de ce travail on a effectué plusieurs manipulations en utilisant différents appareils.

### • APPAREILLAGE

#### **Viscosimètre Cannon-Fenske :**

Le viscosimètre CANNON-FENSKE est utilisé pour la détermination de la viscosité cinématique des liquides opaques. Il permet d'effectuer des mesures entre 0,4 et 16000 mm<sup>2</sup>/s (cSt). La fig (a.1) montre les détails de conception et la construction de ce viscosimètre.

#### **Bain thermostatique :**

Il doit permettre d'immerger le viscosimètre de manière que le réservoir d'huile ou le sommet du capillaire soit à au moins 3cm au-dessous du niveau supérieur du bain et que la visibilité du tube et du thermomètre soit assurée.

#### **Chronomètre :**

Gradué en divisions correspondant à 0,2s au maximum et d'une précision d'au moins 0,05% lorsqu'on l'essaie durant une période d'au moins dix minutes.

#### **Thermomètre :**

Les thermomètres destinés à la mesure de la viscosité cinématique, doivent être gradués au 0,05°C. IL sont étalonnés pour les conditions d'immersion totale, c'est-à-dire que le thermomètre est immergé jusqu'au degré lu.

#### **Centrifugeuse :**

Permettant d'obtenir à l'extrémité des tubes une accélération égale à 500-800 fois celle de la pesanteur (  $g = 9,81 \text{ m/s}^2$  )

#### **Tube de centrifugation :**

Les tubes doivent être de forme cône et conforme aux dimensions données par la normes. La graduation devra être claire et lisible. Le col des tubes doit pouvoir être obturé au moyen d'un bouchon. Il peut être rodé et recevoir un bouchon en verre également rodé

**Bain chauffant :**

Constitué par un bain liquide ou un bloc métallique suffisamment profond pour que les tubes de centrifugation puissent y être placés verticalement jusqu'à la division 100ml. Ce bain doit pouvoir être porté et maintenu à une température de 50°C ou 60°C à  $\pm 1^\circ\text{C}$  près.

**Densimètre :**

de marque *PROLABO*, spécial pour huile de lubrification auto dont l'intervalle de densité est de 0,850-0,900 .

**Etuve :** de marque *memmert* dont la température peut atteindre 120°C

**Spectromètre :**

de marque *Bekman* ayant une gamme de fréquence variant de 4000cm<sup>-1</sup> jusqu'à 600cm<sup>-1</sup>

**Four électrique :**

de marque *Nabertherm program controller S19*, la température maximale que peut atteindre le four est de 1280°C.

**Réfractomètre** de marque *ABBE*.

## RESUME

Le progrès scientifique et technique a mis à notre disposition un nombre important de produits et d'équipements qui nécessitent un haut niveau de connaissance, les lubrifiants en font partie. Ces derniers sont nécessaires pour permettre le frottement sans grippage des pièces entre elles et pour limiter l'usure et les échauffements. Les lubrifiants sont utilisés partout où les pièces en mouvement ne sont pas autolubrifiantes.

Notre travail a été consacré à l'étude des propriétés physico-chimiques d'une huile dont l'utilisation est très répandue, classée selon la norme S.A.E. « huile multigrade 20 W 50 » et qui doit être vidanger après dix mille kilomètres de service en fonction du nombre d'heures de marche du moteur.

Des prélèvements ont été effectués respectivement après 20, 50, 80, 100 heures de service. Pour chaque échantillon on a effectué les analyses selon les normes internationales publiées dans ce domaine. Une partie de ces analyses a été réalisée avec la collaboration des laboratoires de SONATRACH.

Notre étude nous a permis de dire que l'huile étudiée a nettement éloigné de sa composition initiale, sans toute fois pouvoir juger son utilisation qui reste un compromis entre toutes les caractéristiques physico-chimiques étudiées.

Enfin, il est utile de noter que la durée de vie d'une huile de lubrification ne dépend pas seulement de sa qualité, mais aussi des conditions de service, de la conception des moteurs et de la qualité des carburants.

**MOTS CLES** : huile, lubrifiants, additifs, moteur .

## ABSTRACT

The scientific and technical progress has put at our disposition a good deal of products and equipment that require a high knowledge level, the lubricants are a part. These latter are needful for allowing the no rubbing friction between pieces and for limiting usury and heatings. The lubricants are widely used when the motion pieces are not « self-lubricated » .

Our work has been established for the study of the physical-chemistry properties of a widely used oil which is classified according to S.A.E standard « multigrade oil 20 W 50 » and has to be drained after ten thousand kilometres of service, according to motor running hour number.

Samples were taken respectively after 20,50,80 and 100 hours of service. For each sample, we have done the analyses according to the international standards published in this field. A part of these analyses have been realised with a collaboration of SONATRACH laboratories.

Our study has allowed us to conclude that the studied oil is obviously far from its initial composition, without being able to judge its use which is a compromise between all its physical-chemistry properties.

Lastly, we notify that the period life of a lubricant oil is not dependent only of its quality, but also of service conditions, motor conception and carburants quality .

**KEYWORDS**: oil, lubricants, additives, motor .