

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
—oOo—

وزارة التعليم و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique
—oOo—

16/87

Lex

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GENIE. CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

* CONTRIBUTION A L'ETUDE *

DES HUILES USAGEES

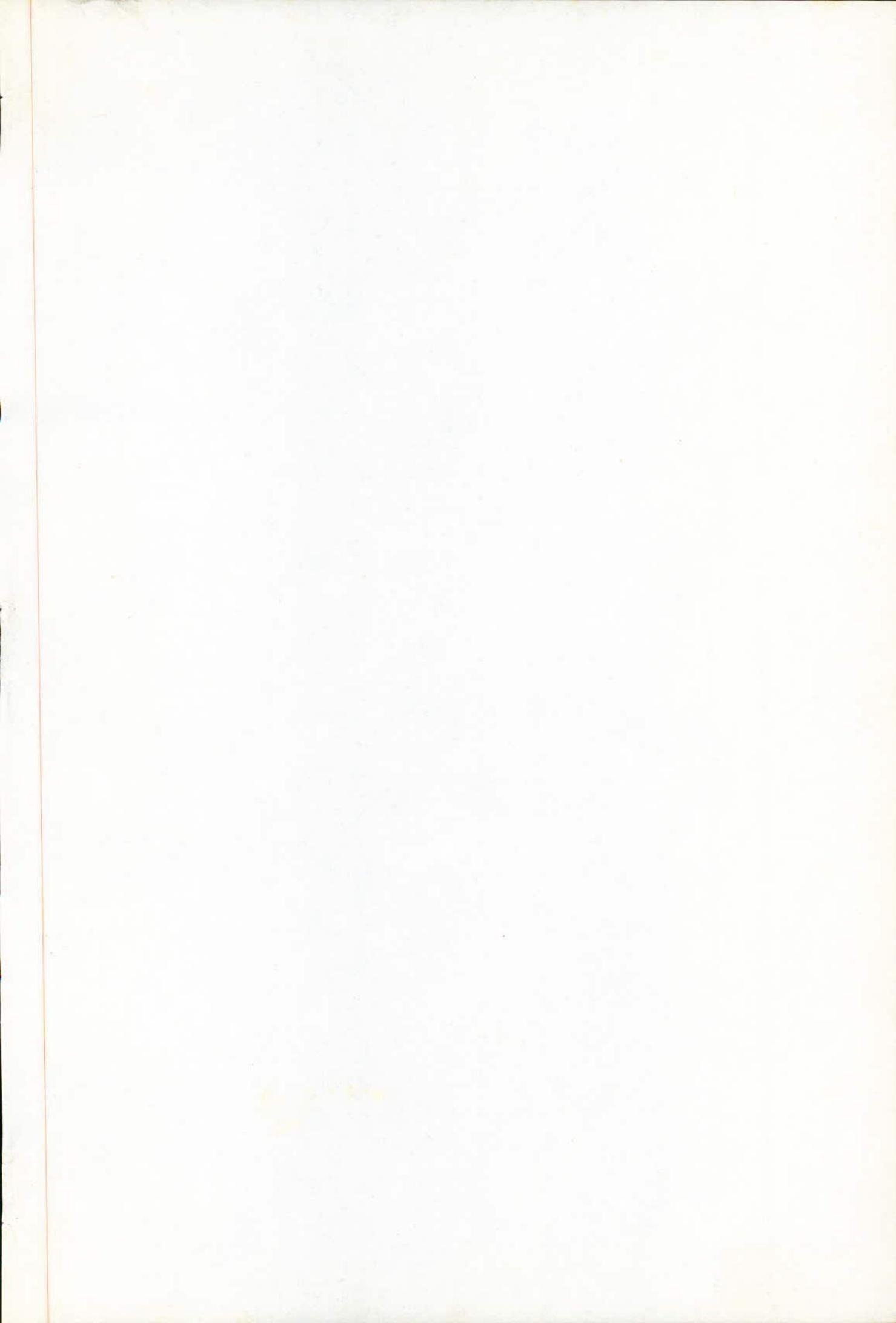
* EN VUE DE LEUR REGENERATION *

Proposé par :
Pr.S.E.CHITOUR

Etudié par:
B.GHEZALI
A.LABBACI

Dirigé par:
Pr.S.E.CHITOUR
Mme.F.MOHELLEBI

PROMOTION: JUIN 87



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département : GENIE CHIMIQUE
Promoteurs Pr. S.E. CHITOUR & Mme F. MOHELLEBI
Élèves Ingénieurs: B. GHEZALI & A. LABBACI

الموضوع: إسهام في دراسة زيوت المحركات المستعملة قصد إعادة تكريرها.
الملخص: يهدف هذا العمل إلى دراسة إحدى طرق إعادة تكرير زيوت المحركات المستعملة والمصابة (حمض - تروية) لهذا الغرض عرضنا الزيت المستعمل لعدة فحوص من بينها: التركيز، نزع الماء والهيدروجين الخفيفة، التآكل بالحوامض، القابل والتموير. يختلف أنواع البستونيت الواردة من الغرب الجزائري وذلك لتباين العوامل الطبيعية الضارمة لأمسك شروط نزع اللون من الزيت المقصودة اعتم على نتائج الكثافة النسبوية. بعد هذا عرضنا الزيت لعملية التقطير الفراغي: تحليل الأقسام الباقية من هذه العملية الأخيرة سمحت لنا بإعادة تصنيفها من بين الأقسام البترولية. أخيراً عدة قائل أجريت بمدى فحص للزيت لهدف معاينة تغير الخصائص الفيزيائية والكيميائية.

Sujet : Contribution à l'étude des huiles usagées en vue de leur régénération.

Étude
Résumé: Le but de ce travail est d'un des procédés 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; la décantation, la déshydratation et le dé-essencement, l'attaque à l'acide, la neutralisation et le passage sur les divers types de bentonites issues de l'ouest algérien, afin de déterminer les paramètres optimums régissant les meilleures conditions de décoloration de l'huile ainsi traitée, en s'appuyant sur les résultats de la densité optique. Après cela nous avons fait subir à l'huile traitée, une distillation sous vide. L'analyse des fractions issues de cette dernière, a permis de les situer vis-à-vis des coupes pétrolières. Enfin divers analyses ont été effectuées après chaque traitement de l'huile, dans le but de suivre l'évolution de ses propriétés physiques et chimiques.

Subject : Contribution to the study of the used oils with a view to their régénération.

Abstract: The aim of this work is the study of the processes of régénération of used oils engines which is commoly called acid-clay. For this prupose, the used oil is put through different treatments, decantation, deshydration and elimination of light hydrocarbon, acid attack, neutralization, and the passing up on the different types of bentonites coming from the west of algeria, in order to determine the optimum parameters governing the conditions of discoloration of oil treated this way, relying up on the results of the optic density. After that, the treated oil is subjected to a vacuum distillation, and the analysis of the fractions originating from the latter has, permitted to situate them relatively to the petroleum fractions. Finally, different analysis of oil so as to follow the evolution of its physical and chemical characteristics.

-oooOooo- D E D I C A C E S -oooOooo-

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Je dédie cet humble travail

A MA MÈRE

A MON PÈRE

A MES FRÈRES & SOEURS

A MES DEUX BELLES SOEURS

A MES NEVEUX & NIÈCES

A TOUS CEUX QUI ME SONT CHERS .

B. GHEZALI

-oooOooo- M E M B R E S de J U

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Président :	Mr. S.E. CHITOUR	Professeur à l'E.N.P.
Examineurs :	Mr. A. TYCZKOWSKI	Maitre de Conférence à l'E.N.P.
	Mme P. MOHELLEBI	Chargée de Cours à l'E.N.P.
	Mr. A. CIESLAK	Maitre Assistant à l'E.N.P.
Invité :	Mr. . BENIDDIR	Master en Génie Chimique, résponsable à NAFTAL.

-oooOooo- R E M E R C I E M E N T -oooOooo-



Nos plus vifs remerciements à Monsieur S.E. CHITOUR, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique et Madame F.MOHELLEBI Chargée de Cours à l'E.N.P, pour nous avoir guidé tout au long de notre travail, ainsi que pour les précieux conseils qu'ils nous en prodigué.

Que Monsieur S.E. CHITOUR, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique, qui à accepté de présider le jury, reçoive nos remerciements les plus anticipés.

Nous tenons à remercier Monsieur A. TYCZKOWSKI, Maître de Conférence à l'E.N.P, Monsieur A. CIESLAK, Maître Assistant à l'E.N.P, d'avoir accepté de faire partie du jury.

Ainsi que Monsieur A. BENIDDIR, Master en Genie Chimique responsable à NAFTAL d'avoir accepté notre invitation .

Nous remercions aussi Monsieur DJALLOUT, responsable à NAFTAL de nous avoir aidé .

Qu'il nous soit permis de remercier Monsieur BENSALEM, Ingenieur Chef de Département au C.E.R.H.Y.D, Monsieur YOUNSI Ingénieur, Monsieur MHENI, Chef de Laboratoire, ainsi que tous les gens du laboratoire des lubrifiants au C.E.R.H.Y.D.

Nous remercions enfin, Mademoiselle N. MESBOUA, Maître Assistante à l'E.N.P, de l'aide qu'elle nous a apporté .

Ce travail fait partie d'un projet de recherche sur la régénération des huiles usagées au sein du laboratoire de valorisations des énergies fossiles de département Génie Chimique de Ecole Nationale Polytechnique d' Alger .

-oooOooo- D E D I C A C E S -oooOooo-

Je dédie cet humble travail

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

A MON PÈRE

A MA MÈRE

A MES FRÈRES & SOEURS

A MON ONCLE

A LA FAMILLE BOUBERBACHE

A TOUS CEUX QUI ME SONT CHERS .

A. LABBACI

INTRODUCTION	1
A - PARTIE THEORIQUE	
CHAPITRE PREMIER : LES LUBRIFIANTS	
I-1 Introduction	3
I-2 Origine des huiles .	
I-2-1 Les huiles animales & végétales	
I-2-2 Les huiles de synthèse	
I-2-3 Les huiles minérales	
I-3 Composition des huiles pour moteurs	4
I-3-1 Les huiles de base	
I-3-2 Les différentes tendances des huiles	
a- Tendance paraffinique	
b- Tendance naphténique	
c- Tendance aromatique	
I-3-3 Rôle des additifs	6
I-3-4 Les différents types d'additifs	
a- Les améliorant d'indice de viscosité	
b- Les anti-oxydants	
c- Les détergents-dispersifs	
d- Les additifs de lubrification	
I-4 Caractéristiques des lubrifiants	8
1- La viscosité	
2- Indice de viscosité	
3- Point de congélation	
I-5 Rôle du lubrifiant.....	9
CHAPITRE II : LES HUILES USEES	
II-1 Caractéristiques des huiles usées	10
II-2 Les contaminants d'une huile usagée.....	12
a- Les produits volatils	
b- Les composés solubles dans l'huile	
c- Les produits insolubles dans l'huile	
CHAPITRE III : La régénération des huiles usagées	
III-1 Procéssus général de la régénération	13
a- Décantation	
b- La séparation des impuretés en suspension dans l'huile	
c- Le dé-essencement	
d- Le prétraitement	

e- Traitement à la terre
 f- Distillation sous vide

III-2 Les procédés de régénération;.....15
 III-2-1 Procédé acide - terre
 III-2-2 Procédé MATHYS GARAP
 III-2-3 Procédé I.F.P (Institut Français de Pétrole)
 III-2-4 Procédé B.E.R.C (Boutlesville Energy Research Center)
 III-2-5 Procédé PROP (Phillips Pétroléum Company)
 III-2-6 Procédé K.T.I (Kinetic Technology Incorporation)

B - PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV : Détermination des caractéristiques physico-chimiques
 de l'huile usagée type moteur20

IV-1 Nature et origine de l'huile usagée
 IV-1-1 Les différentes huiles usagées collectées

IV-2 Etude physico-chimique de l'huile usagée
 IV-2-1 Mesure de densité et carbone conradson de chaque type
 d'huile usagée collectée
 IV-2-2 Analyse physico-chimique du mélange des différents types
 d'huile usagée collectée22

a- Caractéristiques principales de l'huile usagée
 b- Distillation fractionnée
 b-1 Passage de l'huile sur le chlorure de calcium($CaCl_2$).....24
 b-2 Analyse des fractions
 b-3 Détermination de la tendance des fractions obtenues

c- Analyse par chromatographie en phase gazeuse(C.P.G).....26
 - Définition de C.P.G
 - Définition- volume de rétention - temps de rétention
 - Méthode des indices de KOVATZ

c-1 Les conditions opératoires
 d- Influence de la température sur la viscosité de l'huile usagée

IV-3 Conclusion33

CHAPITRE V: La régénération de l'huile usagée type moteur par
 le procédé acide - terre34

V-1 La décantation
 V-2 La déshydratation et dé-essencement
 V-3 Le traitement acide
 V-4 La décantation

V-5 La neutralisation	
- Détermination du temps de déposition	
V-6 Le traitement à la terre	40
V-6-1 Les adsorbants	
A- Les bentonites - généralité	
A-1 Structure et propriétés de la bentonite	
A-1-1 Structure de la bentonite	
A-1-2 Quelques propriétés physico-chimique de la bentonite	
- Hydratation de la bentonite	
- L'état colloïdal dans la bentonite	
- Les cations échangeables	
A-2 Activation de la bentonite	41
A-2-1 Préparation des échantillons	
A-2-2 Appareil d'activation acide et mode opératoire	
A-2-3 Activation thermique	42
B- Le charbon animal	
- Activation du charbon animal	
V-6-2 Détermination des paramètres optimums d'adsorption.....	42
a- Décoloration de huile par la bentonite naturelle.....	43
b- Décoloration de l'huile par la bentonite activées	
c- Décoloration de l'huile par le charbon actif	46
d- Détermination de la température optimale	
e- Détermination du temps de contact	
V-6-3 Conclusion	51
V-7 Distillation sous vide	52
- Resultats et interprétation.	59
- Conclusion.	
- Annexe.	
- Bibliographie.	

L'élimination des huiles usées pose un problème d'ordre pratique d'une très grande importance; En effet, leur quantité représente environ la moitié de la quantité des huiles neuves (30 millions de tonnes par an) consommées à l'échelle mondiale.

L'élimination des huiles usées peut se concevoir selon deux grands moyens:

- La réutilisation, dans laquelle il y'a lieu de distinguer entre le recyclage de l'huile et son utilisation en tant que combustible.

- La destruction, où l'incinération et la décharge 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, notamment en Europe et aux U.S.A , a conduit au principe de la réutilisation des huiles usées.

La collecte, qui est l'étape essentielle dans le reraffinage, est actuellement, du point de vue technique, la plus difficile et la plus onéreuse, du fait de la multitude des garages et stations services, des habitudes prises par certains particuliers (vidanges), de la disparité des industries et du nombre restreint d'usines de traitement.

Les huiles usagées contiennent en quantité variable de l'eau, de l'essence, du gas-oil, des particules de carbone, des résines, des métaux, des additifs dégradés, des solvants chlorés et des corps gras

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

Le reraffinage consiste à éliminer tous les contaminants de l'huile et à lui redonner ses spécifications d'origine. Différents moyens physiques et chimiques sont mis en oeuvre pour réaliser ces opérations.

A l'heure actuelle, les procédés de régénération sont nombreux ; ils se différencient les uns des autres par la nature des moyens utilisés pour assurer l'élimination des impuretés. Nous pouvons citer ainsi (I) :

Procédés	Moyens
- Acide	acide sulfurique à 98 % .
- Phillips	sels d'ammonium (phosphates ou sulfates)
- I.F.P (solvant)	propane.
- B.E.R.C (solvant)	mélange alcool+acétone.
- K.T.I (Kinetic technology incorporation)	évaporateur.

Il serait illusoire de prétendre classer d'une façon définitive chacun des procédés. La régénération des huiles usées est un problème qui doit être traité en

relation avec les besoins, les ressources et les capacités d'une région ou d'un pays.

En fait, c'est un compromis entre :

- La protection de l'environnement,
- L'économie ,
- La technique,

qui décide du choix du procédé de régénération.

Le développement industriel de notre pays nécessite la valorisation de toute sorte d'énergie qu'elle soit fossile ou autre. C'est dans ce contexte que nous tentons dans ce travail, d'apporter quelques informations relatifs à l'un des procédés de régénération de l'huile usagée (moteur) à savoir le procédé acide - terre .

Les raisons de notre étude nous conduisent au plan suivant : nous présentons en partie théorique quelques origines et rôles des huiles dans la lubrification moteurs ainsi qu'un aperçu sur les différents procédés de régénération .

Ensuite dans la partie expérimentale, nous essayerons de faire une régénération de l'huile usée , en suivant au même temps l'évolution de quelques propriétés physiques (caractérisants les lubrifiants) en faisant des analyses après chaque traitement, nous étudierons aussi l'effet des terres adsorbantes dans l'éliminations des impuretés (les métaux entre autres) en s'appuyant sur les résultats de la colorimétrie (densité optique) et de la torche à plasma .

Partie
theorique

- Chapitre premier -

LES LUBRIFIANTS

I-1 Introduction

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

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

- Des lubrifiants solides : graphite, talc, mica, etc...
- Des lubrifiants plastiques et pâteux : matières plastiques, savon, verre fondu, etc...
- Des lubrifiants liquides : eau, acides, azote liquide, éther, etc...
- Des lubrifiants gazeux : air, azote, helium etc...

Très souvent, on demande aussi au lubrifiant de préserver de la corrosion les surfaces des pièces en contact (c'est le cas des graisses), et de servir d'agent de refroidissement (c'est le cas de la lubrification par circulation d'huile avec radiateur de refroidissement du lubrifiant).

I-2 Origine des huiles

Trois catégories de liquides peuvent être utilisés comme lubrifiants :

- Les huiles animales et végétales,
- Les huiles de synthèse .
- Les huiles minérales.

I-2-1 Les huiles animales et végétales

Les premières huiles lubrifiantes employées par l'homme provenaient du règne animal ou végétal .

- Les huiles animales: Ils proviennent surtout de la faune marine comme huile de foie de morue, de baleine, de phoque etc ...

- Les huiles végétales : Huiles d'olives, noix, tournesol, arachides etc ...

Ces huiles, sont actuellement, presque exclusivement, utilisées dans l'alimentation.

I-2-2 Les huiles de synthèse

Ces huiles sont principalement utilisées pour des applications spécifiques dans le domaine de l'aviation et dans certaines installations de pointe telles que celles équipant les méthaniers .

Les lubrifiants fabriqués entièrement par synthèse ne peuvent en général se mesurer aux huiles minérales sur le plan des prises et certaines sont vraiment très chères.

- Chapitre premier -

LES LUBRIFIANTS

I-1 Introduction

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

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

- Des lubrifiants solides : graphite, talc, mica, etc...
- Des lubrifiants plastiques et pâteux : matières plastiques, savon, verre fondu, etc...
- Des lubrifiants liquides : eau, acides, azote liquide, ether, etc...
- Des lubrifiants gazeux : air, azote, helium etc...

Très souvent, on demande aussi au lubrifiant de préserver de la corrosion les surfaces des pièces en contact (c'est le cas des graisses), et de servir d'agent de refroidissement (c'est le cas de la lubrification par circulation d'huile avec radiateur de refroidissement du lubrifiant).

I-2 Origine des huiles

Trois catégories de liquides peuvent être utilisés comme lubrifiants :

- Les huiles animales et végétales,
- Les huiles de synthèse .
- Les huiles minérales.

I-2-1 Les huiles animales et végétales

Les premières huiles lubrifiantes employées par l'homme provenaient du règne animal ou végétal .

- Les huiles animales: Ils proviennent surtout de la faune marine comme huile de foie de morue, de baleine, de phoque etc ...

- Les huiles végétales : Huiles d'olives, noix, tournesol, arachides etc ...

Ces huiles, sont actuellement, presque exclusivement, utilisées dans l'alimentation.

I-2-2 Les huiles de synthèse

Ces huiles sont principalement utilisées pour des applications spécifiques dans le domaine de l'aviation et dans certaines installations de pointe telles que celles équipant les méthaniers .

Les lubrifiants fabriqués entièrement par synthèse ne peuvent en général se mesurer aux huiles minérales sur le plan des prises et certaines sont vraiment très chères.

On ne les utilisent donc que pour certaines applications spécifiques où une huile minérale n'aurait pas les caractéristiques voulues; citons à titre d'exemple; les silicones qui ont une excellente fluidité à basse température et un point éclair relativement élevé .

I-2-3 Les huiles minérales

Les huiles minérales sont actuellement définies comme étant les huiles dérivées du pétrole .

Ces lubrifiants représentent en moyenne 5 à 6% (II) de tous les produits issus du pétrole brut. Ils sont très divers et en général spécialement formulés par mélange pour répondre aux besoins de toutes sortes de machines et de toutes sorte de conditions opératoires (température, sollicitation mécanique, vitesse de rotation, métaux de construction etc ...) .

C'est pourquoi, les lubrifiants s'échelonnent depuis les huiles de très faible viscosité pour appareils de mesure délicats, jusqu'aux produits épais pour engrenages libres et câbles métalliques .

Ayant traité le rôle d'un lubrifiant et les divers types de lubrifiants liquides que l'on trouve sur le marché, nous allons nous pencher plus particulièrement sur les huiles minérales de type moteurs .

I-3 Composition des huiles pour moteurs

La composition d'une huile moteur est dictée par les caractéristiques que l'on désire obtenir en fonction des exigences de telle ou telle spécification que l'on veut satisfaire, et dans les meilleures conditions de prix .

