TP
145
B687
1930
Fasc.3

TIONS DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE
DE MONTRÉAL

Cours
de
Chimie Industrielle

Fascicule N° 3

Frottement - Graissage
Lubrifiants
Analyses

Classification décimale 621.89

Par
LOUIS BOURGOIN, I. C.
Professeur titulaire
de chimie industrielle

MONTRÉAL
CANADA
1930



Bibliothèque Nationale du Québec

Cesar Rissiello

Cours

de

Chimie Industrielle

Fascicule N° 3

PUBLICATIONS DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE
DE MONTRÉAL

Cours
de
Chimie Industrielle

Fascicule N° 3

Frottement - Graissage
Lubrifiants
Analyses

Classification décimale : 621.89

Par
LOUIS BOURGOIN, I. C.
Professeur titulaire
de chimie industrielle

MONTRÉAL
CANADA
1930

Copyright, 1930, *by*
LOUIS BOURGOIN

TP
145
B687
1930
fasc. 3

Imp. de l'École Technique
de Montréal

TABLE DES MATIÈRES

CHAPITRE PREMIER

FROTTEMENT — Pages

Définition 1
Coefficient de frottement 2
Angle de frottement 2
Cordes 3
Tourillons 3
Frottement de rodage, grippement 3
Frottement des courroies 4
Lois du frottement pour les solides 4
Lois du frottement de roulement 5
Lois du frottement pour les liquides 5

CHAPITRE II

GRAISSAGE

Définition 7
Objet du graissage 8

THÉORIE DU GRAISSAGE

Lubrification 8
Viscosité 9
Tension superficielle 9
Capillarité 10
Graissage statique 11
Graissage aux faibles vitesses 12
Graissage aux grandes vitesses 12
Propriétés générales des lubrifiants 14
Tension superficielle et capillarité 15

CHAPITRE III

LUBRIFIANTS

Pages

I. *Huiles et graisses fixes* 17
Huile de colza 18
Huile d'olive 18
Huile de ricin (castor) 18
Huile de palme 18
Huile de coco 18
Suif 19
Lard, saindoux 19
Huile de pied de boeuf 19
Huile de baleine 19
Huile de spermacéti 19
Huile de marsouin 20
Huile soufflées, oxydées 20

II. *Huiles minérales* 20
1. Huiles dérivées des pétroles bruts 21
Huiles filtrées 22
Huiles distillées 22
Huiles minérales élémentaires 22
Huiles brutes à cylindre 22
Huiles rouges 22
Huiles pâles 22
Huiles neutres 22
Huiles noires 23
Huiles incongelables 23
Huiles sans reflets 23
Huiles blanches, huiles à broches 23
Huiles commerciales 23
2. Huiles de schistes 23
3. Huiles de goudrons 24

III. *Compositions et graisses consistantes* 24
Vaseline 24
1. Graisses à godets 26
2. Graisses à essieux 26
3. Graisses pour wagons 26
4. Graisses spongieuses 26
Formules de mélanges 26

Pages

Huiles saponées 29
Briquettes pour laminoirs 32
Graisses spongieuses pour voitures 33
Huiles solubles (dans l'eau) pour travail des métaux 34

IV. *Corps spéciaux*
Garnitures antifriction 35
Graphite ou plombagine 36
Talc 37
Autres corps 37
Huiles épurées ou filtrées 37
Procédés d'épuration 39
Conservation et manutention 40

Emploi des Lubrifiants 41
1. *Graissage des cylindres* 42
A vapeur saturée 42
Surchauffée 43
Des compresseurs à air 43
Des compresseurs à air liquide 44
Des pompes à vide 44
Des moteurs et outils à air comprimé 44
Des machines frigorifiques 44
Des moteurs à gaz 45
Des moteurs à essence (automobiles) 46
Des moteurs à pétrole lampant 47
Des moteurs Diésel 47
2. *Graissage des mouvements* 48
Transmissions 50
Machines-outils 50
Matériel roulant 50
Câbles métalliques 50
Engrenages 50
Métallurgie, laminoirs 51
Cimenterie, minoterie, et carrières 51
3. *Graissage aux grandes vitesses* 52
Générateurs électriques 52
Turbines à vapeur 52

Pages

Turbines à eau 53
Machines textiles 53

APPAREILS DE GRAISSAGE 53

4. *Huiles pour transformateurs et interrupteurs* 53
EXAMEN ET ANALYSE DES LUBRIFIANTS 55
Examen physique
1. Couleur 57
Glass Color Standard of Union Colorimeter ..... *verso de* 58
Résistance à la chaleur 60
Désignation, couleur, odeur et saveur des huiles (hors-texte) ..... *entre 60 et* 61
2. Limpidité 61
3. Odeur 61
4. Densité 62
5. Viscosité, fluidité 63
Saybolt Standard Universal Viscosemeter (Illustration) ..... *verso de* 63
6. Consistance 74
7. Point de fusion 76
Point de fusion de la vaseline 79
8. Point d'inflammation 81
9. Point de combustion 81
10. Point de cristallisation 82
Point de congélation 83
Point de de précipitation 86
11. Pouvoir rotatoire 88
12. Indice de réfraction 88
13. Emulsion 89
14. Sédiments 91
Indice de précipitation 92
Essais mécaniques
15. Essais mécaniques 94
Appareil de MacNaught 94
Pendule d'essai de Bailey 96
Appareil de Thurston-Henderson .. 96
Appareil de Boult 97

EXAMEN CHIMIQUE Pages

16. Réaction, acidité, alcalinité 99
17. Degré de raffinage 103
18. Eau, humidité, sédiments 104
19. Cendres 108
20. Combustion (chaleur de) 109
21. Perte volatile 110
22. Saponification 111
Matières saponifiables 114
23. Oxydation 115
24. Action de la chaleur 116
Stabilité à la chaleur sous pression ... 117
25. Corrosion 118
26. Soufre 119
27. Résidu de carbone 123
28. Résine 124
29. Asphalte 126
30. Paraffine 127
31. Résinification 128
32. Falsifications 129
Savons 129
Huiles fixes 132
Goudrons 133
Essences parfumées, couleurs 134
Huile de résine 134
Huiles de goudron 135
33. Dosages spéciaux. Impuretés 136
Hydrocarbures aromatiques et non saturés 136
Huile de résine et huiles minérales dans les huiles fixes 137
Huiles soufflées 138
Colles 138
Caoutchouc 138
Distinction des huiles animales et végétales 138
Graphite 139
34. Autres déterminations 140
Huiles usagées 140

Pages

Formation des résidus 140
Huiles dans les eaux de condensation 141
Actions des lubrifiants sur le ciment et le béton 141
Essais rapide pour déceler les mélanges d'huiles fixes et minérales 142
Examen des graisses consistantes 142
Chaux libre 143
Savons 144
Huiles minérales et graisses totales 144
Huiles pour machines-outils 144
Emulsion 144
Pouvoir mouillant 145
Pouvoir anti-rouille 145
Point de congélation 145
Eaux et matières volatiles 145
Acides gras, organiques 145
Savons alcalins 146
Acides organiques, identification .. 146
Produits neutres insaponifiables .. 146

COMPLÉMENTS 147

Théorie du germe 147
Viscosité spécifique 149
Huiles voltolisées 149
Lubrifiants conducteurs de l'électricité 150
Lubrifiant anti-rouille 150
Huiles russes et américaines (de pétrole) 150
Recherche de l'épaisseur de la couche d'huile dans un palier 151
Moyens pour décéler la surchauffe 151
Coefficient de dilatation 152
Tension superficielle, poids de la goutte 152
Essais électriques 153
Nouveau viscosimètre Mitchell 154
Huiles de graissage synthétiques 155

Choix des lubrifiants 156
Caractéristiques 156

Pages

Exemple de cahier des charges (spécifications) 160
Echantillonnage des lubrifiants 161
Expression de la viscosité en système C.G.S. 162
Nomogramme pour la comparaison des différentes unités de viscosité .... *hors-texte* 163
Variation de la densité en fonction de la température 164
Huiles pour interrupteurs et transformateurs 165
Détermination du pouvoir diélectrique des huiles 166

BIBLIOGRAPHIE 169

INDEX 173

Frottement - Graissage Lubrifiants

PREMIÈRE PARTIE

CHAPITRE PREMIER

FROTTEMENT

Frottement: Le frottement est une des causes qui s'oppose au mouvement perpétuel.

Définition: C'est une résistance qui se manifeste chaque fois que des corps solides, liquides ou gazeux, se déplacent.

Le frottement aboutit à l'usure des surfaces, — à l'échauffement, — à l'arrêt du mouvement, — au grippage pour les surfaces de certaine nature qui se dilatent ou se soudent. Le grippage se produit plus facilement entre surfaces de même nature.

Le frottement absorbe toujours de l'énergie; il est donc une cause de dépense. On doit le réduire au minimum, (sauf dans les cas spéciaux où on recherche ses effets). Le frottement est cependant utile pour la transmission du mouvement, le freinage, la locomotion. On distingue: le *frottement de départ* qui varie beaucoup suivant l'état des surfaces et leur nature; il est maximum entre les surfaces tendres et rugueuses (cuir-grès). Quand le corps est en mouvement, ce frottement diminue, puis devient nul; le *frottement*

pendant le mouvement apparaît: *frottement de glissement* ou de *roulement*, qui sont théoriquement identiques, mais ont des manifestations différentes.

Ex.: à charge égale, le frottement de roulement est moindre que le frottement de glissement.

Le frottement est soumis à des lois [1].

Coulomb (1781) a trouvé que, pour le frottement de roulement, la résistance R est proportionnelle à la charge P et inversement proportionnelle au diamètre du rouleau r, tant que les surfaces ne sont ni modifiées ni altérées.

$R = f. \frac{P}{r}$; f étant un coefficient variable suivant la nature des surfaces. Pour des surfaces métalliques bien rodées on admet f = 0.12 à 0.15.

Morin (1840) a étendu les recherches surtout aux véhicules et a formulé d'importantes indications pratiques. Un grand nombre d'expériences ont été faites par différents auteurs (voir bibliographie).

Coefficient de frottement: f C'est le rapport entre la force F qu'il faut pour mettre un corps en mouvement et la pression normale P ou poids du corps $f = \frac{F}{P}$

Il est déterminé par l'expérience. On sait maintenant qu'il varie avec la vitesse et la charge. Une élévation de température peut augmenter la valeur de f. ce qu'il faut toujours éviter.

Angle de frottement ou de repos, ou angle limite de frottement: Celui dont la tangente est le coefficient de frottement. C'est la mesure de l'inclinaison du plan pour laquelle le corps se mettrait en mouvement seul et conserverait sa vitesse acquise. On le détermine expérimentalement en évitant les mouvements

(1) Le frottement interne des liquides et des gaz n'obéit pas aux mêmes lois.

louvoyants, vibrations, chocs, efforts à directions indéterminées qui peuvent mettre le corps en mouvement.

Les compagnies de transport se sont préoccupées les premières d'étudier le frottement dans les conditions de la pratique.

Le coefficient f dans la formule du frottement de roulement peut prendre les valeurs suivantes:

Route nouvellement empierrée, sable et gravier	0,067
Empierrée, ordinaire	0.05
Bien pavée	0.02
Dure, terrain uni	0.02
Macadamisée et roulée	0,015
Pavage uni, bois	0,01
Chemin de fer ordinaire	0,003
Chemin en bonnes conditions	0,002
Chemin le mieux installé	0,001

Cordes: La théorie de la résistance des cordes et câbles est compliquée. Dans les cas d'enroulements sur les poulies et palans on admet les formules:

Cordes en chanvre $R = 0{,}65\ T.\frac{d^2}{D}$

Câbles métalliques $R = 1{,}50\ T.\frac{d^2}{D}$

R résistance en kilo. T la tension de la partie de corde qui s'enroule, d le diamètre de la corde, D celui de la poulie.

Tourillons: Les lois du frottement sont différentes de celles qui régissent les solides à cause de la couche fluide généralement interposée entre les surfaces quand les coussinets sont bien graissés. On se trouve dans le cas du frottement des *fluides* pour lesquels la résistance varie proportionnellement au carré de la vitesse et est proportionnelle à la surface. La pression ne semblant pas avoir une grande influence, sauf dans les cas de déformation des surfaces.

Frottement de rodage ou de grippement:

Dès que le rôdage commence, c'est-à-dire que les

surfaces métalliques s'usent mutuellement, le coefficient de frottement augmente avec la pression. (L'acier ne se rode pas facilement.)

Frottement des courroies (Morin): Il n'est pas influencé: par la longueur, par l'arc embrassé, par le diamètre de la poulie, c'est-à-dire par l'étendue des surfaces en contact, mais il est proportionnel à l'angle sous-tendu par la courroie qui recouvre la surface de la poulie et au log. du rapport des tensions sur les deux côtés.

$$f = \frac{\log \frac{T^1}{T}}{1.365}$$

Courroies en bon état, sèches $f = 0{,}282$
Courroies en bon état, humides $f = 0{,}377$

Rankine donne pour les câbles métalliques: sur fonte: $f = 0{,}15$; sur gutta percha: $f = 0{,}25$

Les lois du frottement se résument comme suit:

Pour les solides:

1°. La force du frottement est proportionnelle à la pression normale entre les surfaces ou poids du corps;

2°. Elle dépend de la nature des surfaces en contact;

3°. Elle est indépendante de l'étendue des surfaces en contact. L'usure étant cependant plus grande si la surface est petite;

4°. Elle est indépendante de la vitesse du mouvement, du moins pour les vitesses en dessous de 20 m. par seconde. Des expériences ont montré qu'au-delà, il diminue à mesure que la vitesse augmente, le travail absorbé restant proportionnel à la vitesse.

Quand les surfaces sont parfaitement polies, l'adhérence moléculaire des deux surfaces s'ajoute au frottement;

5°. Pour les corps compressibles, le frottement au départ est plus grand que pendant le mouvement. Cette différence est négligeable pour les corps durs.

Pour le frottement de roulement on a:

6°. La résistance au roulement est proportionnelle à la charge;

7°. Elle est en raison inverse du diamètre des rouleaux.

Pour les liquides (*fluides*), la résistance de frottement est:

1°. Indépendante de la pression entre les surfaces;

2°. Elle croît avec la vitesse des surfaces frottantes;

3°. Elle croît avec l'aire des surfaces en présence;

4°. Elle est indépendante de l'état des surfaces frottantes et de la nature des corps;

5°. Elle est fonction de la viscocité du fluide à la température à laquelle travaille la pellicule du liquide.

CHAPITRE II

GRAISSAGE

Les surfaces, même celles des corps les mieux polis, présentent des aspérités microscopiques. Si deux surfaces sont pressées et se déplacent l'une relativement à l'autre, il apparaît le *frottement solide* qui est dû à l'enchevêtrement des saillies et dépressions des surfaces.

Pour les surfaces très lisses, il se produit parfois (calibres) une résistance au mouvement autre que le frottement ordinaire, elle est due à l'adhérence par attraction moléculaire et ne se manifeste que sur des surfaces parfaitement ajustées.

Les surfaces rigoureusement propres sont exceptionnelles. Deux surfaces solides, chimiquement propres, en contact et en mouvement se soudent assez facilement même à faible pression. Il existe des *pellicules de contamination* provenant de l'atmosphère, des poussières, impuretés, qui contribuent à empêcher le rodage. Il serait illusoire cependant, de compter sur ce moyen de protection contre le frottement et le rodage, on préfère délibérément introduire entre les surfaces qui "frottent", un milieu choisi, une *substance lubrifiante.*

Définition: Le graissage est la substitution du frottement intermoléculaire d'un liquide ou d'une substance onctueuse, à celui des solides. Il faut que la substance interposée ait la propriété d'adhérer aux surfaces en mouvement relatif.

La force de frottement F qui résulte du mouvement relatif de deux couches d'un liquide de surface E distantes de *de* se déplaçant à la vitesse *dv* est:

$F = \eta E \frac{dv}{de}$ (η étant la viscosité du liquide à la température d'emploi).

Cette formule n'étant applicable que si aucun mouvement tourbillonnaire n'apparaît.

Objet du graissage: Réduire les pertes d'énergie dues aux frottements,— éviter les altérations et déformations des surfaces,— éliminer la chaleur produite par le mouvement,— empêcher le grippage,— éviter le broutement,— conserver le poli des pièces,— réduire l'usure inévitable.

THÉORIE DU GRAISSAGE

LUBRIFICATION

Avant que l'usage des lubrifiants dérivés du pétrole (huiles dites minérales) se soit répandu, on ne s'était pas beaucoup préoccupé d'établir la théorie du graissage. Les propriétés lubrifiantes des corps gras, animaux ou végétaux dont on disposait, ne semblaient pas pouvoir subir de modifications. La diversité des produits offerts maintenant pour le graissage, la tendance vers un choix judicieux déterminé par la *qualité du graissage* à obtenir ont obligé à chercher l'explication des phénomènes de la lubrification. On ne peut prétendre qu'il existe à l'heure actuelle, *une* doctrine du graissage, les théories en cours ne semblent pas définitives et des recherches plus approfondies sont encore nécessaires pour éclairer le mécanisme du graissage dont les modalités sont très variées.

Le pouvoir lubrifiant d'une substance est plus particulièrement en rapport avec ses propriétés physiques; la viscosité, la tension superficielle, la capillarité. *La viscosité* est une propriété de la matière qui se manifeste par la résistance que les molécules d'un corps éprouvent dans leur mouvement. Cette force, viscosité ou coefficient de viscosité, est très faible pour les gaz, très grande pour les solides, très variable pour les liquides suivant leur température. On la

désigne par η (éta) et on l'exprime dans le système C G S en "*poises*", ou dyne par centimètre carré (viscosité absolue). C'est la force tangentielle nécessaire pour déplacer à la vitesse de 1 cm par seconde un élément plan de 1 cm de long reposant sur un liquide.

Dans les applications on emploie une unité 100 fois plus petite: la "*centipoise*".

Les lois de la viscosité ont été formulées par Poiseuille pour l'écoulement uniforme des liquides dans des tubes capillaires. On sait que le débit est proportionnel à la pression, au temps, à la quatrième puissance du rayon du tube d'écoulement et inversement proportionnel à la longueur du tube et à la viscosité du liquide. Si on désigne par V le volume du liquide de viscosité η (éta) et t le temps d'écoulement sous une pression P à travers un tube de rayon r, de longueur l on a:

$$V = \frac{\pi P r^4}{8 \eta l} \cdot t$$

La viscosité se mesure à l'aide de viscomètre dont il existe plusieurs modèles, aucun ne donne directement la valeur η (voir analyse). On peut distinguer deux catégories d'appareils. Les plus employés sont basés sur les principes suivants: mesure du temps d'écoulement d'un volume connu par un orifice déterminé, mesure du volume qui passe dans un temps donné par un orifice de dimension fixe, rapport des temps mis par l'eau et un liquide pour s'écouler à travers le même orifice (Ostwald, Barbey, Engler, Saybolt, Redwood). Le temps mis par une bille d'acier pour parcourir une distance fixe, la torsion d'un fil auquel est suspendu un cylindre plongeant dans le liquide et contenu dans un récipient qu'on fait tourner (Michaelis).

La tension superficielle est une force d'attraction moléculaire que possèdent les liquides et qui fait que leur surface libre présente l'analogie d'une pellicule élastique avec tendance vers la forme sphérique,

représentant la surface minimum pour un volume maximum. Cette force aboutit à la formation des gouttes quand le liquide s'écoule par l'orifice d'un tube étroit, des ménisques (concaves vers le bas quand le liquide ne mouille pas, (mercure) concaves vers le haut pour les autres (eau), provoque l'ascension des liquides dans les tubes capillaires, l'adhésion avec la surface des corps solides.

On évalue la tension superficielle en dynes, c'est la force qui sollicite un élément linéaire de 1 cm de long reposant sur la surface d'un liquide. Elle est constante pour chaque liquide à une *température fixe*, très variable avec la température, en relation avec le poids moléculaire des liquides et leur température critique. Elle se détermine par les méthodes suivantes:— des gouttes (Lohnstein),— des tubes capillaires,— de la force d'arrachement (Lecomte du Nouy).

La capillarité ou mieux les phénomènes de capillarité, résultent de la tension superficielle des liquides. Ils sont dûs aux actions réciproques des molécules, soit du même liquide, soit d'un liquide et la surface de contact d'un autre corps solide ou liquide n'ayant aucune action chimique, ou de dissolution. Les phénomènes se manifestent surtout avec netteté dans des tubes de diamètre intérieur relativement assez fin (capilles, cheveux) et obéissent aux lois suivantes:

1°. (Lois de Jurin). Pour un même liquide et à une même température, les hauteurs moyennes des colonnes soulevées dans divers tubes capillaires sont en raison inverse des diamètres des tubes;

2°. Pour un même liquide et à même température, les hauteurs moyennes soulevées sont indépendantes de la forme du tube capillaire au-dessus et au-dessous du ménisque ainsi que la substance des parois du tube et leur épaisseur;

3°. Dans un même tube, et à même température, l'ascension capillaire dépend essentiellement de la nature du liquide;

4°. Pour tous les liquides, les hauteurs moyennes

soulevées dans un même tube capillaire diminuent (jusqu'à devenir nulles) quand la température s'élève.

A ces propriétés physiques bien définies, il faut ajouter comme utiles au graissage les conceptions de *fluidité*, résultante de la cohésion moléculaire; d'*onctuosité* qui assure le glissement doux des molécules du lubrifiant; de *cohésion* qui offre une résistance suffisante pour éviter la séparation des molécules sous la pression et enfin d'*adhérence* aux surfaces à graisser. Toutes propriétés qui sont en relation étroite avec la viscosité et la tension superficielle mais pour lesquelles on n'a pas, actuellement, d'autre élément d'appréciation pratique que la comparaison. Nous verrons que la valeur d'un lubrifiant est fonction de l'*ensemble* des propriétés énumérées plutôt que de l'une d'elles en particulier.

Nous rappelons que le graissage doit empêcher, même aux fortes pressions et aux grandes vitesses, le contact intime des surfaces (surtout métalliques) en mouvement. Il faut donc pour qu'une substance graisse, qu'elle ait la propriété de s'étendre en couche mince et d'adhérer dans une certaine mesure aux surfaces solides.

En pratique on envisage les trois cas suivants:

1. Graissage statique;
2. Graissage aux faibles vitesses;
3. Graissage aux grandes vitesses.

1. *Graissage statique:* On n'a pu jusqu'ici en établir une théorie. Seuls des faits d'expérience sont connus et servent de guide. Si un liquide lubrifiant est interposé entre deux surfaces, il s'étale en une couche mince qui tend à diminuer d'épaisseur si la pression entre les surfaces augmente. Aux fortes pressions, si la substance est liquide, elle a tendance à être expulsée et comme les surfaces qui frottent ne sont pas polies irréprochablement, il en résulte un frottement solide dû aux aspérités des surfaces; c'est le frottement statique.

Le coefficient de frottement statique varie: 1) avec

l'état des surfaces; 2) avec la charge (pour des surfaces bien graissées, elle est la même pour des huiles différentes) (Thurston); 3) avec le temps d'arrêt, plus ce temps sera grand, plus l'huile aura été expulsée;4) avec la nature du lubrifiant.

Aux fortes pressions, les liquides les plus visqueux ont des coefficients de frottement moindres que les autres. Ils restent en couches plus épaisses entre les surfaces. Quand le lubrifiant est semi-solide, l'expulsion est moins facile aux fortes pressions.

Les lubrifiants solides, les huiles végétales et animales se comportent mieux que les minérales, qui demandent un graissage plus abondant.

2. *Graissage aux faibles vitesses:* En théorie, rien de bien précis n'est connu. Il est toujours difficile à réaliser surtout au départ pour les pièces à grandes surfaces frottantes et fortes pressions (pivots, machines lourdes et lentes). Au début du mouvement, il se produit souvent du broutage. Il faut des huiles très épaisses. Aux vitesses inférieures à 5 et 10 cm seconde, le graissage est généralement défectueux, il convient alors ici d'envisager la *nature* des surfaces métalliques frottantes. Aux fortes pressions, les lubrifiants plastiques, ou les mélanges avec des poudres (talc, graphite), présentent de grands avantages.

3. *Graissage aux grandes vitesses:* C'est le plus facile à réaliser, la vitesse entraîne une pellicule d'huile qui s'interpose entre les surfaces, empêchant leur contact.

Grâce aux travaux de Beauchamp, Tower, Osborne, Reynolds, Goodman, on connaît avec quelques précisions la théorie et les modalités du graissage aux grandes vitesses en fonction des charges et des vitesses. Pour les surfaces planes, parallèles ou inclinées, "la résistance au frottement est proportionnelle à la racine carrée de la charge; pour les surfaces cylindriques, elle devient approximativement proportionnelle à l'étendue des surfaces glissantes, à leur vitesse de glissement, à la viscosité du lubrifiant, elle est presque indépendante de la charge."

Sommerfeld a établi des courbes pour représenter les relations qui existent entre le coefficient de frottement, la vitesse et la pression. Striebeck a construit expérimentalement d'autres courbes qui tiennent mieux compte des perturbations ordinaires de la pratique (chaleur, augmentation de viscosité par suite des mouvements tourbillonnaires, repos de l'arbre.)

On déduit qu'il existe un coefficient de frottement minimum pour les couples déterminés des valeurs de la vitesse et de la pression.

On a trouvé aussi qu'il y avait une relation entre le coefficient de frottement et la viscosité ce qui souligne l'importance de cette propriété dans les conditions d'emploi du lubrifiant.

Moyen: Dans tous les cas, le graissage ou lubrification des surfaces en mouvement est une nécessité impérieuse. On l'obtient en introduisant entre les surfaces des substances dites *lubrifiantes*, liquides, semi-liquides, pâteuses, onctueuses, qui ont pour objet essentiel de diminuer la cohésion en s'interposant entre les surfaces pour éviter leur contact intime. Il ne faut pas cependant que les lubrifiants forment de couches trop adhérentes aux surfaces à graisser, ce qui pourrait causer alors de la résistance au mouvement, surtout avec des pressions superficielles faibles.

On peut distinguer:

1°. Le graissage parfait; les surfaces sont complètement séparées par le lubrifiant,— les surfaces externes du lubrifiant adhèrent à celles des solides. On est ramené au frottement interne du liquide seul, lequel est beaucoup plus faible que celui des solides.

Le graissage parfait n'existe que dans les machines à graissage forcé par circulation et quelques paliers (Mitchell, Kingsbury) parce que les parties solides des pièces se touchent souvent, la pellicule d'huile fait défaut (on le constate par le passage du courant électrique d'une pièce à l'autre.)

On sait que le lubrifiant adhère à la surface solide

et se déplace avec. Seul le frottement intérieur du liquide intervient donc. Il s'ensuit que, suivant la viscosité du lubrifiant, f qui peut être de 0.12 à 0.4 devient égal à 0,002 à 0,01.

2°. Le graissage imparfait ou semi-lubrification qui ne saurait être défini avec précision. Au frottement intérieur du liquide s'ajoutent ceux dûs aux contacts directs entre les pièces. Ils sont plus importants avec les fortes charges, les faibles vitesses.

Par exemple, la valeur moyenne du frottement à sec des métaux usuels étant 0,12 à 0,4 on aurait:

pour le graissage parfait	0,002 à 0,01
pour les paliers usuels	0,045
pour les paliers à billes	0,0016
pour le graissage imparfait	0,10

Lorsqu'il s'agit de surfaces lubrifiées, on sait par expérience, que le frottement est déterminé par la valeur de la substance lubrifiante plutôt que par celle des pièces.

PROPRIÉTÉS GÉNÉRALES

Une substance est bonne pour le graissage si elle répond aux conditions suivantes:

1°. Avoir de la cohésion et une viscosité suffisante, suivant la machine et le système de graissage pour empêcher aux pressions maxima, le contact des pièces en mouvement. Cette viscosité variant aussi peu que possible avec la *température*, surtout dans le voisinage de la température de régime;

2°. La plus grande fluidité compatible avec la viscosité et l'onctuosité désirables;

3°. Un petit coefficient de frottement dans les conditions de l'emploi, la somme des frottements, solide et viscosité doit être minimum. (Dans le cas du graissage parfait, en pratique, ce coefficient est fonction de la vitesse, de la charge normale et la viscosité du lubrifiant;)

4°. Avoir une capacité calorifique très grande et souple pour recevoir, transmettre, emmagasiner, expulser la chaleur;

5°. Avoir des propriétés chimiques aussi stables que possible en régime, pour résister aux oxydations des métaux, à la vapeur d'eau, à la vapeur humide ou surchauffée, ne pas s'agglutiner par exposition à l'air ou durant l'emploi, ne pas altérer par son acidité ou alcalinité les surfaces de contact;

6°. Ne pas contenir d'impuretés en suspension graviers, poussières, de boues métalliques, de corps formant des dépôts gommeux, résineux ou durs;

7°. Avoir une température de vaporisation et de décomposition élevée et en rapport avec celle du régime à subir. Ne pas se congeler ou s'épaissir trop aux basses températures, surtout pour les machines frigorifiques ou les organes en mouvement exposés aux froids intenses.

Enfin, pour chaque cas, l'expérience dicte les propriétés spéciales requises pour une bonne efficacité. On peut admettre que, dans un cas déterminé, le *meilleur* lubrifiant est celui dont le *frottement intérieur est le plus faible.*

TENSION SUPERFICIELLE—CAPILLARITÉ

Comme nous l'avons dit, la valeur pratique d'un lubrifiant est plutôt fonction de propriétés physiques qu'il est difficile d'évaluer à l'analyse. On sait par exemple que des huiles végétales et animales ont de meilleures propriétés lubrifiantes que les minérales et que c'est surtout leur manque de stabilité qui en limite l'emploi. L'adhérence de la couche huileuse au métal est d'une extrême importance, or un liquide *mouille* parce que, à cause de sa tension superficielle, il tend à remplir les espaces capillaires. On sait que ce phénomène du mouillage dépend des trois tensions superficielles:

1°. Celle relative à la surface de la paroi et au fluide ambiant;

2°. Celle relative à la surface de la paroi et au lubrifiant;

3°. Celle relative à la surface du lubrifiant et au fluide ambiant.

Si ces trois forces sont en équilibre il y a un angle de raccordement, si non le liquide s'étale. Wells et Southcombe ont trouvé que la recherche d'un bon lubrifiant devait tendre à trouver un abaissement de tension superficielle au contact de l'eau. Ce résultat peut être obtenu par mélange. Or il semble que la faible tension superficielle des huiles animales et végétales soit dûe à la présence des acides gras, d'ou nouvelle théorie dite du "germe" (germ process). En pratique on additionne aux huiles minérales 2% environ d'acides gras choisis pour augmenter le pouvoir lubrifiant.

Seuls des essais pratiques comparatifs peuvent permettre de juger de la valeur du procédé. La mesure de la tension superficielle de l'huile ne paraît pas suffisante.

La capillarité, qui cause l'ascension des lubrifiants dans les mèches, rotins, etc., est en rapport avec la tension superficielle. Dans une mèche le liquide monte jusqu'à un niveau fonction de la tension superficielle; si la mèche a son extrémité en dehors du réservoir d'huile, l'écoulement se poursuit uniformément suivant la formule du débit en seconde.

$$K = \frac{L}{\eta C}$$

L charge ou longueur du niveau liquide à l'extrémité libre de la mèche.

C longueur de la mèche du niveau liquide à son extrémité libre.

K constante, viscosité absolue du liquide.

On est mieux d'amorcer le siphonage en imbibant toute la mèche.

CHAPITRE III

LUBRIFIANTS

Les lubrifiants se classent dans les catégories suivantes:

I. Huiles et graisses fixes.
II. Huiles minérales.
III. Compositions et graisses consistantes.
IV. Corps spéciaux.

I. HUILES ET GRAISSES FIXES

Ce sont des corps gras de provenance animale ou végétale qui ne peuvent subir une certaine température sans se décomposer. Ces corps "fixes" renferment de l'oxygène (9 à 12%). La plupart sont solides, à basse température, et liquides au-dessus de 65°C. Liquides ou solides, ces corps sont incolores, blancs, verdâtres ou jaunes (sauf l'huile de résine), onctueux au toucher et laissent une trace translucide sur le papier.

Ce sont des glycérides, c'est-à-dire des éthers sels de la glycérine, formés par la combinaison de la glycérine (trialcool) avec des acides gras saturés ou non saturés. Les corps gras fixes sont saponifiables, (sauf l'huile de résine), les éthers gras sont hydrolysés en alcools et acides gras. Cette transformation importante peut se faire par chauffage avec l'eau sous pression; le corps gras est décomposé en glycérine et acide gras (cas des cylindres de machines à vapeur), — par chauffage avec de l'acide sulfurique,— par chauffage avec des alcalis (formation de savon).

Le fait que les huiles fixes se décomposent facilement, la sensibilité que présentent un grand nombre vis-à-vis de l'oxygène qui les durcit (siccatives et demi-siccatives), restreint beaucoup leur emploi comme lubrifiant. Les plus employées sont: huile de colza, d'olive, de ricin.

Huile de colza: Extraite des graines par compression ou dissolution, purifiée par lavage avec l'acide sulfurique ou la potasse. Autrefois très employée. Un peu siccative, s'emploie actuellement en mélange, ou pure dans les machines-outils (sauf pour les machines délicates). L'huile de ravison (Russie) est analogue, moins chère.

Huile d'olive: Extraite de l'olive, par pression à froid ou à chaud ou par les solvants. On utilise surtout les huiles inférieures, mais elles sont acides et un peu siccatives. Trouvent encore leur emploi dans l'industrie textile. (Elimination facile des taches sur les tissus.)

Huile de ricin, dite de castor: Extraite par broyage des graines de ricin, à froid ou à chaud. N'est pas du tout siccative, ne rancit pas, c'est la *plus visqueuse* des huiles fixes, son *point de congélation* est très bas (−18°C). Elle est insoluble dans des hydrocarbures contrairement à presque toutes les huiles. Pour la mélanger à des huiles minérales, il faut l'intervention d'une troisième huile, colza ou lard. Très employée dans les pays producteurs (Indes) *en aviation* (ne gèle pas facilement), pour les machines à garnitures en caoutchouc qui n'est pas attaqué par elle.

On utilise aussi les huiles suivantes:

Palme: Extraite des fruits du palmier; solide à la température ordinaire. Sert à fabriquer des graisses consistantes, des briquettes pour les pièces chaudes et chargées.

Coco, coprah ou oléine: Extraite des noix de coco,

c'est la partie liquide du beurre de coco à la température ordinaire. Sert surtout pour faire des huiles composées.

Les huiles de coton, d'arachide, de maïs, sont peu employées, servent pour l'arrosage des outils. L'huile de résine (distillation de la résine) est acide, composée d'hydrocarbures, de fluorescence bleue, verte ou brune. Est oxydable, forme des dépôts. Employée comme *adultérant*, ou dans les graisses à essieu.

Les corps gras animaux les plus employés sont: le suif, l'huile de lard, de pieds de bœuf, de baleine, de spermacetti (cachalot), de marsouins.

Suif: Graisse fondue des tissus de ruminants. L'huile de suif (oléine de suif) est la partie liquide à la température ordinaire. Le suif sert pour la fabrication des graisses saponifiées, ou pour lubrifier les paliers ayant beaucoup de jeu. L'huile entre dans la fabrication des huiles pour cylindres à vapeur.

Lard, saindoux (huile de): Graisse de porc. Point de solidification variable suivant la température de l'expression. Bonne huile pour l'arrosage des outils, résiste mal à l'échauffement. Se mélange aux huiles minérales. Emploi surtout dans l'industrie textile.

Huile de pieds de boeuf: Obtenue par ébullition dans l'eau des pieds de bœufs et jarrets. Chère. Très recherchée pour les petits mécanismes; horlogerie, armurerie, métiers à bonneteries et à dentelles. Se mélange bien aux huiles minérales.

Huile de baleine: Extraite du lard de baleine, de phoque, est un peu siccative. Employée en mélange.

Huile de spermacetti: Retirée de la tête des cachalots, ne contient pas de glycérides, est plutôt une cire fluide. Se solidifie à basse température. Très fluide, peu oxydable. Chère. S'emploie en mélange

avec les huiles minérales, ou pour les mécanismes légers à grande vitesse (broches de filatures).

Huiles de marsouin et de dauphin: Extraites des graisses lavées des parties grasses de ces animaux. Très fluides, employées pour les graissages délicats à faible vitesse, horlogerie. (*L'huile de melon* est une sorte d'huile de dauphin.)

Les huiles de poissons, les dégras (mélanges de graisses et de suint de laine du mouton) sont quelquefois employés en mélange dans des compositions.

Huiles soufflées, épaissies ou oxydées: Ce sont des huiles, colza, coton, ricin, dans lesquelles on a fait passer un courant d'air, d'abord à chaud, puis sans chauffage, dans le but d'augmenter leur densité, et surtout la viscosité. Les transformations sont mal connues. On peut les mélanger aux huiles minérales dans certaines proportions. Emploi dans des compositions pour machines marines et locomotives.

II. HUILES MINÉRALES

C'est aujourd'hui la catégorie la plus importante. Tous les corps envisagés ici sont des combinaisons complexes de carbone et d'hydrogène, (hydrocarbures, carbures d'hydrogène), renfermant quelquefois des composés oxygénés, sulfurés, azotés, en très faible proportion. Les propriétés chimiques générales: inaltérabilité à l'air, difficulté de décomposition à la chaleur qui les volatilise seulement, insaponification presque totale en font des lubrifiants très avantageux. En fait, ils ont pris une extension telle qu'on les considère comme les *huiles de graissage par excellence.* Le fait aussi, qu'elles sont pour la majeure partie des *résidus* purifiés de la distillation des pétroles bruts permet leur commerce à des prix très bas.

On distingue:

1°. Les huiles dérivées des pétroles bruts;
2°. Les huiles de distillation des schistes;

3°. Les huiles dérivées du goudron de houille.

1°. Suivant leur origine, les pétroles, (Pennsylvanie et Ohio, Californie, Mexique, Texas, Canada, Caucase, Roumanie, Galicie, Alsace, Japon, Indes) ont des compositions un peu différentes, c'est-à-dire qu'il y a prédominance d'une série d'hydrocarbures saturés ou non (série, forménique ou paraffinique, éthylénique, acétylénique, naphtalénique), ce qui donne quelques particularités aux produits dérivés. Les huiles riches en paraffine ont des points de solidification relativement hauts. La viscosité et le pouvoir gommant sont élevés si les huiles asphaltiques sont en forte proportion (série naphtalénique). Propriétés que l'analyse d'ailleurs met en évidence facilement.

Les pétroles bruts sont soumis à la distillation fractionnée et peuvent fournir par exemple, dans des proportions variables, les cinq groupes de produits suivants: Essence légère ou gazoline, pétrole lampant ou kérozène, huile solaire ou gas oil, huiles lourdes ou de graissage, résidu ou brai. Toutes ces portions doivent être redistillées et épurées par traitement à l'acide sulfurique,— à l'eau,— puis à la soude et à l'eau une seconde fois pour fournir les produits marchands.

Les huiles de graissage représentent environ 6% du pétrole brut[1]. En pratique, le raffinage des portions

(1) PETROLE — DISTILLATION
RENDEMENT — *U. S. BUREAU OF MINES* (*1917*)

Gazoline	20.3
Kérosène	13.0
Huiles combustibles	44.0
Huiles de graissage	5.8
Cires	2.1
Coke	1.8
Asphalte	4.1
Diverses huiles	5.6
Pertes	3.6
Gazoline de "craking"	2.44

énumérées peut donner une certaine quantité de produits lourds qui, réunis, fournissent des huiles de graissage.

L'obtention des différentes sortes d'huiles se fait par distillation fractionnée suivie pour chaque portion de lavages à l'acide sulfurique—eau—soude—eau—filtration sur noir animal ou terre à foulon.

Il importe d'éviter pendant cette redistillation le phénomène du "craking" ou craquage, décomposition brutale des hydrocarbures lourds en portions légères. Ce phénomène, utile pour la production de parties à point de distillation bas et à faible viscosité, diminue le rendement en huiles de graissage. On l'évite en pratiquant la distillation sous un courant de vapeur d'eau surchauffée ou sous pression réduite (vide).

On entend par:

a) *Huiles filtrées:* Celles qui sont raffinées par filtration ou centrifugation sans traitement chimique.

b) *Huiles distillées:* Celles qui subissent la distillation et le raffinage chimique.

1°. *Huiles minérales élémentaires:*

Huiles brutes à cylindre: Résidus de la distillation des parties brutes débarrassées de la vaseline et paraffine. On leur ajoute souvent une certaine proportion d'huile fixe neutre, la filtration répétée diminue la viscosité et la teinte.

Huiles rouges: Obtenues par distillation seule, réservées pour les transmissions et les mouvements.

Huiles pâles: Sont retirées par distillation des huiles rouges et épurées soigneusement, encrassent moins, réservées aux organes à grande vitesse, moteurs à explosion (parfois on augmente leur viscosité avec des huiles à cylindre).

Huiles neutres: Sont distillées, déparaffinées, décolorées, raffinées par filtration; s'émulsionnent difficile-

ment, peuvent être employées en présence d'eau, surtout pour les turbines, compresseurs, organes internes; leur point de congélation est bas.

Huiles noires (fuel oil, mazout): Résidu des huiles brutes, très visqueuses. Si elles ne contiennent pas trop d'asphalte (qui les rend noires) on s'en sert pour les boîtes à essieux, organes lents et lourds, si elles contiennent trop d'asphalte on les brûle.

