

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Genie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

S U J E T

Utilisation De Diffèrents Adsorbants

(BENTONITE , TUF , KIESELGUHR)

Pour La Régénération Des Huiles Moteur Usagées

Proposé par :

Pr S.E. CHITOUR

Etudié par :

M^r K. ZAOURAR

Dirigé par :

Pr S.E. CHITOUR

M^{me} F. MOHELLEBI

PROMOTION : Juin 1990

وزارة التعليم العالي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Genie CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Utilisation De Différents Adsorbants

(BENTONITE , TUF , KIESELGUHR)

Pour La Régénération Des Huiles Moteur Usagées

Proposé par :

Pr S.E. CHITOUR

Etudié par :

M. K. ZAOURAR

Dirigé par :

Pr S.E. CHITOUR

M^{me} F. MOHELLEBI

PROMOTION : Juin 1990

Ministère de l'Enseignement Supérieur
Ecole Nationale Polytechnique
Département: Génie Chimique
Promoteur: Mr le Pr. SE. CHITOUR
Elève Ingénieur: K. ZAOURAR

موضوع : استعمال عدة مميزات (بنطونيت , توف , كسلقور)
لإعادة استعمال زيت المحرك .

ملخص : في إطار إعادة استعمال زيت المحرك المستعملة .
هذا العمل يقدم مساهمة فعالة لدراسة تأثير مختلف
المميزات الموجودة في الجزائر (بنطونيت , توف , كسلقور)
على فعالية عملياته التجدييد .
لقد استعملنا عدة طرق تحليلية لتقديم فعالية مختلف المميزات ,
أخذين في الاعتبار المظهر العملي والاقتصادي لهذه الاستعمالات .

SUJET : Utilisation de différents adsorbants (bentonite, tuf, kieselguhr), pour la régénération des huiles moteur usagées.

RESUME : Dans le cadre de la récupération des huiles moteur usagées, ce travail apporte une contribution à l'étude de l'effet de différents adsorbants disponibles en ALGERIE (bentonite, tuf, kieselguhr) sur l'efficacité des traitements de régénération.

Différentes méthodes d'analyse ont été utilisées pour apprécier l'efficacité des différents adsorbants, en ayant en esprit l'aspect pratique et économique de ces utilisations.

SUBJECT : différents adsorbants (bentonite, tuf, kieselguhr) using for the regeneration of engine-oil.

ABSTRACT: This work is a contribution to the study of the effect of different adsorbants easy to find in ALGERIA (bentonite, tuf, kieselguhr) on the efficiency of the treatment of regeneration, during recovering operations of the engine-oil. Different methods of measurement have been used, to evaluate the efficiency of those different adsorbants, regarding also to the practical and economical aspects of its uses.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail:

- *A la mémoire de mon grand père.*
- *A ma grande famille.*
- *A mes ami(e)s.*

Z.KHALED

MEMBRES DE JURY

PRESIDENTE: - Mme F. MOHELLEBI
chargée de cours à l'ENP

Examineurs: - Mr Pr S.E CHITOUR
professeur à l'ENP
- Mme T. GUENDOZI
ingenieur chercheur à l'ENP
- Mr A. BENDJAMA
chargé de cours à l'ENP
- Mr MESBAHI
chercheur au CERHYD

INVITE: - Mr MESBAHI
chercheur au CERHYD

ev. 52

REMERCIEMENTS

J'exprime mes plus profonds remerciements à monsieur le professeur S.E.CHITOUR qui m'a dirigé, m'a éclairé de ses précieux conseils, m'a aidé et encouragé.

Je ne peux omettre d'exprimer mes reconnaissances à Madame F.MOHELLEBI pour m'avoir tant soutenu et aidé lors de l'élaboration de ce travail et d'avoir accepté de présider le jury.

J'exprime mes remerciements à:

- Madame GUENDOUZI
- Monsieur A.BENDJAMA
- Monsieur MESBAHI

d'avoir accepté de juger ce travail et de participer au jury.

Je remercie chaleureusement Monsieur O.MHENI, responsable au CERHYD et toute son équipe qui m'ont apporté leur concours en toute circonstances.

Je ne saurais terminer sans trop remercier Monsieur J.RIVAT Directeur du centre culturel universitaire pour sa contribution à la mise en forme de ce document.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

"Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche
du Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles, dirigé par
Mr le Professeur SE.CHITOUR".

S O M M A I R E

INTRODUCTION	01
A — PARTIE THEORIQUE	03
I — LES LUBRIFIANTS	03
I-1 INTRODUCTION	03
I-2 DEFINITION	04
II — ORIGINE DES HUILES LUBRIFIANTES	04
II-1 ORIGINE ANIMALE	04
II-2 ORIGINE VEGETALE	05
II-3 ORIGINE MINERALE	05
III — COMPOSITIONS DES HUILES POUR MOTEURS	07
III-1 LES HUILES DE BASE	07
III-2 LES ADDITIFS	10
IV — LES DIFFERENTS TYPES DE LUBRIFIANTS	13
V — ROLE DU LUBRIFIANT DANS UN MOTEUR	17
V-1 LA LUBRIFICATION	17
V 2 LA PROTECTION	18
V 3 LA PROPRETE	18
VI — CONTAMINATION D'UN LUBRIFIANT EN SERVICE	19
VI 1 LES COMPOSES VOLATILS	19
VI 2 LES COMPOSES SOLUBLES	20
VI 3 LES COMPOSES INSOLUBLES	20
VII — IMPACT DES HUILES USAGEES	21
VII-1 SUR LE COTE ENVIRONNEMENT	21
VII-2 SUR LE COTE ECONOMIQUE	21
VIII — REGENERATIONS DES HUILES USAGEES	22
VIII-1 INTRODUCTION	22
VIII-2 PROPOSITION DE RECYCLAGE DES HUILES USAGEES	22
VIII-3 LES DIFFERENTS PROCEDES DE REGENERATION	24
VIII-4 GENERALISATION SUR LA COLLECTE	29

B - PARTIE EXPERIMENTALE	30
I - NATURE ET ORIGINE DE L'HUILE USAGEE	30
II - CARACTERISATIONS DE L'HUILE	30
II-1 ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE	30
II-2 COMPOSITION DE L'HUILE NEUVE	34
II-3 ETUDE DE LA VISCOSITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE	36
III - TRAITEMENT DE L'HUILE USAGEE	40
III-1 DISTILLATION SOUS VIDE ASTM.D.1160	40
III-2 TRAITEMENT DE FINITION PAR UTILISATION DE DIFFERENTS ADSORBANTS	43
* UTILISATION DE LA BENTONITE	43
* UTILISATION DU TUF	49
* UTILISATION DU KIESELGUHR	53
IV - METHODES D'ANALYSE COMPLEMENTAIRES	57
IV-1 SPECTROSCOPIE INFRAROUGE	57
IV-2 SPECTROMETRIE D'EMISSION	60
V - COMPARAISON ET CHOIX DE L'ADSORBANT	64
 CONCLUSION	 66
 ANNEXES	
 BIBLIOGRAPHIE	

المدرسة الوطنية المتعددة الفنون
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

INTRODUCTION

La prévision nationale actuelle en matière de lubrifiants est de l'ordre de 160 000 tonnes pour l'année 1990

Le développement économique initié par le plan quinquennal 1990/94 prévoit une production de 190 000 tonnes pour l'année 1994.(1)

Cette demande importante en huiles lubrifiantes est l'hypothèse d'un développement d'une technologie mécanique avancée.

Le tonnage de lubrifiants commercialisé est devenu depuis quelques années assez important pour mériter une réflexion, un comportement et la mise en oeuvre d'un programme d'actions tendant à la récupération du gisement que constituent ainsi les huiles usagées et ce, pour des considérations aussi bien écologiques qu'économiques.

Ces huiles usagées (déchets huileux) sont caractérisées par leur faible tension de surface: 10 litres d'huiles peuvent couvrir une surface de 10 000 mètres carrés. Que faire alors de ces déchets huileux ?

La régénération des huiles usées reste possible mais elle n'est jamais intégrale; on peut récupérer 2 litres d'huile neuve de 3 litres d'huiles usées mais il ne faut pas oublier que le 3ième litre restera un déchet pas facile à traiter; il n'est donc pas indiqué de ne pas régénérer ces huiles.

Mais il faut savoir que le recyclage intégral n'est pas possible.

Le rejet d'une grande part de ces huiles usagées dans la nature a un impact écologique qui représente une source

importante de pollution. La régénération viendra donc diminuer la pollution de la flore et la faune.

Tout ceci crée un climat favorable à la mise en marche d'une unité de régénération dont les résultats souhaités sont:

- La contribution et la sauvegarde de l'environnement en éliminant les rejets de produits polluants,
- La diminution des importations d'huiles de bases sachant que la régénération une fois réalisée, pourrait répondre à une partie non négligable des besoins du marché,
- La valorisation des huiles usagées et par la même, la diminution du gaspillage en produit pétroliers.

Les produits pétroliers lourds faisant l'objet de ce mémoire sont les huiles moteur usagées.

Le laboratoire de valorisation des énergies fossiles est engagé depuis quelques années dans l'étude de technique de régénération de ces huiles.

Dans le cadre du présent travail, nous avons étudié une méthode différente de celle qui consiste essentiellement en un traitement à l'acide sulfurique suivi d'un contact avec de la terre activée.

Cette technique permet; par un flash, l'élimination d'eau et par une distillation sous vide, l'élimination des impuretés colloïdales et macromoléculaires.

Elle a en outre, l'avantage d'assouplir la capacité de traitement. L'un des buts visé maintenant est la possibilité de substituer l'étape hydrofining à l'hydrogène (procédé K.T.I) par un traitement de finition à la terre; et ceci pour des raisons de disponibilité.

PARTIE THEORIQUE

I- LES LUBRIFIANTS

I-1-INTRODUCTION (3)

Les lubrifiants peuvent être liquides, plastiques, solides ou gazeux. Leur origine varie selon les époques.

Jusqu'à la fin de la lière moitié du XIX siècle, les lubrifiants furent presque exclusivement des huiles, graisses et cires d'origine animale et végétale.

Le talc puis la fleur de soufre furent les plus anciennement connus.

La 2ième moitié du XIX siècle a vu se développer le règne du pétrole. Ce dernier fournit encore la quasi- totalité des lubrifiants.

Ce règne n'est déjà plus absolu, et l'on voit actuellement progresser l'emploi de lubrifiants pris hors des produits de distillation du pétrole.

I-2-DEFINITION

Un lubrifiant est un corps onctueux, généralement d'origine pétrolière, utilisé pour lubrifier le mouvement d'une machine ou d'un outil, en rendant glissantes les faces métalliques en contact.

Les lubrifiants traditionnels sont les huiles et les graisses; mais il existe d'autres, notamment:

- Les lubrifiants solides: graphite, talc, mica
- Les lubrifiants plastiques et pâteux: matière plastiques, savon, verre fondu
- Les lubrifiants liquides: eau, acides, azote liquide

très souvent, on demande au lubrifiant de préserver de la corrosion des surfaces en contact et de servir d'agent de refroidissement.

II-ORIGINE DES HUILES LUBRIFIANTES

II-1- ORIGINE ANIMALE

- La cire d'abeilles est parfois utilisée dans les graisses à roulements,
- Les oleines à différents degrés de pureté servent de compound liquides en mélange avec les huiles de pétrole,
- L'huile de lard: est un lubrifiant de choix utilisé comme compound dans les huiles à cylindres et les huiles de coupe pour le travail des métaux,
- Les huiles de pied de bœuf et de mouton servent aussi de compound,
- La suintine: matière grasse des laines brutes est en réalité une cire animale, on l'utilise comme compound bon marché d'huiles à cylindres et surtout pour la fabrication des graisses.

II-2- ORIGINE VEGETALE

- La résine et la colophane fondues servent à faire des graisses agricoles, des huiles isolantes épaisses, des lubrifiants adhérents pour engrenages,
- Les huiles siccatives: elles jouent le rôle de lubrifiant comme liants du sable en fonderie et en facilitant le retrait des modèles après moulage,
- Les huiles non siccatives: elles conviennent le mieux, notamment l'huile de ricin à cause de sa forte onctuosité, de sa viscosité mais influencée par la température .Quant aux huiles d'arachide et d'olive, ce sont des fractions obtenues par extraction ou épauissement au moyen de solvants, ces huiles résistent mal à la chaleur.

II-3- ORIGINE MINERALE

- Le talc, par suite de son onctuosité bien connue est parfois incorporé à des graisses pour concasseurs,
- Les brais, principalement ceux du pétrole, servent au grissage des tourillons de laminoirs à tôles minces et à la fabrication de graisses.
- Les huiles de goudron sont utilisées comme produits de remplacement pour le graissage; celles qui conviennent le mieux sont issues des distillations à basse température,
- Les huiles de pétrole constituent, tant par l'importance des ressources que par leurs qualités, la majeure partie des huiles de graissage et on les incorpore à de nombreuses compositions de lubrifiants artificiels,

-L'eau est en outre, le seul lubrifiant utilisable dans les compresseurs à oxygène parceque ce gaz, s'il est en excès ,entraîne l'auto-inflammation quasi- instantanée des huiles de pétrole.

III- COMPOSITION DES HUILES POUR MOTEURS. (4)

La composition d'une huile moteur est dictée par les caractéristiques que l'on désire obtenir en fonction des exigences vis à vis des spécifications que l'on veut satisfaire. Les huiles pour moteurs sont composées :

- d'une ou plusieurs huiles de base obtenues par raffinage des fractions tirées dans la majorité des cas de pétroles bruts,
- de produits chimiques complexes, appelés additifs dont la teneur globale dans l'huile varie entre 2 à 20 pourcents.

III-1 LES HUILES DE BASE

Selon leur viscosité, les fractions lubrifiantes sont appelées distillat léger; distillat moyen ou distillat lourd. Chacune de ces fractions a un intervalle de distillation, dont dépendent leurs caractéristiques usuelles. Les fractions lubrifiantes sont ensuite transformées en huile de base proprement dites par des traitements successifs destinés à en retirer les constituants indésirables.

Les procédés de traitement mis en oeuvre sont nombreux et variés ; parmi les plus utilisés , nous pouvons citer :

- traitement à l'acide sulfurique,
- traitements aux solvants,
- traitement de déparaffinage,
- traitement de neutralisation,
- traitement de finition (décoloration) avec des terres spéciales:
 - . par percolation
 - . par contact

III-1-1 LES TENDANCES DES HUILES DE BASE (5)

Les huiles de base répondent à trois grandes tendances chimiques de caractère spécifique particulier ; ces tendances sont :

a- PARAFFINIQUE :

Elle est représentée par l'ensemble des hydrocarbures saturés à chaîne droite ramifiée ou non, mais non cyclique. Les paraffines ramifiées qui sont les plus intéressantes, se rencontrent en qualité appréciable dans les fractions de bruts paraffiniques.

Alors que les paraffines à chaîne droite de poids moléculaire élevé augmentent la température de congélation des huiles et doivent être retirées par déparaffinage.

Les caractères de cette famille d'huile riche en hydrocarbures paraffiniques sont :

- faible densité pour une viscosité donnée,
- faible volatilité pour une viscosité donnée,
- faible pouvoir solvant,
- variation relativement faible de la viscosité en fonction de la température.

b- NAPHTENIQUE:

Les types de naphtènes ayant seulement quelques cycles par molécule et une prépondérance d'atomes de carbone sous la forme de longues chaînes paraffiniques possèdent probablement les propriétés qui sont les plus requises dans les huiles de graissage.

Les caractéristiques physiques et chimiques de ces hydrocarbures se traduisent en particulier par:

- des variations assez rapides de viscosité en fonction de la température
- une densité relativement élevée pour une viscosité donnée,
- une plus grande volatilité que la fraction paraffinique correspondante de même viscosité.

c- AROMATIQUE: (4)

Constitué de composés non saturés ayant un ou plusieurs cycles aromatiques condensés ou non, sur lesquels sont fixées une ou plusieurs chaînes latérales.

Ces hydrocarbures se traduisent par :

- une forte densité,
- un très bas indice de viscosité et de point d'aniline,
- une grande oxydabilité et forte précipitation insoluble, de faible quantité peuvent jouer le rôle d'inhibiteur naturel d'oxydation.

III-2 LES ADDITIFS

III-2-1 DEFINITION

Les additifs présents dans l'huile finie à raison de 2 à 20 pourcents sont des produits complexes.

Il suffit d'ajouter une quantité d'un additif à une huile de base pour obtenir une huile dont certaines caractéristiques seront améliorées.

Les additifs ne sont pas des correctifs de défauts des huiles de base, mais des produits nouveaux et indispensables qui sont introduits dans les huiles de qualités.(4)

III-2-2 LES DIFFERENTS TYPES DE D'ADDITIFS

Nombreux sont les additifs présents dans l'huile.

On se limitera aux plus importants qui sont:

- les améliorants d'indice de viscosité,
- les anti-oxydants et les anti-corrosifs,
- les détergents - dispersifs,
- les additifs de lubrification,
- les améliorants du point de congélation.

A - LES AMELIORANTS D'INDICE DE VISCOSITE (6)

L'huile moteur est soumise à des écarts de températures de l'ordre de 200 °c.

La tendance est donc d'utiliser des huiles dont les variations de viscosité avec la température soient les plus réduites.

Les additifs utilisés alors sont des polymères linéaires, qui s'avèrent être les additifs d'indice de viscosité les plus efficaces.

B - LES ANTI-OXYDANTS ET ANTI-CORROSIFS

Les conséquences de l'oxydation du lubrifiant sont devenues plus aiguës avec la mise en service de moteurs ayant des pièces portées à des températures élevées.

