

En ce qui concerne le choix des lubrifiants, le degré de raffinage des huiles de base améliore leur réceptivité aux additifs antioxydants ; la formulation de ceux-ci joue un rôle considérable dans la tenue à l'oxydation des huiles finies.

La résistance à l'oxydation des huiles est évaluée par de très nombreux essais pratiqués en laboratoire et/ou sur moteurs au banc.

## 8. Propriétés anticorrosives

Dans le domaine de la lubrification, on a coutume de distinguer la corrosion des métaux ferreux par l'humidité (formation de rouille) de la corrosion des métaux non ferreux par attaque acide, en particulier des métaux cuivreux.

### 8.1. Métaux ferreux

De bonnes propriétés anti-rouille sont recherchées pour la plupart des applications, elles sont évaluées soit au moyen d'essais de laboratoire, soit au moyen d'essais pratiqués sur mécanismes : essai séquence IID sur moteur V 6 Oldsmobile 5,71 (ASTM STP 315 H part I) pour les huiles moteurs, essai de corrosion humide CRC L-33 sur pont hypoïde (ASTM STP 512 A) pour les huiles de transmission.

### 8.2. Métaux non ferreux

#### Métaux cuivreux

L'essai le plus largement utilisé est l'essai de corrosion dit « à la lame de cuivre » où une plaquette de cuivre est immergée, à une température et pendant une durée déterminées, dans l'huile à tester (NF EN ISO 2160, M 07-015 - ASTM D 130).

#### Autres métaux

Pour certaines applications spécifiques des huiles lubrifiantes, certains constructeurs exigent des tests particuliers mettant en œuvre d'autres métaux (molybdène, argent, etc.) ; c'est le cas, par exemple, du test de corrosion de cônes synchroniseurs revêtus de molybdène selon la méthode PSA-Renault D 53 5255.

## 9. Propriétés mécaniques

Ce domaine de performances des lubrifiants, que l'on désigne aussi « pouvoir lubrifiant » couvre un ensemble de propriétés telles que les propriétés de frottement (cf. annexe 1), les propriétés anti-usure et extrême-pression ou la résistance au cisaillement mécanique.

### 9.1. Propriétés anti-usure

Le terme anti-usure ne se rapporte qu'à l'usure adhésive des surfaces métalliques à l'exclusion des autres formes d'usure telles que l'abrasion, la fatigue, l'usure corrosive, l'érosion par cavitation ou la corrosion de contact.

Ces propriétés sont apportées par les caractéristiques rhéologiques de l'huile à haute température (épaisseur du film d'huile) par la nature chimique de l'huile de base et surtout par l'adjonction d'additifs dont les plus utilisés actuellement sont les dithiophosphates de zinc dans les huiles moteurs et les fluides hydrauliques.

### 9.2. Propriétés extrême-pression

Encore appelées « capacité de charge » du lubrifiant, elles sont liées à l'aptitude des huiles à protéger les surfaces contre l'usure adhésive prononcée (grippage) dans des conditions de fonctionnement très sévères du point de vue tribologique : très fortes températures de contact engendrées par des charges élevées associées à de grandes vitesses de glissement et/ou à des chocs de charge.

Les propriétés extrême-pressure sont conférées aux lubrifiants pour engrenages de ponts, de transmissions à commandes manuelles (boîtes de vitesses) et à certaines graisses automobiles, par l'adjonction d'additifs chimiquement très réactifs dont la majorité est aujourd'hui de type sulfo-phosphoré.

### **Evaluation des propriétés antiusure et extrême-pressure**

Elle est généralement effectuée en trois étapes successives :

- **la première étape** consiste à sélectionner les lubrifiants à l'aide d'essais de laboratoire conduits sur des machines élémentaires d'usure et de capacité de charge (machines à 4 billes extrême-pressure ou usure) ;
- **dans une seconde étape**, les propriétés antiusure et extrême-pressure des lubrifiants sont évaluées au moyen d'essais spécifiques sur des organes en vraie grandeur (machine d'essais d'engrenages FZG notamment), sur moteurs au banc, sur véhicules installés sur châssis dynamométriques ; essais d'usure de distribution (essais PSA TU 3 M, Mercedes OM 602 A, VW 5106, etc.) ; essais de capacité de charge sur ponts hypoides au banc d'essai (CRC L. 37 et L. 42) ; essais d'endurance sur roulements ou butées à billes pour graisses automobiles ;
- **enfin, dans une dernière étape** avant industrialisation, les lubrifiants expérimentaux sont longuement testés au moyen d'essais en service pour évaluer l'ensemble de leurs performances et notamment celles concernant leur pouvoir lubrifiant.

### **9.3. Propriétés de résistance au cisaillement mécanique**

Elles concernent les huiles renfermant des polymères (huiles moteurs, huiles de transmissions multigrades). Les macromolécules des polymères destinés à améliorer l'indice de viscosité des huiles sont plus ou moins sensibles au cisaillement mécanique dans les contacts caractérisés par de grandes vitesses de glissement et de faibles épaisseurs de film d'huile. Les molécules les plus fragiles sont découpées en morceaux de plus faible masse molaire ce qui se traduit par une chute permanente de la viscosité (cf. 3.1.6 ci-avant).

