12/88

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالى
Ministère de l'Enseignement Supérieur

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CARACTERISATION DE L'HUILE USAGEE MOTEUR S.A.E 20W50 ET REGENERATION

Proposé par :
Pr. S.E.CHITOUR

Etudié par :
F.KHECHEKHOUCHE
A.DRIS

Dirigé par :
Pr. S.E.CHITOUR
Mme : MOHALLEBI

PROMOTION Janvier : 88

E.N.P. 10, Avenue Hacen Badi - El-Harrach - Alger

" DEDICACES "

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

J'AIMERAIS QUE MES PARENTS TROUVENT DANS CET HUMBLE TRAVAIL LE FRUIT

DE TOUTE UNE VIE DE SACRIFICE ET DE PRIVATION .

A MON PERE QUE J'ESTIME BEAUCOUP

A MA MERE QUI DEMEURE TOUJOURS UN TRESOR DE PATIENCE

A MES FRERES ET SOEURS

A TOUS CEUX QUI ME SONT CHERS .

F.KHECHEKHOUCHE.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

" DEDICACES "

A CET HUMBLE TRAVAIL :

A MA MERE

A MON PERE

A MON FRERE ET A MA SOEUR

A TOUS TANTES, ONCLES, COUSINS; ET COUSINES

A TOUS CEUX QUI ME SONT CHERS .

A..NIS.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

MEMBRES DU JURY

PRESIDENT : Mr.A.TYCZKOWSKI — MAITRE DE CONFERENCE A L'ENP

EXAMINATEURS : Mr.S.E.CHITOUR — PROFESSEUR A L'ENP

Mme.F.MOHELLEBI — CHARGEE DE COURS A L'ENP

Mr.A.CIESLAK — MAITRE ASSISTANT A L'ENP

Mr.A.BENDJAMAA — CHARGE DE COURS A L'ENP

INVITE : Mr.M.MESBAHI — INGENIEUR DE RECHERCHE AU C.E.R.H.Y.D.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

REMERCIEMENTS "

LES PLUS SINCERES REMERCIEMENTS A Mr.S.E.CHITOUR , PROFESSEUR A L'ENP ET

Mr.F.MOHELLEBI , CHARGES DE COURS A L'ENP , POUR NOUS AVOIR GUIDES TOUT

LONG DE NOTRE PROJET DE FIN D'ETUDE , AINSI QUE POUR LEURS PRECIEUX CONSEILS

QU'ILS NOUS ONT OFFERT .

QUE Mr.TYCKOWSKI , MAITRE DE CONFERENCE A L'ENP QUI A ACCEPTE DE PRESIDER

LE JURY , RECOIT NOS PLUS PROFONDS REMERCIEMENTS .

NOUS TENONS AUSSI A REMERCIER Mr.A.CHELLAK , MAITRE ASSISTANT A L'ENP , AINSI

QUE Mr.BENDJAMAA , CHARGE DE COURS A L'ENP , D'AVOIR ACCEPTES DE FAIRE PARTIE

DES MEMBRES DU JURY .

NOTRE PROFONDE GRATITUDE ENVERS Mr.BENSALEM , CHEF DE DEPARTEMENT AU C.E.R.H.Y.D. ;

QUI NOUS A ENORMEMENT AIDE DANS NOTRE TRAVAIL , AINSI QU'A Mr.MESBAHI .

INGENIEUR DE RECHERCHE AU C.E.R.H.Y.D. QUI A ACCEPTE NOTRE INVITATION , ET

TOUT LE PERSONNEL DU LABORATOIRE DE RAFFINAGE . (C.E.R.H.Y.D.).

ENFIN , ON TIENT A REMERCIER Mr.DJABALI ET Mr.ATBA , TOUS DEUX INGENIEURS

DE L'ENP , D'AVOIR ACCEPTE DE NOUS AIDER LORS DE LA DISTILLATION SOUS VIDE ,

AINSI QUE Mr.BOUSHABA POUR LA REALISATION DE CE POLYCOPIE (FRAPPE, RELIURE...).

-ooOoo-TABLE DES MATIERES -ooOoo-

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Page

INTRODUCTION I

A)PARTIE THEORIQUE

C H A P I T R E -I-/

LES LUBRIFIANTS

I-1/ Définition 4

I-2/ Les différents types de lubrifiants

I-2 / Les lubrifiants gazeux

I-2-2/ Les lubrifiants liquides

I-2-3/ Les lubrifiants semi-solides(ou plastique)

I-2-4/ Les lubrifiants solides

I-3/ Origine des huiles 5

I-3- /Les huiles animales et végétales

I-3-2/ Les huiles de synthese

I-3-3/ Les huiles minérales

I-4/ Composition des huiles puur moteurs

I-4- / Les huiles de base

I-4-2/ Les différentes tendances des huiles de base

I-4-3/ Les additifs(ou dopes) 6

I) Les différents types d'additifs

2) RRôle des différents types d'additifs

I-5/ Caracteristiques des lubrifiants

a) Caracteristiques d'identification

b) Caracteristiques rhéologiques

I-6/ Rôle du lubrifiant 9

C H A P I T R E -II-/

LES HUILES USAGEES

II-1/ Origine des huiles usagées.....

II-2/ Les contaminants d'une huile usagée
II-3/ Caracteristiques des huiles usagées

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

C H A P I T R E -III-/

REGENERATION DES HUILES USEES

III-1/ Valorisation des huiles usagées 14
III-2/Utilisation des huiles usagées comme combustibles
III-3/ Reraffinage des huiles usagées
III-3-1/ Relation entre la consommation d'huile neuve en FRANCE et les quantités maximales d'huiles usagées récupérables et reraffinées
III-4/ Problemes de la régénération d'huiles usagées 15
III-4-1/Probleme de la collecte
a) La législation existante
b) Organisation de la collecte
III-4-2/ Probleme de commercialisation des huiles régénérées
III-4-3/ Probleme de l'élimination des déchets
III-5/ Interêt socio-économique de la régénération des huiles usées
III-6/ Les procédés de régénération 17
III-6-1/ Procédé acide-terre
III-6-2/ Procédé MATTHYS GARAP
III-6-3/ Procédé I.F.P
III-6-4/ Procédé B.E.R.C

B)PARTIE EXPERIMENTALE

C H A P I T R E -IV-/

DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE USAGEE TYPE MOTEUR 23

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

IV-1/ Nature et origine de l'huile usagée

IV-2/ Analyse physico-chimique de l'huile usagée collectée

IV-2-1/ Caracteristiques principales de l'huile usagée

IV-2-2/ La distillation fractionnée atmospherique 24

1°) Distillation fractionnée de l'huile usagée brute

a) Détermination du %vol, l'indice de réfraction, la densité et du point d'aniline

b) Détermination de la tendance de chaque fraction

2°) Distillation de l'huile usagée aprés passage sur une terre décolorante 28

a) Détermination du %vol, n, d, et le PA

b) Détermination de la tendance des fractions recueillies

IV-2-3/ Analyse par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G) 30

1°) En isotherme

2°) En programmation de température

IV-2-4/ Etude de la variation de la viscosité de l'huile usagée en fonction de la température 33

C H A P I T R E -V-/ LA REGENERATION DE L'HUILE USAGEE TYPE MOTEUR PAR LE PRCEDE ACIDE-TERRE

V-1/ Les bentonites-généralités 35

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

V-1-1/ Structure de la bentonite

V-1-2/ Propriétés physico-chimiques de la bentonite

V-2/ Choix de la bentonite ALGERIENNE

V-3/ Technique d'activation de la torba naturelle 37

V-3-1/ Préparation de l'échantillon d'argile

V-3-2/ Activation chimique et mode opératoire

V-3-3/ Activation thermique

V-3-4/ Décoloration de l'huile usagée parla bentonite activée(1°passage à la terre)...38

1°)Détermination de la meilleure terre

2°)Détermination de la quantité de terre Opt

3°)Détermination du temps de contact Opt

4°)Détermination de la température Opt

V-3-5/ Le dé-essenciement de l'huile

V-3-6/ Traitement acide 42

1°)Détermination du volume Opt d'H2SO4

2°)Détermination du temps de contact Opt

3°)Détermination de la température Opt

V-3-7/ La neutralisation 45

V-3-8/ Décoloration de l'huile(2° passage à la terre) 46

V-3-9/ La distillation sous vide 48

1°)Détermination du %pds, d, n,et le PA

2°)Détermination des tendances des fractions recueillies

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

3°) Détermination du Kuop des fractions recueillies

V-3- 0/ Identification des fractions recueillies aprés distillation sous vide 50

V-3 / Analyse à l'infra-rouge des fractions recueillies lors de la distillation sous vide

- C O N C L U S I O N
- A N N E X E
- B I B L I O G R A P H I E

oooOooo

MINISTERE DE L'ENSIGNEMENT SUPERIEUR
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
DEPARTEMENT: GENIE CHIMIQUE
ELEVES INGENIEURS: A.DRISS & F.KHECHEKHOUCHE

وزارة التعليم العالي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
قسم الهندسة الكيميائية
المهندسين المتخرجين

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

الموضوع : خصائص زيت المحرك المستعملة SAE 20W50 و تكريرها

ملخص : يهدف هذا العمل إلى دراسة إحدى الطرق المستعملة في إعادة تكرير زيوت المحركات ألا وهي طريقة حمض - تربة ، ولهذا الغرض استعملنا عدة وسائل منها : الترکيد استخراج الماء والهيدوكربونات الخفيفة ثم تمرير أول على التربة فتأثير بالحامض فتعادل وأخيرا تمرير ثاني على التربة المستخربة من غرب البلاد ، وبهذا إستطعنا الحصول على العوامل الضامنة للأحسن شروط نزع التلوث من الزيت المفحوصة ، وفي الأخير خضعت هذه الزيت إلى عملية التقطر الفراغي وبتحليل الأقسام الناتجة عن هذه العملية حاولنا تصنيف الأقسام المستخرجة بالنسبة إلى أقسام بترولية معروفة .

Sujet: Caracterisation de l'huile usagée moteur SAE 20W50 et régénération

Résumé:Le but de ce travail est l'étude d'un des procédé de régénération des huiles usagées moteur,qui est communément appelé procédé acide-terre.Pour se faire,nous avons fait subir à l'huile usée les différents traitements à savoir un premier passage à la terre,le dé-essenciement,l'attaque acide,la neutralisation,et un deuxième passage à la terre.Afin de déterminer les parametres optimum régissant les meilleurs conditions de décoloration de l'huile usagée ainsi traitée,nous avons fait appel aux caracteristiques les plus important des lubrifiants(indice de viscosité,carbone conradson,densité,point de congélation...etc)

Enfin,pour parfaire à la purification et à l'évaluation de notre huile usagée nous lui avons fait subir la distillation sous vide L'analyse des fractions issues de cette dernière a permis de les situer vis à vis des "gammes pétrolières".

Subject: Charaterisation of used oil engine SAE 20W50 and regeneration.

Abstract:The aim of this work is the study of the processes of regeneration of used oils engine which is commoly called acid-clay.For this prupose,the used oil is put through different treatments,decantation,deshydratation and elimination of light hydrocarbon;acid attack,neutralization,and the passing up on the bentonite coming from west of ALGERIA,in order to determine the optimum parameters governing condition of discoloration of oil treated this way,relying up on the results of the important parameters(viscosity index, carbon conradson,density ,cooling point...etc).
After that the treated oil is subjected to a vacum distillation,and the analysis of the fractions originating from the latter has,permitted to situate them relatively to the petrolium fractions.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

- INTRODUCTION -

La régénération des huiles usagées,des huiles moteur particulièrement,est une pratique relativement ancienne.Elle s'est tout d'abor développée en Amerique puis s'est étendue en Europe aprés la seconde guerre mondiale(I).L'élimination des huiles usagées pose en fait un probléme d'ordre pratique d'une trés grande importance :elle peut se consevoir,selon deux grands moyens:

a) La réutilisation,où il y a lieu de distinguer entre l'huile usagée,source de matiére premiére(obtention d'huile de base) et l'-huile usagée,source d'énérgie (combustible).

b)La déstruction où l'incinération et la décharge en constituent les moyens.

Cependant,le contrôle et la protection de l'environnement ,ainsi que la notion de conservation des ressources,ont fait que la législation dans de nombreux pays à conduit au principe de la réutilisation de ces dites huiles.

La récupération de l'huile usagée à le double avantage de diminuer une forme de pollution et de constituer un produit réutilisable.Ainsi la situation actuelle caréctérisée pour la plus value des matiéres premiéres,est en faveur du ramassage des huiles usagées polluantes, à plusieurs égards (2):

- Produits noirs et visqueux recouvrant les eaux qu'ils asphyxient.
- Pénétration dans le sol facilitée par la présence d'agent tensio-actifs.
- Produits trés dispersés,puisque rejetés au niveau des consommateurs.

On notera au passage,que la collecte,étape éssentielle au reraffinage,est actuellement du point de vue téchnique,la plus difficile et la plus onéreuse du fait,de la multitude des garages et sations services des habitudes prises par certains particuliers (vidange) de la disparité des industries et du nombre restreint d'usines de traitement.

L'expérience montre que la détérioration de l'huile dans les

moteurs se manifeste sous différentes formes (3).

- Dilution par l'essence et transfert de plomb dans le carter d'huile.
- Présence d'eau
- Formation de particules solides (poussiéres,carbone en suspension,métaux d'usures oxydes métallique).
- Décomposition partielle d'additifs et formation de composé nouveaux.
- Présence de sulfates,d'oxydes et d'hallogénures de plomb.de phénols.
- Présence de produit d'oxydation et de condensation.

Ces différents contaminants sont soit produit au cours du fonctionnement normal du moteur (carburation,usure,oxydation,corrosion,dégradation thermique),soit introduits au cours de la collecte (solvant , corps gras,ect...).

- Le reraffinage consiste à éliminer tous les contaminants de l'huile usagée et à lui redonner ses spécification d'origine.Différent moyens physiques et chimiques sont mis en oeuvre pour réaliser ces opérations.A l'heure actuelle,il existe.de par le monde,de nombreux procédés de régénération qui se différencient les uns des autres par les moyens mis en oeuvre,pour l'élimination des impuretés contenues dans l'huile usagée.Parmi ces différents procédés,on peut citer:(4).

- Procédé acide sulfurique (H_2SO_4 98 %)/ terre
- " philips (sels d'ammonium)
- " I . F . P. (propane)
- " B E R C (mélange alcool + acétone)
- " K T I (évaporateur)

Le choix du procédé pour la régénération des huiles usagées est en relation étroite avec les ressources,les besoins et les capacités du pays ;c'est donc un compromis entre la protection de l'environnement, l'écomonie et la téchnique,qui décide de ce choix.

Du fait que le développemnt industriel de notre pays est dans le besoin de mettre en valeur toute sorte d'énérgie mise à sa disposition, c'est dans ce but précis que nous allons éssayer dans ce travail,d'apporter le maximum d'information relatives à l'un des procédés de ré - génération de l'huile usée: le procédé Acide / terre.

.../...

Ce dernier à été choisi en fonction des moyens en notre dispositions.

.../...

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I/

LES LUBRIFIANTS

I - 1 / Définition:

Un lubrifiant est une substance onctueuse,destinée à réduir ou à éliminer la friction entre deux surfaces mobiles (5).

I - 2 / Les differents types de lubrifiants:

Parmi les huiles lubrifiantes,on distingue les lubrifiants gazeux liquides,semi-solides(ou plastiques) et solides (6).

I - 2 - 1/ Les lubrifiants gazeux :

Ils sont utilisés dans les mécanismes peu chargés,tournant à trés grandes vitesse,tels que les ultracentrifugeuses,rectifieuses à grande bitesse,ect... .Avec les gaz,le coefficient de frottement est extremement faible,et comme exemple ,l'air est le lubrifiant idéal dans les machines industrielles alimentaires,où toutes contamination doit être évitée.

I - 2 - 2 / Les lubrifiants liquides :

Ils sont de loin les plus utilisés dans des mécanismes chargés tels que les glissières de machine,les moteurs alternatifs ect...
Parmi les lubrifiants liquides,les huiles minérales d'origine pétroliére (aux quelles on ajoutte des additifs pour qu'elles puissent remplir leur fonction désirée) sont les plus utilisées.
Nous pouvons citer aussi comme lubrifiants liquides,les huiles d'origine végétale et animale,les huiles synthétiques,ainsi que l'eau.

I - 2 - 3 / Les lubrifiants semi-solides (ou plastique):

Ils sont constitués de corps gras d'origine animale ou végétale ,de corps gras saponifiés,de gels divers,ect...
Les plastiques sont utilisés essentiellement dans le garnissage ainsi que dans les mécanismes tels que roulements,joints,ect... qui équipent les matériels agricole,ferroviaire,pour lesquels le problème de la rétention du lubrifiant se pose .

I - 2 - 4 / Les lubrifiants solides:

Ils sont utilisés dans le garnissage dedispositifs dans des conditions extrèmes (eau profonde,hors de l'atmosphére).
Parmi les lubrifiants solides,on peut citer le graphite,le bisulfure de molybdène.

.../...

I - 3 / Origine des huiles:

D'une manière générale,les huiles peuvent provenir soit de végétaux soit d'animaux,soit du pétrole,soit par synthése organique.

I - 3 - 1 / Les huiles animales et végétales:

- Les huiles végétales tel que l'huile d'olive,de soja ,de maïs d'arachide,de ricin,de lin,ect...,sont surtout utilisées dans les produits pharmacetiques,ainsi que dans l'alimentation.
- Les huiles animales sont issues de la faune marine telque l'huile de baleine,de morue,ect... .

Comme les huiles végétales.les huiles animales,sont utilisées en pharmacie ainsi que dans l'alimentation.

I - 3 - 2/ Les huiles de synthése:

Elles sont obtenues par synthése organique à partir de composés organiques: comme exemple on peut citer les esters,les silicones les polyglycol ,ect... .

I - 3 - 3/ Les huiles minérales:

Elles sont issues du pétrole,et représentent 5 à 6 % en moyenne de tous les produits composants le pétrole brut.

I - 4 / Composition des huiles pour moteur:

Les huiles pour moteur sont préparées à partir d'huiles de base que l'on obtient directement par traitement des fractions pétroliéres,auxquelles on introduit certain additifs.

I - 4 - 1 / Les huiles de base: (7)

Les huiles de base sont constituées par les fractions pétroliéres visqueuses à point d'ébullition élevée,débarassées des impuretés indésirables tel que :

- Les fractions instables à la chaleur et à l'oxydation par traitement aux solevant .
- Les fractions cristallisables à basse température par déparaffinage.
- Les impuretés diverses acides ou à caractére oxydant par traitement à la terre.

Les huiles de base sont classées:

- Suivant la façon dont elles ont été tirées du pétrole(huile de base de distillation,de résidu,ou mixte).
- Suivant le procédé d'épuration (huile de base traitée au solvant alcalin,acido-alcalin,séléctif).

.../...

- Suivant leur application (huile de base à caractére lubrifiant, ou huile de base spéciale).

- 4 - 2 / Les différentes tendances des huiles de base: (8)

Du fait que les huiles de base dérivent du pétrole, leur nature dépendra de ce dernier, qui lui est de tendance soit paraffinique soit naphtenique, soit aromatique.

Donc les huiles de base sont:

- Soit à tendance paraffinique.
- Soit à tendance naphténique.
- Soit à tendance aromatique.

En fait, la distribution relative des composés paraffiniques, aromatiques ou naphténiques, à une importance capitale sur les propriétés lubrifiantes.

Ainsi les paraffines ont un point d'écoulement plus élevés, mais un indice de viscosité (I.V) plus favorable que les autres types. les aromatiques résistent mieux à l'oxydation, mais ont une viscisité qui varie trés vite avec la température.

Les naphténiques se caractérisent par un point d'écoulement bas. et leurs autres propriétés se situent pratiquement entre les paraffines et les aromatiques.

Parmi les trois catégories d'huile de base (naphténique, papaffinique, aromatique), les plus utilisées (meilleur compromis: propriété-prix) sont les huiles naphténiques a cause de leur plus grande aptitude à la gélification d'une part, et d'autre part à cause de leurs propriétés rhéologiques a basse température (écoulement aisé dans les systémes centralisés de graissage).

Les huiles paraffiniques sont en revanche souhaitable à haute température en raison de leur faible volatilité et leur résistance élevée à l'oxydation.

- 4 - 3 / Les additifs (ou dopes) : (6)

Les additifs sont des produits chimiques que l'on ajoute à une huile de base ou à une graisse pour lui conférer des propriétés particuliéres(détergence, anti-corrosion, anti-oxydant, ect...)

I) Les différents types d'additifs:

- Suivant l'action qu'ils éxèrcent sur l'huile de base, les additifs peuvent être de:

  - Viscosité
  - Congélation (déprimants)

.../...

- anti-oxydants
- anti-corrosifs
- détergants et dispersoïdes
- anti-usure et anti-grippage
- anti-mousse.

2) Rôles des différents types d'additifs:

a - l'addition des additifs de viscosité permet d'augementer la viscosité d'une huile,de rendre sa courbe viscosité-température plus coulante,on utilise a cet éffet des substances à masse moléculaire élevée,trés visqueuses,constituées de longues molécules.

b - Les déprimants abaissent de façon éfficace le point de congélation des huiles de base.

c - Les anti-oxydants inhibent les réactions d'oxydations.

Ces dopes suivant leur condition d'utilisation,peuvent être à basse température(dopage des huiles à turbine pour transformateur industriel) et à haute température (dopage des huiles moteur).

d - Afin d'inhiber la corrosion des surfaces métalliques provoquée par des produits d'oxydation,on additionne aux huiles de base des dopes détergents alcalins qui neutralisent les produits d'oxydation,ou inhibent la formation d'acides et de péroxydes.

e - Les additifs détergents et dispersoïdes sont déstinés à limiter la formation de vernis et de dépôt dans les moteurs.

Les détergents s'adsorbent à la surface des piéces métalliques en empêchant l'adhérence du noir de carbone et des gommes.

L'effet des additifs dispersoïdes est quelque peu différent; ces substances,parfaitement solubles dans les huiles,ont la faculté de disperser et de maintenir en suspension de grandes quantités de particules solides.

f - Les dopes anti-usure et anti-grippage servent à améliorer le pouvoir d'une couche limite résistante.

g - Les additifs anti-mousse préviennent le moussage des huiles résultant de leur agitation énérgique avec l'air.

Classe	Propriétés et utilisation	Constitution Chimique
- Additifs modifiants les propriétés physiques:		
Modificateur Optiques	Utilisés pour améliorer la présentation des huiles(couleur,reflet,fluorescence)	Rhodamine
Modificateur Viscosité	Améliorer,l'indice de viscosité resistent à l'oxydation,mais diminuent l'activité aprés usage prolongé.	Poly-isobutylené à 10.000 atomes de C environ
- Additifs physicochimiques:		
Anti-mousses	Eliminent les mousses provenant de la présence d'eau,d'air ou l'autres additifs Utilisées principalement pour huiles moteur et huiles de trempe.	- Alcool cetylique. - Alcool sulfonés - silicones.
Detergent ou dispersants	Evitent les dépôts solides ou visqueux sur les surfaces métalliques stabilisent les suspensions dans l'huile utilisés pour huile moteur	- Savons de ca - ba - Naphtenates d'Al.
Additifs chimiques :		
Anti-rouilles	Composés fortement hydropholes,formant une couche protectrice sur les surfaces matalliques utilisées pour huiles turbines	- Oléfines sulfonées ou sulfurées
Additifs de gommage	Eliminent le gommage à la fois par action anti-oxydante et détergente.	- Oléates de ca et Al

Tableau n°I - Additifs des huiles minérales produits synthétiques.

.../...

I - 5 / Caracteristiques des lubrifiants : (6)

Les caracteristiques imposées aux lubrifiants par les cahiers des charges de récéption ou de contrôle en cours de fonctionnement, correspondent aux propriétés physiques et chimiques qu'ils doivent vérifier pour donner satisfaction.

a) Caractéristiques d'identification:

Elles correspondent à l'ensemble des propriétés mesurables ou repérable (densité,couleur etc...) grace aux quelles le produit et considéré comme identique à unéchantillon témoin.

b) Caractéristiques rhéologiques:

1°) Viscosité/

Est une caractéristique éssentiellement dynamique,qui sert à mesurer le frottement interne d'un fluide.elle varie avec la température et la pression.

2°) Indice de Viscosité (I.V.):

Il caractérise les variations de la viscosité en fonction de la température.Plus il est élevé,moins la viscosité varie entre deux températures fixées d'avance et inversement.

3°) Point éclair:

Il donne un renseignement approximatif sur la teneur en fraction légére du lubrifiant.

4°) Point de congélation:

Il caractérise le passage de l'état fluide ou liquide à l'état semi-solide ou solide.

5°) T.A.N. & T.B.N.

Abréviation britaniques pour signifier l'acidité et la basicité totale.

6°) Carbone conradson :

Donne un aperçu approximatif sur la teneur en carbone en constituants lourds.

I - 6 / Rôle du lubrifiant:(5)

Les lubrifiants assument plusieurs fonctions:

- Réduction des pertes d'énérgie mécanique.
- Réduction de l'usure des organes frottant,et ce en les séparant totalement par un film lubrifiant par tout où cela est possible.
- Protection des organes frottants contre la corrosion .
- Evacuation de la chaleur dans les moteurs thermiques.

.../...

- Accroissement de l'étancheité.
- Evacuation des impuretés.

CHAPITRE II

LES HUILES USAGEES

II. I / Origine des huiles usagées:

Au cours de leur utilisation les lubrifiants changent et se contaminent de la maniére suivante:

Tout d'abord,il y a production de calamine et de sédiments sur la surface du moteur,ce qui peut être la cause de la détérioration de certaines piéces du moteur,et ainsi le bouchage des passages étroits du circuit d'huile.Par la suite ,les huiles commencent à s'oxyder,d'où formation de produits acides qui risquent de corroder le métal,de gommes et d'asphalténes qui causent la diminution de l'indice de viscosité.

Enfin,les additifs se trouvent dans l'huile se dégradent et ne remplissent plus leur fonction désirée (I)

II.2/ Les contaminants d'une huile usagée:

Les plus importants sont (8):

a)Les produits volatils telque l'eau et les carburants(gasoil, essence).

b) Les produits solubles dans l'huile qui sont composés de:

- Toute la famille des corps formés par oxydation
- Les réactifs aux alcalins
- Acide et non acides
- Résines et asphalténes
- Antigels et savons métalliques

c) Les produits insolubles dans l'huile.qui sont eux-même constitués d'une grande quantité de particule decarbone de dimension presque colloïdale,de poussiéres atmosphériques,de débris de métaux d'oxydes métalliques et d'oxydes de plomb.

II.3/ Caractéristiques des huiles usagées:

Dans les deux tableaux çi-joint,nous présentons,les caractéristiques principales d'huiles usagées de divers origines,ainsi que des huiles utilisée dans notre pays.

Grade S.A.E / Analyses	NAPHTILIA SUPER	NAPHTILIA				
	20 W 50	10 W	20 W	30	40	50
Densité à 15 °C	0.895	0.870	0.890	0.890	0.890	0.890
Viscosité (cst) à 40 °C	137	40.6	77	132	175	245
Viscosité (cst) à 100 °C	18.0	5.7	8.8	12.5	15.3	19
Indice de viscosité	156	95 Min	95	95	95	95
Viscosité Engler (°E) à 50 °C	10.7	3.38	5.7	9.35	12.1	16.4
Point éclair (°C) (V.O)	232	190	210	221	238	238
Point d'écoulement (°C)	- 32	- 29	- 29	- 18	- 15	- 12
Cendres sulfatées % pds	0.9	0.85	0.85	0.85	0.85	0.85
T.B.N (mg KOH/g)	5.5	6.2	6.2	6.2	6.2	6.2

Tableau N° 2 - Caracteristiques des différents types d'huiles usageés (En ALgerie)

Pays / Caractéristiques	France 1974	Italie 1976	U.R.S.S	République d'Afrique du sud	Yougoslavie	Pologne 1976	Maroc 1976
Masse volumique (Kg/m^3)	896	898	898	892	897	892	896
Viscosité à 98.9°C (Cst)	11.14	11.27	10.40	8.76	10.75	6.90	12.6
Indice de viscosité	121	120	100	123	102	104.5	117
Point de congélation (°C)	-39	-33	-30	-39	-24	-45	-33
Point éclair (°C) (vase ouvert)	202	196	214	168	232	146	206
Carbone Conradson (% pds)	1.65	2.10	1.10	1.50	2,15	1.00	2,00
Cendres (% pds)	0.95	1.19	0.42	0.98	1.30	0.28	1.04
Indice d'acide (total)	4.30	4.20	0.90	2.20	3.90	1.25	2.45
Observation	(1)	(1)	(1)	eau 3%	eau 0.10%	(1)	(1)

(1) : déshydratée

Tableau N° 3 Caracteristiques des huiles usagées d'origine diverses

CHAPITRE III /

- REGENERATION DES HUILES USSES -

III.1 / Valorisation des huiles usagées :

Les huiles usagées lorsqu'elles sont récupérables et valorisables peuvent être reraffinées en huile de base ou réutilisées comme combustibles (source d'énérgie).Certaines huiles trop polluées,ne permettant aucune valorisation,sont destinées à l'incinération(6).