Pour diminuer l'effet de l'oxydation des huiles, des inhibiteurs d'oxydation sont utilisés.

Ils sont en général polyfonctionnels et assument en plus la protection des moteurs.

Ces additifs utilisés sont des composés sulfurés :

alcoyl phénates sulfurés ou composés azotés.

C - LES DETERGENTS DISPERSIFS

Ce type d'additifs est utilisé dans les huiles pour moteurs et permet de minimiser les conséquences de la pollution par les produits issus de la combustion et de l'oxydation du lubrifiant. Leur action est nécessaire aussi bien dans la partie chaude du moteur, pour éviter le gommage de la segmentation que dans la partie la plus froide pour empêcher des dépôts de boues.

Comme exemple nous citerons:

- les additifs organo sels sulfonates, phénates, thiophosphonates: qui sont des sels, le plus souvent du baryum, calcium ou magnésium, de composés acides organiques de haut poids moléculaire.

D- LES ADDITIFS DE LUBRIFICATION

D'après l'utilisation du lubrifiant, il sera fait appel à différents types d'additifs:

- les corps gras et leurs dérivés sont d'excellentes agents d'onctuosité,
- les lubrifiants solides: graphite, bisulfure de molybdène sont utilisés dans les cas difficiles de lubrification.

Mais les principales améliorations sont portées sur les propriétés physiques tellesque:

- la viscosité,
- l'indice de viscosité,
- le point de congélation.

E- LES AMELIORANTS DU POINT DE CONGELATION

L'abaissement du point de congélation est obtenu par l'addition de composés à grosses molécules.

Ces dernières venant gêner le développement des cristaux de paraffines dans l'huile.

Les additifs utilisés sont:

- les produits de condensation d'un hydro-carbure paraffinique chloré,
- les produits de condensation du tétraparaffine-phénol,
- les polyméthacrylates ou polycrylates.

IV- LES DIFFERENTS TYPES DE LUBRIFIANTS

Il existe tout un éventail de produits rentrant dans la lubrification des moteurs de toutes sortes: machines, turbines, transformateurs etc (voir tableau N°0)

La viscosité reste la fonction essentielle dans la lubrification de ces appareils; nous citerons:

IV-1 LES HUILES MOTEURS: (7)

Le fonctionnement du moteur n'est pas isotherme; au démarrage, l'huile est froide et visqueuse puis lorsque le moteur est en régime, la température de l'huile se stabilise entre 80 et 100°C dans le carter, mais atteint 200°C et plus dans le film qui recouvre les cylindres.

Il faut donc qu'entre ces limites l'huile assure ces diverses fonctions.

Ceci nous amène à rechercher une solution de compromis en sélectionnant des huiles dont la viscosité variera le moins possible avec la température et assurera au mieux, à froid et à chaud ces fonctions.

IV-2 LES HUILES MACHINES:

Dans ce cas on rencontre trois types d'huile:

- les spindles: elles sont utilisées dans les mécaniques de précision:

horlogerie, roulements des cycles, machines à coudre.

- les huiles de transmission: ce sont les huiles de graissage pour les machines d'une certaine dimension; elles sont souvent mélangées à des huiles végétales ou animales et ce, afin d'obtenir certaines propriétés tellesque: l'onctuosité et l'émulsivité.

- les huiles haute-pression: lorsque les efforts locaux dans certaines engrenages sont considérables, l'huile ne pourrait à elle seule éviter le contact et l'encrasement des pièces métalliques.

Il est nécessaire d'ajouter à l'huile des lubrifiants solides: mica, talc,

IV-3 LES HUILES ISOLANTES:

Elles sont utilisées pour les gros transformateurs, interrupteurs.

Ce sont en général des huiles du type spindle;raffinées à l'acide pour améliorer leur constante dielectrique et totalement débarassées de toute trace d'eau.

Un indice de viscosité très faible est recherché car la forte diminution de viscosité correspondant à une élévation de température permet une circulation plus facile de l'huile.

IV-4 LES HUILES DE VASELINE:

Elles sont utilisées en pharmacie

La décoloration complète de l'huile minérale est obtenue par un traitement sévère à l'acide sulfurique suivi d'une neutralisation, elles sont encore appelées huiles blanches.

IV-5 LES HUILES DE COUPE:

Elles sont employées dans les tours automatiques, laminage et trempe.

L'utilisation de ces huiles se fait soit directement soit en émulsion dans l'eau.

Type de produit	Application	Type d'huile de base	Additifs
Huiles dites de carter	Moteur a essence et diesel	tendance paraffinique ou mixte paraffinique/naphtenique traitement pousse.	Antioxydant, detergeants, dispersants, ameliorant d'indice de viscosite, de point de congelation, antirouille, anti usure, anti mousse.
Huiles turbines et hydrauliques	turbines a vapeur, turbines a gaz	Tendance paraffinique, traitement tres pousse	Antioxydants, antirouille, antiusure.
L'huiles isolantes	Transformateurs.	Tendance naphtenique, bas point de congelation.	Antioxydants.
Huiles frigorifiques	Compresseurs.	Tendance naphtenique, bas point de congelation.	Antioxydants, inhibiteurs de corrosion
Huiles pour pulverisation	Agriculture, traitement des plantes	Pas critique, excepte pour la teneur en aromatiques.	Emulsifiants.
Huiles textiles.	Machines textiles.	Tendance paraffinique et naphtenique	Antioxydants, antirouille.
Huiles marines.	moteurs marins a vapeur...	Non critique.	Emulsifiants.
Huiles engrenages	Engrenages, transmission.	Tendance paraffinique.	Antioxydantes, additifs EP antimousse.
Huiles de travail des metaux	Coupe, rectification, perçage...	Non critique.	Differents additifs. polaire, emulsifiants...
Huiles de fabrication de caoutchouc.	Plastification des caoutchoucs de synthese.	Tendance paraffinique, naphtenique et aromatique.	Antioxydants.

TABLEAU No 0: LES DIFFERENTS TYPES DE LUBRIFIANTS ET LEURS APPLICATIONS.

V- ROLE DU LUBRIFIANT DANS UN MOTEUR

L'interaction des pièces d'un moteur mécanique en fonctionnement exige l'utilisation d'un lubrifiant qui a pour rôle d'éviter le contact métal-métal et de faciliter le mouvement.

Un lubrifiant dans un moteur doit remplir les fonctions suivantes:

V-1 LA LUBRIFICATION:

Le rôle ou la fonction lubrifiante d'une huile moteur est toujours liée à sa viscosité, c'est de celle-ci en effet que dépend directement la quantité d'huile que la pompe est capable d'envoyer aux différentes parties du moteur.

La viscosité conditionne également l'épaisseur du film d'huile qui s'interpose entre les surfaces en mouvement et qui réduit l'usure des organes du moteur.

Une fluidité trop grande ne permet pas la formation d'un film homogène d'une épaisseur suffisante; par contre, si le film est trop épais, il tend à freiner le mouvement et même il peut arriver que l'huile ne pénètre plus entre les surfaces à lubrifier.

V-2 LA PROTECTION:

Le lubrifiant doit également assurer la protection des surfaces contre la corrosion provoquée par des substances dont la présence résulte inévitablement du fonctionnement du moteur: vapeur d'eau

Cette protection est obtenue grâce à des additifs qui neutralisent les produits acides au fur et à mesure de leur formation.

V-3 LA PROPRETE:

Est toute aussi importante que la protection des surfaces contre la corrosion, la prévention de la formation de dépôts, que ceux-ci soient constitués par des vernis ou des laques sur des surfaces chaudes ou par des boues dans le carter.

Ces actions sont assurées respectivement par des additifs détergents et dispersants.

Le lubrifiant peut également agir en tant que moyen de transfert de chaleur (refroidissement de certaines zones critiques).

Il peut aussi contribuer à l'étanchéité de la chambre de combustion, des pistons et des segments, fonction pour laquelle la viscosité du lubrifiant est évidemment de première importance.

VI—CONTAMINATION D'UN LUBRIFIANT EN SERVICE

On peut aisément concevoir que les propriétés que doit posséder le lubrifiant pour remplir soigneusement ces tâches multiples, peuvent être affectées plus au moins profondément par la durée de service de l'huile ainsi que par les conditions de travail aux quelles celle-ci est confrontée.

En fait dès que l'altération d'une seule de ses propriétés essentielles (lubrification, protection,....) a atteint un seuil critique, l'huile n'est plus en mesure d'assurer complètement la lubrification du moteur; elle doit donc être renouvelée.

Les contaminants sont répartis en trois catégories:

VI-1 LES COMPOSES VOLATILS: (4)

Les composés volatils contenus dans les huiles moteurs usagées peuvent être de l'eau ou des carburants.

La présence du carburant dans l'huile, complique le problème du fait de la coexistence de fractions de points d'ébullition voisins de ceux des fractions les plus légères de l'huile moteur.

L'eau est présente dans l'huile sous une forme: libre, dispersée, en solution ou en émulsion; dans les deux premiers cas, le retrait de l'eau se fait par une simple opération de décantation ou de chauffage; l'élimination de l'eau dans le troisième cas se fait par un desséchant: le chlorure de calcium.'

VI-2 LES COMPOSES SOLUBLES :

Les produits d'oxydation: les résines, les anti-gels etc peuvent être présents dans l'huile sous une forme active ou comme un complexe moins actif.

Il ya lieu donc de tenir compte, pour une unité de régénération donnée, de la corrélation existant entre l'état de dégradation des additifs résiduels contenus dans l'huile usagée et la sévérité du traitement.

VI-3 LES COMPOSES INSOLUBLES :

La présence dans l'huile de particules solide ont dans leur majorité, une dimension inférieure à un micron, de sorte que la présence de détergent actif les maintient en suspension.

La portion des produits insolubles dans l'huile comprend: les poussières atmosphériques, des débris de métaux, des oxydes métalliques, etc.....

Le retrait de ces produits compliquent les opérations de régénération.

VII- IMPACT DE HUILES USAGÉES

VII-1 SUR LE COTE ENVIRONNEMENT :

Il est aujourd'hui bien connu que de nombreuses industries, stations service et un grand nombre d'automobilistes rejettent dans la nature d'importantes quantités d'huiles lubrifiantes usagées.

En 1984, ces rejets étaient évalués à quelques 140 000 tonnes.

(4)

Le problème de la pollution par les produits pétroliers est préoccupant; en effet le déversement d'un kilogramme d'huile usagée se traduit par une demande biochimique en oxygène évaluée sur une période de cinq jours, équivalente à celle des eaux ménagères usées d'une quarantaine de personnes en moyenne. (10)

Enfin ces rejets d'huiles usées portent atteinte à l'esthétique de notre bel environnement.

VII-2 SUR LE COTE ECONOMIQUE :

Veiller à l'application des règlements relatifs aux rejets, restera une tâche très difficile.

Afin d'augmenter le taux de récupération qui conditionne la rentabilité de l'opération, il serait souhaitable de considérer l'huile usagée comme un produit commercial.

La récupération et la régénération de ces huiles s'insèrent dans tout processus de rationalisation de la production.

Elles contribuent à assurer un meilleur rendement des dépenses en devises et une meilleure efficacité de l'appareil économique.

VIII- REGENERATION DES HUILES USAGEES

VIII-1 INTRODUCTION

Une huile usagée potentiellement recyclable doit présenter certaines caractéristiques facilitant son traitement et pouvant donner le meilleur rendement possible.

C'est pourquoi à l'exception des huiles moteurs et des huiles de transmission, toutes les huiles ne sont pas régénérables.

Nous citons les principaux polluants d'une huile usagée:

- Les solvants chlorés, qui corrodent notamment la colonne de distillation de l'unité de ré-raffinage, et surtout peuvent générer des complexes d'une haute toxicité,
- L'eau dont l'excès diminue le rendement à la régénération,
- Les acides gras et huiles synthétiques qui empêchent la décantation acide,
- Les huiles synthétiques comme celles utilisées dans les transformateurs électriques et les condensateurs.

Ces huiles sont strictement prohibées à la collecte.

VIII-2 PROPOSITION DE RECYCLAGE DES HUILES USAGEES

VIII-2-1 BRULAGE:

L'huile de part son pouvoir calorifique proche de celui du fuel lourd, peut constituer un bon combustible.

On pourrait donc l'utiliser en tant que tel ou bien en mélange avec un fuel lourd.

Le brulage des huiles usagées, de part leur composition au moment de leur récupération, est dangereux et nocif.

En effet, le brulage, s'il permet d'assurer la protection des sols et des eaux, ne fait en réalité que rejeter la pollution dans l'atmosphère.

Cependant un prétraitement de l'huile usagée peut atténuer les risques de pollution.

Ce prétraitement consiste en une décantation, déshydratation, filtration et parfois même à procéder à une véritable distillation pour éliminer les métaux lourds contenus dans l'huile.

Une prétraitement aussi important de l'huile usagée avant son réutilisation comme combustible est finalement très proche de celui de la régénération de l'huile usagée en huile de base.

VIII-2-2 REGENERATION:

On entend par régénération, tous les procédés qui produisent à partir d'une charge d'huile usagée de qualité déterminée, une ou plusieurs huiles de base.

Ceci est possible car, les lubrifiants contrairement aux autres produits pétroliers, ne sont pas consommés durant leur service mais subissent juste des altérations qui dégradent leurs qualités de lubrifiants et nécessitent leur renouvellement dans le moteur.

Actuellement, il est admis que la qualité des huiles régénérées ne cède en rien sur le plan qualitatif à celles des huiles neuves; au contraire elles présentent une meilleure stabilité à l'oxydation.

Cependant seul un organisme hautement qualifié peut distinguer les huiles régénérables de celles qui ne le sont pas. Il faut absolument donc que la collecte des huiles usagées soit placée sous le contrôle de l'organisme régénérateur.

VIII-3 LES DIFFERENTS PROCÉDES DE RÉGÉNÉRATION (8)

Nous citons ci-dessous les principaux procédés de régénération des huiles moteurs usagées:

- 1- PROCÉDE ACIDE-TERRE.
- 2- PROCÉDE I.F.P.
- 3- PROCÉDE MATTHYS-GARAP.
- 4- PROCÉDE B.E.R.C.
- 5- PROCÉDE K.T.I.
- 6- PROCÉDE PAR PERCOLATION.

1- PROCÉDE ACIDE-TERRRE

Ce procédé est le plus vieux et le plus simple.

L'élimination des contaminants dans ce cas se fait par précipitation acide: un volume d'acide sulfurique à 98 pourcents est mélangé à l'huile usée dans un bac de décantation à fond conique, ou les boues acides qui en résultent sont précipitées dans le fond du bac. L'huile épurée fait ensuite l'objet d'autres traitements.

Après ce traitement à l'acide, l'huile contient encore des acides.

L'attaque par une base forte souvent la chaux; a pour but de transformer en sels ces particules acides.

Ce procédé se termine par un traitement dit de finition dans lequel l'argile à grande surface spécifique est utilisée.

2- PROCÉDE I.F.P

Ce procédé a mis au point un process à travers lequel le traitement de précipitation est réalisé au moyen de propane.

Le procédé I.F.P est un procédé sélectif qui présente un rendement élevé: il nécessite cependant un traitement complémentaire à l'acide, lui même suivi du traitement conventionnel à l'argile.

Là aussi les quantités d'acide sont considérablement réduits.

Depuis l'I.F.P a bénéficié d'un nouveau procédé qui consiste en l'utilisation de l'ultrafiltration des huiles usées préalablement diluées au pentane.

L'ultrafiltration est réalisée à travers des membranes organiques.

3- PROCÉDE MATTHYS-GARAPS

Le procédé MATTHYS-GARAPS est un échantillon du procédé acide-terre, à qui on a substitué la précipitation acide par une distillation dans le but de permettre le traitement continu des huiles d'une part et de diminuer considérablement le volume des boues d'une autre part.

Les traitements acides étant pratiques sur les fractions distillées, ceci favorise non seulement l'ajustement des volumes d'acide sulfurique mais aussi leur diminution du fait qu'une grande partie des contaminants est trouvée dans le résidu de distillation.

4- PROCÉDE B.E.R.C

Dans ce procédé, l'utilisation des solvants dans l'étape de précipitation provoquent la coagulation des différentes suspensions contenues dans l'huile usée.

L'avantage de ce procédé est de fournir des boues neutres dont l'élimination ne pose pas de problème particulier.

5- PROCÉDE P.R.O.P

L'élimination des contaminants dans ce procédé se déroule à chaud entre 150 à 200°C et sous une pression de 25 Kg/m² au moyen d'une solution aqueuse de sels d'ammonium.

La déshydratation de l'huile usée est réalisée après la précipitation.

Pour les traitements de finition P.R.O.P utilise l'argile comme adsorbant et puis un traitement à l'hydrogène.

6-PROCÉDE K.T.I

Pour l'élimination des contaminants, le procédé K.T.I utilise un évaporateur sous vide à couche mince.

Ce procédé permet de limiter considérablement les contraintes thermiques que subit l'huile pendant la distillation, et ce qui par ailleurs semble résoudre le problème des mousses.

L'avantage majeur et que ce procédé fait intervenir seulement l'hydrogène comme agent chimique de traitement.

7- PROCÉDE PAR PERCOLATION

Dans ce procédé l'huile à traiter s'écoule à travers un lit épais d'adsorbant, ce dernier et en général sous forme granulée et doit avoir une résistance mécanique suffisante et une granulométrie convenable, tout cela afin d'éviter la formation de canaux.

