

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique
Département de Génie Chimique**

PROJET DE FIN D'ETUDE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

**ETUDE DE LA REGENERATION D'HUILES MOTEURS
PAR PERCOLATION**

Proposé et dirigé par :
Pr. C.E Chitour
Mme F. Mohellbi

Etudié par :
M^{elle} N. Amarouyache

Promotion Juin 2000

في إطار إعادة استعمال زيت المحرك 20w50 ، هذا البحث يقترح مساهمة ادراسة إحدى الطرق المستعملة في عملية تكرير زيوت المحركات ، الا وهي طريقة الامتزاز التي ترتكز على استعمال تربة البنتونيت.

للتيام بهذا العمل ، اجرينا تحاليل فيزيائية وكيميائية واستخلصنا اهم العوامل التي تؤدي إلى تدهور الزيت في المحرك .

ثم قمنا باستخراج الماء و الهيدروكربونات الخفيفة منها و مررناها بعد ذلك على التربة .
رغبة في الحصول على احسن مردود ، اخضعنا هذه الزيت إلى عملية التقطير ، بتحاليلنا الأقسام الناتجة عن هذه العملية ، حاولنا تصنيفها بالنسبة إلى أقسام بترولية معروفة و من أجل تحسين خصائص الأقسام الثقيلة ، مررناها على التربة .

ختمنا عملنا هذا بدراسة حركية تدهور خصائص الزيت في المحرك من أجل مسافات مختلفة .

RESUME

Dans le cadre des projets de fin d'études, nous avons étudié le traitement de l'huile usagée moteur à 1000 Km de catégorie SAE 20 W 50 et ce pour voir le degré de contamination de cette dernière.

Dans la deuxième partie, nous avons procédé à une percolation de l'huile usagée déshydratée et dé-essencée.

Dans le souci d'obtenir une meilleure qualité du produit régénéré, nous avons fait subir à l'huile usagée une distillation.

Les fractions récupérées ont été identifiées après être analysées et une percolation a été effectuée sur les fractions lourdes pour améliorer leurs caractéristiques.

En dernier lieu, une étude sur des huiles vidangées après différents kilométrages a été envisagée afin de déterminer leur cinétique de détérioration.

ABSTRACT

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

For this purpose, we have done differnts analysis of oil, so as to follow the evolution of its physical and chemical characteristics.

The used oil is put through different treatments : the first is ceshydration and elimination of light hydrocarbon and passing up on the bentonite.

In order to obtain the best result, this oil is distilled, and analysis of the fractions originating from the latter has permitted to situate them relatively to the petroleum fractions in order to optimize their uses.

The heavy fractions were percolated to improve their characteristics.
Finally, we have studied the evolution of the main properties of the engine's oil during different kilometers

Mots clés : Recyclage, écologie, ressources inexploitées, économie d'énergie, valorisation.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à adresser mes plus vifs remerciements à monsieur le Professeur C. E Chitour pour son suivi, sa disponibilité et son appui moral et scientifique tout au long de l'élaboration de ce travail.

A madame F. Mohellebi également, sans qui ce travail n'aurait pas vu le jour, vont toute ma gratitude et ma reconnaissance.

C'est un honneur pour moi de voir monsieur Hadjadj-Aouel présider le jury et je suis également très sensible à l'honneur que me font madame Haddoum et monsieur Slatnia en acceptant de participer à la critique de mon travail.

Que madame Bensiam, chef du laboratoire de la division AVM de NAFTAL ainsi que le personnel de ce même laboratoire trouve ici notre reconnaissance et gratitude

Je ne terminerais pas sans adresser mes remerciements les plus sincères à Meriem et Djaafar Bouchamma pour leur disponibilité et celle de leur voiture.

Page
Remerciements
PP. 26
30
31
35
37
49
72

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Dédicaces

A mes parents,
mes frères et sœurs,
ma tata,
Amine et tout mes amis.

Neïla

SYMBOLES ET ABBREVIATIONS

A.S.T.M	American Society of Testing Materials
C	Concentration en matières charbonneuses (mg/l)
%C_A	Pourcentage en carbone aromatique
%C_N	Pourcentage en carbone naphénique
%C_P	Pourcentage en carbone paraffinique
d	Densité
D_r	Densité de la fraction d'huile
Halg	Huile algérienne Naftal
Hetr	Huile étrangère Total
HN	Huile neuve
HU	Huile usagée
h	Heures
HT	Huile traitée
I.F.P	Instituts Français du pétrole
M	Masse molaire (g/mol)
mn	minutes
%p	Pourcentage en poids
P.A	Point d'aniline
R	Radical libre
R_c	Résidu Conradson (%p)
R_{cf}	
S.A.E	Society of Automautive Engineers
%T	Pourcentage de transmission
T	Température (°C)
T_{mav}	Mean average point
t	Temps
%V	Pourcentage en volume
VI	Viscosity index (indice de viscosité)
Vis à 40°C	Viscosité cinématique à 40°C (cSt)
Vis à 100°C	Viscosité cinématique à 100°C (cSt)



SOMMAIRE



INTRODUCTION

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I : LA LUBRIFICATION ET LES LUBRIFIANTS	2
I.1 Définition et rôle d'un lubrifiant	
I.2 Origine et classification des lubrifiants	
I.3 Action d'un lubrifiant	
I.4 Les caractéristiques des lubrifiants	
CHAPITRE II : LES HUILES MOTEURS	4
II.1 Introduction	
II.2 Classification commerciale des huiles moteurs	
II.3 Composition des huiles moteurs	
CHAPITRE III : LES HUILES MOTEURS USAGEES	13
III.1 Introduction	
III.2 Définition d'une huile usagée	
III.3 Différentes formes d'usure dans un moteur	
III.4 Les contaminants de l'huile	
III.5 Différents types d'altération	
CHAPITRE IV : REGENERATION DES HUILES MOTEURS USAGEES	15
IV.1 Introduction	
IV.2 Définition de la régénération	
IV.3 Processus général de régénération	
IV.4 Evolution des schémas de régénération sous la pression écologique	

PARTIE EXPERIMENTALE

PARTIE I :		
ANALYSE DES HUILES NEUVES NAFTAL ET TOTAL.		22
I.1 Définition des différentes propriétés physico-chimiques		
I.2 Comparaison des performances de l'huile neuve SAE 20W50 NAFTAL et une huile TOTAL de même catégorie		
PARTIE II :		
CINETIQUE DE DETERIORATION DES HUILES LUBRIFIANTES NAFTAL ET TOTAL.		28
PARTIE III :		
REGENERATION DE L'HUILE USAGEE NAFTAL.		31
III.1 Caractéristiques du moteur		
III.2 Prise d'échantillon d'huile usagée		
III.3 Caractérisation de l'huile usagée		
III.4 Régénération de l'huile usagée par percolation		

CONCLUSION

INTRODUCTION

Historiquement, l'usage des lubrifiants, sous forme de graisses animales, d'huiles végétales, de bitumes, d'argiles mouillées, etc., remonte à la plus haute antiquité, mais cette pratique, alors très empirique, ne s'est affirmée réellement en tant que véritable science que depuis le début de notre siècle.

Le formidable essor de l'industrie, depuis le début de ce siècle jusqu'à nos jours, est incontestablement lié aux constants progrès réalisés dans les domaines de la mécanique et de la métallurgie. Mais il convient de préciser qu'il est aussi à mettre à l'actif, et dans une très large mesure, à l'emploi de lubrifiants et aux remarquables améliorations apportées à ceux-ci pour augmenter leurs caractéristiques rhéologiques et, pour accroître leur résistance aux diverses agressions chimiques et thermiques engendrées par la « sévérisation » des conditions d'utilisation des mécanismes.

Pour situer l'importance commerciale et économique des lubrifiants, il convient de préciser que la consommation actuelle de ces produits porte sur environ 1.2 % de la consommation mondiale annuelle de pétrole brut.

Dans la pratique industrielle les lubrifiants sont classés en quatre catégories principales destinées :

- à l'automobile,
- à l'industrie,
- à la marine,
- à l'aéronautique.

Les deux premières catégories constituent l'essentiel du marché, leurs parts respectives étant, au niveau mondial, de 55 % pour les lubrifiants d'automobiles, et aux alentours de 45 % pour les lubrifiants industriels.

Une société développée est, en effet, une société qui produit beaucoup, consomme beaucoup, et rejette beaucoup de déchets de toutes natures. La prise de conscience mondiale dans le domaine de l'écologie, illustrée par la conférence de RIO en 1992, a incité de nombreux pays à mettre en place une politique de traitement des déchets. Protéger l'environnement, lutter contre le gaspillage de l'énergie et exploiter des ressources inemployées, tel est le triple objectif de la récupération des déchets.

Compte tenu du cahier des charges auquel elles doivent répondre pour leur utilisation dans les moteurs «essence et diesel», les huiles moteurs neuves génèrent après leur utilisation, des huiles usagées dont les propriétés sont très proches les unes des autres. Ces huiles usagées constituent une catégorie importante de matériaux récupérables.

La récupération des huiles usagées est donc une nécessité pour protéger l'environnement mais c'est aussi une obligation économique. Source de pollutions dangereuses, ces huiles constituent pourtant une richesse ; leur régénération conduit à une double économie en énergie et en devises.

Lorsqu'une tonne d'huile usagée est brûlée, elle permet une économie d'environ 0.95 tonne de fuel lourd. Lorsqu'une tonne d'huile usagée est régénérée, elle permet d'obtenir 0.7 tonne d'huile de base qui aurait nécessité la consommation en raffinerie d'au moins une tonne de fuel lourd. L'économie par tonne d'huile usagée retraitée est donc d'environ 0.05 tonne de fuel lourd.

Le brûlage d'une tonne d'huile usagée permet d'éviter l'importation d'environ 0.95 tonne de fuel lourd d'où une économie potentielle de devises de l'ordre de 1150FF.

La régénération d'une tonne d'huile usagée crée une disponibilité de 0.7 tonne d'huile de base potentiellement exportable qui permettrait une rentrée de devises de l'ordre de

1800 FF. La régénération permet donc marginalement (au sens économique du terme) une économie de devises de l'ordre de 650 FF par tonne d'huile usagée.

A la limite, on pourrait considérer que la régénération de 100.000 tonnes d'huile usagée dégage une économie de devises , par rapport au brûlage, de 65 millions de francs.

La régénération est donc le meilleur mode d'élimination restant envisageable pour les lubrifiants usagés. Tout en assurant la protection de l'environnement, ce mode d'élimination :

- joue un rôle non négligeable dans la régulation des prix et dans la lutte contre l'inflation dans le domaine des lubrifiants,
- procure un accroissement sensible de la ressource du pays en lubrifiants en assurant une autonomie partielle non négligeable dans ce domaine,
- contribue très efficacement à la réalisation de la plus grande économie de devises.

En entreprenant ce travail, nous avons voulu contribuer, en premier lieu, à la connaissance des huiles neuves algérienne (Naftilia SAE 20W50) et étrangère (marque TOTAL), en évaluant notamment leurs propriétés physico-chimiques, leurs compositions chimiques et leurs tenues aux hautes températures. En outre, nous avons évalué et comparé le comportement des deux échantillons d'huile en notre possession en fonction de l'espacement des vidanges. Les renseignements obtenus par des analyses physiques et chimiques d'un seul échantillon d'huile usagée sont, en général, peu concluants. Par contre, des analyses effectuées sur des échantillons prélevés périodiquement permettent de suivre l'évolution de l'altération et de déceler les anomalies ayant des origines mécaniques. La série d'essais normalisés a été réalisée sur des huiles prélevées selon des consignes bien déterminées.

Ensuite, dans l'hypothèse d'une éventuelle valorisation économique de l'huile usagée Naftilia 20W50, nous nous sommes intéressés aux aspects technologiques du procédé de régénération par percolation à travers un lit fixe de bentonite algérienne activée. Concernant ce mode de purification, nous avons effectué une approche des conditions optimales de fonctionnement d'une installation à l'échelle laboratoire, en prenant en considération des paramètres liés aussi bien au procédé qu'aux particularités de l'adsorbant et de l'huile usagée.

Cette étude fait suite aux travaux effectués dans le domaine par d'autres chercheurs du Laboratoire Valorisation des Energies Fossiles.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I : LA LUBRIFICATION ET LES LUBRIFIANTS

I.1 DEFINITION ET ROLE D'UN LUBRIFIANT [1,2,3]

On entend par lubrifiants, toutes substances appliquées sur les coussinets, les glissières ou les surfaces de contact des machines pour réduire les frottements entre les parties en mouvement. La réduction de ces frottements parasites ou résistances passives des machines conduit à une augmentation du rendement mécanique.

Pour faire tourner les machines et les moteurs des plus simples aux plus compliqués, il faut un lubrifiant, dont la propriété principale est de réduire l'usure. Sans lubrifiant, pas de mouvement.

Le lubrifiant permet également de combattre l'usure et la corrosion des organes des machines ce qui se traduit par des économies d'entretien. Il participe à l'équilibre thermique des machines en évacuant une bonne partie de la chaleur perdue. Enfin, il contribue à parfaire l'étanchéité aux liquides et aux gaz et facilite l'évacuation des impuretés dont l'accumulation serait de nature à compromettre le bon fonctionnement des machines.

I.2 ORIGINE ET CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS [3]

Historiquement, les huiles végétales et les graisses animales étaient la source principale des lubrifiants. Depuis la fin du XIXe siècle, plus de 90 % des lubrifiants proviennent du pétrole, qui est abondant dans la nature et peut être distillé et concentré sans se décomposer. Les lubrifiants synthétiques incluent les silicones et les produits spéciaux qui peuvent opérer à très haute température, comme dans les moteurs Diesel des véhicules automobiles. De tels produits peuvent prendre la forme de revêtements, ce qui rend possible la lubrification des pièces en mouvement ; ou d'huiles qui se décomposent sans laisser de dépôts générateurs de frottements. Les lubrifiants peuvent être classés en quatre grandes catégories :

I.2.1 LES LUBRIFIANTS SOLIDES

Ils sont utilisés dans le garnissage de dispositifs travaillant dans des conditions extrêmes (eau profonde, hors de l'atmosphère). Parmi les lubrifiants solides, nous pouvons citer le graphite, le talc, le bisulfure de molybdène.

I.2.2 LES LUBRIFIANTS SEMI - SOLIDES OU PLASTIQUES

Ces lubrifiants sont constitués de corps gras d'origine animale ou végétale, de corps gras saponifiés, de gels divers. Ils sont utilisés essentiellement dans le garnissage ainsi que dans les mécanismes tels que les roulements, les joints, etc.

I.2.3 LES LUBRIFIANTS LIQUIDES

Les lubrifiants liquides les plus utilisés sont les huiles minérales d'origine pétrolière. Ils sont fréquemment employés dans les mécanismes chargés tels que les moteurs alternatifs.

I.2.4 LES LUBRIFIANTS GAZEUX

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

I.3 ACTION D'UN LUBRIFIANT [4]

Le lubrifiant, un produit hautement technologique peut prolonger la durée de vie d'un moteur en :

- limitant l'usure des pièces en mouvement,
- réduisant les frottements,
- refroidissant les pièces,
- maintenant le moteur en parfait état de propreté,
- protégeant le moteur et ses principaux auxiliaires contre la corrosion,
- assurant l'étanchéité facilitant la mise en mouvement de toutes les pièces du moteur quelles que soient les conditions atmosphériques.

I.4 LES CARACTERISTIQUES DES LUBRIFIANTS [2]

Les caractéristiques imposées aux lubrifiants correspondent aux propriétés physiques, chimiques et physico-chimiques que nous pouvons subdiviser en caractéristiques d'identification et en caractéristiques d'utilisation.

I.4.1 LES CARACTERISTIQUES D'IDENTIFICATION

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

I.4.2 LES CARACTERISTIQUES D'UTILISATION

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

CHAPITRE II : LES HUILES MOTEURS

II.1 INTRODUCTION [5]

Tout lubrifiant permet, comme son nom l'indique, la lubrification des pièces en mouvement. L'huile moteur est un lubrifiant des organes du moteur en mouvement comme le vilebrequin, le piston, la chemise de cylindre, l'arbre à cames et la culbuterie.