III.2 / Utilisation des huiles usagées comme combustible :

L'huile moteur usagées peut être considérée comme un combustible qui aurait les avantages et inconvenients suivants: (6)

a)Avantages :

- Pouvoir calorifique plus élevé que celui du fuel
- Bas point de congélation.
- Peu riche en soufre (0,4 à 0,8 %)

b)Inconvenients:

- Elimination de l'essence et de l'eau.
- Présence d'impuretés métalliques.
- Taux decendre : 0,8 à 1,5 %
- Résider asphaltique : 4 à 7 % .

III. 3 / Reraffinage des huiles usagées:

Les principales étapes des procédés de rareffinage sont:

- La décantation et la filtration grossiére (eau et coprs étrangés).
- La déshydratation et l'élimination d'hydrocarbures légers (éssence).
- La séparation physique ou physico-chimique des matiéres solides en suspension par floculation des additifs détergents dispérsants (traitement au solvant ou thermique ou à l'acide sulfurique).
- La séparation physico-chimique ou chimique pour retirer du milieu les composés solubles oxydés.
- La séparation en coupe de viscosité recherchée et traitement de finition complet ou partiel . (6).

.../...

III.3.I / Relation entre la consommation d'huile neuve en France et les quantités maximales d'huiles usagées récupérables et rareffinées (1977):

voir tableau n°03 :

Caractéristiques	Huille moteur	autres lubrifiants
Consommation totale de lubrifiant(- 80 0000T)	6 % soit 500 000 T	40 % soit 350 000 T
Fraction récupérable (par rapport à l'huile neuve)	de l'ordre de 50 % soit 250 000 T	de l'ordre de 40 % soit 140 000 T
Fraction effectivement régénérée (par rapport à l'huile récupérable)	55 % soit 130 000 à 150 000 T (28 % par rapport à l'huile neuve)	quelque 1000 T

Tableau n°03: relation entre la consommation d'huile neuve en France et les quantités maximales d'huiles usagées récuparables et raraffinées (1977) - (6).

III.4/ Problème de la régénération d'huiles usagées:

Les problèmes de la régénération des huiles usées sont nombreux et différents.Ils dépendent du procédé choisi,de la législation existante dans le pays,ainsi que d'autres facteurs.Cependant,il est indispensable de les recenser avant d'entreprendre toute étude plus détaillé dans un cas concret.(I)

Nous présentons dans ce qui suit,les problèmes généraux de la régénération des huiles usées qui se posent dans une mesure plus ou moins grande dans tous les pays.

III.4.I / Problème de la collecte:

Le problème de la collecte des huiles usées est bien fondamental,puisque tout industriel doit s'assurer autant que possible la maitrise de ses sources d'approvisionnement.

Tout producteur d'huiles régénerées a donc intérêt à avoir son propre réseau de collecte bien organisé,éfficace et drainant des quantités

.../...

maximum d'huilesusées utilisables pour la régénération.

L'éfficacité de la collecte dépend de plusieurs facteurs dont les plus importants sont: (I)

a) La législation éxistante :

Les succés de la collecte dépend d'abord de la législation éxistante dans le pays.La plus part des pays ont déja mis à jour la législation pour préserver les ressources nationales.

Cette législation a été completée notamment par une loi interdisant le brulage et le rejet des huiles usées pour des raisons de sécurité,pollution atmosphérique,économie des réserves d'hydrocarbures, d'énérgie et autres facteurs (I).

b) Organisation de la collecte:

La collecte des huiles usées dans de nombreux pays n'est pas encore bien organisée,et la plus grande quantité de cette huile est brulée ou rejetée.

Pour l'organisation d'une collecte maximale et efficace,il sera nécéssaire d'assurer les conditions suivantes:

- Même traitement pour les petites livraisons que pour les grandes.
- Prime et stimulation pour la collecte des huiles usées.
- Choix de localité-centre de collecte dans les zones peuplées, où existe une concentration de véhicules assez importante pour assurer une plus grande collecte des huiles usées.
- Implantation de l'usine de régénération et choix de zone de collecte au centre géographique,pour réduire au maximum l'incidence des frais de transport.(I).

III.4.2 / Probléme de commércialisation des huiles usées régénérées:

Le probléme sera d'autant plus facile à résoudre que la qualité des huiles régénérées sera meilleure.

Les huiles de base obtenues par les procédés de régénération sont de qualité plus faible que les huiles debase neuves,et elles ne peuvent pas être utilisées comme matiére premiére pour la fabrication d'huile moteurs de qualité superiéure (I).

III.4.3 / Probléme de l'élimination des déchéts:

Les déchets produits lors de l'application de procédés classiques de régénération,sont les goudrons acides et les terres usées.

Pour ces sous-produits,on n'a pas encore trouvé de solution et leur décharge(brulage) est assez coûteuse et constitue une des

.../...

premiéres sources de pollution de l'environnement.(I).

III.5 / Interêt socio-économique de la régénération des huiles usées:

Les huiles usées représentent aujourd'hui une matiére premiére assez importante,et les unitéé de régénération ont une importance socio-économique excéptionnelle par les résultats suivants:

- Economie de devises nécéssaire pour importer les huiles de base.
- Non - pollution de l'environnement
- Economie des réserves mondiales totale du pétrole.
- Economie de l'énérgie (I).

III.6 / Les procédés de régénération:

Les prétraitement de l'huile sont causés de la diversité des procédés de régénération.Ces derniers sont nombreux,ils se differencient les uns des autres par la nature des moyens mis en oeuvre pour assurer l'élimination des impuretés.Nous pouvons citer quelques procédés:

III.6.I / Procédé acide-terre:

Dans ce procédé,on réalise l'élimination des contaminants au moyens d'une précipitation acide.Ce traitement acide conduisant à la floculation des suspensions car bonées et à la sulfonation des produits oxydés,s'opére à une température de l'ordre de 40°C.L'huile et 4 % environ en volume d'acide sulfurique à 98% sont mélangés dans un bac de décantation à fond conique.Les boues acides qui en résultent sont précipitées dans lefond du bac et l'huile épurée fait ensuite l'objet d'autres traitements.Ce traitement permet en fait de réduire dans l'huile les teneurs en métaux provenant des additifs et de l'usure du moteur.

Aprés le traitement de l'acide,l'huile contient encore des acides de differentes sortes,en particulier sulfoniques;ainsi que de petites particules d'acide sulfurique.

La neutralisation à pour but de les transformer en sels.

La base la plus souvent utilisée pour la neutralisation est la chaux à raison de I % environ en poid,ou la soude.

Cette neutralisation est suivie d'un traitement de finition dans lequel l'argile à grande surface spécifique est utilisée.

Le procédé a été résumé dans le schéma - Fig I -.

L'inconvenient majeur dece procédé est de fournir une trés grande quantité de boues acide,environ 30 % du volume d'huile qui a

.../..

subit le prétraitement.

L'élimination de ces boues acides ainsi que celles résultant du traitement de finition pose de sérieux problémes notamment vis à vis de la protection de l'environnement.

Ce procédé est le plus ancien et le plus employé de par le monde,c'est en fait celui qui posséde le plus de référence industrielles.Récemment,il a bénéficié d'amélioration sensibles qui le modernisent considérablement (centrifugation).Cette denière tend à diminuer les quantités d'acide et de terre employés,donc augmentation du rendement en huile régénérée,et ce malgré les quantités de plus en plus importantes de dopes par exemple dans les huiles moteurs multigrades. (4).

III.6.2 / Procédé MATTHYS GARAP:

Ce procédé est une variante du procédé acide,mais il combine la distillation à la précipication acide,en vue d'une part de permettre le traitement continu des huiles et d'autres part,de diminuer considérablement le volume des bases.

Les traitements acides étant pratiqués sur les fractions distillées,ceçi favorise non seulement l'ajustement des volumes de l'acide sulfurique mais aussi leur diminution du fait qu'une grande partie des contaminants est trouvée dans le résidu de distillation. les étapes du procédé sont: (I)

- Décantation (déchets solides)
- Déshydratation éclair (eau)
- Distillation fractionnée
- Acidification
- Séparation des boues-acides
- Adsorption sur argile
- Séparation de boues huileuses
- Huile de base.

III.6.3 /Procédé I.F.P.:

L'institut française du pétrole a mis au point un procédé dans lequel le prétraitement de précipitation est réaliser au moyen du propane.C'est un procédé séléctif qui présente un rendement élevé Il nécéssite cependant ,un prétraitement complémentaire à l'acide,lui même suivi du traitement conventionnel à l'argile.

Là aussi les quantités d'acide sont considérabelemnt réduites.

.../...

Plus récement,l'I.F.P. à développé un nouveau procédé qui consiste en l'utilisation de l'utrafiltration des huiles usées préalablement diluées au moyen du pentane.l'ultrafiltration est réalisée au travers de membranes organiques. (4)

Le processus du procédé I.F.P. à pour:

a) Avantages: - Bonne qualité d'huile
- Volume d'acide optimisé.

b)Inconvenients: - Important volume de propane
- Température et pression,compléxité et procédé discontinu.

Voir schéma Fig 2.

III.6.4 / Procédé B.E.R.C (boutlesville energy Rescarch Center):

Cette téchnique de précipitation fait appel à l'utiliation de solvants qui provoquent la coagulation des différentes suspensions contenues dans l'huile usées.

Les étapes de ce procédé sont : (4)

- Déshydratation
- Traitement aux solvants (Alcool + acétone)
- Séparation (boue)
- Récuparation des solvants
- Distillation sous-vide
- Hydrofinition
- Huiles de base.

L'avantage de ce procédé est de fournir des boues neutres dont l'élimination ne pose pas de probléme particulier pour l'environnement et le rendement varie de 75 à 85 %; par contre l'inconvenient majeur c'est la grande consommation d'énérgie pour le prétraitement.

Schéma typique du procédé B E R C (Voir Figure 3)

PROCEDE ACIDE-TERRE

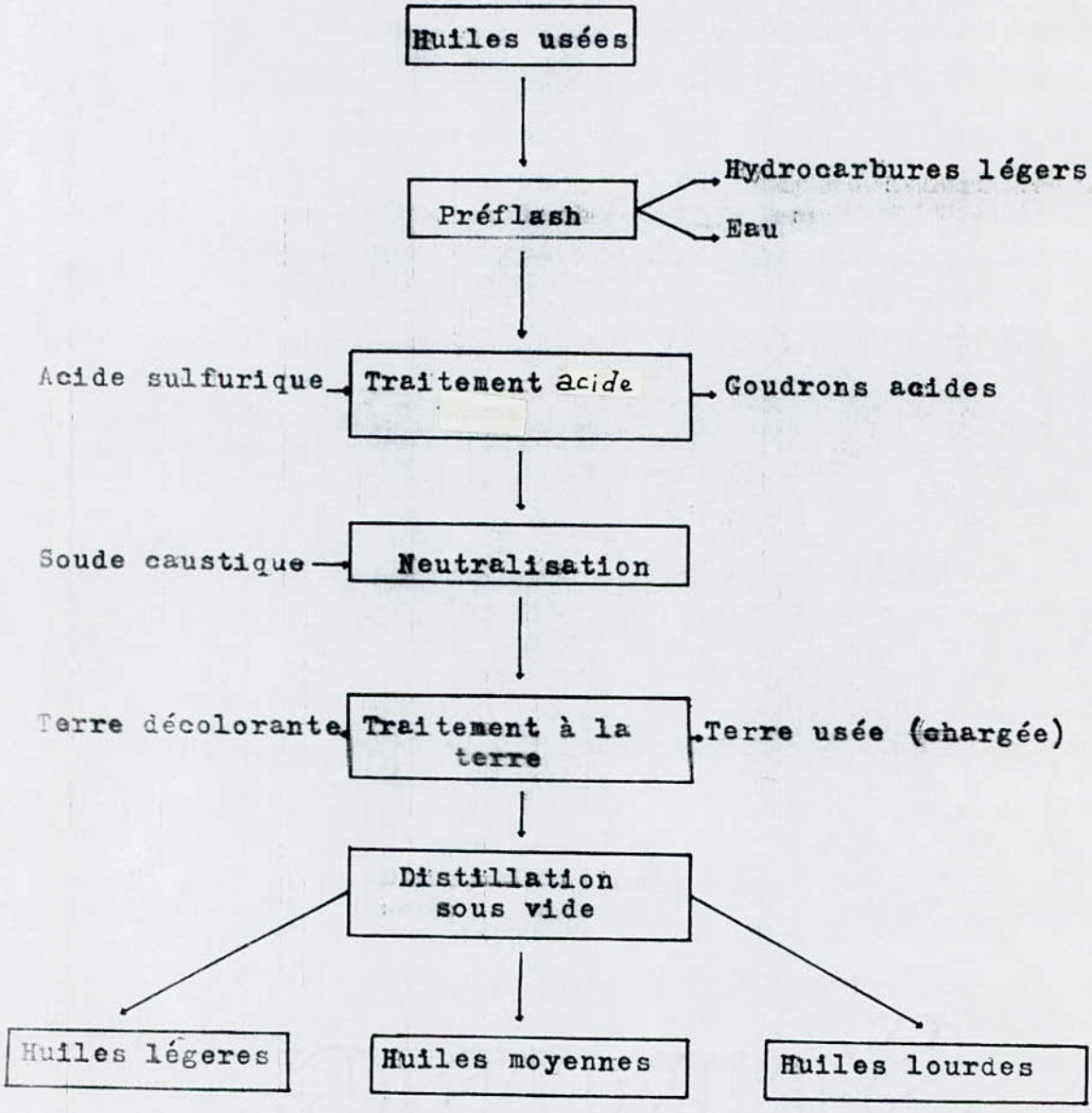


Fig I

PROCEDE I.F.P

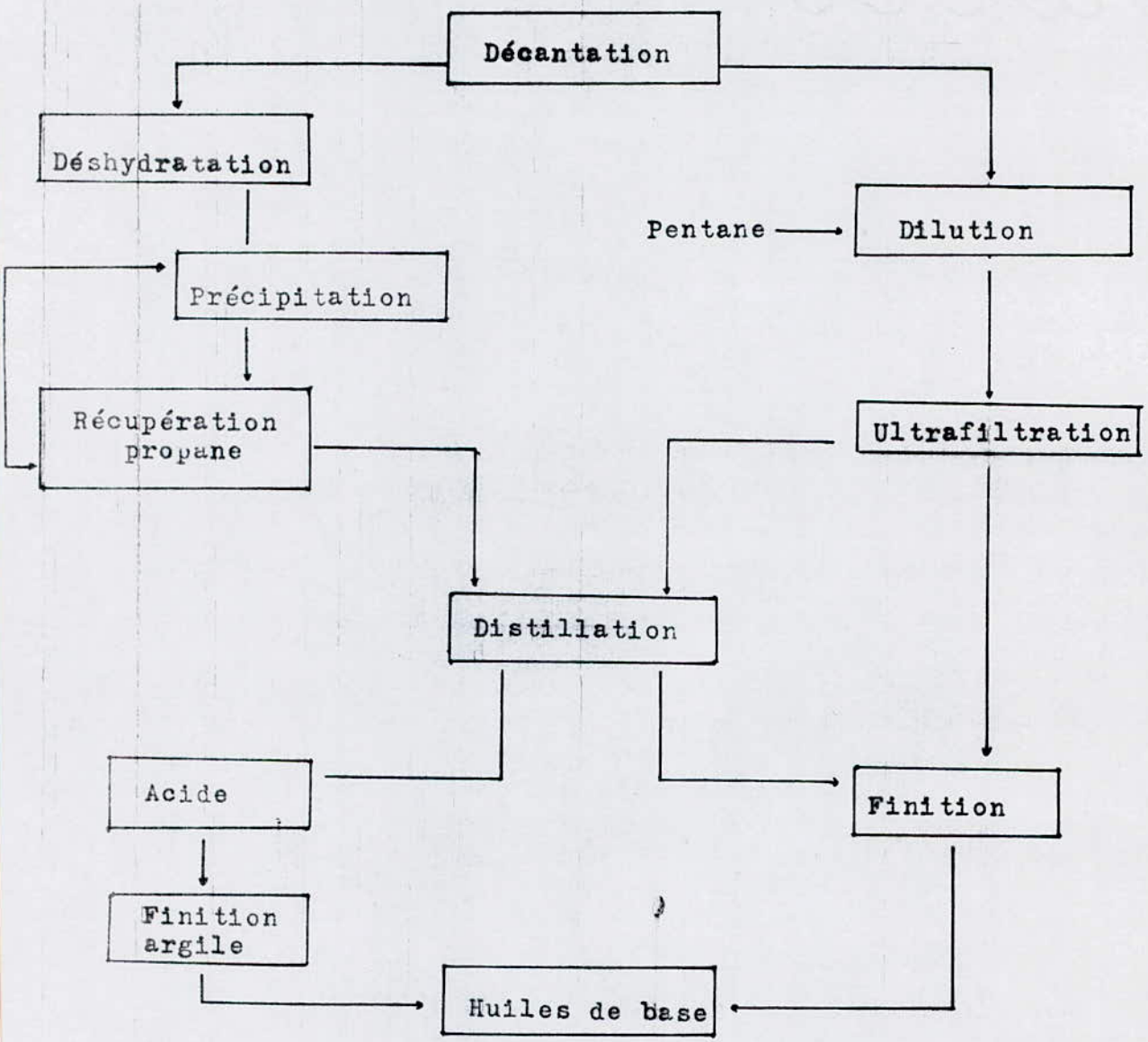


Fig 2

PROCEDE B.E.R.C

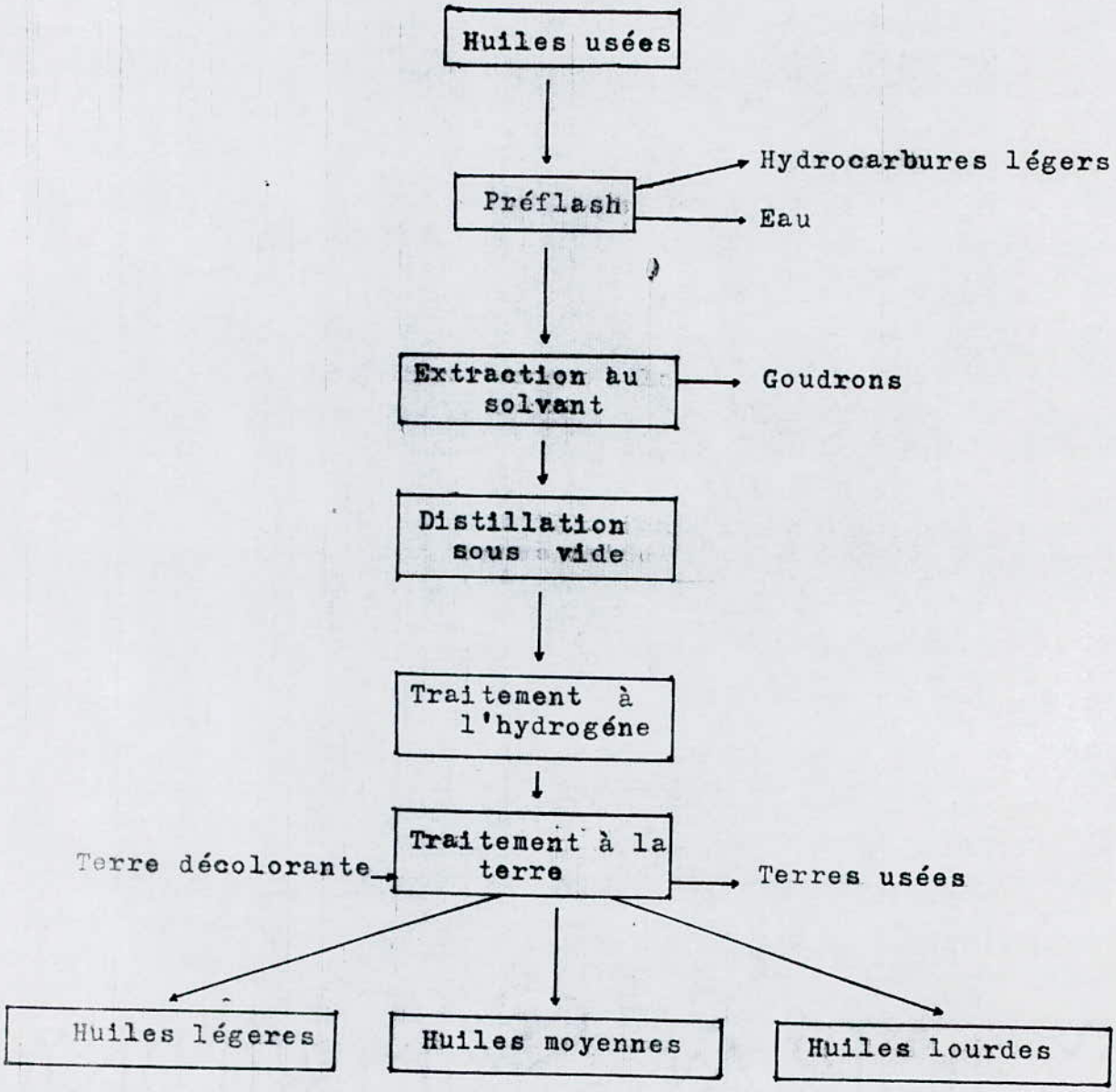


Fig 3

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV

- Détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée type moteur.

IV.I / Nature et origine de l'huile usagée:

La collecte de l'échantillon d'huile usagée de type moteur à été faite au niveau de la station service de climat de France au moment de la vidange des véhicules.

Notre choix s'est porté sur la naphtalia super (S.A.E. 20 W 50) huile trés utilisée en Algerie. Le prélévement a été réalisé aprés 3000 Km en moyenne de fonctionnement du véhicule.

IV. 2./ Analyse physico-chimique de l'huile usagée collectée

IV.2.I / Caractéristique principales de l'huile usagée :

Comme premiére étape à notre travail, nous avons procédé à la détermination des caractérisqtiques principales de l'huile usagées brute.

Ces paramétres sont nécéssaires pour l'évaluation de l'éfficacité du procéssus de régénaration choisi.

Les résultats obtenus sont illustrés sur le tableau n°4.

Analyses	Normes	Résultats
- Densilé à 20° c	A.S.T.M. D 1298	0, 8921
- Viscosite(cst) à 40 ° c	A.S.T.M. D 445	115,3
- Viscosite(cst) à 100 ° c	A.S.T.M. D 445	13,7
- Indice de viscosité	A.S.T.M.D 2270	120
- Viscosité engler(°E à 50° c	Conversion	10,68
- Point éclair (°c)	A.S.T.M. D 92	232
- Point de feu (°c)	A.S.T.M. D 92	270
- Point d'écoulement (°c)	A.S.T.M. D 97	- 21
- T.A.N. (mg KOH / g)	A.S.T.M. D 664	2,35
- T.B.N.(mg KOH/ g)	A.S.T.M. D 2896	0

.../..

- Teneur en eau (% vol)	A.S.T.M. D 95	0,03
- Teneur en sediment (% pds)	A.S.T.M. D 473	0,842
- Carbone conradson (% pds)	A.S.T.M. D 189	2,40

Tableau n°4: caractéristiques principales de l'huile usagée SAE 20 W 50 - avant tout traitement.

IV.2.2 / La distillation fractionnée atmosphérique:

La distillation fractionnée à pour but de séparer les différents hydrocarbures en fonction de leur température d'ébullition.

Les fractions issues de cette distillation, sont alors analysées puis situées par rapport à des coupes pétroliéres plus éxactement à des gammes pétroliéres(essence,kerosène,gas-oil...) et ce par leurs propriétés.

La distillation fractionnée à été réalisée sur deux états d'huile usagées S.A.E 20 W 50 :

- Premiére état: huile usagée brute
- Deuxiéme état: huile usagée ayant déja subi un contact avec une terre décolorante (Bentonite de granulometrie 200 µm , séchée à T = 105 - 110 °c)

Les conditions choisies pour ce contact sont:

- Quantité de terre: 30 g
- Temps de contact huille usagée - terre : 60 mn
- Température de contact : 60 °c
- Volume d'huile usagée : 300 ml

Nous avons choisi de travailler sur ces deux états de l'huile usagée S.A.E 20 W 50, afin de voir l'influence du contact huile usagée bentonité sur le nombre et la qualité des fractions obtenues.

IV.2.2.I / Distillation fractionnée de l'huile usagée brute:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume de la charge : 300 ml
- Domaine de température : 72 - 335 °c

En fin d'expérience ,le nombre de fraction obtenues est:7

Le schéma de T.B.P. - Fig.4 -

a) Détermination du % volumique, l'indice de réfraction, la densité et le point d'aniline:

.../...

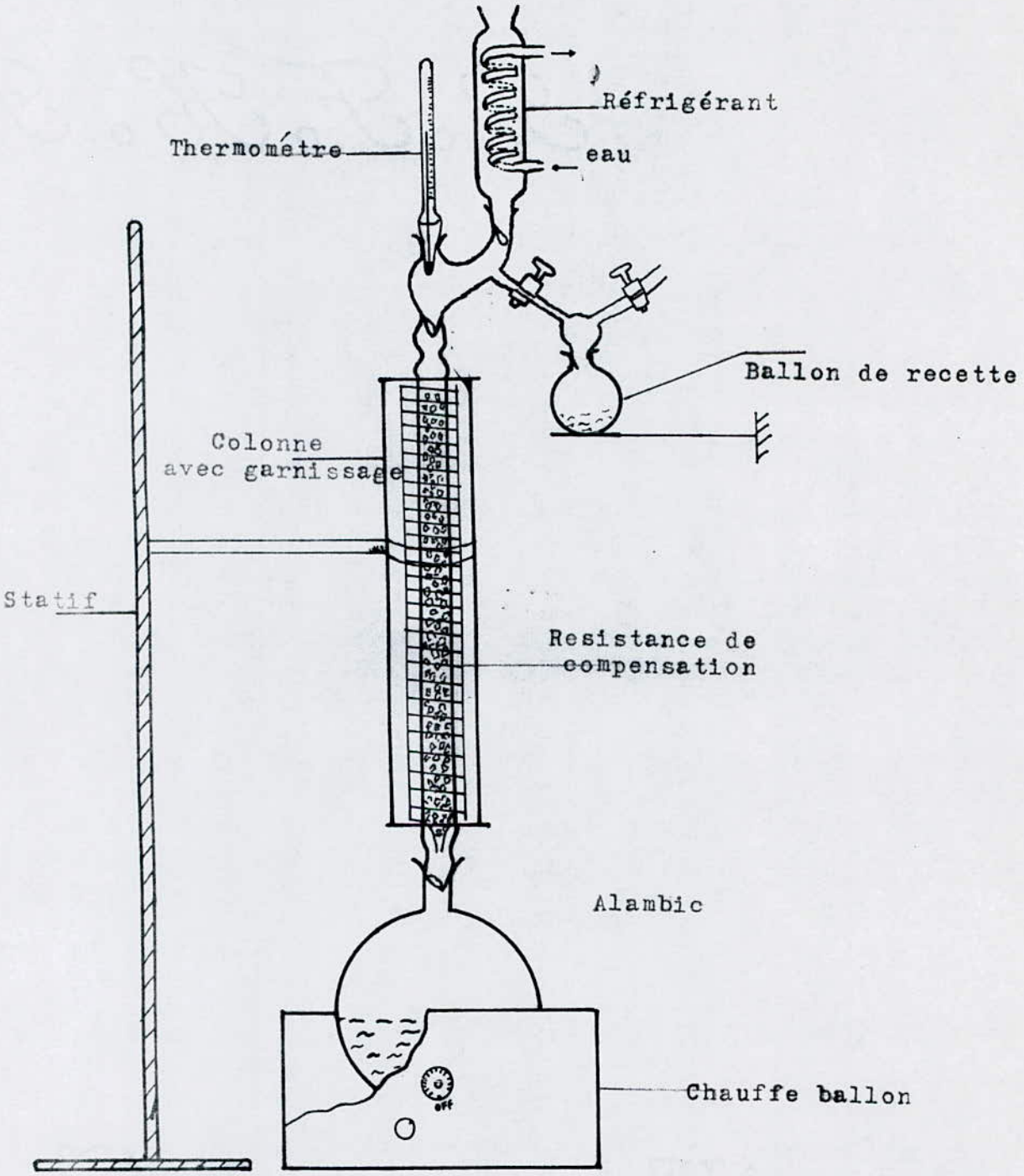


Fig 4: Appareil de distillation fractionnée

Chacune de ces fractions à été analysée.