La vitesse d'adsorption en milieu liquide étant relativement lente, il faut adopter un temps de contact suffisant et régler en conséquence le débit du fluide: on peut augmenter la vitesse d'adsorption en élevant la température de l'opération.

L'écoulement du fluide se fait généralement par gravitation, on arrête l'adsorption lorsque l'éfluant n'a plus la qualité requise.

On procède alors à la régénération de l'adsorbant.

VIII-4 GENERALISATION SUR LA COLECTE

Depuis 1988, des actions tendant à la généralisation et à la systématisation de la récupération des huiles usagées ont été engagées.(3)

En effet, parallèlement à l'action de sensibilisation, du plus grand nombre de clients gros consommateurs; il serait souhaitable de considérer l'huile usagée comme un produit commercial et par conséquent lui fixé un prix à l'achat. Ce système permettra d'encourager les livraisons volontaires.

Un programme visant à équiper toutes les stations services y compris celles en cours de réalisation d'un système "mécanisé" de récupération des huiles de vidange.

Ce programme vise les stations service consommant plus de 80 tonnes/année de lubrifiants.

Ceci porte à 90 le nombre de stations équipées à la fin de 1989.

(1)

RESULTATS OBTENUS

En terme de récupération, les quantités suivantes ont été collectées en Algérie: (1)

- 1985	600 M3	
- 1986	6 600 M3	
- 1987	13 400 M3	SUR UN OBJECTIF DE 22 000 M3
- 1988	16 760 M3	//
- 1989	17 630 M3	//

PARTIE EXPERIMENTALE

PARTIE EXPERIMENTALE

I- NATURE ET ORIGINE DE L'HUILE USAGEE APERS 1000 KMS

Le prélèvement de l'échantillon d'huile usagée moteur a été effectué directement dans un bidon propre en plastique lors de la vidange normale du véhicule; l'état du moteur était plus au moins chaud. Le moteur a réalisé une moyenne de 1000Kms de fonctionnement à partir de la dernière vidange.

Notre choix s'est fixé sur l'huile NAFTILLIA 20W50 qui est une huile minérale additivée, réservée à la lubrification des moteurs à essence, cette huile est très utilisée dans le pays.

Lors de la vidange une conversation a lieu avec le conducteur du véhicule suivant un questionnaire pré-établi, a permis de collecter certaines informations sur le mode de conduite et sur "l'historique" du traitement de l'huile vidangée et sur le régime, cette information est donnée en annexe N°1.

II-1 ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE

Dans une première phase nous avons procédé a de nombreux tests principaux (voir tableau N°1) qui peuvent être entrepris avec l'huile neuve qu'avec l'huile usagée; leur signification est donnée en Annexe N°2.

Les analyses ainsi décrites dans le tableau N°2 sont nécessaires pour l'évaluation de l'efficacité de la méthode de régénération.

TABLEAU N° 1

CARACTERISTIQUES DES DIFFERENTS ESSAIS SELON LES NORMES UTILISES

ANALYSES	NORMES
DENSITE A 15°C	ASTM D 1298
VISCOSITE (SCT) A 40°C	ASTM D 445
VISCOSITE (SCT) A 100°C	ASTM D 445
INDICE DE VISCOSITE	ASTM D 2270
VISCOSITE ENGLER °C	COMMERSON
POINT D'ANILINE °C	ASTM D 611
POINT D'ECOULEMENT °C	ASTM D 97
COULEUR	ASTM D 1500
TAN (MGKOH/GR)	ASTM D 664
TEN (MGKOH/GR)	ASTM D 2896
TENEUR EN EAU (%VOL)	ASTM D 95
CARBONE COMBUSTIBLE (%PDS)	ASTM D 189
TENEUR EN SEDIMENT (%PDS)	ASTM D 473
FCS (CAL/GR)	ASTM D 240
DISTILLATION S/V	ASTM D 160

TABLEAU N°2:

CARACTERISTIQUES PHYSICOCHIMIQUES DE L'HUILE NEUVE ET USAGEE

CARACTERISTIQUES	HUILE NEUVE 20W50	HUILE USAGEE 1000KMS
DENSITE A 15°C	0.8839	0.8975
VISCOSITE (CST) A 40°C	126.78	123.63
VISCOSITE (CST) A 100°C	17.10	16.54
INDICE DE VISCOSITE	128.70	121.27
VISCOSITE ENGLER A 50°C	10.51	9.74
INDICE DE REFRACTION	1.4822	/
COULEUR ASTM	<5	DIL>8
POINT ECLAIR V.O °C	272	248
POINT DE FEU °C	292	260
POINT D'ECOLLEMENT °C	-21	-21
POINT DE CONGELATION °C	-24	-24
POINT D'ANILINE °C	115	114
TAN MG/KOH/GR	2.5	4.5
TEN MG/KOH/GR	6.5	6.4
FCS CAL/GR	10794.9	10570.0
TENEUR EN EAU %VOL	PAS/TRADE	0.1
DILUTION %VOL	/	1
CARBONE CONRADSON %PDS	0.950	1.123
CENDRES SULFATEES %PDS	0.800	0.900

II-1-2 COMMENTAIRES SUR LE TABLEAU N°2

- L'augmentation de la densité s'expliquerait par une présence d'eau dans le carter du moteur cette eau qui proviendrait par exemple d'un refroidissement du moteur; le test de la teneur en eau le confirme bien.
- L'abaissement de la viscosité pourrait être la conséquence d'une infiltration d'essence dans le carter, ou le cracking, produisant des hydrocarbures légers à faible viscosité.
- l'apparition de la dilution dans l'huile usagée provient très souvent d'un démarrage à froid (circuler avec le startaire), ou d'une mauvaise étanchéité de la chambre de combustion.
- La dilution de l'huile usagée explique bien la chute du point éclair et du point de feu.
- Pour ce qui est des points: d'aniline, d'écoulement et de congélation; sont pratiquement constants et ceci proviendrait du fait que ces caractéristiques sont moyennes et peuvent masquer une altération pendant la durée de la vidange.
- L'augmentation de la couleur peut provenir, de l'oxydation de l'huile, de la présence d'eau ou d'autres contaminants.
- L'augmentation du résidu conradson s'explique; par les résidus du cracking et de la combustion incomplète de l'huile et des produits étrangers introduits dans l'huile.

CONCLUSION:

Les caractéristiques; de l'échantillon d'huile moteur; ont été altérées dans des proportions faibles pendant le service de l'huile; et leur sens de variation, indique bien un début de cracking, néanmoins globalement les propriétés sont toujours acceptables.

II-2 COMPOSITION DE L'HUILE NEUVE

A côté des méthodes classiques de détermination de la composition des huiles, nous avons utilisé la méthode de BRANDES (13).

BRANDES a analysé 25 huiles minérales différentes à l'aide de l'infra-photométrie et a comparé ses résultats avec ceux obtenus par la méthode n.d.M; à partir de formules il en a déduit les formules suivants:

La teneur en paraffine, naphène et aromatique dans les huiles minérales peut être calculée à partir des valeurs d'absorption à 1610 (1/cm) (domaine de vibration des aromatiques) et à 720 (1/cm) (domaines de vibration des paraffines).(voir figure N°1 et 2)

$$\begin{aligned} \%CA &= 1,2 + 9,8 \log(I^*/I)/L & L &: \text{épaisseur de la cellule} \\ \%CP &= 29,9 + 6,6 \log(I^*/I)/L & I^* &: \text{intensité du rayonnement} \\ \%CN &= 100 - (\%CA + \%CP) & & \text{incident} \\ & & I &: \text{intensité du rayonnement} \\ & & & \text{transmis.} \end{aligned}$$

Nous avons appliqué cette méthode a notre huile et nous avons obtenu les résultats suivants:

%CA = 2,40

%CP = 64,07

%CN = 33,53

CONCLUSION:

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que le pourcentage en paraffines est prépondérant.

Ceci nous amène à avancer que l'huile neuve a une tendance paraffinique.

II-3-1 ETUDE DE LA VARIATION DE LA VISCOSITE
EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

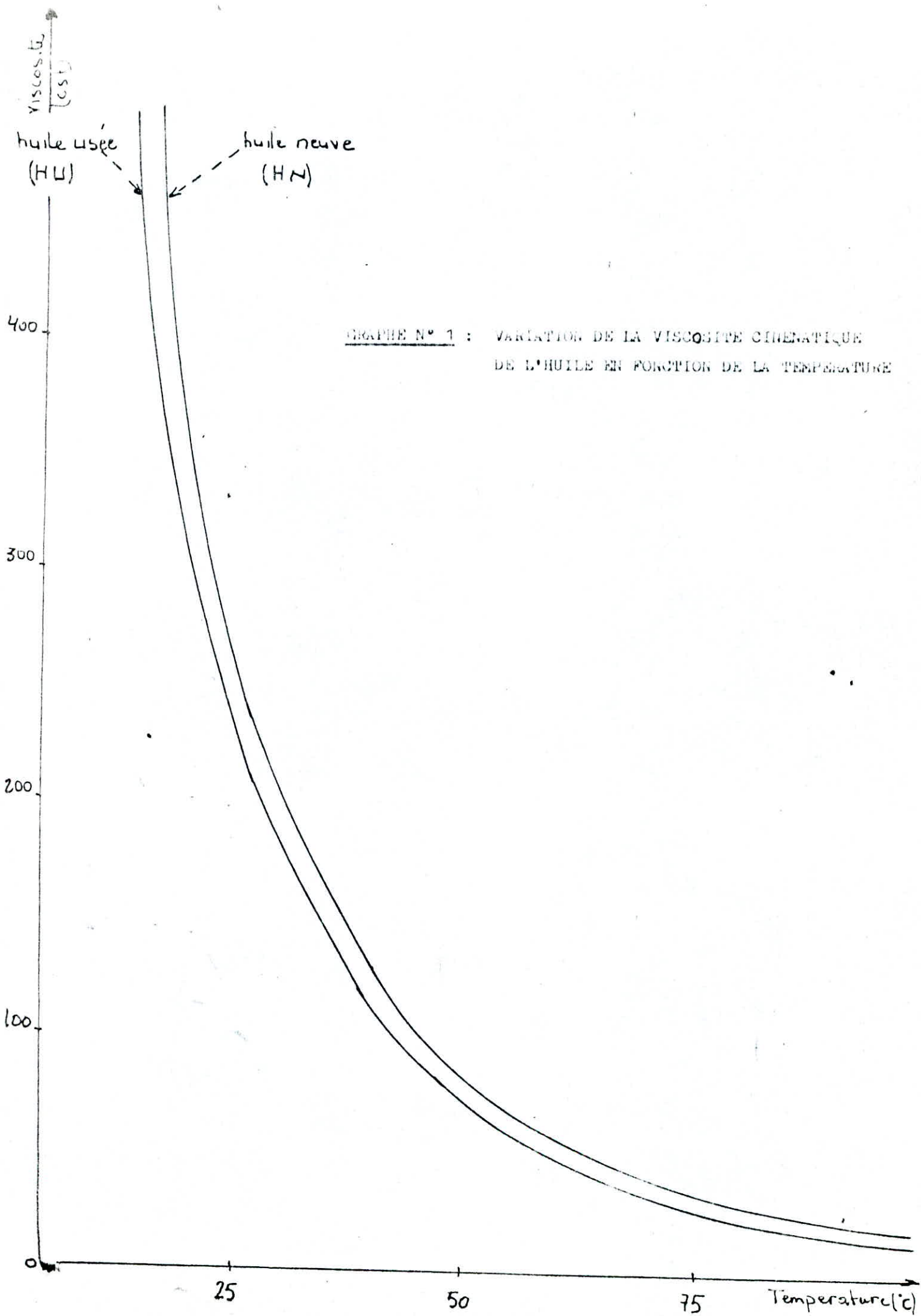
Il nous a paru intéressant d'étudier la variation d'une propriété très importante pour les huiles: la viscosité en fonction de la température; elle est directement liée à la cohérence du film de lubrification chemise-piston. Une rupture de ce film (viscosité faible) peut amener des points chauds pouvant conduire à un problème mécanique connu: le coulage du moteur.

Une trop grande variation de la température peut aussi amener à la rupture du film piston-chemise à l'intérieur du bloc moteur.

A partir des résultats expérimentaux nous avons représenté la variation de la viscosité à différentes températures sur le graphe N°1.

TABLEAU N°3: VARIATION DE LA VISCOSITE CINEMATIQUE DE L'HUILE
NEUVE ET USAGEE:

TEMPERATURE °C :	20	40	60	80	100
VISCOSITE (CST)					
HUILE NEUVE - :	362.90	126.78	56.80	28.50	17.10
VISCOSITE (CST)					
HUILE USAGEE :	326.40	123.63	50.20	26.10	16.54



COMMENTAIRE :

La variation de la viscosité avec la température donne une allure du même type pour les deux huiles.

II-3-2 DETERMINATION DE L'EQUATION LIANT LA VISCOSITE A LA TEMPERATURE

La variation avec la température a été décrite par MAC CAULL (12) qui a établi l'équation de l'hyperbole à partir de la relation:

$$W = m \log T + n$$

avec: $W = \log(\log(C + 0.6))$

T: température absolue ($^{\circ}\text{C} + 273$)

C: viscosité cinématique (cst) à la température T

m et n sont deux constantes spécifiques de l'huile

0.6: constante valable pour les viscosité > 1.5 cst.

En traçant la fonction $W = F(\log T)$ on obtient la pente m et l'ordonnée à l'origine n.

Connaissant m et n; l'équation de l'hyperbole serait:

$$C = 10^{10^n \times T^m} - 0.6$$

Après calculs, nous avons obtenu les équations suivantes:

- L'équation de l'huile neuve:

$$C = 10^{10^{7.757}} \times T^{-2.979} \pm 0.6$$

- L'équation de l'huile usagée:

$$C = 10^{10^{7.852}} \times T^{-3.018} \pm 0.6$$

III- TRAITEMENT DE L'HUILE USAGEE

III-1 DISTILLATION SOUS VIDE:

ASTM D 1160

Cette méthode est applicable pour les produits pétroliers qui peuvent être partiellement ou complètement vaporisés à une température maximum de 400°C à des pressions allant jusqu'à 1 mmHg absolu et condensés à la pression de l'essai.

L'appareillage utilisé et le mode opératoire sont donnés en annexe N°3.

RESULTATS OBTENUS:

Nous avons utilisé un appareil de distillation sous vide (CERHYD) et en respectant le protocole opératoire, nous avons recueilli après distillation, un distillat de 80% de la charge sur un intervalle de température allant de 370 à 505 °C, sous un vide de 5 mmHg, le volume du résidu et les pertes représente 20% de la charge.

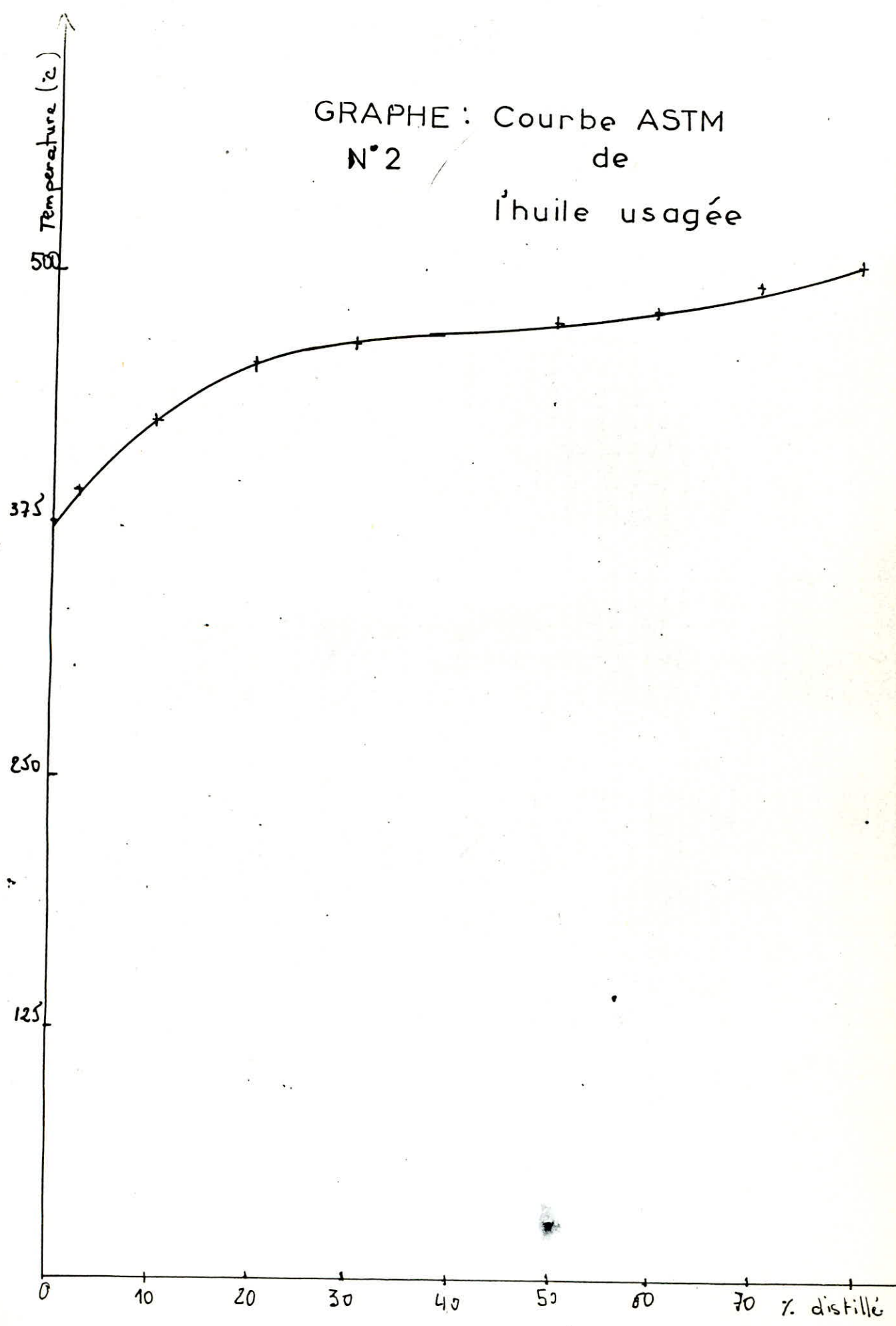
Ces résultats sont résumés dans le tableau N°4

TABLEAU N°4: POURCENTAGE DISTILLE EN FONCTION DE LA
TEMPERATURE, A 5 mmHg.

