

5/91

وزارة الجامعات  
Ministère aux Universitaires

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

25x

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

## PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CINETIQUE DE DETERIORATION  
DE L'HUILE MOTEUR SAE 20W50  
ET

ESSAI DE REGENERATION SUR KAOLIN

Proposé par :

r. S.E.CHITOUR

Etudié par :

B.BOUALI

Dirigé par :

Pr. S.E.CHITOUR  
Mme F.MOHELLEBI

PROMOTION : JUIN 91

وزارة الجامعات  
Ministère aux Universitaires

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

## PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CINETIQUE DE DETERIORATION  
DE L'HUILE MOTEUR SAE 20W50  
ET

ESSAI DE REGENERATION SUR KAOLIN

Proposé par :

r. S.E.CHITOUR

Etudié par :

B.BOUALI

Dirigé par :

Pr. S.E.CHITOUR  
Mme F.MOHELLEBI

PROMOTION : JUIN 91



*Ce travail fait partie d'un projet de recherche  
au sein du laboratoire de valorisation des énergies  
fossiles du département de Genie-chimique sous  
la direction du Professeur S.E. CHITOUR.*

# DEDICACES

- \_ A ma mere
- \_ A mon pere
- \_ A ma grande famille
- \_ A mourad et kamel

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

A TOUS CEUX QUI ME SONT CHERS

## Remerciements

Je tiens à exprimer mes remerciements et ma reconnaissance à Monsieur CHITOUR qui m'a dirigé, m'a éclairé de ses précieux conseils, m'a aidé et encouragé.

A Madame MOHELLEBI, j'exprime ma profonde gratitude 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

Madame HADDOUM

Monsieur YOUNSI

d'avoir accepté de faire partie du jury.

Je n'oublierai pas Madame et Monsieur KAISSERLI pour leur contribution à la mise en forme de ce document.

Enfin, que tous ceux qui m'ont aidé et soutenu trouvent ici un témoignage de ma reconnaissance.

Ministère aux Universités  
Ecole Nationale Polytechnique  
Departement Génie Chimique

Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles

Promoteur : Professeur S.E CHITOUR

Elève Ingenieur : BOUALI BACHIR

الموضوع : حركية تدهور زيت المحرك (SAE 20 W 50) ومحاولة  
التجديد بالكولين .

الملاحظ : في إطار إعادة استعمال زيت المحرك المستعمل ، هذا العمل يقدم  
مساهمة فعالة لدراسة تطور خصائص الزيت في المحرك ، كما أنه يساهم  
في دراسات تأثير الممرات على فعالية عملية التجديد مستعمل هذه المرة الكولين .  
لقد استعملنا عدة طرق تحليلية لتجديد خصائص تطور الزيت في المحرك  
وتقديم فعالية الممر المستعمل .

Sujet : Cinétique de détérioration de l'huile moteur SAE 20W50  
et essai de régénération sur Kaolin.

Resumé :

Dans le cadre de récupération des huiles moteur usagées, ce travail s'intéresse à l'étude de la détérioration de l'huile dans un moteur et vient contribuer à la série d'étude de l'effet de l'adsorbant (le kaolin) sur l'efficacité des traitements de régénération.

Différentes méthodes d'analyse ont été utilisées pour caractériser l'évolution de l'huile et pour apprécier l'efficacité de l'adsorbant utilisé.

Subject : Kinetic deterioration of the engine oil SAE 20W50 and using Kaolin for regeneration.

Abstract :

The topic of this work is first, to study the oil's kinetic deterioration in the engine and the effects of several adsorbants on the efficiency of the regenerated oil during the recovering operations.

Several methods are involved to characterise the oil's evolution and the adsorbant's efficiency.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

PARTIE THEORIQUE

chap I : GENERALITES SUR LES LUBRIFIANTS ..... 8

    1 - Définition ..... 8

    2- Fonctions essentielles des lubrifiants ..... 8

    3- Classifications des lubrifiants ..... 8

        3.1 - les autres lubrifiants ..... 8

            3.1.1 - origine animale

            3.1.2 - origine vegetale

            3.1.3 - origine minérale

        3.2 - les lubrifiants artificiels ..... 9

            3.2.1 - les graisses

            3.2.2 - huiles et liquides speciaux

            3.2.3 - produits de synthèses

chap II : HUILES MOTEURS ..... 11

    1 - composition des huiles moteurs ..... 11

    2 - huile de base ..... 11

        2.1 - tendances chimiques des huiles ..... 12

            2.1.1 - tendances paraffinique

            2.1.2 - tendance naphtenique

            2.1.3 - tendance aromatique

    3 - les additifs ..... 13

        3.1 - définitions ..... 13

        3.2 - les principaux types d'additifs ..... 14

    4 - Proprietés des huiles moteurs ..... 15

<u>chap III - LES HUILES USAGEES</u> .....	16
1 - contamination d'une huile moteur .....	16
2 - contaminants d'une huile moteur .....	16
2.1 - les composés volatils .....	16
2.2 - les composés solubles dans l'huile .....	16
2.3 - les produits insolubles dans les huiles .....	16
3 - Caractéristiques des huiles usagées .....	17
<u>chap IV - VALORISATION DES HUILES USAGEES</u> .....	19
1 - Interet de la recuperation des huiles usagées .....	19
2 - recyclage des huiles usagées .....	19
2.1 - utilisation comme combustible .....	19
2.2 - regeneration .....	20
3 - regeneration des huiles usagées .....	20
3.1 - principales étapes des procédés de reraffinage .....	20
3.2 - les différents procédés de régénération .....	21
3.2.1 - procédé acide-terre	
3.2.2 - procédé I.F.P	
3.2.3 - procédé MATTHYS-GARAP	
3.2.4 - procédé K.T.I	
3.2.5 - procédé P.R.O.P	
3.2.6 - procédé B.E.R.C	

PARTIE EXPERIMENTALE

<u>Chap V : CINETIQUE DE DETERIORATION DE L'HUILE</u> .....	25
1 - Collecte des échantillons .....	25
2 - Analyses physico-chimiques .....	26
2-1. Présentation des analyses physico-chimiques .	26
2-2. Resultats .....	30
2-3. Commentaires .....	33
3 - Composition de l'huile neuve .....	35
4 - Determination des équations caractérisants l'évolution de l'huile .....	36
5 - Analyse des échantillons par spectrometrie infra-rouge	

<u>Chap IV : ESSAI DE REGENERATION</u> .....	44
1 - Collecte de l'huile usagée .....	44
2 - Analyse physico-chimique de l'huile usagée .....	45
3 - Traitement de l'huile usagée .....	46
3-1. Melange de l'huile usagée avec du toluène ...	46
3-2. Distillation atmosphérique .....	47
3-3. Traitement à la terre .....	49
3-3-1. Presentation du Kaolin	
3-3-2. Traitement au Kaolin non activé	
3-3-3. Traitement au Kaolin activé	
4 - Commentaire .....	54
5 - Analyse par spectrometrie infra-rouge .....	55
* Conclusion générale .....	58
* Annexe	
* Bibliographie	

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

# INTRODUCTION

## INTRODUCTION :

En 1990, la consommation nationale de lubrifiants était, de l'ordre de 160.000 Tonnes dont 155.000 pour moteur .

Le taux de croissance de cette consommation est estimé à 4% par an. [1]

Cette demande est devenue assez importante pour mériter une réflexion. La mise en oeuvre d'un programme d'action tenant à la récupération du gisement que constituent les huiles usagées est nécessaire.

L'exploitation de ce "gisement" permet :

— D'une part, de stopper la dégradation de l'environnement qui chaque année reçoit, entre autres éléments polluants, les 80% environ des lubrifiants utilisés par le consommateur contribuant ainsi, de façon progressive à la destruction de la faune et de la flore.

— D'autre part, de préserver les ressources du pays notamment, préoccupation devenue majeure pour tous les pays qui ressentent le poids de la crise économique.

Ces huiles usagées contiennent en quantités variables de l'eau, du carburant, des particules de carbone, des métaux, des additifs dégradés...

Ces différents contaminants sont, soit produits au cours du fonctionnement normal du moteur (carburant, usure, oxydation, corrosion, dégradation thermique), soit introduits au cours de la collecte.

Le recyclage de l'huile usagée peut se concevoir selon deux grands moyens :

— Utilisation comme combustible : en tant que tel ou en mélange avec du fuel lourd. Mais cette utilisation peut être dangereuse du fait de la présence de métaux lourds et du dégagement de gaz nocive.

— Régénération.

La régénération consiste à éliminer tous les contaminants de l'huile usagée et de lui donner ses spécifications d'origine. Différents moyens physiques et chimiques sont mis en oeuvre pour réaliser cette opération.

Les procédés de régénération sont nombreux, ils se différencient les uns des autres par les moyens mis en oeuvre pour l'élimination des impuretés contenus dans l'huile usagée.

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

Dans ce cadre, ce présent travail s'intéresse, dans une première phase, à l'étude de la cinétique de détérioration de l'huile dans un moteur, en suivant l'évolution des caractéristiques de l'huile par différentes analyses physico-chimiques.

Dans une deuxième phase, nous avons effectué un essai de régénération sur le kaolin dans le but de tester ces capacités sorptionnelles.

**PARTIE  
THEORIQUE**

## GENERALITES SUR LES LUBRIFIANTS

### 1 - Définition :

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

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

- des lubrifiants solides : graphites, alliage antifricition
- des lubrifiants plastiques et pâteux : savon, verre fondu.
- des lubrifiants liquides : azote liquide, eau.
- des lubrifiants gazeux : air, Helium.

### 2 - Fonctions essentielles des lubrifiants :

Aucun véhicule automobile, aucun navire, aucun avion, pour ne citer que ceux-là, ne saurait être conçu ni fonctionner d'une manière économique et durable sans l'aide de la lubrification.

Les lubrifiants sont des "organes " vitaux de toutes les machines, aussi indispensables que les pièces qui les constituent.[2]

Les différentes fonctions demandées à un lubrifiant sont :

- la réduction des pertes d'énergie mécanique des machines.
- la réduction de l'usure des organes frottants.
- la protection des organes frottants contre la corrosion.
- l'évacuation de la chaleur
- l'accroissement de l'étanchéité
- l'évacuation des impuretés

### 3 - Classification des lubrifiants :

On distingue les lubrifiants naturels et les lubrifiants artificiels. Ils se présentent sous différentes états : solide, liquide, pâteux, concret, fusible ou gazeux.

#### 3.1 - Les lubrifiants naturels :

Ils peuvent être d'origine animale, végétale ou minérale.

##### 3.1.1 - origine animale :

On peut citer :

\* l'huile de lard qui est utilisée comme compound dans les huiles à cylindres et les huiles de coupe pour le travail des métaux.

\* la lanoline (huile de laine) : qui ressemble à la vaséline, elle est utilisée dans les huiles anti-rouille.

\* la cire d'abeille : qui est utilisée dans les graisses à roulement et dans les préparations anti-rouille.

### 3.1.2 - Origine végétale :

On peut citer :

\* la résine et la colophane fondues qui servent à faire des graisses pour des outils agricoles, des huiles isolantes épaisses, des lubrifiants adhérents pour engrenage.

\* les huiles siccatives comme celle de lin sont à proscrire en matière de graissage et ce en raison de leur épauissement à l'air par oxydation.

\* les huiles semi-siccatives qui s'épaissent seulement par soufflage d'air chaud et assez peu à l'air libre, en pellicule minces. Non acides, elles servent d'enduit d'anti-rouille.

\* les huiles non-siccatives conviennent le mieux, notamment l'huile de ricin, elles servent pour la fabrication des huiles solubles pour le travail des métaux.

### 3.1.3 - Origine minérale

On cite :

\* le talc, par suite de son onctuosité est parfois incorporé à des graisses pour concasseurs.

\* les huiles de goudron de lignite sont des produits de remplacement pour le graissage.

\* 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 des nombreuses compositions de lubrifiants artificiels.

\* l'eau est en outre, le seul lubrifiant utilisable dans les compresseurs à oxygène car ce gaz étant en excès, entraîne l'auto-inflammation quasi instantanée des huiles de pétrole.

## 3.2 - Les autres lubrifiants :

### 3.2.1 - huiles et liquides spéciaux :

Ce sont les huiles dites "compounds" c'est à dire des mélanges de deux ou plusieurs huiles tel que :

\* les huiles à broches : ce sont des mélanges d'huiles fluides de pétrole, dites "spindle", avec des huiles fixes, telles que l'huile d'olive, l'oleïne.

\* les huiles de trempe : mélange de spindle et de l'huile de colza.

\* les liquides incongelables : ce sont des liquides spéciaux pour freins et amortisseurs hydrauliques.

Ils renferment de 40 à 80% d'huile de ricin et des alcools.

### 3.2.2 - Les graisses :

Une graisse est un produit de consistance semi-fluide à solide, obtenu par dispersion d'un agent épaississant (ou gélifiant) insoluble dans un liquide lubrifiant, et comportant généralement des produits d'addition.

Elle constitue une classe importante de lubrifiants artificiels, tel que :

- \* les graisses à roulements
- \* les graisses à engrenages
- \* les graisses à la résine avec graphite en paillettes pour joint

### 3.2.3 - Produits de synthèses :

On peut distinguer :

\* les huiles de synthèse proprement dites ou huile de complément tel que : huiles de synthèse de "Fischer-Tropsch" et les huiles obtenues par hydrogénation des fractions non saturées ou oléfiniques.

\* les additifs : ce sont des produits complexes mélangés avec des huiles, même en faibles quantités, modifient profondément le comportement des huiles.

On cite : les Arochers qui améliorent les résistances mécaniques des films lubrifiants et les silicones qui procurent aux huiles moteurs un comportement anti-moussant.

## LES HUILES MOTEURS

### 1 - Composition des huiles moteurs :

La composition d'une huile moteur varie suivant les caractéristiques recommandées et les spécifications exigées.

Les huiles modernes pour moteurs sont composées :

- d'une ou plusieurs huiles de base obtenues par raffinage des fractions lubrifiantes tirées dans la majorité des cas des pétroles bruts.
- de produits chimiques complexes appelés additifs ou dopes, dont la teneur globale est comprise entre 2 et 20% selon le type d'huile.

Lorsque le choix d'une ou plusieurs huiles de base est à effectuer, une solution de compromis est recherchée entre la viscosité de l'huile finie à obtenir, la nature chimique recherchée et les additifs utilisés.

### 2 - Huile de base :

En général, les huiles de base sont extraites des pétroles bruts par des opérations de distillation et de raffinage. Selon leur viscosité, les fractions lubrifiantes sont appelées "distillat léger", "distillat moyen", ou "distillat lourd".

Les caractéristiques usuelles de ces fractions (densités, viscosité, point éclair etc...) dépendent de l'intervalle de distillation.

Les fractions lubrifiantes sont ensuite transformées en huiles de base proprement dite par des traitements successifs destinés à en retirer les constituants indésirables.

Différents types de procédés de traitement sont mis en oeuvre suivant la nécessité :

- le traitement à l'acide sulfurique.
- les traitements aux solvants.
- les traitements de déparaffinage.
- les traitements de neutralisation et de décoloration avec des terres spéciales :

- \* par percolation.
- \* par contact.

## 2.1 - Tendances chimiques des huiles :

Suivant l'origine géographique du brut et des traitements effectués en raffinage, on obtient des huiles de base qui correspondent à l'une des trois principales tendances chimiques :

- \* paraffinique
- \* naphtenique
- \* aromatique

### 2.1.1 - La tendance 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 quantité appréciable dans les fractions lubrifiantes des bruts paraffinique.

Les paraffines à chaîne droite de poids moléculaire élevés augmentent la température de congélation des huiles et doivent être retirés par deparaffinage.

Cette famille est caractérisée par :

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

### 2.1.2 - La tendance naphténiqne :

Elle est composée d'hydrocarbures saturés cycliques ou polycycliques. Les arrangements moléculaires sont très complexes.

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

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

- \* une densité relativement élevée pour une viscosité donnée.

- \* des variations assez rapides de viscosité en fonction de la température.
- \* une plus grande volatilité que la fraction paraffinique correspondante de même viscosité.
- \* un pouvoir solvant relativement élevé.

