

2/01

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département De Génie Chimique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

# PROJET DE FIN D'ETUDES

Thème

**ÉTUDE DE LA RÉGÉNÉRATION DES HUILES  
USAGÉES MOTEURS PAR PERCOLATION**

Proposé et dirigé par :

**Pr. C.E.CHITOUR**

**&**

**Mme. F. MOHELLEBI**

Étudié par :

**M. B. BOULESNAM**

Junin 2001

# Dédicaces

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

Je dédie ce modeste travail :

- ❖ À mes chers parents ;
- ❖ À ma sœur et mes frères ;
- ❖ À mes grands parents ;
- ❖ À tous mes oncles et à toutes mes tantes ;
- ❖ À mes cousins et mes cousines ;
- ❖ À tous mes amis ;
- ❖ À tous ceux qui me sont chers.

Malek



# Remerciements



Je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements et ma reconnaissance à Monsieur le Professeur CHITOUR qui m'a aidé et dirigé pendant l'élaboration de ce travail.

A Madame MOHELLEBI, chargé de cours à l'École Nationale Polytechnique j'exprime ma profonde gratitude pour avoir proposé et dirigé ce travail.

Je tiens également à remercier :

Madame HADDOUM, chargé de cours à l'École Nationale Polytechnique pour avoir présidé ce jury.

Monsieur SELATNIA, maître assistant à l'École Nationale Polytechnique ainsi qu'à Madame MEZIANI, chargé de cours à l'École Nationale Polytechnique pour avoir accepté de faire partie du jury.

Mes remerciements vont également à Mustapha, Rafik, Boualem, Mamid, Hadjri ainsi qu'à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

زيوت المحركات المستعملة تشكل ملوثا أساسيا للبيئة عند رميها. عملنا تمثل في البحث عن وسيلة إعادة تصفية هاته الزيوت بطريقة اقتصادية و غير ملوثة على السلم شبه صناعي .

الجزء الأول من العمل تمثل في تحديد خصائص الزيت الجديدة و الزيت المستعملة و هذا لمعرفة مدى تلوث هلته الأخيرة بمقارنتها مع الأولى .

بعد جمع عناصر الجهاز (أطباق مثقوبة، عمود طوله 1.54 م ذو قطر 160 مم) قمنا بدراسة إمتزاز الزيت المستعملة المزوجة من الماء و الهيدروكربونات الخفيفة على تربة البنتونيت المحفزة حراريا.

### Résumé :

Les huiles usagées moteurs constituent un danger pour la faune et la flore. Notre travail consiste à chercher une méthode économique, efficace et non polluante de régénération de ces huiles à l'échelle semi-pilote.

Dans la première partie de ce travail, nous avons analysé l'huile neuve et l'huile usagée moteur et ce pour voir le degré de contamination de cette dernière.

Afin de rassembler les éléments de l'appareil (plateaux perforés, tube cylindrique de 1.54 m et de diamètre de 160 mm), nous avons étudié la percolation de l'huile usagée déshydratée et dé-essencée sur bentonite activée thermiquement.

### Mots clés :

Régénération, huile, usagée, percolation, temps, saturation, bentonite, semi-pilote.

### Abstract :

This work is the study of regeneration of used oils engine which is called " percolation ", where we have used the bentonite clay.

The first step, consisted in the characterisation of new and used oil through standardised tests.

In the second step, we studied the percolation of used oil on the heat activate bentonite on column of 1.54 m.

# Table des matières

INTRODUCTION .....	1
--------------------	---

## PARTIE THÉORIQUE

### PREMIER CHAPITRE : GÉNÉRALITÉS SUR LES LUBRIFIANTS

I.1. DÉFINITION ET RÔLE D'UN LUBRIFIANT .....	3
I.2. ORIGINE DES LUBRIFIANTS .....	3
I.2.1. Les lubrifiants d'origine végétale ou animale .....	3
I.2.2. Les lubrifiants d'origine pétrolière .....	3
I.2.3. Les lubrifiants de synthèse .....	3
I.3. CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS .....	4
I.3.1. Les lubrifiants liquides .....	4
I.3.2. Les graisses .....	4
I.3.3. Les lubrifiants solides .....	4
I.3.4. Les lubrifiants gazeux .....	5
I.4. FONCTION DES LUBRIFIANTS .....	5
I.5. LES RÉGIMES DE LA LUBRIFICATION .....	6
I.6. LES CARACTÉRISTIQUES DES LUBRIFIANTS .....	8
I.6.1. Les caractéristiques d'identification .....	8
I.6.2. Les caractéristiques d'utilisation .....	8

### DEUXIÈME CHAPITRE : LES HUILES MOTEURS

II.1. INTRODUCTION .....	9
II.2. CLASSIFICATION DES HUILES MOTEURS .....	9
II.3. COMPOSITION DES HUILES MOTEURS .....	13
II.3.1. Introduction .....	13
II.3.2. Les huiles de base .....	13
a) Origine des huiles de base .....	13
a.1) Les bases minérales conventionnelles .....	13
a.2) Les bases minérales non conventionnelles .....	16
a.2.1) Les bases hydrotraitées .....	16
a.2.2) Autres types d'huiles de base non conventionnelles .....	16
a.3) Les huiles synthétiques .....	16
a.4) Les tendances chimiques des huiles .....	17
II.3.3. Les additifs .....	18

### TROISIÈME CHAPITRE : LES HUILES MOTEURS USAGÉES

III.1. INTRODUCTION .....	21
III.2. DÉFINITION D'UNE HUILE USAGÉE .....	21
III.3. ALTÉRATION DES HUILES .....	21
III.4. DIFFÉRENTS TYPES D'ALTÉRATION .....	22
III.4.1. L'altération physique .....	22
III.4.2. L'altération chimique .....	22
III.5. DIFFÉRENTES FORMES D'USURE DANS UN MOTEUR .....	23

### QUATRIÈME CHAPITRE : RÉGÉNÉRATION DES HUILES USAGÉES

IV.1. INTRODUCTION .....	24
IV.2. DÉFINITION DE LA RÉGÉNÉRATION .....	24

IV.3.PROCESSUS GÉNÉRAL DE RÉGÉNÉRATION.....	24
IV.4.LES DIFFÉRENTS PROCÉDÉS DE RÉGÉNÉRATION.....	25
IV.4.1.Procédé acide-terre .....	26
IV.4.2.Procédé MATTHYS-GARAP .....	26
IV.4.3.Procédé B.E.R.C (BOUT-LES-VILLES energy research center) .....	27
IV.4.4.Procédé K.T.I (Kinetic technology incorporation) .....	28
IV.4.5.Procédé RHÔNE POULENC / I.F.P.....	28
IV.4.6.Procédé Sélectropropane / Hydrofinissage.....	29
IV.4.7.Procédé par percolation.....	30

## PARTIE EXPERIMENTALE

### PREMIER CHAPITRE : ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE NEUVE ET DE L'HUILE USAGEE

I.1. INTRODUCTION.....	31
I.2. DÉFINITION DES DIFFÉRENTES PROPRIÉTÉS PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES LUBRIFIANTES.....	31
I.2.1.La viscosité.....	31
I.2.2.Indice de viscosité.....	32
I.2.3.La densité.....	33
I.2.4.Teneur en carbone Conradson ( $R_C$ ) .....	33
I.2.5.Le point d'aniline.....	34
I.2.6.Le point d'éclair.....	34
I.2.7.La couleur.....	34
I.2.8.L'indice de réfraction.....	34
I.3. CARACTÉRISATION DE L'HUILE NEUVE.....	36
I.3.1. Analyse physico-chimique de l'huile neuve.....	36
I.3.2. Composition de l'huile neuve.....	36
I.3.3. Variation de la viscosité de l'huile neuve avec la température .....	39
I.4. CARACTÉRISTIQUES DE L'HUILE USAGÉE.....	41
I.4.1.Caractéristiques du moteur.....	41
I.4.2.Régime de marche du moteur.....	41
I.4.3.Prise de l'échantillon d'huile usagée .....	41
I.4.4.Caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée.....	41
I.4.6.Composition de l'huile usagée.....	43
I.4.7.Variation de la viscosité avec la température.....	44

### DEUXIÈME CHAPITRE : CHOIX DE L'ADSORBANT

II.1. INTRODUCTION.....	47
II.2. LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DE LA BENTONITE .....	47
II.3. QUELQUES PROPRIÉTÉS CHIMIQUES DE LA BENTONITE.....	47
II.4. ANALYSE CHIMIQUE DE L'ADSORBANT CHOISI À L'ÉTAT NATUREL .....	47
II.5. TRAITEMENT DE LA BENTONITE .....	48
II.6. ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE .....	49
II.6.1.Résultats du tamisage.....	49
II.6.2.Calcul du diamètre moyen.....	50

### TROISIÈME CHAPITRE : CARACTÉRISTIQUES DE L'APPAREIL SEMI-PILOTE

III.1. INTRODUCTION .....	52
---------------------------	----

III.2. LES COMPOSANTS DE L'APPAREIL..... 52  
 III.3. MONTAGE ET ASSEMBLAGE..... 53

**QUATRIÈME CHAPITRE : RÉGÉNÉRATION DE L'HUILE USAGÉE SUR LA COLONNE SEMI-PILOTE**

IV.1. ESSAI À VIDE ..... 57  
 IV.2. TEST DE PERCOLATION EN UTILISANT UN SEUL PLATEAU..... 58  
     IV.2.1. Premier essai (masse de bentonite égale à 50 g)..... 58  
         A. Détermination des propriétés du cumul des fractions ..... 59  
         B. Calcul de la capacité fractionnaire des lits « F » ..... 60  
         C. Calculs et résultats ..... 60  
         D. Définition de la quantité d'huile traitée par unité de masse ..... 62  
         E. Définition de la quantité d'huile traitée par unité de temps ..... 62  
         F. Commentaire..... 63  
     IV.2.1. Deuxième essai (masse de bentonite égale à 100 g) ..... 64  
         A. Résultats et commentaire..... 64  
 IV.3. TEST DE PERCOLATION EN PLACANT LA CHARGE SUR TOUS LES PLATEAUX..... 66  
     IV.3.1. Premier essai (50 g de bentonite sur chaque plateau) ..... 66  
     IV.3.2. DEUXIÈME ESSAI (100 g de bentonite sur chaque plateau) ..... 68  
         ❖ Commentaire ..... 71  
 CONCLUSION..... 72  
 LISTE DES SYMBOLES ET ABRÉVIATIONS UTILISÉES  
 ANNEXES  
 BIBLIOGRAPHIE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

# Introduction



## INTRODUCTION [1, 2]

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

Les progrès remarquables du machinisme, et de la locomotion en particulier, sous toutes ses formes, vont de pair avec le standing de vie des nations civilisées. L'industrie, l'agriculture, les transports en sont tributaires. Or, aucun véhicule automobile, aucun navire ni aucun avion ne saurait être conçu ni fonctionner d'une manière économique et durable sans l'aide de la lubrification.

Une société développée est, en effet, une société qui produit beaucoup, consomme beaucoup, et rejette beaucoup de déchets de toutes natures. La prise de conscience mondiale dans le domaine de l'écologie, illustrée par la conférence de RIO en 1992, a incité de nombreux pays à mettre en place une politique de traitement des déchets. Protéger l'environnement, lutter contre le gaspillage de l'énergie et exploiter des ressources inemployées, tel est le triple objectif de la récupération des déchets. La conjoncture économique difficile d'aujourd'hui, recommande de réduire le gaspillage de matières premières et d'énergie que représentent ces énormes quantités de déchets rejetés.

Les huiles lubrifiantes pour moteurs d'automobiles, sont à base d'hydrocarbures extraits du pétrole et soigneusement raffinés, auxquels on ajoute divers additifs en teneur globale très variable, qui permettent d'atteindre les spécifications d'emploi des huiles finies. En service, l'huile est polluée par l'essence et les gaz de combustion qui apportent entre autres des dérivés de plomb. Cette huile s'oxyde partiellement. Néanmoins, cette détérioration du lubrifiant est un processus lent et la plus grande partie de la base hydrocarbonée de l'huile reste inaltérée. Elle peut être réutilisée à la confection de lubrifiants pour moteurs, de combustibles à condition d'être récupérée dans un état de pureté comparable à celui d'une base neuve.

Les huiles moteurs neuves génèrent après leur utilisation, des huiles usagées dont les propriétés sont très proches les unes des autres. Ces huiles usagées constituent une catégorie importante de matériaux récupérables. La priorité est donnée au recyclage dont l'objectif est l'économie de matières premières ou la récupération d'énergie par la combustion de cette huile usagée.

Lorsque une tonne d'huile usagée est brûlée, elle permet une économie d'environ 0,95 tonne de fuel lourd. Il faut signaler que cette manière de faire cause des problèmes écologiques dus à l'élimination des gaz toxiques. Lorsqu'une tonne d'huile usagée est régénérée, elle permet d'obtenir 0,7 tonne d'huile de base qui aurait nécessité la consommation en raffinerie d'au moins une tonne de fuel lourd. L'économie par tonne d'huile usagée retraitée est donc d'environ 0,05 tonne de fuel lourd.

Le développement industriel nécessite une valorisation de toutes sortes de ressources d'énergie. C'est dans ce contexte que nous allons dans ce travail, essayer d'apporter notre contribution à l'étude analytique des huiles usagées et à la mise en œuvre d'une méthode de régénération de ces huiles usagées.

La méthode conventionnelle de régénération des huiles de vidange consiste essentiellement en un traitement à l'acide sulfurique suivi d'un contact avec de la terre activée. Le rendement est médiocre et surtout, le taux d'acide étant élevé (au moins 12 % de l'huile), d'importantes quantités de boues acides extrêmement polluantes sont formées.

Dans le cadre de ce travail, l'objectif est la mise au point d'un procédé de régénération à l'échelle semi-pilote par percolation d'huiles lubrifiantes usagées peu ou non polluant en remplacement de la méthode conventionnelle de régénération à l'acide et à la terre activée. Nous avons étudié la possibilité d'utiliser une bentonite algérienne activée thermiquement comme argile purifiante. En premier lieu, nous avons étudié les propriétés physico-chimiques de l'huile neuve et de l'huile usagée de catégorie SAE 20W50 vidangée après 1000 Km de fonctionnement d'un véhicule de type Peugeot 505 par le biais d'essais normalisés. Cette étude, nous permettra d'évaluer leur degré de contamination. Ensuite, nous avons procédé à la régénération de l'huile usagée à l'échelle semi-pilote en utilisant un appareil comportant une colonne de 1,54 mètres et 20 plateaux perforés par le procédé cité ci-dessus.

# Partie théorique

# **Premier chapitre : Généralités sur les lubrifiants**

## **I.1. DÉFINITION ET RÔLE D'UN LUBRIFIANT**

## **I.2. ORIGINE DES LUBRIFIANTS**

I.2.1. Les lubrifiants d'origine végétale ou animale

I.2.2. Les lubrifiants d'origine pétrolière

I.2.3. Les lubrifiants de synthèse

## **I.3. CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS**

I.3.1. Les lubrifiants liquides

I.3.2. Les graisses

I.3.3. Les lubrifiants solides

I.3.4. Les lubrifiants gazeux

## **I.4. FONCTION DES LUBRIFIANTS**

## **I.5. LES RÉGIMES DE LA LUBRIFICATION**

## **I.6. LES CARACTÉRISTIQUES DES LUBRIFIANTS**

I.6.1. Les caractéristiques d'identification

I.6.2. Les caractéristiques d'utilisation

## **I.1. DÉFINITION ET RÔLE D'UN LUBRIFIANT**

Un lubrifiant est une substance onctueuse, d'origine le plus souvent pétrolière que l'on applique sur les coussinets, les glissières ou les surfaces de contact des machines pour réduire les frottements entre les parties en mouvement [2].

Les lubrifiants améliorent le fonctionnement mécanique en évitant l'abrasion, appelée aussi grippage, des pièces métalliques provoquée par la chaleur de dilatation. Certains lubrifiants servent aussi au refroidissement et évitent, ainsi, la déformation des matériaux provoquée par la chaleur [3].

On utilise de minces films lubrifiants pour les lourdes charges, évitant ainsi les frottements internes du lubrifiant et la perte d'énergie qui en résulte. On utilise des lubrifiants en couches épaisses, ou sous forme liquide, dans les machines où les déplacements ou les oscillations sont modérés [3].

## **I.2. ORIGINE DES LUBRIFIANTS [4]**

Les lubrifiants peuvent être d'origine animale ou végétale, pétrolière et de synthèse.

### **I.2.1. Les lubrifiants d'origine végétale ou animale**

Les lubrifiants naturels sont utilisés depuis la plus haute antiquité jusqu'à nos jours. Ils entrent dans la composition des graisses, des lubrifiants pour le travail des métaux, etc. Ce sont de bons lubrifiants limites, c'est à dire qu'ils sont utilisés à chaque fois que les contacts, inévitables entre les surfaces frottantes, ne sont pas importants.

Néanmoins, ils présentent quelques inconvénients comme leur décomposition rapide à haute température et leur disponibilité dépendante de l'année de récolte ainsi que des événements politiques.

### **I.2.2. Les lubrifiants d'origine pétrolière**

Les lubrifiants d'origine pétrolière sont les plus utilisés, car ils sont produits en grandes quantités à partir de la distillation du pétrole. Ils présentent une bonne stabilité thermique et une bonne résistance à l'oxydation, mais ce sont de moins bons lubrifiants que les huiles végétales ou animales.

### **I.2.3. Les lubrifiants de synthèse**

Les lubrifiants de synthèse sont obtenus par synthèse organique et sont surtout utilisés dans l'aviation supersonique.

## I.3. CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS [5]

Selon leur état physique, les lubrifiants peuvent être classés en quatre groupes :

- Les lubrifiants liquides (huiles minérales, fluides synthétiques, fluides aqueux).
- Les graisses.
- Les lubrifiants solides.
- Les lubrifiants gazeux (en général l'air) dont l'utilisation très limitée ne concerne que les paliers à gaz.

### I.3.1. Les lubrifiants liquides

Les lubrifiants d'origine minérale ou huiles de pétrole sont extraits de coupes pétrolières provenant de la distillation du pétrole brut. Ces coupes, que l'on nomme des « distillats », subissent des opérations de raffinage dont la complexité dépend à la fois de l'origine du pétrole brut utilisé et de la qualité recherchée des produits.

Ils sont fréquemment employés dans les mécanismes chargés tels que les moteurs alternatifs.

### I.3.2. Les graisses

Les graisses sont des produits viscoplastiques à aspect butyreux, obtenus par dispersion d'un agent épaississant (ou gélifiant) insoluble, dans une huile lubrifiante pouvant contenir, en outre, des additifs variés (antioxydants, antirouille, anti-corrosifs, extrême pression, anti-usure) et, quelquefois, des lubrifiants solides.

Les propriétés et les domaines d'application des graisses sont fortement influencés par la nature de l'*agent gélifiant*<sup>1</sup> et celle de l'huile de base. Parmi ces propriétés, les plus spécifiques sont la consistance et le point de goutte ou température de fusion de la première goutte caractérisant la tenue thermique du savon. Les graisses dites sans savon, la plupart du temps réservées pour des applications à hautes températures, sont gélifiées, soit avec des épaississants organiques (polyurées...), soit avec des épaississants inorganiques (bentonites, graphite, polytétrafluoroéthylène).

### I.3.3. Les lubrifiants solides

Ce sont des composés solides facilement cisailables par frottement à cause d'une structure lamellaire (graphite, bisulfure de molybdène, fluorure de graphite), d'une structure polymérique à longues chaînes droites orientées (polytétrafluoroéthylène ou P.T.F.E.) ou par faible dureté comme les métaux mous (plomb, étain, argent, indium...). Les produits les plus utilisés sont le graphite, le bisulfure de molybdène ( $\text{MOS}_2$ ) et le P.T.F.E.

<sup>1</sup> Les agents gélifiants des graisses classiques sont des savons d'acides gras et de métaux tels que le lithium (les plus utilisés), de calcium (résistants à l'eau mais très fusibles), de sodium (très adhérents mais sensibles à l'eau) ou d'aluminium (assez cisailables).

Parmi les solides lamellaires, le fluorure de graphite (CF<sub>x</sub>) est un produit prometteur, d'application récente mais encore cher ; le talc et le mica sont employés, depuis longtemps, comme charge de certains lubrifiants « secs » de travail des métaux (étirage, tréfilage, filage, etc.) tandis que les dichalcogénures lubrifiants synthétiques (bisulfures, biséléniures et bitellures de molybdène, tungstène, tantale et nobium) ainsi que le fluorure de calcium et le nitrure de bore n'ont que des applications très spéciales (espace, ultra-vide, nucléaire...) ou restent des curiosités de laboratoires.

A côté du polytétrafluoroéthylène, d'utilisation courante, on peut considérer comme lubrifiants solides certains matériaux plastiques comme les polyamides, les polyacétals, les polyimides, etc. Ces matériaux peuvent être renforcés par des fibres et chargés par des lubrifiants solides classiques et des métaux en poudre.

Les métaux mous (le plomb, l'étain, l'antimoine, l'argent, l'indium) sont utilisés en film mince (revêtement de coussinets, de pistons, d'engrenages), en charge dans les matériaux composites autolubrifiants ou en dispersion dans les graisses antigrippantes.

Les lubrifiants solides peuvent être utilisés sous forme de poudres, de pâtes, de dispersions dans l'huile, dans l'eau, dans un fluide volatil, dans les graisses, sous forme de *verniss de glissement*<sup>2</sup> et de matériaux composites autolubrifiants.

### 1.3.4. Les lubrifiants gazeux

Ils sont utilisés par exemple dans les ultracentrifugeuses, rectifieuses tournant à grandes vitesses. Les gaz tels que l'air ou l'azote, possédant un faible coefficient de frottement, sont souvent employés dans les machines industrielles alimentaires où toute contamination doit être évitée [4].

## 1.4. FONCTION DES LUBRIFIANTS [5]

Dans tous les cas, les lubrifiants ont essentiellement pour fonction de :

- *Réduire les pertes par frottement* en vue d'économiser l'énergie et également de réduire l'échauffement des pièces induit par frottement.
- *Combattre l'usure et la corrosion des surfaces frottantes* en vue d'augmenter la longévité et la fiabilité des machines.

Les lubrifiants peuvent aussi avoir d'autres fonctions importantes, en particulier :

- *Évacuer les calories* ; cette fonction réfrigérante, importante pour les moteurs thermiques et les mécanismes rapides, est primordiale pour la plupart des fluides de travail des métaux, pour les huiles de trempe et pour les fluides caloporteurs.

---

<sup>2</sup> Les *verniss de glissement* sont des dispersions de lubrifiants solides dans une matrice, ou liant, qui peut être d'origine organique (résines thermodurcissables phénoliques, époxydes, glycérophthaliques) ou minérale (composés vitreux, sels, oxydes, céramiques).

- *Contribuer à parfaire l'étanchéité* tant interne qu'externe des mécanismes.
- *Neutraliser ou évacuer les impuretés* par des propriétés détergentes et dispersantes.