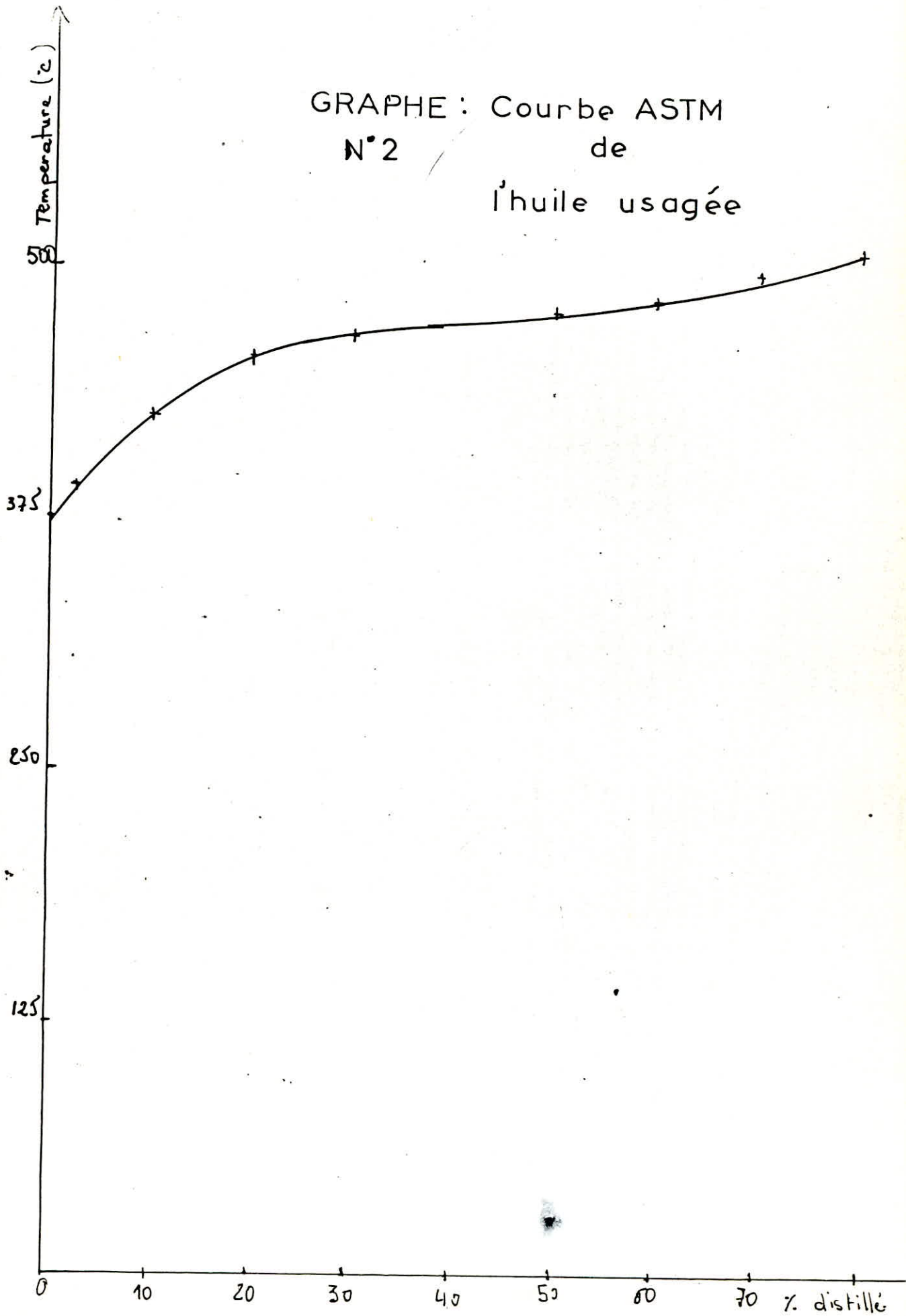
%VOL	VOL (ML)	AET
PI	/	370
5	10	400
10	20	425
20	40	455
30	60	465
40	80	470
50	100	477.5
60	120	482.5
70	140	495
80	160	505
80+	le reste	505+

La courbe de distillation ASTM est donnée sur le graphe N°2

GRAPHE : Courbe ASTM
N°2 de
l'huile usagée



GRAPHE : Courbe ASTM
N°2 de
l'huile usagée



III-2 TRAITEMENT DE FINITION PAR UTILISATION DE DIFFERENTS ADSORBANTS

III-2-1 UTILISATION DE LA BENTONIE

La bentonite fait partie de la famille des "montmorillonite", liée avec des substances colloïdales d'aluminium et de silicium.

La couleur des bentonites change en profondeur du gris au brun jusqu'au rouge selon le degré d'oxydation par les oxydes de fer; la couleur n'a aucune influence sur la qualité.

La montmorillonite se présente sous forme de couches superposées, chaque couche se compose de trois surfaces enveloppées dans le SiO_2 et Al_2O_3 ; l'eau est renfermée dans l'espace intersurface.

La bentonite utilisée provient du gisement de Mostaganem. (source ENDF).

A l'état brut, la plupart des adsorbants naturels ont de faibles capacités sorptionnelles; pour améliorer cette dernière, on leur fait subir un traitement thermique ou chimique. (20)

-ACTIVATION CHIMIQUE:

Le schéma N°1 représente le montage avec lequel nous avons réalisé l'activation chimique.

De la bentonite préalablement séchée, broyée et tamisée sous une granulométrie de 500 microns est introduite avec de l'acide chlorhydrique à 5%, dans un ballon de 1000 ml muni d'un réfrigérant.

Le rapport massique: bentonite/acide est égal à 1/3.

Le mélange est porté à une température de 98°C pendant six heures sous une agitation constante.

Une fois ce temps écoulé, le produit obtenu est filtré, puis lavé à l'eau distillée jusqu'à disparition totale des traces d'acides; le contrôle est assuré à l'aide d'un réactif "AgNO3" sensible à l'acide chlorhydrique.

L'argile ainsi activée donne la bentonite activée ou la terre décolorante.

- CONTACT DU DISTILLAT AVEC LA BENTONITE ACTIVEE

Le contact de l'huile distillée avec l'adsorbant s'est déroulé sous les conditions opératoires suivantes:

- Quantité de bentonite activée : 10 grs.
- Quantité d'huile usagée distillée : 90 grs.
- Temps de contact : 20 min.
- Température de contact : 80 °C.
- Agitation magnétique constante.

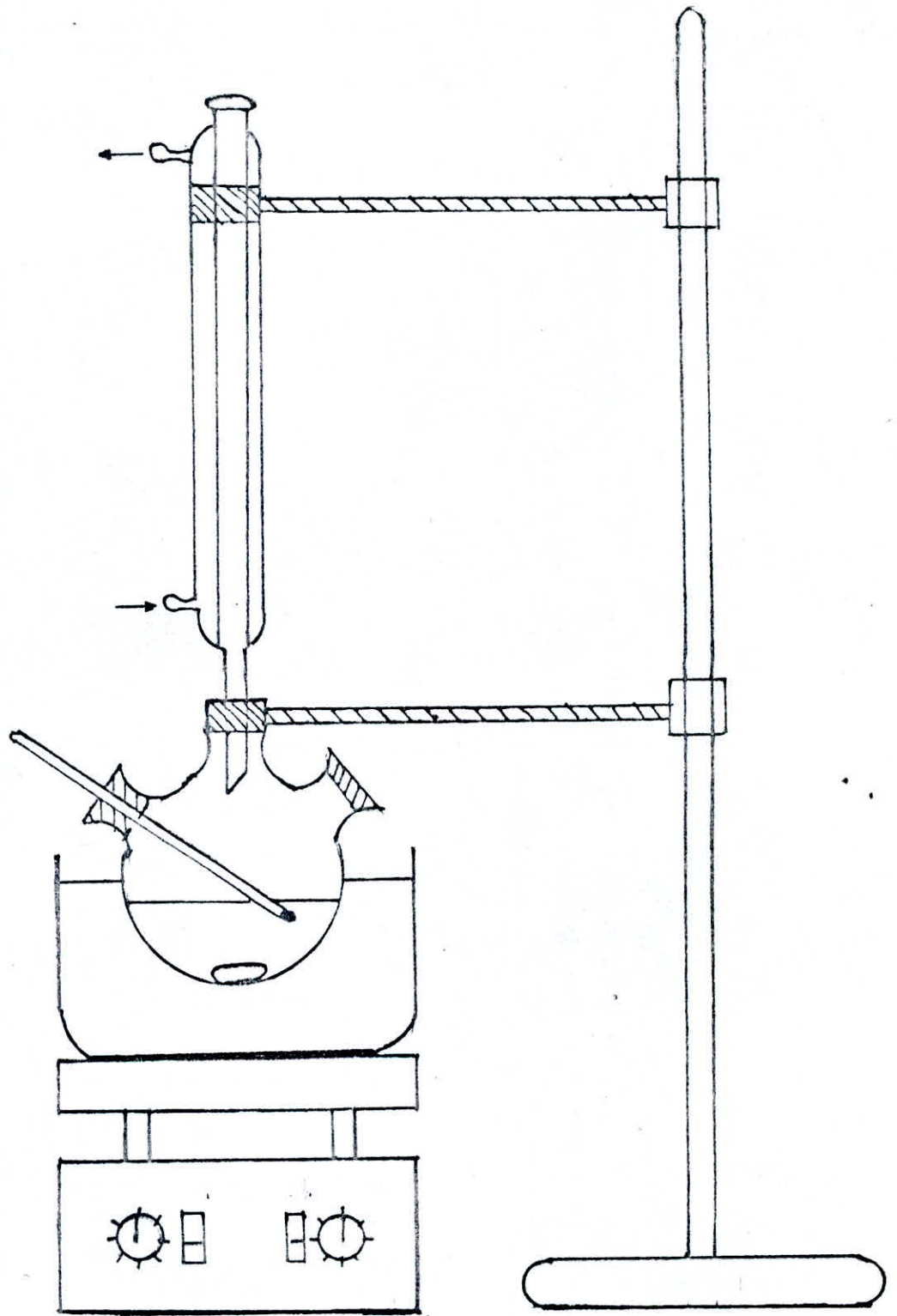


Schéma: Appareil d'Activation
N°1

Le contact de l'huile distillée avec l'adsorbant s'est effectué dans un montage similaire à celui du schéma N°1.

Une fois le temps écoulé, nous avons fait passer la suspension d'huile présente dans le ballon sur un papier filtre monté sur Buckner.

Le filtrat ainsi recueilli est analysé; les résultats des différentes analyses sont donnés dans le tableau N°5.

- INTERPRETATION DES CARACTERISTIQUES:

- DENSITE: Partant de l'huile neuve vers l'huile usée, l'augmentation de la densité s'explique par une présence d'eau dans le carter du moteur; une eau qui provient par exemple d'un refroidissement du moteur.

Mais la diminution de la courbe de densité se justifie par l'étape de distillation sous vide où l'eau est éliminée puis disparaît dans l'étape de finition.

- VISCOSITE: L'abaissement de la viscosité de l'huile usée peut-être la conséquence d'une infiltration dans le carter de carburant.

Le sur-abaissement de l'huile finie s'explique par la dégradation des additifs d'indice de viscosité lors de l'étape de distillation sous vide.

POINT ECLAIR: La dilution de l'huile usée explique bien la chute du point éclair.

Mais la remontée de ce dernier; d'après la courbe; est le résultat d'une distillation sous vide où l'on voit la fraction légère séparée.

- POINT D'ÉCOULEMENT: Nous constatons d'après le graphe que le point d'écoulement de l'huile diminue en passant de l'huile usée à l'huile finie.

Ce phénomène peut-être expliqué par l'apparition de petits cristaux.

- POINT D'ANILINE: Contrairement au point d'écoulement, le point d'aniline de l'huile finie est inférieure à celui de l'huile usée: ceci peut-être expliqué par le fait que l'huile usée aurait une tendance paraffinique plus accentuée que l'huile finie.

- TBN: Le caractère basique des majeurs parties des additifs a en quelque sorte conféré à l'huile son caractère basique.

Pendant le service l'huile a du consommer une légère partie des additifs; par la suite la distillation sous vide a dégradé une bonne partie de ces additifs.

Enfin le passage sur bentonite activée a neutralisé toute la base restante, ses différentes étapes sont bien représentées sur notre courbe.

TABLEAU N°5

RESULTATS DES CARACTERISTIQUES DE L'HUILE TOUT AU LONG DE SON TRAITEMENT
ABSORBANT "BENTONITE"

CARACTERISTIQUES	HUILE NEUVE 20W50	HUILE USEE	HUILE USEE DISTILLEE	DISTILLAT +BENTONITE
DENSITE A 15°C	0.8839	0.8975	0.8778	0.8763
VISCOSITE CINEMATIQUE A 40°C	126.78	123.63	118.32	66.19
VISCOSITE CINEMATIQUE A 100°C	17.10	16.54	13.87	8.64
INDICE DE VISCOSITE	128.70	121.27	112.3	100.65
VISCOSITE ENGLER A 50°C	10.51	9.74	9.21	4.82
INDICE DE REFRACTION	1.4822	/	1.4821	1.4826
COULEUR ASTM	<5	01L>8	01L 2.5	3
POINT ECLAIR V.O. °C	272	248	260	254
POINT DE FEU °C	292	260	276	268
POINT D'ECOULEMENT °C	-21	-21	-6	-6
POINT DE CONGELATION °C	-24	-24	-9	-9
POINT D'ANILINE °C	115	114	110	110
TAN MGKOH/GR	2.5	4.5	1.04	4.01
TEN MGKOH/GR	6.5	6.4	0.3	0
PCS CAL/GR	10794.9	10570.0	10916.9	10981.3
TENEUR EN EAU %VOL	PAS/TRACE	0.1	0	0
SOLUTION %VOL	/	1	0	0
CARBONE CONRADSON %POS	0.950	1.123	/	0.09265
SULFATES 0%POS	0.900	0.900	/	0.004

III-2-2 UTILISATION DU TUF

Le tuf, materiel naturel d'origine volcanique, n'étant pas jusqu'à présent employé comme un décolorant.

Des recherches ont été menées par MIRJANA.B (21) sur la décoloration des huiles lubrifiantes et d'après les resultats obtenus, en a conctaté que le tuf possédé des caractéristiques favorables à la décoloration des huiles.

- ACTIVATION CHIMIQUE

Le schéma N°1 représente le montage avec lequel nous avons réalisé l'activation chimique.

Du tuf, préalablement séché, broyé et tamisé sous une granulométrie de 500 microns ;est introduit avec de l'acide chlorhydrique à 5%; dans un ballon de 1000ml muni d'un réfrigérant.

Le rapport massique: tuf/acide est égal à 1/3.

Le mélange est porté à une température de 98°C pendant six heures, sous une agitation constante.

Une fois ce temps écoulé, le produit obtenu est filtré, puis lavé à l'eau distillée jusqu'à disparition totale des traces d'acide.

- CONTACT DU DISTILLAT AVEC LE TUF ACTIVE

Le contact de l'huile distillée avec l'adsorbant s'est déroulé sous les conditions opératoires suivantes:

- Quantité de tuf activé : 10grs.
- Quantité d'huile usagée distillée: 90grs.
- Temps de contact : 20min.
- Température de contact : 80°C.
- Agitation magnétique constante.

Le contact s'est effectué dans un montage similaire à celui du schéma N°1.

Une fois le temps écoulé, nous avons fait passer la suspension d'huile présente dans le ballon sur un papier filtre monté sur Buckner; le filtrat ainsi recueilli est analysé.

Les résultats des différentes analyses sont donnés dans le tableau N°6.

- INTERPRETATION DES CARACTERISTIQUES:

DENSITE: L'augmentation de la densité, partant de l'huile neuve vers l'huile usée s'explique par la présence d'eau (0.1%) dans le moteur.

Cependant l'abaissement de la courbe se justifie par l'étape de distillation où l'eau est éliminée puis disparaît dans l'huile finie.

VISCOSITE: La dilution avec l'essence est la conséquence de la baisse de la viscosité rencontrée dans l'huile usée.

L'étape de distillation sous vide est venue dégradée les additifs d'indice de viscosité; chose qui explique l'allure de la courbe.

POINT ECLAIR: L'huile usée a vu son point éclair chuté:

l'infiltration du carburant dans le moteur en est la conséquence.

L'augmentation du point éclair d'après la courbe est le résultat de la distillation où l'on voit la partie volatile éliminée.

POINT D'ÉCOULEMENT: L'apparition de petits cristaux microscopique dans l'huile usée explique bien l'allure de la courbe.

POINT D'ANILINE: Contrairement au point d'écoulement, le point d'aniline dans l'huile finie est inférieure à celui de l'huile usée: cette baisse peut-être expliquée par la tendance qui peut-être plus accentuée chez l'huile finie.

