

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المركز الوطني للدراسات والتقنيات
المكتبة - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SPECIALITE GENIE - CHIMIQUE

THEME

***PRETRAITEMENT DES HUILES
USAGEES ET CALCUL DES
PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES***

Proposé par

Pr. CE. CHITOUR

&

Mme. F. MOHELLBI

Dirigé par

Pr. CE. CHITOUR

&

Mme. F. MOHELLBI

Etudié par

S. DAGHDICHE

&

S. LARDJANE

PROMOTION 1998

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

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Ce travail est réalisé dans le cadre des activités du laboratoire de valorisation des énergies fossiles ; équipe : régénération des huiles usagées moteurs.

Dédicaces

A mes très chers parents pour leurs soutien et aide .

A mes deux frères : Karim et Madjid

A mes grands-parents .

A toute ma famille .

A Ferroudja , Assia , Kahina et Siham .

A tous ceux qui me sont chers .

Samia

*A mes chers parents pour leur sacrifices et leur soutien
moral.*

A ma chère sœur , Saliha.

A mes frères Mustapha, Karim et Imad.

A mes deux meilleures amies d'enfance Nadia et Nabila.

A toute ma famille

A tous ceux qui me sont chers.

Samira



Remerciements

Nous tenons à exprimer nos remerciements et notre reconnaissance à Monsieur le professeur C.E.CHITOUR qui nous a dirigé et suivi pendant toute cette période.

A Madame MOHELLEBI, nous exprimons notre profonde gratitude pour son soutien et aide lors de l'élaboration de ce travail.

Il est certain que la finalité de notre thèse ne sera concluante que lorsque Madame MEZIANI qui doit présider notre jury donnera son aval.

Nous n'omettons pas de remercier vivement Madame HADDOUM et Monsieur AIOUACHE qui ont accepté de donner un avis critique sur le travail qui a été fait.

Que Monsieur NAIT, cadre à NAFTAL trouve ici notre reconnaissance pour l'honneur qui nous fait d'avoir accepté notre invitation. ...
Nous n'oublions pas de remercier la direction générale et le personnel du laboratoire de NAFTAL .

Nous présentons nos plus vifs remerciements à tous ceux qui nous ont aidé dans l'élaboration de cette thèse. Nous citons: Salim, Réda, Zoheir, Naila, Kamel, Hassen, Sofiane ...

في إطار إعادة استعمال زيت المحرك 20w50، هذا البحث يقترح مساهمة لدراسة إحدى الطرق المستعملة في عملية تكرير زيوت المحركات، ألا وهي طريقة "الامتزاز" التي تتركز على استعمال تربة البنتونيت. للقيام بهذا العمل، أجرينا تحاليل فيزيائية وكيميائية واستخلصنا أهم 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 أحسن مردود، أخضعنا هذه الزيت إلى عملية التقطير، بتحايلنا للأقسام 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 ceshydratation 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.

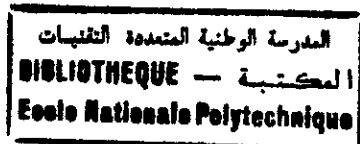
The heavy fractions were percolated to improve their characteristics.

Finaly, we have studied the evolution of the main properties of the engine's oil during different kilometers.

Symboles et abréviations

A.S.T.M	Normes établies par l'Americain society of testing materials.
I.F.P	Institut français du pétrole.
S.A.E	Society of Automative Engineers.
RC	Résidu Conradson (%poids).
C.Sulf.	Cendres sulfatées (% poids)
T.A.N	Total Acid Number (mg KOH/g).
T.B.N	Total Basic Number (mg KOH/g)
H.N	Huile neuve.
H.U	Huile usagée.
H.R	Huile régénérée.
VI	Viscosity Index.
η	Indice de réfraction.
P.C	Pouvoir calorifique (Mj / kg).
P.A	Point d'aniline (°C).
M	Masse molaire (g /mol).
V(40°C)	Viscosité cinématique à 40°C (Cst).
V(100°C)	Viscosité cinématique à 100°C (Cst).
P.Ecoult.	Point d'écoulement (°C).
P.E	Point éclair (°C)
d	Densité.
eau	Teneur en eau (%V).
%T	Pourcentage de transmission.
T _{eb}	Température d'ébullition (°C).
PCS	Pouvoir calorifique supérieur (Cal /g).
%P	Pourcentage en poids.
%V	Pourcentage en volume.
cf	Coefficient de corrélation.

SOMMAIRE



INTRODUCTION

Abréviations

A. PARTIE THEORIQUE

I. LA LUBRIFICATION

I.1. Définition.....	1
I.2. Origine des huiles lubrifiantes.....	1
I.2.1. Les huiles animales et végétales.....	1
I.2.2. Les huiles de synthèse.....	1
I.2.3. Les huiles minérales.....	1
I.3. Classification des lubrifiants.....	1
I.3.1. Les lubrifiants gazeux.....	1
I.3.2. Les lubrifiants liquides.....	1
I.3.3. Les lubrifiants semi solides (ou plastiques).....	1
I.3.4. Les lubrifiants solides.....	1
I.4. Fonctions essentielles des lubrifiants.....	2
I.5. Caractéristiques du lubrifiant.....	3
I.5.1. Les caractéristiques d'identification.....	3
I.5.2. Les caractéristiques d'emploi.....	3
I.6. Composition chimique des huiles lubrifiantes moteur.....	3
I.6.1. Les huiles de base.....	3
I.6.2. Les additifs.....	6
I.7. Classification commerciale des huiles moteur.....	8
I.8. Propriétés des huiles pour moteur.....	9
I.9. Sécurité et hygiène.....	10
a. Incendie.....	10
b. Asphyxie.....	10
c. Dermatoses.....	10
d. Quelques précautions à prendre pour la manipulation des huiles.....	10

II. LES HUILES USAGEES

II.1. Introduction.....	12
II.2. Définition.....	12
II.3. Caractéristiques principales d'une huile usagée.....	12
II.3.1. Les produits volatils.....	12
II.3.2. Les produits solubles dans l'huile.....	12
II.3.3. Les produits insolubles dans l'huile.....	12

II.4.Effet des huiles usagées sur le moteur.....	13
II.4.1.L'usure adhésive ou par contact métal – métal.....	13
II.4.2.L'usure corrosive.....	13
II.4.3.L'usure abrasive.....	13
II.4.4.L'usure par fatigue.....	13
II.5.Les effets nocifs des huiles usagées pour la qualité des milieux naturels.....	13
II.6.Le devenir des huiles usagées.....	14

III. REGENERATION DES HUILES USAGEES

III.1.Définition.....	15
...	
III.2.Processus général de la régénération.....	15
III.3.Les procédés de régénération.....	16
III.3.1Traitement acide et décoloration.....	16
III.3.2Régénération par ultrafiltration et traitement de finition (procédé IFP / RHÔNE POULENC).....	16
III.3.3Traitement des huiles usagées par adsorption.....	16
III.4.Régénération des huiles usagées en Algérie.....	17
III.4.1.Introduction.....	17
III.4.2.Moyens mis en œuvre pour la récupération des huiles usagées.....	18
a. Collecte.....	18
b. Stockage.....	18
c. Transport.....	18
III.4.3.Taux de récupération national.....	18
III.4.4.Production des huiles neuves.....	19

B. PARTIE EXPERIMENTALE

I. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE SAE 20W50 ET DE L'HUILE USAGEE DE MEME CATEGORIE

I.1.Introduction.....	20
I.2.Caractéristiques des huiles lubrifiantes.....	21
•La viscosité.....	21
•L'indice de viscosité.....	21
•La densité.....	23
•Le point d'écoulement.....	22
•Le point d'aniline.....	22
•Le point d'éclair.....	22
•La teneur en eau.....	23
•La teneur en carbone Conradson.....	23
•La teneur en métaux.....	24
•La teneur en asphaltènes.....	24
•L'indice de réfraction.....	24
•La couleur.....	24
•La dilution.....	24
•Le pouvoir calorifique.....	25

•Le TAN..... 25

•Le TBN..... 25



I.3. Caractéristique de l'huile neuve SAE 20W50	
I.3.1. Analyse physico - chimique de l'huile neuve	25
I.3.2. Tendances chimiques d'une huile neuve	26
I.3.3. Variation de la viscosité de l'huile neuve avec la température	24
I.3.4. Analyse des métaux en trace dans l'huile neuve	28
I.4. Caractérisation de l'huile usagée	28
I.4.1. Caractéristiques du moteur	28
I.4.2. Echantillonnage	28
I.4.3. Caractéristiques physico- chimiques de l'huile usagée	29
I.4.4. Composition chimique de l'huile usagée	32
I.4.5. Variation de la viscosité d'une huile usagée avec la température	33
I.4.6. Analyse des métaux en trace dans l'huile usagée	33

II. CHOIX DE L'ADSORBANT

II.1. Généralités	35
II.2. La bentonite	35
II.3. Traitement de la bentonite	36

III. TRAITEMENT DE L'HUILE USAGEE

III.1. Procédure expérimentale au laboratoire	37
III.2. Première série d'expériences	37
III.3. Deuxième série d'expériences	39
III.3.1. La distillation atmosphérique	39
III.3.2. La distillation sous vide	42
III.3.3. Identification des fractions issues de la distillation de l'huile usagée	44
III.4. Régénération des fractions lourdes issues de la distillation sous vide	46

C. PARTIE CORRELATIONS

I.1. Introduction	48
I.2. Caractéristiques du moteur	48
I.3. Analyse physico - chimique des huiles de vidange	48
I.4. Interprétations et commentaires des résultats obtenus	49
I.5. Variation de la viscosité avec la température	52
I.6. Interprétation des courbes des équations	53
I.7. Conclusion	54

D. CONCLUSION GENERALE

Annexes, Bibliographie

INTRODUCTION

Introduction

La nécessité de graisser date des premiers mécanismes créés par l'homme ; les lubrifiants anciens étaient surtout d'origine animale ou végétale. Quelques propriétés étaient néanmoins utilisées : le peuple du moyen orient employait des dérivés du pétrole tels que les bitumes et quelques fractions huileuses.