Les résultats obtenus sont reportés sur le tableau n°5

Fraction N°	Intervalle de Température °c	% Vol	D_4^{20}	n_d^{20}	P A (°c)
I	72 - 190	11,33	0,7880	I.4450	36
2	190 - 240	5,16	0,7958	I.4484	55
3	240 - 270	6,66	0,8225	I.4604	65
4	270 - 280	8,66	0,8308	I.4654	71
5	280 - 300	6,33	0,8360	I.4674	73
6	300 - 335	54 60	0,8472	I.4691	76
7	Résida 335$^+$	7,00	0,9390	/	/

Tableau n°5 : Détermination des caractéristiques principales des fractions obtenues aprés distilation ~~xx~~ fractionnée de l'huile usagée brute.

b) Détermination de la tendance de chaque fraction:

Parmi toutes les corrélations que nous avons utilisées, nous avons choisit celle qui donnait de meilleur résultats, pour le calcul de la masse moléculaire, à ~~xx~~ savoir :

$$Log_{10} M = 0,001978\ T_{eb}\ (°C) + 1,9394 + Log_{10}(2,15 - n_d^{20})$$

L'application de cette équation pour chacune des fractions obtenues montre que les masses moléculaires sont proches de 200 g. Nous pouvons alors appliquer la méthode n.d.PA, pour le calcul de la composition en paraffines, en aromatiques et en naphténiques.

Cette méthode est basée sur la mesure de l'indice de réfraction, la densité et la point d'aniline et sur l'application des deux formules linéaires (8):

$$\% C_A = 1039,4\ n - 470,4\ d - 0,315\ PA - 1094,3$$

$$\% C_N = 1573\ n - 840,15d - 0,4619\ P_A + 1662,2$$

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

$\% C_A$: Composition en aromatique

$\% C_N$: " " "

$\% C_p$: " " "

Les résultats sont donnés dans le tableau n° 6.

.../...

Fraction N°	Masse (g) Moléculaire	COMPOSITIONS % C_A	% C_N	% C_P
I	I08	25,6	34,2	40,I
2	I68	I9,5	27,0	53,4
3	I80	I6,3	26,0	57,7
4	2I0	I5,7	22,3	62,0
5	224	I4,7	22,6	62,7
6	250	I0,2	27,9	6I,8

Tableau n° 6 - Détermination de la composition en aromatique en naphténe et en paraffines de chaque fractions obtenues.

La détermination du Kuop est un autre moyen de vérification des tendances des fractions obtenues, c'est pourquoi nous avons vu la nécessité de le calculer pour chacune des fractions et ce, par le bais de la formule (8).

$$Kuop = \frac{\sqrt[3]{T\,(°R)}}{S_p \; {}^{60}_{60}Gr}$$

Les résultats obtenus sont illustrés par le tableau n°07

Fraction N°	$S_p \; {}^{60}_{60}Gr$	°API	Température Abaque (°C)	Température (°R)	Kuop
I	0,792o	47,2	I26	7I8,5	II,3o
2	o,7998	45,4	2I5	8I8,7	II,97
3	o,8267	39,7	25o	950,7	II,89
4	o,835o	38,o	275	985,7	II,92
5	o,84oI	36,9	29o	I0I3,7	II,95
6	o,85I4	34,7	3I7	I062,3	I1,9o

Tableau n°07 : Détermination du Kuop de chacune des fractions obtenues.

Les résultats obtenues du tableau n°07 sont par la suite comparés a ceux du tableau ci-dessous (8)

K u o p	Tendance
IO	Purement aromatique

.../...

Kuop	Tendance
I1	Purement naphlenique
I2	Naphteno-paraffinique
I3	Purement paraffinique

Tableau n°08
Relation entre le Kuop et la tendance.

D'aprés le tableau n°07 et n°08 il s'avére que toutes les fractions sont de tendance naphteno-paraffinique à l'éxécption de la premiére fraction qui elle, semble être de tendance purement naphtebique.

IV.2.2.2 / Distillation fractionnée de l'huile usagée aprés passge sur une terre décolorante:

Cette distillation fractionnée a été menée sous les conditions opératoires suivantes:

- Volume de la charge 300 ml
- Domaine de température 66 - 330 °c

En fin d'expérience, le nombre de fractions receuillies est: I2.

Le passage préable de l'huile sur la bentonite à sensiblement augmenté le nombre de fractions recueillies, de 7 nous somme passés à I2 fractions.

L'impact du contact préalable terre-huille sur la distillation fractionnée de l'huile filtrée, se traduit par une augmentation du nombre de fractions recueillies.

Cet effet pourrait être éventullement expliqué par la diminution des impuretés et surtout par une élimination partielle des particules en suspension fine dans l'huile: les particules de carbone.

a) Détermination du % volumique, l'indice de réfraction. la densité et le point d'anilime:

Pour chacune des I2 fractions receuillies nous avonscalculé lesparamètres précités plus haut. les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau n°09.

.../...

Fraction N°	Intervalle de température °C	% Vol	d_4^{20}	n_d^{20}	P A(°C)
I	66 - I6ᵕ	5,ᵕᵕ	ᵕ,7755	I,4ᵓ87	ᵓ3,5
2	I6ᵕ - I9ᵕ	4,ᵓ3	ᵕ,7825	I.4398	5ᵓ
3	I9ᵕ - 22ᵕ	ᵓ,83	ᵕ,7936	I.4458	55,5
4	22ᵕ - 244	6,ᵓ3	ᵕ,8I06	I.453I	57,5
5	244 - 26ᵕ	5,ᵕ3	ᵕ,82II	I.457ᵕ	59,5
6	26ᵕ - 27ᵕ	5,ᵕ5	ᵕ,8236	I.4592	62
7	27I - ᵓ8ᵕ	6,ᵕᵕ	ᵕ,8292	I.46Iᵓ	64
8	ᵓ8ᵕ - 29ᵕ	6,ᵓᵕ	ᵕ,8344	I.4647	67,5
9	29ᵕ - 3ᵕᵕ	6,5ᵕ	ᵕ,8413	I.467I	7ᵕ,5
Iᵕ	3ᵕᵕ - ᵓ2ᵕ	I5,ᵕᵕ	ᵕ,8449	I.469ᵕ	7ᵓ
II	32ᵕ - 33ᵕ	22,ᵓ3	ᵕ,85I8	I.4725	73
I2	Résidu 33ᵕ	I4,33	ᵕ,9ᵕ5	-	-

Tableau n°09: Détermination des caractéristiques principales des fractions obtenues aprés distillation factionnée de l'huile usagée ayant subi un contact sur une terre décolorante.

b) Détermination de la tendance des fractions recueillies:

En appliquant les formules données dans le sous paragraphe - b - nous abouttissons aux résultats suivants:

Tableau n° IO:

Fraction n°	Masse Moleculare (g)	COMPOSITION % C_A	% C_N	% C_p
I	I02	27,7	ᵓ5,2	39,I
2	I37	I7,6	3ᵕ,8	5I,6
3	I55	I7,7	29,ᵕ	53,3
4	I74	I6.6	3ᵕ,9	52,4
5	Iᵕᵕ	I5,I	32,7	52,2
6	2ᵕᵕ	I5,4	3ᵕ,2	54,4
7	2ᵕ9	I4,I	3ᵕ,6	55,3
8	2I8	I4,3	28,ᵕ	57,6
9	227	I2,6	28,7	58,6
Iᵕ	243	I2,4	28,ᵕ	59,5
Iı	259	I2,8	28,3	58,8

Tableau n°IO: Détermination de la composition en aromatique en naphténe et en paraffine des fractions receueillies.

.../...

Le calcul du Kuop pour ces dites fractions conduits au tableau n°II suivant:

Fraction n°	$S_p\ Gr_{60}^{60}$	°API	température abaque °C	température (°R)	Kuop
I	0,7795	50,0	110,5	690,6	II,34
2	0,7865	48,4	175	806,7	II,83
3	0,7976	45,9	205	860,7	II,92
4	0,8144	42,2	232	909,3	II,89
5	0,8249	40,0	252	945,3	II,89
6	0,8274	39,5	265	968,7	II,96
7	0,8330	38,4	275	986,7	II,95
8	0,8382	37,3	285	1004,7	II,95
9	0,8451	35,9	295	1022,7	II,92
10	0,8487	35,2	310	1049,7	II,97
11	0,8556	33,9	325	1076,7	II,98

Tableau n°II: Détermination du Kuop de chacune des fractions receuillies

D'aprés les tableaux n°10 et N°II, il s'avére qu'à l'exception de la prémiére fraction, qui elle semble de tendance purement naphtenique, toutes les autres fractions sont de tendance naphteno-paraffinique.

Iv.2.3 : Analyse par chromatographie en phase gazeuze:

Afin de pouvoir comparer, les fractions issues de la distillation aux différentes "gammes pétroliéres" nous avons fait appel à l'analyse par chromatographie en phase gazeuze (C.P.G.).

L'analyse des fractions par chromatographie en phase à été menée sous les conditions opératoires suivantes:

- Chromatographe utilisé: type PYE UNICAM n° 304
- Détecteur a ionisation de flamme
- Colone O V I7
- Gaz vecteur : Azote (N_2) débit : 30 ml/mn
- Débit dhydrogéne : 33 ml /mn
- Débit d'air : 337 ml/mn

Nous avons utilisé dans cette analyse, deux modes de fonctionnement en isotherme et en programmation de température.

I) En isotherme: Elle a été menée sous les conditions opératoire suivantes:

- Température de Colonne: T_c = 160 °C

.../...

- Température de l'injeteur: T_i = I80 °C
- Température de détecteur : T_D = 350 °C
- Quantité injectée : 0,5 µl

2) En programmation de température:

Elle a été menée sous les conditions opératoires suivantes:

- Température de Colonne : 60 °C
- Unit time : 05 mn
- Rate : 4 °C/mn
- Aper température : 220 °C
- Température de détecteur: 350 °C
- Température de l'injecteur: 200 °C

pour pouvoir faire une identification ,nous avons injécté dans les mêmes conditions,des étalons (n - paraffinas) du C_5 au C_{I9} sans le C_{I3} .

La méthode de KOVALTZ,nous a permis de situer les diverses fractions obtenues par rapport à des "gammes pétroliéres".

- Fraction n°I et 2:s'indentifient à une gamme essence.
- Fraction n°3 et 4: s'identifient à un mélange de Kérosène et essence
- Fraction 5 et 6: S'identifiant à un mélange kérosène et gas-oil.

Nous notons que ces fractions sont celles receuillies aprés distillation fractionnée de l'huile brute.

Nous avons pris deux fractions, n°I issue de la distillation fractionnée de l'huile brute et n°2 issue de la distillation fractionnée de l'huile brute aprés un passage à la terre pour essayer d'-identifier les composés susceptible d'être dans ces fractions.

Les résultats obtenues par la méthode de KOVALTZ sont illustrés dans le tableau n° I2:

.../...

- Fraction n° I - Huille brute sans passage à la terre

tr	Teb (°C)	Composés
I	66	C_6 paraffine (hexane)
I,33	85	Butadienyl acetykéne ou hexéne
I,77	I03	Ethyl cyclopentane
2,I7	II6	Cyetoheptane
3,09	I39	Ethylebenzene
4,05	I57	propyl Benzene ou Buthyl cyclo pentane
5,72	I79	n - butyrate
6,82	I90	Duréne (I - 2 - 4 - 5)
7,67	I96	Amyli - valérate
9,39	2I2	Dodécane ou trimethyl
I0,7I	220	Terpiny acétate
II,64	226	Amazobenzéne ou bornyl acétate
I2,97	232	C_{I3} (tridécane)
I5,45	244	Diadiphenyl méthane (4.4)
24,69	274	Acide palmétique.

Tableau n°I2 - a -

- Fraction n°2 - Huille aprés passage à la terre

tr	In (tr)	Teb °c	Composés
I.I9	0,I7	76,5	Dimethyl 2,3 buténe 2
I.32	0,28	84,0	Cyclohexane
I.75	0,56	I00	Methyl cyclohéxane
2.I5	0,77	II6	Cyclohéplane
3.I	I,I3	I40	M xyléne
4.0I	I,39	I56	Methyl I Ethyle 2 Cyclohéxane
5.54	I,78	I82	Bulyl cyclohéxane
6.84	I,92	I9I,5	Décahydronaphtaléne
7.6	2,03	I96	Tetramethyl I,2,4,5 benééne (duréne)
9,I9	2,26	2I4	
I0,65	2,36	220	Terpinyl acitate (x)
II,58	2,45	226	Anazobenzéne
I3,73	2,62	236	C_{I3}
I5,4I	2,74	244	Diadiphenyl méthane (4,4)
I7,28	2,85	252	C_{I4} (tetra
I8,88	2,94	258	-
20,2	3,00	262	Dianiline
22,I5	3,I	268	C_{I5} (pentadecane)

Tableau 12 b -

.../...

IV.2.4 / **Etude de la variation de la viscosité de l'huile usagée en fonction de la température:**

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

Pour cela, nous avons fait varier la température, et mesurant ainsi la viscosité correspondante (Fig 5).

Les résultats sont illustrés dans le tableau n°I3

Température (°C)	Viscosité (cst)
20	372,5
30	I98,8
40	II5,3
50	7I,7
70	5I,6
80	2I,6
90	I7,5
I00	I3,7

Tableau n° I3/ Variation de la viscosité en fonction de la température.

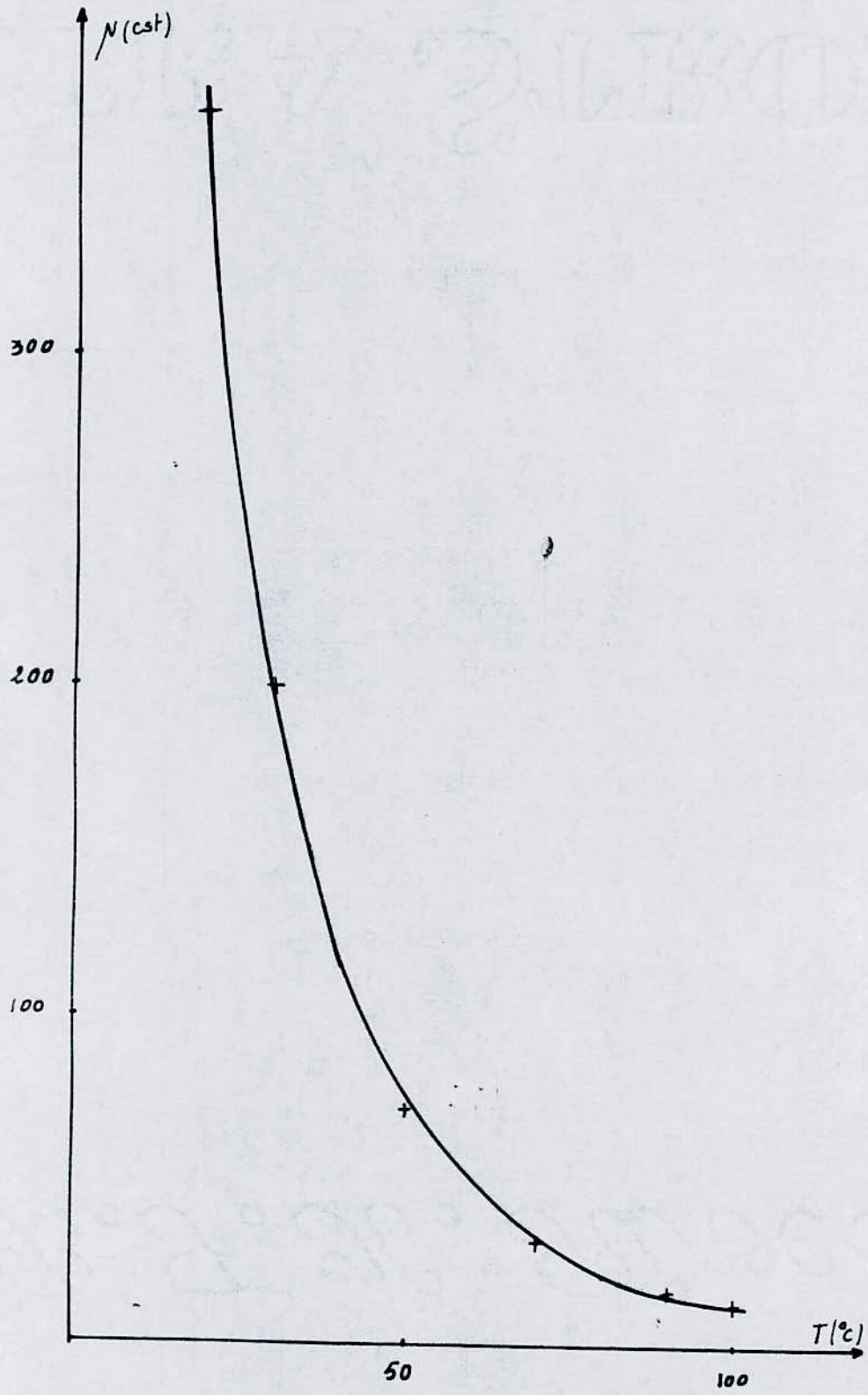


Fig 5: Variation de la viscosité de l'huile usagée en fonction de la température

CHAPITRE V/

LA REGENERATION DE L'HUILE USAGEE TYPE MOTEUR PAR LE PROCEDE ACIDE-TERRE

Les différentes étapes du procédé acide-terre que nous allons vous présentés se résument sur l'organigramme suivant:

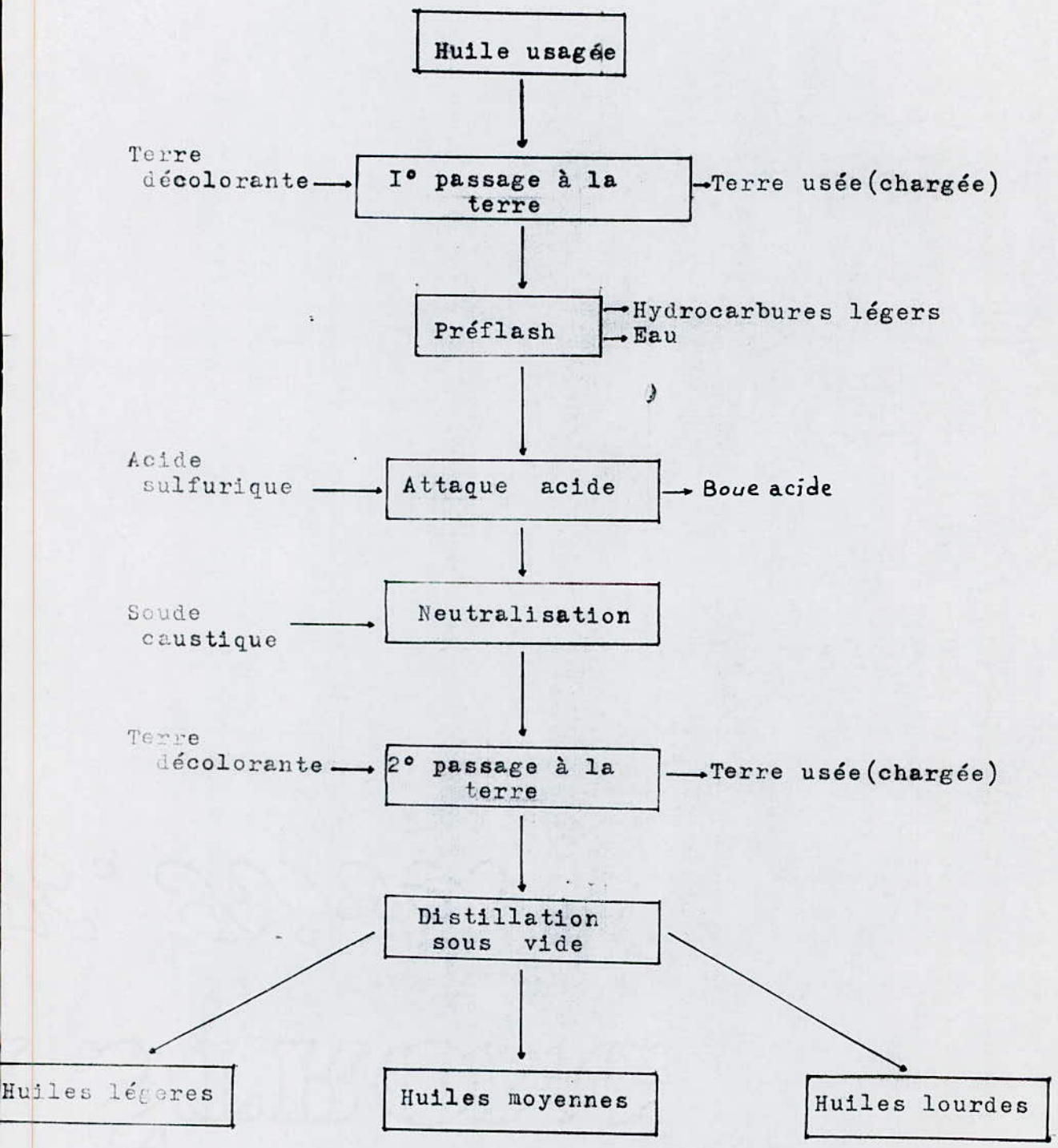


Fig 6

V. I / Les bentonites - Généralités/

La bentonite est une roche tendre friable, trés onctueuse au toucher, de teinte blanchâtre, grisatre, légérement teintée de bleu. C'est une terre douée d'un pouvoir gonflant au contact de l'eau (de 50 à 30 fois par rapport à son volume initial). 9.

En Algerie, il existe différents types de bentonite, à savoir:

- La torba de Maghnia
- La rousseI de Maghnia
- La couche I de Mostaganem
- La couche II de Mostaganem

V. I . I / Structure de la bentonite:

La bentonite est constituée principalement par un minéral argileux appelé MONTMORILLONITE. Elle est composée de feuillets complexes de trois couches, séparer par des molécules d'eau.

V. I.2 / Propriétés physico-chimiques de la bentonite:

- L'hydratation de la bentonite: nous distinguons deux types d'hydratation.

a) Hydratation interne dûe à la pénétration des molécules d'eau entre les feuillets causant ainsi le gonflement de la bentonite.

b) Hydratation externe, dite colloidalité, dûe à l'attraction des molécules d'eau par la superficie externe des feuillets, permettantainsi l'hydratation superficielle.

- l'état colloidale dans la bentonite: les colloides sont caractérisées en générale par la présence d'un milieu, liquide dans lequel se meuvent dans un état d'agitation des particules en suspensions appelées micelles.

En se basant sur la théorie éléctrochimique, certain auteurs admettent qu'à la suite de l'ionisation des atomes dans la constitution des argiles, la micelle se trouve constituée d'une granule négative (sorte de macroanion) formé d'un noyau argileux entouré d'ion O^{--} ou OH^{-} fortement liés aux noyaux autour desquels gravite un nuage d'ion positifs assurant la neutralité du systéme).

V.2 / Choix de la bentonite Algerienne:

D'aprés les renseignements fournis par le projet de fin d'étude (contibution à l'étude des huiles usagées en vue de leur régénération juin 87), nous avons choisi la torba de Maghnia parmi les différentes terres Algerienne à cause de sa fonction trés ressentie de terre

.../...

décolorante. Donc, tout au long de notre travail, on utilisera comme terre décolorante la torba de Maghnia.

V.3 / Téchnique d'activation de la torba naturelle:

A l'état brut, la plupart des adsorbants naturels ont de faibles capacités sorptionnelles. Pour améliorer les propriétés des adsorbants, on fait subir à ces derniers, des traitements physiques (Chauffage) ou chimiques (Acides, basiques)..)

V.3. I / Préparation de l'échantion d'argile:

Une grande quantité de notre bentonite(torba) est déshydratée jusqu'au poids constant à l'étuve sous une température de 105 - 110 °C. Ensuite, elle est broyée dans un mortier, puis par tamisage (tamis dont la granulométrie $\leq 200 \mu m$) nous abtenons notre bentonite à l'état de poudre.

V.3.2 / Activation chimique et mode opératoire:

a) A partir d'une solution d'acide chlorhydrique (37 %), nous avons préparé trois nouvelles solutions moins concentrée à 5 % , 10 % et 15 % (% en volume)

b) Dans un ballon réactionnel tricol (2000 ml) muni d'un réfrigérant, d'un agitateur (barreau magnétique) et d'un thermométre nous introduisons 80 g de bentonite, ainsi préparée er séchée, puis la solution d'acide chlorhydrique (5%). Le mélange est alors chauffé jusqu'à une température de 98 °C (température que l'on maintiendra constante durant tout le procéssus d'activation).

L'agitation à été maintenue constante (environ 300 tour/mn) pendant toute la durée de l'activation (pour éviter qu'une attaque locale de la solution acide soit produite sur les minéraux argileux).

Par ailleurs, le temps de contact a été fixé à 6 heure (Il est compté à partir de l'instant où la température du mélange a atteint 98 °C) Fig.7.

Par la suite la bentonite contenue dans la solution est filtrée, puis lavée avec l'eau distillé jusqu'à ce que la totalité des ions Cl^- introduit par la solution acide, soient éliminés.

Ceci est vérifié par l'ajout de quelques gouttes d'une solution saturée d'$Ag NO_3$ sur le filtrat (l'absence de précipité blanc de Ag Cl indique l'éliminition des ions Cl^-). De la même xxxxx maniére , nous avons procédé pour les deux autres solutions à savoir, les solutions d'acide chlorhydrique 10 % et 15 % .

.../...

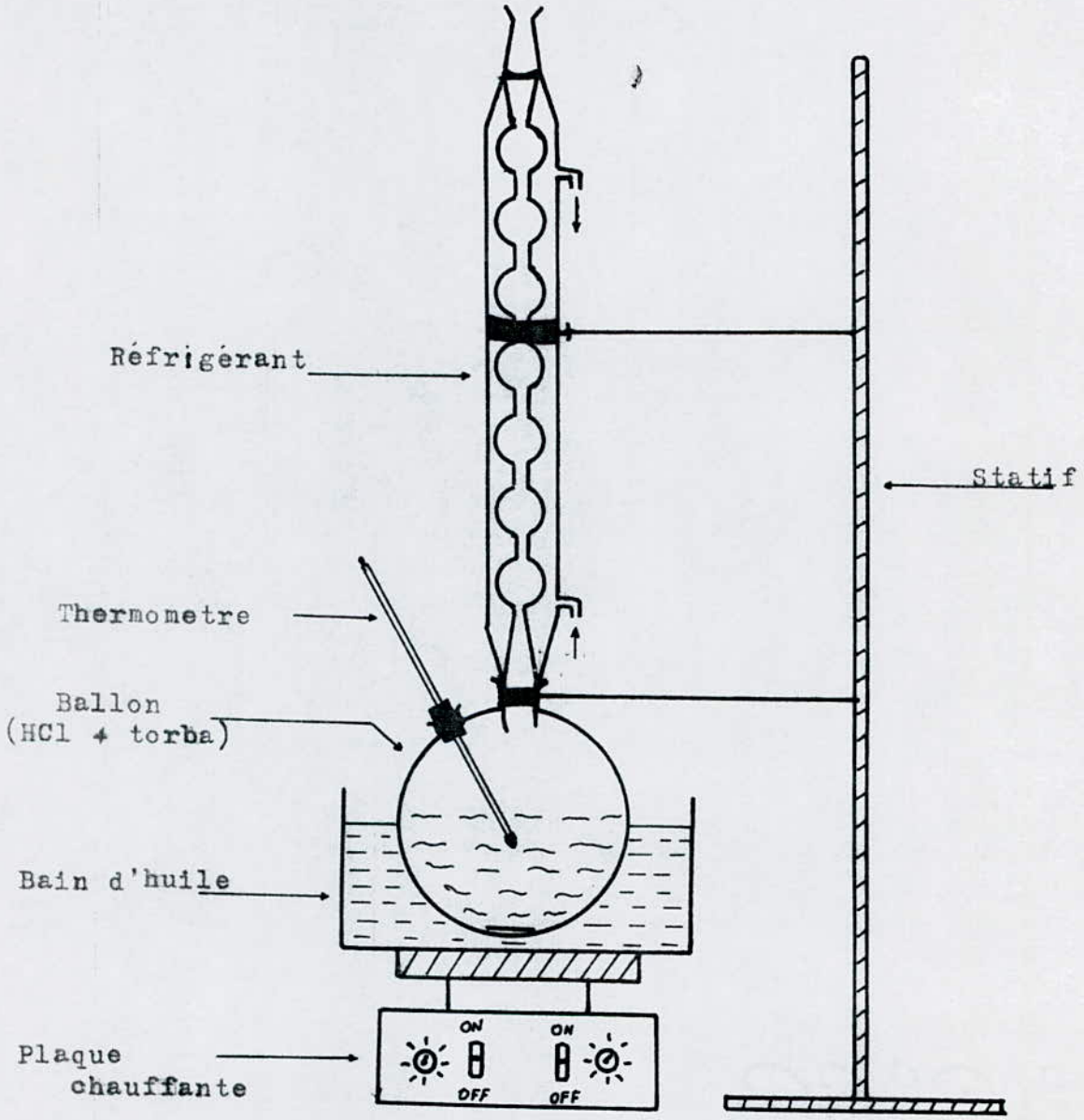


Fig 7 : ACTIVATION DE LA BENTONITE(TORBA)

Enfin, les trois échantillons de bentonité 5 %, 10 % et 15 % ont été mis dans l'étuve réglée à 105° - 110 °C.

V.3.3 / Activation thermique :

Nous avons pris 80 gr de bentonite "torba naturelle" - préalablement séchée à 105° - 110 °C, broyée et tamisée (granulométrie ≤ 200 µm) et nous l'avons mis dans l'étuve sous une température de 105 °C et ce, pendant une durée de 06 heures (le temps est compté du moment où la température est atteinte).