### 2.1.3 - La tendance aromatique :

Il s'agit de composés non saturés ayant un ou plusieurs cycles aromatiques condensés ou non, sur lesquels sont fixés une ou plusieurs chaînes latérales.

Les caractéristiques physiques et chimiques de cette famille sont :

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

## 3 - Les additifs :

### 3.1 - définition

La création des additifs ou dopes résulte du fait que les huiles minérales pures ne répondent que d'une manière imparfaite aux exigences de graissage.

Les additifs sont des produits complexes qui peuvent, même en quantités très faibles, modifier profondément le comportement physique des huiles.

La réaction ou "la réponse" d'un additif avec l'huile de base, du point de vue performance désirée, dépend :

- \* de la composition et la quantité de l'additif.
- \* du type et de la nature prépondérante de l'huile de base.
- \* du moteur : son type, ses antécédents de service, son état mécanique, les conditions de service.

### 3.2 - Les principaux types d'additifs :

Nombreux sont les additifs présents dans l'huile . Les principaux types d'additifs sont :

A / Les additifs de fluorescence et de couleur :

Les traitements que subissent les huiles diminuent de leurs couleurs naturelles.

Ceci a une importance sur le plan commercial.

En effet, les additifs de fluorescence synthétique sont utilisables pour conférer aux huiles l'apparence des bases de "Pennsylvannie" qui ont un indice de viscosité élevée.

Un ajout de colorants permet de masquer des couleurs indésirables et faciliter le repérage des huiles.

B / Les additifs améliorants du point de congélation :

L'abaissement du point de congélation est obtenu par l'addition des composés à grosses molécules, ces dernières venant "gener" le développement des cristaux de paraffines dans l'huile.

Les additifs utilisés sont :

- les produits de condensation d'un hydrocarbure paraffinique chloré.
- les produits de condensation du tétraparaffinephénol.
- les polyméthacrylates.

C / Les additifs améliorants d'indice de viscosité :

L'huile est soumise à des écarts de température de l'ordre de 200°C. La tendance est donc d'utiliser des huiles dont les variations de viscosité avec la température soient aussi réduites que possible.

Les additifs d'indice de viscosité les plus efficaces sont des polymères linéaires tels que les polybutènes, les polyacrylates et les alcoylstyrènes.

D / Les additifs détergents-dispersifs :  
~~~~~

L'ajout de ce type d'additifs permet de limiter les conséquences de la pollution par des produits issues de la combustion et de l'oxydation du lubrifiant.

Grâce à ces additifs, le gommage de la segmentation et le dépôt de carbones sont évités.

Les additifs les plus utilisés sont les sulfonates, les alcoylphosphates, les sels d'acides carboxyliques.

E / Les additifs anti-oxydants et anti-corrosifs :  
~~~~~

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

Ils sont en général polyfonctionnels et assurent en plus la protection contre la corrosion.

Il est fait le plus souvent appel aux dialkyldiothiophosphate de zinc qui agissent également comme passivant des métaux et agents anti-usure.

F / Les additifs anti-mousse :  
~~~~~

Un additif anti-mousse agit en modifiant soit la quantité, soit la stabilité de mousse ou encore les deux à la fois.

Les composés à base de silicone sont des additifs anti-mousse les plus employés.

**4 - Propriétés des huiles moteurs :**

Les huiles moteurs doivent répondre aux exigences d'une ou plusieurs spécifications militaires ou civiles, ou encore à une certaine désignations de la classification API/SAE/ASTM .

Les propriétés demandées aux huiles moteurs :

- résistance à l'oxydation.
- détergence ou dispersivité.
- faible formation de dépôts de carbone ou "calamine".
- action anti-usure.
- facilité de démarrage et rapidité de mise en action.

## LES HUILES USAGEES

### 1 - Contamination d'une huile moteur :

Au cours de son service dans un moteur, les caractéristiques et les propriétés d'une huile de graissage subissent inévitablement des modifications dans l'évolution peut avoir sous plus ou moins bref délai, une action sur le bon fonctionnement et la longévité du moteur [3].

Ainsi, il ya une production de calamine et de sédiments qui se déposent sur la surface interne du moteur. Ceci peut être la cause de la détérioration de certaines pièces du moteur et le bouchage des passages étroits du circuit du lubrifiant.

L'huile s'oxyde, d'où une formation de produits acides qui corrodent le métal. Son indice de viscosité diminue à cause de la formation de gommes et d'asphaltènes, et, les additifs se dégradent ne remplissant plus ainsi leurs fonctions désirées.

### 2 - Contaminants d'une huile moteur :

Les contaminants d'une huile moteur peuvent être classés en trois catégories :

- les produits volatils
- les composés solubles dans l'huile
- les produits insolubles dans l'huile

#### 2.1 - Les composés volatiles :

Essentiellement de l'eau et des carburants. L'eau provient de la condensation à l'intérieur du moteur, de fuite de joints, de la "respiration" du carter.

Tandis que les carburants s'introduisent par l'effet de dilution.

#### 2.2 - Les composés solubles dans l'huile :

Les corps formés par oxydation, les résines, les asphaltènes, les anti-gels et les savons métalliques sont des produits solubles dans l'huile.

L'efficacité d'un procédé de régénération dépend dans une large mesure de la manière dont ces corps solubles sont retirés.

#### 2.3 - Les produits insolubles dans les huiles :

Ceux sont des particules de carbone de dimensions inférieure à un micron, maintenues en suspension par des détergents actifs présents dans l'huile.

Ce sont aussi des poussières atmosphériques, de débris de métaux, des oxydes métalliques. Le retrait de ces produits compliquent les opérations de régénération.

### **3 - Caractéristiques des huiles usagées :**

La composition moyenne des huiles usagées au moment de la vidange des moteurs n'est pas exactement représentative de celle des huiles effectivement ramassées en vue de leur régénération, du fait de mélange incontrôlables avec des huiles de diverses provenances ( de boîtes de vitesse, pont arrière et d'autres mécanismes ) et aussi de pollution accidentelle.

L'analyse d'une huile usagée moteur montre qu'elle ne renferme tout ou plus que 15 à 20% d'impuretés, ce qui fait qu'à certains égards, il est effectivement possible de la considérer comme "un pétrole brut" très riche en huile lubrifiante. [3]

Les caractéristiques principales d'huiles usagées de divers origines, ainsi que des huiles utilisées dans notre pays sont présentées dans les deux tableaux suivants :

| Grade S.A.E                  | 20W50 | 10W    | 20W   | 30    | 40    | 50    |     |
|------------------------------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-----|
| Densité à 15°C               | 0,895 | 0,870  | 0,890 | 0,890 | 0,890 | 0,890 |     |
| Viscosité (cst)              | 40°C  | 137    | 40,6  | 77    | 132   | 175   | 245 |
|                              | 100°C | 18,0   | 5,7   | 8,8   | 12,5  | 15,3  | 19  |
| Indice de Viscosité          | 156   | 95 min | 95    | 95    | 95    | 95    |     |
| Viscosité ENGLER (°E) à 50°C | 10,7  | 3,38   | 5,7   | 9,35  | 12    | 16,4  |     |
| Point éclair Vase ouvert(°C) | 232   | 190    | 210   | 221   | 238   | 238   |     |
| Point d'écoulement(°C)       | -32   | -29    | -29   | -18   | -15   | -12   |     |
| Cendres Sulfatées (% Pds)    | 0,9   | 0,85   | 0,85  | 0,85  | 0,85  | 0,85  |     |
| T.B.N (mg KOH/g)             | 5,5   | 6,2    | 6,2   | 6,2   | 6,2   | 6,2   |     |

**Tableau n°1 : Caractéristiques des différents types d'huiles usagées (en Algérie)**

| Caractéristiques            | France | Italie<br>(1976) | URSS  | REP.<br>Afr.sud | Yougo-<br>slavie | Pologne | Maroc |
|-----------------------------|--------|------------------|-------|-----------------|------------------|---------|-------|
| Densité                     | 0,896  | 0,898            | 0,898 | 0,892           | 0,897            | 0,892   |       |
| Viscosité<br>à 98,9°C       | 11,14  | 11,27            | 10,40 | 8,76            | 10,75            | 6,90    | 12,6  |
| Indice<br>viscosité         | 122    | 120              | 100   | 123             | 102              | 104,5   | 117   |
| Pt Congé-<br>-lation °C     | -39    | -33              | -30   | -39             | -24              | -45     | -33   |
| Pt éclair<br>Vase ouvert    | 202    | 196              | 214   | 168             | 232              | 146     | 206   |
| Carbone Con-<br>radson %pds | 1,65   | 2,10             | 1,10  | 1,50            | 2,15             | 1,00    | 2,00  |
| Cendres<br>(%pds)           | 0,95   | 1,19             | 0,42  | 0,98            | 1,30             | 0,28    | 1,04  |
| Indice<br>acide total       | 4,30   | 4,20             | 0,90  | 2,20            | 3,90             | 1,25    | 2,45  |
| Observation                 | (*)    | (*)              | (*)   | eau<br>3 %      | eau<br>0,10 %    | (*)     | (*)   |

**Tableau n°2: Caractéristiques physio-chimiques des huiles  
usagées d'origine divers [4]**

(\*) : Deshydratée

## VALORISATION DES HUILES USAGÉES

La mise en oeuvre d'un processus de récupération et de recyclage des huiles usagées devient une nécessité, vue la crise de l'énergie, la consommation croissante en lubrifiants, ainsi que la source de la pollution que constituent ces huiles usagées.

### 1 - Intérêt de la récupération des huiles usagées :

Les rejets des huiles usagées sont :

- une source de pollution dangereuse pour la santé puisque l'huile rejetée nuit à l'oxygénation du sol et des eaux, et présente un caractère toxique pour la faune et la flore.
- une atteinte à l'esthétique de notre environnement.
- une ressource à exploiter : une tonne d'huile usagée régénérée permet d'obtenir 0,7 tonne d'huile de base.[1]

### 2 - Recyclage des huiles usagées :

Les huiles usagées peuvent être recyclées suivant deux voies :

- utilisation comme combustible.
- régénération.

#### 2.1 Utilisation comme combustible :

Une huile usagée peut être utilisée, en tant que tel ou en mélange avec du fuel lourd, comme combustible du fait de son pouvoir calorifique.

Mais cette utilisation est dangereuse et nocive. Ainsi, par exemple, les huiles telles que celles utilisées pour lubrifier les transformateurs dégagent en cas de présence de P.C.B ( polychlorobiphényles ), à une température voisinant les 400°C, un agent extrêmement toxique et violent appelé dioxine.

En fait, si le brûlage de l'huile usagée permet de protéger les sols et les eaux, il ne fait en réalité que rejeter la pollution dans l'atmosphère.

Un prétraitement de l'huile usagée est nécessaire pour atténuer ces risques. Il consiste en une décantation, une déshydratation, filtration et parfois même une distillation. Ce prétraitement aussi important est très proche de celui de la régénération de l'huile usagée en une huile de base.

## 2.2 Régénération :

La régénération consiste à une production à partir d'une charge d'huile usagées de qualité déterminée, par des procédés bien spécifiques, d'une ou plusieurs huiles de base.

Les lubrifiants ne sont pas régénérables si leurs propriétés sont altérées profondément.

Principalement, sont considérées comme régénérables les huiles moteurs (essence-diesel) et les huiles de transmission à l'exclusion des spécialités automobiles, des huiles industrielles et des graisses.

Une huile usagée régénérable doit présenter certaines caractéristiques facilitant son traitement et pouvant donner le meilleur rendement possibles. C'est pourquoi, les huiles usagées ne devraient pas contenir :

- les fuels, qui perturbent le point d'écoulement et diminuent le niveau éclair.
- les solvants chlorés, qui corrodent notamment la colonne de distillation de l'unité de re-raffinage, et surtout peuvent générer des composés gazeux de haute toxicité.
- l'eau dont l'excès diminue le rendement à la régénération.
- les acides gras et les huiles synthétiques qui empêchent la décantation acide. [1]

Ainsi, seul un organisme qualifié pourra distinguer les huiles régénérables de celles qui ne le sont pas.

C'est pour cela que la collecte des huiles usagées doit être effectuée sous le contrôle de l'organisme régénérateur.

Du point de vue qualitatif, il est admis que les huiles régénérées correctement présentent non seulement les mêmes caractéristiques que les huiles neuves mais aussi une meilleure stabilité à l'oxydation.

Les huiles régénérées sont utilisées telles quelles ou en mélange avec des huiles de base provenant directement de la raffinerie, après un ajout convenable, dans un cas comme dans l'autre, de divers additifs appropriés.

## 3 - Régénération des huiles usagées :

### 3.1 Principales étapes des procédés de reraffinage : [5]

En vue de leur régénération, les huiles usagées peuvent subir, suivant le choix du procédé, différents traitements.

Les principales étapes des procédés du reraffinage sont :

- decantation et filtration grossière (eau et corps étrangers).
- deshydratation et élimination d'hydrocarbures légers (essence).
- separation physique ou physico-chimique de matières solides en suspension par floculation des additifs détergents-dispersants (traitement au solvant ou thermique ou à l'acide sulfurique).
- separation physico-chimique ou chimique pour retirer du milieu les composés solubles oxydés (acide sulfurique, hydrogeneration).
- separation en coupes de viscosité recherchée et traitement de finition complet ou partiel.

### 3.2 - Les différents procédés de regeneration :

Le procédé acide-terre est le plus vieux et le plus simple.

Mais les boues acides résultantes posent de sérieux problèmes à l'environnement.

De nouveaux procédés ont été mis au point qui génèrent des quantités réduites ou évitent même la production de boues acides.

Les principaux procédés de régénération sont :

- a/ Procédé Acide-terre
- b/ " I.F.P.
- c/ " Matthys-Garap
- d/ " B.E.R.C.
- e/ " K.T.I.
- f/ " P.R.O.P.

#### 3.2.1 - Procédé Acide-terre : [12]

L'élimination des contaminants est réalisée au moyen d'une précipitation acide.

L'huile usagée et 4% environ en volume d'acide sulfurique à 98% sont mélangés dans bac de décantation à fond conique.

Cette opération est effectuée à 40°C et conduit à la floculation des suspensions carbonées ainsi qu'à la sulfuration des produits oxydés. Les boues acides qui en résultent sont précipitées dans le fond du bac.

L'huile épurée fait ensuite l'objet d'autres traitements qui permettent de réduire les teneurs en métaux provenant des additifs et de l'usure du moteur.

Après ces traitements, une neutralisation des particules acides (sulfonique, acide sulfurique) contenues dans l'huile épurée est nécessaire, le plus souvent on utilise la chaux ou la soude.

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

L'huile est malaxée avec 1 à 10% de terre activée à une température se situant entre 80 et 100°C suivant un temps de contact de l'ordre de 15 à 20mn.

Par suite, on procède à la filtration à l'aide d'un filtre presse.

### 3.2.2 - Procédé I.F.P : [7]

~~~~~

Le procédé I.F.P comporte 4 étapes principales :

a/ Une deshydratation et l'élimination des volatils dans un ballon de FLASCH : l'eau présente à des concentrations variables (0,5 à 5%) est éliminée en même temps que des polluants volatils de types phenols et d'autres dérivés d'additifs.

b/ Une purification physique profonde : une purification physique poussée est effectuée en utilisant la clarification au propane ou l'ultrafiltration en présence de diluant.

La séparation des impuretés se fait sans l'élimination d'hydrocarbures autres que ceux qui se trouvent combinés dans le résidu asphaltiques.

c/ Un raffinage : un raffinage léger est nécessaire pour éliminer des composés solubles d'oxydation et des dérivés de composés autres que les hydrocarbures qui n'ont pas été éliminés par le propane ou les membranes.

Cette étape peut consister en :

- \* une acidification légère
- \* une hydrogénation catalytique peu sévère
- \* une adsorption sélective sur résine polymérique

d/ Un traitement de finition : l'addition de terre permet d'adsorber les fines particules restants en suspension.

Ce traitement de finition peut être considéré comme moyen d'ajuster la couleur, le carbone Conradson, l'indice d'acide.