La seconde moitié du XIX^{ème} siècle a vu naître l'emploi des produits du pétrole, constituant depuis le début du XX^{ème} siècle, la majorité des lubrifiants (95 % environ).

De nos jours, les lubrifiants finis sont essentiellement des huiles de base dérivées du pétrole brut et dont les propriétés ont été améliorées au moyen d'additifs.

Le développement de la technologie mécanique fait que leur demande est devenue importante.

Des statistiques ont montré que la moitié de leur consommation totale se rapporte à l'industrie automobile. (En Algérie, la quantité consommée des huiles lubrifiantes est de 64% de la consommation totale).

Les quantités donc, importantes des huiles moteur utilisées chaque année dans le monde, leur coût économique et écologique considérables rendent très utile la mise en œuvre d'un programme d'actions tendant à la récupération du gisement que constituent les huiles usagées et ce, pour des considérations aussi bien écologiques qu'économiques.

D'une part, sur le plan économique, on cherche à éviter toute perte d'énergie en matières premières et d'autre part, le rejet d'une grande quantité de ces huiles usagées dans la nature a un impact écologique qui représente une source importante de pollution.

La valorisation viendra, donc, diminuer le danger de la pollution de la faune et de la flore. En effet, elle contribue à :

- La sauvegarde de l'environnement en éliminant les rejets des produits polluants.
- La diminution des importations d'huiles de bases sachant que la régénération, une fois réalisée, pourrait répondre à une partie non négligeable des besoins du marché
- La valorisation des huiles usagées et par la même, la diminution du gaspillage en produits pétroliers.

Par conséquent, la valorisation des huiles usagées rend utile la mise en place de différentes formes de traitement. Elles peuvent être classées comme suit :

- Incinération : les huiles usagées fortement polluées sont brûlées dans des incinérateurs. Elles sont, le plus souvent, en qualité de combustible dans des procédés peu exigeants ou en addition modérée à des combustibles de base. Une tonne d'huile que l'on brûle permet d'économiser 800 Kg de fuel.
- Le recyclage : consiste à éliminer tous les contaminants de l'huile usagée (essence, eau, gas-oil, carbone, résines, métaux, additifs dégradés, solvants chlorés et corps gras) et à lui redonner ses spécifications d'origine. La collecte, étape essentielle du recyclage, est du point de vue technique la plus difficile et la plus onéreuse.

Dans le cadre du présent travail, nous nous proposons en premier lieu de caractériser des échantillons d'huile neuve catégorie SAE 20W50 et d'huile usagée de même catégorie vidangée après 1000 Km par le biais d'essais normalisés qui nous permettront d'évaluer le degré de contamination.

La deuxième étape de ce travail consistera en l'étude expérimentale d'un procédé physique de séparation qu'est la distillation. Différentes analyses seront déterminées pour chacune des fractions.

En dernier lieu, nous allons identifier les différentes fractions et nous allons effectuer un procédé de percolation sur les fractions lourdes en utilisant comme terre décolorante, la bentonite de M'zila, ce qui va permettre l'amélioration de leurs propriétés.

PARTIE
THEORIQUE

CHAPITRE I
LA
LUBRIFICATION

1.1. Définition [1]

Un lubrifiant est une substance onctueuse, généralement d'origine pétrolière, utilisée pour réduire ou éliminer la friction entre deux surfaces mobiles en les rendant glissantes .

1.2. Origine des huiles lubrifiantes [2]

1.2.1. Les huiles animale et végétale

Ce sont les premières huiles lubrifiantes utilisées par l'homme.

- Les huiles animales proviennent surtout de la faune marine comme huile de poissons, de phoque, etc.

- Comme huiles végétales, nous avons entre autres : l'huile d'olive, de maïs, etc; ces huiles sont utilisées en pharmacie ainsi que dans l'alimentation.

1.2.2. Les huiles de synthèse

Elles sont obtenues par synthèse organique à partir de composés organiques. Nous pouvons citer les esters, les silicones, polyglycols, etc.

Ces huiles sont utilisées particulièrement dans le domaine de l'aviation.

1.2.3. Les huiles minérales

Elles sont définies comme étant les huiles dérivées du pétrole. Elles représentent en moyenne 5 à 6% de tous les produits composants le pétrole brut.

Elles sont très diverses et en général spécialement formulées par mélange pour répondre aux besoins de toutes sortes de conditions opératoires [2].

1.3. Classification des lubrifiants [1]

Parmi les huiles lubrifiantes, nous distinguons : les lubrifiants gazeux, liquides, semi- solides ou plastiques et solides .

1.3.1 Les lubrifiants gazeux

Ils sont utilisés dans les mécanismes peu chargés tournant à très grandes vitesses.

Avec les gaz, le coefficient de frottement est extrêmement faible.

Exemple : l'air est le lubrifiant idéal dans les machines industrielles alimentaires où toute contamination doit être évitée .

1.3.2 . Les lubrifiants liquides

Ils sont le plus souvent utilisés dans les mécanismes chargés tels que les moteurs alternatifs, les turbines à vapeur, etc.

Parmi les lubrifiants liquides, les huiles minérales d'origine pétrolière sont les plus utilisées .

1.3.3. Les lubrifiants semi-solides (ou plastiques)

Ils sont constitués de corps gras d'origine animale ou végétale, de corps gras saponifiés, de gels divers, etc.

Les plastiques sont utilisés essentiellement dans le garnissage ainsi que dans les mécanismes tels que roulements , joints, etc. qui équipent les matériaux agricoles et ferroviaires.

1.3.4. Les lubrifiants solides

Ils sont utilisés dans le garnissage des dispositifs fonctionnant dans des conditions extrêmes (eau profonde ,hors de l'atmosphère).

Parmi les lubrifiants solides , nous pouvons citer le graphite , le talc, etc.

1.4. Fonctions essentielles des lubrifiants [1.2]

Aucun déplacement relatif de deux surfaces en contact ne peut s'effectuer sans frottement, qu'il s'agisse de glissement, roulement ou pivotement. Indispensable lorsqu'on recherche l'adhérence ou l'irréversibilité, le frottement est nuisible pour le rendement mécanique des machines. La perte moyenne d'énergie que représente le frottement est voisine de 5% de l'énergie consommée, elle atteint 7 à 13% dans le cas des moteurs à combustion interne .

Il va de soi qu'il faut tenter de réduire cette perte et, pour ce faire, il faut intercaler entre les surfaces en mouvement un corps capable de diminuer le frottement. Ce corps sera le lubrifiant et son application le graissage. Les fonctions essentielles du lubrifiant sont alors:

- * la réduction de l'énergie perdue par frottement,
- * la protection des surfaces en contact avec l'air ou les gaz chauds contre la corrosion et l'usure,
- * la contribution à l'étanchéité (cas des moteurs à piston),
- * la contribution au refroidissement,
- * l'évacuation des impuretés précipitantes,
- * la réduction du bruit du mécanisme,
- * l'évacuation de la chaleur produite par les frottements .

1.5. Caractéristiques du lubrifiant [3]

Il s'agit de déterminer les caractéristiques et d'estimer les propriétés intéressantes. Ces dernières varient selon l'usage auquel est destiné le lubrifiant.

Les essais de détermination se diviseront donc en deux séries :

1.5.1. Les caractéristiques d'identification

Elles servent d'abord à cataloguer les lubrifiants puis à reconnaître, aux tolérances de mesures près, son identité avec un échantillon type ou témoin.

1.5.2. Les caractéristiques d'emploi

Elles servent à prédéterminer les performances possibles d'un lubrifiant pour un emploi ou une série d'emplois déterminés.

1.6. Composition chimique des huiles lubrifiantes moteur [2]

Les huiles pour moteur sont composées :

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

1.6.1. Les huiles de base

Les huiles de base pour moteur sont tirées des fractions lubrifiantes obtenues par distillation sous vide du "brut réduit", c'est à dire du pétrole brut dont les gaz et "les produits blancs" (essences, pétrole lampant et gasoil) ont été retirés au préalable par distillation sous pression atmosphérique.

a. Caractères spécifiques des trois grandes tendances chimiques des huiles de base

Les huiles de base répondent à trois grandes tendances chimiques de caractères particuliers. Nous avons:

a.1. la tendance paraffinique

Elle est représentée par l'ensemble des hydrocarbures saturés à chaîne droite, ramifiée ou non, mais non cyclique.