Huiles incongelables: Sont, ou bien déparaffinées soigneusement par congélation et filtration, ou d'origine spéciale. Réservées pour machines à froid ou les automobiles en hiver.

Huiles sans reflets: Produits neutres, soigneusement filtrés, décolorés au soleil, réservées pour l'industrie textile.

Huiles blanches ou à broches claires: Traitées avec acide sulfurique fumant, ou anhydride sulfureux liquide, filtrées sur terre à foulon. Retirées des pétroles russse surtout. Bonnes pour transformateurs, ne déposent pas.

Huiles commerciales: Sont des mélanges en proportions variables de ces produits fondamentaux dont on connaît les caractéristiques. L'expérience et le savoir-faire, guidés par le laboratoire, permettent l'obtention de produits nouveaux ayant des caractéristiques déterminées. Les mélanges doivent être faits avec soin pour être surtout *stables*· les composés (compound) se préparent en mélangeant les huiles minérales aux huiles fixes. Pour que les mélanges soient homogènes, il est nécessaire de chauffer et d'agiter mécaniquement pendant la fabrication.

2°. *Huiles de schistes:* Les schistes bitumineux peuvent donner à la distillation: des gaz, des huiles lampantes, des huiles de graissage, une sorte de mazout et des huiles lourdes combustibles. Contenant beaucoup de paraffine, les huiles dérivées des schistes

ne peuvent être utilisées partout, leur viscosité est faible. Celles tirées du mazout ont tendance à gommer et servent comme huiles inférieures ou pour les pièces grossières. Sont surtout employées aux lieux de production.

3°. *Huiles de goudron:* Les goudrons de houille distillés donnent des huiles épaisses à propriétés lubrifiantes. Cependant, vu leurs caractères, ces produits restent inférieurs et sont des substituts employés pour la fabrication des graisses épaisses bon marché et les falsifications.

III. COMPOSITIONS ET GRAISSES CONSISTANTES

Dans bien des cas, l'emploi des huiles fluides est impossible. Trop coûteux (outils des tours, fraiseuses, perceuses); illusoire, organes ouverts ou chauds (paliers de laminoirs, calandres, turbines à vapeur, câbles engrenages, essieux).

Les plus visqueuses des huiles n'ont pas assez de *corps* pour former une masse consistante adhérente qui, dans certains cas, doit protéger les parties métalliques contre l'invasion des poussières (minoteries, cimenteries, mines, etc.) Le graissage s'obtient alors avec des composés spéciaux qu'on peut ranger sous le nom de *graisses consistantes*. Il existe un très grand nombre de compositions, on doit faire un choix judicieux suivant l'emploi et la *qualité du graissage* qu'on veut obtenir. Les corps gras naturels solides sont peu en usage, leur point de fusion est généralement trop bas et surtout ils sont décomposés en acides par la chaleur.

La vaseline (petrolatum), corps tiré de l'huile de pétrole brute, peut être utilisée, c'est un bon lubrifiant, mais son point de fusion est bas; 30-40°C et sa viscosité diminue considérablement avec la

température. On prépare des mélanges durs, par exemple:

Vaseline	30	parties.
Huile minérale	60	—
Céresine	5	—
Paraffine	5	—

Les paravaselines commerciales sont des mélanges de paraffine et de vaseline ou d'ozokerite (cire minérale).

Les lubrifiants solides sont souvent plus économiques que les liquides parce que leur perte devient nulle à l'arrêt du mouvement.

On cherche à donner aux graisses consistantes un point de fusion variant entre 60 et 100°C. Ce résultat est obtenu de trois façons:

a) Par mélange d'huiles avec des matières formant pâte;

b) Par mélanges de matières grasses avec des savons ou des solides ayant des propriétés lubrifiantes;

c) En saponifiant les corps gras par des alcalis ou en les émulsionnant avec des savons. On profite alors de la propriété qu'ont les colloïdes d'absorber leur dissolvant et de le retenir en formant une masse consistante. Le point de fusion varie suivant la nature des savons et le mode de préparation. Beaucoup de savons rouillent ou détériorent les parties métalliques. Il faut s'en méfier.

Les facteurs suivants influencent la qualité des graisses consistantes:

a) L'agent de saponification;
b) La matière grasse employée;
c) L'huile minérale utilisée;
d) Le degré d'humidité;
e) La charge;
f) La fabrication (homogénéïté, tour de main, à cause de l'état d'émulsion ou colloïdal de la préparation).

Dans les graisses consistantes ordinaires on met environ 5 à 30% de savon, pas plus de 40.

Au point de vue des applications, on peut ranger tous les mélanges consistants en quatre catégories:

1°. Les graisses à godets (cups greases);
2°. Les graisses à essieux (axle greases);
3°. Les graisses pour wagons (railroad greases);
4°. Les graisses spongieuses (fibre or sponge greases).

Classification d'après le point de fusion ou ramollissement qui est le premier à considérer.

Graisses molles. Point de fusion inférieur à 60°C
Graisses moyennes. Point de fusion entre 50-80°C
Graisses dures. Point de fusion au-dessus de 80°C

Les principes qui régissent la fabrication ne diffèrant pas d'une catégorie à l'autre, nous donnons quelques formules tirées des formulaires, plutôt dans le but de faciliter les recherches en cas d'analyse que pour conseiller de manufacturer soi-même les produits. On emploie comme matières premières les huiles minérales, les huiles et graisses de qualité inférieure (cheval, coton, colza, suint, suif, h. de lard, de pieds de bœuf, de poisson) saponifiées par la chaux ou la soude. Celles saponifiées à la chaux étant plus dures que les autres. On incorpore du graphite, du talc, de la baryte, du mica, de la craie, de la sciure de bois, de l'amiante, des crins, de la laine, des essences bon marché (mirbane sassafras) pour masquer les odeurs plutôt désagréables.

MELANGES DURCIS

Graisse pour voiture:

Graisse neutre de laine	5	parties
Suif	5	"
Paraffine	15	"
Huile de lard	20	"
Huile minérale	15	"

On fond puis on mélange: Graphite 5 à 10%.

Pour machine à imprimer:

Graphite lavé	10	parties
Huile de ricin	20	"
Suif fondu	20	"

Pour collecteurs, faire fondre:

Suif	10	parties
Graisse neutre de laine	10	"
Paraffine	15	"
Huile de ricin	5	"
Huile minérale	60	"
Graphite lavé	10	"

Pour tampons, fondre et couler en bloc:

Suif	5	parties
Résine	4	"
Paraffine	2	"
Talc	4	"

Pour tige de piston, fondre:

Cerésine	10	parties
Graisse neutre de suint	40	"
Huile minérale	25	"
Graphite	25	"

Graisse pour machines en bois, fondre:

Suif	75	parties
Huile de palme	50	"
Huile de poisson	25	"
Graphite	25	"

Pour câbles en coton ou chanvre:

Huile de lin	1	partie
Suif	1	"
Graphite	1	"
Cire	0,5	"

— ou bien —

Suif	2	parties
Huile de lin	3	"
Paraffine	2	"
Vaseline	3	"
Résine (colophane)	6	"

Pour courroies de coton, fondre:

Résine (Colophane blonde)	2	parties
Suint	1	"
Suif	1	"
Paraffine	1	"
Huile minérale	2	"

Pour câbles métalliques, fondre:

Goudron	2	parties
Poix	2	«
Suif	5	«
Résine (Colophane)	5	«

— ou bien —

Suint	10	parties
Résine (colophane noire)	2	«
Huile de résine	3	«
Pétrole brut	1	«

— ou bien —

Résine (Colophane)	2	parties
Huile de résine	1	«
Suint	1,5	«
Paraffine	0,7	«
Huile de lin bouillie	4	«
Talc ou graphite	1	«

Pour engrenage en fonte, malaxer:

Suif	4	parties
Graphite	1	«

ou bien: mélanger:—

Suif	3	parties
Cire	4	«
Huile de lin cuite	2	«
Graphite	1	«

Pour courroies en poils de chameau:

Huile de résine	1,5	parties
Suint	0,7	«
Huile de ricin inférieure	3,5	«
Talc	5	«

Pour courroies en cuir: Le nettoyage doit précéder. On lave avec un bain de savon, on frotte avec de l'ammoniaque puis de l'eau tiède, on sèche, et on pose la composition.

Essence de térébenthine	10	parties
Résine (Colophane)	5	«
Cire jaune	5	«
Suif	10	«
Huile de foie de morue	80	«

— ou bien —

Cérésine	8 parties
Huile de palme	8 "
Graisse de porc	3 "
Vaseline	2 à 3 "

— ou bien —

Suif	1 partie
Paraffine	1,5 "
Huile de colza soufflée	1,5 "
Huile d'os	1 "
Huile minérale	5 "

Graisses mélangées à des savons, partiellement ou totalement saponifiées:

Graisse pour wagon, on dissout:

Savon de palme	6 parties
Eau	12 "
Suif	6 "
Huile de palme ou minérale	2 "

On agite et on coule.

Pour bourrer les presses-étoupe:

Savon de potasse	43 parties	36
Suif	14 "	12
Huile pour cylindres	14 "	14
Talc	10 "	24
Graphite	10 "	7
Poudre d'amiante	5 "	7
Poudre de mica	4 "	–
	100 —	100

Ne doit pas se liquéfier à 170-200°C

Les huiles saponées: sont des huiles minérales dans lesquelles on incorpore des savons, principalement des savons d'alun qu'on prépare en saponifiant par la soude, l'huile de baleine, de coton ou de lard, l'acide oléique, puis en versant dans la masse une solution d'alun. C'est la masse gélatineuse d'oléate d'aluminium qui est ensuite purgée de son eau et incorporée à l'huile minérale. La viscosité apparente est très augmentée, elle diminue beaucoup avec la température, les huiles sont filantes. L'adhérence aux surfaces métalliques est très forte et on peut observer des en-

crassements dans les mécanismes. On considère l'adjonction d'*oléate d'aluminium* plutôt comme une *falsification.*

On peut incorporer des savons résino-calcaires. On prépare un savon avec du lait de chaux, de la résine pulvérisée, le mélange (2 à 3%) est ensuite chauffé avec de l'huile minérale à 100°C.

Il arrive aussi que les mélanges de corps gras et de savons préparés ont une acidité libre trop forte, on la neutralise en partie, par du carbonate de soude.

On incorpore souvent, par malaxage, à ces produits, du graphite, de la craie, du talc, du sulfate de baryte.

Graisses saponifiées à la soude:

Huile minérale	55.00 —	70.93
Huile neutre fixe ou graisse	8.97 —	2.02
Savon de soude sec	16.11 —	9.30
Silicate de soude	..... —	6.10
Carbonate de soude	3.19 —	.....
Sulfate de soude	1.67 —	.....
Eau (par différence)	15.06 —	11.65

Suif dur	1576 Kg.
Soude caustique	324 "
Eau	324 "
Huile à cylindre contenant 16 Kg de graphite	1780 "
	4.004 "

Ce qui donne à l'analyse:—

Savon de soude	40.50
Huile à cylindre et graphite	44.50
Eau	8.00
Soude libre	2.43
Glycérine	4.27
	100.00

Les graisses pour *boîtes* et *graisse des wagons* sont composées de suif, huile de palme, savon et eau. Par exemple, (Archbutt).

	Eté	Automne	Hiver
Suif	22.0	22.0	18.0
Huile de palme	12.0	12.0	12.0
Soude en cristaux	5.0	5.0	5.0
Huile colza ou spermaceti	1.0	1.5	2.0
Eau	60.0	61.5	63.0
	100.	100.	100.

Très dure, pour pays chauds:

Suif de mouton	50 parties
Huile minérale à cylindre	45 "
Graphite	15 "
Cérésine	45 "
Soude pulvérisée	750 "

Pour wagons et charriots:

Suif	6 parties	8 parties
Huile de palme	12 "	20 "
Eau	8 "	10 "
Soude	1 "	1,6 "

Savons pour refroidir les coussinets:

Suif	42 parties
Saindoux	10 "
Huile de ricin	16 "
Savon de potasse	10 "
Oxyde de zinc	4 "
Lessive de soude à 25 B (18%)	4 "
Eau	14 "

— ou bien —

Suif	40 parties
Savon de suif liquide	15 "
Huile de ricin	7 "

Pour wagons de chemin de fer (essieux):

Huile de palme	4 parties
Savon	1.7 "
Carbonate de soude	0,3 "
Eau	14 "

— ou bien (lubrifiant de Bessard) —

Huile d'olive	22 parties
Suif	75 "
Savon	29 "
Carbonate de soude	2 "
Eau	8 "

— ou bien —

Suif	23,2%
Huile minérale	7,8
Savon sec	16,3
Eau	52,6

Graisses saponifiées à la chaux, à la baryte, à la magnésie:

Eau	20 parties
Chaux éteinte	4 "
Huile minérale	25 "
Huile de lin	10 "

On fait chauffer 6 à 8 h., refroidir 10 jours; on trouve à la surface un pain fondant à 90°C.

Vaseline	87	parties
Lanoline	7	"
Huile de colza	2	"
Chaux	1	"

Huile minérale	33	parties
Huile de résine	61	"
Chaux	6	"

Huile minérale	100	parties
Huile de blé	30	"
Huile d'arachide	20	"
Baryte	6	"

Huile minérale	100	parties
Huile de colza	40	"
Huile de coco	10	"
Magnésie	2	"
Chaux	5	"

Huile minérale	81.8 — 72.5	
Anhydride gras	8.7 — 11.1	
Chaux	1.3 — 1.5	
Eau (différence)	8.2 — 14.9	
Lessive de soude à 11 B (7%)	30	"
Graphite	8	"

Briquettes pour laminoirs:

Graisse de suint	70	parties
Cire de suint	25	"
Lessive de soude à 40 B (33%)	5	"
— ou bien —		
Graisse de suint	60	parties
Poix stéarique	30	"
Lessive de soude à 40 B (33%)	10	"
— ou bien —		
Gaisse de suint	30	parties
Résine (Colophane)	26	"
Cire de suint	5	"
Lessive de soude à 40 B (33%)	7	"
Graphite	30	"

— ou bien: pour laminoirs surchauffés:—

Graisse de suint	42	parties
Poix stéarique	20	"
Lessive de soude à 40 B (33%)	8	"
Graphite	30	"

Briquette dite de vaseline:

Cire de suint	18	parties
Résine (Colophane)	27	"
Graisse de suint neutre	42	"
Lessive de soude à 35 B (28%)	13	"

Pour les gros paliers:

Stéarine de graisse de suint	18	parties
Résine (Colophane)	10	"
Huile minérale	62	"
Lessive de soude à 35 B (28%)	10	"

L'huile de résine ayant la propriété de se mélanger à la chaux on s'en sert pour les graisses à véhicules roulants de faible vitesse (wagonnets et chariots).

Par exemple, Redwood indique:

Huile minérale	88.77	—	86.6
Résine	3.7	—	7.
Chaux éteinte	6.4	—	4.5
Eau	2.2	—	1.9

Graisse pour voitures:

Savon coupé en morceaux	25	parties
Huile de spermaceti	25	"
Eau	125	"
On fait bouillir et on ajoute:		
Talc fin	50	parties
Résine	35	"
On fait fondre et on ajoute:		
Suif	25	parties
Huile de lin	31	"
Quand tout est en masse, on ajoute:		
Lessive de soude à 23 B. (16%)	35	parties

Les graisses spongieuses ou *fibreuses* ont un point de fusion élevé et contiennent une faible proportion d'eau libre, leur

coefficient de frottement est faible. Elles sont de fabrication délicate, la saponification se pratique en *présence* de l'huile minérale.

Suif dur	400	parties
Soude caustique	60	"
Huile de paraffine	2,325	"
Eau	10	"

Huiles solubles (dans l'eau) : Sont en usage pour l'arrosage des outils coupant les métaux, Il faut lubrifier et refroidir pour obtenir une bonne coupe et un bon rendement.

On fabrique des huiles mélangées d'huiles minérales et végétales quelquefois sulfonées, qui s'émulsionnent bien avec l'eau et donnent des liquides bon marché à aspect laiteux.

On trouve dans le commerce: des résidus de lessives de savonnerie, de celluloserie, des résinates de chaux, de soude. Les formules sont nombreuses.

Exemple de liquides pour outils:

Savon noir (vert ou noir)	2	parties	1	parties
Soude caustique	2	"	0,5	"
Eau	100	"	—	
Déchets d'huile	0	"	1,5	"

— ou bien —

Huile de résine	74,9	parties
Acide de résine	23,5	"
Soude	1,5	"
Oxyde de fer et chaux	0,1	"

Graisse pour fraises:

Savon de baleine en morceaux	5
Eau	150
Carbonate de soude	7
Saindoux fondu	9

On agite jusqu'à dissolution.

Pour métaux: L'acier au nickel se travaille avec du lait, on graisse ensuite pour garder le poli.

L'acier fondu se perce avec de l'essence de térébenthine contenant ou non du suif. L'aluminium se travaille avec de l'huile lourde de pétrole.

Presque toutes les huiles solubles ont l'inconvénient de causer chez les ouvriers (surtout ceux à peau fine), des *dermatoses*, éruptions souvent épidémiques (bouton, gale, lèpre d'atelier). On pense que la cause est due aux microbes qui peuvent vivre dans ce milieu et aussi aux limailles dont se chargent rapidement ces liquides. C'est probablement à la suite des excoriations causées par les particules métalliques que les microbes pénètrent le tissu cutané et y causent des désordres.

Comme les liquides pour outils sont généralement récupérés, on doit leur faire subir des traitements physiques; pasteurisation par chauffage, centrifugation; ou chimiques, addition d'antiseptiques (acide phénique ou créosote) et turbinage pour les débarrasser des boues nocives.

IV. — CORPS SPÉCIAUX

Dans cette classe trouvent place un certain nombre de substances à l'emploi desquelles on a recourt chaque fois qu'on ne peut, par suite de la nature des opérations, pratiquer un graissage réel au moyen des corps gras et des graisses consistantes.

Nous devons dire deux mots d'abord des *garnitures antifrictions* [1]. — La plupart sont des alliages métalliques brevetés. On se sert pour les pièces de fatigue, des métaux suivants: étain, cuivre, antimoine, — pour les frottements modérés: plomb, étain, cuivre, antimoine, — pour les organes comprimés: zinc.

La fabrication des alliages demande certains soins, surtout pendant la coulée, et l'analyse chimique ne peut seule en déterminer la valeur au point de vue pratique, un examen *micrographique* s'impose toujours. Les métaux antifrictions doivent être durs, plastiques, pas cassant, leur point de fusion doit être relativement bas.

(1) On trouvera dans: Formules à l'usage des ingénieurs, de L. François, ou: Alliages, de A. Chapelet, un très grand nombre de formules pour compositions antifrictions.

Graphite ou plombagine: Est une des trois formes allotropiques du carbone pur. Se rencontre dans la nature cristallisé en lamelles hexagonales ou en masses amorphes brillantes. Les mines sont situées en Angleterre, en Sibérie, Autriche, Etats-Unis, Canada, Indes, Japon, Ceylan, Italie, Allemagne, Madagascar.

C'est un corps gris ou noir, onctueux au toucher, laissant une tache grise sur le papier, peu sensible aux réactifs chimiques et résistant aux hautes températures. Il conduit bien la chaleur. On le prépare aussi artificiellement au moyen du four électrique.

Pour être employé comme lubrifiant, le graphite doit être très fin (plusieurs procédés) lavé et sec. Son coefficient de frottement est très faible et son adhérence aux métaux très grande, sa résistance aux agents chimiques et à la température en font un lubrfi ant de grande valeur. On s'en sert en poudre, en mélange, ou bien on l'incorpore aux métaux et dans les rainures des organes frottants. Le graissage *graphite* sur *graphite* est le plus *parfait* qui soit dans beaucoup de cas.

N'étant pas soluble on a cherché un moyen de le tenir en *suspension colloïdale* dans les huiles pour favoriser son emploi. On pratique ce qu'on nomme la *défloculation* par le procédé Acheson ou Haen.

Le graphite *défloculé* d'Acheson est préparé en mettant du graphite en poudre fine dans de l'eau avec du tanin et des traces d'ammoniaque ou d'acide chlorhydrique; l'émulsion aqueuse est mélangée à chaud avec de l'huile, le graphite passe à l'état colloïdal dans l'huile et ne dépose pas, les particules ultramicroscopiques ont un diamètre de 2 à 6 microns.

Le procédé Haen traite le graphite par des oxydants; permanganate de potasse, bichromate de potasse en solution d'acide sulfurique.

Les huiles graphitées sont connues sous le nom d'"Oildag", elles contiennent 15 à 30 gr de graphite par litre.

Il faut savoir que les lubrifiants colloïdaux sont

d'une très grande sensibilité aux variations chimiques du milieu, qui les tient en suspension. L'acidité, surtout minérale, même très faible, précipite le graphite colloïdal. Les huiles employées pour le tenir en suspension doivent être choisies *neutres* et il faudra toujours se méfier des mélanges qu'on peut faire intentionnellement pour diluer, ou accidentellement par erreur. L'accumulation des particules de graphite peut causer l'obstruction des conduits, rainures ou orifices des graisseurs.

Talc: (Soapstone, Stéatite, potstone). C'est un silicate de magnésium hydraté. On peut l'obtenir gélatineux artificiellement. Corps blanc, vert, brun, ou rose: dense, mais qui s'érafle sous l'ongle, onctueux au toucher. Il durcit à la chaleur, perd son eau, à peu près inerte aux acides. On le trouve aux Etats-Unis, en Italie, en France. Son emploi comme lubrifiant est déjà ancien. Il doit être lavé. On prépare un talc modifié en le mélangeant avec du carbonate d'ammonium, chauffage puis immersion dans l'eau froide; ou bien, le talc pulvérisé est exposé plusieurs heures à un courant d'ammoniaque sec. On sèche dans le vide, on peut alors le mettre en suspension dans l'huile 40 à 60%, ou bien on le mélange aux graisses. Est surtout employé pour les garnitures des grosses machines.

Le soufre, la baryte, la craie (carbonate de calcium), le mica, et le kaolin (silicates naturels), l'acide borique, l'argile, la céruse (carbonate de plomb), la glycérine, la mélasse, l'acide sulfurique anhydre (pour les très hautes pressions (Claude), l'éther de pétrole, l'air liquide, l'acide sulfureux, sont des corps, qui, bien que n'ayant pas à proprement parler des propriétés de lubrifiants, sont utiles pour le graissage dans des cas particuliers.

Huiles épurées ou filtrées: Dans la plupart des cas, par l'usage, les huiles ne subissent pas de modifications très profondes. Quand elles ne sont pas décomposées,

elles sont simplement souillées physiquement. Les impuretés qu'elles recèlent sont les suivantes:

a) Des particules solides en suspension; poussières, particules métalliques, sable de fonderie;

b) De l'eau venant de la condensation de la vapeur;

c) Des émulsions formées par barbottage avec l'air et l'eau;

d) Des sédiments, plus ou moins solubles, boues gommeuses, parties oxydées à chaud;

e) Des résidus de combustion (pour les moteurs à combustion), carbone imbrûlé, portions légères d'hydrocarbures venant du cracking, portions plus lourdes des combustions incomplètes et des décompositions.

Toutes ces substances altèrent l'huile et rendent son emploi incertain, surtout difficile en favorisant l'obstruction des orifices fins; de plus, on ne se trouve plus à faire un graissage méritant ce nom dès que la proportion des souillures devient importante.

Autrefois, on récupérait les huiles usagées pour s'en servir dans les graissages grossiers. Ce n'est pas une bonne pratique, les pertes sont considérables et la qualité du graissage est rarement ce qu'elle doit être. Dans bien des usines, on brûle les huiles, c'est une pratique brutale et onéreuse. Chaque fois que la quantité d'huile est un peu conséquente (moyennes usines), il faut songer, par économie, à *épurer* les huiles usagées.

Au point de vue théorique et pratique, quoiqu'en disent les marchands d'huile, naturellement intéressés, il n'y a aucune raison *sérieuse* pour condamner l'emploi des huiles épurées avec soin. Les constantes physiques et chimiques ne subissent que de faibles variations. Dans les huiles usagées on constate une légère augmentation de la densité, du point d'inflammabilité et de combustibilité, de la viscosité, L'acidité est identique ou un peu diminuée si l'huile contenait des acides gras; les essais mécaniques décèlent que le coefficient de frottement n'a pas varié. La couleur

peut être légèrement plus foncée mais son influence est nulle sur le graissage.

Les huiles usagées des moteurs à explosion contiennent très souvent du carbone à l'état colloïdal ce qui noircit l'huile (jusqu'à 3%). Il est extrêmement difficile de s'en débarrasser, la filtration est à peu près inefficace. Le mieux est de réserver ces huiles épurées pour des usages grossiers en tout cas ne pas les faire reservir pour des organes internes délicats.

Les procédés d'épuration en usages sont:
1°. La décantation de l'huile chauffée;
2°. La filtration de l'huile chauffée;
3°. La centrifugation de l'huile chauffée.

1°. Ce n'est pas le procédé idéal. Employé seul, son action n'est pas toujours complète. il convient dans quelques cas, mais est toujours assez long pour être intéressant. On chauffe pour diminuer la viscosité des huiles et libérer les particules étrangères, il faut se garder de décomposer l'huile.

2°. La filtration souvent additionnelle à une décantation est un bon procédé, il faut chauffer pour fluidifier. Les modèles de filtres sont nombreux, leur description n'a pas sa place ici. On choisira les appareils les *moins compliqués* et dont les modes d'action sont rationnels. C'est une question de chimie physique (colloïdes). Il existe des filtres laveurs, l'huile est agitée dans de l'eau chaude puis filtrée sur du noir animal ou de la terre à foulon. Ne convient que pour les huiles qui ne s'émulsionnent pas.

3°.— L'emploi du centrifuge semble être la solution idéale pour les quantités importantes. L'action est complète et rapide surtout à chaud. On utilise les séparateurs centrifuges "De Laval" à bol tournant à 6000 tours-minutes ou les derniers venus de plus en plus employés, les centrifuges "Sharples" d'un nettoyage facile, à bol de petit diamètre tournant entre 15 et 50,000 tours-minutes.

L'épuration obtenue avec ces appareils est très

bonne, les éléments colloïdaux et même des bactéries sont éliminées.

La récupération des huiles imprégnant les chiffons, copeaux et tournures s'obtient par l'essorage à sec ou avec un courant de vapeur d'eau, ce qui assure une plus complète élimination de l'huile et la récupération du chiffon. Comme on se trouve plutôt en présence de mélange d'huile, il faut examiner ses propriétés avant de décider de son emploi.

CONSERVATION — MANUTENTION

Dans les petites et moyennes usines, on attache le plus souvent, très peu d'importance aux problèmes du graissage et la conservation des huiles laisse beaucoup à désirer au point de vue technique et économique. Il en résulte un gaspillage qui est profitable aux marchands d'huile et quelquefois aux employés malhonnêtes qui trouvent intérêt à ce qu'il entre beaucoup de barils d'huile dans l'usine.

D'une façon générale, la lumière, la chaleur, le froid intense, l'eau, les poussières sont préjudiciables aux lubrifiants.

1°. Conservation dans les barils d'origine. La livraison se fait presque toujours en barils de bois ou de fer d'une capacité d'environ 220 litres (*50 gallons*), et *pesant 180 à 200 kilogrammes* (*390 à 440 lbs.*)

Si on entrepose les barils au dehors, il est essentiel que ce soit à l'abri des intempéries et de préférence couchés.

Pour les manipulations, on veillera à éviter l'introduction des poussières dans le baril et des menus morceaux de bois lors du percement du trou pour le robinet. Il est prudent de filtrer sur *tamis métallique fin* au moment de l'emploi, pour éviter les surprises, surtout l'obstruction des conduits capillaires des organes de graissage. L'intérieur des barils de bois est enduit de colle ou autre matière insoluble dans l'huile,

on se méfiera des fûts détériorés et dans lesquels l'enduit peut s'effriter.

Si différentes qualités d'huiles sont conservées dans des lieux obscurs on devra faciliter la manutention pour éviter des erreurs dans les prélèvements de qualité et exiger une bonne tenue de l'endroit qui offre des dangers d'incendie. (Chiffons gras, combustion spontanée.)

2°. Conservation dans des réservoirs métalliques ou des cuves spéciales. C'est le procédé qui convient chaque fois que la consommation d'huile est grande. Il offre l'avantage de la propreté, de la facilité de vider *complètement* les barils, de mettre l'huile dans les meilleures conditions de conservation, de permettre un contrôle de consommation et d'en suivre la marche.

Il existe des réservoirs mobiles ou fixes très bien compris. Les barils peuvent être transvasés sans efforts, un dispositif de rail les amène au-dessus du réservoir, l'huile est filtrée en entrant et on l'extrait au moyen d'une pompe qui peut être mesureuse et munie d'une fermeture. Les bacs peuvent être marqués distinctement et porter des niveaux à flotteurs. Pour les moyennes usines on peut se contenter de réservoirs en tôle d'acier munis de couvercles, de tamis, de robinets métalliques et d'auges pour récupérer les pertes durant les transvasages.

Les récipients servant à la manutention des petites quantités pour l'emplissage des graisseurs seront en tôle étamée ou en cuivre. Il ne faut pas craindre d'en multiplier le nombre afin d'en réserver un pour chaque catégorie d'huile.

EMPLOI DES LUBRIFIANTS

En pratique on peut considérer qu'il faut assurer:

1. Le graissage des cylindres;
2. Le graissage des mouvements;
3. Le graissage aux grandes vitesses;
4. L'emploi de l'huile dans les transformateurs et interrupteurs.

Pour chacun des cas, il existe des appareils ou dispositifs dans lesquels l'emploi d'un type d'huile ou graisse est indiqué. Nous ne pouvons donner ici une description des appareils de graissage, nous nous bornerons à mentionner les *principes* à respecter dans chaque cas, et la façon de porter des jugements sérieux quant aux caractéristiques des lubrifiants requis.

1°. CYLINDRES. Par cylindres on entend l'organe où se meut un piston: machine thermique à vapeur—à gaz—à explosion—à combustion—compresseurs.

Le choix d'une huile ne doit pas être laissé au hasard car il est impossible de contrôler facilement l'efficacité pendant la marche, ce n'est que quand le mal est fait qu'on s'aperçoit d'un mauvais graissage.

Les mécaniciens sont tourjours enclins à exagérer le graissage ce qui est une dépense inutile et nuisible par formation d'enduits dans les conduites de vapeur et même dans les tubes des chaudières si l'eau condensée sert pour leur alimentation.

Les tiroirs cylindriques sont d'un graissage plus aisé que les tiroirs plans.

On pratique: le *graissage direct*, l'huile est envoyée sur les organes mobiles—*le graissage indirect* ou à pulvérisation, l'huile est répandue par la vapeur même; le brouillard (atomisation) doit être fin, exempt de filets d'huile. Il existe des graisseurs: hydrostatiques (système "Cousolin")—mécaniques à une ou plusieurs pompes (oléo-régulateurs).

CYLINDRES A VAPEUR SATURÉE. La vapeur humide a pour inconvénient de laver les parois des cylindres et d'enlever l'huile. On remédie à cela par l'emploi des "compound" mélanges d'huiles minérales et de corps gras fixes qui, en s'émulsionnant adhérent aux parois. Si les eaux de condensation ne sont pas utilisées on peut sans inconvénient se servir des substances qui s'émulsionnent.

Les meilleurs huiles à cylindre sont les *filtrées*, brunes, un peu moins visqueuses que les noires mais

plus chères. Il faut que l'huile subisse l'action de la vapeur d'eau, de la pression sans se décomposer. La viscosité doit être suffisante à 100°C pour maintenir une pellicule entre les surfaces frottantes et éviter les fuites.

Cylindres a Vapeur surchauffée. Les facteurs suivants interviennent:

a) Pression de la vapeur;
b) Température et degré de surchauffe;
c) Vitesse;
d) Humidité de la vapeur;
e) Formation de mousse;
f) Point d'introduction;
g) Composition désincrustante pour la chaudière;
h) Emploi de la vapeur d'échappement.

La température est plus haute que dans le cas précédent 300-350°C (570–660°F). Un haut point éclair est à rechercher, cependant il ne doit pas être obtenu grâce à une forte proportion de matières goudronneuses qui formeront des croûtes.

La pression atteint 12 à 15 atmosphères. Sauf quelques exceptions, l'emploi d'huiles minérales pures est à recommander.

Compresseurs a Air. Il y a à craindre les explosions des mélanges air-huile. L'air doit être froid et propre. Il peut se faire des mélanges air et eau à cause de l'humidité de l'air, l'huile doit y résister (action oxydante). On observera la température des parties (plateaux, soupapes, parois du cylindre) pour juger de l'efficacité du graissage et de la marche du compresseur (T. 150°C).

Il peut arriver que, par suite d'une obstruction (soupape bloquée) la température s'élève à 500°C. La détonation n'est à craindre que si un corps solide porté à l'incandescence est en contact.

On évitera l'excès d'huile car l'air chaud oxyde facilement.

Les huiles visqueuses sont nécessaires surtout pour

les cylindres horizontaux. Cependant il faut éviter celles qui déposent ou sont trop visqueuses.

Une huile produit d'autant moins de dépôts que son point éclair est bas; ne pas dépasser 200°C ici.

Nettoyage périodique utile (à l'eau de savon, ou à la soude).

Les bonnes huiles sont:

a) Minérales pures ou légèrement mélangées si l'air aspiré est très humide. (Moteur Diesel des machines marines);

b) Point éclair au moins 190°C;

c) Essai pratique en plus de l'épreuve Conradson pour la formation des dépôts;

d) Viscosité variable suivant type de compresseur.

Compresseurs a Air liquide. Cas particulier. Ces machines doivent être surveillées (les bouteilles à $CaCl^2$ retiennent souvent insuffisemment l'huile).

L'alcali des tubes de la batterie d'épuration ne doit pas contenir de traces d'huile, sauf à la base de la première bouteille.

Le graissage des cylindres des compresseurs à oxygène se fait à l'eau. Celui des mouvements avec une huile qui se sépare bien de l'eau.

Pompe a vide. L'huile se vaporise plus facilement, la présence de vapeur humide, à cause de la réduction de pression, diminue les dépôts.

Ne pas graisser à l'excès, mais régulièrement.

Moteurs et Outils a Air comprimé. Deux cas: chaud, demandent une huile visqueuse; froid (détente d'air) huile qui ne gèle pas ($-10°$ suffit).

Une huile trop visqueuse entraîne une dépense inutile d'air comprimé.

Machines frigorifiques. Suivant le fluide employé, l'huile ne doit pas donner de composés avec le fluide (huiles compound incompatibles avec ammoniaque).

On se sert d'une huile pour les cylindres et d'une graisse pour les mouvements, parfois de la même.

Les compresseurs horizontaux demandent toujours des huiles plus visqueuses que les verticaux.

Le point de congélation doit être bas, l'huile entraînée dans les condenseurs, serpentins doit demeurer liquide. (−18°).

S'il y a des parties en caoutchouc, on emploie la glycérine. Pour les machines à CO^2 on emploie des huiles à très bas point de congélation et point éclair plus haut que pour celles à ammoniaque.

Dans les machines à chlorure d'éthyle ou de méthyle on se sert de glycérine pure. Dans celles à anhydride sulfureux, la glycérine est en usage ou les huiles minérales raffinées spécialement. (Raffinage à l'acide sulfureux.)

Moteurs a Gaz. Rien de particulier. Cependant on a recherché le meilleur moment pour introduire l'huile dans le cylindre (time-injection) afin d'éviter la perte du lubrifiant par combustion. Le meilleur moment correspond aux temps d'aspiration ou de compression. Le piston étale l'huile sur le cylindre.

On distingue les moteurs:

a) A faible puissance, un seul cylindre en-dessous de 50 ch, 500 à 200 tours-graissage par godet muni d'un clapet de retenue, excès d'huile au début, réglages fréquents nécessaires.

Graissage mécanique, action de l'arbre des cames, bon débit.

On graisse (time injection) quand le piston est à fond de course, l'huile sous pression se met au temps de la compression. Huiles stables et moyennement visqueuses recommandées.

b) A grande puissance, au-dessus 50 ch, 60 à 200 tours. La distribution se fait en plusieurs points du cylindre, pendant la période de compression pour ne pas brûler l'huile. Surveiller les presse-étoupes, un défaut de graissage occasionne des fuites. Huiles à cylindre filtrées 4 à 8 E à 50. Ne pas utiliser les huiles usagées.

MOTEURS A ESSENCE. AUTOMOBILES. Le régime intermittent, la haute température, 12 à 1400° C, (2100-2500° F), la grande vitesse des parties mobiles mettent le lubrifiant dans des conditions toutes spéciales. On en est surtout réduit à faire des suppositions sur le graissage au moment de l'explosion. L'huile doit brûler. Il en résulte que de hauts points de combustion relatifs des huiles ne sont pas tellement à désirer—200—250—300 importent peu. La façon dont l'huile brûle est plus intéressante. Les lubrifiants qui forment des dépôts sont à écarter. Ne pas oublier cependant que le carburant lui-même fait des dépôts de *calamine* dans les cylindres et être prudent avant d'incriminer l'huile. On admet que la consommation d'huile doit être 3 à 4% de la dépense du carburant.

Le démontage et l'examen des culasses des moteurs après usage prolongé d'un type d'huile est le seul moyen de se renseigner sur ses propriétés pratiques, on portera aussi son attention sur l'huile usagée.

La *viscosité* de l'huile à employer dépend surtout du modèle de moteur et du système de graissage. Une grande viscosité rend la circulation difficile sauf dans le cas du graissage sous pression. La fluidité exagérée aboutit à l'usure des pièces. Avec les systèmes à barbotage il faut une viscosité moyenne assurant une bonne pulvérisation.

On distingue:

a) Huile très fluide: 3 à 4 Engler à 50° C;
b) Huile fluide: 4 à 5 Engler à 50° C;
c) Huile demi fluide: 5 à 6.5 Engler à 50° C;
d) Huile demi épaisse: 8 à 10 Engler à 50° C;
e) Huile épaisse: 12 Engler à 50° C.

Le point de congélation varie suivant les pays et les saisons. On use les huiles épaisses en été, les plus fluides en hiver.

Dans les pays tempérés—10° et —5° suffisent comme point de congélation, dans les pays froids il faut atteindre —18° C. Il arrive souvent que l'huile en usage se dilue par contamination avec le carburant

qui passe liquide entre les segments et parois du cylindre. A la mise en marche, on noye souvent le carburateur; c'est une cause de dilution.

Il est donc d'excellente pratique de remplacer l'huile des carters totalement après un certain parcours.
Véhicule neuf: 800 kilomètres, 500 à 600 miles.
Véhicule usagé: 1500 kilomètres, 900 à 1000 miles.
Camions, tracteurs: 600 kilomètres, 400 à 500 miles.

Le choix de l'huile reste toujours un peu *fonction du genre de moteur*. Comme la marche économique demande une parfaite étanchéité des segments, il faut considérer le jeu entre les parois des cylindres et la nature du métal. Si le jeu est faible les huiles seront plus fluides que s'il est accentué, à moins qu'il ne soit corrigé de lui même par une forte dilatation du métal (aluminium).

Quand le type d'huile est indiqué par le fabricant, c'est un avis à suivre, et quand un type d'huile donne satisfaction il est inutile de prendre le risque d'en changer sans sérieuses considérations. Ce n'est pas non plus, ni le plus haut prix, ni le plus bas, qui doit déterminer le choix. On évitera de nettoyer le moteur et ses parties avec du pétrole ou de l'essence qui pourrait diluer l'huile neuve. Une bonne pratique consiste à passer de l'huile chaude avant d'emplir de nouvelle.

Moteurs a Pétrole lampant Semi-Diesel. La combustion doit être autant que possible constante, défectueuse elle a sa répercussion sur la lubrification. Il se forme des dépôts dans les cylindres, ils sont dûs:

a) A l'impureté de l'air ou du combustible;

b) A la mauvaise combustion, vaporisation incomplète, mauvais réglage;

c) Huile mal appropriée et excès de graissage.

Seul l'essai du lubrifiant est satisfaisant, (huiles de viscosité moyenne) (huiles spéciales si on doit injecter de l'eau).

Moteurs Diesel. Le graissage comprend:

1. Paliers, articulations (se fait sous pression);
2. Cylindre, l'huile n'est utilisée qu'une fois;
3. Parties mobiles (à la main).

La dilution du lubrifiant est assez fréquente en marche. L'huile doit être aux points à graisser dès la mise en marche (conduites toujours pleines). La plupart des pièces sont à température élevée, donc huile plutôt visqueuse; consommation souvent exagérée (30% sous-marins) par rapport au combustible brûlé; 4.5—2.5% normal. Les compresseurs doivent être particulièrement bien graissés, l'huile doit résister à l'oxydation, éviter l'excès qui carbonise, (une goutte ou deux par minute).

Conditions requises (*Association Minière d'Alsace et de Lorraine 1926*):

a) La viscosité, devra être minimum en assurant l'étanchéité des garnitures de piston;

b) La volatilité faible, un point éclair assez haut, mais pas exagéré;

c) Résistance à l'émulsion élevée;

d) Tendance à former des dépôts, faible;

e) Point de congélation adapté à température minimum d'utilisation;

f) Si les combustibles contiennent du soufre, résistance de l'huile à l'action de ce corps.

Essais pratiques indispensables, pas d'huile médiocre.

2°. Mouvements. Les paliers, supports des arbres horizontaux et verticaux, sont un facteur important de gaspillage d'énergie si le graissage est mauvais.