### 3.2.3 - Procédé Matthys-Garap : [6]

~~~~~

Ce procédé est une variante du procédé acide. Il combine la distillation à la précipitation acide, en vue d'une part de permettre un traitement continu des huiles et d'autre part, de diminuer considérablement le volume des boues.

Les différentes étapes du procédé sont :

- la séparation des particules solides par une décantation
- l'élimination de l'eau et des volatils par une distillation atmosphérique (jusqu'à 180°C)
- la distillation fractionnée sous-vide (jusqu'à 340-360°C)
- le traitement acide des différentes fractions : les fractions épurées et les boues acides sont séparées par centrifugation.
- le traitement de finition où on utilise de la terre activée.

### 3.2.4 - Procédé K.T.I (kinetics technology international) : [6]

Contrairement aux autres procédés, K.T.I n'effectue pas un traitement à la terre.

Ainsi, les boues acides et les boues huileuses ne sont pas générées.

Les principales étapes du procédé sont :

- Deshydratation et l'élimination des volatils par une distillation atmosphérique.
- Un stripping sous vide pour une production de gas-oil.
- Une distillation sous vide pour retirer la fraction lubrifiante.
- Une hydrogénation de la fraction lubrifiante.
- Une distillation fractionnée pour soutirer l'huile de base.

### 3.2.5 - Procédé P.R.O.P (phillips petroleum compagny) : [6]

P.R.O.P présente un procédé où l'huile régénérée possède des qualités élevées égales à celles de l'huile vierge, mais le coût de production est élevé.

Le procédé comporte les étapes suivantes :

- Précipitation des contaminants par une solution aqueuse de sulfate d'ammonium ou bisulfate d'ammonium, à une température allant de 160°C à 220°C sous une pression élevée.
- Séparation de l'huile et des produits de réaction
- Élimination des composés métalliques par un contact avec un adsorbant.

- Un traitement de finition comportant une hydrogénation de l'huile épurée.

3.2.6 -Procédé B.E.R.C (Bartles ville energy reserch center):[61]

La particularité de ce procédé consiste en une utilisation de solvant qui précipite les contaminants de l'huile usagée.

Ce procédé comporte :

- Une deshydratation grace à une distillation atmosphérique
- Une distillation sous vide où sont éliminés les hydrocarbures ayant un point d'ébullition inférieur à 345°C.
- Un traitement aux solvants
- Une élimination de boues
- Une récupération des solvants
- Une distillation fractionnée
- Un traitement de finition par une hydrogenation ou à la terre activée.

**PARTIE  
EXPERIMENTALE**

## CHAPITRE V

### 1 - COLLECTE DES ECHANTILLONS :

Pour étudier la cinétique de détérioration des huiles moteur, nous avons prélevé, à différents kilométrages, des échantillons d'huile provenant d'un moteur d'un même véhicule.

Un échantillon d'huile neuve provenant d'une même origine que celle de l'huile mise au moteur a été recueilli.

Les échantillons de 150ml environ, ont été recueillis dans des erlens propres recouverts de plastique noir opaque les protégeants ainsi contre toute éventuelle oxydation par la lumière.

Une conversation a lieu avec le conducteur du véhicule suivant un questionnaire pré-établie concernant "l'historique" du traitement de l'huile prélevée (mode de conduite, état du moteur, régime). (annexe n°1 ).

| Echantillon      | huile neuve | HE1 | HE2 | HE3 | HE4 | HE5 |
|------------------|-------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| Kilométrage (km) | 0           | 242 | 432 | 638 | 827 | 911 |

Tableau n°1.

\* Prélèvement des échantillons \*

## 2 - ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE ET COMMENTAIRE :

### 2-1. Présentation des analyses physico-chimiques :

Cette analyse consiste en la détermination des caractéristiques principales de l'huile neuve et des huiles usagées à différents kilométrages.

Ces caractéristiques nous permettent de suivre l'évolution de l'huile dans le moteur et d'en déterminer la cinétique de détérioration, ainsi que d'évaluer l'efficacité du processus de régénération.

Pour mieux situer l'importance de ces paramètres, il y a lieu peut être d'en donner leurs définitions, voire leur impact dans une huile lubrifiante.

#### — Densité : ~~~~~

La densité d'une substance à une température donnée, est le rapport de la masse d'un certain volume d'échantillon à celle du même volume d'eau à une température standard (°4c). [2]

La densité est une caractéristique d'identification du lubrifiant. Sa détermination nous permet de connaître le degré de contamination de l'huile.

Dans notre étude, elle ne peut prendre de signification que complétée par d'autre test.

Cette propriété a été déterminée par l'emploi de densimètres.

Ces derniers sont des flotteurs en verre, testés par des petites billes de plomb et portant une tige graduée. La densité est lue directement au point d'émergence de cette tige.

#### — Viscosité : ~~~~~

La viscosité est une grandeur physique qui mesure la résistance due au frottement des molécules qui glissent l'une contre l'autre.

On distingue :

\* La viscosité dynamique ou absolue exprimée en général en Poises ou en centipoises.

\* La viscosité cinématique qui est le rapport de la viscosité absolue à la densité mesurée à la même température. Elle s'exprime en stocks ou centistocks.

Pour les huiles de graissage la viscosité est une spécification de première ordre puisqu'elle conditionne les qualités requises pour la lubrification.

La détermination de la viscosité cinématique est effectuée à l'aide de viscosimètre empirique ( du type UBBELHODE ) par mesure du temps d'écoulement du produit entre les deux traits repérés d'un tube capillaire calibré.

La valeur en centistokes de la viscosité est  $V=ct$  , où c est la constante du calibrage.

— Indice de viscosité :  
~~~~~

L'indice de viscosité caractérise le comportement viscosité-température des huiles par une seule valeur.

Dean et Davis ont imaginé de se référer à 2 gammes d'huile d'étalons :

\* La gamme de type paraffinique provenant d'un brut de Pennsylvannie et ayant un bon comportement viscosité-température a, par définition , un indice de viscosité de 100.

\* La gamme de type naphténique provenant d'un brut du Goolf-coast, ayant un mauvais comportement viscosité-température a, par définition, un indice de 0.

L'indice de viscosité est calculé, en se rapportant à 2 températures déterminés (40°C et 100°C) tel que :

# Pour des huiles d'indice de viscosité < 100 :

L'huile à analyser et chacune des 2 huiles etalons possèdent à 100°C une meme viscosité V .

A 40°C chacune des 3 huiles ont des viscosités différentes :

- l'huile d'indice 100 a une viscosité H
- l'huile d'indice 0 a une viscosité L
- l'huile à analyser a une viscosité U et a par définition l'indice de viscosité :

$$VI = \frac{L - U}{L - H} \cdot 100$$

$$L - H$$

Pour des indices supérieurs à 100 l'A.S.T.M a proposé un nouveau mode de calcul de l'indice de viscosité :

$$VI = \frac{(\text{autilog } N) - 1 + 100}{0,00715} \quad (\text{autilog } N = 10^N)$$

avec N puissance à attribuer à la viscosité à 100°C de l'huile à analyser pour être égale au rapport H/U :

$$V_{100^\circ\text{C}} = H / U$$

ou encore 
$$N = \frac{\log H - \log U}{\log V_{100^\circ\text{C}}}$$

les valeurs de L et H sont tabulées.

— Indice d'acidité :  
~~~~~

L'indice d'acide est le nombre de milligramme de Potasse nécessaire pour neutraliser les acides contenus dans un gramme d'huile.

L'acidité est un critère important. Elle denote bien l'évolution de l'huile. Outre cette évolution, l'acidité peut être dangereuse car l'huile acide peut attaquer plusieurs systèmes importants dans le moteur.

Nous avons utilisé la méthode de titrage en présence d'indicateur coloré.

— Teneur en carbone :  
~~~~~

La détermination du résidu de carbone Conradson s'effectue sur les produits non volatils qui sont évaporés et pyrolysés dans un creuset, puis les vapeurs sont enflammées. Lorsque la combustion cesse, on calcine au rouge le résidu du creuset. Après refroidissement et dessiccation, l'augmentation de masse du creuset représente le "Résidu Conradson".

C'est une caractéristique essentielle pour une huile moteur, car, outre qu'elle peut denoter un mauvais fonctionnement du moteur, elle donne également les limites d'utilisation de l'huile.(3%)

— Point d'écoulement :  
~~~~~

Le point d'écoulement d'une huile lubrifiante est la plus basse température, à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie sans agitation dans des conditions normalisées.

La connaissance de la tenue des huiles de graissage au froid est primordiale pour le démarrage des moteurs aux basses températures. En effet, il est demandé aux huiles de graissage lors du démarrage à froid des moteurs d'offrir le moins de résistance et d'assurer un graissage du moteur.

— Point d'Aniline :

~~~~~

Le point d'aniline est la température la plus basse pour laquelle dans le mélange équivolométrique de produits à essayer et d'aniline se manifeste la miscibilité des deux composants lorsqu'on chauffe lentement un tel mélange.

Un point d'aniline élevé nous indique une 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.