Pour obtenir un bon produit fini, il est indispensable aussi d'exercer un contrôle très rigoureux de la pureté des produits de base à mettre en oeuvre.

Les huiles modernes pour moteurs sont composées :

- D'une ou plusieurs huiles de base obtenues par raffinage des fractions lubrifiantes tirées dans la majorité des cas de pétroles bruts .

- De produits chimiques complexes, appelés additifs ou dopes, dont la teneur globale est comprise entre 2 et 20% selon le type d'huile.

Le choix d'une ou plusieurs huiles de base est à déterminer (III) :

a- En fonction de la viscosité de l'huile finie à obtenir,

b- En fonction de la nature recherchée. Le choix convenable des huiles de base permet d'obtenir des huiles finies à tendance paraffinique, naphénique ou mixte. Ce choix de nature chimique prépondérante dépend des applications .

c- En fonction des additifs utilisés .

Le choix des additifs est déterminé par l'ensemble des caractéristiques que l'on désire conférer à l'huile finie .

I-3-1 Les huiles de base

Les huiles de base pour moteur sont tirées des fractions lubrifiantes obtenues par distillation sous vide du brut réduit .

Les fractions lubrifiantes sont ensuite transformées en huiles de base par des traitements successifs destinés à retirer les constituants indésirables (soufre, suie..)

Ces traitements consistent en une série de procédés de sélection ou de ségrégation par type moléculaire des hydrocarbures constitutifs de chaque fraction lubrifiante .

Les procédés de traitement dans l'ordre général de leur succession sont les suivants :

- Traitement à l'acide sulfurique,
- Traitement au solvant (phénol, anhydride sulfureux liquide, furfurool, le duosel (propane + crésol)),
- Traitement de déparaffinage,
- Traitement de neutralisation et de décoloration;
- Nouveaux traitements mis au point: hydrogénation et procédé par diffusion thermique.

Etant donné que les huiles de base dérivent des pétroles bruts, leur nature dépendra donc de celle du brut; en effet, nous pouvons les classer dans trois catégories principales :

- Les huiles de tendance paraffinique .
- Les huiles de tendance naphtéinique .
- Les huiles de tendance aromatique .

I-3-2 Les différentes tendances des huiles

Les huiles de base répondent à trois grandes tendances chimiques de caractères spécifiques particuliers qui sont :

a- Tendance paraffinique

Elle est représenté par l'ensemble des hydrocarbures saturés à chaîne droite, ramifiée ou non, mais non cycliques. Les paraffines ramifiées qui sont les plus intéressantes se rencontrent en quantité appréciable dans les fractions lubrifiantes des bruts paraffinique. Alors que, les paraffines à chaîne droite de poids moléculaire élevé augmentent la température de congélation des huiles et doivent être éliminées (retirées) par déparaffinage .

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

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

b- Tendance naphthénique

Elle est composée d'hydrocarbures saturés, tout comme les paraffines; les naphthènes ayant seulement quelques cycles par molécules et une prépondérance d'atome de carbone sous la forme de longues chaînes paraffiniques sont probablement les propriétés qui sont les plus désirées dans les huiles de graissage.

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

- Une densité relativement élevée pour une viscosité donnée de l'ordre de 0,900 à 0,950,
- Des variations assez rapides de viscosité en fonction de la température ,
- Une plus grande volatilité que la fonction paraffinique correspondante de même viscosité ,
- Un pouvoir solvant relativement élevé .

c- Tendance aromatique

Ces fonctions présentent des caractères encore plus prononcés que les hydrocarbures naphthéniques. Mais si leur densité est très élevée et leur indice de viscosité très faible, leur importance dans la composition des huiles finies est limitée.

Le caractère essentiel de ces composés dans les huiles est leur altérabilité . Chimiquement actifs, ils sont facilement oxydables; ceci provoque la formation de produits résineux ou asphaltiques accompagnés de dérivés corrosifs . (III, IV)

I-3-3 Rôle des additifs

Les huiles classiques pures répondent d'une manière imparfaite aux nouvelles exigences de graissage; Cette limitation qualitative des huiles minérales pures sont à la base de la création des additifs; Ces derniers sont des produits chimiques dont une petite quantité est incorporée dans l'huile de base pour renforcer ses propriétés nouvelles.

La proportion de l'additif peut n'être que de quelques ppm, mais elle peut également s'élever jusqu'à 20% dans le cas d'additifs détergents ou alclins spécialement

conçues pour une huile pour moteurs marins. (V)

La réaction d'un additif avec une huile de base donnée dépend d'une part, de la composition chimique de l'additif, de la quantité qui est utilisée, du type et du degré de raffinage et de la nature chimique prépondérante de l'huile de base et d'autre part, de l'individu moteur (de ses antécédents de service, de son état mécanique, des conditions de service aux quelles il doit répondre le plus souvent).

Lorsque plusieurs additifs sont utilisés à la fois, il faut tenir compte des réactions des additifs entre eux . (V)

1-3-4 Les différents types d'additifs

Il existe plusieurs types d'additifs. Les plus importants sont :

- Les améliorants d'indice de viscosité,
- Les anti-oxydants,
- Les détergents-dispersifs,
- Les additifs de lubrification.

a- Les améliorants d'indice de viscosité

Ce sont des polymères du type polyisobutène et surtout polyméthacrylates dont la masse moyenne peut varier de 200 000 à 800 000 . Les produits de plus haut poids moléculaires sont les plus efficaces pour améliorer l'index de viscosité, mais ce sont aussi les plus sensibles à la dégradation. Certains de ces additifs peuvent être également actifs comme additifs de point de congélation ou possèdent des propriétés dispersives . (IV)

b- Les anti-oxydants

Dans les huiles pour moteurs, il est fait le plus souvent appel aux dialkyl-dithiophosphates de zinc qui agissent également comme passivants des métaux et agents anti-usure . (IV)

c- Les détergents-dispersifs

Ce type d'additif est systématiquement utilisé dans les huiles pour moteurs et permet de minimiser les conséquences de la pollution par les produits de la combustion et de l'oxydation du lubrifiant lui même. Leur action est nécessaire aussi bien dans les parties chaudes du moteur, pour éviter le gommage de la segmentation que dans les parties plus froides pour empêcher des dépôts de boues . Les additifs détergents-dispersifs se classent d'après leur structure en deux catégories :

- Les additifs organo-sels sulfonates, phénates, thiophosphonates, qui sont des sels,

le plus souvent de baryum, calcium ou magnésium, de composés acides organiques de haut poids moléculaire;

- Les additifs sans cendres qui, pour la majeure partie des produits actuels, dérivent des succinimides . (IV)

d- Les additifs de lubrification

Suivant l'usage du lubrifiant, il sera fait appel à différents types de produits:

- Les corps gras et leurs dérivés sont, en général, d'excellents agents d'onctuosité;
- Les lubrifiants solides, graphite, bisulfure de molybdène, etc . Sont également employés dans les cas difficiles de lubrification .(IV)

Tous ces additifs sont destinés :

- A améliorer les caractéristiques.
- A réhausser des propriétés potentielles;
- A confère des propriétés nouvelles .

Mais les principales améliorations sont portées sur les propriétés physiques (VI) qui sont :

- La viscosité.
- L'indice de viscosité.
- Et le point de congélation.

I-4 Caractéristiques des lubrifiants

1°/ La viscosité

La viscosité est le pouvoir caractéristique des fluides de résister au déplacement d'une partie de ce fluide par rapport à l'autre. La viscosité est très sensible aux variations de température, c'est pourquoi elle s'exprime en fonction de la température :

$$V = Ct - B/t$$

avec

V: la viscosité en centistokes (cst)

C: la constante d'étalonnage caractéristique propre du viscosimètre utilisé .

B: constante expérimentale

t: temps d'écoulement du fluide entre deux repères fixés .

La viscosité est un critère particulièrement important pour apprécier les qualités des produits et définir le type d'écoulement dans les canalisations, pour le cas des huiles de graissage, la viscosité est une spécification de premier ordre puisqu'elle conditionne les qualités requises pour la lubrification . (VII)

2°/ Indice de viscosité

En abrégé IV ou VI, 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, la méthode de son calcul est due à DEAMS & DAVIS , initialement variable entre 0 et 100, les progrès de la technique permettent de dépasser aujourd'hui 100 . (IX)

$$IV = 100 \times \frac{L - U}{L - H}$$

avec

- L'huile d'index 100 à une viscosité : H
- L'huile d'index 0 à une viscosité : L
- L'huile inconnue à une viscosité : U

3°/ Le point de congélation

Le point de congélation est la température la plus haute à laquelle le produit à analyser demeure immobile, quand on incline le tube qui le contient de 45°. Pour une fraction pétrolière, le point de congélation s'étend sur tout un intervalle de température, du fait de la présence des différentes familles de composés (mélange complexe)

Cette caractéristique présente un avantage dans le domaine du raffinage étant donné qu'elle est la base de la séparation par cristallisation fractionnée . (VII)

I-5 Rôle du lubrifiant

Un lubrifiant a pour but :

- D'éliminer les calories engendrées au cours de la combustion . L'huile joue ainsi le rôle de réfrigérant.
- Le désencrassement des moteurs en maintenant en suspension fine les matières solides ou semi-solides .
- De créer un film protecteur contre la corrosion .
- De créer une étanchéité entre le cylindre et le piston afin de maintenir la compression adéquate nécessaire à la combustion dans le carter.
- De prévenir le frottement et l'usure .

Cette lubrification se fait différemment selon le système dans lequel l'huile circule; elle est de trois types :

- a- Lubrification hydrodynamique ou lubrification sous forme de film entier fluide;
- b- Lubrification limite,
- c- Lubrification partielle pour film entier fluide . (VI)

- CHAPITRE II -

LES HUILES USEES

II-1- Caractéristiques des huiles usées

La composition moyenne des huiles usées au moment de la vidange des moteurs n'est pas exactement représentative de celles des huiles effectivement ramassées en vue de leur régénération et ce, du fait de mélanges incontrôlables avec les huiles de diverses provenances (de boîtes à vitesse, de ponts arrière et d'autres mécanismes) et aussi, de pollution accidentelle.

L'huile usagée moteur, peut à juste titre, être considérée comme un brut particulier qui aurait les caractéristiques intrinsèques viscosimétriques et de point de congélation de l'huile de base moteur neuve. Cette constatation a été faite sur des lots d'origines diverses (tableau N°I). On notera que les différentes propriétés ont des valeurs assez proches les unes des autres. (VIII)

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

(III, IV)

Tableau N°1 - Les huiles usagées déshydratées d'origines diverses (VIII)

Propriétés \ Pays	France "68"	France "75"	France "78"	Italie "68"	Italie "75"	Italie "78"	Belgique "76"	Yougoslavie "77"	Rep d'Afrique du sud "74"	Amérique du Sud "77"	Huile de base 350 Neutral
Densité à 20 °C		0,897			0,901		0,904	0,898	0,892		0,870-0,890
Viscosité en (cst)	37,8 °C	75	92,10	94,9	129,7	107	98,35	118,4	91,4	63,15	115
	50 °C			54,05				66,9			
	98,9 °C	9,58	11,59	11,61	13,93	12,53	11,77	12,6	10,41	8,76	12,82
Indice de viscosité	114	125	123	103,5	119	119	101	105	123	113	95
Carbone Conradson (% poids)	1,51	1,80	1,75	2,20	2,18	2,10	2	1,35	1,50	2,70	0,07
Point d'écoulement (°C)	-42	-36		-21	-36	-30	-27	-24	-39	-24	-12
Point d'éclair vase ouvert (°C)		216	196		216	216	230	204	168	216	225
Indice d'Acide (mg KOH/g)	2,1	2,5	4,10	2,7	3,5	2,26	1,95	2,10	2,20	4,80	0,05

II-2- Les contaminants d'une huile usagée

Les contaminants d'une huile usagée peuvent se diviser en trois grandes classes :

- Les produits volatils,
- Les composés solubles dans l'huile,
- Les produits insolubles dans l'huile.

a- Les produits volatils

Les plus connus dans les huiles moteurs usagées sont l'eau et les carburants (essence et gas-oil).

b- Les composés solubles dans l'huile

Ils comprennent toute la famille des corps formés par oxydation, des réactifs aux alcalis, acides et non acides, des résines, des asphaltènes, des anti-gels et des savons métalliques.

c- Les produits insolubles dans l'huile

La présence en grande quantité de particules de carbone de dimension presque colloïdale (dimension 50 à 100 Å) compliquent fortement les opérations de régénération . La portion inorganique des produits insolubles dans l'huile comprend les poussières atmosphériques, des débris de métaux, des oxydes métalliques, des oxydes de plomb provenant de la combustion du plomb tétraéthyl contenu dans le combustible. (IV)

- CHAPITRE III -

LA REGENERATION DES HUILES USAGEES

La régénération des huiles usagées en vue de leur réutilisation dans les moteurs est un sujet controversé depuis de nombreuses années mais, depuis la crise de l'énergie, cette solution est de plus en plus adoptée. En effet, la régénération des huiles usées est considérée dans de nombreux pays comme une forme d'économie d'énergie et comme un moyen de recyclage des produits. C'est aussi une forme de lutte contre la pollution de l'environnement. On se doit donc de la considérer comme une activité qui a une justification économique et sociale .

III-1- Procéssus général de la régénération

La régénération, seule façon de résoudre le problème des huiles usées, consiste en l'élimination des différents contaminants. Différents moyens physiques et chimiques sont mis en oeuvre pour réaliser ces opérations. D'une façon générale, la régénération des huiles usées comporte deux étapes :

- L'élimination des contaminants,
- La finition.

Les prétraitements de l'huile, c'est à dire ceux qui permettent d'éliminer les contaminants, constituent pour une grande part la classe des nouveaux procédés à savoir ceux qui se différencient du procédé acide le plus ancien et le plus couramment exploité. (I)

Le cycle des opérations successives à effectuer pour obtenir un produit de haute qualité représente une sorte de nouveau raffinage de l'huile usagée. Ce cycle comprend habituellement les étapes suivantes données dans l'ordre de leur succession :

- a- La décantation ,
- b- La séparation des impuretés en suspension dans l'huile,
- c- Le dé-essencement ,
- d- Le prétraitement,
- e- Le traitement à la terre et filtration,
- f- Distillation.

a- La décantation

Son but est d'éliminer, les corps solides, les grosses impuretés et l'eau libre.

b- La séparation des impuretés en suspension dans l'huile

Il était facile de réaliser cette séparation quand le graissage des moteurs était exclusivement assuré avec des huiles minérale pures. Cette opération, y compris le retrait des additifs, présente certainement la phase la plus difficile de la régénération. En effet les particules de carbone et d'autres natures en suspension très fine dans les huiles détergentes sont pratiquement insensibles aux procédés antérieurement appliqués pour la précipitation des sédiments par rupture de la suspension colloïdale par un électrolyte tels que le silicate de soude ou de chaux etc.... La centrifugation est elle même peu efficace.

c- Le dé-essencement

Consiste à éliminer de l'huile toutes traces de combustibles et d'eau. L'opération peut être faite :

- Soit en discontinue, dans des appareils appelés " dégazoleurs" ,
- Soit en continue, dans une véritable colonne de distillation sous vide .

d- Le prétraitement

Cette étape dans le processus de régénération dépend du procédé choisi pour épurer les huiles usées .

e- Le traitement à la terre

L'huile est malaxée avec 1 à 10% de terre activée à une température variable, mais de l'ordre de 80 à 100°C. Le temps de contact est de l'ordre de 15 à 20 minutes ; ensuite l'huile mélangée à la terre est filtrée au travers d'un filtre-presse constitué par des toiles en coton. Ce passage sur la terre a pour but d'une part, d'éliminer les odeurs désagréable résultant des différentes réactions chimiques et d'autres part de rendre à l'huile la couleur ambrée qu'elle présente ordinairement.

f- La distillation sous vide

Par le biais de cette opération, l'huile régénérée peut être séparée en fractions distinctes. (III)

III-2- Les procédés de régénération

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

III-2-1- Procédé acide-terre

Dans ce procédé, on réalise l'élimination des contaminants au moyen d'une précipitation acide. Ce traitement acide conduisant à la floculation des suspensions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés, s'opère 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 acide qui en résultent sont précipitées dans le fond 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 .

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

La neutralisation a pour but de les transformer en sels. La base la plus souvent pour la neutralisation est la chaux à raison de 1% environ en poids ou de la soude .

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

Ce procédé a été résumé dans le schéma .N°1.

L'inconvénient majeur de ce procédé est de fournir une très grande quantité de boues environ 30% du volume d'huile qui a subi le prétraitement.

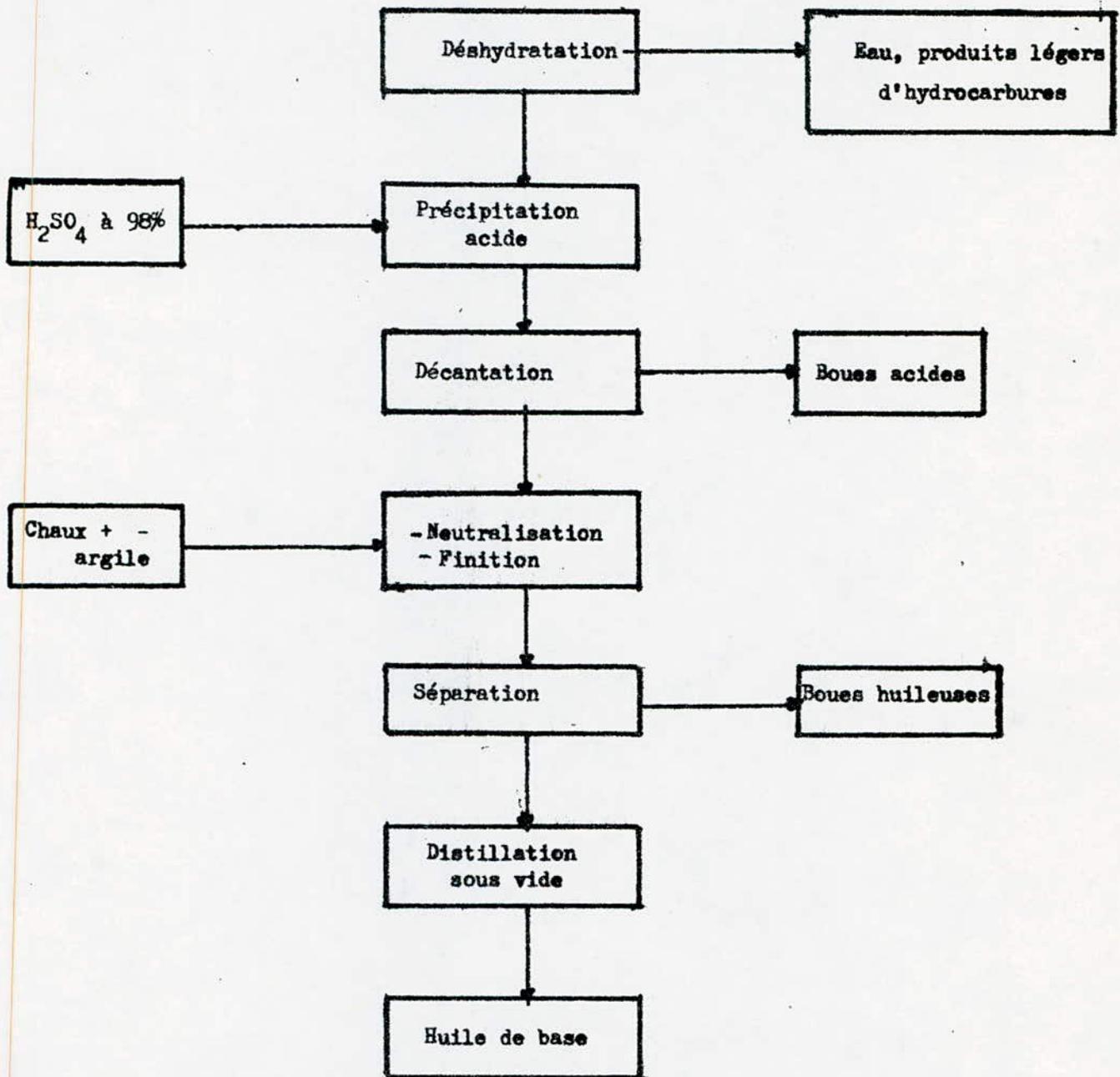
L'élimination de ces boues acide ainsi que celles résultant du traitement de finition pose de sérieux problème notamment vis à vis de la protection de l'environnement .

Ce procédé est le plus ancien et le plus employé de par le monde. C'est en fait celui qui possède le plus de références industrielles.

Récemment, il a bénéficié d'améliorations sensibles qui le modernisent considérablement (centrifugation). Celles - ci tendent à diminuer les quantités d'acide et de terre employé, donc par conséquent à augmenter les rendements en huile, et ce malgré les quantités de plus en plus importantes de dopés par exemple dans les huiles moteurs multigrades .(I)

Schéma N°1

PROCEDE DE REGENERATION : ACIDE - TERRE



III-2-2 Procédé MATTHYS GARAP

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

Les traitements acides étant pratiques sur les fractions distillées, ceci 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 . (I)

Les étapes du procédé sont :

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

III-2-3 Procédé I.F.P

L'institut Français du pétrole a mis au point un procédé dans lequel le pré-traitement de précipitation est réalisé au moyen du propane.

C'est un procédé sélectif qui présente un rendement élevé. Il nécessite cependant, un prétraitement complémentaire à l'acide, lui même suivi du traitement conventionnel à l'argile . Là aussi les quantités d'acide sont considérablement réduites .

Ce procédé est exploité :

- en ITALIE : 35000 Tonnes/an ; depuis une dizaine d'années.
- en YOUGOSLAVIE ; 20000 Tonnes/an; depuis deux ans .