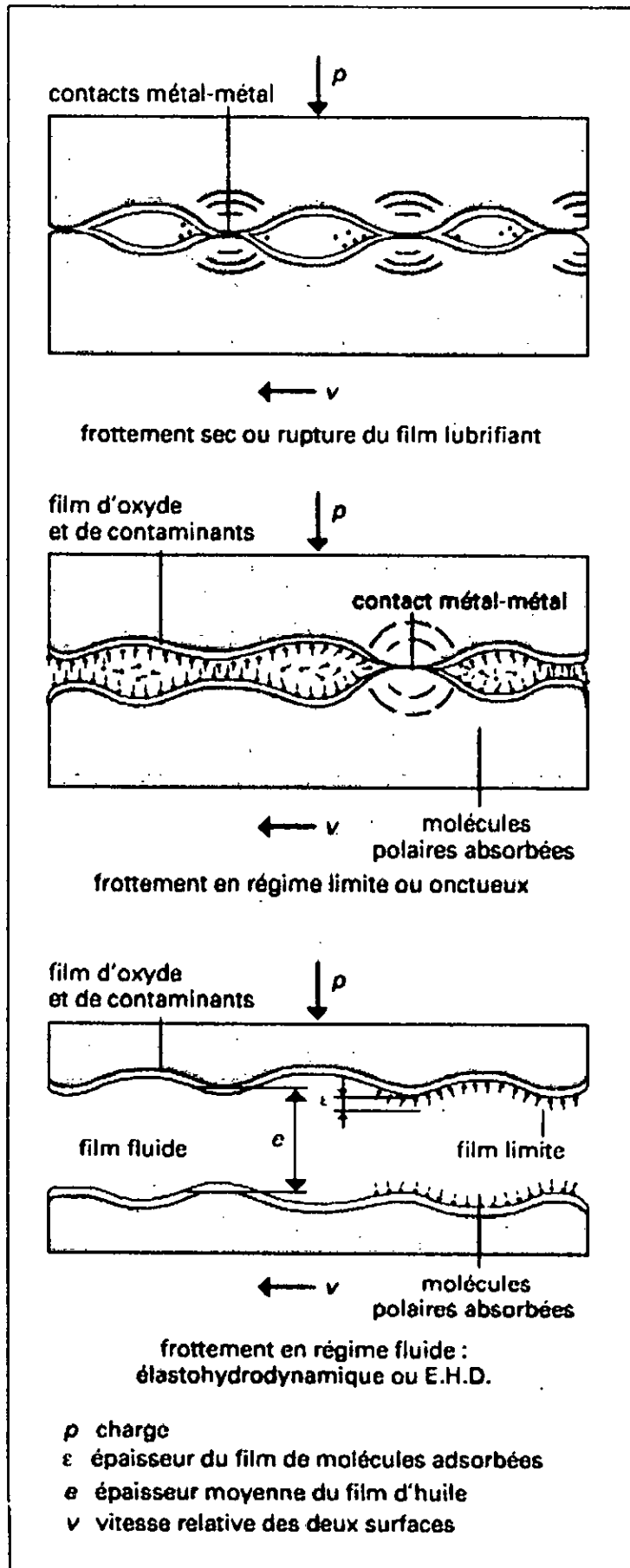
## 1.5. LES RÉGIMES DE LA LUBRIFICATION [5]

Le déplacement relatif de deux surfaces, sous l'action d'une force les maintenant en contact, entraîne une force résistante appelée force de frottement (figure 1). Le rapport entre cette force tangentielle et l'effort normal est le coefficient de frottement  $f$ . Celui-ci peut varier dans de très larges proportions, pratiquement entre  $10^{-4}$  et 1, selon les conditions tribologiques régnant entre les surfaces frottantes, et en particulier selon l'épaisseur moyenne du film d'huile, qui définissent les régimes de lubrification suivants :

- ***Le régime de frottement sec*** : aucun film lubrifiant n'empêche les aspérités des surfaces antagonistes d'entrer en contact et de donner lieu à des microsoudures plus ou moins résistantes au cisaillement.
- ***Le régime de lubrification limite ou onctueuse*** : est favorisé par de faibles vitesses, de faibles viscosités de l'huile et de fortes pressions de contact. Les surfaces ne sont séparées que par un « tapis » de molécules polaires solidement adsorbées physiquement ou chimiquement. Ce film résiste à de très fortes pressions mais est détruit lorsque la température de contact atteint la température de désorption des molécules.
- ***Le régime de lubrification hydrodynamique*** : c'est le régime dans lequel la forme convergente (« coin d'huile ») et le mouvement relatif des surfaces glissantes produisent la formation d'un film visqueux dans lequel s'exerce une pression suffisante pour séparer complètement les surfaces (portance hydrodynamique). La résistance au déplacement est due à la seule viscosité du lubrifiant. Dans ce régime, le frottement est extrêmement faible ( $f = 10^{-4}$  à  $10^{-2}$ ) et l'usure est nulle.
- ***Le régime de lubrification élastohydrodynamique ou E.H.D*** : s'applique aux contacts hertziens fortement chargés, c'est-à-dire au contact de surfaces bombées telles que celles des dents d'engrenages, des cames et poussoirs, des roulements à billes. Dans ce régime, l'épaisseur du film d'huile et la distribution des pressions de contact sont déterminées par la combinaison des déformations élastiques des surfaces et des propriétés visqueuses du lubrifiant, et notamment de la variation de la viscosité avec la pression.
- ***Le régime de lubrification mixte*** : c'est le régime que l'on rencontre le plus souvent ; il résulte de la coexistence du régime limite, d'une part, et du régime hydrodynamique ou élastohydrodynamique d'autre part. Un film visqueux mince s'établit entre les surfaces, mais son épaisseur reste de l'ordre de grandeur des rugosités, de sorte que, statistiquement, un certain nombre de contacts métal-métal entre aspérités s'effectuent. Le régime mixte peut être défini par la fraction de frottement limite que l'on exprime en pourcentage de contacts métalliques ou par son complément, l'apport hydrodynamique.



Figure.1 : Les régimes de lubrification [4]



## **I.6. LES CARACTÉRISTIQUES DES LUBRIFIANTS [4]**

Les caractéristiques imposées aux lubrifiants correspondent aux propriétés physiques, chimiques et physico-chimiques.

### **I.6.1. Les caractéristiques d'identification**

Ce sont l'ensemble des propriétés mesurables ou repérables (densité, couleur, indice de réfraction, etc.) grâce auxquelles le produit est considéré comme identique à un échantillon témoin.

### **I.6.2. Les caractéristiques d'utilisation**

Ce sont des caractères qui permettent de s'assurer que le lubrifiant possède le minimum de propriétés exigées en vue d'un usage bien déterminé (tension superficielle, chaleur massique, cendre, résidus de combustion incomplète, etc.).

# Deuxième chapitre : Les huiles moteurs

## II.1. INTRODUCTION

## II.2. CLASSIFICATION DES HUILES MOTEURS

## II.3. COMPOSITION DES HUILES MOTEURS

### II.3.1.Introduction

### II.3.2.Les huiles de base

#### a) Origine des huiles de base

a.1) Les bases minérales conventionnelles

a.2) Les bases minérales non conventionnelles

a.2.1) Les bases hydrotraitées

a.2.2) Autres types d'huiles de base non conventionnelles

a.3) Les huiles synthétiques

a.4) Les tendances chimiques des huiles

### III.3.3.Les additifs

## II.1. INTRODUCTION [6]

Les lubrifiants utilisés pour l'automobile sont des produits provenant le plus souvent du raffinage de pétrole brut, mais aussi du traitement chimique d'autres hydrocarbures naturels, de houille ou de biomasse (carburants et huiles de « synthèse »).

Le raffinage du pétrole brut, consiste fondamentalement en une distillation, à pression atmosphérique ou sous vide, permettant de séparer : les gaz, les produits légers (où sont sélectionnés les carburants essence et gazole), puis les huiles et les produits lourds, ceux-ci pouvant eux-mêmes être traités (cracking) pour redonner une partie de produits légers.

Tout lubrifiant permet, comme son nom l'indique, la lubrification des pièces en mouvement. L'huile moteur est un lubrifiant des organes des moteurs en mouvement comme le vilebrequin, le poussoir, la chemise du cylindre, l'arbre à cames et le culbuteur. Elle est utilisée pour transférer la chaleur des pistons vers le bloc moteur et vers le bain d'huile, d'améliorer l'étanchéité entre le piston et la chemise du cylindre, de maintenir la propreté du moteur surtout au niveau des gorges des segments et de protéger les métaux contre la rouille et la corrosion.

## II.2. CLASSIFICATION DES HUILES MOTEURS

Les normes de classification émanent de quatre organismes [7] :

- SAE (Society of Automotive Engineers).
- API (American Petroleum Institute).
- MIL.L (Military Lubricant).
- CCMC (Comité des constructeurs du marché commun).

La norme SAE est la mieux connue du public. Elle est importante et à chaque fois mentionnée de manière très visible sur les bidons. Elle est cependant, très insuffisante : elle ne tient compte que de la viscosité. Elle indique une viscosité à froid, suivi de la lettre W (de Winter, hiver), et une viscosité à chaud. A froid : 0W, 5W, 10W ou 15W. A chaud : 20, 30, 40 ou 50. Plus le chiffre à froid est bas, plus l'huile est fluide à basse température. Plus le chiffre à chaud est élevé, plus elle reste épaisse et capable de résister aux fortes températures. Une bonne huile toute saison doit être une 15W50 ou une 20W40. À condition qu'elle garde ses propriétés multigrades au cours de son utilisation ; et en tenant compte du fait que sa viscosité va s'abaisser par dilution d'essence : une 15W50 risque ainsi de devenir 10W40.

La viscosité des huiles moteurs définit, dans sa dernière version SAE J300 fév.92, 11 niveaux de base, ou « grades ». Les caractéristiques de ces classifications sont reproduites sur le tableau 1[8].

**Tableau.1 : Classification de viscosité SAE J 300 en février 1992 des huiles moteurs [8].**

Grade de viscosité SAE	Viscosité de démarrage à froid en (cp) à la température de °C	Viscosité de pompabilité à froid en (cp) à la température de °C	Viscosité cinématique en (cSt) à 100 °C	
	max	max	mini	max
<b>0 W</b>	3250 à -30	30000 à -35	3.8	-
<b>5 W</b>	3500 à -25	30000 à -30	3.8	-
<b>10 W</b>	3500 à -20	30000 à -25	4.1	-
<b>15 W</b>	3500 à -15	30000 à -20	5.6	-
<b>20 W</b>	4500 à -10	30000 à -15	5.6	-
<b>25 W</b>	6000 à -05	30000 à -10	9.3	-
<b>20</b>	-	-	5.6	< 9.3
<b>30</b>	-	-	9.3	< 12.5
<b>40</b>	-	-	12.5	< 16.3
<b>50</b>	-	-	16.3	< 21.9
<b>60</b>	-	-	21.9	< 26.1
<b>Méthodes</b>	ASTM D 2602	ASTM D 4684	ASTM D 445 Viscosimètre capillaire	

Les normes API tiennent compte des autres caractéristiques du lubrifiant (détergence, dispersivité, etc.) et de leur domaine d'application en fonction des conditions de service, de la conception des moteurs et de la qualité des carburants. Pour les moteurs à *essence*, elles sont répertoriées par la lettre **S (Service)** suivie d'une gradation de A à G. Pour les *Diesel*, elles sont répertoriées par la lettre **C (Commercial)** et une gradation de A à E. SA ou CA sont pratiquement des huiles de base. Ensuite, la progression se traduit par une exigence de plus en plus sévère quant à l'efficacité des additifs. Les références SA à SD sont désormais obsolètes. La norme SE satisfaisait les constructeurs en 1970, la SF est celle des années 80 et la SG (introduite en mars 1988) est celle des années 90. Pour les *Diesel*, les exigences sont plus sévères au niveau de la détergence. La plage actuelle s'étale entre CC et CE (*Diesel turbos*). Parmi les meilleures huiles, on trouve des produits polyvalents SG/CC, voire SG/CD.

**Tableau.2 : Classification API (moteur à essence) [7].**

<b>MOTEURS À ESSENCE (classification API *)</b>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Première lettre (S, service) de la colonne « huile » : huiles moteurs à essence distribuées par les stations services et les détaillants.</li> <li>• Seconde lettre (A, B, C) : précise l'utilisation et le niveau de performance.</li> </ul>		
<b>HUILES</b>	<b>UTILISATIONS</b>	<b>EXIGENCES</b>
<b>SA</b>	Moteur à essence et Diesel fonctionnant dans des conditions peu sévères ne nécessitant pas d'huile additivée.	Sans additifs, sauf abaisseur de point de coulée et anti-mousse.
<b>SB</b>	Moteur à essence travaillant dans des conditions peu sévères. Nécessite un minimum de protection contre le scuffing, l'oxydation et la corrosion des coussinets.	Quelques propriétés anti-scuffing et anti-oxydantes.
<b>SC</b>	Spécialement utilisée pour les moteurs à essence modèles 1964 – 1967 (voitures et camions) et nécessitant une protection contre les dépôts à basse température, l'usure, la corrosion et la rouille.	Satisfait les exigences des constructeurs durant la période 1964 – 1967.
<b>SD</b>	Spécialement utilisée pour les moteurs à essence modèles 1968 – 1971 (voitures et camions légers) et nécessitant une protection similaire, mais plus intense que pour la désignation SC. Peut être utilisée comme une SC.	Satisfait les exigences des constructeurs durant la période 1968 – 1971.
<b>SE</b>	Spécialement utilisée pour les moteurs à essence modèles fin 1971 et ultérieurs (voitures et camions légers) et nécessitant une protection identique, mais plus intense que pour la désignation SD.	Satisfait les exigences des constructeurs à partir de 1972.
<b>SF</b>	Spécialement utilisée pour les moteurs à essence modèles 1980 (voitures et camions légers) et nécessitant une protection similaire, mais plus intense que pour la désignation SE.	Améliore les propriétés anti-usure et anti-oxydants. Satisfait les exigences des constructeurs à partir de 1980.
<b>SG</b>	Spécialement utilisée pour les moteurs à essence modèles 1980 (voitures et camions légers), qui nécessitent une protection similaire, mais plus intense que pour la désignation SF.	Améliore les propriétés anti-usure et anti-oxydants. Évite la formation de dépôts, satisfait les exigences des constructeurs à partir de 1989.

**Les normes CCMC** résultent d'essais effectués sur des moteurs européens et sont plus sévères que les exigences américaines ou japonaises. Pour les moteurs à essence, la CCMC G1 est du niveau de l'API SE, les CCMC G2 et G3 du niveau de l'API SF mais avec un distinguo : une plus grande fluidité pour la G3, dans un but d'économie d'énergie (réduction de frottements). En moteur Diesel, la CCMC PD1 équivaut aux API CD et SE.

Tableau.3 : [7]

- Correspondance entre les classification API et CCMC ;
- Classification API (moteur à Diesel).

CORRESPONDANCE ENTRE LES CLASSIFICATIONS API ET CCMC **	
MOTEUR ESSENCE	DIESEL TOURISME
CCMC G 1 Niveau API SE	CCMC PD1 Niveau API CD/SE
CCMC G 2 Niveau API SF	
CCMC G 3 Niveau API SF Economie d'énergie	
** American Petroleum Institute et Comité des constructeurs du Marché Commun.	
MOTEURS DIESEL (classification API *)	
• Première lettre (C, commercial) : huile pour moteurs Diesel et éventuellement pour moteurs essence vendues directement aux clients (transports, TP, agriculture, etc.).	
HUILES	UTILISATIONS
CA	Pour moteurs Diesel légers à aspiration normale, travaillant dans des conditions peu sévères avec un carburant de haute qualité. Ces moteurs nécessitent une protection contre la corrosion des coussinets et les dépôts à haute température. S'applique également aux moteurs peu sévères.
CB	Pour moteurs Diesel moyens travaillant dans des conditions peu sévères avec un carburant de qualité inférieure. Ces moteurs nécessitent une protection contre la corrosion et les dépôts à haute température. S'applique également aux moteurs peu sévères.
CC	Pour moteurs Diesel légèrement suralimentés et certains moteurs à essence travaillant dans des conditions moyennement sévères. Ces moteurs nécessitent une protection contre les dépôts à basse et à haute température, contre la rouille et la corrosion.
CD	Pour moteurs Diesel suralimentés et à haut rendement et à vitesse élevée. Ces moteurs nécessitent une protection efficace contre l'usure, la corrosion et les dépôts à haute température, et cela avec tous les carburants.
CE	Pour moteurs Diesel fortement suralimentés, fonctionnant soit à faible vitesse et forte charge, soit à haute vitesse et forte charge.
* American Petroleum Institute.	

## II.3. COMPOSITION DES HUILES MOTEURS

### II.3.1. Introduction [6]

Afin d'obtenir une bonne lubrification du moteur, il est nécessaire d'utiliser une huile convenable, en quantité suffisante et de faire la vidange au moment opportun (quand l'huile perd ses propriétés). L'huile utilisée doit avoir une viscosité adéquate pour le bon fonctionnement du moteur. En effet, une viscosité trop basse entraîne la rupture du film lubrifiant et provoque une augmentation de la consommation d'huile au niveau des soupapes et une viscosité trop élevée diminue l'apport d'huile vers l'arbre à cames et provoque l'élévation de la consommation de celle-ci entre le piston et la chemise du cylindre. L'huile doit résister à l'oxydation et doit avoir des propriétés d'extrême pression, d'antiusure, de détergence et d'anticorrosion.

Un espacement de périodicité des vidanges et une limitation de la consommation permettent de faire des économies. Pour pouvoir conférer à l'huile les propriétés adéquates, une solution de mélange d'huile de base et d'additifs servant à renforcer les caractéristiques physico-chimiques de l'huile a été adoptée.

### II.3.2. Les huiles de base

#### a) Origine des huiles de base

Les huiles d'origine *végétale* et *animale* (huiles grasses, corps gras et cires liquides) furent les premiers produits utilisés pour la lubrification ; ils sont aujourd'hui supplantés par les *huiles minérales* (*conventionnelles* et *non conventionnelles*) et les *produits de synthèse* [7].

Seules quelques applications particulières leur sont encore réservées : les lubrifiants de travail des métaux, les huiles minérales compoundées, la fabrication d'additifs, de savons pour graisses et de produits de protection antirouille [6].

#### a.1) Les bases minérales conventionnelles [6]

Elles sont extraites de coupes pétrolières provenant de la distillation du pétrole brut. Ces coupes, que l'on nomme des « distillats », subissent des opérations de raffinage dont la complexité dépend à la fois de l'origine du pétrole brut utilisé et de la qualité recherchée des produits.

La chaîne traditionnelle de raffinage des huiles minérales comporte les étapes suivantes :

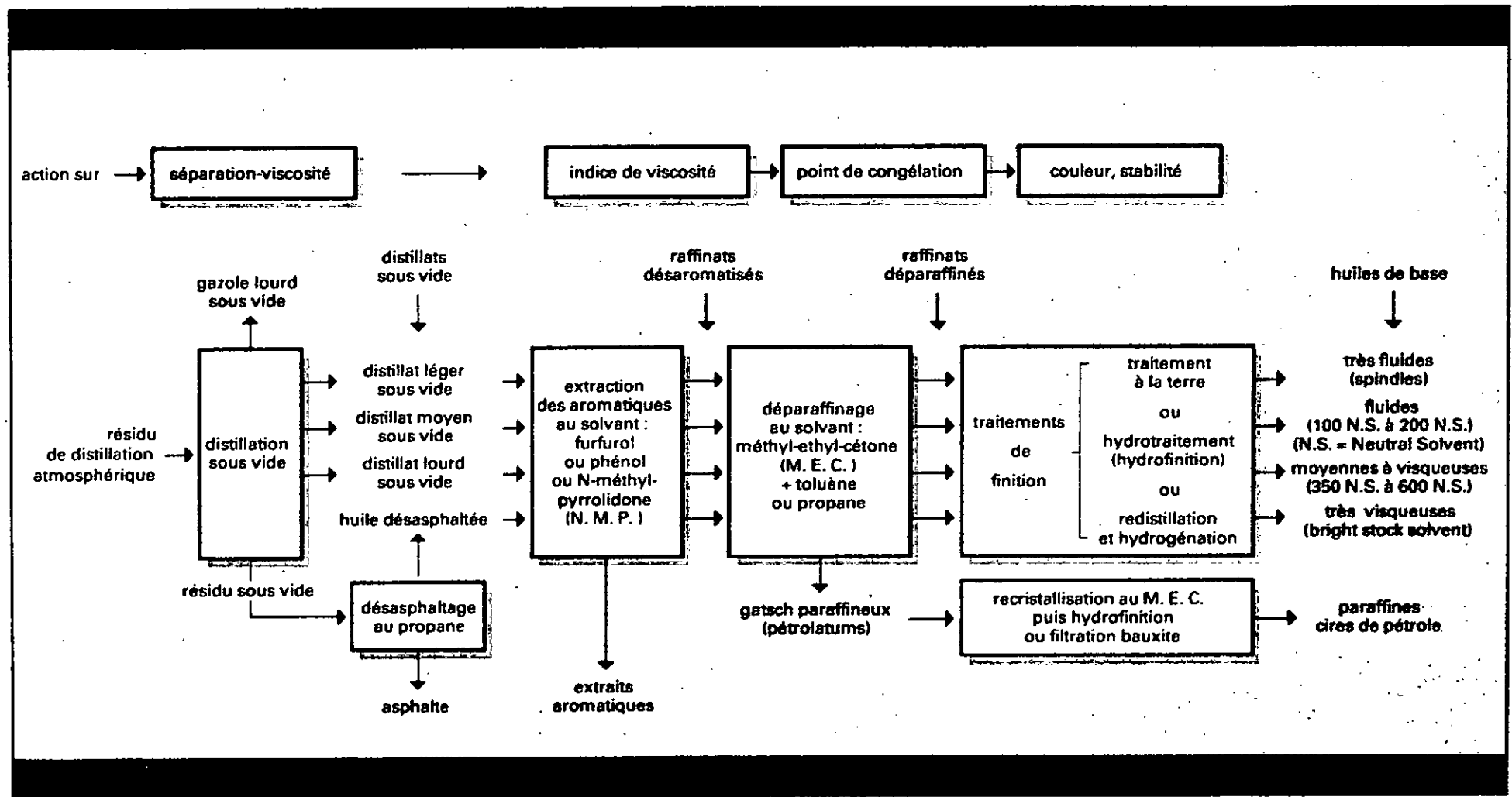
- *La distillation sous vide* du résidu de distillation atmosphérique.
- *Le désasphaltage* du résidu sous vide au propane liquide qui dissout l'huile et provoque la précipitation de l'asphalte.



- *L'extraction au solvant des composés polycycliques* : le solvant (furfurol ou phénol) solubilise sélectivement les composés aromatiques et polycycliques éliminés sous forme d'extraits aromatiques. On pratique encore quelquefois le traitement à l'acide sulfurique qui réagit avec les impuretés polaires des distillats pour former une boue acide séparée par décantation ou centrifugation. L'huile est ensuite neutralisée et lavée.
- *Le déparaffinage* a pour but d'éliminer les cristaux de paraffine en dissolvant l'huile dans un solvant approprié (mélange méthyl-éthyl-cétone et toluène ou propane) et en refroidissant au point de congélation des paraffines. Celles-ci précipitent et sont séparées de l'huile par filtration sur tambours.
- *Le traitement de finition* parachève le raffinage en éliminant les derniers constituants indésirables. Deux méthodes sont employées : le traitement à la terre consiste à filtrer l'huile sur des terres activées qui retiennent les impuretés polaires par adsorption et le traitement à l'hydrogène (hydrofinition ou hydrofinissage), plus moderne, qui est une hydrogénation ménagée catalytique des composés instables (insaturés) qui se transforment en produits saturés. On pratique quelquefois, avant hydrogénation, une redistillation pour étêter certaines coupes fluides et obtenir des huiles de base moteur moins volatiles.

Selon que le pétrole brut appartient aux types paraffinique ou naphtéinique, les huiles de base minérale sont dites à tendance paraffinique ou à tendance naphtéinique.

## Huiles minérales : raffinage



## a.2) Les bases minérales non conventionnelles [9]

### a.2.1) Les bases hydrotraitées

Le procédé de fabrication des bases minérales non conventionnelles (huiles de vaseline, huiles médicinales « Codex », ...) diffère de celui des bases conventionnelles par le remplacement de l'étape de traitement aux solvants par une hydrogénation catalytique sous haute pression (150 bar) et haute température (380 °C), leur indice de viscosité est égal à celui des bases minérales conventionnelles (95 – 105).

### a.2.2) Autres types d'huiles de base non conventionnelles

Il existe d'autres types d'huiles non conventionnelles :

- *Les bases hydrocraquées* possédant un indice de viscosité élevé (125 – 130), une faible viscosité et une bonne stabilité thermique.
- *Les bases hydro-isomérisées* possédant un indice de viscosité très élevé (140–150) et contenant de très faibles quantités d'impuretés et d'aromatiques.
- Les huiles minérales provenant de *la régénération*.

## a.3) Les huiles synthétiques [5]

Les huiles synthétiques sont fabriquées par alkylation, condensation, estérification, polymérisation, etc., à partir de composants dérivés du pétrole et/ou de corps gras. Les principales familles chimiques utilisées sont :

- *Les hydrocarbures synthétiques* : les plus répandus sont des hydrocarbures aliphatiques tels que les polyalphaoléfines (P.A.O.) [huiles moteurs]. Les hydrocarbures alcoylaromatiques (alkybenzènes) sont parfois utilisés à cause de leur stabilité thermique et leur bas point d'écoulement.
- *Les esters* : sont obtenus par estérification d'un acide organique (adipique, sébacique) et d'un alcool, en présence d'un catalyseur. Les esters de diacides furent les premiers lubrifiants de synthèse utilisés pour lubrifier les turboréacteurs d'aviation (esters de première génération). Puis, les avions supersoniques exigèrent des esters plus stables, dits de deuxième génération, constitués par des esters de polyols (néopentylglycol, triméthylol propane, pentaérythrytol...). Outre l'aviation, les esters sont de plus en plus utilisés dans les huiles moteurs de haut de gamme, quelquefois en association avec les polyalphaoléfines (huiles synthétiques mixtes) ou le plus souvent avec des huiles minérales (huiles dites semi-synthétiques ou partiellement synthétiques). Il existe aussi des esters « complexes » plus visqueux et possédant de bonnes propriétés anti-usure.

- Les éthers de polyglycol : dérivés des oxydes d'éthylène et/ou de propylène, possèdent un très bon pouvoir lubrifiant. Selon la teneur relative oxyde d'éthylène-oxyde de propylène, ils peuvent être ou non hydrosolubles. Les polyglycols insolubles sont utilisés comme huiles pour moteurs de course, pour engrenages, pour compresseurs à gaz et comme liquides de frein, tandis que les polyglycols solubles servent à la préparation de fluides aqueux (fluides de coupe, fluides hydrauliques résistant au feu...).
- Les phosphates organiques : et plus particulièrement *les esters phosphoriques (triarylphosphates)*, sont utilisés comme fluides hydrauliques résistant au feu.
- Les silicones ou « siloxanes » : composés organiques du silicium, sont très stables thermiquement et possèdent un très bon indice de viscosité, mais ont un pouvoir lubrifiant médiocre. Ils sont utilisés dans les graisses haute température ou comme fluide caloporteur. Les silicates organiques (ou esters siliciques) présentent des propriétés voisines mais avec un pouvoir lubrifiant un peu meilleur.
- Les éthers de polyphényle : bien que très stables thermiquement et très bons lubrifiants, sont peu utilisés à cause de leur prix élevé.
- Les composés fluorés : chlorés ou chlorofluorés sont généralement inertes chimiquement, résistants au feu et stables thermiquement, mais leurs prix élevés ne les font utiliser que pour des applications particulières.