II.2 CLASSIFICATION COMMERCIALE DES HUILES MOTEURS [5,6,7]

Les normes de classification des huiles moteurs émanent des organismes suivants :

- American Petroleum Institute (A.P.I),
- Spécifications militaires (M.I.L-L : Military Lubricant),
- Society of Automotive Engineers (S.A.E),
- Association Européenne de Constructeurs d'Automobiles (A.C.E.A), initialement C.C.M.C (Comité des Constructeurs d'automobiles du Marché Commun)

La classification internationale pour les huiles moteurs multigrades est celle de la S.A.E. Ce système d'usage universel prend en compte comme critère principal de classification la viscosité du lubrifiant. Il définit 11 niveaux de base ou grades, à savoir, six huiles dites HIVER «W» abréviation du mot anglais «WINTER», qui sont caractérisées par leur viscosité à basse température (inférieure à 0°C) ; et cinq grades d'huiles ETE caractérisées par leur viscosité à chaud (100°C et 150°C).

Cette classification introduit la notion d'huiles dites multigrades qui répondent à la fois à des exigences de viscosité à basse température et à température élevée (par exemple 5W40 ou 10W40). Les caractéristiques de cette classification sont reproduites dans le tableau 1.

Tableau 1 : Classification SAE de viscosité des huiles moteurs[6]

Grade de viscosité SAE	Viscosité de démarrage à froid(cp)		Viscosité de pompabilité à froid (cp)		Viscosité cinématique (cSt) à 100°C	
	max.	T (°C)	max.	T (°C)	min.	max.
0W	3250	-30	30000	-35	3.8	-
5W	3500	-25	30000	-30	3.8	-
10W	3500	-20	30000	-25	4.1	-
15W	3500	-15	30000	-20	5.6	-
20W	4500	-10	30000	-15	5.6	-
25W	6000	-05	30000	-10	9.3	-
20	-	-	-	-	5.6	<9.3
30	-	-	-	-	9.3	<12.5
40	-	-	-	-	12.5	<16.3
50	-	-	-	-	16.3	<21.9
60	-	-	-	-	21.9	<26.1

II.3 COMPOSITION DES HUILES MOTEURS

Un lubrifiant est un mélange d'**huile de base** et d'**additifs** qui renforcent les qualités naturelles de l'huile de base.

II.3.1 LES HUILES DE BASE [6,7,8]

L'huile de base est le constituant principal du lubrifiant (75 à 85 %). Elle peut être d'origine minérale ou synthétique.

a. LES BASES MINÉRALES

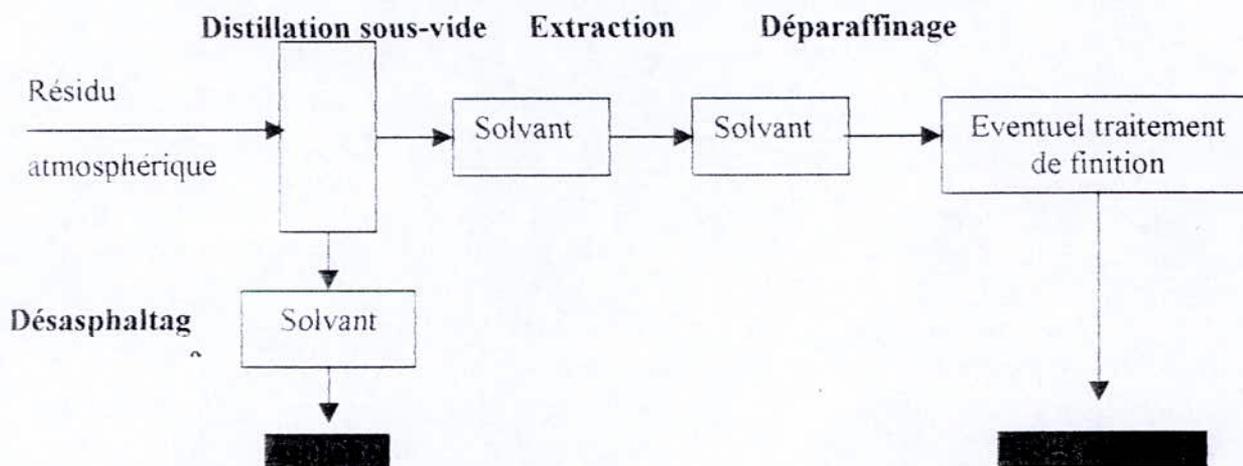
Elles sont produites par le raffinage du pétrole brut et on distingue, selon le procédé de ce raffinage, plusieurs types d'huile.

a.1 LES BASES MINÉRALES CONVENTIONNELLES

Ces huiles sont obtenues par raffinage du pétrole brut selon le procédé classique (figure 1). Ce dernier se résume en quatre étapes :

- Distillation sous-vide,
- Traitement aux solvants,
- Traitement de déparaffinage,
- Traitement de neutralisation et de décoloration avec les terres spéciales.

Figure 1 : Procédé de fabrication des huiles minérales conventionnelles



Les huiles issues de ce raffinage sont surtout constituées d'hydrocarbures paraffiniques et naphthéniques. Leur proportion en aromatiques est faible mais non négligeable. Ces aromatiques confèrent aux huiles une certaine polarité et un certain pouvoir solvant. Si C_P , C_N , C_A désignent les atomes de carbone situés dans les chaînes paraffiniques, dans les cycles naphthéniques et dans les cycles aromatiques, on obtient généralement les pourcentages suivants [6] :

$$C_P = 70\% \text{ à } 80\%, C_N = 15\% \text{ à } 25\%, C_A = 5\% \text{ à } 10\%$$

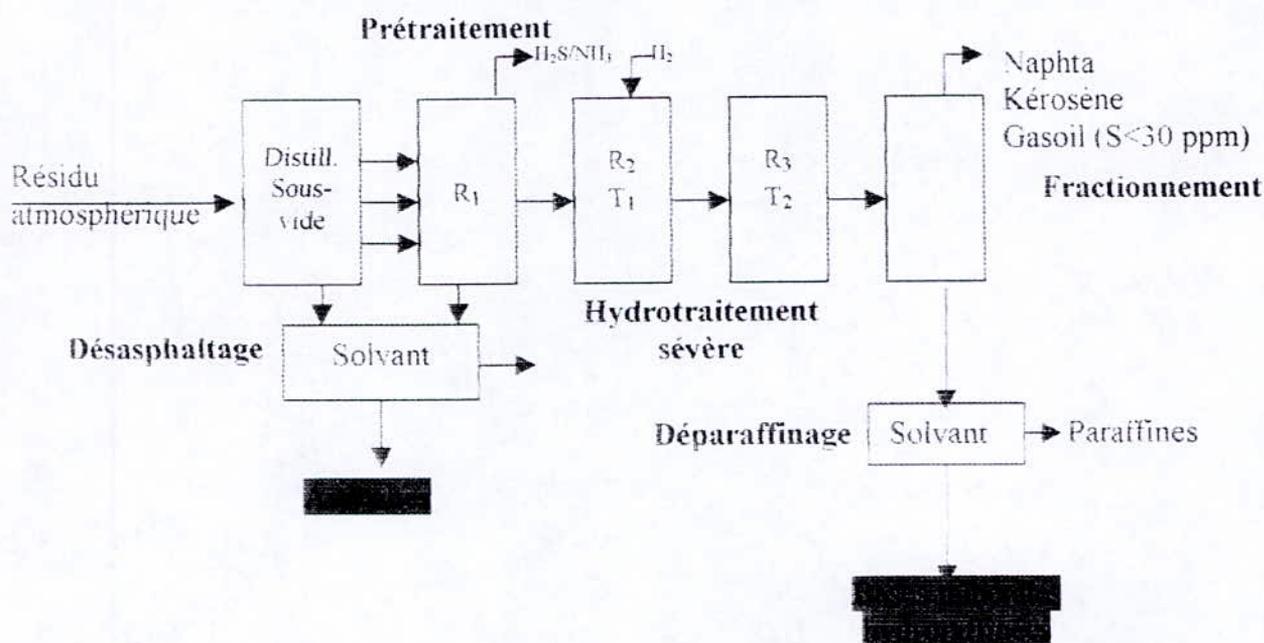
Les paraffines ont généralement une structure chimique de type *iso* qui confère à l'huile une faible variation de la viscosité avec la température (VI = 95-105). Ces huiles couvrent l'essentiel des besoins courants (plus de 90% du marché).

a.2 LES BASES MINÉRALES NON CONVENTIONNELLES

a.2.1 LES BASES HYDROTRAITÉES

Le procédé de fabrication des bases hydrotraitées (figure 2) diffère de celui des bases conventionnelles par le remplacement de l'étape de traitement aux solvants par une hydrogénation catalytique sous haute pression (150 bars) et haute température (380°C). L'indice de viscosité des huiles obtenues est égal à celui des bases minérales conventionnelles (VI=95-105). Elles s'en différencient cependant par une proportion plus faible en composés aromatiques et par une teneur en soufre et en azote sensiblement réduite. Ces composés indésirables ayant été en grande partie éliminés (sous forme de H₂S et NH₃) par le traitement à l'hydrogène. La pureté améliorée de ces bases constitue une avance importante en terme de protection des utilisateurs et de l'environnement.

Figure 2 : Procédé de fabrication des bases hydrotraitées

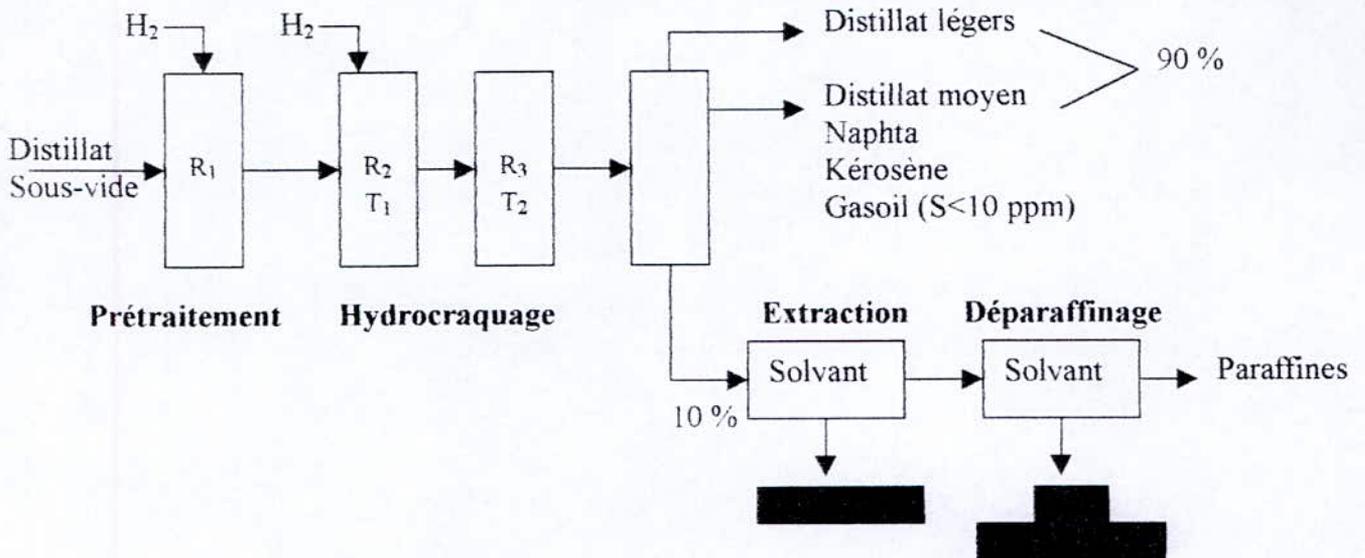


a.2.2 LES BASES HYDROCRAQUÉES

Elles sont obtenues par craquage très sévère à l'hydrogène de distillat sous-vide issu du pétrole brut (figure 3). Elles ont une teneur en composés iso paraffiniques encore plus élevée qui leur confère un indice de viscosité plus important que les bases précédentes (VI = 125-130). Ces huiles contiennent encore moins d'impuretés que les huiles précédentes. Elles présentent une volatilité améliorée malgré une faible viscosité et

une bonne stabilité thermique. Ces avantages sont mis à profit pour préparer des lubrifiants relativement peu volatils et plus fluides à basse température.

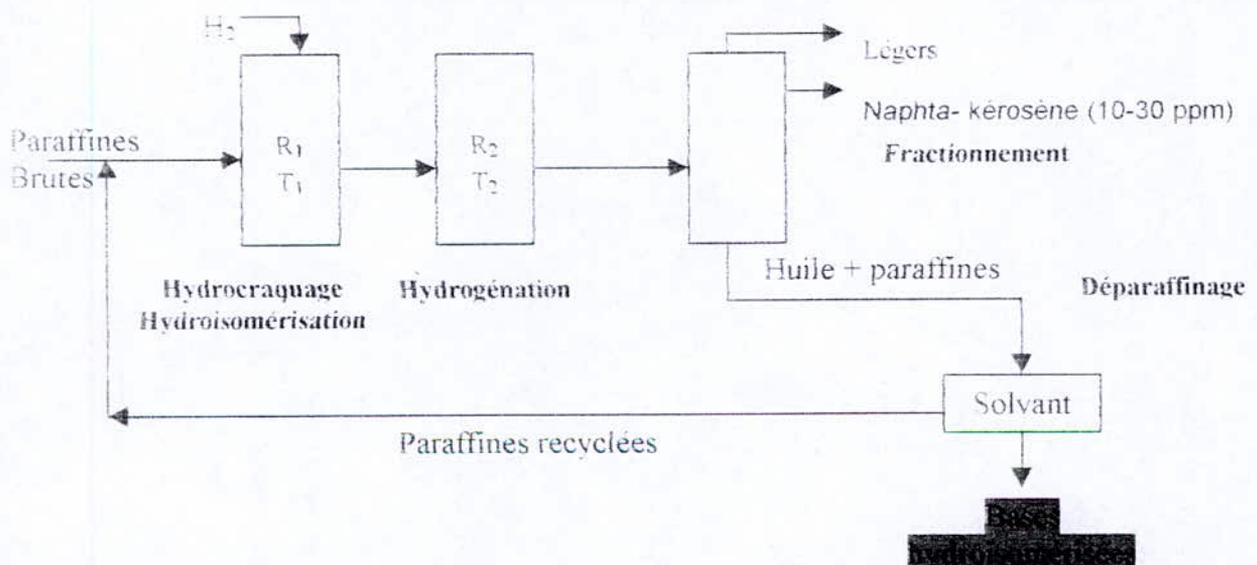
Figure 3 : Procédé de fabrication des bases hydrocraquées



a.2.3 LES BASES HYDROISOMERISEES

La charge traitée est une paraffine provenant du procédé de raffinage classique (figure 4). Les conditions de traitement à l'hydrogène conduisent à un craquage et à un réarrangement des molécules de paraffines en molécules essentiellement isoparaffiniques. Elles ont des indices de viscosité pouvant être très élevés (VI = 140-150), et présentent une volatilité encore plus faible pour des viscosités du même ordre que celles des huiles précédentes et des teneurs en impuretés aromatiques et soufrées très faibles. On les utilise dans la préparation de lubrifiants de haute gamme très fluides à basses températures.

Figure 4 : Procédé de fabrication des bases hydroisomérisées



a.2.4 LES BASES PROVENANT DE LA REGENERATION

Les huiles usagées peuvent être régénérées en éliminant les 15 à 20% d'impuretés et additifs qu'elles contiennent. Ces bases minérales régénérées ont des caractéristiques et des propriétés comparables à celles des bases minérales conventionnelles lorsque le traitement a été convenablement conduit.

b. LES BASES SYNTHETIQUES : [4]

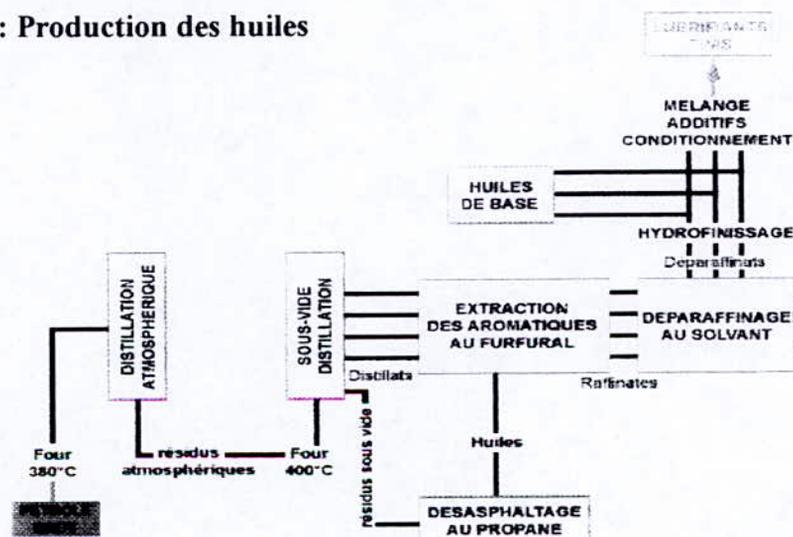
Les huiles semi-synthétiques et synthétiques sont élaborées à partir de bases non conventionnelles faisant intervenir des procédés chimiques sophistiqués qui leur confèrent des propriétés particulières. Il s'agit essentiellement des P.A.O (PolyAlphaOléfines) et des esters organiques. D'abord, l'indice de viscosité élevé des huiles de base utilisées permet au lubrifiant fini d'avoir un comportement naturellement bon par rapport à la température, c'est-à-dire de présenter une viscosité remarquablement stable quelle que soit la température. Cette propriété est une supériorité majeure sur les huiles minérales, élaborées à partir de bases conventionnelles, qui nécessitent l'adjonction d'additifs améliorants de viscosité en plus grande quantité. La stabilité du lubrifiant en fonction de la température garantit son efficacité optimale tant dans la phase de démarrage à froid particulièrement exigeante pour le moteur que dans les conditions de fonctionnement à chaud les plus intensives.