Plus récemment, l'I.F.P a développé un nouveau procédé qui consiste en utilisation de l'ultrafiltration des huiles usées préalablement diluées au moyen du pentane. L'ultrafiltration est réalisée au travers de membranes organiques .

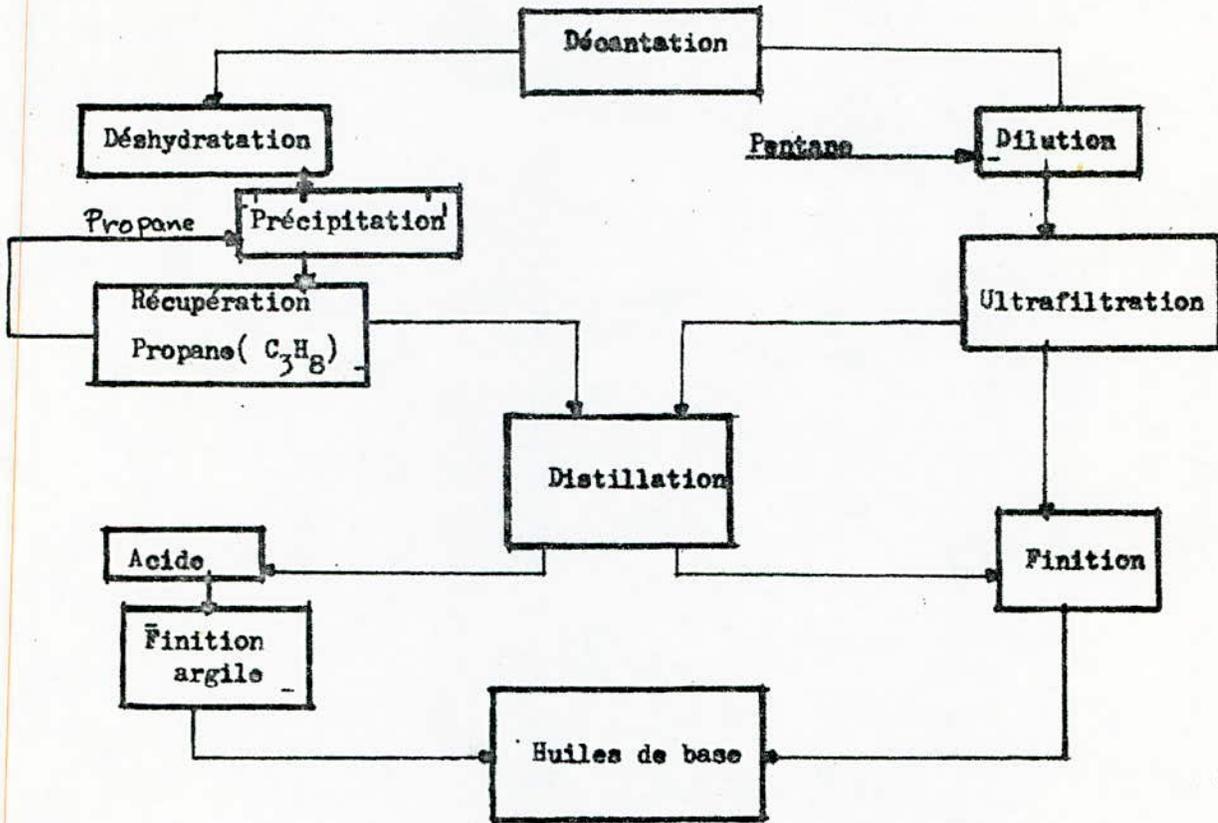
Processus du procédé I.F.P (voir schéma N°II)

Avantages :

- bonne qualité d'huile,
- volume d'acide optimisé.

Inconvénients :

- important volume de propane,
- température et pression , complexité et procédé discontinu .



III-2-4 Procédé B.E.R.C (Boutlesville Energy Research Center)

Cette technique de précipitation fait appel à l'utilisation de solvants qui provoquent la coagulation des différentes suspensions contenues dans l'huile usée .

Les étapes de ce procédé sont :

- Déshydratation,
- Traitement aux solvants (alcool + acétone),
- Séparation (boue),
- Récupération des solvants,
- Distillation sous vide,
- Hydrofinishing,
- Huiles de base .

L'avantage de ce procédé est de fournir des boues neutres dont l'élimination ne pose pas de problème particulier pour l'environnement et le rendement varie de 75 à 85% .

L'inconvénient : grande consommation d'énergie pour le prétraitement . (I)

III-2-5 Procédé PROP (Phillips Petroleum Company)

C'est à chaud, entre 150 et 200°C et sous pression de 25 Kg/cm², que l'élimination des contaminants est réalisée dans ce procédé et ce, au moyen d'une solution aqueuse de sels d'ammonium. Leur rendement est de 75 à 90% .

La déshydratation de l'huile est réalisée après la précipitation. Ce procédé présente un double avantages :

- Il est en accord avec les principes de la protection de l'environnement,
- Il est moins onéreux que le procédé B.E.R.C du fait que les solvants ne sont pas utilisés .

Cependant, il présente deux inconvénients :

- Celui de nécessiter un double traitements de finition,
- De ne pouvoir facilement être intégré dans une usine de traitement existante .

Pour les traitements de finitions, ce procédé utilise l'argile comme adsorbant et puis un traitement à l'hydrogène . (I)

III-2-6 Procédé K.T.I (Kinetic Technology Incorporation)

Ce procédé utilise un évaporateur sous vide à couche mince, ce qui permet de limiter considérablement les contraintes thermiques que subit l'huile pendant la distillation et ce, qui par ailleurs, semble résoudre le problème des mousses.

Ce procédé comprend principalement les séquences suivantes :

- Assechement atmosphérique pour l'élévation de l'eau et gasoline,
- Stripper sous vide pour la production du gas-oil,
- Distillation sous vide pour la récupération des huiles lubrifiantes,
- Hydrofinishing des distillats lubrifiants . (I)

L'avantage majeur est que ce procédé fait intervenir seulement l'hydrogène comme agent chimique de traitement, donc pas de problème de pollution due à la disposition des boues acides ou caustiques et la contamination de la terre par l'huile .

Avantages :

- Rendement est de 75 à 80% ,
- Sous produits peu polluants .

Inconvénients

- Faible pression ,
- Investissements importants .

Partie
experimentale

Chapitre IV

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

IV-1 Nature et origine de l'huile usagée

Les échantillons d'huile usagée de type moteur ont été récupérés au niveau stations service au moment de la vidange des véhicules.

Ceci est très important dans la mesure où nous avons évité aux huiles vidangées d'être en contact avec d'autres sources de contaminants.

IV-1-1 Les différentes huiles usagées collectées

Les échantillons d'huile usagée que nous avons collectées sont :

- La S.A.E 20 VV/ 50 (prélèvements faits après 2700 Km- 3500 Km- 3000 Km et 2600 Km de fonctionnement)
- La S.A.E 20 VV/ 40 (prélèvement fait après 2500 Km de fonctionnement)
- La S.A.E 40 Diesel (prélèvement fait après 4000 Km de fonctionnement)

IV-2 Etude physico-chimique de l'huile usagée

IV-2-1 Mesure de densité et du carbone conradson de chacun des types d'huile usée collectée

La faible quantité d'huiles usées collectées, nous a incité à procéder au mélange; ce dernier n'a été réalisé qu'après analyse, par le biais de la densité et du carbone conradson, de chacun des types d'huile collectée. Les résultats obtenus (Tableau N°II) ont été comparés à ceux d'huiles de même type mais neuves .

Nous remarquerons dans ce Tableau que les huiles collectées ont vu leur carbone conradson augmenter de 2 à 4 fois par rapport à leur valeur initiale (huile neuves). Ceci prouve en fait que les huiles usagées collectées sont chargées d'une assez grande quantité d'impuretés .

Type d'huile	Distance d'utilisation (km)	Densité d_4^{20}	Carbone Conradson (% poids)
S.A.E 20W/50	2700	0,902	3,15
// //	3500	0,896	2,68
// //	3000	0,889	1,90
// usées //	2600	0,894	1,50
S.A.E 20W/50 neuve	—	0,890	0,79
S.A.E 20W/40 usée	2500	0,890	2,19
S.A.E 20W/40 neuve	—	0,876	0,64
S.A.E 40 usée	4000	0,894	1,56
// //	4000	0,894	1,57
S.A.E 40 neuve	—	0,898	0,59

Tableau n° II : Caractéristiques des huiles usagées.

IV-2-2-Analyse physico-chimique du mélange des différents types d'huile usagée collectée

a- Caractéristiques principales de l'huile usagée

La détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée brute (n'ayant subi aucun traitement) est impérative et cela afin que l'on puisse évaluer l'efficacité du procédé de régénération appliqué (procédé acide-terre) .

Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau N° III .

Analyses	Normes	Résultats
Densité d_4^{20}	ASTM D 1298	0,897
Viscosité (cst) $\left\{ \begin{array}{l} \text{à } 40^\circ\text{C} \\ \text{à } 100^\circ\text{C} \end{array} \right.$	ASTM D 445	115,78
		13,00
Indice de viscosité	ASTM D 2270	100
Viscosité Engler (à 50°)	Conversion	9,92
Point d'écoulement (°C)	ASTM D 97	-27
Point d'éclair V.O (°C)	ASTM D 92	232
Point de feu (°C)	ASTM D 92	256
T. A. N (mg KOH/g)	ASTM D 664	2,9
T. B. N (mg KOH/g)	ASTM D 2896	4,8
Teneur en eau (% v)	ASTM D 95	2,6
Teneur en sédiment (ppm)	ASTM D 473	1,3
Carbone Conradson (% poids)	ASTM D 189	2,09
Pouvoir calorifique H_o (cal/g)	NF-M-07-011	6031,7

Tableau n° III : Caractéristiques principales de l'huile usagée type moteur avant tout traitement.

de la distillation fractionnée (Norme ASTM D 2892)

La distillation fractionnée a été conduite dans les conditions suivantes :

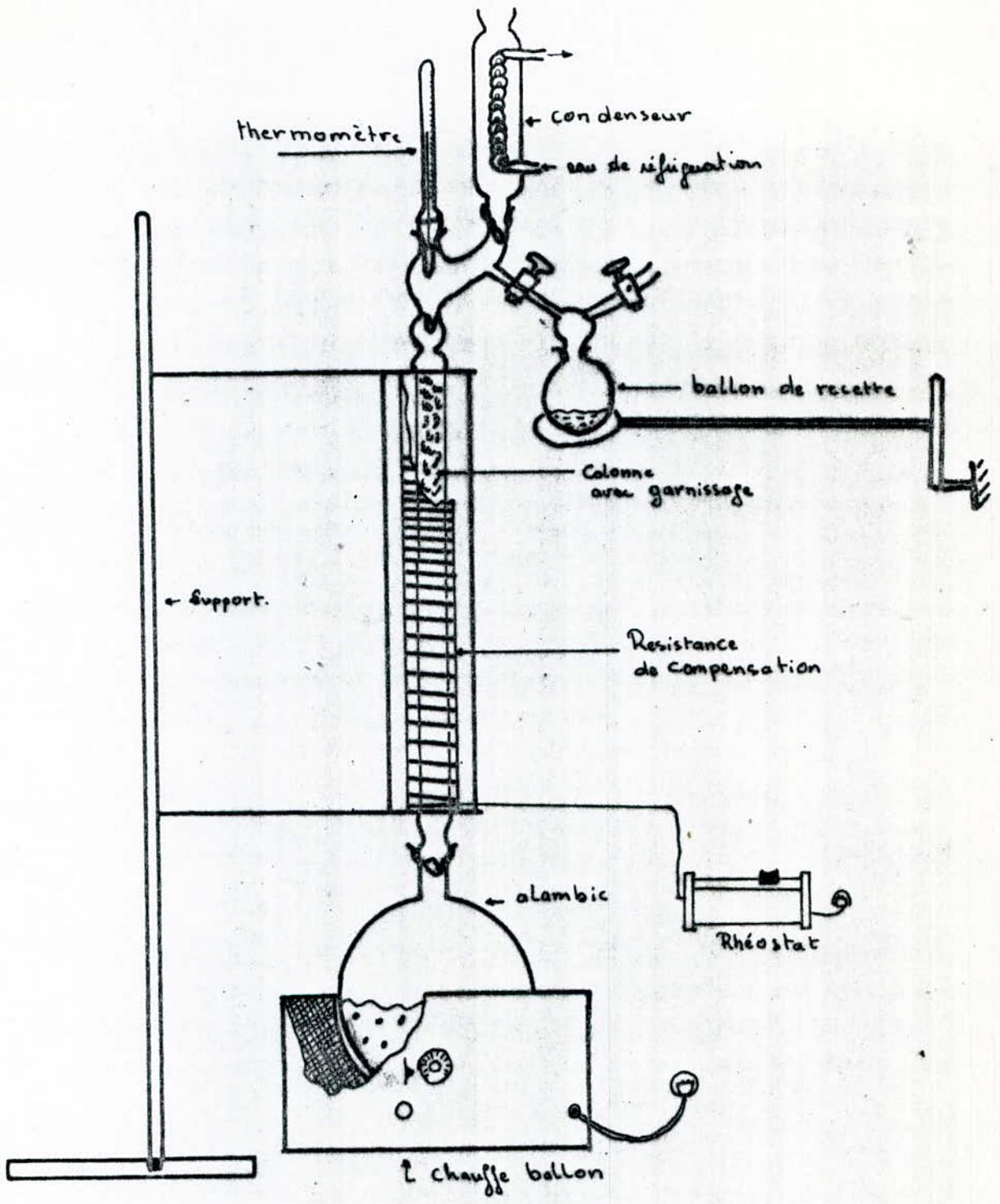
- Volume de la charge (huile brute) : 300 ml
- Domaine de température : 96°C - 340°C
- Nombre de fractions recueillies : 5

Cette distillation fractionnée a été fait dans le but de recueillir les hydrocarbures légers contenus dans l'huile brute, sous forme de fraction et par suite essayer de les situer par rapport à des coupes pétrolières (essence, kérosène, gas-oil et fuel) , par leurs propriétés.

La Distillation fractionnée: elle permet la separation des different hydrocarbures en fonction de leur température d'ébullition, on utilise une colonne de distillation en discontinue. Elle comprend notamment :

- un bouilleur équipé d'un chauffage électrique et d'une prise de température
- Une colonne à garnissage munie d'un système de réchauffage pour compenser les pertes thermiques.
- Un condenseur.
- Un système de reflux.

Le distillat est recueilli, à l'état liquide; une telle distillation est appelée T.B.P (True Boiling Point), la haute sélectivité de l'appareil permet d'obtenir en tête les constituants purs ayant la même température d'ébullition environ et de les recueillir dans des ballons de recettes. (XIV)



~ Schéma (bis) de l'appareil de distillation fractionnée ~

Cependant, il est à noter que cette distillation fractionnée s'est initialement avérée très difficile à réaliser.

En effet, lors des deux premiers essais, il y a eu formation de mousse au moment où l'huile a commencée à bouillir ($T=90^{\circ}\text{C}$), et cette mousse est passée à travers la colonne de distillation ce qui nous a incité à chaque fois la manipulation.

Nous expliquons la formation de cette mousse lors du chauffage de l'huile par une forte teneur en eau. Cette eau indésirable, a été éliminée par le passage de l'huile sur un desséchant, en l'occurrence le chlorure de calcium (CaCl_2).

b-1 Passage de l'huile sur le chlorure de calcium (CaCl_2)

La mise en contact, pendant six heures (6H), de 15% en masse de CaCl_2 avec l'huile usagée, sous une température $T=40^{\circ}\text{C}$, a permis l'élimination d'une quantité non négligeable d'eau. La teneur en eau initialement 2,6% en volume (voir le Tableau N° III) a diminué jusqu'à atteindre la valeur de 0,15% en volume.

Cependant, il est à signaler que ^{cette} méthode de déshydratation présente un inconvénient majeur qui est : la régénération du chlorure de calcium.

- La régénération du desséchant

Quand nous utilisons le desséchant dans un dessiccateur par exemple, sa régénération est assez simple, puisqu'il suffit de chauffer à une température supérieure à 100°C (température d'évaporation de l'eau). Pour éliminer l'eau qui s'y est adsorbée, alors que dans notre cas le chlorure de calcium (CaCl_2) est difficilement récupérable du fait de sa contamination par l'huile. Nous avons essayé aussi de laver avec de l'essence mais la dissolution du chlorure de calcium (CaCl_2) était encore plus prononcée dans l'essence.

En effet, cette méthode de déshydratation n'a été utilisée que dans le but de faire la distillation fractionnée.

b-2 Analyse des fractions

Les résultats d'analyses des fractions obtenues sont regroupés dans le Tableau N° IV.

N° de fraction	Intervalle de $T^{\circ}\text{C}$	% Volumique	d_4^{20}	n_D^{20}	PA °c
1	96 - 240	3,1	0,819	1,466	50
2	240 - 260	4,8	0,803	1,458	54,5
3	260 - 270	6,3	0,801	1,454	56
4	270 - 290	9,2	0,810	1,459	60
5	290 - 340	5,8	0,835	1,470	74
6	Residu 340 ⁺	70,8	0,951	—	—

Tableau n° IV : Fractions obtenues après distillation.

b-3-Determination de la tendance des fractions obtenues

A partir de la formule de M. ROBERT nous pouvons calculer la masse moléculaire (IV)

$$M = 1705,45 n_d^{20} + 792,93 d_4^{20} + 4,553 PA - 3287$$

L'application de l'équation de M. ROBERT (IV) pour chacune des fractions, montre que les masses moléculaires sont inférieures ou égales à 200; c'est pourquoi nous utilisons la méthode n.d.PA pour le calcul de la composition en paraffines, en aromatiques et en naphthéniques .

La méthode n.d.PA est basée sur la mesure de l'indice de réfraction n_d^{20} , du point d'aniline PA(°C) et sur l'utilisation de deux formules linéaires (:IV) :

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

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

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

avec : d : densité de la fraction d_4^{20}

$\%C_P$: composition en paraffine

$\%C_A$: composition en aromatique

$\%C_N$: composition en naphthénique

Nous avons obtenu les résultats suivants (Tableau N° V)

N° fraction	Masse moléculaire (grs)	Composition		
		% Cp	% Ca	% Cn
1	89,95	51,01	28,69	20,30
2	84,65	55,84	26,11	18,05
3	82,51	55,87	22,75	21,38
4	116,15	58,44	22,59	18,97
5	219,19	65,61	17,43	16,96

Tableau n° V : Détermination de la composition des fractions.

Afin d'avoir plus d'information sur les tendances de chaque fraction. Nous avons calculé leur K_{uop} . Nous savons par ailleurs (IV) que pour :

$K_{uop} = 13$ tendance paraffinique

$K_{uop} = 12$ tendance naphthéno-paraffinique

$K_{uop} = 11$ tendance naphthénique

$K_{uop} = 10$ tendance aromatique

avec
$$K_{uop} = \frac{\sqrt[3]{T(^{\circ}R)}}{SpGr_{40}^{60}}$$

Les résultats du calcul sont regroupés dans le Tableau N° VI.

N° Fraction	d_4^{20}	$SpGr_{40}^{60}$	°API	température (°F) abaisse	température (°R)	K_{uop}
1	0,819	0,823	40,43	210	669,7	10,63
2	0,803	0,807	43,84	190	649,7	10,73
3	0,801	0,805	44,28	180	639,7	10,70
4	0,810	0,814	42,33	280	739,7	11,11
5	0,835	0,839	37,15	550	1009,7	11,96

Tableau n° VI: Détermination des tendances de chaque Fraction.

D'après les Tableau N°V et N°VI nous pouvons dire que les fractions 1,2, et 3 sont de tendance naphthéno-aromatique alors que la fraction 5 est naphthéno-paraffinique .

c- Analyse par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G)

Pour pouvoir identifier les fractions obtenues aux divers coupes pétrolières, nous avons vue la nécessité de faire une analyse en chromatographie en phase gazeuse (C.P.G) pour chaque fraction .

- Définition de la chromatographie en phase gazeuse (C.P.G)

La chromatographie est une méthode physique de séparation des composants d'un mélange comparable à la distillation .

Les échanges de matière ont lieu entre deux phases distinctes non miscibles dont

l'une est stationnaire et à grande surface tandis que l'autre est fluide et mobile .
Les composés de l'échantillon à analyser ne migrent à travers le système chromatographique que s'ils sont dans la phase mobile. Les composés ayant une plus grande affinité pour la phase stationnaire migreront plus lentement que ceux distribués préférentiellement dans la phase mobile .

En chromatographie en phase gazeuse, la phase mobile est toujours gazeuse, la phase stationnaire peut être solide (adsorbant) ou liquide (support revêtu de la phase stationnaire liquide) .