Les paraffines à chaîne droite de poids moléculaire élevé augmentent la température de congélation des huiles et doivent être retirées par déparaffinage.

Les caractères de cette famille des huiles riches en hydrocarbures paraffiniques sont :

- * faible densité pour une viscosité donnée : dans la gamme de viscosité des huiles de base moteur, cette densité est souvent comprise entre 0.880 et 0.890,

- * variation relativement faible de la viscosité en fonction de la température. Cette qualité est repérée par la valeur de l'indice de viscosité. Les huiles de tendances paraffiniques ont des indices de viscosité élevés, généralement voisins de 100 pour la gamme de viscosité des huiles pour moteurs,

- * faible volatilité pour une viscosité donnée: l'intervalle de température de distillation de l'huile de viscosité déterminée est d'autant plus élevé que l'huile est plus paraffinique . Cette propriété se traduit en particulier par des points d'inflammabilité élevés pour une viscosité donnée .

- * faible pouvoir solvant. Il peut être caractérisé par un point d'aniline relativement élevé , de 80 à 85 °C ,ce qui se traduit en pratique par une tendance prononcée à la précipitation des produits d'altération des huiles . Autrement dit, une huile usagée à tendance paraffinique sans additifs se sépare plus facilement de ses produits d'altération qu'une huile d'une autre famille chimique.

a.2. la tendance naphténiq

Elle est représentée par l'ensemble des hydrocarbures saturés, tout comme les paraffines, mais cette fois-ci ceux –ci peuvent être cycliques ou polycycliques .Leurs caractéristiques physiques et chimiques se traduisent par:

- * une densité relativement élevée pour une viscosité donnée, elle est souvent supérieure à 0.900,

- * des variations assez rapides de la viscosité en fonction de la température. Les indices de viscosité sont relativement faibles, de l'ordre de 40 à 60,

- * une plus grande volatilité que la fraction paraffinique correspondante de même viscosité. Les points d'inflammabilité sont relativement bas ,

- * un pouvoir solvant relativement élevé: les points d'aniline sont inférieurs à ceux des paraffiniques,

a.3. la tendance aromatique

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

Ces fractions ont une densité très élevée et un indice de viscosité très faible.

Le caractère essentiel de ces composés dans les huiles minérales pures est leur altérabilité; chimiquement actifs, ils sont facilement oxydables et provoquent la formation de produits résineux ou asphaltiques accompagnés de dérivés corrosifs.

Leur point d'aniline très bas est l'indice d'un pouvoir solvant élevé. Ceci présente pas d'intérêt en raison des défauts majeurs signalés

Enfin, leur faible tension interfaciale est à rapprocher de leur facilité d'émulsion avec l'eau.

b. Le soufre dans les huiles de base

Il existe une autre catégorie de composés en plus ou moins faible quantité dans les fractions lubrifiantes; ce sont les composés à base de soufre.

Etant donné que les poids moléculaires de ces composés sont voisins de ceux des constituants des huiles de graissage, une teneur même très faible de 0.1 à 0.2% de soufre peut correspondre à plusieurs pour cent d'hydrocarbures sulfurés dans une huile. Le soufre présent dans les fractions lubrifiantes est souvent lié dans des hétérocycles de comportement similaire à celui des molécules naphthéniques et aromatiques.

Les procédés de raffinage, particulièrement actifs sur les teneurs en soufre, sont :

- * le traitement à l'acide,
- * le traitement à la terre,
- * l'hydrogénation.

Ces procédés tendent à retirer des quantités importantes de ces composés de soufre qui peuvent agir comme des inhibiteurs naturels d'oxydation. Il en résulte que les huiles de base, fortement raffinées, sont d'une manière involontaire privées de ces inhibiteurs de sorte que leur résistance à l'oxydation s'en trouve diminuée.

C. Fabrication des huiles de base

Les procédés de traitement mis en œuvre sont nombreux et variés ; parmi les plus utilisés on a, dans l'ordre général de leur succession, mais sans qu'ils soient tous nécessaires :

- * le traitement à l'acide sulfurique,

- * le traitement aux solvants , tels que : le phénol, l'anhydride sulfureux liquide, propane ,etc,

- * les traitements de déparaffinage :

- ** par filtration sur filtres-presses ou par centrifugation de l'huile diluée et refroidie (procédés assez anciens),

- ** avec des solvants , tels que : le propane ,toluène,etc.

- * les traitements de neutralisation et décoloration avec des terres spéciales:

- ** par percolation,

- ** par contact.

1.6.2. Les additifs [4]

Les additifs sont des corps chimiques complexes qui permettent d'améliorer les caractéristiques des huiles de base ou d'en apporter d'autres qui n'existent pas à l'origine. Le développement d'un paquet d'additifs est une opération longue et coûteuse. Le marché de ces produits (de l'ordre de 10 milliards de dollars en 1992) est important. Il est dominé par quelques sociétés. Ce sont les additifs et non les huiles de base qui conditionnent les niveaux de prix des lubrifiants.

Nous pouvons distinguer trois grandes classes d'additifs selon leur mode d'action:

- * ceux dont le rôle est purement physique; ils interviennent sur la rhéologie du lubrifiant à basse et haute température,

- * ceux dont l'action se situe aux interfaces,

- * ceux qui interviennent par un mécanisme de nature chimique, c'est le cas des antioxydants et des additifs extrême - pression par exemple .

a. Additifs modifiant les propriétés rhéologiques des huiles

Ces additifs sont des polymères aliphatiques de haute masse moléculaire qui servent à améliorer l'indice de viscosité afin d'obtenir les huiles dites multigrades . Ils sont ajoutés à des doses de 5 à 10 % poids dans l'huile.

b. Les additifs anticongélants

Ils sont utilisés à très faible dose (une dose de 0.01 à 0.3 % en poids permet d'abaisser de 30° C le point d'écoulement) .

c. Les additifs antioxydants

Le carter du moteur est un véritable réacteur d'oxydation pour hydrocarbures; l'huile est soumise à une forte agitation en présence d'air à température

élevée (120°C). De plus, des métaux comme le cuivre et le fer, excellents catalyseurs d'oxydation, sont présents dans le milieu. L'oxydation d'un lubrifiant est de nature radicalaire.

Actuellement, les produits les plus utilisés sont les dialkyldithiophosphates de zinc, ajoutés à des doses comprises entre 1 et 10 % poids. Ils présentent le rapport efficacité / prix le plus intéressant.

d. Les additifs dispersants et détergents

Les dispersants et les détergents sont des tensioactifs solubles en milieu organique. Ils sont constitués d'une partie hydrocarbonée oléophile et d'une partie polaire hydrophile. Ils servent à maintenir les produits oxydés insolubles en suspension dans l'huile pour éviter la formation de vernis sur les parois du moteur et de dépôts dans le carter.

Ce caractère dit amphiphile, se traduit par deux comportements caractéristiques, l'adsorption aux interfaces et l'auto-association sous forme de micelles au sein du milieu huileux.

Les additifs détergents et dispersants sont utilisés dans l'huile à des concentrations comprises entre 5 et 15 % poids. Dans le cas des détergents, la partie polaire ou hydrophile est un sel métallique (calcium, magnésium). Cependant, la partie ^{hydrophobe} est organique (amine, polyamine, hétérocycle azoté, polyglycol).

e. Les additifs extrême - pression et anti-usure

Le rôle de ces additifs est de créer à l'interface des métaux un lubrifiant solide par réaction chimique. Ils doivent donc être capables de se décomposer sous l'action de la chaleur en libérant des espèces qui réagissent avec le ou les métaux en mouvement en créant une interphase plus fusible que le métal lui-même. Les composés commerciaux sont des molécules organiques solubles dans l'huile contenant des atomes de chlore, de soufre ou de phosphore.

f. 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, des difficultés au niveau de la pompe de circulation.

Les additifs utilisés pour résoudre ce problème sont en général des silicones, produits très stables à la température et sans action sur les autres additifs. Ils sont insolubles dans les huiles et leur efficacité dépend surtout de leur degré de dispersion.

1.7. Classification commerciale des huiles moteur [3,5,6]

On utilise, en pratique, différents systèmes émanant d'organismes nationaux ou internationaux. Le plus connu d'entre eux est la classification de viscosité S.A.E (society of automotive engineers) développée aux Etats unis. Elle définit des "grades de viscosité" dont les caractéristiques correspondent soit aux conditions climatiques hivernales (grade de type Aw ,où W désigne "winter" = hiver), soit aux conditions d'été (grades de type b). Ainsi une huile désignée par un numéro de type aWb est une huile multigrade, capable de garder des qualités de viscosité définies aussi bien en hiver qu'en été .

Les grades W sont définis par une viscosité maximale à 0°F (-18°C) et par une viscosité cinématique minimale à 100°C.

