

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID-TLEMCEM
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE



Mémoire de fin d'étude pour l'obtention de
Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Physique
Option : Matériaux

Thème :

*L'effet d'un Additif Sur
les Propriétés Rhéologiques
des Huiles Moteurs*

Présenté le 27 juin 2007 par :

HADJEB IMANE

Devant le jury composé de :

Mr A.BERRAYAH
Mr A.SARI
Mr A.BOUSSAID

Président
Examineur
Encadreur

Année Universitaire 2005-2006



MS/530-93/01

Inscrit le: ...
Date le: NOV 2007
Code: ...

Inscrit le: 27 MAI 2012
Date le: ...
Code: ...

Remerciement

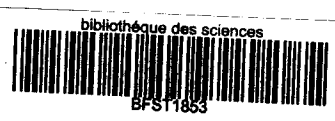


Inscrit Sous le N°: ...
Date le: 03/11/2019
Code: 1953

*Dans le cadre de mon projet de fin d'étude d'ingénieur, je
tien à exprimer mon profonde reconnaissance et mon sincère
gratitude à Mr Bousaid. A qui me fait l'honneur de diriger mon
travail, son accueil toujours attentif et bien veillant à mon égard.
Ses précieux conseils et ses grandes disponibilités pour
l'aboutissement de ce travail.*

*Je remercie vivement le président de jury Mr Berrayah pour
l'honneur qu'il m'a fait d'avoir accepter de présider ce jury. Ainsi
que les membres de jury Mr Sari .A, Mr Lassri .B.*

*Je remercie infiniment mes meilleures amies Lamita, Souad, et
Youssef pour leurs aides.*

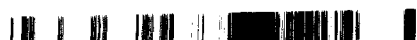


Sommaire

INTRODUCTION GENERALE

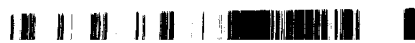
CHAPITRE I : *Les Lubrifiants - Huiles Moteurs*

I- LA LUBRIFICATION.....	1
I-1. Définition.....	1
I-2. Principe de Lubrification.....	2
I-3. Paramètre Influant la Viscosité	3
I-3.1. Influence de S.....	3
I-3.2. Influence de la pression.....	3
I-3.3. Influence de la température.....	3
I-3.4. Influence du taux de cisaillement	4
II- LES HUILES LUBRIFIANTES	5
II-1. Huile de Base.....	7
III- LES HUILES MOTEURS.....	7
III-1. Les Différents Types d'Huiles.....	10
III-2. Classification des Huiles.....	12
IV- LES ADDITIFS.....	12
IV-1. Additifs Améliorant D'indice de Viscosité.....	12
IV-2. Additifs de Point d'Ecoulement	13
IV-3. Additifs Détergents et Dispersants.....	13
IV-4. Additifs Anti-Usure et Extrême Pression.....	14
IV-5. Additifs Anti-Oxydants.....	15
IV-6. Additifs Divers.....	15
CHAPITRE II : <i>La Partie Rhéologique</i>	
I- NOTION DE MOUVEMENT LAMINAIRE DE CISAILLEMENT	16
I.1 Définition.....	16
I.2 Contrainte de Cisaillement.....	16
I.3 Déformation et Vitesse de Cisaillement	17
I.4 Equation d'Etat	19
II- MODE DE MESURE ET TYPOLOGIE DE L'ÉCOULEMENT	20
II.1 Mesures en Cisaillement Simple.....	20
II.1.1. Mise en Oeuvre des Mesures.....	20
II.1.2. Typologie de L'écoulement.....	22
II.1.2.1 Fluides à contrainte critique.....	23
II.1.2.2 Fluides sans contrainte critique.....	24
II.1.2.3 Fluides thixotropes.....	26
II.2 Mesures En Mode Dynamique.....	28
II.2.1 Viscoélasticité Linéaire.....	28
II.2.2 Paramètres Complexes	30



Sommaire

CHAPITRE III : La <i>Partie Pratique</i>	
PROTOCOLE EXPERIMENTALE.....	32
I- MATERIEL UTILISE.....	32
I-1. Viscosimetre.....	32
I-2. Thermostat.....	34
II- COURBES ET DISCUSSION.....	35
II-1. Effet de Taux de Cisaillement.....	35
II-2. Effet de la Température.....	37
II-3. Effet de L'Additif.....	39
CONCLUSION	
BIBLIOGRAPHIE	
ANNEXE	



Introduction

Les techniques d'analyse rhéologique puissantes qui nécessitaient. Il y a encore peu de temps de gros investissements sont maintenant à la portée de petits laboratoires. Des outils dédiés au contrôle qualité sont aujourd'hui disponibles, plus rapides, plus simples, plus robustes, moins chers. Il ne faut cependant jamais oublier qu'avant de choisir un instrument il convient d'abord de s'assurer de la nature de la propriété à mesurer et de bien définir pour le contrôle, la fenêtre de mesure représentative de l'application ciblée.

Les huiles moteurs jouent un rôle très important dans le domaine de la lubrification.

Leur fonction principale étant de diminuer au mieux les frottements existants entre pièces mécaniques en mouvement. Les propriétés de ces huiles ne cessent pas d'évoluer au fil des jours en offrant certaines qualités requises. Les additifs utilisés pour accomplir cet objectif sont de plus en plus utilisés.

Nous nous contentons dans ce projet d'étudier deux huiles existant sur le marché algérien (NAFTILIA et PETROSAM) ainsi que l'influence d'un additif (Winn's).

Pour cela notre mémoire comporte :

- *un premier chapitre traitant certaines notions de lubrification des moteurs,*
- *un deuxième traitant la rhéologie des huiles moteurs,*
- *et enfin une partie pratique où nous avons étudié la viscosité des huiles citées plus haut en fonction du taux de cisaillement ainsi que de la température en absence de l'additif Winn's et en sa présence.*

Chapitre I

Les Lubrifiants - Huiles Moteurs



I- LA LUBRIFICATION :

I-1. Définition :

Le but de la lubrification est de séparer les surfaces glissant l'une sur l'autre, avec un film d'un matériau qui peut être cisailé facilement sans causer de dommages aux surfaces.

Cela veut dire que lors d'un glissement, il faudra de toute façon produire un effort et vaincre une résistance de frottement qui devra être aussi faible que possible afin d'éviter de transformer inutilement du travail en chaleur et par conséquent de dégager, dans les machines une énergie mécanique beaucoup mieux utilisable par ailleurs.

A ce rôle essentiel de lubrification, s'est progressivement ajoutée une seconde fonction qui fut longtemps ignorée.

Il s'agit de la réduction de l'usure qui est obtenue par un ensemble de propriétés des lubrifiants et des surfaces de frottement elles-mêmes.

Cependant il faut bien noter qu'il existe d'autres types de lubrification se présentant successivement, ou alternativement sur un même organe de machine. Au départ d'un moteur, par exemple un régime appelé régime limite peut se manifester entre segments et chemises lorsque la vitesse de glissement sera suffisante, la lubrification hydrodynamique s'établira mais disparaîtra à chaque point mort haut ou bas du piston.

Ainsi les propriétés physico-chimiques essentielles de l'huile varient pour ainsi dire à tout instant au cours d'un fonctionnement.

En pratique, chaque fois que cela est possible l'ingénieur fait en sorte que le régime hydrodynamique s'établisse. En effet le film lubrifiant empêchant alors tout contact entre les surfaces d'usure est théoriquement nulle et les pertes par frottement étant uniquement en fonction de la viscosité sont très faibles.

I-2. Principe de Lubrification :

Le contact entre deux surfaces n'est jamais idéal, en effet à l'échelle microscopique les deux surfaces en contact présente des ondulations, voir même les pics qui sont responsable de frottement (Figure1)

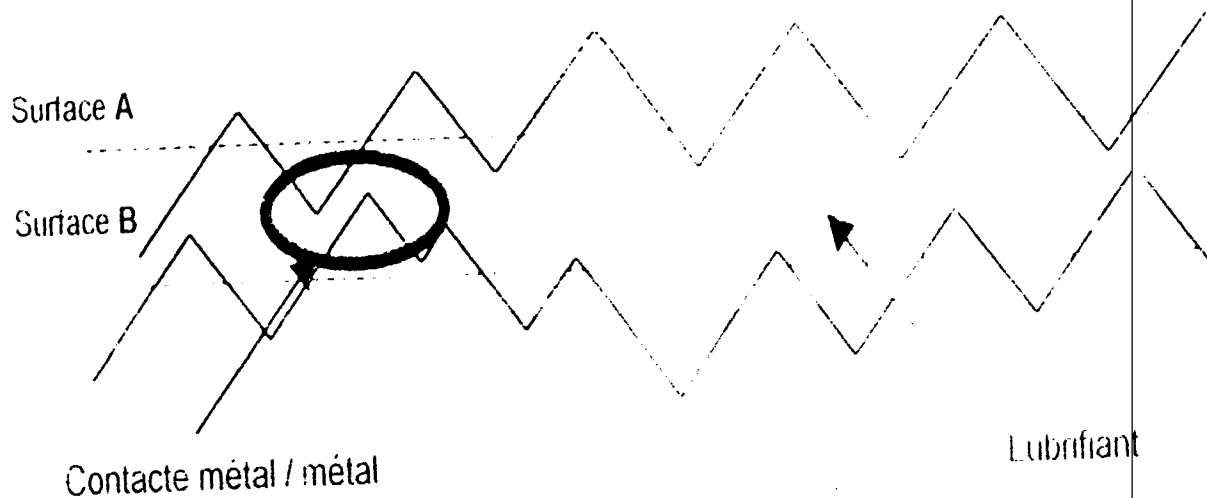


Figure 1

Il est donc nécessaire de réduire les frottements se manifestant entre les surfaces en contact et en mouvement. En effet la présence d'un liquide (le lubrifiant) remplira cette fonction en :

- réduisant le contact métal/métal,
- refroidissant les pièces en mouvement,
- limitant l'usure,
- diminuant et évitant la formation de dépôts,
- empêchant l'oxydation...

Ainsi, le lubrifiant doit posséder toutes les caractéristiques lui permettant d'assurer au mieux cette fonction.

I-3. Paramètre Influant la Viscosité :

La viscosité qui décrit la propriété physique de la résistance d'un fluide à l'écoulement de cisaillement dépend de quatre paramètres :

$$\mu = f(S, P, T, \gamma)$$

I-3.1. Influence de S :

S: est un paramètre désignant la nature physico-chimique du fluide. En général ce paramètre est imposé par la nature chimique du fluide (Huile minérale, eau...).

I-3.2. Influence de la pression :

Pour un liquide la viscosité augmente avec la pression suivant une loi exponentielle :

$$\frac{\mu_p}{\mu_{p_0}} = a^{\left(\frac{p-p_0}{p_0}\right)}$$

μ_0 : La viscosité à la pression P

μ_{p_0} : La viscosité à la pression atmosphérique (p_0)

a : Constante dépendant du fluide (pour les huiles minérales a = 1.003).

L'influence de la pression sur la viscosité du liquide est négligeable au dessous de 40 bars. Notons que les fluides de faibles viscosités sont moins affectés par une augmentation de pression que les fluides de grande viscosité (fig.2).

I-3.3. Influence de la température :

En général les liquides ont une viscosité qui dépend fortement de la température. Elle est une fonction décroissante de la température. Elle chute très rapidement aux basses températures puis lentement aux températures élevées.



Cette variation est de 2.5% par degré pour l'eau et peut atteindre 10 à 15% par degré pour les huiles minérales.

Pour un liquide, la viscosité décroît suivant plusieurs lois dont celle d'Arrhenius :

$$\mu = A \exp\left(\frac{E_p}{k_B T}\right)$$

Avec :

A constante, k_B constante de Boltzmann, T la température absolue et E_p l'énergie d'activation (fig3).

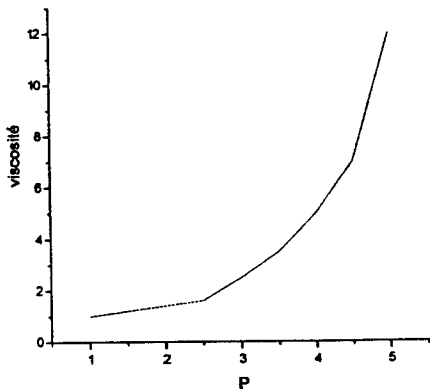


Fig2 : Influence de la pression sur la
Viscosité des liquides

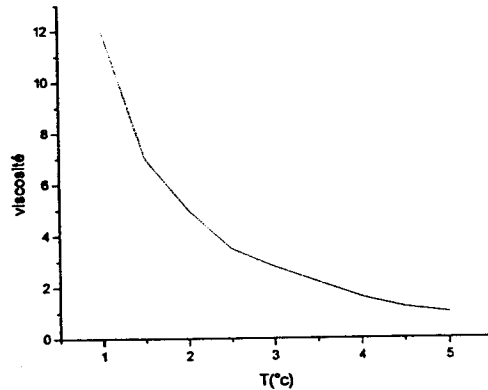


Fig3 : Influence de la température sur la
Viscosité des liquides

1-3.4. Influence du taux de cisaillement :

Le taux de cisaillement est le facteur décisif influençant la viscosité de très nombreux fluides.

En effet, l'étude de la variation de la viscosité avec la contrainte de cisaillement ou ce qui revient au même, celle de la vitesse de cisaillement en fonction de la contrainte fournit des courbes d'une certaine diversité, qui permettent un classement des fluides d'après leurs comportement rhéologiques.

II - LES HUILES LUBRIFIANTES :

Les huiles lubrifiantes actuellement utilisées sont généralement constituées d'un fluide de base appelé « base de lubrifiant » qui peut être synthétique ou d'origine minérale, auquel sont ajoutés de nombreux additifs dont la nature varie avec la destination du produit.

II-1. Huile de Base :

Selon l'origine du lubrifiant les bases minérales peuvent être classées en deux grandes catégories :

- Les bases à structures paraffiniques formées d'hydrocarbures saturés à chaîne droite. Ces bases présentent une grande stabilité à l'oxydation et possèdent un indice de viscosité élevé (de l'ordre de 100) ; elles sont par ailleurs peu agressives vis-à-vis des élastomères habituellement utilisés pour les joints d'étanchéité. Cependant le haut poids moléculaire de certaines chaînes peut entraîner la cristallisation de l'huile dès la température ambiante. Les isoparaffiniques qui possèdent un indice de viscosité moins élevée ne présentent pas cet inconvénient.

-Les bases à structures naphthénique, formées de noyaux cycliques_ Ces bases sont moins stables à l'oxydation, et présentent un indice de viscosité plus faible (de l'ordre de 50); elles sont par ailleurs relativement agressives vis à vis des élastomères. Elles possèdent par contre d'excellentes caractéristiques à basse température.

Ces différentes bases sont généralement obtenues par distillation et raffinage de pétrole brut ; cependant pour des applications plus particulières, les procédés d'hydrocraquage permettent d'obtenir des huiles de base à faible teneur en aromatiques (produits à structure benzénique), à haut indice de viscosité et de très bonne résistance à l'oxydation après additivation.



De nombreux produits synthétiques ont été développés ces 30 dernières années pour résoudre des problèmes de lubrification particulièrement difficiles. On peut citer comme exemple les fluides de haute stabilité thermique, les fluides difficilement inflammables et les lubrifiants pour l'aviation.

Parmi les principales familles de produits utilisés on mentionnera :

- Les esters aliphatiques qui se caractérisent par un indice de viscosité élevé, une faible volatilité et des propriétés lubrifiantes excellentes,
- les esters phosphoriques utilisés souvent comme additifs anti-usure, qui présentent un indice de viscosité élevé et sont difficilement inflammables,
- les silicones et silicates qui ont un excellent indice de viscosité et un point d'écoulement très bas ; cependant leurs propriétés lubrifiantes ne sont pas très bonnes.
- les polyphényléthers qui présentent une remarquable stabilité à haute température (jusqu'à 450° C environ) et qui sont d'excellents lubrifiants. Ils ont cependant un indice de viscosité faible et sont très onéreux,
- les polypropylènes glycols qui se caractérisent par un indice de viscosité élevé, un point d'écoulement très bas et de bonnes propriétés anti-usure, cependant ils ont une stabilité thermique et une résistance à l'oxydation assez moyenne et certains ne sont pas miscibles aux bases minérales,
- les polyoléfines qui présentent un indice de viscosité assez élevée et un point d'écoulement très bas.

Tous ces produits sont utilisés soit purs soit en mélange avec d'autres bases synthétiques ou minérales.

Les lubrifiants sont fabriqués à partir de mélange d'huile de base minérales issues d'un pétrole brut ou d'huile synthétiques, ou des deux types d'huile additionnées de produits chimiques divers appelés additifs dont le rôle est d'améliorer les qualités des huiles de base quand elles sont exposées aux rudes conditions d'utilisation.

III- LES HUILES MOTEURS:

III-1. Les Différents Types d'Huiles :

On classe les différentes huiles de graissage d'après leur emploi: Huiles pour broche, huiles pour machines, huiles de cylindre, huiles pour l'industrie électrique, huiles pour le travail des matériaux et huiles des moteurs

- Huiles pour broches :

Sont les huiles qui ont la viscosité la plus faible, elles tirent leur nom de leur principal application qui est le graissage des broches des matières textiles. Ces broches qui tournent à des très grandes vitesses (4000-1400 t/min), exigent des huiles de très faibles viscosité, entre 12 et 20 cSt (2-3° C) à 20°C, avec un bon pouvoir lubrifiant et une résistance élevée a l'oxydation.

-Huiles de machines :

On distingue les huiles légères et les huiles lourdes Les premières ont une viscosité de 12 à 75 cSt (2-10° C) à 50 °C. Ces huiles comprenant les huiles de graissage des paliers, de turbines et des machines à vapeur. Les huiles de compresseurs, engrenage, paliers à rouleaux, appartiennent aux huiles de machines lourdes dont la viscosité est supérieure à 75 cSt (10°C) à 50°C.



- Huiles de cylindres :

Ces huiles servent au graissage des pistons et des cylindres des machines à vapeurs. Leur viscosité est comprise entre 20 et 70 cSt (3-9°C) à 100°C ces huiles ne doivent comprendre aucun composant qui soit volatil à la température de la vapeur et puisse être entraîné par la vapeur d'eau. La donnée caractéristique et le point-éclair c'est-à-dire la température à laquelle l'huile chauffée dans des conditions normalisées s'allume au contact de flammes normalisées. Ce sont les huiles parafféniques et les huiles résiduelles de la distillation du pétrole qui se prêtent le mieux à la fabrication des huiles pour cylindres

-Huiles pour l'industrie électrique :

Ces huiles se distinguent par leur haut pouvoir isolant. Les bonnes propriétés isolantes sont dues à une pureté chimique très élevée et une bonne stabilité envers le vieillissement. Ce sont en général les huiles de faible viscosité qui sont pour les disjoncteurs et les transformateurs tandis que les huiles de haute viscosité sont utilisées comme huiles d'isolation pour câble.