De la même façon, pour deux autres échantillons de torba naturelle activées thermiquement, mais cette fois-ci l'un à une température de 250 °C, l'autre à une température de 275 °C.

La vitesse de chauffe pour ces deux traitements thermique est de 0,8 °C/mn.

Au total, nous avons obtenu six(06) échantillons de bentonite activées, et qui sont les suivants:

a) Trois échantillons activés chmiquement (acide chlorhydrique 5% , 10% et 15%)

b) Trois échantillons activés thermiquement (105°C, 250°C et 275 °C)

V.3.4 / Décoloration de l'huile usagée par la bentonite activée:-

(Premier passage à la terre)-

V.3.4.1 / Détermination de la meilleur terre déjà activée:

Nous avons utilisé les six(06) types de bentonite activées pour la décoloration de l'huile usagée.

Les conditions opératoire choisies sont:

-Volume de l'huile usagée	200 ml
-Masse de bentonite activée	10 gr
-Température de contact	80° c
-Agitation continue	300 tr/mn
-Temps de contact	30 mn

Pour chacun des 06 éssais, l'huile usagée filtrée, après passage à la terre dans les conditions choisies était toujours de couleur noire, ce qui nous a posé des problèmes pour la détermination de la meilleure terre activée, du fait que le colorimètre n'était pas en mesure d'être utilisé.

.../...

De ce fait, nous avons été amené à chercher d'autres paramètres pour la détermination de la meilleure terre activée. Nous avons fait appel aux carateristiques les plus importantes de l'huile usagée conformément aux normes standars d'analyse (d_4^{20}, carbone conradson, indice de viscosité et point de congélation), comparativement à celle de l'huile de base.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N°I4

PASSAGE DE L'Huile sur différentes terres / caracteristiques	à 105 °C	à 250°C	à275°C	Par HCl 5%	Par HCl 10%	Par HCl 15%	Huile de base SAE 30
Viscosité à 40 °C (cst)	110,4	130,5	133,7	135,3	129,6	130,9	/
Viscosité à 100 °C (cst)	14,8	15,1	15,4	15,3	14,9	15,1	(9,6-12)
Indice Viscosité	120	120	118	118	119	120	95
Point de (°c) congélation	-23	-22	-22	-22	-23	-22	-15
Carbone (%pds) conradson	2,32	1,85	2,40	1,12	1,93	1,85	$\leq$ 0,1
d_4^{20}	0,9105	0,9033	0,9239	0,8977	0,9001	0,9033	0,8617-0,8727

Tableau N°I4 : Détermination de la meilleure terre .

En comparant les caratéristiques trouvés de l'huile des différents éssais avec les caratéristiques de l'huile de base SAE30, nous déduisons que la meilleure terre est la torba activée à l'acide chlorydrique 5% du fait que les caratéristiques correspondantes se rapprochent le plus de celles de l'huile de base.

V.3.4.2/Létermination de la quantité de terre optimale :

Les conditions opératoires sont:

-Qualité de terre : torba activée à l'acide chlorydrique 5%

-Quantité de terre: 5 -7-10-20g

-Volume de l'huile: 200ml

-Température de contact: 80°c

-Temps de contact : 30mn

-Agitation continue : 300 tr/mn

Après filtration de l'huile, nous avons procédé à l'anlyse de chaque essai. Les résultats sont donnés dont le tableau N15 .../...

Masse de terre / Caractéristiques	5 g	7 g	10 g	20 g	Huile de base SAE 30
Viscosité à 40°C (cst)	130,6	130,2	136	136	-
Viscosité à 100 °C (cst)	14,8	14,8	15,6	15,7	(9,2 - 12)
Indice de viscosité	116	116	115	115	95
Point de congélation (°C)	- 23	- 23	- 22	- 22	- 15
Carbone conradson (%pds)	2,08	1,95	1,92	1,76	$\leq$ 0,1
d_4^{20}	0,8932	0,8920	0,8915	0,8907	0,8617 - 0,8727

Tableau n° 15: Détermination de la quantité de terre optimale.

En comparant les caractéristiques obtenues avec celles de l'huile de base, nous déduisons, que la quantité optimale de terre activée est 20 g du fait que les caractéristiques correspondantes se rapprochent le plus de celles de l'huile de base.

V.3.4.3 / Détermination du temps de contact optimum:

Les conditions opératoires sont:

- Qualité de terre : terba activée par HCl (5%)
- Quantité de terre : 20 g
- Volume de l'huile usagée: 200 ml
- Température de contact 80 °C
- Temps de contact : 10, 20, 30, 60, 90 mn
- Agitation continue 300 tr/ mn

Les résultats obtenus sont donnés par le tableau n°16.

Temps (mn) / CARACTERISTIQUES	10	20	30	60	90	Huile de base SAE 30
Viscosité à 40°C	131,2	131,4	131,5	133	136,5	-
Viscosité à 100 °C	14,8	14,8	14,8	15	15	(9,6 - 12)
Indice de viscosité	115	115	114	114	113	95
Point de congélation (°C)	- 23	- 23	- 22	- 22	- 22	- 15
Carbone conradson (% pds)	1,74	1,72	1,71	1,71	1,70	$\leq$ 0,10
d_4^{20}	0,9365	0,9131	0,9015	0,8978	0,8962	0,8617 - 0,8727

Tableau n° 16: Détermination du temps de contact.

De la même façon, nous déduisons, que le temps de contact optimum est de 90 mn, du fait que les caractéristiques correspondants

../...

se raprochent le plus de celles de l'huile de base prise comme référence.

V.3.4.4 / Létermination de la température de contact optimale :

Les conditions opératoires sont:

- Wualité de terre : torba activée par HCl (5%)
- Wuantité de terre: 20 g
- Volume de l'huile usagée : 200 ml
- Température de contact: 40, 60, 80, et 90°C
- Agitation continue : 300 tr/mn

les résultats obtenues sont donnés par le tableau n° I7.

Caractéristiques \ TEMPERATURE (°C)	40	60	80	90	Huile de base SAE30
Viscosité à 40°C	I30,8	I36	I37	I35	--
Viscosité à I00°C	I5,I	I5,I	I5,4	I5,4	(9,6-I2)
Indice de viscosité	II3	II3	II4	II5	95
(°c) Point de congélation	-2I	-2I	-22	-22	-I5
(% Poids) Carbone conradson	I,83	I,7I	I,73	I,75	/ 0,I0
d_4^{20}	0,8929	0,8905	0,89I5	0,8923	0,86I7-0,8727

Tableau n° I7 : Détermination de la température de contact optimale

Aprés la comparaison des caractéristiques des différents échantillons avec celles de l'huile de base, nous déduisons que la température optimale est de 60 °C.

En résumé, les paramétres optimums pour la décoloration de l'huile usagée par la bentonite activée sont:

- Qualité de terre: torba activée par HCl (5%)
- Wuanité de terre : 20 g
- Volume d'huile usée: 200 ml
- Température de contact : 60 °c
- Agitation continue : 300 tr/mn
- Temps de contact 90 mn

Avec les conditions optimum citées plus haut, nous avons procédé à un passage de l'huile usée sur la terre activée ; aprés filtration une partie de l'huile recueillie est analysée, l'autre partie

.../...

que nous avons noté(H_I) a subi l'attaque acide($H_2 SO_4$ 98%) .

Les résultats de l'analyse de l'huile (H_I) sont donnés dans le tableau n°I8.

ANALYSES	NORMES	RESULTATs.
Densité à 20°	ASTM.D 1298	0,8906
Viscosité à 40° (cst)	ASTM.D 445	I33,4
Viscosité (cst) à100°c	" "	I5,I
Indice de viscosité	ASTM.D 2270	113
Viscosité Engler;50°C	CONVERSION	I0,6
Point éclair (°C)	ASTM. D 92	238
Point de feu (°C)	" "	254
Point de congélation (°c)	ASTM.D 97	- 2I
T.A.N. (mg KOH/gr)	ASTM.D 664	2,35
T.B.N. (mg KOH /gr)	ASTM.D 2896	0
Teneur en eau (%V)	ASTM. D 95	0,0I5
Teneur en semiment (%poids)	ASTM.D 473	0,802
Carbone conradson (%P3S)	ASTM. D 189	I,72

Tableau n° I8: caractéristiques de l'huile aprés le I^{er} passage à la terre.

V.3.5 / Le Dé-essenciement de l'huile H_I :

Cette phase consiste à éliminer l'eau et toutes traces de corbustibles légérs se trouvant dans l'huile;pour cela l'huile(H_I) a été portée à une température de I50 - I60 °C pendant I0 mn

V.3.6 / Traitement acide :

Le traitement à l'acide sulfurique 98% conduit à la floculation des suspensions carbonés et à la sulfonation des produits oxydés, mais sans pour cela provoquer une attaque de l'huile elle même(.8)

Dans cette étape,l'huile (H_I)a subi l'attaque acide à l'acide sulfurique ($H_2 SO_4$: 98%)

V.3.6.I / Détermination du volume optimum d' $H_2 SO_4$: 98 %:

Les conditions opératoires sont:

- Volume de l'huile (H_I) : I00 ml
- Volume d'acide sulfurique: 20,30,60,80,I00 et 300 ml
- Temps de contact : 30 mn
- Agitation continue : 300 tr / mn

Il a fallu attendre 96 heures (4 jours) pour qu'il y ait une bonne séparation entre les boues acides et l'huile traitée.

Nous avons observé un changement de couleur de notre huile (H_I) attaquée par l'acide sulfurique (du noir au marron).mais c'était

.../...

diffficile d'analyser cette huile à l'aide du colorimétre, il a fallu encore faire appel aux caractéristiques les plus importantes de l'huile : la densité, l'indice de viscosité, le carbone conradson et le point de congélation.

Les résultats sont dressés sur le tableau n° I9.

Caractéristiques \ Volume d'H_2SO_4 (98%) (ml)	20	30	60	80	100	300	Huile de base
(cst) Viscosité à 40°C	I22,4	I26,5	I30,7	264	268	257	---
(cst) Viscosité à I00°C	I4,I	I4,5	2I	27,7	28	29,3	(9,6--I2)
Indice deviscosité	II3	II5	I20	I38	I40	I50	95
(°c) Point decongélation	-I4	-I4	-I6	-I8	-I8	-I8	-I5
Carbone conradson (% pds)	0,I78	0,I8	I,2I	I,35	I,52	I,80	$\leq$ 0,I0
d_4^{20}	0,8787	0,8855	0,9I60	0,9964	0,9853	0,9938	0,8617 - 0,8727

Tableau N°I9 : Détermination du volume optimum d'acide sulfurique.

En comparant les caractéristiques trouvés des différents échantillons Avec celles de l'huile de base, nous déduisons que le volume optimum d'acide sulfurique est 20 ml.

V.3.6.2/ Détermination du temps de contact optimum :

Les conditions opératoires sont:

-Volume d'huile(H_I) : I00 mL

-Volume d'acide sulfurique : 20 ml

-Température de contact : 60°C

-Temps de contact : 20, 30, 50, 80 et I20 mn

-Agitation continue : 300 tr / mn .

Après décantation, et séparation de l'huile des boues acides, nous avons procédé à l'analyse des différents échantillons .

Les résultats sont donnés dans le tableau N°20

.../...

Caractéristiques \ Temps (mn)	20'	30'	50'	80'	120'	Huile de base
Viscosité à 40°C (cst)	128,9	125,5	132,1	133,7	129,9	----
Viscosité à 100°C (cst)	14,1	14,5	15,1	15,1	15,1	(9,6--12)
Indice deviscosité	114	114	115	116	120	95
(°C) Point de congélation	-14	-14	-12	-13	-13	-15
(% Pds) Carbone conradson	0,43	0,34	0,48	0,51	0,47	≤0,10
d_4^{20}	0,8811	0,6782	0,8806	0,8813	0,8794	0,8617-0,8727

Tableau N°20: Détermination du temps de contact optimum

Le temps de contact optimum tiré dela comparaison entre les caractéristiques des différents échantillons et celles de l'huile de base, est 30mn.

V.3.6.3/ Détermination de la température de contact optimale:

Les conditions opératoires sont:

-Volume d'huile (H_1) : 100 ml

-Volume d'acide sulfurique : 20 ml

-Temps de contact : 30 mn

-Température de contact : 40, 60, 80, et 100°C

-Agitation continue : 300 tr/ mn.

Après décantation et séparation de l'huile des boues acides, l'analyse donne les résultats illustrés dans le tableau N° 21.

Caractéristiques \ Température (°C)	40	60	80	100	Huile de base
Viscosité à 40°C (cst)	174,0	130,5	128,3	127	----
Viscosité à 100°C (cst)	17,9	14,8	14,7	14,8	(9,6--12)
Indice deviscosité	114	114	116	118	95
Point congélation (°C)	-13	-13	-12	-13	-15
Carbone conradson (%)	0,57	0,57	0,62	0,58	≤0,10
d_4^{20}	0,9128	0,8853	0,9007	0,9293	0,8617-0,8727

Tableau N° 21 : Détermination de la température de contact optimale.

Nous déduisons, après comparaison que la température de contact optimale est 60°C

En résumé, les paramètres optimums dans le traitement acide sont:

-Volume de l'huile H_1 : 100 ml

.../...

-Volume d'acide sulfurique (98%) : 20 ml

-Température de contact : 60°C

-Temps decontact : 30mn

-Agitation continue : 300tr/mn

Avec ces conditions optimums, nous avons procédé à un traitement acide de l'huile(H_1); Après décantation et séparation (par centrifugation), une partie de l'huile a été analysée et l'autre partie que nous avons noté H_2 a subi une neutralisation.

Les résultats de l'analyse de l'huile(H_2) sont donnés dans le tableau N° 22.

ANALYSES	NORMES	RESULTATS
densité à 20°c : d_4^{20}	ASTM.D 1298	0,8856
viscosité à 40°C (cst)	ASTM.D 445	130,6
Viscosité à 100°C (cst)	" "	14,8
Indice de viscosité	ASTM.D 2270	114
Viscosité Engler (°E)	Convertion	10,8
Point éclair (°C)	ASTM.D 92	240
Point de Congélation (°C)	ASTM.D 97	-12
Point de feu (°C)	ASTM.D 92	257
Teneur en eau (%vol)	ASTM.D 95	0,02
Teneur en sédiment (%Pds)	ASTM.D 473	0,91
Carbon conradson (%Pds)	ASTM.D 189	0,57
T.AN. (mg koH/gr)	ASTM.D.664	3,6
T.B.N. (mg koH/gr)	ASTM.D 2896	00

Tableau N° 22: Caractéristiques de l'huile après attaque acide.

V.3.7/ La Neutralisation :

Après le traitement acide, l'huile contient encore des acides de différentes sortes, en particulier sulfonique ainsi qu'une partie d'acide sulfurique qui est réstée en suspension dans l'huile.

La Neutralisation a pour but de les transformer en sels .

les conditions opératoires de la neutralisation sont les suivantes:

-Volume de l'huile H_2 a neutralisée: 610 ml

-Volume de la solution de soude (7N) nécéssaires: 20 ml

-Température d'éxpérience (neutralisation) : 80° C

-Agitation continue : 100 tr/ mn

Le volume de la solution de soude (7N) nécéssaire pour la neutralisation a

..../...

été déterminé à l'aide d'un PH-mètre muni de deux électrodes, une de référence, l'autre de mesure .

L'huile neutralisée que nous avons noté (H_3) a subi une centrifugation pour éliminer les sels ainsi que l'eau formés par la neutralisation.

Une partie de l'huile (H_3) a été analysée, l'autre partie a subi un second (2ème passage à la terre .

Les résultats de l'analyse de l'huile (H_3) sont donnés dans le tableau N° 23

ANALYSES	NORMES	RESULTATS
Densité à 20 °C	ASTM.D. 1298	0,8848
Viscosité à 40 °C (cst)	ASTM. D. 445	143
Viscosité (cst) à 100 °C	" "	15,7
Indice de viscosité	ASTM. D 2270	112
Viscosité Engler (°E)	Conversion	10,6
Point éclair (°C)	ASTM. D. 92	230
Point de feu (°C)	ASTM. D. 92	255
Point de congélation (°C)	ASTM. D 97	- 9
T A N (mg KOH/gr)	ASTM. D. 664	0
T B N (mg KOH/gr)	ASTM. D. 2896	0
Teneur en eau (%V)	ASTM. D. 95	1,2
Teneur en sediment (%Pds)	ASTM. D 473	0,8
Carbone conradson (%Pds)	ASTM. D 189	0,54

Tableau n° 23: Caractéristiques de l'huile neutralisée (H_3)

V . 3.8 / Décoloration de l'huile (H_3) : (2ème passage à la terre)

Avec les mêmes paramétres optimumn que nous avons utilisés lors du premier passage à la terre de l'huile usée, nous avons procédé de même dans le second passage à la terre.

- Les conditions opératoires utilisées dans le second passage sont:
  - Qualité de terre : torba activée par HCl 5%
  - Quantité de terre: 200 g
  - Volume de l'huile (H_3) : 2000 ml
  - Température de contact : 60°C
  - Temps de contact : 90 mn
  - Agitation continue : 300 tr/mn

Aprés filtration et centrifugation, une partie de l'huile recueillie a été analysée, l'autre partie que nous avons noté (H_4) subira par la suite une distillation sous vide.

.../...

Les résultats de l'analyse de l'huile (H_4) sont donnés dans le tableau n° 24.

Analyses	Normes	Résultats
Densité à 20 °C	A.S.T.M D1298	0,8846
viscosité à 40 °C (cst)	A.S.T.M. D445	I20
Viscosité à IOO °C (cst)	" "	I3,8
Indice de viscosité	A.S.T.M D2270	III
Viscosité Engler (°E)	CONVERSION	IO,6
Point éclair (°C)	A.S.T.M D92	236
Point de feu (°C)	" "	252
Point de congélation (°c)	A.S.T.M D97	- 9
T A N (mg KOH/gr)	A.S.T.M D664	O
T B N (mg KOH/gr)	A.S.T.M D2896	O
Teneur en eau (%V)	A.S.T.M D95	0,7
Teneur en sediment(%Pds)	A.S.T.M D473	0,65
Carbone conradson	A.S.T.M D189	0,52

Tableau n° 24: Caractéristiques de l'huile aprés le second (2ème) passge à la terre.

Conclusion :

L'huile usagées brute aprés avoir subit les différents traitement (I° passage à la terre, traitement acide, neutralisation et un 2° passage à la terre), a été purifiée considérabelemnt, du fait que les caractéristiques de l'huile de départ (tableau n°04) ont été améliorées considérablement le long des différents traitement, ceci est bien vérifié en comparant les différents résultats d'analyse tableaux n° I8, n° 23, et n°24, avec les caractéristiques de l'huile de base S.A.E 30 qui elle est considérée comme une référence.

.../...

V.3.9 / La distillation sous vide:

L'huile H_4 (aprés filtration et centrifugation) a été traitée à la distillation sous vide dans les conditions opératoires suivantes:

- Charge : 1276 g
- Pression : 20 torr
- Domaine de température : 80 - 430 °c
- Intervalle de température : 50°C (pds)
- Taux de reflux : 5
- Vitesse de chauffe : 0,2 °C / mn
- Chaleur transmise à la charge : 50 %
- Température du crystat superieur : - 30 °C
- " " inférieur : 0 °C

Enfin de distillation nous avons receuillies 06 fractions plus un résidu. Les résultats corréspondants sont les suivants:

- Masse de distillat : 547 g
- Masse du résidu : 275 g
- Masse des pertes : 43 gr
- Pourcentage en poids des pertes : 3,36 %
- Rendement en distillat : 75 % en Poids

Schéma de l'appreil de distillation sous vide Fig 7.

V.3.9. I / Détermination du %(pds), la densité, l'indice de réfraction et le point d'aniline:

Les résultats sont donnés dans le tableau n° 25:

Fraction N°	intervalle de température (°C) à 10 atm	% Pds	d_4^{20}	n_d^{20}	P.A.(°c)
I	180 - 245	5,25	0,8423	1,4672	95
2	254 - 305	3.92	0,8432	1,4680	97
3	305 - 365	7,68	0,8530	1,4722	105
4	365 - 420	6,89	0,8588	1,4745	108
5	420 - 475	32,52	0,8656	1,4781	110
6	475 - 485	18,80	0,8679	1,4797	112
Résidu	> 485	21,55	0,8950	-	-

Tableau n° 25: Détermination du % pds, n_d^{20}, d_4^{20}, et PA des fractions receuillies aprés distillation sous vide.

V.3.9.2 / Détermination des tendances des fractions receuillies:

Les résultats sont donnés dans le tableau n° 26 :

.../...

Fraction n°	COMPOSITION		
	% C_A	% C_N	% C_p
I	4,6	I7,6	77,8
2	4,3	I6,2	79,5
3	I,6	I4,I	84,3
4	0,3	I4,0	85,7
5	0,2	I3,I	86,7
6	0,9	II,6	88,2

Tableau n° 26 : Composition en paraffine , en aromatique et en naphténe des fractions receuillies

V.3.9.3 / Détermination du Kuop des fractions receuillies:

Les résultats sont donnés dans le tableau n° 27:

Fraction N°	$S_p\ Gr^{60}_{60}$	température moyenne volumétrique		Kuop
		°C	°R	
I	0,8476	215	878,7	II,3
2	0,8485	275	986,7	II,7
3	0,8576	335	IOI4,7	I2,0
4	0,8634	392,5	II98,2	I2,3
5	0,8702	447,5	I297,2	I2,5
6	0,8725	480	I355,7	I2,7

Tableau n° 27 : Détrmination du Kuop des fractions receuillies.

D'aprés les tableaux n° 27, et n°8, nous remarquons que la première fraction à une tendance naphténique, les fractions 2,3 et 4 ont une tendance naphteno- paraffinique par contre les deux dernières fractions, nous pouvons dire qu'elles ont une tendance purement paraffinique.

Donc, nous voyons bien que les valeurs du Kuop et celles calculées par la méthode n.d PA, traduisent bien les tendances déduites de chaques fraction à l'exception des deux prémières .

Les caractéristiques des fractions receuillies aprés distillations sous vide sont données dans le tableau n°28 :

Fraction N° / caractéristiques	I	2	3	4	5	6	Résidu
Densité à 20°C	0,8423	0,8432	0,8530	0,8588	0,8656	0,8679	0,8950
Viscosité à 40 °C (cst)	7,9	8,I	I7,5	30	29,9	60	69,9
Viscosité à I00 °C (cst)	2,3	2,3	3,8	5,2	5,I	8,2	9,I
Indice de viscosité	85	96	99	I00	I00	I02	I02
Viscosité Engler à 50°C (°E)	I,5	I,5	2,I	2,5	4,6	5,5	6,I
Point éclair(°C)	I02	I39	I70	I88	204	2I0	2I4
Point de feu (°C)	II7	I54	I85	203	2I9	226	23I
Point de congélation (°C)	- 6	- 9	- II	- I2	- I3	- I3	- I4
Teneur en sediment (% pds)	0,002	0,005	0,008	0,007	0,006	0,008	0,008
Carbone conradson (% Pds)	0	0	0,002	0,005	0,004	0,004	2

Tableau nº 28: Caractéristiques des fractions recueillies.

Nous devons cependant noter que l'indice totale d'acide(de base), ainsi que la teneur en eau de toutes les fractions issues de la distillation sous vide sont nuls,et ceci montre d'une part,que la neutralisation de l'huile traitée à l'acide sulfurique a été menée dans de trés bonnes conditions et d'autres part la disparition totale de l'eau.

V.3.10 / Identification des fractions issues de la distillation sous-vide:

Nous avons éssayé d'identifier les six fractions issues de la distillation sous vide ,en comparant leurs caractéristiques avec celles des huiles de base que nous rencontrons dans les industries de fabrication des huiles Lubrifiantes finies.

Nous donnons çi-dessous un tableau des différentes huiles de base et leur caractéristiques,ainsi que celles du gas-oil (TABLEAU N°29)

uits	d 15/4	viscosité à I00 °C (cst)	indice de viscosité	Point éclair (°C)	point de congélati (°C)	carbone conradson (%)	couleur A.S.T.M	T.A.N. mgKOH/g
-oil	0,8I0-0,890	-	-	I20	-7 . -I0	-	5	0
e de SAE I0	0,853-0,865	5 - 6	I00	I90	- I8	0,05	I	0,03
e de SAE30	0,865-0,876	9,6 -I2	95	230	- I5	0,I0	2- 3	0,03
de dle	0,830 -0,860	3 - 3,5	96	I70	- I8	0,05	0,5	0,03

.../..

Tbleau n° 29: Caractéristiques des huiles, ainsi que du gas-oil

Commentaire: D'aprés les résultats des tableaux n°28 et n°29 nous aboutissons à la conclusion suivante:

a) La fraction n°I peut être confondue à un gas-oil, du fait que ses caracteristiques sont proches de ce dernier excepté l'indice de viscosité.

b) La fraction n°2 peut également être confondue à un gas-oil, du fait que ces caracteristiques sont proches de ce dernier excepté son indice de viscosité et son point éclair.

c) La fraction N°3, quand à elle, ~~peut~~ peut être confondue à une huile de base S.A.E 10, du fait que ses caracteristiques son proches de cette dernière, excepté son point éclair ainsi que son point de congélation.

d) La fraction n°4 peut être confondue de même à une huile de base S.A.E 10 du fait que ses caracteristiques sont proches de cette dernière, excepté son point d'écoulement ainsi que sa couleur A.S.T.M .

e) La fraction n°5 peut être confondue au mélange des huiles de bases S.A.E 10 et S.A.E 30.

f) La fraction n°6 peut être confondue à l'huile de base S.A.E 30, car ses caracteristiques sont proches de cette dernière excepté son point éclair.

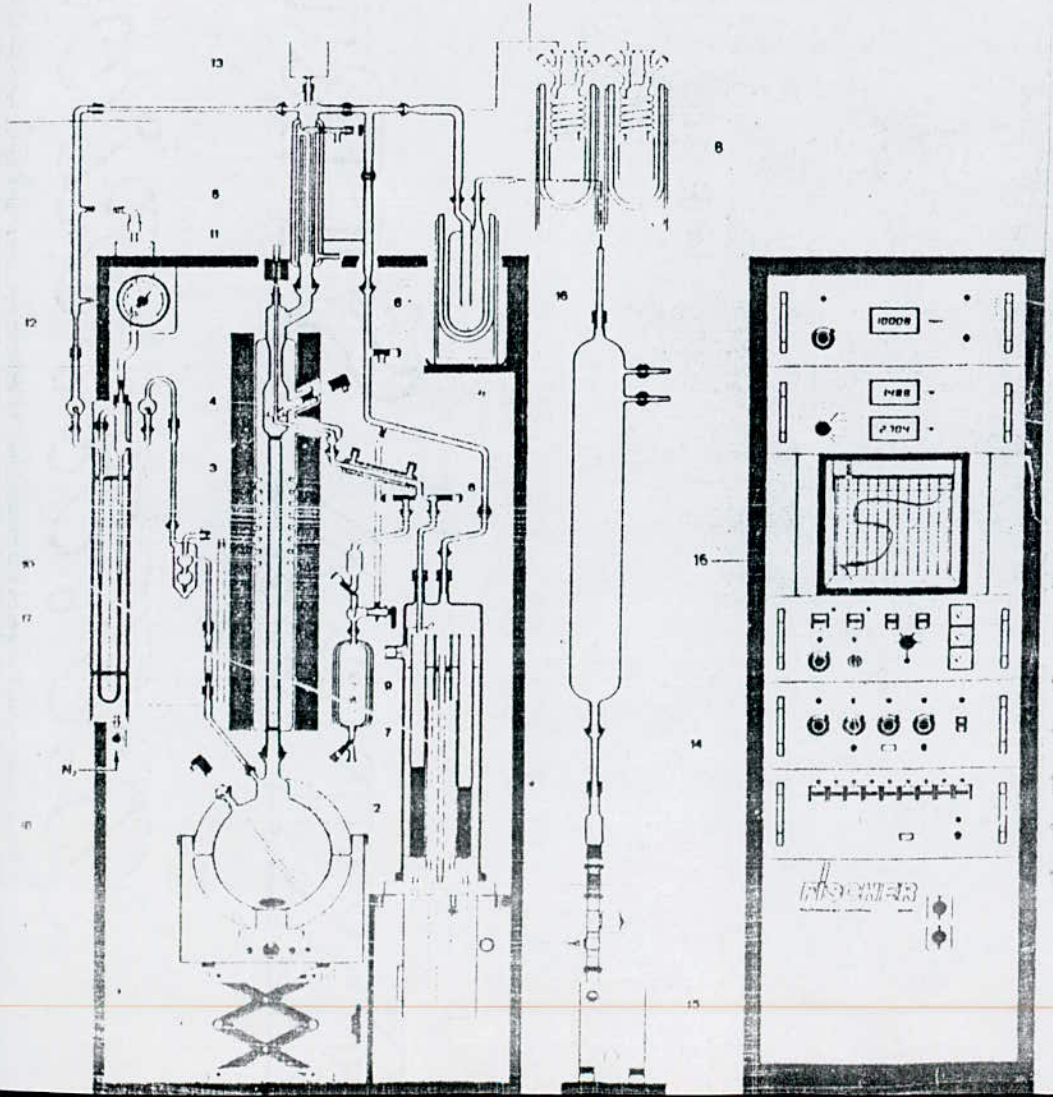
En résumé, un traitement correcte des propriétés (point éclair, point d'écoulement, ...etc) peut faire des fractions :

- n°I et n°2 un gas-oil .
- n°3 et n°4 une huile de base S.A.E IO .
- n°5 et n°6 une huile de base S.A.E 30 .
- Le résidu comme goudron ou comme charge de craking thermique ou catalytique.