#### a.4) Les tendances chimiques des huiles [10]

Les huiles de base répondent à trois grandes tendances chimiques, ce sont :

- **Les huiles à tendance paraffinique** : ces huiles contiennent, en moyenne, 60 à 70 % d'hydrocarbures paraffiniques, 25 à 30 % d'hydrocarbures naphéniques et 6 à 8 % d'hydrocarbures aromatiques et des traces d'asphaltènes. Les paraffines sont des hydrocarbures saturés linéaires ou ramifiés, stables à l'oxydation, possèdent un indice de viscosité élevé, une faible agressivité vis-à-vis des élastomères mais un pouvoir solvant limité et un point de congélation élevé.
- **Les huiles à tendance naphénique** : les proportions de ces différents hydrocarbures sont respectivement de 50 à 60 % pour les premiers, de 28 à 36 % pour les seconds, de 7 à 14 % pour les aromatiques et de 1 à 2 % pour les asphaltènes. Les naphènes sont des hydrocarbures cycliques saturés, sont moins stables à l'oxydation, possèdent un indice de viscosité plus faible, sont plus agressifs vis-à-vis des joints mais ont un bon pouvoir solvant et un bas point d'écoulement.
- **Les huiles à tendance aromatique** : ces huiles sont des produits cycliques insaturés, elles sont facilement oxydables et provoquent la formation de produits résineux ou asphaltiques accompagnés de dérivés corrosifs ce qui limite leur importance dans la composition des huiles finies. Il est nécessaire donc de les éliminer au maximum par raffinage.

### III.3.3. Les additifs [5]

Les additifs sont incorporés aux huiles de base ou aux graisses, dans le but d'améliorer certaines de leurs propriétés ou de leur en apporter de nouvelles. Les mélanges et les dosages des différents composants entrant dans une formulation de lubrifiant doivent tenir compte des antagonismes ou des synergies des produits entre eux. Il existe des additifs ne possédant qu'une seule fonction tandis que d'autres, à structure souvent plus complexe, sont «multifonctionnels». Classés selon leur mode d'action très général, les principaux additifs sont :

- ❖ Les additifs qui agissent au sein de l'huile par des phénomènes physiques ou physico-chimiques :
  - **Les additifs de viscosité** : incorporés aux bases paraffiniques, ces polymères à longue chaîne moléculaire se contractent à basse température, n'offrant qu'une résistance négligeable au mouvement des molécules d'huile ; à haute température, au contraire, ils se déroulent, s'opposant à la fluidité exagérée du mélange. Ce sont eux qui donnent à l'huile son caractère multigrade, lui permettant d'assurer son rôle aussi bien à froid, (par exemple de lubrifier les parties hautes du moteur dès la mise en marche au plus fort de l'hiver), qu'à haute température (par exemple en été et à pleine charge sur autoroute). Ces longues chaînes moléculaires avaient tendance, par le passé, à se couper sous l'effet du cisaillement, des frottements ou des très hautes pressions. En conséquence, l'huile était trop fluide à chaud après détérioration. Le problème est aujourd'hui résolu, du moins par les meilleurs façonniers.
  - **Les additifs de congélation [6]** : à basses températures, les paraffines de l'huile peuvent cristalliser et obstruer certaines parties du circuit de graissage. Le déparaffinage des bases ne suffit pas pour résoudre ce problème. Grâce à leur structure ramifiée, ces additifs empêchent la croissance des cristaux de paraffines et assurent une meilleure fluidité du lubrifiant à basse température. Ces additifs peuvent être :
    - Des naphthènes alkylés.
    - Des polymères et des copolymères de l'alkyle-métacrylates.
    - Des polymères et des copolymères et d'oléfines.
    - Des polystyrènes alkylés.
- ❖ Les additifs qui agissent à la surface du métal ou des impuretés présentes dans l'huile par des phénomènes physico-chimiques :
  - **Les additifs détergents** : pour huiles moteurs maintiennent les surfaces propres. Ce sont des organo-sels de métaux alcalino-terreux (calcium, magnésium, baryum). Ils peuvent être rendus «surbasiques» par la dispersion très fine d'un excès de carbonate de calcium, de magnésium ou de baryum afin de neutraliser les produits acides de combustion des moteurs.

- **Les additifs dispersants [10]** : ces additifs ont pour rôle la dispersion des résidus résultant de la marche continue du moteur (arrêt et démarrage fréquent).

Ces derniers peuvent être des imbrûlés, du carbone, de l'eau et des oxydes de plomb. L'action de ces produits entièrement organiques, donc sans cendres, qui comporte dans leur structure chimique une partie dite polaire le plus souvent azotée consiste à se fixer par leur dernière partie (polaire) sur les particules solides et les polluants liquides contenus dans les lubrifiants. Il résulte de cette adsorption à l'interface solide/liquide ou liquide/liquide, la formation d'une suspension stable extrêmement divisée ayant une tendance beaucoup moins prononcée à s'agglomérer en grosses particules, à former les dépôts dans les parties froides des mécanismes et à obstruer les circuits de lubrification. Ces composés chimiques peuvent être :

- Des copolymères de métacrylates ou d'acrylates avec des comonomères contenant des groupes polaires, tels que les amines, les amides et les éthers.
  - Des esters et des polyesters de poids moléculaires élevés.
  - Des sels d'amine d'acides organiques de hauts poids moléculaires.
  - Des copolymères d'esters de fumurate vinylacétate.
- **Les additifs antirouille** protègent les métaux du contact de l'eau par adsorption d'un film imperméable de molécules polaires [5].
  - **Les additifs d'onctuosité** améliorent la lubrification en régime limite et mixte, les modificateurs de frottement empêchent le frottement saccadé, les réducteurs de frottement diminuent le frottement limite, les agents d'adhésivité permettent au lubrifiant de mieux accrocher aux surfaces tandis que les agents émulsifiants (ou émulseurs) stabilisent les émulsions d'huiles dans l'eau [5].
- ❖ Les additifs qui agissent au sein de l'huile ou au niveau de la surface du métal par des phénomènes chimiques :
- **Les additifs antioxydants**, ou « inhibiteurs d'oxydation », augmentent la durée de vie du lubrifiant en limitant l'oxydation due à la chaleur et à l'oxygène de l'air. Selon le mécanisme d'action de l'inhibition lors du processus d'oxydation, les additifs antioxydants peuvent être : des capteurs de radicaux libres (phénols et amines) ou des destructeurs catalytiques d'hydroperoxydes (dithiophosphates de zinc) [5].
  - **Les additifs anticorrosifs** protègent les métaux cuivreux (non ferreux) de la corrosion. La corrosion peut être provoquée par les produits d'oxydation de l'huile ou les produits de combustion de l'essence. Par la présence de ces additifs, un film protecteur de passivation à la corrosion et adhérent parfaitement à la surface du métal est formé. Ce sont, soit des désactivateurs de métaux complexant les ions métalliques (benzotriazol), soit des passivateurs agissant par formation d'un film protecteur (dithiophosphates de zinc) [5].

- **Les additifs anti-usure et extrême pression** sont des composés soufrés, chlorés, phosphorés, thiophosphorés qui agissent en régime de lubrification limite et mixte en formant, au niveau des aspérités en contact, des composés autolubrifiants facilement cisillables (sulfures, chlorures et phosphates métalliques) qui protègent les surfaces en évitant l'usure adhésive sévère [11].

## **Troisième chapitre : Les huiles moteurs usagées**

**III.1. INTRODUCTION**

**III.2. DÉFINITION D'UNE HUILE USAGÉE**

**III.3. ALTÉRATION DES HUILES**

**III.4. DIFFÉRENTS TYPES D'ALTÉRATION**

III.4.1.L'altération physique

III.4.2.L'altération chimique

**III.5. DIFFÉRENTES FORMES D'USURE DANS UN MOTEUR**



### III.1. INTRODUCTION

L'huile et le moteur forment un tout. Le lubrifiant en service subira des détériorations dont la rapidité dépendra de la technologie et de l'état du moteur. Une vidange serait alors nécessaire. Cette huile est dite usagée.

### III.2. DÉFINITION D'UNE HUILE USAGÉE

On peut définir l'huile usée comme une huile ayant amassé des substances étrangères aussi appelées contaminants. Cette huile ne répond plus aux spécifications désirées et ne joue plus le rôle qui lui a été conféré car elle a perdu ses qualités au cours de son utilisation. Cela peut se produire avant, pendant ou après l'utilisation [12].

### III.3. ALTÉRATION DES HUILES [4,6,10]

La détérioration de l'huile moteur au cours du fonctionnement résulte non seulement de la dégradation de quelques additifs améliorant ses caractéristiques mais également de la présence de contaminants d'origine extérieure à l'huile. Ces contaminants sont :

- ❖ **Des produits volatils :** les composés volatils présents dans l'huile sont : l'eau, l'essence ou le gaz oil. L'eau peut provenir de la condensation de l'eau de combustion. La présence du combustible peut être due à deux causes : soit à une mauvaise pulvérisation aux injecteurs c'est à dire qu'une partie du combustible ne brûle pas et ruisselle dans les cylindres ou à la présence d'une fuite de raccords du circuit d'injection. Ces produits s'introduisent alors dans l'huile au niveau du carter par effet de dilution.
- ❖ **Des produits solubles dans l'eau :** ces produits comprennent toute la famille des corps gras formés par oxydation, les résines, les asphaltènes, les antigels, les savons métalliques, les composés organo-métalliques et les polymères améliorant d'indice de viscosité.
- ❖ **Des produits insolubles dans l'eau :** il s'agit principalement de particules de carbone qui sont présentes dans l'huile sous forme colloïdale due à la présence de détergents. Leur dimension est très faible (inférieure au micron). La fraction inorganique des produits insolubles dans l'huile comprend aussi des poussières atmosphériques, des débris métalliques et des oxydes de plomb provenant de la combustion.

## III.4. DIFFÉRENTS TYPES D'ALTÉRATION [2,10]

### III.4.1. L'altération physique

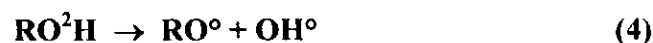
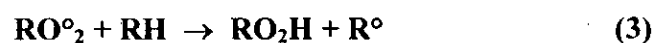
Lorsque l'altération ne porte que sur des caractéristiques physiques, nous dirons qu'elle est physique. Dans ce cas, on peut revenir à l'huile neuve en utilisant des procédés physiques de séparation comme la centrifugation, la filtration, le séchage, etc.

### III.4.2. L'altération chimique

L'altération chimique est irréversible. Elle est due principalement à l'oxydation de l'huile sous l'effet de l'oxygène de l'air, de la chaleur et de certains catalyseurs (tels que le cuivre, le fer, le plomb et les composés métalliques résultants de leur corrosion). Dans un moteur, la détection de l'altération de l'huile se trouve entre les pistons, les segments, et les cylindres. Ceci est dû à l'exposition directe de la mince pellicule d'huile aux gaz brûlés par combustion ; la présence dans l'huile d'hydrocarbures non saturés comme les aromatiques accélère l'oxydation.

En effet, ces derniers commencent à s'oxyder avant 125 °C en formant tout d'abord des peroxydes, qui, à cause de leur instabilité sous températures croissantes, se scindent en composés oxygénés tels que les alcools, les aldéhydes, les cétones et les acides de poids moléculaire de plus en plus élevé.

Lorsque l'huile commence à s'oxyder, la première réaction est celle de la formation d'un radical libre (1), elle est déclenchée par la chaleur et l'étape suivante est la création de peroxydes par l'intermédiaire des radicaux oxygénés (2) et (3). Ce peroxyde n'est pas stable (4) et la réaction suivante peut être la création de deux nouveaux radicaux qui peuvent poursuivre l'oxydation (5).



### III.5. DIFFÉRENTES FORMES D'USURE DANS UN MOTEUR

L'utilisation d'une huile usagée fortement polluée conduit à la détérioration rapide des organes du moteur. C'est pour cela que des analyses des huiles utilisées pour différents kilométrages sont effectuées et l'évolution de l'usure des organes du moteur est étudiée. L'usure conduit aussi à l'altération de l'huile [14].

L'usure est la perte de matières solides suite à un frottement de surfaces. Elle est généralement dommageable, mais elle peut également être bénéfique, lors du rodage par exemple [6].

Les détériorations des surfaces dans un moteur sont généralement dues à des mécanismes isolés ou simultanés dont les principaux sont les suivants [15] :

- ❖ **Usure adhésive** : par contact métal/métal dû à une mauvaise lubrification. Ceci a pour résultat la formation des micro soudures souvent un dépôt de métal dur (Al sur Fe, Pb sur acier). Par conséquent, il y a cisaillement des jonctions et transfert des particules métalliques. L'usure adhésive peut revêtir deux formes :

*Sévère* : formation de gros fragments d'usure métallique de 50 à 500  $\mu\text{m}$ .

*Moderée* : formation de très petits fragments d'oxydes.

L'usure adhésive peut être évitée par l'emploi par exemple des additifs extrême pression ou polaires.

- ❖ **Usure abrasive** : dans ce cas, la présence de particules étrangères plus dures que les surfaces frottantes entraîne un arrachement de matière de ces surfaces.
- ❖ **Usure érosive** : ce type d'usure existe lorsque les surfaces métalliques sont mises en contact d'un fluide circulant à grande vitesse et chargé de particules solides très dures et très fines.
- ❖ **Usure corrosive** : c'est l'attaque chimique ou galvanique suivie par l'enlèvement des produits de réaction par l'action mécanique (frottement). Elle peut être évitée par l'utilisation des joints efficaces, (éventuellement par certains additifs dans l'huile) ou par le remplacement des huiles devenues acides.
- ❖ **Usure par fatigue superficielle** : c'est la détérioration progressive des matériaux sans déformation apparente, aboutissant à une rupture. La fatigue d'un matériau résulte de l'application répétée de contraintes.

# Quatrième chapitre : Régénération des huiles usagées

IV.1. INTRODUCTION

IV.2. DÉFINITION DE LA RÉGÉNÉRATION

IV.3. PROCESSUS GÉNÉRAL DE RÉGÉNÉRATION

IV.4. LES DIFFÉRENTS PROCÉDÉS DE RÉGÉNÉRATION

IV.4.1. Procédé acide-terre

IV.4.2. Procédé MATTHYS-GARAP

IV.4.3. Procédé B.E.R.C (Bout-Les-Villes energy research center)

IV.4.4. Procédé K.T.I (Kinetic technology incorporation)

IV.4.5. Procédé RHÔNE POULENC / I.F.P

IV.4.6. Procédé Sélectropropane / Hydrofinissage

IV.4.7. Procédé par percolation

## IV.1. INTRODUCTION

La régénération des huiles lubrifiantes vise à diminuer la pollution dans l'environnement. En effet, les huiles usées peuvent renfermer, en petite quantité, des matières dangereuses pour la qualité de l'air, du sol et des eaux souterraines, dans les régions où l'on traite encore avec négligence les pratiques d'élimination [13].

Comme certains produits pétroliers, l'huile usagée contient des produits organiques toxiques (Benzène, Toluène, Naphtalène, Phénol, Benzol [ $\alpha$ ] pyrène) qui peuvent nuire d'une façon considérable à la faune et la flore [16].

La méthode de régénération permet aussi d'économiser de l'énergie. En effet, d'après MUELLER et ses associés, l'huile usagée a une valeur calorifique proche de celle d'un pétrole brut soit 38 465 KJ/Kg [16].

## IV.2. DÉFINITION DE LA RÉGÉNÉRATION [17]

La régénération des huiles usagées moteurs consiste à restituer l'huile dans un état voisin de celui où elle était avant l'incorporation des additifs destinés à la rendre propre à la lubrification des moteurs. Cette régénération consiste à éliminer les différentes impuretés contenues dans cette huile.

On apprécie l'importance que revêt la régénération des huiles quand on voit les quantités d'huiles utilisées par le monde et quand on sait que ces huiles n'ont pas d'autre utilisation. Il est donc intéressant de les recycler pour éviter d'introduire de nouvelles quantités d'huiles neuves sur le marché.

Donc la régénération des huiles usagées est considérée comme une forme d'économie d'énergie et de lutte contre la pollution de l'environnement. Elle présente un intérêt socio-économique du fait des résultats suivants :

- ❖ Economie des réserves de pétrole.
- ❖ Economie de devises nécessaires à l'importation des huiles de base.

## IV.3. PROCESSUS GÉNÉRAL DE RÉGÉNÉRATION [4]

Le processus général de régénération des huiles usagées comprend les étapes suivantes :

### ❖ La décantation

Elle a pour but l'élimination des corps solides, des grosses impuretés et de l'eau libre.

### ❖ La séparation des impuretés en suspension dans l'huile

C'est l'étape la plus difficile à réaliser du fait de la présence de particules très fines en suspension dans les huiles détergentes.

### ❖ Le dé-essencement

Cette étape permet d'éliminer toutes traces d'eau et d'hydrocarbure léger provenant de la contamination par l'essence, en chauffant à une température de 150 °C. On peut aussi utiliser un desséchant, à savoir le  $\text{CaCl}_2$ .

### ❖ Traitement à l'acide

Le traitement à l'acide conduit à la floculation des suspensions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés, et ce, sans que l'huile ne soit attaquée elle-même.

L'huile et l'acide sulfurique (généralement à 98 %) sont mélangés dans un bac de décantation à fond conique. On obtient ainsi, des boues acides qui précipitent dans le fond.

Ce traitement nous permet d'obtenir une huile épurée qui contient une très faible teneur en métaux, teneur due à l'usure du moteur et aux dopes.

### ❖ La neutralisation

Après le traitement à l'acide, l'huile contient encore des acides de différentes sortes, en particulier sulfurique, ainsi que de petites particules d'acide sulfurique.

Cette étape a pour but de les éliminer, c'est à dire de les transformer en sels. On utilise généralement le carbonate de chaux à raison de 1 % en poids.

### ❖ Le passage à la terre

Pour décolorer l'huile usagée et éliminer les odeurs désagréables, on utilise des terres décolorantes (bentonite, tuf, Kieselguhr).

L'huile est malaxée avec 1 à 10 % de terre activée à une température de l'ordre de 80 à 100 °C. Le temps est de 15 à 20 minutes. Cette huile est ensuite filtrée.

## IV.4. LES DIFFÉRENTS PROCÉDÉS DE RÉGÉNÉRATION

Différents procédés ont été mis en au point pour la régénération des huiles usagées moteurs. Ils diffèrent les uns des autres par les moyens mis en œuvre pour éliminer les différents contaminants de l'huile. On peut citer :

- Le procédé acide-terre.
- Le procédé I.F.P.
- Le procédé MATTHYS-GARAP.
- Le procédé B.E.R.C.
- Le procédé K.T.I.
- Le procédé SELECTROPANE / HYDRO FINISSAGE.
- Le procédé par percolation.

#### IV.4.1. Procédé acide-terre [10]

Dans ce procédé, l'élimination des contaminants est réalisée au moyen d'une précipitation acide. L'huile et l'acide sulfurique à 98 % sont mélangés dans un bac de décantation à fond conique. Les boues acides subiront une neutralisation à l'acide de chaux à raison de 1 % en poids. L'huile subira enfin un passage à la terre.

Cependant, il est à noter que depuis de nombreuses années, la plupart des régénérateurs ont amélioré leurs procédés en faisant subir à l'huile un traitement thermique approprié. Celui-ci consiste à porter l'huile à une température de l'ordre de 330 à 350 °C avec un temps de séjour de l'ordre de 30 minutes compatible avec des équipements usuels.

La sévérité du traitement doit être ajustée de telle sorte que l'huile ne soit pas craquée thermiquement mais que les additifs dispersants soient déstabilisés. Cette manière de procédé permet de diviser pratiquement par 2 la quantité d'acide nécessaire.

Cependant, la quantité de boues acides produite est de l'ordre de 22 % par rapport à l'huile entrante. Si maintenant nous remplaçons le traitement thermique par une distillation sous vide poussée, le rejet de boue acide passe alors de 22 % à 6.5 % ; ce qui rend supportable son coût d'élimination.

#### IV.4.2. Procédé MATTHYS-GARAP [18]

Il comprend les étapes suivantes :

- Décantation.
- Déshydratation.
- Distillation fractionnée.
- Acidification.
- Séparation des boues acides.
- Adsorption sur argile.
- Séparation des boues huileuses.
- Huile de base.

### IV.4.3. Procédé B.E.R.C (Bout-Les-Villes energy research center) [17]

Dans ce procédé l'utilisation des solvants dans l'étape de précipitation a pour but de faire coaguler les différentes suspensions contenues dans l'huile usagée. Les étapes de ce procédé sont les suivantes :

- Déshydratation.
- Traitement aux solvants.
- Séparation (boues).
- Récupération des solvants.
- Distillation sous vide.
- Hydrofinissage.
- Obtention d'huile de base.

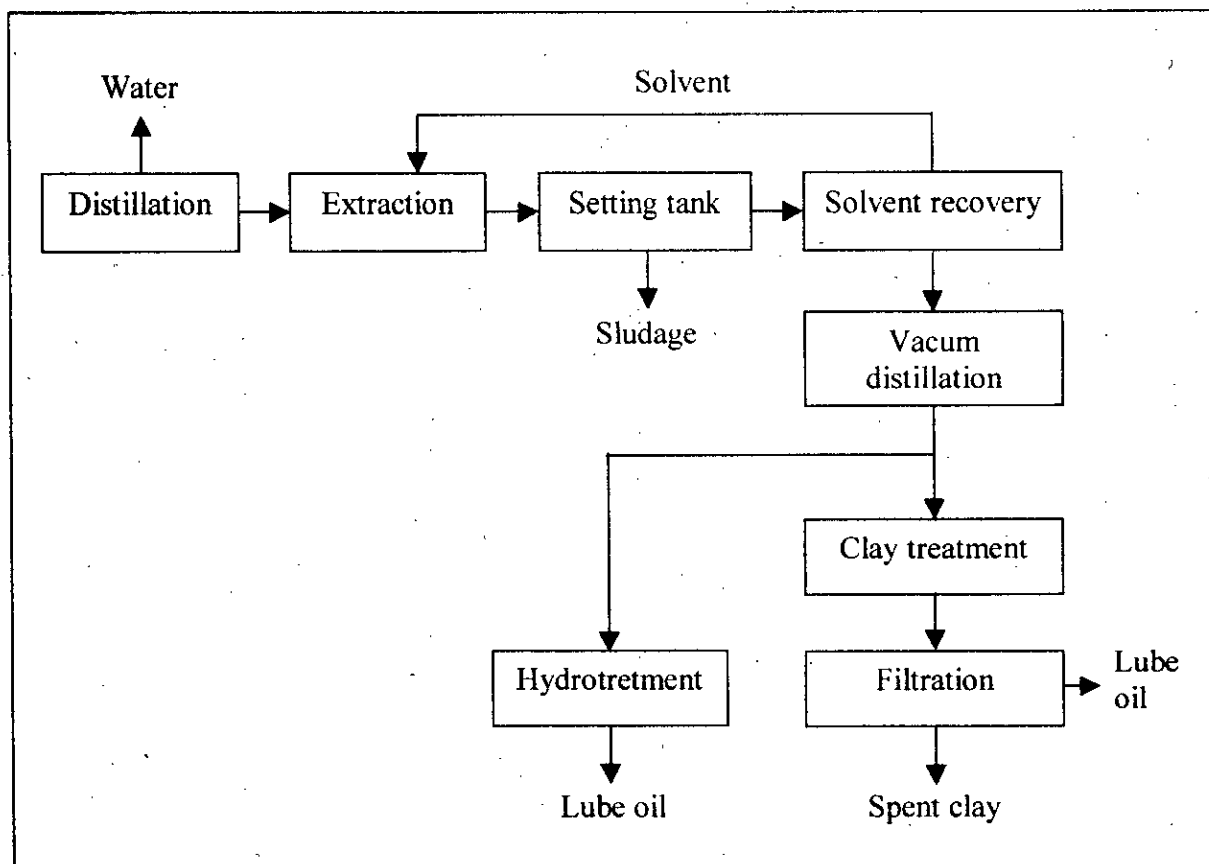


Figure.3 : Procédé B.E.R.C



#### IV.4.4. Procédé K.T.I (Kinetic technology incorporation) [17]

Dans ce procédé un évaporateur à couche mince limitant les contraintes thermiques est utilisé. Ce procédé comprend les étapes suivantes :

- L'eau et le gazoline sont éliminés par assèchement atmosphérique.
- Les combustibles tel que le gas-oil sont séparés de l'huile à l'aide d'une distillation sous vide.
- Une distillation sous vide avec utilisation d'un évaporateur à couche mince permet l'élimination des contaminants lourds tel que les asphaltènes.
- Une hydrogénation est nécessaire pour l'élimination des mauvaises odeurs et l'amélioration de la couleur. Grâce à l'hydrogénation catalytique, l'oxygène, le nitrogène, et les aromatiques condensés sont retirés de l'huile.
- Le gas-oil et les huiles de base sont récupérés grâce à une distillation fractionnée.

#### IV.4.5. Procédé RHÔNE POULENC / I.F.P [13]

Dans ce procédé, l'huile subit d'abord un traitement thermique à 150 – 200 °C. L'huile est ensuite diluée par de l'hexane à un rapport de 25 / 75 afin d'abaisser sa viscosité. Après cette étape on la soumet à une ultrafiltration sur membranes planes à une pression différentielle de 2 bars, une température de 50 °C et une vitesse de recirculation de 2 m/s.