Les lubrifiants à bases de synthèse présentent par ailleurs une résistance accrue à l'oxydation, d'où une plus grande longévité de l'huile qui garantit une plus grande durée de vie pour le moteur. L'utilisation de bases non conventionnelles, enfin, permet d'élaborer des lubrifiants plus fluides, sans être plus volatils ; il en découle une réduction de la consommation d'huile. En bref, en choisissant une huile à bases de synthèse, on fait le choix d'une technologie plus avancée, d'une plus grande efficacité, d'une longévité accrue et d'une consommation d'huile maîtrisée.

II.3.2 SCHEMA RECAPITULATIF DES PROCEDES DE FABRICATION DES HUILES [4]

La figure 5 schématise d'une manière générale l'unité de fabrication des lubrifiants. Il est à noter que seulement 1% d'un baril de pétrole brut deviendra un lubrifiant (1% : si mineur mais tellement crucial !).

Figure 5 : Production des huiles



II.3.3 LES ADDITIFS [7,9,10]

Les additifs sont des composés complexes, compléments de performance. Ils sont incorporés en faibles proportions (jusqu'à 20% en poids) aux lubrifiants afin d'en modifier les propriétés physiques ou chimiques dans le sens désiré. On les appelle aussi dopes, adjuvants, inhibiteurs ou produits d'addition. Ils sont issus de hautes technologies permettant ainsi à l'huile de trouver un équilibre extrêmement sophistiqué afin de remplir ses nombreuses missions dans un moteur. Les principaux additifs sont :

a. LES ADDITIFS ANTIOXYDANTS

La durée de vie d'un lubrifiant dépend d'abord de sa résistance à l'oxydation ; et bien que ce phénomène ne puisse jamais être totalement évité, il est possible de le limiter d'une façon très efficace en utilisant des composés chimiques dotés d'une activité particulière sur une ou plusieurs des différentes étapes chimiques de la réaction d'oxydation des hydrocarbures. Ces composés peuvent être :

- des composés phénoliques qui agissent sur l'amorçage de l'oxydation,
- des amines,
- des DialkyldiThioPhosphates de Zinc (DTPZn) qui sont des destructeurs d'hydroperoxydes. Ils ralentissent également la propagation de la réaction en chaîne. Dans les huiles moteurs d'automobiles, l'additif antioxydant principal est constitué d'une association de deux, voir trois, DTPZn (DialkyldiThioPhosphates de Zinc) dont l'action est souvent renforcée par l'adjonction de composés phénoliques et/ou aminés cités au-dessus.

b. LES ADDITIFS DETERGENTS

Ils sont utilisés à la fois sous forme neutre ou légèrement basique pour apporter la détergence nécessaire à la prévention des dépôts à chaud sur les surfaces et pour maintenir propres les circuits de distribution du lubrifiant. Les formes dites «surbasées» sont utilisées dans les huiles moteurs, pour lutter contre la corrosion induite par les acides formés au cours de l'oxydation de l'huile, et par la contamination provenant de la combustion de carburants soufrés et plombés.

c. LES ADDITIFS DISPERSANTS

Ils comportent dans leur structure chimique une partie dite «polaire» le plus souvent azotée. L'action de ces produits consiste à se fixer par leur partie polaire sur les particules solides et les polluants liquides contenus dans les lubrifiants (produits solides d'oxydation, particules d'usure, poussières, eau, suie de combustion, etc.). Il résulte de cette adsorption solide-liquide ou liquide-liquide, la formation d'une suspension stable extrêmement divisée, ayant une tendance beaucoup moins prononcée à s'agglomérer en grosses particules, à former les dépôts dans les parties froides des mécanismes et à obstruer les circuits de lubrification. Ces composés chimiques peuvent être :

- des copolymères de méthacrylates ou d'acrylates avec des produits contenant des groupes polaires, tels que les amines, les amides et les éthers,
- des esters et des polyesters de poids moléculaires élevés,
- des sels d'amine d'acides organiques de hauts poids moléculaires,
- des copolymères d'ester de fumurate vinylacétate.

c. LES ADDITIFS ANTI-USURE

Les DTPZn (DiThioPhosphates de Zinc) indiqués précédemment comme additifs antioxydants, sont aussi des additifs anti-usure extrêmement actifs même utilisés à faibles doses. Les additifs anti-usure agissent, en régime de lubrification limite et mixte, en formant avec les surfaces métalliques un film protecteur autolubrifiant par réaction chimique. Ils peuvent être :

- des phosphites organiques,
- des oléfines sulfurées,
- des dithiosulfates de zinc,
- des additifs alcalins.

d. LES ADDITIFS ANTIROUILLE

La protection des métaux ferreux contre la corrosion humide est assurée par les additifs détergents et dispersants précédents, en particulier les sulfonates de calcium et surtout de magnésium.

e. LES ADDITIFS ANTI-CORROSIF

Les métaux réactifs à base de cuivre sont protégés de la corrosion par utilisation d'additifs spécifiques. Ils attaquent les surfaces métalliques sensibles pour former un film protecteur de passivation.

f. LES ADDITIFS AMELIORANT L'INDICE DE VISCOSITE

Ces produits ont pour action d'épaissir le lubrifiant lorsque la température s'élève ; de ce fait, ils remédient, au moins partiellement, à la chute de la viscosité enregistrée à chaud sans pour autant trop perturber le comportement rhéologique de l'huile à basse température. Ces composés peuvent être :

- des polyisobutènes,
- des polyméthacrylates,
- des copolymères de vinylacétate dialkyl-fumarate,
- des polyacrylates,
- des polystyrènes alkylés,
- des copolymères éthylène-propylène.

g. LES ADDITIFS AMELIORANT LE POINT DE CONGELATION

A basses températures, les paraffines de l'huile peuvent cristalliser et obstruer certaines parties du circuit de graissage. Le déparaffinage des bases ne suffit pas pour résoudre ce problème. Grâce à leurs structures ramifiées, ces additifs empêchent la croissance des cristaux de paraffines et assurent une meilleure fluidité du lubrifiant à basse température. Ces additifs peuvent être :

- des naphènes alkylés,
- des polymères et des copolymères de l'alkyl-métacrylates,
- des polymères et des copolymères d'oléfines,
- des polystyrènes alkylés.

h. LES ADDITIFS ANTI-MOUSSE

Un excès de mousse peut provoquer une oxydation plus rapide de l'huile, une consommation plus grande, un moins bon refroidissement du bain d'huile et des difficultés au niveau de la pompe de circulation. Cette mousse est liée notamment à la présence de quantités notables d'additifs détergents et dispersants dans le paquet de performance.

Les additifs anti-mousse les plus utilisés pour résoudre ce problème sont des silicones, produits très stables et sans action sur les autres additifs. Ils sont insolubles dans les huiles et leur efficacité dépend surtout de leur degré de dispersion. Ces produits insolubles dans l'huile agissent en venant s'intercaler à l'interface liquide-air et préviennent, du fait de leur très faible tension de surface, la formation de mousse stable par coalescence rapide des bulles d'air.

i. LES ADDITIFS EXTREME PRESSION

La fonction des additifs extrême pression est d'éviter le contact des surfaces métalliques dans la lubrification en charge. De tels contacts peuvent conduire à des déformations ou à des soudures des pièces. L'utilisation de ces additifs conduit à la formation d'un film de sels métalliques adhérent à la surface. Au moment où les pressions et les vitesses deviennent trop importantes, le film d'huile est éliminé et le film viscoplastique vient le relayer. Avec de bons additifs extrême pression, le film ne se développe qu'aux hautes températures. Les produits utilisés sont des composés organiques contenant du soufre, du chlore ou du phosphore.

II.4 TENDANCES CHIMIQUES DES HUILES MOTEURS[7]

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

II.4.1 LA TENDANCE PARAFFINIQUE

Elle est représentée par l'ensemble des hydrocarbures saturés à chaînes droites, ramifiées ou non, mais non cycliques. Les paraffines ramifiées se rencontrent en quantité appréciable dans les fractions lubrifiantes des bruts paraffiniques. Les paraffines à chaînes droites de poids moléculaire élevé sont généralement retirées de la fraction lubrifiante par déparaffinage car leur présence conduit à une augmentation de la température de congélation. Les propriétés des huiles riches en hydrocarbures paraffiniques sont les suivantes :

- faible densité (0.880-0.890) pour une viscosité donnée,
- variations relativement faibles de la viscosité en fonction de la température (indice de viscosité voisin de 100),
- faible volatilité pour une viscosité donnée,
- faible pouvoir solvant.

II.4.2 LA TENDANCE NAPHTENIQUE

Elle est représentée par l'ensemble des hydrocarbures saturés cycliques ou polycycliques. Les caractéristiques physiques et chimiques de ces huiles se traduisent par :

- une densité relativement élevée pour une viscosité donnée (supérieure à 0.9),

- des variations assez rapides de la viscosité en fonction de la température (indice de viscosité de 40 à 60),
- une plus grande volatilité que celle de la fraction paraffinique de même viscosité,
- un pouvoir solvant relativement élevé.

II.4.3 LA TENDANCE AROMATIQUE

Il s'agit de composés non saturés ayant un ou plusieurs cycles aromatiques condensés ou non, sur lesquels sont fixées une ou plusieurs chaînes latérales. Ces fractions sont caractérisées par une densité très élevée et un indice de viscosité très faible. Ces huiles sont facilement oxydables et provoquent la formation de produits résineux ou asphaltiques accompagnés de dérivés corrosifs qui limitent leur importance dans la composition des huiles finies.

CHAPITRE III : LES HUILES MOTEURS USAGEES

III.1 INTRODUCTION

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

III.2 DEFINITION D'UNE HUILE USAGEE [7, 11]

On désigne par huile usagée, tout produit usé, semi-liquide ou liquide, composé entièrement ou partiellement d'huile minérale ou synthétique. Cette huile ne répond plus aux spécifications désirées et ne joue plus le rôle qui lui a été assigné car elle a perdu ses qualités au cours de son utilisation.

L'analyse des huiles usagées montre que celles-ci ne renferment que 15 à 20% d'impuretés. Elles peuvent donc être considérées comme un pétrole brut très riche en huile lubrifiante.

III.3 DIFFERENTES FORMES D'USURE DANS UN MOTEUR [7,12]

L'usure définie comme la perte de matière de la part d'une pièce frottante, se rencontre sous les formes suivantes :

- **Usure adhésive** : C'est l'usure la plus courante. Elle a lieu lorsque deux pièces en mouvement ne sont pas totalement séparées par un film d'huile. Il en résulte des aspérités sur les surfaces métalliques.
- **Usure par fatigue superficielle** : Elle est due, surtout, aux mécanismes de roulements. La répétition cyclique des contraintes conduit à l'apparition de petites cavités sur la surface du métal, cavités qui se développent par la suite en craquelures profondes. C'est le phénomène «d'écaillage».
- **Usure abrasive** : Dans ce cas, la présence de particules étrangères plus dures que les surfaces frottantes entraîne un arrachement de matière de ces surfaces.
- **Usure érosive** : Ce type d'usure existe lorsque les surfaces métalliques sont mises en contact d'un fluide circulant à grande vitesse et chargé de particules solides très dures et très fines.
- **Usure corrosive** : C'est l'enlèvement par frottement mécanique des produits de réaction formés par attaque chimique des surfaces métalliques par des agents corrosifs contenus dans l'ambiance (gaz de combustion dans le cas des moteurs : CO, CO₂, H₂O) ou formés dans le lubrifiant par altération : oxydation de l'huile de base, décomposition thermique.

III.4 LES CONTAMINANTS DE L'HUILE [3, 5]

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

- **des produits volatils** : eau, combustible (essence ou gasoil),
- **des composés solubles dans l'huile** : Ce sont essentiellement les produits d'oxydation tels que les résines et les asphaltènes, les glycols provenant des circuits de

refroidissement, et surtout les additifs tels que les composés organo-métalliques et les polymères améliorants d'indice de viscosité,

- **des composés insolubles dans l'huile** : Il s'agit principalement de particules de carbone qui sont présentes dans l'huile sous forme colloïdale due à la présence de détergents. Leur dimension est très faible (inférieure au micron). La fraction inorganique des produits insolubles dans l'huile comprend aussi des poussières atmosphériques, des débris métalliques et des oxydes de plomb provenant de la combustion.

III.5 DIFFERENTS TYPES D'ALTERATION [7,12]

III.4.1 L'ALTERATION PHYSIQUE

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

III.4.2 L'ALTERATION CHIMIQUE

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

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

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



CHAPITRE IV : REGENERATION DES HUILES USAGEES

IV.1 INTRODUCTION [18]

La régénération des huiles lubrifiantes vise à diminuer la pollution dans l'environnement. En effet, les huiles usagées déversées dans un lac recouvrent les eaux d'un film imperméable à l'air qui conduit à l'asphyxie des micro-organismes.

Comme certains produits pétroliers, l'huile usagée contient des produits organiques toxiques (benzène, toluène, naphtalène, phénol, benzol [α] pyrène) qui peuvent nuire d'une façon considérable à la faune et la flore.

Cette méthode de récupération permet aussi d'économiser de l'énergie. En effet, d'après MUELLER et ses associés [7], l'huile usagée a une valeur calorifique proche de celle d'un pétrole brut soit 38465 kJ/l.

IV.2 DEFINITION DE LA REGENERATION [7,13]

La régénération des huiles usagées moteurs consiste à conférer à l'huile des propriétés voisines de celles qu'elle avait avant l'incorporation des additifs destinés à la rendre propre à la lubrification des moteurs. Cette régénération consiste à éliminer les différentes impuretés contenues dans cette huile. Les huiles moteurs neuves, compte tenu du cahier de charges auquel elles doivent répondre pour leur utilisation dans les moteurs essence et diesel, génèrent après leur utilisation des huiles usagées dont les propriétés sont très proches les unes des autres.

Les propriétés du point de congélation et d'indice de viscosité (caractère multigrade de l'huile) étant conservées, il ne faut pas sous-estimer la présence de contaminants solubles chlorés, oxydés, dérivés d'additifs et d'impuretés en suspension comme des produits riches en carbone et résidus métalliques résultants de l'usure du moteur. Une régénération correcte devra prendre en compte ces différentes familles de produits en mettant en œuvre une cascade d'étapes que nous décrivons ci-après.

IV.3 PROCESSUS GÉNÉRAL DE RÉGÉNÉRATION [3]

Le processus général de régénération comprend les étapes suivantes :

- **la collecte** : Il est important de souligner que la collecte constitue la première étape du processus régénération choisi. Meilleure sera la sélection en amont, meilleure sera la qualité des produits recyclés. L'avantage de cette constatation est que les traitements sont alors applicables de manière universelle.
- **Première étape** : Cette étape est appliquée en tête de la plupart des chaînes de régénération. Elle consiste à effectuer une distillation douce de l'huile de manière à éliminer l'eau (2 à 4 %), l'essence (1 à 2 %), des solvants, du glycol et certains dérivés d'additifs. Les deux phases condensées obtenues ne peuvent être directement rejetées et sont généralement brûlées sur le site en fours de process ou en incinérateurs.
- **Deuxième étape** : La deuxième étape consiste, en général, à faire une purification de l'huile par précipitation des matières en suspension. A ce stade, l'huile contient encore des composés solubles partiellement oxydés qui doivent être éliminés par action chimique mise en œuvre en troisième étape. Certains

procédés combinent ces deux actions (physique et chimique) en une seule étape. Les traitements physiques les plus connus sont les suivants :

◆ **La distillation sous-vide**

Tant que l'acide sulfurique était largement utilisé comme étape majeure de la régénération, la distillation sous-vide était pratiquée en fin de chaîne pour séparer les produits régénérés en huile légère (Spindle), moyenne et visqueuse en fond de colonne.