Des considérations théoriques, on déduit d'abord que la viscosité d'un bon lubrifiant pour paliers devra être élevée pour des faibles vitesses et fortes charges. Si on considère un arbre au repos dans son coussinet, on s'aperçoit que la couche d'huile, pellicule graissante, tend à devenir nulle au point de contact avec le support par expulsion sous le poids de la pièce.

Pour que, grâce à la vitesse acquise, il se forme une pellicule continue entourant l'arbre, on n'a jamais

avantage à partir doucement les machines qui ont été immobiles longtemps (ou évité le grippage du départ).

Si le graissage n'est pas fait sous pression, on cherche à réaliser entre l'arbre et le coussinet un coin d'huile qui facilite beaucoup la formation de la pellicule autour de l'arbre afin qu'à la vitesse de régime, l'arbre soit soulevé de son support et tourne entouré complètement du lubrifiant. Si les deux surfaces étaient rigoureusement concentriques, le graissage serait imparfait. La température d'une huile est, en marche normale, toujours supérieure de 5 à 6° C à celle des pièces métalliques.

Les huiles minérales pures et pâles sont recommandées, pas raffinées à l'excès; le point d'inflammabilité est peu important, celui de congélation l'est davantage si l'huile est soumise au froid.

La viscosité est bonne dans les limites suivantes:
Paliers:

Faibles charges—grande vitesse, 2.7 E à 50°C.

Moyennes charges—moyenne vitesse, 3.3 à 4 E à 50°C.

Fortes charges—moyenne vitesse, 5 à 6 E à 50°C.

Fortes charges—faible vitesse, 7 à 8 E à 50°C.

On a recourt souvent aux coussinets antifriction, on réduit ainsi le remplacement des pièces en cas d'usure due au manque de lubrification, expérience dont on pourra profiter ensuite. Suivant leur destination, le point de fusion des alliages sera fixé.

Pour les grandes vitesses, l'emploi des roulements à billes ou à rouleaux est déjà en lui-même une élégante solution du graissage puisque le frottement de roulement possède un coefficient de 1/10 par rapport au frottement de glissement. Le graissage de ces roulements est quand même important, il faut une protection contre les corps étrangers pouvant rayer et user ou altérer chimiquement les surfaces. Les graisses consistantes seront autant que possible exemptes de graphite, talc, craie, résine.

TRANSMISSIONS.

Diamètres 25 à 150 mm vitesses, 100 à 500 tours-minutes.

Graissage à main, bagues, circulation.

Les paliers à billes ou rouleaux ont un coefficient de frottement très faible (20 fois moins que les lisses).

Le graissage aux graisses absorbe plus d'énergie.

Pour l'entretien, huiles qui ne gèlent pas.

La viscosité:

Pour les vitesses et diamètres moyens 2.8 E à 50°C.

Pour grosses transmissions 4-5 E à 50°C.

Pour paliers à billes ou rouleaux 1.8 E à 50°C (petits).

Pour paliers à billes ou rouleaux 4-5 E à 50°C (gros).

MACHINES - OUTILS. Viscosité requise 2.2 à 4 Engler à 50° C. Les huiles claires aident à maintenir les surfaces brillantes.

MATÉRIEL ROULANT. La plupart du temps à l'extérieur, fonctionnant d'une manière intermittente subissant donc les variations rapides de température. Les huiles doivent être résistantes au froid et avoir des viscosités le plus fixe possible. Seuls des essais pratiques indiquent le choix.

Les mèches, tampons graisseurs, graisses consistantes sont en usage. On adjoint souvent des huiles fixes pour éviter les variations de viscosité des huiles minérales aux différentes températures. On cherche 3.9 à 14 E à 50 comme viscosité. Huiles noires à point de congélation 0 en été, −10° C et plus bas en hiver, suivant les climats.

Dans les roulements à billes ou rouleaux, graisse consistante préférable (parfois contenant de la résine ou du talc).

CABLES MÉTALLIQUES. Surtout dans les mines. Travail très complexe et rude, le lubrifiant doit graisser et protéger le câble contre les agents de destruction— corrosion — torsion — traction — fouettement — écrasement — température.

Autrefois: Goudron de Norvège et graphite; résine et suif. On recherche: adhérence — pénétration — viscosité — inertie à l'eau, aux produits chimiques — stabilité — neutralité.

On pratique le nettoyage du câble avant la mise du lubrifiant — dispositifs spéciaux, à chaud pour la première application. Ensuite au pinceau dur, le lubrifiant étant chaud. Graissages assez fréquents. Viscosité à 100° C 30E, pas d'eau, d'acide sou alcalis. Les autres caractéristiques sans importance.

ENGRENAGES. Deux cas:

a) Ceux qui tournent à grande vitesse en carter clos;

b) A l'air libre et lentement.

Les graisses à engrenages sont rarement satisfaisantes, les lubrifiants trop fluides ne conviennent pas non plus (perte par coulage, projection continuelle sur les parois des carters, si on emplit ce dernier, résistance au mouvement.)

Lubrifiants spécialement étudiés. Minéraux, purs, sans charge ni acidité, grand pouvoir adhérent. Quantité: que les dents des pignons inférieurs reposent dans l'huile.

A l'air libre, il faut des corps à grande viscosité, adhérents aux métaux: graisses spéciales.

MÉTALLURGIE: LAMINOIRS, ETC. Machines lourdes puissantes, chaudes, très exposées à l'eau, poussières, fumée, vapeurs acides.

Huiles, types à cylindres ou graisses spéciales en briquettes (renferment souvent des huiles fixes pour s'émulsionner) voir formules. Nécessité d'une surveillance constante du graissage par un personnel spécialisé.

CIMENTERIES, MINOTERIES, CARRIÈRES, ETC. Les poussières usantes sont la règle, ajouter la température, les fumées, l'humidité qui rendent le problème plus compliqué. Application méthodique des lubrifiants qui doivent adhérer pour protéger les

surfaces. Les graisses noires sont les plus en usage.

3°. Grandes Vitesses. Il faut une abondante lubrification pour réduire l'usure au minimum.

Générateurs et Machines électriques. La chaleur des paliers atteint parfois 50 à 60° C.

Le système par circulation est d'emploi assez général

Pour les petits moteurs jusqu'à 50 kW viscosité requise: 3 E à 50°C jusqu'à 100 kW viscosité requise: 4 E à 50°C—au-dessus de 600 kW viscosité requise: 4-6 E à 50°C—jusqu'à 100 kW viscosité requise: 4 E à 50°C—au-dessus de 600 kW viscosité requise: 4-6 E à 50°C.

Turbines a Vapeur. Graissage très important, les pièces sont lourdes, les vitesses grandes, la température des paliers haute. L'huile est exposée à l'oxydation, l'acidification, la décomposition.

Les systèmes sous pression sont la règle, l'huile est refroidie et filtrée. Manomètres et thermomètres permettent de contrôler, même à distance, la tenue du graissage. Le jeu entre les surfaces est très faible, les pressions 3 à 6 kg par cm^2, les vitesses 6 à 2.5 mètres seconde, la température 50 à 65° C, on constate en moyenne 10° C de différence entre la température de l'huile à l'entrée et la sortie des paliers, il faut donc une *circulation abondante*. Quand il y a réduction au moyen d'engrenages, il vaut mieux adopter deux types d'huiles pour avoir un bon graissage plutôt qu'un type moyen tel qu'on le fait généralement en essayant de modifier le système de graissage.

Les purges d'huile chaque jour (huile qui est épurée) et le plein fait avec de l'huile neuve, constituent une bonne pratique si l'épuration n'est pas continue durant la marche.

L'huile recommandable devra perdre peu de son poids à 80°C, ne pas s'émulsionner, avoir un point d'inflammabilité suffisant.

Le graissage des *turbines hydrauliques* n'offre rien de particulier.

MACHINES TEXTILES. Vitesses très grandes, charges très petites. La force motrice employée pour la machine est énorme par rapport aux besoins du travail utile. D'après Thomsen, le remplacement d'une huile ayant une viscosité de 4.8 E à 20° C par une de 2.7 E a donné une économie de 8.8% de puissance dépensée; un remplacement de 4.4 E à 20 par 2.7 E a économisé 10%.

On apprécie le bon graissage en notant le temps et le nombre de tours de marche à vide d'une machine après fermeture du régulateur.

Les huiles fluides sans asphaltes, à viscosité de 2 à 10 à 20°C inflammabilité de 150—175° C sont requises.

APPAREILS DE GRAISSAGE

Dans tous les cas on trouve des dispositifs ingénieux, (mèches, bagues, chaînes, rotins, compte-gouttes, réservoir, barbotage, injection) où la distribution du lubrifiant se fait par capillarité, pesanteur, aspiration, centrifugation, éclaboussement.

Pour les organes qui fonctionnent d'une façon intermittente l'emploi des huiles est onéreux si elle s'écoule; quand on la recueille, elle est souillée; il faut la purifier avant nouvel emploi. On choisit de préférence les systèmes les plus simples et qui assurent une abondante diffusion du lubrifiant au moment propice.

4. HUILES POUR TRANSFORMEURS ET INTERRUPTEURS. Le problème n'est pas à proprement parler en rapport avec le graissage. Cependant le praticien des huiles doit connaître les caractéristiques de ces corps spéciaux.

Les points importants sont: le pouvoir diélectrique ou résistivité c'est-à-dire grand pouvoir isolant—la conductibilité pour recevoir et expulser la chaleur ou le froid—sécurité en cas d'incendie—constance de ces

propriétés—résistance à l'humidité qui a une influence désastreuse sur le pouvoir diéléctrique—résistance à l'oxydation. Huiles minérales pures exemptes de soufre libre ou combiné, sans alcalis, acidité maximum 0.02% en acide sulfurique, parfaitement deshydratées sans poussières ou corps étrangers. Perte d'évaporation 0.2% après 5 h. à 100° C. Viscosité 2.5 E à 50. Après chauffage 50 h. à 150° C pas de dépôts solubles dans le tétrachlorure de carbone, après 125 h. 0.15% seulement. Congélation —5° à —18° C. Inflammabilité 150° C. Pouvoir diélectrique, huile sèche sphères de 12 mm 5 de diamètre distance 5 mm pas d'étincelle à 40.000 volts C A.

DEUXIÈME PARTIE

EXAMENS ET ANALYSES DES LUBRIFIANTS

Bien qu'on ne puisse prétendre encore que les caractéristiques physiques ou chimiques des lubrifiants suffisent pour l'évaluation de leur valeur dans la pratique du graissage, on ne saurait négliger les indications qu'on peut déduire des déterminations analytiques qui permettent:

1°. De fixer et d'uniformiser les modes de fabrication;

2°. De prévoir le comportement d'un lubrifiant sous certaines conditions;

3°. De vérifier l'identité de plusieurs échantillons et livraisons.

Depuis quelques années, on s'est attaché à établir des méthodes d'analyses "standard" bien définies. On devra toujours les employer pour obtenir des résultats uniformes et comparables. Les travaux les plus poussés dans ce domaine viennent des Etats-Unis où les Compagnies de produits pétrolifères, ainsi que le Service des Mines du Gouvernement ont élaboré des "cahiers des charges" (specifications) et fixé des modes opératoires pour l'analyse des lubrifiants. Ce sont ces méthodes d'analyses que nous donnerons autant que possible. Le texte du "Technical Paper" 323'A et 323.B. Department of Interior, Bureau of Mines, Washington, sera traduit et placé entre guillemets (") chaque fois que ce sera nécessaire. Les méthodes décrites sont celles élaborées et adoptées par "American Society for Testing Materials"; elles seront

suivies de leur numéro d'ordre. Comme elles s'appliquent surtout aux produits dérivés du pétrole, nous donnerons les additions suffisantes pour permettre l'examen de *tous* les lubrifiants.

Dans l'analyse des lubrifiants, on doit considérer les cas suivants:

a) Cas de produits simples;

b) Cas de produits mélangés.

Nous traiterons, dans les généralités qui vont suivre, le premier cas; pour le deuxième, il faut pratiquer la séparation des composants et les traiter individuellement au point de vue chimique. Les caractéristiques physiques et mécaniques devant être, au contraire, déterminées sur le produit entier.

Les déterminations suivantes sont à faire. Celles en italique sont les plus importantes.

EXAMEN PHYSIQUE:

1. Couleur.
2. Limpidité.
3. Odeur—Saveur.
4. *Densité.*
5. *Viscosité.*
6. Consistance, Stillation (Point de goutte).
7. *Point de fusion.*
8. *Point d'inflammation* (point d'éclair) (Flash point).
9. *Point de combustion* (point de feu) (fire point).
10. *Point de cristallisation* (Solidification) (freezing point) (cloud and pour points).
11. Pouvoir rotatoire.
12. Indice de réfraction.
13. *Emulsion.*
14. Sédiments.

ESSAIS MÉCANIQUES:

15. Pendule de Bailey, appareils MacNaught, de Boult, de Thurston-Henderson.

EXAMEN CHIMIQUE:

16. *Réaction.*

17. Degré de raffinage.
18. *Eau.*
19. *Cendres.*
20. Combustion.
21. Perte volatile.
22. *Saponification.*
23. Oxydation.
24. Action de la chaleur.
25. *Corrosion.*
26. Soufre.
27. Résidu de carbone.
28. Résine.
29. Asphalte.
30. Paraffine.
31. Résinification.
32. Falsifications.
33. Dosages spéciaux.
34. Autres déterminations.

1. COULEUR

Elle varie beaucoup, l'huile de lard est presque incolore, les autres sont teintées en jaune, rouge, vert, brun, noir. Quelques-unes, minérales, présentent une fluorescence, verte pour les huiles américaines, bleue pour les russes.

La couleur n'a d'autres significations que d'indiquer, dans une certaine mesure, la provenance, le degré de raffinage, l'application correcte d'un procédé, l'uniformité, la pureté. La filtration répétée, l'exposition au soleil, aux rayons ultra-violets, l'oxydation chimique, le traitement aux acides pour les huiles minérales font pâlir les huiles et graisses. La chaleur fait foncer *brusquement* celles traitées aux acides.

La couleur des huiles semble due à des substances sensibles à l'action de la chaleur et de l'oxygène; dans les cas où les lubrifiants n'ont pas à subir ces actions, elle est donc sans aucune importance.

Principes: On compare des épaisseurs déterminées de produits liquides colorés ou de verres numérotés et de couleurs définies.

Instruments: Colorimètres: Laurent-Dubosq— "Union" — Tintomètre de Lovibond —Chromomètre de Saybolt (E.-U.)

Colorimètre Duboscq: Se compose d'un bâti sur lequel reposent deux cuves cylindriques en verre, l'une devant recevoir une solution type, l'autre le liquide à examiner. A l'intérieur des cuves peuvent se déplacer, au moyen d'un système à crémaillère, deux cylindres en verre pleins. Un index indique, sur une échelle graduée, la valeur des déplacements. La lumière est réfléchie par un miroir mobile en dessous des cuves et traverse les couches liquides ainsi que les cylindres pleins. Un système de prismes à double réflexion conduit les rayons lumineux dans une lunette à champ divisé en deux. On peut donc, en déplaçant les cylindres, faire varier l'épaisseur des couches liquides et amener les intensités lumineuses à être identiques. On lit les hauteurs H de la solution type et *h* du liquide à comparer. Le rapport $\frac{H}{h}$, une fois établi, permet de comparer des échantillons. Si les produits sont trop colorés, on les dilue avec des quantités connues de solvants incolores et définis chimiquement. Trop colorés, on les dilue avec des quantités connues de solvants incolores et définis chimiquement.

Les couleurs types sont faites de solutions aqueuses de sels métalliques (chromates surtout) elles doivent être limpides.

Tintomètre de Lovibond: Se compose de trois parties distinctes: 1° L'appareil lui-même, c'est-à-dire un support et une lunette en bois légèrement conique sans verre à un seul trou oculaire, une cloison longitudinale sépare la lunette en deux parties qui sont terminées par des fenêtres en nombre égal entre et où l'on place les verres colorés. 2° Les cellules sont en bois, en métal, ou autres substances inattaquables, terminées aux deux extrémités par des verres incolores parallèles, et dont l'écartement est défini

TABLE. GLASS COLOR STANDARDS OF UNION COLORIMETER

A. S. T. M. color numbers	Union Petroleum Co. designations	National Petroleum Association color numbers (1915)	National Petroleum Associated names	Lovibond analysis		
				Red 200 series	Yellow 510 series	Blue 1180 series
1	G	No. 1N.P.A.	Lily white (lis blanc).....	0.12	2.4	.....
1½	H	No. 1½ N.P.A.	Cream white	0.60	8.0	....
2	I	No. 2 N.P.A.	Extra pale (crême).	2.5	26.0	....
2½	J	No. 2½ N.P.A.	Extra lemon pale..	4.6	27.0	....
3	K	No. 3 N.P.A.	Lemon pale (citron)	6.9	32.0	....
3½	L	(a)	Extra orange pale	9.4	45.0	. ..
4	M	No. 4 N.P.A.	Orange pale (orange).....	14.0	50.0	0.55
4½	N	No. 4½ N.P.A.	Pale	21.0	56.0	0.55
5	O	No. 5 N.P.A.	Light red (rouge clair).....	53.0	93.0	....
6	P	No. 6 N.P.A.	Dark red (rouge sombre)[c]	60.0	60.00	0.55
7	Q	Q	Claret red (rouge vin).....	60.0	106.0	1.8
8	R	(b)	.....	166.0	64.0	....
A	A	.....	Cylinder, oil, extra light, filtered.....	10.2	29.0	....
D	D	.....	Cylinder oil, light, filtered.....	21.0	31.0	....
E	E	.....	Cylinder oil medium filtered....	89.0	56.0	....

en fraction de pouce et en pouces; ces cellules reçoivent les liquides à essayer. 3° une série de verres colorés d'épaisseur calibrée, numérotés suivant le système décimal et teintés aux couleurs fondamentales jaune, bleu, rouge.

Emploi: L'appareil est orienté sur une surface blanche ou d'intensité lumineuse fixe et uniforme. On met le liquide dans une cellule (les plus étroites pour les liquides très foncés) qui est disposée sur le support d'un côté de la cloison. Au moyen des verres colorés on établit l'identité de teinte aussi rigoureusement que possible en se servant du double jeu coloration et intensité. On doit employer le minimum de verres possible, ce qui est facile, puisqu'on dispose de multiples. Le résultat se formule comme suit:
Ex.: R14.0+J50.0+B0.55.

Chromomètre Saybolt "(E.-U.)" employé surtout pour les huiles raffinées, naphte, kérosène, etc.

Colorimètre "Union" (Method 10.2). Pour description détaillée, voir "Technical paper No. 323 A.–1924). Le colorimètre "Union" est composé d'une boîte, de verres "standards" colorés, d'un bocal en verre, un protège-lumière et une lampe Mazda spéciale de 50 watts dont la lumière est tamisée par un verre coloré pour réaliser approximativement le spectre de la lumière solaire Nord. Le tout disposé sur un support approprié. Le tableau N° 1 donne la concordance des verres "standards" avec quelques étalons colorimétriques:

"*Mode opératoire:* L'huile à examiner doit être à la température de la pièce à moins que son point de cristallisation (cloud point) soit au-dessus; dans ce cas, l'huile doit être chauffée mais pas plus de 6°C (10°F) au-dessus du point de cristallisation. On peut examiner l'huile dans la bouteille échantillon de 4 oz. mais il est préférable de se servir du bocal standard dont les dimensions sont définies. Le bocal est placé dans

le compartiment de droite de l'appareil, dans l'autre on place une bouteille échantillon de 4 oz. remplie d'eau distillée. Les deux récipients sont recouverts du capuchon protège-lumière et la lampe allumée."

"On dispose les verres de couleurs un à un entre la bouteille d'eau et l'œil dans la fente disposée à cet effet et on cherche à atteindre l'égalité de teinte. Si les verres ne sont pas montés dans un magasin, la coulisse de la boîte doit être serrée contre le verre pour empêcher l'arrivée de lumière durant l'observation."

"Les huiles filtrées pour cylindres et celles qui sont plus foncées que la couleur N° 8 (voir tableau) doivent être diluées avec du kérosène incolore. La couleur ne devant pas être plus foncée que le N° 21 en accord avec "Tentative Method of test for color and refined petroleum oil by means of Saybolt chromometer "A.S.T.M. On emploi 85% de kérosène en volume pour diluer 15% d'huile. Ce mélange doit être comparé avec les trois cylindres d'huile "standards" ou au choix avec les standards de 1 à 8 inclusivement. La lampe sera placée plus près du verre dépoli pour l'examen des couleurs foncées." "Les nombres ou lettres désignant la couleur de toute huile diluée doit être suivie de la désignation : "Dil."

Résistance à la Chaleur: La résistance de la couleur à l'action de la chaleur est considérée comme une qualité à rechercher, fonction du degré du raffinage.

Mode Opératoire: On place 50 cc d'huile témoin ayant autant que possible même point d'inflammation (éclair, flash) et 50 cc d'huile à essayer dans un erlenmeyer de 150 cc environ, — on chauffe les deux échantillons sur une plaque chauffante électrique jusqu'à l'apparition de vapeurs d'huiles, — on maintient 15 minutes. L'huile qui fonce trop ou se trouble est de qualité inférieure.

Le changement de couleur doit être le moins prononcé possible.

Dans le cas des mélanges et de graisses consistantes,

DESIGNATION	COULEUR	ODEUR	SAVEUR
Huile de coton.....	Jaune orange à jaune clair.	Terreuse.	De noix.
Huile d'arachide.	Jaunâtre à jaune.	De haricots.	De haricots.
Huile de chênevis.	Jaune verdâtre ou jaune brunâtre.	De chanvre.	De chanvre.
Huile de lin.	Jaune clair ou jaune brunâtre.	De lin	De lin
Huile de pavot.	Jaune rougeâtre	Particulière.	Acre.
Huile d'olive.	Verdâtre le plus souvent.	Forte, désagréable.	Forte, désagréable.
Huile de ricin.	Incolore à jaune verdâtre.	Particulière.	Douce ou âcre.
Huile de navette brute.	Jaune brunâtre.	Forte.	Forte.
Huile de navette raffinée	Jaune clair ou blanche.	Particulière, non désagréable.	Particulière.
Huile de moutarde noire	Jaune brunâtre.	De moutarde.	Douce.
Huile de moutarde blanche.	Jaune d'or.	Piquante.	Forte.
Huile de sésame.	Jaune clair à jaune d'or.	Faible, particulière.	Douce.
Huile de pieds.	Jaune paille.	Faible, très caractéristique pour l'huile de pieds de mouton.	Faible, caractéristique pour l'huile de mouton.
Huile de lard.	Jaune pâle.	De lard.	.....
Huile de spermaceti.	Jaune clair.	Faible ou désagréable.	Particulière.
Suif de bœuf.	Blanche, gris blanc ou jaunâtre.	D'animal.	Sans saveur.
Suif de mouton.	Blanche, gris blanc ou jaunâtre.	Caractéristique.	Particulière.
Huile de foie.	Jaune pâle à brun foncé.	Odeur de foie ou de poisson.	De poisson.
Suint de laine brute.	Brune.	Désagréable de bouc	.....
Suint de laine distillée.	Jaune ou brunâtre.	Désagréable.	.....
Suint de laine raffinée.	Jaune ou brunâtre.	Désagréable.	.....
Huiles minérales claires.	Jaune clair à jaune foncé ou jaune rougeâtre fluorescence.	Inodore ou sentant le pétrole.	Peu prononcé, douceâtre pour les huiles russes.
Huiles minérales foncées	bleue ou verte. Brune noire avec fluescence verdâtre.	Inodore ou sentant le pétrole.	Particulière.
Huiles de résines.	Jaune cair à jaune foncé, le plus souvent à fluorescence bleue ou verte.	Forte, résineuse plus ou moins âcre.	Acre, amère.

NOTE: Il s'agit d'huiles industrielles de graissage

la couleur n'a pas d'importance si ce n'est que de guider dans l'identification des composants.

2. LIMPIDITÉ

Les produits purs doivent être limpides pour l'œil à la température ordinaire 15 à 20°C (60 à 68°F).

Les produits de mélange peuvent être troubles, mais uniformément et sans tendance à s'éclaircir sur une portion. Pour les semi-solides ou les solides, la limpidité peut apparaître au chauffage, l'opacité doit réapparaître uniformément au refroidissement. L'épreuve se fait dans des éprouvettes et au bain-marie.

3. ODEUR

L'odeur des huiles lubrifiantes n'a d'autre importance que de permettre une identification assez rapide. Peu intense pour les produits bien raffinés, issus du pétrole, il faut savoir que les huiles de résines, de poissons, ont une odeur caractéristique, même en mélange.

Les huiles végétales et animales pures ont des odeurs spéciales plus ou moins agréables qu'il est difficile de définir autrement que par comparaison avec des produits d'origine. On apprécie les odeurs à douce chaleur; en couche mince, sur une lame de verre ou de métal, en les frottant dans les mains, en chauffant dans une capsule en porcelaine.

Saveur: Les huiles minérales ont une saveur de pétrole d'autant plus nette que leur point d'ébullition est plus bas. Les huiles de résines et dérivés ont la saveur âcre et amère. Celles de poissons et les végétales ont des saveurs particulières faciles à distinguer.

Le tableau hors-texte résume les caractéristiques, Couleur, Odeur, Saveur, des principaux lubrifiants.

4. DENSITÉ

Cette constante n'a aucune signification comme valeur lubrifiante. Elle est *commode* pour l'identification et la vérification des expéditions dans la pratique. Pour les liquides à 15°C (60°F), la densité varie de 0,879 (huile de spermaceti) à 0.968 (huile de ricin).

Quatre procédés sont employés pour prendre la densité des lubrifiants.

Les hydromètres—la balance densimétrique (Westphal, Mohr), — le flacon ou picnomètre — le tube de Sprengel pour les corps très visqueux et à hautes températures.

TABLE DE CORRESPONDANCE DES DEGRÉS BAUMÉ ET DES POIDS SPÉCIFIQUES

B	densité	B	densité
10	1,000	26	0,8974
11	0,9929	27	0,8917
12	0,9859	28	0,8861
13	0,9790	29	0,8805
14	0,9722	30	0,8750
15	0,9655	31	0,8696
16	0,9589	32	0,8642
17	0,9524	33	0,8589
18	0,9460	34	0,8537
19	0,9396	35	0,8485
20	0,9333	36	0,8434
21	0,9272	37	0,8383
22	0,9227	38	0,8333
23	0,9151	39	0,8284
24	0,9091	40	0,8235
25	0,9032		

Hydromètres: Ces instruments sont les plus employés et donnent une lecture directe soit en degrés densimétriques soit suivant une échelle arbitraire, Baumé surtout. Pour que les indications soient exactes il faut opérer à la température de graduation de l'instrument après l'avoir étalonné contre un picnomètre. La

méthode du flacon (picnomètre) est la plus exacte. Les huiles conduisant mal la chaleur, il faut attendre au moins *30 minutes* pour faire la lecture si la température de l'huile n'est pas au moment de l'examen de 15°C (60°F). Plonger avec précaution le densimètre dans l'huile homogène et sans air et le laisser s'enfoncer seul. La lecture se fait facilement pour les huiles claires, quand elle est difficile, on lit le chiffre sur le bord supérieur du ménisque et on y ajoute 0,001. La correction de température se fait suivant le cas en ajoutant 0.00004 par degré si la température d'observation est supérieure à 15°, et en retranchant le même nombre dans le cas contraire. La conversion des degrés hydrométriques en densité D se fait au moyen de la formule suivante (Baumé à 15) employé pour les huiles. (Les aéromètres employés aux Etats-Unis et dans les pays anglais diffèrent un peu des aéromètres Baumé.

$D_s = \frac{140.0}{130.0+B}$ (U.S. Bureau of Standards) pour les liquides plus légers que l'eau.

$D_a = \frac{141.5}{131.5+B}$ (American Petroleum Association).

Exemple: Soient 28 Baumé à 88 F B. réels à 60°F = 26.2

$D_s = \frac{140}{130+26.2} = 0.8963$ $\quad D_a = \frac{141.5}{131.5+26.2} = 0.8972$

Nota.— On emploie quelquefois la formule générale

$D = \frac{144.32}{134.32+B}$

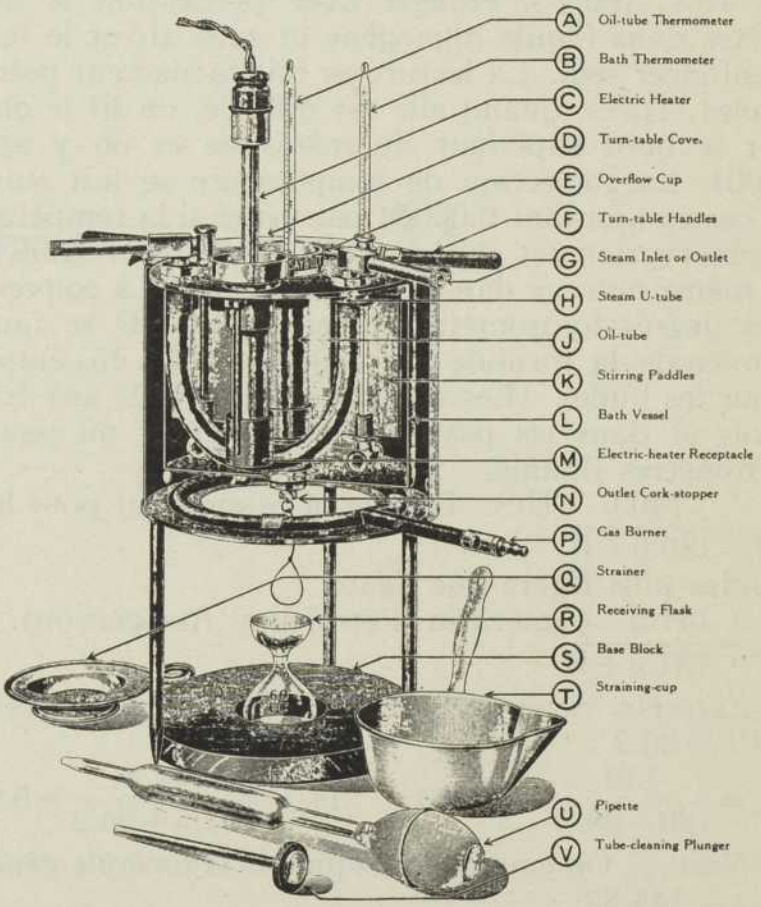
5. VISCOSITÉ—FLUIDITÉ

Ce sont des constantes très importantes pour le graissage.

Nous avons vu ce qu'on entend par viscosité absolue et viscosité relative (page 8).

En pratique, on détermine rarement la viscosité absolue (sauf par calcul ou abaques).

SAYBOLT STANDARD UNIVERSAL VISCOSIMETER



No. 55400
With Interior Exposed

NOTE—The Saybolt Universal and Furol Viscosimeter tubes are now made with outflow tips of HARD METAL. The use of this hard metal, in conjunction with the new protecting disc now supplied with each tube, insures permanent accuracy and eliminates the possibility of injury to the delicate orifice of the tube, except through misuse.

Courtesy Tagliabue MFG.Co

Principes de mesure: On mesure le temps mis par une quantité connue de liquide pour s'écouler dans des conditions bien définies par une ouverture fixe et invariable, ou bien la quantité de liquide qui s'écoule dans un temps donné, ou le rapport de deux quantités. Une méthode grossière, mais qui peut être utile pour classer des huiles, consiste à mesurer le temps mis par une quantité d'eau: 10 cc ou 25 cc pour s'écouler sans pression, à une température connue, d'une pipette en verre; on lave la pipette à l'éther, on sèche et on mesure dans les mêmes conditions, le temps mis par l'huile. Le rapport, t $\frac{\text{temps-huile}}{\text{temps-eau}}$ donne un chiffre qu'on peut regarder comme la viscosité du liquide par rapport à l'eau.

Instruments: Les résultats plus exacts sont obtenus avec les viscosimètres dont les principaux sont: Redwood (Angleterre), Engler (Allemagne) *Saybolt* (Etats-Unis). *Ixomètre Barbey* (France).

Ces instruments sont peu différents, sauf le dernier qui donne une mesure du degré de *fluidité* (inverse de la viscosité). Le viscosimètre Saybolt tend à devenir universel pour les huiles de graissage.

"*Viscosimètre Universel Saybolt:* (Méthode 30.4), pour les lubrifiants, (le Saybolt Furol est employé pour les combustibles liquides, il diffère de l'autre seulement par le diamètre d'ouverture du tube d'écoulement 3,13 millimètres contre 1.756). L'appareil est entièrement en métal. Le tube à huile est terminé en haut par une cuvette pour le trop plein de liquide et le tout est fixé au milieu d'un bain-marie. La partie inférieure du tube à huile est terminée par l'orifice d'écoulement *calibré* en-dessous duquel on dispose le flacon receveur en verre mesurant 60 cc à 20°C (68°F) jusqu'à la marque du col. La partie basse du tube à huile aboutit dans un espace cylindrique qu'on ferme par un bouchon en liège, cette chambre à air empêchant l'huile de s'écouler tant

qu'elle est bouchée. Les températures dans l'huile et dans le bain-marie sont indiquées par des thermomètres. Le bain est chauffé par un moyen ordinaire (gaz ou électricité). Le tube à huile doit être parfaitement nettoyé et l'huile tamisée au tamis de 60. Un chronomètre sert à mesurer le temps et une pipette à retirer le trop-plein du tube à huile. Ce dernier doit être standardisé par le U. S. Bureau of Standards."

"Les thermomètres pour le bain et l'huile sont définis et forment deux séries de 4; par exemple:

Graduation de
66 à 80°F en 0,2 F. pour épreuve à 77° F.
94 à 108°F en 0,2 F. pour épreuve à 100° F.
120 à 134°F en 0,2 F. pour épreuve à 122°-130° F.
204 à 218°F en 0,2 F. pour épreuve à 210° F.

et

19 à 27°C en 0,1 C. pour épreuve à 20°C.
34 à 42°C en 0,1 C. pour épreuve à 40°C.
49 à 57°C en 0,1 C. pour épreuve à 50°C.
95 à 103°C en 0,1 C. pour épreuve à 100°C.

"Les déterminations se font à 37.8°C (100°F) 54.4°C (130°F) ou 98.9°C (210°F)."

"On opère à 21°C (70°F) pour les huiles légères, huiles à dynamo, à auto, huiles pour machines, huile à gaz, huiles végétales et animales—à 37,8°C (100°F) pour les huiles plus épaisses pour machine-moteur-cylindre à 98°C (210°F) pour les huiles épaisses à cylindre, lubrifiants épais et pâteux à 170°C (338°F) pour les graisses, paraffines, asphaltes."

"La viscosité s'exprime en *secondes*, c'est le temps que mettent 60 cc d'huile pour s'écouler."

"*Mode opératoire:* Le bain doit être porté et maintenu à une température de quelques dixièmes, supérieure à celle du tube à huile. Pour la détermination des viscosités à 100,122,130°F, on se sert d'huile ou d'eau dans le bain. Pour les déterminations à 210°F d'huile. La viscosité sera déterminée dans une pièce exempte de courants d'air et à l'abri des variations brusques de température. Toute huile introduite dans

le tube pour nettoyer ou "tester" doit être filtrée. Pour faire l'épreuve, on nettoie le tube à huile. L'huile est chauffée quelques degrés en-dessous de la température requise, en dehors du viscosimètre. On en fait passer une petite quantité par le tube nettoyé. Un bouchon de liège est placé en bas de la chambre à air assez fortement enfoncé pour prévenir l'échauffement d'air, mais ne touchant pas le bout du tube de sortie. L'huile chaude est versée dans le tube jusqu'à emplissage et débordement dans la cuvette. On élève la température, on agite et on maintient celle du bain pour assurer la constance de celle de l'huile pendant la durée de l'épreuve. Quand on a atteint la constance des deux températures, on retire le thermomètre du tube à l'huile. Le surplus d'huile est aspiré avec une pipette pour que l'huile du tube interne affleure juste la partie supérieure. Le flacon receveur de 60 cc est placé de telle façon que l'huile ne fasse pas de mousse en emplissant. Le bouchon est enlevé et en même temps, le chronomètre mis en marche. La température ne doit pas varier. Quand la partie inférieure du ménisme d'huile affleure la marque du goulot on arrête le chronomètre."

"Le temps en secondes mis pour l'emplissage du flacon de 60 cc exprime la viscosité de l'huile à la température de l'expérience au viscosimètre "Saybolt universel".

Les mêmes précautions concernant la température et la propreté doivent être prises si on emploie les autres instruments.

Ixomètre Barbey: Caractéristiques.

"Le passage de l'huile s'effectuant dans un espace annulaire assez long, on peut se rendre compte de son adhésion aux parois contre lesquelles elle frotte avant de s'écouler."

"La disposition de l'appareil permet d'obtenir une pression et une température constantes pendant la durée de l'essai."

"L'appareil comprend essentiellement un gros tube métallique vertical,— recevant à frottement doux, la tige d'un entonnoir à trop-plein, en laiton."

"Au bas du tube, un tube horizontal à large section, le relie à un autre tube vertical, alésé intérieurement au diamètre de 5 millimètres."

"Ce petit tube, qui constitue le viscosimètre est ouvert aux deux extrémités. La partie inférieure porte un bouchon plein, en cuivre tourné et rodé; la partie supérieure est munie d'un autre bouchon, tourné également, mais percé au centre d'un trou de 4 millimètres, par lequel passe la tige d'acier, dont la pointe vient reposer au centre du bouchon inférieur. Cette disposition assure donc le centrage de la tige et du tube."

"A la partie supérieure de celui-ci se trouve un déversoir pour permettre l'écoulement de l'huile après son passage dans les tubes."

"L'ensemble des pièces ci-dessus se place dans un récipient servant de bain-marie, et dans lequel plongent les tubes. Ce bain-marie est chauffé à l'aide d'un brûleur à gaz; il peut aussi recevoir de la glace ou de l'eau froide pour les essais à basse température. Un thermomètre indique la température de l'expérience."

"L'huile est contenue dans une boule à robinet, et s'écoule dans l'entonnoir pendant l'essai."

"Le tube, gradué, reçoit l'huile à sa sortie du déversoir, et le godet, celle du trop-plein de l'entonnoir d'admission."

"*Mode-opératoire:* S'assurer que l'appareil est en parfait état de propreté, sinon l'y amener par un nettoyage à l'aide d'un dissolvant des huiles (benzine, essence de pétrole), suivi d'un essuyage."

"La tige d'acier est nettoyée de la même façon. L'huile à essayer se place dans l'ampoule à robinet, et le bain-marie est rempli d'eau. On met les bouchons métalliques en haut et en bas du tube, en plaçant les

repères face à l'opérateur. On introduit dans l'ensemble des tubes un peu d'huile à essayer, sans y interposer de bulles d'air. On dispose les tubes dans le bain-marie en faisant reposer le couvercle de l'appareil, et l'on fait écouler l'huile lentement dans l'entonnoir à trop-plein."

"Lorsque le liquide s'écoule par le déversoir, on ferme le robinet et l'on introduit la tige d'acier dans le tube d'essai par le trou ménagé dans le bouchon. Cette mise en place doit être faite lentement, en évitant encore les bulles d'air et quand on est certain qu'elle repose dans le trou central du bouchon inférieur, on assure la coïncidence des repères tracés sur le bouchon et sur la tige elle-même."

"On porte alors le bain-marie à la température d'essai, et lorsque cette dernière a été maintenue une dizaine de minutes, on fait couler l'huile assez lentement, mais en quantité suffisante toutefois pour s'écouler à la fois par le trop-plein de l'entonnoir et par le déversoir."

"Si la température se maintient encore fixe pendant une nouvelle période de dix minutes, on peut alors songer à recueillir le liquide. A cet effet, on place le tube gradué au-dessous du déversoir et on note l'heure (à une seconde près), à laquelle on a recueilli la première goutte. Après dix minutes, exactement, on déplace le tube, on suspend l'écoulement de l'huile et on s'assure que la température n'a pas varié. Enfin, on plonge le tube gradué dans le bain-marie, en le faisant passer par l'ouverture ménagée dans ce but, et après une immersion de cinq minutes, on lit le nombre de divisions occupées par le liquide."

"Ce chiffre exprime, pour la température de l'expérience, *le degré de fluidité de l'huile.*"

(Extrait du catalogue des Etablissements Poulenc, Paris)

Il existe d'autres instruments que ceux cités, leur emploi est moins répandu. Cependant il peut être utile de faire la conversion des résultats.

Par exemple, les lectures faites avec le *Saybolt Universel* seront transformées avec assez d'approximation en multipliant par les facteurs suivants:

En Saybolt Furol	0,101 à 0,103
En Mac Michael	0,50 à 0,65
En Saybolt A	0,5 à 1,0
En Saybolt C	0,46 à 0,72
En Engler	0,027 à 0,035
En Tagliabue	0,25 à 0,51
En Penn. Ry. Pipet	0,30 à 0,94
En Scott	0,13
En Redwood	0,83 à 0,90
En Magrader Plunger	1,25 à 2,0
En Ostwald	1,30 à 1,90

Les tables suivantes établies par le Bureau des Standards américain permet d'effectuer les principales transformations utiles.