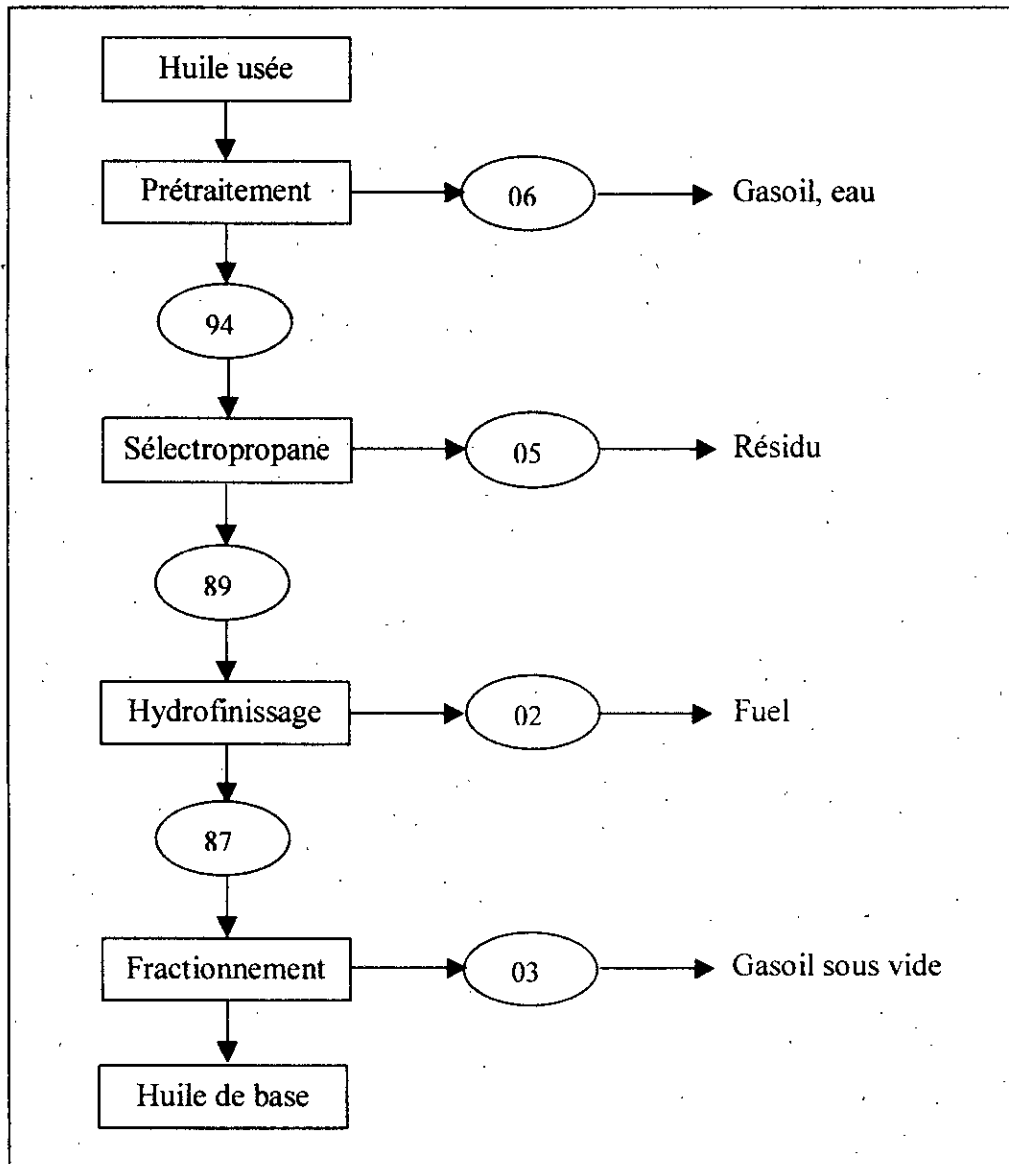
Pour amener l'huile aux spécifications d'une huile de base, un traitement de finition est nécessaire. On peut pratiquer ce qui suit :

- **Traitement acide-terre** : les spécifications sont obtenues avec 3 % d'acide, 3 % de terre activée et 0.5 % de chaux.
- **Traitement à l'hydrogène en présence de catalyseur** : il sera effectué sur une huile prétraitée thermiquement et ultrafiltrée.
- **Traitement par percolation** : on fait passer l'huile ultrafiltrée additionnée d'un solvant sur un lit de terre activée.

#### IV.4.6. Procédé Sélectropropane / Hydrofinissage [17]

La régénération suivant la technique « sélectropropane / hydrofinissage » comporte quatre étapes :

- **Prétraitement thermique** : dans cette étape, l'eau et les hydrocarbures légers présents dans l'huile collectée sont éliminés et les composés chimiques de l'additivation des huiles de base sont détruits.
- **Procédé sélectropropane** : le sélectropropane est un procédé d'extraction au solvant dans lequel tous les éléments en suspension et les composés asphaltométriques, les résines solubles dans l'huile sont précipités et éliminés. Dans cette étape la teneur en cendre dans l'huile est abaissée de plus de 98 %, le carbone conradson de plus de 90 % et l'indice d'acide considérablement réduit.
- **Hydrofinissage** : la totalité de l'huile raffinée au propane est traitée à l'hydrogène en présence de catalyseur dans un réacteur à lit fixe. Les réactions chimiques mises en jeu dans ce traitement éliminent les composés responsables de la couleur et de l'instabilité de l'huile. Les spécifications requises pour les huiles de base sont atteintes au cours de cette étape.
- **Fractionnement sous vide** : après le traitement de finition, l'huile régénérée est fractionnée sous vide pour obtenir les coupes d'huiles de base désirées.



**Figure.4. :** Bilan de matière de 100 tonnes d'huile usagée d'après le procédé Sélectropropane / Hydrofinissage.

#### IV.4.7. Procédé par percolation [18]

Dans le traitement des huiles par percolation, la terre décolorante naturelle, ou la bauxite calcinée, ou le gel de silice, est disposé à l'état de granules en lit fixe dans un ou plusieurs grands filtres cylindriques. L'huile est passé lentement à travers la terre à une température aussi basse que le permet la viscosité.

Les premières gouttes d'huile sont généralement très décolorées et les suivantes le sont de moins en moins au fur et à mesure de l'épuisement des propriétés décolorantes de la terre. On mélangera donc les fractions successives obtenues pour réaliser l'huile de la couleur moyenne désirée.

# Partie expérimentale

# Premier chapitre : Analyse physico-chimique de l'huile neuve et de l'huile usagée

## I.1. INTRODUCTION

## I.2. DÉFINITION DES DIFFÉRENTES PROPRIÉTÉS PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES LUBRIFIANTES

I.2.1. La viscosité

I.2.2. Indice de viscosité

I.2.3. La densité

I.2.4. Teneur en carbone Conradson ( $R_C$ )

I.2.5. Le point d'aniline

I.2.6. Le point d'éclair

I.2.7. La couleur

I.2.8. L'indice de réfraction

## I.3. CARACTÉRISATION DE L'HUILE NEUVE

I.3.1. Analyse physico-chimique de l'huile neuve

I.3.2. Composition de l'huile neuve

I.3.3. Variation de la viscosité de l'huile neuve avec la température

## I.4. CARACTÉRISTIQUES DE L'HUILE USAGÉE

I.4.1. Caractéristiques du moteur

I.4.2. Régime de marche du moteur

I.4.3. Prise de l'échantillon d'huile usagée

I.4.4. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée

I.4.6. Composition de l'huile usagée

I.4.7. Variation de la viscosité avec la température

## I.1. INTRODUCTION [19]

Le lubrifiant le mieux adapté à une machine est celui qui, par réduction des frottements, procure le plus haut rendement mécanique, ceci en protégeant les divers organes contre l'usure de la machine et la corrosion. Pour définir les paramètres de qualité d'un tel lubrifiant, il est impératif de disposer des outils ou « essais » nécessaires pour se donner un jugement valable.

Tant pour la mise au point ou la sélection initiale que pour le contrôle et le suivi en cours de service, l'utilisateur et le producteur se doivent de disposer des équipements nécessaires à cette évaluation. Il est fait appel alors aux essais et tests :

- ♦ De laboratoire.
- ♦ De terrain.

En ce qui concerne les essais de laboratoire proprement dits, ceux décrits dans ce chapitre permettent de définir :

- Les caractéristiques physico-chimiques.
- Les caractéristiques de qualité.
- Les performances.

L'analyse physico-chimique de l'huile neuve multigrade 20W50 et de l'huile usagée de même catégorie nous permettra de déceler le degré de détérioration de cette dernière et par la même d'avoir un certain nombre d'informations sur l'enveloppe dans laquelle elle circule.

## I.2. DÉFINITION DES DIFFÉRENTES PROPRIÉTÉS PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES LUBRIFIANTES

### I.2.1. La viscosité

C'est la propriété d'un fluide qui tend à empêcher son écoulement lorsqu'il est soumis à l'application d'une force. Les fluides de grande viscosité résistent à l'écoulement et les fluides de faible viscosité s'écoulent facilement. La viscosité est déterminée par la capacité d'entraînement que possède une couche en mouvement sur les autres couches adjacentes [20].

*NEWTON*<sup>3</sup> signala le rôle de la viscosité en hydrodynamique. L'expression analytique qu'il en donna était fondée sur une hypothèse généralisée : « à température et à pression données, il y a proportionnalité de la tension visqueuse à la vitesse de déformation pure, suivant une même direction ». Le facteur de proportionnalité est appelé coefficient de viscosité [21].

---

<sup>3</sup> NEWTON Isaac. Né le jour de Noël 1642 au hameau de Woolsthope, dans le Lincolnshire. Il entra à l'âge de dix-huit ans à l'université de combridge. Mathématicien et physicien de génie, il acquit une grande célébrité par des découvertes sur le calcul infinitésimal, la nature de la lumière blanche, la gravitation universelle. Il est le fondateur de la mécanique céleste et terrestre et de la physique mathématique. Il mourut en 1727 et fut enterré à Westminster Abbey.

Les mesures de viscosité sont délicates et variées. Les différents appareils disponibles actuellement, peuvent avoir des principes de fonctionnement très différents les uns des autres. Ils sont, la plupart du temps, très spécifiques aux types de fluides analysés. On citera les modèles à cylindres coaxiaux (Rhéomat), les modèles à tubes capillaires (Cannon Fensk), à chute de bille (Engler), les nouveaux procédés optiques ou magnétiques, etc. [21]

L'unité de viscosité dynamique ( $\eta$ ) légale est le *centipoises* (cP) ou *pascal-seconde* (Pa.s).

La viscosité cinématique ( $\nu$ ) d'un fluide est le rapport de sa viscosité dynamique à sa masse volumique ( $\rho$ ) mesurée à la même température, l'unité est le *stokes* (St) ou ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ).

### 1.2.2. Indice de viscosité [22]

C'est l'indice conventionnel indiquant l'effet du changement de température sur la viscosité d'une huile. Plus ce nombre est élevé, moins la viscosité varie avec la température.

Du fait du large domaine de température dans lequel est appelé à travailler le moteur (50 , 300°C), une huile est d'autant meilleure que la variation de sa viscosité est faible et qu'elle assure, à chaud et à froid, ses fonctions.

#### Calcul de l'indice de viscosité

Il y en a deux modes de calcul de l'indice de viscosité des produits pétroliers et des matières connexes, à partir de leurs viscosités cinématiques à 40 °C et à 100 °C.

- ✓ le mode A, applicable aux produits pétroliers dont l'indice de viscosité est inférieur à 100 ;
- ✓ le mode B, applicable aux produits pétroliers dont l'indice de viscosité est supérieur ou égal à 100.

#### ❖ Mode A

Le calcul de l'indice de viscosité se fait de la manière suivante :

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

Si la viscosité cinématique, à 100 °C, du produit pétrolier est inférieure ou égale à 70 cSt, à partir de la table (Annexe 1) on déduit les valeurs correspondantes de L et D. les valeurs mesurées qui ne figurent pas dans la table, mais qui se trouvent comprises dans le domaine couvert par la table peuvent être obtenues par interpolation linéaire.

Si la viscosité cinématique, à 100 °C, du produit pétrolier est supérieure à 70 cSt, on calcul les valeurs de L et D, comme suit :

$$\begin{aligned} L &= 0,8353.Y^2 + 14,67.Y - 216 \\ D &= 0,6669.Y^2 + 2,82.Y - 119 \end{aligned}$$

Où :

$L$  est la viscosité cinématique, en millimètres carrés par seconde, 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 ( $VI$ ) est à calculer ;

$Y$  est la viscosité cinématique, en millimètres carrés par seconde, à 100 °C, d'un produit pétrolier dont l'indice de viscosité ( $VI$ ) est à calculer ;

$H$  étant la viscosité cinématique, en millimètres carrés par seconde, 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 ( $VI$ ) est à calculer.

$U$  : La viscosité cinématique en cSt , à 40 °C, du produit pétrolier dont l'indice de viscosité est à calculer.

#### ❖ Mode B

Le calcul se fait comme suit :

$$VI = \frac{[(\text{anti log } N) - 1]}{0.00715} + 100$$

$$N = \frac{(\log H - \log U)}{\log Y}$$

L'indice de viscosité permet donc de caractériser la constante de la viscosité avec la température par un seul nombre. C'est aussi un facteur lié étroitement à la nature de l'huile :

- Les hydrocarbures paraffiniques possèdent des VI élevés.
- Les hydrocarbures naphthéniques possèdent des VI moyens.
- Les hydrocarbures aromatiques possèdent des VI faibles.

### 1.2.3. La densité [23]

La densité est le rapport de la masse volumique d'un corps à la température  $T$  sur la masse volumique d'un autre corps pris comme référence à 4 °C. Ce dernier est l'eau pour les liquides et les solides, l'air pour les gaz.

C'est une caractéristique d'identification qui rend compte de l'état de pureté de l'huile et du degré de contamination. On mesure la densité des liquides à l'aide d'un pycnomètre, densimètre électronique, etc.

### 1.2.4. Teneur en carbone Conradson ( $R_c$ ) [22]

C'est le résidu résultant du traitement thermique d'un produit du pétrole dans des conditions normalisées. Une teneur en carbone élevée peut être due à la détérioration des additifs, à un cracking catalytique ou à une mauvaise carburation ou injection. La limite admise, au delà de laquelle l'huile ne peut plus assurer les rôles qui lui sont assignés, est 3 %.



### 1.2.5. Le point d'aniline (PA) [22]

Egalement appelé « température critique de dissolution (TCD) », le point d'aniline est la température la plus basse pour laquelle, dans un mélange à volume égal de produit à essayer et d'aniline pure fraîchement distillée, se manifeste la miscibilité des deux composants. Lorsque l'on chauffe lentement un tel mélange, la TCD est caractérisée par l'apparition d'un trouble dans le mélange chauffé. Le point d'aniline est en relation avec l'aromaticité du produit. Un point d'aniline élevé dénote d'une nature paraffinique. L'intérêt d'une telle valeur est de déterminer si une huile peut attaquer les matières des joints à base d'élastomère.

### 1.2.6. Le point d'éclair [22]

Le point d'éclair est la température minimale à laquelle il faut porter l'huile lubrifiante pour que les vapeurs émises s'enflamment en présence d'une flamme, dans les conditions normalisées. La dilution du lubrifiant a une influence importante ; ainsi, en ce qui concerne le taux de dilution d'une huile moteur, chaque % de gazole abaisse le point d'éclair de 5 à 7°C.

### 1.2.7. La couleur [22]

La couleur apparente est due à l'absorption sélective des radiations composant la lumière blanche. La détermination de la couleur se fait en comparant par transparence les échantillons à l'état liquide avec des étalons de verres colorés. L'appareil utilisé est le colorimètre.

### 1.2.8. L'indice de réfraction [22]

Lorsqu'un rayon lumineux monochromatique frappe obliquement une surface solide ou liquide, il se produit une réfraction et le rayon change de vitesse et de direction. L'indice de réfraction est donné par la formule suivante :

$$n = \frac{\sin i}{\sin r}$$

Où :

i : représente l'angle d'incidence ;

r : représente l'angle de réfraction.

L'indice de réfraction n'est pas important par lui-même, il entre dans la recherche de la tendance de l'huile. Pour les huiles minérales, il varie entre 1,47 et 1,55.

Le tableau 4 résume les différents essais normalisés effectués sur nos deux échantillons d'huile lubrifiante SAE 20W50. Les protocoles opératoires de ces manipulations sont décrits dans les normes citées ci-dessous :

**Tableau.4 : Identification des différents essais normalisés.**

<i>Analyse</i>	<i>Norme A.S.T.M</i>
Densité $d_4^T$	A.S.T.M D 70
Viscosité à 40 °C (cSt)	A.S.T.M D 445
Viscosité à 100 °C (cSt)	A.S.T.M D 445
Indice de viscosité (IV)	A.S.T.M D 2270
Point d'éclair (°C)	A.S.T.M D 92
Point d'aniline (°C)	A.S.T.M D 611
Résidu Conradson (%P)	A.S.T.M D 189
Indice de réfraction	A.S.T.M D 1218
Couleur (%T)	A.S.T.M D 155

## I.3. CARACTÉRISATION DE L'HUILE NEUVE

### I.3.1. Analyse physico-chimique de l'huile neuve

Pour mieux apprécier le degré de contamination de l'huile lubrifiante en service, il est nécessaire de procéder tout d'abord à l'analyse d'une huile neuve de même catégorie (S.A.E 20W50) par le biais d'essais normalisés. Les résultats sont regroupés dans le tableau 5 suivant :

**Tableau.5 :** Analyse physico-chimique de l'huile neuve (HN).

<i>Propriété</i>	<i>Huile neuve 20W50 (HN)</i>
Densité à 20 °C	0,8712
Viscosité à 40 °C (cSt)	152
Viscosité à 100 °C (cSt)	17
Indice de viscosité (IV)	108,61
Point d'éclair (°C)	215
Point d'aniline (°C)	98
Résidu Conradson (%P)	0,35
Indice de réfraction	1,485
Couleur (%T)	98

### I.3.2. Composition de l'huile neuve [8]

Dans le but de connaître la composition globale en chacune des familles d'hydrocarbures (Paraffines, Naphtènes et Aromatiques) de l'huile, les chercheurs ont établi plusieurs méthodes dont la méthode n.d.m, la méthode n.d.PA et la méthode de VG.

#### ❖ La méthode n.d.m de VAN NEST et VAN WESTEN [8]

Cette méthode empirique a été proposée en 1954. Pour déterminer la composition chimique d'un produit pétrolier, il est nécessaire de connaître son indice de réfraction, sa densité et sa masse moléculaire.

La méthode (n.d.m) présente l'inconvénient d'avoir à faire deux hypothèses :

- Tous les noyaux aromatiques acycliques sont hexagonaux.
- Tous les cycles sont à l'état catocondensé.

La méthode nécessite les calculs suivants (n et d mesurés à 20°C) :

$$\begin{aligned} V &= 2,51.(n - 1,475) - (d - 0,851) \\ W &= (d - 0,851) - 1,11.(n - 1,475) \end{aligned}$$

V > 0 :

$$\%C_A = 430.V + 3660/M$$

$$R_A = 0,44 + 0,055.M.V$$

V < 0 :

$$\%C_A = 670.V + 3660/M$$

$$R_A = 0,44 + 0,08.M.V$$

W > 0 :

$$\%C_R = 820.W - 3.S + 10600/M$$

$$R_T = 1,33 + 0,146.M.(W - 0,005.S)$$

W < 0 :

$$\%C_R = 1440.W - 3.S + 10600/M$$

$$R_T = 1,33 + 0,18.M.(W - 0,005.S)$$

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

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

$$R_N = R_T - R_A$$

Avec :

$\%C_P, \%C_N, \%C_A$  : Les pourcentages de carbones paraffiniques, naphténiques et aromatiques ;

$R_T, R_N, R_A$  : Les nombres de cycles totaux, naphténiques et aromatiques.

S : Teneur en soufre exprimée en % massique, elle est de l'ordre de 0,02 %. On peut la considérer nulle si l'huile utilisée est soumise à une désulfuration.

Pour déterminer la masse molaire (MM) de l'huile, on utilise la corrélation de l'API qui donne de faibles erreurs pour une température d'ébullition inférieure à 800 °F.

$$MM = 204,38.(T_{eb})^{0,118} .(SPGR)^{1,88} .\exp[0,00218.T_{eb}].\exp[-3,07.(SPGR)]$$

Avec :

$T_{eb}$  : Température d'ébullition de l'huile neuve en °R.

SPGR<sub>60</sub><sup>60</sup> : Specific gravity 60/60°F.

$$\text{SPGR}_{60}^{60} = \frac{d_4^{15}}{0,99904} \text{ et } d_4^{15} = d_4^{20} - (15 - 20).K$$

K : Coefficient dépendant de la densité.

Dans notre cas, et comme  $0,85 < d_4^{20} < 0,88 \Rightarrow K = 0,00065$  (voir l'annexe 2).

L'application numérique nous donne :

$$\text{SPGR}_{60}^{60} = \frac{0,8744}{0,99904} \Leftrightarrow \text{SPGR}_{60}^{60} = 0,8753$$

$$T_{\text{eb}} = 276 \text{ °C [24]}$$

$$\text{MM} = 211 \text{ g/mole}$$

Après la détermination de la masse molaire, en utilisant la méthode (n.d.m), on a trouvé la composition chimique de l'huile neuve suivante :

$$\% C_A = 19,1$$

$$\% C_N = 37,7$$

$$\% C_P = 43,2$$

#### ❖ La méthode n.d.PA de M.ROBERT [8]

Cette méthode est basée sur la connaissance de l'indice de réfraction à 20 °C ( $n_{20}$ ), de la densité à la même température ( $d_{20}$ ) et du point d'aniline (PA) en °C. Le calcul de la composition se fait en utilisant les formules suivantes :

$$\% C_A = 1039,4. n_{20} - 470,4.d_{20} - 0,315.PA - 1094,3$$

$$\% C_N = -1573,3. n_{20} + 840,15.d_{20} - 0,4619.PA + 1662,2$$

$$\% C_P = 100 - (\% C_A + \% C_N)$$

Elle s'applique aux fractions pétrolières légères et moyennes et donne une bonne précision, mais elle présente l'inconvénient de la détermination du point d'aniline qui n'est pas toujours possible surtout pour les fractions pétrolières lourdes qui sont colorés (difficulté de repérer le point de disparition des deux phases).

Les résultats de calcul utilisant cette méthode sont :

$$\% C_A = 08,5$$

$$\% C_N = 12,5$$

$$\% C_P = 79$$

### ❖ La méthode VG de Riazi – Daubert [8]

Pour les fractions lourdes ( $MM > 200$ ) :

$$\% P = 257,37 + 101,33.Ri - 357,3.VGC$$

$$\% N = 246,4 - 367,01.Ri + 196,312.VGC$$

$$\% A = 100 - (\% P + \% N)$$

Avec :

Ri : La "Refractivity intercept" qui est donnée par la formule :  $Ri = n - \frac{d}{2}$

VGC : Facteur de caractérisation pour les hydrocarbures visqueux, proposé par Hill et Coasts en 1928, il est donné par l'une des formules suivante :

$$VGC = \frac{10.S - 1,0752 \cdot \log(V_1 - 38)}{10 - \log(V_1 - 38)}$$

ou

$$VGC = \frac{SPGR - 0,24 - 0,022 \cdot \log(V_2 - 35,5)}{0,755}$$

Avec :

$V_1, V_2$  : Les viscosités en SSU, respectivement à 100 °F et 210 °F.

L'application numérique donne la composition suivante :

$$\% P = 81,4$$

$$\% N = 16,3$$

$$\% A = 2,3$$

En comparant les différentes méthodes : n.d.m, la méthode n.d.PA et la méthode VG de Riazi Daubert, nous constatons une distorsion importante entre les résultats obtenus. Dans tous les cas, ces méthodes ne peuvent nous donner qu'une indication globale. Le résultat que l'on pourrait tirer est que notre huile a des proportions importantes en paraffine et en naphène, donc on peut dire qu'elle a une tendance naphéno-paraffinique.

### 1.3.3. Variation de la viscosité de l'huile neuve avec la température

Dans le but de nous rendre compte du comportement de l'huile en fonction de la température, il nous a paru important de mesurer la viscosité en fonction de la température. De tels essais peuvent nous renseigner sur la cohérence du film lubrifiant.