Dans le premier cas, le phénomène responsable de la séparation est l'adsorption, dans le second cas c'est la différence de solubilité présentée par les composés à séparer entre la phase stationnaire liquide et la phase mobile gazeuse . (X)

- Définition - volume de rétention - temps de rétention

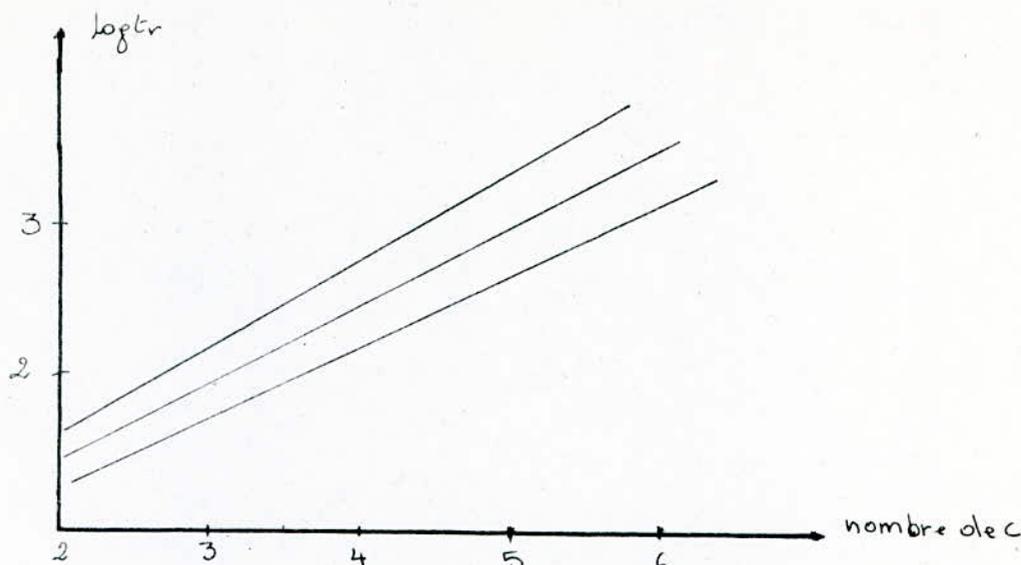
La chromatographie en phase gazeuse est la plus souvent une chromatographie d'éluion: un soluté introduit en tête de colonne parcourt celle ci à une certaine vitesse qui dépend de la vitesse linéaire du gaz porteur et des propriétés propres vis-à-vis de la phase fixe . Après un certain temps, le soluté émerge donc de la colonne suivant un régime de concentration idéalement gaussien, et l'on nomme volume de rétention la quantité de gaz porteur qui s'est écoulée dans la colonne depuis l'entrée du soluté jusqu'à sa sortie .

Toutes choses égales d'ailleurs, le volume de rétention est une caractéristique physique du soluté en question . Si l'on divise le volume de rétention par la vitesse d'écoulement du gaz porteur (mesurée en ml par unité de temps) on obtient une nouvelle quantité appelée : temps de rétention .(X)

- Identification par graphiques : $\log t_r$ - nombre d'atome de carbone (C) :

(Méthode des indices de KOVATZ)

L'identification d'un composé d'une série homologue peut être réalisé facilement puisque l'on a constaté qu'il existait une linéaire entre le log. du temps de rétention ajusté t_r , et une propriété croissant régulièrement dans la série, par exemple, le nombre d'atome de carbone, le point d'ébullition... sur une phase stationnaire déterminée. Comme on le remarque sur le diagramme ci-dessous, il suffit d'injecter 2 ou 3 composés de chaque série pour établir la pente de la droite et identifier ainsi les autres termes de la série à température fixe. Si la température varie, la pente de la droite variera .



La connaissance du temps de rétention ajusté et une propriété par exemple la température d'ébullition ou le nombre d'atome de carbone (C), en peut, à l'aide de la méthode ci-dessus déterminer à quelle famille un produit injecté appartient. (IV)

C-1 Les conditions opératoires

- Chromatographe utilisé : type FVE UNICAM N°304
- Détecteur à ionisation de flamme
- Colonne SE 30; 10% phase stationnaire, support C.S - 100- 120 mesh;
Q.B (silanised acide washed diatomite "c")
- Gaz vecteur: Azote (N_2); débit : 30 ml/mn
- Débit d'hydrogène (H_2) : 33 ml/mn
- Débit d'air : 337 ml/mn .

Dans l'analyse chromatographie nous avons utilisé deux modes de fonctionnement en isotherme et en programmation de température .

En isotherme :

Elle a été utilisée pour l'analyse des fractions 1 et 2. Les conditions opératoires

sont :

- Température du chambre d'injection : $T_I = 170^\circ C$
- Température de la colonne : $T_C = 150^\circ C$
- Température du détecteur : $T_D = 350^\circ C$
- Quantité du produit injecté : $0,5 \mu l$

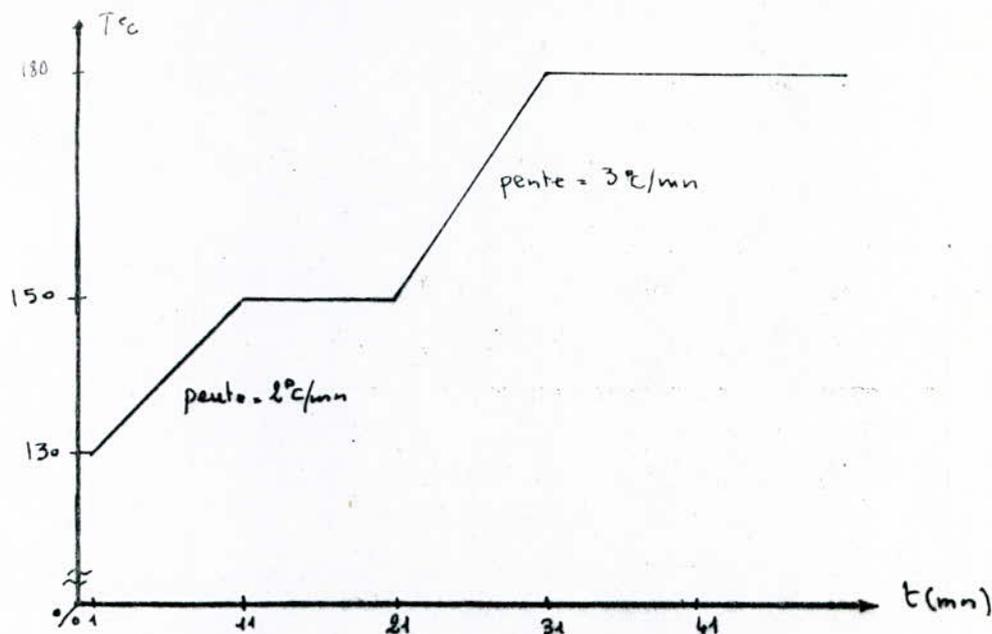
En programmation de température:

Elle a été utilisée pour les fractions 3, 4 et 5. Les conditions opératoires sont:

- $T_I = 170^\circ C$ et $T_D = 350^\circ C$
- Unit time : 01 mn
- Rate : $2^\circ C/mn$

- Upper température : 150°C
- Upper time : 10 mn
- Pate : 3°C/mn
- Upper température : 180°C
- Upper time : 10 mn

Cette programmation peut être schématisée de la façon suivante : schéma N°4



Schema n°4 : Programmation de température.

Pour pouvoir faire une identification, nous avons dû injecter dans les mêmes conditions des étalons (n-paraffines) ce sont : nC_7 , nC_8 , nC_9 , nC_{10} , nC_{11} , nC_{12} , nC_{14} , nC_{15} ; nC_{16} , nC_{17} , nC_{18} et nC_{19} .

La méthode d'identification utilisée est celle des indices de KOVATZ (IV). Cette méthode nous a permis de situer les divers fractions obtenues vis-à-vis des coupes pétrolières et d'identifier en même temps les composés de la fraction 2 et 4.

* Fractions N°1 et N°2 : s'identifient à un mélange d'essence et kérosène.

* Fractions N°3, N°4 et N°5 : s'identifient à un mélange d'essence, kérosène et gas-oil.

Dans le Tableau N°VII nous donnons les composés susceptibles d'être dans les fractions N°2 et N°4.

Fraction n° 2			fraction n° 4		
temps de rétention tr (mn)	température d'ébullition Teb (°c)	Composés	temps de rétention tr (mn)	température d'ébullition Teb (°c)	Composés
0,89	94	Divinylacétyle	1,39	102	n-Propyl acétate
1,05	91	2-bromo-butane	1,69	118	3-méthyl-3-éthyl Pentane
1,31	114	2-méthyl-butanol 3	1,87	123	trans Diméthyl cyclo hexane
1,75	135	cellosolve	2,25	138	n- Amyl alcool
2,12	149	butyl-butyrate	2,69	153	tetraethylsilane
2,15	150	Diméthyl-vinyl-éthényl carbinol	3,33	164	1,3,5 Triméthyl benzène
2,46	157	Heptyl-alcool	3,98	176	1,2,3 Triméthyl benzène
2,59	161	FurFural	4,79	186	Trans-Décalin
2,97	169	Amyl propionate	5,71	196	4-éthylcumène
3,57	181	octylène	5,95	197	3- Remilansol
4,38	193	Formamide	7,41	211	2-4 Diméthylphénol
4,59	197	Phenyl acétaldehyde	8,74	221	Citronellol
5,39	205	Hexaméthylène diamine	12,39	239	4-ter-butyl-2-6- Xylénol
5,75	208	méthylène dianiline	17,82	256	Geronyl n-butyrate
6,35	215	Triéthyl-benzène	25,25	278	méthyl n-dodécyl -ketone
6,61	217	Dibenzoyl méthane	28,49	295	Fluorène
8,28	228,5	Diamyl kétone	31,21	305	Benzo phenone
8,85	232	Diéthyl diméthyl Toluidine	37,61	332	Pilmitonitrile

Tableau n° VII : Résultats obtenus par la méthode d'indice de KOVATZ.

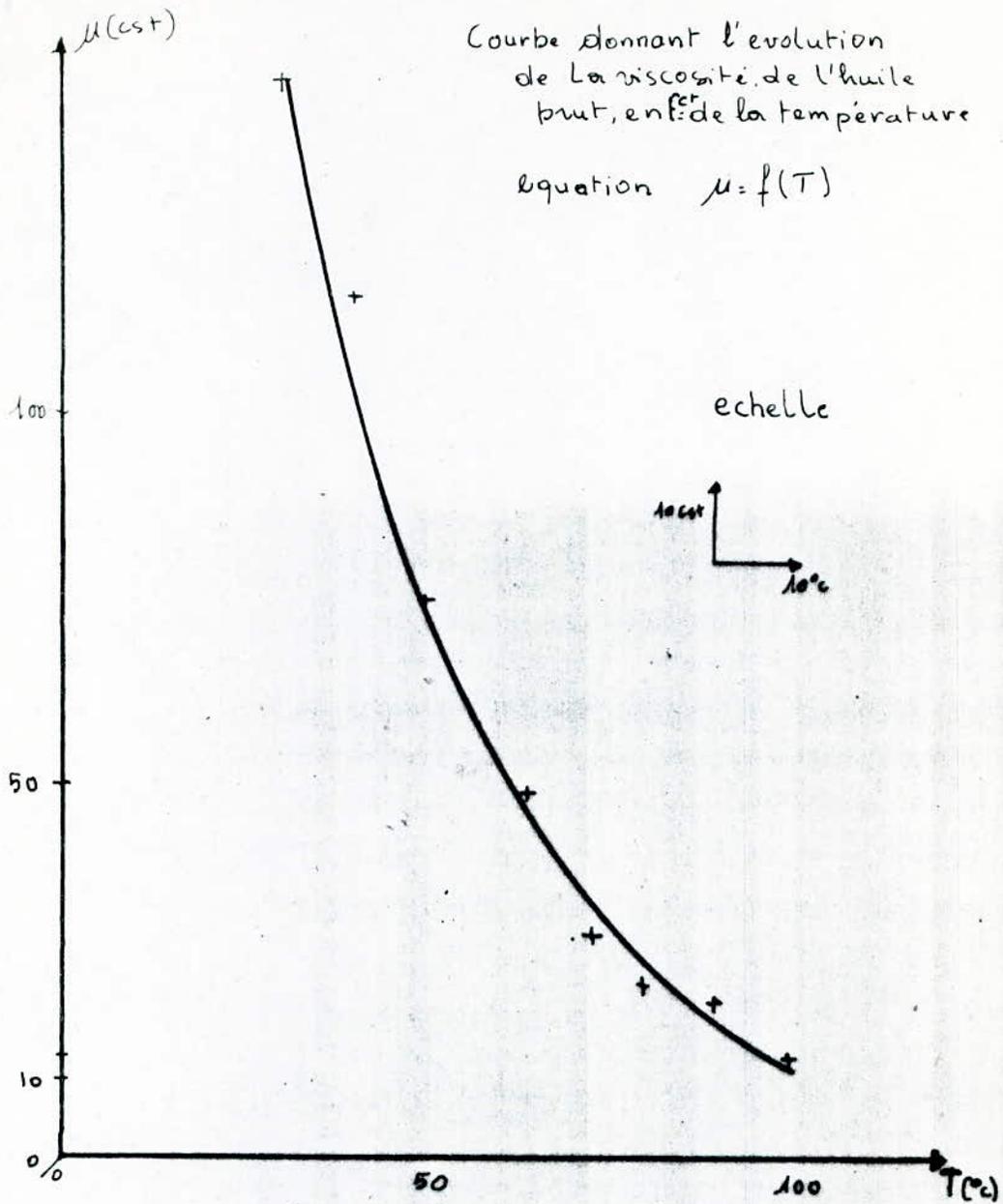
d- Influence de la température sur la viscosité de l'huile usagée

Du fait que la viscosité est considérée comme l'une des principales propriétés qui caractérisent l'huile ; nous avons vu la nécessité de faire une étude de sa variation en fonction de la température. En effet, afin que l'huile remplisse sa fonction dans la lubrification. Il faut que sa viscosité soit la plus élevée possible en fonction de la température .

Les résultats de la variation de la viscosité de l'huile sont regroupés dans le Tableau N°VIII .

Température T (°C)	Viscosité (degré) Engler	Viscosité cinématique (cst)
30	19,14	145,01
40	15,29	115,78
50	9,92	75,04
64	5,40	40,93
73	3,93	27,79
80	3,06	23,19
90	2,70	20,46
100	1,716	13,00

Tableau n° VIII : variation de la viscosité de l'huile brute en fonction de la température.



Graphé n° I : Evolution de la viscosité en fonction de la température.

μ : viscosité cinématique en centistokes (cst).

T : température en degrés Celsius (°C).

IV-3 Conclusion

En conclusion, dans ce chapitre, nous pouvons dire que les résultats de l'analyse de l'huile usagée avant tout traitement, montrent, d'une part que la détérioration de cette huile au moment de la vidange était assez poussée ce qui marque en fait, la nécessité d'une purification avant toute réutilisation et d'autre part, dans l'hypothèse de régénération de l'huile, il sera nécessaire de conduire les différents traitements dans le sens de l'amélioration des propriétés essentielles tels que la viscosité, point de congélation etc ...

Chapitre V

La régénération de l'huile usagée type moteur par le procédé acide-terre

Le travail expérimental basé sur le procédé acide-terre comporte différentes phases que nous résumons ainsi :

- La décantation
- La déshydratation et le dé-essencement
- Le traitement acide
- La décantation
- la neutralisation
- Le traitement à la terre
- La distillation sous vide .

V-1 La décantation

L'huile usagée ($V=200\text{ml}$) a été abandonnée à la gravitation naturelle dans une éprouvette graduée et ce, pendant tout le mois que nous avons consacré à l'activation de la terre .

Cette opération n'a pas été concluante . De ce fait nous avons alors procédé à une filtration sous pression réduite de l'huile préalablement chauffée à une température $T= 50 -60^{\circ}\text{C}$. Divers verres frittés et papiers filtres ont été essayés mais en vain . Les teneurs en eau et en sédiments ainsi que le résidu Conradson n'ont pas évolués de manière significative après cette phase préliminaire de la régénération .

Les résultats obtenus sont reportés dans le Tableau ci dessous N°IX

Analyses	huile usagée avant décantation	huile usagée après olécantation
Teneur en eau (%volumique) ASTM D 95	2,6	2,6
Teneur en sédiments (% poids) ASTM D 473	1,3	1,29
Résidu Conradson (% poids) ASTM D 189	2,09	2,07

Tableau n° IX : Détermination de quelques propriétés physiques de l'huile après essais de décantation

A l'heure actuelle, l'élimination des impuretés en suspension fine (carbone par exemple) ainsi que le retrait des additifs représentent certainement la phase la plus difficile de la régénération .

Les traitements qui suivent s'appliquent le plus souvent sur l'huile usagée contenant des produits en suspension .

V-2 La déshydratation et le dé-essencement

Cette phase consiste à éliminer l'eau et toutes traces de combustibles légers se trouvant dans l'huile .

Pour ce faire, nous avons le choix entre deux méthodes :

- passage de l'huile usagée sur le chlorure de calcium (CaCl_2) . Mais dans ce cas ci , seule l'eau était éliminée . En effet, la mise en contact, pendant six heures (6H) , de 15% en masse de chlorure de calcium (CaCl_2) avec l'huile sous une température de 40°C a permis l'élimination d'une quantité non négligeable d'eau. La teneur en eau initialement de 2,6% en volume a diminué jusqu'à atteindre la valeur de 0,15% , seulement, il est à préciser que l'utilisation de CaCl_2 comme desséchant doit conduire par la suite à sa régénération . Cette dernière n'est pas évidente du fait de la contamination du CaCl_2 par l'huile .

Des lavages à l'essence ont été réalisés mais sans grand succès. Le chlorure de calcium (CaCl_2) accusait une dissolution prononcée dans l'essence .

- Chauffage de l'huile à la température $T = 150 - 160^\circ\text{C}$.

Cette opération a été réalisée par simple chauffage à la température de $150 - 160^\circ\text{C}$ pendant un temps $t = 10\text{mn}$. L'huile ainsi traitée a été analysée et les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau N°X .

Analyses	Normes	Resultats
Densité d_4^{20}	ASTM D 1298	0,901
viscosité (cst) { à 40°C à 100°C	ASTM D 445	124,52
		13,16
Indice de viscosité	ASTM D 2270	100
Viscosité Engler (à 50°C)	Conversion	11,28
Point d'écoulement (°C)	ASTM D 97	-25
Point d'éclair V.O (°C)	ASTM D 92	235
Point de feu (°C)	ASTM D 99	259
T.A.N (mg KOH/g)	ASTM D 664	3,2
T.B.N (mg KOH/g)	ASTM D 2896	5,1
Teneur en eau (%V)	ASTM D 95	0,1
Teneur en sédiment (à 100°C)	ASTM D 473	1,6
Carbone Conradson (% poids)	ASTM D 189	2,75
Pouvoir calorifique H_o (cal/g)	N.F.M - 07-015	6193,4

Tableau n° X: Caractéristiques principales de l'huile usagée après déshydratation et déessencement

Si nous comparons les résultats du Tableau N° III (Analyse du mélange) avec les résultats du Tableau N° X nous remarquons une augmentation de presque tous les paramètres sauf pour l'eau dont la teneur dans l'huile a diminué ceci est normal si on prend en considération que le chauffage a éliminé les hydrocarbures légers et l'eau ce qui a provoqué une augmentation en concentration d'impuretés et d'hydrocarbures lourds dans le mélange.

V-3 Le traitement acide

Le traitement à l'acide sulfurique à 96% conduit à la floculation des suspensions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés mais sans pour cela provoquer une attaque de l'huile elle-même . (IV)

Ce traitement à l'acide a été effectué sous les conditions opératoires suivantes :

- Volume d'huile usagée à blanchir : 15l soit 13,455 Kg
- Acide sulfurique (H_2SO_4) 96% : 7% en masse
- Temps de contact acide - huile : $t = 30$ mn
- Température de contact : $T = 40^\circ C$.

Cette opération a été réalisée sous agitation continue .

V-4 La décantation

Après 24 heures de décantation, les boues acides se sont précipitées dans le fond du bac et l'huile épurée a pu être récupérée .

L'inconvénient majeur du traitement acide est de fournir des boues acides, produits indésirables . Dans notre cas, elles représentent environ 9% en masse de la quantité totale de l'huile qui a subi les prétraitements .

V-5 La neutralisation

Après le traitement acide, l'huile contient encore des acides de différentes sortes, en particulier sulfoniques ainsi que de petites particules d'acide sulfurique. La neutralisation a pour but de les transformer en sels .