— Teneur en eau :

~~~~~

Ce test est basé sur le principe qui consiste à entraîner l'eau contenue par distillation à reflux d'un solvant non miscible 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.

En elle même, l'eau ne serait pas gênante, mais elle contient généralement, soit dissoutes, soit en suspension, des matières organiques pouvant donner des cendres.

2-2. Resultats :

Nous avons effectués les analyses physico-chimiques conformément aux normes A.S.T.M :

|                     |         |       |
|---------------------|---------|-------|
| Densité             | A.S.T.M | D1298 |
| Viscosité 40°C      | A.S.T.M | D445  |
| Viscosité 100°C     | A.S.T.M | D445  |
| Indice de viscosité | A.S.T.M | D2270 |
| Point d'aniline     | A.S.T.M | D611  |
| Residu Conradson    | A.S.T.M | D189  |
| Teneur en eau       | A.S.T.M | D95   |
| Indice d'acide      | A.S.T.M | D974  |
| Point d'écoulement  | A.S.T.M | D97   |

Les résultats trouvés sont présentés dans le tableau n°2 :

| Kilométrag (km)            | 0      | 242    | 432    | 638    | 827    | 911    |
|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Densité (15°C)             | 0,8835 | 0,8840 | 0,8845 | 0,8865 | 0,8895 | 0,8905 |
| Viscosité (40°C)<br>-cst-  | 152,86 | 101,03 | 99,23  | 99,16  | 104,43 | 105,54 |
| Viscosité (100°C)<br>-cst- | 16,27  | 11,49  | 11,23  | 11,65  | 12,14  | 12,30  |
| Indice de viscosité        | 128,72 | 116,50 | 113,74 | 119,16 | 123,74 | 125,56 |
| Point d'aniline<br>-°C-    | 125,0  | 125,0  | 125,0  | 124,5  | 124,0  | 123,0  |
| Residu Conradson (% Pds)   | 0,77   | 0,84   | 0,93   | 1,06   | 1,13   | 1,13   |
| Teneur en eau (%v)         | 0      | 0,06   | 0,06   | 0,06   | 0,07   | 0,08   |
| Indice d'acidité (mgKOH/g) | 1,19   | 0,59   | 0,50   | 0,47   | 0,48   | 0,56   |
| Point écoulement (°C)      | -23    | -23    | -23    | -23    | -23    | -23    |

Tableau n° 2

**\* Analyse physico-chimique des différents échantillons \***

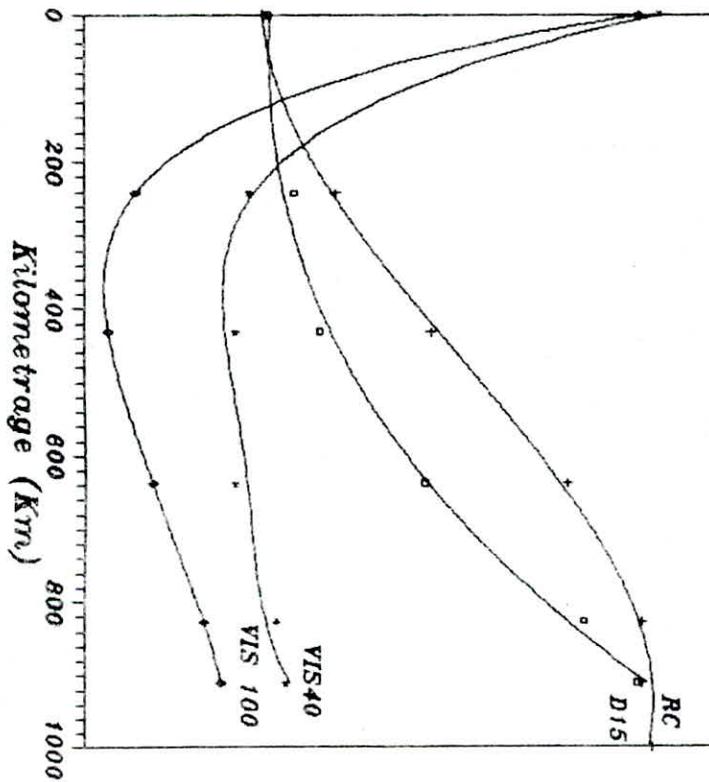
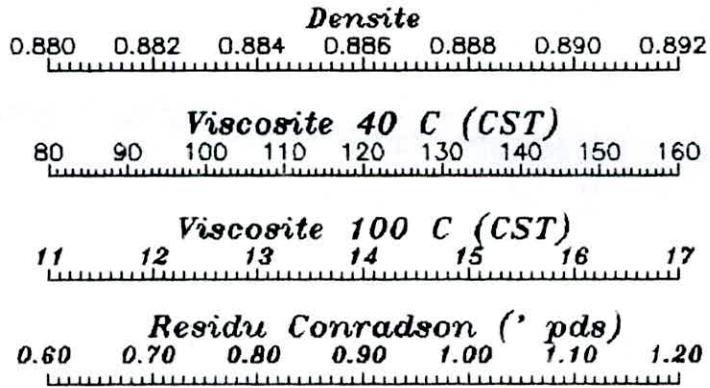


FIG 1 : Evolution des differentes caracteristiques physico-chimiques en fonction du kilometrage.

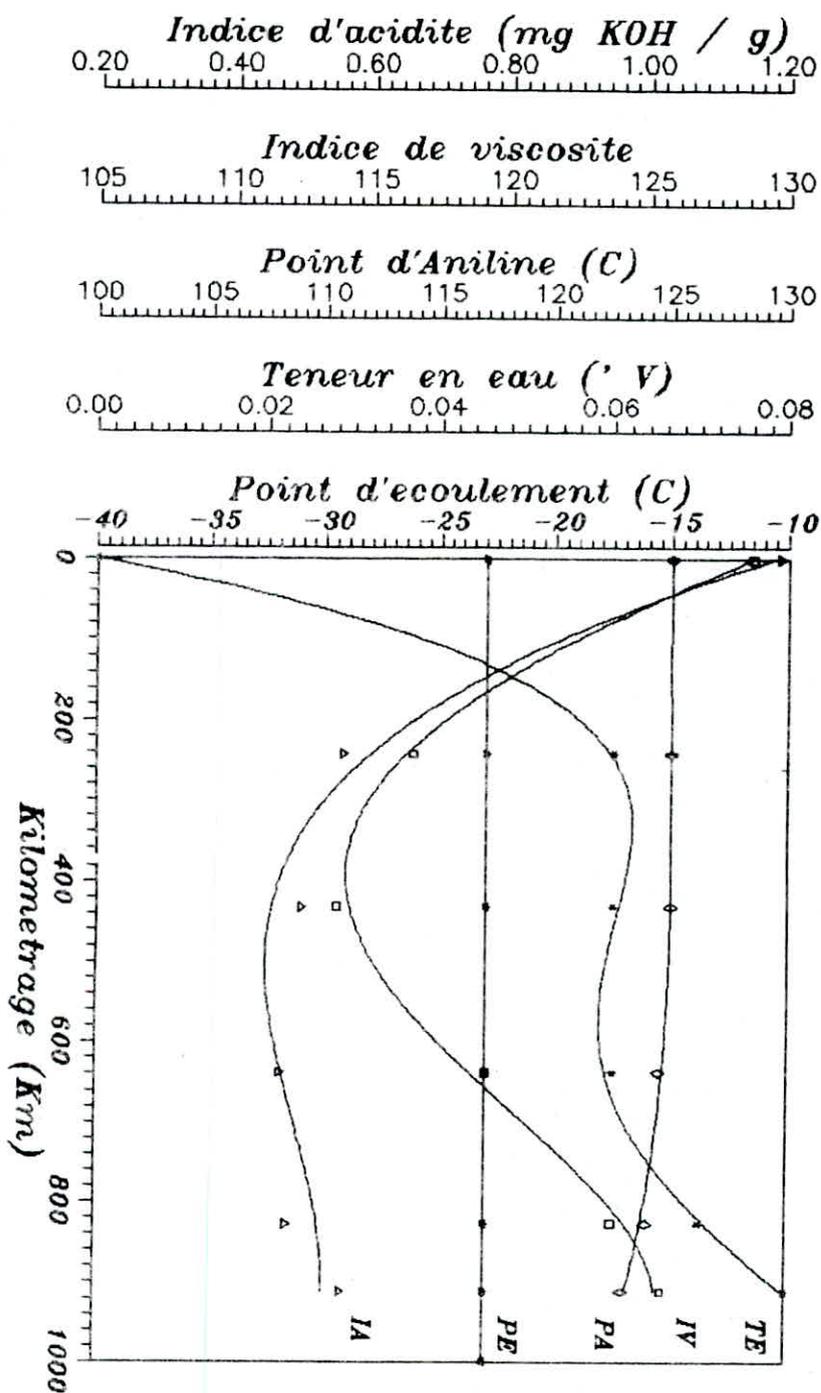


FIG 2 : Evolution des differentes caracteristiques physico-chimiques en fonction du kilometrage.

**Commentaire :**

Densité :  
\*\*\*\*\*

L'augmentation de la densité peut s'expliquer par :

- Une contamination de l'huile par l'eau provenant du carter (Teneur en eau croissante le confirme ).
- Une teneur en carbone croissante.

Des valeurs moyennes à 3000 km et 5000 km [13] montrent que la densité croit moins rapidement .

Elle a tendance à se stabiliser. Ceci peut résulter du fait qu'il y a une compensation entre le cracking d'une part, la teneur en carbone et la teneur en eau d'autre part.

Viscosité :  
\*\*\*\*\*

Nous remarquons que la viscosité chute brutalement. Elle diminue de 33% environ à 40°C et 29% à 100°C. Cette chute brutale peut s'expliquer par une détérioration des additifs améliorant la viscosité.

Ces additifs sont en général des polymères linéaires sensibles aux effets de cisaillement provoqués par le moteur. [14]

Elle résulte aussi à un cracking, qui a engendré des fractions légères, et une contamination par l'eau et le carburant.

À partir de 500 km environ l'huile commence à croître sensiblement. Des valeurs moyennes à 3000 km et 5000km [15] nous confirme cette croissance.

Cette augmentation peut s'expliquer par la pollution de l'huile par les produits d'oxydation et les résidus de combustion.

L'indice de viscosité :  
\*\*\*\*\*

L'indice de viscosité dépend des valeurs de viscosité à 40°C et 100°C, mais sa variation est moins accentuée.

Teneur en carbone :  
\*\*\*\*\*

Le résidu Conradson augmente suivant une fonction monotone. Cette augmentation peut résulter des dépôts des résidus du cracking de l'huile, ainsi qu'à la détérioration des additifs détergents dispersants dont le rôle est d'éviter l'agglomération des fines particules solides et de les maintenir en suspension. [3]

Indice d'acidité :  
\*\*\*\*\*

Nous remarquons que l'huile neuve présente un caractère acide apportée par certains additifs.

La consommation de ces additifs diminue l'acidité.

Après un certain kilométrage (environ 800 km) l'acidité augmente.

Ceci est due à l'oxydation de l'huile résultant de la réaction, à température élevée, des constituants de l'huile et de l'oxygène.

Cette oxydation peut être affectée par la présence des métaux agissant comme catalyseurs.

Point d'écoulement :  
\*\*\*\*\*

Le point d'écoulement ne varie pas. Nous constatons que jusqu'à 1000 km les inhibiteurs de figeage n'ont pas été affectés.

Ce sont en fait les aromatiques et les naphtènes constituants les additifs ou l'huile de base.

### 3 - COMPOSITION DE L'HUILE NEUVE :

Pour la détermination de la composition de l'huile neuve, nous avons utilisé la méthode n.d.M qui nécessitent la connaissance de trois caractéristiques :

Indice de réfraction ( $n$ ), la densité ( $d$ ) et la masse moléculaire ( $M$ ).

Les teneurs en paraffine ( $C_P$ ), naphtène ( $C_N$ ) et aromatique ( $C_A$ ) sont évalués suivant le calcul de :

$$v = 2,51 (n - 1,4750) - (d - 0,8510)$$

$$w = (d - 0,8510) - 1,11 (n - 1,4750)$$

$$\text{si } v > 0 \quad \text{alors} \quad \% C_A = 430v - 3660/M$$

$$\text{si } v < 0 \quad \text{alors} \quad \% C_A = 670v + 3660/M$$

$$\text{si } w > 0 \quad \text{alors} \quad \% C_R = 820w - 3s + 10000/M$$

$$\text{si } w < 0 \quad \text{alors} \quad \% C_R = 1440w - 3s + 10600/M$$

Les teneurs sont données par :

$$\% C_N = \% C_R - \% C_A$$

$$\% C_P = 100 - \% C_R$$

La masse moléculaire est donnée par la formule de M. Robert :

$$M = 1705,45 n + 792,93 d + 4,553 P.A - 3287$$

$$P.A = 125^\circ c$$

$$M = 1,487 \text{ à } 20^\circ c$$

$$d = 0,8830 \text{ à } 20^\circ c$$

La masse moléculaire est évaluée à  $M=517$

Les résultats données par cette méthode sont :

$$\% C_A = 8,21$$

$$\% C_N = 23,44$$

$$\% C_P = 68,35$$

#### 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.

#### 4 - DETERMINATION DES EQUATIONS CARACTERISANT L'EVOLUTION DE L'HUILE :

En vue de caractériser la cinétique de détérioration de l'huile, nous avons essayé de déterminer les équations traduisants l'évolution de différentes caractéristiques de l'huile en fonction du kilométrage.

Cela grâce au logiciel T.S.P version 5.1 de " Quantitative Micro Software, Irvine Californie"; qui effectue un calcul de regression.

Nous nous sommes basés sur nos mesures ainsi que sur des mesures effectuées dans des travaux précédents.[8]

Les résultats trouvés sont :

— Densité en fonction du kilométrage :

$$D = C(1) * km^{C(2)} + 0,883$$

$$C(1) = 0,0001528$$

$$C(2) = 0,5262484$$

$$R^2 = 0,925$$

D : densité ; Km : kilométrage ; R : Résidu au carré

— Residu Conradson en fonction du kilométrage :

$$R.C = C(1) * km^{C(2)} + 0,7$$

$$C(1) = 0,0012493$$

$$C(2) = 0,6352460$$

$$R^2 = 0,995$$

R.C : Residu Conradson

— Viscosité à 100°C en fonction du kilométrage :

$$vis\ 100 = C(1) * km^{C(2)} + C(3) km^{C(4)} + 16,27$$

$$C(1) = 0,0007539$$

$$C(2) = 1,0884592$$

$$C(3) = 2,1210682$$

$$C(4) = 0,14680883$$

$$R^2 = 0,987$$

vis100 étant la viscosité mesurée à 100°C.

— Viscosité à 40°C en fonction du kilométrage :

$$\text{vis}_{40} = C_1 * \text{km}^{C(2)} + C(3) \text{ km}^{C(4)} + 152,86$$

$$C(1) = 0,3165778$$

$$C(2) = 0,6726020$$

$$C(3) = -21,490677$$

$$C(4) = 0,1964510$$

$$R^2 = 0,990$$

vis<sub>100</sub> étant la viscosité mesurée à 40°C.

— Indice d'acidité en fonction du kilométrage

$$\text{I.A} = C(1) + C(2)\text{km} + C(3)\text{km}^2 + C(4)\text{km}^3$$

$$C(1) = 1,18106$$

$$C(2) = -0,00360558$$

$$C(3) = +5,60849 \cdot 10^{-6}$$

$$C(4) = -2,67148 \cdot 10^{-9}$$

I.A : Indice d'acidité ; km < 1000 km

Cette équation est limitée à 1000 km, vu que la méthode de mesure de l'acidité dans les travaux précédents est différente de la nôtre.

Fig4 : Variation du residu Conradson  
en fonction du Kilométrage

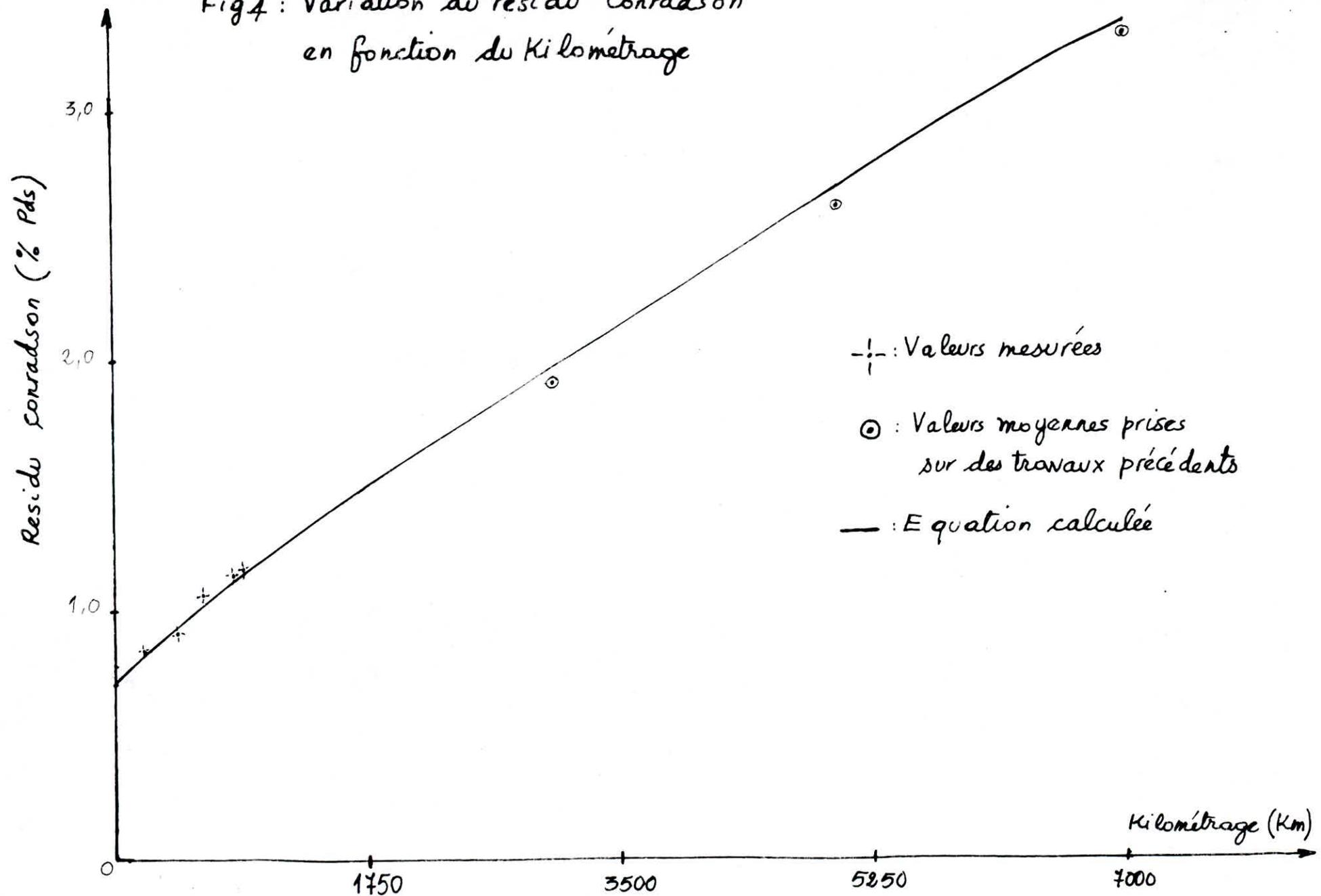


Fig 3 : Variation de la densité en fonction  
du kilométrage

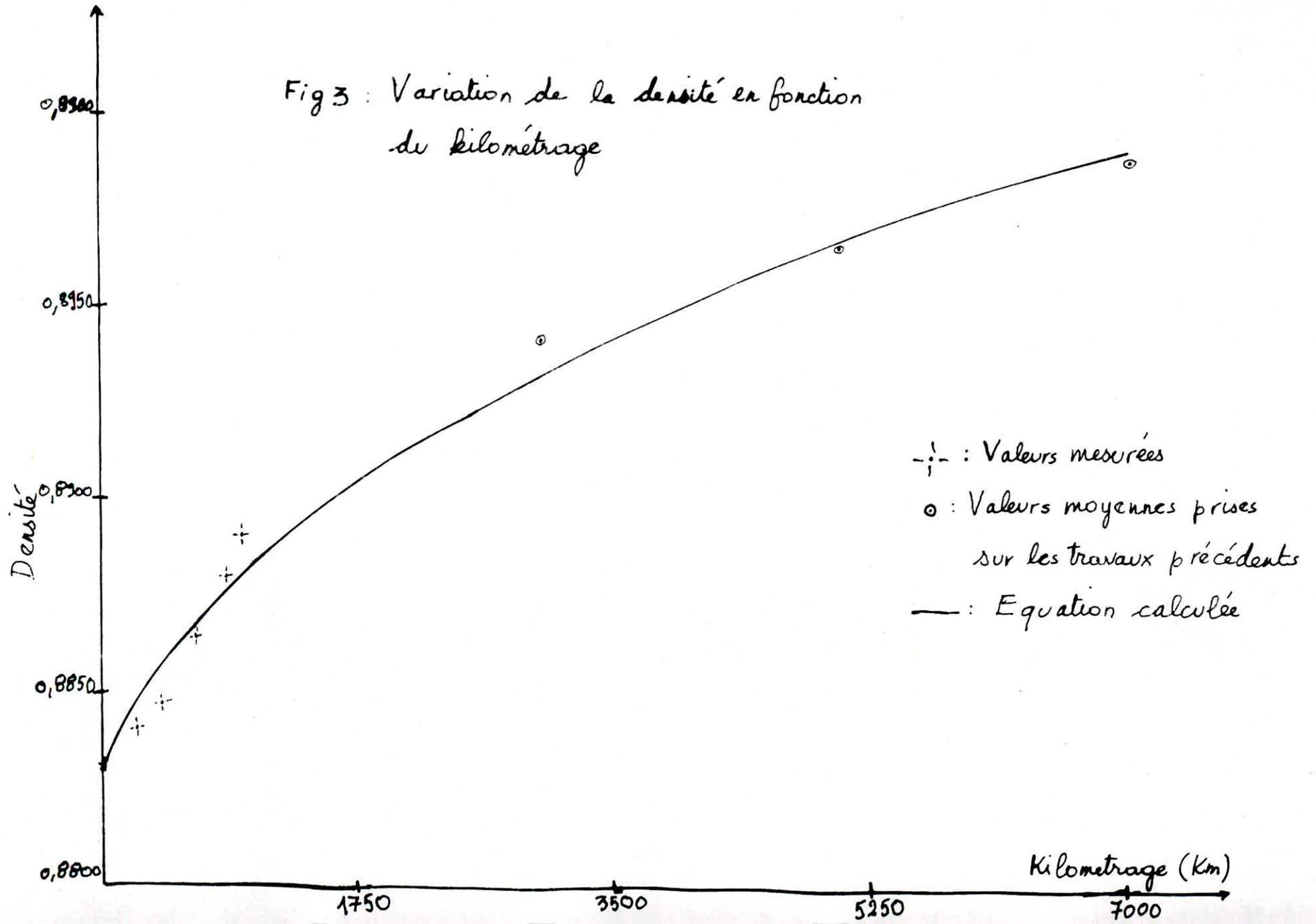


Fig 5 : Variation de la viscosité à 100°C  
en fonction du kilométrage

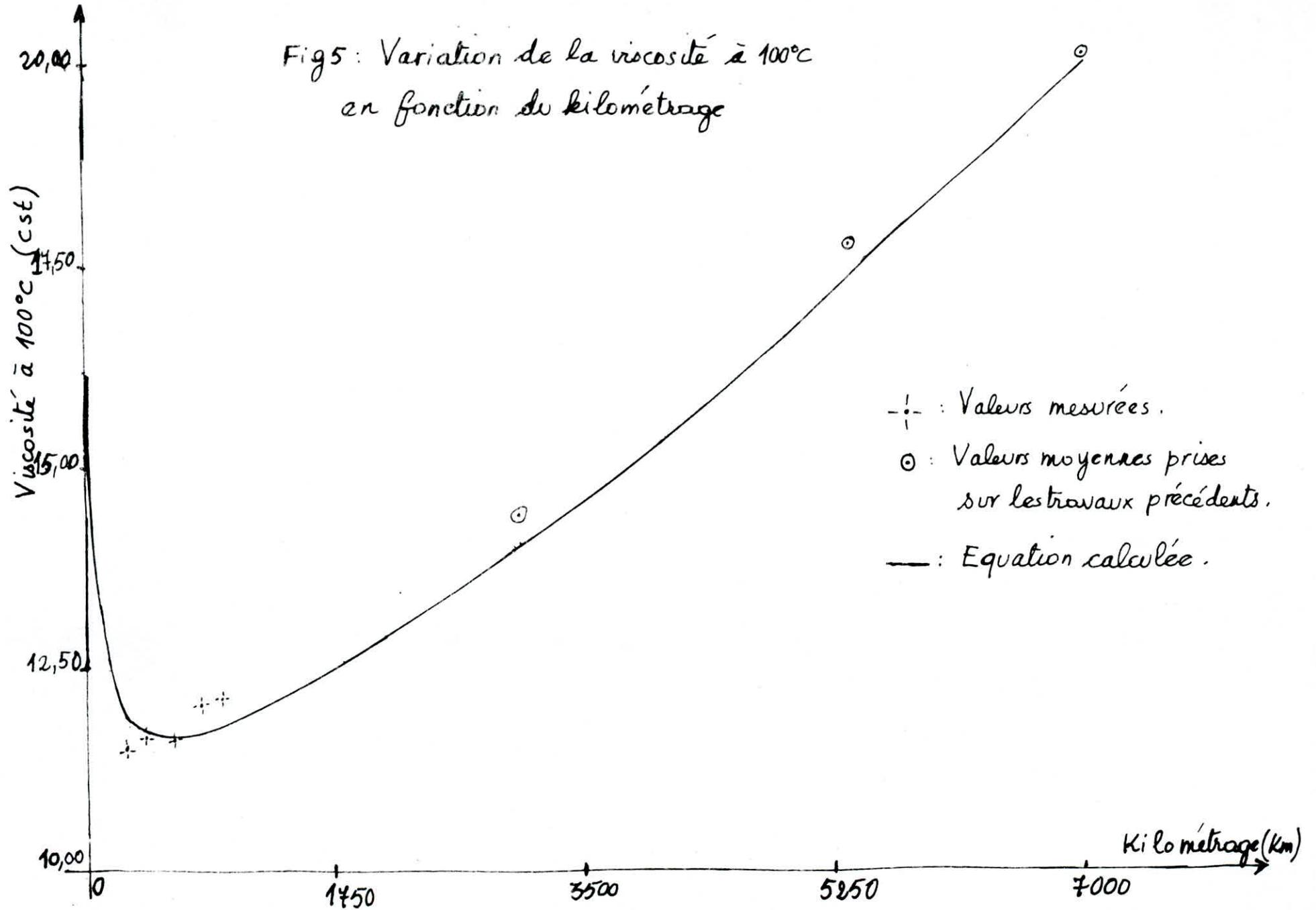
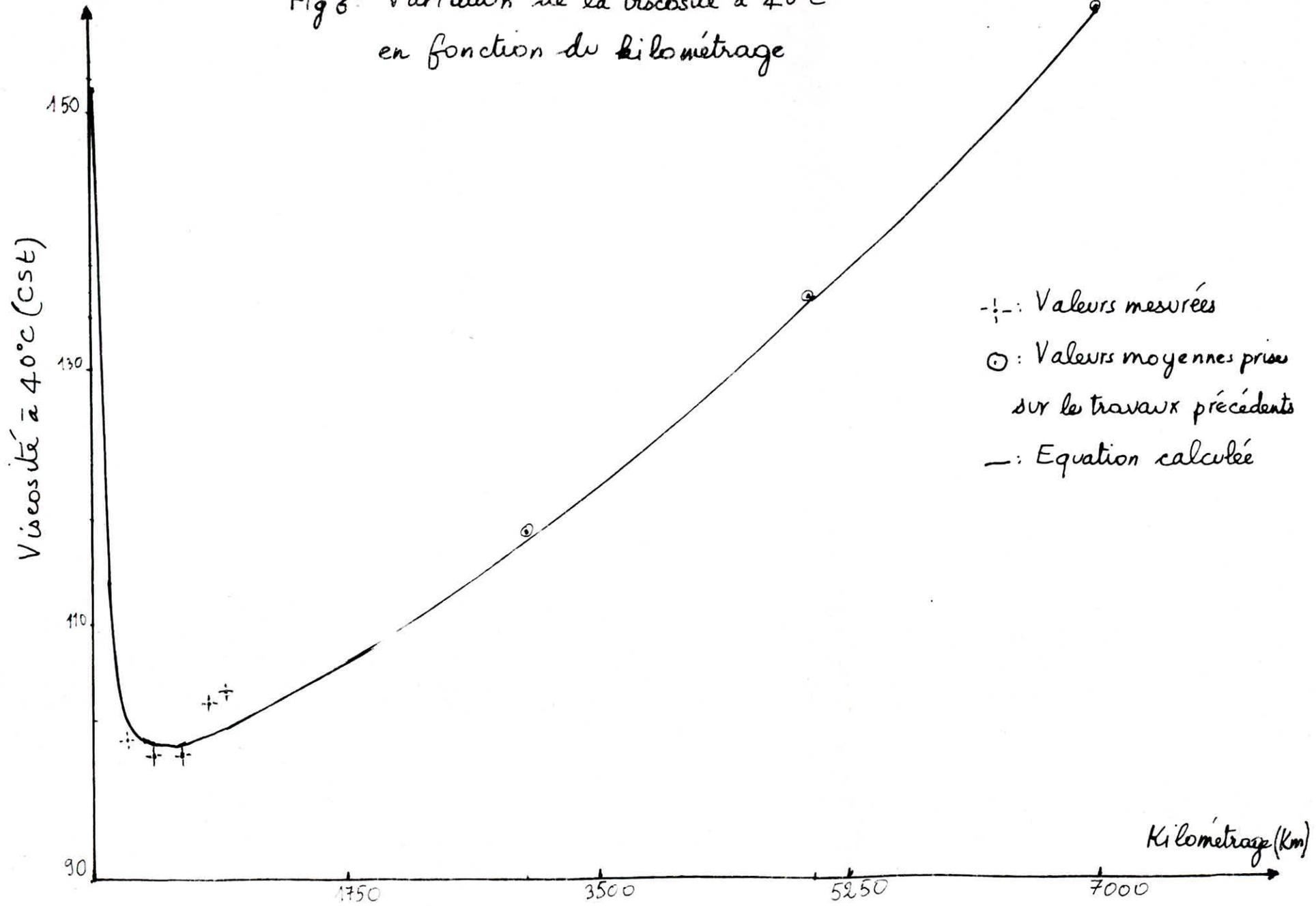


Fig 6: Variation de la viscosité à 40°C  
en fonction du kilométrage



## 5 - ANALYSE DES ECHANTILLONS PAR SPECTROMETRE INFRA-ROUGE :

La spectrometrie infra-rouge est une methode d'analyse classique d'étude des structures des composés organiques.

Elle permet d'obtenir des informations globales sur les structures moléculaires d'un composé donné.

Le domaine infra-rouge (  $4000 > \nu > 100 \text{ cm}^{-1}$  ) correspond au domaine des états d'énergie vibrationnels et rotationnels des molécules.

Dans la plupart des spectrophotomètre, la substance à étudier est traversé par une radiation électromagnétique en fonction de la longueur d'onde.

L'analyse des échantillons est réalisée à l'aide d'un spectrophptomètre : "Perkin Elmer" modèle 9836. Un film, de faible épaisseur , d'échantillon étalée sur une pastille de bromure de potassium préalablement préparée, est traversée par les rayons infra-rouge.

Nous présentons les spectres des différents échantillons obtenus entre  $4000$  et  $300 \text{ cm}^{-1}$  dans l'annexe n°4.

## Résultats et discussion.

Les pics les plus intenses sont présentés dans le tableau n°3.

| échant                    | MN    | HE <sub>1</sub> | HE <sub>2</sub> | HE <sub>3</sub> | HE <sub>4</sub> | HE <sub>5</sub> | Attribution probable                                                |
|---------------------------|-------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|---------------------------------------------------------------------|
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 3438  | 3452            | 3439            | 3430            | 3443            | 3441            | OH<br>Vibration de<br>déformation                                   |
| % T                       | 64,07 | 56,45           | 53,66           | 66,03           | 41,21           | 53,85           |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 2915  | 2925            | 2921            | 2925            | 2923            | 2925            | C - H<br>Vibration de<br>valence                                    |
| % T                       | 0,43  | 0,39            | 0,42            | 4,30            | 0,80            | 6,16            |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 2315  | 2314            | 2314            | 2314            | 2314            | 2314            | - C $\equiv$ C -<br>Vibration de<br>valence                         |
| % T                       | 74,31 | 72,99           | 71,59           | 77,41           | 67,15           | 69,00           |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | —     | 1606            | 1606            | 1606            | 1606            | 1606            | > C = C <<br>(aromatique)<br>Vibration de valence                   |