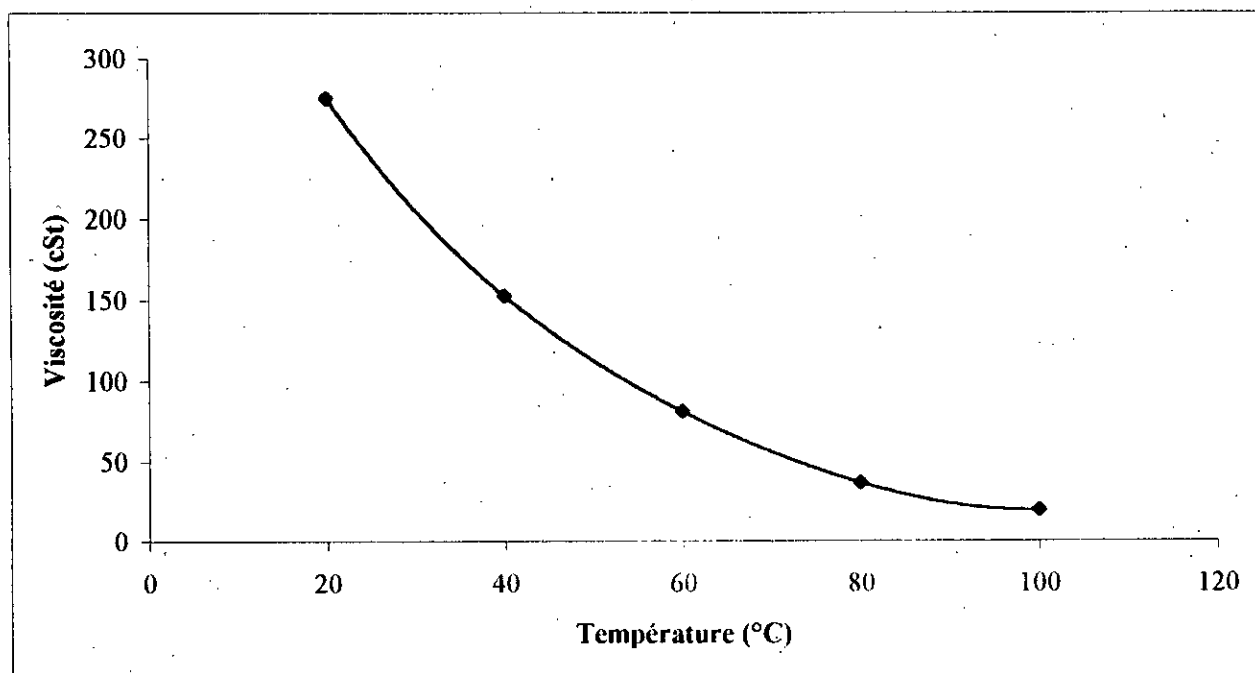
L'appareillage utilisé est un viscosimètre de type Cannon Fenske. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 6 :

**Tableau.6 :** Variation de la viscosité de l'huile neuve (HN) avec la température.

T (°C)	20	40	60	80	100
v (cSt)	275	152	80,5	36,2	17

La variation de la viscosité (v) de l'huile neuve en fonction de la température (T) peut être représentée par l'équation suivante :

$$v = 6.10^{-06}.T^4 - 0,0018.T^3 + 0,2134.T^2 - 14,761.T + 498$$

**Figure.5 :** Variation de la viscosité de l'huile neuve en fonction de la température.

L'allure de la courbe donnant la variation de la viscosité en fonction de la température (figure.5) est la même que celle des liquides en général.

Les propriétés des huiles changent radicalement quand la température augmente, la viscosité peut poser problème ; s'il y a des points chauds où la température est supérieure à la normale (mauvaise évacuation des calories) il y a rupture du film lubrifiant et contact métal-métal d'où une possibilité de « couler le moteur ».

## **I.4. CARACTÉRISTIQUES DE L'HUILE USAGÉE**

### **I.4.1. Caractéristiques du moteur [25]**

Le véhicule utilisé est de type PEUGEOT 505 mise en service en 1990. Le moteur essence est disposé à l'avant. Il comprend quatre cylindres à arbres à cames. Les caractéristiques techniques données par le constructeur sont :

- Alésage : 76,5 mm
- Cylindrée : 1558 cm<sup>3</sup>
- Puissance : 45 chevaux
- Taux de compression : 10
- Carburateur à réglage électronique.

### **I.4.2. Régime de marche du moteur**

- Vitesse moyenne de fonctionnement : 110 Km / h.
- Type de trajet :
  - autoroute 90 % ;
  - ville 5 % ;
- Kilométrage journalier : 425 Km.

### **I.4.3. Prise de l'échantillon d'huile usagée [10]**

Cette opération préalable à tout essai est capitale. Un échantillon doit représenter fidèlement le produit. Pour cela, nous avons veillé à ce que le matériel de prélèvement et de transfert soit absolument propre, étanche, sec et exempt de toute trace de solvants de nettoyage.

Le lieu de prélèvement variera selon ce que l'on veut rechercher. Dans notre cas, le prélèvement se fera à la base du carter. Avant de le remplir par une huile neuve SAE 20W50, nous avons procédé au rinçage du moteur avec 2 litres d'huiles de celle-ci afin d'éliminer toute trace d'huile résiduelle de vidange précédente. En outre, nous avons changé le filtre à l'huile. La vidange a été effectuée après 1000 Km de fonctionnement du véhicule dans les conditions citées précédemment.

### **I.4.4. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée**

En service, l'huile est polluée par l'essence et les gaz de combustion qui apportent entre autres des dérivés de plomb. Cette huile s'oxyde partiellement malgré les antioxydants et les additifs se dégradent. Néanmoins, cette détérioration est un processus lent. Pour mieux nous rendre compte de cet état de fait, nous avons procédé à la détermination des caractéristiques principales du lubrifiant usagé en faisant appel aux divers essais normalisés cités précédemment (tableau 4). Notre référence de travail est l'huile neuve.



**Tableau.7 : Analyse physico-chimique de l'huile usagée.**

<i>Propriété</i>	<i>Huile neuve (HN)</i>	<i>Huile usagée (HU)</i>
Densité à 20 °C	0,8712	0,8918
Viscosité à 40 °C (cSt)	152	92,25
Viscosité à 100 °C (cSt)	17	12
Indice de viscosité (IV)	108,61	109,16
Point d'éclair (°C)	215	200
Point d'aniline (°C)	98	80
Résidu Conradson (%P)	0,35	1,8
Indice de réfraction	1.485	1.483
Couleur (%T)	98	20

L'examen simultané des caractéristiques physico-chimiques de l'huile neuve et de l'huile usagée conduit aux remarques suivantes :

- **La densité**

La densité de l'huile usagée est légèrement plus élevée que celle de l'huile neuve. Ceci peut s'expliquer par :

- la présence de polluants tels que l'eau et les résines ;
- la condensation du carburant durant le fonctionnement du moteur ;
- la présence de particules d'usure provenant des différents frottements entre les pièces du moteur.

- **La viscosité**

L'abaissement de la viscosité est remarquable aussi bien à basse qu'à haute température. Cette baisse est probablement due :

- À une éventuelle dégradation des molécules à longues chaînes hydrocarbonées responsables de l'augmentation de la viscosité en molécules ayant des chaînes hydrocarbonées plus courtes. C'est donc un début de cracking catalytique ;
- À une forte dilution de l'huile par le carburant qui diminue la résistance du film lubrifiant. Comme principales causes de dilution, nous pouvons citer : la défektivité du système d'injection ou d'alimentation, la défektivité à l'admission d'air, un mauvais réglage des soupapes ou une compression incomplète due à une température de travail trop faible.

- **Le point d'éclair**

L'abaissement du point d'éclair est dû essentiellement à la dilution de l'huile usagée par l'essence (3 %). Chaque % de dilution abaisse le point d'éclair de 5 à 7 °C [22].

- **La couleur**

L'huile usagée est de couleur noire, sa transmission après dilution dans un certain volume d'heptane est assez faible comparativement à celle de l'huile neuve. Ceci peut s'expliquer par la formation de substances oxydées comme les asphaltènes caractérisées par leur poids moléculaires élevé et leur faible température d'ébullition (55°C) ainsi que les résines.

- **Le carbone Conradson**

Le carbone Conradson est l'une des caractéristiques qui nous permet de connaître le degré d'altération de l'huile. Pour une huile neuve, il doit être de 0 %. Or, on a trouvé dans notre analyse de l'huile neuve une valeur de 0,35 %, ce qui peut être dû à la détérioration de certains additifs (voir paragraphe II.3.3. de la partie théorique) avant même que l'huile ait été mise en service. Ainsi, il est plus élevé pour une huile usagée que pour une huile neuve. Cette augmentation est due principalement à la présence de produits d'oxydation essentiellement les asphaltènes et les résines, de particules de coke issues du cracking catalytique des molécules à longues chaînes hydrocarbonées, de cendres provenant des réactions de combustion, d'additifs dégradés et de polluants de tout genre telles que les poussières. Notre huile peut toujours être en service car sa teneur en carbone Conradson est inférieure à 3 %, limite à laquelle la vidange doit être nécessairement réalisée.

- **Le point d'aniline**

La diminution du point d'aniline est vraisemblablement due à une aromatisation des paraffines et des naphthènes sous l'effet de la haute température, ainsi qu'à une possible désalkylation des aromatiques.

#### **1.4.6. Composition de l'huile usagée**

Pour connaître la tendance chimique de l'huile usagée, nous avons utilisé les deux méthodes à savoir :

- Méthode VG de Riazi - Daubert.
- Méthode n.d.PA.

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau ci dessous :

**Tableau.8 :** *Composition de l'huile usagée.*

	<i>Méthode VG</i>	<i>Méthode n.d.PA</i>
% $C_A$	4,6	2,4
% $C_N$	27,7	41,3
% $C_P$	67,7	56,3

L'huile usagée est de nature paraffinique. La diminution des paraffines peut être due au cracking des longues chaînes hydrocarbonées sous l'effet de la haute température.

#### **1.4.7. Variation de la viscosité avec la température**

La cohérence du film d'huile comme interface chemise – piston en fonction de la température est l'une des caractéristiques les plus importantes d'une huile. L'évolution de la viscosité avec l'élévation de température pour les deux échantillons d'huile lubrifiante est donnée par le tableau 9.

**Tableau.9 :** *Variation de la viscosité avec la température.*

T (°C)	20	40	60	80	100
v HN (cSt)	275	152	80,5	36,2	17
v HU (cSt)	204	92,25	71,1	25,7	12

La variation de la viscosité de l'huile usagée avec la température peut être représentée par l'équation suivante :

$$v = -0,0001.T^3 + 0,0493.T^2 - 6,753.T + 319,22$$

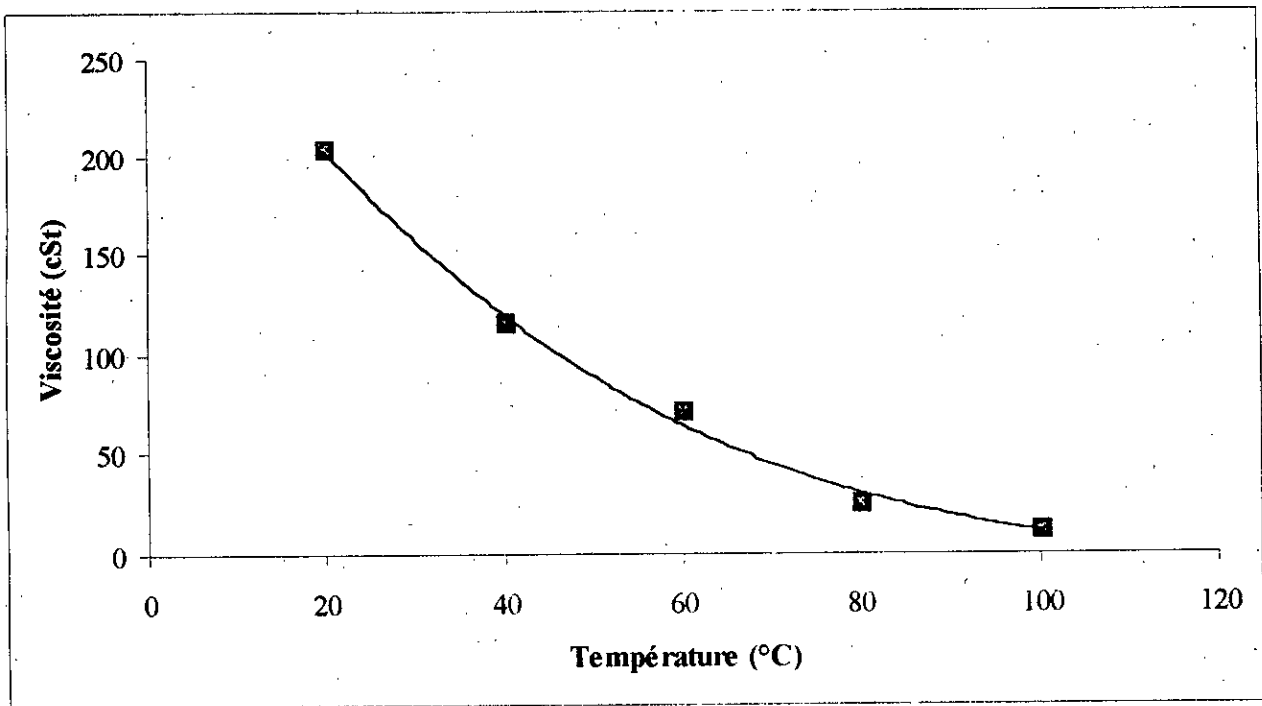


Figure.6 : Variation de la viscosité de l'huile usagée en fonction de la température.

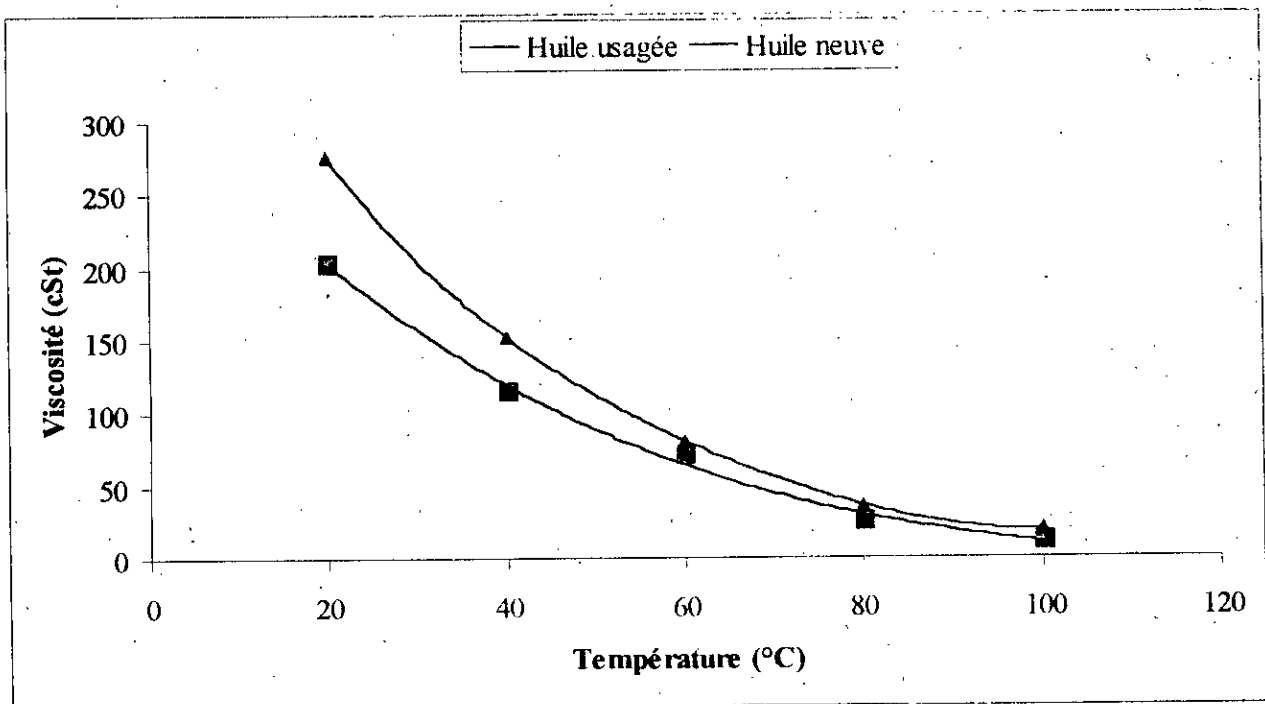


Figure.7 : Variation de la viscosité avec la température.

La viscosité de l'huile usagée varie un peu plus vite que celle de l'huile neuve. Ceci peut être dû à la détérioration des additifs de viscosité. Cette dégradation pourrait conduire à la rupture du film lubrifiant entre chemises et pistons conduisant à son tour à la création de points chauds susceptibles de détériorer le moteur.

Nous constatons une perte de performance aux alentours de 20 °C entre les deux huiles. Cependant, à haute température, nous remarquons une convergence entre les valeurs de viscosité. Ce qui veut dire, que la viscosité à elle même, à une certaine température (à chaud), ne permet pas de juger de la cohérence du film lubrifiant. En fait, c'est l'apport de toutes les propriétés qui fait que le comportement global de l'huile soit meilleur.

## Deuxième chapitre : Choix de l'adsorbant

II.1. INTRODUCTION

II.2. LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DE LA BENTONITE

II.3. QUELQUES PROPRIÉTÉS CHIMIQUES DE LA BENTONITE

II.4. ANALYSE CHIMIQUE DE L'ADSORBANT CHOISI À L'ÉTAT NATUREL

II.5. TRAITEMENT DE LA BENTONITE

II.6. ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

II.6.1. Résultats du tamisage

II.6.2. Calcul du diamètre moyen.

## II.1. INTRODUCTION [19]

Les argiles et les terres décolorantes furent les premiers adsorbants utilisés. Elles sont composées de juxtaposition de minéraux (quartz, feldspath, mica, ...) extrêmement petits dont la taille est le plus souvent inférieure à deux microns.

La montmorillonite est l'un des constituants les plus actifs des argiles. Elle n'est pas seulement utilisée comme terre décolorante dans l'industrie mais aussi comme liant dans le génie civil, comme boue de forage et en tant que catalyseur et échangeurs d'ions dans l'industrie chimique et pétrolière.

## II.2. LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DE LA BENTONITE [19]

La bentonite est une roche tendre, friable, présentant un aspect gras. Très onctueuse au toucher, sa teinte est blanche, grise ou légèrement teintée de bleu. Elle est dotée d'un grand pouvoir gonflant (5 à 30 fois son volume) et de propriétés plastiques.

Les gels de bentonite sont thixotropes ; c'est à dire qu'ils épaississent durant un repos prolongé et reprennent leur viscosité d'origine par simple agitation. Les argiles ont la propriété d'adsorber certains cations et anions et les retenir dans certaines conditions d'échange.

## II.3. QUELQUES PROPRIÉTÉS CHIMIQUES DE LA BENTONITE

Parmi les principales propriétés chimiques de la bentonite, nous pouvons citer :

- ✓ Sa capacité d'échange d'ions ;
- ✓ Son affinité adsorptionnelle aux liquides polaires ;
- ✓ Son pouvoir gonflant exceptionnel et son caractère colloïdal.

## II.4. ANALYSE CHIMIQUE DE L'ADSORBANT CHOISI À L'ÉTAT NATUREL [26]

L'adsorbant choisi est de la bentonite ( $\rho = 1.90 \text{ g/cm}^3$ ) prélevée sur le site dénommé Bloc 3 du gisement de M'zila à mostaganem. Sa coloration est brun clair. L'analyse chimique a donné les résultats suivants :

**Tableau.10 : Composition chimique en % de l'échantillon de bentonite à l'état naturel [26].**

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Cr	PAF
56,62	16,44	4,32	3,21	1,39	2,70	0,78	0,47	0,11	0,02	12,5

Il ressort de l'examen des résultats regroupés au tableau 10 que :

- ✓ L'analyse chimique donne la composition globale de l'échantillon d'argile ;
- ✓ L'échantillon d'argile est un silicate à tendance alumino-ferrique ;
- ✓ La valeur du rapport  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  de l'argile est élevée (3,44). Cela peut s'expliquer par la forte teneur en  $\text{SiO}_2$  (silice libre). Certains auteurs présentent le rapport  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  comme étant l'indice caractéristique de la montmorillonite lorsque sa valeur varie entre 2 et 5,5 ;
- ✓ La perte à feu de notre bentonite est relativement élevée. Cet échantillon de bentonite contient en outre beaucoup de sodium, elle absorbe alors beaucoup d'eau.

## II.5. TRAITEMENT DE LA BENTONITE

Avant de procéder aux différents contacts terre – huile usagée, nous avons dû faire subir, à la bentonite, les traitements suivants :

- a) **L'activation thermique de la bentonite** : la bentonite subit une déshydratation jusqu'à poids constant à l'étuve sous une température de 105 – 110 °C. Cette opération permet l'élimination de l'eau de mouillage.
- b) **Le concassage** : afin de réduire la taille de la roche, la bentonite a été concassée.
- c) **Le broyage** : le broyage est une opération de fragmentation mécanique par choc ou pression d'une masse solide. L'opération a été effectuée dans un broyeur propre utilisant des boules non métalliques (céramiques).
- d) **Le tamisage** : cette méthode permet la séparation des particules en tenant compte de leur grosseur. Le tamisage a été effectué à la machine (tamiseuse) selon la norme NF X11-501.
- e) **L'activation thermique de la bentonite** : La bentonite est introduite dans un four à une température de 220 °C pendant six heures. Cette opération permet le départ de l'eau de constitution et la destruction de certaines impuretés, ce qui transforme les pores et la surface spécifique de l'argile et par conséquent sa capacité sorptionnelle.

Il importe, en premier lieu, de préciser que toute l'étude qui suit a porté uniquement sur la bentonite traitée thermiquement. Nous avons opté pour ce type d'activation car il fait partie d'un certain nombre de résultats expérimentaux obtenus lors de travaux précédents [26].



## II.6. ANALYSE GRANULOMÉTRIQUE

Après le broyage de la bentonite dans un broyeur en céramique, on a passé au tamisage. Cette opération consiste à répartir une masse bien déterminée (02 Kg) des grains de bentonite en une série de classes dimensionnelles de plus en plus petites, par passage à travers des orifices de plus en plus étroits. Les grains dont deux dimensions sont inférieures aux dimensions des ouvertures traversent le tamis lorsqu'il est mis en vibration, alors que les grains plus gros sont retenus.

La quantité à tamiser dépend de la taille des grains et de la surface des tamis. On a fixé la durée du tamisage à 10 minutes et on a utilisé 05 tamis. Les refus successifs et l'ultime tamisat sont pesés, l'analyse fournit donc le poids et non le nombre des grains de chaque classe dimensionnelle. La fraction 425  $\mu\text{m}$  à 1 mm a été retenue.

### II.6.1. Résultats du tamisage

Les résultats<sup>4</sup> du tamisage sont regroupés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau.11 : Résultats du tamisage.**

Classe ( $\mu\text{m}$ )	Masse (g)
> 1000	226,8
]1000,800 ]	163,9
]800,600 ]	238,1
]600,500 ]	107
]500,425 ]	50
< 425	1195

$$\%Pertes = \frac{M - m}{M} * 100$$

Tels que :

M : masse initiale de la charge ;

m : somme des masses récoltée sur chaque tamis.

$$\%Pertes = \frac{2000 - 1980,8}{2000} * 100 = 0,96\%$$

<sup>4</sup> Ces résultats sont la moyenne de quatre essais.

## II.6.2. Calcul du diamètre moyen

Après l'élimination des grosses et des fines particules ; la masse totale de la charge est estimée à 559 g.

Le diamètre moyen en surface est défini comme suit :

$$d_{\text{moy}} = \frac{1}{\sum \frac{X_i}{d_i}}$$

Avec :

$$X_i = \frac{\text{masse de la fraction retenue}}{\text{masse totale de la charge}}$$

$d_i$  : Diamètre moyen du tamis.

Les résultats de calcul sont regroupés dans le tableau. 13.

**Tableau.12** : Rapport de la masse de la fraction retenue à la masse totale.

Classe ( $\mu\text{m}$ )	Masse (g)	Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	$X_i$
]1000,800 ]	163,9	900	0,29
]800,600 ]	238,1	700	0,42
]600,500 ]	107	550	0,2
]500,425 ]	50	462.5	0,09

On peut schématiser ces résultats par des histogrammes représentés sur la figure ci-dessous.

Le calcul donne une valeur<sup>5</sup> de  $d_{\text{moy}} = 675,46 \mu\text{m}$ .

<sup>5</sup> La valeur du diamètre moyen des particules dépend de toutes les opérations dynamiques qui précèdent le tamisage.

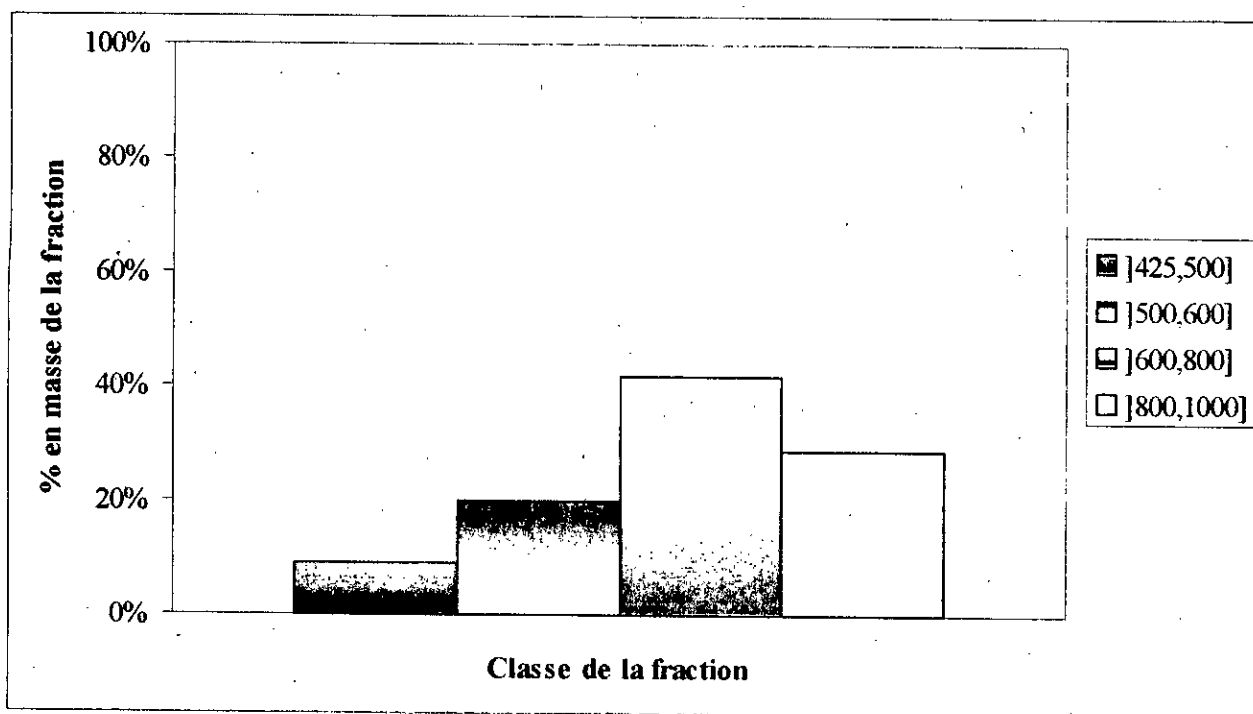


Figure.08 : Représentation des résultats «Histogramme différentiel».