Viscosités cinématiques:—

(Pour Saybolt) $0{,}00220\ t - \frac{1{,}80}{t}$

(Pour Engler) $0{,}00147\ t - \frac{3.74}{t}$

(Pour Redwood) $0{,}00260\ t - \frac{1.715}{t}$

Facteurs pour convertir les temps Saybolt et Redwood en temps Engler

Temps Engler Secondes	En Engler de Saybolt	En Engler de Redwood
58	1.72	1.93
60	1.71	1.93
62	1.70	1.92
64	1.69	1.91
66	1.68	1.91
68	1.68	1.90
70	1.67	1.90
75	1.65	1.88
80	1.63	1.87
85	1.62	1.86
90	1.61	1.86
95	1.60	1.85
100	1.59	1.84
110	1.58	1.83
120	1.56	1.82
130	1.56	1.81
140	1.55	1.81
150	1.54	1.80
160	1.53	1.80
180	1.52	1.80
200	1.52	1.79
225	1.51	1.79
250	1.51	1.78
275	1.51	1.78
300	1.51	1.78
325	1.51	1.78
350	1.50	1.78
375	1.50	1.77
400	1.50	1.77
500	1.50	1.77
600	1.50	1.77

Facteurs pour convertir les degrés Engler en temps Redwood et Saybolt

Degrés Engler	En Saybolt	En Redwood
1.15	29.9	26.5
1.20	30.1	26.7
1.25	30.3	26.8
1.30	30.5	26.9
1.35	30.7	27.0
1.40	30.9	27.1
1.45	31.1	27.2
1.50	31.3	27.3
1.60	31.5	27.4
1.70	31.7	27.5
1.80	31.9	27.6
1.90	32.1	27.7
2.00	32.3	27.9
2.10	32.5	28.0
2.20	32.6	28.1
2.30	32.8	28.2
2.40	32.9	28.2
2.50	33.0	28.3
2.60	33.1	28.3
2.70	33.2	28.4
2.80	33.3	28.4
2.90	33.4	28.5
3.00	33.5	28.5
3 50	33.6	28.6
4.00	33.7	28.7
4.50	33.9	28.8
5.00	33.9	28.8
6.00	34.0	28.9
7.00	34.1	28.9
8.00	34.1	29.9
9.00	34.2	29.0

Facteurs pour convertir Saybolt en degrés Engler et en temps Redwood

Temps Saybolt	En degrés Engler de temps Saybolt	En temps Redwood de temps Saybolt
34	.0335	.890
36	.0332	.886
38	.0330	.884
40	.0328	.882
42	.0326	.879
44	.0324	.877
46	.0322	.875
48	.0319	.873
50	.0317	.871
55	.0315	.869
60	.0313	.866
65	.0312	.864
70	.0310	.861
75	.0308	.859
80	.0307	.858
85	.0305	.857
90	.0304	.856
95	.0303	.855
100	.0302	.854
110	.0301	.853
120	.0300	.852
130	.0299	.851
140	.0299	.850
160	.0298	.849
180	.0297	.848
200	.0296	.848
225	.0295	.848
250	.0294	.847
300	.0293	.847
350	.0293	.847
400	.0292	.846

Facteurs pour convertir le temps Redwood en temps Saybolt et en degrés Engler

Temps Redwood Secondes	En temps Saybolt de temps Redwood	En degrés Engler de temps Redwood
30	1.12	.0377
32	1.13	.0375
34	1.13	.0372
36	1.14	.0370
38	1.14	.0369
40	1.14	.0368
42	1.15	.0366
44	1.15	.0365
46	1.15	.0363
48	1.15	.0362
50	1.16	.0361
55	1.16	.0359
60	1.16	.0357
65	1.16	.0355
70	1.17	.0354
75	1.17	.0353
80	1.17	.0352
85	1.17	.0351
90	1.17	.0350
95	1.17	.0350
100	1.17	.0350
110	1.18	.0349
120	1.18	.0348
130	1.18	.0347
140	1.18	.0347
150	1.18	.0347
160	1.18	.0347
180	1.18	.0347
200	1.18	.0347
225	1.18	.0346
250	1.18	.0345

Les formules suivantes (Maurice Pellet) permettent de passer de la fluidité (appareil Barbey) à la viscosité relative (appareil Engler).

1er *Cas.*— Connaissant la viscosité Engler V à une température donnée on obtient la fluidité *f* à l'ixomètre Barbey.

$$f = \frac{720.000}{v.\ a.\ m.}$$

a temps d'écoulement en secondes de 200 cc d'eau à 20°C dans l'appareil Engler.

m coefficient pris dans le tableau.

2e *Cas.*— Connaissant la fluidité Barbey, la viscosité Engler s'obtient à la même température.

$$V = \frac{720.000}{f.\ a.\ m.}$$

VALEURS DE m.

Température en degrés centigrades	Faible	Fluidité moyenne	Grande
35	20.0	20.0	20.0
40	19.9	19.8	19.7
45	19.8	19.5	19.3
50	19.7	19.2	18.8
55	19.6	18.8	18.2
60	19.5	18.4	17.6
65	19.4	18.0	17.0
70	19.2	17.6	16.4
75	19.1	17.2	15.7
80	18.9	16.8	15.0
90	18.5	15.9	13.4
100	18.0	15.0	12.0

6. CONSISTANCE

Stillation ou point de goutte.

Il est utile d'évaluer le degré de consistance des

graisses et des produits composés. On peut employer: l'appareil de Kissling ou celui de Kunkler. Le premier se compose d'une tige mesurant 300 mm de long (12'') et 8 à 10 de diamètre traversant une plaque de fer et terminée par une pointe qui repose sur le corps à éprouver contenu dans un récipient en verre de 8 à 10 cm de haut. On place l'appareil de telle façon que quand la pointe touche le corps gras on ait exactement 100 mm de distance entre la plaque de fer et l'extrémité d'un indicateur situé en haut de la tige. Le poids de la tige est déterminé, suivant la nature du corps à essayer, on emploie:

Une tige en laiton pesant 150 gr; en zinc, pesant 100; en verre, pesant 50.

La graisse fondue doit reposer 24 h. avant l'essai. On note le temps mis par la tige pour s'enfoncer de 100 mm à la température de 20°C. C'est la mesure cherchée. On obtient des variations sur la même graisse, à cause du manque d'homogénéité surtout. Il faut faire des moyennes.

L'appareil de Kundler est fait pour les essais à 50°C. C'est un piston de poids connu, il repousse dans un cylindre la graisse qui passe par un orifice. Le cylindre est chargé de poids connus et on note le temps du *déplacement* pour une longueur fixée.

La consistance peut être déterminée aussi au moyen de l'appareil allemand de Weiss qui donne le nombre de tours faits dans un temps fixe (30 secondes) par un disque reposant horizontalement sur le corps gras à essayer placé dans une cuve de 150 cc de capacité.

Dans certains cas, pour les graisses ou les huiles très épaisses, la consistance et la viscosité même peuvent être remplacées par la détermination du *point de goutte* ou *Stillation* (J. Fritsch). C'est la température à laquelle le corps possède un frottement intérieur tel que l'écoulement se fait goutte à goutte, chaque goutte se détachant par son poids.

L'appareil le plus employé est celui du Dr. Ubbelhohde. Il se compose d'un thermomètre dont la partie

inférieure est enfermée dans une gaine métallique terminée au bout inférieur par une petite cuvette en verre percée d'un trou de 3 mm. La distance de l'extrémité du thermomètre et de l'orifice est fixe. On emplit la cuvette de graisse, on enlève l'excès et on la place dans la graisse avec le thermomètre. Le tout est mis dans une éprouvette qui est plongée dans un bain-marie. On chauffe le corps soit par l'orifice inférieur, on note le *degré* où se forme une goutte concave, c'est le commencement de la stillation, puis la goutte se détache et tombe, on prend le degré du thermomètre, c'est le *point de stillation*.

7. POINT DE FUSION

La plupart du temps le point de fusion des graisses et compositions comprend deux indications distinctes: *a*) la température à laquelle la fusion commence, *fusion partielle; b*) celle où tout le corps est fondu, *fusion totale*. Ces points peuvent être modifiés beaucoup quand la substance a été chauffée avant l'essai. Il faut attendre 12 à 24 h. avant de faire un essai après la fusion pour placer le corps dans les appareils. Cette constante est utile pour prévoir l'allure du graissage et l'identification.

Il est essentiel que le corps à essayer ne contienne pas d'eau (à moins que ce soit normal), on s'en débarrasse par fusion,— décantation,— filtration. On ne doit pas élever trop la température, ni refroidir brusquement.

Les principales méthodes sont:

Méthode de Polh: On plonge le bout d'un thermomètre dans de la graisse fondue, on laisse figer, on abandonne au repos assez longtemps, puis on place le thermomètre dans une éprouvette où il est maintenu par un bouchon percé de deux trous. L'éprouvette est mise dans un bain-marie, on chauffe doucement à la flamme. L'air chaud fait fondre le corps, on note le point du thermomètre quand il se forme une goutte en bas, c'est le point de fusion.

Cette méthode un peu modifiée est connue en Amérique sous le nom de "General Electric Method" et est employée pour les substances bitumineuses; elle peut servir pour les autres.

Un gramme de substance est fondu, on en recouvre uniformément la petite bulbe d'un thermomètre gradué jusqu'à 500° F (si nécessaire). Le thermomètre est placé dans un tube en verre portant une petite ouverture latérale ouverte (pour l'air chaud) maintenu par un bouchon en caoutchouc, le bout du thermomètre doit être distant de ¾ de pouce du fond de l'éprouvette. Le tout est immergé de 4 pouces et supporté dans un bain d'acide sulfurique concentré contenu dans un beaker de 600 cc qui est chauffé directement sur une plaque électrique de 4 à 5 pouces de diamètre.

On note le point où la substance se détache du thermomètre pour tomber au fond du tube.

On peut aussi découper sur le réservoir du thermomètre une bague du corps solidifié (méthode de la bague), on note la température à laquelle la bague glisse sur la tige du réservoir à mercure.

Méthode de Bensemann: On étire un tube en verre à paroi mince en un bout capillaire, on ferme à la lampe cette extrémité, on dépose une goutte de graisse au niveau de l'épaulement, on laisse figer. Le tube est attaché de telle façon que l'épaulement touche le réservoir à mercure d'un thermomètre, le tout est placé dans un bain-marie, on chauffe lentement en agitant. Quand la graisse commence à couler on a: point de commencement de fusion; quand elle est tombée dans le tube capillaire; fusion complète.

Méthode de Redwood modifiée par Cook: Dans un beaker, on met de l'eau, de la paraffine fondue ou de l'acide sulfurique, dans ce bain on place au milieu un autre beaker plus petit, ne touchant pas le fond et contenant du mercure. On plonge un thermomètre dans le mercure et à côté de la tige, on dépose sur le

mercure une parcelle du corps à éprouver. Le vase contenant le mercure est fermé par une rondelle. On chauffe lentement en agitant le liquide et on note le point où le corps fond sur le mercure: point de fusion; puis celui où il se solidifie. Il est nécessaire que le bain liquide soit transparent. On décolore l'acide sulfurique en ajoutant à chaud de l'azotite de Na ou de K en petite quantité.

Le Bulletin 323 A décrit (A.S.T.M. method D 87-22) la façon de déterminer le point de fusion des paraffines.

"L'appareil Standard est composé: d'un récipient à graisse, éprouvette de 25 mm (1 pouce) de diamètre et 100 mm (4″) de long portant une marque à 50 mm (2″), le tube est bouché par un bouchon percé de deux trous; un au centre pour le thermomètre, l'autre pour un agitateur. Le tout est placé verticalement au centre d'une enceinte métallique ou bain d'air mesurant 50 mm de diamètre et 112 mm de haut. Le bain d'air est immergé dans un bain-marie cylindrique de 128 mm de diamètre, et 150 mm de haut. Le couvercle est percé de deux trous; un pour bouchon et thermomètre, un pour l'échappement des vapeurs. Les distances de bain d'air aux parois du bain-marie sont respectivement 37 mm du fond et des côtés. Le tube porte-graisse est distant du bain à air de 12 mm de chaque paroi, le thermomètre est enfoncé jusqu'à 9 mm du fond du tube. L'agitateur est en cuivre (3 mm de diamètre, 300 mm de long) courbé à une extrémité et plié à angle droit à l'autre qui est placé dans le tube."

"Le thermomètre (80 à 160° F) doit être vérifié pour les points 80,100,120,140,160° F. Il est gradué de 0,2° F. Celui du bain-marie est gradué en 2° F."

"*Mode opératoire:* Un mélange de corps à éprouver est fondu au *bain-marie* (jamais à la flamme directe) juste le temps nécessaire pour atteindre environ 18 à 20°C (35°F) au-dessus du point de fusion. Le bain à air est mis en position en respectant les distances déterminées, le bain-marie est rempli d'eau à une

température d'environ 10° à 12°C (15 à 20°F) en-dessous du point de fusion du corps. Le tube contenant le corps à éprouver est rempli jusqu'à la marque et est placé dans le bain à air avec son thermomètre, son agitateur, verticalement, le bout étant à 12 mm (½ pouce) du fond du bain à air."

"La température de l'eau est maintenue par agitation entre 17 et 12°C (30 et 20°F) plus bas que la température de l'échantillon refroidi à environ 6°C (10°F) au-dessus de son point de fusion approximatif."

"On cesse l'agitation de l'eau, on agite le corps en fusion continuellement de bas en haut, de toute la longueur du tube d'un mouvement régulier de 20 cycles par minute. On note les températures toutes les 30 secondes. On voit qu'elle tombe graduellement, devient constante, puis tombe de nouveau."

"L'observation doit être faite durant trois minutes après la deuxième descente. On examine les lectures, les quatre premières consécutives dans l'ordre de 1°C (0,2°F) d'écart donnent le point de fusion non corrigé. Si nécessaire, on tient compte de l'erreur du thermomètre et on corrige en conséquence."

"Une deuxième détermination sur le même échantillon ne doit pas différer de plus 0,1°C (0,2°F)."

POINT DE FUSION DE LA VASELINE

"A.S.T.M. Point de fusion de la vaseline. C'est la température à laquelle la vaseline devient suffisamment fluide pour couler le long du thermomètre employé."

APPAREILS.

"*a*) Le thermomètre doit être conforme aux spécifications de A.S.T.M. (thermomètre du point de fusion de la paraffine-cire) (désignation de série: D 87-22)."

b) Le thermomètre du bain doit être d'un type conforme et exact d'un bout à l'autre de l'échelle demandé à 2°F.

Les tubes à éprouvettes doivent être (25 par 100 mm) pourvus de bouchons à encoche sur le côté pour permettre la circulation d'air et percés juste au centre pour recevoir le thermomètre.

Les gobelets (beakers) doivent être "d'une forme longue et avoir la capacité de 600 cc."

PROCÉDÉ.

a) "Des échantillons suffisants de vaseline doivent être prélevés. La matière est fondue lentement dans une casserole ou autre récipient en remuant jusqu'à ce que la température atteigne 180°F (82,5°C). La source de chaleur est retirée et la vaseline refroidie jusqu'à 15°F au-dessus de la température supposée de son point de fusion. Le rond du thermomètre est refroidi à 40°F, essuyé à sec. Quand il est froid on l'enfonce dans la vaseline, de manière que la moitié du thermomètre soit immergée. On le retire immédiatement verticalement et on le tient loin de la chaleur jusqu'à ce que la surface soit figée. Il est maintenu pour 60 minutes à une température de 80°F (27°C)."

b) "Le thermomètre est bien attaché dans le tube au moyen du bouchon, le point le plus bas étant à 15 mm. au-dessus du fond. Le tube est entouré d'un bain d'eau à la température de 60° F (15,5° C). La température du bain doit être élevée à raison de 2°F (1°C) par minute jusqu'à 100°F (38°C). et après de 1°F. par minute jusqu'à ce que la première goutte de vaseline tombe du thermomètre. Dès cet instant la température est inscrite."

"Si le changement (variation) de trois déterminations n'excède pas 2°F (1°C), la moyenne de trois déterminations est le point de fusion de l'échantillon. Si la différence de trois déterminations est plus grande que 2°F (1°C), deux déterminations additionnelles doivent être faites et la moyenne de cinq déterminations sera considérée comme le *point de fusion*."

8. POINT D'INFLAMMATION

Point d'Eclair—Flash Point

9. POINT DE COMBUSTION

Point de Feu—Fire Point

Définitions: Le point d'inflammation d'un corps est la plus basse température à laquelle les vapeurs qui se dégagent du corps chauffé doucement forment avec l'air un mélange explosif. Le point de combustion est la température à laquelle le corps continue à brûler de lui-même quand il est allumé. Les résultats sont influencés par la quantité d'air à la surface du liquide, l'allure de la distillation, la façon dont la flamme qui cause l'explosion est mise en contact à la surface, sa longueur, sa durée d'action.

Précautions à prendre pour l'essai. Déterminer: les dimensions du récipient qui contient le lubrifiant; la quantité de corps mis en opération, l'allure du chauffage, la distance de la flamme qui déclanche l'explosion; une flamme trop longue produit une surchauffe locale qui abaisse le point d'inflammation réel de la masse. le thermomètre qui doit être souvent vérifié.

Eviter les courants d'air. Les variations de pression barométriques sont négligeables. On se place de préférence dans un endroit sombre.

L'épreuve se fait généralement pour les lubrifiants en *vase ouvert* (Cleveland open cup method 110.31).

"L'appareil est composé d'un vase en bronze mesurant 64 mm (2½") de diamètre et 30 mm (1.1/8") de haut reposant sur une plaque métallique d'environ 6,35 mm d'épaisseur (¼") et qui reçoit la chaleur d'un bec à gaz, d'une plaque électrique ou d'une lampe à alcool."

"Le thermomètre doit être certifié pour les températures: 0, 100, 205, 370° C (32, 212, 400, 700° F) et ne pas accuser de variation après 24 heures. Il est disposé exactement au centre du vase contenant le

lubrifiant le bout distant du fond de 6,35 mm (¼"), le vase est rempli par environ 50,3 cm, c'est-à-dire jusqu'à la marque. Il ne doit pas y avoir de bulles d'air. Si l'huile contient de l'eau, elle sera déshydratée avant l'épreuve. Le corps doit être chauffé à une allure ne dépassant pas 17°C (30°F) par minute et monté de cette façon jusqu'à environ 56°C (100°F) plus bas que le point éclair (on le détermine approximativement une première fois). Pour les 56° à parcourir avant l'arrivée au point, le chauffage est réglé pour monter de 5 à 6°C (9 à 11°F) par minute."

"La flamme pour tester est fine et mesure à peu près 3,97 mm (5/32") de diamètre, elle est appliquée pour toutes les montées de 3°C (5°F). On la passe en 1 seconde en ligne droite suivant un diamètre du cercle."

"Le point est lu sur le thermomètre au moment où l'éclair apparaît à la surface en un point quelconque. Il doit être net. Ne pas le confondre avec les crépitements qui accompagnent parfois le passage de la flamme."

"Quand on a lu le *point éclair*, on continue à chauffer à l'allure de 5 à 6°C (9 à 11°F) par minute, la flamme est appliquée à intervalles réguliers. Quand le corps s'enflamme et reste en ignition pendant cinq secondes au moins, on lit sur le thermomètre le *point de combustion*."

10. POINT DE CRISTALLISATION

Point de louche; de solidification (Cloud and pour points.)

Ces désignations peuvent être considérées comme identiques si on veut bien comprendre qu'elles expriment le même phénomène à des stades différents.

Les corps gras liquides d'origine animale, végétale ou minérale perdent leurs caractères de limpidité et de fluidité aux basses températures. Dans le cas des corps gras animaux et végétaux, ce sont les acides gras qui cristallisent et solidifient la masse. Dans le cas des huiles minérales, le phénomène est dû à la

paraffine. Dans certains cas pour des huiles très visqueuses, pour les huiles russes, les huiles noires et opaques, on n'observe pas de cristallisation de paraffine mais l'huile s'épaissit assez pour se solidifier et cesser de couler le long des parois du récipient.

Les huiles fixes demandent des épreuves prolongées pour être exactes. L'agitation, l'adjonction d'un fragment gelé de la même huile modifie le point de solidification. Le chauffage modifie aussi le point de congélation. Les échantillons à essayer ne devront pas avoir été chauffés au-delà de la température ambiante avant l'épreuve.

D'une manière générale un lubrifiant liquide devient *louche* puis *opaque* puis perd sa *fluidité* quand la paraffine, les acides gras ou autres substances solides commencent à *cristalliser*. Au point de vue des épreuves il faudra donc bien définir si le chiffre donné correspond au *louche*, à la *solidification totale*, à la *disparition de la fluidité* quand l'huile ne coule plus.

Point de Congélation. Pour les essais pratiques on cherche à réaliser les circonstances auxquelles le lubrifiant sera soumis. On doit s'efforcer de refroidir lentement et de prolonger l'action du froid.

La méthode la plus simple est la suivante: Mettre dans un tube à essai une couche d'huile d'environ 3 cm d'épaisseur. Fermer par un bouchon percé d'un trou par lequel passe un thermomètre qui plonge dans l'huile tout le réservoir à mercure étant immergé. Placer le tout dans un vase cylindrique assez grand (diamètre au moins 10 cm), entourer le tube d'un mélange (glace pilée et sel marin, 2 pour 1 en poids) Quand on peut renverser le tube et le tenir deux minutes sans que l'huile coule, on peut prendre la lecture au thermomètre et la considérer comme approximativement le point de congélation de l'huile.

Il existe des appareils plus ou moins compliqués donnant des résultats plus précis, surtout parce que l'abaissement de température est lent. On évite de

mettre le tube qui contient l'huile en contact direct avec le mélange réfrigérant. On interpose une couche d'air. (Ap. Hackel).

Méthode A.S.T.M. pour les huiles de pétrole.

a) "L'huile de pétrole devient louche à la température où la paraffine ou autres substances solides commencent à cristalliser ou se séparent de la solution quand l'huile est refroidie sous certaines conditions définies."

b) "Le point de précipitation de l'huile de pétrole est la plus basse température à laquelle elle se précipite ou coule quand elle est refroidie, sans trouble, sous certaines conditions spécifiées."

2. *a*) "L'épreuve pour le point de louche doit être faite seulement sur les huiles transparentes en couches de 1½" d'épaisseur (40 mm).

b) "L'épreuve pour la précipitation sera faite pour toutes les autres huiles de pétrole et aussi sur les huiles pour lesquelles l'épreuve de louche est admise."

3. "*Appareil.*— Le vase à épreuve ou éprouvette est un cylindre en verre transparent à fond plat; diamètre intérieur 1¼", hauteur 4½" à 5". (30 mm 115 et 125 mm environ.) Une bouteille échantillon de 4 onces (120 cc) peut être employée.

4. "Le thermomètre (b) doit être conforme aux spécifications suivantes:

"Exactitude: une erreur d'un point de l'échelle ne doit pas excéder la plus petite échelle de division. Points pour être éprouvés et certifiés:

—30; 0; 34°C. (—28; 32; et 92°F)

5. "Le bouchon (c) doit s'ajuster sur l'éprouvette et être percé au centre pour recevoir le thermomètre."

6. "L'enveloppe (d) est en verre ou en métal et doit être imperméable; de forme cylindrique à fond plat, mesurant 4 ½" (115 mm) de profondeur ayant un diamètre intérieur de ½" (13 mm) plus grand que l'extérieur de l'éprouvette."

7. "Un disque en liège ou en feutre (e); épaisseur

¼" (7 mm) et du même diamètre que l'intérieur de l'enveloppe est requis."

8. "L'anneau de serrage (f) sera de 3/16" (3 mm) d'épaisseur et fait pour s'ajuster bien serré à l'extérieur de l'éprouvette et lâchement à l'intérieur de l'enveloppe. Cet anneau peu être en liège, feutre, ou autre matière, assez élastique pour adhérer à l'éprouvette et assez dure pour garder sa forme."

9. "Le bain de refroidissement (g) doit être convenable pour l'obtention des températures exigées, sa grandeur et sa forme ne sont pas fixées, mais un support pour le tenir en position verticale est recommandé. Les températures du bain seront maintenues par réfrigération ou par des mixtures à congélation."

Note: Les mixtures à congeler employées sont:

Pour températures en-dessous de 2°C (35°F) glace et eau.

Pour températures en-dessous de —20°C (—5°F) glace écrasée et chlorure Na.

Pour températures en-dessous de —32°C (—25°F) glace cassée et cristaux CaCl2.

Pour températures en-dessous de —57°C (—70°F) CO2 solide et acétone.

"Le dernier mélange sera fait comme suit: Dans un récipient métallique couvert, refroidir une bonne quantité d'acétone jusqu'à 12°C (10°F) ou plus bas par le moyen d'un mélange de glace et sel. Renverser un cylindre d'acide carbonique liquide. Verser la quantité désirée avec soin dans un sac de peau de chamois, lequel par évaporation deviendra vite solide. Ajouter alors à l'acétone refroidie assez de gaz solide pour obtenir la température désirée."

"L'huile à éprouver doit être portée à la température au moins de 25°F au-dessus du point de louche approximatif. S'il y a de l'humidité dans l'huile il faudra l'enlever par une méthode appropriée; comme: filtration à travers un papier filtre sec jusqu'à ce que l'huile soit parfaitement claire, mais la filtration doit être

faite à la température d'au moins 25°F au-dessus du point de louche approximatif".

"L'huile claire doit être versée dans l'éprouvette (a) pas moins que 1″ (25 mm) de hauteur et pas plus que 1¼″ (32 mm). L'éprouvette sera bien bouchée avec le bouchon (c) portant le thermomètre (b) dans une position verticale au centre du vase; le rond du thermomètre touchant le fond. Le disque (e) sera placé au fond de l'enveloppe (d) et l'éprouvette avec l'anneau de serrage (f) (l'anneau doit être à 1″ (25 mm) du fond de l'éprouvette) sera introduit dans l'enveloppe (d). Le tout doit être propre et sec. La température du bain (g) de refroidissement doit être réglée et ne pas être moins de 150°F et pas plus de 30°F endessous du point de louche de l'huile. Cette température doit être maintenue tout le temps de l'épreuve."

"L'enveloppe ou couverture dans laquelle se trouve l'éprouvette doit être posée solidement dans une position verticale dans le bain froid et dépasser le milieu froid seulement de 1″ (25 mm). "

"A chaque lecture du thermomètre qui est un multiple de 2°F, l'éprouvette doit être retirée vivement sans troubler l'huile, inspectée pour son louche et replacée dans l'enveloppe. Cette opératioon complète doit être faite en trois secondes. Quand l'inspection révèle le point de louche distinct dans l'huile au fond de l'éprouvette, la lecture du thermomètre corrigée pour erreur si nécessaire doit être inscrite comme *point de louche.*"

Mode opératoire pour le point de précipitation.

"La température de l'huile à éprouver doit être portée à 32°C (90°F) ou de 15°F de plus que son point de précipitation, si ce dernier est au-dessus de 24°C (75°F). L'huile sera alors précipitée dans l'éprouvette. (a) jusqu'à une hauteur de pas moins de 2″ et pas plus de 2¼″. L'éprouvette sera marquée pour indiquer le niveau. On bouche avec le bouchon (c) portant le thermomètre (b) au centre, dans une position verticale. Le rond du thermomètre est immergé de telle

façon que le commencement du tube se trouve 1/8" (3 mm) en-dessous de la surface de l'huile. Le disque (e) sera placé au fond de l'enveloppe (d) et l'éprouvette, avec l'anneau de serrage 1" (25 mm) au-dessus du fond, placé au milieu de l'enveloppe. Le disque et l'intérieur de l'enveloppe seront propres et secs."

"Quand l'huile a été assez refroidie pour permettre la formation de cristaux de paraffine, il faut prendre soin de ne pas troubler la masse de l'huile et ne pas déplacer le thermomètre dans l'huile. Chaque déplacement du réseau spongieux de cristaux de cire conduira à des résultats erronés."

"La température du bain de refroidissement sera maintenue tout le temps de l'épreuve à pas moins de 15°F et pas plus de 30°F en dessous du point de précipitation de l'huile."

"L'enveloppe contenant l'éprouvette sera attachée verticalement dans le bain à refroidir pour que 25 mm. (1") de l'enveloppe dépasse le milieu réfrigérant. A chaque lecture du thermomètre qui est un multiple de 5°F l'éprouvette doit être retirée avec soin et être inclinée juste assez pour constater si l'huile autour du thermomètre reste liquide. Aussi longtemps que l'huile autour du thermomètre coule quand l'éprouvette est légèrement inclinée on doit la replacer dans l'enveloppe. L'opération complète de retirer et replacer l'éprouvette ne doit pas durer plus de trois secondes. Dès que l'huile autour du thermomètre ne coule plus à l'inclinaison, l'éprouvette sera tenue horizontalement exactement cinq secondes et soigneusement observée. Si l'huile autour du thermomètre remue dans ces conditions, on replace immédiatement dans l'enveloppe et l'opération est répétée à la température de 5°F en-dessous. Dans la détermination du point de précipitation de l'huile, il faut noter que le mouvement se produit quelquefois du côté de l'éprouvette et pas autour du thermomètre. Dans ce cas ce mouvement sera considéré comme satisfaisant à l'épreuve."

"Quand la température, à laquelle l'huile autour du

Huiles dans l'ordre de leurs indices de réfraction	Indice de réfraction		Oléoréfractomètre— Amagat & Jean.
	à 15°C	20°C	à 22°C
Huile de pied de boeuf	1.4670-1.471	———	−1 à −4
" d'olive	1.4670-1.4717	1.4690	+0 à +5
" de spermaceti	1.4670-1.4717	1.4700	−12 à −17
" de colza	1.4720-1.4757	1.472-1.475	+15 à +20
" de coton	1.4743-1.4752	1.4748	+17 à +23
" de sésame	1.4748-1.4762	"	+13 à +18
" de moutarde	1.4751-1.4760	"	———
" de pavot	1.478	"	+30 à +35
" de ricin	1.4795-1.4803	1.490	+39 à +42.5
" de chataigne	1.4804	1.491	+35 à +36
" de morue	1.4800-1.4852	1.4800	foie +40 à +46
" de baleine	"	1.4830	+42 à +48
" de lin	1.4835	1.4780	+48 à +54
" de faine	"	1.5000	+16.5 à +18
" minérale de graissage	1.490-1.500	"	.....
" de résine	1.530-1.550	"	+78
" de lard	———	———	+0 à +1
" de suif	———	———	−1 à −5

thermomètre ne coule plus, est atteinte, et que l'éprouvette sera tenue cinq secondes en position horizontale l'épreuve est terminée. Ce chiffre sera compté comme point de précipitation. Il faut noter que ce point est la température de 5°F au-dessus du point solide, ou température à laquelle l'épreuve est arrêtée.

11. POUVOIR ROTATOIRE

Cette constante ne peut avoir d'utilité que pour l'identification de l'huile de ricin qui accuse une déviation. Les huiles de sésame et de résine peuvent être aussi décelées en mélange dans les autres, parce qu'elles appartiennent aux rares huiles ayant une activité sur le plan de polarisation. On emploie le tube de 20 cm et les saccharimètres dont les divisions sont plus en rapport avec la petitesse des déviations accusées par la plupart des huiles. L'activité optique est déterminée par les acides gras et les substances étrangères, (phytosterine, cholesterine, sésamine).

Nous renvoyons aux auteurs pour la détermination du pouvoir rotatoire ou aux "Fiches de Laboratoire."

12. INDICE DE RÉFRACTION

Déterminé directement ou indirectement au moyen des instruments tels que le réfractomètre Abbé,—Amagat & Jean—à immersion de Zeiss. L'indice de réfraction est une constante des plus utile pour l'identification des huiles de graissage, surtout des huiles animales et végétales. Elle donne une idée des falsifications et des mélanges, de plus, la rapidité de la determinition en fait un procédé recommandable dans tout examen préliminaire.

L'emploi des instruments est décrit au chapitre "Réfractométrie" des "Fiches de Laboratoire."

Le tableau ci-contre donne les indices pour les principaux corps employés comme lubrifiants.

13. ÉMULSION

Epreuve à 55°C (130°F) (Méthode 320.11)

Appareil.

1. "Un cylindre gradué de 100 cc dont le diamètre intérieur est de 27 à 29 mm ($1^1/_{16}$" à $1^1/_8$".)

2. Un bain d'huile ou d'eau pour maintenir le contenu du cylindre à la température spécifiée.

3. Une plaque de cuivre de 120 mm ($4^3/_4$") de longueur et entre 19 mm ($^3/_4$") et 24 mm ($^7/_8$") de largeur pour remuer.

4. Un système pour tourner la palette et pour bien garder la vitesse constante de 1500 r.p.m.

5. Un arrêt pour maintenir la palette dans le cylindre, d'environ 6 mm ($^1/_4$") du fond."

"*Mode Opératoire.*"

6. "Placer 40 cc du liquide à émulsifier dans le cylindre gradué et ajouter 40 cc de l'huile à éprouver.

7. Chauffer le cylindre par le moyen du bain à 55°C (130°F).

8. Remuer en tournant la palette cinq minutes à la vitesse de 1500 r.p.m. Arrêter, retirer la palette du cylindre et essuyer. Remettre dans le cylindre autant de fois qu'il est possible d'émulsionner."

"*Désémulsification.*"

9. "Laisser le cylindre le temps spécifié à 55°C (130°F) et alors observer. Il ne doit pas rester de couches d'émulsions stables."

"*Emulsion à 83°C (180°F).*"

"L'appareil et le mode opératoire sont les mêmes que dans la méthode 320.11 précédente, excepté les paragraphes suivants 7 et 9."

7. "Chauffer le cylindre dans un bain jusqu'à 83°C (180°F)."

9. "Laisser le cylindre le temps notifié à 83°C (180°F) et observer ensuite. Il ne doit pas rester de couches d'émulsions stables."

"*Désémulsification à 55°C (130°F).*"

"Même appareil que dans la méthode 320.11".

"*Mode opératoire.*"

6. "Mettre dans le cylindre 27 cc de l'huile à éprouver et 50 cc d'eau distillée."

7. "Chauffer le cylindre à 55°C (130°F)."

8. "Remuer en faisant tourner la palette cinq minutes à la vitesse de 1500 r.p.m. Arrêter, retirer du cylindre, essuyer, remettre dans le cylindre tant que l'émulsion est possible."

9. "Garder la température du cylindre constante 55°C (130°F)."

10. "Prendre note chaque minute de la position de la ligne de démarcation entre la couche supérieure de l'huile et l'émulsion continue. Prendre la première note une minute après l'arrêt de la palette. Avec les huiles qui agissent normalement, le taux à établir pour l'huile croît jusqu'au maximum et ensuite décroît. La valeur maximum en centimètres cubes par heure est appelée la désémulsification. C'est le résultat numérique de l'épreuve. Chaque taux établi est le taux moyen calculé du temps d'arrêt de la palette jusqu'à la lecture, comme l'indique le tableau suivant:

Temps	Temps d'arrêt de la palette Minutes	Lecture de la surface huile-émulsion	Huile fixée	Taux d'huile fixée par heure cc
9.50	0	80	0	0
9.55	5	77	3	36
10.02	12	67	13	65
10.05	15	63	17	68
10.10	20	61	19	57

"La désémulsification dans ce cas sera 68, la plus haute valeur dans la dernière colonne."

"Si le taux maximum n'a pas été établi au bout d'une heure, l'épreuve est arrêtée et la désémulsification est prise du nombre de cc et a été établi pendant cette heure."

"*Méthode 320.41 83°C à (180°F).*"

"Appareils et mode opératoire sont les mêmes que dans l'épreuve 320.21 excepté ce qui suit:

"Chauffer le cylindre à 83°C (180°F)."

"Garder la température constante du cylindre à 83°C (180°F)."

14. SÉDIMENTS

Méthode 300.2

On peut comprendre sous le terme sédiments les matières minérale ou organiques insolubles dans les solvants habituels des corps gras qui peuvent se trouver accidentellement et être nuisibles aux substances qui sont mélangées aux lubrifiants gras (huiles composées, graisses et préparations). Dans tous les cas la méthode pour séparer les corps gras des autres substances est la même:

"Appareil."

"Gobelet d'alundum poreux de 25 mm (1″) de diamètre par 70 mm (2¾″) de hauteur, ne pesant pas moins de 15 et pas plus de 17 gr. L'appareil d'extraction sera construit de telle manière que le gobelet soit complètement entouré par la vapeur du solvant bouillant. Les extracteurs à siphonage ne doivent pas être employés."

"*Mode opératoire.*"

"Placer dans le gobelet soigneusement pesé 10 gr de l'échantillon exempt d'eau. Peser jusqu'à 0.01 gr. Placer dans l'appareil extracteur, extraire au moyen du benzol à 90% jusqu'à ce que le solvant tombant du gobelet soit incolore."

"Sécher le gobelet pendant 1 heure à 150°C et peser jusqu'à 0.0001 gr. Répéter l'extraction jusqu'à ce que le poids du gobelet séché et le sédiment soit constant."

"Note.— La proportion d'extraction sera telle que le mélange d'huile et benzol s'élève du fond de 6 mm (¼″)."

INDICE DE PRÉCIPITATION

"Méthode généralement employée, pour les *huiles de cylindres à vapeur* et *huiles noires;* peut l'être aussi pour d'autres lubrifiants.

"D'après A.S.T.M. l'indice de précipitation est le nombre de cc de précipité formé par 10 cc de naphte de pétrole de qualité définie et centrifugé sous des conditions prescrites."

"Appareils."

"Centrifugeuse.— Doit pouvoir recevoir au moins deux tubes de 100 cc remplis d'eau et avoir une vitesse déterminée.

Les porte-tubes seront construits de telle façon que le verre des tubes puisse être rembourré avec de l'eau, du caoutchouc ou autre matière appropriée. Les portes-tubes seront entourés pendant l'opération d'un bouclier en métal ou étui assez fort pour éliminer tout danger en cas de casse."

"La centrifugeuse de forme préférée doit avoir un diamètre de 381 à 432 mm (15 à 17″) et une vitesse d'au moins 1500 r.p.m."

"Si le diamètre d'oscillation varie de ces limites il doit tourner à sa propre vitesse pour donner la même force centrifuge aux extrémités des tubes que celle obtenue par la centrifugeuse type."

"La propre vitesse doit être calculée avec la formule suivante, dans laquelle (d) représente le diamètre d'oscillation d'une extrémité à l'autre des tubes tournants."

$$\text{r.p.m.} = 1500 \sqrt{\frac{16}{d}}$$

"Tubes de centrifugeuse types A.S.T.M."

"Ces tubes devront être faits d'un verre entièrement recuit. La capacité totale sera d'environ 125 cm, la bouche sera rétrécie pour pouvoir mettre un bouchon. Les graduations seront claires et distinctes, se lisant du bas en haut du tube. La forme est facultative, pourvu que cela n'aille pas en conflit avec les autres demandes."

"Le naphte de pétrole est employé comme diluant. Il devra posséder les caractères suivants:"

Densité à 60°F, 0.695 à 0.705.

Point d'ébullition initial (A.S.T.M. 45 à 55°C) (113 à 131°F).

Point final (A.S.T.M.) pas plus haut que 120°C (248°F).

"*Mode opératoire.*"

"On mesure exactement 10 cc d'huile à éprouver dans chaque tube propre et sec à la température de la chambre. Chaque tube sera rempli avec le diluant prescrit jusqu'à la marque de 100 cc et bien bouché avec un bouchon ramolli (pas en caoutchouc)."

"Chaque tube sera alors renversé au moins vingt fois permettant au liquide de quitter entièrement l'extrémité effilée du tube. On place dans un bain d'eau à 32 à 35°C (90 à 95°F) pour cinq minutes. Les bouchons seront enlevés momentanément pour réduire toute pression et chaque tube sera de nouveau renversé au moins vingt fois, exactement comme avant. Le succès de cette méthode dépend entièrement du mélange homogène lequel filtrera vivement et complètement de l'extrémité pointue quand le tube sera renversé. Les tubes (2) seront alors placés dans l'appareil coté opposé et tournés à la raison de 1400 à 1500 r.p.m. ou équivalent, pendant dix minutes. Le volume de sédiments au fond de chaque tube sera lu et inscrit, en évaluant si possible le 0.05 cc."

"Les tubes seront placés dans la centrifugeuse et de nouveau tournés dix minutes comme auparavant et retirés pour la lecture du volume de sédiments. Cette opération sera répétée jusqu'à ce que le volume de sédiments dans chaque tube reste constant pendant trois lectures consécutives. En général, il ne faut pas plus de quatre remises en rotation."

"Le volume de sédiments solides au fond de chaque tube est lu, évaluant à 0.1 cc ou de plus près si possible. Si les deux lectures ne diffèrent pas plus de 0.1 cc,

la moyenne des deux sera rapportée comme A.S.T.M. *Indice de précipitation.* Si les deux lectures diffèrent de plus de 0.01 cc deux autres déterminations seront faites et la moyenne de ces quatre lectures sera portée comme bonne."

"*Précision.*— Avec précautions et soins de détails, les doubles déterminations de l'indice de précipitation, par cette méthode ne doivent pas différer de plus de 0.1 pourvu que les tubes soient précis et lisibles à ce degré."