## **10. Caractéristiques chimiques et analyses**

### **10.1. Indice de neutralisation (acidité et/ou basicité des huiles)**

#### **Indice d'acide (ou d'acidité)**

L'indice d'acide appelé encore « Acid Number » (AN) et anciennement « Total Acid Number » (TAN) est, par définition, le nombre de milligrammes de potasse nécessaire à la neutralisation des acides d'origine organique ou minérale contenus dans un gramme d'huile.

Les huiles de base pures de type hydrocarbure ne présentent aucune acidité à l'état neuf ; en revanche, les huiles formulées peuvent présenter, au départ, un indice d'acide non négligeable dû à la présence de certains additifs (dithiophosphate de zinc par exemple). Dans tous les cas, l'augmentation de l'indice d'acide permet de suivre le degré d'altération des huiles en service.

La mesure de l'indice d'acide est effectuée selon la méthode NF T 60-112, équivalente à ASTM D 974 et à ISO 6618, et selon la méthode ASTM D 664/ISO 6619.

### **Indice de base (ou de basicité)**

La basicité d'une huile formulée est caractérisée par l'indice de base ou « Base Number » (BN) anciennement désigné « Total Base Number » (TBN) ; la basicité (on dit encore « la réserve d'alcalinité de l'huile ») est exprimée par le nombre de milligrammes de potasse par gramme d'huile qui aurait le même pouvoir neutralisant vis-à-vis des polluants acides.

Il existe plusieurs méthodes de détermination de l'indice de base selon la nature de l'acide utilisé pour neutraliser l'alcalinité de l'huile (acide chlorhydrique ou acide perchlorique) et selon le mode de détection du point de neutralisation (titration potentiométrique ou titration à l'indicateur coloré).

Dans les documents et fiches techniques indiquant l'indice de base (ou « BN ») des huiles, il est essentiel de préciser la méthode employée pour sa détermination.

### **10.2. Teneur en cendres**

La teneur en cendres d'une huile est le pourcentage en masse du résidu recueilli après calcination complète de l'échantillon dans des conditions bien déterminées.

Pour les huiles moteurs, cette grandeur exprimée en taux de cendres sulfatées, permet d'apprécier la quantité d'additifs détergents et antiusure organométalliques contenue dans la formule (actuellement à 1,5 % pour les huiles moteurs à essence, et entre 1,5 et 2 % pour les huiles moteurs Diesel).

La méthode de détermination de la teneur en cendres sulfatées d'une huile est décrite dans les normes NF T 60-143, ASTM D 874 et ISO 3987.

### **10.3. Teneur en insolubles**

Les diverses pollutions et dégradations (thermique et chimique) des lubrifiants en service ou lors d'essais, conduisent à la formation et à l'accumulation de produits insolubles tels que suies de combustion, poussières, débris d'usure, produits d'oxydation et d'hydrolyse, eau, glycol. Ceux-ci sont quantifiés selon leur nature par différentes techniques.

La détermination des insolubles est surtout effectuée lors du suivi en service des lubrifiants pour moteurs et transmissions, mais elle est incluse dans certains essais normalisés d'oxydation des lubrifiants de transmissions.

### **10.4. Teneur en carburant des huiles moteurs**

La dilution inévitable de l'huile de graissage par le carburant (essence ou gazole) est d'autant plus importante que :

- la segmentation est usée, donc non étanche ce qui entraîne un débit de « blow-by » important ;
- les systèmes d'alimentation en carburant (carburateurs, injecteurs, pompes d'injection) sont défectueux ou déréglés ;
- le moteur fonctionne à froid et en service « porte-à-porte » c'est-à-dire à richesse élevée.

Différentes techniques permettent d'apprécier cette dilution : la mesure de la chute de viscosité des huiles en service, celle de leur point d'éclair, l'examen de l'aspect des taches d'huiles sur papier filtre, etc. Une dilution excessive en carburant, par exemple 4 à 5 % de gazole pour un moteur Diesel, impose une vérification du moteur.

### **10.5. Teneur en éléments**

La détermination de la teneur en éléments (métalloïdes et métaux) contenus dans les lubrifiants permet de vérifier la conformité du produit livré au cahier des charges, et de détecter, sur un lubrifiant usagé, une éventuelle erreur de remplissage ou d'appoint, ou encore l'usure anormale de telle ou telle partie du mécanisme lubrifié.

Les principales méthodes d'analyse utilisées sont la spectrométrie d'émission et la fluorescence des rayons X.