Les huiles 15W40 ou 15W50 sont les plus répandues dans les pays à climat tempéré (Europe Occidentale), tandis que les huiles 20W40 ou 20W50 sont utilisées dans les pays à climat relativement chaud (pays méditerranéens , Moyen Orient, Amérique de Sud ...). Les grades 5W et 10W sont utilisés dans les pays à hivers rigoureux (Scandinavie ,Canada ...). Le tableau 1 indique les huiles de viscosité de cette classification.

Tableau 1 : Classification SAE de la viscosité [5].

CATEGORIE SAE	Limites de viscosité		
	Viscosité a 18 °C en centipoises	Viscosité à 100 ° C en centistokes	
		min	Max
5W	1250	3.8	
10W	2500	4.1	
20W	5000	5.6	
20	10000	5.6	
30		5.6	9.3
40		9.3	12.5
50		12.5	16.3
		16.3	21.9

I.8. Propriétés des huiles pour moteurs [4]

A chaque contrainte d'utilisation correspond une caractéristique que l'huile doit posséder .

Le tableau N° 2 résume la situation

Tableau 2 : Relation contrainte - propriétés demandées à l'huile [4].

Contraintes	Propriétés demandées à l'huile
Performances des moteurs	Propriétés lubrifiantes. Viscosité constante (indice de viscosité). Fluidité à basse température. Bonne viscosité à haute température.
Maintien de la propreté du moteur	Pouvoirs détergent et dispersif.
Protection contre la corrosion et l'usure	Pouvoirs anti-corrosion et anti-usure, viscosité élevée sous taux de cisaillement élevé.
Fonctionnement à température élevée	Stabilité à l'oxydation.
Espacement des vidanges	Stabilité à l'oxydation.
Faible consommation	Viscosité élevée , volatilité faible.
Compatibilité avec les joints	Composition adaptée , faible agressivité.
Economies d'énergie	Viscosité faible , frottement réduit.
Contrôle des émissions	Faible consommation , volatilité faible , viscosité constante.
Environnement	Absence de composés toxiques tels que les polychlorobiphényles (PCB) et plomb.

1.9 .Sécurité et hygiène [7]

a. Incendie

Les lubrifiants sont généralement de bons combustibles. Aussi, il y a risque d'incendie lorsqu'on soude, brase, découpe au chalumeau au voisinage des fûts de lubrifiants, de canalisations dans lesquelles circulent des lubrifiants ou des graisses, etc.

L'huile présente un risque d'incendie, à l'approche d'une flamme, d'une étincelle, d'un fil électrique cassé ou nu, ou d'une surface chaude .

b. Asphyxie

Il y a risque de suffocation lorsqu'on entre dans un réservoir de stockage d'huile, vidé mais insuffisamment ventilé. Les opérateurs doivent être surveillés et doivent aller prendre l'air périodiquement .

c . Dermatoses

Les huiles sont à l'origine d'un haut pourcentage de maladies de la peau . Une longue exposition aux huiles minérales peut provoquer une décoloration et des tumeurs de la peau. Pour cette raison, dans l'industrie textile, les huiles minérales non traitées ont été remplacées par des huiles blanches raffinées. Les huiles d'origine végétale présentent des risques moindres. Les huiles minérales usagées sont beaucoup plus dangereuses que les neuves. Enfin, les huiles avec additifs peuvent être particulièrement nocives, surtout celles qui renferment des phénols, crésols, du soufre, des dérivés chlorés ainsi que des particules métalliques qui peuvent réaliser au niveau de la peau un effet traumatique .

La concentration en Benzo [a] Pyrène est souvent considérée pour l'estimation des potentialités cancérogènes des échantillons d'huiles . Une teneur de l'ordre de 1 mg \kg constituerait un seuil de risque sérieux .L'ordre de grandeur des teneurs en Benzo [a] Pyrène des huiles minérales pour moteur est de : 0 à 150 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ pour l'huile neuve et jusqu'à 10 mg/Kg pour l'huile usagée . On remarquera le danger offert par les huiles usagées provenant des vidanges des moteurs à essence et diesel .

d . Quelques précautions à prendre pour la manipulation des huiles

- * se laver les mains avant de toucher de la nourriture pour éviter la toxicité,
- * soigner et protéger les lésions de la peau,

- * ne pas mettre de chiffons imbibés d'huile dans les poches,
- * se laver soigneusement avec du savon et de l'eau chaude après chaque période de travail afin d'éliminer toute trace d'huile sur la peau,
- * ne pas porter de vêtements mouillés par l'huile.
- * ne pas utiliser de solvants essence par exemple pour se nettoyer les mains ou les parties contaminées, car ces produits peuvent aussi provoquer des dermatoses .

CHAPITRE II
LES HUILES
USAGEES

II.1. Introduction [2,4]

Toute utilisation d'huile a, au bout d'un temps plus ou moins long, comme conséquence l'apparition d'une certaine quantité d'huile usagée.

Cette huile obtenue ne répond plus aux spécifications désirées et ne joue plus le rôle qui lui a été conféré car elle a perdu ses qualités au cours de son utilisation.

L'examen et l'analyse d'une huile usagée moteur montrent qu'elle ne renferme tout au plus que 15 à 20 % d'impuretés, ce qui nous permet de la considérer comme un «pétrole brut» très riche en fractions lubrifiantes.

II.2. Définition [2]

On désigne par huile usagée, tout produit usé, semi-liquide ou liquide, composé entièrement ou partiellement d'huile minérale ou synthétique.

II. 3. Caractéristiques principales d'une huile usagée [2,6,7]

La perte d'efficacité d'un lubrifiant peut provenir d'une oxydation ou d'une altération thermique de l'huile de base, même si celle ci contient des additifs. Elle peut aussi provenir de la disparition plus ou moins complète des qualités essentielles apportées par un additif ou une série d'additifs (détérioration des additifs, pollution par présence d'eau).

Il va de soi que les contaminants d'une huile usagée peuvent se diviser en trois grandes classes :

II.3.1. Les produits volatils

Les constituants volatils présents dans l'huile usagée moteur sont : l'eau, l'essence et le gasoil. L'eau peut provenir de la condensation de l'eau de combustion comme elle peut apparaître dans le cas où il existe une fuite dans le circuit de refroidissement.

La présence de combustible peut être due à deux causes : soit à une pulvérisation aux injecteurs c'est à dire qu'une partie du combustible ne brûle pas et ruisselle sur les cylindres, soit à la présence d'une fuite de raccords du circuit d'injection.

II.3.2. Les produits solubles dans l'huile

Les produits solubles dans l'huile comprennent toute la famille des corps gras formés par oxydation, les résines, les asphaltènes, les antigels, les savons métalliques, les composés organo - métalliques et les polymères améliorant l'indice de viscosité .

II.3.3. Les produits insolubles dans l'huile

Ces composés peuvent être retirés ou non de l'huile suivant leurs diamètres. Les oxydes métalliques, les oxydes de plomb provenant de la combustion, les poussières atmosphériques et les débris des métaux constituent la portion inorganique des produits insolubles dans l'huile. Les particules de carbone dues à la présence d'additifs détergents se trouvent en grande quantité dans l'huile altérée.

II.4. Effet des huiles usagées sur le moteur [2]

L'utilisation d'une huile usagée conduit à la détérioration des organes du moteur. Celle-ci est caractérisée par le phénomène d'usure qui se réfère à tout ce qui se traduit par une perte de matière d'une pièce frottante. L'usure des pièces frottantes peut relever de divers mécanismes et prendre les formes principales suivantes :

II.4.1. L'usure adhésive ou par contact métal- métal

Elle existe lorsque les surfaces ne sont pas séparées complètement par un film d'huile.

Suivant les paramètres de frottement (vitesse de glissement, vitesse de roulement, viscosité...), l'usure adhésive peut être sévère ou modérée.

II.4.2. L'usure corrosive

Elle résulte de l'attaque chimique des surfaces métalliques par des agents agressifs qui concourent, par la formation de composés différents du métal d'origine, à diminuer la résistance mécanique des couches superficielles. Ces composés métalliques à moindre résistance sont alors libérés par l'effet de frottement.

II.4.3. L'usure abrasive

C'est l'usure qui est due au passage forcé dans la zone de frottement de particules étrangères ayant une dureté et des dimensions suffisantes pour provoquer une sorte d'usinage des surfaces en arrachant de la matière.

II.4.4. L'usure par fatigue

C'est l'enlèvement des particules détachées par fatigue de contact, produites par des vibrations et des surcharges.

II.5. Les effets nocifs des huiles usagées pour la qualité des milieux naturels [8]

Les effets provoqués par le rejet d'huiles usagées dans le milieu naturel présentent un triple aspect :

* les huiles usagées contribuent à la pollution chimique et organique des cours d'eau en participant à la consommation en oxygène (un kilogramme d'huile rejetée représente en consommation d'oxygène l'équivalent de la pollution organique quotidienne de 35 habitants),

* les huiles contiennent des additifs de types divers pouvant présenter une toxicité non négligeable vis à vis des organismes vivants. Sur le plan de la toxicité, on a équivalence entre 1kg de cyanure et 1000 kg d'huile,

* les huiles usagées peuvent constituer à la surface des rivières un film imperméable à l'air qui réduit ou supprime toute possibilité de réoxygénation de l'eau au contact avec l'air.