15. ESSAIS MÉCANIQUES

En faisant ces essais on cherche à mettre le lubrifiant dans les conditions auxquelles il sera soumis en pratique. Ce sont les épreuves de *fatigue* qui veulent prévoir si un lubrifiant peut cesser de graisser trop rapidement et ne plus empêcher l'échauffement et le grippage des pièces en contact. Ils ont surtout une valeur *comparative* et permettent de juger de l'*endurance.*

Autrefois ils jouissaient d'une grande faveur, les déterminations physiques et chimiques en apparence plus simples les ont relégués au second plan. Avec les dispositifs connus, nous sommes d'avis qu'on a grand tort de les négliger pour tous les lubrifiants devant s'employer à l'air libre. Ils donnent rapidement le *comportement* du lubrifiant qui est une résultante complexe de ses autres propriétés. Pour ceux qui doivent graisser dans les moteurs à explosion et dans les cylindres à vapeur surchauffée, il faut savoir que les conditions actuelles d'essais mécaniques laissent bien à désirer pour donner les résultats utiles pratiquement. On ne semble pas avoir fait beau coup d'efforts pour trouver des dispositifs nouveaux plus appropriés.

Appareil de MacNaught.

L'appareil comprend en principe:

a) Un disque tournant avec un arbre vertical main-

tenu entre des coussinets faisant partie du support de l'appareil;

b) Un plateau mobile;

c) Un levier gradué, muni d'un contrepoids fixe et d'un curseur. Le disque mobile vient se placer au-dessus du disque à rebord circulaire. Une vis de réglage permet de l'en approcher très près, sans toutefois qu'il le touche. Il porte une goupille verticale excentrée venants' engager entre les deux butées appartenant au bras vertical du levier. Le bras gauche du levier est divisé et un curseur peut se déplacer tout au long jusqu'à la butée placée à l'extrémité. Sur le bras droit un contrepoids fixe sert à équilibrer le curseur, placé au zéro de la division.

Mode d'emploi:

1. L'appareil est fixé sur une table et relié par une corde à boyau à une machine tournante pouvant lui communiquer une vitesse uniforme de 600 à 700 tours par minute pour toutes les expériences.

2. S'assurer que les plateaux sont bien propres et secs, que la rotation de l'un est indépendante de celle de l'autre, agir sur la vis de réglage s'il en est autrement.

3. Ces conditions étant vérifiées l'appareil arrêté, on enlève le fléau et le disque mobile puis on verse un peu d'huile à essayer dans le plateau de manière à former une nappe continue sans interruption ni bulles d'air.

4. On replace le disque supérieur, en l'appuyant avec le doigt, pour chasser l'excès de liquide. Mettre le fléau en place et faire tourner. Au bout de quelques minutes on cherche la position du curseur qui laisse le fléau osciller également entre ces deux goupilles.

5. On note la position du curseur sur la division. Plus le chiffre est élevé, plus le frottement est grand et par suite plus l'huile est de mauvaise qualité.

6. La vitesse de rotation, la distance des plateaux et l'état de leur surface modifiant un peu le coefficient de l'instrument, on fera bien de mettre en réserve une huile connue, laquelle servira de temps en temps de repère pour corriger les indications brutes de l'instrument.

Pendule d'essai de Bailey.

Cet appareil se compose d'un support fixe et d'un pendule pesant, dont la pointe se meut devant un cercle gradué. Un bras rigide fixé à la colonne supporte un plan d'épreuve horizontal.

Une bielle, articulée à la tige du pendule, entraîne dans ses oscillations un petit disque frottant sur le plan d'épreuve en lui communiquant un mouvement alternatif.

Il s'ensuit que, si l'on place une petite quantité d'huile à essayer entre les deux surfaces frottantes, les oscillations seront d'autant plus rapidement ralenties que l'huile à essayer sera moins convenable pour le graissage. L'instrument est employé pour la comparaison des huiles d'horlogerie. Il permet aussi de se rendre compte de l'action oxydante de l'air sur la couche mince soumise à l'essai.

Appareil de Thurston-Henderson.

Il permet de constater, en même temps à quel degré les matières lubrifiantes sont susceptibles de diminuer le frottement et l'échauffement qui se produit en service.

L'arbre repose sur deux tourillons et est entraîné par une poulie. Un compteur de tours permet de mesurer le nombre de ses révolutions.

A l'extrémité de l'arbre se trouve suspendu un pendule lourd, oscillant entre deux coussinets, dont la moitié inférieure peut être pressée contre l'arbre à l'aide d'un ressort.

Lorsque l'arbre tourne, le pendule est entraîné dans le sens de la rotation, et l'on peut, au moyen d'un

index lire la déviation. On peut voir de même sur l'échelle verticale la pression exercée par le coussinet sur l'arbre. Le coussinet supérieur est muni d'un thermomètre faisant connaître la température à chaque instant de l'essai. Une colonne robuste supporte le tout.

Pour effectuer une expérience, on verse l'huile à essayer sur le coussinet bien nettoyé, en la faisant couler par un trou disposé à cet effet. On note les indications du thermomètre et du compteur de tours puis on fait tourner le système à raison de 200 à 300 tours par minute. Tous les 500 ou 1000 tours, on note la température et la déviation du pendule sur le cadran. Lorsque la température s'est élevée de 30 degrés environ, par suite du frottement, on arrête l'appareil. L'huile qui donne la plus petite déviation du pendule pour un plus grand nombre de tours et une même élévation de température est celle que l'on doit préférer.

Appareil de Boult.

Pour essais des lubrifiants destinés aux cylindres de machines.

La caractéristique de cet instrument c'est de permettre de faire l'essai de graissage à la température à laquelle l'huile doit être employée dans la pratique. Voici les organes principaux dont il se compose: Un thermomètre gradué en degrés, indiquant en même temps les pression correspondantes aux températures de l'échelle.

Un système de deux vis de réglage pouvant comprimer un ressort (l'une des vis fait saillie au centre de l'appareil).

Un coussinet spécial extensible (s'ouvrant sous l'action d'un ressort à boudin), frottant par sa surface extérieure contre la paroi intérieure d'un bain-marie circulaire.

Un brûleur Bunsen et un dynamomètre.

Le bain-marie renferme une huile lourde, qu'on y introduit à l'aide d'un petit entonnoir recourbé, jusqu'à ce qu'elle déborde du trou ménagé à la partie supérieure. Cette ouverture se referme en remettant en place le bouchon à vis.

Mode d'emploi:

1. Vérifier que les surfaces frottantes soient parfaitement propres. Celles-ci peuvent être examinées en serrant les vis de pression, qui compriment le ressort. On peut alors enlever complètement le bain-marie. Les surfaces frottantes étant soigneusement nettoyées, mettre dessus une quantité mesurée du lubrifiant à essayer et remettre le bain-marie en position. Desserrer les vis de pression pour permettre au ressort de donner toute son expansion.

2. Allumer le brûleur Bunsen.

3. Quand le thermomètre indique la température à laquelle le lubrifiant doit être soumis dans le cylindre à vapeur, faire tourner l'appareil jusqu'à ce qu'il ait, par exemple, 50% d'élévation de friction, par rapport à celle qu'indiquait le dynamomètre au début de l'expérience. Nous indiquons ce chiffre, arbitraire d'ailleurs, parce que c'est une limite convenable pour l'essai. Dans certains cas, il est préférable de faire tourner l'appareil jusqu'à ce qu'on ait 100% d'augmentation de friction. Il n'y a aucun avantage à pousser l'essai au-delà car l'huile est impropre à fournir un service plus prolongé et il y a danger de rayer les surfaces frottantes.

4. Il est intéressant de connaître le chemin parcouru par les surfaces frottantes durant un essai. Pour cela, il suffit de lire les indications du compteur avant et après l'essai, de retrancher la première lecture de la seconde, la différence représente le nombre de tours.

Par construction, les surfaces frottantes parcourent deux tiers de pied anglais pour une révolution (soit 20 cm.) Le nombre de pieds parcourus s'obtient

donc en retranchant un tiers du nombre de tours. La vitesse à laquelle l'appareil doit tourner, sera d'environ 500 à 600 tours par minute. Pour les huiles de machines à grande vitesse le nombre de tours peut être porté à 1000 par minute. La façon de procéder reste la même que ci-dessus. Il est essentiel de toujours nettoyer les surfaces frottantes lorsqu'on a terminé un essai.

EXAMEN CHIMIQUE

Les essais chimiques n'ont, en eux-mêmes, que peu de valeur pour juger du pouvoir d'un lubrifiant. Mais leur utilité est incontestable pour savoir si un lubrifiant ne contient pas de substances pouvant réagir sur les parties qu'il doit lubrifier, s'il correspond au "standard" admis, si sa fabrication a été bien faite et enfin s'il n'est pas falsifié par des substances qui, tout en ne nuisant peut-être pas d'une façon certaine au graissage, constituent par leur présence une tromperie répréhensible.

16. Réaction — Acidité — Alcalinité

Les bons lubrifiants sont neutres. Par altération (corps gras, animaux et végétaux), par défaut de raffinage (huiles minérales) on peut rencontrer des corps ayant une réaction acide ou alcaline. Il ne faut pas que cette anomalie soit très marquée au point de corroder ou déposer sur les pièces.

La présence nettement établie de potasse, de soude, carbonates; ou acide sulfurique, chlorhydrique, de phénols, doit inviter à la prudence.

Il faut faire une réserve pour les huiles traitées par le "procédé du germe" qui peuvent présenter la réaction acide sans être pour cela condamnables (acides gras libres). L'acidité s'exprime suivant les cas en acide sulfurique, anhydride sulfurique, acide oléique, en indice d'acide; (nombre de mmg de potasse pour neutraliser 1 gr d'huile); l'alcalinité, en soude ou potasse.

1 cc d'alcali N/10 équivaut à 0,049 gr H^2SO^4
1 cc d'alcali N/10 équivaut à 0,040 gr SO^3
1 cc d'alcali N/10 équivaut à 0,0282 gr d'ac. oléique
1 cc d'acide N/10 équivaut à 0,056 de potasse
1 cc d'acide N/10 équivaut à 0,040 de soude
1% d'acidité en SO^3 = 14 d'indice d'acide = 7.05% d'acide oléique.

MÉTHODE 510.1

"Dans un Erlenmeyer de 150 cc mettre 50 cc de liquide à essayer et 15 cc d'eau distillée. Chauffer le tout à 65°C (150°F). Agiter vigoureusement. Laisser refroidir au repos. Introduire dans deux tubes à essai au moyen d'une pipette, 5 cc du liquide aqueux. Dans le premier tube mettre une goutte de solution de méthyl-orange à 1%—dans le second une goutte de phénolphtaléine à 1%."

"Il ne doit pas apparaître de coloration rouge ou rose dans les tubes."

"*Acides libres.* Méthode 510.3".

a) "Pour les corps gras."

"Peser exactement 10 gr du corps dans un flacon. Ajouter 50 cc d'alcool éthylique (ou dénaturé) parfaitement neutre (soude caustique si nécessaire). Chauffer jusqu'à ébullition. Agiter vigoureusement assez longtemps. Titrer dans le flacon au moyen d'une solution d'alcali N/10 exempte de carbonate, en présence de phénolphtaléine, de tournesol ou turméric. Agiter après chaque adjonction d'alcali."

b) "Pour les huiles minérales. Même méthode avec alcool à 95, dilué par de l'eau en partie égale. Avec les huiles foncées, on voit mieux la fin de la titration en employant le bleu alcalin 6B comme indicateur." (Solution alcoolique à 2%.)

Acide sulfurique. Sa présence est révélée par le précipité blanc qu'on obtient en ajoutant quelques gouttes de $BaCl^2$ en solution à 10% à l'eau qui a été agitée avec l'huile.

Acides gras libres. Leur présence est révélée par la coloration verte que prend l'huile par adjonction de protoxyde de cuivre.

Dans les Graisses. Faire bouillir 10 gr de graisse avec 50 cc du mélange (benzine 2, alcool 1) sous un réfrigérant à reflux. On ajoute 30 cc d'alcool neutre à 50% et on titre à chaud avec la soude et la phénolphtaléine.

Pour les huiles opaques 20 cc sont agités dans une éprouvette à bouchon émeri de 100 avec 40 cc d'alcool neutre (on peut chauffer légèrement)—on laisse séparer —on prélève ½ de la couche alcoolique (on tient compte de l'augmentation de volume s'il y a des substances solubles)— on ajoute alcool neutre et 2 cc sol. bleu alcalin 6 B—on titre avec soude alcoolique (96%) N/10.

Quand l'acidité est 0,03% en SO^3 on fait plusieurs extractions successives et on ajoute les résultats (faire attention, on n'a titré que sur une partie aliquote à chaque extraction soit sur 10 cc d'huile).

Dans le cas des graisses on pèse 3 à 5 gr qu'on dissout dans la benzine-alcool (neutre).

Il arrive qu'on doive différencier l'acidité due aux acides gras et aux acides minéraux. Pour cela on sépare en deux le liquide alcoolique. Sur une portion on dose l'acidité totale—l'autre est évaporée presque complètement, on ajoute un à deux cc d'acide chlorhydrique dilué puis du chlorure de baryum à 10%—le précipité de sulfate de baryte est filtré—calciné—pesé—calculé en acide sulfurique. Ce chiffre retranché de l'acidité totale donne l'acidité due aux autres acides qu'on peut exprimer en acide oléique.

La présence du sulfate de soude peut se confondre avec l'acide sulfurique, on détermine le sulfate sur les cendres de l'huile avant de conclure.

Dosage de l'Acide gras libre dans les lubrifiants *contenant des savons.*

On recherche d'abord la chaux libre, si le résultat est négatif, on chauffe au réfrigérant à reflux;

10 gr de graisse avec 50 du mélange neutre—9 parties d'essence (0,700) 1 alcool absolu—les graisses se dissolvent totalement si elles ne contiennent pas de charges artificielles, s'il existe de l'insoluble—on filtre et lave à chaud avec le solvant. On met dans un entonnoir à décantation—on ajoute 30 cc d'alcool *à 50%* neutralisé (l'alcool dilué facilite le virage de l'indicateur)—on titre en agitant et en chauffant plusieurs fois avec la soude alcoolique N/10 (phénolphtaléine indicateur). Quand la couche inférieure reste rose le titrage est terminé.

Si on redoute la présence de sels formant des hydrates alcalins (Zn, Al...) on lave à l'eau avant de titrer. Il est prudent de rechercher les bases avant de préparer le titrage.

Huiles contenant des phénols et acides carboxyles. Ces corps ne sont pas titrés par les méthodes ordinaires.

Les phénols sont solubles dans la soude, les acides carboxylés dans le carbonate de soude.

a) On extrait d'abord les acides carboxylés par agitation avec une solution de carbonate de soude à 10%—puis on libère les acides par H_2SO_4 étendu—on lave à l'éther—la solution éthérée contient les acides—on la lave à l'eau—on sèche sur sulfate de soude—on filtre—on évapore—le résidu donne par calcul le % d'acides carboxylés.

On caractérise les phénols par la réaction qu'on obtient en présence de perchlorure de fer en solution aqueuse: *coloration violette*. Le lubrifiant débarrassé des bases et acides carboxylés est agité avec une lessive de soude à 5% jusqu'à ce qu'un échantillon acidifié par H_2SO_4 étendu reste clair.

On précipite les phénols dans la solution alcaline par H_2SO_4 étendu ou par un courant de CO_2—la couche huileuse qui surnage les contient—on lave plusieurs fois à l'eau pour enlever l'acide ajouté et les sels—on extrait les phénols de la couche huileuse

et des eaux de lavage par l'éther—on sèche au sulfate de soude—on filtre—on évapore—on pèse.

Quand le corps renferme des acides gras aliphatiques on les sépare par un relagage au sel marin.

On peut titrer les acides gras et naphténiques en présence des phénols, car ces derniers ne donnent pas la réaction acide avec la phénolphtaléine, on a une coloration rouge immédiatement avec l'alcali.

Distinction des acides naphténiques et gras.

On fait un savon alcalin soluble dans les acides—on dissout dans l'eau—on ajoute une solution à 10% de chlorure de magnésium—on fait bouillir—on filtre—on concentre au B-M—on décompose par quelques gouttes d'HCl—si séparation de matière blanche on a des acides naphténiques. Un sel de fer de ces acides donne avec l'éther de pétrole une coloration rouge brun.

Ces acides avec un volume d'H_2SO_4 concentré et ½ volume de formol à 40% donnent des *formolites* peu solubles dans l'éther, dans les mêmes conditions les acides gras donnent des produits solubles.

Signification de la réaction. Acides minéraux libres: raffinage mal fait—acide organique libre: dans beaucoup d'huiles de pétrole (ac. naphténique), dans celles venant des goudrons (ac. phénique), dans toutes les huiles animales et végétales.

Moins de 0.01% d'acide libre en SO_3 permet de dire que l'huile est pure, à moins d'exigence spéciale.

Alcalis: lavage insuffisant ou savons alcalins ajoutés comme épaississant ou émulsionnant.

17. Degré de Raffinage

Les huiles bien raffinées sont transparentes et ne laissent pas de dépôt au repos ou par suite de changements de température (congélation exceptée).

On aura toujours une idée de cette qualité en laissant l'échantillon en bouteille reposer au moins 24 h. avant l'analyse.

Les épreuves: de réaction—*cendres*—attaque des métaux—permettent de juger assez rapidement. Les bonnes huiles ne renferment pas d'eau, de résine, de sulfate de soude, de savons dissous, de naphtaline.

Pour les savons, graisses consistantes, il est bien entendu que la question de raffinage ne se pose pas de la même façon.

On attachera ici plus d'importance à l'analyse des cendres et à l'action de la graisse chaude sur les métaux.

Le degré de raffinage est donc plutôt une résultante de plusieurs épreuves. L'analyste pourra commenter dans ses conclusions et donner son appréciation.

18. Eau

Humidité—Sédiments

La présence d'eau dans la plupart des cas, est accidentelle et due aux récipients ou à une conservation dans des endroits mal appropriés. Pour les lubrifiants à frottement elle n'est pas très dangereuse. Elle se sépare facilement des huiles claires, très difficilement dans les huiles épaisses et mélangées (émulsions) elle est normale dans les liquides pour outils et dans certains savons lubrifiants.

Qualitativement on peut reconnaître la présence d'eau au moyen de sulfate de cuivre déshydraté par chauffage, il perd sa couleur blanche pour redevenir bleu en présence d'eau.

Déterminations. 1) dans les liquides.

"*a*) *Par distillation* (300.11) avec un solvant.

"Appareil: Flacon à distiller en verre (pyrex) à col court et fond rond, capacité 500 cc chauffé par un bec à gaz—plaque électrique ou bain de glycérine ou huile. Le condensateur à reflux en verre doit avoir au moins 400 mm (15″¾) de long, un diamètre intérieur de 12 à 16 mm (½ à ⅝″). Le bout du tube intérieur sera terminé en sifflet et à angle d'environ 60°. Le tube receveur en verre, comprend deux parties verticales, l'une d'un diamètre plus petit reliée à l'autre par un coude. La partie supérieure est

ouverte pour recevoir un bouchon troué dans lequel passera l'extrémité du condenseur, l'autre partie est fermée et divisée sur 10 cc en 0,1.

Solvant: la gazoline ou essence de pétrole (exempts d'eau) le xylol, le toluol."

"La prise de l'échantillon total doit être soignée et l'analyse porter sur l'échantillon moyen."

"*Mode opératoire.* L'échantillon doit contenir moins de 10% d'eau; s'il en contient davantage, on réduira la quantité en opération. On introduit 100 cc ou mieux 100 grammes dans le flacon en évitant toute perte et on lave avec 100 cc du solvant choisi. On ajoute quelques morceaux de pierre ponce ou de porcelaine."

"Le flacon, le réfrigérant et le tube receveur sont reliés ensemble par de bons bouchons exempts d'humidité. On chauffe régulièrement en évitant la mousse et de telle façon que les gouttes d'eau tombent à raison de 2 à 5 par seconde."

"On distille jusqu'à absence de trace d'eau visible dans l'appareil. On augmente la chauffe sur la fin de l'opération. Durée moins d'une heure."

"L'eau se sépare du solvant facilement."

"Le volume d'eau condensée mesuré à la température de la pièce multiplié par 100 et divisé par le volulume de l'échantillon donne le % d'eau par volume (ou poids.)"

"Une deuxième détermination ne doit pas donner de résultat différant de plus d'une division du tube receveur."

"Quand on use du xylol ou toluol des gouttelettes d'eau se forment dans le solvant; on les pousse au fond avec une baguette de verre. On peut maintenir le tube dans l'eau chaude pour faciliter la séparation."

"*b*) *Par centrifugation.* (300.41). Les déterminations comme la prise de l'échantillon doivent être très soignées."

"*Appareil.* La centrifugeuse doit pouvoir recevoir

des tubes longs ou courts de 125 cc. Le diamètre d'une extrémité à l'autre des tubes horizontaux doit être de 381 à 431 mm (15 à 17″)—vitesse de rotation 1500 r.p.m. ou l'équivalent en employant la formule."

"Rpm = $1500\sqrt{\frac{16}{d}}$ d, diamètre, bout des tubes horizontaux."

"Les tubes gradués en verre peuvent recevoir un bouchon."

"Capacité totale 125 cc. La graduation doit être distincte partir du bas du tube et disposée comme suit:

	De	Division	Erreur limite	Chiffres
cc	0–3	0,1	0,05	1– 2– 3
	3–5	0,5	0,2	4– 5–
	5–10	1,0	0,5	6– 8–10
	10–25	5.0	1.0	15– 20–25
	50–100	50.0	1.0	50–100

"Tubes longs: 22 mm (7/8″)—courts 16,5 mm (21/32″)."

"Un bain marie d'eau ou d'huile doit pouvoir immerger les tubes jusqu'à la marque 100."

"*Mode opératoire.* Mesurer exactement 40 cc de benzol à 90% dans deux tubes et introduire 20 cc d'huile dans chaque. Boucher—agiter vigoureusement jusqu'à mélange complet.

"Introduire les deux tubes dans deux supports opposés de la centrifugeuse et tourner 10 minutes à 1400–1500 tours par minutes ou son équivalent. Lire le volume de l'eau dans le fond des tubes à 0,1 cc près. Répéter la centrifugation chaque fois 10 minutes jusqu'à ce que trois lectures donnent le même chiffre."

"Résultat obtenu généralement après quatre opérations."

"Le volume lu permet de calculer le % d'eau dans l'échantillon."

"*Eau et sédiments* par centrifugation (300.3)"

"Mêmes appareils et tubes que précédemment."

"*Mode opératoire.* Mesurer exactement 50 cc de benzol à 90% dans deux tubes et introduire 50 cc d'huile dans chaque. Boucher—agiter vigoureusement jusqu'à mélange complet. Immerger pour 10 minutes au bain-marie à 37,5° (100°F). Centrifuger 10 minutes à 1400–1500 tours par minute. Lire à la base des tubes le volume Eau et Sédiments."

"Répéter la centrifugation chaque fois 10 minutes jusqu'à ce que trois lectures donnent le même chiffre. (Généralement quatre opérations.)"

"Le volume total eau et sédiments estimé à 0,1 cc totalisé pour les deux tubes donne le % cherché. (On peut lire les deux volumes séparément Eau plus Sédiments et estimer leur %.) La méthode est assez précise à 0.2 près quand toutes les précautions ont été observées."

"*Sédiments.* (300.2)."

"*Appareils.* Vase poreux en alundum de 25 mm (1″) de diamètre et 68 mm (2¾″) de haut, pesant entre 15 et 17 gr. Appareil d'extraction: tube d'étain enroulé en torsade à l'intérieur duquel peut circuler un courant d'eau froide. Ce dispositif placé au dessus du vase poreux. Les extracteurs à siphon ne doivent pas être employés."

"*Mode opératoire.* Environ 10 grammes de l'échantillon sec sont introduits dans le vase à plus ou moins 0,01 gramme. On extrait avec du benzol à 90% jusqu'à ce que les gouttes tombent inocolores. Le vase est séché 1 heure à 105° C et pesé à plus ou moins 0,001 gr. On répète l'opération jusqu'à poids constant. On obtient le poids des sédiments qu'on évalue en %."

"Le taux d'extraction doit se faire de telle sorte que le mélange huile et benzol ne dépasse pas 8 mm (¼″) du haut du vase poreux."

Dosage de l'humidité dans les graisses ne contenant pas de matières volatiles.

Peser exactement 50 gr du corps—chauffer à

110°C 1 heure en agitant avec une baguette en verre—élever à 125°C maintenir 2 h.—refroidir—peser. La différence est le poids de l'eau. Elle ne doit pas dépasser 0,5% sauf indication spéciale.

Cette méthode n'est pas applicable aux huiles de résine.

Les émulsions sont distillées avec du xylol ou le toluol.

Ammoniaque. Tenir compte de l'ammoniaque (R de Nessler) qui peut passer à la distillation provenant du savon d'ammoniaque ou de l'alcali libre. Quand la proportion d'ammoniaque est forte, il faut doser par un acide, colorimétriquement ou par la densité du mélange et rectifier la teneur en eau. Par exemple une distillation ayant fourni 10 cc d'eau contenant 10% d'ammoniaque contient seulement 8,64 gr d'eau pure. La densité d'une solution d'ammoniaque à 10% est de 0,96. Les 10 cc de liquide correspondent à 9,6 gr. Il y a donc 0,96 d'ammoniaque dissous dans l'eau 9.60—0,96=8,64 d'eau.

Alcool. Si le corps contient de l'alcool (il faut s'en assurer, réaction de l'iodoforme) on prend la densité du mélange eau-alcool passé à la distillation.

19. Cendres

Les huiles pures sont à peu près exemptes de cendres. Il n'en est pas de même des huiles mal raffinées, de celles falsifiées avec des savons alcalins ou métalliques, des graisses consistantes, des savons lubrifiants. Le dosage des cendres est important pour rechercher une falsification ou connaître de quoi un corps est constitué.

On opère dans une capsule en platine ou en quartz (vitreosil) d'assez grande dimension, et tarée—20 ou 30 grammes du corps sont mis à brûler en commençant à chauffer au bec Bunsen. Dès que les vapeurs s'enflamment on laisse la combustion se continuer (sous une hotte) quand on a un résidu charbonneux on porte au rouge dans un four jusqu'à combustion

complète. On laisse refroidir—on pèse. L'augmentation de poids représente les cendres qu'on calcule en % de l'échantillon.

On peut identifier la soude, la potasse, la chaux, l'aluminium. Si le résidu est fortement alcalin on est en présence d'un savon alcalin soluble (potasse ou soude) ou insoluble (chaux) l'alumine indique un oléate d'aluminium pour épaissir.

Les huiles devant travailler à très haute température et en vase clos ne doivent pas laisser de cendres appréciables.

Le résidu de cendres doit être identifié pour savoir s'il est dû à un raffinage incomplet ou à une adultération. On cherche surtout: soude—potasse—chaux—aluminium—plomb—(dans le cas où les huiles contiendraient du plomb tétraéthyle)—du fer (dans le cas où les huiles contiendraient du fer carbonyle, venant de l'emploi d'essence ou gazoline antidétonante pour diluer.)

20. Combustion

Chaleur de combustion

La combustion des lubrifiants en atmosphère d'oxygène dans la bombe calorimétrique, offre peu d'intérêt. Cependant on peut déterminer approximativement par la bombe si on est en présence d'un corps gras d'origine minérale ou bien végétale ou animale.

Les chaleurs de combustion sont dans les limites suivantes:

	Calories par gr (volume constant)
Pétrole brut (crude oil)	11.000
Pétrole résidu (mazout, fuel oil)	10.833
Paraffine	11.140
Glycérine	4.316
Acide stéarique	9.374
Suif	9.500
Huile de coton	9.500
Huile de ricin	8.800

C'est-à-dire que les produits du pétrole riches en carbone et surtout en hydrogène ont un pouvoir calorifique plus élevé que les graisses huiles animales et végétales.

21. Perte volatile

Les huiles renfermant des *hydrocarbures* commencent à se volatiliser à des températures souvent basses, en tous cas bien avant leur décomposition puisqu'elles peuvent distiller. Les autres huiles au contraire commencent à se volatiliser à une température voisine de leur décomposition.

Principe de l'essai. On chauffe à température constante pendant un temps déterminé. On pèse avant et après, la différence donne la perte volatile dans les conditions de l'essai. (Ne pas atteindre le point de l'inflammation.)

Pour les huiles devant servir aux températures normales, on fait l'essai à 100°C ; pour les autres, entre 150 et 300.

La plupart du temps les conditions de l'essai sont mentionnées dans les Cahiers des Charges. Exemple : 2 à 5 h. 100, 120, 180, 200°C.

La température étant prise ou bien dans l'air de l'étuve ou dans l'huile. Ce point est important. On chauffe dans des creusets en porcelaine emplis au trois-quarts de leur capacité.

On peut employer l'étuve ou des bains liquides (Appareil Holde). Exemple.

	Point d'ébullition
Solution aqueuse de sel marin à 35,8% :	107
Toluène	111
Aniline	184
Nitrobenzine	209
Diéthylaniline	216
Anthracène	343

On condense les vapeurs, fixe le niveau du liquide constant et prévient leur inflammation par une boîte métallique ou en employant *le chauffage électrique.*

La chaleur du bain est transmise au creuset par un bain de glycérine (entre 100 et 200°C) ou huile à cylindre (entre 200 et 300).

La température de l'huile à essayer est un peu plus basse.

Ex: pour 107 (sel)..... 100
" 209..... 193 à 195
" 343..... 305 à 310

Si on plonge le thermomètre dans l'huile à essayer on l'essuie avec du papier mince qu'on pèsera ensuite avec l'huile. La pesée se fera après refroidissement et maintient 30 minutes dans un exsicateur.

Pour les températures élevées, on peut employer un four électrique bien réglé et surveillé.

Plus la température d'usage est élevée, moins l'huile doit perdre par volatilisation.

22. Saponification

Méthode 540.1

L'indice de saponification est le nombre de mmg de KOH nécessaires pour saponifier 1 gr d'huile.

"Solutions":

"1. Potasse alcoolique. Dissoudre 58 gr d'hydrate de potassium anhydre (purifié par l'alcool) dans 500 cc d'alcool éthylique à 95%. Laisser déposer dans un endroit sombre. Décanter la solution claire—filtrer le reste sur amiante et compléter à 1000 avec le même alcool." Laisser au repos 20 h. avant de titrer.

"2. "Alcool." Purifié avec oxyde d'argent."

"Dissoudre 1,5 gr de nitrate d'argent C.P. dans environ 3 cc d'eau ajouter à 1 litre d'alcool dans une bouteille à bouchon émeri—agiter. Dissoudre 3 gr d'hydrate de potassium dans 10 à 15 cc d'alcool chaud. Refroidir—ajouter lentement dans la solution alcoolique précédente et remuer doucement. Laisser le précipité d'oxyde d'argent déposer—siphoner le liquide clair et distiller au bain-marie."

3. "Solution ½ normale d'acide chlorhydrique."

4. "Indicateur: phénolphtaléine à 1% dans alcool à 50%."

"Appareils: Flacon à gros goulot pour extraction ou Erlenmeyer de 250 à 300 cc relié à un condensateur par un bouchon en liège. Chauffage par électricité."

"Détermination à blanc" A faire en double.

"Mesurer *exactement* dans le flacon 25 cc de solution de potasse alcoolique avec une pipette calibrée. Essuyer l'extérieur avec un papier filtre propre avant d'introduire dans le flacon—rincer avec 25 cc d'alcool neutre."

"Avec une burette standard le temps mis doit être de 60 secondes pour emplir et vider. Relier le flacon avec le condensateur. Bouillir trois heures."

"Avant de démonter, laver le condensateur avec quelques cc d'alcool neutre. Si on a employé un appareil Soxhlet on doit laver dans le ballon."

"Traiter à chaud avec N/2 HCl et 3 gouttes de phénolphtaléine." Le nombre de cc de N/2 HCl représente la force de la potasse alcoolique."

"*Mode opératoire.*

"Pour les huiles et graisses pures employer 2 à 3 gr, pour celles contenant plus de 30% d'huiles grasses, 5 gr et celles renfermant moins de 30% environ 10 gr."

"Peser exactement, par différence, dans le flacon. Ajouter 25 cc de potasse alcoolique et 25 cc d'alcool neutre comme pour l'essai à blanc. Relier au condensateur et bouillir trois heures."

"Titrer à chaud avec N/2 HCl. Calculer l'indice de saponification par la formule en se servant de la différence de cc d'alcali obtenus avec la moyenne des essais à blanc."

Indice de saponification = *différence, cc* x *28,05*.

Poids de l'Huile en Grammes

"Dans le cas des huiles à cylindre épaisses on dilue avec 50 cc d'éther de pétrole. On emploie l'extracteur

Soxhlet à joint rodé et alors on doit user la quantité d'éther de pétrole nécessaire pour assurer le siphonage."

"Le % d'huile ou graisse dans un composé à hydrocarbures peut être calculé connaissant l'indice de saponification du produit et la nature du corps gras."

$$\%\text{d'huile grasse} = \frac{100 \times \textit{indice de saponification du composé}}{\textit{indice de saponification de l'huile}}$$

Huile	Indice de saponification
Lard	192–198
Suif	193–198
Pied de boeuf	193–204
Poisson	140–193
Spermacéti	120–140
Ricin	176–187
Colza	170–179
Soja	189–197
Arachide	186–197
Coton	191–197
Colza soufflée	195–216
Coton soufflée	210–225
Dégras	110–210

"L'indice de saponification des huiles pour mélange doit être de 195. En dessous, le manufacturier fera une déclaration indiquant la nature du corps et son indice de saponification pour permettre la vérification."

Nota.— Pour les huiles très foncées on emploie comme indicateur 3 cc de solution alcoolique à 2% de bleu alcalin G B, on titrera jusqu'au bleu.

Exemple de calcul.
Substance 10 gr.
Essai à blanc, moyenne 46 cc HCl N/2.
Titrage de l'échantillon 43 cc HCl N/2
Différence 46 − 43 = 3 cc équivalent à la potasse employée pour saponifier.
Titre de HCl N/2 1 cc = 28,05 mmg de KOH

Indice de saponification $\frac{3 \times 28,05}{10} = 8,41$

Si on a dans l'huile minérale d'indice 0 une huile d'indice moyen de 185 on calcule le % d'huile ajouté

$$\frac{8,41 \times 100}{185} = 4,54\%$$

Si l'huile à essayer renferme des acides libres il faudra déduire de l'indice de saponification la quantité de KOH en mmg nécessaire pour les neutraliser. On obtiendra alors la quantité de graisse neutre.

Quand on trouve de la graisse de suint qui épaissit l'huile minérale (odeur particulière) on prendra 105 comme indice de saponification.

Matières saponifiables

Dans certains lubrifiants on peut avoir à déterminer la quantité des matières saponifiables. L'indice de saponification ne donnant pas exactement *la quantité* de matières saponifiables.

Méthode de Armani et Rodano.

On met 5 gr de lubrifiant dans un ballon—on saponifie par la potasse alcoolique (12 gr de KOH dans 100 gr d'alcool) — le ballon plonge dans de l'eau bouillante et un réfrigérant à reflux le surmonte (un entonnoir à longue tige peut faire) durée 30 m.— on évapore l'alcool—on verse dans un séparateur où on introduit les liquides de lavage du ballon (alcool puis éther)—on ajoute de l'éther pour dissoudre l'huile non saponifiée—on évite l'émulsion qui se forme avec l'éther et la solution alcaline en ajoutant quelques gouttes de phénolphtaléine et de l'acide acétique jusqu'à coloration rose. Les deux couches se séparent bien—on enlève la couche aqueuse—on lave à l'eau jusqu'à réaction neutre—quand la couche éthérée se trouble on lui ajoute un peu d'alcool et d'éther—on filtre—on sèche—on évapore l'éther dans un bain d'eau en faisant passer un courant d'air dans le ballon. Le résidu représente les parties non sapo-

nifiées ou × par 20 et en soustrayant de 100 on a le % de graisses saponifiables. C'est un dosage par différence

23. Oxydation

On distingue:

1°. L'absorption de l'oxygène en grande surface;

2°. L'oxygène dissous dans l'huile.

Pour les hydrocarbures l'absorption est faible, même à chaud (100°C) pour les autres elle est importante.

Ex. (à 100)

1 gr d'huile de spermacéti absorbe 14 à 25 cc d'O.
1 gr d'huile d'olive absorbe 3 à 34 cc d'O.
1 gr d'huile colza absorbe 45 à 50 cc d'O.
1 gr d'huile coton absorbe 69 cc d'O.
par contre 1 gr d'huile paraffine (3 h.) absorbe 2,4 cc d'O.

1. Dosage. 0,3 gr d'huile sont incorporés avec 1 à 2 gr de pierre ponce calcinée—placés dans un tube de 30 à 40 cm de long et 20 à 30 mm de diamètre—on scelle à la lampe—on chauffe 3 heures au bain-marie à 100 le tube plein d'air ou d'oxygène pur. On laisse refroidir—on brise sous l'eau ou le mercure et on mesure l'absorption d'O—on rapporte le volume à 760 mm.

2. Pour les huiles de compresseurs la présence de gaz peut être importante.

Dosage. Dans un ballon à fond rond de 500 cc on met 200 gr d'huile—par une tubulure d'amenée on fait passer du gaz carbonique jusqu'à ce que par le tube de sortie le gaz CO_2 soit absorbé par une lessive de KOHd =1,32, placée dans un eudiomètre. Cela chasse complètement l'air au dessus de l'huile. Le tube d'arrivée du gaz est alors introduit jusqu'au fond dans l'huile qui est chauffée à 100—150°C. On arrête quand il n'arrive plus dans la cloche que du CO_2 lequel s'absorbe complètement dans la lessive, Après 24 h. on fait passer le gaz dans une burette de

Hempel, puis on détermine son volume; on amène dans une autre burette de Hempel renfermant une solution alcaline de pyrogallol. On ramène le gaz non absorbé dans la première burette, on détermine son volume. La différence donne l'oxygène libre dans 200 gr d'huile.

On ramène à la pression normale soit v volume lu à pression p et t

$$Vo = \frac{p.\ v}{760\ (1+\alpha t)}$$

$$\alpha = \frac{1}{273}$$

Les huiles de compresseur renferment 4 à 5 cc d'air soit 0,7 à 1,4 d'O libre par 100 gr (Holde).

24. Action de la Chaleur

L'examen de l'action de la chaleur peut apporter quelques données dans l'analyse des lubrifiants.

La présence d'eau se manifeste souvent lorsqu'on fait chauffer un corps gras qui en contient, par des crépitements, de la mousse assez persistante, des projections avec petites explosions; parfois quand on arrête le chauffage, après repos on trouve l'eau au fond du récipient, l'émulsion étant détruite. La distinction entre huiles minérales et huiles fixes (végétales et animales) se manifeste à la combustion. Les premières chauffées distillent et s'épurent graduellement sans se décomposer ni sentir autre odeur que celle de pétrole si elles en sont dérivées, ou le phénol si elles viennent de la houille.

Les huiles fixes ne peuvent supporter la chaleur sans se décomposer, la glycérine qu'elles renferment donne naissance à un aldéhyde: l'acroléine, âcre et piquant pour les yeux. L'acide oléique chauffé a une odeur nauséeuse désagréable. Les huiles de poissons sentent leur origine, facilement à chaud. Les savons se décomposent et les graisses libérées

sentent mauvais en brûlant (odeur d'acroléine, de poisson, fade).

La colle manifeste sa présence par une odeur de corne brûlée (m. azotée).

L'ammoniaque se dégage rapidement et sent. Les huiles sulfonées sentent le soufre; à la combustion dans un endroit sombre on aperçoit vers la fin une flamme bleue mobile à la surface.

Essai. Faire brûler lentement quelques gouttes du lubrifiant sur une lame de platine propre. Ou, dans une capsule à fond plat en quartz; chauffer, laisser tomber quelques gouttes d'huile froide.

Stabilité à la chaleur sous pression.

Importante pour les lubrifiants devant travailler en vase clos (moteurs à explosion, ou à haute température).

Appareil. a) Cylindre d'acier, capacité 1500 cc, analogue à ceux employés comme tube à oxygène éprouvé pour une pression de 3000 lb. au pouce;

b) A une extrémité est fixé un tube creux pénétrant l'intérieur du cylindre pour recevoir la tige d'un thermomètre en borosilicate gradué en degrés jusqu'à 550°C;

c) A l'autre extrémité est une tige munie d'un manomètre allant à 200 atmosphères;

d) Une rampe à gaz.

Les joints seront faits avec le mélange parties égales litharge, glycérine, oxyde de cuivre. Durant le chauffage on mettra un revêtement d'amiante pour maintenir la chaleur sur la partie non exposée au feu.

Mode opératoire. 400 cc d'huile à la température de 18°C environ sont introduits dans le cylindre—on ferme—on lute—on chauffe à 425°C environ—. On maintient exactement 15 minutes—on note la pression à ce moment—on refroidit rapidement à l'eau—on vide.

On pratique l'examen de l'huile.

Distillation fractionnée—densité aux différentes

températures—résidu de brai—l'acidité de l'huile recueillie. (On décèle alors la présence de petite quantité d'huiles animales ou végétales.)

L'huile qui résiste le moins à cette épreuve est considérée comme inférieure.

25. Corrosion

L'action des lubrifiants sur les métaux est à considérer. Ils ne doivent aucunement attaquer les surfaces et eux-mêmes, en présence de vapeur d'eau ou à chaud ne doivent subir aucune transformation, le métal agissant comme catalyseur si l'huile l'attaque. Les acides et composés sulfurés sont le plus à redouter.

Action des huiles sur métaux.