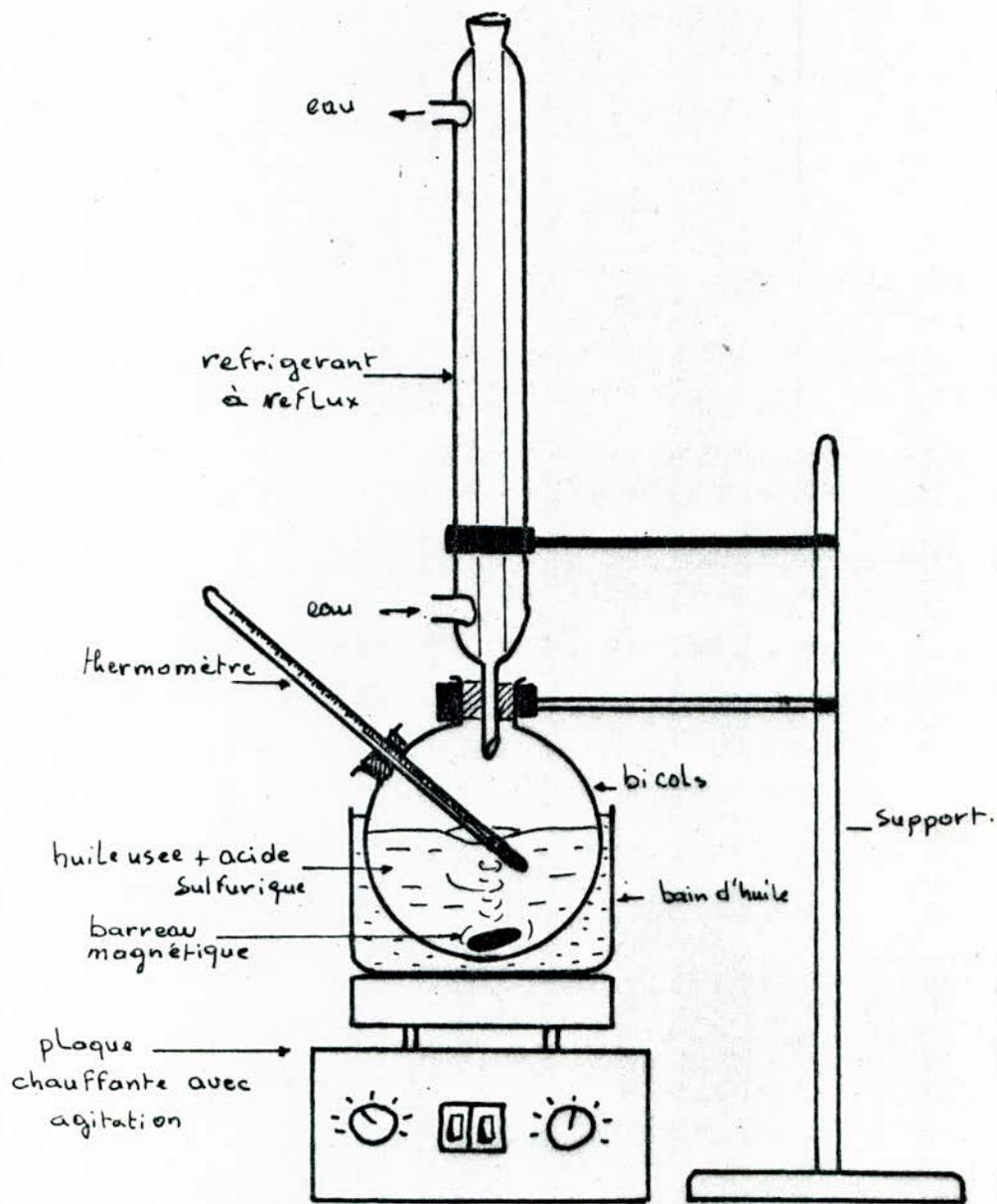
Les conditions opératoires choisies sont les suivantes:

- Volume d'huile à neutraliser : 12,5 l
- quantité de soude utilisée : 620 g .

Cette neutralisation a été réalisée sous température ambiante et sous agitation continue . Pour déterminer la quantité de soude nécessaire à la neutralisation des 12,5 l d'huile, il a fallu faire un essai sur 100 ml d'huile ; la procédure employée est la suivante :

A l'aide d'un pH-mètre nous avons mesuré le pH de l'huile après attaque acide (pH entre 1 et 2) et nous avons procédé à la neutralisation avec une solution de soude (0,604 Normale) jusqu'à l'obtention d'un pH neutre (en vérité le pH prenait les valeurs entre 7 et 8) le volume total de soude utilisé pour la neutralisation de 100ml d'huile était de 207 ml .

Du fait de la viscosité du milieu, la neutralisation ne s'est pas faite rapidement. Il a fallu attendre deux journées pour que le pH soit neutre (≈ 7) .



Schema n° 3 : Installation utilisée pour l'attaque acide de l'huile.

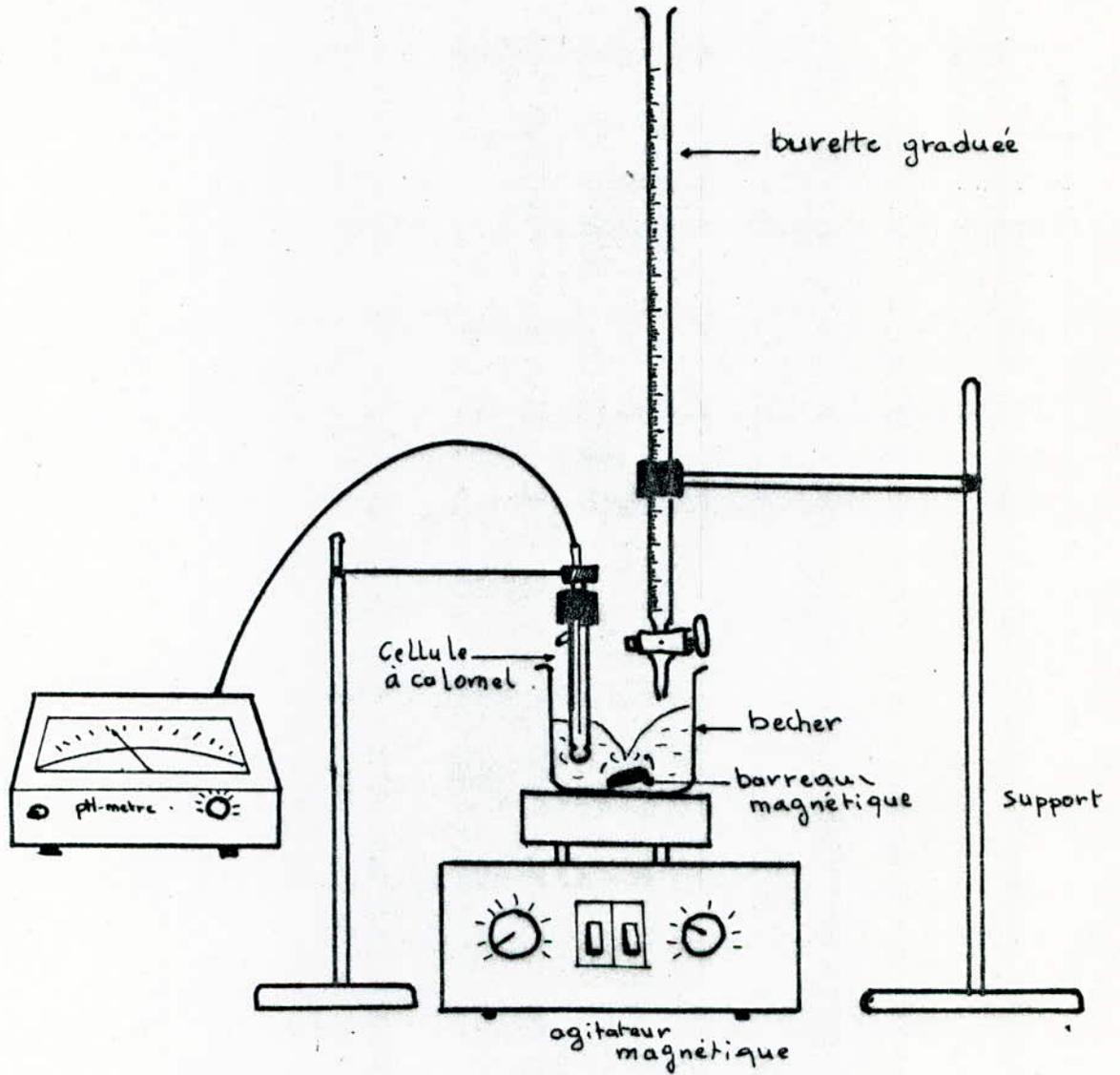


Schéma: Installation utilisée dans l'essai :
de neutralisation

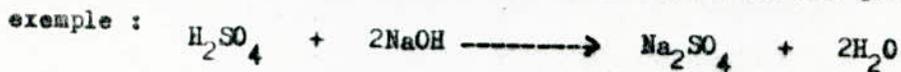
Cependant un autre problème s'est présenté : ce problème réside dans le fait que ce n'est pas tous les sels résultants de la neutralisation, qui se sont déposés. Pour palier à ce problème nous avons essayé d'utiliser la centrifugation. Cependant les résultats obtenus de l'analyse de l'huile après centrifugation montrent que ce n'est pas tous les sels qui ont pu être éliminés. Les résultats des analyses fait après centrifugation sont regroupés dans le Tableau N°XI

Analyses	Normes	Resultats
Densité d_4^{20}	ASTM D 1298	0,920
Viscosité (cst) $\left\{ \begin{array}{l} \text{à } 40^\circ\text{C} \\ \text{à } 100^\circ\text{C} \end{array} \right.$	ASTM D 445	106,73
		12,41
Indice de viscosité	ASTM D 2270	106
Viscosité Engler (à 50°)	Conversion	9,04
Point d'écoulement (°C)	ASTM D 97	-21
Point d'éclair V.O (°C)	ASTM D 92	233
Point de feu (°C)	ASTM D 92	264
T.A.N (mg KOH/g)	ASTM D 664	2,6
T.B.N (mg KOH/g)	ASTM D 2896	-
Teneur en eau (% v)	ASTM D 95	0,32
Teneur en sédiment (ép)	ASTM D 473	3,23
Carbone Conradson (% poids)	ASTM D 189	7,24
Pouvoir calorifique H_o (cal/g)	NF-M-07-011	7290,4

Tableau n° XI: Caractéristiques principales de l'huile après attaque à l'acide et neutralisation.

Les résultats les plus remarquables de ces analyses comparés à ceux du Tableau N°X, sont sûrement le résidu conradson, la teneur en sédiment qui ont augmenté ceci est dû à la dissolution des sels résultants de la neutralisation.

Nous remarquons aussi l'augmentation de la teneur en eau qui est due à la neutralisation



A part la couleur qui a changé (du noir au marron foncé) et l'odeur, nous ne pouvons pas affirmer qu'il y a eu amélioration ou non .

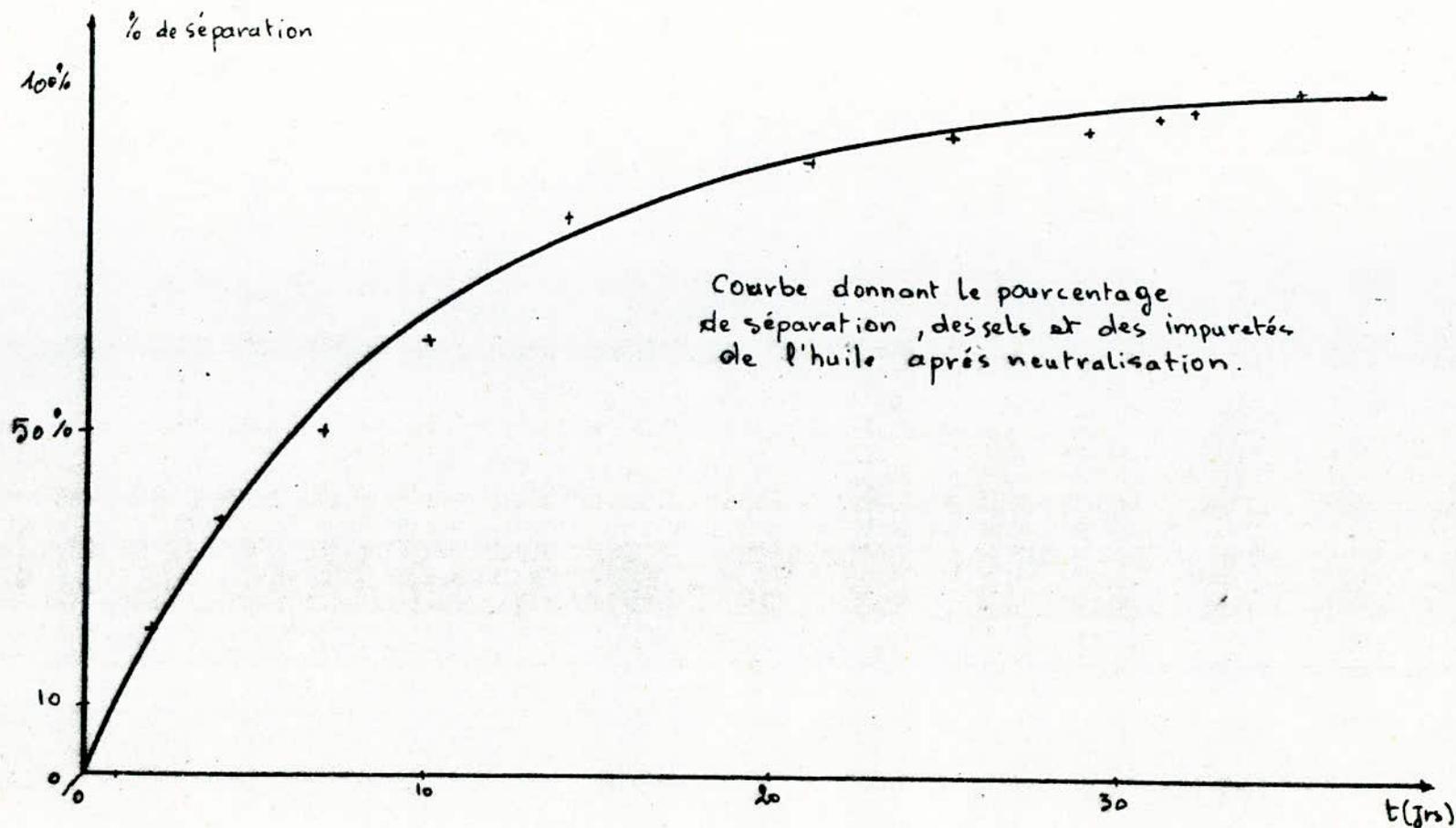
Détermination du temps de déposition

Dés le départ nous avons vue que la déposition était assez lente , bien que la centrifugation nous a paru nécessaire, nous avons estimé que la détermination du temps de déposition était intéressante, c'est pourquoi nous avons fait un essai en parallèle avec le reste de l'étude .

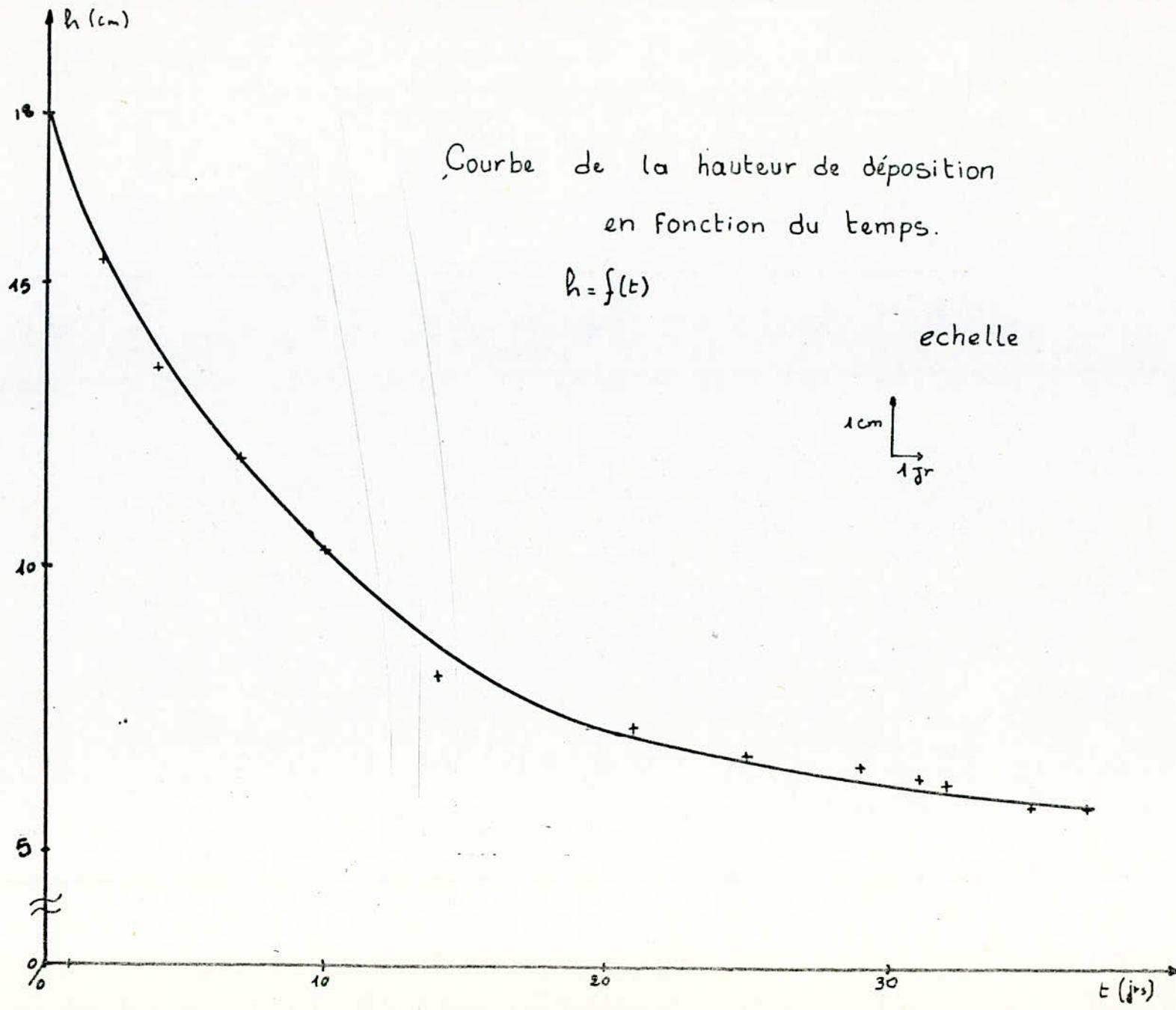
L'essai a été fait comme suit: dans une burette de 200ml nous avons mis 180ml d'huile, après neutralisation, afin de suivre l'évolution de la déposition en fonction du temps. Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau N°XII .

Hauteur (cm)	% de séparation	Temps (jours)
18	0	0
15,4	21	2
13,5	37	4
11,9	50	7
10,3	63	10
8,1	81	14
7,2	89	21
6,7	93	25
6,5	94	29
6,3	96	31
6,2	97	32
5,8	100	35
5,8	100	37

Tableau n° XII: Hauteur de déposition en fonction du temps



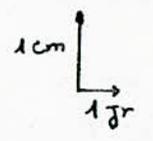
Graphie n° II : Détermination du temps de déposition



Courbe de la hauteur de déposition
en fonction du temps.

$$h = f(t)$$

echelle



V-6 Le traitement à la terre

Après neutralisation, l'huile est malaxée avec un adsorbant puis filtrée . Comme adsorbant, nous avons choisi en premier lieu la bentonite et en second lieu, le charbon animal . Pour mener à bien cette étape de régénération, nous avons cru bon d'étudier l'influence de certains paramètres (qualité de l'adsorbant, le mode d'activation, la quantité d'adsorbant, le temps de contact et la température de contact) sur l'adsorption de l'huile .

V-6-i Les adsorbants

A-Les bentonites- généralités

La bentonite est une roche tendre, friable, très onctueuse au toucher, de teinte blanchâtre, grisâtre ou légèrement teintée de bleu. C'est une terre douée d'un pouvoir gonflant au contact de l'eau (de 5 à 30 fois par rapport à son volume initial) .(XII)

A-1 Structure et propriétés de la bentonite

A-1-1 Structure de la bentonite

La bentonite est constituée principalement par un minéral argileux appelé montmorillonite. Elle est composée de feuillets complexes à trois couches, séparés par des molécules d'eau . Cependant, la structure précise peu connue,

A-1-2 Quelques propriétés physico-chimiques de la bentonite

- L'hydratation de la bentonite

On distingue deux types d'hydratation :

a- L'hydratation interne due à la pénétration des molécules d'eau entre les feuillets causant ainsi le gonflement de la bentonite .

b- L'hydratation externe, dite colloïdalité, due à l'attraction des molécules d'eau par la surface externe des feuillets permettant ainsi l'hydratation superficielle des cristaux . (XII)

- L'état colloïdal dans la bentonite

Les colloïdes sont caractérisés en général par la présence d'un milieu liquide dans lequel se meuvent dans un état d'agitation des particules en suspension appelées micelles . En se basant sur la théorie électrochimique, certains 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'ions (O^{2-}) ou (OH^-) fortement liés aux noyaux autour desquels gravite un nuage d'ions positifs assurant la neutralité du système. (XII)

- Les cations échangeables

Le fait que les intervalles entre feuillets soient accessibles à l'eau rend les cations composateurs accessibles aux échanges réversibles avec les cations des solutions mises en contact avec l'argile. La fixation des cations par majorité des sols est liée à la fois à la taille et à la charge des ions. L'ordre préférentiel de fixation est le suivant : $H^+ > Ca^{2+} > K^+ > NH_4^+ > Na^+$. Il existe deux localisations des cations échangeables : interne et superficiel. Notons que l'ensemble des cations échangeables composent bien la charge globale des feuillets; mais, chaque cation se trouve éloigné des charges locales qu'il compose d'où une diminution de cohésion entre les feuillets et, par conséquent leurs dissociations faciles par les molécules polaires. (XII)

A-2 Activation de la bentonite

A l'état brut, la plupart des adsorbants naturels ont de faibles capacités sorptionnelles. Pour améliorer ses propriétés, on fait subir aux adsorbants des traitements physiques (chauffage) ou chimiques (acides, basiques...).

Au cours de cette étape de notre travail, nous avons fait subir à quatre échantillons de bentonite :

- Maghnia "roussel",
- Maghnia "torba",
- Mostaganem "couche I",
- Mostaganem "couche X".

deux types de traitement : - Un traitement chimique par attaque aux acides .

- Un traitement thermique .

A-2-1 Préparation des échantillons

Les échantillons de bentonites sont déshydratés jusqu'à poids constant à l'étuve sous une température de 105 - 110°C. Ensuite, à l'aide de mortiers et de tamis nous avons réduit les échantillons de bentonites à la granulométrie inférieure à 100 μ m.