-Huiles pour l'usinage des métaux :

Les progrès continus et l'augmentation de la production des machines modernes d'usinage des métaux, les efforts en vue de l'obtention de jeux très fins et de tolérances très précises ont donné de l'importance aux huiles d'usinage. Les travaux d'usinage exigent des huiles de lubrification fort diverses dans leur composition. Il est particulièrement nécessaire de préparer les huiles pour les industries de coupe. La tâche que le lubrifiant doit remplir est double il doit faciliter l'enlèvement du copeau de la surface métallique et d'autre part protéger le tranchant de l'outil pour lui assurer une vie longue. Le lubrifiant doit posséder une grande onctuosité. Ces molécules doivent adhérer à la surface métallique et avoir une activité interrassiale.



-Huiles pour engrenages :

On utilisait autrefois pour le graissage des boîtes de vitesses et des axes arrières des automobiles des graisses consistantes mais ces graisses n'ont pas pu suffire à l'augmentation des exigences, il a fallu les remplacer par les huiles de graissage plus actives. Ces huiles doivent être complétées pour les conditions spéciales de leur emploi par des additifs particulièrement actifs; (agents de lubrification pour haute pression). En plus d'un pouvoir lubrifiant particulièrement bon, on exige des huiles pour engrenage une bonne résistance au vieillissement, la résistance à la corrosion, la stabilité aux bous, le manque de mousse et une bonne résistance au froid.

-Huiles pour frein hydraulique :

La plupart des automobiles utilisent actuellement des systèmes de freinage hydrauliques. On exige des liquides de frein qu'ils soient stables vis-à-vis du caoutchouc. Ils doivent, en outre, être stables au froid, dans certains cas extrêmes, le point de congélation doit se trouver à 60°C.

-Huiles de trempe, huile de recuit :

Les différentes huiles de trempe pour le traitement de surfaces à chaud des aciers ont pour tâche d'assurer une vitesse de refroidissement déterminée. Il s'agit surtout d'empêcher la formation d'un film de vapeur entre la surface traitée et l'agent réfrigérant, ce qui gênerait beaucoup l'évacuation de la chaleur. On arrive à ce résultat à l'aide d'huile à point d'ébullition élevé et d'agent mouillant. Les bains d'huiles de recuit sont utilisés pour le recuit de l'acier. Toutes les huiles de recuit doivent posséder un point-éclair élevé et thermiquement stable. La qualité de l'acier dépend aujourd'hui de la qualité de l'huile de recuit.



-Huiles de moteurs :

Ce sont des exigences particulièrement élevées et multiples que la technique impose aux huiles minérales pour les moteurs à combustion, notamment pour les moteurs d'automobiles, les moteurs Diesel de toutes grandeurs et de tout genre. Aux hautes températures qui règnent dans les parois des pistons et des cylindres. Ces huiles doivent réunir la stabilité thermique avec un pouvoir lubrifiant excellent et une bonne action d'étanchement et de résistance à la pression.

III-2. Classification des Huiles :

-Classifications API :

Classifications API des huiles moteur (L'American Petroleum Institute) répartit les huiles moteur en fonction de leurs performances (qualité). Les différentes classes sont caractérisées par deux lettres.

-La première lettre indique le domaine d'utilisation:

S: Service, classes API destinées en premier lieu aux moteurs à essence.

C: Commercial (véhicules à usage commercial), classes API destinées en premier lieu aux moteurs Diesel.

-La deuxième lettre indique la qualité par ordre alphabétique croissant:

API-SJ: huile pour moteurs à essence (qualité maximum (actuellement)).

API-CF: huile pour moteurs Diesel (qualité maximum actuellement).

Selon la classification API la fourchette, s'étend

-de SA, la moins performante, à SJ la plus exceptionnelle pour les moteurs essence.

-de CC Pour les moteurs diesel.

CCMC est l'abréviation de « Comité des Constructeurs d'automobiles du Marché Commun ». Le code CCMC n'a plus cours et a été remplacé par le code ACEA. Le système CCMC est basé sur les classifications API, mais tient compte des exigences de graissage particulières des moteurs des véhicules européens.

Tableau des lubrifiants :

IV- LES ADDITIFS :

Les propriétés des bases utilisées sont généralement modifiées par des composés de structures chimiques très variées, appelés additifs ou dopes que nous allons examiner succinctement.

IV-1. Additifs Améliorant D'indice de Viscosité :

Ce sont des polymères qui introduits à faible concentration dans une base lubrifiante entraînent une augmentation relative de la viscosité plus importante à haute qu'à basse température et qui par conséquent augmentent l'indice de viscosité du lubrifiant sans modifier défavorablement les autres propriétés essentielles.

Les produits généralement utilisés sont des polyméthacrylates, des polyacrylates et des polymères d'oléfine.

Il faut cependant mentionner que ces polymères, utilisés comme additifs, ont des masses moléculaires élevées et sont relativement « fragiles ». Ils peuvent se dégrader d'une part sous l'effet de sollicitations mécaniques telles que les contraintes de cisaillement, par rupture de la molécule et d'autre part sous l'effet de la température soit par thermo-oxydation soit par dépolymérisation.

Par ailleurs, le comportement de ces solutions de polymères n'est pas exactement newtonien. En effet, lorsque le lubrifiant est soumis à des contraintes de cisaillement très élevées, on observe au-delà d'un certain seuil une chute de viscosité réversible qui correspondrait à un allongement des molécules dans la direction de l'écoulement. Lorsque la contrainte de cisaillement augmente, la viscosité effective de la solution tend asymptotiquement par valeur supérieure vers celle de l'huile de base.



IV-2. Additifs de Point d'Écoulement :

A basse température la cristallisation des paraffines modifie les propriétés rhéologiques du lubrifiant qui tend à se solidifier. Les additifs de point d'écoulement sont donc utilisés pour lutter contre cette solidification. Ils agissent sans doute par absorption en diminuant la taille des cristaux de paraffine, ou en modifiant la forme cristalline qui évolue vers une structure en aiguilles et en réduisant l'adhésion entre les cristaux.

Les produits utilisés appartiennent aux quatre familles suivantes:
Les alkyl-aromatiques, les polyesters, les polyamides et les polyoléfines.

IV-3. Additifs Détergents et Dispersants :

Ces additifs permettent d'une part de maintenir les parties les plus chaudes d'un moteur en bon état de propreté en évitant les dépôts, c'est l'effet détergent et d'autre part, de maintenir en suspension les impuretés solides formées au cours du fonctionnement du moteur afin d'éviter la formation d'agglomérats, c'est l'effet dispersant. Par ailleurs ces additifs généralement basiques neutralisent les composés acides formés par la combustion.

L'action de ces additifs s'effectue essentiellement par absorption sur les surfaces métalliques afin d'éviter l'adhérence des dépôts et par absorption sur les particules en suspension dans l'huile pour maintenir leur dispersion.

Les produits utilisés sont soit des organo-sels de métaux alcalino-terreux tels que les sulfonâtes, les thiophosphates et les phénates, soit des succinimides plutôt utilisées comme dispersants.



IV-4. Additifs Anti-Usure et Extrême Pression :

Les additifs anti-usure et extrême pression agissent de façon sensiblement identique : un film protecteur se forme sur les surfaces du contact par réaction de l'additif ou de ses produits de décomposition, avec le métal. La distinction entre ces additifs est basée essentiellement sur la température à laquelle ils réagissent, température qui dépend directement des conditions de charge et de vitesse au contact. Les additifs anti-usure agissent dès la température ambiante ou à moyenne température alors que les additifs extrême pression sont actifs à température élevée.

Les additifs anti-usure sont essentiellement des esters phosphoriques et des dithiophosphates. Les mécanismes d'action de ces différents produits ont fait l'objet de nombreuses études mais n'ont pas encore été totalement élucidés. L'activité des esters phosphoriques semble directement liée au degré d'acidité des acides correspondants ; par contre ce sont les produits de décomposition thermique des dithiophosphates qui réagissent à la surface du métal, le phosphore joue alors un rôle essentiel dans la protection anti-usure.

Les additifs extrême pression sont des composés soufrés, chlorés et des dérivés phosphore-soufre :

- Les produits soufrés tels que les esters gras soufrés à forte concentration de soufre réagissent à haute température pour former une couche protectrice de sulfure de fer. Les sulfures organiques agiraient de la façon suivante : les disulfures initialement absorbés sur les surfaces métalliques se transforment en monosulfures organiques qui présentent des propriétés anti- usure. Ces sulfures organiques, sous l'effet des pressions, des contraintes de cisaillement et des températures, sont détruits ; les sulfures inorganiques alors formés réagissent avec le métal et présentent des propriétés extrême pression.

- Les composés chlorés sont principalement des esters gras chlorés, des paraffines chlorées et des acides gras chlorés. Ces produits se décomposent à haute température en libérant du chlore très actif qui réagit avec les surfaces métalliques pour former probablement des chlorures de fer. Ces produits peuvent dans certains cas être très corrosifs et sont de ce fait plutôt utilisés pour les huiles d'usinage.



- Les dérivés phosphore-soufre sont des produits mis au point plus récemment, dont la composition et les mécanismes d'action sont encore peu connus. Ces composés ont d'excellentes propriétés extrême pression, ils sont encore stables à des températures de l'ordre de 120° C et sont peu réactifs vis à vis des métaux cuivreux. Pour ces différentes raisons ils sont très largement utilisés dans les huiles industrielles.

IV-5. Additifs Anti-Oxydants :

Ces produits ont pour rôle de ralentir et si possible de supprimer les phénomènes d'oxydation du lubrifiant. Ils agissent de trois façons différentes :

- par blocage du processus de destruction en captant les radicaux libres des chaînes moléculaires. Ces produits sont généralement des phénols et des amines.
- par destruction des peroxydes qui se forment lors des phénomènes de détérioration. Ces composés sont des dithiophosphates et des dithiocarbamates.
- par désactivation des ions métalliques et par formation d'un film protecteur sur les surfaces afin d'éliminer l'action catalytique des métaux. Ces additifs sont des phénols et des phénates.

IV-6. Additifs Divers :

D'autres produits sont encore utilisés comme additifs ; on peut citer :

- Les additifs d'onctuosité qui agissent par absorption sur les surfaces du contact et qui sont destinés à diminuer les frottements dans le cas de contact métal sur métal. Ce sont des esters gras, alcools gras, amines grasses et acides gras.
- Les additifs antirouille qui agissent par absorption sur le métal et formation d'une couche protectrice quasi-imperméable à l'air, à l'eau et aux composés corrosifs. Ces produits qui sont des sulfonâtes, naphtéates, des sels d'amines et des acides gras, sont parfois incompatibles avec les additifs anti-usure.
- Les additifs anti-émulsionnants dont le rôle sont d'éviter la formation de mousse.



Chapitre II

La Partie Rhéologique



I- DEFINITION DE LA RHEOLOGIE:

Etymologiquement, la rhéologie est une discipline qui traite de l'écoulement, des déformations des matériaux sous l'action de contraintes. La rhéologie a été développée pour décrire les propriétés de matériaux au comportement mal défini et intermédiaire entre celui du solide élastique parfait et celui du fluide newtonien.

II- NOTION DE MOUVEMENT LAMINAIRE DE CISAILLEMENT :

II.1 Définition :

Un matériau soumis à un ensemble de forces est susceptible de se déformer, les mouvements des différents points du matériau dépendant bien entendu de la répartition et de l'intensité des forces appliquées. Un mouvement laminaire de cisaillement est engendré pour certaines distributions de ces forces. Au cours d'un tel mouvement, on considère que le matériau présente une structure en lamelles, en couches adjacentes. La déformation du matériau s'effectue par glissement relatif des différentes couches, sans qu'il y ait transfert de matière d'une couche à l'autre. Les mouvements laminaires de cisaillement sont engendrés à l'aide de rhéomètres. C'est à partir de tels mouvements que peuvent être déterminés les paramètres rhéologiques des fluides.

II.2 Contrainte de Cisaillement :

La contrainte de cisaillement (notée τ) est la grandeur dynamique fondamentale en rhéologie. Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, deux couches successives au contact l'une de l'autre se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre. Il apparaît à l'interface de ces deux couches des forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche, elles sont appelées force de cisaillement (figure 1).



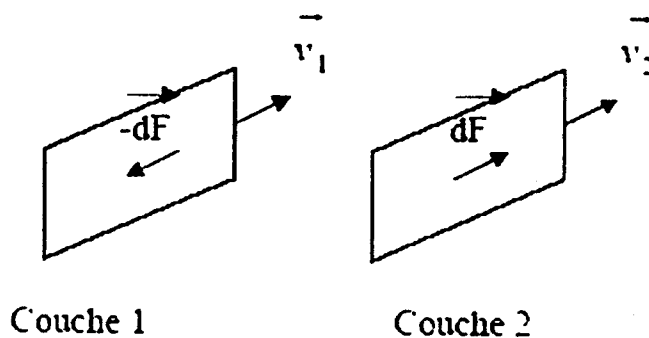


Figure 1 : Forces agissant sur deux éléments de couches voisines.

En supposant que la couche (1) est animée d'une vitesse v_1 supérieure à la vitesse v_2 de la couche (2), la couche (1) exerce sur la couche (2) une force de cisaillement dF parallèle au mouvement et tendant à accélérer la couche (2). La couche (2) exerce pour sa part sur la couche (1), une force de cisaillement $-dF$ tendant à la freiner. En rapportant ces forces de cisaillement à l'unité de surface, on définit la contrainte de cisaillement τ par :

$$\tau = \frac{d\vec{F}}{dS}$$

τ : représente une force par unité de surface, elle s'exprime en newton par m^2 ou bien plus commodément en Pascal (Pa) et dS est la surface élémentaire de l'entité considérée.

Il est à noter que dans le calcul de la résultante des forces, les forces de pression s'exerçant perpendiculairement à la surface ne sont pas prises en compte, du fait de leur faible valeur en comparaison des forces de cisaillement.

II.3 Déformation et Vitesse de Cisaillement :

Ces deux grandeurs constituent les grandeurs cinématiques fondamentales en rhéologie. La définition de la déformation de cisaillement est présentée dans le cas particulier le plus simple d'un mouvement de cisaillement présentant une symétrie plane. Le matériau est cisailé entre deux plans parallèles, l'un mobile, l'autre immobile (figure 2).

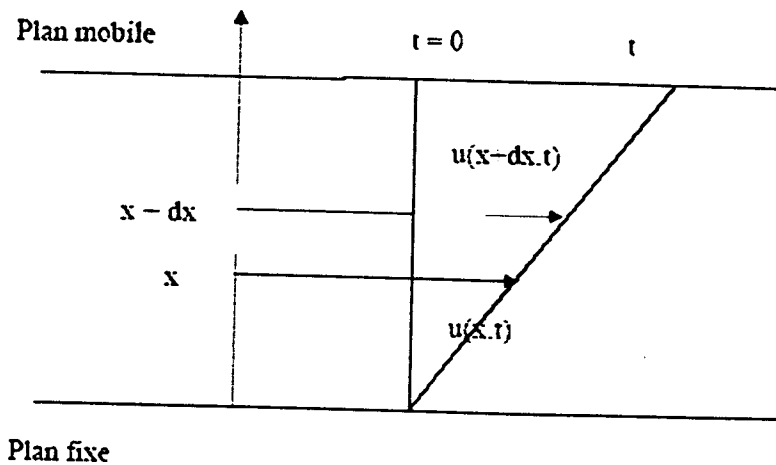


Figure 2 : Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles.

On considère arbitrairement que les particules de matière de deux couches adjacentes se trouvent à l'instant $t = 0$ dans une section droite. A l'instant t postérieur, les particules auront parcouru la distance $u(x,t)$ pour la particule située à l'abscisse x et $u(x+dx,t)$ pour la particule située à l'abscisse $x+dx$.

La déformation de cisaillement est définie par:

$$\gamma = \frac{\partial u(x,t)}{\partial x}$$

Cette grandeur est sans dimension, elle ne dépend pas du déplacement $u(x,t)$ lui-même mais de la variation de ce déplacement lorsqu'on passe d'une couche à une couche infiniment voisine.

L'expression de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement, elle est donnée par :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt}$$

$\dot{\gamma}$: a la dimension de l'inverse d'un temps et s'exprime en s^{-1} .

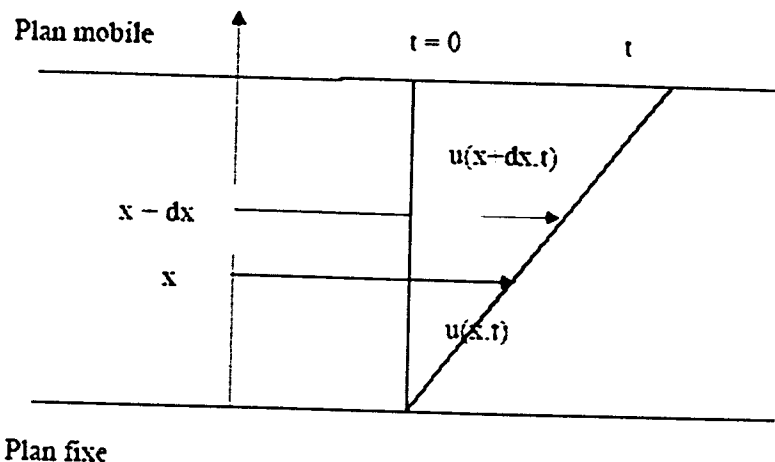


Figure 2 : Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles.

On considère arbitrairement que les particules de matière de deux couches adjacentes se trouvent à l'instant $t = 0$ dans une section droite. A l'instant t postérieur, les particules auront parcouru la distance $u(x,t)$ pour la particule située à l'abscisse x et $u(x+dx,t)$ pour la particule située à l'abscisse $x+dx$.

La déformation de cisaillement est définie par:

$$\gamma = \frac{\partial u(x,t)}{\partial x}$$

Cette grandeur est sans dimension, elle ne dépend pas du déplacement $u(x,t)$ lui-même mais de la variation de ce déplacement lorsqu'on passe d'une couche à une couche infiniment voisine.

L'expression de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement, elle est donnée par :

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial \gamma}{\partial t}$$

$\dot{\gamma}$: a la dimension de l'inverse d'un temps et s'exprime en s^{-1} .

II.4 Equation d'Etat :

La détermination de ces deux grandeurs (contrainte de cisaillement et déformation ou vitesse de cisaillement) permet de définir l'équation rhéologique d'état du matériau, c'est-à-dire la relation les unissant ($\gamma = f(\tau)$ ou bien $\dot{\gamma} = f(\tau)$). Les rhéogrammes sont les courbes traduisant graphiquement l'équation rhéologique d'état du matériau. La représentation la plus courante consiste à exprimer la variation de la contrainte de cisaillement avec celle de la vitesse de cisaillement.

La détermination de ces paramètres permet entre autre d'obtenir la viscosité du fluide étudié (dans le cas des fluides newtoniens), grandeur suffisant bien souvent à caractériser de manière précise le comportement rhéologique du matériau étudié. La viscosité s'exprime en Pa.s, elle est notée μ . Le tableau 1 donne des valeurs de viscosité de substances usuelles à température ambiante (Coussot et Grossiord 2001).

Tableau 1 : Quelques ordres de grandeur des valeurs de viscosité de différents matériaux à température ambiante.

