

HUILES USAGEES DOSAGE DES ELEMENTS METALLIQUES D'USURE

Page 1/11

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination des teneurs en éléments métalliques d'usure (fer, chrome, aluminium, étain, plomb, cuivre et éventuellement nickel, molybdène et silicium) contenus dans l'huile après fonctionnement de l'organe mécanique lubrifié.

Elle est applicable aux huiles moteurs, boîtes de vitesses manuelles et automatiques, huiles de ponts et d'amortisseurs.

2.GENERALITES

Cette méthode rassemble trois procédés mettant en jeu deux techniques différentes permettant de déterminer les éléments d'usure.

Les procédés A et B diffèrent par la préparation des échantillons et des solutions d'étalonnage ainsi que par les conditions opératoires ; la technique est la même (absorption atomique).

Le procédé C diffère des autres par la technique (spectrométrie d'émission - technique à la rotrode).

Cette méthode n'a qu'une valeur relative, le but de l'essai étant le suivi d'un moteur et des produits de dégradation en fonction de la durée de vie du moteur.

Les grosses particules provenant de l'usinage (mauvais lavage du moteur avant montage) ou résultant de la destruction d'un assemblage mécanique (par exemple dents de pignons cassées) ne sont pas considérées a priori comme éléments d'usure.

La filtration préalable ne s'impose généralement pas si l'échantillonnage a été correctement réalisé (prélèvements homogènes effectués sur organe chaud dans des flacons en plastique, dans le cas d'huiles usagées).

Elle peut, par contre, être nécessaire si l'essai est conduit jusqu'à la destruction totale du moteur.

3.PROCEDES A ET B (PAR ABSORPTION ATOMIQUE)

Les procédés A et B nécessitent la formation d'oxydes métalliques.

Le procédé A, avec obtention des oxydes par combustion de l'huile à analyser, exige un temps de préparation de l'échantillon beaucoup plus court et une manipulation simplifiée en comparaison du procédé B, mais suppose une perte partielle des éléments présentant des oxydes volatils.

Ce point n'est toutefois pas prohibitif car l'exploitation des résultats a pour but de mesurer l'accroissement relatif des éléments d'usure.

Dans la mesure où il est indispensable d'obtenir un dosage quantitatif d'un élément présentant un oxyde volatil (cas du plomb), il est nécessaire d'appliquer le procédé B.

3.1.PRINCIPE

Les teneurs en éléments métalliques d'usure sont déterminées par absorption atomique après combustion de l'huile à analyser et mise en solution des cendres obtenues (procédé A) ou après distillation de l'huile et minéralisation du résidu (procédé B).

3.2.PROCEDE A**3.2.1.APPAREILLAGE**

3.2.1.1.Matériel courant de laboratoire

3.2.1.2.Bain thermostatique
permettant une régulation à $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

3.2.1.3.Thermomètre gradué de 0 à 100 °C

3.2.1.4.Capsule de platine de 70 ml

3.2.1.5.Spectromètre d'absorption atomique

3.2.2.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de pureté garantie, qualité pour analyse.

3.2.2.1.Acide chlorhydrique, densité = 1,18

3.2.2.2.Acide nitrique, densité = 1,38

3.2.2.3.Fer pur électrolytique
(par exemple : JOHNSON MATTHEY).

3.2.2.4.Bichromate de potassium

3.2.2.5.Aluminium

3.2.2.6.Cuivre

3.2.2.7.Etain

3.2.2.8.Plomb

3.2.3.SOLUTIONS-MERES

Préparer une solution-mère à 1 mg/ml de chacun des éléments.

3.2.3.1.Solution de fer

- Attaquer 500 mg de fer pur par 30 ml d'eau régale (40 ml HCl au demi + 10 ml HNO₃).
- Après dissolution complète, ajuster à 500 ml à l'eau distillée.

3.2.3.2.Solution de cuivre

Préparation identique à celle du fer.

3.2.3.3.Solution d'aluminium

- Attaquer 500 mg d'aluminium par 60 ml d'acide chlorhydrique au demi et 5 ml d'acide nitrique ajoutés goutte à goutte. Chauffer doucement sur bain de sable. L'aluminium s'attaque difficilement.

3.2.3.4.Solution de chrome

- Sécher du bichromate de potassium à l'étuve à 100 °C pendant 1 heure.
- Peser 2,827 g de ce bichromate. Dissoudre dans un bécher avec 100 ml d'eau distillée environ.
- Introduire dans une fiole jaugée de 500 ml. Rincer le récipient, puis ajuster à l'eau distillée.