◆ **Clarification aux solvants**

Ce procédé, développé par l'IFP, implique un taux de solvant de 10 à 15%. Il est plutôt coûteux mais très performant et particulièrement adapté aux fractions résiduelles provenant de la distillation sous-vide pour la récupération de l'huile visqueuse (Bright Stock).

◆ **Ultrafiltration**

La filtration simple, faisant appel par exemple à des seuils particuliers de quelques μm est totalement inefficace. Pour que la filtration soit opérable avec les seuils requis, il faut faire appel à la technique de filtration tangentielle mise en œuvre en ultrafiltration. Cette technique est efficace mais coûteuse et d'application assez délicate. Coûteuse en énergie parce que nécessitant une circulation élevée du milieu à filtrer (5 à 10 m/s sous 10 bars sur membranes minérales), pour ne pas colmater rapidement les membranes ; et délicate parce qu'exigeant en général un prétraitement spécifique.

◆ **La floculation**

Un certain nombre de procédés peu répandus font appel à des agents destabilisants généralement en phase aqueuse et nécessitant souvent plusieurs extractions. Certaines sociétés revendiquent l'action d'agents alcalins puissants introduits en amont et entraînant la séparation des contaminants par distillation sous-vide poussée ou par centrifugation.

➤ **Troisième étape :** L'huile purifiée par l'un des traitements précédents doit généralement subir un traitement de raffinage ayant pour but d'éliminer les produits résiduels solubles, oxydés et/ou azotés éventuellement dérivés d'additifs. L'objectif est d'obtenir toutes les propriétés d'une huile de base vierge (couleur, stabilité de couleur, indice d'acide, carbone Conradson...). Cette étape peut être obtenue par l'un des traitements suivants :

- ◆ Lorsqu'une distillation sous-vide est installée en amont, les distillats peuvent être traités :
 - Soit avec 2 à 3 % d'acide et 3 % de terre,
 - Soit avec la terre seulement (8 à 10 %) mais le raffinage est légèrement inférieur au précédant,
 - Soit par hydrogénation catalytique.
- ◆ Lorsque la distillation sous-vide n'est pas appliquée en amont, l'huile globale purifiée par les autres traitements décrits précédemment peut demander :
 - Soit 4 à 5 % d'acide + 3 % de terre environ,
 - Soit une quantité massive de terre,
 - soit une hydrogénation catalytique un peu plus sévère que dans le cas précédent.

IV.4 EVOLUTION DES SCHEMAS DE REGENERATION SOUS LA PRSSION ECOLOGIQUE

Les procédés de régénération des huiles usagées ont évolué ces deux dernières décennies, du procédé acide- terre au procédé utilisant la distillation sous-vide et les traitements de finition. Les procédés les plus utilisés sont :

- le procédé acide- terre,
- le procédé MATTHYS-GARAP,
- le procédé B.E.R.C,
- le procédé K.T.I,
- le procédé RHONE-POULENC/I.F.P,
- le procédé SELECTOPROPANE/HYDROFINISSAGE,
- le procédé par percolation.

IV.4.1 PROCEDE ACIDE – TERRE [7]

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

Cependant, il est à noter que depuis de nombreuses années, la plupart des régénérateurs ont amélioré leurs procédés en faisant subir à l'huile un traitement thermique approprié. Celui-ci consiste à porter l'huile à une température de l'ordre de 330 à 350°C avec un temps de séjour de l'ordre de 30 min compatible avec des équipements usuels. La sévérité du traitement doit être ajustée de telle sorte que l'huile ne soit pas craquée thermiquement mais que les additifs dispersants soient déstabilisés.

Cette manière de procéder permet de diviser par 2 la quantité d'acide nécessaire. Cependant, la quantité de boues acides produites est de l'ordre de 22% par rapport à l'huile entrante. Si maintenant nous remplaçons le traitement thermique par une distillation sous vide poussée, le rejet de boue acide passe alors de 22% à 6.5% , ce qui rend supportable son coût d'élimination.

IV.4.2 PROCEDE MATTHYS-GARAP [14]

Il comprend les étapes suivantes :

- la décantation,
- la déshydratation,
- la distillation fractionnée,
- l'acidification,
- la séparation des boues acides,
- l'adsorption des boues acides,
- l'adsorption sur argile,
- la séparation des boues huileuses,
- obtention d'huile de base.

IV.4.3 LE PROCÉDÉ B.E.R.C (BOUT-LES- VILLES ENERGY RESEARCH CENTER) [11]

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

- la déshydratation,
- le traitement aux solvants,
- la séparation,
- la récupération des solvants,
- la distillation sous-vide,
- l'hydrofinissage,
- obtention d'huile de base.

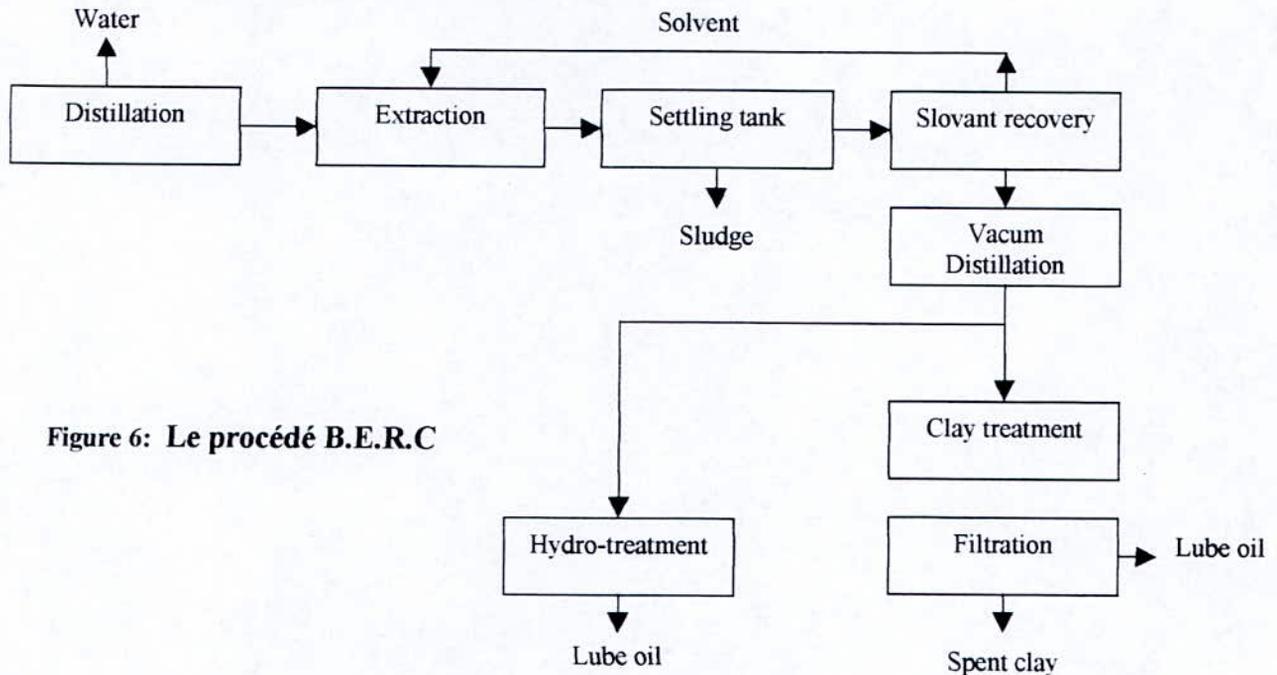


Figure 6: Le procédé B.E.R.C

IV.4.4 LE PROCÉDÉ K.T.I (KINETIC TECHNOLOGY INCORPORATION)[15]

Dans ce procédé, un évaporateur à couches minces limitant les contraintes thermiques est utilisé. Il comprend les étapes suivantes :

- l'eau et la gazoline sont éliminées par assèchement atmosphérique,
- le combustible est séparé de l'huile à l'aide d'une distillation sous-vide,
- une distillation sous-vide permet d'éliminer les asphaltènes,
- une hydrogénation pour l'amélioration de la couleur et de l'odeur,
- une distillation fractionnée.

IV.4.5 LE PROCEDE RHONE-POULENC/I.F.P [13]

Dans ce procédé, l'huile subit d'abord un traitement thermique à 150-200°C. L'huile est ensuite diluée par de l'hexane dans un rapport de 25/75 afin d'abaisser sa viscosité. Après cette étape, on la soumet à une ultrafiltration sur membranes planes à une pression différentielle de 2 bars, une température de 50°C et une vitesse de recirculation de 2 m/s. Pour amener l'huile aux spécifications d'une huile de base, un traitement de finition est nécessaire. On peut pratiquer ce qui suit :

- le traitement acide- terre,
- le traitement à l'hydrogène en présence de catalyseur,
- le traitement par percolation.

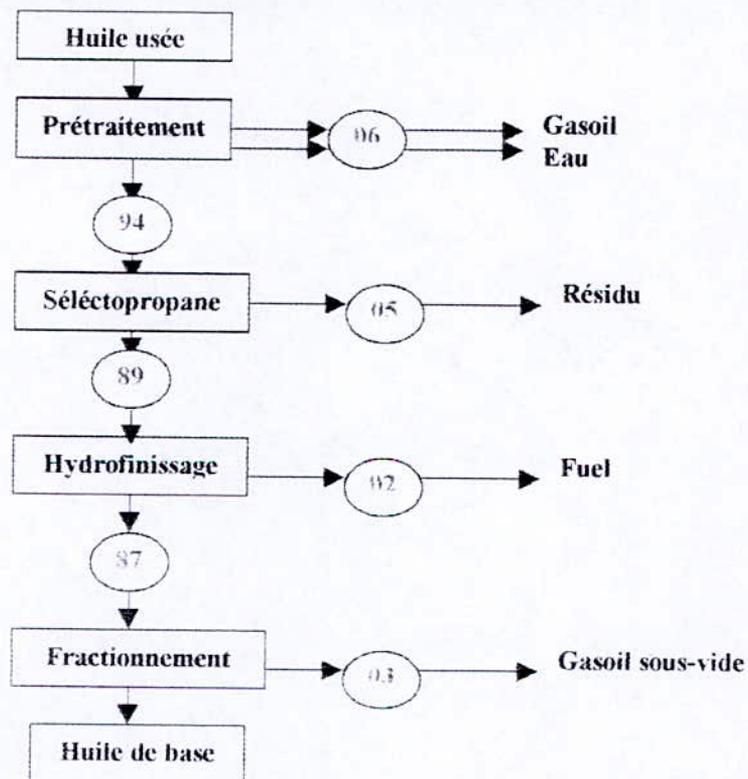
IV.4.5 LE PROCÉDE SELECTOPROPANE / HYDROFINISSAGE [8]

La régénération, suivant cette technique, comporte quatre étapes :

- le prétraitement thermique,
- le procédé SELECTOPROPANE,
- l'hydrofinissage,
- le fractionnement sous-vide.

Le procédé sélectopropane est un procédé d'extraction aux solvants dans lequel tous les éléments en suspension et les composés asphaltométriques, les résines solubles dans l'huile sont précipités et éliminés. Dans cette étape, la teneur en cendres dans l'huile est abaissée de plus de 98 %, le carbone Conradson de plus de 90 % et l'indice d'acide considérablement réduit.

Figure 7 : Bilan de matière de 100 T d'huile usagée d'après le procédé Sélectopropane / hydrofinissage



IV.4.7 LE PROCÉDE PAR PERCOLATION [16]

Ce procédé consiste à faire passer l'huile à traiter à travers un lit épais d'adsorbant ayant une bonne résistance mécanique et une granulométrie convenable afin d'éviter la formation des canaux.

PARTIE EXPERIMENTALE

- ◆ **PARTIE I : ANALYSE DES HUILES NEUVES DE MARQUES NAFTAL ET TOTAL.**
- ◆ **PARTIE II : CINETIQUE DE DETERIORATION DES HUILES LUBRIFIANTES DE MARQUES NAFTAL ET TOTAL.**
- ◆ **PARTIE III : REGENERATION DE L'HUILE USAGEE NAFTAL.**

PARTIE I : ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE LUBRIFIANTE TYPE MOTEUR SAE 20W50 NAFTAL ET DE L'HUILE TOTAL DE MEME CATEGORIE

L'analyse physico-chimique des deux échantillons d'huile lubrifiante neuve type moteur a été faite selon des essais normalisés tirés de l'American Society of Testing Materials 1986 (ASTM). Une dizaine de propriétés ont été déterminées, chacune d'elles a été définie et ce, d'une part, pour mieux saisir l'importance du rôle que joue le lubrifiant dans le moteur, et d'autre part, pour connaître le potentiel de départ de chacune des huiles neuves.

I.1 DEFINITION DES DIFFERENTES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES LUBRIFIANTES ET LES NORMES UTILISEES [16,17,18]

1- La viscosité

La viscosité représente la résistance interne qui s'oppose à l'écoulement d'un fluide. Cette résistance est due aux frottements des molécules les unes contre les autres. La viscosité a une importance capitale pour les huiles lubrifiantes car elle conditionne les qualités requises pour la lubrification à savoir :

- un rendement mécanique élevé et donc une fluidité maximale,
- la sécurité liée à l'épaisseur minimale des films de lubrifiants.

Le choix de la viscosité est le résultat d'un compromis entre les deux conditions. La viscosité cinématique est calculée à partir du temps nécessaire à l'écoulement de l'huile entre deux traits repères d'un tube capillaire calibré du type UBBELHODE au moyen de la formule suivante :

$$V = C.t - B/t$$

V : viscosité cinématique en centiStocks (cSt).

C : constante d'écoulement du viscosimètre.

t : durée d'écoulement observée en secondes.

B : Coefficient ou constante expérimentale.

2- Indice de viscosité VI

Cet indice est une caractéristique qui donne la variation de la viscosité d'une huile en fonction de la température. Du fait du large domaine de température dans lequel est appelé à travailler un moteur, une huile est d'autant meilleure que la variation de sa viscosité est faible. Il faut donc trouver une huile qui assure à chaud et à froid ces fonctions. Pour résoudre ce problème DEAN et DAVIS ont choisi deux familles d'huiles étalons.

- Famille d'huile H de PENNSYLVANIE : type nettement paraffinique de faible variation de la viscosité avec la température. Elle est affectée par convention d'un indice de viscosité VI = 100.
- Famille d'huile L du GOLF COAST de nature naphthénique présentant une variation rapide de viscosité avec la température. Elle est affectée d'un VI = 0.

L'indice de viscosité est calculé en se rapportant à deux températures de référence : 40 °C et 100°C. L'huile à analyser et les deux huiles étalons possèdent à 100°C une même viscosité V, à 40°C chacune des huiles a une viscosité différente.

L'huile à analyser a une viscosité V et par définition un indice de viscosité VI :

$$VI = (L-V)/(L-H).100=(L-V)/D.100$$

Les tables ne nous donnent les valeurs de L et D que pour les huiles de viscosité inférieure à 70 cSt à 100°C. Pour les huiles de viscosité supérieure, il existe d'autres formules (Annexe 1). L'indice de viscosité permet donc de caractériser la constance de la viscosité avec la température par un seul nombre. C'est aussi un facteur étroitement lié à la nature de l'huile :

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

3- La densité

La densité est le rapport de la masse m d'un volume V de produit à 20°C à celle de la masse m' d'un volume égal d'eau à 4 °C.

$$d_{4}^{20} = (m/v)/(m' /v) = m/m'$$

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

4- Point d'écoulement

Cet essai a pour but de caractériser soit la teneur en paraffines des huiles, soit la teneur en autres hydrocarbures à haut point de congélation. Il permet d'apprécier les limites de température à respecter dans la mise en œuvre des produits, en particulier pour leur pompage en hiver. Le point d'écoulement est un point important et facile à obtenir. Il renseigne sur l'action du froid sur les huiles. C'est la plus basse température à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie, sans agitation, dans des conditions normalisées.

5- Point d'aniline

C'est la température la plus basse à laquelle des volumes égaux d'aniline et de produits à analyser sont complètement miscibles. Lorsqu'on chauffe lentement le mélange, la rupture de miscibilité se manifeste par un trouble. Le point d'aniline est donc la température de trouble. Il caractérise la tendance aromatique de l'huile : plus le point d'aniline est faible, plus le pourcentage en carbone aromatique augmente.

6- Teneur en carbone Conradson

C'est le résidu résultant du traitement thermique d'un produit non volatil qui est évaporé et pyrolysé dans un creuset. Lorsque la combustion cesse, on calcine au rouge le résidu du creuset. Après refroidissement et dessiccation, l'augmentation de masse du

creuset représente le «Résidu Conradson ». C'est une caractéristique qui nous renseigne sur la teneur en carbone, qui peut être issu de la détérioration des additifs ou d'un cracking catalytique.