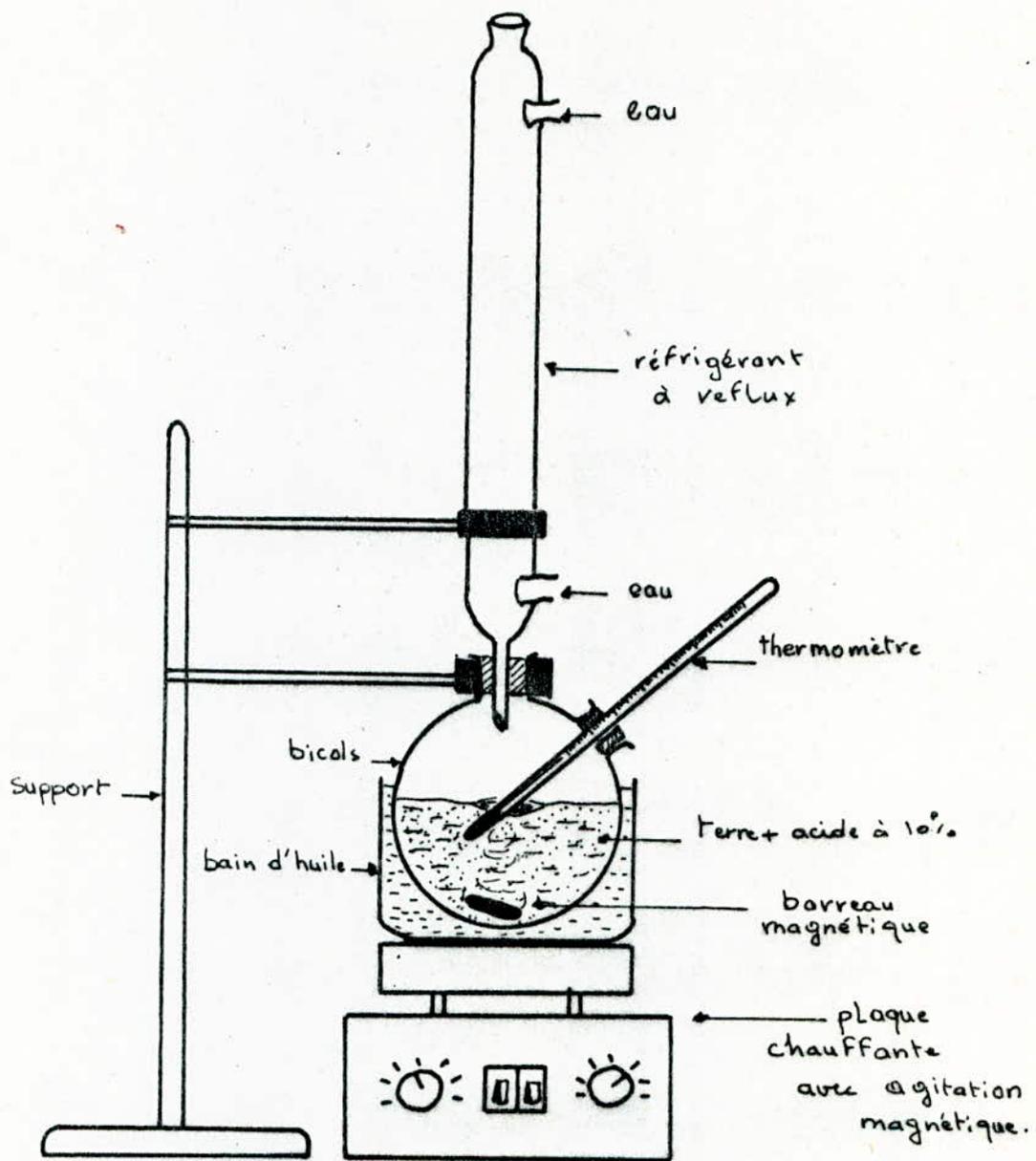
A-2-2 Appareil d'activation acide et mode opératoire

Dans un ballon de 1000ml nous avons introduit l'échantillon de bentonite préparée et séchée à 105-110°C, mélangée à la solution d'acide à 10%, voir schéma N° 4.

Le mélange est alors chauffé jusqu'à environ $T = 90^\circ C$, température que l'on maintient constante durant tout le processus d'activation au moyen d'un bain d'huile.

L'agitation a été maintenue pendant toute la durée du traitement pour éviter qu'une attaque locale trop vive ne détruise les minéraux argileux. Le temps de contact, initialement fixé à 6 heures (XI) est déterminé à partir de l'instant où la température de la suspension atteint $90^\circ C$ environ.

Les échantillons de bentonite activée sont par la suite filtrés sur buchner, puis lavés avec de l'eau distillée jusqu'à ce que la totalité des ions (Cl^- ou SO_4^{--})



Schema n°4: Activation acide de la Bentonite.

introduits par les deux traitements acides soient éliminés .

On le vérifie lors du :

- Traitement à l'acide sulfurique par action d'une solution saturée de chlorure de baryum ($BaCl_2$) sur le filtrat. L'absence de précipité blanc de sulfate de baryum indique que les ions SO_4^{--} introduits par cette activation sont éliminés .

- Traitement à l'acide chlorhydrique par action d'une solution saturée de nitrate d'argent ($AgNO_3$) sur le filtrat. L'absence de précipité blanc de chlorure d'argent ($AgCl$) indique l'élimination des ions Cl^- introduits par ce traitement .

Après de telles activations, l'atmosphère ionique de la bentonite est modifiée et l'Argile obtenue est une bentonite sous forme hydrogénée .

A-3-3 Activation thermique

Nous avons fait subir aux quatre échantillons d'argile un traitement thermique à la température $T = 250^\circ C$. La vitesse de chauffe était de l'ordre de $50^\circ C/heure$. La durée du traitement a été fixée à six heures .

B- Le charbon animal

Il est obtenu par la carbonisation d'os en absence d'air. Avant d'opérer la carbonisation, les graisses et les matières huileuses sont extraites des os à l'aide de solvant. La carbonisation s'effectue en huit heures environ à une température de l'ordre de 750 à $950^\circ C$. Après refroidissement, le produit de la carbonisation est concassé et tamisé .

Ce produit conserve la structure cellulaire des os utilisés pour sa préparation. Le carbone résultant de la carbonisation recouvre, sous forme d'un mince enduit, le squelette de phosphate et de carbonate de calcium .

On régénère périodiquement le noir animal par lavages à l'eau et à l'acide, séchage, calcination et tamisage. Sa surface spécifique est de l'ordre de $120 m^2/g$. (XIII)

- Activation du charbon animal

Nous avons mélangé le charbon animal avec de l'eau distillée. Le tout a été porté à ébullition pendant une durée de deux heures .

V-6-2 Détermination des paramètres optimum d'adsorption

Faute d'autres critères d'évaluation de l'efficacité du passage de l'huile sur les terres adsorbantes, nous avons dû nous fier à la densité optique. Il est à préciser que l'huile neutralisée, avant la décoloration par terre, possède une densité optique supérieure à 2,5 .

a- Décoloration de l'huile par la bentonite naturelle

Pour des pourcentages massiques terre/huile de 2%, 5%, et 7% nous avons fait varier le type de bentonite naturelle.

Les conditions opératoires choisies sont :

- Pourcentage terre/huile en poids : 2%, 5% et 7%,
- Temps de contact : $t = 15$ mn,
- Température : $T = 30^{\circ}\text{C}$,
- Agitation continue .

Les résultats sont réunis dans le Tableau N°XIII.

Remarque : Comparativement à la densité optique de l'huile sans passage à la terre ($D.O > 2,5$) on remarque qu'il y a eu une décoloration vue que la densité optique a diminuée .

type de Bentonite \ Densité optique	Pourcentage terre /huile en poids		
	2%	5%	7%
Plaghnia. "Roussel"	1,925	1,835	1,768
Plaghnia "Torba"	1,896	1,775	1,728
Tlostaganem "Couche I"	1,984	1,801	1,701
Tlostaganem "Couche X"	1,965	1,863	1,787

Tableau n° XIII: Densité optique en fonction du type de La Bentonite (naturelle) et le pourcentage en poids terre/huile.

b- Décoloration de l'huile par la bentonite activée

Trois types de bentonites activées ont été utilisées dans la décoloration de l'huile :

- Bentonite activée à l'acide sulfurique.
- Bentonite activée à l'acide chlorhydrique.
- Bentonite activée par voie thermique .

Les résultats de la décoloration pour chaque types d'activations sont données dans les Tableaux N°XIV-a, N°XIV-b et N°XIV-c .

type de Bentonite \ Densité Optique	Pourcentage terre /huile en poids.		
	2%	5%	7%
Maghnia "Torba"	1,960	1,730	1,667
Maghnia "Roussel"	1,997	1,971	1,964
Mostaganem "Couche I"	2,009	1,908	1,863
Mostaganem "Couche X"	2,017	1,844	1,807

Tableau n° XIV-a-: Densité optique en fonction du type de Bentonite (activation à l'acide sulfurique) et le pourcentage en poids terre/huile .

type de Bentonite \ Densité Optique	Pourcentage terre /huile en poids.		
	2%	5%	7%
Maghnia "Torba"	1,945	1,788	1,638
Maghnia "Roussel"	2,100	1,901	1,830
Mostaganem "Couche I"	2,401	2,150	1,951
Mostaganem "Couche X"	2,495	1,953	1,891

Tableau n° XIV-b-: Densité optique en fonction du type de La Bentonite (activation à l'acide chlorhydrique) et le pourcentage en poids terre/huile .

type de Bentonite \ Densité optique	Pourcentage terre/huile en poids		
	2%	5%	7%
Maghnia "Torba"	1,992	1,885	1,816
Maghnia "Roussel"	1,930	1,913	1,893
Mostaganem "Couche I"	2,360	1,926	1,925
Mostaganem "Couche X"	1,989	1,880	1,887

Tableau n° XIV-c.: Densité optique en fonction du type de la Bentonite (activation fluo-minique) et le pourcentage en poids (terre/huile)

D'après ces résultats nous remarquons que les valeurs des densités optiques les plus basses sont données par le traitement à la "torba" activée et apparemment l'activation à l'acide chlorhydrique est la plus indiquée.

c- Décoloration de l'huile par le charbon actif

Afin de pouvoir comparer avec un autre type d'adsorbant nous avons utilisé le charbon actif dans la décoloration de l'huile tout en respectant les mêmes conditions à savoir :

- Temps de contact : 15 mn
- Température de contact : 30°C

Les résultats sont donnés par le Tableau N°XV.

Pourcentage en poids (%)	2%	5%	7%
Densité optique	2,456	> 2,5	72,5

Tableau n° XV : Densité optique en fonction du pourcentage en poids charbon/huile.

Bien que le charbon animal est connu pour ses capacités adsorptionnelles, les résultats du Tableau N°XV peuvent nous induire en erreur et dire le contraire. Il n'en n'est rien, car il est fort possible que le charbon soit resté en suspension dans l'huile et de se fait, la densité optique à augmentée en fonction du pourcentage en poids.

D'après ces analyses nous pouvons conclure que la meilleure terre pour la décoloration de l'huile après attaque à l'acide et neutralisation, est la TORBA activée avec l'acide chlorhydrique.

d- Détermination de la température optimale

Pour la détermination de la température optimale nous avons fait varier la température de contact et fixer le temps de contact à 15 mn ainsi que la masse de la terre (7% en poids, TORBA activée à l'acide chlorhydrique).

Après passage sur la terre nous avons passé tous les échantillons au colorimètre pour la détermination de densité optique. Les résultats sont dans le Tableau N°XVI

Température T _c (°C)	30	50	60	80	90	100	130
Densité optique D ₀	1,638	1,630	1,775	1,888	1,973	2,037	2,149

Tableau n° XVI : Densité optique en fonction de la température de contact

En traçant la courbe de la densité optique en fonction de la température nous avons pu déterminer la température optimale de contact : $T_{op} = 40^{\circ}\text{C}$, voir graphe N°IV.

e- Détermination du temps de contact

Nous avons fixé les conditions suivantes:

- 7% en poids de TORBA activée à l'acide chlorhydrique ,
- Température de contact : $T = 40^{\circ}\text{C}$,

et enfin nous avons fait varier le temps contact. A l'aide du colorimètre nous avons obtenu les résultats qui sont dans le Tableau N°XVII.

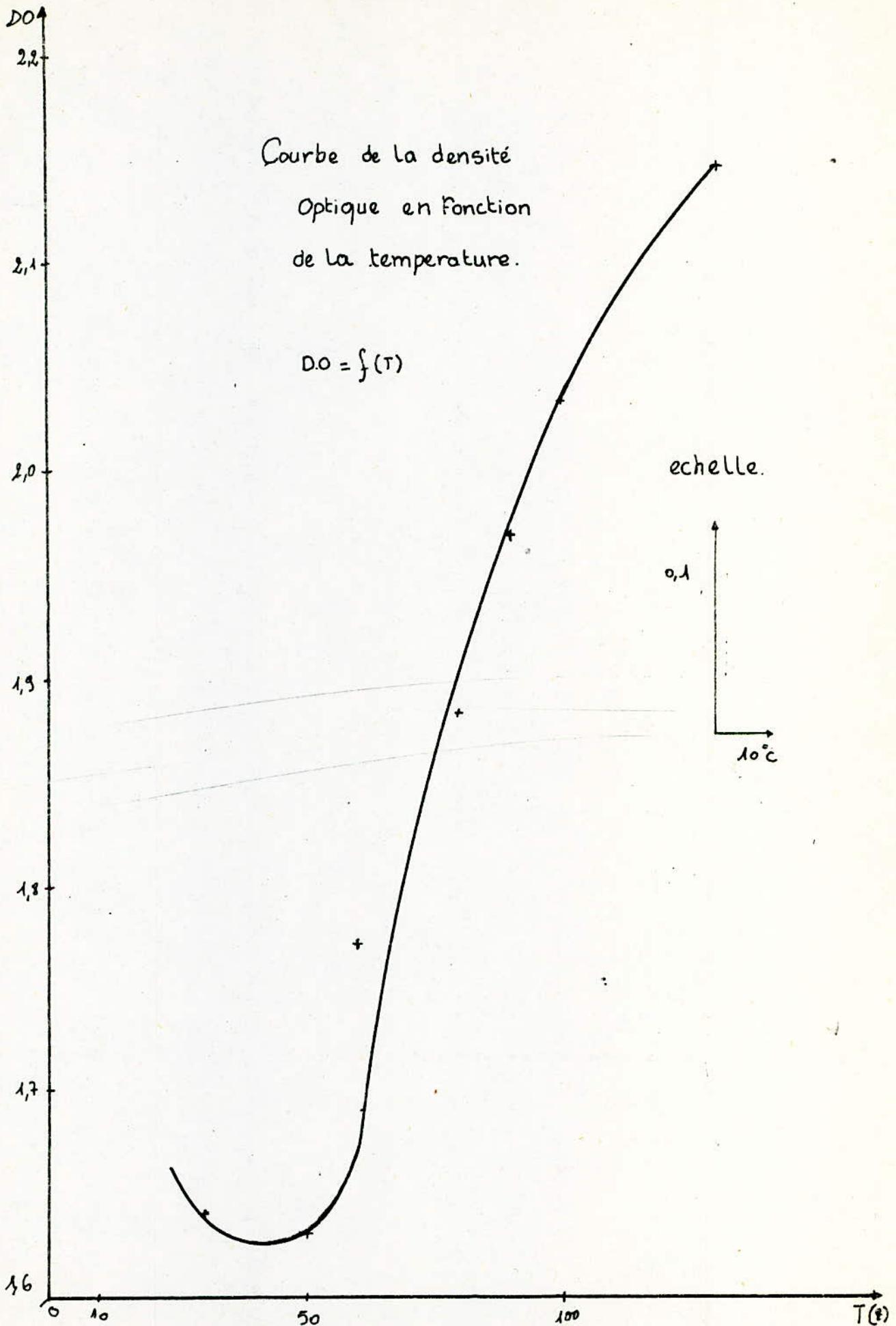
temps t (mn)	15	30	45	60	120
Densité optique	1,635	1,625	1,685	1,967	2,397

Tableau n° XVII: Densité optique en fonction de temps de contact.

D'après le graphe N°V, nous obtenons comme temps optimal : $t = 30$ mn .

En conclusion nous pouvons dire que les paramètres optimaux sont :

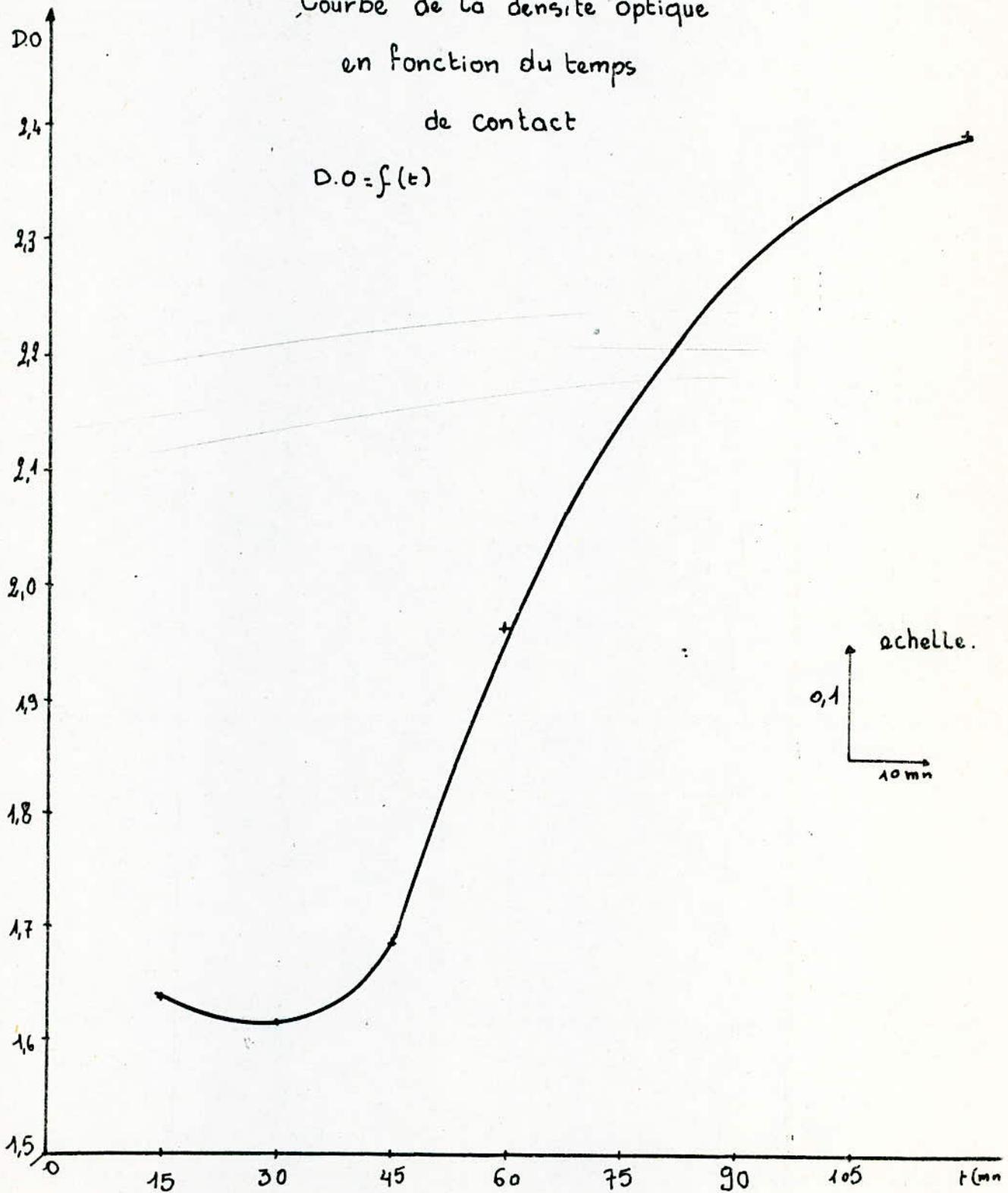
- $T_{op} = 40^{\circ}\text{C}$
- $t_{op} = 30$ mn
- Type de terre : TORBA, 7% en poids, activée à l'acide chlorhydrique .



Graphique n° IV : Variation de la densité optique
en fonction de la température de contact huile-tone.

Courbe de la densité optique
en fonction du temps
de contact

$$D.O. = f(t)$$



Graphique n° V : variation de la densité optique
en fonction du temps de contact Huile-terre

Afin de pouvoir passer à la distillation sous vide nous avons dû faire passer de l'huile sur la terre dans les conditions optimales déterminées précédemment

Les analyses ont donnés les résultats suivants : Tableau N°XVIII .

Analyses	Normes	Resultats.
Densité d_{4}^{20}	ASTM D 1298	0,921
viscosité { à 40°C (cst) à 100°C	ASTM D 445	110,93 12,77
Indice de viscosité	ASTM D 2270	108
Viscosité Engler (à 50°C)	Conversion	11,00
Point d'écoulement (°C)	ASTM D 97	-21
Point d'clair V.O (°C)	ASTM D 92	234
Point de feu (°C)	ASTM D 92	264
T.A.N (mgKOH/g)	ASTM D 664	2,1
T.B.N (mgKOH/g)	ASTM D 2896	-
Teneur en eau (%v)	ASTM D 95	0,08
Teneur en sédiment (%p)	ASTM D 473	3,13
Carbone Conradson (%poids)	ASTM D 189	6,26
Pouvoir calorifique Ho (cal/g)	NFM -07-015	7301,7

Tableau n° XVIII: Caractéristiques principales de l'huile après passage à la terre dans les conditions optimales.