## **Troisième chapitre : Caractéristiques de l'appareil semi-pilote**

### **III.1. INTRODUCTION**

### **III.2. LES COMPOSANTS DE L'APPAREIL**

- A. L'axe central
- B. Les supports
- C. Le tube cylindrique
- D. Les plateaux perforés

### **III.3. MONTAGE ET ASSEMBLAGE**

### III.1. INTRODUCTION

Dans le but de procéder à la régénération des huiles usagées, on a introduit certaines améliorations dans un appareil semi-pilote qui a été conçu et réalisé dans une étude précédente [27] ; ces améliorations seront fournies ci-dessous (voir paragraphes II.2.A, II.2.B et II.2.C).

L'appareil répond à un certain nombre de conditions à savoir :

- Assurer la régénération des huiles usagées à différentes températures, avec possibilité de variation de la quantité de terre décolorante à utiliser.
- Accéder au montage et au démontage, pour le changement de la terre usée (bentonite) et le nettoyage de l'appareil.

Dans le souci de pouvoir varier le nombre de plateaux à utiliser, nous avons conçu un système qui nous permet de maintenir ces derniers dans une position horizontale, d'une part et de pouvoir varier la distance entre les plateaux d'autre part.

Le système étant constitué d'une tige filetée à une seule extrémité qui sert d'axe central sur lequel sont montés les plateaux et plusieurs colliers de serrement qui serviront de supports pour les plateaux et de moyen de régulation de la distance entre ces derniers.

Étant donné que le diamètre des plateaux est inférieur à celui du tube cylindrique, le jeu engendré construira un chemin préférentiel pour l'huile et la régénération ne se fera pas correctement. Pour minimiser toute fuite au niveau des parois, chaque plateau est entouré de joints d'étanchéité en caoutchouc, découpés suivant les dimensions requises (voir figure 11).

En bas de la colonne, nous avons placé un entonnoir qui dirige l'huile percolée vers un ballon de recette. L'alimentation de la colonne par l'huile usagée se fait manuellement.

### III.2. LES COMPOSANTS DE L'APPAREIL [27]

Comme nous l'avons cité ci-dessus, l'appareil est une colonne qui peut travailler jusqu'à une vingtaine de plateaux perforés. La charge en bentonite peut varier jusqu'à 2 Kg.

L'appareil est constitué des accessoires suivants :

#### A. L'axe central

C'est une tige en laiton filetée à une seule extrémité. Des colliers de serrement permettent de maintenir les plateaux en position horizontale (voir figure 09).

#### B. Les supports

La séparation des plateaux est assurée par des colliers de serrement.

#### C. Le tube cylindrique

Le système constitué de la tige et des plateaux est mis dans un tube cylindrique qui est en PVC d'épaisseur de 5 mm et de  $\phi$  de 16 cm. Ce tube est représenté par la figure 10.

## D. Les plateaux perforés

Ce sont des disques en cuivre découpés à partir d'une ~~table~~<sup>table</sup> de 2 mm d'épaisseur.

Étant donné que l'huile usagée a un caractère acide, son contact avec le métal provoquera la corrosion de celui-ci. De ce fait, le choix s'est porté sur l'utilisation du cuivre. Le dessin représentant les plateaux est celui de la figure 11.

Le  $\phi$  des perforations adéquat est de 2 mm (résultat d'une étude précédente) [27] ; par ailleurs et du fait de la faible granulométrie de la bentonite utilisée, ces perforations permettent aussi à la bentonite de passer en même temps que l'huile. Pour y remédier nous avons jugé utile de recouvrir les dix-huit (18) plateaux par une mince couche de coton à même de maintenir la bentonite en place et de faciliter à l'huile de percoler.

## III.3. MONTAGE ET ASSEMBLAGE

Une fois tous ces composants réunis, l'assemblage se fait alors de la manière suivante :

- On fixe le 1<sup>er</sup> collier de serrement en bas de la tige.
- On introduit en intermittencc un plateau et un collier de serrement.
- On met l'écrou en haut de la tige et on serre l'ensemble.
- On introduit l'ensemble dans le tube muni de l'entonnoir.
- On fixe l'appareil sur le statif.

Un schéma d'assemblage est représenté par la figure 12.

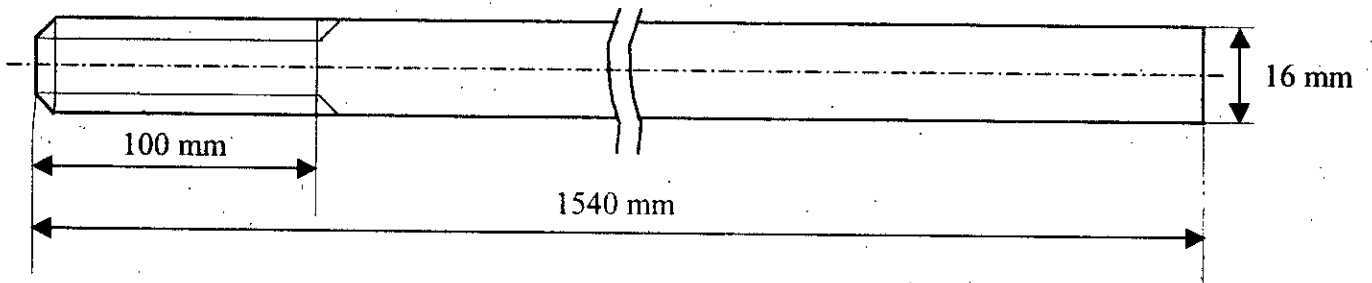


Figure 09 : Axe central

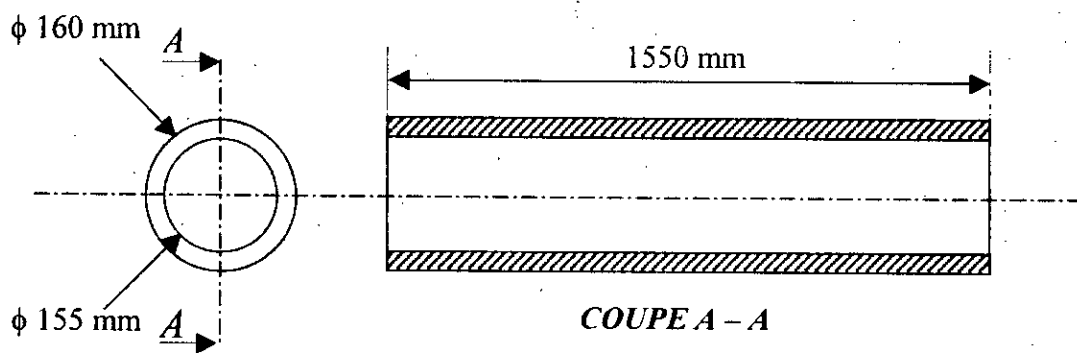


Figure 10 : Tube cylindrique

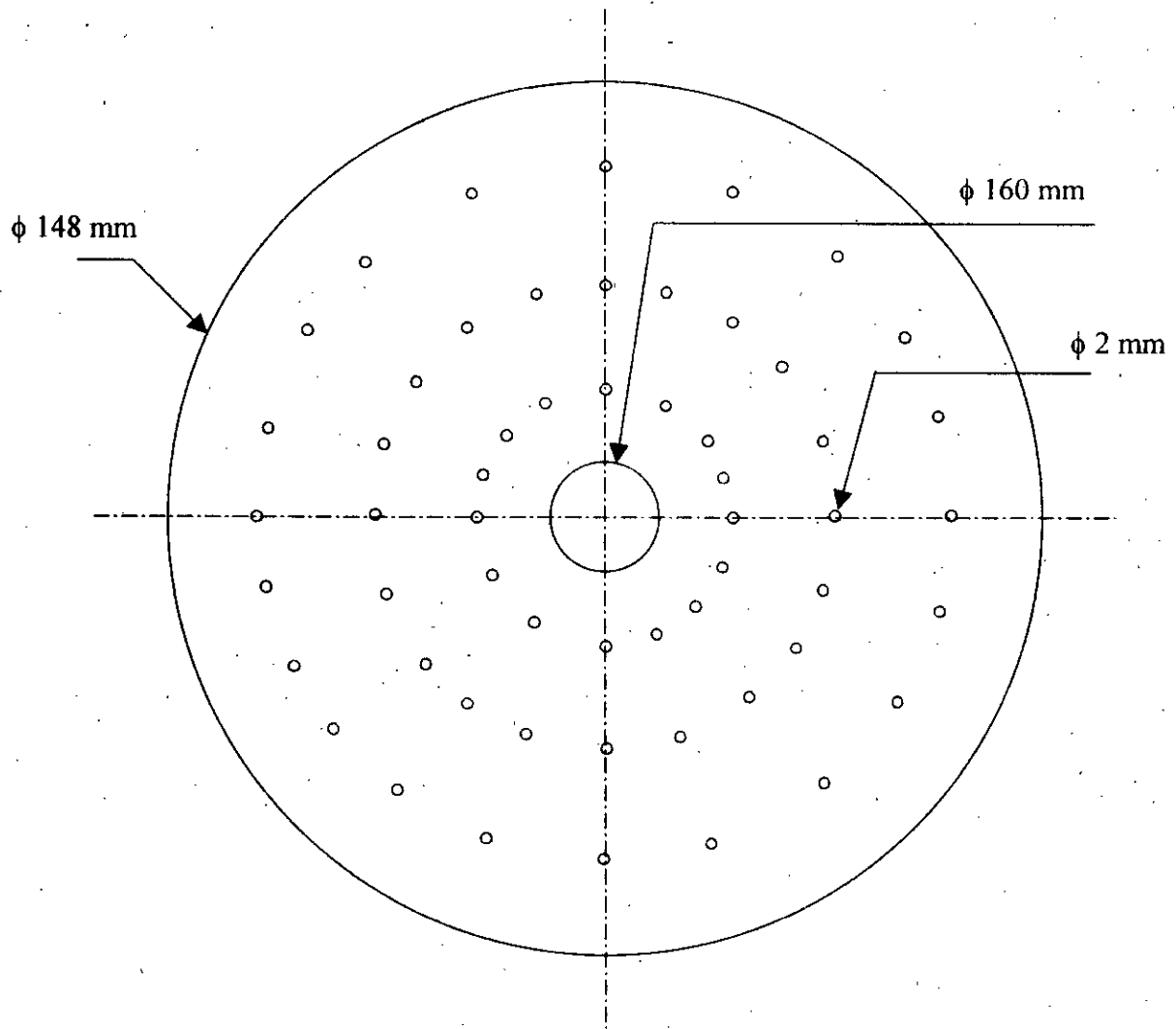


Figure 11 : Plateau



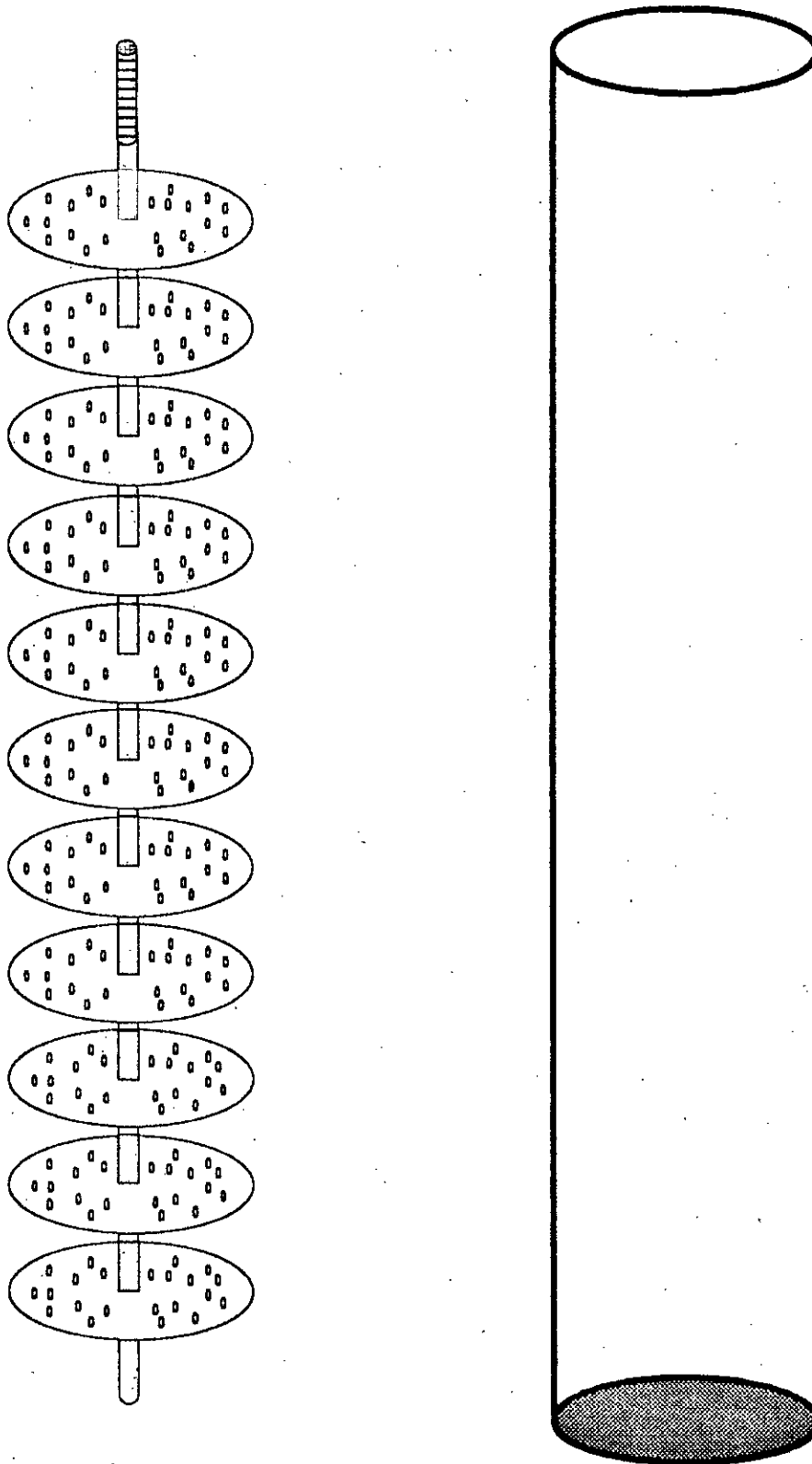


Figure 12 : Schéma du montage

## **Quatrième chapitre : Régénération de l'huile usagée sur la colonne semi-pilote**

### **IV.1. ESSAI À VIDE**

### **IV.2. TEST DE PERCOLATION EN UTILISANT UN SEUL PLATEAU**

#### **IV.2.1. Premier essai (masse de bentonite égale à 50 g)**

- A. Détermination des propriétés du cumul des fractions
- B. Calcul de la capacité fractionnaire des lits « F »
- C. Calculs et résultats
- D. Définition de la quantité d'huile traitée par unité de masse
- E. Définition de la quantité d'huile traitée par unité de temps
- F. Commentaire

#### **IV.2.1. Deuxième essai (masse de bentonite égale à 100 g)**

- A. Résultats et commentaire

### **IV.3. TEST DE PERCOLATION EN PLACANT LA CHARGE SUR TOUS LES PLATEAUX**

#### **IV.3.1. Premier essai (50 g de bentonite sur chaque plateau)**

#### **IV.3.2. DEUXIÈME ESSAI (100 g de bentonite pour chaque plateau)**

## IV.1. ESSAI À VIDE

Dans cette étude et afin de nous rendre compte de la perte de charge occasionnée par les plateaux, c'est à dire le temps que met l'huile pour traverser la totalité des plateaux, nous avons fait un premier essai à vide.

Il consiste à injecter en haut de colonne un volume d'huile bien déterminé (800 ml) et à mesurer le temps au bout duquel apparaissent les premières gouttes. Nous avons mesuré ensuite les temps nécessaires pour récupérer des fractions de 100 ml d'huile. En se basant sur ces données, nous avons calculé le débit moyen de chaque fraction en divisant les volumes par les temps correspondants. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau 13 :** *Variation du débit avec le temps.*

<i>Volume (ml)</i>	<i>Temps (s)</i>	<i>Débit moyen (ml/s)</i>
100	240	0,42
100	265	0,38
100	470	0,21
100	675	0,15
100	1365	0,073
100	3665	0,027
100	6992	0,014
100	$\infty$	0

En ce qui concerne la dernière fraction, nous l'avons laissée pendant un temps assez long pour permettre aux plateaux de s'égoutter, le débit correspondant tend alors vers zéro. Quant au temps nécessaire pour que l'huile arrive en bas de colonne, il est de **10 minutes**.

La figure 13 représente la variation du débit moyen en fonction du temps.

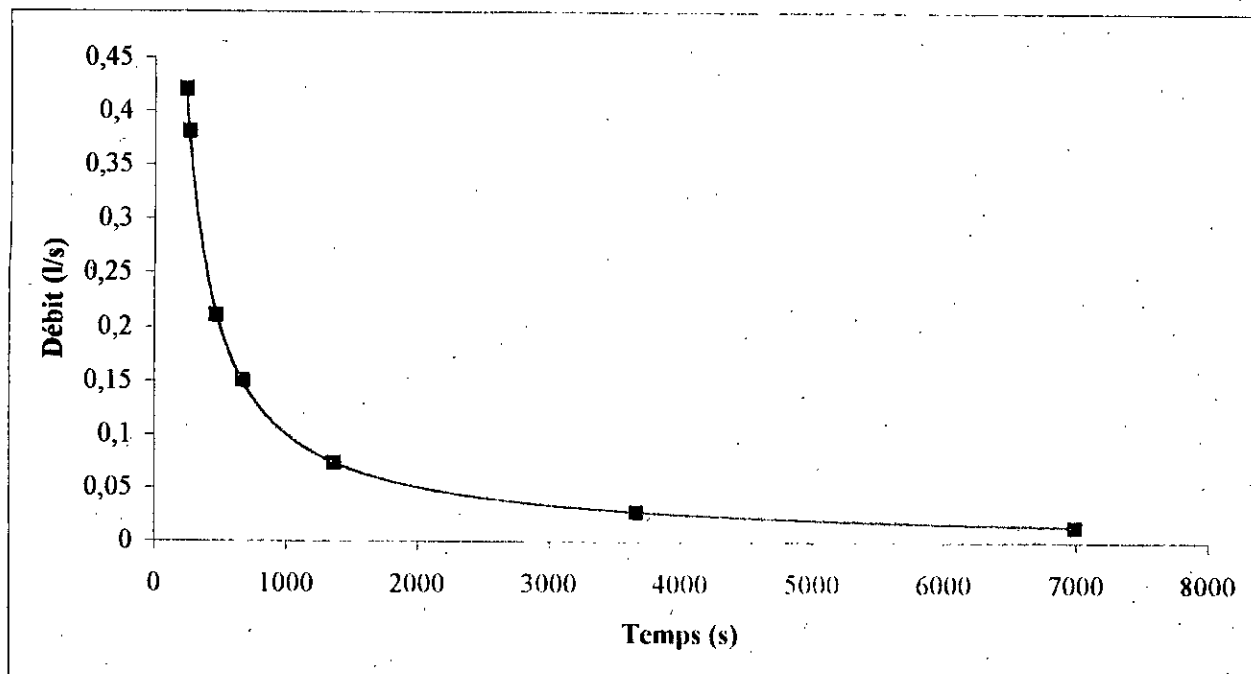


Figure 13 : Variation du débit en fonction du temps.

Nous voyons bien que la géométrie de l'appareillage (diamètres des trous, hauteur de la colonne,... etc.), n'est pas une étape limitante de la percolation, puisque l'huile passe assez rapidement par tous les plateaux.

## IV.2.TEST DE PERCOLATION EN UTILISANT UN SEUL PLATEAU

### IV.2.1.Premier essai (masse de bentonite égale à 50 g)

Pour déterminer l'efficacité de chacun des plateaux perforés, il nous a paru intéressant de faire un premier essai de régénération en utilisant un seul plateau. Pour cela, nous avons fixé la quantité de bentonite activée thermiquement à mettre sur le plateau à 50 g. Cette dernière est posée au dernier plateau et repose sur du coton. Les autres plateaux restent vides et permettent à l'huile d'arriver en douceur au plateau chargé pour ne pas disperser la charge et créer ainsi des chemins préférentiels.

On note que notre huile usagée a subit déjà un chauffage à 150 °C pendant environ 10 minutes et ce, pour la déshydrater et la dé-essencier.

L'opération de percolation a été effectuée à température ambiante (22 °C) et le temps nécessaire pour l'apparition des premières gouttes était de **14 minutes**.

Les analyses effectuées sur les fractions recueillies sont faites sur la base de la détermination de la masse volumique, du carbone Conradson et de la couleur, ainsi la viscosité pour la première et la dernière fraction (voir le tableau 14).

Nous avons défini la concentration instantanée en matières carbonneuses (C) de l'huile de la façon suivante :

$$C = R \cdot 10^{-2} \cdot \varphi$$

Où :

C : Concentration en matières carbonneuses de l'huile (g/ml).

R : Carbone Conradson (%P).

$\varphi$  : Masse volumique de l'huile (g/ml).

### A. Détermination des propriétés du cumul des fractions

Dans le but de déterminer les propriétés des cumuls et de connaître les quantités d'huile traitées, nous avons fait quelques approximations qui prennent en considération la densité, le carbone Conradson et la couleur.

- ♦ **Première approximation :** *Détermination de la concentration en matières carbonneuses.*

La concentration en matières carbonneuses est décrite par la formule :

$$C = R \cdot 10^{-2} \cdot \varphi$$

La concentration est une propriété additive, nous pouvons écrire :

$$C_{cu} = \frac{\sum_{i=1}^n C_f \cdot X_i}{\sum_{i=1}^n X_i}$$

Où :

$C_{cu}$  : Concentration en matières carbonneuses du cumul des fractions (g/ml) ;

$C_f$  : Concentration en matières carbonneuses de fraction (g/ml) ;

$X_i$  : Rapport du volume de la fraction au volume total recueilli.

- ♦ **Deuxième approximation :** *Détermination de la transmission du cumul.*

La couleur n'est pas une propriété additive. Sachant que le logarithme de la transmission est généralement proportionnel à la concentration, nous avons supposé qu'elle est additive ; c'est à dire que :

$$\ln T_{cu} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i \cdot \ln T_f}{\sum_{i=1}^n X_i}$$

Tels que :

$\ln T_f$  : Logarithme de la transmission de la fraction ;

$\ln T_{cu}$  : Logarithme de la transmission du cumul ;

$X_i$  : Rapport du volume de la fraction au volume total recueilli.

### B. Calcul de la capacité fractionnaire des lits « F »

Dans le but d'étudier l'influence des différents paramètres sur la dynamique d'adsorption, nous avons fait appel à une caractéristique importante des courbes de percée à savoir la capacité fractionnaire « F ». Cette grandeur nous permet de voir si les lits sont adaptés à l'adsorption ou non.

La capacité fractionnaire mesure le rendement d'élimination de la bentonite. Elle est donnée par la formule suivante :

$$F = \frac{\int_{V_p}^{V_s} \left(1 - \frac{C}{C_{HU}}\right) dV}{V_s - V_p} \quad (*)$$

Tels que :

$C_{HU}$  : Concentration en matières charbonneuses de l'huile usagée (g/ml) ;

$C$  : Concentration instantanée en matières charbonneuses de l'effluent (g/ml) ;

$V_p$  : Volume de percée (ml) correspondant à une concentration de l'effluent égale à 5 % de la concentration en matières charbonneuses de l'huile usagée ;

$V_s$  : Volume de saturation (ml) correspondant à une concentration de l'effluent égale à 95 % de la concentration en matières charbonneuses de l'huile usagée.

La connaissance de l'évolution de la concentration en matières charbonneuses en fonction du volume d'effluent nous permet de déterminer les valeurs de la capacité fractionnaire (figure. 14).