.../...

LABSO
Laboratory Supply Company
Ollmann & Co. KG

FISCHER



Légende dessin
AUTODEST modèle 800

1. bain chauffant à chemise isolante
2. alambic 6 l
3. colonne de garnissage
4. chemise chauffante de compensation
5. condensateur principal à triple chemise
6. réfrigérant de distillation à triple chemise
7. collecteur de fractionnement
8. réfrigérant de gaz
9. récipient de distillat à triple chemise
10. manomètre de pression différentielle
11. Δp-transducer
12. manomètre de contrôle
13. jauge de mesure de vide
14. récipient tampon à vide
15. pompe à vide
16. armoire de contrôle automatique de distillation
17. kryostat
18. kryostat

Fig 7.

.3.11/ ANALYSE A L'INFRAROUGE DES FRACTIONS RECUEILLIES LORS DE LA DISTILLATION

ESSENCE (15)

Fraction n° 1

Longueur d'onde (cm^{-1})	Corps qui ont pu être identifiés	
	Alcools, phénols	DIVERS
	" "	
	" "	
	" "	
	" "	
	" "	
	" "	
	Aldehydes	
	"	
	Composés nitrés (tertiaire)	
	Lactons , β , γ, insaturés	
	" " " "	
	Acides , anhydriques cycliques saturés	
	" " " "	
	" " " "	
	Acides anhydriques , α , β , insaturés	
	" " " "	
	Acides anhydriques aromatiques	
	" "	
	" "	

Aldéhydes α, β, γ, insaturés aliphatiques aromatiques

" " " "

" " " "

" " " "

" " " "

" " " "

" " " "

Alcènes mono-substitués

" "

Amides acides primaires

" " "

COMPOSES NITRES α - halide

" "

Composés nitrés primaires et secondaires

Composés nitrés tertiaires

" "

Composés nitrés insaturés

" "

" "

Alcanes

Alcènes mono-substitués

Alcanes

"

Alcanes

Composés sulfoniques

"

Alcènes

Alcènes disubstitués (cis)

Alcènes trisubstitués

Nitrites (cis)

Thiophènes

"

Commentaire: ON A CONSTATÉ QUE LES DIFFÉRENTS SPECTRES INFRAROUGE DE NOS SIX FRACTIONS ISSUES DE LA DISTILLATION SOUS-VIDE ÉTAIENT PRESQUE IDENTIQUES, ON EN DÉDUIT QUE CES DERNIÈRES ONT LA MÊME COMPOSITION.

PAR AILLEURS, POUR POUVOIR TIRER DES CONCLUSIONS DES SPECTRES INFRAROUGE DE NOS SIX ÉCHANTILLONS ISSUES DE LA DISTILLATION SOUS-VIDE, IL FALLAIT QU'ON LES COMPARE AU SPECTRE DE L'HUILE DE BASE (RÉFÉRENCE) QUI, MALHEUREUSEMENT N'A PAS PU ÊTRE FAIT A CAUSE DE L'INDISPONIBILITÉ DE CETTE DERNIÈRE (HUILE DE BASE)

CONCLUSION

La premiére constatation qu'on peut suggérer dans le travail que nous avons effectué, est l'importance capitale du "premier passage à la terre", qui s'explique par l'élévation du rendement en distillat recueilli lors de la distillation sous vide; ce rendement étant de l'ordre de 75 % (en poids) est nettement supérieur à celui trouvé lors de la distillation sous vide sans "premier passage" à la terre "(9), qui était de l'ordre de 54 %.

D'autre part, l'étude de notre travail nous à permis d'optimiser les paramètres essentiels (qualités et quantités de terre, temps optimum, ...ect) qui sont en relation directe avec les différentes étapes du procédé de régénération acide-terre de l'huile usagée.

Une étude plus poussé, serait l'évaluation de la teneur en métaux des six fractions que nous avons receuillies, qui malheureseument n'a pas pu être analysée par nous, cela est du à l'indisponibilité de l'appreil "TORCHE à plasma" de l' S.N.T.F.

Les inconvénient majeurs qu'on a rencontré lors de notre travail sont surtout, l'activation chimique de la bentonite ainsi que son lavage, qui demandent un temps énorme.

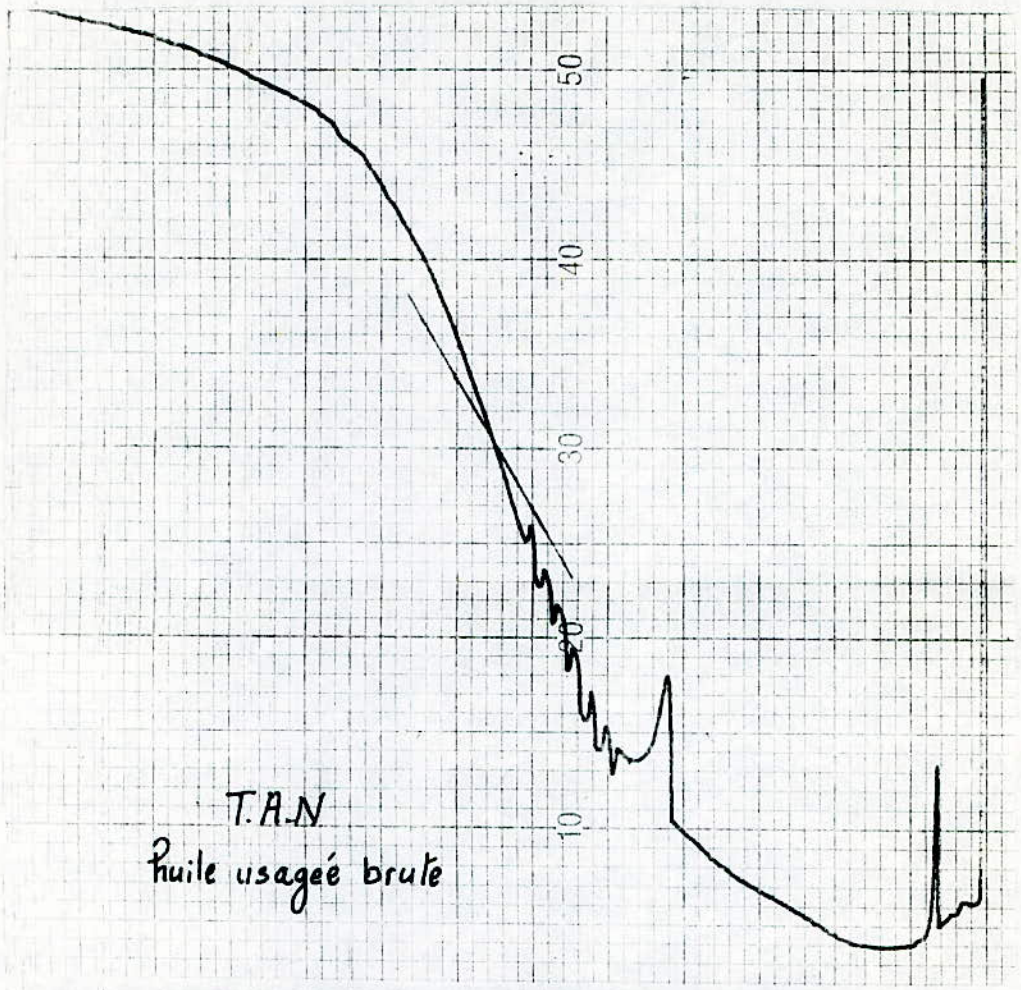
Par ailleurs, la détermination des paramètres optimums ((qualité, et quantité de terre, ...ect) lors du premier passage à la terre nous a été trés difficile, du fait qu'il était impossible de les dégager à l'aide du colorimètre (notre huile usagée était toujours de couleur noire, aprés le "premier passage à la terre); il à fallu faire apnel aux caractéristiques les plus importantes de l'huile usagée, et les comparées à chaque fois à celles de l'huile de base SAE 30 référence qui sont déjà connues.

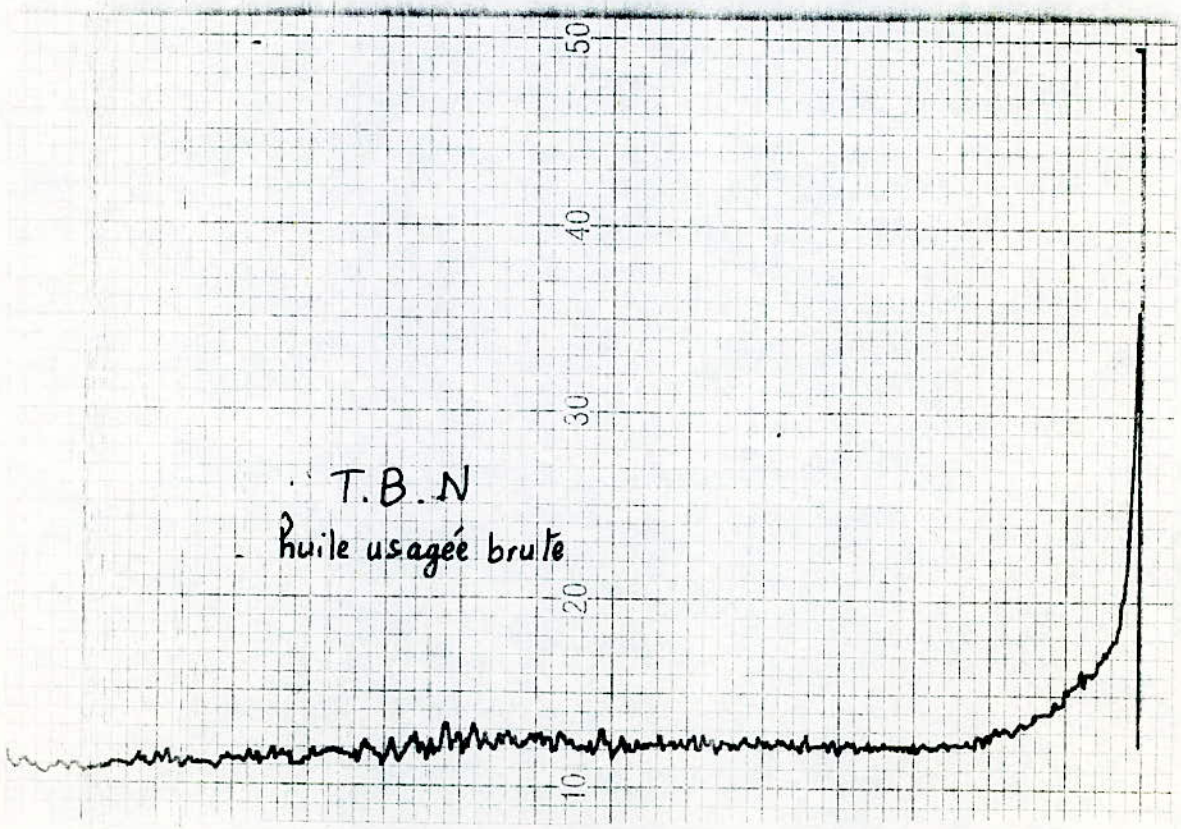
C'est seulement aprés la dernière étape (distillation sous vide) que nous pouvons dire qu'il y a une nette amélioration des paramétres de l'huile usagée brute, l'utilisation de la terre décolorante comme traitement de finition des fractions receuillies aurait été trés fructueuse.

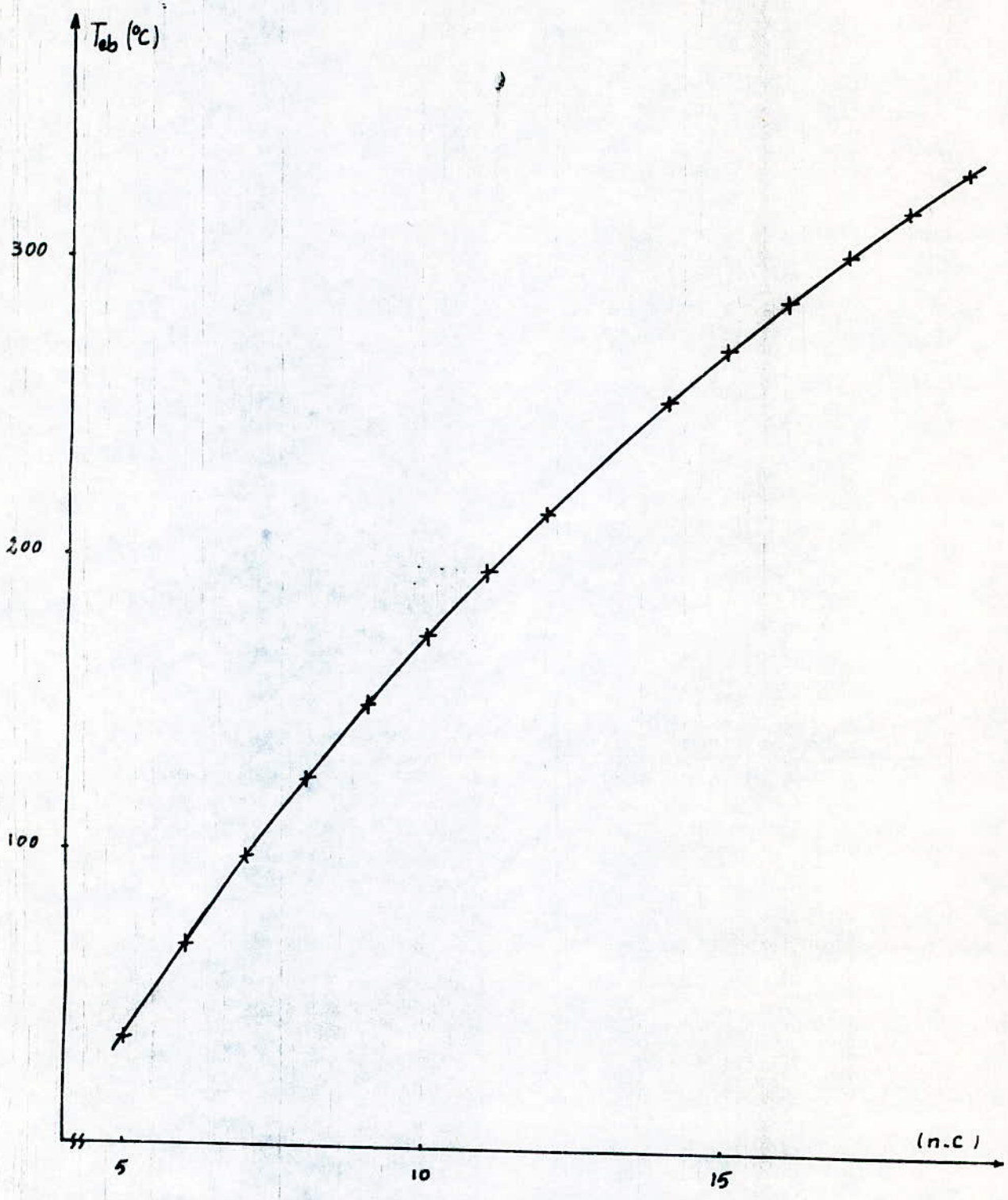
Dans notre pays la perspective de faire une régénération des huiles usagées est trés intéréssante puisque d'une part elle permet de diminuer le budjet affecté à l'importation des huiles et d'autres part l'utilisation du procédé acide-terre, particuliérement peut se réaliser du fait que nous ne manquons ni des produits chimiques, qui se fabrique dans notre pays, ni de terre.

.../...

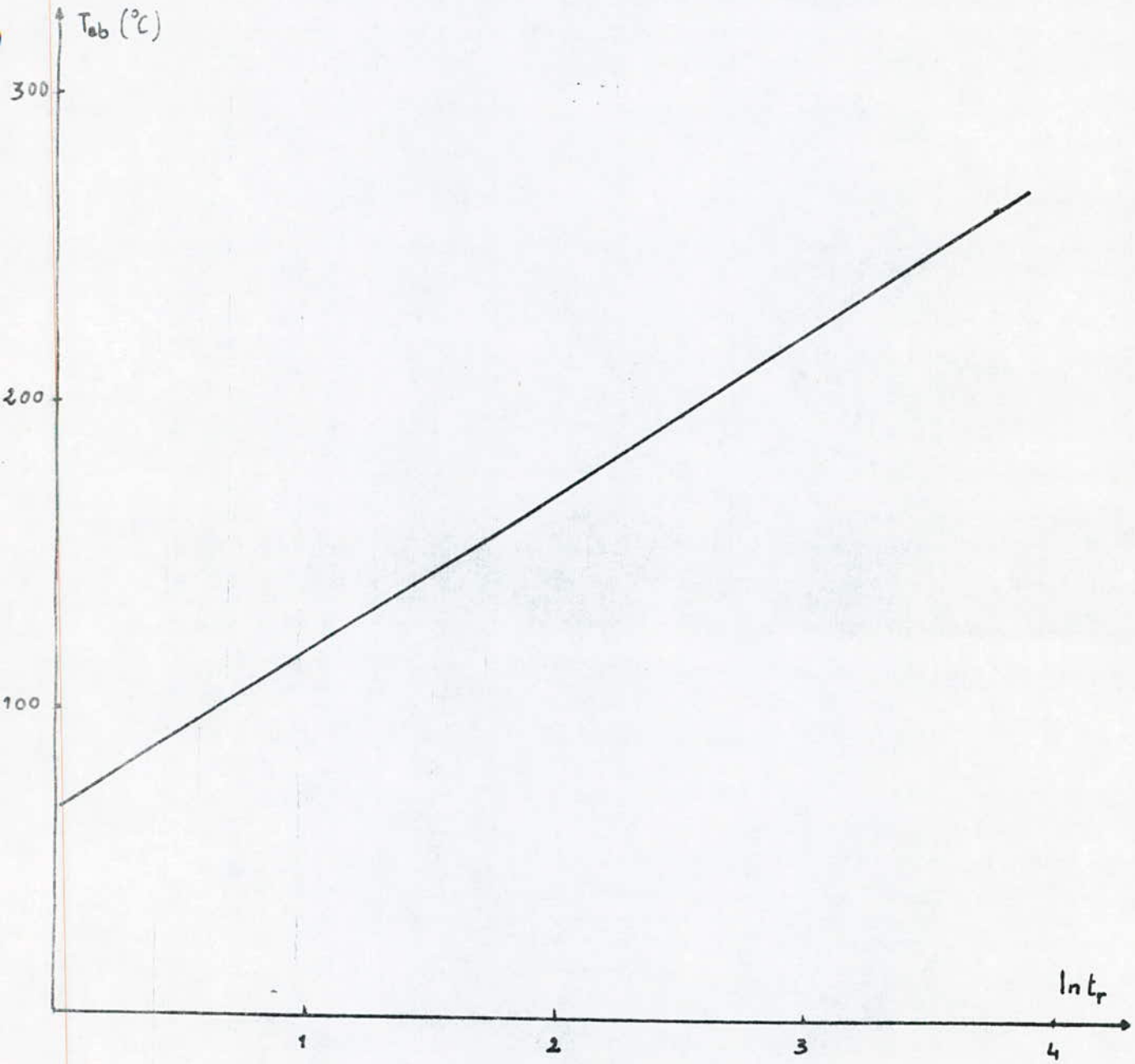
ANNEXE


50
40
30
20
10
T.A.N
huile usagée brute

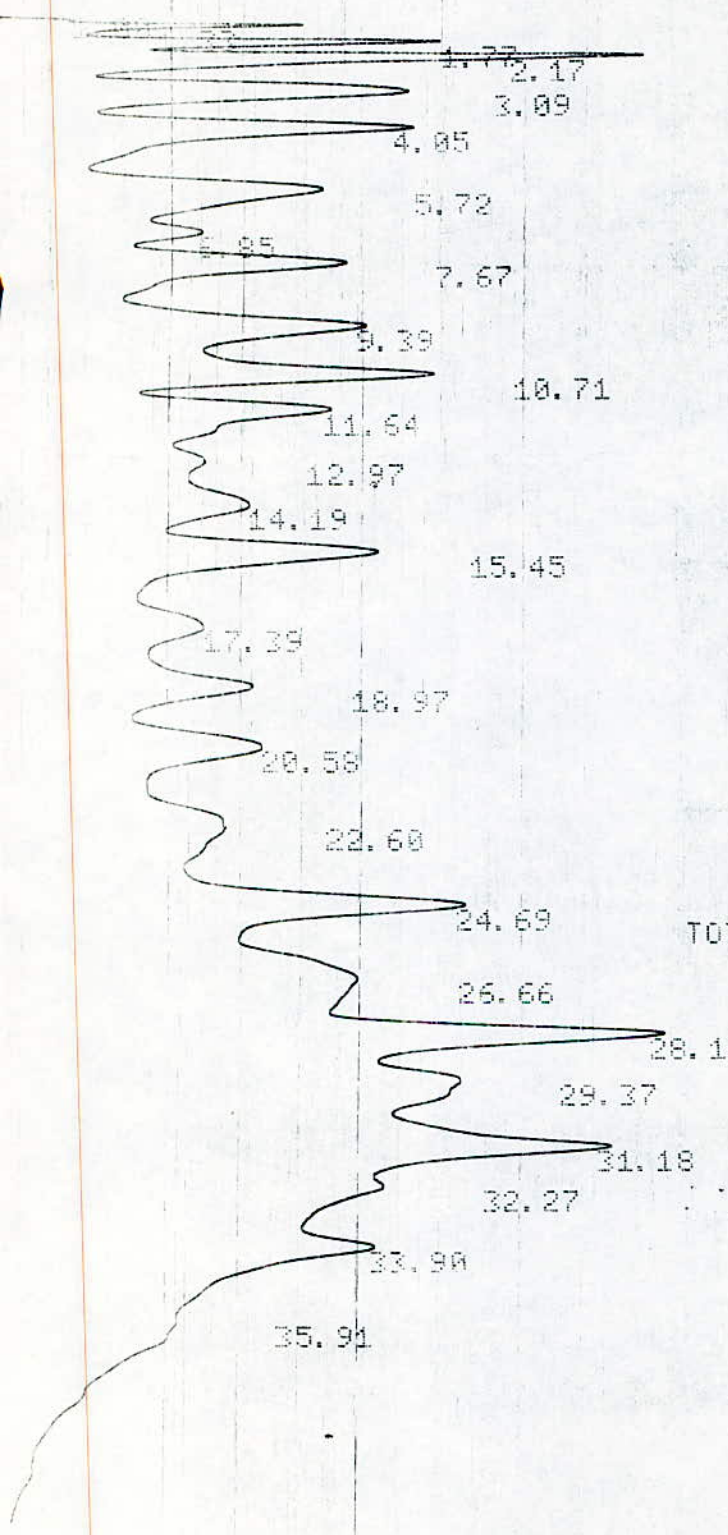

50
40
30
20
10
T.B.N
huile usagée brute



Courbe donnant la température d'ébullition
en fonction du nombre d'atome
de carbone des n. paraffines.



Droite moyenne représentant $T_{eb} = f(\ln t_r)$



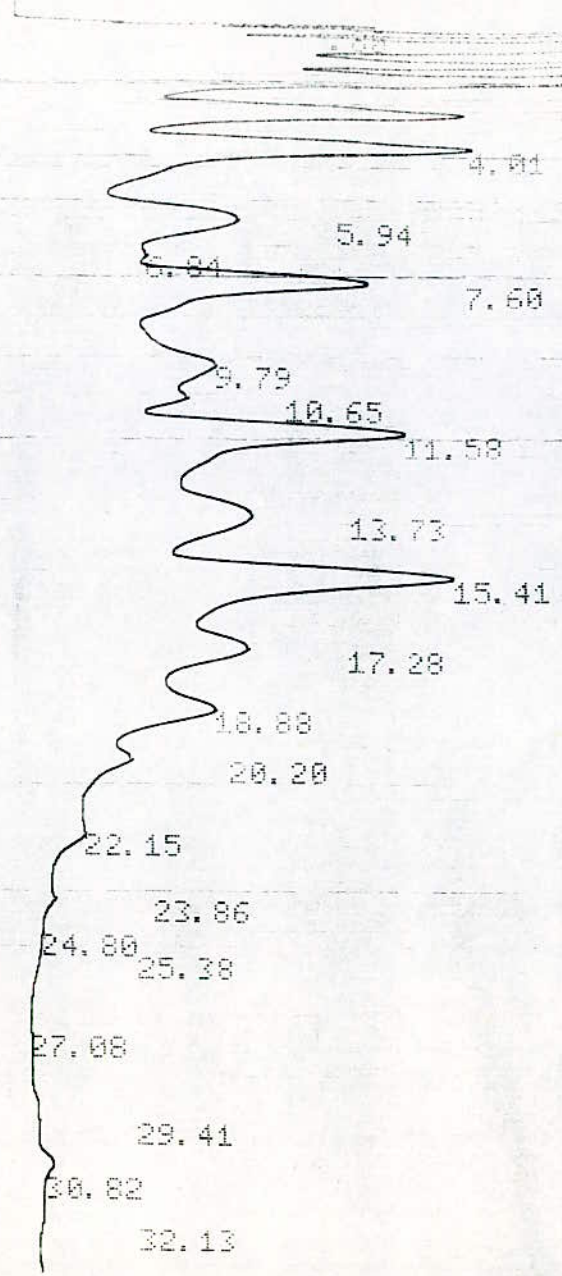
SECT 24 14:49:30

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.01	1.	2564	02
2	0.793	1.33	202438	02
3	1.245	1.77	317664	02
4	2.519	2.17	642548	02
5	2.879	3.09	734592	02
6	3.619	4.05	923205	02
7	3.465	5.72	883937	02
8	1.405	6.85	358573	02
9	3.493	7.67	891177	02
10	3.872	9.39	987739	02
11	3.592	10.71	916515	02
12	3.596	11.64	917554	02
13	1.857	12.97	473689	02
14	3.431	14.19	875347	02
15	4.408	15.45	1124733	02
16	2.713	17.39	692230	02
17	3.317	18.97	846224	02
18	3.734	20.58	952575	02
19	4.088	22.6	1043013	02
20	5.679	24.69	1448833	02
21	6.436	26.66	1642026	02
22	6.32	28.17	1612294	02
23	6.041	29.37	1541142	02
24	8.157	31.18	2081052	02
25	4.592	32.27	1171599	02
26	5.861	33.9	1495246	02
27	2.879	35.91	734487	03
TOTAL	100.		25512996	

Fraction N° 1

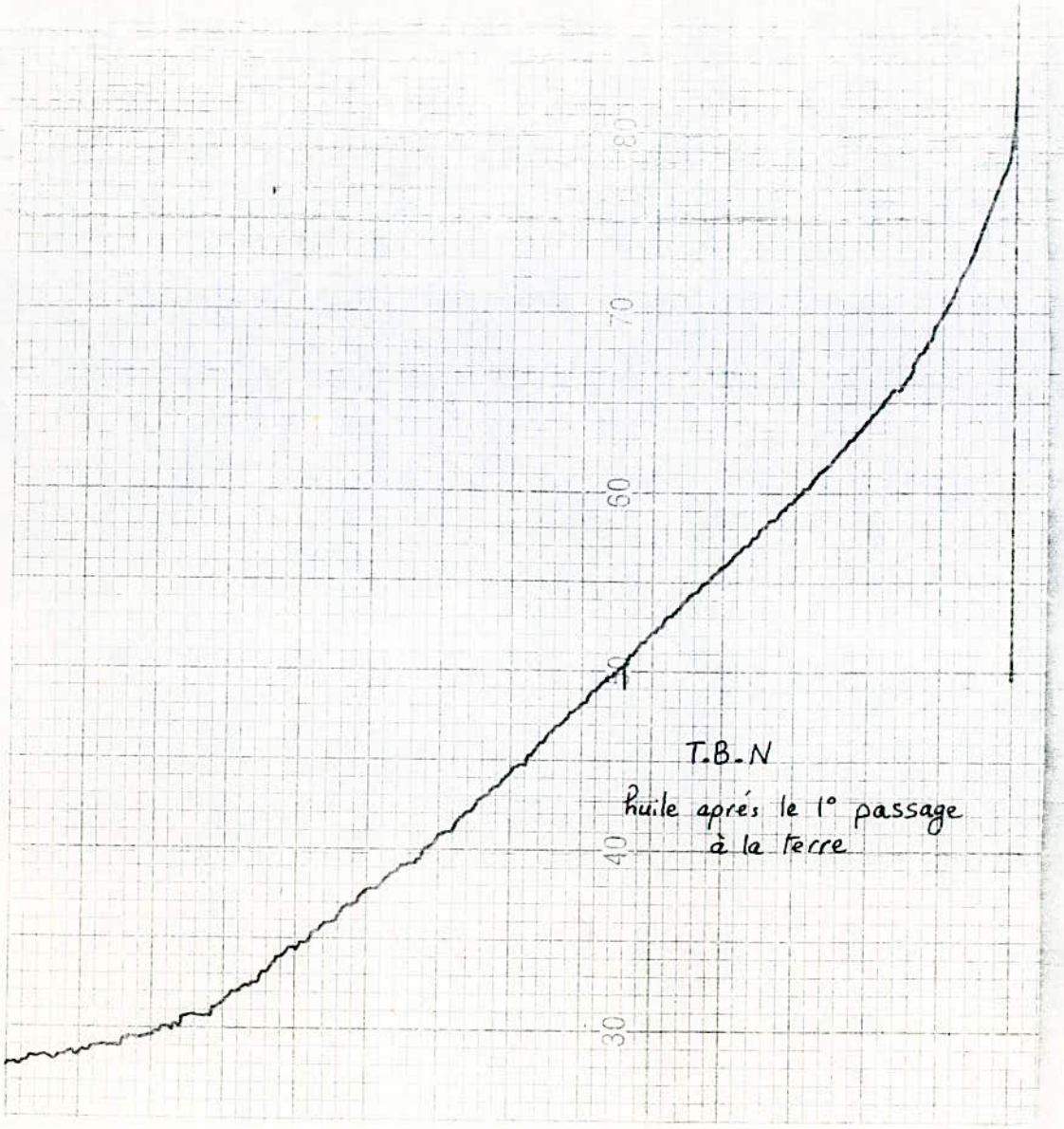
Huile issue de la distillation fractionnée