V-6-3 Conclusion

L'étude de la décoloration de l'huile, après neutralisation par la soude, nous a permis de déterminer les paramètres optimums à utiliser dans le traitement de l'huile par la terre. Mais bien que ce résultat était de rigueur, nous remarquons que l'utilisation de la terre, à l'état naturel est aussi valable si nous augmentons le pourcentage en poids, comme cela on éliminera les frais d'une activation, de plus les bentonites de Mostagnem donnent des résultats qui prouvent que l'activation acide diminue encore leur pouvoir de décoloration.

Enfin dans le Tableau N°XVIII on remarque comparativement aux valeurs du Tableau N°XI, qu'il y a eu une diminution assez notable de la teneur en eau et une augmentation sensible des autres paramètres, ceci prouve que l'utilisation de la terre dans l'élimination des impuretés et de l'eau est nécessaire avant de passer à la distillation sous vide.

V-7 Distillation sous vide

Nous avons conduit la distillation sous vide à une pression de 20 mmHg dans les conditions suivantes :

- La charge : 1558 g
- Pression : 20 torr
- Domaine de température : 194 - 494°C
- Intervalle de température : 60°C
- Taux de reflux : 5
- Vitesse de chauffe : 0,2°C/mn
- Chaleur transmise à la charge : 50%
- Température du cryostat supérieur : 0°C
- Température du cryostat inférieur : 20 - 25°C
- Nombre de fractions recueillies : 5

Nous avons effectué une distillation sous vide de l'huile après passage sur la terre, elle nous a permis de recueillir un distillat, de masse égale à 841g, la masse du résidu sous vide est de 699g et les pertes ont été évaluées à 17g ce qui correspond à un pourcentage en masse de 1,1% .

Les résultats d'analyses de ces fractions sont regroupés dans les Tableaux N°XIX-a et N°XIX-b .

N° de la fraction	Intervalle de T° à P=20mm	% poids	d_4^{20}	η_{CD}^{20}	PA (°C)
1	86,4-136,7	8,2	0,860	1,471	89
2	136,7-181,2	9,2	0,868	1,476	99
3	181,2-239,6	7,2	0,870	1,477	99
4	239,6-292,3	18,0	0,877	1,479	105
5	292,3-346,8	11,4	0,879	1,481	104
6 (Résidu)	≥ 346,8	44,9	1,084 (à T=22°C)	—	—

Tableau n° XIX -a- : Analyse des Fractions issues de la Distillation sous vide de l'huile brute et après passage sur la terre dans les conditions optimales

N° Fraction	Point d'éclair (°C)	Point de feu (°C)	viscosité en (cst)		Indice de viscosité	Point d'écoulement (°C)	Résidu Conradson % poids	T.A.N (mg KOH/g)	couleur ASTM	P.C.S (cal/g)
			40°C	100°C						
1	65	80	8,19	1,90	-	-19	0	5,23	1,5	8035,72
2	141	154	19,00	3,79	80	-15	0	0,13	1,5	6516,5
3	163	172	19,73	3,86	74	-13	0	0,19	1,5	15322,8
4	185	196	33,75	5,45	94	-9	0,01	0,19	2	18796,2
5	206	217	55,40	7,29	88	-7	0,01	0,21	2,5	13375,5

Tableau n° XIX - b - : Analyse des fractions issues de La Distillation sous vide.

D'après les indices de viscosité on peut dire que les fractions N°2 et N°3 sont de tendance naphthéno-paraffinique, alors que les deux dernières fractions (N°4 et 5) sont plutôt de tendance paraffinique cette conclusion a pu se faire en s'appuyant sur les résultats de la littérature (IV), qui dit que si l'indice de viscosité varie entre 40 et 60, nous sommes en présence d'une fraction ^{d'huile} de tendance naphthénique et si l'indice de viscosité est voisin de 100, on est en présence d'une fraction d'huile de tendance paraffinique .

Resultats
&
interprétations

VI- Identification des fractions issues de la distillation sous vide

Après l'obtention des résultats d'analyses des fractions issues de la distillation, nous avons essayé de les situer relativement aux huiles de base qu'on rencontre dans les industries de fabrication d'huiles lubrifiantes finies.

Dans le Tableau n°XX, nous avons réuni les résultats des analyses des fractions obtenues avec celles de quelques coupes (huiles de base et gas-oil) pétrolières.

Produits	$\frac{15}{d_4}$	Viscosité en (ST) à 100°C	Indice de viscosité	Point d'éclair(°C)	Point d'écoulement (°C)	Carbone Conradson (% poids)	Couleur ASTM ≤	T. A. N. (mg KOH/g)
Fraction n°1	0,863	1,90	—	65	-19	0	1,5	5,23
" 2	0,871	3,79	80	141	-15	0	1,5	0,13
" 3	0,873	3,86	74	163	-13	0	1,5	0,19
" 4	0,880	5,45	94	185	-9	0,01	2	0,19
" 5	0,882	7,29	88	206	-7	0,01	2,5	0,21
Gas-oil*	0,810 0,890	—	—	≤120	-7;-10	—	≤5	0
Huile de** Base Spindle	0,830 0,860	3-3,5	95	170	-18	≤0,05	0,5	≤0,03
Huile de** base SAE10	0,853 0,865	5-6	100	190	-18	≤0,05	1	≤0,03
Huile de** Base SAE30	0,865 0,876	9,6-12	95	230	-15	≤0,10	2à3	≤0,03
Normes	ASTM D1291	ASTM D445	ASTM D445 & D2270	ASTM D92	ASTM D97	ASTM D189	ASTM D1500	ASTM D664

Tableau n° XX : Résultats d'analyses des fractions Pétrolières Lourdes

* Référence n° IV.

** Document N.A.P.T.A.L.

D'après le Tableau N°XX on voit que chaque fraction issues de la distillation sous vide peut être confondue à un ou deux produits cités dans le même Tableau .

Nous remarquons par exemple la première fraction peut être confondue au gas-oil puisque presque tous leurs paramètres se ressemblent excepter la T.A.N de la fraction qui est trop grande devant la valeur permise pour le gas-oil.

Pour la fraction N°2 et N°3 nous pouvons les confondues à l'huile de base spindle bien que cette dernière ait une densité (d_4^{15}) inférieur.

Pour la fraction N°4, nous remarquons qu'a part sa densité, qui est supérieur à celle de l'huile de base S.A.E 10, nous pouvons dire qu'ils ont des propriétés assez proches .

Enfin pour la fraction N°5 est intermédiaire entre l'huile de base S.A.E 10 et l'huile de base S.A.E 30 .

Donc en final nous identifions les fractions comme suit :

- Fraction N°1 : Gas-oil contenant beaucoup de produits responsables de son acidité élevée ,
- Fractions N°2 et N°3 : Huile de base spindle,
- Fraction N°4 : Huile de base S.A.E 10,
- Fraction N°5 : mélange d'huiles de base S.A.E 10 et S.A.E 30 .

VII- Utilisation de la terre comme traitement de finition

Après un certain temps la couleur des fractions issues de la distillation sous vide, s'est détériorer, afin de parer à ce problème nous avons pensé à l'utilisation de la terre encore une fois, pour améliorer la couleur et l'odeur .

Le traitement de finition a été effectué à la température ambiante avec 1% en poids de terre, l'amélioration de la couleur est vérifiée par les résultats du Tableau N°XXI

Fraction n°	Couleur avant traitement à la terre	Couleur après traitement
1	≤ 2,5	≤ 0,5
2	≤ 2	≤ 0,5
3	≤ 2,5	≤ 0,5
4	≤ 2	≤ 1
5	≤ 3	≤ 1

Tableau n° XXI : Traitement de finition

En effet , nous remarquons d'après ce Tableau que l'analyse avant le traitement montre qu'effectivement il y a eu détérioration de la couleur des fractions quelques jours après leurs recettes.

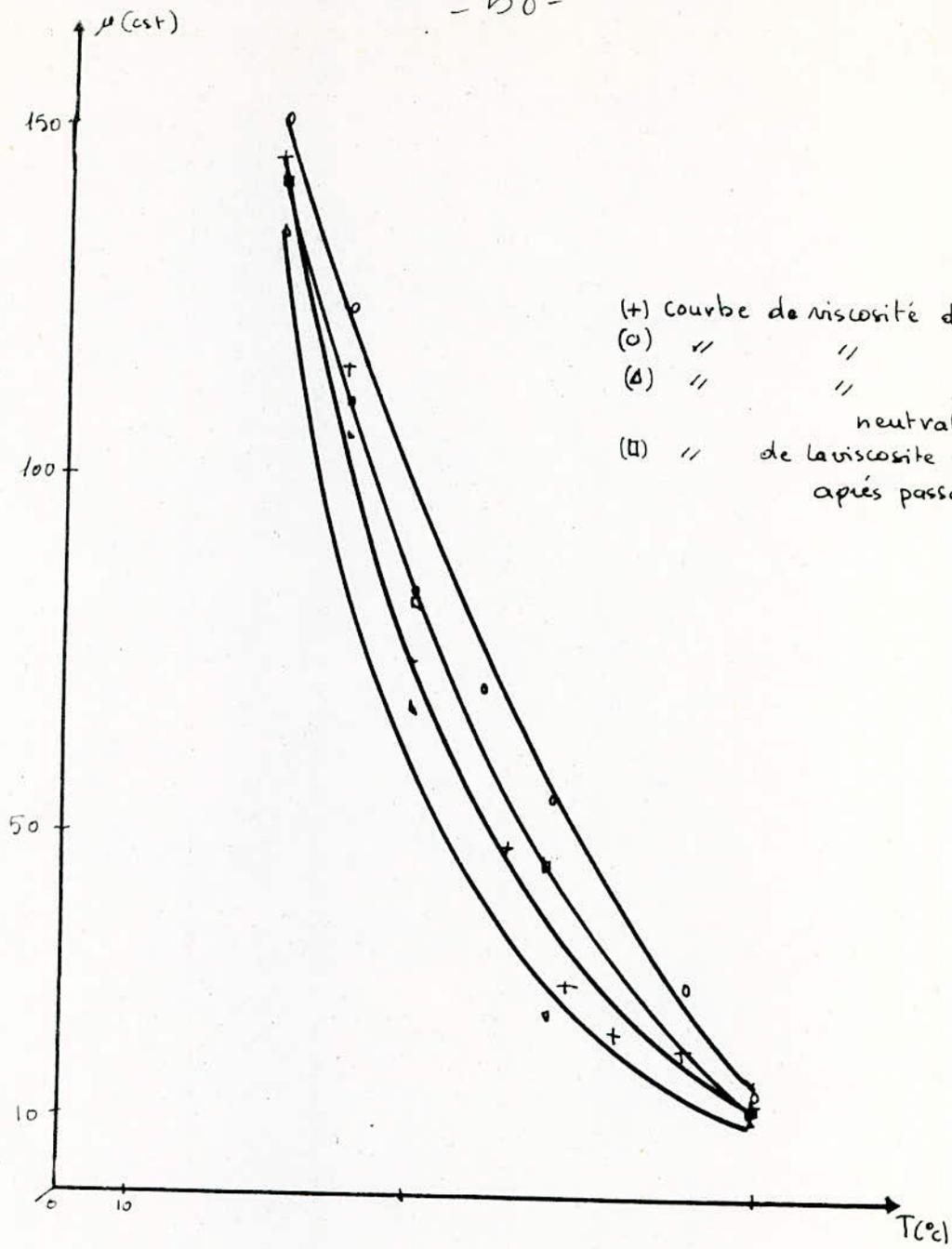
VIII- Evolution de la viscosité en fonction de la température

Afin de pouvoir suivre l'évolution de la viscosité après chaque traitement, que nous avons fait subir à l'huile, nous avons pensé à étudier la variation de viscosité en fonction de la température après chaque traitement. Nous avons obtenu les résultats du Tableau N°XXII

Tableau n° XXII : Variation de la Viscosité en Fonction de la température

Température (°C)	huile brute Viscosité (cst)	Température (°C)	Après Deshydratation Viscosité (cst)	Après neutralisation Viscosité (cst)	Après passage sur la terre Viscosité (cst)
30	145,01	30	152,10	135,13	142,12
40	115,78	40	124,52	106,73	110,93
50	75,04	50	85,42	68,25	83,31
64	40,93	60	72,02	—	—
73	27,79	70	76,50	26,08	46,91
80	23,19	80	—	—	—
90	20,46	90	29,97	—	—
100	13,00	100	13,16	12,41	12,77

Nous remarquons, d'après le graphe N°VI, que la viscosité en fonction de la température pour l'huile deshydratée est la plus élevée, ceci est normal puisque nous avons éliminé les hydrocarbures légers et, comme on le sait, dans l'huile usée il reste encore des additifs améliorants de viscosité. Après, nous remarquons une diminution puis une réaugmentation de la viscosité après passage sur la bentonite.



Graph n° VI: Courbes de la variation de la viscosité en fonction de la température, après chaque traitement.

Conclusion

Dans ce travail, nous avons essayé d'étudier le procédé Acide-Terre dans la régénération des huiles usagées moteurs et ainsi, pouvoir contribuer à l'élaboration d'un modèle d'étude.

Il aurait été très intéressant de pouvoir conclure sur l'utilisation de l'huile traitée (Après passage sur la bentonite), mais l'utilisation de la soude, dans la phase de neutralisation, a rendu difficile l'interprétation. L'utilisation de la Torche à plasma, dans le suivi de l'évolution de la purification de l'huile, aurait été très fructueuse; car la connaissance des teneurs en métaux dans l'huile après chaque traitement, nous aurait montré à quel niveau on pourra affiner l'étude de pousser au maximum l'élimination de ces métaux; mais hélas l'analyse n'a pas pu être faite à cause de divers raisons.

C'est seulement après la distillation sous vide que nous pouvions vraiment observer une amélioration et retrouver les propriétés des huiles de bases.

Dans notre pays, la perspective de faire une régénération des huiles est très intéressante, vue qu'elle trouve son impact dans plusieurs domaines, mais surtout dans le domaine de l'économie du pays; puisqu'elle permet d'une part, de diminuer le budget affecté à l'importation des huiles et d'autre part, l'utilisation du procédé Acide-Terre, particulièrement, dans la régénération est très intéressante, car tous les produits chimique utilisés se fabriquent en ALGERIE. Mais en vérité le procédé acide-terre a un inconvénient majeur, qui est la pollution de l'environnement. En effet, du traitement à l'acide resultent des quantités assez importantes de boues acide, qui affecteront grandement l'environnement, alors que l'un des buts de la régénération, c'est bien dans le but de préserver l'environnement de la pollution dû aux rejets de ces huiles usées.