Matériau	Viscosité (Pa.s)
Air	10^{-5}
Eau	10^{-3}
Huile d'olive	10^{-1}
Glycérine	1
Miel	10
Polymères fondus	10^3
Bitume	10^8



III- MODE DE MESURE ET TYPOLOGIE DE L'ÉCOULEMENT :

Deux modes de mesure distincts peuvent être mis en oeuvre en rhéologie : des mesures en cisaillement simple ou bien en mode dynamique. Les deux modes de mesure fournissent des renseignements de nature différente quant à la caractérisation des matériaux. Les mesures en cisaillement simple renseignent essentiellement sur le comportement en écoulement des matériaux alors que les mesures en mode dynamique permettent de déterminer de façon plus précise le comportement viscoélastique des matériaux.

III.1 Mesures en Cisaillement Simple :

III.1.1- Mise en Oeuvre des Mesures :

Il s'agit du mode de mesure le plus simple à mettre en oeuvre, le principe de la mesure va être présenté pour un rhéomètre rotatif cylindrique, classe de rhéomètre la plus fréquemment utilisé. La substance étudiée est emprisonnée entre deux cylindres de révolution coaxiaux.

L'un des deux cylindres est fixe, l'autre est mobile et possède une vitesse de rotation uniforme de vitesse angulaire ω_0 (figure 3).

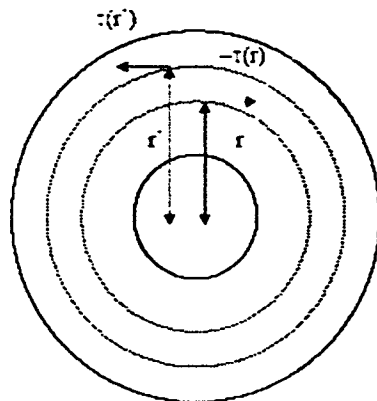


Figure 3: Schéma de rhéomètre à co-cylindres et contraintes de cisaillement associées.

Moyennant l'hypothèse de non glissement du fluide à la paroi, il s'établit alors dans la substance un régime laminaire pour lequel les différentes couches sont animées d'une vitesse angulaire variant de 0 (cylindre fixe) à ω_0 pour le cylindre mobile. Pour des raisons de symétrie, dans une même couche, les contraintes et vitesses de cisaillement sont identiques, par contre elles varient d'une couche à l'autre et sont alors notées $\tau(r)$ et $\gamma(r)$.

La détermination de ces grandeurs est un peu plus complexe dans le cas de la symétrie cylindrique que dans le cas de la symétrie plane présentée précédemment. Elle fait intervenir la notion de couple de rotation moteur dont le moment par rapport à l'axe de rotation $M(r)$ est donné par :

$$M(r) = r \cdot \tau(r) \cdot S$$

Avec laquelle S est la surface de la couche située à la distance r de l'axe de révolution. Considérant la portion de substance comprise entre deux couches de rayon r et r' , de surfaces respectives S et S' , elle est soumise de la part de la couche r' , à un couple de rotation moteur dont le moment par rapport à l'axe de rotation vaut:

$$M(r') = r' \cdot \tau(r') \cdot S$$

De la part de la couche intérieure r , à un couple de rotation de freinage dont le moment par rapport à l'axe de rotation vaut :

$$M(r) = -r \cdot \tau(r) \cdot S$$

Lorsque le régime permanent est atteint, la somme des moments doit être nulle du fait que la substance n'est soumise à aucune accélération angulaire. On aboutit donc :

$$\tau(r) = \frac{M}{2\pi r^2 h}$$

Avec: h , la hauteur effective de cisaillement.



La détermination de γ . Pour la symétrie cylindrique nécessite de considérer deux couches cylindriques infiniment voisines de rayon r et $r + dr$, ayant respectivement pour vitesses angulaires $\omega(r)$ et $\omega(r + dr)$.

La vitesse de déplacement d'une particule appartenant à la couche r vaut alors $\gamma = r.d\omega$.

La vitesse de cisaillement est obtenue en rapportant la vitesse de déplacement à la distance dr séparant les deux couches :

$$\dot{\gamma}(r) = - \frac{r d\omega}{dr}$$

Les données dont on dispose à partir de l'expérience sont la vitesse de rotation du cylindre mobile (ω_0) et le couple de rotation imposé (M).

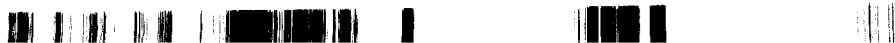
En reportant les expressions des paramètres $\tau(r)$ et $\dot{\gamma}(r)$ des équations précédentes dans les équations décrivant les lois de comportement rhéologique des boues et après intégration de la vitesse angulaire (de 0 à ω_0), on aboutit à la détermination des paramètres descriptifs de la loi de comportement rhéologique.

III.1.2 Typologie de L'écoulement :

L'écoulement des fluides newtoniens est le cas le plus simple que l'on puisse trouver, dans ce cas, vitesse de cisaillement et contrainte de cisaillement sont reliés par une loi linéaire, la pente de la droite alors obtenue en traçant le rhéogrammes est la viscosité du fluide.

Tous les fluides homogènes pour lesquels la dissipation d'énergie est due aux collisions d'espèces moléculaires relativement petites ont un comportement newtonien (gaz, liquides usuels et solutions de molécules de faible poids moléculaire).

La majorité des fluides présentent toutefois des comportements non newtoniens qui font appel à l'utilisation de modèles rhéologiques plus complexes pour décrire leur comportement en écoulement.



III.1.2.1 Fluides à contrainte critique :

Cette catégorie de fluides est aussi communément désignée par l'appellation fluide plastique, la figure 6 donne une vue des courbes d'écoulement les caractérisant. Il s'agit de fluides ne s'écoulant pas avant qu'il leur soit appliqué une contrainte de cisaillement minimale (figure 4).

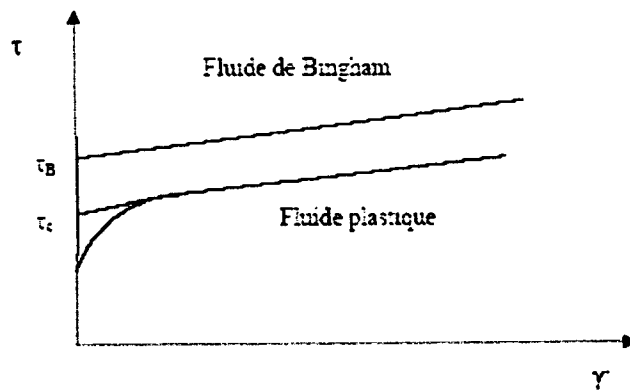


Figure 4 : Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique.

Le tableau 2 récapitule les principales lois d'écoulement rhéologiques utilisées pour décrire le comportement de tels fluides.

Tableau 2 : Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à contrainte critique (d'après Midoux, 1988).

Modèle	Loi rhéologique
Bingham	$\tau = \tau_B + \mu_B \cdot \dot{\gamma}$
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_H + K \cdot \dot{\gamma}^n$
Casson général	$\tau^2 = \tau_c^2 + (k_c \cdot \dot{\gamma})^2$
Casson	$\tau^{1/2} = \tau_c^{1/2} + (k_c \cdot \dot{\gamma})^{1/2}$



Le modèle d'Herschel-Bulkley est celui permettant de décrire la plupart des fluides plastiques, la courbe d'écoulement de tels fluides finit par devenir rectiligne au-delà d'une certaine contrainte critique appliqué.

Le modèle de Bingham est le plus simple de ces modèles, le fluide de Bingham s'écoule lorsqu'un seuil minimal de contrainte τ_B est dépassé. Ce modèle permet de décrire le comportement rhéologique de nombreux matériaux (boues de forage, peintures à l'huile, certaines graisses...).

III.1.2.2 Fluides sans contrainte critique :

La figure 7 présente les courbes d'écoulement des deux principales catégories de fluides sans contrainte critique, à savoir les fluides pseudo-plastiques (ou rhéofluidifiants) et les fluides dilatants (ou rhéoépaississants).

Pour les fluides pseudo-plastiques, le rapport $\tau/\dot{\gamma} = \mu_{app}$ (viscosité apparente) est à peu près constant pour les plus faibles valeurs de vitesse de cisaillement imposées et vaut μ_0 . Ce rapport décroît ensuite progressivement lorsque la vitesse de cisaillement augmente (d'où le nom de rhéofluidifiant), jusqu'à atteindre une valeur de viscosité limite (μ_∞).

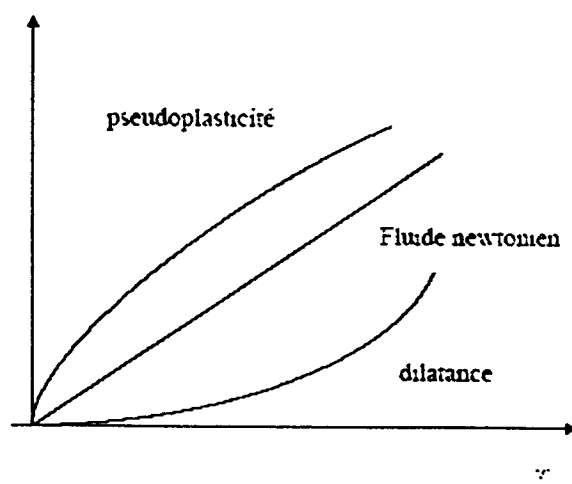


Figure 5 : Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides sans contrainte critique.

Les principales lois rhéologiques décrivant le comportement de tels fluides sont présentées dans le tableau 3 :

Tableau 3 : Lois rhéologiques de fluides ne présentant pas de contrainte critique (d'après Midoux, 1988).

Modèle	Loi rhéologique
Oswald de Waele	$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n$
Ellis	$\tau = [\mu_0 \cdot (1 + (\tau/\tau_1)^2)^{n-1}] \cdot \dot{\gamma}$
Sisko	$\tau = \mu_0 \cdot \dot{\gamma} - k \cdot \dot{\gamma}^n$
Reiner Phillipoff	$\tau = [\mu_\infty - ((\mu_0 - \mu_\infty) / (1 + (\tau/\tau_1)^2))] \cdot \dot{\gamma}$
Prandtl-Eyring	$\tau = \tau_0 \text{sh}^{-1}(\tau_0 \cdot \dot{\gamma})$
Carreau	$\tau = [\mu_\infty - (\mu_0 - \mu_\infty) \cdot (1 + (\dot{\gamma} \cdot \lambda)^2)^{(n-1)/2}] \cdot \dot{\gamma}$
Cross	$\tau = [\mu_\infty + (\mu_0 - \mu_\infty) / (1 + \dot{\gamma} \tau_1)^p] \cdot \dot{\gamma}$

Parmi ces modèles d'écoulement, la loi d'Oswald de Waele est la plus communément utilisée. Dans ce modèle, k est appelée la consistance du fluide et l'écart de l'exposant n (ou indice d'écoulement) à l'unité ($0 < n \leq 1$) traduit la non perfection visqueuse du fluide considéré. Parmi les fluides présentant un comportement pseudo-plastique, on compte les suspensions de particules asymétriques, les ciments, les colles, certaines peintures ...

Les fluides dilatants obéissent également à une loi puissance d'Oswald mais avec $n > 1$, la viscosité apparente croît avec la vitesse de cisaillement qui augmente. Cette catégorie de fluides est beaucoup plus rare que les fluides pseudo-plastiques, elle se rencontre essentiellement pour des suspensions à forte teneur en matière solide (concentrations volumiques supérieures à 50 %). Ce type de comportement peut avoir pour origine une transition ordre-désordre entre les particules constitutives du fluide, pour les plus faibles vitesses de cisaillement, les particules sont plus ou moins alignées alors que pour les plus fortes valeurs de vitesse de cisaillement, elles sont dispersées aléatoirement, ce qui induit une viscosité qui augmente lorsque le désordre s'installe au sein du fluide.

III.1.2.3 Fluides thixotropes :

La consistance de tels fluides dépend aussi bien de la vitesse de cisaillement que de la durée du cisaillement. Dans ces conditions, la viscosité apparente n'est plus fixée pour une valeur donnée de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement mais dépend également du paramètre temps. Ainsi, l'écoulement d'un matériau peut être facilité par une agitation préalable de l'échantillon à étudier. La méthodologie utilisée pour déterminer le caractère thixotrope de fluides consiste le plus souvent en l'application d'un cycle de cisaillement montée-palier-descente (cisaillement croissant-cisaillement constant-cisaillement décroissant) (figures 6 et 7).

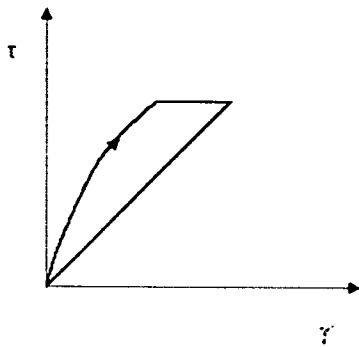


Figure 8 : rhéogramme enregistré par un rhéomètre à contrainte imposée.

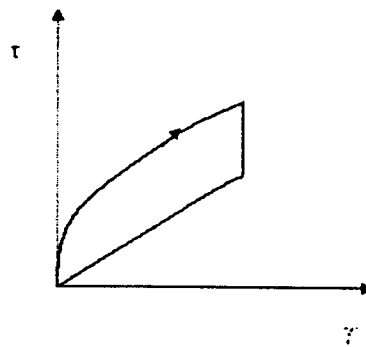


Figure 9 : rhéogramme enregistré par un rhéomètre à vitesse de cisaillement imposée

Le cisaillement induit une déstructuration qui conduit à l'obtention de courbes montées descente en cisaillement (ou charge-décharge) qui sont asymétriques (présence d'une surface d'hystérèse) dans le cas particulier de fluides thixotropes. A la notion de thixotropie est associée un caractère de réversibilité de la déstructuration, c'est-à-dire qu'après un temps de repos suffisant, le matériau doit recouvrer sa structure initiale. La caractérisation de tels matériaux demeure difficile, elle se doit en tout cas d'être réalisée strictement dans les mêmes conditions expérimentales afin de pouvoir réaliser des comparaisons entre échantillons.



Certains auteurs ont tenté de quantifier les propriétés de thixotropie des boues à travers certains coefficients empiriques tels ceux présentés dans le tableau 4.

Pour l'expression du coefficient de déstructuration B, les indices 1 et 2 se rapportent respectivement aux viscosités plastiques μ_{p1} et μ_{p2} mesurées en rampe de décharge après deux durées de cisaillement t_1 et t_2 au gradient maximum $\dot{\gamma}_m$ de la rampe de charge.

Concernant le coefficient M, les indices 1 et 2 distinguent deux valeurs différentes de gradients de vitesse maximum $\dot{\gamma}_1$ et $\dot{\gamma}_2$ pour des rampes de gradients de vitesse de mêmes accélérations. Les mesures de $\dot{\gamma}_1$ et $\dot{\gamma}_2$ sont déterminées à partir de la rampe de décharge immédiatement enchaînée après que les gradients de vitesse aient atteint les valeurs de consigne $\dot{\gamma}_1$ et $\dot{\gamma}_2$. Les viscosités maximales (μ_{max}) et minimales (μ_{min}) obtenues à partir des boucles d'hystérèse peuvent aussi fournir des critères de comparaisons.

La surface de la boucle d'hystérésis ($\tau = f(\dot{\gamma})$) formée par les mesures successives à gradients de vitesses croissants puis décroissants constitue également une mesure relative des propriétés thixotropes du fluide.

Tableau 4 : coefficients permettant de déterminer le caractère thixotrope de fluides de Bingham.

$B = -t \cdot d\mu_p / dt = (\mu_{p1} - \mu_{p2}) \log(t_1 - t_2)$	Coefficient de déstructuration thixotrope en fonction du temps
$M = (\mu_{p1} - \mu_{p2}) \log(\dot{\gamma}_2 / \dot{\gamma}_1)$	Coefficient de déstructuration thixotrope en fonction de la vitesse de cisaillement
$\frac{\mu_{max} - \mu_{min}}{(\mu_{max} - \mu_{min}) \mu_{min}}$	

III.2 Mesures En Mode Dynamique : Détermination de la Viscoélasticité :

Tous les liquides présentent des propriétés visqueuses, certains possédant une structure complexe peuvent également présenter des propriétés élastiques. Ce comportement se manifeste notamment lorsqu'on applique ou lorsqu'on supprime brutalement un cisaillement par l'apparition d'un régime transitoire pendant lequel la structure de l'échantillon évolue avant de se stabiliser. La détermination des propriétés viscoélastiques de certains matériaux passe par la mise en place d'une analyse oscillatoire. Ce type de test consiste à imposer à l'échantillon un cisaillement oscillatoire de pulsation donnée ω . Lors de ces tests, la contrainte $\tau(t)$ et la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}(t)$ évoluent sinusoïdalement au cours du temps.

III.2.1 Viscoélasticité Linéaire :

Un fluide viscoélastique récupère une partie de ses déformations après suppression des contraintes et la contrainte associée à une déformation, diminue dans le temps :

Les relations générales du comportement viscoélastique :

$$\dot{\gamma}(t) = \frac{\tau(t)}{\mu} + \frac{1}{G} \cdot \frac{d\tau(t)}{dt}$$

$$\dot{\gamma}(t) = \frac{\tau_0}{G} \cdot [1 - e^{-\frac{t}{\lambda}}]$$

Avec $\lambda = \mu / G$

Le comportement viscoélastique de fluides peut être décrit conceptuellement comme résultant de l'association de ressorts et d'amortisseurs. Toutes les associations de ressorts et d'amortisseurs, aussi complexes soient-elles, correspondent à un comportement viscoélastique linéaire. A partir des lois d'association en série et en parallèle, on peut établir l'équation rhéologique de chaque modèle et en déduire les fonctions fluage et



relaxation dans chaque cas particulier. Il s'avère toutefois que les modèles de Kelvin-Voigt et de Maxwell généralisés suffisent pour déduire n'importe quelles fonctions de fluage et de relaxation. Le modèle de Maxwell correspond à l'association en parallèle de n liquides de Maxwell, chacun d'eux étant constitué par un ressort et un amortisseur en série.

Le modèle de Kelvin-Voigt généralisé est pour sa part constitué par l'association en série d'un liquide de Maxwell et de n solides de Kelvin-Voigt (constitué lui-même par l'association en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur).

Le facteur temps intervient dans l'expression des propriétés viscoélastiques à travers le temps de relaxation (λ). Le temps de relaxation correspond à la durée de valeur λ pendant laquelle la tension γ diminue de $1/e$ de sa valeur initiale.

$$\text{Si } t \gg \lambda \text{ alors } \gamma(t) = \tau \cdot J_{\infty} + \tau \cdot t / \mu$$

Les fonctions de fluage $J(t)$ et de relaxation $G(t)$ caractérisent l'écoulement des fluides viscoélastiques selon les modes de mesures en cisaillement simple. La modélisation de ces fonctions conduit généralement à des formes développées du type $\gamma(t) = J(t) \cdot \tau + O(\tau^3)$.