A. Huiles

Nom	Pas d'action sur	Le moins d'action sur	Le plus d'action sur
Coton	.....	Plomb	Etain
Saindoux	.....	Zinc	Cuivre
Minérale	Zinc	Cuivre	Plomb
Olive	.....	Etain	Cuivre
Colza	Cuivre et étain	Fer	Cuivre
Phoque	.....	Cuivre	Cuivre
Spermacéti	.....	Bronze	Zinc
Suif	.....	Etain	Cuivre
Baleine	Etain	Bronze	Plomb

B. Métaux sur les huiles

Bronze	Colza	Phoque	Olive
Cuivre	Minérale	Spermacéti	Suif
Fer	.....	Phoque	Suif
Plomb	.....	Olive	Baleine
Etain	Colza	Olive	Coton
Zinc	Minérale	Saindoux	Spermacéti

Huiles à machine et wagons.

Pour ces lubrifiants bien raffinés à base d'hydrocarbures, l'attaque est inappréciable sur les parties métalliques ordinaires.

Essai. On prend des plaques d'un poids connu des métaux à considérer, mesurant environ 30 mm × 30 mm × 3 mm d'épaisseur ou moins. On immerge dans l'huile à l'abri de l'air à 20° ou 50°C. Au bout d'une à quatre semaines on note les altérations. Si une attaque est visible on pèsera la plaque après nettoyage à l'éther et essuyage.

Les lubrifiants contenant des acides naphténiques attaquent les métaux: fer, étain, cuivre, zinc, plomb, surtout. Pas l'aluminium.

Les acides gras et naphténiques n'attaquent pas l'aluminium en présence de traces d'eau avant 300°C. Sans eau, l'attaque est rapide.

Huiles pour cylindres à vapeur. Essai. 20 à 30 gr d'huile sont placés dans une capsule solide (agate ou vitreosil) on recouvre d'une plaque de fonte mesurant 30 × 30 × 3 mm polie et pesée. Le tout est mis dans un autoclave à vapeur pouvant donner environ 10 atmosphères (180°C). On chauffe 4 à 6 heures. Après refroidissement on essuie et on pèse la plaque. La différence de poids indique le pouvoir d'attaque de l'huile. On peut doser l'acidité de l'huile, les acides gras étant libérés si une huile fixe est présente. (Il peut arriver que les acides gras soient combinés à l'état de savon de fer.)

Cet essai est surtout important quand on emploie les huiles fixes. Les huiles minérales supportent assez bien la vapeur sous pression.

Il est bien évident que si le lubrifiant doit être employé en contact avec un métal nouveau ou un alliage il faut déterminer s'il subit une attaque. En général ce sont les acides gras libres qui occasionnent la corrosion.

26. Soufre

Le soufre peut être à l'état colloïdal et provenir de pétroles bruts insuffisamment raffinés ou dans les corps gras animaux et végétaux être à l'état de sulfure

venant du sulfure de carbone souvent employé pour l'extraction des corps gras fixes lubrifiants.

Method 520.21 (Sulphur in fuel oil).

Cette méthode peut être appliquée aux lubrifiants.

Appareil.

1. "Bombe à oxygène d'une capacité d'au moins 300 cc ne perdant pas de gaz à haute température ou pression et pouvant être facilement vidée. Les surfaces internes doivent résister au gaz de combustion sans attaque.

Les autres parties ne doivent pas apporter de soufre par décomposition ou en fixer par combinaison.

2. Une capsule en platine ou silice glacée d'une capacité entre 2,5 cc et 5 cc.

3. Avec une capsule en platine, le fil fusible doit être en platine, dans les autres cas il peut être en platine ou en fer (N° 35 B and S calibre, 0,005 de pouce).

4. L'eau distillée et les réactifs seront vérifiés pour l'absence de soufre. Si l'essai est positif, on fera une expérience à blanc pour déterminer la valeur de la correction.

La solution de chlorure de baryum contient 100 gr de $BaCl_2\ 2H_2O$ par litre."

Mode opératoire.

"20 cc d'eau distillée sont placés dans la bombe. 0,6 à 0,8 gr d'huile à éprouver sont placés dans une capsule tarée, le tout pesé à $\pm 0{,}002$ gr. La capsule est placée en position dans la bombe, le dispositif d'allumage réglé, la bombe fermée.

On admet l'oxygène lentement suivant les indications de pression du tableau:

Capacité de la bombe en cc.	Pression minimum en atmosphères
300 à 350 cc.	40
350 à 400	35
400 à 450	30
450 à 500	27,5
au dessus de 500	25

"Les fils du circuit sont reliés, la bombe introduite dans son bain d'eau froide et allumée. On laisse dix minutes, on ouvre la valve pour laisser échapper le gaz et tomber à la pression atmosphérique en au moins 1 minute. La bombe est ouverte et toutes ses parties intérieures rincées avec un jet d'eau distillée. Toutes les eaux de lavage, environ 350 cc sont recueillies dans un beaker. On fait bien attention de ne pas perdre la moindre quantité d'eau. Les eaux sont filtrées sur un filtre lavé. Le filtré lavé. Au filtré on ajoute 2 cc d'HCl concentré et 10 cc d'eau de brome saturée. La solution est évaporée à environ 75 cc sur un bain-marie ou plaque chauffante électrique. 10 cc de solution chaude de chlorure de baryum sont ajoutés goutte à goutte, on agite et prolonge l'agitation deux minutes. On laisse déposer la nuit, on maintient chaud une heure puis on laisse déposer une heure."

"Le liquide surnageant est filtré sur un filtre sans cendres et le précipité lavé avec de l'eau après décantation et ensuite sur le filtre jusqu'à ce qu'il soit exempt de chlorures. Le filtre et le précipité sont placés dans un creuset taré, on sèche à basse température, le tout est incinéré (sans faire brûler le papier) au rouge jusqu'à couleur blanche du précipité. On peut placer directement le creuset dans un four électrique froid et mettre le courant. Le travail s'effectue à l'allure recommandable."

"Après complète incinération, le creuset est refroidi à la température ordinaire sans l'emploi d'exsicateur et pesé. De l'augmentation de poids du creuset on calcule le % de soufre."

$$\% \text{ de soufre} = \frac{\text{gr de Ba } SO^4 \times 13{,}734}{\text{gr d'huile employée}}$$

"Une deuxième détermination doit être exacte à $\pm 2\%$ de soufre." On peut avoir à rechercher les sulfures dans les lubrifiants. On peut employer la méthode de E. Millian.

Deux procédés.

1. A l'acétate de plomb.

Saponifier dans un Erlenmeyer 25 gr d'huile par 10 cc de KOH en solution aqueuse concentrée pour saponifier à froid (20°C). On agite jusqu'à obtention d'une masse pâteuse. On laisse reposer à froid 30 m. Le savon est mis en solution dans l'eau tiède pour former environ 150 cc.

On ajoute un peu de bicarbonate de soude, on ajoute 20 cc d'HCl pur pour libérer l'acide sulfhydrique—on bouche par un papier humidifié avec de l'acétate de plomb. Si le papier noircit il y a au moins 0,5% de sulfure dans l'huile. La coloration est un peu proportionnelle au %. Si l'huile a été chauffée avant à 130°C la réaction est nulle.

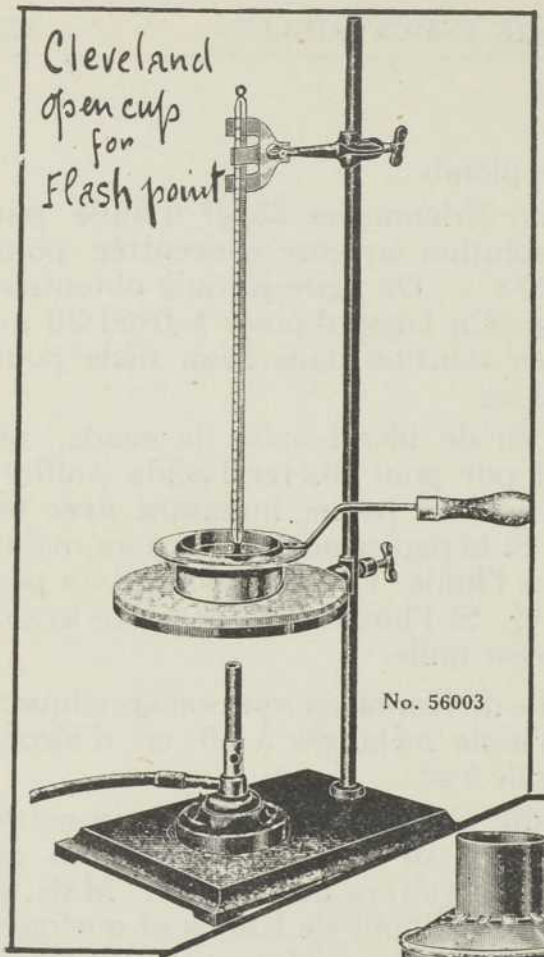
2. Procédé à l'huile de Kapok en solution amylique. On distille 50 cc d'huile mélangés à 10 cc d'alcool amylique—on recueille 5 cc.

Ce distillat chauffé en tube scellé au bain-marie bouillant ne donne pas de coloration même si on ajoute du soufre ou du sulfure de carbone. Mais si à 4 parties on mélange 1 d'huile de Kapok et quelques centigrammes de soufre en poudre, au bain-marie en tube scellé on *obtient une* coloration: l'huile renfermait 1 pour 1000 de sulfure. On emploie de l'huile de Kapok neutralisée par 10% de lessive de soude à 22.B.

La réaction n'a pas lieu si l'huile a été chauffée à 130°C.

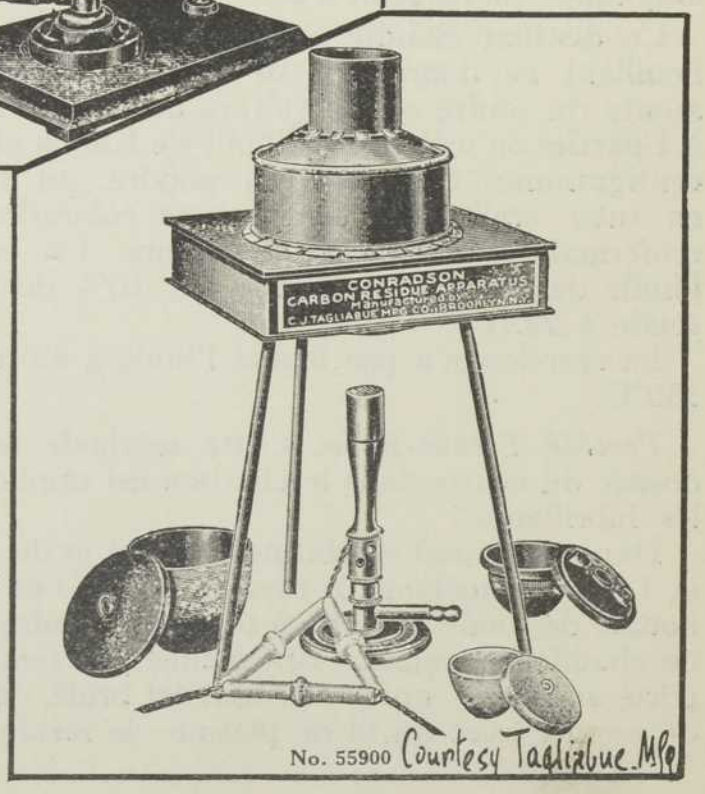
Procédé Eschka-Rothe. Cette méthode servant au dosage du soufre dans le charbon est applicable pour les lubrifiants.

Dans un creuset en platine on met 1 gr de substance et 1,5 gr du mélange 2 parties de MgO et 1 de carbonate de soude anhydre à teneur en soufre connue—on chauffe, le creuset étant incliné. Le fond doit être porté au rouge—après 1 h. tout est brûlé, on a eu soin de remuer avec un fil de platine—le résidu est porté



8 et 9

POINT D'INFLAMMATION
POINT DE COMBUSTION



27.- RÉSIDU DE CARBONE

dans un beaker avec quelques cc d'eau de brome, puis de l'eau et de l'acide nitrique étendu—on fait bouillir pour chasser le brome—on filtre—on précipite le soufre à l'état de sulfate de baryte et on dose.

27. Résidu de Carbone
(Méthode Conradson)
500.11

Appareils.

a) "Creuset en porcelaine glacée de forme large 25 à 26 cc, 46 mm (1 13/16″) de diamètre.

b) Creuset en fer Skidmore 45 cc (1½ onces) 65 mm de diamètre et 37 à 39 mm (1½″) de haut avec un couvercle, sans tube mais avec un trou d'évent.

c) Creuset en fer forgé avec couvercle d'environ 180 cc, 80 mm (3 5/32″) de diamètre et 50=60 mm (2 9/32″ à 2 23/64″) de haut. On place dans le fond une couche de sable d'environ 10 mm (25/64″) d'épaisseur sur laquelle on place le creuset b de telle façon que le couvercle de c touche celui de b.

d) Triangle en terre de pipe disposé pour que la flamme circule tout autour du creuset.

e) Coiffe faisant cheminée en tôle de fer ou feuille d'amiante d'environ 50 à 62 mm (2 à 2½″) de haut 54 mm (2⅛″) de diamètre pour répartir la chaleur uniformément pendant l'opération.

f) Bloc d'amiante ou de fer creux mesurant 153 à 178 mm (6 à 7″) carré, 30 à 38 (1¼″ à 1½″) de haut, percé au centre d'un trou de 84 mm (3¼″) de diamètre en bas et 89 mm (3½″) en haut.

"Mode opératoire". Peser 10 gr d'huile à essayer dans le creuset en porcelaine (10 gr si l'échantillon contient environ 1,5% de résidu, 5 gr pour 1,5% à 3%, 2 gr pour plus de 3%) et l'introduire dans le creuset Skidmore. Les deux creusets sont disposés dans le creuset en fer bien au centre et fermé du couvercle. Mettre le bloc d'amiante ou de fer sur un triangle en terre de pipe et recouvrir de la cheminée pour assurer une bonne répartition de la chaleur."

"Chauffer avec un bec à gaz Bensen ou autre pour que la flamme entoure bien le grand creuset; quand les vapeurs d'huile sortent du creuset, ralentir la chauffe pour que les vapeurs brûlent uniformément. La flamme ne doit pas dépasser le haut de la cheminée de plus de 50 mm (2″). Quand les vapeurs ont cessé on augmente la chaleur et on la laisse constante pendant 5 minutes pour maintenir rouge la partie inférieure du grand creuset. On laisse refroidir le tout avant de découvrir. Le creuset de porcelaine est enlevé, refroidi dans un excitateur et pesé."

"L'opération complète doit se faire en une demi-heure. Le temps dépend naturellement de la nature de l'huile suivant que son point de feu est bas ou élevé."

28. Résine

La résine ou l'huile de résine augmente la viscosité des huiles, c'est une falsification dangereuse surtout dans les huiles pour cylindres, les organes chauds et clos. La résine dépose en croûte.

La colophane rend les huiles acides (ac. abiétique), si l'huile est acide on recherchera la résine.

Il faut savoir que, d'après Holde, les huiles minérales pures renferment en solution colloïdale des matières résineuses visibles à l'ultramicroscope.

Ces résines naturelles solubles dans l'alcool à 70% se rencontrent dans les huiles claires à 0,6%, dans les foncées 1% et 3,5% pour les qualités inférieures.

Epreuve rapide. Chauffer l'huile avec 2 ou 3 fois son volume d'alcool à 0.88—0,90 de densité (75 à 65%) Agiter—laisser refroidir. L'alcool dissout la résine qui se trouve dans la partie supérieure du récipient. On décante—on ajoute une solution alcoolique d'acétate de plomb. La résine forme un précipité épais, floconneux ou caséeux. L'épreuve est négative si on a seulement un trouble laiteux.

5 cc de lubrifiant (quelconque) sont épuisés à chaud par de l'alcool à 70%—on évapore le liquide alcoolique

filtré—la colophane laisse un résidu résineux—on dissout à froid dans 1 cc d'anhydride acétique—on ajoute une goutte d'acide sulfurique pur—une coloration violette indique la résine (Réaction de Storch-Morawski.)

Dosage.

a) Sans huiles fixes ou acides gras.

5 à 10 gr d'huile sont dissous dans l'essence ou l'éther ordinaire—on traite par la lessive dite Twitchell (10 gr potasse dans 10 cc d'alcool avec 100 cc d'eau). On pèse les résines qu'on libère du savon formé, par un acide minéral.

La solution éthérée est encore traitée par l'eau et 10 cc de lessive, puis par l'eau seule jusqu'à ce que l'eau reste incolore. Les liquides alcooliques sont lavés à l'éther qui enlève l'huile—la solution éthérée est encore lavée avec 5 cc de potasse. Les liqueurs alcalines sont traitées par l'acide chlorhydrique étendu—on extrait à l'éther—évapore et sèche. Le poids d'acide résineux obtenu × 1,07 donne la résine. (Holde).

b) En présence d'acides gras. On procède à l'éthérification des acides de la résine (Méthode de Wolff.) Ethérification par l'alcool méthylique et acide sulfurique. (Méthode rapide simple.) Dissoudre 2 à 5 gr de matière dans 10 à 20 cc d'alcool méthylique—on fait bouillir 2 minutes au réfrigérant ascendant avec 5 à 10 cc du mélange: acide sulfurique 1, alcool méthylique 4. On ajoute 5 à 10 fois le volume d'une solution de 7 à 10% de chlorure de sodium—on agite avec de l'éther—on évacue la couche d'eau—on la relave avec l'éther deux fois.

Les extraits éthérés sont réunis et lavés avec la solution de chlorure de sodium jusqu'à l'absence d'acidité minérale—on ajoute de l'alcool—on titre à la potasse alcoolique N/2. On calcule la teneur approximative d'acides résineux.

$$a \times \frac{17.76}{m} - 1.5$$

a: quantité de potasse employée en cc.
m: poids de la substance.

On admet ici 160 comme valeur moyenne de l'indice d'acidité des acides résineux et 1.5 comme correction pour acides gras non éthérifiés.

La résine est donnée en multipliant par 1.07.

On admet que la colophane renferme environ 6.5% d'insaponifiable.

29. Asphalte

Les résines asphaltiques peuvent se rencontrer naturellement ou être ajoutées aux lubrifiants surtout pour en augmenter la viscosité. Elles ont le défaut grave de résinifier à chaud en formant des dépôts solides ou très visqueux qui font entendre des "claquements" dans les cylindres ou laissent une couche de cambouis sur les organes en mouvement.

A l'état colloïdal l'asphalte ne se perçoit pas à l'oeil nu. En suspension, on peut la mettre en évidence en faisant couler l'huile en couche mince.

Quand le lubrifiant peut se filtrer on peut doser l'asphalte (et les autres corps voisins, paraffine et cérésine) avant et après filtration.

Dosage des asphaltes dures insolubles dans l'essence (gazoline). Dans un flacon de 150 cc on agite 2 gr d'huile avec 88 cc d'essence normale—on laisse au repos une nuit à 15 à 20°C—*à l'abri du soleil* on décante la majeure partie de la solution sur filtre double—on rince et lave le précipité à l'essence jusqu'à ce que le filtrat ne laisse pas de résidu huileux. On dissout le précipité du filtre par la benzine chaude (rapidement)—on chasse la benzine par distillation—on met le reste dans une capsule tarée—on pèse après évaporation et séchage dans l'étuve à 105°C (Holde).

On peut déterminer d'autre part les impuretés précipitées par l'essence mais insolubles dans la benzine. Quand on redoute la paraffine, dans les huiles à cylindres surtout, on élimine par traitement à l'alcool chaud (voir 30).

La méthode peut s'appliquer avant et après filtration.

Dosage rapide (J. Tauss et A. Luttgen).

Dans un tube taré à centrifugeuse de 50 cc (à bout rond) on place 0,2 à 0,5 de substance—on dissout avec 1 cc de benzine—on précipite par 20 cc d'essence (gazoline)—on centrifuge 10 m. à 3000 tours—on décante le liquide—on répète 4 fois l'opération—on sèche le tube 15 m. à 100°C—on pèse.

Dosage des asphaltes molles insolubles dans l'alcool-éther (1:2). Dans un flacon bouché à l'émeri on agite 2,5 gr de lubrifiant avec 68,7 cc d'éther ordinaire (de =0,72)—on introduit lentement goutte à goutte avec une burette et en agitant 34,4 cc d'alcool à 96% en poids—on laisse au repos 5 h. à 15°C—on filtre rapidement sur un filtre à pli—on rince le flacon et le filtre avec le mélange alcool-éther 2 jusqu'à ce que 20 cc évaporés ne laissent que des traces de résidu huileux—on dissout le résidu de filtration dans la benzine chaude—on évapore *lentement* dans une capsule tarée—on chauffe avec 30 cc d'alcool absolu en remuant soigneusement jusqu'à ce que le liquide séparé, refroidi et agité ne donne plus de précipité *de paraffine.*—Le résidu est séché 15 m. à 105°C on refroidit—on pèse (Holde).

30. Paraffine

On s'aperçoit déjà d'une forte teneur en paraffine à l'essai de congélation. Les huiles riches en paraffine se solidifient à température relativement haute. Le dosage peut être nécessaire quand il s'agit de choisir des huiles devant résister à basse température (machine à froid, aviation).

Méthode Engler et Bôhm.

Si le lubrifiant est pauvre en paraffine (huiles russes ou qui solidifient en dessous de –5°C) on prend 10 à 20 gr dans le cas contraire, 5 gr—on place dans un Erlenmeyer de 150 à 200 cc à la température ordinaire—on ajoute un mélange parties égales d'alcool à 98%

et d'éther jusqu'à obtention d'une solution claire—on plonge la fiole dans un mélange réfrigérant à 20°C—on agite—on ajoute goutte à goutte le mélange alcool-éther jusqu'à disparition des gouttes d'huile—il reste des flocons de paraffine—on filtre sur filtre refroidi—on lave avec le mélange alcool-éther refroidi à –20°C jusqu'à ce que le filtrat ne donne plus de résidu huileux—ne pas prolonger le lavage—on rince la paraffine du filtre avec de la benzine—on évapore dans une capsule tarée on sèche à 105°C 15 m. Ne pas prolonger le séchage—on pèse.

Méthode de choix au butanone.

1 à 5 gr de produit sont dissous à température ordinaire dans la plus petite quantité de butanone (méthyléthylcétone) qui est à la densité de 0,81 à 20°C après y avoir ajouté 1,3% d'eau distillée. On refroidit à –20°C—on ajoute du butanone pour dissoudre les parties huileuses—le précipité est filtré à froid dans un appareil à bain froid (–20)—on lave avec le butanone refroidi à –20 on agite avec le thermomètre—4 à 5 lavages avec 5 à 10 cc de butanone suffisent—le liquide évaporé ne doit plus laisser de traces d'huile—la paraffine du filtre est dissoute dans la benzine chaude—on évapore comme à l'ordinaire en évitant les pertes—on pèse.

31. Résinification

La résinification des lubrifiants est en rapport avec l'absorption d'oxygène.

Les huiles minérales bien raffinées ne forment pas de couche résineuse en couche mince à 50 ou 100°C et se volatilisent à peu près complètement en 35 h. à 100.

Les autres corps riches en brais ou asphaltes ou en huiles siccatives peuvent résinifier en couche mince à la température ordinaire.

A 50 ou 100°C le phénomène s'accentue, certaines huiles restent collantes, visqueuses, d'autres séchent complètement.

L'examen est surtout important pour les huiles devant servir à haute température dans des organes clos.

Essai qualitatif. Sur une plaque de verre de 5 × 10 cm, on étale une goutte d'huile—on chauffe à 50°C pour les huiles ordinaires et à 100°C pour les huiles à cylindre— on observe plusieurs fois par jour—on refroidit—on examine la consistance de la couche.

En couche épaisse. 0,2 à 0,25 gr d'huile sur une plaque de 75 cm—on porte à 100 et on observe—l'essai peut durer plusieurs mois.

On prend souvent des témoins pour opérer des essais comparatifs.

Exemple: huile de navette—huile d'olive—huiles animales (sauf celles de foie) qui se résinifient très peu ou pas du tout (elles rancissent).

32. Falsifications

Recherche des savons

On falsifie les lubrifiants: pour en abaisser le prix—pour augmenter la viscosité et le point de feu.

Les principales falsifications sont faites surtout avec de la colophane (résine) de l'huile de résine, des savons métalliques (alumineux, calciques, alcalins) ou savons durs.

La colophane (résinates) se rencontre dans les huiles à forer, les savons pour laminoirs, les poix.

Enfin, il est des cas où le savon est normal (voir formules de graisses consistantes).

Savons. Réaction qualitative.

Une solution saturée d'acide métaphosphorique dans l'alcool absolu donne un précipité floconneux en présence de savon dans une huile.

L'essai d'émulsion peut déjà renseigner sur la présence de savon.

L'agitation de l'huile avec l'eau donne une émulsion blanche laiteuse en présence de savon.

La phénolphtaléine provoque une coloration rose—l'émulsion se détruit en présence d'acide. Le savon

d'ammoniaque se perçoit à l'odeur surtout quand on chauffe l'huile avec un peu de soude.

Dosage. (En absence de savons d'acides solubles dans l'eau.) On libère les acides gras par les acides minéraux et on titre les premiers.

5 gr d'huile agités dans un entonnoir à décantation avec 50 cc d'éther et 3 à 5 cc d'acide chlorhydrique dilué—la couche chlorhydrique est séparée puis agitée deux fois avec 5 cc d'éther—on cherche les bases dans le liquide acide—les résidus éthérés sont traités avec une solution concentrée de sulfate de soude—lavés à l'eau distillée jusqu'à absence de précipité au nitrate d'argent (on empêche les émulsions avec un peu d'éther et d'alcool)—on ajoute à l'huile 15 cc d'alcool neutre—on titre l'acidité libre. (Phénolphtaléine pour les claires, bleu alcalin 6 B pour les foncées.)

On obtient la teneur totale en acides gras, on déduit la quantité d'acide gras de l'huile primitive, la différence donne la teneur en savon.

La couche éthéro-alcoolique titrée renferme les acides gras, on chasse le solvant—on reprend par l'éther de pétrole léger et l'alcool à 50%—ce qui enlève l'huile minérale. On sépare les acides gras par l'acide sulfurique étendu, en présence d'éther de pétrole—la couche aqueuse est évacuée—la solution d'acides gras est lavée avec une solution concentrée de sulfate de soude puis deux fois à l'eau distillée — on sèche au chlorure de calcium—on filtre l'éther de pétrole—on distille—on sèche 5 m. à 105°C on obtient les acides gras.

On détermine l'indice de saponification des acides gras (voir 22); on calcule leur poids moléculaire

$$m = \frac{56{,}110}{\text{indice de S}}$$

Exemple pour un savon calcique.
(Il faut déterminer la base au préalable.)
Poids moléculaire trouvé m = 300.
Indice d'acidité des acides gras présents 28.

$$\frac{2\ KOH}{Ca\ (m\text{-}1)^2} = \frac{\text{indice d'acide}}{\text{x savon}}$$

(molécule de savon calcique)

$$\frac{112{,}22}{638} = \frac{28}{x}$$

x savon = 15,92% savon calcique.

Savon de soude

$$\frac{KOH}{Na(m\text{-}1)^2} = \frac{\text{indice acide}}{\text{x savon}}$$

$$\frac{56{,}11}{322} = \frac{28}{x}$$

x savon = 16,07% savon de soude (Holde).

Pour les teneurs en savons inférieures à 5% on peut adopter 300 comme poids moléculaire moyen des acides gras et supprimer la séparation des acides gras.

Cas des savons acides solubles dans l'eau (acides naphtènes sulfoniques). On épuise à l'ébullition avec de l'alcool à 50%—on sépare la couche alcoolique—on traite par quelques cc d'essence légère—on évapore la solution privée d'huile—le poids du résidu donne la teneur en savon.

Autre méthode à l'acétone. (Plus simple.)

On fait digérer dans un Erlenmeyer plusieurs heures 10 gr de lubrifiant avec 100 cc d'acétone (les savons des huiles y sont peu solubles) pure ou fraîchement distillée—on agite avec une baguette de verre—on filtre—on fait recueillir le résidu insoluble de savon et matières minérales—on fait bouillir avec le mélange benzine 9 alcool 1—on filtre à chaud—on évapore le filtrat on sèche à 105°C; le résidu est le savon (qui est soluble dans la benzine-alcool).

Exceptions. Des corps gras très visqueux, peu solubles dans l'acétone, s'éliminent en mélangeant à l'acétone de l'essence de pétrole bouillant à 50°C (3 pour 1). En chauffant les savons séparés avec l'alcool à 50% on dissout les savons à base d'alcali,

ceux à base de chaux ou d'alumine restent indissous et peuvent être dosés. (J. Fritsch.)

Les résidus goudronneux peu solubles dans l'acétone le sont dans le mélange benzine-alcool.

Le résinate de calcium est soluble dans l'acétone, on le dose par les cendres de l'extrait acétonique le p.m. de l'acide résinique étant environ 300. Enfin des constituants du pétrole, de l'huile de résine, du goudron, de la glycérine peuvent être dissous par l'acétone, on les recherche à part.

Recherche des huiles fixes (huiles et graisses animales et végétales) dans les lubrifiants.

Qualitative. Les graisses et les cires saponifiables forment des savons quand on les chauffe avec un morceau de soude caustique.

3 à 4 cc d'huile dans un tube à essai sont chauffés dans un bain d'huile à 230-250°C avec un petit morceau de soude caustique. Au refroidissement on observe une gélatinisation ou de la mousse de savon. On peut déceler ½% à 2% dans les huiles ordinaires et 1% dans les huiles à cylindres.

La gélatinisation se produit aussi, mais sans écume, en présence de résine, de phénols ou d'acides naphténiques.

Pour un essai rapide, on peut chauffer doucement dans un tube à essai, mettre pas plus de 1/10 du volume du tube, chauffer au bec Bunsen ajouter un fragment de soude. Si le liquide reste fluide au refroidissement on peut conclure à l'absence de matières grasses fixes.

Confirmation des petites quantités.

3 à 4 cc d'huile et un morceau de soude caustique sont mis dans un récipient placé dans un bain de paraffine.

On chauffe 15 m. à 230°C pour les huiles claires; à 250°C pour les foncées. Si après refroidissement le contenu du tube est fluide, l'huile ne contient pas de graisse ou huile fixe. Si le produit est gélatineux et présente de la mousse à la surface, on fait fondre, on

décante dans une capsule en porcelaine—on laisse refroidir—on ajoute 50 cc d'éther de pétrole et on triture—on sépare les éléments non-dissous—on les lave sur le filtre avec de l'éther de pétrole et on verse dans 30 cc d'alcool à 80%. Si on observe un précipité épais caséeux: l'huile renferme de la graisse ou des huiles fixes.

Dosage des goudrons.

Dans un Erlenmeyer sec de 150 cc mettre sans souiller les parois 20 cc d'huile mesurés—peser—ajouter 1 cc d'acide sulfurique à 66 B—peser, chauffer au bain-marie à 70°C le ballon légèrement bouché—agiter—laisser 1 h.—refroidir—ajouter 50 cc d'éther de pétrole—agiter pour dissoudre l'huile—reposer 15 m.—décanter la partie liquide dans une douille à extraction remplie de laine de verre et tarée après séchage à 100°C—verser sur le dépôt de goudron du ballon 10 à 15 cc de chloroforme—chauffer au bain-marie en agitant pour dissoudre—refroidir—précipiter le goudron par 100 cc d'éther de pétrole. Décanter après repos—laver la douille avec de l'éther de pétrole jusqu'à liquide clair—sécher la douille au bain de sable dans une capsule tarée puis à l'étuve à 100°C.

Chasser l'éther du ballon par chauffage à 100°C en évitant le dégagement d'acide sulfureux (ballon légèrement bouché chauffage préalable à 70°C).

On calcule le % de goudron

$$= 100 \frac{[(P_3 - P) + (P^5 - P^4) - (P_2 - P_1)]}{P_1 - P}$$

P poids du ballon;
P_1 poids du ballon avec l'huile;
P_2 poids du ballon avec l'huile et l'acide;
P_3 poids du ballon avec le goudron;
P_4 poids de la douille sans goudron;
P_5 poids de la douille avec le goudron.

En volume on peut opérer comme suit:

Mélanger 100 cc d'huile et 100 cc d'essence dans un tube de 35 mm de diamètre gradué à 200 cc—

faire l'essai en double, dans un tube en ajoutant 5 cc d'acide sulfurique dans l'autre 10 cc—agiter—chauffer au bain-marie jusqu'à ébullition de l'essence que l'on condense au dessus du tube—chauffer 4 h.—laisser une nuit—faire la lecture et enlever le volume d'acide ajouté.

Recherche des essences parfumées et produits colorants.

Parfois on masque l'odeur naturelle des huiles et graisses consistantes par la nitrobenzine (essence d'amande amère), odeur caractéristique—ou les essences de sassafras—romarin—citronelle—lemongrass.

On reconnaît ces essences en sentant un peu d'huile chauffée dans un Erlenmeyer au bain-marie.

Les produits colorants manifestent leur présence quand on chauffe l'huile, généralement elle fonce et tire surtout sur le jaune.

La nitronaphtaline, employée pour enlever la phosphorescence des huiles, se décèle comme suit:

Chauffer 1 à 2 cc pendant une minute avec 2 à 3 cc de potasse alcoolique—il y a réduction en composé azoïque et coloration rouge sang ou rouge violet. Il faut savoir que les huiles de poissons donnent une coloration rouge sang, les autres huiles jaune brun au brun rouge.

Recherche de l'huile de résine dans les lubrifiants.

Cette huile abaisse le point d'inflammation. Elle est très soluble dans l'acétone, les huiles minérales peu.

Réaction Storch-Liebermann.

1 cc d'huile agité avec 1 cc d'anhydride acétique—à la couche séparée ajouter 1 goutte d'acide sulfurique: la présence d'huile de résine se manifeste par une coloration rouge violette. (La résine fournit la même réaction.)

Dosage dans l'huile minérale.

Méthode de Valenta modifiée par Allen.

Les huiles minérales sont peu solubles dans l'acide acétique glacial (à 50%) 2.6 à 6.5 gr pour 100 cc d'acide, les huiles de résine 16.9 gr environ.

Dans un tube à essai on met 10 cc d'acide acétique glacial—2 cc de la matière insaponifiable de l'huile—on met au bain marie à 50°C pendant 5 minutes on agite souvent—on étend d'eau—on neutralise presque complètement avec du carbonate de soude ou de la soude—on extrait l'huile de résine par l'éther—on sépare—recueille la partie éthérée dans une capsule tarée—on évapore—on pèse—on calcule.

L'huile de résine a un indice d'iode assez élevé (43 à 48 contre 14 pour les huiles minérales).

La déviation au polarimètre est très forte pour l'huile de résine. Si le tout est trop foncé, on dilue dans l'éther de pétrole après décoloration sur terre à foulon. La déviation est dextrogyre.

Recherche des Huiles de goudron.

a) De houille.

Peuvent se décéler par l'odeur. La densité est > 1. Presque entièrement solubles sans l'alcool, l'aniline et le sulfate de méthyle. L'acide sulfurique transforme à chaud en combinaisons solubles dans l'eau. Forment avec l'acide nitrique concentré, des dérivés nitrés avec grand échauffement (en explosion).

Dans une éprouvette graduée bouchée, on met un volume connu d'huile puis 1 fois ½ le volume de sulfate de méthyle—on agite 1 minute—on laisse au repos—on lit l'accroissement de volume obtenu de sulfate et d'huiles de goudron.

b) De lignite. Odeur plutôt créosotée. Soluble dans deux fois leur volume d'alcool à 96%—contiennent du soufre—indice d'iode jusqu'à 70—réaction colorée avec le pentachlorure d'antimoine. Les matières asphaltiques précipitées par l'essence de pétrole sont presque complètement solubles dans l'alcool (celle des huiles minérales non).

c) De bois non résineux.

Odeur pénétrante spéciale (densité 1.08). Solubles dans l'alcool absolu et l'aniline. (Employées pure pour le graissage des câbles.) C'est avec l'alcool froid qu'on

peut séparer un mélange d'huiles de goudron de bois et d'huiles minérales.

d) De bois résineux. Renferment des acides résineux. L'extrait aqueux est jaunâtre à réaction acide et donne des réactions colorées avec le chlorure ferrique.

Se dissout dans l'aniline et donne les réactions de la résine et de l'huile de résine.

e) De Schiste. Variables suivant la provenance. Généralement solubles dans l'aniline.

33. Dosages spéciaux Impuretés

1°. Particules solides et poussières.

Pour les huiles claires ces impuretés sont facilement apparentes. Pour les autres, on étend l'huile ou graisse sur un papier blanc (chaud si nécessaire) qui absorbe le corps gras. Les particules solides sont alors apparentes par transparence. Si on veut doser, on filtre à chaud un filtre taré.

2°. Impuretés de raffinage. On refroidit, les combinaisons sodiques forment des flocons. Si on agite avec de l'eau bouillante, l'eau devient laiteuse.

3°. Le coke et l'asphalte se déterminent par la méthode 29.

4°. Les matières mucilagineuses des huiles végétales se trouvent quand on agite avec de l'eau chaude, on laisse déposer à chaud. Le mucilage apparaît quand l'eau trouble a déposé des flocons ou ils restent à la couche de séparation.

10 cc d'huile agités avec 2 cc d'acide sulfurique donnent une couche brune entre l'huile et l'acide en présence de matières mucilagineuses.

5°. Débris de peaux (huiles animales).

On dissout dans l'éther de pétrole au bain-marie—on filtre—on lave—on sèche—on pèse (ne pas confondre avec d'autres impuretés insolubles). L'examen microscopique peut aider à l'identification du dépôt.

Hydrocarbures aromatiques et non saturés

Réaction de la formolite (Marcusson).

Les parties d'une huile minérale qui donnent de la formolite ont une densité et un indice de réfraction plus élevés que ceux de l'huile originelle et sont *moins visqueuses*. Il est important de connaître dans une huile la teneur en hydrocarbures donnant de la formolite, inutile au graissage.

Dissoudre dans un Erlenmeyer de 300 cc 27 gr d'huile dans 50 cc d'essence de pétrole—ne pas agiter—ajouter 30 cc d'acide sulfurique concentré — introduire dans le mélange maintenu sur la glace, 15 cc d'aldéhyde formique à 40%—on agite jusqu'à absence d'échauffement, en maintenant au froid—on laisse 30 m. au repos—on verse dans un ballon de 1 litre qui contient 200 cc d'eau glacée—on rince—on alcalinise le liquide avec de l'ammoniaque—il se forme un précipité—on l'essore sur une plaque filtrante en porcelaine—on lave à l'essence pour enlever l'huile enrobée et à l'eau pour enlever l'ammoniaque—on sèche à 105°C jusqu'à poids constant.

On peut vérifier en faisant la contre-analyse en partant de la solution dans l'essence—on sépare du liquide aqueux dans un entonnoir à décantation—on évacue le solvant—on obtient les parties qui n'ont pas réagi avec le formol et l'acide.

Indice de formolite trouvé sur des huiles à cylindres:

Américaines:	92 à 97
Russes:	58 à 87
Vaseline:	7 à 22

Recherche de l'huile de résine et d'huiles minérales dans les huiles et graisses fixes.

Dissoudre à chaud un fragment de potasse caustique dans 5 cc d'alcool à 90%—ajouter 3 à 4 gouttes d'huile à essayer—verser goutte à goutte 1 à 15 cc d'eau distillée.

Si le mélange reste clair, la graisse ou l'huile ne contient pas d'huile de résine ou minérale. Dans le cas contraire on observe un trouble et une couche huileuse au fond du récipient.

Recherche de l'huile minérale dans l'huile de résine. Cette dernière étant complètement soluble dans un mélange 10 volumes d'alcool à 90 et 1 de chloroforme, si on agite de l'huile et qu'on observe des gouttes ou un trouble qui dépose en couche, l'huile contient de l'huile minérale.

Recherche des huiles soufflées. (D'après J. Marcusson.)

Il faut d'abord isoler les acides gras. On sait que les acides gras des huiles soufflées (oxydées) forment un précipité quand on traite la substance dans l'éther de pétrole. (Exception pour l'huile de ricin dont les acides gras ne sont pas solubles.) Le précipité dépend de la durée du chauffage et de la température.

On peut les déceler par l'indice Reichert-Meissel qui indique la quantité d'acides gras volatils fournis dans l'oxydation. On compare avec les indices normaux.

Recherche des colles et substances solubles dans l'eau.

Provenant des fûts ou d'un mauvais raffinage.

Peser dans un Erlenmeyer 100 gr d'huile—agiter avec 100 cc d'eau bouillante—filtrer 50 cc de la couche aqueuse—évaporer au bain marie. Le résidu est examiné. Il peut contenir des sels, de la colle, des savons. On sépare les savons de la colle en traitant par l'alcool chaud qui ne dissout que les savons.

La colle se reconnaît à l'odeur de corne brûlée (matière azotée) en calcinant un peu de résidu.

Caoutchouc dissout.

Pour augmenter la viscosité on ajoute 1 à 2% de caoutchouc non vulcanisé.

A une solution d'huile dans l'éther on ajoute de l'alcool absolu qui précipite la gomme. On peut analyser comme telle. La présence de caoutchouc peut être normale dans des lubrifiants spéciaux (huiles pour graissage des robinets de vapeur).

Distinction rapide des huiles animales et végétales.

Le chlore gazeux brunit les huiles animales et blanchit les végétales.

Graphite.

En suspension dans l'eau. On le précipite par l'acide acétique—on filtre—sèche—on pèse.

