

Outils de laboratoire pour l'évaluation des dépôts de lubrifiant



Vincent BOUILLON

Eurofins BfB Oil Research S.A.; Les Isnes (Gembloux); BELGIQUE

vincent.bouillon@etfr.eurofins.com

1. Introduction

Le développement actuel des lubrifiants est guidé par des objectifs d'efficacité, de durabilité et de respect de l'environnement. Les lubrifiants haute performance contribuent à réaliser des économies d'énergie et à prolonger la durée de vie des équipements. Cependant, la formation de dépôts reste l'une des principales causes de défaillance dans de nombreuses applications.

Dans les systèmes industriels, la formation de vernis peut entraîner le grippage des vannes et une instabilité de fonctionnement. Dans les moteurs, les dépôts réduisent la circulation d'huile et favorisent le grippage des segments, tandis que la formation de dépôts carbonés dans les turbocompresseurs peut entraîner un manque d'huile et une défaillance catastrophique.

Les observations sur le terrain confirment l'impact critique des dépôts :

- Coûts d'entretien et temps d'arrêt importants
- Pannes fréquentes liées à la formation de vernis dans les systèmes de turbines

Parallèlement, l'utilisation croissante d'huiles de base des groupes II et III ainsi que d'huiles de base synthétiques, dont le pouvoir solvant est moindre, rend les formulations de lubrifiants plus sujettes aux problèmes liés aux dépôts si elles ne sont pas correctement conçues.

Ce contexte met en évidence la nécessité de disposer d'outils d'évaluation en laboratoire fiables, capables de prédire la formation de dépôts dès les premières phases de développement.

2. Les types de dépôts : comprendre leur nature et leur impact

Les dépôts de lubrifiant présentent une grande diversité en termes d'aspect, de composition chimique et d'emplacement, ce qui reflète les conditions dans lesquelles ils se forment.

• 2.1 Boues

Les boues sont généralement des matières molles, sombres et très visqueuses. Elles se forment principalement par oxydation et contamination, notamment en présence d'eau. On les retrouve couramment dans les puisards, les boîtes de vitesses et les systèmes hydrauliques, où elles peuvent nuire au transfert thermique, favoriser la corrosion et l'usure, et, à terme, dégrader les performances et la fiabilité du système.

• 2.2 Vernis

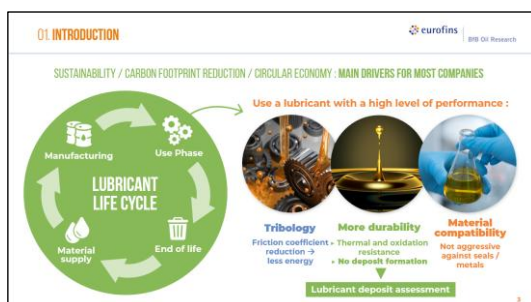
Le vernis, en revanche, se présente sous la forme d'un film mince, dur et adhérent. Il est composé de composés oxydés insolubles qui restent solubles à haute température mais précipitent à des températures plus basses. On observe fréquemment la présence de vernis dans les turbines, les compresseurs et les systèmes hydrauliques, où il constitue une cause majeure de grippage des vannes et d'instabilité des commandes.

• 2.3 Laque

La laque est un dépôt plus dur et plus brillant qui se forme sous l'effet de contraintes thermiques intenses. On l'observe couramment sur des composants tels que les pistons et d'autres surfaces soumises à des températures élevées, où elle forme un film fortement adhérent.

• 2.4 Dépôts carbonés

Le coke est constitué de résidus durs, riches en carbone, générés par le craquage thermique à très haute température.



On le retrouve généralement dans les turbocompresseurs et autres zones de forte chaleur, où règnent des conditions thermiques extrêmes. Chaque type de dépôt reflète un processus de dégradation spécifique, ce qui rend indispensable le recours à des méthodes de laboratoire ciblées pour une évaluation précise.

3. Des contraintes thermiques aux dépôts : mécanismes de dégradation

La formation de dépôts résulte d'une combinaison de processus de dégradation chimiques et physiques qui se produisent simultanément dans les systèmes lubrifiés.

L'oxydation joue un rôle central dans la formation des dépôts. Elle entraîne la formation d'acides organiques, de sous-produits insolubles et de précurseurs de vernis.

Ce processus est accéléré par plusieurs facteurs, notamment les températures élevées, l'exposition à l'oxygène, la présence de catalyseurs métalliques tels que le fer et le cuivre, ainsi que l'épuisement des additifs antioxydants. L'oxydation entraîne donc principalement la formation de boues et de dépôts.