7- Teneur en eau

Le test consiste à entraîner l'eau contenue dans l'huile par distillation à reflux d'un solvant immiscible avec l'eau. Après condensation, l'eau se sépare du solvant et s'accumule dans un tube de recette gradué, le liquide d'entraînement, quant à lui, retourne dans le récipient de distillation.

$$\text{Teneur en eau} = \frac{\text{Volume d'eau dans le tube}}{\text{Volume de la prise d'eau}} \times 100$$

Le calcul de cette caractéristique est important car l'eau étant immiscible à l'huile, sa présence peut entraîner la rupture du film lubrifiant d'huile causant un point chaud. De plus, les matières organiques qui se trouvent dans l'eau peuvent donner des cendres.

8- Couleur

Cette caractéristique peut s'estimer sans appareils de laboratoire. La différence de couleur de deux produits peut être due aux bruts d'origine ou du raffinage. La couleur apparente des hydrocarbures est due, comme pour toutes les autres substances, à l'absorption sélective de radiations composant la lumière blanche. Les radiations non absorbées donnent une lumière colorée qui impressionne la vue.

9- Indice de réfraction

Cet indice n'est pas important par lui-même ; il entre dans la recherche de la tendance de l'huile (méthodes n.d.m ou n.d.p.a). L'indice de réfraction est, en général, pour les huiles minérales entre 1,47 et 1,55.

I.2 COMPARAISON DES PERFORMANCES DE L'HUILE NEUVE SAE 20W50 NAFTAL ET UNE HUILE TOTAL DE MEME CATEGORIE

I.2.1 ANALYSE PHYSICO-CHEMIE DES DEUX HUILES NEUVES

Pour mieux apprécier le degré de contamination de l'huile lubrifiante en service, il est indispensable de procéder à la caractérisation d'une huile de même catégorie mais à l'état neuf. La détermination des caractéristiques physico-chimiques principales de l'huile neuve SAE 20W50 NAFTAL et de l'huile neuve de marque TOTAL, par le biais d'essais normalisés, a donné les résultats regroupés dans le tableau 2.

Tableau 2 : Analyse physico-chimique des deux huiles neuves 20W50

Type d'huile	Hetr	Halg	Normes ASTM
Densité d_{4}^{20}	0.8620	0.8773	D1298
Viscosité à 40°C (cst)	100.8	153.84	D445
Viscosité à 100°C (cst)	19.4	17.04	D445
Indice de viscosité (IV)	147.89	120	D2270
Point d'aniline (°C)	106	110	D611
Point éclair (°C)	238	244	D92
TAN (mg KOH/ g)	2.30	2.40	D664
TBN (mg KOH/ g)	5.28	5.40	D2896
Dilution (%V)	0.00	0.00	D3828
Teneur en eau (%V)	0.00	0.00	D1744
Carbon Conradson (%p)	0.65	0.00	D189
Point d'écoulement (°C)	-21	-22	D97
Couleur (%T)	98	99	D155
Indice de réfraction	1.480	1.485	-

Globalement, les deux huiles présentent des caractéristiques physico-chimiques assez proches les unes des autres. Cependant, nous constatons, compte tenu des valeurs des viscosités et des valeurs d'indice de viscosité obtenus, que l'huile algérienne accuse une forte variation de la viscosité avec la température. Constataion que nous allons essayer d'expliquer et de confirmer par d'autres caractéristiques qui peuvent être déterminées par l'intermédiaire de celles indiquées ci-dessus, comme la masse molaire par le biais de l'équation de Robert (annexe2), qui nous servira à déterminer la composition des deux huiles en appliquant la méthode n.d.M exposée en annexe 2 aussi. Nous pouvons déterminer, par ailleurs la T_{mav} des deux huiles en utilisant le diagramme Kuop (annexe3). Après calcul, nous trouvons les résultats exposés dans le tableau 3.

I.2.2 COMPOSITION CHIMIQUE DES DEUX HUILES NEUVES

Comme il n'est pas possible de connaître individuellement les constituants d'une fraction pétrolière, on se contente de connaître la composition globale en chacune des familles d'hydrocarbures. La méthode développée est la méthode dite n.d.M.

L'utilisation de cette méthode nécessite la connaissance de la masse moléculaire moyenne de l'huile M_i pour la déterminer, nous avons appliqué la corrélation de Robert exposé dans l'annexe 2.

Tableau 3 : Autres caractéristiques des huiles à analyser

Type d'huile	Hetr	Halg
Masse molaire (g/mol)	416.14	442.83
T _{mav} (°C)	435	450
➤ %C _A	14.9	6.12
➤ %C _N	7.9	30.57
➤ %C _P	77.2	63.31
➤ %C _A / %C _P	0.19	0.09

Commentaire

Les résultats obtenus montrent que les deux huiles présentent une tendance paraffinique, cependant plus prononcée pour l'huile étrangère, résultat confirmé par un indice de viscosité plus élevé pour celle-ci. Fait à souligner, le pourcentage en aromatique est plus important dans l'huile étrangère, probablement afin d'assurer sa fluidité à basse température, quand les paraffines auront tendance à se solidifier, du fait de leur haut point d'écoulement.

Malgré, donc, le fait que les huiles possèdent des tendances paraffiniques toutes les deux, elles ne doivent pas avoir le même comportement aux températures extrêmes, car la proportion d'aromatiques par rapport aux paraffines est double pour l'huile étrangère, comme le montre les valeurs du rapport $\%C_A/\%C_P$. Ces observations confirment l'interprétation qui a été faite des résultats d'analyse ASTM quant à la forte de variation de la viscosité de l'huile algérienne avec la température.

D'autre part, les valeurs de la masse molaire et de la T_{mav} , qui bien évidemment évoluent dans le même sens, indiquent une valeur plus élevée pour l'huile Naftal. C'est un point positif car plus la masse molaire est importante, plus le point moyen d'ébullition est haut et moins il y a de probabilités de présence de points chauds et donc de rupture du film lubrifiant. Ceci étant dit, il ne faudrait pas perdre de vue qu'une augmentation incontrôlée du poids moléculaire tendrait à faire perdre à l'huile les caractéristiques physico-chimiques par exemple la densité et la viscosité qui font d'elle un lubrifiant moteur.

Il ressort de ces remarques la quasi dépendance des caractéristiques physico-chimiques de l'huile entre elles et que l'octroi d'une valeur à telle ou telle autre caractéristique physique ou chimique est le résultat d'un compromis entre toutes les autres caractéristiques.

En conclusion, l'huile étrangère devrait assurer la meilleure lubrification. C'est ce que nous nous efforcerons de vérifier ci-après, en suivant la cinétique de détérioration des deux huiles moteurs Naftal et Total.

1.2.3 ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS LES DEUX HUILES NEUVES

L'un des rôles les plus importants de l'huile lubrifiante est l'élimination des particules minérales produites par usure de deux parties métalliques en frottement. Une accumulation anormale de ces éléments métalliques dans l'huile peut nuire au bon fonctionnement du moteur. Dans l'huile neuve, on constate la présence de zinc, magnésium, calcium, baryum et phosphore. Ces éléments entre dans la composition des additifs : Le baryum, le calcium et le magnésium entrent dans la composition des additifs antidéters, le zinc apparaît dans la composition des additifs antioxydants et le phosphore dans les dopes antioxydants et anti-usure.

Tableau 4 : Teneur en métaux (p.p.m)

Métaux	Zn	Ca	Mg	Ba	P
Halg SAE 20W50	805	1500	4	-	594
Hetr SAE 20W50	1297	12.33	1017	2.24	2400.7

La différence dans les teneurs en métaux des deux huiles lubrifiantes est probablement due au fait que les produits organo-métalliques utilisés comme additifs ne sont pas forcément identiques en qualité et en quantité. Cela dépend non seulement de ce que vend l'industriel producteur d'adjuvants (c'est à lui donc qu'incombe d'assurer la qualité de l'additif en lui-même) ; mais aussi de la proportion des additifs qu'incorpore le producteur

de lubrifiants dans l'huile de base, proportion qui va déterminer (nature de l'huile de base prise en compte bien sûr) la qualité du lubrifiant fini.

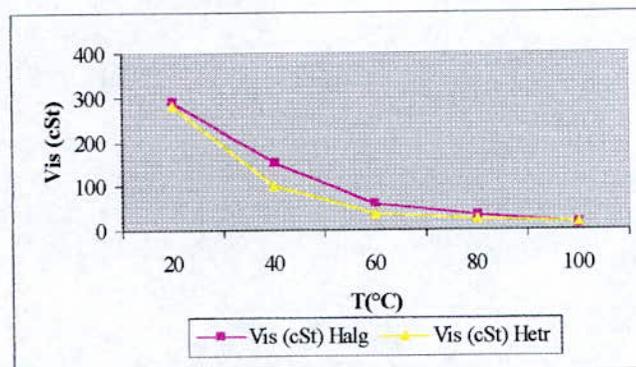
I.2.4 VARIATION DE LA VISCOSITE DES HUILES NEUVES AVEC LA TEMPERATURE

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

Tableau 5 : Variation de la viscosité des huiles neuves avec la température

T (°C)	20	40	60	80	100
Vis (cSt) Halg	291	153.84	59.33	35.00	17.04
Vis (cSt) Hetr	282	100.8	35.8	26.25	19.4

Figure 8 : Variation de la viscosité des huiles neuves avec la température



Les propriétés des huiles changent radicalement quand la température augmente. Celles-ci, associées aux propriétés d'écoulement et de fluidité, sont importantes en ce qui concerne le glissement des pièces en mouvement. Ce même glissement est directement lié au rendement mécanique du moteur.

Cependant, il est nécessaire de ne pas descendre en-dessous d'une certaine valeur de la viscosité sous peine d'obtenir une rupture du film lubrifiant, un contact métal - métal et des conséquences graves pour le moteur. A 100°C, cette valeur limite est de 16,3 cSt.

PARTIE II : CINÉTIQUE DE DÉTERIORATION DES DEUX HUILES LUBRIFIANTES NAFTAL ET TOTAL

Les renseignements obtenus par des analyses physiques et chimiques d'un seul échantillon d'huile usagée sont, en général, peu concluants. Par contre des analyses sur des échantillons prélevés périodiquement permettent de suivre l'évolution de l'altération de l'huile[21]. Il faut ajouter que la validité de ces analyses dépend essentiellement des soucis apportés au prélèvement des échantillons d'huile. Ces derniers proviennent de différents prélèvements effectués sur un moteur à essence de type Renault 4. Ce véhicule assure un service quotidien sur autoroute essentiellement (environ 90 %) ; et parcourt en moyenne 150 km par jour. La vitesse moyenne est de 50 km/h. Ces caractéristiques (type du véhicule et le régime de conduite) ont été choisies de façon à permettre une comparaison possible entre les échantillons d'huile Total que nous avons prélevé et ceux prélevés et analysés dans le cadre d'une autre étude [19].

Pour obtenir des résultats exploitables, nous avons :

- utilisé des flacons propres et secs que nous avons remplis aux trois quarts ;
- capté les échantillons d'huile sur moteur chaud après un certain temps de fonctionnement ;
- pris le soin en essuyant les flacons de ne pas introduire de poussière par le goulot ;
- aucun appoint en huile neuve n'a été effectué

La série d'essais normalisés de type ASTM a été réalisée sur des huiles prélevées au kilométrage indiqué dans le tableau 6.

Tableau 6 : Evolution des caractéristiques physico-chimiques en fonction du kilométrage des deux types d'huiles.

Kilométrage (km)	0		210		410		702		900		1000		1500	
	Hetr	Halg												
Type d'huile	Hetr	Halg												
Densité d_{4}^{20}	0.8620	0.8793	0.8698	0.8825	0.8778	0.8858	0.8822	0.8880	0.8865	0.8898	0.8871	0.8926	0.8908	0.8942
Viscosité à 40°C (cst)	100.8	153.84	98	139	92	128	84	120.65	76.6	113.50	51	87.00	48.7	84.65
Viscosité à 100°C (cst)	19.4	17.04	17,34	15.95	17,6	15.10	16,71	14.50	16,2	14.90	12,2	13.50	12,52	11.30
Indice de viscosité (IV)	147.89	120	147.89	120	148.32	121	148.32	121	148.96	122	149.22	122	149.25	122
TAN (mg KOH/ g)	2.36	2.40	2.33	2.33	2.30	2.31	2.28	2.29	2.25	2.27	2.22	2.25	2.18	2.34
TBN (mg KOH/ g)	5.28	5.40	5.05	5.15	4.97	4.80	-	4.50	4.30	4.40	-	4.29	3.93	3.98
Dilution (%V)	0.00	0.00	0	0.22	0.015	0.41	0.018	0.70	1.04	0.92	2.31	2.20	2.46	2.30
Teneur en eau (%V)	0.00	0.00	0.014	0.012	0.017	0.015	0.022	0.017	0.28	0.20	0.036	0.20	0.43	0.24
Carbone Conradson (%φ)	0.65	0.00	0.67	0.75	0.95	0.087	-	1.20	-	1.47	-	1.472	-	1.52
Indice de réfraction	1.480	1.485	1.480	1.484	1.480	1.483	1.480	1.483	1.477	1.482	1.477	1.482	1.478	1.483

L'évolution des paramètres la viscosité tels que la viscosité, le T.A.N et le T.B.N en fonction du kilométrage, est schématisé par les figures 9 et 10.

Figure 9: Variation de la viscosité en fonction du kilométrage

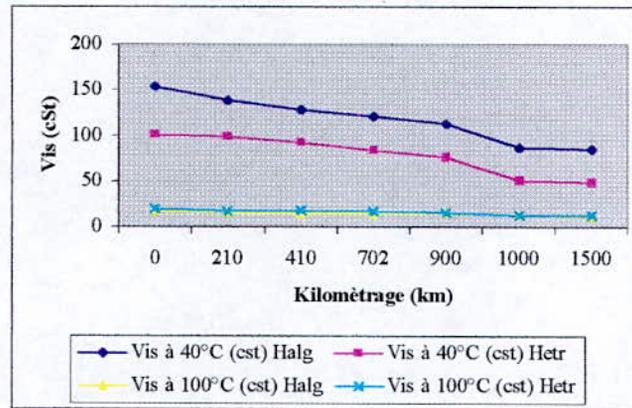
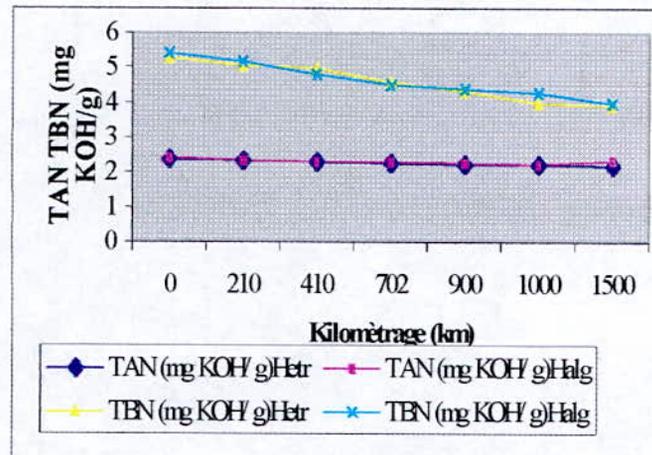


Figure 10: Variation de la TAN et la TBN en fonction du kilométrage



Commentaire

- ◆ **La viscosité :** en cours de service, la viscosité d'une huile usagée diminue (figure 9). Cette diminution est principalement le fait de la dilution de l'huile par le carburant, une petite quantité ayant un effet sensible sur la chute de la viscosité- la dilution passant de 0 à 2.30 (%V) à 1000 km pour l'huile étrangère. Elle peut aussi provenir, mais pour une plus faible part, de la dégradation des additifs d'indice de viscosité utilisés à teneur élevée. Au total, la viscosité à 100°C d'une huile usagée pour la plupart des moteurs d'automobiles ne doit pas être inférieure à 16.3 mm²/s. A 1000 km, elle atteint déjà la valeur de 12.2 mm²/s.
- ◆ **L'indice de viscosité :** en cours d'usage, l'indice de viscosité varie mais ces variations sont moins significatives que celles de la viscosité. Nous constatons une élévation de l'indice de viscosité, conséquence d'une dilution par le carburant.
- ◆ **La densité :** sa variation en cours d'usage est faible. Elle augmente légèrement, ceci étant prévisible du fait de l'introduction de traces de métaux provenant de l'usure des pièces du moteur, elle peut être due aussi à la présence de carbone issu d'un début de cracking de l'huile ou à l'introduction d'eau dans le carter.