A l'état sec on détermine alors:

a) Le degré de finesse, son aspect: lamelles cristallines, poudre moulue.

b) Dosage de l'eau hygroscopique. Chauffer à 105°C dans un creuset taré 1 gr. de graphite jusqu'à poids constant (1 h.) (varie entre 0,08 à 1.5%).

c) Cendres et quartz—l'échantillon sec est chauffé jusqu'à poids constant (4 à 66% de cendres)—la cendre fondue à 420°C avec du pyrosulfate d'ammoniaque est traitée par l'acide fluorhydrique étendu, contenant 50 vol. pour 1.5—on pèse après évaporation des acides. On examine au microscope le quartz obtenu.

d) Carbone, peut se déterminer en brûlant dans un courant d'oxygène.

A l'état colloïdal. Généralement dans les huiles qui peuvent en renfermer de 8.5 à 18%.

Dissoudre 0,25 à 0,5 gr du lubrifiant dans 1000 de benzine en agitant longtemps, Laisser dans une éprouvette 72 h.—décanter—avec un produit colloïdal le dépôt est très petit et à la loupe ne présente pas de forme cristalline—avec un produit non colloïdal on observe un dépôt brillant, cristallin. Essai de stabilité. Après plusieurs jours on trempe un papier filtre dans l'huile. Si le papier est uniformément coloré en noir, le graphite se maintient à l'état colloïdal (Holde). Pour l'essai des produits mélangés il faut attendre plusieurs jours avant de se prononcer sur la stabilité des mélanges. On peut parfois observer un faible dépôt qui n'est pas de nature à condamner l'huile.

Dosage dans l'huile. 0.5 gr du produit sont agités avec 50 cc de benzine—filtrés sur un creuset Gooch garni d'amiante et contenant de la terre à foulon faiblement calcinée et pulvérisée—le liquide benzinique est introduit dans le creuset quand il a été humecté avec de la benzine et tassé par le vide de la trompe—

on lave le précipité à la benzine chaude puis au tétrachlorure de carbone—au chloroforme—on sèche à 105°C—la différence de poids du creuset donne la teneur en graphite (Holde).

34. Autres Déterminations

Huiles usagées.

Après emploi, nous avons vu que les huiles pouvaient contenir des impuretés mécaniques: parcelles de métaux, des boues, de l'eau.

Les huiles qui renferment ces substances ne sauraient être admises pour l'emploi. Si elles sont convenablement purifiées et filtrées, il est difficile d'affirmer qu'elles ont déjà servi, si on ne possède pas de terme de comparaison avec le lubrifiant avant l'usage. Les points éclair et de feu sont généralement augmentés; la couleur surtout, est foncée; l'acidité un peu accrue. Les autres constantes peu modifiées.

Il est donc difficile de conclure et impossible si ces huiles usagées sont mélangées à des huiles pures.

Formation des résidus.

Dans les organes clos où un lubrifiant est soumis à une pression et à haute température, il arrive souvent que, par oxydation, on observe au bout d'un certain temps des résidus charbonneux (carbone) formés de matières dures et molles. Ces résidus sont une nuisance. Ils peuvent obstruer les conduits, causer des explosions. Dans les moteurs à explosion, ces résidus ne sont pas formés d'acides asphaltogéniques, mais de carbène et carboïde cokéfiés.

On n'a pas encore trouvé la relation exacte entre les caractéristiques physiques et chimiques d'un lubrifiant et sa facilité à former des résidus. Naturellement on recherche plutôt les lubrifiants qui contiennent peu de carbone fixe et pas d'asphaltes ou acides.

Les huiles grasses fixes, surtout voltolisées (voir p. 149) brûlent en formant une suie fine entraînée dans le gaz d'échappement, d'où leur adjonction dans les

huiles pour moteur d'avion, on évite la formation des résidus dangereux.

Examen des résidus. (Holde.) Traiter par le chloroforme—la partie insoluble est agitée avec un aimant qui s'empare des parties de fer, le reste est traité par l'acide chlorhydrique, l'insoluble représente le sable, charbon, gangues. La perte au feu du résidu donne le charbon. La partie soluble dans l'acide est examinée pour l'oxyde de fer, le fer, les savons de fer, le cuivre, le zinc. La partie soluble dans le chloroforme, celui-ci étant évaporé—traitée par l'essence donne une huile analogue à celle employée au graissage—l'insoluble dans l'essence dissous dans la benzine donne l'asphalte.

Suivant la quantité des différentes substances isolées on peut juger ou bien de la mauvaise qualité de l'huile ou de son emploi dans des conditions défavorables ou de l'imperfection de la partie mécanique (dépôts métalliques, sable).

Recherche des huiles dans les eaux de condensation.

On a souvent à déterminer si une eau venant de la condensation de la vapeur est convenablement débarrassée par filtration des traces d'huiles avant de l'admettre dans les chaudières ou pour d'autres emplois.

Rincer à l'éther tous les récipients devant servir à recueillir et manipuler l'eau—enlever la graisse du robinet du décantation—on agite au moins 1 litre d'eau avec de l'éther (50 cc) à plusieurs reprises jusqu'à ce que l'éther ne laisse plus de traces après évaporation. Les solutions éthérées sont réunies et filtrées—on chasse le solvant doucement—on sèche le résidu 5 m. à 105°C dans une capsule tarée (Holde).

Zschimmer recommande de concentrer l'huile sur 4 à 5 litres en l'entraînant par un précipité floconneux d'alumine d'où on l'extrait par l'éther (précipité: solution d'alun et de carbonate de soude).

Action des lubrifiants sur le ciment et le béton.

Les huiles minérales pures et les goudrons sont sans

action. Mais s'ils présentent de l'acidité libre, l'attaque est marquée.

Les huiles fixes attaquent par leurs acides gras libres.

Pour faire l'essai, il suffit de laisser en contact de l'huile sur une plaque de ciment ou d'immerger une éprouvette en ciment dans le lubrifiant à certaines températures.

Essai rapide pour déceler les huiles mélangées aux huiles minérales.

Par mesure de l'échauffement sulfurique.

Dans un verre conique mettre 15 gr d'huile à essayer puis 5 cc d'acide sulfurique et agiter régulièrement avec un thermomètre. Connaissant la température avant l'expérience (celle de l'huile et de l'acide placées dans les mêmes conditions au moins 2 h.) et la température après (quand le thermomètre commence à redescendre) on juge que l'huile minérale est pure quand l'échauffement ne dépasse pas 14°C.

L'échauffement nitrique peut se faire dans les mêmes conditions il est plus fort que le précédent pour l'huile minérale, mais dans le même ordre de grandeur pour les huiles ajoutées.

Examen des Graisses consistantes

On distingue:

a) Les graisses à voitures; à l'huile de goudron de lignite à huiles de résine chargée de 5% de sulfate de baryte ou de talc.

Les savons renferment de la résine, de la cire de lignite ou de l'ozokérite.

b) Les briquettes pour laminoirs: à la vaseline, aux savons de soude, cire de lignite, acides résineux neutralisés à la chaux, graisse de suint saponifiée, lard en morceaux.

c) Les graisses pour laminage à chaud: brais stéariques, brais de suint, résidu de pétrole à point d'inflammation élevé.

d) Les graisses "compound" pour machines ma-

rines: contiennent beaucoup de graisses saponifiables et savons alcalins.

e) Les graisses pour engrenages de laminoirs; huiles minérales avec savons de soude, parfois contiennent du graphite ou du talc, du goudron de résine.

f) Les graisses adhésives pour courroies; résine, graisse de suint.

g) Les graisses pour presse-étoupes; suif pur ou mélangé à la cire, la paraffine.

h) Les graisses pour câbles aériens; goudron de bois résineux, de la poix, de l'huile de résine, l'huile de suif, cires.

Les essais sont naturellement en rapport avec la destination.

On recherche:

L'homogénéïté;
La stabilité à la température d'emploi;
Le pouvoir résinifiant à l'air (faible).

On pratique:

L'essai à la tache;
Le point de goutte;
La mesure de la consistance (on peut employer un pénétromètre en spécifiant lequel a servi à l'essai).

L'analyse chimique comprend:

La détermination des parties organiques et inorganiques;
Les cendres;
La corrosion;
Le dosage de la chaux, de la magnésie de la baryte, du talc, du graphite, kieselguhr, carbonate de chaux;
Le dosage des acides gras libres;
Le dosage des savons;
La teneur en eau, en glycérine;
Les produits de masquages.

Nous avons déjà vu la plupart de ces essais ou déterminations, les autres se pratiquent comme suit:

Chaux libre.

Qualitative. Faire bouillir quelques grammes de

graisse avec de l'alcool à 80%—ajouter quelques cc de phénolphtaline, une coloration rouge indique la chaux (le plus souvent).

Quantitative. On épuise au Soxhlet un poids connu de graisse par le mélange 10 de benzine 1 d'alcool—on sèche le résidu—calcine—dose la chaux à l'état d'oxalate de chaux.

Pour les matières de charge, opérer sur le résidu d'épuisement au Soxhlet.

Savons (voir au dosage dans les huiles).

Procédé par pesée. Les huiles minérales sont solubles dans l'acétone, les savons peu; surtout si on absorbe l'eau de l'acétone par le chlorure de calcium.

Dans un Soxhlet on place de la graisse et on épuise par de l'acétone contenant quelques fragments de chlorure de calcium—on enlève le peu d'huile que pourrait renfermer le résidu par lavage avec: acétone 3 essences légères. 1. L'insoluble renferme les savons et les charges—on sépare par ébullition avec un mélange: essence 8 alcool 2.

On peut doser les savons solubles dans l'acétone par les cendres du liquide d'épuisement, 1 mmg de chaux correspond à 11.4 mmg de savon de chaux.

En évaporant le solvant on a le total graisses neutres et huiles minérales.

L'indice de saponification de cette partie permet de remonter à la connaissance des graisses saponifiables.

Huiles minérales et graisses totales.

On chauffe 5 gr au réfrigérant ascendant avec: éther 5 cc et acide chlorhydrique dilué 5 cc jusqu'à solution claire—on sépare—on lave à l'éther—on lave les solutions d'éther jusqu'à neutralité (sulfate de soude, puis eau)—on chasse l'éther—on sèche à 105°C—on pèse. (Peuvent contenir 75 à 85%.)

Essais des Huiles pour Machines-Outils

Emulsion.

Les huiles doivent s'émulsionner dans le rapport

1 à 10 ne laissant pas plus de 5% de dépôt ou crème non émulsionnée. 10 gr mélangés avec 100 cc d'eau—on filtre sur des filtres tarés en coton—on sèche et pèse après chauffage à 80°C. Les huiles contenant de l'ammoniaque perdent leur pouvoir émulsionnant avec le temps, elles attaquent davantage les métaux.

Pouvoir mouillant. Tremper des fragments de métaux nettoyés—quand on les retire la surface doit être mouillée.

Pouvoir anti-rouille. Peser des plaques de fer ou fonte polies (30 × 30 × 3 mm) verser l'huile à percer ou solution—laisser une semaine—observer les taches de rouille et la variation de poids.

Exemple (trois semaines) perte de poids

	Acier	Fonte
Solution savon noir 1–2%	10-15 gr.	14–18 gr.
Emulsion huile de vaseline soluble, 2,5%	0,2	6–8

Point de congélation. Doit être à environ—5°C pour une émulsion à 20%. L'huile en émulsion doit être liquide à la température ordinaire.

Eau et matières volatiles. On dose l'eau par distillation avec du xylène, quelques fragments de pierre-ponce et bisulfate de potasse en poudre pour éviter la mousse. 20 gr d'huile dans un ballon de 1000. On peut trouver jusqu'à 50% d'eau. L'alcool se détermine par la densité du distillat obtenu par redistillation avec la potasse pour neutraliser les acides volatils. On reconnaît des traces par la réaction de l'iodoforme.

Les essences se dosent en traitant par l'acide sulfurique étendu et distillation par la vapeur d'eau.

Acides gras organiques. En absence d'ammoniaque (odeur en chauffant) l'acidité se titre à la soude alcoolique N/10.

La soude sature l'acide libre et décompose un savon ammoniacal, dans ce cas, la quantité d'alcali correspond à un total acide libre et combinés à l'ammoniaque.

Pour doser l'ammoniaque on chauffe avec de la soude, on recueille l'ammoniaque qu'on dose par acide N/10.

Savons alcalins. Dissoudre 10 gr dans 100 cc d'éther de pétrole—extraire à l'alcool à 50% qui dissout les savons. Evaporer — sécher — peser. Déterminer la nature de l'alcali en décomposant les savons par HCl.

Acides organiques, identification.

Résiniques: réaction de Morawski, anhydre acétique, acide sulfurique donnent coloration violette allant au brun.

Acides gras sulfonés. Contiennent du soufre chauffés avec HCl on met en liberté l'acide sulfurique (caractérisé facilement par le chlorure de baryum).

Quand l'indice d'iode du produit chauffé avec HCl est à peu près 70 et l'indice acétyle plus de 125, l'huile de ricin a été employée.

Acides naphténiques. 5cc de savon préparé par acide sont dissous dans 100 cc d'eau—on précipite par sol. sulfate de cuivre à 10%—essorer le savon de cuivre—laver à l'eau—sécher—extraire par l'essence—le naphténate de cuivre est dissous, les acides gras de cuivre sont presque insolubles.

Produits neutres insaponifiables. Dissoudre 5 gr dans 30 cc d'alcool à 50% mettre dans un entonnoir à décantation, rincer à l'alcool à 50%—résidu alcalin—épuiser par l'éther de pétrole—l'extrait évaporé au bain-marie est pesé et donne l'huile minérale (avec de la graisse neutre si elle n'a pas été saponifiée).

Si on saponifie le résidu on peut par différence trouver les deux: corps gras fixe et hydrocarbure.

Exemple d'analyse (J. Davidsohn)

Eau et matières volatiles à 105°C	20.40%
Acides gras du savon de K et huile	15.50
Alcali combiné	1.96
Savon de K pur, sec	17.46
Huile minérale et graisse neutre	60.90

Huile minérale	59.10
Graisse neutre	1.80
Impuretés (par différence)	1.24
	100.00

On peut rencontrer dans ces liquides des lessives résiduaires de cellulose à la soude, des lessives sulfitiques, des mucilages végétaux (*graine de lin*, lichen, etc.) des colles.

On les caractérise en recherchant leurs éléments par les méthodes ordinaires d'analyse.

COMPLÉMENTS

Nouvelles Conceptions sur le Graissage

Théorie du "germe". (Wells & Southcombe.)

Après avoir cru que la viscosité était la propriété essentielle des huiles de graissage on en est venu à douter que ce soit véritablement le facteur principal d'une bonne lubrification devant le fait que, à viscosité semblable, les huiles fixes "graissent" généralement mieux que les huiles minérales. Elles sont plus *onctueuses*. Or un bon lubrifiant doit *pénétrer* facilement entre les pièces métalliques et y adhérer aussi bien que possible sous l'effet d'un échauffement et d'une pression. On a trouvé que les liquides purs donnaient difficilement en couche mince, un film stable indispensable à une lubrification parfaite. Les études sur la tension superficielle des huiles ont montré que les huiles fixes avaient une tension superficielle plus faible que les huiles minérales, (on peut la mesurer contre l'eau car elle est inversement proportionnelle au nombre de gouttes qui s'échappent sous l'eau par un tube capillaire, pression et température bien fixées). Exemple: (Voir tableau ci-contre.)

Huiles	Nombre des gouttes sous l'eau	Tension arbitraire
Paraffine liquide	95	100
Huile minérale	101	94
Huile minérale solar	102	95
Huile non visqueuse	99	93
Huile olive	132	72
Huile de colza	138	68
Huile de coco	161	59
Huile de lard	128	73

Enfin on a trouvé que la tension superficielle était influencée par la teneur des huiles en acides gras libres. Si on enlève les acides gras libres d'un lubrifiant la tension superficielle augmente, si on en ajoute, elle diminue.

Huiles	Acides gras en ac. oléique	Nombre de gouttes	Indice arbitraire
Huile minérale d. 0.905	0	101	100
Huile minérale à 98% plus 2% d'acide gras	1.9	125	80
Huile minérale 97%, 3% acide gras	2.8	130	78
Huile d'olive	2.2	125	80
Huile d'olive	4.5	140	72
Huile de colza	2.5	132	76
Huile de coco	4.1	148	68
Huile olive neutre	0.1	110	92
Huile colza neutre	0.15	108	93

Partant de ces données les auteurs ont fait des applications pratiques de graissage avec des huiles traitées par le procédé dit du "germe" (nom bien mal choisi d'ailleurs) c'est-à-dire: huiles préparées en ajoutant 2 à 3% de mélange d'acides gras à un lubrifiant. En fait, l'acide oléique *commercial* donne de très bons résultats. On admet aujourd'hui la nature

colloidale des acides gras, les inférieurs ayant faiblement ce caractère, les supérieurs l'ayant davantage mais étant faiblement acide.

C'est donc plutôt au mélange qu'il faut recourir.

Les acides gras donnent seuls des résultats dans le "compoundage" des huiles, l'emploi d'huiles fixes entières est démontré inutile.

Enfin récemment Paul Woog a jeté quelque lumière nouvelle sur l'onctuosité et les influences moléculaires durant le graissage. Cet auteur ne semble pas pouvoir expliquer entièrement l'onctuosité par la tension superficielle. Il fait intervenir le "coincement des molécules" et leur volume moléculaire qu'il calcule. Les lubrifiants se classent alors en rapport avec leur onctuosité pratique et le volume moléculaire. L'adhérence des molécules des lubrifiants aux surfaces, l'affinité, la rigidité élastique des molécules sont des conceptions neuves qui méritent d'être étudiées.

Viscosité spécifique

On peut la calculer par la formule

$$(\text{éta})\ \eta = S\left(4.072\ E - \frac{3.514}{E}\right)$$

S étant le poids spécifique de l'huile à la température considérée et E sa viscosité en dégré Engler.

Huiles voltolisées

Voltols. Ce sont des huiles fixes ou minérales qui ont été modifiées physiquement surtout, sous l'action d'une décharge à haute tension (volt-oleum) par le procédé A. de Hemptinne (de Gand).

On fait agir sur les huiles les effluves d'un courant alternatif à haute fréquence sous 5000 volts. Sous un vide de 60 à 70 cm la température ne dépasse pas 80°C avec, comme gaz d'ionisation, de l'hydrogène ou de l'azote.

La viscosité est très augmentée et sa diminution

avec accroissement de température bien moins accentuée que pour l'huile originelle. On peut atteindre 50° Engler à 100°C sans perte de matières volatiles, sans variation du point de solidification, l'acidité, la couleur, la teneur en asphalte n'étant pas changées.

Pour W. Nernst, les modifications sont dues aux chocs des ions qui déplacent l'hydrogène produisant des composés de moins en moins saturés jusqu'à ce que ces produits se soudent donnant un corps polymérisé sans changement moléculaire quantitatif.

D'après les essais. Aux basses températures les voltols ont une viscosité plus faible—ce qui absorbe moins d'énergie—et une viscosité plus forte avec l'accroissement de température par rapport à l'huile avant traitement. La sécurité du graissage est donc accrue.

Ces huiles trouvent leur emploi en aviation pour remplacer l'huile de ricin.

Lubrifiants conducteurs de l'Électricité

Pour les roulettes de trolleys, les pâtes graphitées sont rendues conductrices, comme les huiles minérales, par l'adjonction de sels alcalino-terreux ou de sels naphténiques de métaux lourds.

Lubrifiant anti-rouille

Ne doivent pas couler (canon de fusil).

On se sert des huiles minérales légères avec adjonction de vaseline ou lanoline neutre ou des savons naphténiques qui protègent en particulier les armes à feu des attaques chimiques de la combustion.

Caractéristique des Huiles de Pétrole d'Origine russe et américaine

Huiles russes. Indice de réfraction plus élevé pour les différentes fractions que pour les huiles américaines—densité plus élevée des fractions, à même point d'ébullition.

Huiles américaines: précipitent la paraffine à 0°C

les russes prennent à basse température la consistance du saindoux.

Recherche de l'Épaisseur de la Couche d'Huile dans un Palier

Nous indiquons seulement ici l'emploi des élégantes méthodes optiques:

Méthode du réseau tournant. Observation et mesure au microscope du déplacement du centre de l'arbre en rotation.

Méthode des franges de diffraction. Observation au microscope et mesure du déplacement des franges du contour de l'arbre observé en lumière parallèle.

On construit des appareils spéciaux pour ces observations. (Voir D. Holde. Huiles, graisses p. 223.)

Moyens pour déceler la Surchauffe des Parties métalliques en Mouvement.

Le frottement engendre de la chaleur, or, si un organe n'est pas ou est mal lubrifié il est parfois important d'en être averti avant que le mal soit irrémédiable, particulièrement sur des pièces difficilement accessibles.

On dispose des moyens suivants:

1. Dispositifs indicateurs fonctionnant par dilatation.

2. Dispositifs indicateurs fonctionnant par couple thermo-électrique.

3. Composés chimiques colorés.

a) Mélange d'iodure de cuivre et de mercure, Cu_2I_2, 2 Hg I_2. vermillon à 15-20°C brun-chocolat à 60-70°C;

b) Mélange d'iodure double d'argent et de mercure Ag I, Hg I_2 jaune citron pâle 15-20°C, carmin vif à 90-100°C;

c) Mélange de 85 parties d'iodure de cuivre et 15 d'iodure double d'argent, passe du vermillon au noir vers 60-70°C.

On fait un vernis émail avec l'un de ces composés

en poudre. On enduit au blanc de zinc les parties à surveiller et on fait des marques avec le vernis détecteur. Il est prudent de recouvrir les parties enduites d'une couche de vernis incolore pour éviter les poussières. Le blanc sert à marquer le contraste du vermillon ou du noir. (Procédé Pinnock.)

Coefficient de Dilatation

Ce coefficient α correspond à l'augmentation de volume de 1 cc de liquide pour une élévation de température du liquide de 1°C (ou son échauffement).

On le détermine

1°. En connaissant le poids spécifique du liquide à deux températures différentes.

$$\alpha = \frac{(a-b)}{b(t_1-t)}$$

a et b poids spécifiques,
t et t, les températures correspondantes.

2°. Par observation au dilatomètre.

Tubes en verre étalonnés dans lesquels on observe l'accroissement de volume sous l'influence de la chaleur.

A défaut de dilatomètre on peut en construire au moyen de pipettes capillaires bien jaugées. Une certaine expérience est nécessaire pour l'emplissage des tubes et pour éviter les erreurs dues aux bulles d'air. Les dilatomètres sont chauffés dans un bain de vapeur d'un corps qu'on choisit (éther T:35—bromure d'éthyle T:38—chloroforme T:61).

$$\alpha = \frac{V_1-V}{(t_1-t)(V+c)}$$

V volume initial de l'huile à t,
V_1 volume apparent à t_1,
C coefficient de dilatation cubique du verre (0,000025).

Pour les huiles de graissage α varie entre 0,00063 et 0,00081, pour les huiles fixes 0,000654 à 0,00066.

Tension superficielle

Détermination du poids de la goutte.

Nous avons vu qu'on pouvait déterminer la tension superficielle en évaluant le poids des gouttes qui tombent d'un orifice capillaire.

Une goutte se détache quand son poids est égal au produit de la tension superficielle du liquide par la longueur de la circonférence de base. La goutte qui tombe est plus petite que la goutte suspendue dans le rapport 5/4.

On peut (méthode de J. Traube) déterminer le nombre de gouttes que fournit un volume déterminé de liquide au stalagomètre—ou peser 10 ou 20 gouttes tombant à raison de une toutes les 2 secondes.

L'appareil doit être nettoyé au bichromate et acide sulfurique concentré, puis étalonné avec de l'*eau redistillée* jusqu'à ce que le poids de 10 gouttes soit constant. On règle le débit en haut du tube par une pince et caoutchouc ou tube capillaire.

On calcule par les formules suivantes pour l'eau

$$g = 2r\pi\alpha$$

$\alpha = 7.54$ mmg. par mm²

pour le liquide

$$g_1 = 2r\pi\alpha_1$$

$$\alpha_1 = g_1\frac{\alpha}{g} = g_1 \times \frac{7{,}54}{g}$$

7,54 est la constante du tube, obtenue en pesant 10 gouttes d'eau. L'eau présente (et le mercure) la tension superficielle la plus forte: 73,1 dynes cm à 18°C.

Ces méthodes simples ne donnent pas les mêmes résultats que ceux obtenus avec des appareils physiques plus compliqués basés sur des principes différents (Proctor Hall): déchirement de pellicules — hauteur d'ascension capillaire—angle de raccordement.

On observe des différences de 10 à 11% qui ne sont pas encore expliquées.

Essais électriques

Les huiles minérales et fixes sont très mauvaises conductrices de l'électricité quand elles sont pures. Elles le deviennent lorsqu'elles renferment des im-

puretés. Parfois on ajoute les impuretés pour rendre un lubrifiant conducteur: graphites conducteur pour trolley, disjoncteurs, savon dans la benzine. On détermine surtout la résistance électrique qui est l'inverse de la conductibilité.

Parfois on doit envisager pour une huile volatile, la facilité de prendre une charge électrostatique pouvant l'enflammer.

Les déterminations sont assez délicates et ne rentrent pas dans le cours ordinaire des analyses des lubrifiants.

Conductibilité spécifique χ par cc de quelques corps

	Température C	–
Carbone amorphe	12	0,25
Graphite	0	7.9 à 38,5 x 10^{2}
Mica	20	0,11 x 10^{-15} à 0,75 x 10^{-10}
Ebonite	20	0,49 x 10^{-15}
Soufre cristallisé	69	0,254 x 10^{-15}
Soufre amorphe	69	0,562 x 10^{-18}
Paraffine	18.5	0,34 x 10^{-13}
Essence de pétrole pure	18–20	10^{-14} à 10^{-15}
Benzine pure	18	2.5 x 10^{-12} à 4 x 10^{-16}
Huile minérale de graissage	18	5.8 x 10^{-11} à 10^{-13}
Huile d'anthracène	18	4.7 x 10^{-6}

Nouveau Viscosimètre Mitchell [1]

Cet instrument simple et d'usage rapide donne une mesure de la viscosité qui est suffisante dans beaucoup de cas à l'usine.

Instrument. Comprend une coupelle en acier ou fonte à surface concave parfaite, munie d'un manche creux où on peut placer un thermomètre. La coupelle

(1) Vendu par Alfred Amsler de Schaffhouse (Suisse) ou Pierre Breuil, route d'Abrest, Vichy, (Allier) France.

porte à sa surface trois petites saillies qui empêchent à une bille d'acier d'adhérer à la surface—ces pointes par contre règlent une fois pour toutes l'épaisseur d'une pellicule d'huile qu'on interpose entre la coupelle et la bille. La coupelle comporte un rebord formant rainure pour recevoir l'excès d'huile.

On mesure la viscosité par le temps nécessaire pour que la bille se détache de la coupelle renversée vers le bas.

Le volume du liquide à employer est très petit, l'essai se fait en environ 30 secondes, l'énergie dépensée pendant l'action de l'instrument est très petite.

Le viscosimètre Mitchell donne la viscosité absolue. On peut poser approximativement:

Vis. Mitchell $\times$ 500 = Vis. Redwood ou Saybolt en seconde.

Mode d'emploi. Verser 3 gouttes d'huile dans la coupelle—placer la bille—retourner et appuyer le tout sur une planche en bois, l'appareil étant tenu par le bouton du manche pour éviter l'échauffement. On appuie—on cesse de presser et on soulève l'appareil de 2.5 à 3 centimètres en le maintenant verticalement —en même temps on met en mouvement un chronomètre.

Le temps en secondes pour que la bille se détache est noté et divisé par la constante de l'instrument ce qui donne en dynes par cm la viscosité à la température de l'expérience.

On fait plusieurs déterminations.

Une autre méthode permet d'opérer à des températures plus élevées que celles de l'atmsophère (par immersion).

Chaque appareil est calibré par le constructeur et est livré avec sa feuille d'instruction.

Huiles de Graissage synthétiques

En 1927 le Dr A. Spilker est parvenu à préparer des produits nouveaux à viscosités comparables à celles des huiles de graissage. 1° Par condensation

des homologues du benzène avec des dérivés non saturés (Toluène—astyrol; xylène—alcool allylique); 2°. Par hydrogénation des carbures aromatiques.

La berginisation de la houille fournit également environ 5% d'huile de graissage et les goudrons de houilles peuvent être traités pour fournir des composés lubrifiants différents par leur constitution des huiles de pétrole naturel.

En 1928, le Dr C. Wulff a décrit un procédé de fabrication d'huile de graissage synthétique en partant d'hydrocarbures aromatiques et d'oléfines traitées par la réaction de Friedel et Craft (chlorure d'aluminium). Il a obtenu une huile en partant de l'éthylène et la naphtaline qui a donné après distillation à la vapeur d'eau

Viscosité à 50°	4.8 E
Point éclair	150°C
Goudron	0,1 à 0,2%

par raffinage à l'acide sulfurique la teneur en goudron peut s'abaisser à 0,02 à 0,04%

Il n'est pas possible actuellement de dire l'avenir de ces lubrifiants mais leur venue indique la possibilité de nouveaux concurrents aux huiles de pétrole.

Choix des Lubrifiants

Caractéristiques

Deux cas se présentent:

1°. On doit préparer le cahier des charges (spécifications) pour un lubrifiant.

2°. On doit choisir entre plusieurs échantillons proposés pour un graissage.

Il n'y a pas de règle fixe à conseiller et aucun des essais physiques ou chimiques n'est à considérer *seul*.

1°. En général on recherche d'abord les spécifications imposées pour les cas analogues par les gouvernements, les grandes compagnies ou les associations.

Il est évident que, s'il s'agit de la fourniture d'une quantité minime de lubrifiant et d'un graissage ordinaire on est certain de trouver des spécifications qu'on

peut adopter sans crainte. Les mieux étudiées sont particulièrement celles venant de la Marine, puis des chemins de fer et de l'aviation, enfin celles des sociétés automobiles parce qu'elles sont empruntes du souci de fonctionnement pratique et naturellement plus indépendantes que celles fournies par les compagnies d'huile.

Nous devons signaler cependant que ces dernières s'acquittent consciencieusement de leur tâche en vulgarisant les notions de graissage mais on ne peut les obliger à omettre complètement un souci de réclame et d'appellation commerciale pour leurs propres produits.

Dans l'industrie automobile par exemple, la "Society of Automotive Engineers" (SAE) des Etats-Unis tente un mouvement contre les appellations commerciales de "heavy" "extra heavy" "super heavy" etc. pour les remplacer par des indices uniformes correspondant principalement à une viscosité bien définie (nombre de secondes pour l'écoulement de 66 cc d'huile dans un viscosimètre standard à température définie).

La table suivante donne une idée des concordances.

Viscosity Range (1)

Viscosity	At 130 Deg. Fahr. (54.4° C)	At 210 Deg. F. (98.9° C)
10	90–115	.....
20	120–150	.....
30	185–220	.....
40	255	–70
50	.....	75–95
60	.....	105–120

2°. Lorsqu'on veut préparer soi-même des spécifications pour un lubrifiant, on devra opérer d'une façon scientifique par une étude surtout pratique de comportement de plusieurs types commerciaux et

(1) Pour les huiles dont la viscocité tombe entre deux chiffres de l'échelle on marque le dernier.

procéder par élimination. Une connaissance technique de la fabrication des lubrifiants est nécessaire pour ne pas demander des choses incompatibles avec les fabrications ordinaires, à moins qu'on soit entraîné à indiquer jusqu'au mode de fabrication du lubrifiant.

On fixe surtout les points suivants:

La couleur—la teneur en eau et impuretés—la densité—la viscosité—le point éclair et de combustion—le point de congélation—l'émulsification—l'acidité minérale—l'acidité organique—les matières asphaltiques et résineuses—les essais physiques s'il y a lieu.

Nous *adaptons* aux mesures en usage ici, les spécifications qui nous paraissent les plus commodes dans leur ensemble, publiées par "L'Association minière d'Alsace et de Lorraine." Metz 1926.

On trouve également dans les publications du Gouvernement américain un grand nombre de spécifications pour lubrifiants ainsi que dans les ouvrages signalés dans la bibliographie.

On insistera sur la pureté ou *degré de raffinage*. Dans l'évaluation de l'acidité, il faudra tenir compte du cas particulier de l'acidité organique (acides gras) qui peut fort bien être compatible avec un bon lubrifiant surtout pour les huiles "compound" à cylindre.

S'il s'agit de dresser les caractéristiques d'un lubrifiant pour le graissage d'une machine nouvelle ou construite avec des alliages nouveaux, seuls des essais comparatifs pourront fournir les données requises.

Il ne faut pas oublier que, par mélange, des lubrifiants médiocres peuvent répondre à presque toutes les spécifications, si les constantes désirées ne sont pas incompatibles les unes avec les autres.

On ne comparera que des échantillons destinés au même usage. Tous les essais seront rigoureusement effectués dans les mêmes conditions et par les mêmes méthodes. C'est ici que les méthodes "standard" doivent être particulièrement bien appliquées, avec des instruments étalonnés s'il s'agit de comparer les analyses avec d'autres faites ailleurs. Il faut admettre

cependant une légère variation dans les chiffres dus aux erreurs systématiques et personnelles. Il faut se préoccuper tout particulièrement de l'*origine* du lubrifiant et de son mode de fabrication. En effet, les seules constantes physiques ou même chimiques ne permettant pas de juger avec sûreté de la valeur d'un lubrifiant en service. On peut toujours par des adjonctions parfois difficile à déceler, modifier les constantes principales telle que viscosité—point de feu, d'un mauvais lubrifiant pour lui donner l'*apparence* d'un bon. Il faut donc être en garde contre la tendance à se tenir d'une façon trop absolue à des *chiffres* qui, isolés, ne veulent pas dire toute la valeur d'un lubrifiant.

La viscosité impressionne généralement les usagers des huiles et il y a une tendance néfaste à la vouloir élevée plus qu'il n'est nécessaire.

Exemple, une huile à base paraffineuse peut avoir les mêmes caractéristiques qu'une à base asphaltique, cette dernière étant bien moins bonne. (Ne pas confondre avec une adjonction de *paraffine* qui diminue la viscosité et n'améliore pas.)

Il faut attacher beaucoup d'importance aux *petits facteurs chimiques* qui peuvent prévenir des falsifications, mélanges, et indiquer l'origine du lubrifiant.

Dans l'aspect physique il faut savoir que la fluorescence bleue des huiles russes et verte des américaines peut être enlevée par traitement à l'acide azotique.

Chaque fois que les dépôts charbonneux sont à éviter: compresseur à air, moteurs à combustion interne, il faut proscrire les huiles trop visqueuses. La courbe de viscosité en fonction de la température est une caractéristique plus importante.

Dans le graissage sous pression les huiles fluides sont plus efficaces car elles circulent mieux.

Les hauts points d'inflammation ne sont pas toujours avantageux, ils entraînent une grande viscosité qui est souvent nuisible. Dans bien des cas

(Moteur Diesel) même avec un haut point d'inflammation l'huile est soumise à un régime pouvant l'enflammer. Il faut mieux parfaire le graissage par une abondante répartition de l'huile mi-fluide qui se refroidira plus facilement au contact des parois plutôt qu'employer une huile visqueuse formant des dépôts. Dans les cylindres à vapeur il faut mieux rechercher des huiles "compound" qui s'émulsionnent dans le cylindre et forment une couche visqueuse sur les parois sans tendance à gommer (asphaltes). Enfin on s'attachera à vérifier la conformité de *tous les* envois avec l'échantillon d'achat. Ni le plus bas, ni le plus haut prix ne peuvent servir de base au choix d'un lubrifiant.

On vérifie la bonne lubrification à l'usage. Les surfaces frottantes deviennent polies et lisses—les mouvements sont sans à coup—silencieux, sans vibrations ou broutements (sauf au départ pour les machines lourdes)—les garnitures sont étanches—les surfaces intérieures ne présentent pas d'égratignures, de rayures, d'attaques, de dépôts charbonneux ou crasses—le lubrifiant est répandu partout sans excès.

On tiendra compte dans le choix des facteurs: température de fonctionnement, système de distribution—étanchéité des organes—facilité de nettoyage—nature des parois—conductibilité—expérience acquise avec une catégorie de lubrifiant et indications du fournisseur de la machine.

Exemple de Cahier des charges (Spécifications)

Huile de graissage pour voitures et wagons des chemins de fer de l'Etat français.

1°. L'huile proviendra uniquement de la distillation des huiles de pétrole naturel.

2°. L'huile ne contiendra aucune autre huile, minérale, végétale ou animale, ni eau ni matières étrangères. Elle ne formera aucun grumeau quand on la fera couler sous forme d'un filet mince.

3°. Laissée en repos pendant quatre jours, elle ne donnera lieu à aucun dépôt.

4°. Elle ne présentera aucun indice de siccativité ou de dénaturation sous l'influence des seuls agents atmosphériques ou de l'agitation.

5°. La densité à 15°C sera comprise entre 0.850 et 0.950.

6°. La congélation ne se produira qu'à une température inférieure à 12°C au-dessous de zéro.

7°. L'inflammabilité se produira à une température de 140°C au minimum. Elle sera déterminée au moyen de l'appareil Luchaire, modèle officiel des douanes 1919.

8°. Essayée à l'ixomètre Barbey sous la pression constante de 0m10 de liquide, l'huile donnera:

A la température de 35°C, 27 d. au minimum.

A la température de 100°C, 520 d. au maximum.

9°. La totalité des matières insolubles dans l'éther de pétrole (distillant de 35°C à 50°C, densité à 15°C 0.640 à 0.645) sera inférieure ou égale à 0,6 gr pour 100 gr d'huile.

La proportion de ces matières solubles dans la benzine sera inférieure ou égale à 0,2 gr pour 100 gr d'huile.

10°. Le poids des cendres sera inférieur à 0 gr 10%.

11°. L'huile sera neutre sans aucune action sur le cuivre.

Echantillonnage des Lubrifiants

L'échantillonnage est toujours une chose délicate et qui peut donner lieu à des contestations. Sur les gros réservoirs et wagons citernes (tank cars) on prelève six échantillons à des niveaux différents au moyen d'un plongeur, d'une pipette ou d'un dispositif qui permet d'emplir des cuvettes à des niveaux déterminés. Le volume étant en rapport avec la capacité des réservoirs (environ 22 Kg, 50 lb.) Les barils doivent être roulés et retournés pour opérer un bon mélange du contenu. Le prélèvement se fait

avec une grande sonde (thief) mesurant 75 cm de long et 4,2 cm de diamètre (30″ × 1,½″) portant des ouvertures d'environ 0,25 cm. On descend l'appareil doucement dans le liquide. Si la matière est solide la sonde mesure 5 cm de diamètre et 1 m 80 de long (2″ × 6′). Les échantillons sont pris verticalement et obliquement jusqu'à l'obtention de 22 Kg (50 lb) dans des barils au hasard, à moins d'indication du nombre des prélèvements.

Les prélèvements sont mélangés et conservés dans des récipients en verre ou en métal, bien remplis, bouchés et placés dans un lieu sombre et frais.

Les huiles sont généralement contenues dans des bouteilles d'environ 120 cc (4 oz) de forme longue (oil vial). Quand elles sont dans des bidons il est bon, après agitation, d'en emplir une bouteille en verre.

Les graisses et autres corps sont contenues dans des boîtes métalliques plates.

Les récipients en verre permettent l'appréciation rapide de la *turbidité*, de la présence d'eau, de l'homogénéité des mélanges, des sédiments, de la couleur, la fluorescence, de l'odeur et de la saveur.

En renversant la bouteille bouchée, l'aspect que prend la goutte qui se détache du fond donne une idée de la viscosité.

Il est bon de laisser reposer 24 heures une huile avant de l'examiner.

Expression de la Viscosité en Système C. G. S.

Les modes actuels d'expression de la viscosité en degrés Engler, Redwood, Saybolt, Barbey sont empiriques. Il se manifeste une tendance à vouloir que toutes les viscosités soient exprimées selon le système C. G. S. Ce qui éviterait bien des confusions. L'industrie peut facilement se soumettre à l'expression rationnelle de la viscosité absolue. Il est très facile, au moyen de tables ou de nomogramme de convertir le degré exprimé par un instrument en viscosité absolue.