(Sans passage à la terre)

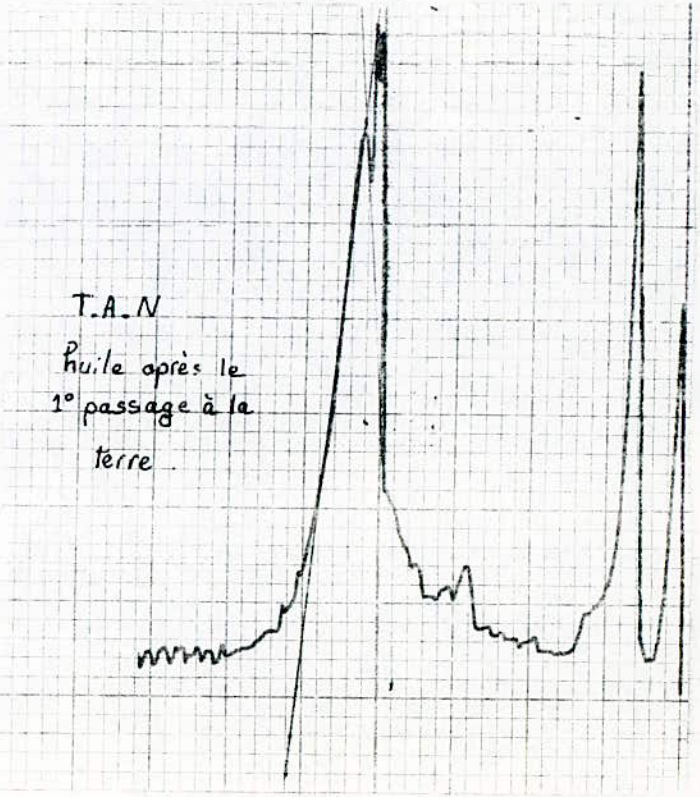


PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.594	0.8	74130	02
2	2.513	0.96	313780	02
3	1.552	1.19	193803	02
4	5.417	1.32	676515	02
5	3.685	1.75	460179	02
6	7.159	2.15	894128	02
7	5.395	3.1	673757	02
8	7.677	4.01	958740	02
9	5.023	5.94	627257	02
10	1.119	6.84	139803	02
11	7.265	7.6	907333	02
12	5.924	9.79	739848	02
13	2.033	10.65	253867	02
14	9.315	11.58	1163345	02
15	7.573	13.73	945767	02
16	10.75	15.41	1342589	02
17	5.925	17.28	739959	02
18	5.242	18.88	654655	02
19	2.58	20.2	322229	02
20	1.924	22.15	240229	02
21	0.54	23.86	67432	02
22	0.126	24.8	15708	02
23	0.096	25.38	11983	03
24	0.002	27.08	254	02
25	0.14	29.41	17423	02
26	0.354	30.82	44199	02
27	0.079	32.13	9809	03
TOTAL	100.		12488721	

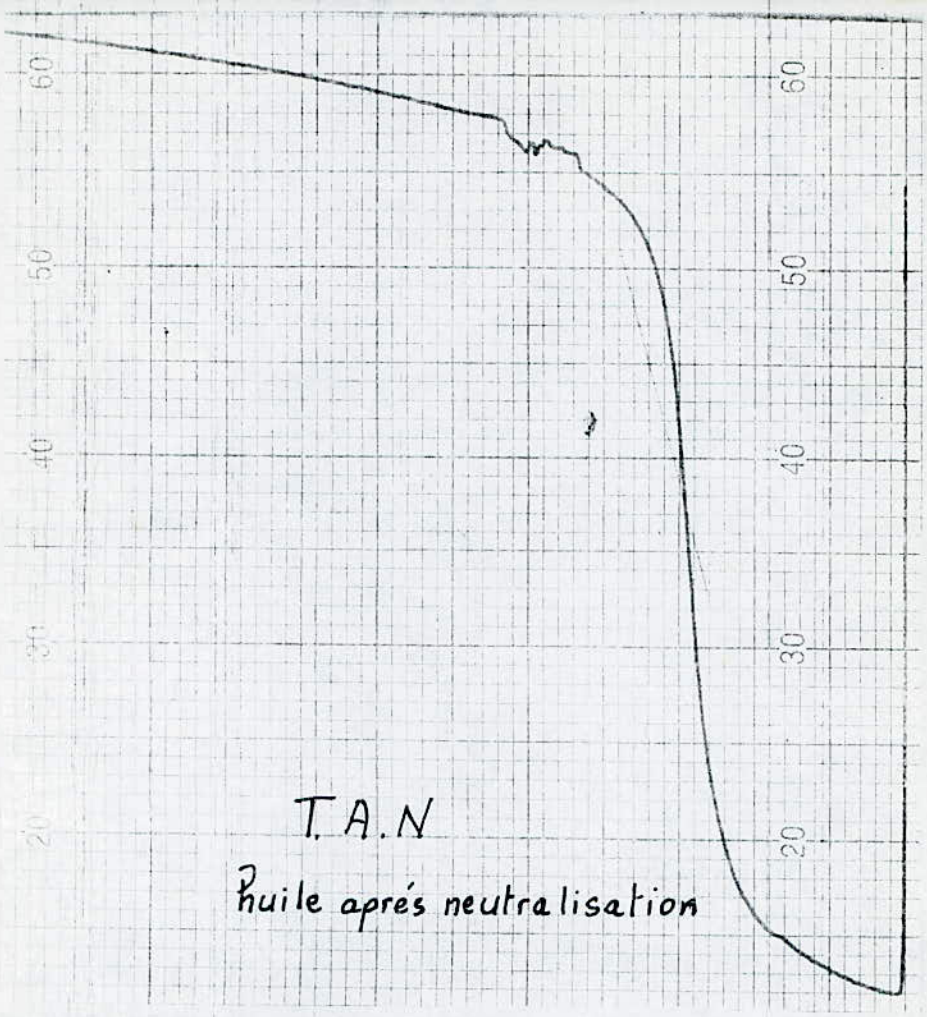
F.N°2 : Huile issue de la distillation fractionnée (après passage à la terre)



T.B.N
huile après le 1° passage à la terre

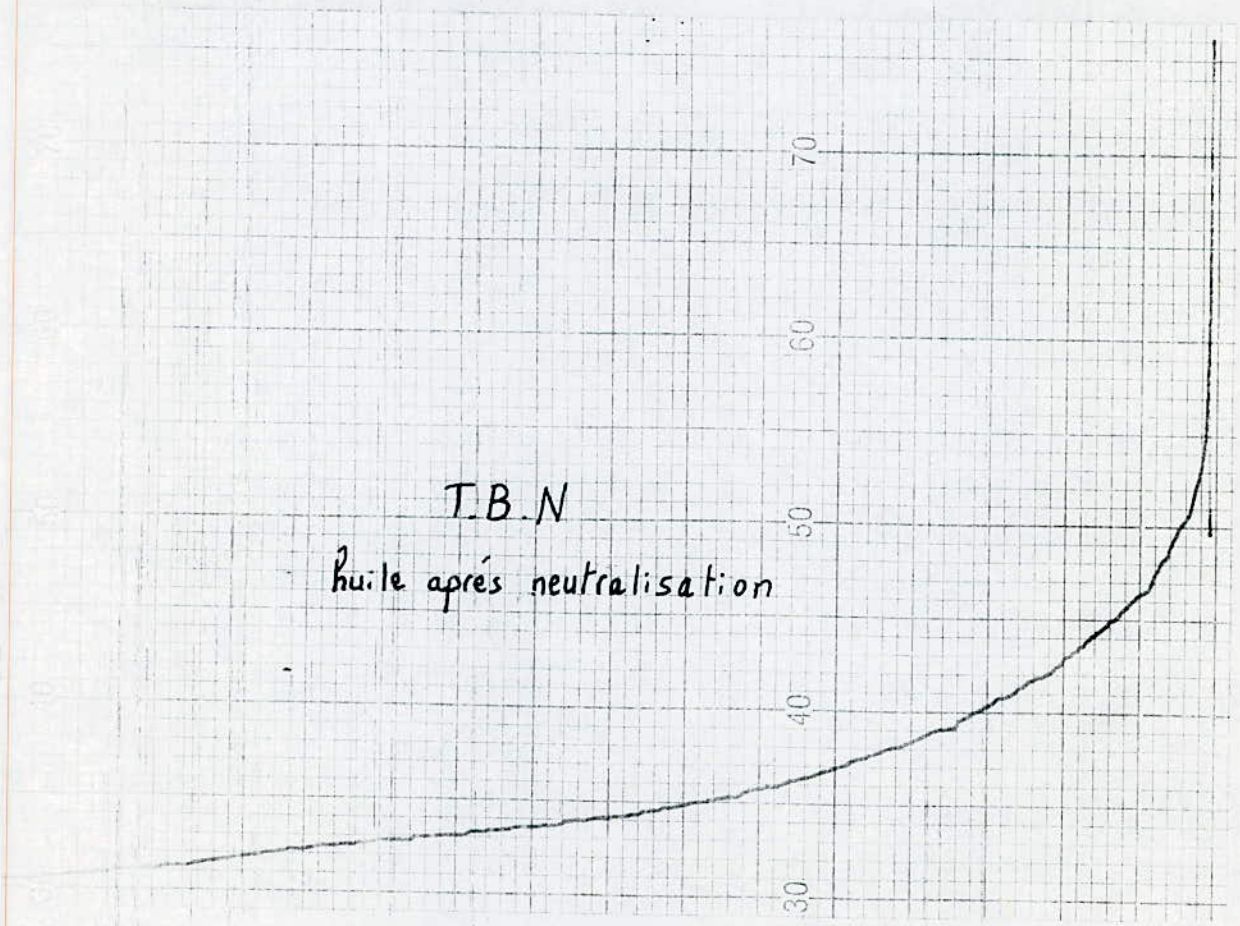


T.A.N
huile après le 1° passage à la terre



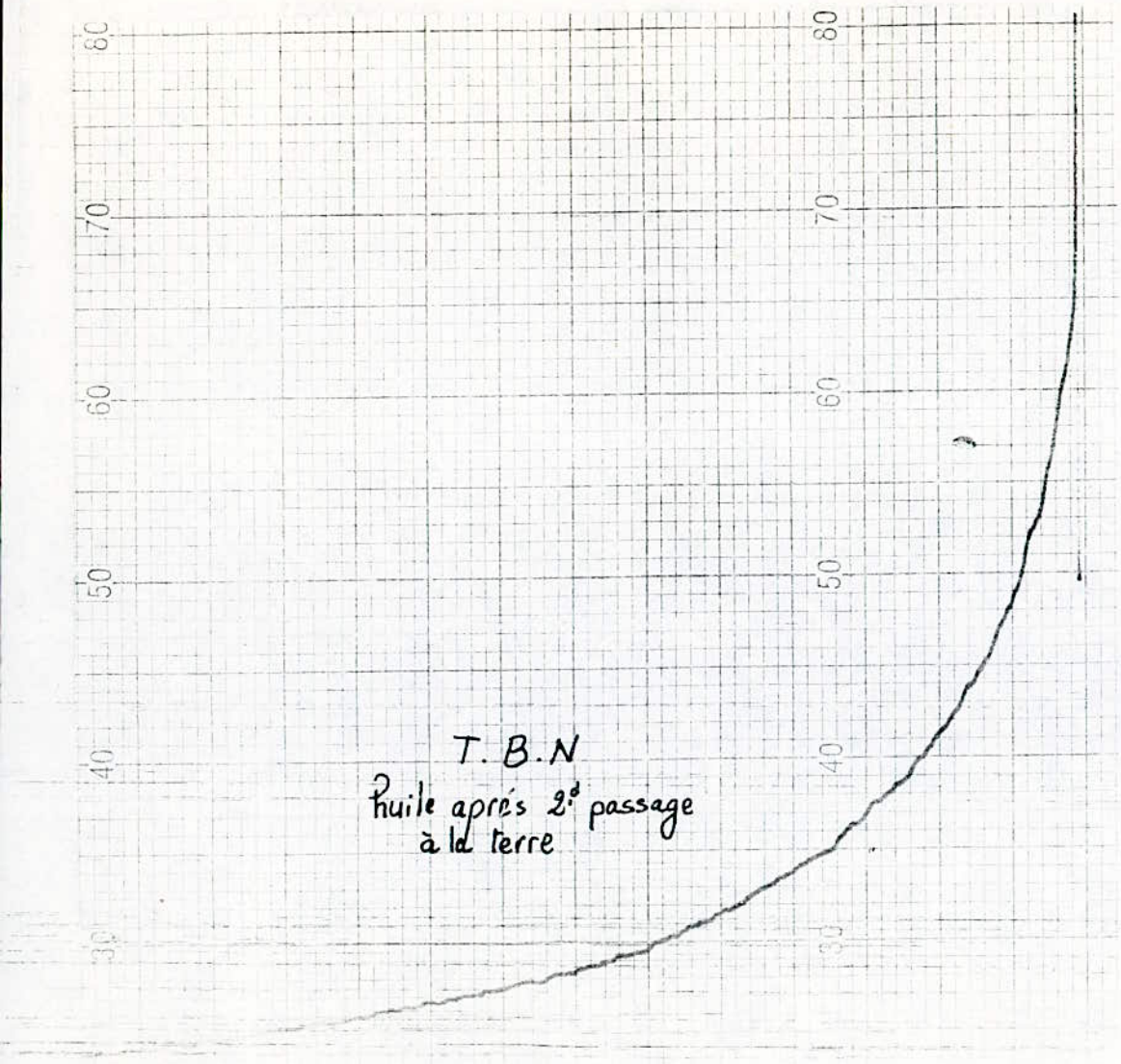
T.A.N

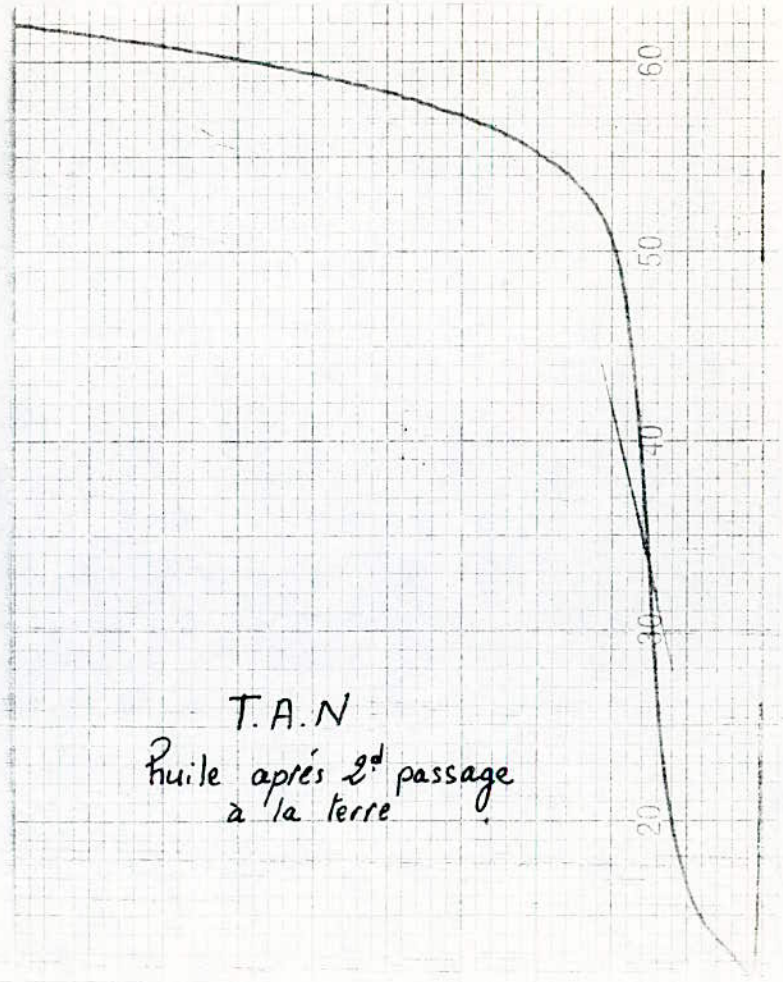
huile aprés neutralisation

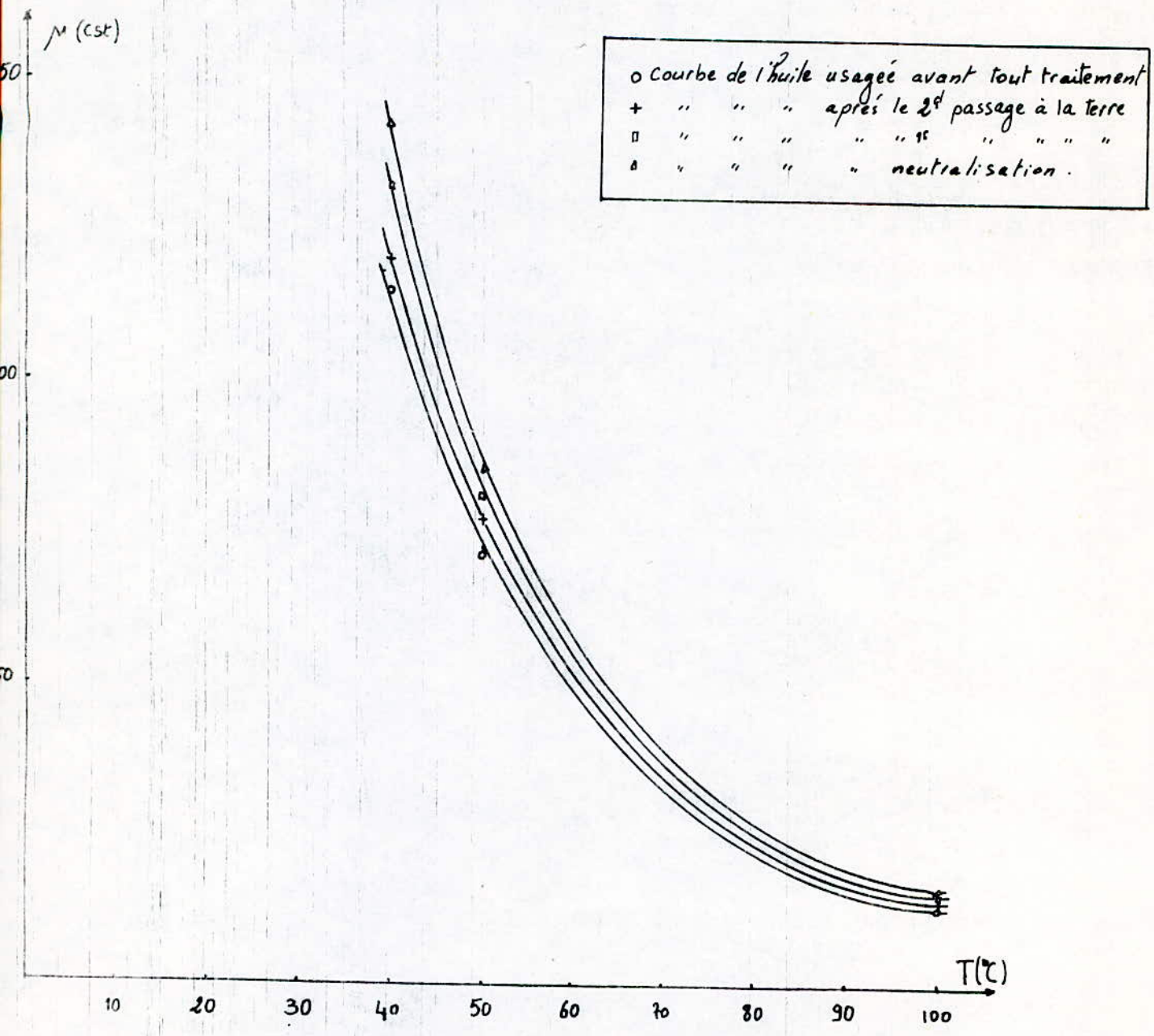


T.B.N

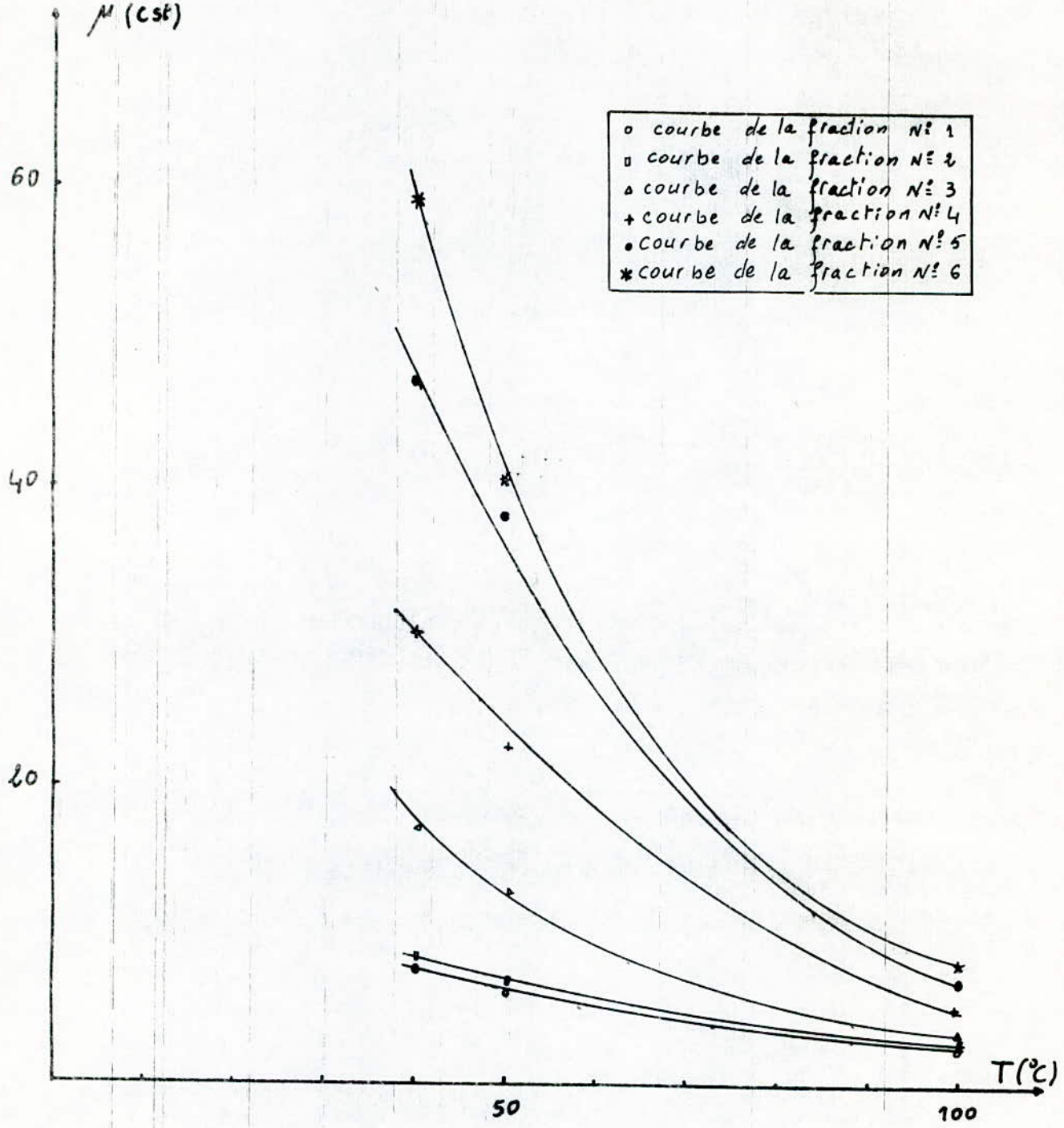
huile aprés neutralisation


T. B. N
Huile aprés 2d passage
à la terre

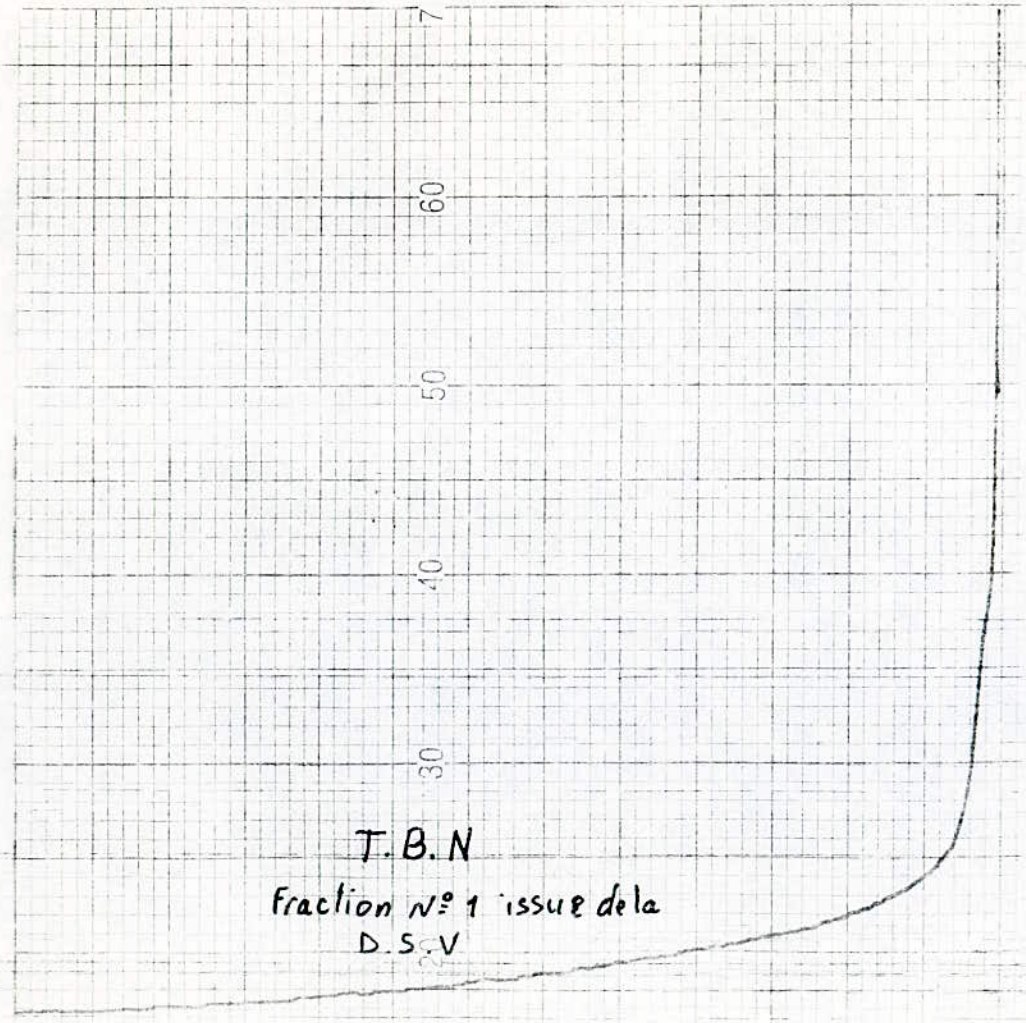

T. A. N
Huile aprés 2d passage
à la terre



: Variation de la viscosité en fonction de la température de l'huile usagée brute, et après chaque traitement