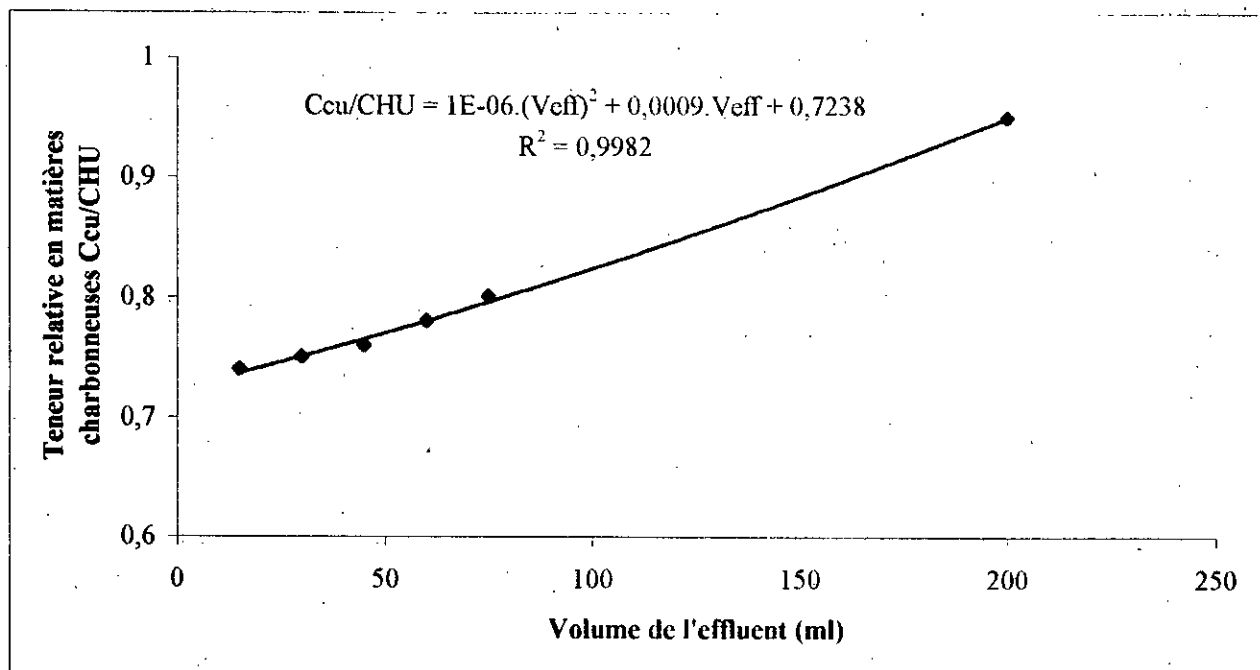
### C. Calculs et résultats

On note  $C_{HU}$  la valeur de la concentration en matières charbonneuses de l'huile usagée. Elle est estimée à  $1,6 \cdot 10^{-2}$  g/ml.

Les analyses physico-chimiques effectuées sur ces fractions d'huile recueillie ont donné les résultats présentés dans le tableau 14 et schématisés par les figures 14, 15.

**Tableau.14 :** Percolation de l'huile usagée à travers un seul plateau  
(masse de bentonite égale à 50 g) « HT<sub>1</sub> ».

V <sub>f</sub> (ml)	V <sub>eff</sub> (ml)	t <sub>p</sub> (mn)	t <sub>re</sub> (mn)	v à 40 °C	φ (g/ml)	% R <sub>cf</sub>	% T <sub>f</sub>	C <sub>f</sub> .10 <sup>2</sup> (g/ml)	C <sub>cu</sub> /C <sub>HU</sub>	% T <sub>cu</sub>
15	15	17	3	112,6	0,8849	1,33	25	1,18	0,74	25,00
15	30	18	4	-	0,8857	1,39	23	1,23	0,75	24,31
15	45	19	5	-	0,8874	1,52	22	1,35	0,76	23,88
15	60	20	6	-	0,8893	1,65	21	1,47	0,78	23,51
15	75	21	7	-	0,8906	1,74	20	1,55	0,80	21,59
125	200	29	15	109,7	0,8918	1,80	20	1,60	0,95	21,20



**Figure.14 :** Variation de la teneur relative en matières charbonneuses  $C_{cu}/C_{HU}$  en fonction du volume d'effluent (HT<sub>1</sub>).

On a le volume de percée correspondant à un rapport de concentration égal à 0,05, et comme on peut pas lire le volume correspondant à cette valeur, on prend une valeur arbitraire constante égale à 15 ml.

Le volume de saturation correspondant à un rapport de concentration égal à 0,95, alors dans ce cas  $V_s = 200$  ml.

La détermination de la capacité fractionnaire se fait à partir de l'équation (\*).

L'intégrale représente l'aire entre la droite parallèle à l'axe des abscisses et la courbe entre les deux points  $V_p$  et  $V_s$ .

Après calcul on trouve :  $F = 0,11$

#### D. Définition de la quantité d'huile traitée par unité de masse

Nous définissons une grandeur « q » comme étant la quantité d'huile traitée par unité de masse de bentonite. Celle ci nous donne une idée sur la quantité traitée par gramme d'adsorbant.

$$q = \frac{V_s}{m_b}$$

Tels que :

q : Quantité d'huile traitée par unité de masse (ml/g).

$V_s$  : Volume d'huile traitée jusqu'à saturation.

$m_b$  : Masse de la bentonite (g).

L'application numérique nous donne :

$$q = \frac{200}{50} \Leftrightarrow q = 4 \text{ ml/g}$$

#### E. Définition de la quantité d'huile traitée par unité de temps

Nous définissons une grandeur T comme étant la quantité d'huile traitée par unité de temps. Elle est donnée par la formule suivante :

$$T = \frac{V_s}{t_s - t_p}$$

Où :

T : Quantité d'huile traitée par unité de temps (ml/h).

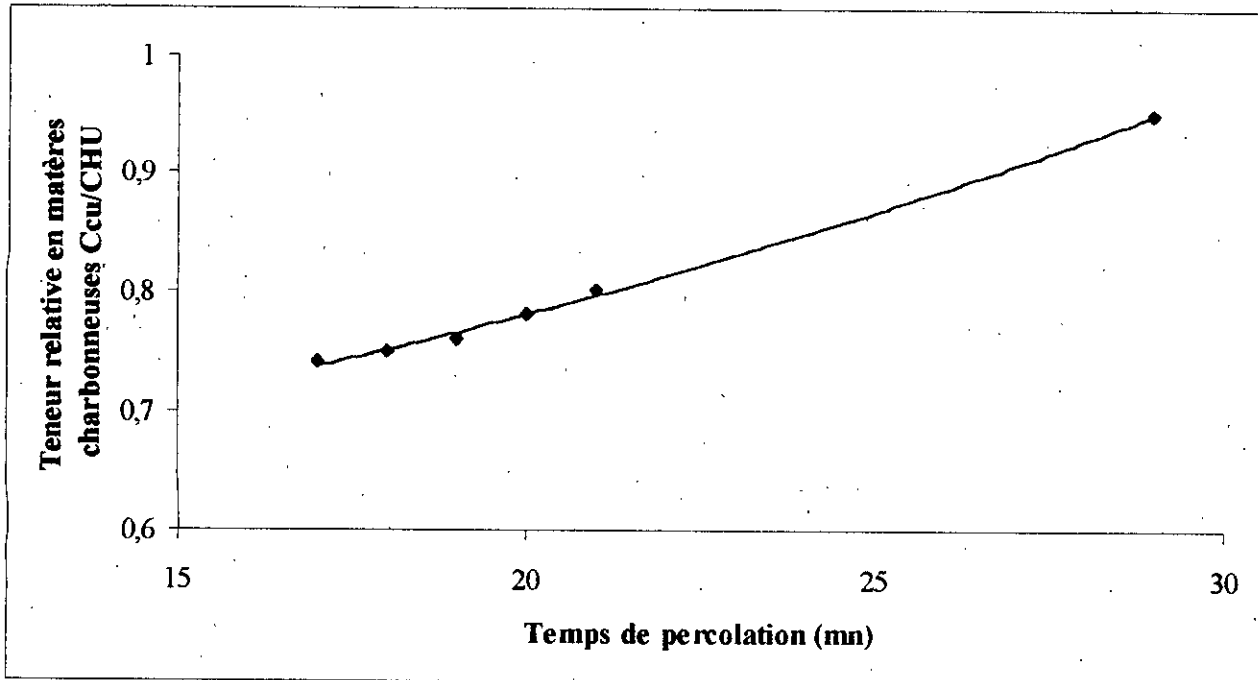
$t_s$  : Temps de saturation (h).

$t_p$  : Temps nécessaire pour le passage d'huile à travers une certaine quantité de bentonite (h).

Les calculs nous donne :

$$T = \frac{200}{\frac{29}{60} - \frac{14}{60}} \Leftrightarrow T = 800 \text{ ml/h}$$





**Figure.15 :** Variation de la teneur relative en matières charbonneuses  $C_{cu}/C_{HU}$  en fonction du temps de percolation ( $HT_1$ ).

#### F. Commentaire

Les résultats d'analyse des fractions recueillies montrent que du point de vue décoloration de l'huile, une faible augmentation de la couleur a été constatée, puisque le pourcentage de transmission est resté presque le même que celui de l'huile usagée utilisée comme charge. Néanmoins, le pourcentage du carbone Conradson a diminué, ce qui veut dire qu'il y a quand même une légère clarification, mais pas si importante pour être détectée par le test de couleur.

D'après ces résultats, on voit une diminution de la densité des échantillons récupérés par rapport à l'huile usagée, mais cette dernière elle augmente en fonction du temps de percolation, ce qui implique une saturation de la bentonite en métaux d'usure et en produits de cracking.

La viscosité de la première et la dernière fraction a diminuée, ceci peut être dû à l'adsorption des additifs améliorant la viscosité ainsi que les produits d'oxydation qui ont épaissi l'huile usagée.

Nous pouvons interpréter ces constatations par le fait que l'épaisseur du lit de bentonite était très faible, et par conséquent, le temps de contact huile - terre est aussi très court.

### IV.2.1. Deuxième essai (masse de bentonite égale à 100 g)

Dans le but de déterminer l'influence de la quantité de terre décolorante à mettre dans chaque plateau sur le degré de régénération de l'huile usagée, nous avons fait un deuxième essai de régénération dans les mêmes conditions opératoires que le premier, mais avec 100 g de bentonite.

#### A. Résultats et commentaire

Les analyses physico-chimiques effectuées sur les fractions d'huile recueillie ont donné les résultats présentés dans le tableau 16 et schématisés par les figures 16, 17.

**Tableau.15 :** Percolation de l'huile usagée à travers un seul plateau  
(masse de bentonite égale à 100 g) « HT<sub>2</sub> ».

V <sub>f</sub> (ml)	V <sub>eff</sub> (ml)	t <sub>p</sub> (mn)	t <sub>re</sub> (mn)	v à 40 °C	φ (g/ml)	% R <sub>cf</sub>	% T <sub>f</sub>	C <sub>f</sub> ·10 <sup>2</sup> (g/ml)	C <sub>cu</sub> /C <sub>HU</sub>	% T <sub>cu</sub>
15	15	19	4	113	0,8809	1,19	29	1,05	0,66	29
15	30	20	5	-	0,8820	1,25	27	1,10	0,67	28,32
15	45	21	6	-	0,8839	1,29	25	1,14	0,67	27,69
15	60	22	7	-	0,8853	1,38	24	1,22	0,68	27,22
15	75	24	9	-	0,8876	1,45	23	1,29	0,70	26,82
15	90	26	11	-	0,8895	1,63	22	1,45	0,71	26,53
315	405	41	26	110	0,8918	1,8	20	1,6	0,95	24,75

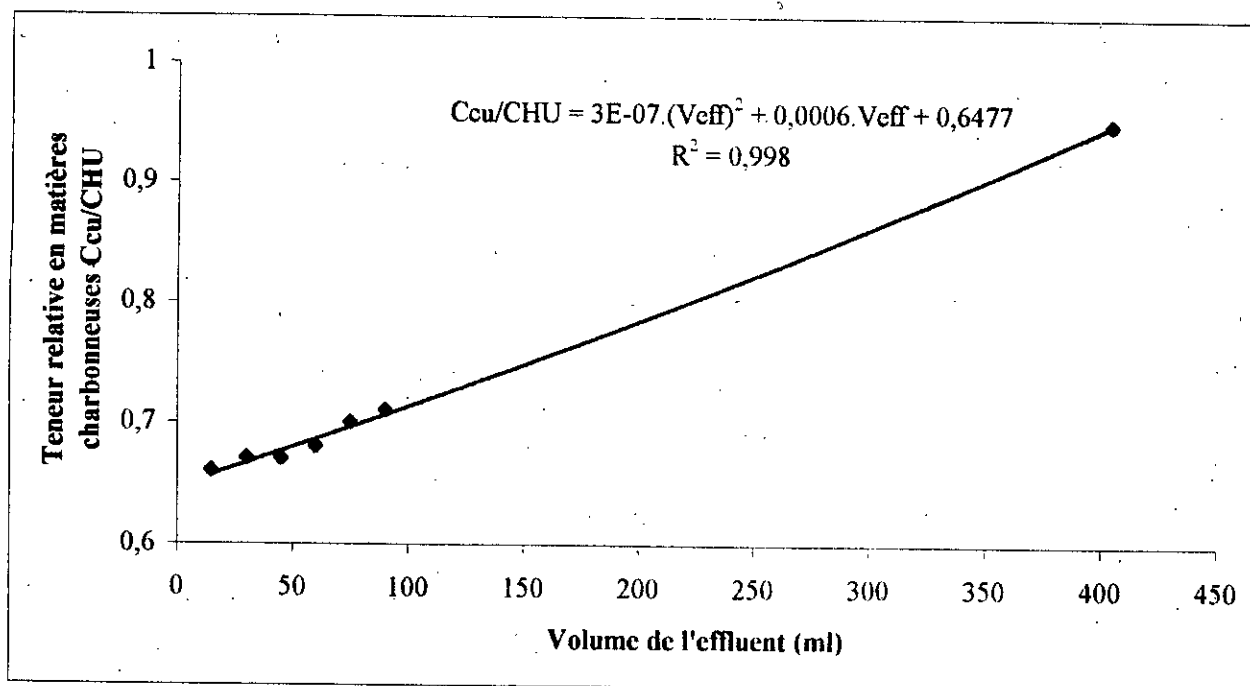


Figure.16 : Variation de la teneur relative en matières carbonneuses  $C_{cu}/C_{HU}$  en fonction du volume d'effluent ( $HT_2$ ).

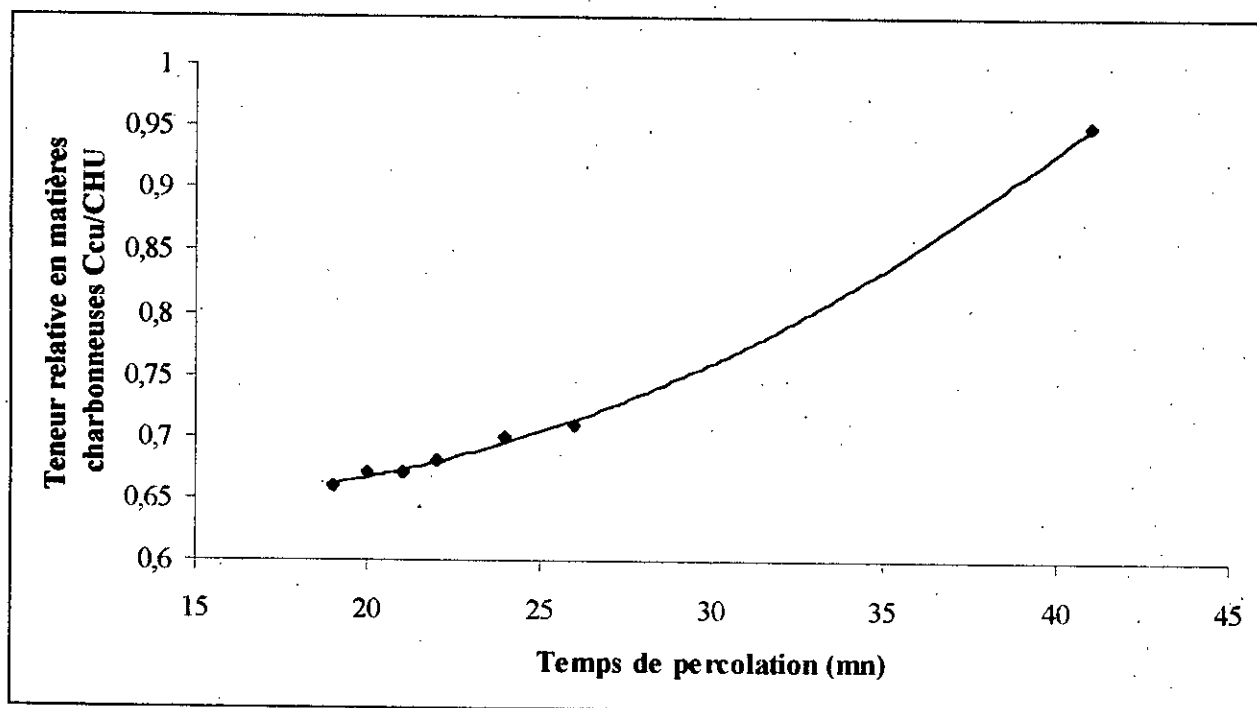


Figure.17 : Variation de la teneur relative en matières carbonneuses  $C_{cu}/C_{HU}$  en fonction du temps de percolation ( $HT_2$ ).

Lors de cet essai, les premières gouttes ont été obtenues au bout de **15 minutes**. Nous remarquons une amélioration des caractéristiques physico-chimiques par rapport à l'huile usagée par le biais du test de couleur et celui du résidu Conradson.

En comparant les résultats d'analyse de  $HR_2$  avec ceux de  $HR_1$ , nous observons que plus la quantité d'adsorbant est plus grande, plus la qualité de l'huile régénérée est meilleure ; ce qui est normal puisque l'épaisseur du lit que traverse l'huile est plus grande et donc la décoloration est meilleure.

Sur la base de tous ces résultats d'analyse des différentes fractions d'huiles obtenues, nous avons pu déterminer la capacité fractionnaire « F » ainsi que la quantité d'huile traitée par unité de masse et par unité de temps. Les résultats sont représentés sur le tableau 16.

**Tableau.16 :** Valeurs de la capacité fractionnaire des lits et la quantité d'huile traitée par unité de masse et par unité de temps ( $HT_2$ ).

F	q (ml/g)	T (ml/h)
0,16	4,05	934,6

### IV.3. TEST DE PERCOLATION EN PLACANT LA CHARGE SUR TOUS LES PLATEAUX

#### IV.3.1. Premier essai (50 g de bentonite sur chaque plateau)

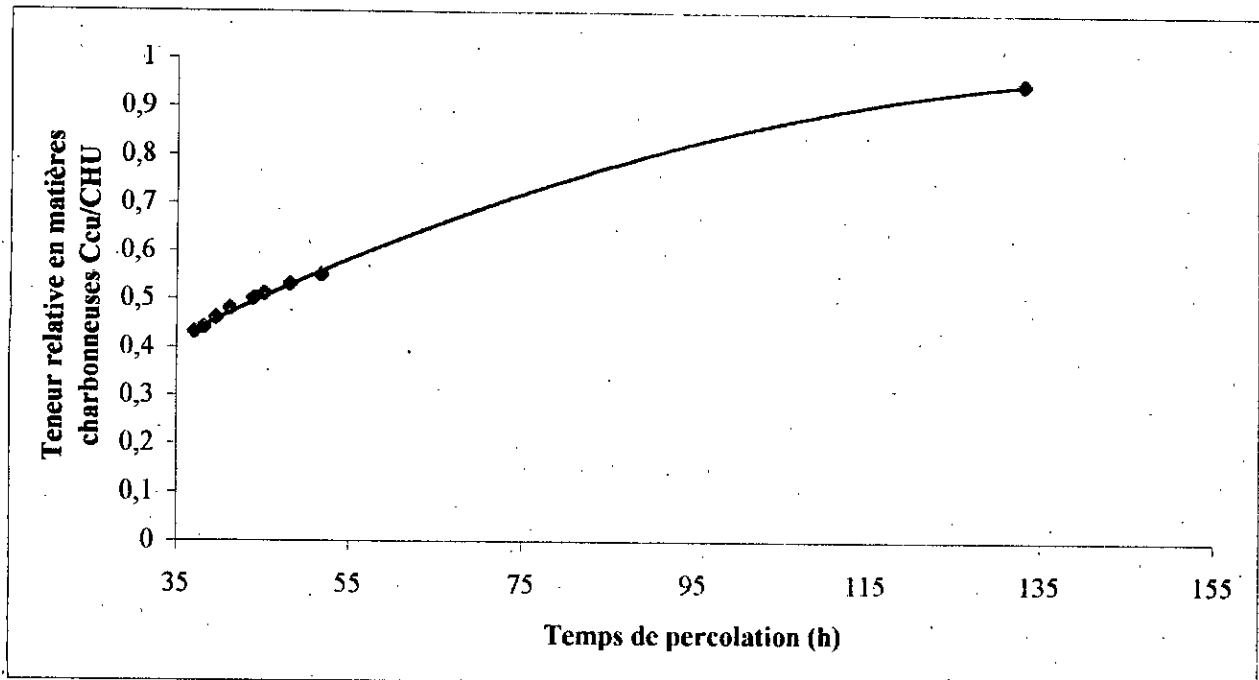
Après avoir effectué un premier test de régénération utilisant un seul plateau, vient cette étape qui consiste à tester l'efficacité de la totalité des plateaux.

Les conditions opératoires dans lesquelles a été effectué cet essai sont :

- Nombre de plateaux : 18.
- Température : 24 °C.
- Adsorbant : 50 g de bentonite activée thermiquement sur chaque plateau.
- Support : coton.

Les analyses physico-chimiques effectuées sur ces fractions d'huile recueillies ont donné les résultats présentés dans le tableau 17, 18 et schématisés par les figures 18 et 19.

**Figure.18 :** Variation de la teneur relative en matières carbonneuses  $C_{ca}/C_{HU}$  en fonction du volume d'effluent ( $HT_3$ ).



**Figure.19 :** Variation de la teneur relative en matières carbonneuses  $C_{cu}/C_{HU}$  en fonction du temps de percolation ( $HT_3$ ).

**Tableau.18 :** Valeurs de la capacité fractionnaire des lits et les quantités d'huile traitées par unité de masse et par unité de temps ( $HT_3$ ).

F	q (ml/g)	T (ml/h)
0,12	1,1	7,4

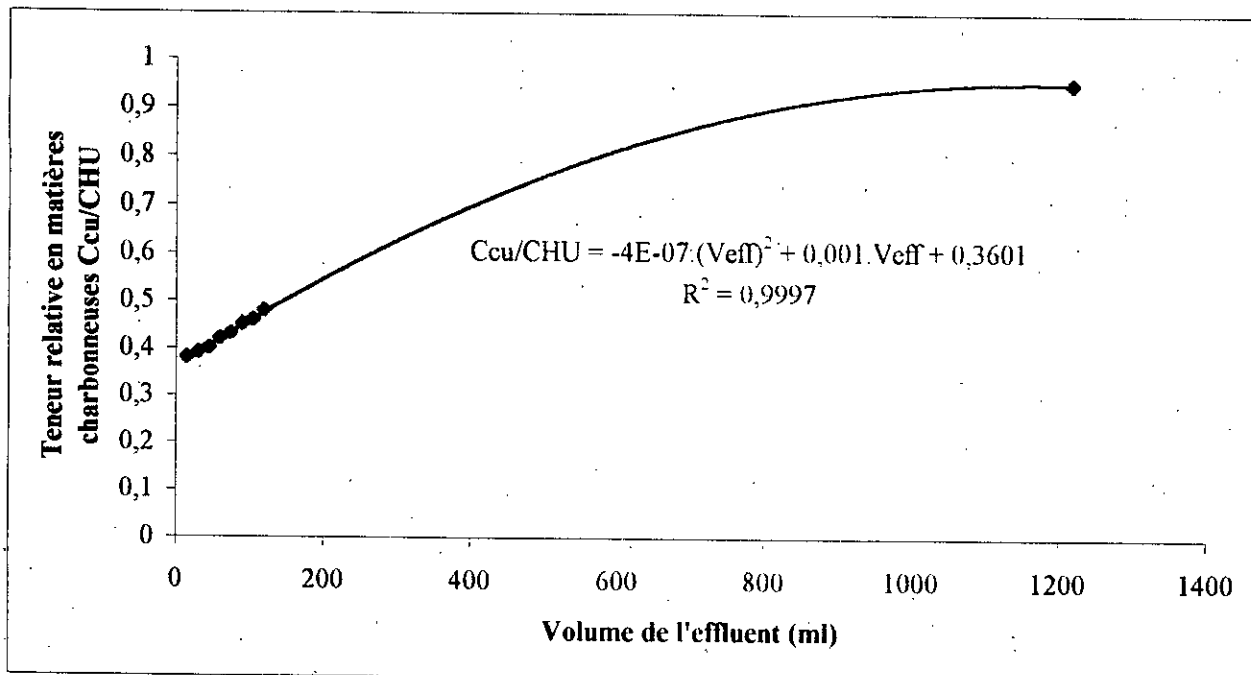
#### IV.3.2.DEUXIÈME ESSAI (100 g de bentonite sur chaque plateau)

Dans cet essai, on a suivi le même mode opératoire que le précédent, sauf au lieu de mettre 50 g de bentonite sur chaque plateau on met 100 g.