Annexe

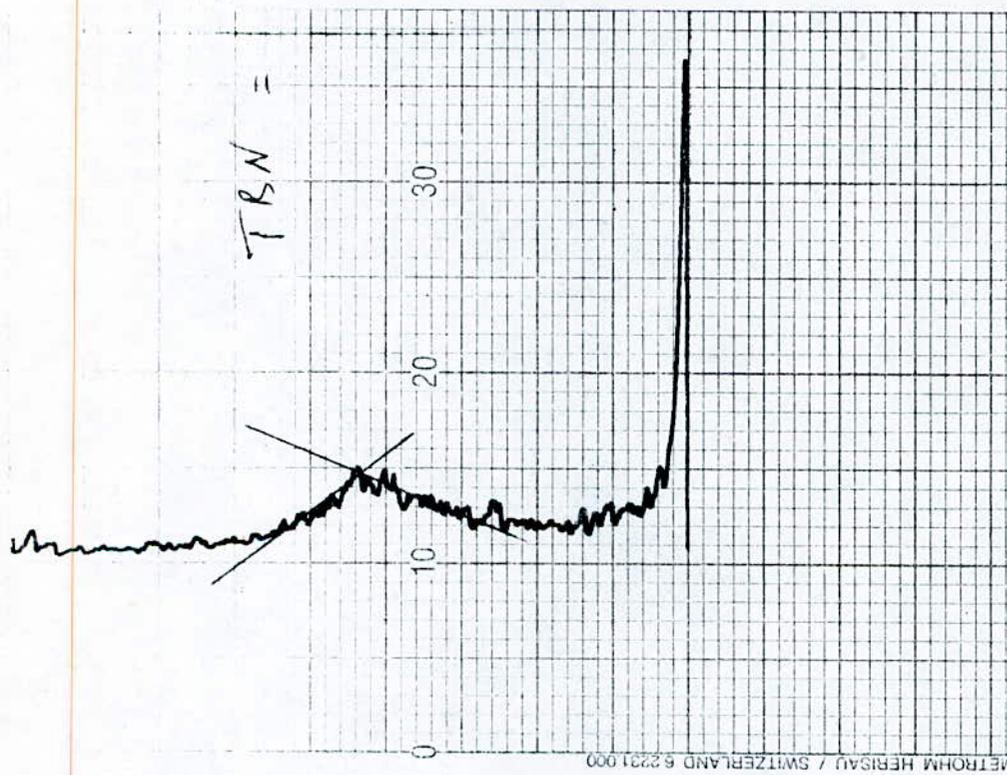
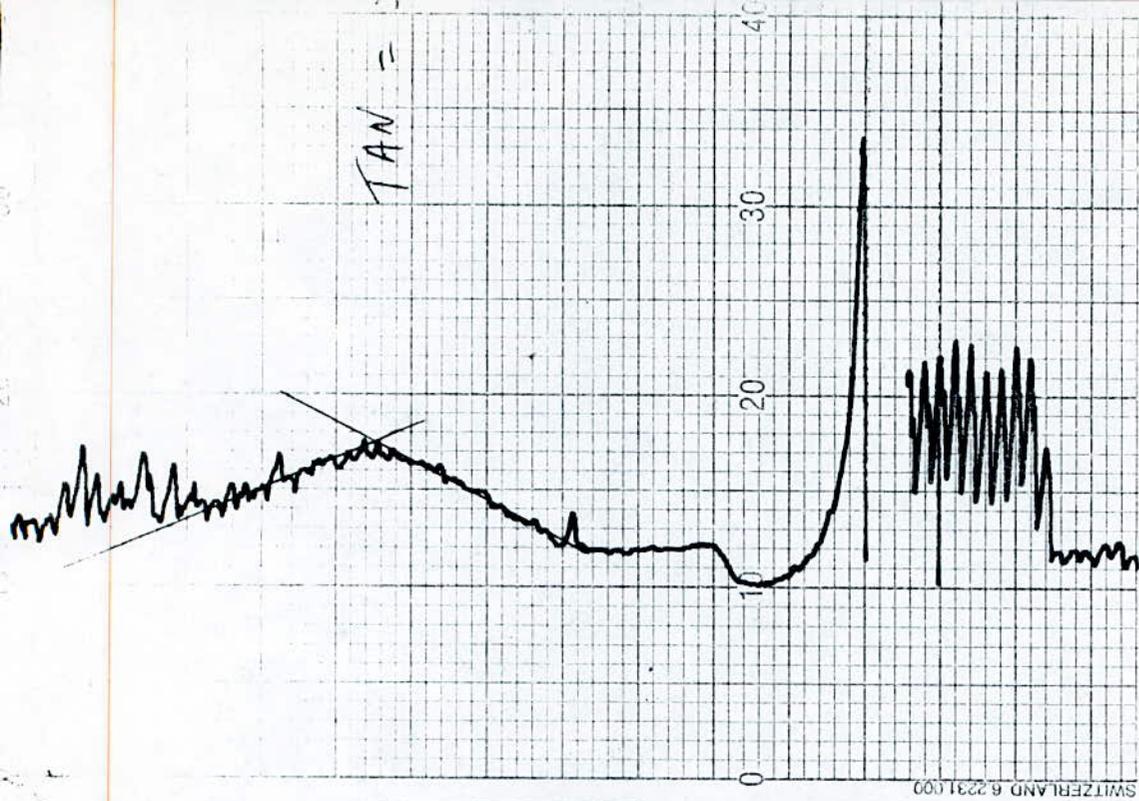
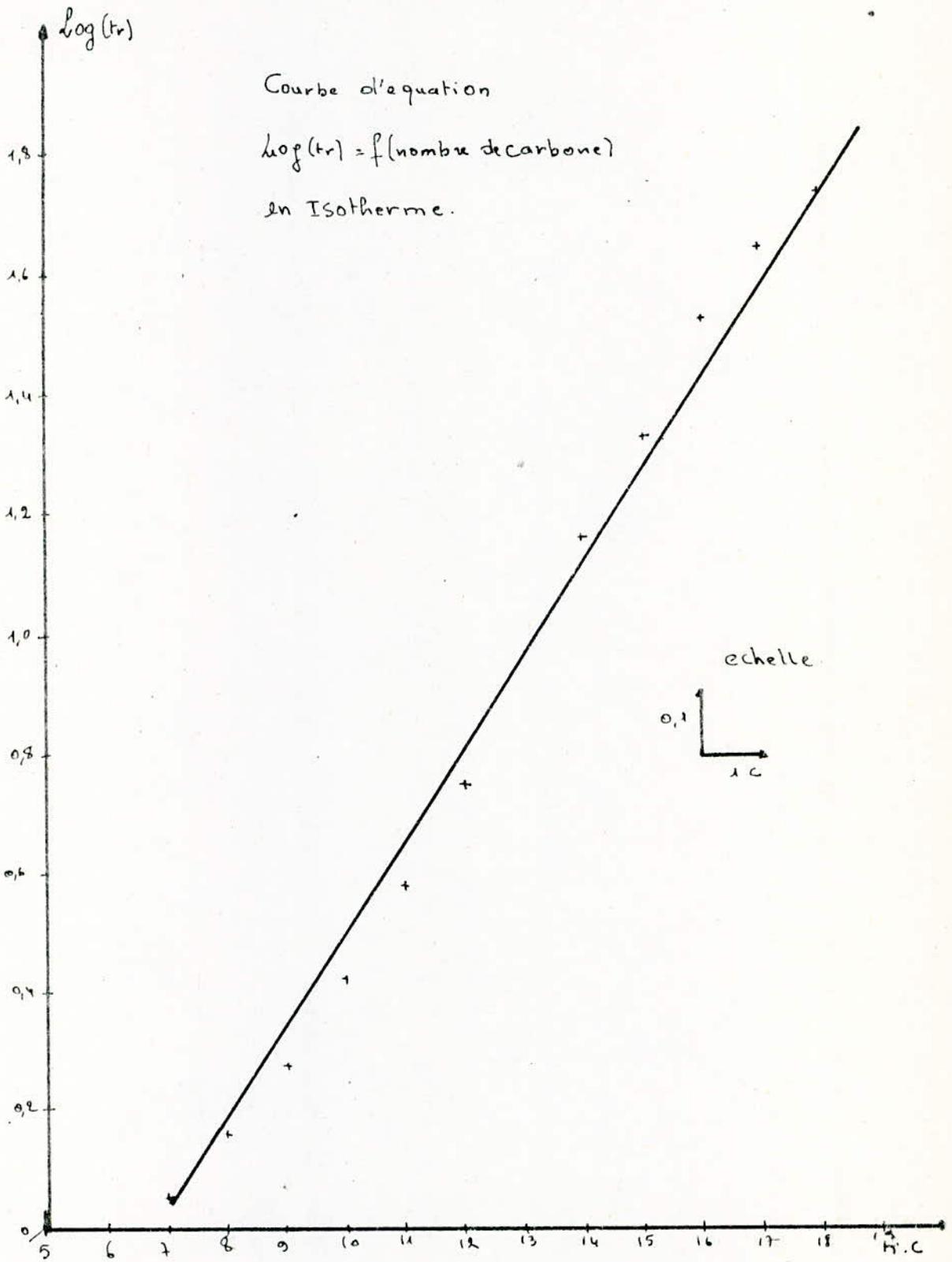
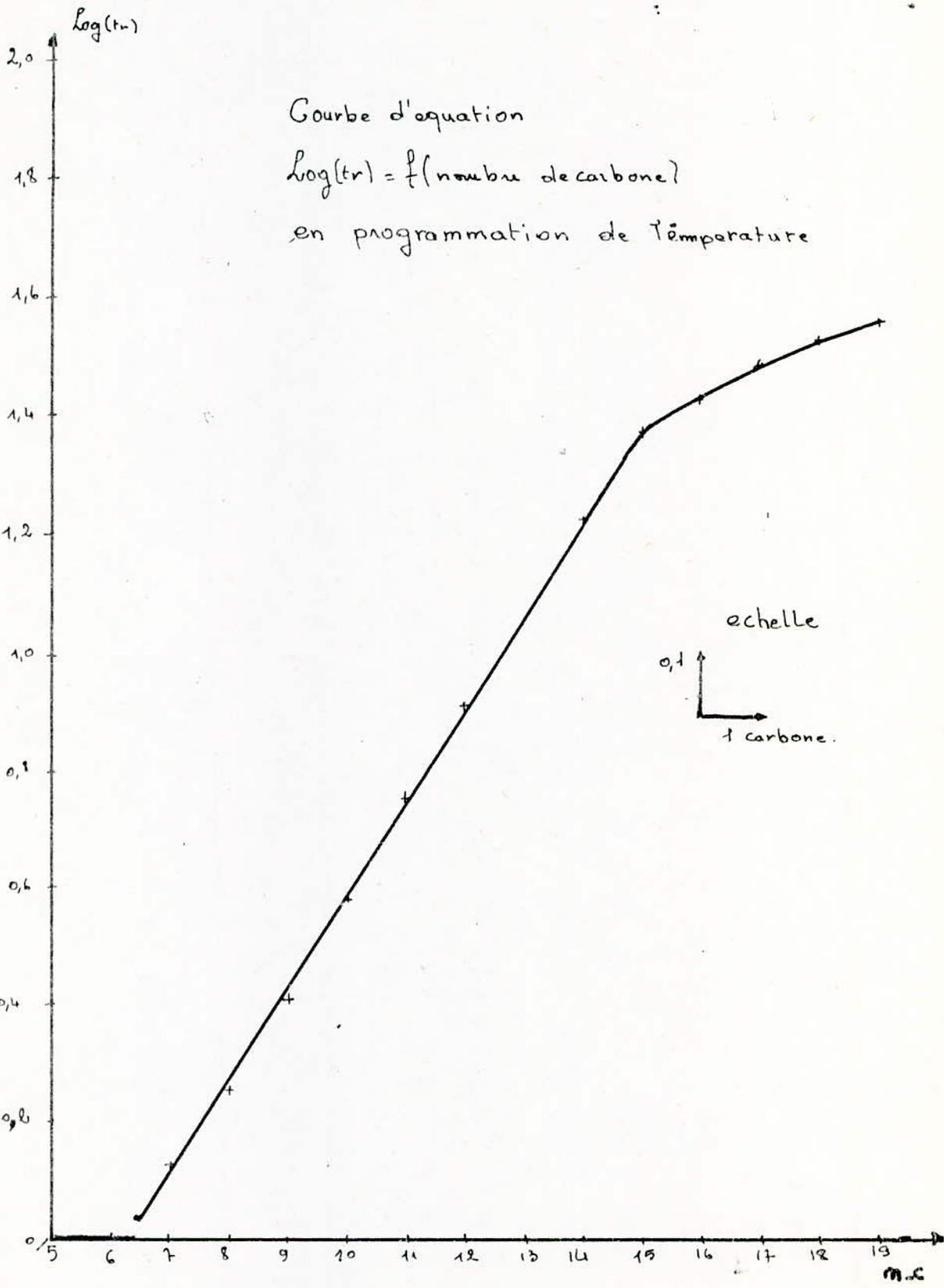
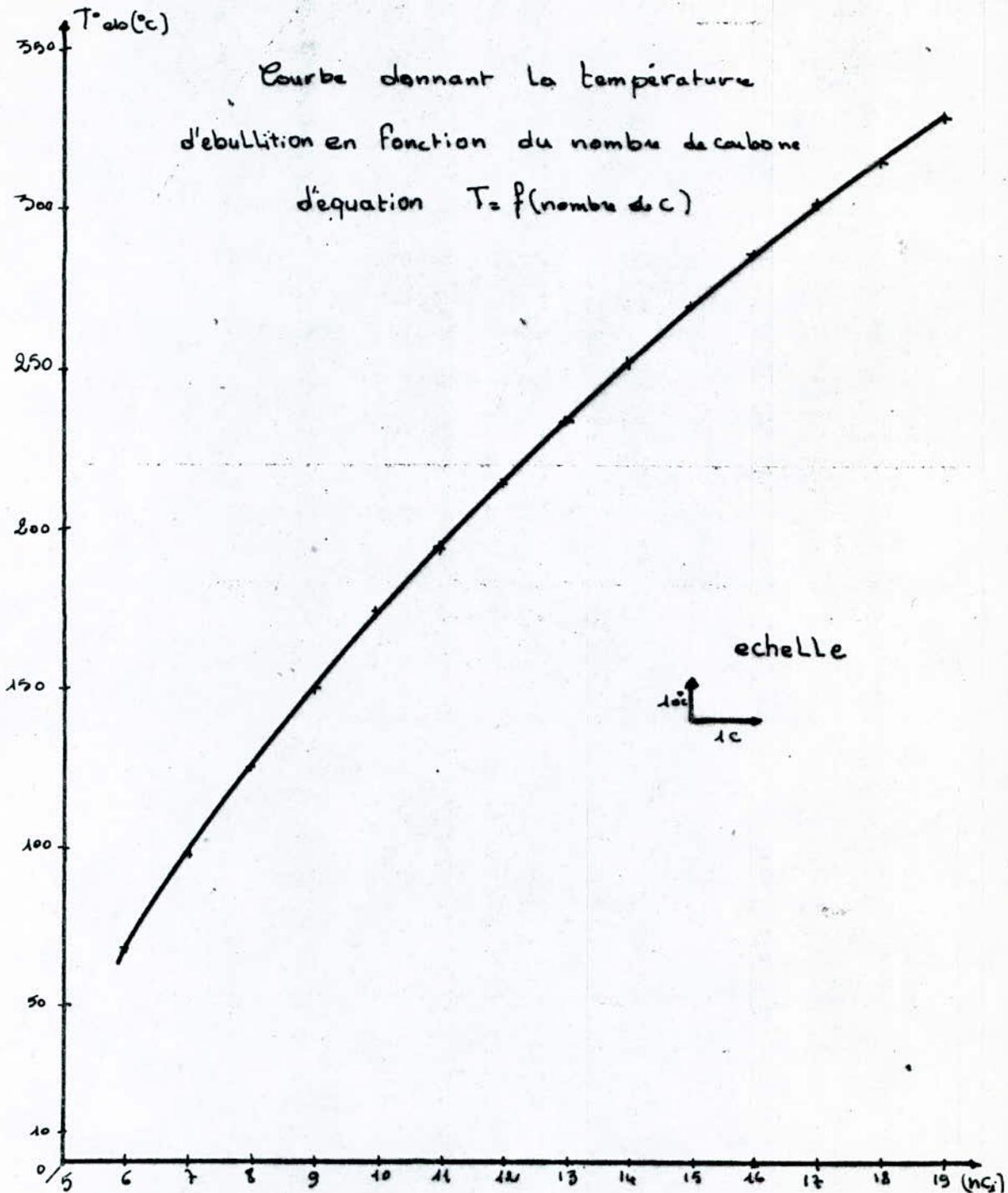


Diagramme de la T.A. N et T.B. N.

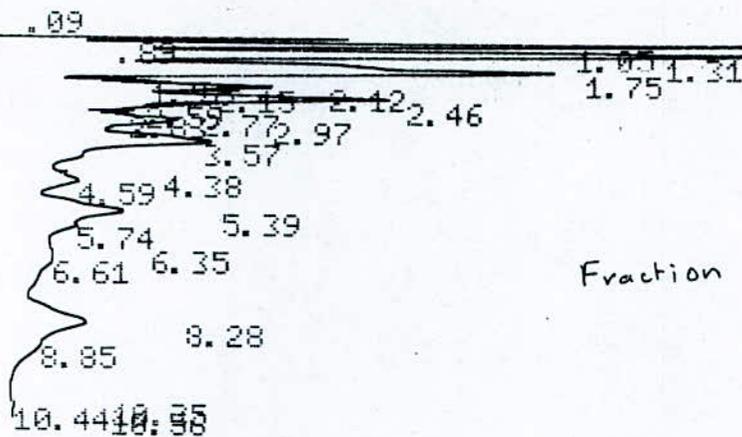






Courbe utilisée dans l'identification
 des composés contenus dans les
 fractions issues de la distillation
 fractionnée de l'huile usée.

CHANNEL A INJECT 20/04/19 14:03:26



20/04/19 14:03:26 C

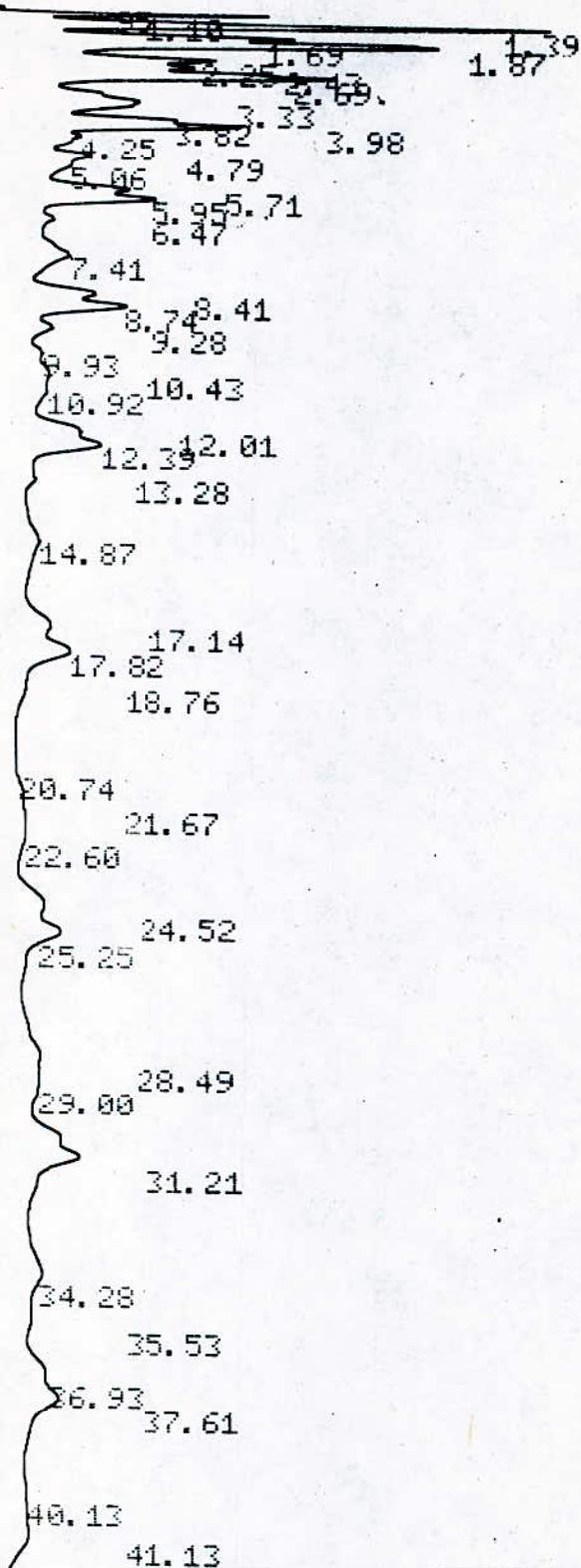
FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.064	0.09	4883	01
2	1.983	0.89	150911	02
3	7.111	2.15	541156	02
4	11.965	2.12	910490	02
5	13.248	2.46	1008133	02
6	0.693	2.77	52716	02
7	3.115	2.97	237078	02
8	2.506	3.57	190724	02
9	7.113	4.38	541250	02
10	2.619	4.59	199318	02
11	0.673	5.39	51179	02
12	0.734	5.74	55892	02
13	5.892	6.35	448376	02
14	11.926	6.61	907535	02
15	1.147	8.28	87295	02
16	4.149	8.85	315736	02
17	6.871	10.44	522843	02
18	2.835	10.95	215758	02
19	2.25		171228	02
20	4.825		367131	02
21	6.175		469883	02
22	1.909		145269	02
23	0.14		10668	02
24	0.04		3058	02
25	0.015		1125	03

TOTAL 100. 7609635

C7

CHANNEL A INJECT 25/04/19 16:17:54



Fraction n° 4

18.

25/04/19 16:17:54

CH= "A" PS= 1.

FILE 1. METHOD 0. RUN 2 INDEX 2

PEAK#	AREA%	RT	AREA	BC
1	0.062	0.95	5425	02
2	1.429	1.11	124493	02
3	4.906	1.39	427519	02
4	2.909	1.69	253519	02
5	5.358	1.87	466870	02
6	2.684	2.25	233916	02
7	1.921	2.43	167371	02
8	5.215	2.69	454448	02
9	4.767	3.33	415411	02
10	1.894	3.82	165089	02
11	3.09	3.98	269289	02
12	1.898	4.25	165380	02
13	2.106	4.79	183531	02
14	1.273	5.06	110949	02
15	2.302	5.71	200639	02
16	2.756	5.95	240142	02
17	1.434	6.47	125001	02
18	3.29	7.41	286720	02
19	1.894	8.41	165029	02
20	2.478	8.74	215957	02
21	1.167	9.28	101720	02
22	0.735	9.93	64041	02
23	1.306	10.43	113823	02
24	1.21	10.92	105443	02
25	1.64	12.01	142932	02
26	2.467	12.39	214980	02
27	0.513	13.28	44730	02
28	0.951	14.87	82859	03
29	1.046	17.14	91147	02
30	2.045	17.82	178190	02
31	0.227	18.76	19818	03
32	0.083	20.74	7230	02
33	0.424	21.67	36975	02
34	0.844	22.6	73580	02
35	1.557	24.52	135661	02
36	2.744	25.25	239143	02
37	2.686	28.49	234052	02
38	1.658	29.	144439	02
39	12.981	31.21	1131174	08
40	1.002	34.28	87300	06
41	0.119	35.53	10334	06
42	0.108	36.93	9391	06
43	4.754	37.61	414247	02
44	1.756	40.13	153017	02
45	2.31	41.13	201325	03

fraction n: 4

TOTAL 100.

8714249

Présentation de l'appareil de distillation

L'appareillage utilisé pour la distillation est un appareil de type : " AUTODEST- Modèle 800", il est constituée de trois parties essentielles, la colonne de distillation avec systèmes bouilleur, condenseur et collecteur de fractionnement, le système de réfrigération et l'armoire de commande .

a- Etude de la colonne de distillation :

- Le bouilleur : le chauffage du produit à distiller est assuré par un chauffe alombic à chemise isolante dans lequel on met l'alombic (on a des alombic de différentes capacités) cet alombic est doté d'un aimant agitateur :

le chauffe alombic contient :

- un interrupteur du secteur pour agitateur à aimant,
- un régulateur continu pour agitateur à aimant,
- un commutateur pour réglage de charge,
- une loupe de contrôle de l'agitateur.

L'alombic contenant les produits à distiller présente trois ouvertures, l'une liée à la colonne de distillation, l'autre liée au détecteur de température, bouilleur (type pt 100) et enfin une dernière liée à un tube capillaire pour l'admission de gaz inerte et le branchement du manomètre différentielle .

- La colonne à garnissage :

La colonne est couverte d'une chemise chauffante liée à un détecteur de température (type pt 100) ; la partie supérieure de la colonne présente deux ouvertures, l'une liée à la bobine électroaimant pour le réglage de reflux , l'autre au condenseur principal à triple chemises . Latéralement la colonne est liée à un réfrigérant. La colonne à garnissage présente une grande efficacité de séparation; elle contient 50 plateaux théoriques;

- Le condenseur principal à triple chemises:

Ce condenseur est principalement lié au ouverture pour être relié au détecteur de température (type pt 100). ON remarque également deux autres ouvertures permettant la circulation du gaz reliés à des "pièges à gaz " par l'intermédiaire de tubes capillaires

- Réfrigérant de distillation à triple chemises :

Latéralement , le réfrigérant de distillation à triple chemises est relié à la colonne à garnissage: étant également relié à un cryostat, il assure aussi le refroidissement des produits distillés , un tube intermédiaire permet de plus sa liaison avec le collecteur de fractionnement d'une part et du récipient de distillat à triple chemises d'autre part .

- Le collecteur de fonctionnement :

Il est constitué d'un rotor avec un magasin à neuf récipients d'une capacité de 500ml, le tout est recouvert d'une cloche en verre pour maintenir le vide. La colonne en verre dispose de deux ouvertures en tête. Un tuyau de branchement au vide est un tube d'admission de distillat .

b- Le système de réfrigération

La réfrigération est assurée en circuit fermé par deux cryostats.

Le réglage de la température de réfrigération est assurée par un bouton gradué en température, cette dernière pouvant aller jusqu'à 50°C en utilisant comme fluide frigorigène le méthanol .

c- L'armoire de commande (ou de contrôle automatique)de distillation

Elle comprend :

- L'élément imprimant,
- Le thermomètre à indications digitales,
- L'élément de contrôle de sécurité,
- L'élément de maintien du vide constant,
- L'interrupteur principal du secteur,
- L'interrupteur de la pompe à vide,
- Le contrôle du collecteur de fractionnement .

- I - P.BONO, " Aspects technico-economiques de la régénération des huiles usées "
Séminaire SONATRACH ,ORAN. 14-15 Decembre 1981.
- II - M.L.WHISMAN; J.w.GOESTZINGER and F.O.COTTON,
" wast lubricating oil research: an investigation of several
Re-refining methods "Bu.Mines RI 7884,1974.
- III- A.SCHILLING,
" Les huiles pour moteurs et le graissage des moteurs " Tome I & II
Edition technip PARIS 1962 .
- IV - S.E.CHTOUR,
" Raffinage du pétrole " Tome I & II
OPU, ALGER 1983.
- V - J.SZYDYWAR,
" Huiles de graissage pour turbine à gaz d'aviation "
Séminaire lubrifants, ERDP , SKIKDA Novembre 1983.
- VI- Z.KARTOUCHE.
" Suivi des huiles de lubrification des moteurs diesel à la SMTF;
analyses spectrographiques "Séminaire UNION Africaine des Chemins
de Fer, BAMAKO Septembre 1983.
- VII- P.WUTHIER,
" Le pétrole raffinage & Genie chimique " Tome I
Edition technip PARIS 1974.
- VIII- F.AUDIBERT,
" Le reraffinage des huiles usagées moteur "
Séminaire reraffinage des huiles usagées, SKIKDA Le 10 à 11 Decembre1984.
- IX - COLLECTION COLLOQUES & SEMINAIRES -12-
" Les produits pétroliers et l'entretien "
publication I.F.P . Edition technip 1969.
- X - J.TRANCHANT,
" Manuel pratique de Chromatographie en phase gazeuse "
MASSON & Cie. ,Edité à PARIS 1964.
- XI - F.D.OVCHARENKO,
" Propriétés hydrophiles des argiles et minéraux argileux "
A.N. USSR ,KIEV 1961.
- XII - Projet de fin d'etude
A.H.ELIAS & D.SLIMANI "JANVIER 1987"
- XIII- OPERATION THERMIQUES : Transfert de matière
I.A.P 1984.
- XIV - S.E.CHTOUR,
" Technologie du pétrole "
E.N.P.A 1974-1975.