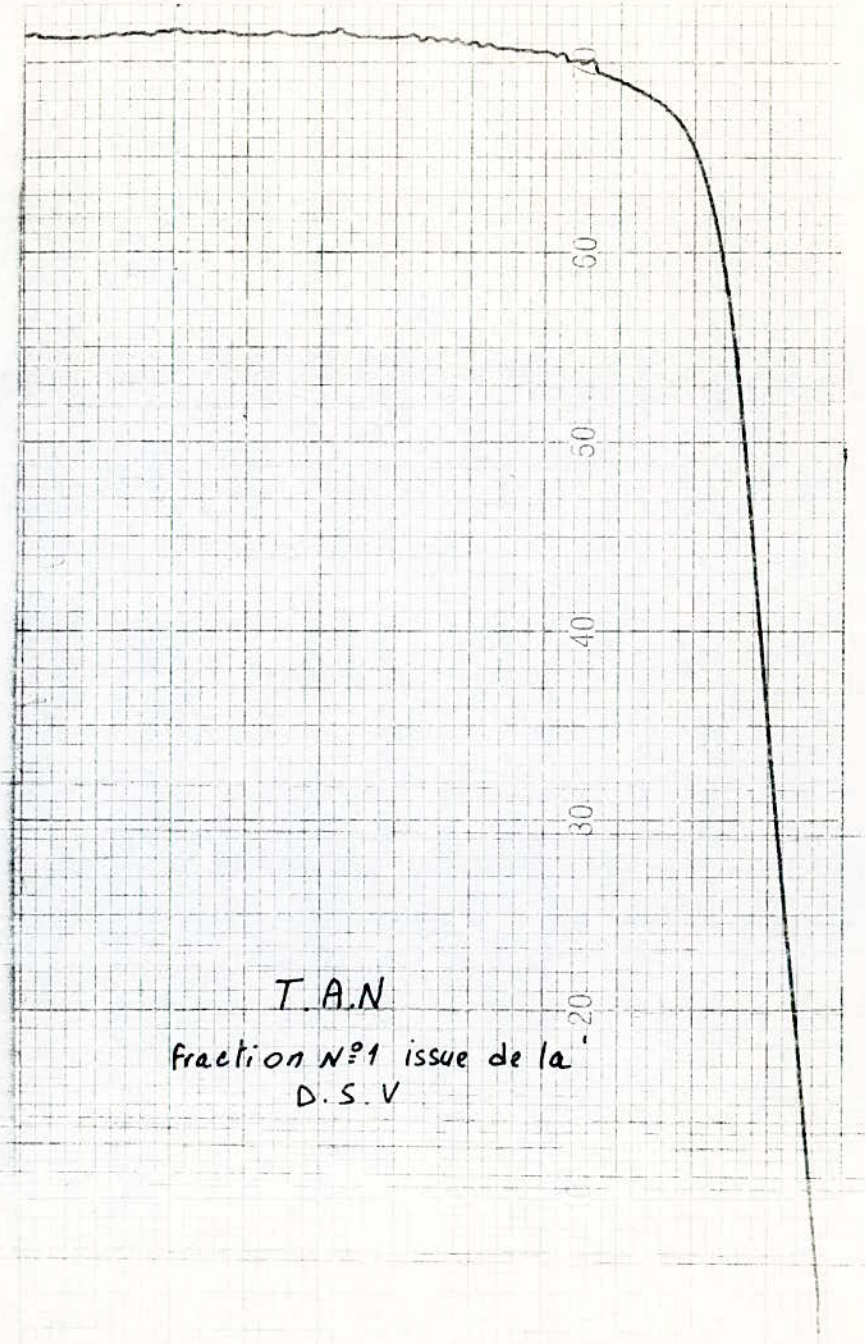


Variation de la viscosité en fonction de la température
pour les différents fractions recueillies
après distillation sous vide