Il a été montré que pour couvrir d'un film de 2microns d'épaisseur d'une rivière de 50 mètres de largeur, coulant à la vitesse moyenne de 30 cm/sec, il suffit d'un déversement journalier de 2 tonnes d'huile. Une tonne d'huile peut recouvrir d'une couche monomoléculaire près de 12 km² de surface aquatique.

II.6. Le devenir des huiles usagées [8]

Les effets des huiles usagées sur l'environnement jointe à la nécessité évidente de pratiquer des opérations consistant à faire physiquement disparaître les huiles usagées justifient l'intérêt privilégié qui est porté aux techniques de valorisation.

Les huiles usagées peuvent être éliminées par divers techniques ; certaines permettent d'obtenir des produits tels que : huile régénérée, calories, fuel, d'autres trop polluées, ne permettant aucune valorisation sont destinées à l'incinération (cas des impuretés du type solvant, dérivés halogénés, surtout le chlore, acides, etc.).

CHAPITRE III
REGENERATION
DES HUILES
USAGEES

III.1. Définition

La régénération des huiles usagées moteur consiste à restituer l'huile dans un état voisin de celui ou elle était avant l'incorporation des additifs destinés à la rendre propre à la lubrification des moteurs. Cette régénération se fait par élimination des différentes impuretés contenues dans celles ci.

III.2. Processus général de la régénération [2]

Le Cycle des opérations successives à effectuer pour obtenir un produit de haute qualité représente une sorte de nouveau raffinage de l'huile usagée.

Ce cycle comprend habituellement les phases suivantes données dans l'ordre de leur succession :

*** La décantation,**

Elle a pour but d'éliminer :

- les corps solides divers véhiculés avec les huiles ramassées,
- les grosses impuretés,
- l'eau libre.

*** La séparation des impuretés en suspension dans l'huile,**

Cette opération, y compris le retrait des additifs, représente la phase la plus difficile vu la présence de particules très fines en suspension dans les huiles détergentes.

*** Le dé-essencement,**

Il consiste à éliminer de l'huile toutes traces de combustible et d'eau.

*** Le traitement à l'acide,**

Il conduit à la floculation des suspensions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés.

*** La neutralisation,**

La neutralisation a pour but de transformer les acides contenus dans l'huile en sels. Le carbonate de chaux, à raison de 1 % environ en poids, et la soude sont employés le plus souvent.

*** Le traitement à la terre,**

Après neutralisation, l'huile est malaxée avec 1 à 10 % de terre activée à une température variable de 80 à 100 °C; le temps de contact est de l'ordre de 15 à 20 mn.. L'huile mélangée à la terre est ensuite filtrée à travers d'un filtre-presse constitué par des toiles en coton..

III.3. Les procédés de régénération

Les procédés de régénération sont nombreux. Ils diffèrent les uns des autres par la nature des moyens mis en oeuvre pour éliminer les contaminants de l'huile. Parmi les plus connus, nous pouvons citer :

III.3.1. Le traitement acide et décoloration [2]

Après dégazage thermique préliminaire qui permet d'évacuer les hydrocarbures légers et l'eau, l'huile usagée subit un traitement physico-chimique à l'acide sulfurique concentré, ce qui permet d'éliminer certaines impuretés tels que les additifs de viscosité et les agents tensioactifs. Ce traitement qui met en jeu une quantité importante d'acide (12 % de la quantité d'huile traitée) a un rendement médiocre. Il conduit en outre à la formation de boues et goudrons acides. L'huile est ensuite soumise à un traitement de décoloration par passage sur terre activée. Cette opération donne comme résidu un gâteau de filtration. Après ces opérations, l'huile est distillée sous vide. Les différentes fractions obtenues sont réutilisées en tant qu'huile régénérée.

III.3.2. La régénération par ultrafiltration et traitement de finition (procédé IFP/RHONE-POULENC) [9]

Après un traitement thermique à 150-200 °C, l'huile est diluée avec de l'hexane afin d'abaisser la viscosité, puis est soumise à l'ultrafiltration sur membranes planes à pression différentielle de 2 bars, une température de 50°C et une vitesse de recirculation de 2m/s. Un traitement de finition est indispensable pour amener l'huile aux spécifications d'une huile de base. Plusieurs solutions sont possibles. Nous avons :

*** le traitement acide-terre,**

les spécifications sont obtenues avec 3 % d'acide, 3 % de terre activée et 0.5 % de chaux.

*** le traitement à l'hydrogène avec présence d'un catalyseur,**

Il sera effectué sur une huile prétraitée thermiquement et ultrafiltrée.

III.3.3. Le traitement des huiles usagées par adsorption [10]

C'est un traitement qui fait appel à une adsorption sur une terre naturelle ou activée.

Il importe, en premier lieu, de donner quelques généralités sur l'adsorption.

L'adsorption est l'une des méthodes physiques de séparation permettant à un certain nombre de composants gazeux ou liquides d'être transférés sur une surface de solide adsorbant.

L'adsorption par un solide peut être définie comme étant le phénomène de concentration des molécules d'une phase gazeuse ou liquide sur la surface du solide.

Nous pouvons distinguer deux types d'adsorption:

- * l'adsorption statique,
- * l'adsorption dynamique.

a. l'adsorption statique

Elle est effectuée dans un espace clos dans lequel l'adsorbant est mis en contact avec le mélange. Ce procédé par contact est utilisé dans l'industrie comme traitement de finition appliqué aux huiles lubrifiantes.

b. l'adsorption dynamique - procédé par percolation

Ce procédé consiste à faire passer le mélange fluide sur un lit fixe d'adsorbant. Lorsque le mélange est liquide, le procédé prend le nom de percolation.

Dans tous les cas, il se déroule de façon semi-continue et cyclique; chaque cycle comprend essentiellement:

- * une adsorption au cours de laquelle la charge est envoyée sur le lit (adsorbant frais),
- * une désorption au cours de laquelle l'adsorbant est débarrassé de l'adsorbat.

Dans le cadre de notre travail, nous avons procédé à la percolation d'une huile moteur 20W50 sur un lit fixe de bentonite algérienne.

III.4. La régénération des huiles usagées en ALGERIE [11]

III.4.1. Introduction

La régénération des huiles usagées est un problème qui doit être traité en relation avec les besoins, les ressources et les capacités d'une région ou d'un pays . Cette activité met en œuvre des procédés onéreux et non rentables s'ils ne sont pas subventionnés par l'état. C'est pour cette raison que l'activité de recyclage n'existe pas en Algérie.

Dans le cadre de la protection de l'environnement ,un réseau de collecte des huiles usées (vidangées) a été mis en place .

Les huiles récupérées sont exportées par NAFTAL vers des pays qui disposent d'installations de traitement .

Au courant de l'année 1984 ,un contrat fut conclu concernant 8000 T/an d'huiles usagées qui devaient être exportées vers la Tunisie pendant quatre ans ,assurant ainsi une marche à 70% de l'unité .

Des accords ont été établis avec la Grèce en 1989 sur la base de 62 Dollars US/T et d'une quantité de 10000T/AN (c'est un contrat renouvelable chaque année).

Enfin, des consultations ont eu lieu avec plusieurs partenaires potentiels pour une exportation de 15000 à 26000 T .Les offres ont varié de 30 Dollars US à 65 Dollars US la tonne .

III.4.2. Moyens mis en œuvre pour la récupération des huiles usagées

a. la collecte

L'entreprise NAFTAL a mis en place un système de collecte qui a permis de ramasser environ 24875 tonnes en 1990.

L'évolution de la collecte des huiles usagées est représentée par le tableau 3. La capacité de la collecte annuelle est de 12000T tandis que le taux de récupération nationale est de 5%.

Tableau 3: Evolution de la collecte et de l'exportation des huiles usagées en Algérie.

Années	Collecte(m ³)	Exportation (m ³)
1994	13411	13289
1995	8770	11809
1996	10885	8961
1997	5131	6973
1998	7240	9325

b. le stockage

Les capacités de stockage disponibles au 31.12.97 sont estimées à 40661 m³ (tableau 4).

c. le transport

Les opérations de collecte et de transfert sont assurées par une flotte d'une capacité de 314 m³ (41camions). Le nombre de pompes utilisées est de 41.

Tableau 4: Moyens mis en œuvre par région en 1998

Dépôt relais(m ³)	Dépôts terminaux (m ³)			Capacité de stockage (m ³)
	Alger	Oran	Annaba	
3211	12950	16000	8500	40661

Source: NAFTAL

III.4.3. Taux de récupération nationale

Le taux de récupération avoisine les 5% (tableau 5). Ce taux est jugé faible par rapport au taux pratiqués dans les pays développés (50% en moyenne). Le taux Algérien est différent pour les raisons suivantes :

- * l'activité des huiles usagées est récente (1985),
- * l'Algérie n'étant pas un pays producteur de véhicules automobiles à grande échelle, possède un parc relativement vétuste. C'est un inconvénient car les moteurs âgés consomment de l'huile dans des proportions anormales,
- * le climat algérien relativement chaud diminue la récupération des huiles en favorisant l'augmentation de la température dans la culasse . Il y a dilatation du piston et des joints

qui laissent brûler davantage l'huile,

* la région de l'extrême sud ne peut faire remonter les huiles usagées jusqu'au nord pour des raisons évidentes d'économie,

*Il existe énormément de petites unités industrielles espacées et quelque fois impénétrables, donc non recensées.