TBN: Le caractère basique des majeures parties des additifs a en quelques sorte dicté à l'huile son caractère basique.

Une légère altération de l'huile a causé la dégradation d'une petite partie de ces additifs.

Finalement le contact avec l'adsorbant n'a pas trop influencé le caractère acide rencontré dans l'huile distillée; l'allure de la courbe est bien explicative.

TABLEAU N°6

RESULTATS DES CARACTERISTIQUES DE L'HUILE TOUT AU LONG DE SON TRAITEMENT
ABSORBANT "TUF"

CARACTERISTIQUES	HUILE NEUVE 20W50	HUILE USEE	HUILE USEE DISTILLEE	DISTILLAT +TUF
DENSITE A 15°C	0.8839	0.8975	0.8778	0.8771
VISCOSITE CINEMATIQUE A 40°C	126.78	123.63	118.32	64.49
VISCOSITE CINEMATIQUE A 100°C	17.10	16.54	13.87	8.46
INDICE DE VISCOSITE	128.70	121.27	112.3	101.8
VISCOSITE ENGLER A 50°C	10.51	9.74	9.21	5.33
INDICE DE REFRACTION	1.4822	/	1.4821	1.4826
COULEUR ASTM	<5	DIL>8	DIL 2.5	4.5
POINT ECLAIR V.O. °C	272	248	260	252
POINT DE FEU °C	292	260	276	264
POINT D'ECOULEMENT °C	-21	-21	-6	-6
POINT DE CONGELATION °C	-24	-24	-9	-9
POINT D'ANILINE °C	115	114	110	110
TAN MGKOH/GR	2.5	4.5	1.04	1.09
TEN MGKOH/GR	6.5	6.4	0.3	0.35
FCS CAL/GR	10794.9	10570.0	10916.9	10960.9
TENEUR EN EAU %VOL	PAS/TRACE	0.1	0	0
DILUTION %VOL	/	1	0	0
CARBONE CONRADSON %POS	0.950	1.123	/	0.075
CENDRES SULFATEES 0%POS	0.800	0.900	/	0.0048

III-2-3 UTILISATION DU KIESELGUHR

Le kieselguhr est une roche blanche, plus au moins claire, friable, très légère; elle contient environ 85% de silice hydratée, d'oxyde de fer et de matières organiques. Elle adsorbe fortement les liquides et, est formée particulièrement de diatomes, qui sont à l'origine du nom "DIATOMITE", sont les restes de plantes unicellulaires microscopiques existant sous plus de 10 000 formes tridimensionnelles, composés d'une structure en silice. (23)

Vue sa grande porosité, et donc sa grande capacité d'adsorption jusqu'à 80% de son poids, est utilisé dans l'industrie chimique, pharmaceutique et alimentaires, on l'utilise aussi comme moyen de filtration industrielle.

Grandeurs physico-chimique: (ENOF)

- Couleur : blanche.
- Densité : 0.16-0.17 gr/m3.
- Granulométrie : 64 microns.
- Surface spécifique: 24.88 m2/gr.

- CONTACT DU DISTILLAT AVEC LE KIESELGUHR NATUREL:

Le contact de l'huile usée distillée avec l'adsorbant s'est déroulé sous les conditions opératoires suivantes:

- Quantité de Kieselguhr naturel : 10 grs.
- Quantité d'huile usée distillée: 90 grs.
- Temps de contact : 20 min.
- Température de contact : 80 °C.
- Agitation magnétique constante.

Le contact s'est effectué dans un montage similaire à celui du schéma N°1.

Une fois le temps de contact écoulé, nous avons procédé à la filtration; de la suspension présente dans le ballon; à travers un papier filtre monté sur Buckner; le filtrat ainsi recueilli est analysé.

Les résultats des différentes analyses sont donnés dans le tableau N°7.

- INTERPRETATION DES CARACTERISTIQUES:

- DENSITE: La présence d'eau (0.1%) dans le moteur est l'une des causes de l'augmentation de la valeur de la densité de l'huile finie.

- VISCOSITE: 1% d'essence dans le carter peut-être le contaminant de l'huile; une contamination qui se traduit par une baisse de la viscosité.

La fraction légère de l'huile usée est éliminée lors de l'étape de distillation; ces différentes valeurs de la viscosité expliquent l'allure de la courbe.

- POINT ECLAIR: La dilution dans le moteur peut-être la cause de l'abaissement du point éclair.

La distillation sous vide puis le passage sur terre expliquent respectivement l'augmentation et l'abaissement du point éclair.

- POINT D'ÉCOULEMENT: La variation du point d'écoulement en fonction de l'état de l'huile ne peut-être expliqué que par la dégradation des additifs du point d'écoulement d'une part et la formation de petits cristaux d'autre part.

- POINT D'ANILINE: L'allure de la courbe du point d'aniline en fonction de l'état de l'huile ne peut-être expliqué que par l'accumulation de la tendance paraffinique de l'huile.

- TBN: La légère diminution de la basicité de l'huile est la conséquence de la dégradation d'une petite partie des additifs à caractère basique.

La distillation sous vide est venue donner à l'huile un caractère acide en dégradant la majeure partie des additifs restants; le passage sur terre n'a pas trop influencé la valeur de la TBN, l'allure de la courbe est bien explicative.

TABLEAU N°7

RESULTATS DES CARACTERISTIQUES DE L'HUILE TOUT AU LONG DE SON TRAITEMENT
 ABSORBANT "KIESELGUHR"

CARACTERISTIQUES	HUILE NEUVE 20W50	HUILE USEE	HUILE USEE DISTILLÉE	DISTILLAT +KIESELGUHR
DENSITE A 15°C	0.8839	0.8975	0.8778	0.8772
VISCOSITE CINEMATIQUE A 40°C	126.78	123.63	118.32	64.49
VISCOSITE CINEMATIQUE A 100°C	17.10	16.54	13.87	8.74
INDICE DE VISCOSITE	128.70	121.27	112.3	106.5
VISCOSITE ENGLER A 50°C	10.51	9.74	9.21	5.08
INDICE DE REFRACTION	1.4822	/	1.4821	1.4826
COULEUR ASTM	<5	DIL >8	DIL 2.5	5
POINT ECLAIR V.O. °C	272	248	260	236
POINT DE FEU °C	292	260	276	248
POINT D'ECOULEMENT °C	-21	-21	-6	-9
POINT DE CONGELATION °C	-24	-24	-9	-12
POINT D'ANILINE °C	115	114	110	110
TAN MGKOH/GR	2.5	4.5	1.04	0.59
TEN MGKOH/GR	6.5	6.4	0.3	0.11
PCS CAL/GR	10794.9	10570.0	10916.9	10926.3
TENEUR EN EAU %VOL	PAS/TRACE	0.1	0	0
DILUTION %VOL	/	1	0	0
CARBONE CONRADSON %PDS	0.950	1.123	/	0.098
CENDRES SULFATEES 0%PDS	0.800	0.900	/	0.005

IV-1 SPECTROSCOPIE INFRA-ROUGE

- APPAREILLAGE ET MODE OPERATOIRE:

EQUIPEMENT: SP 3300 avec logiciel de traitement de données.

SOURCE: Bloc Pyrox, chauffé électriquement.

MONOCHROMATEUR: Type Ebert orthogonal, longueur focale: 180mm,
et ouverture F/5.

DETECTEUR: Pyro électrique Mullard au sulfate triglycine dopé
à la l-alanine avec fenêtre couverte.

DOMAINE: 4000-----200 (1/cm).

On nettoie la cellule avec du tétrachlorure de carbone, puis on y place l'échantillon.

La cellule et l'échantillon seront par la suite traversés par les rayons IR qui vont-être absorbés par l'échantillon; cette absorption est directement enregistrée sur écran et sera représentée sur un spectrogramme. (Annexe N°5)

L'analyse des différentes huiles a donné les résultats suivants:

. HUILE DE BASE:

(1/CM)	ATTRIBUTION	% DE TRANSMISSION
3000-2800	vibration du gpt (C-H) des alcanes, et cycloalcanes.	/
1500-1400	vibration du cycle aromatique.	22
1390-1370	vibration du gpt (-CH3) des hydrocarbures.	43

. HUILE NEUVE 20W50:

(1/CM)	ATTRIBUTION	% DE TRANSMISSION
3000-2800	vibration du gpt (=CH) des alcanes et cycloalcanes.	/
1500-1480	vibration du cycle aromatique.	7 à 9
1390-1370	vibration du gpt (-CH3) des hydrocarbures.	15

. HUILE DISTILLEE + BENTONITE:

(1/CM)	ATTRIBUTION	% DE TRANSMISSION
3000-2800	vibration du gpt (=CH) des alcanes et cycloalcanes.	/
1500-1480	vibration du cycle aromatique.	8
1390-1370	vibration du gpt (-CH3) des hydrocarbures.	15
730-680	benzène mono-substitué.	50

IV-2 UTILISATION DE LA SPECTROMETRIE D'EMISSION

Depuis de nombreuses années les raffineurs travaillent patiemment pour élaborer des additifs de plus en plus complexes qu'ils incorporent à l'huile de base pour améliorer une ou plusieurs de ses propriétés (lubrification, propreté...). Cependant un des rôles importants de cette huile lubrifiante est l'élimination des particules minérales produites par usure de deux parties métalliques en contact.

Une accumulation anormale de ces éléments métalliques dans l'huile de carter présente très souvent des ennuis pour le bon fonctionnement du moteur.

Une méthode d'analyse rapide et précise permettant d'analyser ces métaux semble avoir le plus grand intérêt.

TYPE D'APPAREILLAGE ET MODE OPERATOIRE

L'appareil utilisé est une torche à plasma: ICD SYSTEME, avec logiciel de traitement de données.

Le plasma est un mélange gazeux qui à haute température est composé d'atomes neutres et de particules chargées.

Le gaz utilisé pour créer le plasma est l'Argon.

Le fonctionnement de ce système est relativement simple: une radiation haute fréquence est utilisée pour chauffer un courant d'Argon et former un plasma par l'intermédiaire d'une bobine d'induction.

la température du plasma est de l'ordre de 10 000°C.

Du fait de la viscosité de notre échantillon, une dilution préalable de 4grs d'huile dans 40cm³ d'essence a été nécessaire; l'échantillon est ensuite introduit par un nébuliseur dans le plasma, est réduit à l'état d'atomes indépendants; ces atomes excités et ionisés par le plasma remettent l'énergie qu'ils ont acquis sous forme d'un rayonnement électromagnétique, ce rayonnement est composé de longueurs d'ondes caractéristiques correspondant aux différents éléments présents dans l'échantillon.

Les résultats obtenus au cours de l'expérience sont donnés dans le tableau N°8.

INTERPRETATION DE CES RESULTATS

Un très grand nombre d'éléments métalliques peuvent entrer dans la composition des additifs pour les huiles lubrifiantes. Le zinc, manganésium, calcium et le cuivre sont rencontrés dans notre huile neuve.

Dans l'huile usagée on retrouve le Zn et Mg avec des teneurs légèrement plus faible et ceci peut-être du soit à :

- une légère dégradation de ces additifs,
- un changement d'état, qui rend difficile la séparation de l'élément à doser; pour ce qui est du calcium, la légère augmentation de la teneur peut-être du soit à:

- la dureté de l'eau de refroidissement,
- une infiltration de poussière atmosphérique.

En plus des éléments métalliques provenant des additifs présents en teneurs relativement importantes; l'huile usagée contient d'autres métaux lourds qui sont:

Pb,Fe,Mn,Cr,Si,Al,Cu.

-La dilution de l'huile explique bien les traces du plomb dans l'huile usagée.

-La présence du fer est due à l'érosion des pièces du moteur.

-La silice peut provenir de la poussière de l'air.

-Le chrome et le cuivre sont généralement des alliages d'autres métaux qui rentrent dans la composition des organes du moteur, et le phénomène d'érosion explique bien leur présence dans le carter.

-L'alluminium peut avoir comme origine l'érosion des pistons.

D'après le traitement de finition à la terre, on voit bien que l'huile recueillie est débarrassée de la majorité des métaux à l'exception du Pb,Mg et Si qui ont vu leur proportion réduite.

TABLEAU N° 8

DOSAGE DES DIFFERENTS METAUX SUIVANT LES DIFFERENTS TYPES D'ADSORBANT

ECHANT ELET	HUILE NEUVE 20W50	HUILE USEE 1000 KM	DISTILLAT + BENTONITE	DISTILLAT + TUF	DISTILLAT + KIESELGUHR
Sn	--	--	--	--	--
Mo	--	--	--	--	--
Zn	1202	1161	--	--	--
Pb	--	3.96	1.30	2.40	1.81
Ni	--	--	--	--	--
Ba	--	--	--	--	--
Fe	--	44.63	--	--	--
Mn	--	1.06	--	--	--
Cr	--	12.42	--	--	--
Mg	341.10	291.5	1.15	--	1.04
Si	--	4.05	4.12	4.55	5.35
Al	--	7.95	--	--	--
Ca	632.6	1050	--	--	--
Cu	27.87	69.24	--	--	--
Ag	--	--	--	--	--
Ti	--	--	--	--	--

REMARQUE Unité: PPM

V- COMPARAISON ET CHOIX DE L'ADSORBANT

D'après (source Sonatrach Arzew) l'huile de base, rentrant dans la formulation d'une huile 20W50, est formée d'un mélange de:

- 11% huile de base "moyennement visqueuse".

- 89% huile de base "visqueuse".

Alors pour nous l'huile de référence ne peut-être que (11% moy visqueuse + 89% visqueuse) dont les caractéristiques sont portées sur le tableau N°9.

En analysant le tableau N°9 nous remarquons que:

- le traitement de l'huile avec de la bentonite, nous donne des résultats qui se rapprochent le plus de l'huile de référence notamment par la couleur.

En tout état de cause, il serait souhaitable de reutiliser cette huile pour mesurer ses performances.

- D'après l'analyse des métaux (tableau N°8), nous remarquons que tous les adsorbants utilisés (bentonite, tuf, kieselguhr) ont adsorbés la majorité des métaux présentent dans l'huile usagée, à l'exception du plomb qui reste minoritaire dans le traitement avec de la bentonite; pour ce qui est de la silice la teneur est pratiquement la même dans les trois cas.

CARACTERISTIQUES	HUILE DISTILLEE + BENTONITE	HUILE DISTILLEE + TUF	HUILE DISTILLEE + KIESELGUHR	HUILE DE BASE MOY. VISQUEUSE 11%	HUILE DE BASE VISQUEUSE 89%	HUILE DE BASE MOYENNE *
DENSITE A 15 C	0.8763	0.8771	0.8772	0.8540	0.8730	0.8709
VISCOSITE (cst) A 40 C	68.19	64.49	64.49	30.00	90.00	83.40
VISCOSITE (cst) A 100 C	8.64	8.46	8.74	50.00	9.80	14.22
INDICE DE VISCOSITE	100.65	101.80	106.50	95.00	94.00	94.11
COULEUR	3	4.5	5	1	1.5	1.45
POINT ECLAIR V.O C	254	252	236	190	230	225
POINT D'ECOULEMENT C	-8	-6	-9	-12	-12	-12
TAN (mgKOH/gr)	4.01	1.09	0.59	0.05	0.05	0.05
RESIDU CONRADSON (%Pds)	0.032	0.075	0.038	0.040	0.03	0.076

* : L'HUILE DE REFERENCE

TABLEAU NO 9
TABLEAU DE COMPARAISON

CONCLUSION

CONCLUSION

La diminution des réserves pétrolières mondiales et le souci de protection de l'environnement sont les deux facteurs qui ont contribué à orienter les activités vers les procédures de régénération des huiles de lubrification des automobiles.

La possibilité de régénération d'une huile moteur usagée; préalablement distillée puis passée sur différentes terres adsorbantes; a été approchée au niveau de notre laboratoire. Pour cela, nous avons présenté une méthode de régénération dont l'avantage était:

- de minimiser l'emploi des produits chimiques.
- d'assouplir le procédé de traitement.

Dans une première phase, nous nous sommes intéressés à la détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile; d'après les résultats obtenus, nous avons pu déduire le degré de détérioration des différentes propriétés comparativement aux propriétés d'une huile neuve.

Dans une deuxième phase, nous avons étudié la capacité sorptionnelle de différents adsorbants (bentonite, tuf, kieselguhr) disponible en ALGERIE, mis en contact avec l'huile moteur usagée.

L'utilisation de ces différents adsorbants a donné des résultats acceptables, notamment en ce qui concerne la bentonite.

L'utilisation, pour la première fois en recherche à notre connaissance, du tuf et du kieselguhr, a permis de tracer les lignes directives des traitements à faire.

L'optimisation des paramètres d'adsorption, aboutira, à retrouver au moins en partie les propriétés originales de l'huile.

ANNEXES

ANNEXE N°1

QUESTIONNAIRE POUR VEHICULE A
ESSENCE

- NATURE DE L' ECHANTILLON :

. NAFTILLIA SUPER 20W50

*

. NAFTILLIA 40

- MARQUE DU VEHICULE :

VW AMAZON

- ANNEE DE MISE EN CIRCULATION :

1988

- TYPE DE SERVICE :

. Porte à porte

. Ville

*

. Route

- ETAT DE LA COURROIE DU VENTILATEUR :

. Bon

*

. Mauvais

- ETAT DU FILTRE D' HUILE :

. Bon

*

. Douteux

- KILOMETRAGE DU VEHICULE :

20 000KM

- KILOMETRAGE JOURNALIER MOYEN :

50KM

- APPOINT D' HUILE ENTRE LES VIDANGES :

. Oui

. Non

*

- RINÇAGE DU MOTEUR :

. Oui

. Non

*

- KILOMETRAGE EFFECTUE AVANT REMPLACEMENT

DU FILTRE A L' HUILE :

15 000KM

ANNEXE N°2:

SIGNIFICATION DES ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

1- DENSITE

La densité est définie comme étant le rapport du poids d'un certain volume d'échantillon à une température au poids du même volume d'eau à une température standard (4°C);

Mais la densité ne peut prendre sa signification que complétée par d'autres tests. La densité ne peut être considérée que comme une caractéristique d'identification des lubrifiants.