La dégradation thermique devient prédominante à des températures élevées. Dans ces conditions, les huiles de base subissent des réactions de craquage et de polymérisation qui génèrent des résidus carbonés. Ce mécanisme est principalement responsable de la formation de laque et dépôts carbonés, en particulier dans les zones de surchauffe localisées.

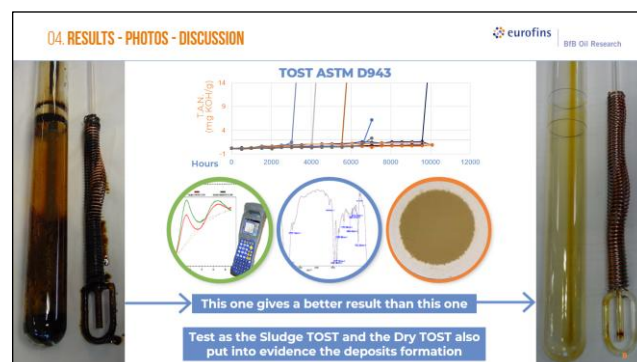
Outre l'oxydation et la dégradation thermique, plusieurs autres facteurs doivent être pris en compte. Des phénomènes tels que le « micro-dieseling » peuvent générer des matières carbonées insolubles, tandis que les décharges électrostatiques peuvent favoriser des réactions de dégradation conduisant à la formation de vernis. La contamination, la présence d'eau, les limites de solubilité de l'huile de base et les cycles thermiques répétés influencent également de manière significative la formation de dépôts. Dans des conditions réelles d'exploitation, ces mécanismes interagissent entre eux, donnant lieu à des voies de dégradation complexes. Cette complexité explique pourquoi aucun test de laboratoire pris isolément n'est suffisant et pourquoi plusieurs méthodes complémentaires sont nécessaires pour une évaluation exhaustive.

4. Outils de laboratoire pour l'évaluation des gisements

Les essais sur le terrain étant coûteux et chronophages, les essais en laboratoire constituent des solutions contrôlées et rentables pour le criblage et l'évaluation des performances des lubrifiants. Aucune méthode ne pouvant à elle seule reproduire intégralement les conditions réelles d'exploitation, il est essentiel de combiner des techniques complémentaires pour évaluer de manière fiable la formation de dépôts. Divers essais en laboratoire ont donc été mis au point pour simuler différentes contraintes, notamment l'oxydation, la dégradation thermique et les interactions de surface.

4.1. Essais d'oxydation (TOST à sec, TOST sur boues)

Les essais d'oxydation sont largement utilisés pour évaluer la résistance des lubrifiants à la dégradation. L'essai classique de stabilité des huiles pour turbines (TOST, ASTM D943) évalue l'oxydation en exposant l'huile à l'oxygène, à l'eau et à des catalyseurs métalliques à une température d'environ 95 °C, l'oxydation étant suivie par l'augmentation de l'indice d'acide.



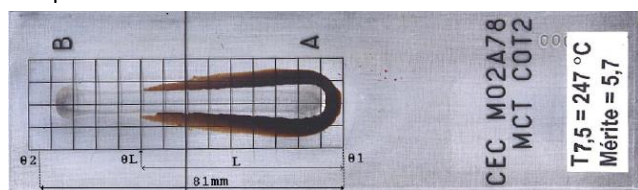
Toutefois, sa pertinence pour l'évaluation de la formation de dépôts est limitée. Il convient d'accorder davantage d'importance à la méthode TOST à sec, réalisée sans eau et à une température plus élevée (généralement 120 °C), qui favorise la formation d'insolubles et de précurseurs de vernis. À ce titre, la méthode TOST à sec offre une évaluation plus représentative de la formation de dépôts, en particulier pour les huiles de base modernes à faible pouvoir solvant.

Le TOST des boues vient compléter cette approche en se concentrant sur la quantification gravimétrique des matières insolubles formées au cours de l'oxydation, ce qui fournit une indication directe des tendances à la formation de boues.

Pour parachever l'évaluation, il est essentiel d'aller au-delà des paramètres standard et d'inclure les matières insolubles, les antioxydants depletion (RULER), varnish potential (MPC) and FTIR oxidation markers.

4.2. Micro-Coking Test (MCT)

Le test de micro-cokage (GFC Lu 27-A) cible spécifiquement la formation de dépôts à haute température. Dans cette méthode, un petit échantillon d'huile est soumis à une élévation contrôlée de la température, allant généralement d'environ 230 °C à 280 °C, bien que d'autres profils de température puissent être appliqués en fonction des objectifs du test, sur une surface chauffée. Cela favorise la formation de résidus thermiques dans des conditions extrêmes. Cet essai fournit des résultats clés, tels que la température initiale à laquelle les dépôts commencent à se former et un indice de propreté communément appelé « indice de laque ». Il s'avère particulièrement utile en tant que méthode de criblage rapide, permettant une comparaison efficace entre les formulations et l'évaluation des performances des additifs.