Les propriétés viscoélastiques correspondantes ne sont donc pas aisées à déterminer et leur caractérisation ne fournit pas de paramètres clés rapidement identifiables. De plus, la méthode de sollicitation en cisaillement simple repose sur des échelons de contrainte (fluage) ou de déformation (relaxation) imposés de façon instantanée. En réalité, ce principe théorique est confronté à l'inertie mécanique du système de mesure des rhéomètres. C'est pourquoi on utilise les propriétés de réponse oscillatoire des fluides viscoélastiques soumis à des sollicitations de type sinusoïdales en fonction du temps.



III.2.2 Paramètres Complexes :

En mode dynamique, on applique des contraintes ou des déformations qui répondent à des fonctions sinusoïdales du temps (t) de pulsations données (ω) qui ne provoquent pas l'écoulement du fluide. A l'instant initial on a :

$$\begin{aligned}\gamma(\omega) &= \gamma_0 \cdot \cos(\omega t) \\ \tau(\omega) &= \mu \cdot \omega \cdot \gamma_0 \cdot \cos(\omega t + \varphi) = \tau_0 \cdot \cos(\omega t + \varphi)\end{aligned}$$

La contrainte mesurée (τ) est en déphasage permanent avec la déformation (γ) d'un angle φ compris entre 0 et $\pi/2$. En fonction du temps de mesure (t), ce décalage par rapport aux conditions initiales devient tel que :

$$\gamma(\omega t) = \gamma_0 \cdot e^{j\omega t} = \gamma_0 \cdot (\cos(\omega t) + j \cdot \sin(\omega t))$$

Soit

$$\gamma(\omega t) = \gamma'(\omega) + j \cdot \gamma''(\omega)$$

De même

$$\tau(\omega t) = \tau'(\omega) + j \cdot \tau''(\omega)$$

Par analogie avec le solide de Hooke, on définit un module de rigidité complexe $G^*(\omega)$:

$$G^*(\omega) = \frac{\tau(\omega t)}{\gamma(\omega t)} = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot e^{j\varphi} = G'(\omega) - j \cdot G''(\omega)$$

La rigidité d'accumulation $G'(\omega)$ traduit la capacité du fluide à conserver l'énergie sous forme élastique (en phase avec γ). Les propriétés visqueuses sont exprimées par la rigidité de dissipation $G''(\omega)$ (déphasage de $\pi/2$ avec γ).



Par analogie avec la relation de Newton, on définit la viscosité complexe $\mu^*(j\omega)$:

$$\mu^*(j\omega) = \frac{\tau(\omega)}{\dot{\gamma}(\omega)} = \mu'(\omega) - j.\mu''(\omega)$$

Avec :

$$\mu' = \frac{G'}{\omega} \text{ et } \mu'' = \frac{G''}{\omega}$$

Les viscosités complexes traduisent les rapports de déphasage de la contrainte avec la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$. La viscosité pure μ' (caractère visqueux) est en phase avec $\dot{\gamma}$, alors que la viscosité élastique μ'' est déphasée de $\pi/2$.

L'analyse oscillatoire permet une identification très précise de la structure de l'échantillon étudié, elle peut aussi permettre la mise en évidence de transitions (température de fusion, transition vitreuse, gélification...).



Chapitre III

La Partie Expérimentale



PROTOCOLE EXPERIMENTALE :

I- MATERIEL UTILISE :

I-1.Viscosimetre:

Le viscosimètre que nous avons utilisé est un viscosimètre rotatif du type Visco Basic Plus (de marque **FUNGILAB** S.A.) utilisé pour la première fois. Il permet la détermination de la viscosité d'un fluide à partir de la déformation exercée sur un ressort créé par la rotation d'un disque dans ce fluide.

Principe

Un moteur à vitesse entraîne un cylindre qui plonge dans le liquide, la viscosité produit un moment de torsion sur le cylindre.

La plage de mesure du viscosimètre est déterminée par la vitesse de rotation du disque, la dimension et la forme du disque, le contenant dans lequel le disque tourne et le couple du ressort.

La viscosité (cP) et le pourcentage sont affichés numériquement sur l'écran de l'appareil.

Mode d'emploi de l'appareil

L'appareil est mis à niveau avec les vis de réglage du pied. Le cylindre plongeur est à visser soigneusement dans le dispositif de fixation, la tige est mise en action dans l'huile analysée afin d'obtenir une meilleure égalisation de la température pendant le temps de préchauffage.

On mesure la température à proximité du cylindre plongeur. L'appareil étant en rotation la température devrait rester constante avant la mesure pour permettre au cylindre plongeur de prendre la même température pendant la mesure.



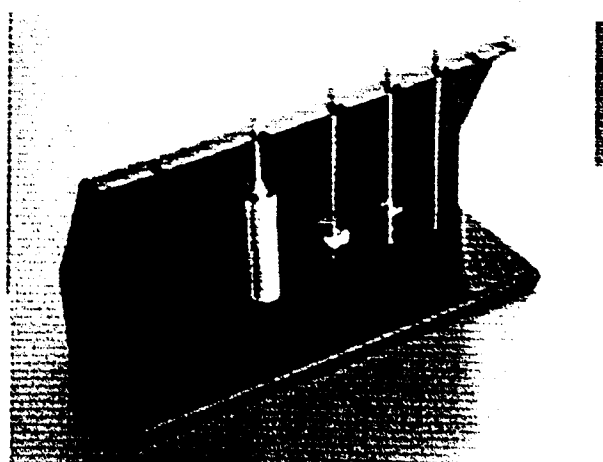
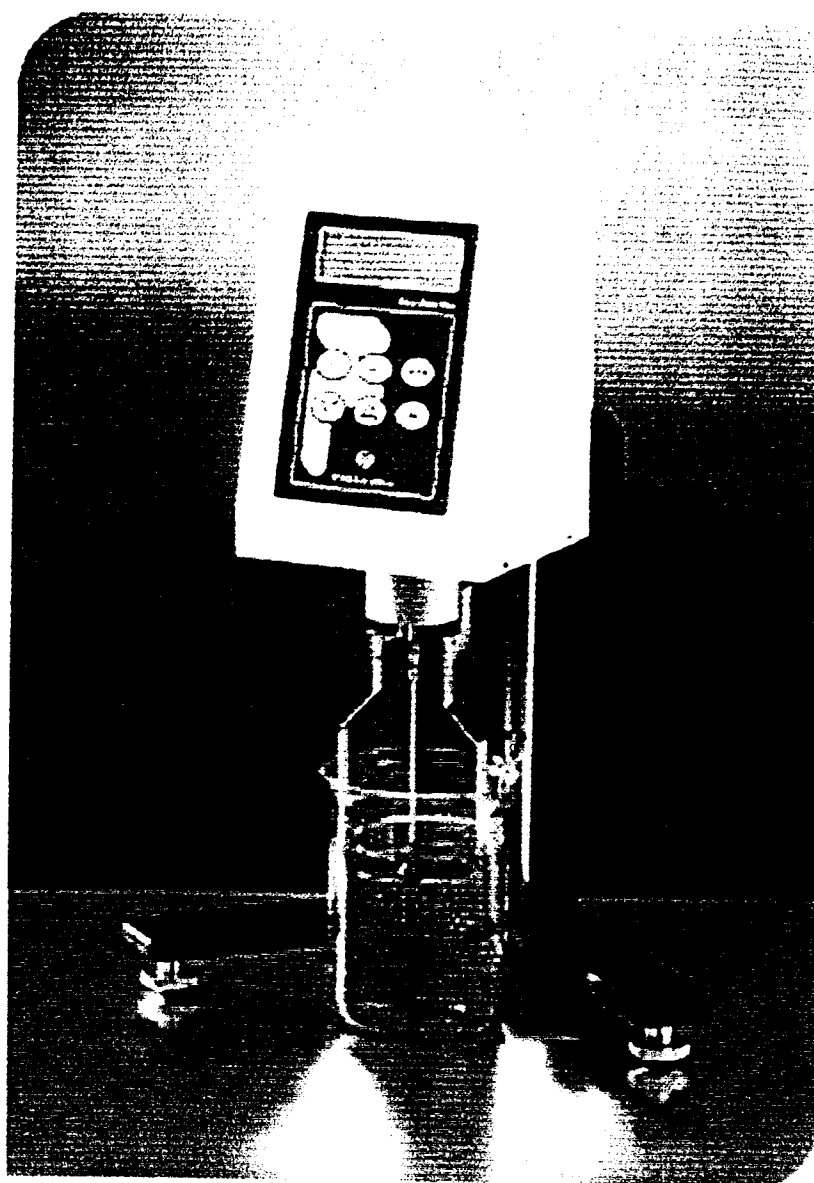


Figure 1 : Viscosimètre utilisé « Type : Visco Basic Plus, Marque : FUNGILAB_{S.A.} ».



I-2. Thermostat :

Le thermostat utilisé lui aussi pour la première fois ; il est de marque « *RAYPA* ».

Renseignements inscrits au dos de l'appareil :

N ^o	30364	Mod.DIGI - 200	
V	230	50/60 Hz	1
W	2000	200 c°	Fuse (T°) A

I-3. Produits utilisés :

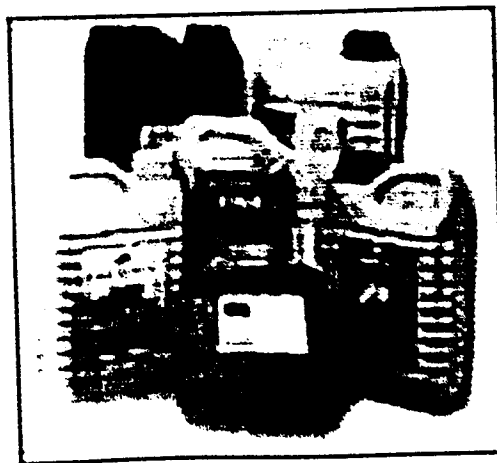
- Huile **NAFTILIA** SAE 40 : huile monograde pour moteur à essence API -SF. (2L)

- Huile **PETROSAM** SAE 40 : huile moteur essence API-SF. (1L)

- Huile usée inconnu (probablement **NAFTILIA**)

- Additif du type **Winn's** : super charge moteur (traitement huile), permet l'augmentation de viscosité à plus de 42% (d'après l'auteur).

En effet ces deux huiles sont à notre avis les plus utilisées par les conducteurs de véhicules touristique dans la région de *Tlemcen* et les plus disponibles par rapport à d'autres marques (comme **EKF Shell**, **Winn's**, **Ploneer**, **Mustang**, etc...)



II- COURBES ET DISCUSSION :

➤ **Remarque :**

-Les symboles rouges remplis : Huile NAFTILIA

-Les symboles bleus vides : Huile PERTOSAM

II-1. Effet de Taux de Cisaillement :

II-1.1. les huiles NAFTILIA et PETROSAM seul :

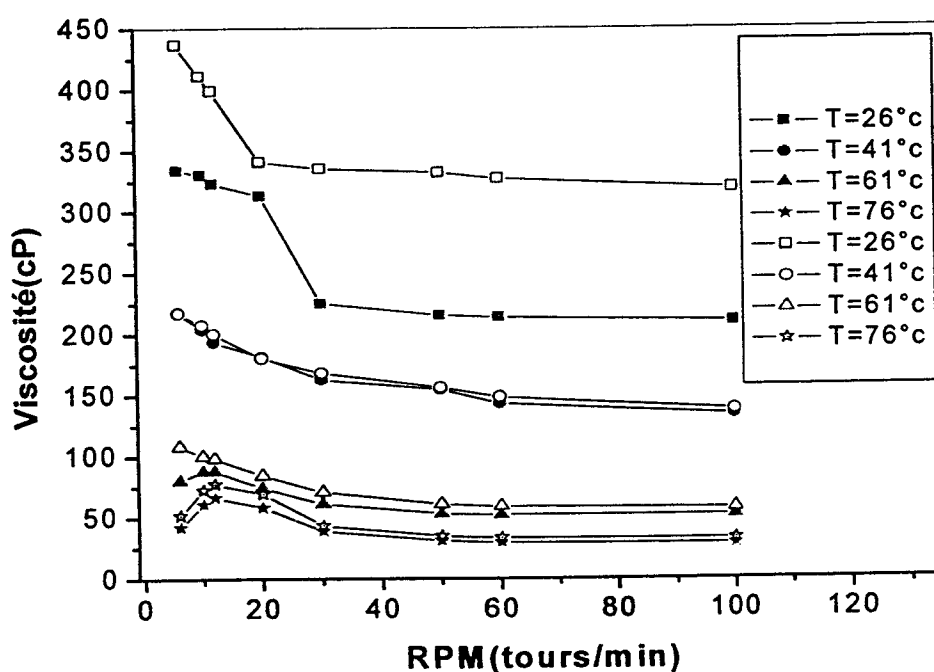


Figure 1 : f (RPM)

II-1.2. Les huiles NAFTILIA et PETROSAM avec ajout minimum de l'additif Winn's « 8.66 ml par 160ml d'huile » :

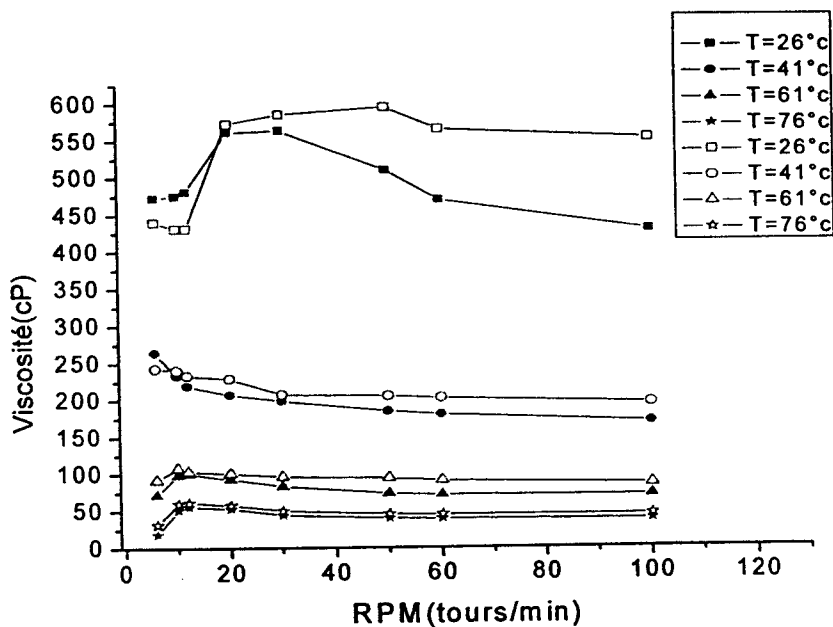


Figure 2 : f (RPM)

II-1.3. Les huiles NAFTILIA et PETROSAM avec ajout maximum de l'additif Winn's « 18.5 ml par 150ml d'huile » :

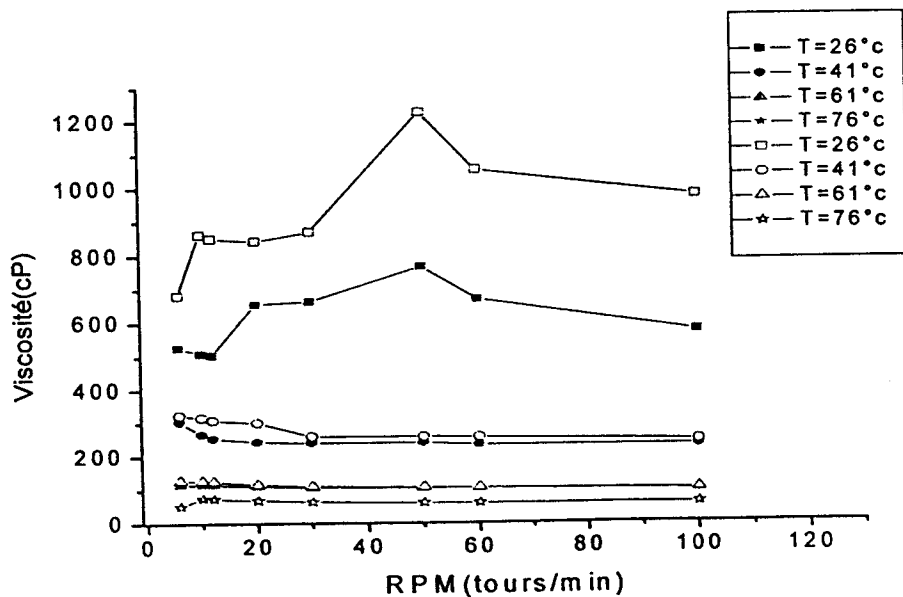


Figure 3 : f (RPM)

II-2. Effet de la Température :

II-2.1. Les huiles NAFTILIA et PETROSAM seul :

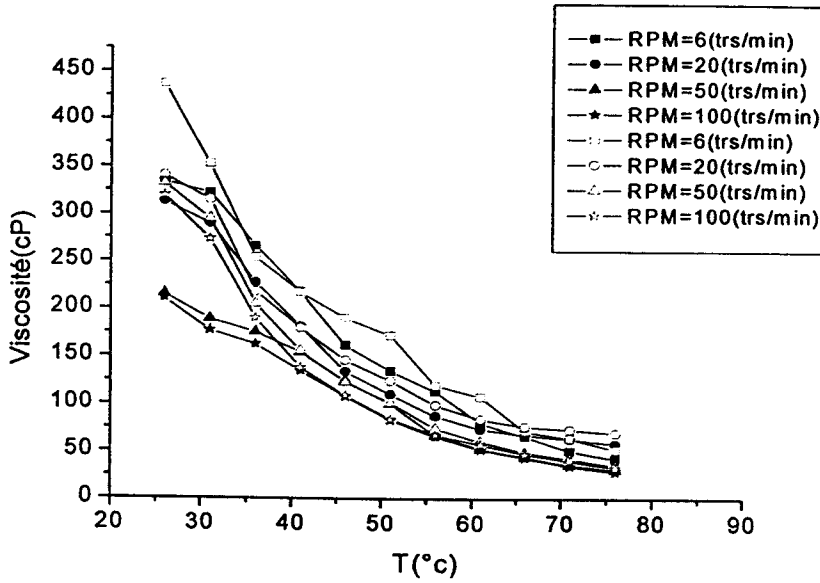


Figure 4 : f (T)

II-1.4. Les huiles NAFTILIA et PETROSAM avec ajout minimum de l'additif Winn's « 8.66 ml par 160ml d'huile » :

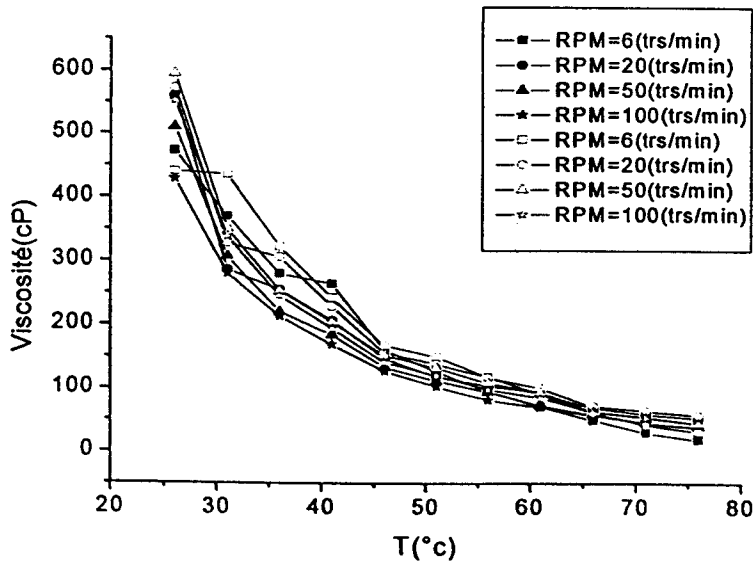


Figure 5 : f (T)