- ◆ **Le carbone Conradson** : Il augmente du fait de la présence dans l'huile en service de résidus métallique d'usure et de matière minérales provenant des poussières de l'air. C'est une caractéristique qui peut dénoter d'un mauvais fonctionnement du moteur et qui donne également les limites de l'utilisation de l'huile en service. A environ 1.5% de carbone Conradson à 1500 km, nous sommes encore relativement loin des 3 % limites.
- ◆ **Le TAN et le TBN** : l'huile neuve possède une valeur de l'acidité totale de 2.40 mg KOH/g. Cette présence est normale car le TAN est une mesure potentiométrique de tous les produits acides, organiques et minéraux, présents dans le lubrifiant. Jusqu'à 1000 km le TAN diminue du fait de la dégradation des additifs acides. Au-delà, Le TAN augmente, à cause de la consommation quasi totale de l'additif, et la valeur obtenue est la conséquence de la dégradation de l'huile qui commence à avoir sa propre acidité, celle-ci est en partie neutralisée par les produits basiques. En conséquence le TBN continue à diminuer.
- ◆ **La teneur en eau** : au fur et à mesure du temps, la teneur en eau augmente. Ceci constitue une anomalie d'autant plus indésirable que l'eau, même en faible quantité, peut causer de graves dégâts en formant une émulsion ou en réagissant avec les additifs. La limite admise est de 0.2 %, valeur dépassée à partir de 1000 km.
- ◆ **La dilution** : le tableau 6 montre une augmentation de ce paramètre, augmentation qui devient importante à partir de 1000 km. En générale, une huile devrait être vidangée lorsque sa teneur en diluant dépasse 5 %

Conclusion

Nous avons constaté une dégradation de toutes les propriétés dès les premiers 1000 km. Quant à la comparaison du comportement des huiles de marque différente, nous dirons que l'évolution des caractéristiques en fonction du kilométrage va dans le même sens pour les deux huiles, mais que nous ne notons pas d'écart notable qui permettrait de dire que telle ou telle autre huile se détériore plus rapidement. Ceci étant probablement dû au fait que malgré notre effort de calquer les conditions auxquelles a été soumise l'huile algérienne, il aurait fallu aller encore plus loin dans la reproduction de l'équipement et des conditions opératoires.

PARTIE III : REGENERATION DE L'HUILE USAGEE

III.1 CARACTERISTIQUES DU MOTEUR

Le moteur à essence est de type Renault 4, il est disposé à l'avant et comprend quatre cylindres. Ce véhicule assure un service quotidien sur autoroute essentiellement (environ 90 %) ; et parcourt en moyenne 150 km par jour. La vitesse moyenne est de 50 km/h.

III.2 PRISE D'ECHANTILLON D'HUILE USAGEE (à 1000km)

Le choix de l'huile usagée vidangée à 100 km nous a été dicté par l'étude portant sur l'influence de l'espacement des vidanges sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile en service. Il s'avère (tableau 6) que la détérioration du lubrifiant s'amorce à ce kilométrage. Pour éliminer le maximum d'huile résiduelle de la vidange précédente, nous avons procédé au rinçage du moteur pendant 10 mn avec deux litres d'huile neuve et un litre de mazout pour diluer les résidus et l'huile usagée, restés sur le parois des organes moteurs et dans le filtre à l'huile. Ce remplissage a été suivi d'un remplissage définitif du carter par de l'huile neuve 20W50. La prise d'échantillon a alors été faite après 1000 km de fonctionnement du véhicule dans les conditions citées précédemment.

III.3 CARACTERISATION DE L'HUILE USAGEE

III.3.1 CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE USAGEE

La détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée a été faite conformément aux normes ASTM. De l'ensemble des mesures effectuées, un tableau récapitulatif (tableau 7) résume l'évolution des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée par rapport à celles de l'huile neuve.

Tableau 7 : Evolution des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée

Caractéristique	HN 20W50	HU 1000 km
Indice de réfraction n_D^{20}	1.486	1.468
Densité d_4^{20}	0.8773	0.8842
Viscosité à 40°C (cSt)	153.84	52.4
Viscosité à 100°C (cSt)	17.04	11.4
Point d'écoulement (°C)	-22	-21
Point d'aniline (°C)	110	96
Point éclair (vo) (°C)	244	230
Teneur en eau (%V)	0	0
Résidu Conradson (%p)	0	1.8
Couleur (%T)	98	20
TAN (mg KOH/ g)	2.30	2.40
TBN (mg KOH/ g)	5.28	5.40
Dilution (%V)	0	4
T.A.N (mg KOH /g)	2.40	3.16
T.B.N (mg KOH /g)	5.40	3.29

Commentaire

La comparaison des propriétés principales des deux échantillons d'huile nous amène à constater que la totalité des caractéristiques a subi une altération.

a) La densité : La densité de l'huile usagée est légèrement supérieure à celle de l'huile neuve, ceci est du bien sûr à l'introduction de traces de métaux dans l'huile du fait de l'usure que subissent les pièces, à une éventuelle infiltration d'eau dans le carter et/ou encore au carbone provenant du cracking de l'huile.

b) La viscosité : L'abaissement de la viscosité est remarquable aussi bien à basse qu'à haute température. Cette baisse est probablement due ; d'une part, à une dégradation des molécules à longues chaînes en molécules plus courtes (début de cracking), et d'autre part, à une introduction d'essence dans le carter.

c) Le point d'aniline : La diminution du point d'aniline est probablement due à une aromatisation des paraffines et des naphthènes sous l'effet de la haute température et à une possible désalkylation des molécules aromatiques lourdes.

d) Le résidu Conradson : L'augmentation de la teneur en carbone dans l'huile usagée peut être expliquée par une combustion brutale avant 1000 km.

e) Le point d'écoulement : L'augmentation – cependant pas significative- de cette caractéristique peut s'expliquer par une légère dégradation des additifs améliorant le point d'écoulement.

f) Le T.A.N : L'augmentation de l'indice d'acide s'explique par l'oxydation de l'huile, la présence de contaminants et la précipitation des additifs d'alcalinité (formation de produits sulfureux).

g) La T.B.N : C'est une réserve nécessaire pour la neutralisation des acides formés au cours du service. Sa diminution s'explique par une dégradation des additifs détergents et dispersants due à la neutralisation par les acides formés au cours du fonctionnement du moteur.

III.3.2 COMPOSITION DE L'HUILE USAGÉE

Pour déterminer la composition de l'huile usagée, nous utilisons la méthode n.d.m. exposé en annexe 2. On trouve alors :

Type d'huile	HU 20W50	HN20W50
➤ %C _A	4.85	6.12
➤ %C _N	37.71	30.57
➤ %C _P	57.44	63.31

La diminution du pourcentage en paraffine est probablement due au cracking des longues chaînes en chaînes plus courtes sous l'effet de la haute température.

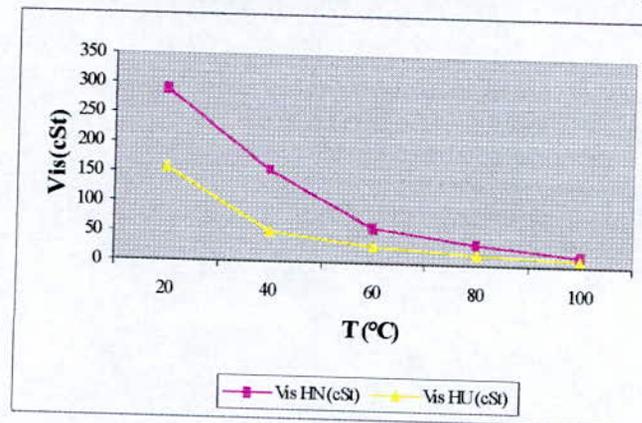
III.3.3 VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE USAGEE AVEC LA TEMPERATURE

La viscosité de l'huile usagée varie d'une façon plus prononcée que celle de l'huile neuve, ce qui augmente le risque de rupture du film d'huile auquel cas il y aurait formation de points chauds susceptibles de détériorer le moteur. L'écart entre les valeurs de viscosités des deux huiles diminue avec la température. A température élevée, les deux huiles possèdent la même viscosité mais la lubrification est toujours assurée par l'huile neuve. La viscosité ne permet donc pas de juger de la cohérence du film lubrifiant à haute température.

Tableau 8 : Variation de la viscosité de l'huile usagée avec la température

T (°C)	20	40	60	80	100
Vis HN (cSt)	291	153.84	59.33	35.00	17.04
Vis HU (cSt)	158.5	52.4	28.8	18.2	11.4

Figure 11 : Variation de la viscosité de l'huile usagée avec la température



III.3.4 ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS L'HUILE NEUVE

Le résultat de l'analyse des métaux en trace dans l'huile usagée sont donné dans le tableau 9.

Tableau 9 : Teneur en métaux (p.p.m)

Métaux	Pb	Fe	Cu	Zn	Ca	Mg	Al	Ba	Sn	P	Cr
HN SAE 20W50	-	-	-	1297	1233	1017	-	2.24	-	2407	-
HU 1000 km	2452	2.54	0.55	1380	3625	1148	0.68	2.62	1.2	24087	1.16

En plus des éléments métalliques provenant des additifs présents en teneurs relativement importantes, les huiles usagées contiennent d'autres métaux lourds qui sont le plomb, le fer, le cuivre, l'aluminium, et le chrome. La présence du fer est due à l'érosion des pièces du moteur, de même que le chrome, l'aluminium et le cuivre qui rentrent dans la composition des alliages qui constituent les pièces du moteur.

III.4 REGENERATION DE L'HUILE USAGEE PAR PERCOLATION

Ayant constaté dans les différentes propriétés de l'huile usagée vidangée à 1000 km, nous avons procédé à des expériences de régénération.

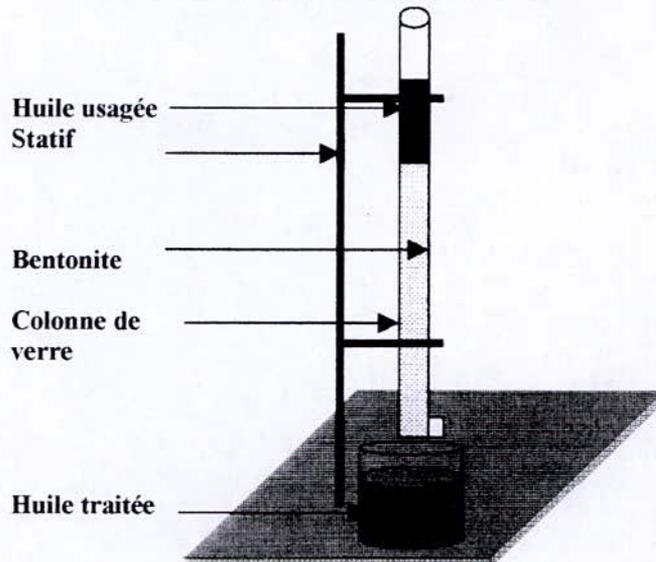
III.4.1 NOTIONS DE PERCOLATION

La façon la plus courante d'effectuer une opération d'adsorption-filtration consiste à faire passer le mélange fluide sur un lit d'adsorbant. Lorsque le mélange est liquide, l'opération prend le nom de percolation. Procédé semi-continu et cyclique, chaque cycle comprenant une adsorption-filtration au cours de laquelle l'adsorbant est débarrassé de l'adsorbat.

III.4.2 PROCEDURE EXPERIMENTALE AU LABORATOIRE

La figure 12 représente l'appareillage avec lequel nous avons réalisé les tests de percolation de l'huile usagée. Les tests de traitement sur colonne analytique des différents diamètres ($D = 1.2 ; 1.8 ; 2.4$ et 7 cm) consiste à percoler l'huile usagée SAE 20W50 vidangée à 1000 km à travers les lits fixes de bentonite activée thermiquement sous une température $T = 220^{\circ}\text{C}$ et de recueillir l'effluent huileux sous forme de fractions successives. Pour des raisons de commodité, les lits sont surmontés d'une hauteur d'huile de 10 cm. L'alimentation se fait de façon séquentielle, le but étant de maintenir à chacune une hauteur d'huile surnageante de 10 cm pour tous les essais effectués. L'écoulement de l'huile se fait par gravité. Pour la colonne de diamètre de 7 cm, nous avons provoqué une pluie d'huile à l'aide d'un entonnoir pour Büchner renversé afin que toute la surface du lit soit imprégné.

Figure 12 : Schéma du montage



III.4.3 L'ADSORBANT

La percolation met en jeu, un adsorbant et un adsorbat. Il y a lieu donc de caractériser l'adsorbant utilisé.

1) ETUDE DE LA BENTONITE

L'intérêt porté à cette argile à base de montmorillonite s'explique par les propriétés suivantes :

- une capacité de gonflement dans certains liquides et en particulier dans l'eau, lui permettant de fixer 10 à 15 fois son volume d'eau [9],
- une capacité de fixation de cations comparable à celle de tous les échangeurs d'ions naturels.

Les bentonites sont couramment employées :

- en chromatographie, en papeterie et sucrerie comme terres adsorbantes et décolorantes ;
- dans le traitement des vins, vinaigres et bières ;
- dans la fabrication des boues de forage ;
- en fonderie en mélange avec du sable ;
- dans l'industrie du pétrole comme catalyseur de craquage ;
- dans la fabrication des graisses ;
- en agriculture comme support de produits insecticides et fongicides.

2) ACTIVATION DE L'ECHANTILLON D'ARGILE AU LABORATOIRE

La bentonite est déshydratée jusqu'à poids constant à l'étuve sous une température de 105-110°C. Ensuite, elle est broyée dans un mortier et par tamisage, nous recueillons la fraction 450 µm-1 mm.

La bentonite ainsi préparée est introduite dans un four que l'on chauffe graduellement, à raison de 5°C/min, jusqu'à atteindre 220°C. Sous cette température, la bentonite subit un traitement thermique pendant 6 h. Ce type d'activation est plus facile à mettre en œuvre au laboratoire. Le chauffage de la bentonite à une température de 105 °C permet l'élimination de l'eau de mouillage. Une augmentation de la température provoque le départ de l'eau de constitution et l'élimination des carbonates ; d'autre part, au-delà de $T = 900^{\circ}\text{C}$, la structure cristalline de la montmorillonite est détruite [15]. Nous assistons alors à une variation de la surface spécifique et par conséquent de la capacité de sorption.

3) ANALYSE GRANULOMETRIQUE

L'analyse granulométrique préalablement effectuée, ainsi que la variation de la surface spécifique avec la nature de l'activation de la bentonite a donné les résultats regroupés en annexe 5 :

4) ANALYSE CHIMIQUE DE LA BENTONITE

L'analyse chimique qui a pour but de déterminer la teneur en SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 ... dans l'argile a donné les résultats suivants (tableau 10).

Tableau 10 : Composition chimique (%p) de la bentonite à l'état non activée et activée

Composition (% p)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	S	PAF*
Etat naturel	66.00	14.20	3.80	3.00	2.40	1.41	1.30	0.75	0.01	0.10	<0.10	7.01
Etat activé	67.59	12.27	1.30	3.01	2.00	1.20	0.75	0.42	-	0.09	-	8.70

*PAF : perte au feu

On remarque que l'activation d'une manière générale entraîne une augmentation de la teneur en SiO₂, et une diminution de l'aluminium, du fer, du sodium, du magnésium, du potassium, et une disparition totale de manganèse.

III.4.4 OPTIMISATION DU DIAMETRE

Les tests de régénération par percolation se sont scindés en deux expériences, la première conduisant à l'optimisation du D et la seconde à l'optimisation de la hauteur de lit pour le diamètre de la colonne précédemment déterminés. Nous donnerons tout d'abord l'ensemble des résultats obtenus puis nous les interpréterons .

A. PREMIERE EXPERIENCE (MASSE DE BENTONITE = 50 g)

Nous avons utilisé quatre colonnes de diamètre différent : 1.2 cm, 1.8 cm, 2.4 cm, 7 cm. Nous avons rempli chacune d'elles avec la même quantité de bentonite activée thermiquement (T=220°C) soit 50 g. La hauteur des lits correspondante à chaque colonne est notée dans le tableau 11.

Tableau 11 : Hauteur des lits de bentonite

Dc (cm)	1.2	1.8	2.4	7
H (cm)	42	22	12	3

Il a été étudié précédemment [25], l'importance de l'uniformité du lit et que pour ce faire, il fallait non seulement faire vibrer les colonnes, mais aussi procéder à un remplissage graduel de celles-ci ; chose que nous nous sommes forcés de faire. La hauteur d'huile au-dessus du lit est fixée à 10 cm et la température des expériences oscillant entre 18°C et 20°C. Les porosités moyennes des lits sont calculées selon la méthode développée en annexe 4 et sont données dans le tableau 12.