2- VISCOSITE CINEMATIQUE

Se mesure par écoulement en régime laminaire, à travers un capillaire vertical, sous l'effet de la gravité, à pression atmosphérique.

La viscosité cinématique peut s'exprimer en degré Engler, unité empirique encore très utilisée en Europe continentale.

Le degré Engler est le quotient du temps d'écoulement, exprimé en secondes, de 200 ml d'huile à la température de la mesure, par le temps d'écoulement, exprimé en secondes, de 200 ml d'eau distillée à la température de 21,6°C.

Il est plus précis et plus rapide d'effectuer la mesure de la viscosité à l'aide d'un capillaire et de transformer les centistokes en degré Engler, au moyen de tables de correspondance.

La viscosité est un critère d'identification important, le plus intéressant étant de connaître, pour un fluide donné, l'évolution de la viscosité en fonction de la température; de façon à permettre le choix judicieux du lubrifiant pour une application déterminée.

En pratique, les mesures sont effectuées à 20,50 et 100°C.

3- INDICE DE VISCOSITE

C'est un nombre caractérisant, dans une échelle conventionnelle, la variation de la viscosité d'un produit pétrolier en fonction de la température.

Plus cette variation est faible et plus l'indice de viscosité est élevé, et inversement:

$$VI = (L-U)/D \cdot 100$$

$$\text{avec } D = L-H$$

- Si la viscosité cinématique à 100°C, du produit pétrolier est inférieure ou égale à 70 mm²/S, extraire de la table les valeurs de L et D correspondantes.

- Si la viscosité cinématique à 100°C, du produit pétrolier est supérieure à 70 mm²/S; calculer les valeurs de L et D comme suit:

$$L = 0,8353 Y^2 + 14,67 Y - 216.$$

L: viscosité cinématique en mm^2/S à 40°C , d'un produit pétrolier dont l'indice de viscosité est 0 et ayant la même viscosité cinématique à 100°C , que le produit pétrolier dont l'indice de viscosité est à calculer.

H: étant la viscosité cinématique en mm^2/S à 40°C , d'un produit pétrolier dont l'indice de viscosité est 100 et ayant la même viscosité cinématique à 100°C , que le produit pétrolier dont l'indice de viscosité est à calculer.

4- POINT D'ANILINE

Le point d'aniline est la température la plus basse pour laquelle; dans le mélange à volumes égaux de produits à essayer et d'aniline pure fraîchement distillée; se manifeste la miscibilité des deux composants lorsqu'on chauffe lentement un tel mélange, le point d'aniline est caractérisé par l'apparition d'un trouble dans le mélange chauffé.

Cette température est d'autant plus élevée que la teneur en carbones aromatiques du produit à essayer est plus faible.

Cet essai fut élaboré pour rechercher les possibilités d'attaque sur les caoutchoucs naturels et les mélanges à base de caoutchouc naturel.

La certitude d'un point d'aniline élevée, c'est la faible teneur en carbones aromatiques du produit considéré, les huiles à tendances paraffiniques ont un point d'aniline plus élevé que les huiles à tendances naphthéniques.

Les additifs, lorsqu'ils sont en quantités importantes, peuvent fausser ces règles.

5- POINT ECLAIR (V.O)

L'essai consiste à chauffer dans un creuset ouvert à vitesse déterminée un échantillon du produit jusqu'à ce qu'une quantité suffisante d'éléments volatils soit vaporisée et puisse être enflammée par une petite flamme que l'on déplace au-dessus du creuset. Dès qu'une légère flamme se produit, on note la température du produit, qui correspond au point éclair.

Si l'on continue à chauffer, on obtient alors une flamme stable pendant quelques secondes: la température correspondante est le point de feu.

Cet essai caractérise la teneur en produits volatils et permet ainsi de connaître jusqu'à quelle température un produit pourra être chauffé sans danger.

6- POINT D'ÉCOULEMENT

On refroidit le produit lentement sans agitation et l'on note la température à laquelle apparaît un loucheissement ou voile laiteux, dû à la formation de micro-cristaux; c'est le point de trouble.

Si on refroidit encore, le liquide finit par prendre en masse et ne s'écoule pas quand on maintient l'éprouvette horizontale; c'est le point de congélation.

Cet essai a pour but de caractériser soit la teneur en paraffines des huiles, soit la teneur en hydrocarbures à haut point de congélation des autres produits.

Le point d'écoulement permet d'apprécier les limites de température à respecter dans la mise en oeuvre des produits en particulier pour leur pompage en hiver.

7- COULEUR

La détermination de la couleur s'effectue en comparant par transparence l'échantillon à l'état liquide avec des étalons de verre colorés, les conditions d'observation et d'éclairage étant spécifiées.

Si l'indice de couleur de l'échantillon est supérieur à 8, on mélange 15 parties en volume avec 85 parties en volume de pétrole et on observe la couleur du mélange.

8- TENEUR EN EAU

L'eau contenue dans l'échantillon est entraînée par distillation à reflux d'un solvant non mixible (xylène) à l'eau, après condensation, l'eau se sépare du solvant et s'accumule dans un tube de recette gradué.

Le liquide d'entraînement retourne dans le récipient de distillation.

La présence d'eau favorise la rouille sur les métaux ferreux; la rouille sur les roulements à billes peut provoquer leur destruction.

9- INDICE DE REFRACTION

L'indice de réfraction est le rapport des vitesses de transmission respectivement dans le vide et dans le lubrifiant; mesuré à 20°C.

Il permet de déterminer la répartition moyenne des carbones de huile: carbones paraffiniques, naphthéniques, aromatiques.

10- POUVOIR CALORIFIQUE

Le pouvoir calorifique massique ou volumique représente la quantité d'énergie dégagée par unité de masse ou de volume de carburant; lors de la combustion d'un échantillon de carburant, sous atmosphère d'oxygène, dans une bombe calorimétrique renfermant de l'eau.

L'effet thermique est calculé à partir de l'élévation de température du milieu et de caractéristiques calorifiques de l'appareillage.

11- TBN

Le but de cette analyse, est la détermination de la quantité d'acide perchlorique exprimée en mg d'équivalent potasse, nécessaire pour neutraliser tous les constituants basiques d'1g d'échantillon.

L'échantillon est dissous dans un mélange anhydre de chlorobenzène et d'acide acétique glacial, et titré par une solution d'acide perchlorique dans l'acide acétique glacial à l'aide d'un titrimètre potentiométrique.

$$TBN = (V-b).N.56,1 / P$$

V(ml): volume de la solution d'acide perchlorique nécessaire pour la neutralisation,

b(ml): volume de la solution d'acide perchlorique nécessaire pour l'essai à blanc,

N: normalité de la solution d'acide perchlorique,

P(g): poids de l'échantillon utilisé.

12- TAN

c'est la quantité de base, exprimée en mg de potasse, nécessaire pour neutraliser les acides forts, présents dans 1g d'échantillon.

L'échantillon est dissous dans un mélange anhydre de chlorobenzène et de pyridine et le mélange est dosé potentiométriquement par une solution 0,1N de tétra-n.butyl-ammonium hydroxide.

$$TAN = (V-b).N.56,1 / P$$

V(ml): volume de la solution de tétra-n butyl ammonium hydroxyde utilisé pour la neutralisation,

b(ml): volume de la solution de tétra-n butyl ammonium hydroxyde utilisé pour l'essai à blanc,

N: normalité de la solution de tétra-n butyl ammonium hydroxyde.

ANNEXE N°3

MODE OPERATOIRE DE L'ASTM D 1160

- Le bain thermostatique alimentant le réfrigérant doit être réglé de manière que la température soit au minimum de 28°C inférieure au point de initial présumé de distillation de l'échantillon à analyser.
- Calculer à 0.1 gr près le poids de 200 ml d'échantillon et effectuer la pesée dans le ballon de distillation.
- Introduire le thermomètre dans son emplacement dans le ballon à distiller après avoir mis un peu de laine de verre.
- S'assurer que tous les points sphériques sont bien propres et les graisser en utilisant le minimum de graisse.
- Démarrer la pompe à vide et vérifier que l'huile ne mousse pas, dans le cas contraire augmenter lentement la pression jusqu'à ce que le produit ne mousse plus, chauffer légèrement pour faciliter l'évacuation des gaz dissous; puis rapidement en vérifiant que l'échantillon ne mousse plus.
- Dès que les vapeurs apparaissent au col du ballon, ajuster le chauffage pour une vitesse de distillation de 4 à 8 ml/mn, continuer à distiller jusqu'à ce que le liquide atteigne une température de 400°C ou bien jusqu'à la température maximale de la vapeur.
- Baisser le chauffe ballon de quelques centimètres pour permettre de refroidir le ballon.
- Reporter les températures des vapeurs en °C correspondant au % volue condensé.
- Reporter les pressions observées correspondant à chaque lecture de température.

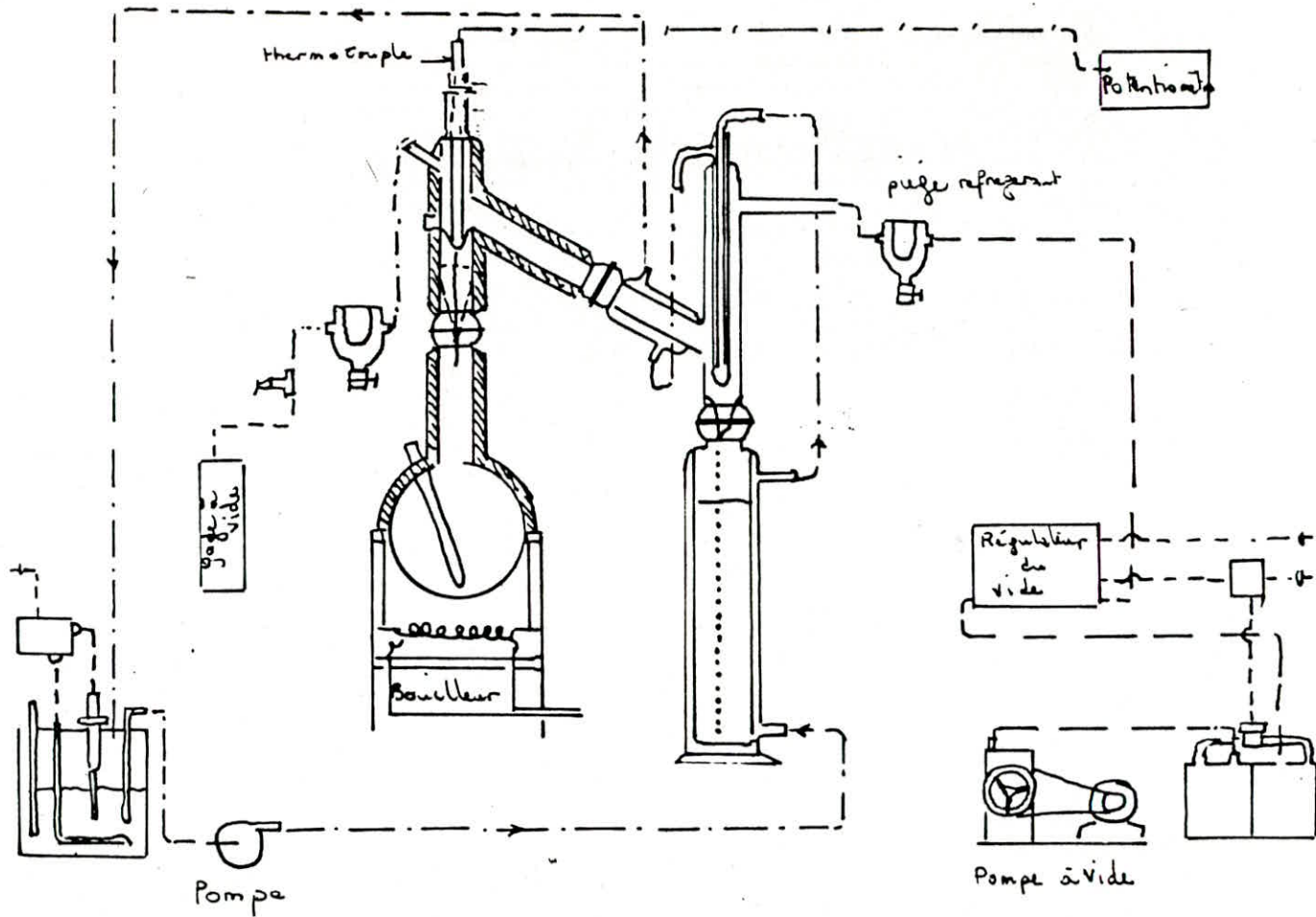
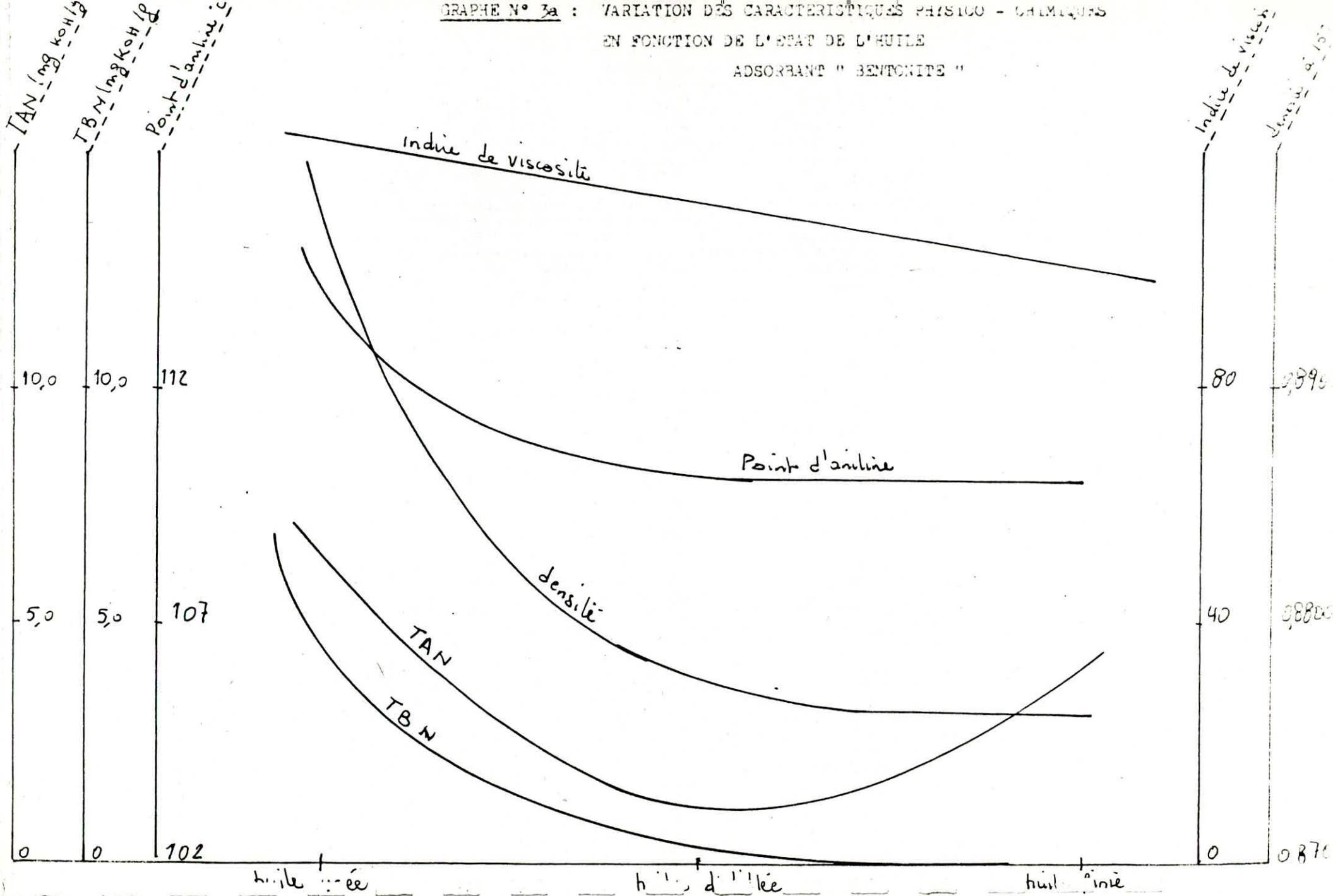