II-1.4. Les huiles NAFTILIA et PETROSAM avec ajout maximum de l'additif Winn's « 18.5 ml par 150ml d'huile » :

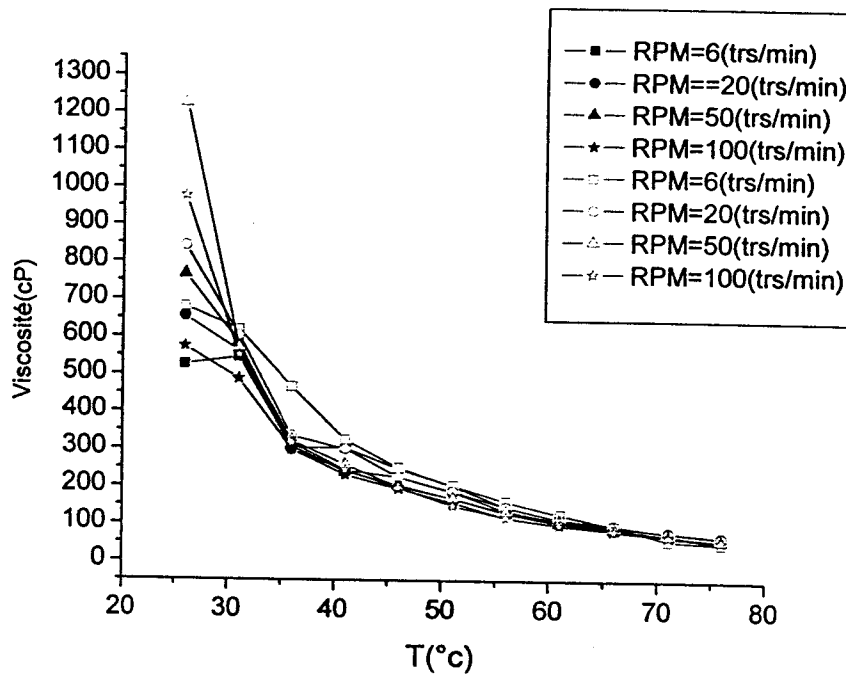
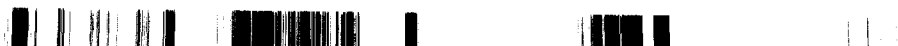


Figure 6 : f(T)



Commentaires:

❖ **La variation de la viscosité en fonction de taux de cisaillement:**

D'après les tracés des courbes (Figure 1, 2, 3), on remarque que lors de l'augmentation du taux de cisaillement, la viscosité diminue (comportement classique des liquides). Nous remarquons tout de même que l'huile PETROSAM présente un comportement viscométrique meilleure que celui de NAFTILIA pour les petits taux de cisaillement tandis que pour les taux de cisaillement élevés, le comportement des deux huiles se rejoignent.

❖ **La variation de la viscosité en fonction de la température:**

Pour les tracés des courbes (Figure 4, 5, 6), on remarque que lors de l'augmentation de la température la viscosité diminue (même comportement classique des liquides vis-à-vis de la température). On constate que la viscosité d'huile PETROSAM pour les basses températures est meilleure que celle de NAFTILIA, et plus la température augmente la viscosité des deux huiles diminue.

II-3. EFFET DE L'ADDITIF :

A fin d'estimer l'influence de l'additif sur les huiles NAFTILIA et PETROSAM, nous avons jugé bon de tracer les courbes :

$$\Delta\mu = f(RPM) \quad \text{à} \quad T = \text{constant}$$

$$\Delta\mu = f(T) \quad \text{à} \quad RPM = \text{constant}$$

$\Delta\mu$: étant l'augmentation relative de la viscosité tel que :

$$\Delta\mu = \frac{\mu_{avecadditif} - \mu_{seul}}{\mu_{seul}}$$



II-3.1. Effet de l'additif vis-à-vis de taux de cisaillement à température constante pour huile NAFTILIA:

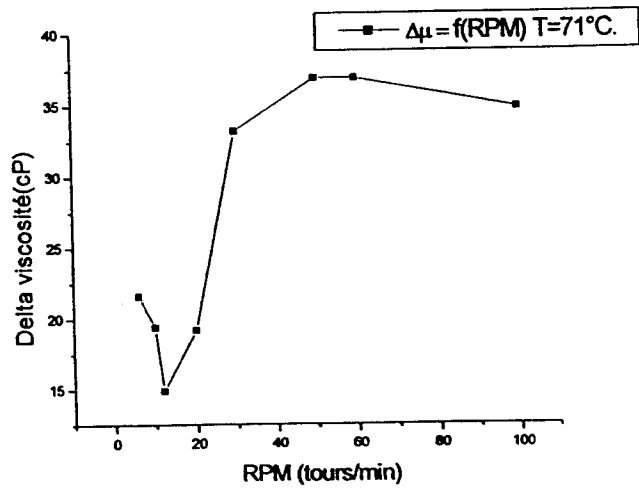
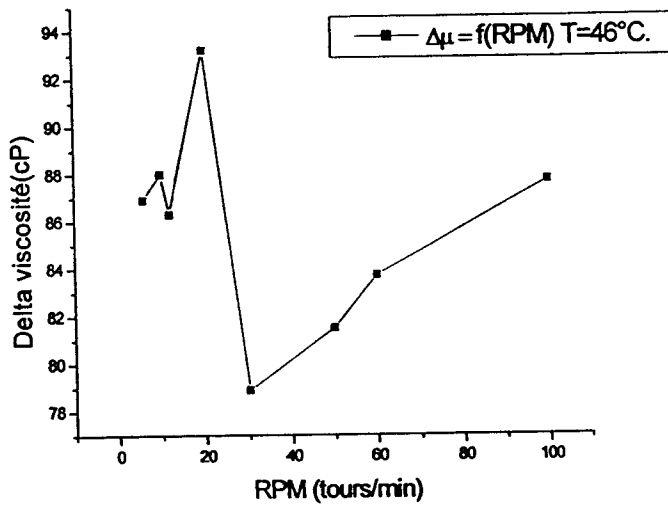
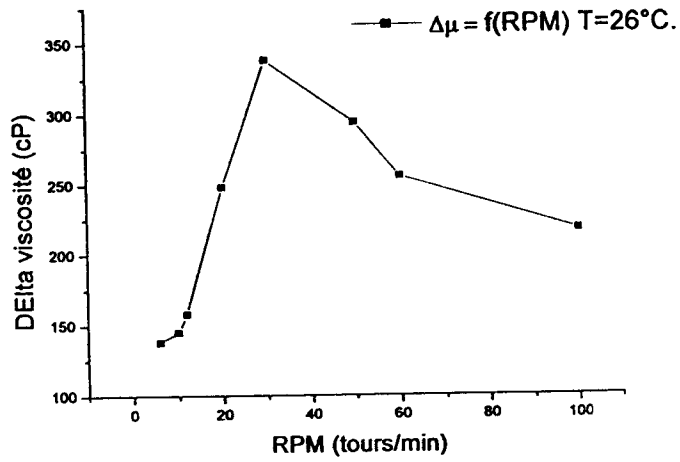


Fig 1 : $f(\text{RPM})$ Pour « NATILIA + l'ajout maximal - NAFTILIA seul »



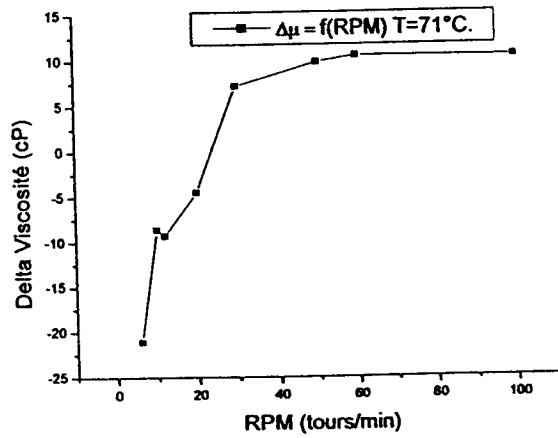
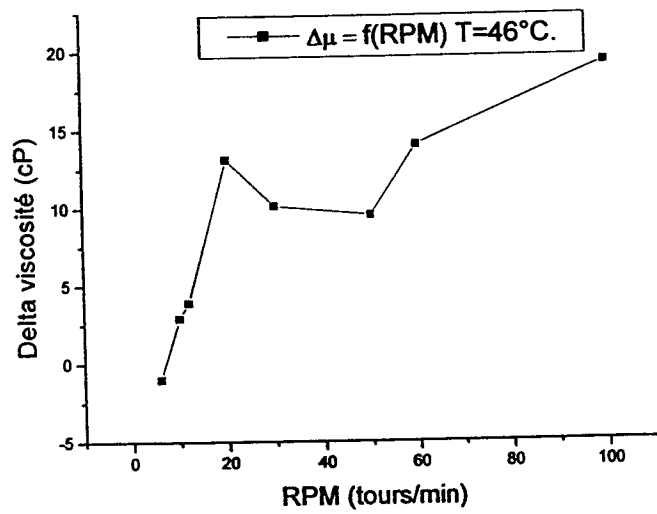
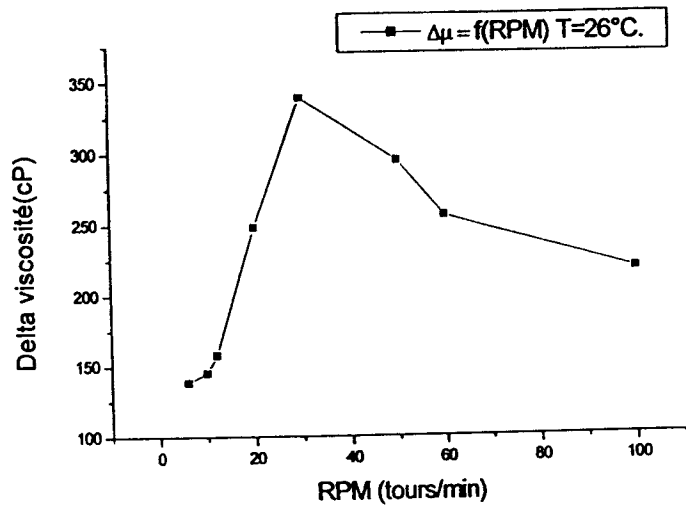


Fig II :f(RPM) Pour « NATILIA + l'ajout minimal - NAFTILIA seul »



II-3.3. Effet de l'additif vis-à-vis de taux de cisaillement à température constante pour huile PETROSAM:

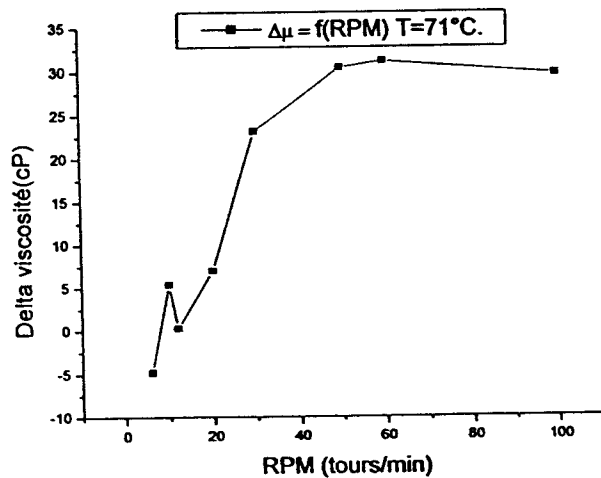
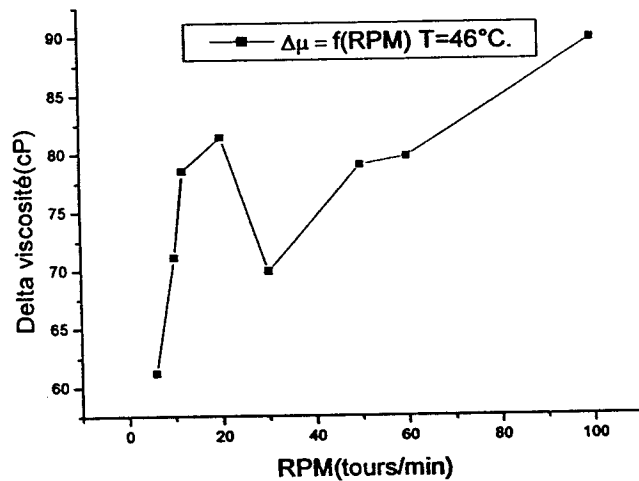
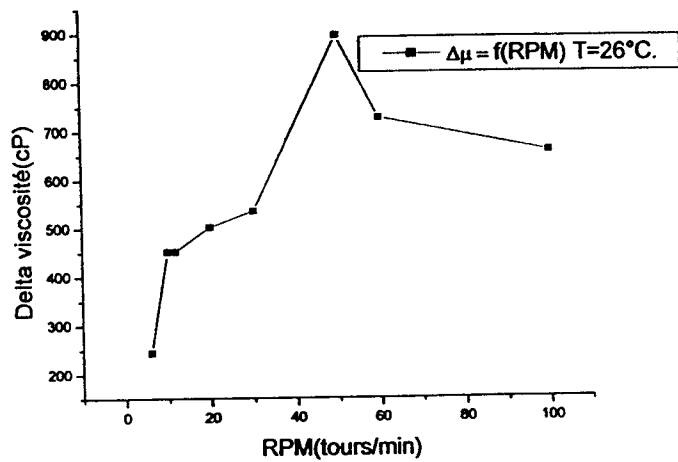


Fig IV : f(RPM) Pour « PETROSAM + l'ajout maximal - PETROSAM seul »



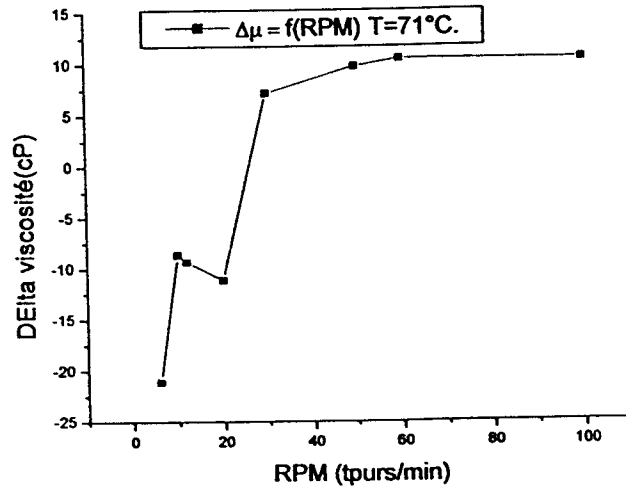
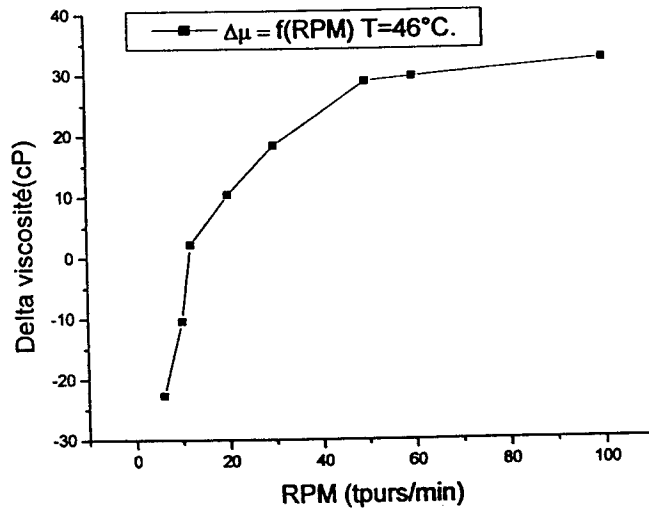
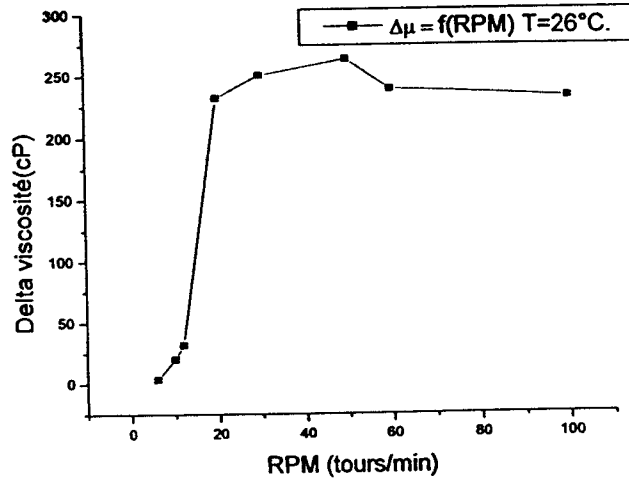
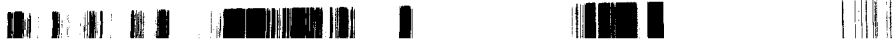


Fig V : $f(\text{RPM})$ Pour « PETROSAM + l'ajout minimal - PETROSAM seul »



Commentaires :

L'effet de l'additif sur les deux huiles NAFTILIA et PETROSAM est remarquable et dépend fortement du taux de cisaillement. Il paraît intéressant pour des températures élevées comme le montrent les deux dernières figures.