Tableau 5 : Récupération des huiles usagées

Année	Réalisation					Prévision
	1985	1986	1987	1988	1989	2000
Quantités exportées (T)	-	1300	1700	4032	17686	28300
Incorporées au fuel (T)	540	650	900	1010	1132	25000

III.4.4. Production des huiles neuves

Les quantités d'huiles neuves produites de 1991 à 1994 sont résumées dans le tableau 6, tandis que le taux d'importation est d'environ 15% .

Tableau 6 : Production d'huiles neuves à diverses fins .

	1991	1992	1993	1994	1991	1992	1993	1994
Huiles moteurs Essence	37000	36200	34000	33000	31904	35649	Désignation	Prévisions (T)
Huiles moteurs Diesel	66000	65219	652963	59618	55712	66900	21551	21551
Huiles Transmission	6300	5700	6000	5450	4466	6974	2144	2144
Huiles de rinçage	-	100	100	100	131	8	3	3
Huiles industrielles	28191	20781	20503	16095	20977	19825	5945	5945
Total	137491	128000	123566	114263	113190	129356	42147	42148

PARTIE
EXPERIMENTALE

CHAPITRE I
ANALYSE
PHYSICO-
CHIMIQUES DE
L'HUILE NEUVE
ET USAGEE

1.1 Introduction

Les analyses physico-chimiques de l'huile neuve multigrade SAE 20W50 et de l'huile usagée de même catégorie permettent de déterminer le degré de contamination de cette dernière et éventuellement ses causes.

Le choix de l'huile 20W50 est dû à sa grande utilisation en Algérie. Les normes utilisées pour la caractérisation des deux échantillons d'huiles sont relatives à des essais tirés de l'AMERICAN SOCIETY OF TESTING MATERIALS (ASTM 1986).

Le protocole opératoire de ces essais est décrit dans les normes citées au tableau 7.

Tableau 7 : Identification des différents essais selon les normes utilisées

Analyses	Norme ASTM
Densité	D 128
Densité à 40°C (cst)	D445
Viscosité à 100°C (cst)	D445
Indice de viscosité (IV)	D2270
Viscosité Engler (40°C)	Conversion
Point d'éclair (°C)	D92
Point d'écoulement (°C)	D97
Point d'aniline (°C)	D611
Teneur en eau (%V)	D95
Résidu conradson (%P)	D189
Indice de réfraction (20°C)	D1218
TAN (mg KOH/g)	D664
TBN (mg KOH /g)	D2869
Pouvoir calorifique (Cal/g)	D240
Couleur (%T)	D155
Teneur en cendres sulfatées (%P)	D874

I.2 Caractéristiques des huiles lubrifiantes

a. la viscosité

La viscosité est la résistance qu'oppose le fluide à tout glissement interne de ses molécules les unes sur les autres. C'est une caractéristique essentielle de tout lubrifiant.

On mesure le plus souvent la viscosité cinématique en chronométrant le temps d'écoulement d'huile dans un tube capillaire, l'écoulement se fait uniquement par gravité.

Dans le système CGS, l'unité est le Stokes (cm^2/s) ou le centistockes (mm^2/sec).

La viscosité cinématique V mesurée à l'aide d'un viscosimètre de type Ubbelohde est calculée d'après la formule suivante :

$$V = C - \frac{B}{t}, \quad \text{avec } C : c^{ste} \text{ d'écoulement du viscosimètre.}$$

t : Durée d'écoulement (en secondes).

B : c^{ste} expérimentale.

La viscosité varie faiblement avec la pression mais l'incidence de la température est plus forte ; la viscosité diminue rapidement avec l'augmentation de la température ce qui entraîne la rupture du film lubrifiant avec comme conséquence des phénomènes d'usure et de coulage du moteur (chemise et piston seront alors soudés).

L'augmentation de la consommation d'huile au niveau du moteur est due à une mauvaise étanchéité piston chemise, l'huile pénètre dans la chambre de combustion où elle est brûlée (provoquant des dépôts de coke sur les têtes des pistons).

b. l'indice de viscosité

Il s'agit d'un paramètre qui est le résultat d'un calcul faisant intervenir la viscosité à 40°C et celle à 100°C . Il caractérise la capacité du lubrifiant à conserver constante sa viscosité dans une large gamme de température.

Plus le nombre est élevé, moins la viscosité varie avec la température.

DEAN et DAVIS ont sélectionné deux gammes d'huiles étalons :

- l'une est H de type paraffinique ou de Pennsylvanie à laquelle ils ont assigné, par définition, $IV = 100$.

- l'autre est L de type asphaltique ou Gulf Coast qui, par convention a un $IV = 0$.

La formule qui nous permet de calculer l'indice de viscosité est :

$$IV = [(L-U) / (L-H)].100 \quad [5]$$

où

U est la viscosité de l'huile mesurée à 40°C.

Il est à noter que ce facteur est lié à la nature de l'huile.

Il est élevé pour les hydrocarbures paraffiniques, moyen pour les naphthéniques et faible pour les aromatiques.

c. la densité

La densité d'une substance à température donnée est le rapport de la masse d'un volume de cette substance à celle du même volume d'eau pris à 4°C ($d_{\text{eau}}=1$). C'est une caractéristique d'identification qui nous permet de déterminer le degré de contamination de l'huile.

Lorsqu'il s'agit d'estimer la densité d'un mélange d'hydrocarbures, on applique la formule d'additivité :

$$d_i = \frac{\sum x_i d_i}{\sum x_i}$$

d_i : densité relative au constituant.

x_i : fraction molaire ou massique ou volumique du constituant i.

d : densité moyenne du mélange.

La densité est mesurée à l'aide d'une picnomètre.

d. Le point d'aniline [12]

C'est la température la plus basse à laquelle, dans un mélange de volumes égaux de produits à essayer et d'aniline pure fraîchement distillée, se manifeste la miscibilité des deux liquides. Cette miscibilité est détectée par l'apparition d'un trouble lors d'un refroidissement lent du mélange.

Cette température est dite aussi, température critique de solubilité (TCS). C'est une valeur qui renseigne sur la nature chimique de l'huile et sa teneur en aromatiques.

Le point d'aniline est d'autant plus élevé que cette teneur est faible.

e. Le point d'éclair

Le point d'éclair ou la température d'inflammation est la température à laquelle les vapeurs du liquide chauffé dans des conditions d'aération déterminées, s'enflamment à l'approche d'une flamme définie.

Les indications les plus précieuses retirées de cette mesure indiquent la présence d'un constituant particulièrement volatil. On peut déceler aussi de très faibles quantités de carburants ou de combustibles dans une huile à moteur.

Le point d'éclair d'une huile altérée thermiquement est plus bas que celui de la même huile à l'état neuf.

f. Les cendres métalliques et cendres sulfatées [2]

La présence d'un métal dans un lubrifiant est aisément détectée par les cendres.

En effet, après combustion, il subsiste des oxydes métalliques qui peuvent être évalués de manière pondérale; cependant, suivant la température de calcination, on obtient des carbonates et des oxydes.

Pratiquement, la prise d'essais est enflammée et brûlée lentement, donnant un résidu charbonneux, qui est calciné dans un four à 775°C jusqu'à combustion complète du carbone.

Des résultats reproductibles sont obtenus en traitant les cendres à l'acide sulfurique après refroidissement, ce qui permet de se référer à des sulfates métalliques bien définis. On obtient alors ce qu'on appelle les cendres sulfatées.

g. Le point d'écoulement [10,13]

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

Avec les méthodes AFNOR NFT 60-105 ou ASTM D97 - 66, on peut déterminer une telle température qui nous permettra de définir les limites de température à respecter dans la mise en œuvre des produits, en particulier dans les régions froides et ce, pour éviter la congélation de l'huile dans le moteur et pour les problèmes de démarrage à froid.

h. La teneur en eau

La teneur en eau doit demeurer selon la norme ASTM D95 voisine de 1%, ce qui constitue le maximum acceptable ; une teneur plus élevée signifie qu'il existe une fuite dans le circuit de refroidissement.

La présence de l'eau dans l'huile peut entraîner la rupture du film lubrifiant.

Il est connu que l'eau est en fait un constituant indésirable dans l'huile. Elle peut inhiber la fonction des inhibiteurs.

i. La teneur en carbone Conradson (RC) [7]

Lorsqu'une huile est portée à température élevée, en atmosphère confinée, les constituants légers se volatilisent alors que les constituants lourds se cokéfient en un résidu charbonneux, que l'on détermine par la méthode du résidu Conradson et que l'on exprime en % de la masse d'huile.

Une telle mesure caractérise la tendance d'une huile à former des dépôts charbonneux lorsqu'elle est soumise à une carbonisation.