3.2.3.5.Solution d'étain

- Peser 100 mg d'étain.
- Solubiliser par 20 ml d'acide chlorhydrique au demi, plus quelques gouttes d'acide nitrique.
- Après dissolution complète, introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajuster à l'eau distillée.

HUILES USAGEES - DOSAGE DES ELEMENTS	D50 5106	3/11
--------------------------------------	----------	------

3.2.3.6.Solution de plomb

- Peser 100 ml de plomb.
- Solubiliser par 20 ml d'acide nitrique au demi, plus quelques gouttes d'acide chlorhydrique (l'attaque est assez longue).
- Après dissolution complète, introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajuster à l'eau distillée.

Nota : Les quantités de solutions-mères de plomb et d'étain ont été volontairement limitées car elles ne peuvent se conserver longtemps ; les solutions de sels de plomb et d'étain s'hydrolysent facilement. Il est donc préférable de préparer ces solutions chaque fois qu'un étalonnage est à refaire.

3.2.4.MODE OPERATOIRE

3.2.4.1.Préparation des échantillons

- Chauffer au bain-marie l'échantillon d'huile usagée à $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ dans son récipient d'origine.
- Agiter jusqu'à ce que les sédiments en suspension soient répartis de manière homogène dans l'huile et peser 10 g d'huile dans une capsule en platine.
- Chauffer sur un bec Mecker de façon à dépasser le point d'éclair de l'huile. L'huile s'enflamme.
- Réduire alors le chauffage pour éviter les projections.
- Après combustion, augmenter la température et la maintenir jusqu'à disparition complète du noir de carbone. Il ne reste plus alors que des oxydes métalliques.
- Reprendre ces cendres dans la capsule par 20 ml d'acide chlorhydrique au demi.
- Chauffer doucement jusqu'à début d'ébullition.
- Transvaser dans un bécher de 100 ml, puis après avoir soigneusement nettoyé la capsule avec un policeman, et rincé à l'eau distillée, recommencer la même opération avec 10 ml d'acide nitrique au demi.
- Filtrer sur filtre de porosité moyenne et recueillir dans une fiole de 50 ml. Ajuster à l'eau distillée et homogénéiser.

3.2.4.2. Préparation des étalons

- Pour obtenir de bons résultats, il est nécessaire que les matrices de l'étalonnage et des échantillons soient identiques.
- L'étalonnage se fait donc obligatoirement à partir de l'huile vierge correspondant à l'huile usagée à analyser, ceci dans le but d'avoir les mêmes additifs organo-métalliques.
- Préparer par exemple 5 étalons $F_1 - F_2 - F_3 - F_4 - F_5$.
- Peser 5 fois 50 g d'huile vierge. Les traiter de la même façon qu'au § 3.2.4.1, en multipliant toutefois par 5 les quantités d'acides utilisées afin de rester dans les mêmes conditions que l'échantillon.
- Après calcination, les reprises nitriques et chlorhydriques sont introduites dans une fiole jaugée de 250 ml.
- Ajouter dans ces fioles des quantités de 1 à 10 mg de chacune des solutions-mères préparées au § 3.2.3.
- Compléter à l'eau distillée, puis homogénéiser.

Ci-dessous un exemple d'étalonnage.

Eléments en $\mu\text{g/ml}$	Fioles				
	F_1	F_2	F_3	F_4	F_5
Fer	0	1	3	5	10
Chrome	10	0	1	3	5
Aluminium	5	10	0	1	3
Etain	3	5	10	0	1
Plomb	1	3	5	10	0
Cuivre	0	1	3	5	10

3.2.5. MESURES

Echantillons et étalonnage sont ensuite analysés par absorption atomique.

Les conditions utilisées pour le PERKIN-ELMER "403" sont données dans le tableau ci-dessous.

Eléments	Longueur d'onde (en nm)	Type de flamme	Débit du gaz (en l/min)
Fer	248,33	Air - Acétylène	14 - 10
Chrome	357,87	Air - Acétylène	14 - 10
Aluminium	309,27	Protoxyde d'azote - Acétylène	12 - 11
Etain	224,6	Air - Hydrogène	16 - 32
Plomb	283,3	Air - Acétylène	14 - 10
Cuivre	324,75	Air - Acétylène	14 - 10