| % T                       | —     | 70,36           | 66,24           | 74,41           | 60,53           | 68,34           |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 1463  | 1463            | 1463            | 1463            | 1463            | 1463            | C H <sub>2</sub><br>Vibration de<br>déformation                     |
| % T                       | 1,63  | 9,45            | 7,68            | 40,98           | 10,28           | 38,99           |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 1378  | 1377            | 1377            | 1377            | 1378            | 1377            | - C H <sub>3</sub><br>Vibration de<br>déformation                   |
| % T                       | 10,54 | 21,96           | 21,73           | 56,29           | 26,46           | 52,83           |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 722   | 723             | 722             | 722             | 722             | 722             | (CH <sub>2</sub> ) <sub>n&gt;4</sub><br>Vibration de<br>déformation |
| % T                       | 47,92 | 55,68           | 56,49           | 76,93           | 59,94           | 74,44           |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 1304  | 1304            | 1304            | —               | —               | —               | - C - O (acide)<br>Vibration de<br>valence                          |
| % T                       | 54,63 | 61,10           | 60,50           | —               | —               | —               |                                                                     |
| $\lambda(\text{cm}^{-1})$ | 1004  | 1007            | 1005            | —               | —               | —               | - C - O (phénols)<br>Vibration de<br>valence                        |
| % T                       | 53,66 | 55,60           | 54,67           | —               | —               | —               |                                                                     |

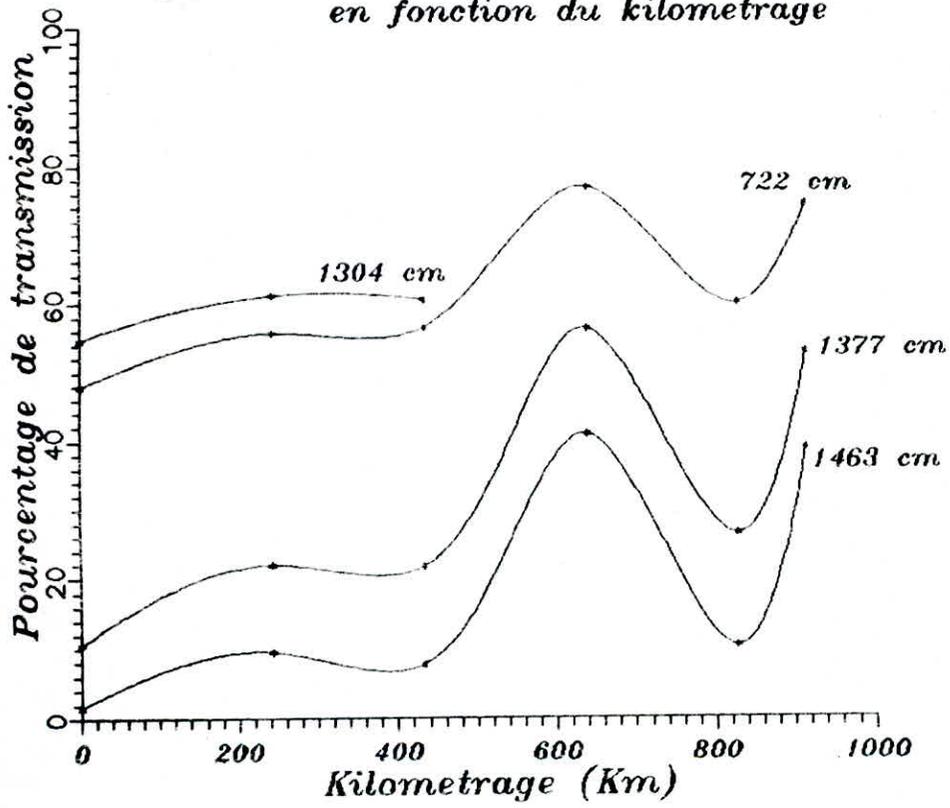
Tableau n°3

- $\lambda$  : nombre d'onde en  $\text{cm}^{-1}$   
 % T : pourcentage de transmission  
 avec  $\% T = I_t / I_0$   
 $I_0$  : intensité du faisceau infra-rouge avant  
 la traversée de l'échantillon  
 $I_t$  : intensité transmise

On remarque que les spectres d'huiles usagées sont différents de celui de l'huile neuve, du fait de la modification des chaînes hydrocarbonnées et de la consommation de certains additifs.

Nous constatons aussi que le pourcentage de transmission correspond à un même pic varie d'un échantillon à un autre. Ceci peut être due aux raisons citées précédemment.

*Fig 7 :Variation du pourcentage de transmission en fonction du kilometrage*



## CHAPITRE IV :

### 1 - COLLECTE DE L'HUILE USAGÉE :

Le prélèvement de l'échantillon de l'huile usagée moteur a été effectué directement dans une bouteille en verre opaque, lors de la vidange normale du véhicule. Le moteur a réalisé une moyenne de 1000 km de fonctionnement à partir de la dernière vidange.

Lors de la vidange une conversation a eu lieu avec le conducteur du véhicule suivant un questionnaire pré-établi. Elle a permis de collecter certaines informations sur le mode de conduite, sur "l'historique" du traitement de l'huile vidangée, sur le régime du moteur.

Cette information est donnée en annexe n° 2.

## 2 - ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE USAGÉE :

Cette analyse consiste en la détermination des caractéristiques de l'huile neuve et de l'huile usagée.

Ces essais ont été effectués conformément aux normes A.S.T.M.

| Caracteristiques              | huile neuve | huile usagée |
|-------------------------------|-------------|--------------|
| Densité (15°C)                | 0,8835      | 0,8900       |
| Viscosité (40°C)<br>- cst -   | 152,86      | 119,26       |
| Viscosité (100°C)<br>- cst -  | 16,27       | 13,74        |
| Indice de viscosité           | 128,27      | 129,15       |
| Indice d'acidité<br>(mgKOH/g) | 1,19        | 0,61         |
| Residu Conradson<br>(% pds)   | 0,77        | 1,12         |
| Point d'aniline<br>(°C)       | 125         | 124          |
| Point d'écoulement<br>(°C)    | -23         | -22          |
| Teneur en eau<br>(% v)        | 0           | 0,09         |

Tableau n° 4

\* Caractéristiques physico-chimiques de l'huile neuve et usagée \*

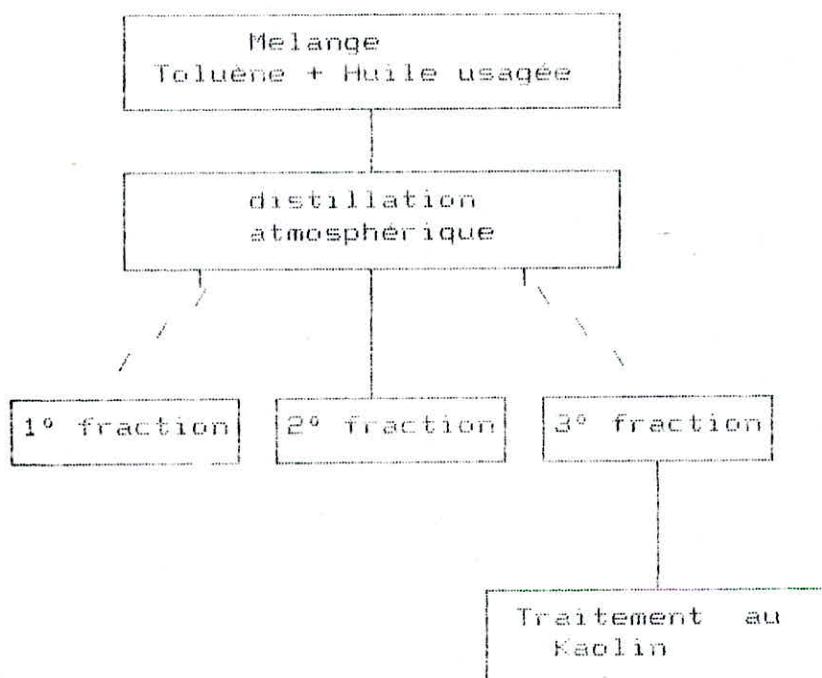
### Commentaire :

Les caractéristiques de l'échantillon de l'huile moteur ont été altérées dans des proportions plus ou moins faible. Ces altérations peuvent résulter :

- d'une modification des chaînes hydro-carbonnées résultant d'un cracking ou d'une oxydation.
- d'une pollution de l'huile par l'eau et le carburant.
- d'une consommation de certains additifs.

### 3 - TRAITEMENT DE L'HUILE USAGÉE :

Le traitement de l'huile usagée est effectué selon le procédé ci-dessous :



#### 3-1. - Mélange de l'huile usagée avec du Toluène :

Dans le but de pouvoir diluer l'huile en vue de son traitement des quantités de toluène connues ont été ajoutées.

Le toluène est mélangé avec de l'huile usagée suivant un rapport volumique :

$$\frac{\text{toluène}}{\text{huile}} = 1/10$$

Le toluène jouent le rôle de solvant entrainera pendant la distillation des produits légers polluants l'huile.

### 3-2. - Distillation atmosphérique : (extraction par le Toluène)

Cette distillation a été effectuée à l'aide d'un appareillage de distillation atmosphérique (A.S.T.M).

Nous avons recueilli 3 fractions (dont le résidu).

La distillation est arrêté au point de décomposition.

Le point de décomposition est la température pour laquelle se manifeste les premiers signes de décomposition thermique du produit contenu dans le ballon de distillation.

Les signes caractéristiques d'une décomposition thermique sont :

- Apparition de fumée
- Variations irrégulières de la température des vapeurs

Les fractions recueillies sont présentées dans le tableau n°5

| Fraction | Intervalle de distillation | volume % | n      | d      | Point d'aniline          |
|----------|----------------------------|----------|--------|--------|--------------------------|
| 1        | 110°C - 220°C              | 12       | 1,4889 | 0,8580 | miscible à l'aniline 0°C |
| 2        | 220°C - 340°C              | 10       | 1,4599 | 0,8370 | 85                       |
| 3        | residu                     | 78       | —      | 0,8798 | 118                      |

Tableau n°5

\* Caractéristiques des fractions issues de la distillation atmosphérique \*

Commentaire :

\* 1<sup>ère</sup> fraction 110°C → 220°C

n = 1,4889 à 20°C  
d = 0,8580 à 20°C  
miscible à l'aniline à 0°C

Caractéristique du toluène :

d = 0,8676 à 20°C  
T<sub>eb</sub> = 110,8°C  
n = 1,4969

Cette première fraction est composée de toluène et de composé léger contenu dans l'huile provenant du carburant et de l'eau.

\* 2<sup>ème</sup> fraction 220°C → 340°C

n = 1,4599  
d = 0,8370  
P.A = 85°C

Cette fraction possède des caractéristiques semblables à celle du gas-oil :

|     | Gas-oil | fraction 2 |
|-----|---------|------------|
| d   | 0,8354  | 1,4599     |
| n   | 1,4664  | 0,8370     |
| P.A | 82      | 85         |

Tableau n°6

\* Comparaison entre les caractéristiques du Gas-oil et de la fraction 2 \*

Elle peut donc être utilisée en tant que telle sous réserve de l'amélioration de son indice de cetane.

\* 3<sup>ème</sup> fraction Résidu

C'est une fraction visqueuse

v = 64,37 cSt à 40°C  
v = 8,97 cSt à 100°C

possédant un point d'aniline élevé P.A = 118, et un point d'écoulement de -11°C

Cette fraction va subir le traitement à la terre en vue de nous rendre compte dans quelle mesure elle peut être valorisée.

### 3-3. - Traitement à la terre :

#### 3-3-1. Présentation du Kaolin :

Le kaolin ou la kaolinite est un corps en cristaux monoclinique.

C'est une masse argileuse friable, onctueuse et plastique, de couleur blanche ou grisâtre.

Les minéraux de type kaolinique se présentent sous formes de plaquettes hexagonales parfois remarquablement bien développées, cependant, on constate certaines déformations, en particulier des élongations.

D'autre part, les cristaux peuvent manifester des alterations plus au moins marquées [9].

Sa formule générale est  $Si_4O_{10} [Al(OH)_2]_2$ .

Le kaolin trouve son utilisation dans la fabrication de la porcelaine, l'industrie plastique et caoutchouc. Il est utilisé aussi comme agent clarifiant et décolorant.

Le kaolin utilisé provient du gisement de Djebel Debbagh. Sa composition chimique est :

Tableau n° 7

| constituants | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Mg <del>0,50</del> | MnO | SO <sub>3</sub> | P.A.F |
|--------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------|-----|-----------------|-------|
| % massique   | 46,2             | 38                             | 0,30                           | 0,30               | 1   | 0,2             | 14    |

\* Composition chimique du kaolin \* (source E.N.O.F)

— P.A.F = Perte Au Feu.

### 3-3-2. Traitement au kaolin non activé :

Le kaolin, préalablement séché, broyé et tamisé sous une granulométrie de 200 microns, est mis en contact avec la fraction n°3 sous les conditions suivantes :

- Quantité de kaolin 10g
- Quantité de la fraction n°3 = 90 gr
- Temps de contact 20 min
- Température de contact 80°C
- Agitation magnétique constante

Le schéma n°1 représente le montage avec lequel nous avons réalisé le contact.

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.

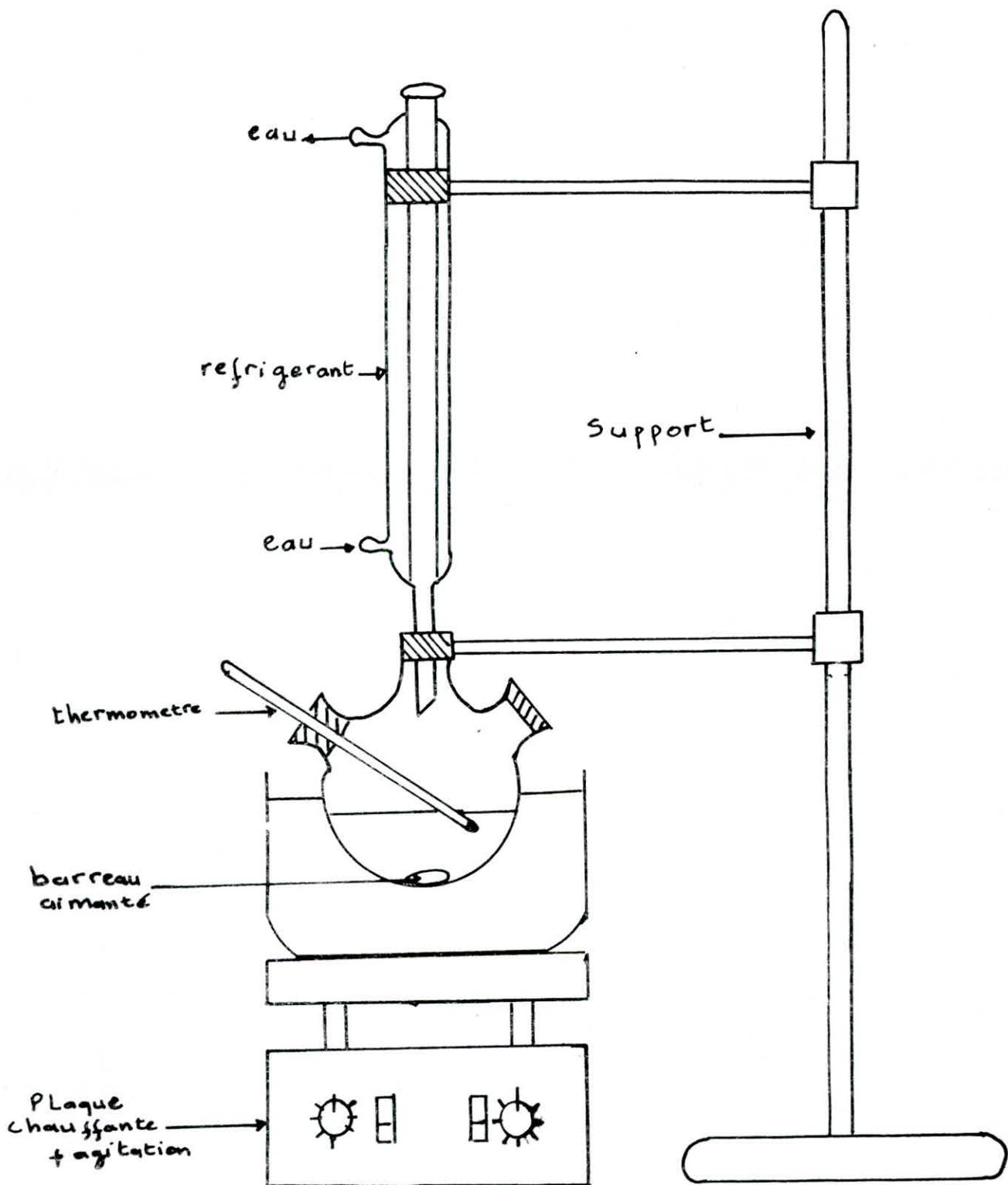
Les résultats des différentes analyses sont donnés dans le tableau n°8.

Tableau des résultats :

| Caracteristiques              | huile<br>neuve | huile<br>usagée | huile<br>distil. | huile distillée<br>+kaolin non acti. |
|-------------------------------|----------------|-----------------|------------------|--------------------------------------|
| Densité                       | 0,8835         | 0,8900          | 0,8798           | 0,8794                               |
| Viscosité (40°C)<br>- cst -   | 152,86         | 119,26          | 64,37            | 66,46                                |
| Viscosité(100°C)<br>- cst -   | 16,27          | 13,74           | 8,97             | 9,10                                 |
| Indice de<br>viscosité        | 128,27         | 129,15          | 116,35           | 116,40                               |
| Indice d'acidité<br>(mgkoh/g) | 1,19           | 0,61            | 0,34             | 0,20                                 |
| Residu<br>Conradson(%Pds)     | 0,77           | 1,12            | 0,86             | 0,60                                 |
| Point d'aniline<br>- °C -     | 125            | 124             | 118              | 118                                  |
| Point d'écoule-<br>-ment -°C- | -23            | -22             | -11              | -11                                  |

Tableau n°8

\* Traitement au kaolin non active \*



Schema-1:- Dispositif d'activation.

3-3-3. Traitement au kaolin activé :  
~~~~~