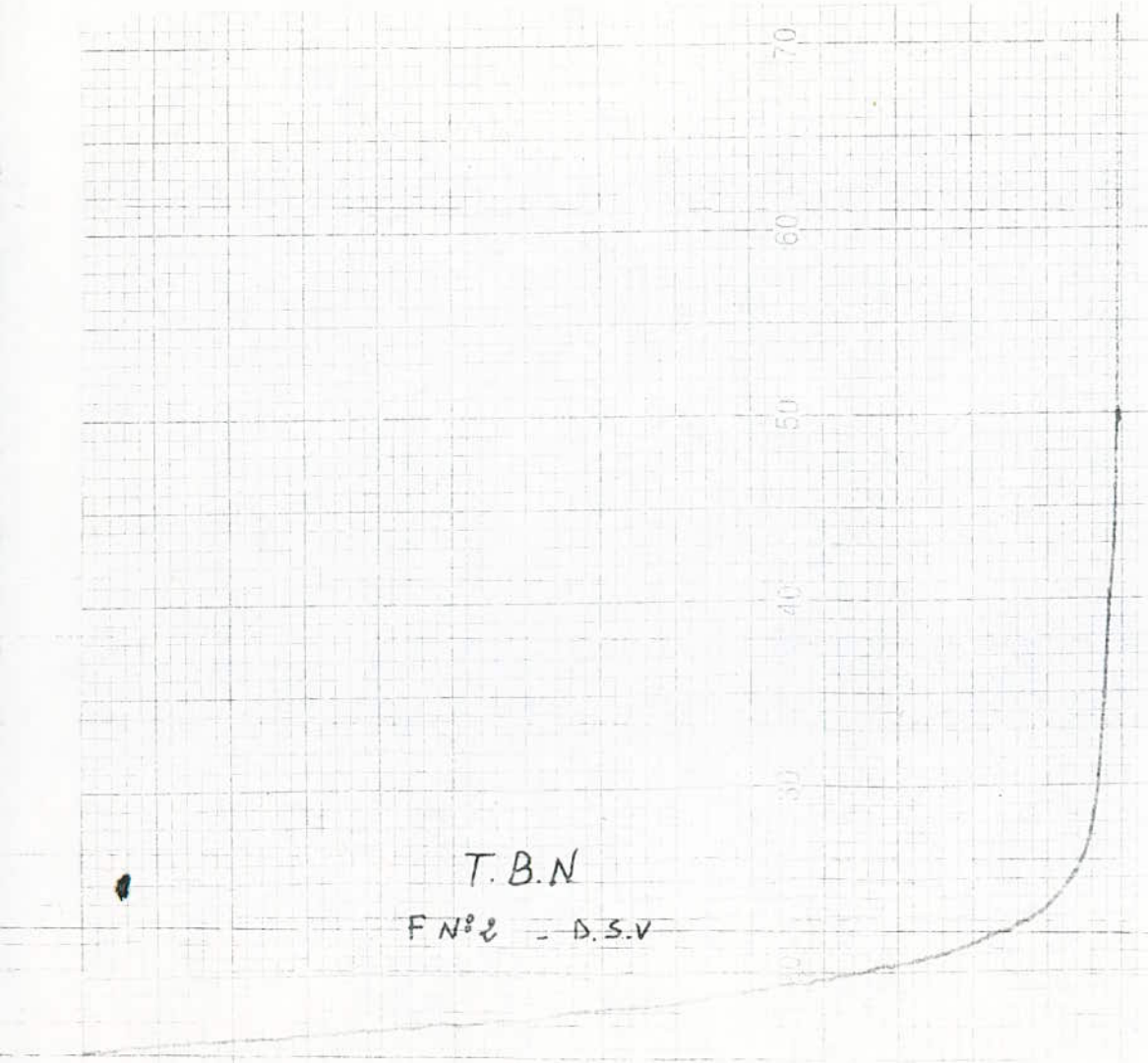
T.B.N

Fraction N° 1 issue de la D.S.V

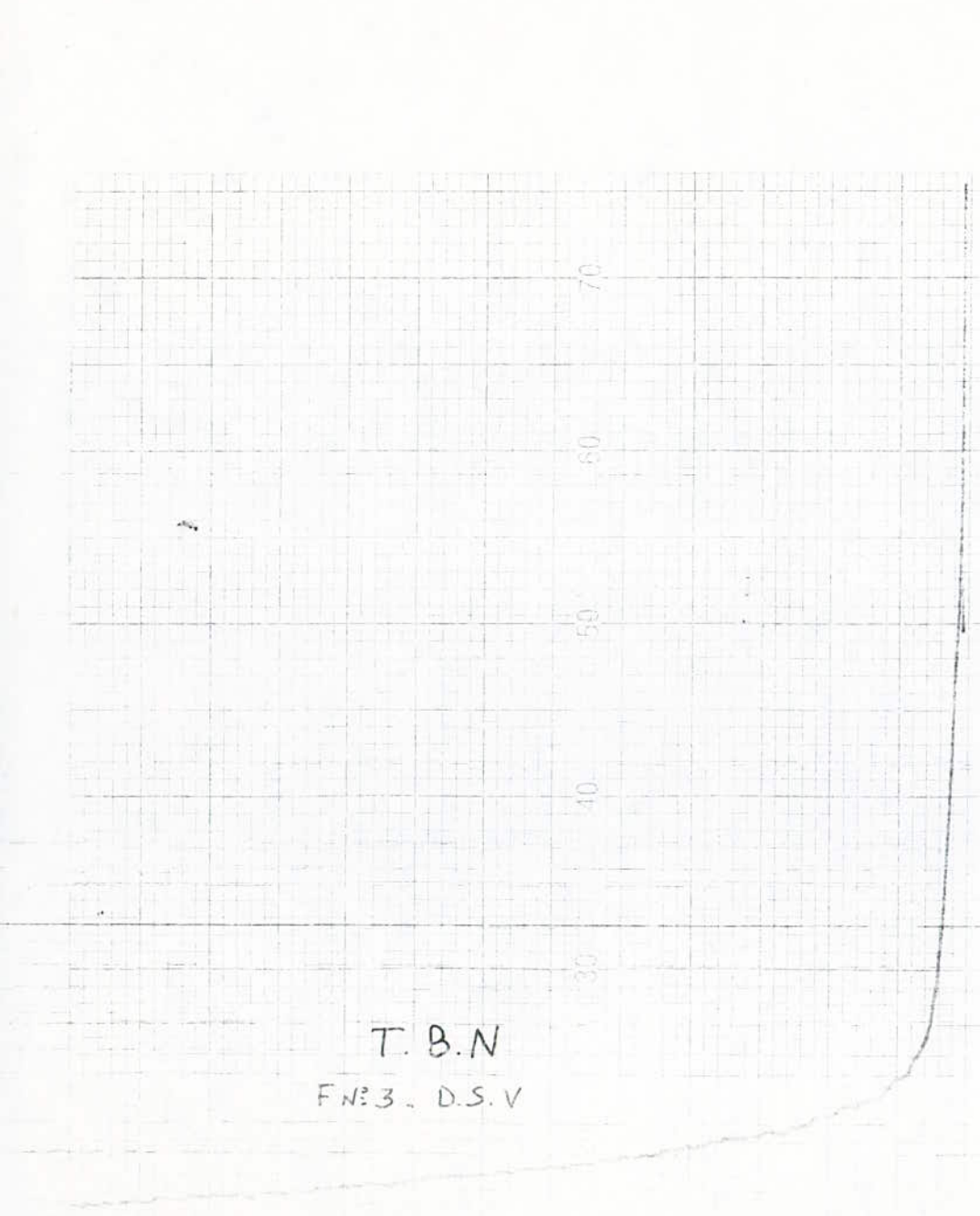


T.A.N

Fraction N°1 issue de la D.S.V


70
60
50
40
30
T. B. N
F Nº 2 - D. S. V

80
70
60
50
40
30
T. A. N
F Nº 2 - D. S. V

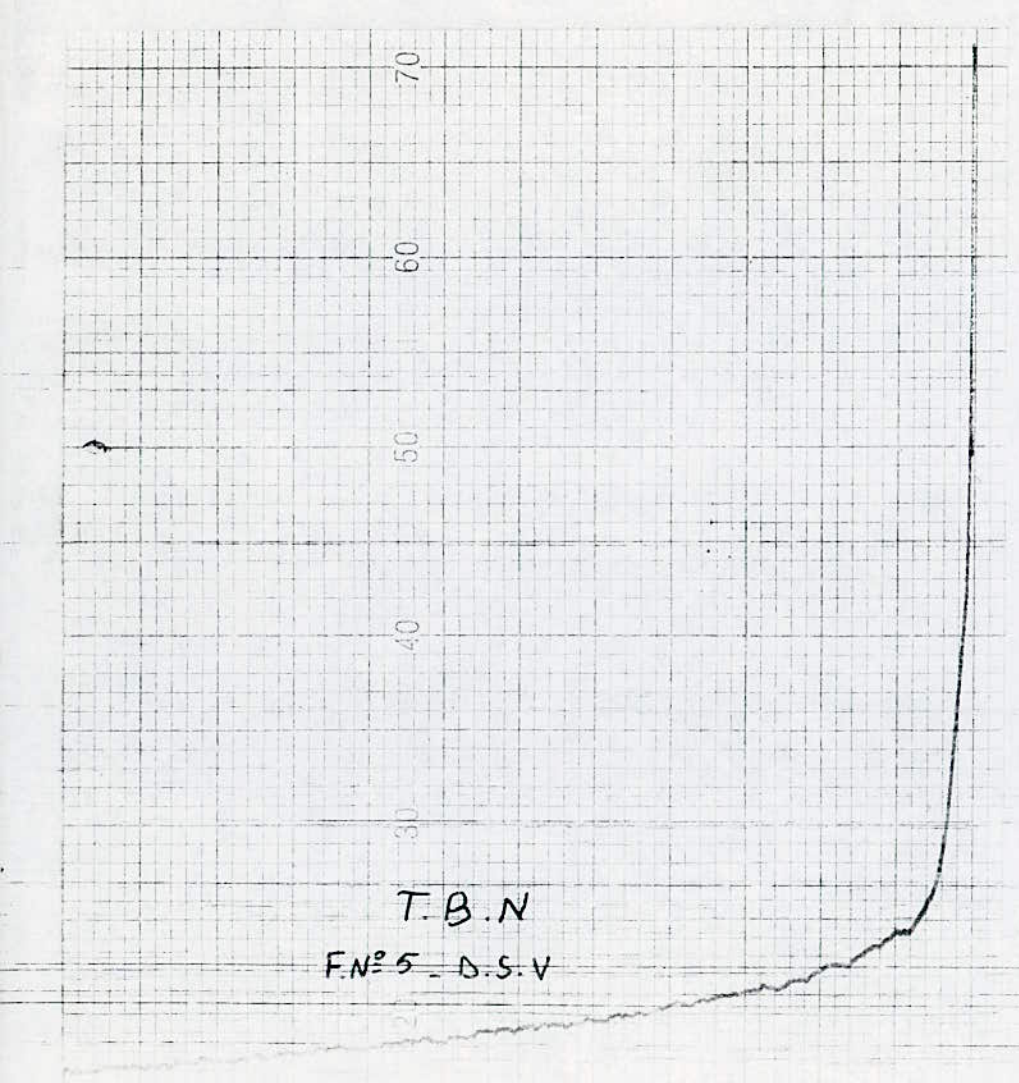


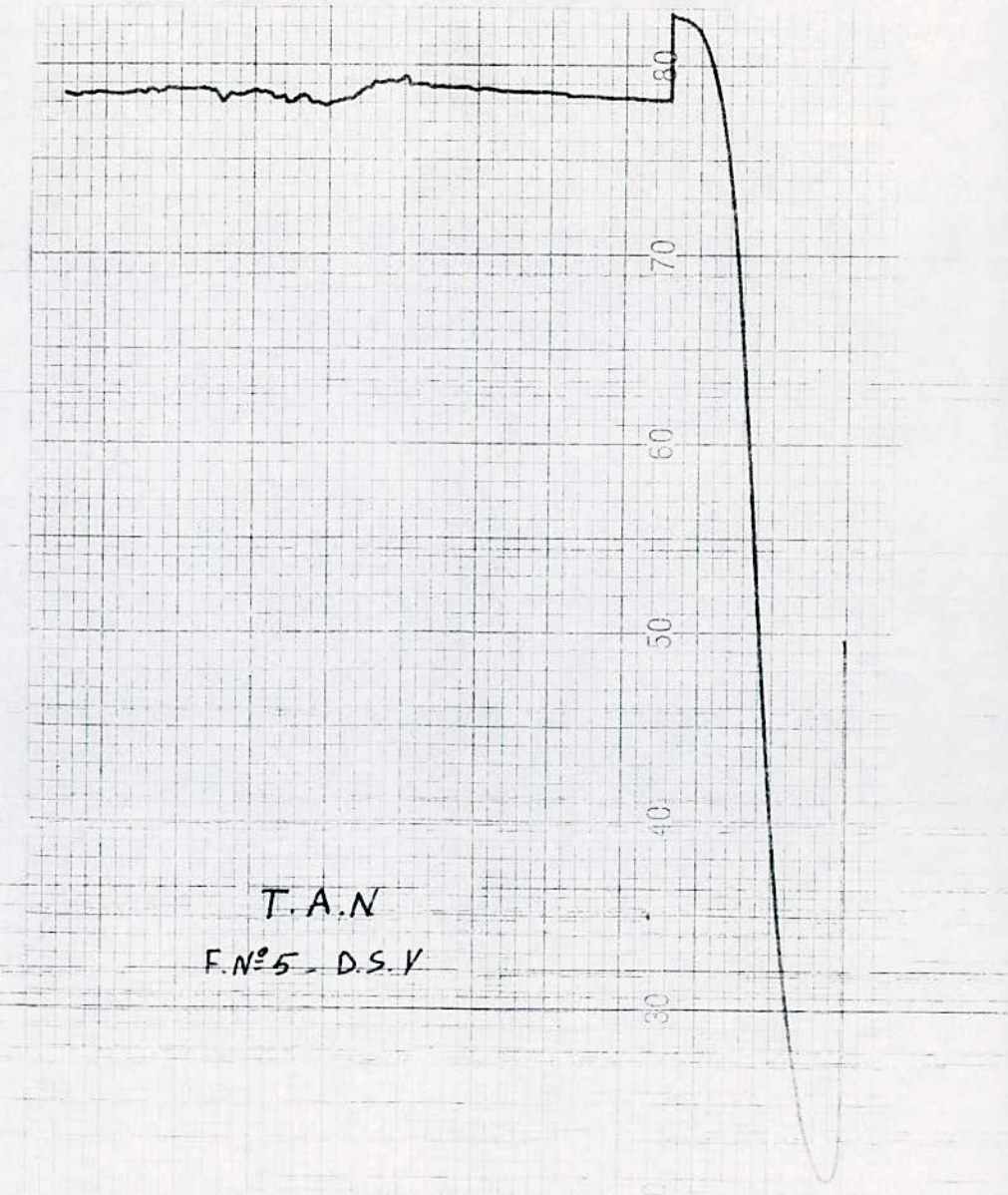
T. B.N

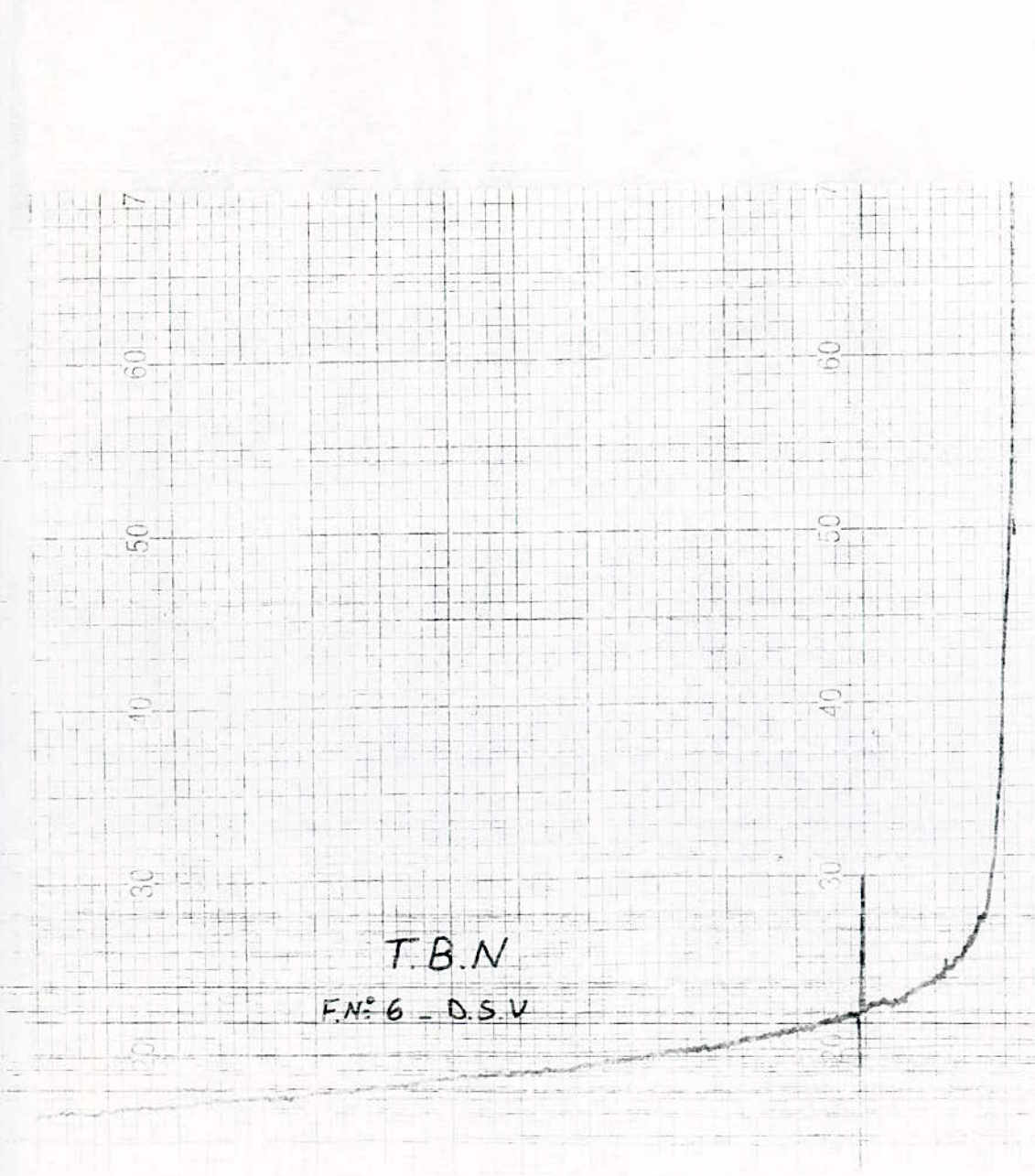
F.N: 3 . D.S.V

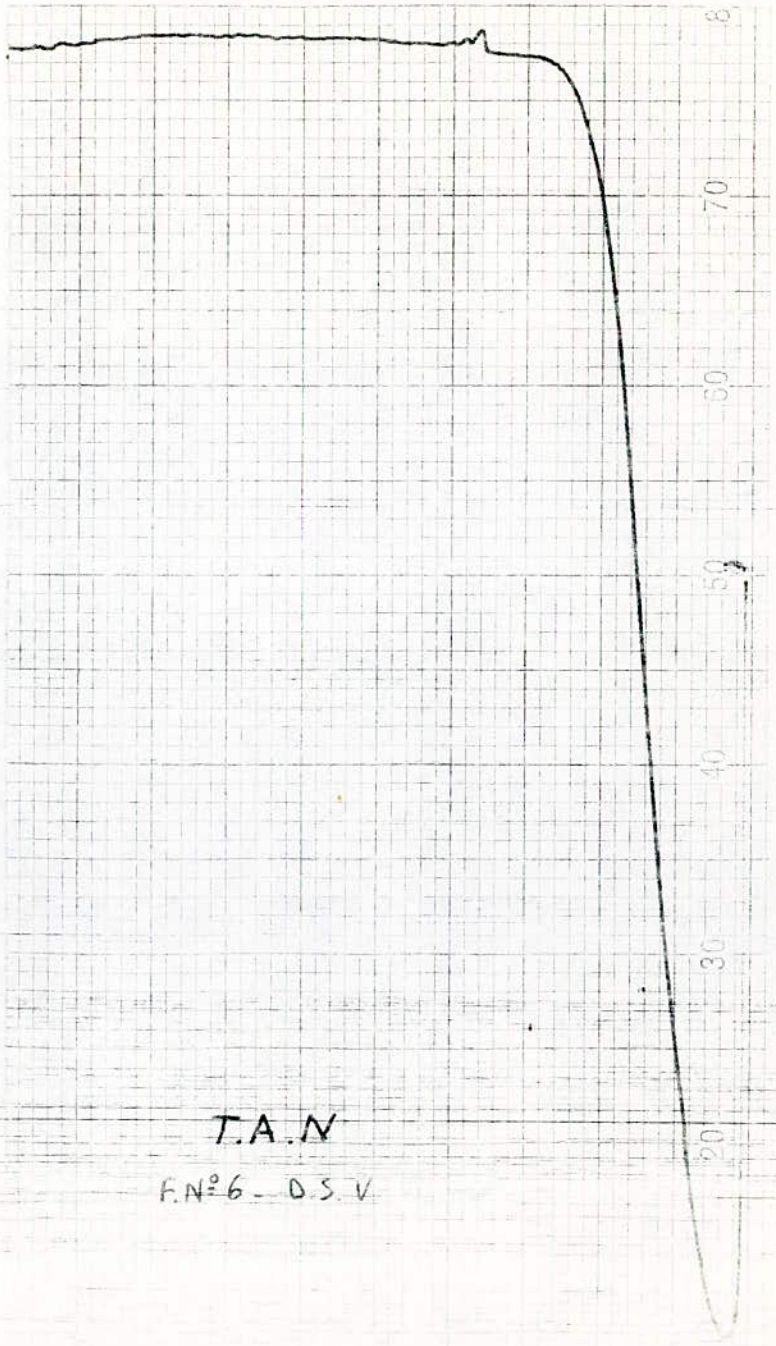
T.A.N

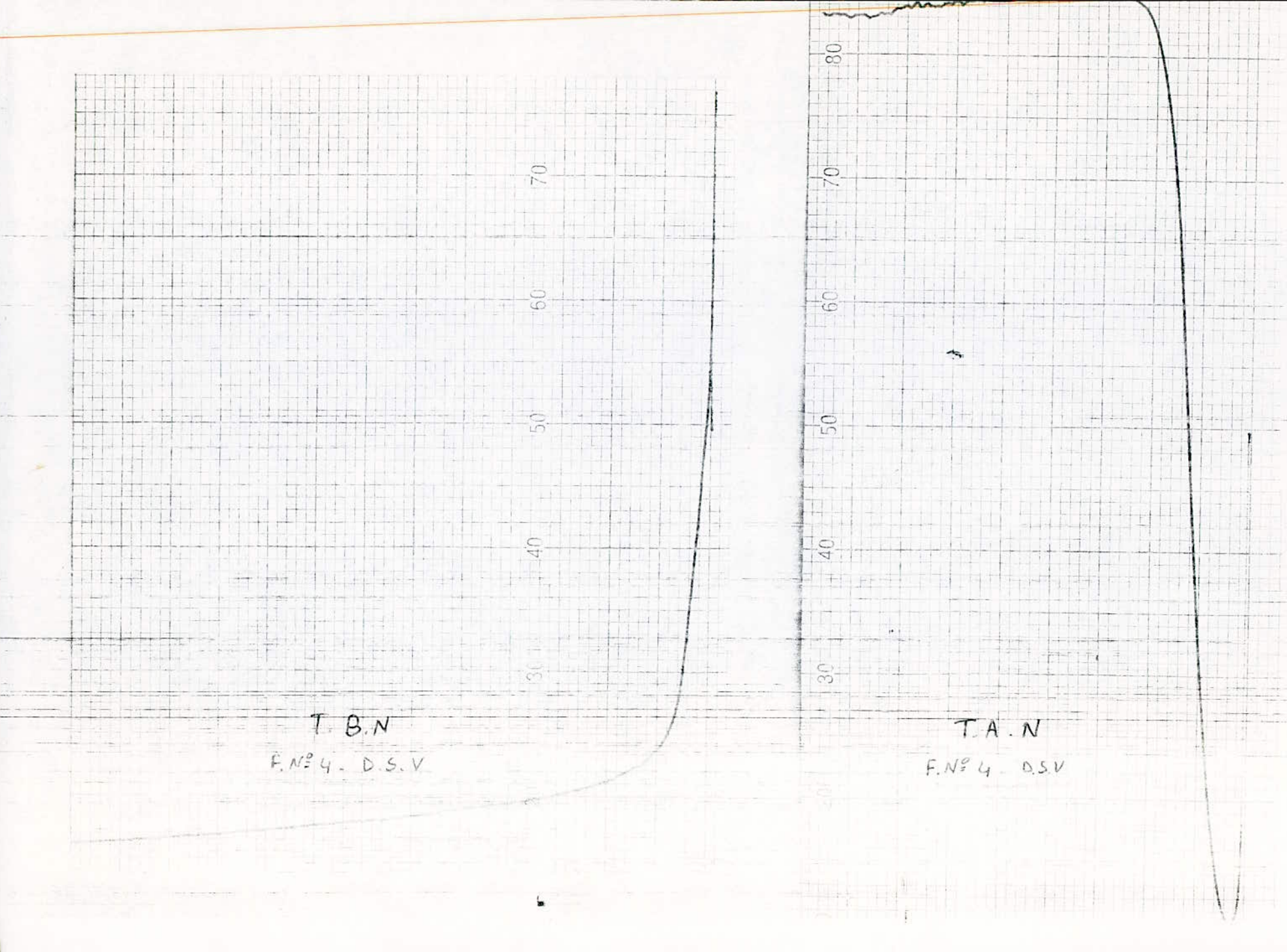
F.N° 3 _ D.S.V

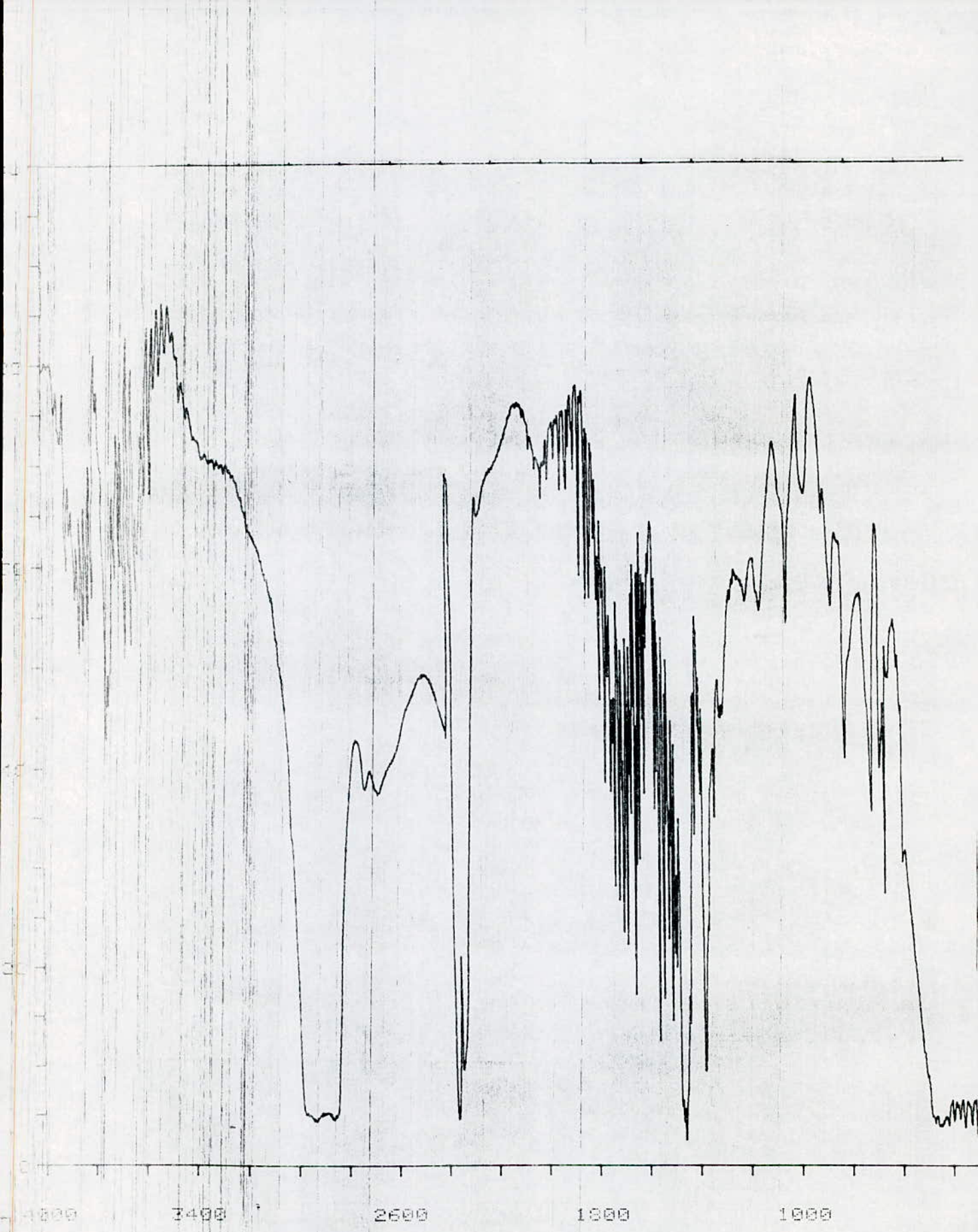

70
60
50
40
30
T.B.N
F.Nº 5 _ D.S.V


80
70
60
50
40
30
T.A.N
F.Nº 5 _ D.S.V

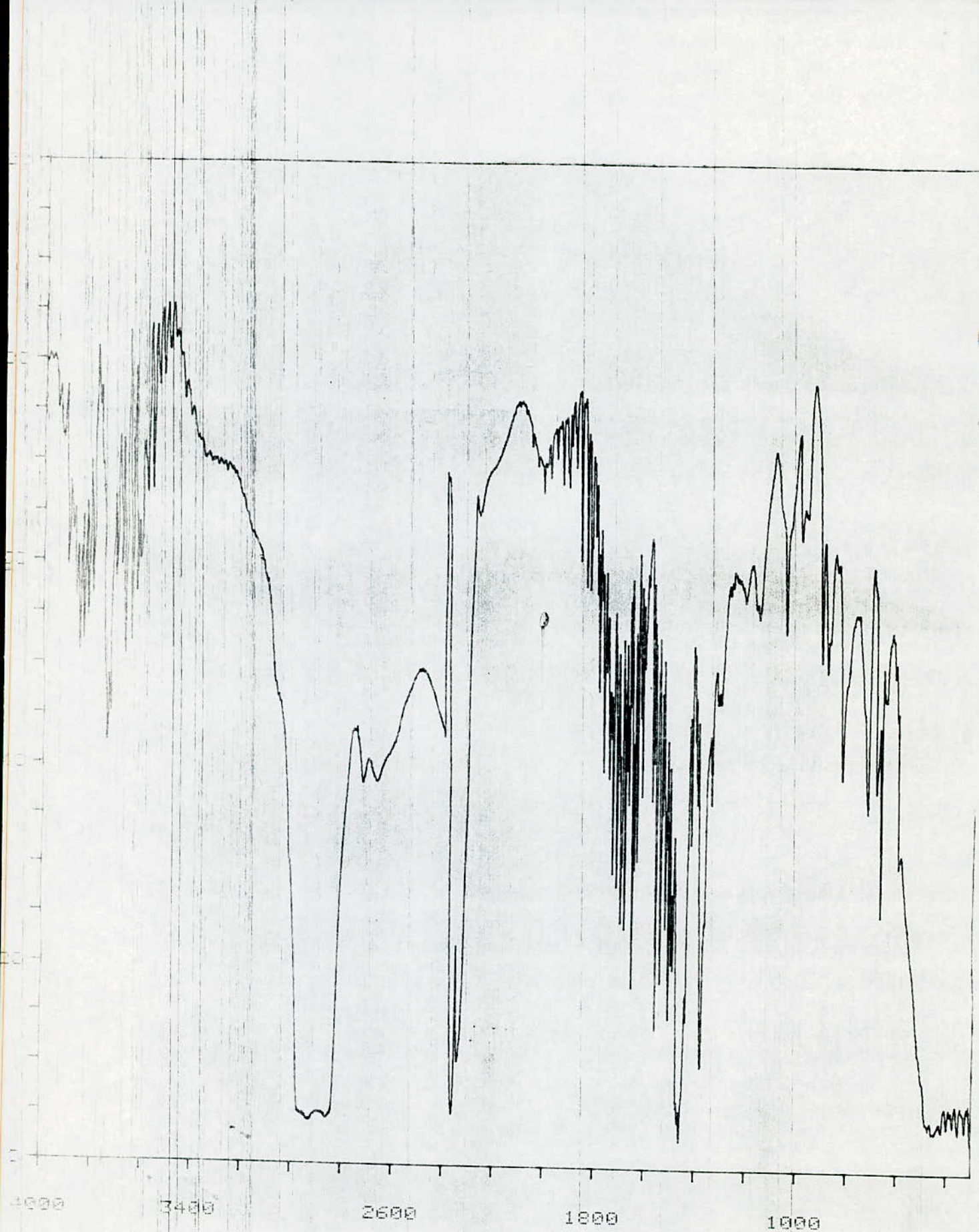

T.B.N
F.N°6 - D.S.V


T.A.N
F.N°6 - D.S.V

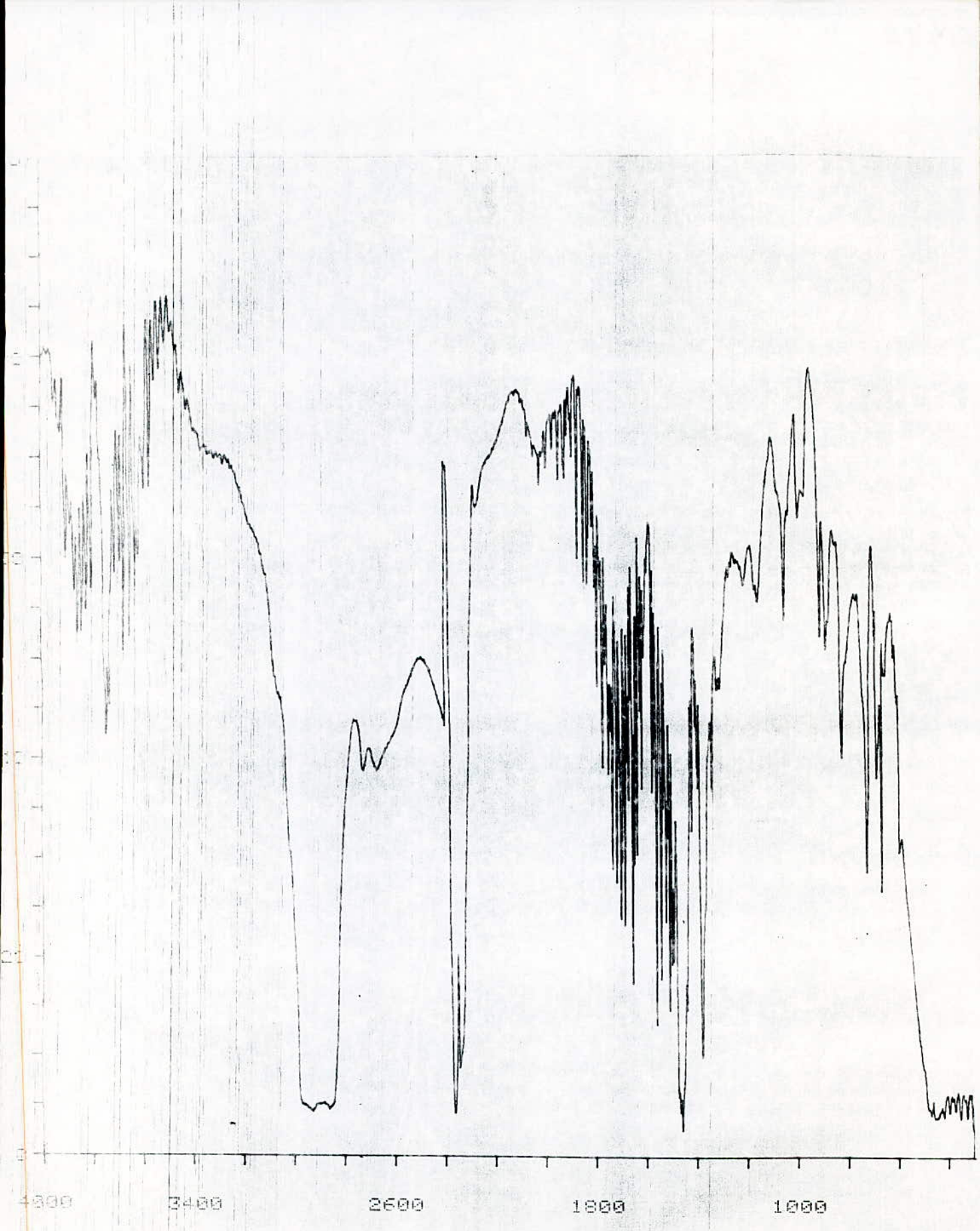

70
60
50
40
30
T. B. N
F. Nº 4 - D. S. V
80
70
60
50
40
30
T. A. N
F. Nº 4 - D. S. V



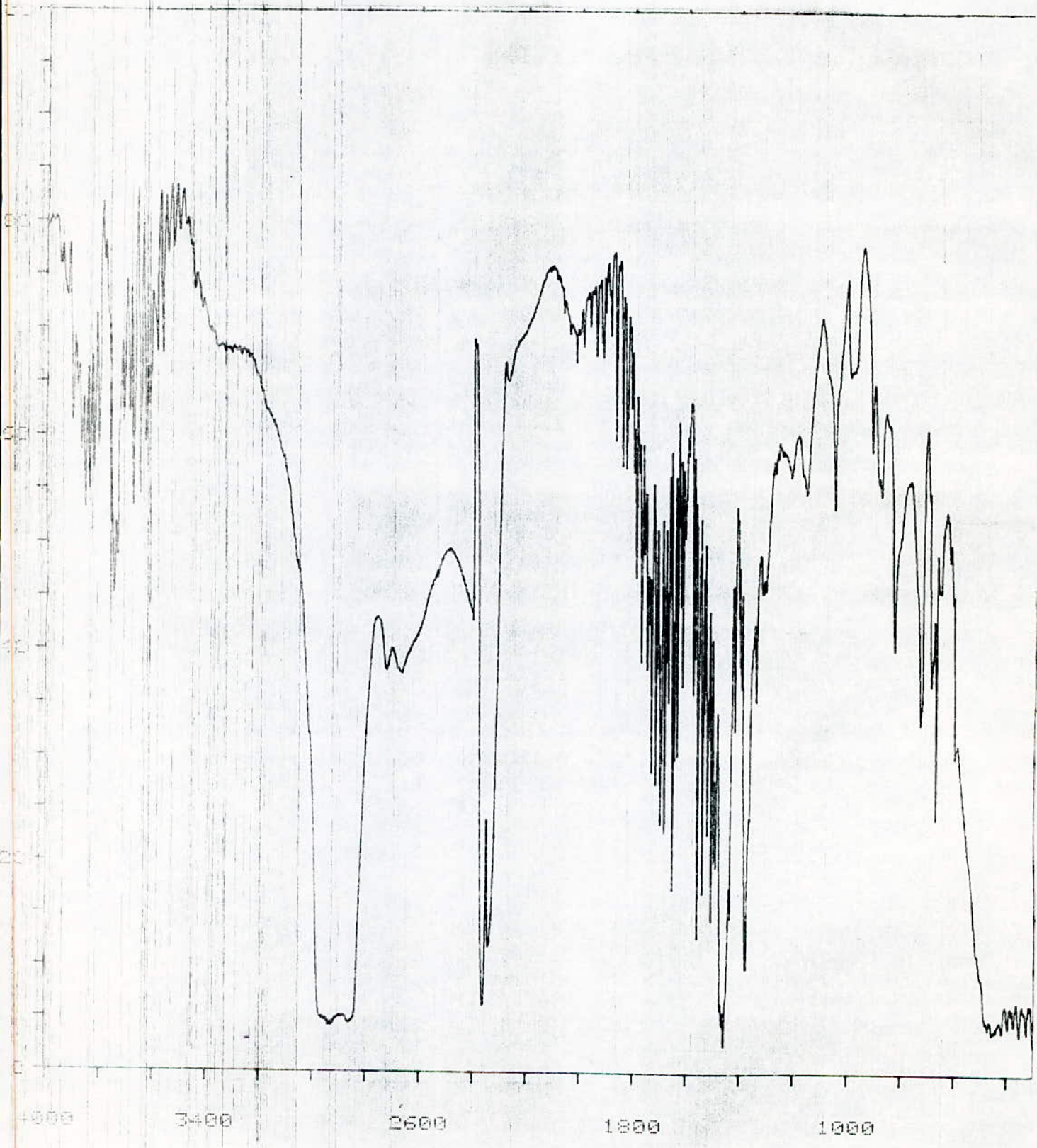
Fraction N°5 issue de la D.S.V



Fraction N°1 issue de la D.S.V

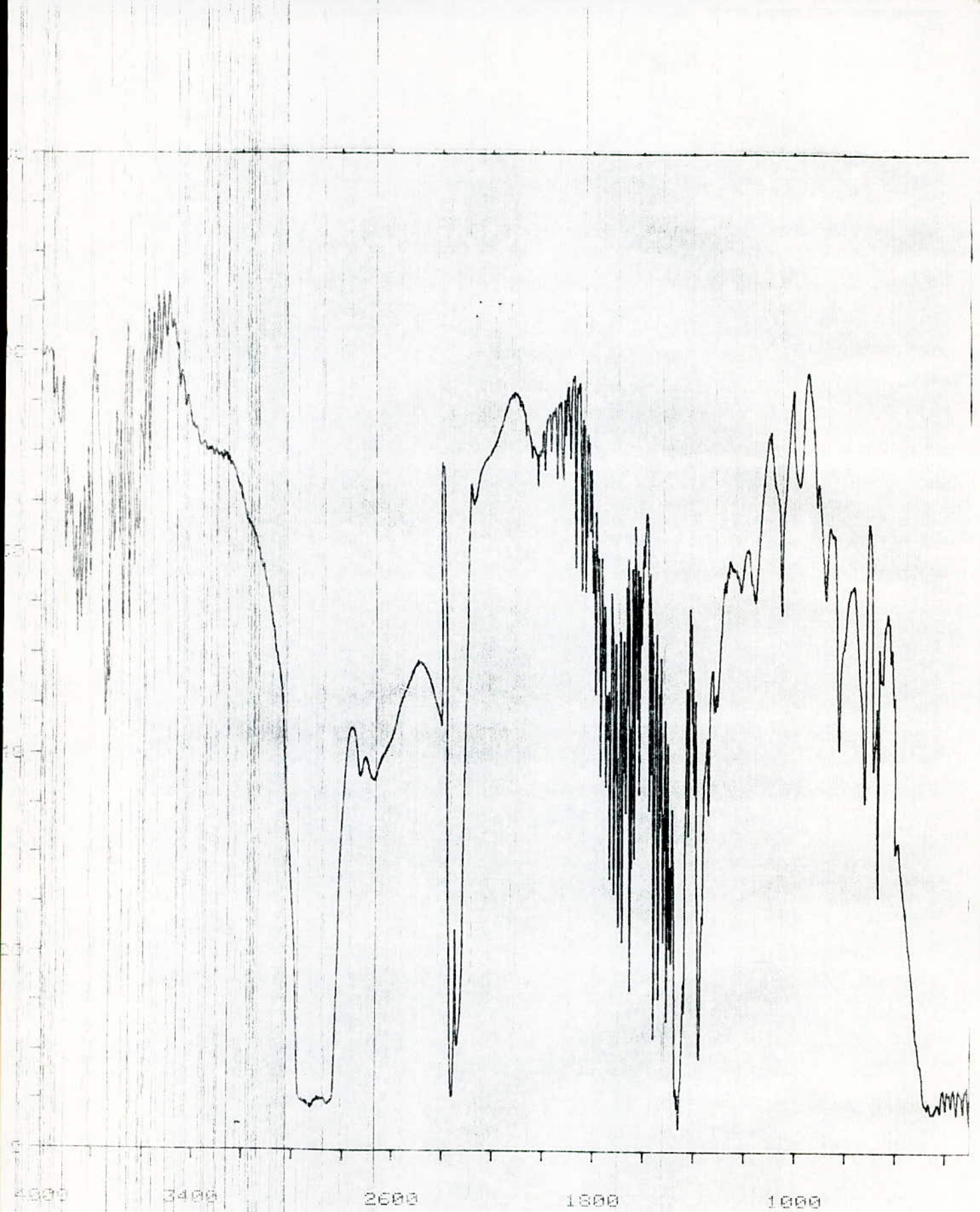


Fraction N° 2 issue de la D.S.V

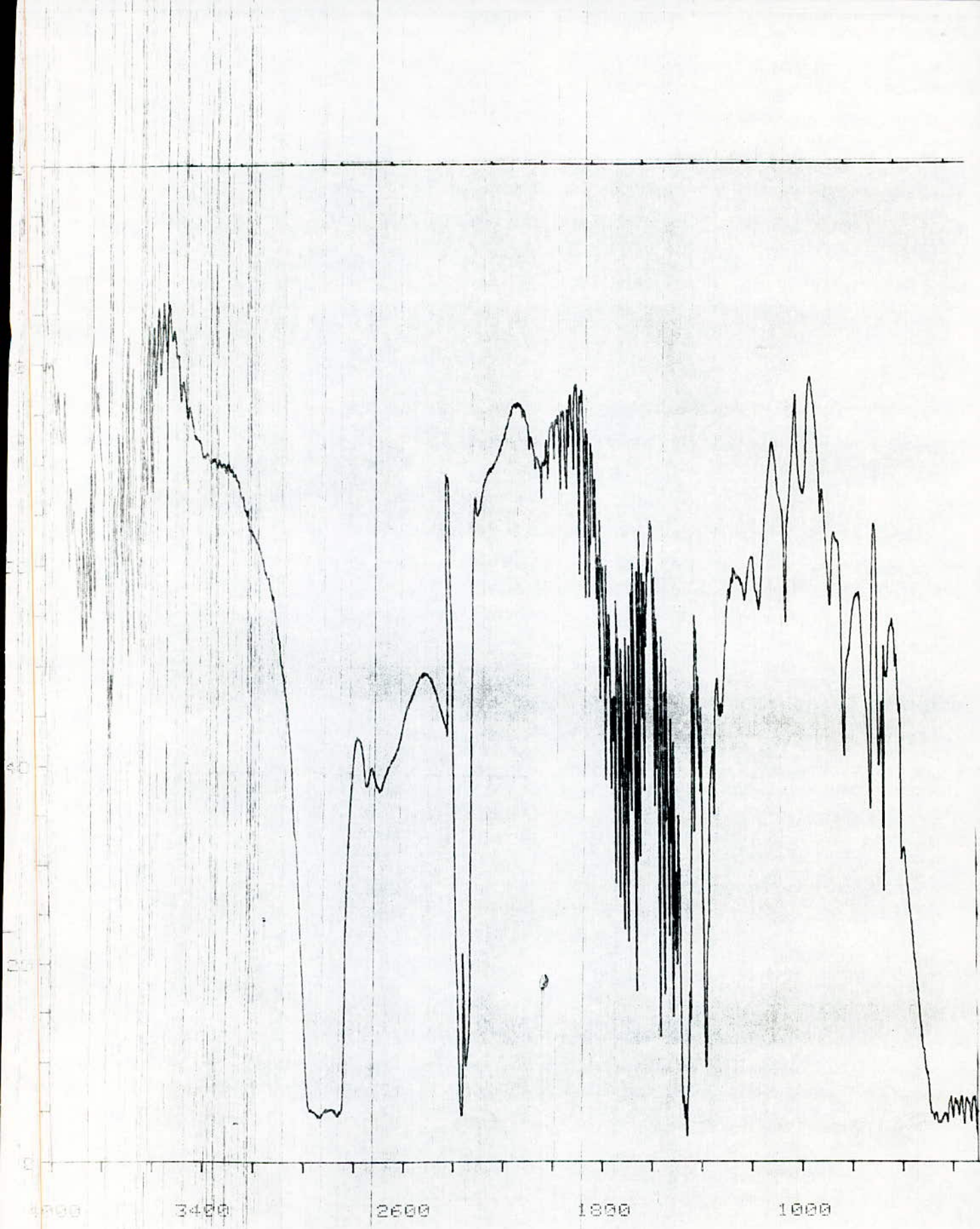


Fraction N° 3 issue de la D.S.V

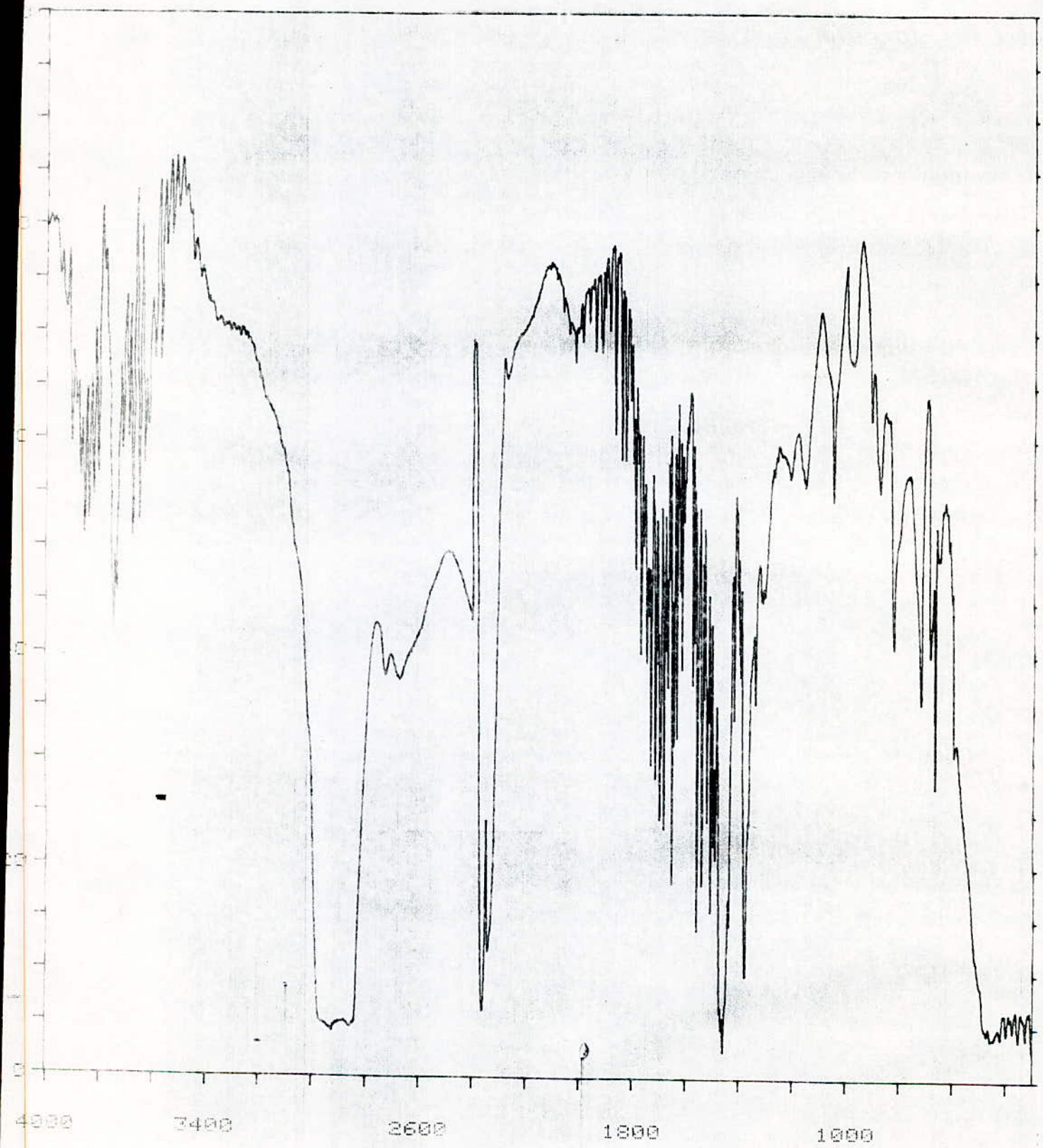
F3



Fraction N° 4 issue de la D.S.V



Fraction N°5 issue de la D.S.V



Fraction N° 6 issue de la D.S.V

"BIBLIOGRAPHIE"

( ) : Petrolinvesk ,

" procédé moderne pour la regénération des huiles usées " ,

Entreprise d'engineering et d'etude , SARAJEVO - YOUGOSLAVIE 1981

( ) : P.AUDIBERT , P.TRAMBOUZE ,

" Les huiles usagées source de matière première et d'energie " ,

Publication IFP , information chimie N° 145 , JUIN 1976

( ) : IFP , " Methodes rapides d'analyses des huiles usagées "

Publication de l'IFP (1971)

( ) : P.RONO ,

" Aspects technico-économiques de la regénération des huiles usées " ,

Séminaire MONASTIR , CRAN , 14 - 15 Décembre 1981

( ) : Union Africaine Des Chemins De Fer

" Journées sur l'entretien du materiel moteur BAMAKO " 87

( ) : J.RICHARD , F.ROUX

" Les lubrifiants " , technique de l'ingenieur B.590 - 1978

( ) : V.PROSKOURIAKOV et A.DRABKINE

" La chimie du pétrole et du gaz " , EDITION DE MOSCOU , 1981

( ) : S.E.CHITOUR

" Chimie du pétrole " TOME 1

Office des publications universitaires ALGER 1981

( ) : N.MEZALI et A.LABACI

" Projet de fin d'étude , contribution à l'étude des huiles usagées en vue

leur régénération " JUIN 87

( ) : P.D.CUCHARENKO

" Mineralogie et Geochimie des argiles et minéraux argileux " A.N.USSR , KIEV 1961

(11) : J.TRANCHANT , J.BUZON

" Manuel pratique de chromatographie en phase gaseuse " , [illegible] - EDITION MASSON 1982

([illegible]) : R.PERRY

" Chemical engineer " , Hand Book , PERRY , 5ième EDITION 1973

([illegible]) : F.YA.PAPERNO , V.P.POZDNYAKOV , A.A.SMIRNOVA , L.M.ELAGIN

" Physico-chemical laboratory techniques in organic and biological chemistry "

[illegible] PUBLISHERS , MOSCOW 1979