Une teneur élevée peut être due à la détérioration des additifs, à un cracking catalytique favorisant une rupture des liaisons C-H ou à une mauvaise

carburation (pauvreté en oxygène) ou injection dans les vieux moteurs (l'huile est mélangée à l'essence). Au dessus de 3% en carbone, l'huile ne peut plus remplir son rôle et doit être éliminée.

j. La teneur en métaux

La mesure d'une telle teneur nous renseigne sur la manière dont s'est faite l'usure de certaines parties du moteur et la dégradation de certains additifs qui sont à base de calcium, magnésium, baryum et zinc.

Toute augmentation brutale de concentration d'un élément dans l'huile indique à coup sûr une anomalie de fonctionnement et chaque métal retrouvé lors de l'analyse peut nous informer sur l'origine et le lieu où s'est faite l'usure.

k. La teneur en asphaltène

L'asphaltène est chimiquement défini comme une fraction pétrolière pouvant provenir d'un pétrole brut, du liquide du charbon ou d'un schiste bitumineux, insoluble dans le normal pentane (norme ASTM D2007- 65T) mais soluble dans certains solvants aromatiques comme le Benzène, le Toluène et le Xylène.

Les asphaltènes seraient aussi des produits d'oxydation des résines alors que les résines seraient des produits d'oxydation de l'huile.

Les asphaltènes sont en partie responsables de la viscosité et la densité élevée des pétroles brut lourds.

l. L'indice de réfraction

Pour un radiation monochromatique donnée, l'indice de réfraction est le rapport des vitesses de transmission respectivement dans le vide et dans le lubrifiant, mesuré en général à 20°C.

Il nous permet de déterminer la répartition moyenne des carbones de l'huile (carbones paraffiniques, naphthéniques, et aromatiques) ; c'est à dire la tendance de l'huile.

Pour les huiles minérales, il est compris entre 1.470 et 1.550.

m. la couleur

Avec les huiles de pétrole, la couleur par transparence va de pair avec le degré de pureté ou de raffinage : huiles noires, rouges, pâles et blanches.

Au cours de leur utilisation, les huiles s'altèrent et deviennent de plus en plus foncées. Cette propriété est mesurée à l'aide d'un colorimètre.

n. la dilution [3]

Cette mesure nous permet de déterminer la teneur en carburant non brûlé dans l'huile usagée (pollution).

Une première détection peut être faite par la mesure de la viscosité. Cette caractéristique n'est pratiquement pas affectée si la dilution est $\leq 0.5\%$ en

volume. Dans le cas contraire, il y a lieu de rechercher la proportion de carburant ou de combustible dans l'huile au moyen des méthodes classiques (AFNOR pour l'essence).

Une dilution de 2 à 3% peut être acceptée pour un moteur ayant 1000 heures ou plus de service .

o. le pouvoir calorifique

C'est un test normalisé qui nous donne une idée sur les propriétés combustibles de l'huile. Avec l'usure l'huile perd certaines de ses propriétés. Elle peut alors être retraitée et utilisée comme combustible si elle a un grand pouvoir calorifique (10000 Cal/g).

p. le TAN [7]

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

Les produits acides se rencontrent surtout dans les huiles usagées oxydées, sous forme d'acides organiques (oxydation des hydrocarbures) et inorganiques (en plus faible quantité, qui trouvent leur origine dans le soufre de gas-oil ou dans le chlore des additifs).

La détermination de cet indice permet donc de suivre l'oxydation de l'huile.(voir annexe2).

p. Le TBN [7]

L'indice de base est le nombre de milligrammes de potasse correspondant à la quantité d'acide nécessaire pour neutraliser les constituants.

Cet indice permet la détermination de la réserve de l'alcalinité d'une huile.

Une diminution d'un tel indice est due à la longue durée de service d'une huile.

1.3. Caractéristiques de l'huile neuve SAE 20W50

1.3.1. Analyse physico- chimique de l'huile neuve

Il est nécessaire de procéder à une analyse physico-chimique d'une huile neuve, afin de déterminer le degré de contamination et l'état de pureté d'une huile usagée.

Pour cela, nous avons déterminé les différentes caractéristiques physico-chimiques de l'huile neuve par le biais d'essais normalisés. Les résultats sont regroupés dans le tableau 8.

Tableau 8 : Analyse physico- chimique de l'huile neuve

Caractéristique	HN 20W50
Densité d_4^{20}	0.8707
Viscosité (à 40°C)	173.43
Viscosité (à 100°C)	18.52
Indice de viscosité	118.84
Viscosité Engler (à 40°C)	23
Indice de réfraction (à 20°C)	1.4838
Couleur (%T)	95
Point d'aniline (°C)	95
Point d'éclair (°C)	180
Teneur en eau (% V)	0
Point d'écoulement (°C)	-10
T.A.N (mg KOH/g)	2.44
T.B.N (mg KOH/g)	5.64
Teneur en asphaltènes (%P)	5.8
Cendres sulfatées (%P)	0.1
Résidu Conradson (%P)	0.99

1.3.2. Tendances chimiques d'une huile neuve

Du fait de l'importance que revêt la tendance chimique de l'huile neuve, nous procédons, ici, à la détermination de la composition de l'huile neuve. Nous utilisons, pour cela, la méthode n.d.Pa.

a. la méthode n.d.Pa

C'est une méthode qui se base sur la mesure de la densité, de l'indice de réfraction, du point d'aniline et sur l'utilisation des relations linéaires données en annexe N°3.

Les résultats obtenus sont les suivants :

$$\%C_A=8.46.$$

$$\%C_N=18.82.$$

$$\%C_P=75.72.$$

Conclusion

D'après les résultats obtenus et vu la prépondérance de paraffines (75.72%). Nous concluons que l'huile neuve a une tendance paraffinique. Ceci vérifie ce qui a été dit en théorie, comme quoi les paraffines améliorent les propriétés des huiles lubrifiantes, ce qui explique leur présence, en quantité, dans les huiles moteurs commercialisées.

La connaissance de la tendance chimique, nous permet de choisir le solvant approprié pour effectuer la dilution de l'huile ; dans notre cas, nous préconisons l'heptane comme solvant afin de mesurer les pourcentages de transmission.

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

En cours de fonctionnement d'un moteur, le lubrifiant subit, souvent, des écarts élevés de température. Il est donc impératif de connaître l'évolution de la viscosité avec l'élévation de température de 20°C à 100°C, domaine dont lequel le moteur est appelé à travailler (les essais, effectués à des températures allant au delà de 100°C, ont confirmé la continuité de la courbe obtenue).

Une telle étude nous permet de voir si notre huile peut assurer correctement les tâches qui lui sont assignées pendant le fonctionnement du moteur. Les résultats sont représentés par le tableau 9.

Tableau N°9 : Variation de la viscosité de l'huile neuve avec la température.

T (°C)	20	40	60	80	100
V(cst)	498.66	173.48	81.73	28.60	18.52

L'allure de la courbe $V = f(t)$ figure N°1, est la même que celle des liquides en général ; en utilisant le logiciel "Excel", la variation de la viscosité peut être représentée par l'équation suivante :

$$V(\text{cst}) = 5 E - 05 T^4 - 0.0144 T^3 + 1.5052 T^2 - 72.378 T + 1451.3 \quad (R^2 = 1)$$

où :

$$E = 10$$

R^2 : coefficient de régression linéaire.

Il est nécessaire de ne pas descendre en dessous d'une certaine valeur, sous peine d'obtenir une rupture du film lubrifiant. La viscosité à 100°C est appréciée en fonction des limites SAE, pour la SAE 50, la viscosité doit être supérieure à 16.3 cst

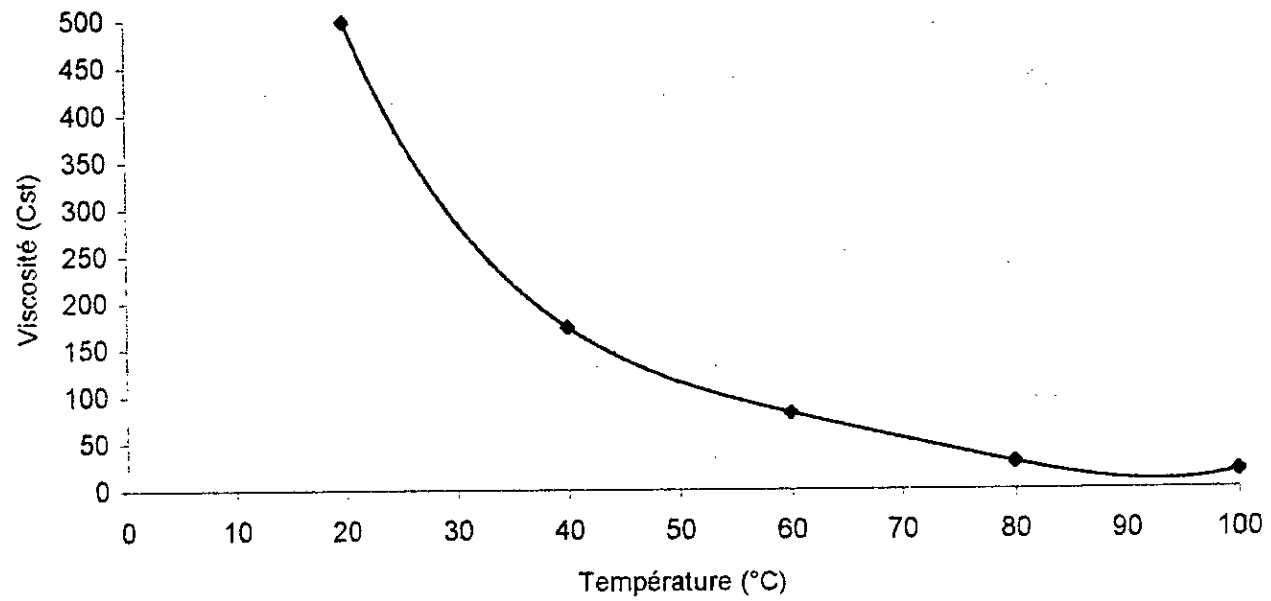


Figure N°1: Variation de la viscosité de l'huile neuve en fonction de la température.