Tableau 12 : Porosité moyenne des lits

Dc (cm)	1.2	1.8	2.4	7
ϵ	0.346	0.332	0.326	0.478

L'analyse des fractions recueillies pour chacun des tests de percolation, s'est faite sur la base de la détermination de la densité D_f , du carbone Conradson %R_c et du pourcentage de transmission %T_f. Nous y avons adjoint aussi une propriété calculée qui est la concentration en matières charbonneuses C de l'huile, définie comme suit :

$$C = \%R_{Cf} \cdot 10^{-2} \cdot D_f$$

Les résultats obtenus pour chacune des quatre colonnes sont les suivant :

➤ D = 1.2 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT1) dans cette colonne est de 42 heures. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 13 : Caractéristiques physico-chimiques de HT1 (D=1.2 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%R _{Cf}	Cx10 ³	Temps (h)
1	15	34	0.8785	0.58	5.0953	48
2	15	29	0.8792	0.64	5.6268	75
3	15	26	0.8808	0.75	6.6060	92
4	15	25	0.8814	0.84	7.4037	216
5	15	20	0.8822	1.15	10.1453	325
6	68	20	0.8838	1.58	13.9640	392

➤ D = 1.8 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT2) dans cette colonne est de 4 heures. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 14 : Caractéristiques physico-chimiques de HT2 (D=1.8 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%R _{Cf}	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	32	0.8790	0.60	5.274	4
2	15	28	0.8795	0.65	5.7168	8
3	15	25	0.8810	0.79	6.9560	26
4	15	23	0.8812	0.93	8.1952	48
5	15	20	0.8824	1.28	11.2947	74
6	72	20	0.8837	1.65	14.5810	-

➤ D = 2.4 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT3) dans cette colonne est de 2 heures. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 15 : Caractéristiques physico-chimiques de HT3 (D=2.4 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%R _{Cf}	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	32	0.8792	0.61	5.3631	2
2	15	27	0.8797	0.69	6.0993	3
3	15	24	0.8814	0.82	7.2275	5
4	15	21	0.8815	0.91	8.0216	9
5	15	20	0.8829	1.36	12.007	15
6	75	20	0.8837	1.69	14.934	28

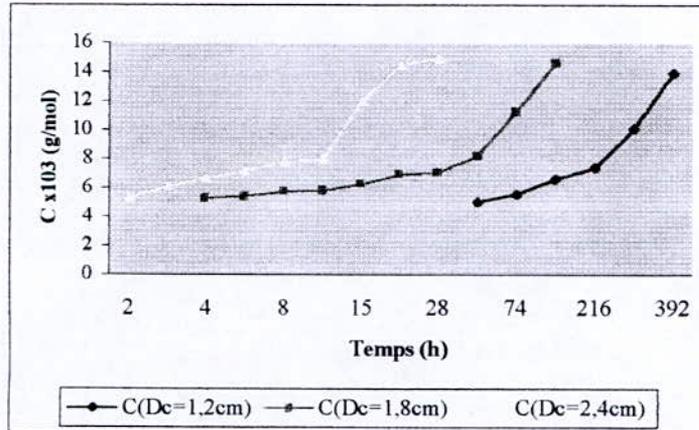
➤ D = 7 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT4) dans cette colonne est de quelques minutes. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 16 : Caractéristiques physico-chimiques de HT4 (D=7 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%R _c	Cx10 ³	Temps (mn)
1	15	21	0.8828	1.48	13.065	5
2	40	20	0.8830	1.55	13.6865	8
3	98	20	0.8838	1.80	15.9084	12

Figure 13 : Concentration en matières charbonneuses en fonction du temps de percolation pour une masse de bentonite = 50g



B. DEUXIEME EXPERIENCE (MASSE DE BENTONITE = 100 g)

Nous avons refait la même expérience, avec les mêmes colonnes mais avec une quantité double de bentonite activée thermiquement (100 g). La hauteur des lits correspondante à chaque colonne est notée dans le tableau 17.

Tableau 17 : Hauteur des lits de bentonite

Dc (cm)	1.2	1.8	2.4	7
H (cm)	78	42	23	6

Les porosités moyennes des lits sont données par le tableau 18.

Tableau 18 : Porosité moyenne des lits

Dc (cm)	1.2	1.8	2.4	7
ε	0.344	0.328	0.325	0.485

L'analyse des fractions recueillies pour chacun des tests de percolation, s'est faite sur la base de la détermination des mêmes propriétés que pour l'expérience utilisant 50 g de bentonite, à savoir la densité D_f, le carbone Conradson %R_c et le pourcentage de transmission %T_f. Ainsi que la concentration en matières charbonneuses C

➤ D = 1.2 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT1') dans cette colonne est de 90 heures. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 19 : Caractéristiques physico-chimiques de HT1' (D=1.2 cm)

N° de la fraction	V _r (ml)	% T _r	D _r	%Rc _r	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	34	0.8783	0.59	5.18197	92
2	15	32	0.8788	0.60	5.2728	144
3	15	28	0.8805	0.68	5.9874	180
4	15	25	0.8809	0.72	6.3425	362
5	15	22	0.8815	1.05	9.25575	425
6	64	20	0.8835	1.37	12.1039	-

➤ D = 1.8 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT2') dans cette colonne est de 8 heures. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 20 : Caractéristiques physico-chimiques de HT2' (D=1.8 cm)

N° de la fraction	V _r (ml)	% T _r	D _r	%Rc _r	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	33	0.8786	0.58	5.09588	8
2	15	28	0.8788	0.68	5.97584	17
3	15	27	0.8895	0.77	6.84915	45
4	15	25	0.8809	0.86	7.57574	93
5	15	20	0.8817	1.23	10.8449	122
6	67	20	0.8837	1.55	13.6973	217

➤ D = 2.4 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT3') dans cette colonne est de 4 heures. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 21 : Caractéristiques physico-chimiques de HT3' (D=2.4 cm)

N° de la fraction	V _r (ml)	% T _r	D _r	%Rc _r	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	32	0.8792	0.62	5.45	4
2	15	28	0.8797	0.69	6.06993	8
3	15	27	0.8815	0.82	7.2283	26
4	15	25	0.8822	0.95	8.3809	48
5	15	23	0.8828	1.28	11.2998	74
6	65	20	0.8838	1.57	13.87	115

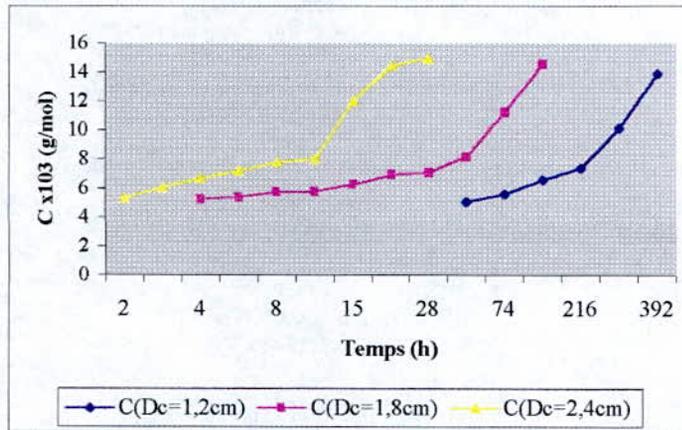
➤ D = 7 cm

Le temps d'apparition de la première goutte (HT4') dans cette colonne est de quelques minutes. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 22 : Caractéristiques physico-chimiques de HT4' (D=7 cm)

N° de la fraction	V _r (ml)	% T _r	D _r	%Rc _r	Cx10 ³	Temps (mn)
1	15	21	0.8815	1.29	11.37	8
2	30	20	0.8822	1.38	12.1743	12
3	94	20	0.8838	1.76	15.55488	16

Figure 14 : Concentration en matières charbonneuses en fonction du temps de percolation pour une masse de bentonite = 100g



C. TROISIEME EXPERIENCE (MASSE DE BENTONITE = 150 g)

Nous avons refait la même expérience, avec les mêmes colonnes mais avec une autre quantité de bentonite activée thermiquement (150 g). La hauteur des lits correspondante à chaque colonne est notée dans le tableau 23.

Tableau 23 : Hauteur des lits de bentonite

Dc (cm)	1.2	1.8	2.4	7
H (cm)	112	65	35	10

Les porosités moyennes des lits sont données par le tableau 24.

Tableau 24 : Porosité moyenne des lits

Dc (cm)	1.2	1.8	2.4	7
ϵ	0.340	0.324	0.322	0.45

L'analyse des fractions recueillies pour chacun des tests de percolation, s'est faite sur la base de la détermination des mêmes propriétés que pour les deux expériences précédentes utilisant 50g et 100g de bentonite, à savoir la densité D_c , le carbone Conradson $\%R_{c_f}$ et le pourcentage de transmission $\%T_f$. Ainsi que la concentration en matières charbonneuses C.

➤ D = 1.2 cm

Le temps d'apparition de l'effluent (HT1'') dans cette colonne est de 120 heures. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 25 : Caractéristiques physico-chimiques de HT1'' (D=1.2 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	% Rc _f	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	34	0.8777	0.54	4.7396	120
2	15	29	0.8782	0.57	5.0057	216
3	15	26	0.8794	0.61	5.3643	270
4	15	25	0.8807	0.68	5.9887	540
5	15	20	0.8812	0.94	8.2833	-
6	68	20	0.8833	1.35	11.9245	-

➤ D = 1.8 cm

Le temps d'apparition de l'effluent (HT2'') dans cette colonne est de 10 heures. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 26 : Caractéristiques physico-chimiques de HT2'' (D=1.8 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	% Rc _f	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	33	0.8784	0.56	4.9190	15
2	15	28	0.8786	0.59	5.18374	25.5
3	15	27	0.8892	0.71	6.3133	64
4	15	25	0.8805	0.83	7.30815	120
5	15	20	0.8822	1.23	10.8511	180
6	72	20	0.8837	1.62	14.3159	330

➤ D = 2.4 cm

Le temps d'apparition de l'effluent (HT3'') dans cette colonne est de 6 heures. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 27 : Caractéristiques physico-chimiques de HT3'' (D=2.4 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	% Rc _f	Cx10 ³	Temps (h)
1	5	32	0.8788	0.61	5.3607	6
2	15	30	0.8791	0.65	5.71415	12
3	15	29	0.8898	0.74	6.58452	39
4	15	25	0.8814	0.88	7.7563	72
5	15	23	0.8825	1.14	10.0605	98
6	65	20	0.8837	1.38	12.1950	175

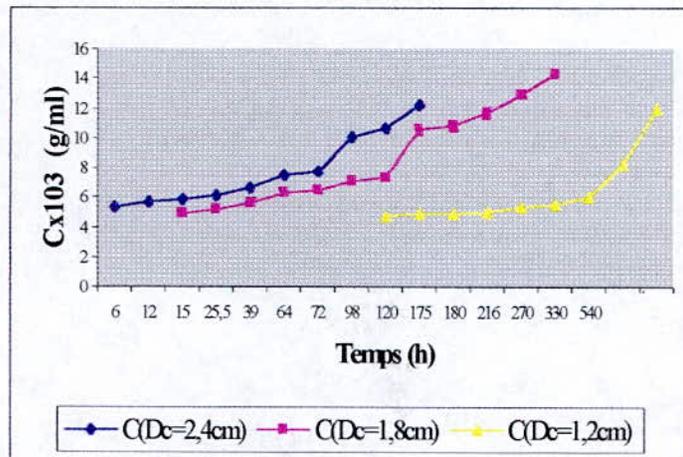
➤ D = 7 cm

Le temps d'apparition de l'effluent (HT4'') dans cette colonne est de quelques minutes. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 28: Caractéristiques physico-chimiques de HT4'' (D=7 cm)

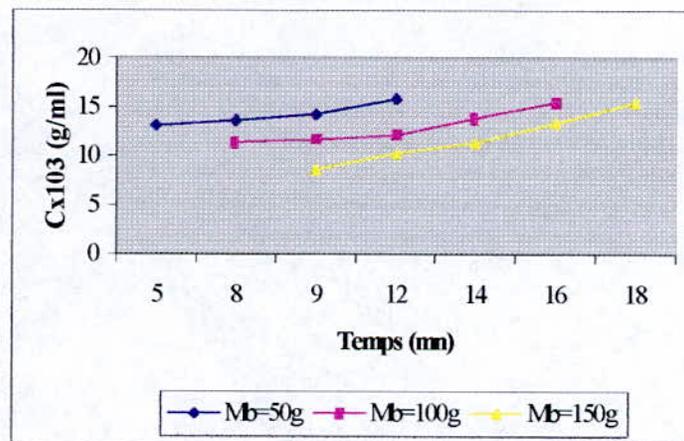
N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	% Rc _f	Cx10 ³	Temps (mn)
1	15	21	0.8805	0.98	8.6289	9
2	30	20	0.8817	1.29	11.3739	14
3	94	20	0.8838	1.75	15.4665	18

Figure 15 : Concentration en matières charbonneuses en fonction du temps de percolation pour une masse de bentonite = 150g



Nous avons préféré représenter l'évolution de la concentration en matières charbonneuses en fonction du temps pour la colonne de diamètre égal à 7cm, sur un diagramme à part, et ce pour une raison d'échelle du temps. En effet, L'apparition de l'effluent a nécessité plus 42 heures pour la colonne de diamètre 1.2cm contre 2 à 3 minutes pour celle de 7cm et ce pour une même masse de bentonite, à savoir 50g.

Figure 16 : Concentration en matières charbonneuses en fonction du temps de percolation pour la colonne de diamètre de 7cm



Commentaire

L'examen simultané des différentes valeurs regroupées dans les tableaux 12,13,14,15,18,19,20,21,24,25,26 et 27 confirme l'amélioration des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée. L'évolution différentes propriétés des échantillons recueillis peut être expliquée par ce qui suit :

- **La couleur :** Nous remarquerons une nette amélioration de la couleur pour les premières fractions recueillies de chaque colonne. Ceci s'explique par l'adsorption des particules d'oxydation (résines) qui confèrent à l'huile une

coloration noire. Le pourcentage de transmission diminue en fonction du temps de percolation car les sites de la bentonite se sont saturés.

- **Le carbone Conradson :** L'augmentation progressive du carbone Conradson se traduit par la rétention de matières charbonneuses sur les sites actifs de la bentonite jusqu'à saturation.
- **La densité :** L'augmentation de la densité en fonction du temps de percolation s'explique par la saturation de la bentonite par des produits de cracking et en métaux d'usure.

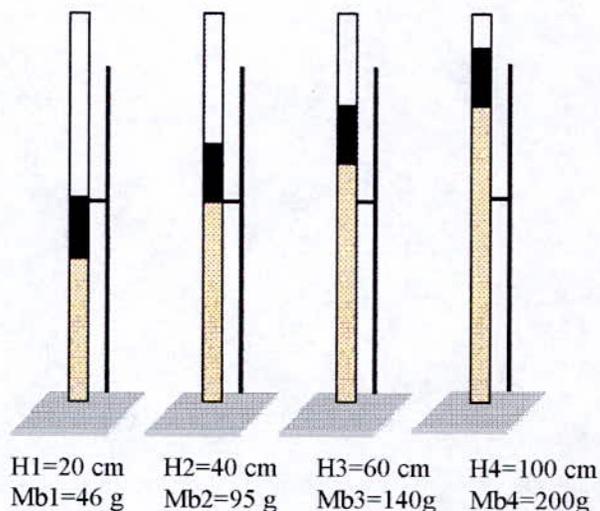
Conclusion

En conclusion de la première série d'expérience, nous dirons que d'une manière générale, plus la masse de bentonite augmente (et donc une augmentation de la hauteur du lit), plus la qualité de l'huile régénérée est meilleure, est cela pour un même diamètre. Par ailleurs, ce que nous gagnons en qualité nous le perdons en temps (cas de l'expérience avec 150g de bentonite et $D_c=1.2$ cm). Compte tenu de ces deux points, le diamètre résultant du compromis qualité- temps nous a semblé être $D_c = 1.8$ cm.

III.5 OPTIMISATION DE LA HAUTEUR DE LIT D'ADSORBANT

Ayant pris le diamètre de colonne qui répond le mieux à nos aspirations ($D_c=1.8$ cm), nous avons joué sur la hauteur de lit de bentonite activée thermiquement en prenant une hauteur de 20, 40, 60 et 100 cm.