## 10.6. *Analyse des principales fonctions chimiques par spectrométrie infrarouge (IR)*

Les méthodes d'analyses spectrales indiquées précédemment ne permettent pas de déterminer les principales fonctions chimiques des huiles formulées et leur évolution au cours de leur utilisation ; d'autres méthodes sont utilisées à ces fins :

- la spectrométrie infrarouge qui permet soit d'identifier une huile (contrôle de réception des produits) soit de suivre l'évolution d'une huile en service ou en cours d'essai en ce qui concerne, par exemple, la formation de produits d'oxydation, caractérisés par la bande des doubles liaisons  $C=O$ , la consommation des additifs, la contamination de l'huile ; toute modification de la composition de l'huile usagée par rapport à l'huile neuve se traduit sur le spectre différentiel par l'apparition ou la disparition d'une bande d'absorption ;
- la chromatographie en phase gazeuse ou en phase liquide.

## 11. *Caractéristiques spécifiques des graisses*

Comme pour les huiles, les graisses peuvent être caractérisées par leur teneur en certains métaux et métalloïdes (calcium, aluminium, lithium, soufre, phosphore...), mais elles le sont aussi par des propriétés qui leur sont propres.

### 11.1. *Consistance, pénétrabilité*

La consistance d'une graisse peut se définir comme sa résistance à la déformation. Les conditions de stockage (durée, température...) et les manipulations subies par la graisse ayant une influence sur la consistance, la pénétrabilité (anciennement pénétration) est mesurée après une opération de malaxage de courte durée pratiquée sur appareil « Worker » dans des conditions normalisées.

Un organisme américain, le « National Lubricating Grease Institute » (NLGI) a établi une classification des graisses tenant compte de leur consistance (tableau 4).

### 11.2. *Stabilité mécanique* (résistance au travail mécanique)

Sous l'action du travail mécanique, la graisse doit conserver sa structure et sa consistance. Il ne doit pas y avoir séparation de l'huile et de l'agent gélifiant. La résistance de la graisse au travail mécanique est évaluée par la mesure de sa pénétration « travaillée » au terme d'essais de longue durée de malaxage ou de laminage pratiqués sur différents types d'appareils.

### 11.3. *Point de goutte*

Le point de goutte d'une graisse est la température d'apparition de la première goutte de liquide lorsqu'elle est chauffée dans des conditions normalisées.

**TABLEAU 4. – Numéros de consistance NLGI des graisses**

NUMÉRO de consistance NLGI (1)	PÉNÉTRATION TRAVAILLÉE en dixièmes de millimètre (à 25 °C)	CONSISTANCE
000	445 à 475	Très fluide
00	400 à 430	Fluide
0	355 à 385	Semi-fluide

NUMÉRO de consistance NLGI (1)	PÉNÉTRATION TRAVAILLÉE en dixièmes de millimètre (à 25 °C)	CONSISTANCE
1	310 à 340	Très molle
2	265 à 295	Molle
3	220 à 250	Moyenne
4	175 à 205	Semi-dure
5	130 à 160	Dure
6	85 à 115	Très dure

(1) Numéro de consistance souvent appelé « Grade NLGI » dans la pratique.

Le point de goutte dépend de la nature de l'agent gélifiant utilisé ; il se situe à 180-190 °C pour les graisses à savon de lithium, et à 250-300 °C pour les graisses à savons complexes de lithium, calcium et aluminium. Certaines graisses sans savons utilisant un agent gélifiant inorganique (silice, bentonite...) sont dites « infusibles » ou « sans point de goutte » lorsque la graisse ne s'écoule pas dans les limites de température indiquées dans les méthodes normalisées d'évaluation.

La valeur du point de goutte ne donne pas d'indication précise sur la température maximale d'utilisation de la graisse. Celle-ci est toujours notablement inférieure, de 30 °C à 80 °C selon le cas.

#### 11.4. *Résistance à l'eau*

##### 11.4.1. *Résistance au délavage à l'eau*

Un roulement normalisé, garni avec une masse donnée de graisse, est arrosé durant son fonctionnement par un jet d'eau. La perte de masse de la graisse est mesurée à l'issue de l'essai (« Water Wash Out Test »).

##### 11.4.2. *Propriétés antirouille des graisses sur roulements*

Un des rôles de la graisse est de protéger les organes qu'elle lubrifie contre la corrosion due à la présence d'humidité ou même d'eau. Cela est particulièrement vrai pour les graisses de roulements de pompe à eau. Les propriétés antirouille sont vérifiées par différentes méthodes, en particulier par l'essai dynamique SKF EMCOR et par l'essai statique ASTM D 1743.

#### 11.5. *Stabilité physique (ressuage)*

Au repos, la graisse ne doit pas laisser exsuder une trop grande quantité d'huile, ce qui l'appauvrirait et la durcirait ; le « ressuage » d'une graisse est sa tendance à la séparation d'huile dans des conditions déterminées.

#### 11.6. *Autres caractéristiques des graisses*

Il s'agit en particulier de la tendance aux fuites sur roulement d'essieu automobile, la résistance à la corrosion de contact (« fretting corrosion »), le comportement en endurance (durée de vie) sur roulements à billes ou à rouleaux, la capacité de charge (propriétés extrême-pression), les propriétés antiusure, le pouvoir de protection des surfaces contre l'usure par fatigue et le comportement dynamique de la graisse à basse température.