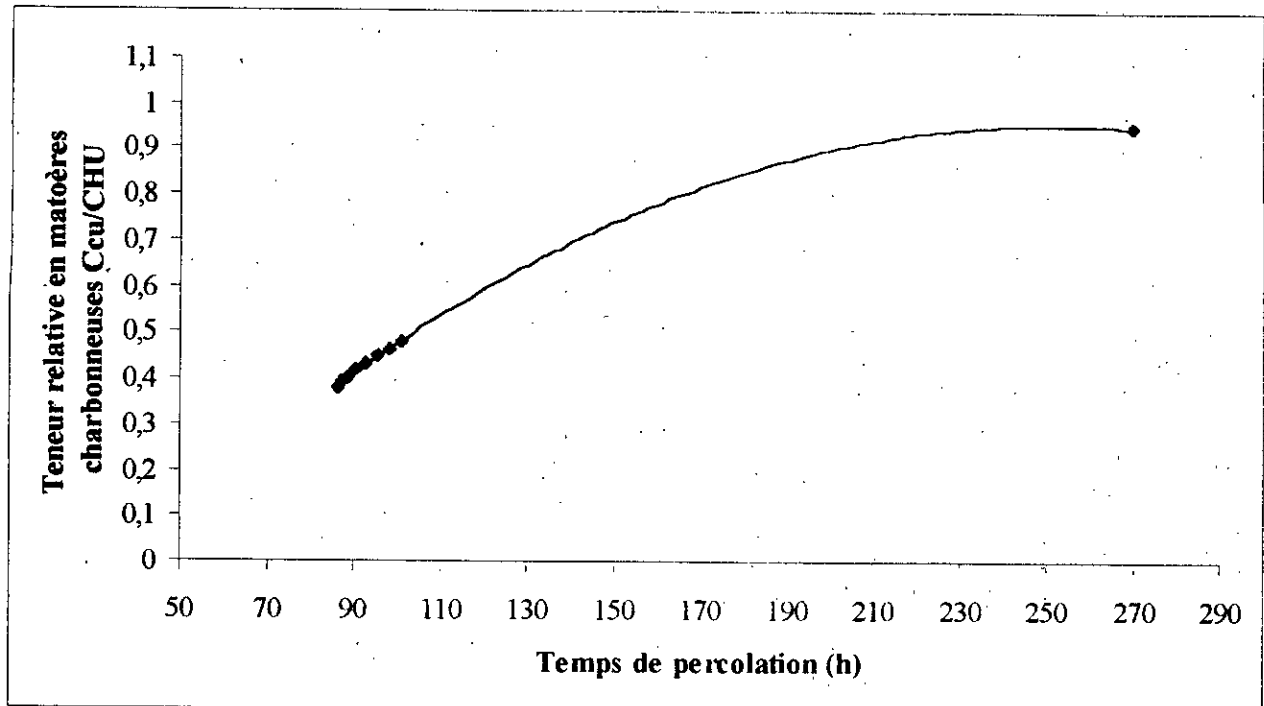
Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 19 et schématisés par les figures 20 et 21.

**Tableau.19 :** Percolation de l'huile usagée à travers tous les plateaux  
(100 g de bentonite sur chaque plateau) « HT<sub>4</sub> ».

V <sub>r</sub> (ml)	V <sub>eff</sub> (ml)	t <sub>p</sub> (h)	t <sub>re</sub> (h)	v à 40 °C (cSt)	φ (g/ml)	% R <sub>cf</sub>	% T <sub>f</sub>	C <sub>f</sub> .10 <sup>2</sup> (g/ml)	C <sub>cu</sub> /C <sub>HU</sub>	% T <sub>cu</sub>
15	15	86,1	41,1	103,2	0,8775	0,70	39	0,61	0,38	39
15	30	87,3	42,3	-	0,8782	0,76	38	0,67	0,39	38,66
15	45	88,5	43,5	-	0,8793	0,82	36	0,72	0,40	38,17
15	60	90,4	45,4	-	0,8809	0,96	35	0,84	0,42	37,77
15	75	92,8	47,8	-	0,8818	1,08	34	0,95	0,43	37,43
15	90	95,3	50,3	-	0,8826	1,20	32	1,06	0,45	37,02
15	105	98,1	53,1	-	0,8842	1,35	30	1,19	0,46	36,60
15	120	101	56	-	0,8864	1,41	27	1,25	0,48	36,11
1100	1220	270	225	97,6	0,8918	1,8	20	1,6	0,95	31,16



**Figure.20 :** Variation de la teneur relative en matières carbonneuses  $C_{cu}/C_{HU}$  en fonction du volume d'effluent (HT<sub>4</sub>).



**Figure.21 :** Variation de la teneur relative en matières charbonneuses  $C_{cu}/C_{HU}$  en fonction du temps de percolation ( $HT_4$ ).

**Tableau.20 :** Valeurs de la capacité fractionnaire des lits et les quantités d'huile traitées par unité de masse et par unité de temps ( $HT_4$ ).

F	q (ml/g)	T (ml/h)
0,23	0,7	5,42

**Tableau.21 :** Tableau récapitulatif des résultats de calcul des différentes propriétés des lits de 50 et 100 g de bentonite pour un  $V_p = 15$  ml.

Type de traitement	$t_s$ (h)	$V_s$ (ml)	F	q (ml/g)	T (ml/h)
HT <sub>3</sub>	168	980	0,12	1,1	7,4
HT <sub>4</sub>	270	1220	0,23	0,7	5,42

### ❖ **Commentaire**

En se basant sur les résultats d'analyse des fractions issues des deux manipulations, nous constatons une importante amélioration des propriétés physico-chimiques de l'huile usagée, notamment pour les fractions d'huile régénérées issues de la quatrième manipulation.

L'augmentation de la masse de bentonite favorise donc l'adsorption d'une plus grande quantité de contaminants. Ceci est démontré par la valeur de la capacité fractionnaire qui est importante pour HT<sub>4</sub> issue de la quatrième manipulation (voir le tableau 21). Cependant, ce que nous gagnons en qualité nous le perdons en temps.



# Conclusion

## CONCLUSION

Les huiles usagées constituent un rejet très polluant. En recouvrant les eaux d'un film d'huile imperméable à l'air, la réoxygénation des rivières est supprimée. Les additifs contenus dans l'huile peuvent présenter une toxicité non négligeable vis-à-vis des organismes vivants.

Le but ultime de cette étude est l'obtention d'une huile pouvant servir de combustible en adjonction à du fuel. Les huiles usagées lorsqu'elles sont récupérables et valorisables, peuvent être reraffinées en huile de base ou réutilisées comme combustibles (source d'énergie). Certains huiles, trop polluées, ne permettent aucune valorisation et sont destinées à l'incinération dans des conditions normalisées (cas des impuretés de type solvant, dérivés halogénés).

C'est dans ce contexte, que nous avons étudié le traitement de l'huile usagée de type moteur à 1000 Km de catégorie 20W50 sur une terre décolorante disponible en grande quantité en Algérie à savoir la bentonite. En vue d'augmenter la surface spécifique de cette dernière, nous lui avons effectué une activation thermique à 220 °C.

En ce qui concerne les analyses physico-chimiques de l'huile neuve et de l'huile usagée vidangée après 1000 Km de fonctionnement d'un véhicule de type PEUGEOT 505 (1990), nous avons constaté une dégradation des caractéristiques principales de l'huile, notamment, la viscosité, la couleur et le résidu Conradson.

Après avoir déterminé le degré de contamination de l'huile mise en service en la comparant avec une huile neuve de même catégorie (20W50), nous avons décrit en premier lieu, l'appareil semi-pilote de régénération qui consiste à une colonne à plateaux perforés. Ensuite nous avons procédé à la régénération de l'huile usagée par percolation. Nous avons essayé d'optimiser la masse de bentonite. Pour cela, deux séries d'expérience ont été effectuées :

- la première consiste à utiliser un seul plateau, nous avons trouvé après caractérisation des différentes fractions issues de la première et la deuxième manipulation que l'augmentation de la masse de bentonite conduit à une meilleure purification ; le résultat est surtout observé à partir du test de couleur des premières fractions de chacune des deux manipulations.
- Dans la deuxième série d'expérience, nous avons procédé à la régénération en plaçant la charge sur l'ensemble des plateaux, le résultat est le même que la première série d'expérience.

Donc d'une manière générale, on peut dire que plus la quantité d'adsorbant (bentonite) est élevée, plus la qualité est meilleure. Mais il est à noter que le temps de percolation sera plus élevé.

Après ces deux séries d'expérience, la caractérisation des effluents révèle une amélioration qui reste médiocre par rapport à la taille de l'appareil.

Enfin, pour la suite des études, nous préconisons les recommandations suivantes :

- refaire l'étude en travaillant avec de la bentonite activée chimiquement, car ce genre de traitement augmente considérablement la capacité sorptionnelle de la bentonite.
- Précéder la percolation par une distillation sous vide de l'huile usagée.
- Utilisation d'une colonne métallique composée de membranes en cuivre et équipée d'une pompe d'aspiration.

En conclusion, nous suggérons que le procédé par percolation constitue un moyen approprié pour remplacer le traitement conventionnel à l'acide, du fait que le degré de régénération est acceptable et que ce procédé ne fait pas intervenir de produits chimiques. Par ailleurs, la disponibilité de la bentonite en Algérie fait que cette technique revêt une importance capitale et pourra même faire l'objet d'un projet industriel. Un avenir prometteur se voit élargir dans le domaine de la régénération des huiles usagées.

**Symboles et abréviations utilisés**

**Annexes**

**Bibliographie**

## Liste des symboles et abréviations utilisés

$e$  : Epaisseur moyenne du film d'huile.

$v$  : Vitesse relative des deux surfaces.

$f$  : Coefficient de frottement.

$P$  : Charge.

SSU : Seybolt Universal Viscosity.

SAE : Society of Automotive Engineers.

API : American Petroleum Institute.

MIL.L : Military Lubricant.

ASTM : American Society of Testing and Materials

I.F.P : Institut Français du Pétrole.

CCMC : Comité des Constructeurs du Marché Commun.

VI : Indice de viscosité.

$R_C$  : Teneur en carbone Conradson (%P).

PA : Point d'aniline en °C.

$n$  : Indice de réfraction.

$d_4^T$  : Densité de l'huile mesurée à la température  $T$  par rapport à l'eau à 4 °C.

$\%C_P, \%C_N, \%C_A$  : Les pourcentages de carbones paraffiniques, naphéniques et aromatiques.

$SPGR_{60}^{60}$  : Specific gravity 60/60°F.

MM : Masse molaire (g/mole).

$T$  : Température.

$T_{eb}$  : Température d'ébullition.

HN : Huile neuve.

HU : Huile usagée.

$M$  : Masse initiale de la charge.

$m$  : Somme des masses récoltée sur chaque tamis.

$d_{moy}$  : Diamètre moyen en surface.

$d_i$  : Diamètre moyen du tamis.

$C$  : Concentration en matières charbonneuses de l'huile (g/ml).

$C_{cu}$  : Concentration en matières charbonneuses du cumul des fractions (g/ml).

$C_f$  : Concentration en matières charbonneuses de fraction (g/ml).

$X_i$  : Rapport du volume de la fraction au volume total recueilli.

$\ln T_f$  : Logarithme de la transmission de la fraction.

$\ln T_{cu}$  : Logarithme de la transmission du cumul.

F : Capacité fractionnaire des lits.

$C_{HU}$  : Concentration en matières carbonneuses de l'huile usagée (g/ml).

C : Concentration instantanée en matières carbonneuses de l'effluent (g/ml).

$V_p$  : Volume de percée (ml).

$V_s$  : Volume de saturation (ml).

HT<sub>1</sub> : Huile traitée provenant après l'utilisation d'un seul plateau recouvert de 50 g de bentonite.

HT<sub>2</sub> : Huile traitée provenant après l'utilisation d'un seul plateau recouvert de 100 g de bentonite.

HT<sub>3</sub> : Huile traitée provenant après l'utilisation de tous les plateaux, chaque plateau est recouvert de 50 g de bentonite.

HT<sub>4</sub> : Huile traitée provenant après l'utilisation de tous les plateaux, chaque plateau est recouvert de 100 g de bentonite.

q : Quantité d'huile traitée par unité de masse (ml/g).

$m_b$  : Masse de la bentonite (g).

T : Quantité d'huile traitée par unité de temps (ml/h).

$t_s$  : Temps de saturation (h).

$t_a$  : Temps nécessaire pour le passage d'huile à travers une certaine quantité de bentonite (h).

%T : Pourcentage de transmission.

### **Lettres grecques**

$\varepsilon$  : Épaisseur du film de molécules

$\eta$  : Viscosité dynamique en centipoiseuille (cP).

$\nu$  : Viscosité cinématique en centistokes (cSt).

$\phi$  : Diamètre.

$\varphi$  : Masse volumique de l'huile (g/ml).

$\varphi_f$  : Masse volumique de la fraction.

# Annexe 1

## Valeurs de H en fonction de la viscosité cinématique (1)

Viscosité cinématique à 100 °C. (cSt)	L	H	Viscosité cinématique à 100 °C (cSt)	L	H	Viscosité cinématique à 100 °C (cSt)	L	H	Viscosité cinématique à 100 °C (cSt)	L	H
2.00	7.994	6.394	6.60	69.16	44.24	11.20	17.94	97.71	15.80	324.6	161.1
2.10	8.640	6.894	6.70	71.29	45.33	11.30	18.21	98.97	15.90	328.3	163.1
2.20	9.309	7.410	6.80	73.48	46.44	11.40	18.49	100.2	16.00	331.93	164.6
2.30	10.00	7.944	6.90	75.72	47.51	11.50	18.76	101.5	16.10	335.5	166.1
2.40	10.71	8.496	7.00	78.00	48.57	11.60	19.04	102.8	16.20	339.2	167.7
2.50	11.45	9.063	7.10	80.25	49.61	11.70	19.33	104.1	16.30	342.9	169.2
2.60	12.21	9.647	7.20	82.39	50.69	11.80	19.62	105.4	16.40	346.6	170.7
2.70	12.00	10.25	7.30	84.53	51.78	11.90	19.90	106.7	16.50	350.3	172.3
2.80	13.80	10.87	7.40	86.66	52.88	12.00	20.19	108	16.60	354.1	173.8
2.90	14.63	11.5	7.50	88.85	53.98	12.10	20.48	109.4	16.70	358	175.4
3.00	15.49	12.15	7.60	91.04	55.09	12.20	20.78	110.7	16.80	361.7	177.0
3.10	16.36	12.82	7.70	93.20	56.20	12.30	21.07	112	16.90	365.6	178.6
3.20	17.26	13.51	7.80	95.43	57.31	12.40	21.36	113.3	17.00	369.4	180.2
3.30	18.18	14.21	7.90	97.72	58.45	12.50	21.66	114.7	17.10	373.3	181.7
3.40	19.12	14.93	8.00	10.00	59.60	12.60	21.96	116	17.20	377.1	183.3
3.50	20.09	15.66	8.10	10.23	60.74	12.70	22.26	117.4	17.30	381	184.9
3.60	21.08	16.42	8.20	10.46	61.89	12.80	22.57	118.7	17.40	384.9	186.5
3.70	22.09	17.19	8.30	10.69	63.05	12.90	22.882	120.1	17.50	388.9	188.1
3.80	23.13	17.97	8.40	10.92	64.18	13.00	231.9	121.5	17.60	392.7	189.7
3.90	24.19	18.77	8.50	11.15	65.32	13.10	235	122.9	17.70	396.7	191.3
4.00	25.32	19.56	8.60	11.39	66.48	13.20	238.1	124.2	17.80	400.7	192.9
4.10	26.50	20.37	8.70	11.62	67.64	13.30	241.2	125.6	17.90	404.6	194.6
4.20	27.75	21.21	8.80	11.85	68.79	13.40	244.3	127	18.00	408.6	196.2
4.30	29.07	22.05	8.90	12.09	69.94	13.50	247.4	128.4	18.10	412.6	197.8
4.40	30.48	22.92	9.00	12.33	71.10	13.60	250.9	129.8	18.20	416.7	199.4
4.50	31.96	23.81	9.10	12.57	72.27	13.70	253.8	131.2	18.30	420.7	201.0
4.60	33.52	24.71	9.20	12.80	73.42	13.80	257	132.6	18.40	424.9	202.6
4.70	35.13	25.63	9.30	13.04	74.57	13.90	260.1	134	18.50	429	204.3
4.80	36.79	26.57	9.40	13.28	75.73	14.00	263.3	135.4	18.60	433.2	205.9
4.90	38.50	27.53	9.50	13.53	76.91	14.10	266.6	136.8	18.70	437.3	207.6
5.00	40.23	28.49	9.60	13.77	78.08	14.20	269.8	138.2	18.80	441.5	209.3
5.10	41.99	29.46	9.70	14.01	79.27	14.30	273	139.6	18.90	445.7	211.0
5.20	43.76	30.43	9.80	14.27	80.46	14.40	276.3	141	19.00	449.9	212.7
5.30	45.53	31.40	9.90	14.52	81.67	14.50	279.6	142.4	19.10	454.2	214.4
5.40	47.31	32.37	10.00	14.77	82.87	14.60	283	143.9	19.20	458.4	216.1
5.50	49.09	33.34	10.10	15.03	84.08	14.70	286.4	145.3	19.30	462.7	217.7
5.60	50.07	34.32	10.20	15.29	85.30	14.80	289.7	146.8	19.40	467	219.4
5.70	52.64	35.29	10.30	15.54	86.51	14.90	293	148.2	19.50	471.3	221.1
5.80	54.42	36.26	10.40	15.80	87.72	15.00	296.5	149.7	19.60	475.7	222.8
5.90	56.20	37.23	10.50	16.06	88.95	15.10	300	151.2	19.70	479.9	224.5
6.00	57.97	38.19	10.60	16.32	90.19	15.20	303.4	152.6	19.80	483.9	226.2
6.10	59.74	39.17	10.70	16.58	91.40	15.30	306.6	154.1	19.90	488.6	227.7
6.20	61.52	40.15	10.80	16.85	92.65	15.40	310.3	155.6	20.00	493.2	229.5
6.30	63.32	41.13	10.90	17.12	93.92	15.50	313.9	157	20.20	501.5	233.0
6.40	65.18	42.14	11.00	17.39	95.19	15.60	317.5	157.6	20.40	510.8	236.4
6.50	67.12	43.18	11.10	17.66	96.45	15.70	321.1	160.1	20.60	519.9	240.1

## Valeurs de H en fonction de la viscosité cinématique (2)

Viscosité cinématique à 100 °C (cSt)	L	H	Viscosité cinématique à 100 °C (cSt)	L	H	Viscosité cinématique à 100 °C (cSt)	L	H	Viscosité cinématique à 100 °C (cSt)	L	H
20,80	228.8	243.5	27.40	869.0	368.3	40.00	1730	651.8	60.5	3734	1238
21,00	538.4	247.1	27.60	880.6	372.3	40.50	1770	664.2	61	3792	1254
21,20	547.5	250.7	27.80	892.3	376.4	41.00	1810	676.6	61.5	3850	1270
21,40	556.7	254.2	28.00	904.1	380.6	41.50	1851	689.1	62	3908	1286
21,60	566.4	257.8	28.20	915.8	384.6	42.00	1892	701.9	62.5	3966	1303
21,80	575.6	261.5	28.40	927.6	388.8	42.50	1935	714.9	63	4026	1319
22,00	585.2	264.9	28.60	938.6	393.0	43.00	1978	728.2	63.5	4087	1336
22,20	595.0	268.6	28.80	951.2	396.6	43.50	2021	741.3	64	4147	1392
22,40	604.3	272.3	29.00	963.4	401.1	44.00	2064	754.4	64.5	4207	1369
22,60	614.2	275.8	29.20	975.4	405.3	44.50	2108	767.6	65	4268	1386
22,80	624.1	279.6	29.40	987.1	409.5	45.00	2152	780.9	65.5	4329	1402
23,00	633.6	283.3	29.60	998.9	413.5	45.50	2197	794.5	66	4392	1419
23,20	643.4	286.8	29.80	1011	417.6	46.00	2243	808.2	66.5	4455	1436
23,40	653.8	290.5	30.00	1023	421.7	46.50	2288	821.9	67	4517	1454
23,60	663.3	294.4	30.50	1055	432.4	47.00	2333	835.5	67.5	4580	1471
23,80	673.7	297.9	31.00	1086	443.2	51.5	2767	962.9	68	4645	1488
24,00	683.9	301.8	31.50	1119	454.0	52	2817	977.5	68.5	4709	1506
24,20	694.5	305.6	32.00	1151	464.9	52.5	2867	992.1	69	4773	1523
24,40	704.2	309.4	32.50	1148	475.9	53	2918	1007	69.5	4839	1541
24,60	714.9	313.0	33.00	1217	487.0	53.5	2969	1021	70	4905	1558
24,80	725.7	317.0	33.50	1251	498.0	54	3020	1036			
25,00	736.5	320.9	34.00	1286	509.6	54.5	3073	1051			
25,20	747.2	324.9	34.50	1321	521.1	55	3126	1066			
25,40	758.2	328.8	35.00	1356	532.5	55.5	3180	1082			
25,60	769.3	332.7	35.50	1391	544.0	56	3233	1097			
25,80	779.7	336.7	36.00	1427	555.6	56.5	3286	1112			
26,00	790.4	340.5	36.50	1464	567.1	57	3340	1127			
26,20	801.6	344.4	37.00	1501	579.3	57.5	3396	1143			
26,40	812.8	348.4	37.50	1533	591.3	58	3452	1159			
26,60	824.1	352.3	38.00	1575	603.1	58.5	3507	1175			
26,80	835.5	356.4	38.50	1613	615.0	59	3563	1190			
27,00	847.0	360.5	39	1651	627.1	59.5	3619	1206			
27,20	857.5	364.6	39.5	1691	639.2	60	3676	1222			



## Annexe 2

### Densité en fonction de la température

Lors de la détermination de la densité de l'huile neuve et de l'huile usagée, les mesures ont été faites à température ambiante. Pour ramener les valeurs à 20 °C, on applique la corrélation suivante :

$$d_4^{20} = d_4^T \pm K.(T - 20)$$

Où k est un coefficient dépendant de la densité du produit selon le tableau suivant :

<b>d</b>	0,60-0,70	0,70-0,76	0,76-0,80	0,80-0,85	0,85-0,88	0,88-0,90
<b>K</b>	0,0009	0,00085	0,0008	0,00075	0,00065	0,00062

## Bibliographie

- 1) F.Mohellebi, Bouchekhou, R.Hadjoudj, N.Harbi, C.E.Chitour : 2<sup>ème</sup> symposium du comité algérien de l'énergie, Alger, novembre 2000.
- 2) J.Groff : ABC de graissage , éditions technip Paris 1968.
- 3) X : « lubrifiant », Encyclopédie Encarta 2000.
- 4) J.Rchard, F.Roux : « lubrifiants », techniques de l'ingénieur, B590 (1986).
- 5) J.Ayel : « pétrole et lubrifiant », Encyclopédie universalis 2000.
- 6) J.Mitouard : « Automobile », Encyclopédie universalis 2000.
- 7) L. Augier : Science & Vie N°857, page 110, Février 1989.
- 8) C.E.Chitour : Les propriétés physiques des hydrocarbures et des fractions pétrolières, Tome 1, OPU, Alger 1997.
- 9) J.Briant : Propriétés rhéologiques des lubrifiants, éditions Technip, Paris 1981.
- 10) A.Schilling : Huiles pour moteurs et le graissage des moteurs, Tome 1, éditions Technip, Paris 1976.
- 11) G.Gauthier : Huile moteur un produit technique, Pétrole et techniques N° 362 mars 1991.
- 12) Site Internet : [www.ec.gc.ca/](http://www.ec.gc.ca/)
- 13) M.Murat : Valorisation des déchets et sous produits industriels, éditions Masson, Paris 1981.
- 14) R.Lefèvre : Techniques et graissage, Tome 1, éditions Technip, Paris 1975.
- 15) X : « Fatigue des matériaux », encyclopédie Encarta 2000.
- 16) D.Graziano : Assessment of opportunities to increase recovery and recycling wastes of waste oil energy system division, Agronne national laboratory and operated by university of Chicago, U.S. department of energy, august 1995.
- 17) A.Forge, N.Marjanovic : Régénération des huiles usagées par voie non polluante éprouvée industriellement, 2<sup>ème</sup> congrès Européen sur le recyclage des huiles usagées.
- 18) P.Wuithier : Raffinage et génie chimique, Tome 1, éditions Technip, Paris 1971.
- 19) N.Harbi : PFE, ENP 1998.
- 20) J.F.Dévillers : « Viscosité », Encyclopédie universalis 2000.
- 21) M.Paty : « Newton », Encyclopédie universalis 2000.
- 22) X : Méthodes d'essais des produits pétroliers, éditions AFNOR, Paris 1970.
- 23) X : « densité », Encyclopédie Encarta 2000.
- 24) F.Mohellebi : Analyse et régénération des huiles usagées, thèse de Doctorat d'État (en voie d'être soutenue), Département génie chimique, ENP.
- 25) Site Internet : [www.peugeot.com](http://www.peugeot.com)
- 26) F.Mohellebi : Contribution à l'étude de la bentonite de Mostaghanem et échange des cations  $\text{Cu}^{++}$  et  $\text{Zn}^{++}$ , thèse magistère, ENP 1983.
- 27) Dounnit : PFE, ENP 1995.