Le test MCT est particulièrement pertinent pour les huiles motrices, y compris les huiles HDDO, ainsi que pour les applications soumises à des contraintes thermiques élevées. Il complète les essais d'oxydation en fournissant des informations sur la stabilité thermique et la propreté dans des conditions extrêmes.

4.3. Panel Coker Test (PCT)

Les essais « Panel Coker » constituent des outils largement reconnus pour évaluer la tendance des lubrifiants à former des dépôts sur des surfaces chaudes, représentatives de composants critiques tels que les pistons, les turbocompresseurs et les pièces de turbine. Contrairement aux essais d'oxydation en vrac, ces méthodes permettent une évaluation directe et visuellement intuitive de la formation de dépôts dans des conditions thermiques extrêmes.

4.3.1. Panel Coker Test – GFC Method

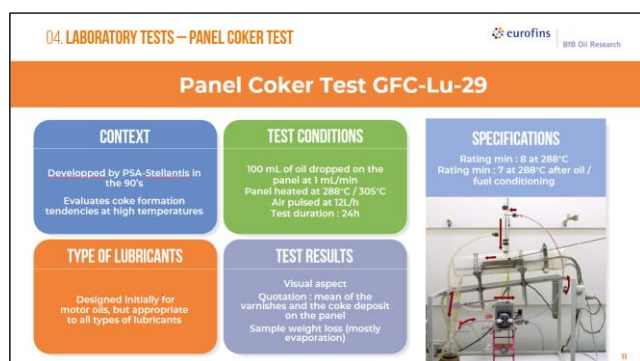
L'essai de coking sur panneau GFC (GFC-Lu-29) est conçu pour simuler l'exposition continue d'un lubrifiant à une surface métallique chaude dans des conditions d'oxydation contrôlées. Lors de cet essai, l'huile est acheminée en continu à un débit contrôlé — généralement d'environ 1 ml par minute — sur un panneau incliné et chauffé, maintenu à des températures comprises entre environ 288 °C et 305 °C. Parallèlement, un flux d'air contrôlé est appliqué afin de favoriser l'oxydation et de simuler des conditions de fonctionnement réelles. Lorsque l'huile s'écoule sur la surface chauffée pendant une période prolongée (généralement 24 heures), elle subit à la fois des contraintes thermiques et une dégradation par oxydation. Il en résulte la formation progressive de dépôts, notamment de vernis, de laque et de charbon, en fonction de la résistance de la formulation à la dégradation.

À l'issue de l'essai, le panneau est évalué à la fois par inspection visuelle et par des mesures quantitatives. L'évaluation visuelle, qui repose souvent sur la couleur, la couverture et l'uniformité des dépôts, fournit un retour d'information immédiat et intuitif sur les performances du lubrifiant en matière de propreté. De plus, des mesures gravimétriques et la perte de poids de l'huile peuvent être utilisées pour quantifier les effets de l'évaporation et de la dégradation.

L'un des principaux atouts de la méthode PCT GFC réside dans sa capacité à reproduire des conditions d'exposition en continu en surface, ce qui est particulièrement pertinent pour des applications telles que les turbocompresseurs, les faces inférieures des pistons et les systèmes de circulation. La formation progressive de dépôts le long du trajet d'écoulement révèle souvent des zones distinctes — allant de zones relativement propres à des régions fortement encrassées par le charbon —, ce qui fournit des informations précieuses sur le comportement de dégradation de la formulation. Du point de vue de la formulation, cet essai est très sélectif et permet de distinguer clairement les huiles présentant des performances d'oxydation globales similaires, mais des propriétés de contrôle des dépôts différentes. Il est donc particulièrement utile pour :

- Optimisation des systèmes de détergents et de dispersants
- Évaluation de la robustesse des mélanges d'antioxydants
- Analyse des effets de la solvabilité des huiles de base

Au-delà de son intérêt technique, le test PCT GFC constitue également un outil de communication très efficace. L'aspect visuel des panneaux permet de comparer directement les formulations et de mettre clairement en évidence les différences de performances auprès de non-spécialistes. Tant pour les formulateurs que pour les équipementiers, il offre une représentation réaliste du risque de dépôt dans des conditions d'utilisation extrêmes.