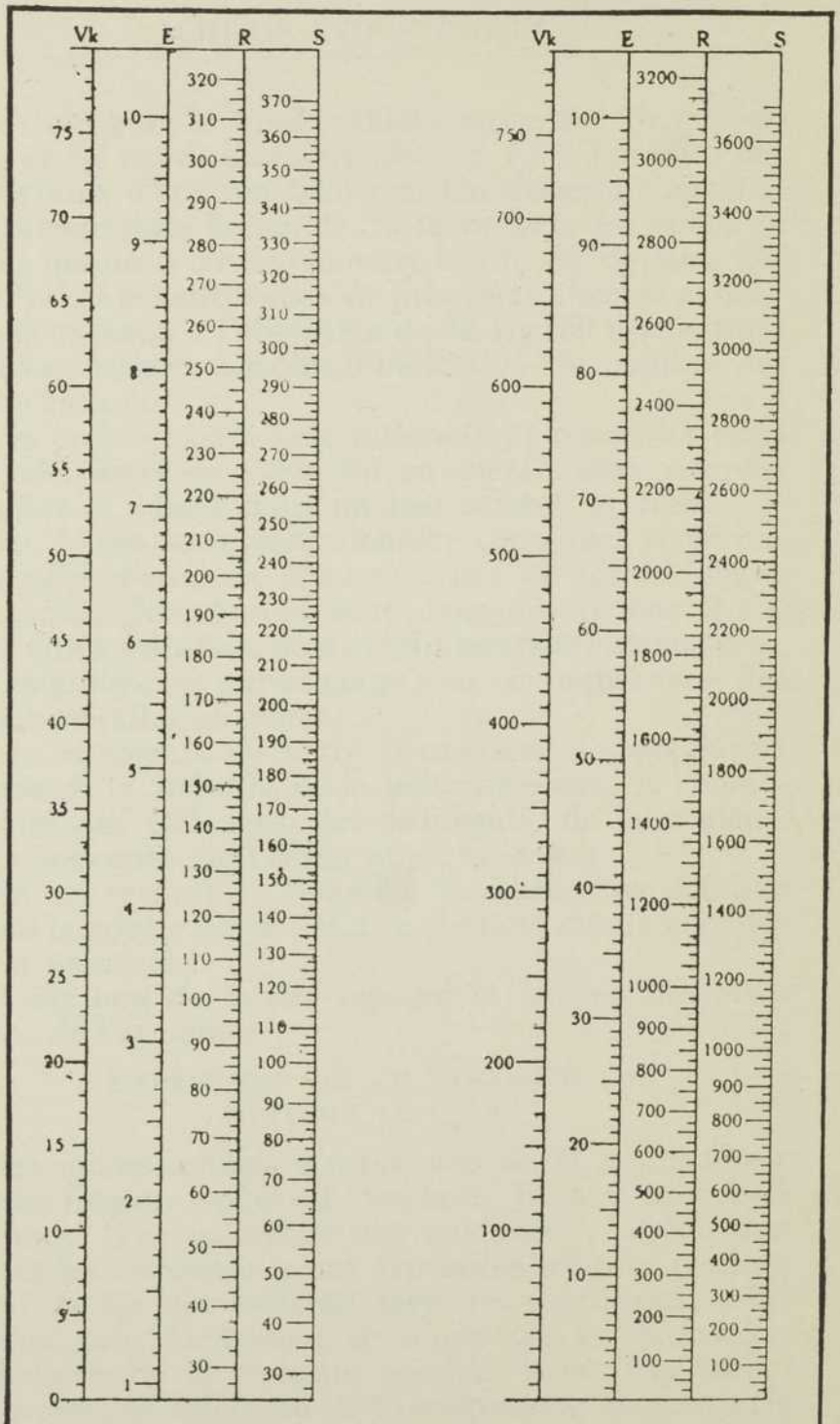


FIG. 1. — Nomogramme pour la comparaison des différentes unités de viscosité.

Vk, Viscosité absolue cinématique; — E, Viscosité Engler, — R, Viscosité Redwood; — S, Viscosité Saybold

h-t 162-163

VISCOSITÉ, POINT ECLAIR ET DE FEU DE DIFFÉRENTES HUILES

Huiles	Viscosité Sec.	Eclair °C.	Eclair °F.	Feu °C.	Feu °F.
Ricin (castor)	1485	.....	505	.....	.....
Grain	187	249	480	335	635
Graine de coton	180	305	582	340	644
Saindoux 1re qualité	214	264	530	340	644
Saindoux 2e qualité		215	419	242	468
Graine de lin bouillie	.....	192	378	300	572
Graine de lin cru	.....	274	525	340	644
Alose	.....	.....	405	.....	484
Pied de boeuf	224	226	439	273	523
Olive	.....	233	451	283	541
25° Paraffine	163	210	410	246	475
75% 25 paraffine, 25% pied de boeuf	.....	210	410	244	471
75% 25 Paraffine, 25% Saindoux	.....	210	410	254	489
50% 25 Paraffine, 50% Saindoux	.....	218	423	267	513
25% 25 Paraffine, 75% de Saindoux	.....	227	441	284	543
Blanc de baleine	156	.....	495	.....	.....
Colza	247	.....	455	.....	.....
L'huile rouge	.....	184	364	213	415
L'huile de résine	228	.....	257	.....	.....
L'huile de phoque	164	.....	515	.....	.....
Spermaceti N° 1	.....	220	428	270	518
Spermaceti N° 2	115	252	486	301	574
Blanc de baleine	184	.....	515	.....	.....

On peut aussi déterminer directement la viscosité absolue par les appareils spéciaux basés sur la loi de Poiseuille.

L'unité est la centipoise cinématique

$$1 \text{ cp} = 0{,}01 \text{ p } \chi \text{ (Khi)}$$

$$1 \text{ p}\chi = \text{poise cinématique}$$

$$\text{Viscosité cinématique} = \frac{\text{Viscosité absolue.}}{\text{Densité à la t° de l'essai}}$$

La table et le nomogramme en hors-texte servent pour les conversions. Elles proviennent de la Revue de la Société Brown Boveri, fev. 1929.,

VARIATION DE LA DENSITÉ DES HUILES MINÉRALES ET DES HUILES GRASSES EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE.

TEMPÉRATURE DE L'HUILE en degrés centigrades.	CORRECTION A APPORTER aux densités correspondant à		
	15°	18°	20°
		Ajouter:	
0	0,011	0,013	0,014
5	0,007	0,009	0,011
10	0,004	0,006	0,007
15	0,000	0,002	0,004
		Soustraire:	
20	0,004	0,001	0,000
25	0,007	0,005	0,004
30	0,011	0,008	0,007
35	0,014	0,012	0,011
40	0,018	0,015	0,014
45	0,021	0,019	0,018
50	0,025	0,022	0,021
55	0,028	0,025	0,025
60	0,032	0,029	0,028
65	0,035	0,033	0,032
70	0,039	0,036	0,035
75	0,042	0,040	0,039
80	0,046	0,043	0,042
85	0,049	0,047	0,046
90	0,053	0,050	0,049
95	0,056	0,054	0,053
100	0,060	0,057	0,056
105	0,063	0,061	0,060
110	0,067	0,064	0,063
115	0,070	0,068	0,067
120	0,074	0,071	0,070
125	0,077	0,075	0,074
130	0,081	0,078	0,077
135	0,084	0,082	0,081
140	0,088	0,085	0,084
145	0,091	0,089	0,088
150	0,095	0,092	0,091
155	0,098	0,096	0,095

La densité d'une huile étant connue à 15°, 18° ou 20° C, il faudra apporter à ces valeurs une certaine correction pour les autres températures. Cette correction est sensiblement la même par degré centigrade pour toutes les huiles considérées ici et se monte à 0,0007. Le tableau donne les valeurs des corrections qu'il faut apporter aux densités connues à 15°, 18° ou 20° C, entre les températures de 0 et 155° C.

Huile pour Interrupteurs et Transformateurs

Densité comprise entre 0,850 et 0,920 à 15°C.

Inflammabilité: supérieure à 160°C (avec tolérance en moins de 10°C). (320°F.)

Viscosité: pas supérieure à 20,5 Engler à 50°C (122°F.)

Congélation: la température de congélation ne doit pas être supérieure à 5°C (41°F.)

Perte de Poids par Évaporation. La perte par évaporation ne doit pas dépasser 0,2% après chauffage pendant 5 heures à 100°C (212°F).

Tendance a former des Dépots. *a*) Après un chauffage de 5 heures à 150°C, (302°F), il ne doit exister aucun dépôt. Après une cuisson de 50 heures à 150°C, (302°F), il ne doit y avoir que des traces de dépôt solubles dans le tétrachlorure de carbone. Le poids de ce même dépôt ne doit pas dépasser 0.15% après 125 heures de cuisson à 150°C, (302°F).

Le poids du dépôt soluble dans le tétrachlorure de carbone doit être inférieur à 0.05% après une cuisson de 50 heures à 150°C, (302°F), et 0.3% après 135 heures à 150°C, (302°F). En outre, il ne devra pas rester de dépôt notable sur le filtre; car, pour les huiles de bonne qualité employées actuellement pour les transformateurs, on a constaté que le dépôt était pratiquement entièrement soluble dans le tétrachlorure de carbone.

b) A titre d'indication, l'indice de décoloration par l'alcool amylique devrait être inférieur à 0,5 après un chauffage de 5 heures à 150°C, (302°F), ou de 16 après un chauffage de 50 heures à 150°C, (302°F).

Teneur en Acide, Alcali, Soufre.

L'huile doit être exempte d'alcali et de soufre.

La teneur en acide devra être inférieure à 0,02% exprimée en H^2SO^4.

HUMIDITÉ. L'huile doit pratiquement être exempte d'eau.

POUVOIR ISOLANT. La rigidité diélectrique doit être telle que l'étincelle n'éclate pas pour 40.000 volts efficaces, en tension alternative, entre des sphères de 12,5 mm de diamètre écartées de 5 mm, l'huile étant absolument sèche.

L'essai de rigidité diélectrique est fait après avoir chauffé l'huile pendant un certain temps pour la sécher.

DÉTERMINATION DU POUVOIR DIÉLECTRIQUE DES HUILES

Les huiles essayées doivent être absolument débarrassées de toute humidité. L'échantillonnage devra être aussi soigné que possible.

MÉTHODE RECOMMANDÉE PAR "AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS".

Appareils: Transformateur et source de courant d'au moins 0,5 Kv-a et fréquence n'excédant pas 100 cycles par seconde. Le réglage de la haute tension doit pouvoir être contrôlé pour qu'on puisse augmenter graduellement à environ 3000 volts par seconde sans ouverture de l'un ou de l'autre des circuits primaire ou secondaire. Ceci est important, toute ouverture du circuit introduisant une augmentation de voltage momentanée est suffisante pour fausser le résultat.

Le voltage doit être mesuré par une méthode sûre donnant la racine carrée de la valeur.

Le récipient à huile doit être en substance ayant un pouvoir diélectrique suffisant. Il doit être insoluble dans l'huile, la gazoline et ne pas absorber d'humidité.

Les électrodes sont des disques en bronze poli ou en cuivre mesurant 1 pouce de diamètre (25,5 mm) à bords droits. Elles sont montées dans le récipient sur un axe horizontal avec un jour de 0,100 pouce entre leur faces adjacentes, le bout de l'électrode étant à environ 1,25 pouce en dessous du haut du récipient.

(Appareil Westinghouse Electric & Mfg. Co.)

Mode opératoire:

a) Les électrodes et le récipient doivent être proprement nettoyés avec un papier ou chamois sec et rincés avec de la gazoline ou benzine exempts d'huile pour enlever les fibres. L'humidité du récipient est une cause fréquente d'erreur.

b) L'espace entre les électrodes sera vérifié avec un calibre standard ayant un diamètre de 0,100 pouce et les électrodes fixées dans cette position.

Bien faire attention de ne pas toucher les électrodes après le nettoyage et le réglage.

c) Le récipient à huile est rempli de gazoline ou benzine exempte d'huile et le voltage appliqué avec un accroissement uniforme d'environ 3000 volts par seconde jusqu'à apparition de la décharge.

Si le pouvoir diélectrique est au moins de 25 Kw le récipient est considéré en bon état.

Si on obtient une valeur plus basse il faut renettoyer et recommencer.

L'évaporation de la gazoline des électrodes refroidit suffisamment pour causer une humidité de condensation à la surface. Pour cette raison, après le dernier rinçage à la gazoline le récipient doit être immédiatement empli avec l'huile à essayer et l'épreuve faite. Ou bien il faut assécher immédiatement les électrodes.

d) La température du récipient et de l'huile doivent être la même que celle de la chambre 20 à 30°C (68 à 86°F). Une épreuve faite à une température plus basse donne des résultats douteux.

e) L'échantillon doit être convenablement agité mécaniquement, sans introduire d'air avant d'emplir le récipient. Ceci est plus important avec les huiles usagées qu'avec les neuves, les impuretés se déposant et donnant des résultats erronnés.

f) Le récipient est empli d'huile jusqu'à hauteur d'au moins de 0,79 pouce (20 mm) au dessus du haut des électrodes.

g) L'huile doit être agitée doucement en balançant le récipient et laissée tranquille pendant trois minutes avant la première épreuve et une minute avant chaque épreuve consécutive. Ceci pour permettre aux bulles d'air de s'échapper. Les bulles d'air sont une cause d'erreur commune.

h) Le voltage est appliqué en augmentant uniformément au taux approximatif de 3000 (r.m.s.) volts par seconde jusqu'à apparition de l'étincelle qui est indiquée par une décharge continue à travers la fente. Quelquefois une décharge momentanée ne résulte pas d'un arc permanent, elle ne doit pas être comptée.

i) Un dispositif devra pouvoir ouvrir le circuit aussi rapidement que possible après la décharge pour éviter la carbonisation de l'huile. Après chaque éclatement, le récipient devra être secoué pour enlever les particules de carbone adhérentes aux électrodes et l'huile doucement agitée sans introduire de bulles d'air.

j) Cinq décharges seront faites après chaque mise au point. Le récipient est vidé et rempli de nouveau avec de l'huile fraîche. L'épreuve sera répétée jusqu'à ce que la moyenne de trois lectures ne diffère pas de plus de 10%.

Rapport: Il devra comprendre le voltage (r.m.s.) à chaque éclatement, le voltage moyen pour chacune des trois épreuves ou plus, la moyenne totale des voltages et la température approximative de l'huile pendant le test. Le diamètre du disque des électrodes et leur écartement doivent être mentionnés.

Une précision de 3% est raisonnable pour 15 essais échelonnés en trois séries de déterminations. Mais si l'espace de la fente a été réajusté et qu'il y a eu des contaminations, la précision peut tomber à 6 ou 7%.

Enfin il peut exister des différences de 10 à 12% entre des laboratoires différents.

(Dean Harvey: *Electrical Insulating Oil,*)
The Electric Journal, Feb. & March 1928.)

BIBLIOGRAPHIE

Leonard Archbutt et R. M. Deely.
Le graissage et les lubrifiants.
Traduction Richard.
Dunod. Paris 1905.
5e ed. en anglais, Ch. Griffin & Co Ltd., London, 1927

By Expert:
Pratical compounding of oils, tallow and greases for lubrication.
London, 1907.

Robert H. Thurston.
Le frottement, le graissage des machines et les lubrifiants.
Traduction N. Jarry.
Bernard Tignol, Paris.

P. Sabatié et M. Pellet.
Essais d'huiles usagées.
Bulletin du Laboratoire d'essais du Conservatoire des Arts et Métiers.
Béranger, Paris, 1911.

R. Ehrsam.
Fabrication des savons industriels.
Dunod, Paris, 1913. et 1927
Fabrication des graisses industrielles.
Dunod, Paris.

Thomas B. Stillmann.
Examination of lubricating oils.
Easton, Pa., U.S. 1914.

E. Dieterichs.
A Pratical treatise of friction, lubrication, fats and oils.
Philadelphia, U.S. 1916.

Goe H. Hurst.
Lubricating oils, fats and greases.
Origin, preparation, properties uses and analysis.
(3rd. ed. by Leask).
Scott, Greenwood & Son, London, 1916.

T. B. Stillmann.
Engineering Chemistry.
The Chemical Publishing Co.
Easton Pa., U.S. 1916.

I. I. Redwood.
Lubricants, oils and greases.
London, 1918.

V. Dallwitz-Wegener.
Nouveaux procédés d'analyse de matières lubrifiantes.
Munich-Berlin, 1919.

T. C. Thomsen.
The practice of lubrication.
Mc Graw Hill, Co., New-York, U.S. 1920-1926.

L. B. Lockhart.
American Lubricants from the standpoint of the consumer.
The Chemical Publishing Co.
Easton, Pa., U.S. 1920.

V. Villavecchia.
Traité de Chimie analytique appliquée. Tome II.
Traduction Nicolardot.
Masson, Paris, 1921.

J. Marcusson.
Analyses des graisses et huiles, (en allemand).
W. Knapp, 1922.

Post-Neumann.
Traité d'analyse chimique. Tome I. Fasc. 2.

A. Ascher.
Matières lubrifiantes.
Jul. Springer, Berlin, 1922.

A. Kling.
Expertises chimiques (méthodes actuelles). Tome II.
Dunod, Paris, 1922.

Methods for testing petroleum products
Technical Paper No. 298 —1922
No. 323 —1922
No. 323A—1924
Government printing office. Washington, U.S.

Richard Brunner.
The manufacture of lubricants.
Scott, Greenwood & Son, London, 1923.

John Rome Battle.
The handbook of industrial oil engineering. Vol. 1.
J. B. Lippincott Co. Philadelphia, U.S., 1923.

G. Franche.
Les huiles en mécanique. Graissage.
Combustibles liquides.
Desforges, Paris, 1923.

T. E. Stanton
Friction.
Longmans. Green & Co.
London, New York, Toronto, 1923.

Roy Cross.
A Handbook of petroleum asphalt and natural gaz. Bull. 17.
Kansas City testing laboratory.
Kansas City Mo., U.S., 1924.

J. Malette.
Analyses et essais des matériaux de construction.
Dunod, Paris, 1924

Ch. Griffiths et Lévi.
Traité d'analyses industrielles.
Dunod, Paris, 1924.

N. Champsaur.
Le graissage du moteur à explosion.
Paris, 1924.

T. C. Thomsen.
La pratique du graissage.
Traduction P. Chaillous.
Dunod, Paris, 1925.

J. Fritsch.
Formulaire du graissage industriel.
A. Legrand, Paris, 1925.

Dr. Richard Asher.
Les lubrifiants.
Traduit de l'allemand par Georges Lehr.
Paris, 1925.

P. Woog.
Contribution à l'étude du graissage;
Onctuosité; influences moléculaires.
Paris, 1926.

Association Minière d'Alsace et de Lorraine.
Les lubrifiants; caractéristiques, propriétés, emploi.
Metz, 1926.

A. G. M. Michell.
Viscosité et lubrification.
Traduit de l'anglais par A. Troller.
Paris, 1927.

Allen's.
Commercial organic analysis. Vol. III and IX.
P. Blakiston's Son & Co., Philadelphia, 1928.

J. Lewkowitsch.
Technologie et analyse chimique des huiles, graisses et cires. 3 volumes. Traduction Boutoux.
Dunod, Paris, 1906.
Nouvelle édition Dunod, Paris, 1929.

Dr. D. Holde.
Huiles et graisses minérales, végétales et animales, leurs dérivés, leurs succédanés.
Traduction A. Jouve.
Béranger, Paris, 1929.

Périodiques:
La Technique Moderne, Dunod, Paris.
Les matières grasses, le pétrole et ses dérivés.
A. D. Cilliard, Paris.
Chimie et Industrie. Paris.
"Veedol" Lubrication of internal Combustion engines. Publication of Tide Water oil Sales corporation, 11 Broadway New-York.
Lubrication (Mensuel). The Texas Company (Texaco).
11 Battery Place, New-York, U.S.
406-8 C.P.R. Bldg., Toronto 2, Ontario.
Standarization of the Saybolt universal viscosimeter.
Technological Papers No. 112.
Gov. Printing Office, Washington, U.S., 1919.

Lubrication Symposium.
Industrial and Engineering Chemistry.
Easton, Pa., U.S.May, 1926.

R. O. Boswell.
The Theory of Film Lubrication.
Longmans, Green & Co.
London, New-York, Toronto, 1923.

E. N. Klemgard
Lubricating Greases.
The Chemical Catalog Co.
New-York, U.S., 1927.

INDEX

A

Abbé, 88.
acétone (méthode à l'), 131.
Acheson, 36.
acide abiétique, 124.
acides gras libres, 101, 103.
acides gras organiques, 145, 146
acides libres, 100.
acides naphténiques, 103.
acide oléique, 100, 148.
acide sulfurique, 100.
acidité, 99.
adhérence, 11, 15.
adultérant, 19.
air comprimé, 44.
alcali, 100.
alcalinité, 99.
alcool, 108.
Allen, 134.
alliages, 35.
Amagat, 88.
Americain (Gouvernement), 55.
American Society for Testing Materials, 55, 79, 166.
ammoniaque, 108.
analyses, 55.
analyses standard, 55.
angle de frottement, 2.
antifriction, 35, 49.
antirouille, 145, 150.
appareils de graissage, 53.
Armani, 114.
asphaltes, 57, 126.
Association (minière d'Alsace Lorraine), 48, 158.
atomisation, 42.
automobiles, 46.
autres déterminations, 57, 140.

B

Bailey, 56, 96.
Barbey, 9, 64, 66, 74.
baril, 40.
baryte, 37.
Baumé, 62.
Beauchamp, 12.
Benseman, 77.
béton (action de l'huile), 141.
Besnard, 31.
Bôhm, 127.
Boult, 56, 97.
briquettes, 32, 33, 142.
Brown Boveri, 163.
Bulletin 323A., 78.
butanone, 128.

C

câbles, 50.
calories, 109.
capacité calorifique, 15.
capillarité, 10, 15, 16.
caoutchouc, 138.
caractéristiques, 156.
carbone (résidu de), 57, 123.
carboxyle, 102.
carrières, 51.
cendres, 57, 108.
centipoise, 9, 163.
centrifugeuse, centrifuge, 39, 92, 105.
chaleur (action de la), 57, 109, 116, 117.
Chapelet, 35.
chaux, 101.
chaux libre (dosage), 143, 144.
chimique, 99.

chlorure d'éthyle, de méthyle, 45.
choix des lubrifiants, 156.
chromomètre, 58.
ciment (action des huiles sur) 141.
cimenteries, 51.
Claude, 37.
Cleveland (open cup method) 81.
Cleveland, open cup apparatus, 81, 122.
cloud point, 56, 82.
coefficient de dilatation, 152.
coefficient de frottement, 2, 3, 11, 13, 14.
cohésion, 11, 14.
colles, 138.
colloïdale, 36.
colophane, 124, 129.
colorimètre, 58, 59.
combustion, 56, 81, 82, 109.
compléments, 147.
comportement, 94.
compound, 142.
compresseurs à air, 43.
compresseurs à air liquide, 44
compresseurs horizontaux, 45.
conditions requises (huiles), 48.
conductibilité électrique, 154.
congélation, 46, 83, 145.
Conradson, 44, 123.
conservation, 40, 41.
consistance, 56, 74.
Cook, 77.
cordes, 3.
correction (de température), 63.
corrosion, 57, 118.
couche d'huile (épaisseur), 151.
couleur, 56, 57, 60.
couleurs (dans les huiles), 134
Cousolin, 42.
craie, 37.
cristallisation, 56, 82, 83.
cylindres, 42.
cylindres à vapeur saturée, 42.
cylindres à vapeur surchauffée 43.

D

Davidsohn, 146.
défloculation, 36.
défloculé, 36.
degré (Baumé), 62.
degré de raffinage, 57, 103, 158.
de Hemptinne, 149.
de Laval, 39.
densité, 56, 62.
densité, variation, 164.
dermatose, 35.
désémulsification, 89, 90.
diélectrique, 53, 166, 167, 168.
Diesel, 47.
dilatation (coefficient, sa mesure), 152.
dilatomètre, 152.
distillation, 104.
dosages (spéciaux), 136.
Dubosq, 58.

E

eau, 57, 104, 106.
eau de condensation, 141.
échantillonnage, 161.
échauffement, 1.
échauffement sulfurique, 142.
éclair (point), 56, 81, 82, 163
electric insulating oil, 167.
électriques (essais), 153.
emploi, 41.
émulsion, 56, 89, 144.
Engler, 9, 64, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 127.
engrenages, 51.
épuration, 38.
essais électriques, 153.
essais mécaniques, 56, 94.
Eschka, 122.
examen chimique, 56, 99.
examen physique, 56.

F

facteurs chimiques, 159.
falsifications, 30, 57, 129.
feu (point de), 56, 81, 163.
fire point, 56, 81, 163.
flash point, 56, 81.

fluidité, 11, 14, 63, 68, 83.
formolites, 103, 136, 137.
François, 35.
freezing (point), 56.
frigorifiques, 44.
Fritsch, 75, 132.
frottement, 1, 14.
frottement des courroies, 4.
frottement de départ, 1.
frottement de glissement, 2.
frottement intérieur, 15.
frottement pendant le mouvement, 2.
frottement pour les liquides, 5.
frottement pour les solides, 4.
frottement de rodage, 3.
frottement de roulement, 2, 5.
fuel oil, 23.
Furol (viscosimètre), 64.
fusion, 56, 76.

G

garnitures, 35.
General Electric (method), 77.
générateurs, 52.
germe, 16, 147.
glycérine, 45.
Goodman, 12.
goudron, 133, 135.
graissage, 6, 8, 13, 14, 41, 42, 53.
graissage aux faibles vitesses, 12.
graissage aux grandes vitesses, 12, 41, 52.
graissage des cylindres, 41, 42.
graissage direct, 42.
graissage indirect, 42.
graissage des mouvements, 41.
graissage statique, 11.
graisses consistantes, 24, 25, 49, 142.
graisses dures, 26.
graisses fibreuses, 33.
graisses mélangées, 29.
graisses molles, 26.
graisses moyennes, 26.
graisses saponifiées, 30, 31.
graisses spongieuses, 26, 33.
graisses très dures, 31.
graisses à essieux, 26, 31.
graisses à godets, 26.
graisses de porc, 19.
graisses pour câbles; chanvre, coton, 27.
graisses pour câbles, métalliques, 28, 143.
graisses pour chariots, 31.
graisses pour collecteurs, 27.
graisses pour courroies en coton, 27, 143.
graisses pour courroies en cuir, 28, 143.
graisses pour courroies en poils de chameau, 28.
graisses pour coussinets, 31.
graisses pour engrenages en fonte, 28, 143.
graisses pour fraises, 34.
graisses pour laminoirs, 32, 143.
graisses pour machines en bois, 27.
graisses pour machines à imprimer, 26.
graisses pour métaux, 34.
graisses pour presse-étoupe, 29.
graisses pour tampons, 27.
graisses pour tige de piston, 27.
graisses pour voitures, 23, 33, 142.
graisses pour wagons, 26, 29, 30, 31.
graisseurs, 42.
graphite, 36, 139.
graphite défloculé, 36, 139.

H

Hackel, 84.
Haen, 36.
Hall (Proctor), 153.
Harvey, 167.
Hempel, 116.
Henderson, 56, 96.
Holde, 110, 124, 125, 126, 127, 131, 140, 141, 151.
huiles, 118.
huiles américaines, 150.
huiles animales et végétales, 138.

huile d'arachide, 19.
huile de baleine, 19.
huiles blanches, 23.
huiles à broches, 23.
huiles des carters, 47.
huile de castor, 18.
huile de coco, 18.
huile de colza, 18.
huiles commerciales, 23.
huile de coprah, 18.
huile de coton, 19.
huiles à cylindres, 22, 92, 119, 137.
huile de dauphin, 20.
huiles distillées, 22.
huiles épaissies, 20.
huiles épurées, 37, 38.
huiles filtrés, 22, 37.
huiles fixes, 132.
huile de goudron, 24, 135.
huiles incongélables, 23.
huile de maïs, 19.
huile de marsouin, 20.
huiles mélangées, 142.
huiles minérales, 20, 138, 144.
huiles minérales élémentaires, 22.
huiles neutres, 22.
huiles noires, 23, 92.
huile d'oléine, 18.
huile d'olive, 18.
huiles oxydées, 20.
huiles pâles, 22.
huile de palme, 18.
huiles de pétrole, 20, 21.
huile de pied de boeuf, 19.
huiles pour interrupteurs, 53, 165.
huiles pour machines-outils 144.
huiles pour transformateurs, 53, 165.
huiles pour wagons, 118.
huile de résine, 19, 137.
huile de ricin, 18.
huiles rouges, 22.
huiles russes, 150.
huiles sans reflets, 23.
huiles saponées, 29.
huiles saponifiées, 29.
huiles de schistes, 23.
huiles solubles, 34.
huiles soufflées, 20, 138.
huile de spermacéti, 19.
huiles synthétiques, 155.
huiles usagées, 39, 45, 140.
huiles voltolisées, 149.
humidité, 104, 107.
hydrocarbures, 136.
hydromètres, 62.

I

impuretés, 15, 136.
indicateurs chimiques (d'échauffement), 151.
indice de précipitation, 92, 94.
indice de réfraction, 56.
indice de saponification, 57, 111, 112, 113, 114.
indice de saponification de quelques huiles et graisses, 113.
inflammation, 56.
insaponifiables, 146.
interrupteurs (huiles pour), 53, 165.
isolant (pouvoir), 166.
ixomètre (Barbey), 64, 66, 67.

J

Jean, 88.

K

Kingsbury, 13.
Kissling, 75.
Kunkler, 75.

L

laminoirs, 51.
lard, 19.
Laurent, 58.
Lecomte du Nouy, 10.
limpidité, 56, 61.
liquide, 34.
Lohnstein, 10.

Lois de Coulomb, 2.
Lois de Jurin, 10.
Lois de Morin, 2.
louche (point de), 82, 83.
lubrifiants, 8, 13, 15, 17, 25, 36, 150.
lubrifiants antirouille, 150.
lubrifiants conducteur de l'électricité, 150.
lubrification, 8, 13.
Luttgen, 127.

M

Mac Michael, 69.
Mac Naught, 56, 94, 95.
machines électriques, 52.
machines frigorifiques, 44.
machines outils, 50.
machines textiles, 53.
Magrader Plunger, 69.
manipulations, 40.
manutention, 40.
Marcusson (réaction de), 136, 138.
matériel roulant, 50.
matières saponifiables, 114.
mazout, 23.
mécaniques, 94.
mélanges, 26.
métallurgie, 51.
métaux, 34, 118.
micrographie, 35.
Millian, 121, 122.
minoteries, 51.
Mitchell, 13, 154.
Mohr, 62.
Morawski (réaction de), 146.
moteurs à essence, 46.
moteurs Diesel, 47.
moteurs à gaz, 45.
moteurs à pétrole lampant, 47.
mouillant, 15, 145.
mouvements, 48.
mucilage, 136.

N

naphténiques, 103.
Nernst, 150.
nitronaphtaline, 134.
nomogramme, 163.

O

objet du graissage, 8.
odeur, 56, 60, 61.
oildag, 36.
oléate d'aluminium, 30.
oléique, 100.
oléoréfractomètre (Amagat et Jean), 88.
onctuosité, 11.
opaque, 83.
Osborne, 12.
Ostwald, 9, 69.
outils (liquides pour), 34.
oxydation, 57, 115.
oxygène, 115.

P

paliers, 33, 49, 151.
paraffine, 57, 127.
paravaseline, 25.
parfumés (produits), 134.
Pellet, 74.
pellicules, 6.
Pennsylvania Railroad, 69.
pétrolatum, 24.
pétroles (huiles de), 21.
phénols, 102.
picnomètre, 63.
Pinmock (procédé), 152.
plombagine, 36.
point (de goutte), 75.
point de combustion, 56, 81, 82.
point de congélation, 145.
point de cristallisation, 82.
point éclair, 81, 82, 163.
point d'inflammation, 56, 81.
point de feu, 56, 81, 163.
point de fusion, 56, 76, 79, 80.
point de louche, 82.
point de précipitation, 86, 92 94.
poises, 9.
Poiseuille, 9.
Polh, 76.
pompe à vide, 44.

potstone, 37.
pouvoir diélectrique, 54, 166, 167.
pouvoir lubrifiant, 16.
précipitation, 86, 92, 94.
propriétés chimiques, 15.

R

raffinage, 57, 103.
réaction, 56, 99, 103.
Redwood, 9, 33, 64, 69, 70, 71, 72, 73, 77.
réfraction, 56, 88.
réservoirs, 41.
résidus, 140, 141.
résine, 57, 124, 129.
résinification, 57, 128.
résistance (à la chaleur), 60.
Reynolds, 12.
Rodano, 114.
rotatoire, 56, 88.
Rothe, 122.
rouleaux, 49.
roulements à billes, 49.

S

saindoux, 19.
saponification, 57, 111, 112, 113, 114.
saponifiables (matières), 114.
saveur, 56, 60, 61.
savons, 129, 130, 131, 144, 146.
Saybolt, 9, 58, 59, 64, 69, 70, 71, 72, 73.
Saybolt A, 69.
Saybolt C, 69.
Saybolt Furol, 69.
Scott, 69.
sédiments, 56, 91, 104, 106, 107.
semi-lubrification, 14.
Sharples, 39.
Skidmore, 123.
soapstone, 37.
Society of Automotive Engineers, 157.
solvants, 105.
solidification, 56.
Sommerfeld, 13.
soufre, 37, 119, 120.
Southcombe, 16, 147.
spécifications, 160.
Spilker, 155.
stabilité (à la chaleur), 117.
standard, 99.
steatite, 37.
stillation, 56, 74, 75.
Storch-Liebermann (réaction de), 134.
Storch-Morawski (réaction de), 134.
Striebeck, 13.
suif, 19.
surchauffe, 151.

T

Tagliabue, 69.
talc, 37.
Tauss, 127.
température, 14.
tension superficielle, 9, 15, 152.
théorie du germe, 147.
Thomsen, 53.
Thurston, 12, 56, 96.
time injection, 45.
tintomètre, 58.
tourillons, 3.
Tower, 12.
transformateur, 165.
transmission, 50.
Traube (méthode de), 153.
turbine hydraulique, 53.
turbine à vapeur, 52.

U

Ubbelhohde, 75.
union (colorimètre), 58, 59.

V

Valenta (méthode de), 134.
vaporisation, 15.
vaseline, 24, 33, 79, 80.
viscosimètres, 63.
viscosimètre Furol, 64.
viscosimètre Mitchell, 154.
viscosimètre Redwood, 64.
viscosimètre standard, 64.
viscosimètre universel, 64.
viscosité, 8, 9, 46, 52, 56, 63, 149, 162.
viscosité, comparaison, 163.
viscosité des huiles, 163.
viscosité spécifique, 149.
viscosité en système C.G.S., 162.
volatile (perte), 57, 110.
volatiles (matières,) 145.
voltolisées, 149.
voltols, 149.

W

wagons, 118.
Weiss, 75.
Wells, 16, 147.
Westinghouse Electric Mfg. Co. (appareil), 166.
Westphal, 62.
Wolff (méthode de), 125.
Woog, 149.
Wulff, 156.

Z

Zeiss, 88.
Zschimmer, 141.

MODÈLE

RAPPORT MENSUEL DE GRAISSAGE

LIEU	
Qualité du lubrifiant	Suivant les machines
Date de réception	D'après les commandes
Quantité reçue	En Kg—lb—gal—litres suivant les factures
Quantité restante	D'après l'inventaire
Quantité employée	Différence entre les 2 inventaires
Heures de marche des machines	D'après les rapports d'opération
Consommation normale	D'après constructeur ou moyennes
% augmentation	Calculée
% diminution	Calculée

MODÈLE

RAPPORT DU COUT DU GRAISSAGE

Qualité du lubrifiant	D'après rapport mensuel
Total consommation	D'après rapport mensuel
Coût unitaire Kg—lb—gal—lit.	D'après les factures
Coût total	Coût unitaire × quantité
Coût du mois précédent	Moyenne des mois précédents
% augmentation	Calcul
% diminution	Calcul
Remarques	

TABLEAU SYNOPTIQUE

de la

FABRICATION DES HUILES DE GRAISSAGE MINÉRALES

Exemple

Distillation d'un pétrole brut D = 0,875 = Essences et pétrole lampant.
Résidu; Mazout, huile combustible 50%.

Résidu D = 0,912 à 0,914 Inflammation > 150 C.

I. DISTILLATION FRACTIONNÉE:

dans vapeur d'eau surchauffée..... { régulateur de température, agitation du mélange pour éviter la surchauffe et le cracking.

et

dans le vide (sous pression réduite) ... { pour enlever les vapeurs à la température la plus basse possible.

a) Distillation intermittente ou discontinue
Appareils:
Chauffés au gaz ou au mazout, avec réchauffeurs, refrigérants à eau..... { peu économique; il faut refroidir après chaque opération et réchauffer ensuite toute la masse—on est exposé à des débordement si l'appareil contient un peu d'eau—variations rapides de température des joints et de toutes les parties.

b) Distillation continue..... { économique,—appareils de dimensions plus réduites—durée des appareils plus longue—réglage délicat mais plus automatique—pertes de chaleur réduites.

On obtient: huile solaire D 0,870—0,895 ....21%
huile à broches D 0,895—0,903.....15
huile à machines D 0,904 — 0.918 ...34
huile à cylindres entre D 0,918 et la fin.....3 à 5
résidu goudron D 0,940—0.942 15
pertes totales (différence). 10–12

100

II. RAFFINAGE CHIMIQUE—Exemple sur la fraction huile à machine 34%

a) Traitement à l'acide sulfurique (à 66B).

Appareils;

Cuve à fond conique en tôle (elle se recouvre assez vite d'une couche protectrice de goudron) .
Cuve à fond conique pour traitement à la soude (fond garni de plomb).
Cuves de lavage à fond conique.
Cuve de clarification.
Bacs à eau et à soude.

{ Il faut que le distillat soit préalablement chauffé à 70–80 pour enlever par décantation l'eau en suspension, on laisse déposer à 30-35°C dans une cuve à fond conique.
On enlève les traces d'eau par mélange avec un peu d'huile acide venant d'une opération précédente. On souffle pendant 1 heure.
on laisse en repos 2 à 3
on décante le distillat sec.
3 à 4% d'acide sulfurique, brassage 2 h.
Repos 3 à 4, le goudron acide doit être déposé.
Décantation.

b) Traitement à la soude 2 ou 2½ B. .. { On ajoute de la soude jusqu'à saturation (au rose par phénol-phtaléine).
Brassage ensuite ½ h. par l'air comprimé, réchauffage par serpentin de vapeur 2 à 3 h.
Décantation.

c) Lavages ..... { Premier lavage à l'eau avec un peu de soude, deux autres à l'eau pure jusqu'à eau neutre et propre—pompage au bac de clarification.

d) Clarification..... { dans cuve, par réchauffage et brassage à l'air comprimé sec (peut être supprimé).

e) Emmagasinage ..... { Dans réservoir pour expédition en wagons-citernes ou fûts. Perte 12% sur 34% du mazout. Durée des opérations environ 12 h. On peut faire 2 opérations en 24 de marche continue. 100 kg de mazout laissent 29.9 Kg. d'huile à machine raffinée, la densité est tombée de 2 à 3 degrés.

HUILES	Couleur	Densité à 15°C (60°F)	Degrés Baumé à 15°C	Viscosité Engler à à 50°C (122°F)	Viscosité Saybolt Universel	Point d'inflammation	Point de combustion	Point de congélation	Acidité minérale	Acidité organique	Asphaltes durs
Pour Mouvements	rouge ou jaune	0.890 à 0.935	27.3 à 19.7	3.5 à 7.	117 à 238	180°C (356°F)	210°C(410F)	0°C (32)	nulle	traces	0
Pour Arbres de transmission	rouge transparte	0.885 à 0.930	28.2 à 20.5	2.8 à 6	93 à 204	150°C (302)	180°C(356)	0°C (32)	nulle	traces	0
Pour Essieux	vert ou noirâtre	0.890 à 0.950	27.3 à 17.3	3.9 à 14	130 à 530	180°C (356)	210°C(410)	0°C (32)	—	—	—
Pour Cylindres à V. surchauffée	verdâtre	variable	—	à 100°C 4 à 6	—	265°C (509)	300°C(572)	—	nulle	traces	Moins de 0.2%
Pour Cylindres à V. saturée	verdâtre	variable	—	à 100°C 2.5 à 4	—	250°C (482)	280°C(536)	—	nulle	traces	Moins de 0.2%
Pour Turbines à vapeur	orange ou jaune	0.880 à 0.930	29.1 à 20.5	2.5 à 6	82 à 204	170°C (338)	200°C(392)	0°C (32)	nulle	traces	0. Pas d'émulsion stable à 80°C.
Pour Compresseurs à air	rouge ou jaune	0.900 à 0.930	25.5 à 20.5	0 à 7; 4 à 6; 6 à 10	238—144 204—370	190°C à 210°C 374°C à 410°C	220°Cà240°C 428°Cà464°C	0°C (32)	nulle	traces	0
Pour Machines Frigorifiques	rouge ou jaune	0.880 à 0.940	29.1 à 18.9	2 à 5	64 à 170	150°C (302°F)	195°C(382)F	-10 à-20°C (+14 à −4)	nulle	traces	
Pour Moteurs à Gaz	rouge	0.900 à 0.930	25.5 à 20.5	4 à 10	144 à 370	200°C (392)	230°C(446)	0°C (32)	nulle	traces	0.
Pour Moteurs à essence	jaune ou rouge	0.890 à 0.940	27.3 à 18.9	3 à 15	100 à 550	190°C (374)	—	0°C (32)	nulle	traces	0.
Pour Moteurs semi-Diesel	jaune ou rouge	0.900 à 0.930	25.5 à 20.5	6 à 9	204 à 307	200°C (392)	230°C(446)	0°C (32)	nulle	traces	0.
Pour Moteurs Diesel	jaune ou rouge	—	—	7 à 9	238 à 307	200°C (392)	230°C(446)	0°C (32)	nulle	traces	0.
Pour Machines-Outils	reflet rouge	0.888 à 0.930	27.6 à 20.5	2 à 6	64 à 204	150°C (302)	180°C(356)	0°C (32)	nulle	traces	
Pour Broches	jaune clair	0.860 à 0.900	32.8 à 25.5	2 à 3.5 5 à 12	64 à 117 169 à 450	130°C (266)	165°C(328)	0°C (32)	nulle	traces	
Pour Dynamos	rouge ou jaune	0.870 à 0.920	30.9 à 22.2	2 à 5	64 à 170	155°C (310)	185°C(365)	0°C (32)	nulle	traces	

Bookkeeper®
Deacidification for Libraries and Archives
May 2008

BNQ
C 000 158 277

158277