II-3.2. Effet de l'additif vis-à-vis de température à taux de cisaillement constant pour huile NAFTILIA:

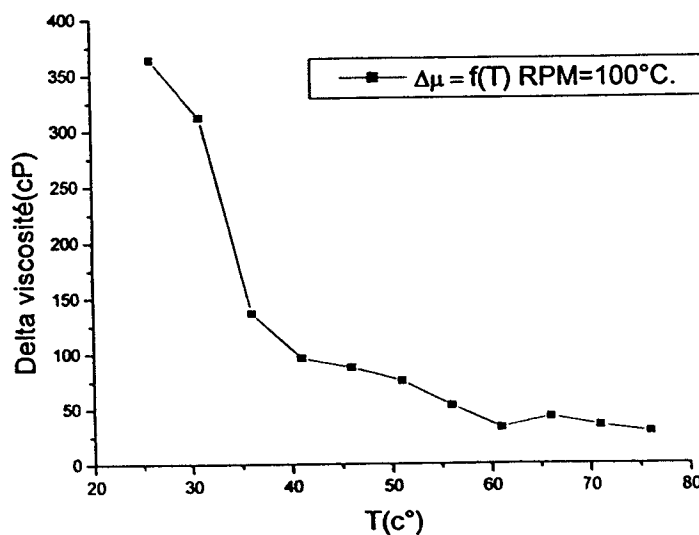
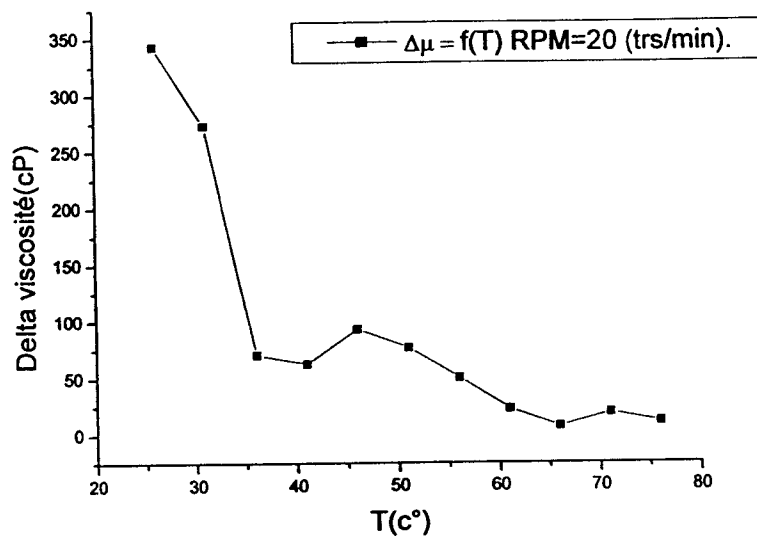


Fig III : $f(T)$ Pour « NATILIA + l'ajout maximal - NAFTILIA seul »



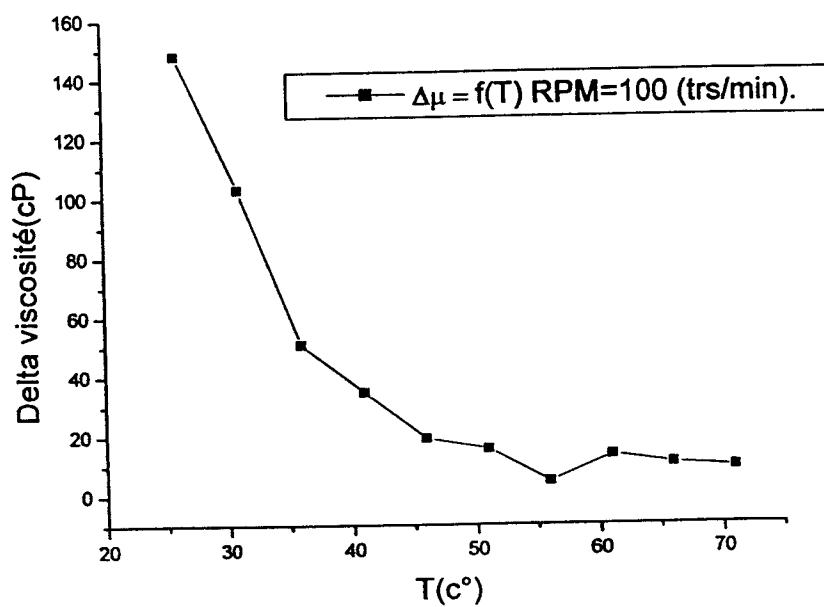
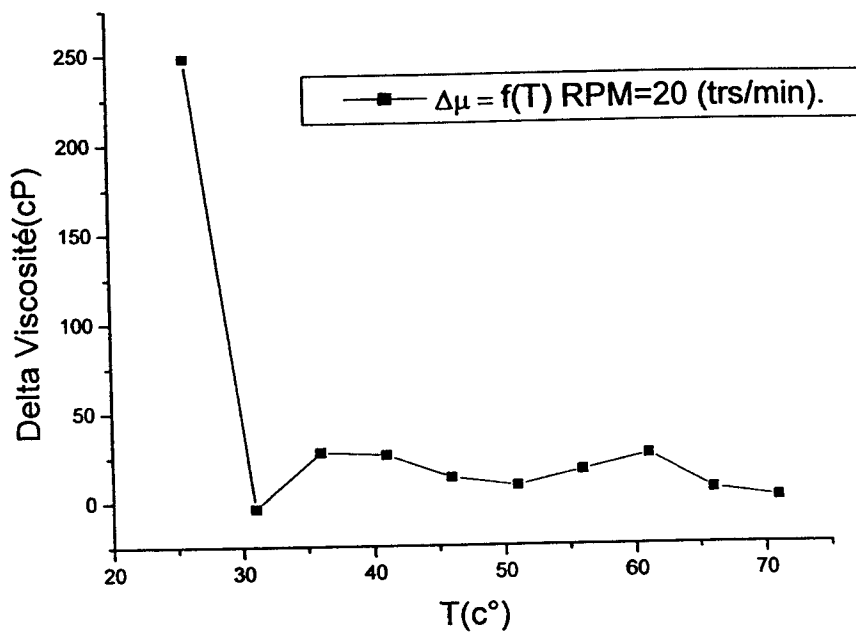


Fig III : $f(T)$ Pour « NATILIA + l'ajout minimal - NAFTILIA seul »



II-3.4. Effet de l'additif vis-à-vis de température à taux de cisaillement constant pour huile PETROSAM:

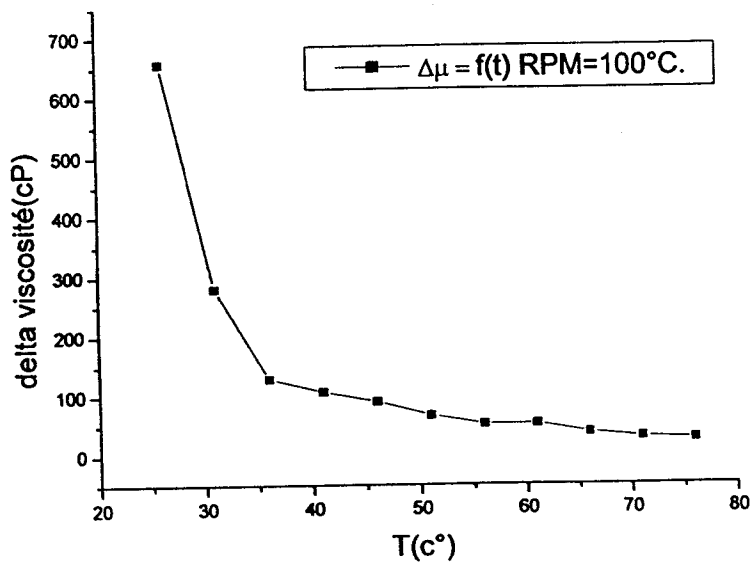
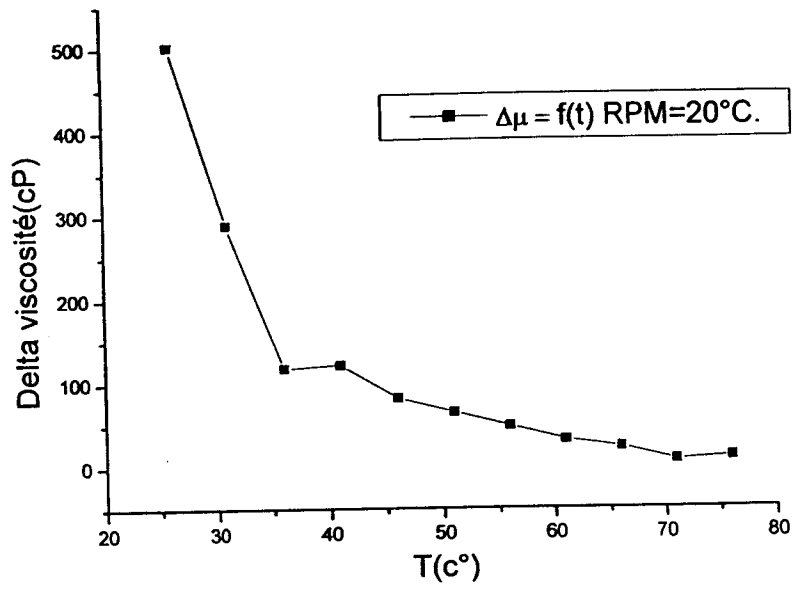


Fig VI : f (T) Pour « PETROSAM + l'ajout maximal - PETROSAM seul »



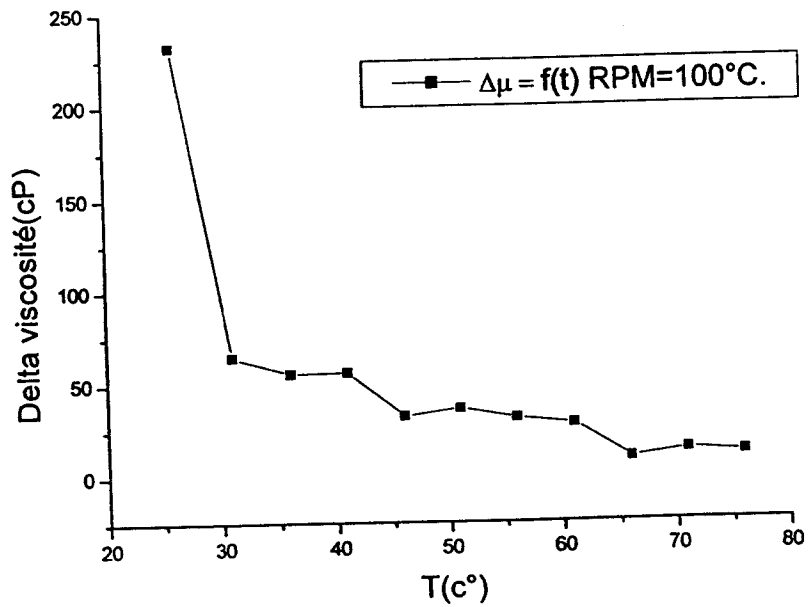
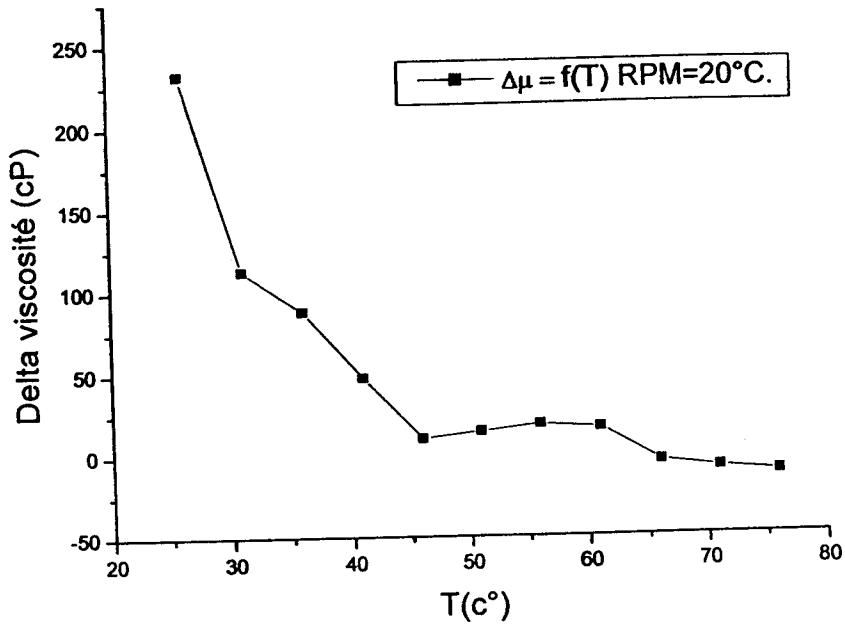


Fig VII : $f(T)$ Pour « PETROSAM + l'ajout minimal - PETROSAM seul »

Commentaire :

L'effet de l'additif vis-à-vis de la température est classique du moment que son effet diminue avec la température.



----- Conclusion -----

La recherche d'une huile destinée à la lubrification dans divers domaine de la technologie est restera toujours un problème posé. En effet les problèmes posés par le frottement des pièces mécanique dans un engin^{ont} nombreux et variés.

Nous nous somme contente de se pencher sur l'un de ces problème qui est en effet le comportement rhéologique des huiles lubrifiants destinées aux voiture touristiques à essence utilisée dans l'ouest Algérien pendant la période de l'année 2006/2007 (huile NAFTILIA et PETROSAM)

Cette étude nous a permis tout d'abord de mettre en marche un viscosimètre rotatif utilisé pour la première fois ainsi qu'un bain thermostat.

La maîtrise de ces deux appareils nous a permis à son tour de :

- *Comparer le comportement rhéologique de ces deux huiles vis-à-vis du taux de cisaillement ainsi que de la température.*
- *Etudier l'effet d'un additif (winn's) toujours sur le comportement rhéologique vis-à-vis du taux de cisaillement et de la température.*

Les résultats obtenus montrent une légère supériorité de l'huile PETROSAM aux faibles taux de cisaillement mais dès que le taux de cisaillement augmente ainsi que la température leurs comportements se rejoignent ; ce ci non même à dire que les deux huiles présentent le même comportement rhéologique.

D'autre part nous avons montré un effet en générale positif vis-à-vis de comportement rhéologique des deux huiles de l'additif winn's.

D'autres études restent cependant à mesurer sur le comportement de ces huiles vis-à-vis de leur stabilités dans le temps, ainsi que leur agressivité vis-à-vis dans les métaux a contacte.



Bibliographie



BIBLIOGRAPHIE



- Manuel de travaux pratique de physique (PHYWE)
- Mémoire ingénieur génie mécanique

Sites Internet

- www.google.fr.
- www.rheology.com
- www.yahoo.fr
- www.msn.fr

Annexe

FUNGILAB, S.A.
Technical service
Sant Antoni 48
08980 Sant Feliu del Llobregat (Barcelona)
SPAIN
Tel.: +34 93 685 35 00
Fax: + 34 93 685 37 50
Email: sales@fungilab.com

Regular maintenance is important. We recommend checking your viscometer annually

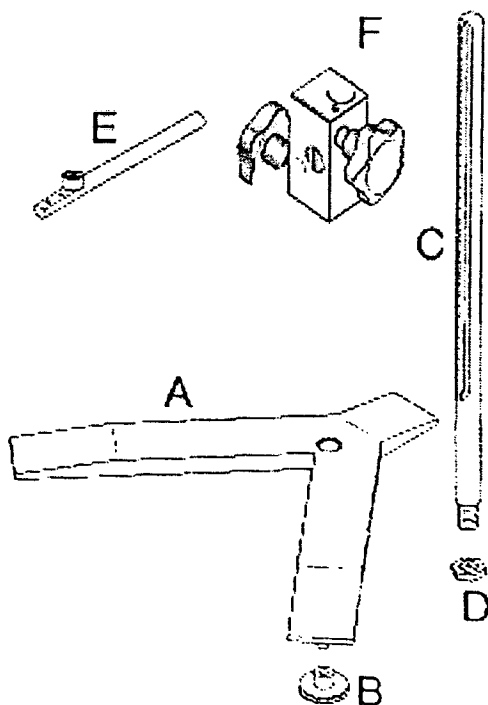
1.4 Setting up the equipment

- Remove all parts from the carrying case. Refer to the figure below.
- Make sure the feet (B) are fixed to the Y shaped stand (A).
- Mount the vertical holding rod (C) with the fixing nut (D) in the stand (A).
- Mount the block (F) on the vertical holding rod and tighten the nut of the block.

Note:

The following procedure must be done carefully to avoid any damage to the viscometer's shaft.

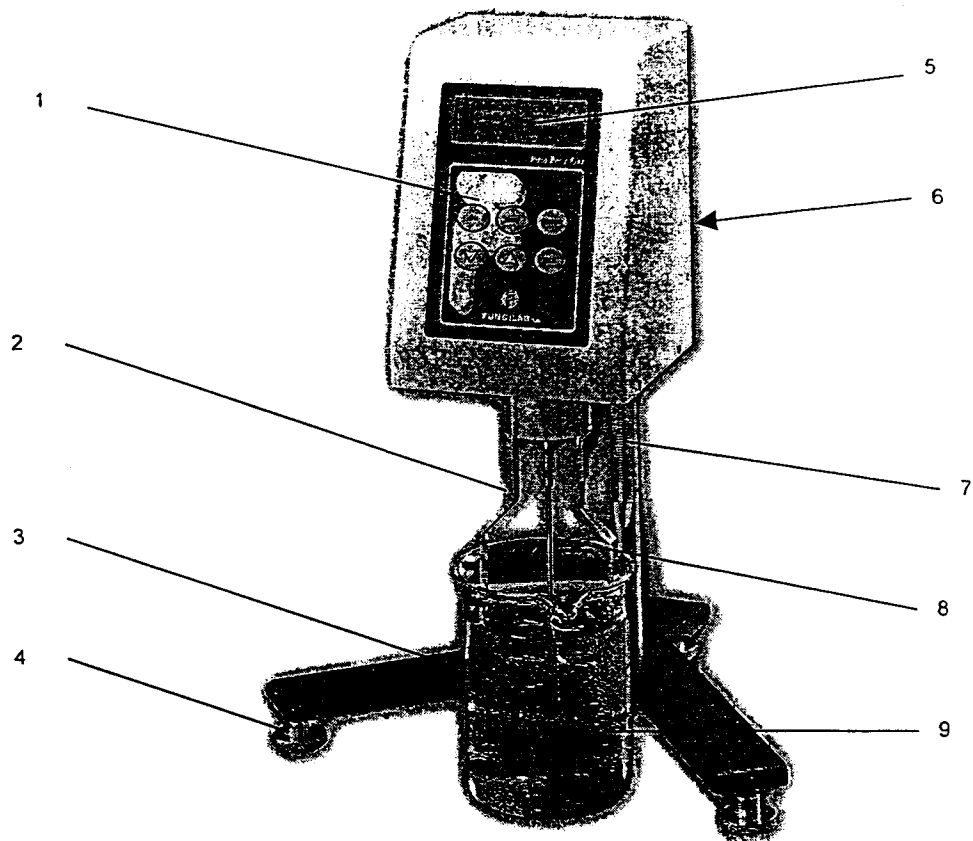
- Insert the small horizontal rod of the measuring head (E) in the boss head of the block (F).



(Fig. 1)

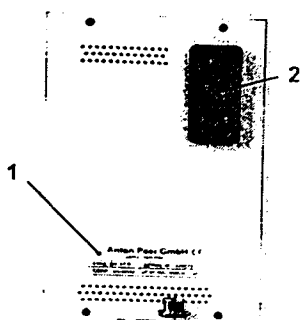
1.5 Description of the instrument

Front view of the instrument (Fig. 2).



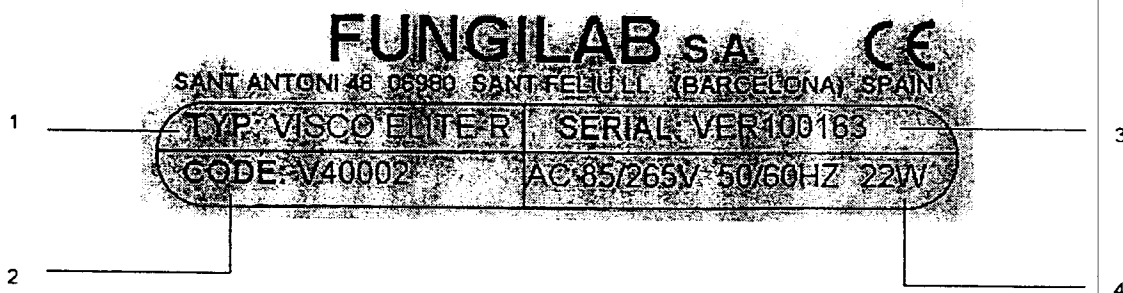
- | | |
|--|---------------------------|
| 1. Softkeys | 2. Spindle protector |
| 3. Stand base | 4. Feet for levelling |
| 5. Display (LCD) | 6. Power switch (at rear) |
| 7. Toothed rod | 8. Spindle |
| 9. Sample container (not included in delivery) | |

Rear view of the instrument (Fig. 3).