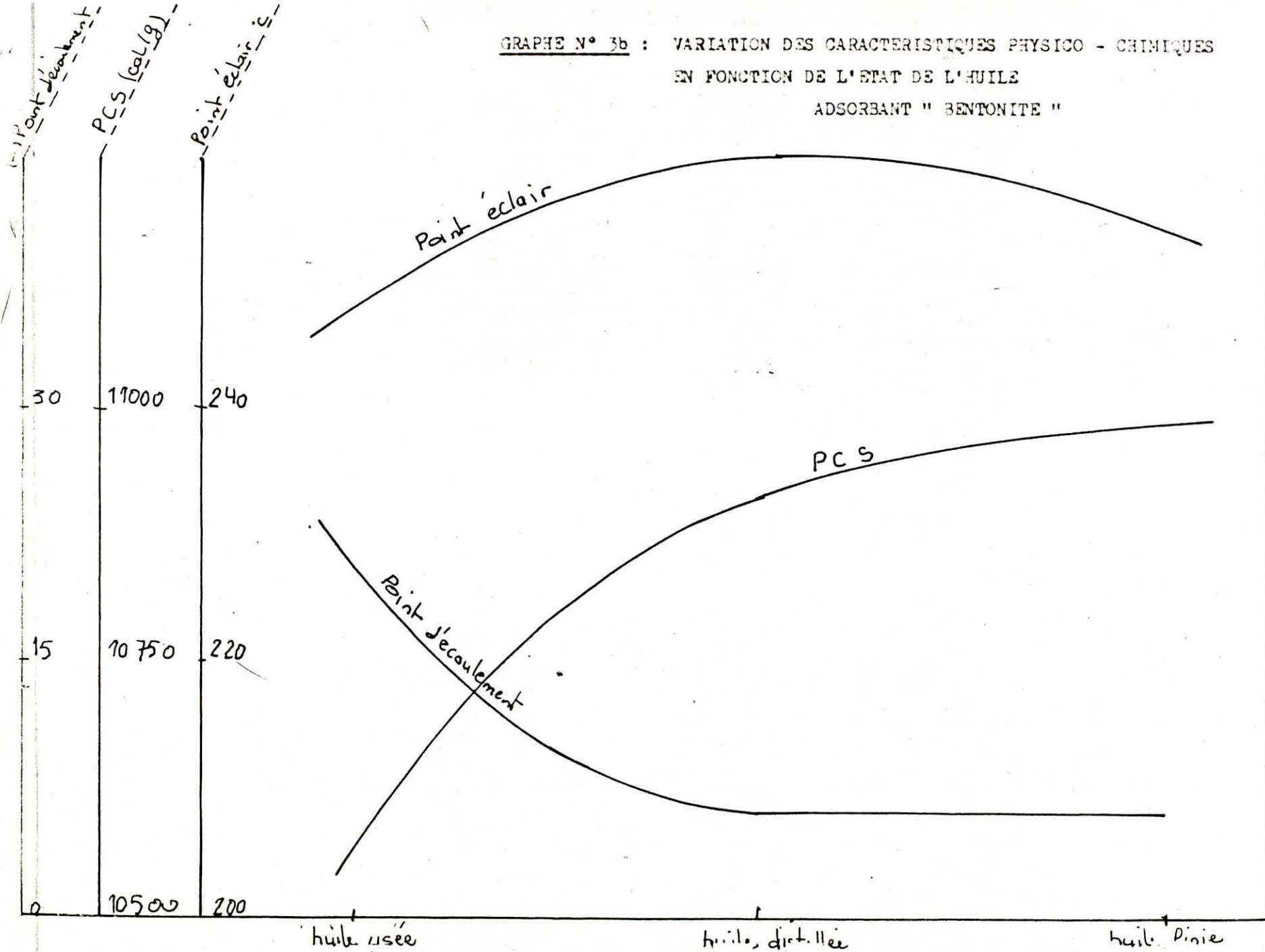
Schéma N°2: Appareil de Distillation Sous Vide

ASTM D 1160

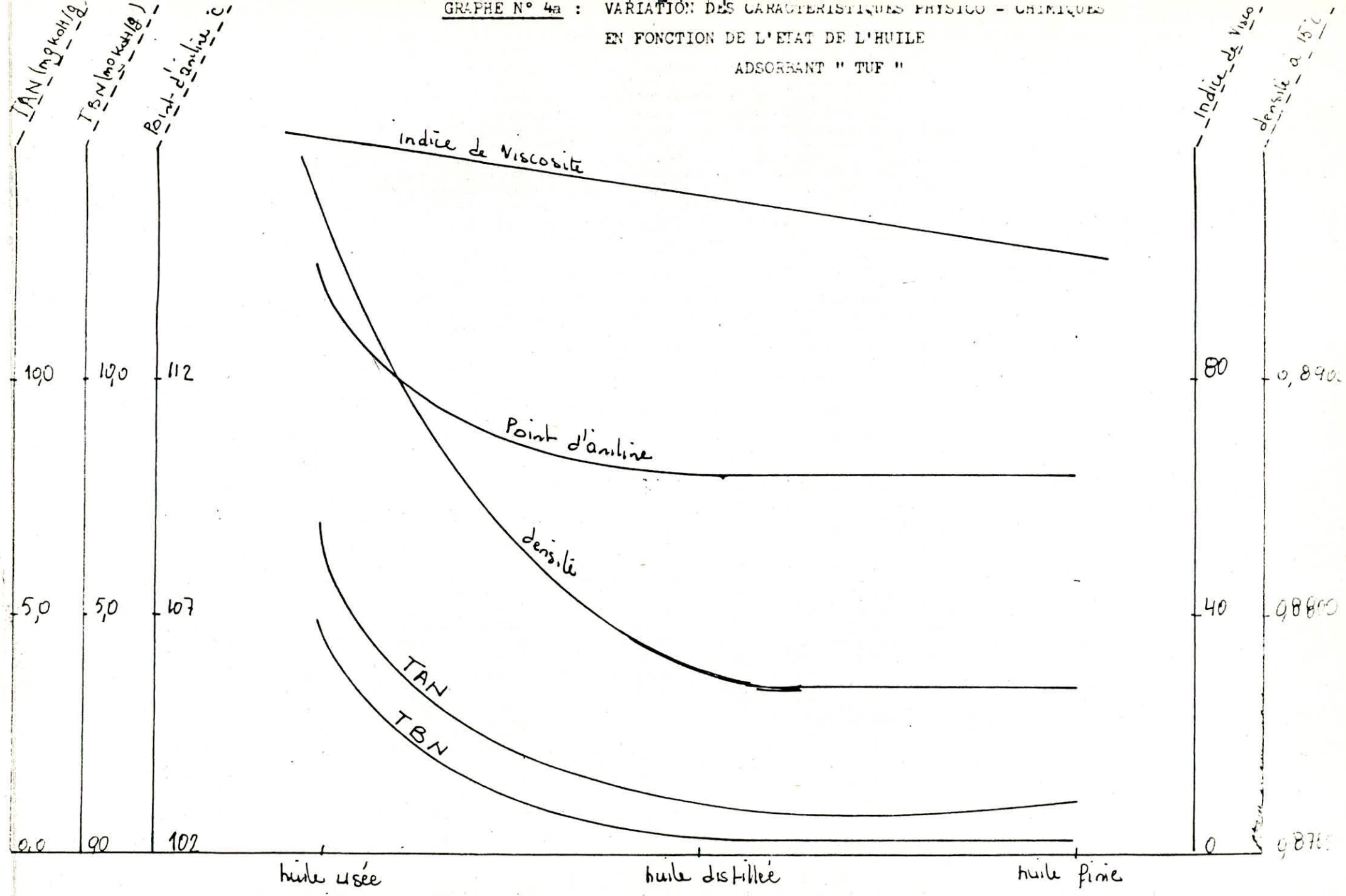
GRAPHE N° 3a : VARIATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO - CHIMIQUES
 EN FONCTION DE L'ETAT DE L'HUILE
 ADSORBANT " BENTONITE "



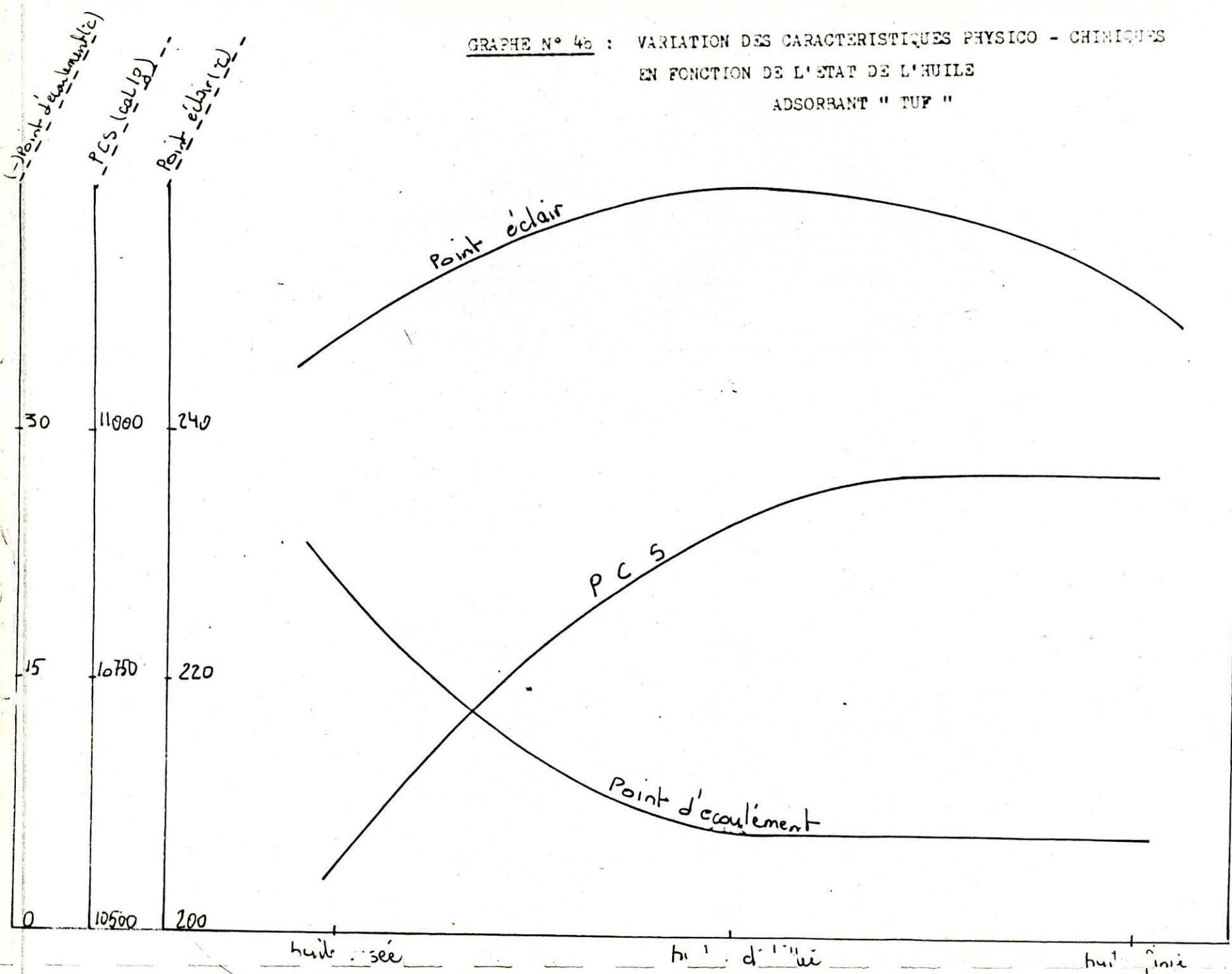
GRAPHE N° 3b : VARIATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO - CHIMIQUES
 EN FONCTION DE L'ETAT DE L'HUILE
 ADSORBANT " BENTONITE "



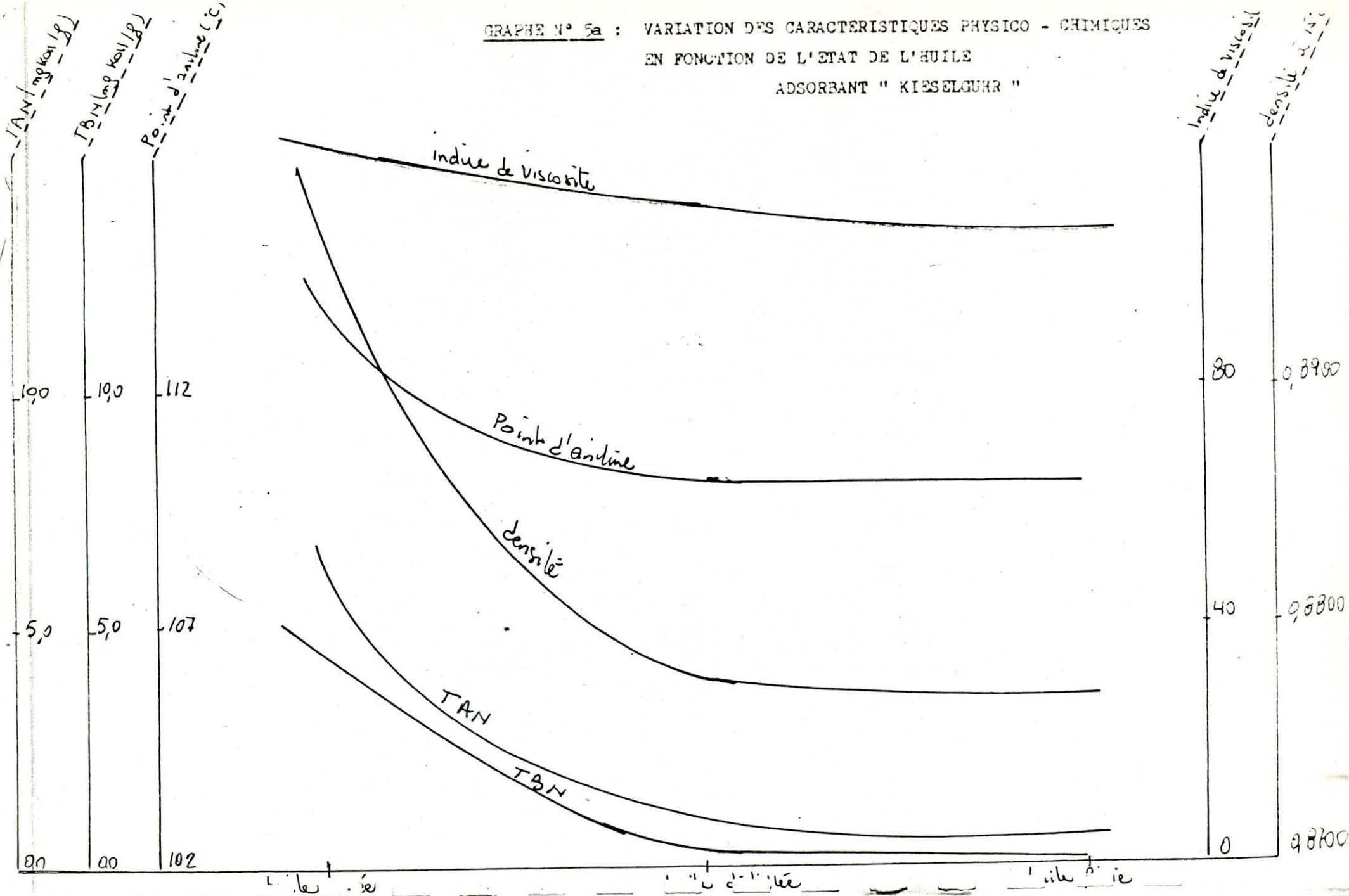
GRAPHE N° 4a : VARIATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO - CHIMIQUES
 EN FONCTION DE L'ETAT DE L'HUILE
 ADSORBANT " TUF "



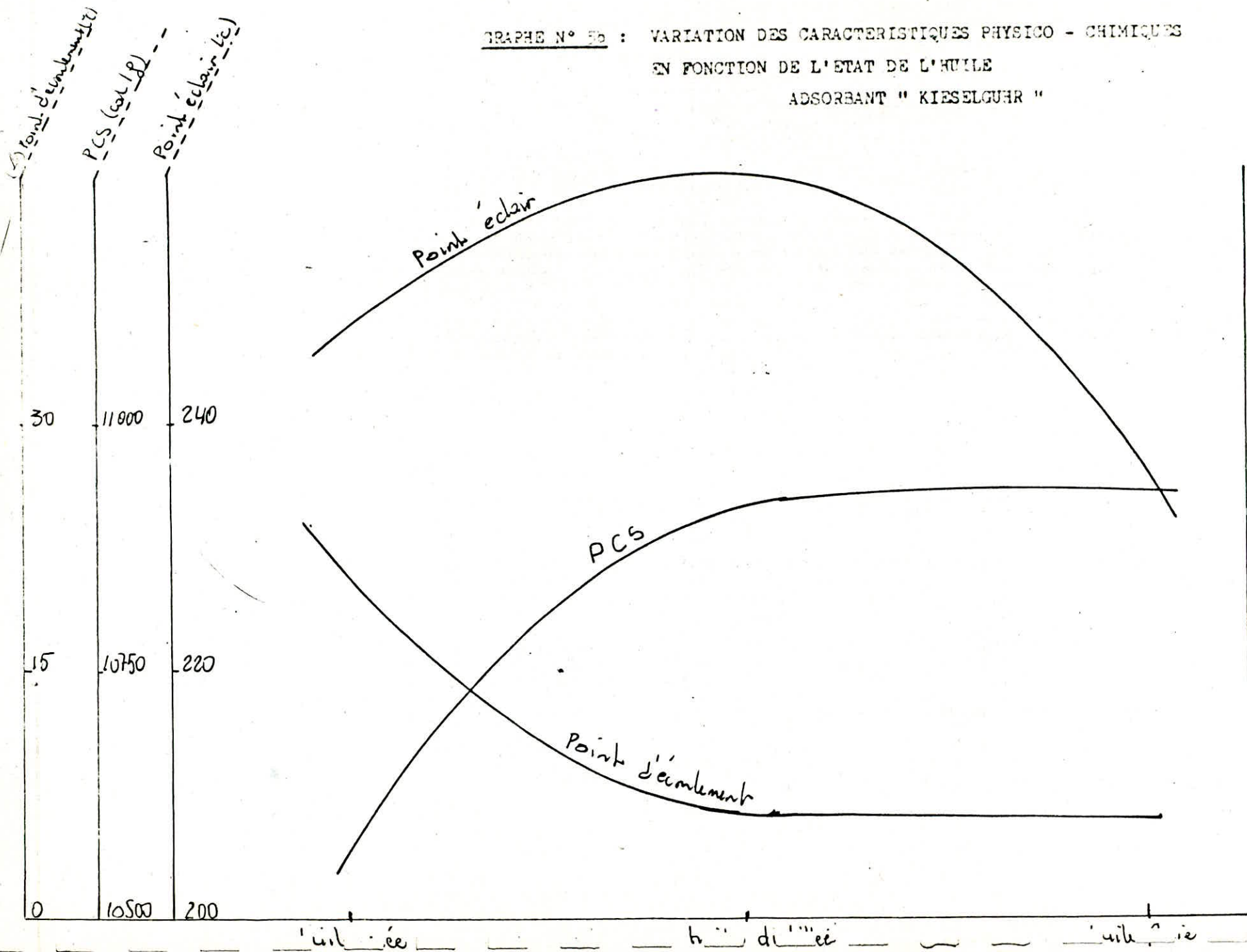
GRAPHE N° 4b : VARIATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO - CHIMIQUES
 EN FONCTION DE L'ETAT DE L'HUILE
 ADSORBANT " TUF "