Figure 17 : schéma du dispositif expérimental



L'analyse des fractions recueillies des quatre colonnes a donné les résultats regroupés dans les tableaux suivants:

- H1 = 20 cm
Le temps d'apparition de l'effluent (HT1*) dans cette colonne est de 4 heures. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 29 : Caractéristiques physico-chimiques de HT1* (H1=20 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%Rc _f	Temps (h)
1	5	32	0.8793	0.61	4
2	15	28	0.8795	0.65	8
3	15	25	0.8810	0.80	26
4	15	23	0.8812	0.93	48
5	15	20	0.8824	1.28	74
6	72	20	0.8837	1.65	-

➤ H2 = 40 cm

Le temps d'apparition de l'effluent (HT2*) dans cette colonne est de 8 heures. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 30 : Caractéristiques physico-chimiques de HT2* (H2=40 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%Rc _f	Temps (h)
1	5	33	0.8786	0.59	8
2	15	28	0.8788	0.70	17
3	15	27	0.8895	0.77	45
4	15	25	0.8809	0.86	93
5	15	20	0.8817	1.23	122
6	67	20	0.8837	1.62	217

➤ H3 = 60 cm

Le temps d'apparition de l'effluent (HT3*) dans cette colonne est de 14 heures. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 31 : Caractéristiques physico-chimiques de HT3* (H3= 60 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%Rc _f	Temps (h)
1	5	33	0.8784	0.56	14
2	15	28	0.8786	0.59	25.5
3	15	27	0.8892	0.71	64
4	15	25	0.8805	0.83	120
5	15	20	0.8822	1.23	180
6	66	20	0.8837	1.62	330

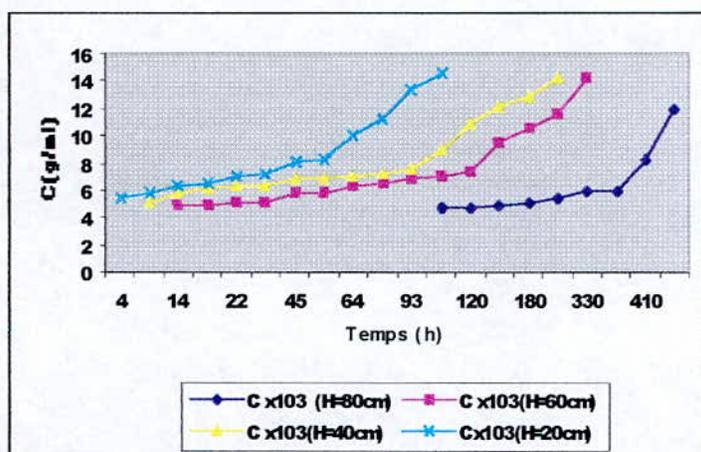
➤ H4 = 80 cm

Le temps d'apparition de l'effluent (HT4*) dans cette colonne est de 105 heures. Les résultats des analyses sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 32 : Caractéristiques physico-chimiques de HT4* (H4= 80 cm)

N° de la fraction	V _f (ml)	% T _f	D _f	%Rc _f	Temps (h)
1	5	34	0.8777	0.54	105
2	15	29	0.8782	0.57	160
3	15	26	0.8894	0.61	224
4	15	25	0.8807	0.68	340
5	15	20	0.8812	0.94	410
6	64	20	0.8833	1.35	-

Figure 18 : Evolution de la concentration en matières charbonneuses en fonction du temps pour différentes hauteurs de lit de bentonite



Commentaire

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

L'augmentation de la hauteur de bentonite favorise donc l'adsorption d'une plus grande quantité de contaminants. Cependant, les temps de percolation correspondant à des hauteurs de lits élevées sont très longs.

En s'appuyant sur cette constatation, notre choix s'est porté sur la colonne de diamètre de 1.8 cm avec une masse de bentonite égale à une centaine de grammes qui donne une hauteur de 40 cm.

Conclusion

Il ressort de ces deux séries d'expérience, qu'une fois l'uniformité des lits, leur densité aux alentours de l'unité et leur porosité moyenne prises en compte, nous pouvons affirmer que la qualité de l'huile traitée par le procédé de percolation dépend non seulement de la masse de bentonite mais aussi de la hauteur de lit de cette bentonite (et donc indirectement du diamètre de la colonne de percolation). C'est à dire qu'à diamètre de colonne de percolation constant, une augmentation de la masse d'adsorbant (augmentation de la hauteur du lit en conséquence) conduit à une meilleure qualité de l'effluent. Et de même, à masse de bentonite constante, une augmentation du diamètre de percolation (diminution de la hauteur de lit en conséquence) mène à une diminution des performances de régénération. Mais on ne peut se permettre de prendre uniquement ces caractéristiques dans la fixation des paramètres opératoires car il y a le facteur temps qui intervient, en prenant d'importantes proportions pour les colonnes de faibles diamètres qui donnent la meilleure huile traitée. Ainsi, il faudrait tenir compte, dans le choix des paramètres opératoires de la régénération par la procédé de percolation, du rapport : qualités requises pour l'huile régénérée- temps de percolation limite que l'on peut se permettre (qui n'est autre que le rapport qualité - prix).

CONCLUSION

Conclusion :

Dans le cadre de ce travail, nous avons tenté de comparer les performances de deux huiles lubrifiantes de même catégorie SAE 20W50 mais de marque différente. Dans un premier temps, nous avons comparé les deux huiles à l'état neuf, pour connaître le potentiel de départ de chacune d'elles afin d'avoir une base à laquelle se rapporter par la suite. Il nous est apparu, en conclusion, après examen de toutes les propriétés mesurées et calculées, que l'huile étrangère présentait un certain avantage sur l'huile algérienne, surtout en matière de stabilité thermique. Par la suite, nous avons essayé de suivre la cinétique de détérioration des deux huiles en les soumettant (dans la mesure du possible) aux mêmes conditions d'usure. Quant à la comparaison du comportement des huiles de marque différente, nous dirons que l'évolution des caractéristiques en fonction du kilométrage va dans le même sens pour les deux huiles, mais que nous ne notons pas d'écart notable qui permettrait de dire que telle ou telle autre huile se détériore plus vite. Ceci étant probablement due au fait que malgré notre effort de calquer les conditions auxquelles a été soumise l'huile algérienne, il aurait fallu aller encore plus loin dans la reproduction de l'équipement et des conditions opératoires.

Dans un deuxième temps, nous nous sommes intéressés à la régénération de l'huile algérienne par le procédé de percolation. Tout d'abord nous avons caractérisé l'huile usagée afin d'essayer d'expliquer la détérioration qu'elle a subie. Puis nous avons défini le procédé utilisé et décrit le dispositif expérimental, pour passer finalement à la régénération proprement dite. Deux séries d'expérience ont été effectuées : la première visant à optimiser le diamètre de la colonne de percolation et la seconde, après s'être fixé un diamètre de colonne optimum, visant à optimiser la hauteur de lit d'adsorbant. Les critères de choix qui nous ont guidé dans l'optimisation des paramètres opératoires ne sont pas seulement en rapport avec la « qualité » des produits régénérés mais aussi des critères de temps et de facilité de mise en œuvre.

Bibliographie

- [1] X « Les lubrifiants »
Encyclopédie ENCARTA 2000.
- [2] X « La lubrification »
Encyclopédie HACHETTE.
- [3] F. Roux «Lubrifiants »
Techniques de l'ingénieur B 590 1986.
- [4] Site Internet de TOTAL
www.total.fr
- [5] X. «Analyses et diagnostics »
Laboratoire Technoparc du Golf. Caen. France.
- [6] J. Briant «Propriétés rhéologiques des lubrifiants »
Editions Technip. Paris 1981.
- [7] A. Schilling «Huiles pour moteurs et le graissage des moteurs tome 1 »
Editions Technip. Paris 1976.
- [8] C. Gauthier «Huile moteur, un produit technique »
Pétrole et techniques n°362 Mars 1991.
- [9] Site Internet d'ELF
www.elf.fr
- [10] J.C. Guibet «Carburants et moteurs tome 1 »
Editions Technip 1987.
- [11] M. Murat «Valorisation des déchets et sous-produits industriels »
Editions Masson. Paris 1981.
- [12] J. Groff «ABC de graissage »
Editions Technip. Paris 1968.
- [13] F. Mohellebi «Contribution à l'étude de la bentonite de Mostaganem et échange des cations Cu^{++} et Zn^{++} »
Thèse de Magister. Alger 1983.
- [14] H. Perry-Chilton «Chemical engineer Handbook »
Cinquième édition 1973.
- [15] S. Caillère «Minéralogie des argiles tome 1 »
Editions Masson 1982.
- [16] P. Whitier « Le pétrole, raffinage et génie chimique tomes 1-2 »
Editions Technip. Paris 1971.
- [17] C. E. Chitour « Raffinage tomes 1-2-3 »
Editions OPU. Alger 1999.
- [18] X « Méthodes d'essais des produits pétroliers »
Editions AFNOR. Paris 1970.
- [19] F.Mohellbi - A. Bouchekhou - N. Harbi – R. Hadjoudj – C.E. Chitour. « Etude de la purification d'huiles usagées de type moteur au moyen d'une argile montmorillonitique »
Oil & Gas Science and technology- Revue de l'I.F.P- 1999 vol.54 n°3 – Editions Technip. Paris 1999.

ANNEXE 1 :

Calcul de l'indice de viscosité

L'expression de l'indice de viscosité est : $VI = 100 \times (L - \psi) / D$

Les tables ne donnent les valeurs de L et D que pour les huiles de viscosité inférieure à 75 cSt à 100°C. Celles-ci sont calculées à partir des formules suivantes :

$$L = 0.8353Y^2 + 14.67Y - 216$$

$$D = 0.6669Y^2 + 2.82Y - 119$$

L'indice de DEAN et DAVIS ainsi calculé ne donne pas de bonnes valeurs pour les VI supérieurs à 100, il a été alors créé un autre indice pour les huiles d'indice supérieur à 100. Dans cet indice, l'huile n'est calculée qu'à une huile de famille H ayant la même viscosité Y à 100°C.

$$VI = ((10^N - 1) / 0.00715) + 100$$

Où $N = (\log H - \log U) / \log Y$

Dans ce cas également, lorsque la viscosité cinématique de l'huile à 100°C est supérieure à 70cSt, on ne se réfère plus aux tables mais on calcule le H à partir de la formule :

$$H = 0.1684Y^2 + 11.85Y - 97$$

ANNEXE 2 :

Méthode n.d.m

La méthode nécessite les calculs suivants :

$$V = 2.51(n - 1.4750) - (d - 0.8510)$$
$$W = (d - 0.8510) - 1.11(n - 1.4750)$$

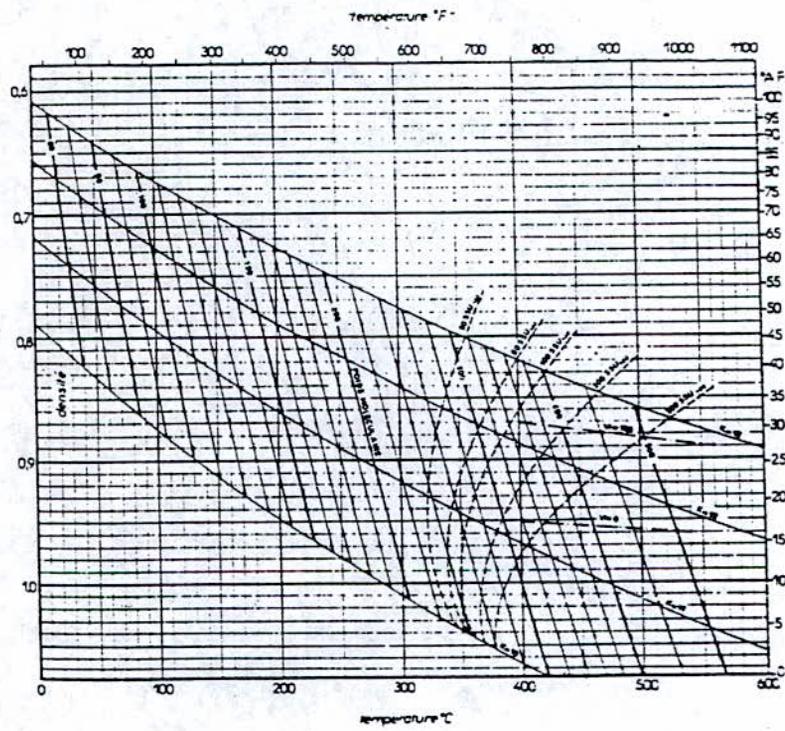
- ◆ Si $V > 0$: $\%C_A = 430V + 3660/M$
Et $R_A = 0.44 + 0.055MV$
- ◆ Si $V < 0$: $\%C_A = 670V + 3660/M$
Et $R_A = 0.44 + 0.080MV$
- ◆ Si $W > 0$: $\%R_C = 820 - 3S + 10000/M$
Et $R_T = 1.33 + 0.145M(W - 0.005S)$
- ◆ Si $W < 0$: $\%R_C = 1440W - 3S + 10600/M$
Et $R_T = 1.33 + 0.180M(W - 0.005S)$

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

La masse molaire peut être calculée par la corrélation de Robert :

$$MM = 1750.45n + 792.93d + 4.553pa - 3287$$

ANNEXE 3 :



**Courbe iso-propiétés du diagramme
du facteur de caractérisation.**

ANNEXE 4 :

Exemple de calcul de la porosité moyenne du lit

La porosité, désigné par ε est le rapport du volume des interstices au volume totale du lit. La valeur du vide est fonction de la dimension moyenne des particules, de leur formes, de leur état de surface, de la granulométrie, des dimensions du récipient les contenant ainsi que de la façon dont il est rempli.

$$\varepsilon = (V_a - V_p) / V_a$$

Où :

V_a : le volume apparent du lit (cm^3).

V_p : le volume des particules solides (cm^3).

La détermination expérimentale s'effectue par mesure de la hauteur de l'huile au-dessous du lit et donc de la quantité d'huile qui percole, et par mesure de la profondeur du lit imprégné par l'huile.

$$\varepsilon = V_{hp} / V_{lh}$$

Avec :

V_{hp} : Le volume d'huile qui percole.

V_{lh} : Le volume du lit imprégné par l'huile.

On donne l'exemple de la variation de la porosité en fonction de la profondeur du lit contenu dans la colonne de 7cm avec 150g de bentonite. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

Porosité	Profondeur du lit (cm)
0.42	6
0.42	21
0.44	22
0.47	26
0.47	28
0.48	40

Etant donné que l'écart entre les différentes valeur de la porosité est petit, on peut considérer ce qui suit :

$$\varepsilon_{\text{moy}} = \sum \varepsilon_j / n$$

Avec n : nombre de points considérés.

ANNEXE 5

La détermination de la surface spécifique des échantillons de bentonite a été faite par la méthode B.E.T (Brunnuaur – Emmet – Teller)

Variation de la surface spécifique avec l'activation de la bentonite

Etat de l'argile	Bentonite à l'état naturel	Bentonite activée sous T = 222°C
Surface spécifique (m ² /g)	31.03	92.00

L'analyse granulométrique a donné les résultats regroupés dans le tableau ci-dessous, avec Xi défini comme étant la fraction massique de produit recueilli entre deux tamis consécutifs.

Valeur du rapport de la fraction retenue à la masse totale de la charge

Classe (µm)	Masse (g)	Diamètre moyen (µm)	Xi
]100-800]	43.4	900	0.410
]800-630]	28.5	715	0.271
]630-500]	18.6	565	0.176
]500-450]	15.1	475	0.143

Nous pouvons définir un diamètre Dg des grains de la sphère équivalente ayant la même surface que le grain d'argile par le biais de la relation suivante :

$$D_g = \sum X_i / (\sum (X_i/D_i))$$

Di : Diamètre moyen du grain d'argile.

ANNEXE 6

Conditions opératoires de percolation

Les tests de percolation ont été effectués dans les conditions opératoires mises en évidence dans le tableau ci-dessous.

Type de traitement	S_d (cm ²)	ϵ_m	Q_m (ml/h)	Hauteur de lit (cm)
HT1	1.13	0.346	0.68	42
HT2	2.54	0.332	0.85	22
HT3	4.52	0.326	1.52	12
HT4	5.49	0.478	295.2	3
HT1'	1.13	0.344	0.65	78
HT2'	2.54	0.328	0.79	42
HT3'	4.52	0.325	1.48	23
HT4'	5.49	0.485	274.8	6
HT1''	1.13	0.340	0.54	112
HT2''	2.54	0.324	0.66	65
HT3''	4.52	0.322	1.33	35
HT4''	5.49	0.45	258.5	10