— Activation chimique :

Du kaolin, préalablement séché, broyé et tamisé sous une granulométrie de 200 microns est introduite avec de l'acide chlorhydrique à 5%, dans un ballon de 1000ml muni d'un réfrigérant.

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

Le mélange est porté à une température de 100°C pendant six heures sous une agitation constante.

L'activation chimique s'est effectuée dans un montage similaire à celui du schéma n°1.

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

Le contrôle est assuré à l'aide d'un réactif "AgNO<sub>3</sub>" sensible aux ions chlorure.

L'argile ainsi activée donne le kaolin activé.

— Contact de la fraction n°3 avec du kaolin activée.

Le contact s'est effectué dans un montage similaire à celui du schéma n°1, sous les conditions suivantes :

- Quantité du kaolin activé : 10 gr
- Quantité de la fraction 3 : 90 gr
- Temps de contact 20 min
- Température de contact : 80°C
- Agitation magnétique constante

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 différents analyses sont donnés dans le tableau n°9.

Tableau des résultats :

Caracteristiques	huile neuve	huile usagée	huile distil.	huile distillée + kaolin activé
Densité	0,8835	0,8900	0,8798	0,8791
Viscosité (40°C) - cst -	152,86	119,26	64,37	60,87
Viscosité(100°C) - cst -	16,27	13,74	8,97	9,17.
Indice de viscosité	128,27	129,15	116,35	115,37
Indice d'acidité (mgkoh/g)	1,19	0,61	0,34	0,10
Residu Conradson	0,77	1,12	0,86	0,15
Point d'aniline - °C -	125	124	118	118
Point d'écoule- -ment -°C-	-23	-22	-11	-11

Tableau n°9

\* Traitement au kaolin activé \*

#### 4 - Commentaire :

##### — La densité :

La diminution de la densité, partant de l'huile usée à l'huile traitée peut s'expliquer par une élimination de l'eau et des résidus de cracking.

##### — La viscosité :

L'abaissement de la viscosité résulte de la dégradation des additifs améliorant l'indice de viscosité, et de la production de chaîne relativement courte de faible viscosité au cours de la distillation.

##### — Point d'écoulement :

La variation du point d'écoulement en fonction de l'état de l'huile ne peut être expliquée que par la dégradation des additifs du point d'écoulement, et la désalkylation des structures branchées, qui produit des paraffines à point de congélation élevée.

##### — Indice d'acidité :

L'acidité diminue. Ceci peut s'expliquer par la dégradation, lors de la distillation, des additifs procurant à l'huile une certaine acidité.

Le traitement à la terre diminue encore l'indice d'acidité, notamment par le kaolin activé.

##### — Résidu Conradson :

Le résidu Conradson diminue. Nous constatons que les impuretés résiduelles de l'huile ont été éliminées par le traitement à la terre, notamment dans le cas du kaolin activé.

## 5 - Analyse par spectrométrie infra-rouge :

Dans le but de se rendre compte qualitativement de l'importance des différents traitements, l'analyse infra-rouge est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre "Perkin Elmer" modèle 9836.

Un film de faible épaisseur, étalé sur une pastille de bromure de potassium, préalablement préparée, est traversé par les rayons infra-rouge.

Nous présentons les spectres des différents échantillons obtenus entre 4000 et 300  $\text{cm}^{-1}$  dans l'annexe.

Résultats et discussion :

Les pics les plus intenses sont présentés dans le tableau n°10.