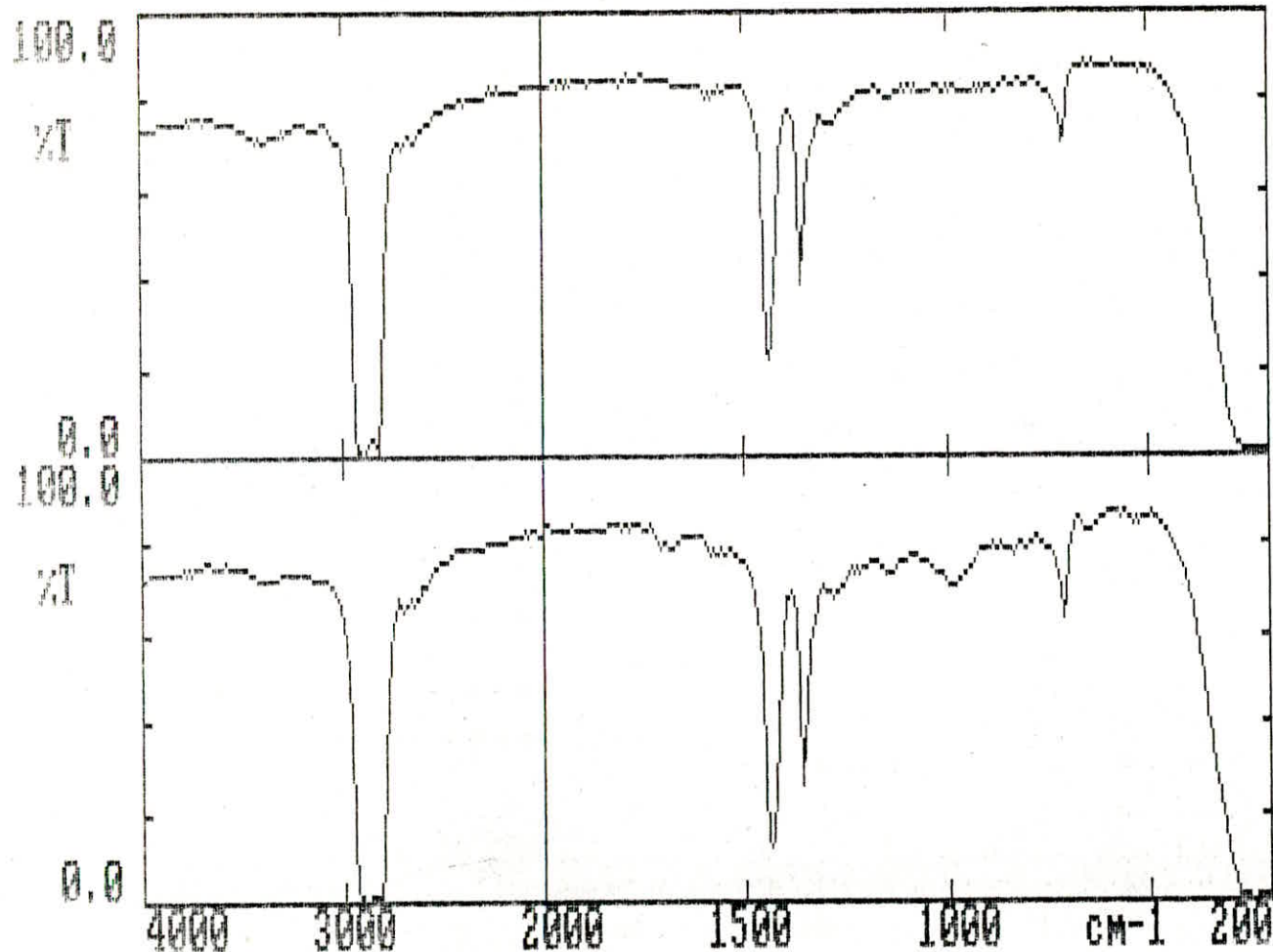


GRAPHE N° 5a : VARIATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO - CHIMIQUES
 EN FONCTION DE L'ETAT DE L'HUILE
 ADSORBANT " KIESELGUHR "



GRAPHE N° 5b : VARIATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO - CHIMIQUES
 EN FONCTION DE L'ETAT DE L'HUILE
 ADSORBANT " KIESELGUHR "





BACK UP AREA
REGENERATION
DES HUILES
USAGEES
ENP
ZAOURAR
HUILE DE BASE

CURRENT AREA
NAETILIA 20050

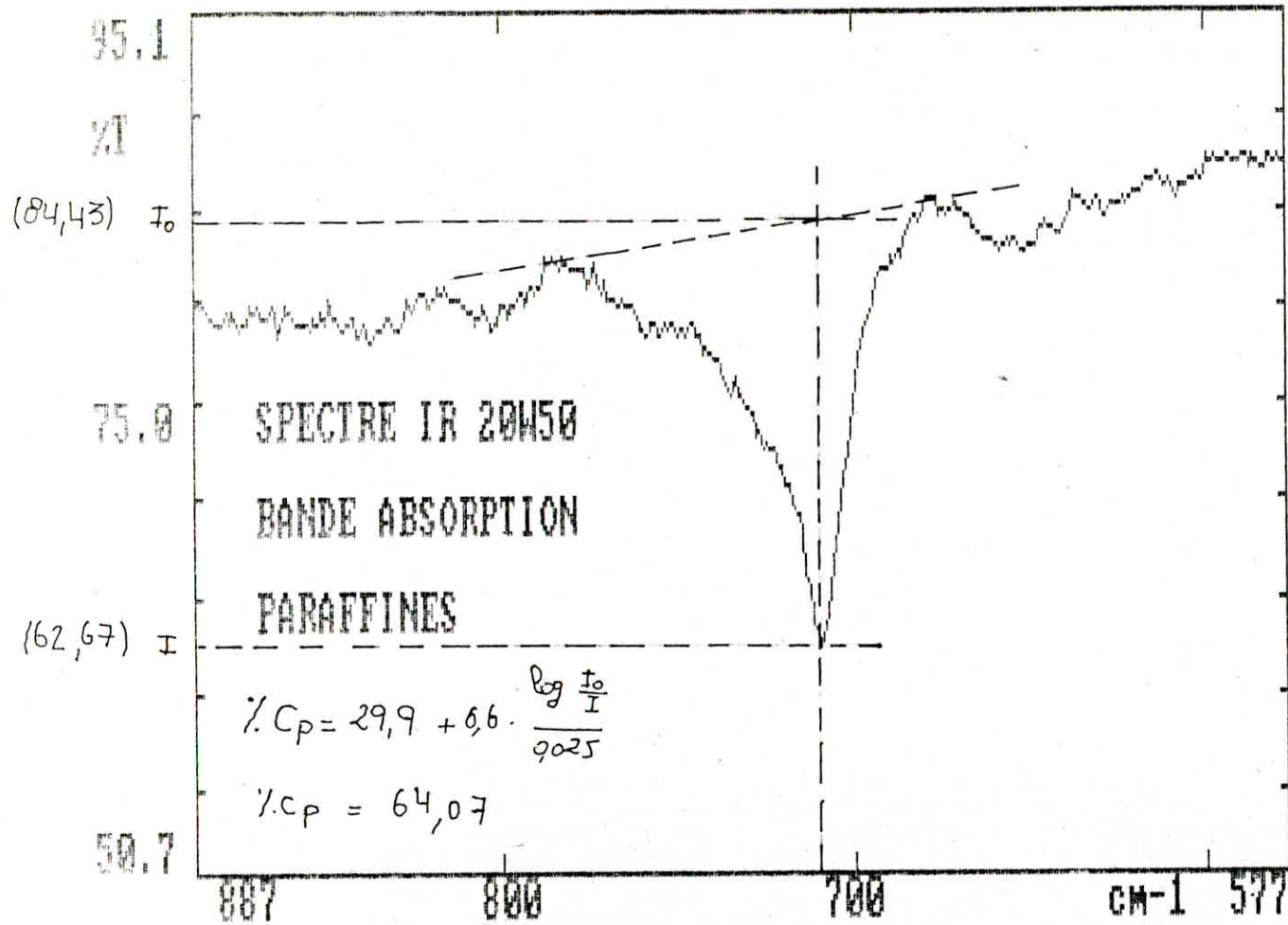
1) HELP

2) LIBRARY MENU

3) BACK

4) MANIPULATE

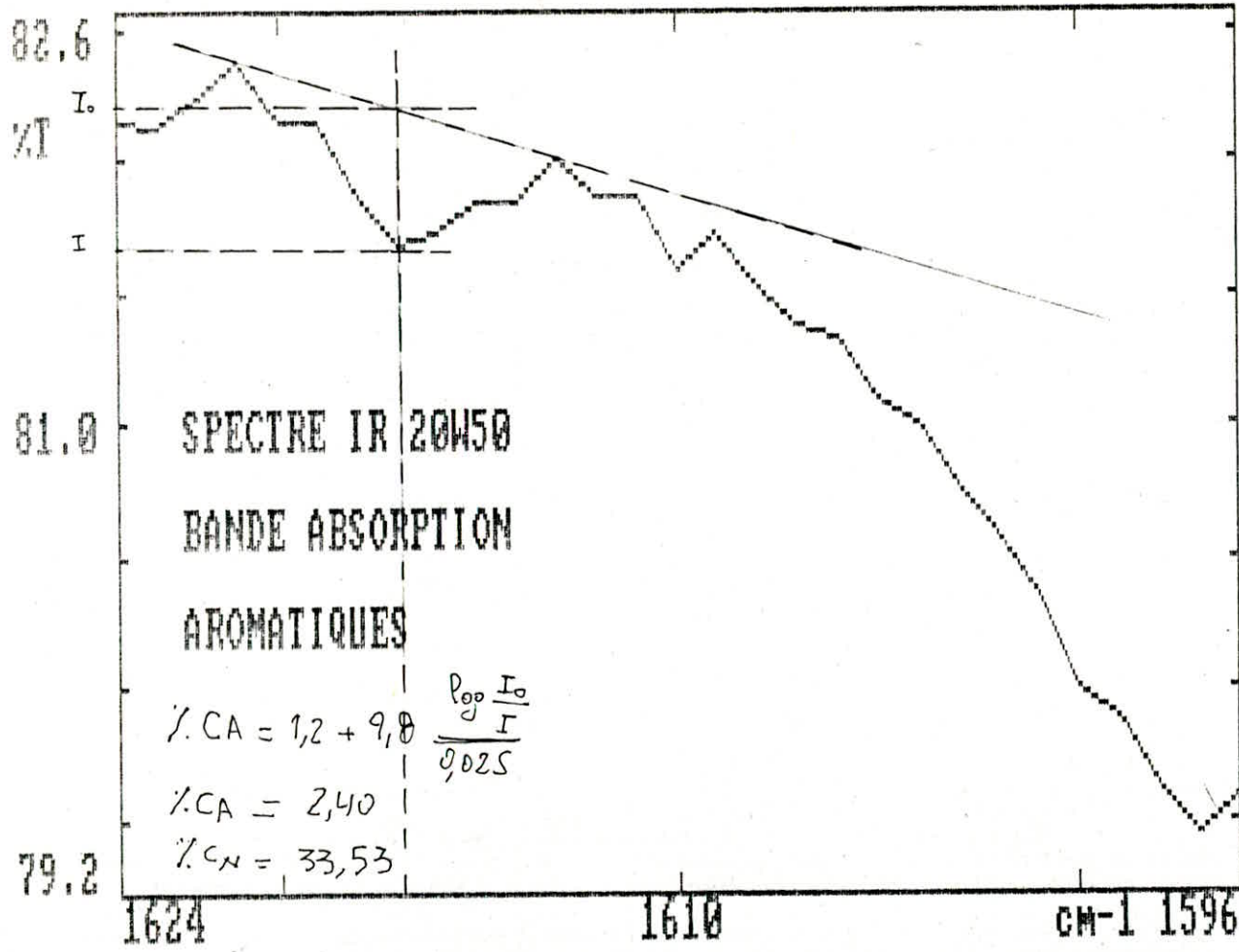
5) DISPLAY MODE



CURRENT AREA
REGENERATION DES HUILES USAGEES ENP ZAOURAR HUILE NEUVE

PRINTER STATUS
GRAPHICS DUMP

	20 LIBRARY MENU		4 MANIP- ULATE		6 DISPLAY		
--	--------------------	--	-------------------	--	-----------	--	--



CURRENT AREA
 REGENERATION
 DES HUILES
 USAGEES
 ENP
 ZAOURAR
 HUILE NEUVE

PRINTER STATUS
 GRAPHICS DUMP

LIBRARY MENU MANIPULATE DISPLAY

ABBREVIATION

ASTM: Normes établies par l'American Society of Testing
Materials.

SAE : Society of Automotive Engineers.

HME : Huiles Moteur Essence.

HMD : Huiles Moteur Dièsel.

IFP : Institut Français du Pétrole.

BERC: Boutlesville Energy Research Center.

PROP: Phillips Pétroleum Company.

KTI : Kinetic Technology Inc.

TAN : Total Acid Number.

TBN : Total Base Number.

PCS : Pouvoir Calorifique Supérieur.

V.O : Vase Ouvert.

BIBLIOGRAPHIE

- (1)- REVADE90,"Colloque international sur la récupération et la valorisation des déchets", 17 au 21 mars 1990 à Alger.
- (2)- L'EAU PURE,"Journée d'étude sur l'élimination des déchets et protection des eaux", N°90-91.1989.
- (3)- R.LEFEVRE,"Graissage et tribotechnique", Technip tome 1 1975.
- (4)- SCHILLING,"Les huiles pour moteurs et le graissage des moteurs", Technip tome 1 et 2, 1975.
- (5)- M.MOHAMEDI,"Conception d'un appareillage servant à l'étude de la régénération en régime semi-continu de l'huile minérale isolante par adsorption sur bentonite", mémoire de fin d'études, ENP 1988.
- (6)- SE.CHITOUR,"Raffinage du pétrole", OPU, tome 1 et 2, 1983.
- (7)- WUITHIER,"Raffinage et génie chimique", Technip, 1972.
- (8)- COMPTE RENDU,"Aspects technico-économiques de la régénération des huiles usées", Sonatrach, 14-15 décembre 1981 à Oran.
- (9)- SE.CHITOUR,"Chimie des surfaces", OPU, 1981.
- (10)- ETUDE,"Collecte et régénération des huiles usées", Sonatrach, mai 1980.
- (11)- D.DAOUDI,"Adsorption du procion rouge écarlate en milieu aqueux sur charbon actif", Mémoire de fin d'étude, USTHB 1988.
- (12)- J.GROFF,"ABC de graissage", Technip 1961.
- (13)- AFNOR,"Méthodes des essais pétroliers", Edition 1979.
- (14)- J.C GUIBET,"Carburants et moteurs", Technip, tome 1, 1987.
- (15)- M.AVRAM,"Spectroscopie infrarouge", Dunod, Edition 1970.

- (16) - B. GHEZALI, "Contribution à l'étude des huiles usagées en vue de leur régénération",
Mémoire de fin d'études, ENP 1987.
- (17) - X. NORMAND, "Leçon sommaires sur l'industrie du raffinage du pétrole", Technip tome 2, 1978.
- (18) - R. AVRILLON, "Etude de la purification de produits pétroliers lourds au moyen de résines adsorbantes",
Etude à l'IFP 1978.
- (19) - F. MOHELLEBI, "Contribution à l'étude de la bentonite de Mostaganem et échange des cations Cu^{++} et Zn^{++} ",
Thèse de magister à l'ENP 1983.
- (20) - A. BENDJAMA, "Etude des bentonites Algériennes, application à la décoloration des huiles minérales",
Thèse de magister à l'ENP 1981.
- (21) - MIRJANA. B. VOJINOVIC, "Examen de la décoloration adsorbé du distillat Fuselé léger avec le tuf par le procédé de contact", ICFS université de Novi Sad, novembre 1978.
- (22) - MAURICE PENTA, "Spectrométrie d'adsorption atomique",
Edition Masson, tome 1 et 2.
- (23) - C.E.C.A, "Carbonisation et charbons actifs",
24, rue Murillo Paris 8.