4.3.2. Panel Coker Test – method FTM

Le test « Panel Coker » FTM (FTM-791B-3462) propose une approche complémentaire en introduisant une contrainte mécanique dynamique en plus de l'exposition thermique. Dans cette méthode, environ 300 ml de lubrifiant sont placés dans un réservoir incliné à environ 25°, tandis qu'un rotor en forme de peigne tourne à grande vitesse (environ 1 000 tr/min). Cette action mécanique projette l'huile sur un panneau en aluminium ou en acier chauffé et maintenu à une température d'environ 315 °C ou plus.

Contrairement à la méthode GFC, dans laquelle l'huile s'écoule en continu, la méthode FTM soumet le lubrifiant à des contacts intermittents à haute température, reproduisant ainsi fidèlement les conditions rencontrées notamment dans les moteurs, les roulements ou les systèmes d'engrenages, où l'huile est projetée de manière répétée sur des surfaces chaudes.

L'essai est généralement réalisé sur une durée plus courte (environ 8 heures) et comprend des cycles de démarrage-arrêt qui accentuent encore davantage l'intensité des contraintes et reproduisent mieux les conditions réelles d'exploitation. Au cours de l'essai, la projection répétée de gouttelettes d'huile sur la plaque chauffée favorise une dégradation thermique rapide et la formation de dépôts carbonés.

À l'issue de l'essai, les dépôts formés sur le panneau sont évalués à la fois visuellement et en mesurant leur masse.

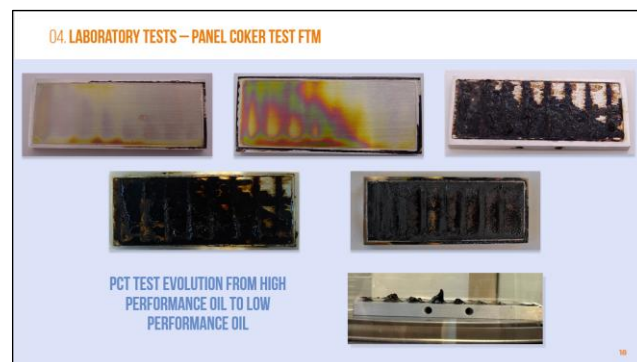
Le poids total des dépôts de charbon constitue un indicateur quantitatif de la tendance du lubrifiant à former des résidus carbonés durs. Les huiles peuvent ainsi être classées en fonction de leur tendance à former des dépôts, les masses de dépôts les plus faibles correspondant à de meilleures performances.

Le test FTM Panel Coker est particulièrement sensible aux éléments suivants :

- La stabilité thermique de l'huile de base
- Le comportement du mélange d'additifs à très haute température
- Les caractéristiques de volatilité et d'évaporation

Son principal avantage réside dans sa capacité à reproduire des conditions dynamiques et extrêmement difficiles, ce qui le rend particulièrement adapté aux applications impliquant une lubrification par éclaboussures ou une exposition thermique cyclique.

Du point de vue du formulateur, cette méthode offre un moyen rapide et très précis de comparer les formulations. Elle s'avère particulièrement utile lors des premières étapes du développement d'une formulation, où un criblage rapide est essentiel. De plus, la combinaison de données quantitatives (masse du dépôt) et d'une évaluation visuelle fournit à la fois des informations techniques fiables et des résultats clairs et percutants.



5. Conclusion

La formation de dépôts constitue un défi majeur tant pour les huiles automobiles que pour les huiles industrielles. Elle résulte d'une interaction complexe entre l'oxydation, les contraintes thermiques et les conditions d'utilisation.

Les essais en laboratoire tels que le TOST, le Micro Coking et le Panel Coker apportent des informations complémentaires sur le comportement des lubrifiants dans des conditions extrêmes. Leur utilisation combinée permet de détecter précocement les risques liés aux dépôts,

d'optimiser les formules d'additifs et d'améliorer la fiabilité et la durabilité en service.

En définitive, l'évaluation en laboratoire de la formation de dépôts constitue un pilier essentiel du développement des lubrifiants, car elle permet de sélectionner des formulations garantissant la propreté, les performances et la fiabilité à long terme des équipements.

6. References

- [1] G.E. Totten (Ed.), R.J. Shah, D.R. Forrester (Section Eds.), "Fuels and Lubricants Handbook: Technology, Properties, Performance, and Testing", 2nd Edition, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, ASTM Stock Number MNL37-2ND.
- [2] ASTM D943 – Oxidation Characteristics of Inhibited Turbine Oils
- [3] ASTM D7873 – Determination of Oxidation Stability and Insolubles
- [3] GFC Lu-27-A – Essai de microcokage sur auget de lubrifiant automobile
- [5] GFC Lu-29-A – Essai de cokéfaction sur plaque inclinée
- [6] FTM-791B-3462 –Coking tendency of oil