1. Type plate with the serial number (see Fig. 5)
2. Power switch and connector for the power supply cable

Type plate showing the serial number (Fig. 4)



1. Viscometer model
2. Viscometer code
3. Serial number
4. Supply voltage, frequency and power consumption

1.6 The keyboard and display

Before starting up the instrument, take some time to familiarize yourself with the features. The instrument has 6 softkeys (see position 1, Fig. 2) and a 4-line text display (see position 5, Fig. 2). The softkeys and display are located on the front of the instrument. The display shows the operation carried out as well as the measurements performed by the instrument. Using the keyboard and display, the user can move freely within all menu levels, select different options and create configurations for the viscosity measurements. The different menu options are described in detail in later chapters of this handbook.

Each of the 6 softkeys has a basic function which is explained below:



Softkey	Function
'Δ'	Go to the previous option / increase a value
'∇'	Go to the next option / decrease a value
'TAB'	Change the input field in the configurations
'ENTER'	Accept or select
'QUIT'	Cancel or leave
'ON'	Stop/start the motor during measurements / access to special functions.

In some menu options, a different function may be assigned to a softkey. The following sections describe the functions of the softkeys in more detail.

1.7 Start up

Switch on the instrument with the power switch at the rear. If the instrument does not start:

- Ensure that the power cable is connected to the Visco Basic *plus* (see position 2, Fig. 3) and the power supply.

When the instrument works, the following message appears on the display:

```

FUNGILAB S.A.
vCli 0.0.
Visco Basic+
English

```

This start display shows the version and model of the instrument and the language selected. After few seconds, the start display disappears and the instrument main display (see section 2) is shown. The instrument main display contains the main menu.

The instrument is preset to English, and cP as the unit of viscosity. These parameters can be changed to suit the user. This is described in the following sections.

2. Main menu

The instrument is equipped with a system of menus which allows the user to control the instrument simply and rapidly. The basic actions in the menus are:

- Move through the options (softkeys 'Δ' and '∇'),
- Select an option (softkey 'ENTER')
- Move to the previous menu (softkey 'QUIT').

The main menu appears after the start display after switching on the instrument. It contains the menus for creating a measurement profile ('Measurement Conf'), the Autotest function ('Autotest') and the menu for configuring the equipment ('Configuration'). The display shows:

```
> Measurement Conf
Autotest
Configuration
```

The option 'Measurement Configuration' is selected by default. You can move up and down in the menu using the 'Δ' and '∇' softkeys. Press ENTER to select an option. This brings you to the appropriate submenu.

When using the instrument for the first time, it is advisable to proceed first to the option 'Configuration' to establish values for certain parameters, such as language and measuring units. To get to this submenu, press the '∇' softkey 3 times until the option 'Configuration' is marked with an arrow '>'. Press ENTER to accept this selection.

3. Configuration menu

3.1 Configuration main display

The 'Configuration' menu contains some functions which change the status and/or function of the instrument. When this option is selected the following menu appears:

```
Configuration
>Language Calibrate
Clock
Units Reset
```

Move up and down through the menu using the 'Δ' and '∇' softkeys and select a submenu by pressing ENTER. In this submenu you can change the language, the time and date, choose the measuring units (see sections 3.2 to 3.4), perform calibrations, configure the plotter and initialize the instrument. The language, time and measuring units should be selected by the user before starting work with the instrument so it functions correctly.

Press the QUIT softkey to return to the main menu. The following sections describe the submenus of the 'Configuration' menu.

3.2 Changing the language (submenu Language)

The first option in the 'Configuration' menu is the 'Language' option (marked with >). To change the language, press ENTER. The following display appears:

```
Choose a language:
English
```

The following languages can be displayed by using the 'Δ' and '∇' softkeys

English	French
German	Spanish
Portuguese	Italian
Japanese	Catalan

Select the desired language and press ENTER. The language is changed automatically in all the menus. To leave the menu without changing the language, press QUIT.

3.3 Changing the time and date (submenu Clock)

When you select the option 'Clock' in the 'Configuration' menu the following display appears:

Time	hh:mm:ss
Actual:	00:00:00
New:	00:00:00

The third line (Actual) is the time set for the instrument. This line cannot be changed. The fourth line (New) can be changed to the desired time. The first digit corresponding to the hour (hh) in the "New" line blinks. The value of this digit can be changed using the arrows to increase or decrease the value.

To change the value of the second digit, press TAB. The blinking square moves along the second digit, which can be changed as above using the 'Δ' and '∇' softkeys to increase or decrease the value of the selected digit. Press ENTER to confirm the value.

To move to the minutes field (mm) and seconds field (ss), use the TAB softkey. The first digit blinks when selected. Proceed as above.

Pressing QUIT aborts the change and restores the previous value set in the field.

After the desired hours, minutes and seconds have been set, confirm the new time by pressing the 'ON' softkey. If you do not wish to change the time, simply press ON. The display for changing the date appears. The steps for changing the date are the same as described above for changing the time. Confirm the changes in the date by pressing the 'ON' softkey. Pressing QUIT aborts the changes and restores the previous value.

3.4 Changing the units

The Visco Basic *Plus* allows you to change the measuring units for viscosity. Selection options for the dynamic viscosity are: SI units (Pa·s or mPa·s) or CGS units (Poise or centiPoise). To change the measuring units, select the submenu 'Units' using the 'Δ' and '∇' softkeys and press Enter. The following display appears:

> Viscosity

Select 'Viscosity' and press ENTER, the following display appears:

```
Select the units
mPa·s/Pa·s(SI)
```

Use the 'Δ' and '∇' softkeys to select either SI units or CGS units and then press ENTER. Pressing the QUIT softkey aborts the selection and restores the previous setting. Pressing ENTER after a selection or aborting a selection returns you to the unit selection display.

3.5 Calibration submenu

This submenu contains the options for recalibrating viscosity and temperature.

IMPORTANT: A default calibration performed in the manufacturing process is stored in the viscometer. Therefore, the instrument does not need to be calibrated when used for the first time. However, quality norms recommend recalibrating the instrument once a year. It is possible for the user to recalibrate the instrument without returning it to FUNGILAB or the usual supplier.

FUNGILAB S.A. is not responsible for measurements performed after the instrument has been recalibrated by the user.

CALIBRATION NORMS:

- To perform a viscosity calibration, you need two standard calibration oils and a thermostat system to keep the sample at a constant temperature. If you do not have this equipment, you will not be able to perform a reliable calibration. FUNGILAB S.A. supplies standard oils to perform this calibration on request, as well as equipment to thermostat the oils.

From the 'Configuration' menu, select the option 'Calibrate' and press ENTER. The following display appears:

```
> Viscosity
```

3.5.1 Viscosity calibration

Select the 'Viscosity' option and press ENTER. The following display appears:

```
Spindle R6
v 00000000.0
```

On entering this display, the field 'Spindle' blinks. Press ENTER to select which spindle should be calibrated. Confirm the selection of the spindle by pressing ENTER. Pressing QUIT aborts the selection. The list of spindles which can be calibrated depends on which



model of Visco Basic *Plus* you are using (model L, R or H). The spindles available for each model are listed in Tables 2 to 13.

After selecting the spindle go to the viscosity field (using TAB) and enter the viscosity of the standard oil used for the calibration (the standard oils available from FUNGILAB include a number of viscosity tables as a function of the different temperatures). Once the value of the standard oil is confirmed, press the 'ON' softkey to continue with the calibration process. The following display appears:

```
Start time:
00h 00m 00s
```

Enter the length of time to elapse between giving the calibration command and the start of the calibration. This time is usually used to ensure that the spindle and the sample reach the required constant temperature before the calibration is started. When this time is set, press the 'ON' softkey. This starts a countdown to zero before the calibration starts. The spindle must be immersed in the sample when the time for the start of the calibration is set.

When the countdown reaches zero, the viscometer begins the calibration sequence. During the calibration, the following display appears:

```
Calibrating...
```

NOTE: The calibration process takes approx. 30 minutes.

When the process is finished, the main calibration display appears again.

3.6 RESET submenu

This submenu contains the RESET options for the instrument. Resetting the instrument restores the calibrations which were set when the VISCO ELITE left the factory, i.e. the original viscosity and temperature calibrations. In this submenu, the following display appears:

```
ATTENTION:
You are going to
delete calibrations
<ENTER> <QUIT>
```

If you wish to proceed with the reset, press ENTER. If you do not wish to proceed, press QUIT. If you decide to continue with the reset, a second display appears asking you to confirm:

```
Are you sure?
<ON> <QUIT>
```

If you press 'ON', the factory calibrations are restored and the main 'Configuration' display appears. If you press QUIT, the configuration is not changed and the the main 'Configuration' display appears.

This is the last submenu within the 'Configuration' menu. To return to the main menu, press QUIT.

4. Measurement configuration menu

The measurement configuration menu gives access to the basic function of the instrument: viscosity measurement of liquids. In the main menu, select the option 'Measurement Conf' and press ENTER. The following display appears:

Measure	
SP: L1	RPM:100.0
Max:	60.0

Move through the fields using TAB and edit using ENTER.

The field SP shows the spindle used for the test. The chosen spindle and the chosen speed determine the maximum and minimum values of the viscosity (see Tables 2 to 13 for more information) as well as the shear stress measurement. To change the spindle, you must first change the spindle selection in this submenu using the 'Δ' and '∇' softkeys. Only after changing the configuration setting the spindle can be removed and another fitted. The instrument displays the spindles compatible with its model.

IMPORTANT: Measurement errors will occur if you use a different spindle than the spindle set in the configuration.

The field RPM (revolutions per minute) indicates the speed at which the test is performed. There are 19 preset times (0.3, 0.5, 0.6, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 4, 5, 6, 10, 12, 20, 30, 50, 60, 100, rpm). The speed and the spindle should be selected according to the viscosity to be measured (see Tables 3 to 13).

Changing the speed: Select the field (RPM) using the TAB softkey and move up and down the list of preset speeds using the 'Δ' and '∇' softkeys. After input of the desired speed press TAB to go to another parameter.

When all the values in the display are entered as desired, press 'ON'. The measuring display appears. Pressing QUIT returns you to the display for configuring the outlets. All data entered in the measurement configuration display will be lost.

4.1 Measuring display

When this display appears, the viscometer starts moving the spindle and acquiring data. The following is an example of data shown on the display:

SP: L1	RPM:100.0
V:	2012.4 cP
	63.1 %

As the instrument continues measuring the viscosity with each turn of the spindle the data are constantly updated. The display shows:

- SP: Spindle currently in use. (Selected in the previous display).
- RPM: Revolutions per minute. (Selected in the previous display).
- V: Viscosity. Displayed in cP or mPa·s.
- %: Percentage of the full scale (i.e. percentage of the rotational twist of the spring corresponding to the upper limit).

In addition to observing the measurements taken, the user has other options in this display. Pressing the different softkeys has the following effect:

Pressing the 'Δ' and '∇' softkeys increases or decreases the rotational speed of the spindle by the preset speeds rpm. It is therefore easy to change the speed without even leaving the measuring display.

Pressing the 'ON' softkey stops or starts the motor, allowing short pauses in the test. When this softkey is pressed, the following display appears:

Motor stop

Pressing QUIT when this display is shown abandons the measurements and returns the instrument to the main display. Pressing 'ON' when this display is shown ends the pause: the measurements continue from the point they had reached before the pause began and the measuring display is shown again.

Pressing the QUIT softkey in the measuring display, stops the measurement and returns you to the main menu.

5. Autotest menu

The Autotest is a way of checking the function of the viscometer and detecting problems. Performing an Autotest is very simple: just choose the option 'Autotest' from the main menu. The following display appears:

Remove the
spindle
and
press <ON>

When this message appears, dismount the spindle. The instrument should be without load. Press 'ON'. This activates the Autotest. During this process, the display is as follows:

Testing...

VERY IMPORTANT: The Autotest must be carried out **without** the spindle.



Pressing QUIT abandons the Autotest prematurely. When the Autotest is completed there are two possible displays which are shown, depending on the result of the test. If the instrument detects an error, the following message is shown:

The system is not
properly adjusted
call the
technical service.

If this message appears, the instrument emits a sound until the 'ON' softkey is pressed. If this occurs, a fault has been found. Contact the technical service team.

If no faults are found, the instrument emits a sound when the operation finishes and displays this message:

Auto-Test correct

Pressing 'ON' or ENTER or QUIT returns you to the main menu. You can continue working with the equipment.

6. Accessories

6. 1. Low viscosity adapters LCP and LCP/B

Hint:

The Low Viscosity Adapter (LCP and LCP/B) is not part of the standard delivery. It can be ordered as an accessory, both with or without flow jacket for thermostating the sample. The LCP Adapter comes complete with its special spindle

The Low Viscosity Adapter permits more accurate measurements than the standard spindles. The measuring range of the viscometer can be extended to very low values. Due to the parallel cylinder geometry also shear rate and shear stress can be determined. Only a small quantity of sample is required.

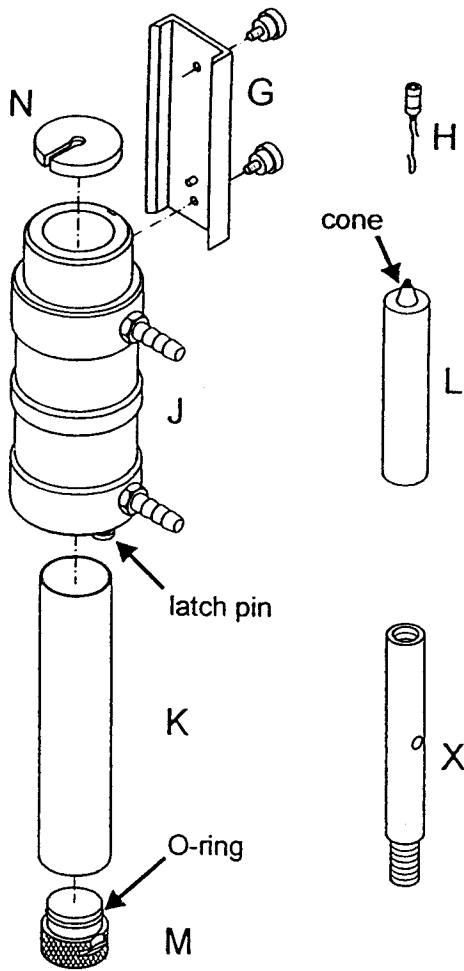


Fig. 0-1: Parts of the LCP Adapter

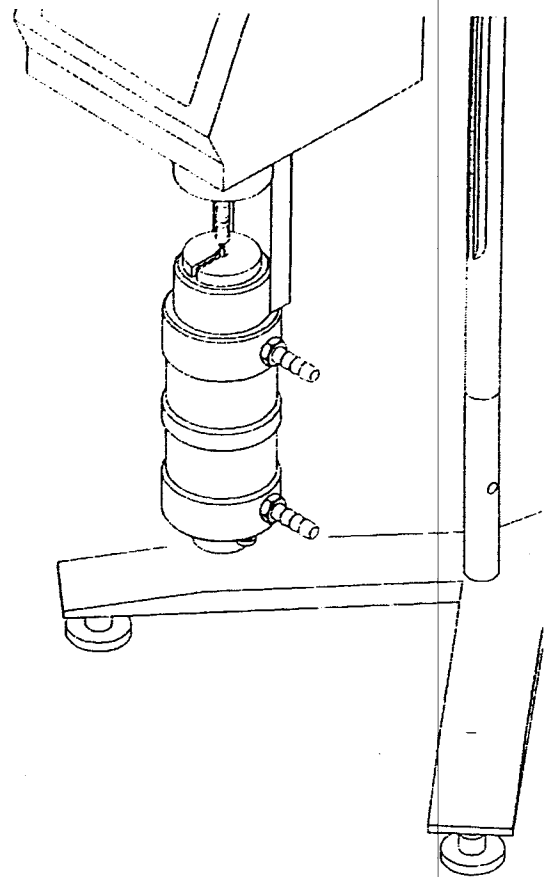


Fig. 0-2: LCP Adapter mounted

6.1.1 Building up

Hint:

The procedure is the same for both types of Low Viscosity Adapter (with and without flow jacket). The drawings only show the LCP Adapter with flow jacket.

- Take the Digital Viscometer out of the stand.
- Mount the extension (X) in between the Y-shaped stand (A) and the holding rod (C). Use a 19 mm wrench for nut (D).
- Mount the Digital Viscometer on the stand.

The extension is necessary because of the length of the LCP Adapter. Without the extension it would be very difficult to mount the LCP Adapter on the viscometer.

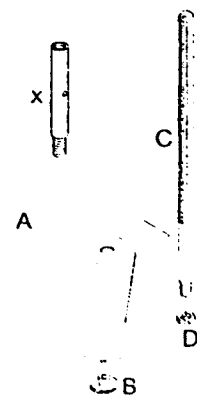


Fig. 0-3: Mounting the extension for the LCP Adapter

- Fix the jacket (J) to the connecting piece (G). Refer to Fig. 0-1.
- Fix the connecting piece (G) to the viscometer (threaded hole on the rear of the viscometer flange).
- Insert the spindle (L) into the jacket from below. Fix the adapter of the magnetic coupling to the spindle connector (H). Hook the spindle onto the spindle connector. Lift the spindle upwards and connect it to the axis connection, turning other clockwise
- Close the sample tube (K) with the plastic stopper (M).
- Fill the sample into the sample tube. Use a large syringe (e.g. 20 ml) or a small measuring glass for good filling and correct filling volume (16 to 18 ml).
- Insert the sample tube (K) from below into the jacket (J).

Important:

Proceed slowly because the spindle has to be immersed correctly into the sample. If using a higher viscous sample take care not to push the spindle upwards! Hold the spindle connector.

- Lock the sample tube (K) by turning. Fit the latch pin on the lower edge of the jacket into the groove in the plastic stopper (M).
- Check the sample filling. The liquid level should be about in the middle of the cone that is hooked into the spindle connector (H). See Fig. 0-4. If necessary, add some sample.
- Put the cover (N) over the sample tube.

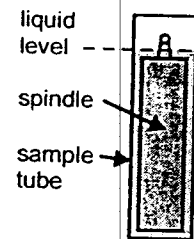


Fig. 0-4: Filling of LCP Adapter

Hint:

Before starting a measurement make sure the viscometer is correctly leveled (bubble level). The spindle to select is named "LCP/SP".

6.1.2 Taking apart and cleaning

- Move the viscometer upwards. Lift off the cover (N).
- Open the spindle coupling and slowly lower the spindle into the sample tube (K).
- Unlock the plastic stopper (M) and pull the sample tube (K) out of the jacket (J). Take out the spindle (L).
- Take the LCP Adapter apart, rinse it and wipe it dry or blow it out with compressed air. If necessary, also wipe the inside of the jacket.