	Huile neuve	Huile distillée	huile traitée au kaolin activée	Attribution probable
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	3438	3417	3448	O-H
% T	67,07	54,98	67,91	Vibration de déformation
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	2915	2925	2925	C - H
% T	0,43	2,28	13,28	Vibration de valence
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	2315	2313	2313	- C = C -
% T	74,31	64,62	75,02	Vibration de valence
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	—	1601	1606	> C = <
% T	—	58,59	73,53	(aromatique) vibration de valence
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	1463	1463	1463	$\overset{\cdot}{\text{C}}-\text{H}_2$
% T	1,63	26,25	38,62	Vibration de valence
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	1378	1377	1377	- CH <sub>3</sub>
% T	10,54	40,22	51,42	Vibration de déformation
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	1304	—	—	- C - O (acide)
% T	54,63	—	—	Vibration de valence
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	1004	—	—	- C - O (phénols)
% T	53,66	—	—	Vibration de valence
$\lambda(\text{cm}^{-1})$	722	721	722	(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> > 4
% T	47,92	57,50	70,98	Vibration de déformation

Tableau n°10

% T : pourcentage de transmission

$\lambda$  : nombre d'onde

\* Résultats d'analyse infra-rouge \*

Les spectres d'huile neuve, d'huile usagée et de l'huile traitée au kaolin activé sont différents. Ceci résulte, globalement de la modification des chaînes hydrocarbonnées et de la consommation de certains additifs.

Partons de l'huile neuve, nous constatons une disparition de certains pics. Ceci est due, d'une part, à l'alteration de l'huile et d'autre part au traitement de regeneration subi.

Neanmoins, des pics caractéristiques apparaissent sur chaque spectre mais avec des pourcentages de transmissions différents.

## CONCLUSION

## Conclusion générale :

Le travail que nous avons présenté est une contribution à l'étude de la régénération des huiles usagées.

Dans une première phase, nous nous sommes intéressés à l'étude de la cinétique de détérioration de l'huile dans un moteur.

Il était nécessaire pour cette étude de fixer 2 paramètres, le moteur et l'huile, c'est à dire, le prélevement de l'huile à différents kilométrages s'est effectué sur un même véhicule et sans appoint d'huile.

Les différents analyses physico-chimiques nous ont permis de suivre l'évolution de l'huile dans le moteur et de caractériser la cinétique de détérioration de l'huile.

La rapidité de détérioration de l'huile est particulière à chaque moteur, néanmoins nous avons constaté que l'évolution de chaque caractéristique est bien spécifique.

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à la portion allant jusqu'à 1000 km. Un espacement des prélèvements ( 300, 600, 900, 1500 et 2000 km ) permettra de suivre l'évolution de l'huile au delà de 1000 km.

Dans une deuxième phase, notre travail consistait à étudier les capacités sorptionnelles du kaolin, mis en contact avec de l'huile usagée.

Dans le processus de régénération, nous avons substitué la distillation sous vide par un traitement au solvant et une distillation atmosphérique.

Cela nous a permis de récupérer une fraction utilisable comme combustible et une autre visqueuse possédant des caractéristiques proches de celle de l'huile de base.

Une étude encore plus approfondie déterminera un solvant plus adéquat, ainsi que la quantité optimale à utiliser.

L'utilisation du kaolin comme adsorbant lors du traitement de finition a donné des résultats acceptables notamment lors de son activation acide.

La détermination de la teneur en métaux après chaque traitement, grâce à la torche à plasma, nous aurait permis de connaître encore plus les capacités sorptionnelles du kaolin.

Dans notre pays, la valorisation des huiles usagées est intéressante à 2 égards :

- Elle présente un intérêt certain sur le plan économique
- Elle préserve l'environnement d'une pollution dangereuse

D'autre part, la régénération permet de mettre en relief nos ressources naturelles tels que le kaolin, la bentonite ...

## ABREVIATION

- \* A.S.T.M : Normes établies par l'American Society of Testing  
Materiels
- \* S.A.E : Society of Automotive Engineers
- \* I.E.P : Institut Français du Petrole
- \* B.E.R.C : Boutlesville Energy Research Center
- \* P.R.O.P : Phillips Petroleum Campagny
- \* K.T.I : Kinetic Technology Incorporation
- \* VIS40 : Viscosité à 40
- \* VIS100 : Viscosité à 100 c
- \* R.C : Residu Conradson
- \* P.A : Point d'aniline
- \* T.E : Teneur en Eau
- \* I.A : Indice d'Acide
- \* D : Densité
- \* I.V : Indice de Viscosité
- \* P.E : Point d'Écoulement

# ANNEXES

ANNEXE 1 :

QUESTIONNAIRE POUR VEHICULE A ESSENCE

\* TYPE D'HUILE :

-NAFTILLIA SUPER 20W50

-NAFTILLA 40

\* MARQUE DE VEHICULE :

Renault 5

\* ANNEE DE MISE EN CIRCULATION :

1987..

\* TYPE DE SERVICE :

-PORTE A PORTE

-VILLE  30%

-ROUTE  70%

\* ETAT DE LA COURROIE DU VENTILATEUR:

-BON

-MAUVAIS

\* ETAT DU FILTRE D'HUILE:

-BON

-MAUVAIS

\* KILOMETRAGE DU VEHICULE:

200...

\* KILOMETRAGE JOURNALIER MOYEN:

30.....

\* APPOINT D'HUILE ENTRE LES VIDANGES:

-OUI

-NON

\* RINCAGE DU MOTEUR:

-OUI

-NON

\* TYPE DE REGIME DU MOTEUR PENDANT LA CIRCULATION  
( VITESSE MOYENNE )

70 Km/h

\* BEAUCOUP DE MISE EN MARCHÉ DU MOTEUR (VEHICULE ARRÊTÉ)

Oui....

ANNEXE 2 :

QUESTIONNAIRE POUR VEHICULE A ESSENCE

\* TYPE D'HUILE :

-NAFTILLIA SUPER 20W50

-NAFTILLA 40

\* MARQUE DE VEHICULE :

Renault 4

\* ANNEE DE MISE EN CIRCULATION :

...1983...

\* TYPE DE SERVICE :

-PORTE A PORTE

-VILLE

-ROUTE

\* ETAT DE LA COURROIE DU VENTILATEUR:

-BON

-MAUVAIS

\* ETAT DU FILTRE D'HUILE:

-BON

-MAUVAIS

\* KILOMETRAGE DU VEHICULE:

...1000...

\* KILOMETRAGE JOURNALIER MOYEN:

...25...

\* APPOINT D'HUILE ENTRE LES VIDANGES:

-OUI

-NON

\* RINCAGE DU MOTEUR:

-OUI

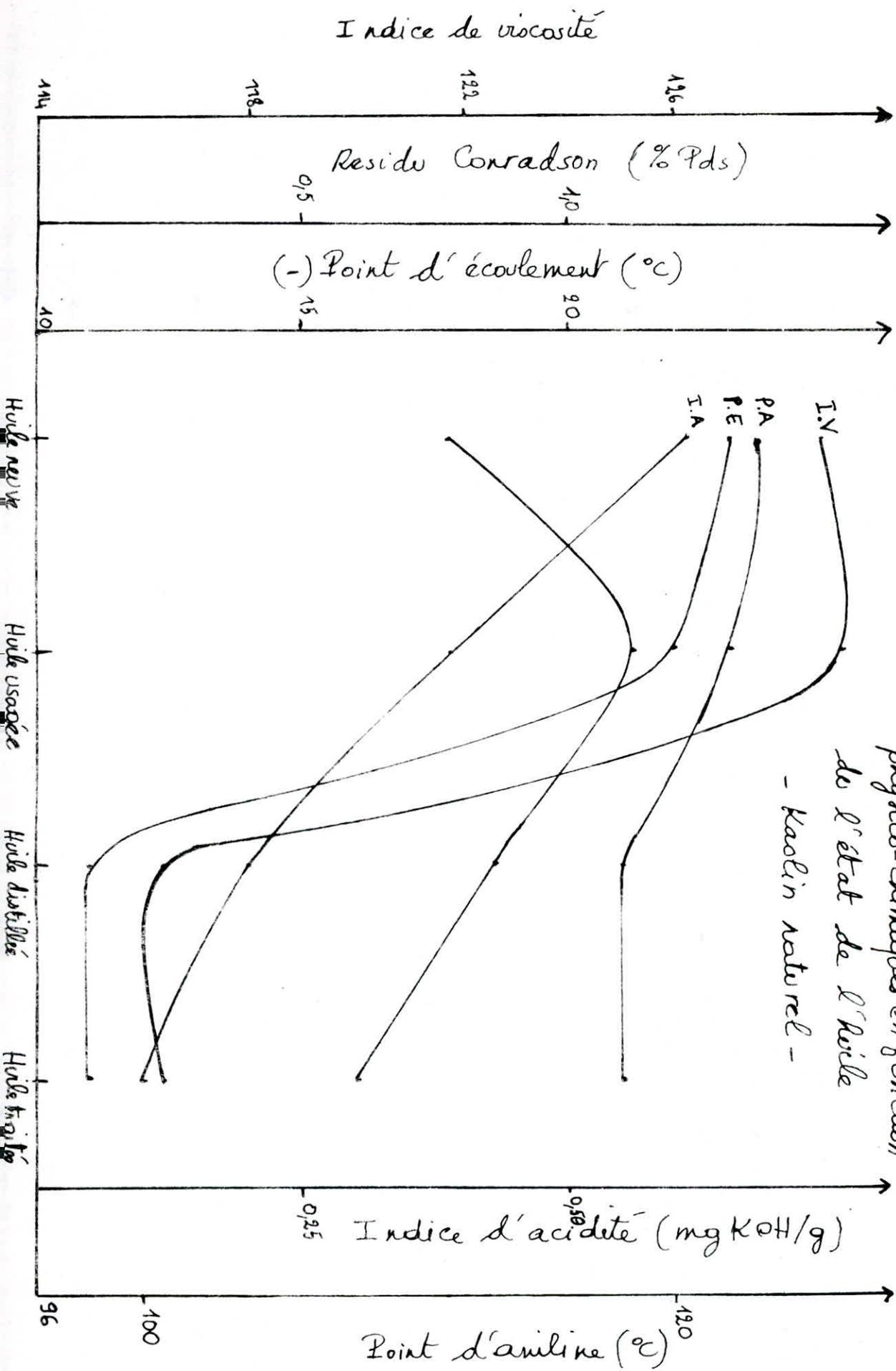
-NON

\* TYPE DE REGIME DU MOTEUR PENDANT LA CIRCULATION  
( VITESSE MOYENNE )

60 Km/h

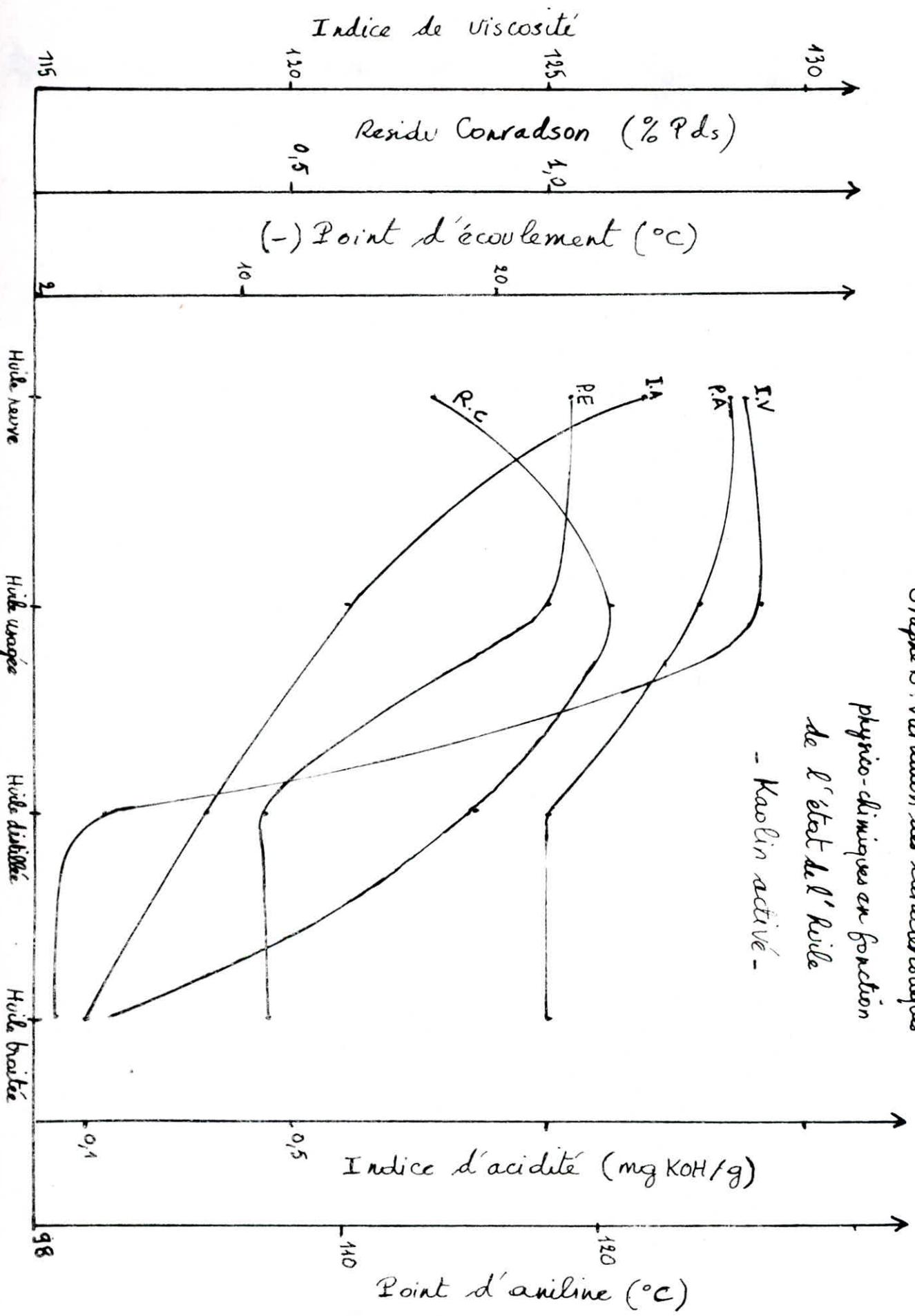
\* BEAUCOUP DE MISE EN MARCHÉ DU MOTEUR (VEHICULE ARRETE)

...Non....