Important:

Do not use any cleaning agent or tool that might scratch the metallic surface! Make sure to use only solvents which do not react with the materials of the LCP Adapter!

Possible solvents: water, ethanol or other high concentration alcohol. For other solvents, refer to chemical resistance tables of the indicated materials (see 0).

6.1.3 Technical specifications of the LCP Adapter

Measuring range:

- L models: 0.9*) to 2 000 mPa.s = 0.9*) to 2 000 cP
- R models: 3.2**) to 21 333 mPa.s = 3.2**) to 21 333 cP

*) Limited by turbulence effects

**) For a reading that represents 10 % of the full scale of the measuring range

Sample volume: 18.0 ml

Shear rate factor of the LCP spindle: 1.2236 x RPM (***)

***)The shear rate is calculated assuming the characteristics of Newtonian liquids.

Flow jacket temperature range & thermostating conditions:

- Allowable temperature range: -10 to +100°C (14 to 212 °F)
- Use a circulating thermostatic bath with non-ionized water or a special thermostat liquid. Exchange the thermostat liquid regularly. Recommended flow rate: 15 l/min.

Materials:

- The metal parts are stainless steel, the plastic stopper consists of Black Delrin. The parts in contact with sample (sample tube, spindle) are made of AISI 316 stainless steel which is suitable for use in the food industry.
- The O-ring on the plastic stopper (M) of the LCP Adapter is made of Delrin. It is designed for use at a maximum temperature of 100 °C (212 °F).
- The flow jacket consists of Acetal and Delrin. The softening point of these materials is at 110 °C (230 °F).

6. 2. Small sample adapters APM and APM/B

Hint:

The Small Sample Adapter (APM) is not part of the standard delivery. It can be ordered as an accessory, both with or without flow jacket for thermostating the sample. The APM does not come with a spindle. Order the set of special spindles (TL or TR) that is suitable for the viscometer model used.

The Small Sample Adapter permits more accurate measurements than the standard spindles. The measuring range of the viscometer can be extended to lower values. Due to the parallel cylinder geometry also shear rate and shear stress can be determined. Only a very small quantity of sample is required.

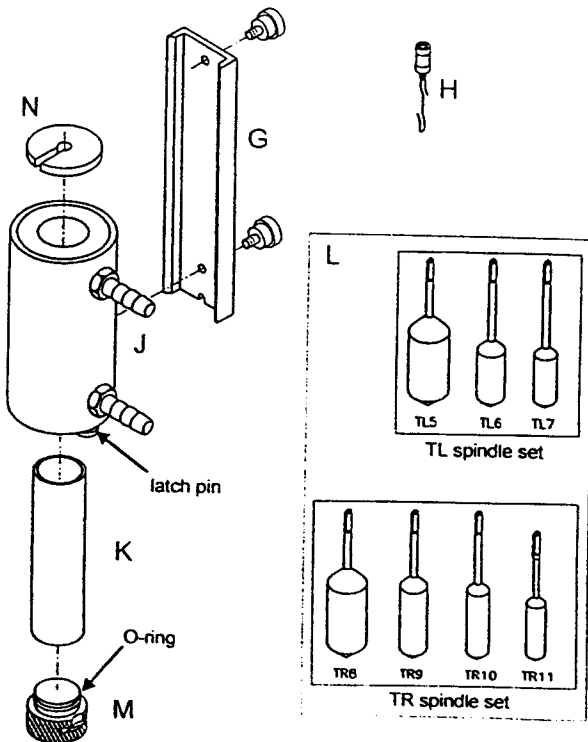


Fig. 0-5: Parts of Small Sample Adapter

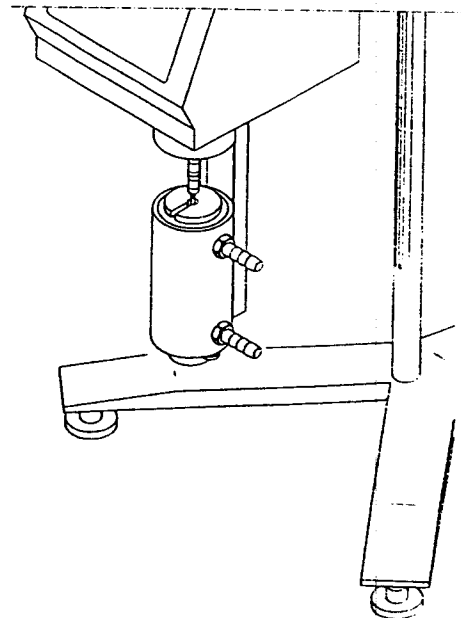


Fig. 0-6: Small Sample Adapter mounted

6.2.1 Building up

Hint:

The procedure is the same for both types of Small Sample Adapter (with and without flow jacket). The drawings only show the APM with flow jacket.

- The Digital Viscometer should be mounted correctly on its stand.
- Fix the jacket (J) to the connecting piece (G). Refer to Fig. 0-5.
- Fix the connecting piece (G) to the viscometer (threaded hole on the rear of the viscometer flange).
- Close the sample tube (K) with the plastic stopper (M).
- Fill the sample into the sample tube. Use a large syringe (e.g. 20 ml) or a small measuring glass for good filling and correct filling volume (8 to 13 ml).
- Insert the sample tube (K) from below into the jacket (J).
- Lock the sample tube (K) by turning. Fit the latch pin on the lower edge of the jacket into the groove in the plastic stopper (M).
- Insert the selected spindle (L) into the jacket. Hook the spindle onto the spindle connector. Lift the spindle upwards and connect it to the axis connection, turning other clockwise.
- Make sure the spindle is properly immersed in the sample (sample level clearly above the upper end of the spindle body). If necessary add a little sample.
- Put the cover (N) over the sample tube.

Hint:

Before starting a measurement make sure the viscometer is correctly leveled (bubble level).

6.2.2. Taking apart and cleaning

- Move the viscometer upwards. Lift off the cover (N).
- Open the spindle coupling and lower the spindle into the sample tube (K).
- Unlock the plastic stopper (M) and pull the sample tube (K) out of the jacket (J). Take the spindle (L) out of the sample tube.
- Take the Small Sample Adapter apart, rinse it and wipe it dry or blow it out with compressed air. If necessary, also wipe the inside of the jacket.

Important:

Do not use any cleaning agent or tool that might scratch the metallic surface! Make sure to use only solvents which do not react with the materials of the Small Sample Adapter!

Possible solvents: water, ethanol or other high concentration alcohol. For other solvents, refer to chemical resistance tables of the indicated materials.

6.2.3 Technical specifications of the APM

Measuring range:

- | | | | |
|-----------------------|-------------------------|---|----------------------|
| • VISCO BASIC Plus L: | 1.5*) to 200 000 mPa.s | = | 1.5*) to 200 000 cP |
| • VISCO BASIC Plus R: | 25*) to 3 300 000 mPa.s | = | 25*) to 3 300 000 cP |
| • VISCO BASIC Plus H: | 0.2*) to 26 660 Pa.s | = | 2*) to 266 600 P |

*) For a reading that represents 10 % of the full scale of the measuring range



Spindle characteristics and filling volumes of the Small Sample Adapter:

- VISCO BASIC Plus L model & TL spindles

Spindle	Shear rate [s ⁻¹] *)	Sample volume [ml]
TL5	1.32 x RPM	8.0
TL6	0.34 x RPM	10.0
TL7	0.28 x RPM	9.5

- VISCO BASIC Plus R or H model & TR spindles

Spindle	Shear rate [s ⁻¹] *)	Sample volume [ml]
TR8	0.93 x RPM	8.0
TR9	0.34 x RPM	10.5
TR10	0.28 x RPM	11.5
TR11	0.25 x RPM	13.0

*) The shear rate is calculated assuming the characteristics of Newtonian liquids.

Flow jacket temperature range & thermostating conditions:

- Allowable temperature range: -10 to +100°C (14 to 212 °F)
- Use a circulating thermostat bath with non-ionized water or a special thermostatic liquid. Change the thermostatic liquid regularly. Recommended flow rate: 15 l/min.

Materials:

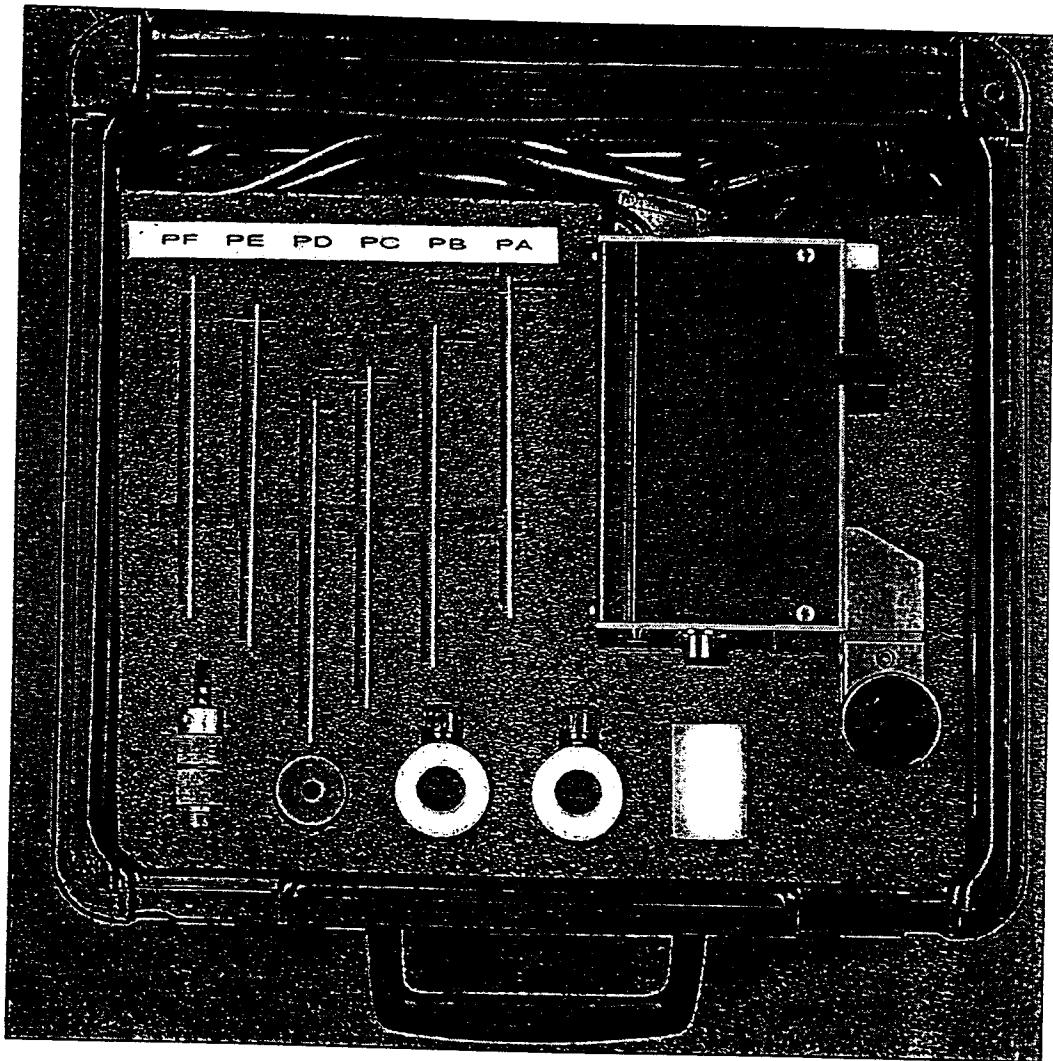
- The metal parts are stainless steel, the plastic stopper consist of Black Delrin. The parts in contact with sample (sample tube, spindle) are made of AISI 316 stainless steel which is suitable for use in the food industry.
- The O-ring on the plastic stopper (M) of the APM is made of Delrin. It is designed for use at a maximum temperature of 100 °C (212 °F).
- The flow jacket consists of Acetal and Delrin. The softening point of these materials is at 110 °C (230 °F).

6.3 HELDAL UNIT - Helix Drive Unit

Hint:

The Helix Drive Unit is not part of the standard delivery. It can be ordered as an accessory. The Helix Drive Unit comes complete with its set of special T-shaped spindles.

The Haldal is employed for measuring substances that do not flow by themselves (such as gels or pastes). It is a motor that moves the viscometer up and down automatically at slow speed. So the spindle will constantly get in contact with fresh sample. The measurement values obtained when using the Helix Drive Unit are no absolute viscosity values! Only comparative measurements can be done with such a T-shaped spindle geometry.



6.3.1 Building up the Helix Drive Unit

- For instructions refer to the following pages!

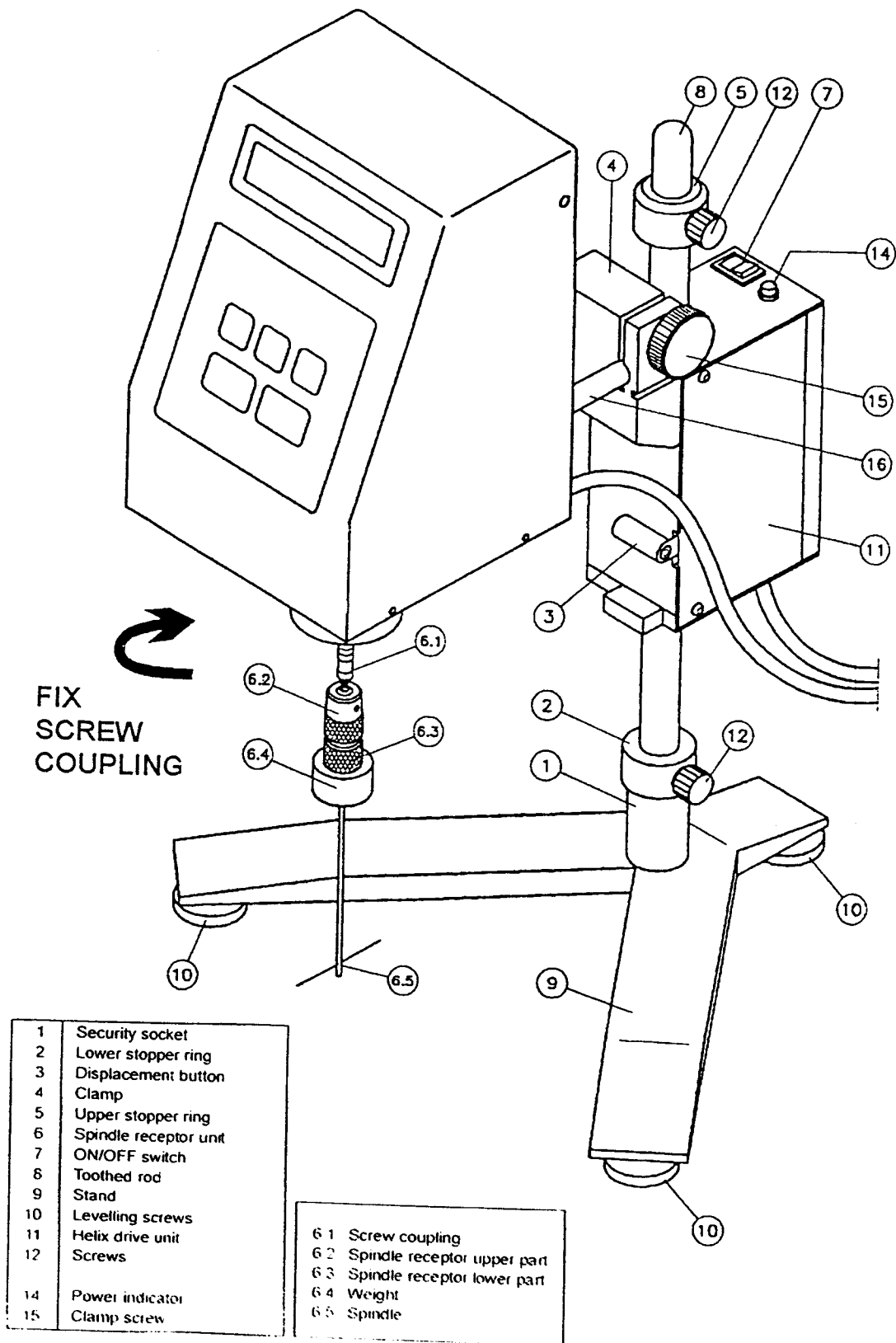


Fig. 0-7: Mounting the Helix Drive Unit

Proceed in the given order:

- Put the security socket (1) on the toothed rod (8) of the viscometer stand (9).

Important:

The toothed side of the rod (8) must point in the same direction as the short end of the Y-shaped stand (9).

- Put the lower stopper ring (2) on the toothed rod (8) and fix it with the screw (12).

Important:

Do not tighten both screws (12) with great force. They are made of plastic and might be damaged. Both, the lower and upper stopper ring, are identical and can be exchanged.

- Put the Helix Drive Unit(11) on the toothed rod (8) by pressing the displacement button (3).
- Put the upper stopper ring (5) on the toothed rod and fix it with the screw (12) - do not use great force (see above "Important"-Message).
- Adjust the Helix Drive Unit with the instrument feet (10) that serve as leveling screws and the bubble level on the holding rod.
- Insert the support bar of the viscometer (16) into the clamp (4). Make sure that the instrument is correctly leveled and fix it by tightening the clamp screw (15).
- Attach the required T-shaped spindle (models PA to PF) to the digital viscometer. Refer to the supplied selection tables:
 - Screw the weight (6.4) onto the lower end of the spindle receptor.
 - Slightly loosen the screw connection between the upper (6.2) and the lower part (6.3) of the spindle receptor. Do not separate the two parts.
 - Stick the spindle (6.5) into the lower part of the spindle receptor (6.3) as far as possible.
 - Tighten the screw connection between the spindle receptor's upper and lower part until the spindle is fixed.

Important:

Do not tighten the screw connection more than necessary! There should always remain a gap between the upper and the lower part of the spindle receptor.

- Fix the adapter for the magnetic coupling to the screw coupling (6.1) by turning it clockwise (see arrow in the drawing). Both, the screw coupling and the thread of the adapter, must be smooth and clean! Lift the adapter upwards and turn it until the magnetic coupling clicks into place.
- Place the sample container under the viscometer and insert the spindle into the sample fluid by pressing the displacement button (3).
- The vertical movement of the spindle is limited by the stopper rings. Therefore, these two rings must be fixed correctly and in their proper positions.

Important:

Place the stopper rings as follows (referring to the position of the viscometer):

- Topmost position: the spindle remains in the sample fluid.
- Lowermost position: the spindle must not touch the bottom of the container!



Otherwise the viscometer shaft might be seriously damaged and/or measurement result will be wrong!

- Having adjusted and fixed the stopper rings, connect the viscometer and the Helix Drive Unit to the mains. Switch on the viscometer and select the desired spindle and speed.
- Switch on the Helix Drive Unit with the ON/OFF switch (7). Check whether the power indicator lights up. If not check all connections to the mains

OPERATION:

The Helix Drive Unit moves up and down in between the two stopper rings. When touching one of the rings the unit changes the direction of the motion.

The Helix Drive Unit keeps moving until it is stopped with the ON/OFF switch!