Graph A : Variation des caractéristiques physico-chimiques en fonction de l'état de l'huile - Kaolin naturel -

Graph 8: Variation des caractéristiques physico-chimiques en fonction de l'état de l'huile - Kaolin activé -



**Annexe n°3 :**

**\* VARIATION DE LA DENSITE EN FONCTION DU KILOMETRAGE :**

Kilométrage ( Km )	0	242	432	638	827	911	3000	5000	7000
Densité mesurée	0,8835	0,8840	0,8845	0,8865	0,8895	0,8905	0,8951	0,8963	0,8982
Densité donnée par l'équation	0,8830	0,8857	0,8867	0,8875	0,8882	0,8885	0,8933	0,8965	0,8991

**Tableau A**

**\* VARIATION DU RESIDU CONRADSON EN FONCTION DU KILOMETRAGE :**

Kilométrage ( Km )	0	242	432	638	827	911	3000	5000	7000
Residu Conradson mesuré	0,77	0,84	0,93	1,06	1,13	1,13	1,90	2,80	3,30
Residu conradson donné par l'équation	0,70	0,84	0,94	1,03	1,12	1,15	1,97	2,68	3,30

**Tableau B**

\* VARIATION DE LA VISCOSITE A 100 °C EN FONCTION DU KILOMETRAGE :

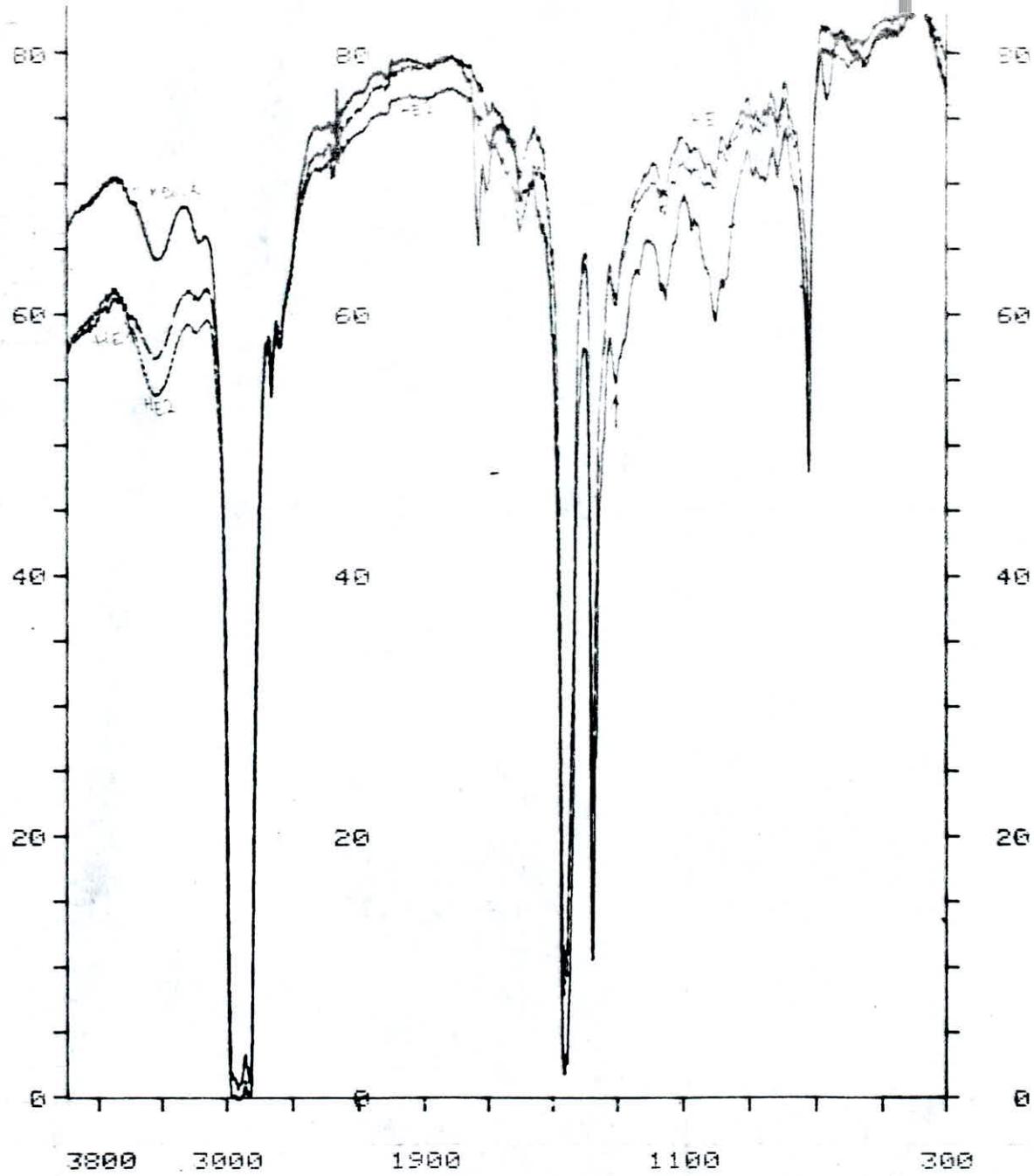
Kilométrage ( Km )	0	242	432	648	827	911	3000	5000	7000
Viscosité ( cst ) mesurée	16,27	11,49	11,23	11,65	12,14	12,30	15,13	17,18	20,20
Viscosité ( cst ) calculéepar l'équation	16,27	11,81	11,65	11,64	11,71	11,75	13,99	16,87	20,04

Tableau C

\* VARIATION DE LA VISCOSITE A 40 °C EN FONCTION DU KILOMETRAGE :

Kilométrage ( Km )	0	242	432	648	827	911	3000	5000	7000
Viscosité ( cst ) mesurée	152,86	101,03	99,23	99,16	104,43	105,54	115,38	135,80	153,50
Viscosité ( cst ) calculéepar l'équation	152,86	102,39	100,82	100,81	101,46	101,87	118,32	135,69	152,60

Tableau D

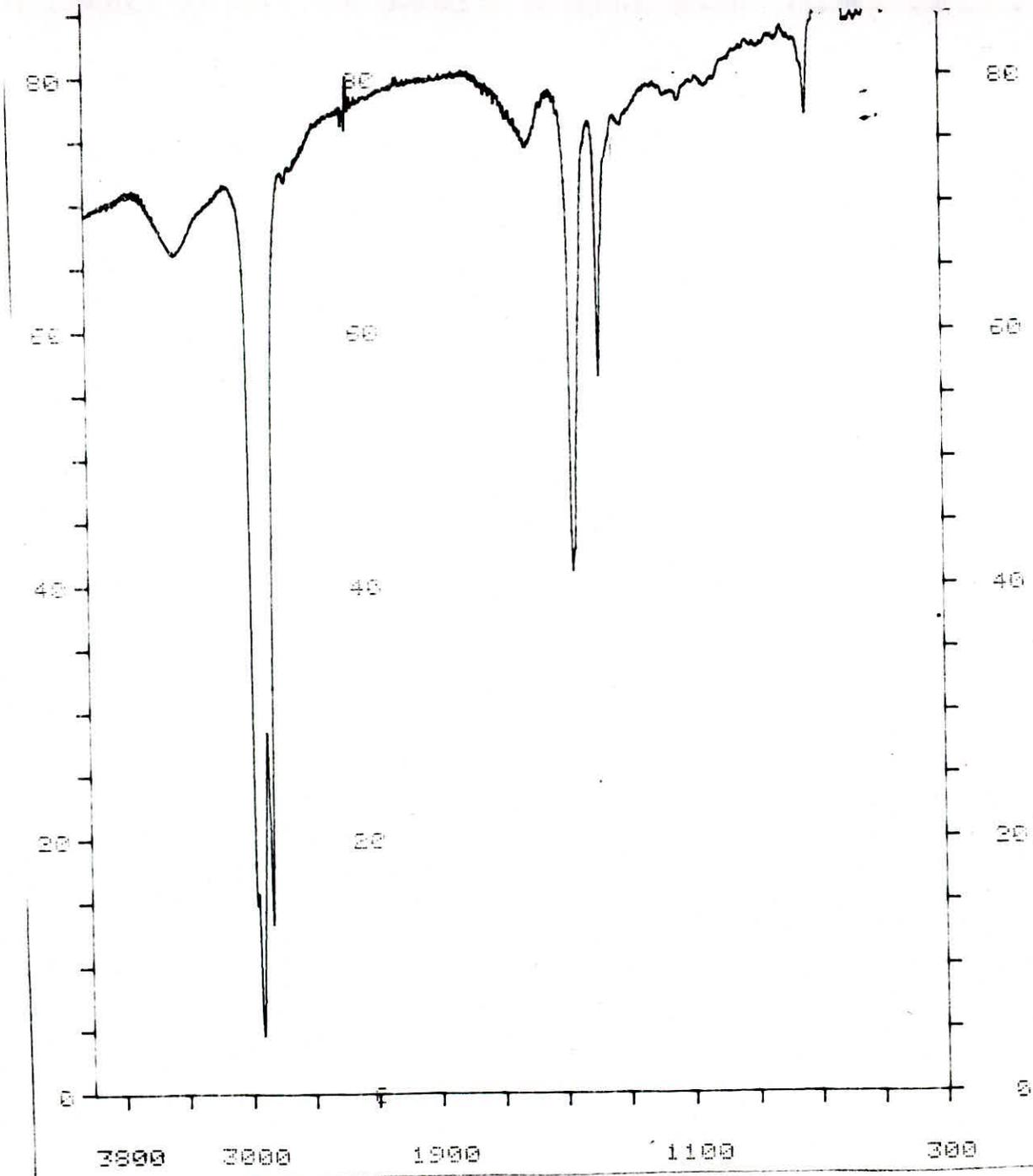


File name: HZ ...  
 OPERATOR: BOUALI.B

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4  
 NOISE FILTER 1  
 RESOLUTION 3.0  
 ORDINATE MODE %T  
 RANGE 4000.0-302.0  
 ABSCL SCALE 0.25

PEAK THRESHOLD 2 %T	
CM-1	%T
3438.0	64.07
2915.0	0.43
2728.0	53.66
2315.0	74.31
1731.0	65.14
1709.0	69.23
1463.0	1.63
1378.0	10.54
1304.0	54.63
1154.0	61.08
1004.0	59.41
853.0	70.00
816.0	70.37
722.0	47.02
669.0	76.43
552.0	78.88



OPERATOR BOUALI.B

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4  
 NOISE FILTER 1  
 RESOLUTION 3.0  
 ORDINATE MODE %T  
 RANGE 4000.0-300.0  
 ABSO. SCALE 0.25

PEAK THRESHOLD 3 %T

CM-1	%T
3430.0	55.07
2925.0	4.30
2855.0	13.27
2335.0	75.71
2314.0	77.41
1600.0	74.47
1463.0	40.98
1377.0	56.35
722.0	75.93

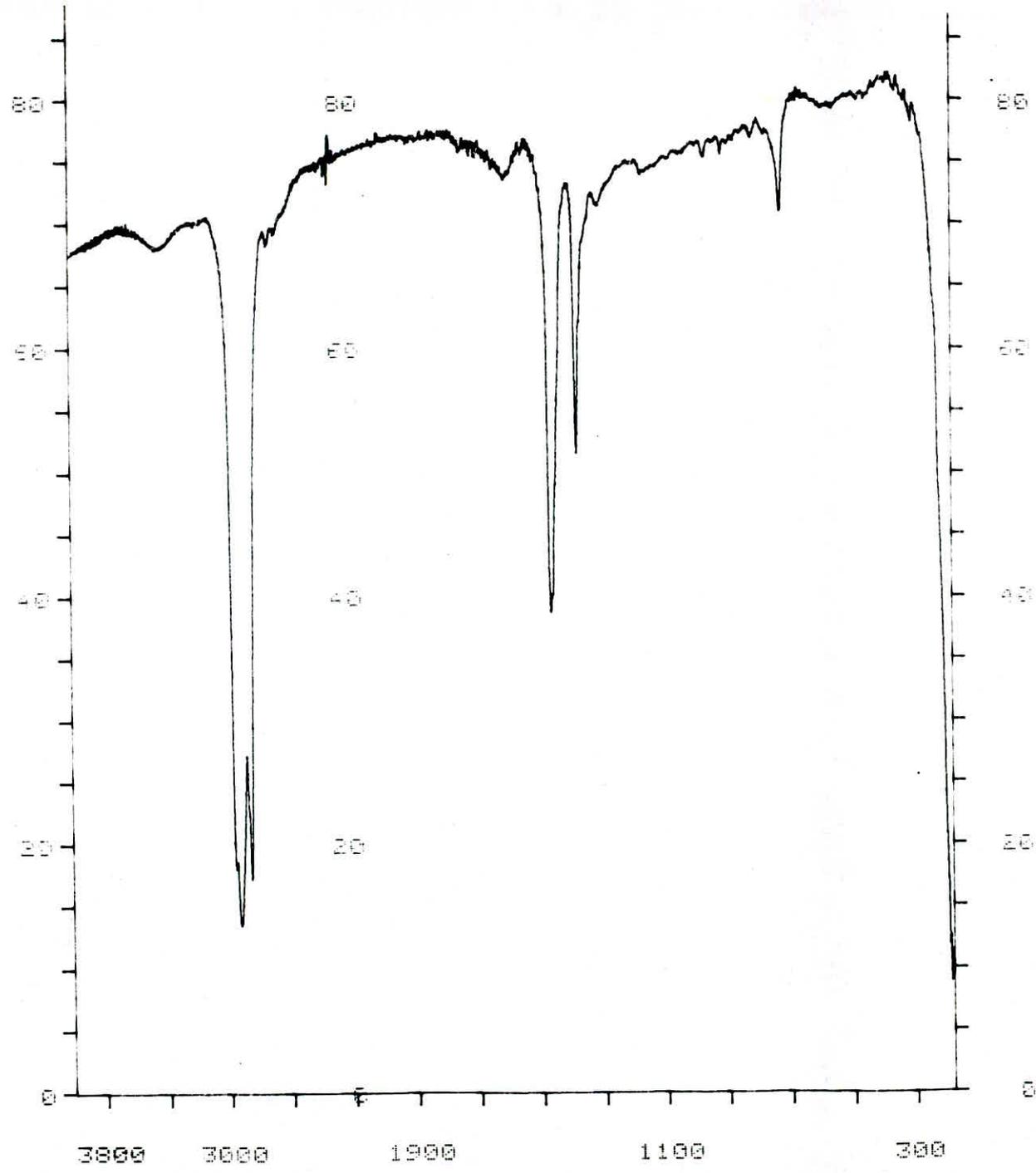
...1.11 1.11  
au Kaolin active

OPERATOR BOUALI.B

REPLOTTED SPECTRUM

SCAN MODE 4  
NOISE FILTER 1  
RESOLUTION 3.0  
ORDINATE MODE %T  
RANGE 4000.0- 100.0  
ABSC. SCALE 0.25

PEAK THRESHOLD 2 %T	
CM-1	%T
3448.0	67.91
3325.0	17.29
2855.0	16.92
2373.0	73.21
2013.0	75.62
1600.0	73.53
1463.0	38.62
1377.0	51.42
732.0	79.98
186.0	8.95



### Bibliographie :

- [11] : Revade 90, " Colloque international sur la récupération et la valorisation de déchets "  
— Rapport NAFTAL — ( 17 au 21 mars 1990 à ALGER )
- [21] : J.L.E Groff, " ABC du graissage " ( Technip, 1961 )
- [31] : .A. Schilling " Les huiles pour moteur et le graissage des moteurs " ( Technip, 1975 )
- [41] : F. Audibert " Huiles usagées, schema I.F.P de reraffinage "  
Revue de l'institut Francaise de pétrole  
Nov, Dec 1978
- [51] : Jacques Richard, Fernand Roux, " Lubrifiant "  
Technique de l'ingenieur B590, B591
- [61] : M.L Whisman " New re-refining technologies of the western world "  
( Lubrification Engineering, May 1979 )
- [71] : Dennis W.Brinkman " Technologies for re-refining used lubricating oil "  
National institute for petroleum and energy resarch,  
Bartes ville ( May 1987, lubrication engineering )
- [81] : Pr. S.E Chitour - F. Mohallebi  
" Influence de l'espacement des vidanges sur les caracteristiques physico-chimiques d'une huile moteur SAE 20W50 " ( En voie de publication. )
- [91] : S. Caillere, S. Henin, M. Rauturea  
" Minéralogie des argiles "  
1- Structure et propriétés physico-chimiques  
2- Classification et nomenclature  
Edition Masson (1982)
- [101] : S.E Chitour, " Raffinage du pétrole "  
O.P.U , Tome 1 (1983)
- [111] : P. Wuithier, " Le pétrole : Raffinage et genie chimique (Tome 1) Technip (1972)
- [121] : R. Lefevre, " Graissage et tribotechnique "  
technip (Tome 1), 1975
- [131] : I.F.P , " Methode rapides d'analyses des huiles usagées "  
Publication de l'I.F.P (1971)
- [141] : Jahan(c), " Comportement des huiles multigrades résultant de leur caractère non new Tonien "  
Ingenieurs de l'automobile , Fev 1964

- [15] : AFNOR, " Methodes des éssais pétroliers "  
edition 1972
- [16] : M. Avram, " Spectroscopie infra-rouge "  
Dunod, edition 1970
- [17] : J.F Demarq, " raffinage des huiles minérales par  
traitement à la terre"  
edition technip, Mai 1958
- [18] : A. Dris & F. Khechekhouche " Caractérisation de l'huile  
usagée moteur S.A.E 20W50 et regeneration "  
Projet de fin d'étude, E.N.P 1988  
sous la direction du Pr. S.E Chitour
- [19] : Ait Ouarab, " Caracterisation et regeneration de huiles  
moteurs S.A.E 20W50 "  
Projet de fin d'étude, E.N.P 1989  
sous la direction du Pr S.E Chitour
- [20] : K. Zaourar " Utilisation des differents adsorbants pour  
la regeneration des huiles moteurs usagées "  
Projet de fin d'étude, E.N.P 1990  
sous la direction du Pr S.E Chitour