1.3.4. Analyse des métaux en trace dans l'huile neuve

La spectrométrie d'émission nous a permis de déterminer les teneurs en métaux contenus dans l'huile neuve.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 10, les unités sont exprimées en ppm.

Tableau 10 : Teneur en métaux contenus dans l'huile neuve.

Métaux	Na	Zn	Ca	Fe	Cu	SiO₂	Cr	Al	Pb
HN20W50	>200	>250	17.92	-	-	-	-	4.64	-

Les éléments métalliques que nous avons trouvé dans l'huile neuve peuvent entrer dans la composition des additifs.

1.4. Caractérisation de l'huile usagée

1.4.1. Caractéristiques du moteur

Le véhicule utilisé est une POLO. L'année de mise en service est 1995. Le moteur essence est disposé à l'avant. Il est spécifié par un certain nombre de caractéristiques géométriques et mécaniques :

- Alésage : 75 mm.
- Course : 59 mm.
- Cylindre : 1043 cm³.
- Carburateur : à réglage électronique.
- Puissance fiscale : 45 CV, 33 KW.
- Taux de compression : 10.

régime de marche du moteur

- Vitesse moyenne de fonctionnement : 80Km/h.
- Type de trajet :
 - Ville : 40%.
 - Autoroute : 60%.
- Kilométrage journalier : 100.

1.4.2. Echantillonnage

Cette opération préalable à tout essai est capitale. Un échantillon valable doit représenter fidèlement le produit.

Pour cela, nous avons veillé à ce que le matériel de prélèvement et de transfert soit absolument propre, étanche, sec et exempt de toute trace de solvants de nettoyage.

Les prélèvements d'échantillons sur les lubrifiants neufs font l'objet de la norme ASTM, tandis que les prélèvements des lubrifiants en cours de service ne font l'objet d'aucune norme.

Le lieu de prélèvement variera selon ce que l'on veut rechercher. Dans notre cas, le prélèvement se fera à la base du carter. Avant de le remplir par une huile neuve SAE 20W50, nous avons procédé au rinçage du moteur avec deux litres d'huiles neuve 20W50 pendant 10 minutes, et ce afin d'éliminer toute trace d'huile usagée résiduelle de la vidange précédente. Au même temps, nous avons changé le filtre à huile.

Le prélèvement a été effectué après 1000 Km dans les conditions cités précédemment.

1.4.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée

L'analyse des huiles moteurs usagées permet d'établir un diagnostic précis sur le degré de contamination des huiles neuves mises en service.

Un tableau récapitulatif (tableau 11) résume l'évolution des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée par rapport aux caractéristiques de l'huile neuve.

Tableau 11 : Analyse physico-chimique de l'huile usagée

Caractéristiques	HN 20W50	HU 20W50
Densité	0.8707	0.8909
Viscosité à 40°C	173.43	123.72
Viscosité à 100°C	18.52	15.77
IV	118.84	127.33
Viscosité Engler à 40°C (cst)	23	16.5
Indice de réfraction	1.4838	1.4868
Couleur (%T)	95	55
Point d'aniline (°C)	95	80
Point d'éclair (°C)	180	140
Teneur en eau (%V)	0	0
Point d'écoulement (°C)	-10	-25
T.A.N (mg KOH/g)	2.44	5.09
T.B.N (mg KOH /g)	5.64	3.65
Teneur en asphaltènes (%P)	5.80	21.71
Cendres sulfatées (%P)	0.100	1.590
Résidu conradson (%P)	0.99	1.78
Pouvoir calorifique (Mj/Kg)	43.19	42.96

Commentaires :

a. la densité

L'augmentation de la densité de l'huile neuve au cours de son fonctionnement pourrait provenir :

- * du dépôt des particules métalliques provenant de l'usure des pièces,

- * du dépôt de carbone dû au cracking de l'huile,

- * à la présence de produits d'oxydation des hydrocarbures dans le cas d'une huile minérale.

b. La viscosité

La chute de viscosité de l'huile usagée par rapport à l'huile neuve peut être due soit à :

- * une injection mal réglée, donc une entrée importante de gas-oil,

- * une dégradation des améliorants d'indice de viscosité,

- * un cracking catalytique des hydrocarbures lourds en chaînes courtes

- de faible viscosité,

c. Le point d'aniline

L'abaissement au point d'aniline peut être expliqué par la diminution du taux de paraffines et par une éventuelle cyclisation de ces derniers.

d. Le carbone Conradson

On note une augmentation du carbone Conradson, ceci peut être dû :

- * aux résidus de cracking catalytique des molécules à longues chaînes

- hydrocarbonées,

- * à la dégradation des additifs détergents - dispersants, dont le rôle est

- d'éviter l'agglomération des fines particules solides et de les maintenir en suspension,

- * à la présence de produits d'oxydation essentiellement les asphaltènes

- et les résines,

- * à la présence d'autres polluants tels que les poussières atmosphériques.

e. Le point d'écoulement

La diminution de cette température peut trouver son explication dans le fait que notre huile a subi des conditions intenses de température et de forces mécaniques qui ont donné lieu à une dégradation des additifs améliorant le point de congélation.

f. Le point d'éclair

L'abaissement du point d'éclair confirme la présence d'un constituant volatil (carburant). Ceci vérifie ce qui a été dit en théorie, comme quoi le point d'éclair

d'une huile altérée thermiquement est plus bas que celui de la même à l'état neuf.

g. La dilution

Il nous a été impossible de faire ce test qui nous aurait permis de connaître la quantité d'essence diluée dans l'huile, mais nous avons pu confirmer qu'il y a eu dilution à partir des autres résultats tel que: l'apparition du plomb (contamination par l'essence), l'abaissement du point d'éclair, et l'augmentation des cendres sulfatées (le soufre est apporté par le combustible).

h. Le TAN

L'augmentation de l'indice d'acide s'explique par les phénomènes suivants :

- * l'oxydation de l'huile,
- * la précipitation des additifs d'alcalinité (formation de produits sulfuriques),

i. Le TBN

La diminution de l'indice de basicité s'explique par une dégradation des additifs détergents - dispersants due à la neutralisation des acides formés au cours du fonctionnement du moteur. Au delà de 50% de diminution par rapport au TBN de l'huile neuve, l'huile ne peut pas assurer son rôle convenablement.

j. La teneur en cendres sulfatées

En service, le lubrifiant va rencontrer un certain nombre de gaz plus au moins agressifs issus de la combustion.

En effet, le soufre apporté par le combustible réagit avec l'oxygène de l'air au moment de la combustion pour former des gaz sulfureux. Bien que la plupart de ces gaz partent à l'échappement, une partie de ceux-ci vient au contact avec la vapeur d'eau, formée aussi au moment de la combustion et forme ainsi des produits sulfureux.

k. La teneur en asphaltènes

L'augmentation de la teneur en asphaltènes dans l'huile indique la présence de résines, ce qui traduit une forte oxydation.

l. La teneur en eau

On constate qu'il n'y a pas eu variation de la teneur en eau dans l'huile usagée, elle est nulle pour les deux huiles ce qui dénote la bonne étanchéité du moteur.

m. L'indice de réfraction

La détermination de l'indice de réfraction a permis et ce, par application de la méthode n.d.Pa, de suivre l'évolution de la tendance chimique de l'huile usagée.

n. La couleur

L'huile usagée est de couleur noire opaque. La détérioration de la couleur peut s'expliquer par la formation de substances oxydées comme les asphaltènes caractérisés par leur poids moléculaire élevé et leur faible température d'ébullition ainsi que par la présence de résines.

o. Le pouvoir calorifique

Le pouvoir calorifique a diminué, mais pas d'une façon très significative. Ceci prouve que quelque soit le régime du moteur ou sa durée de fonctionnement, les propriétés combustibles sont pratiquement intactes.

1.4.4. Composition de l'huile usagée

De la même manière que pour l'huile neuve, nous utilisons la méthode n.d.Pa et nous trouvons :

$$\%C_A = 6.80.$$

$$\%C_N = 34.55.$$

$$\%C_P = 58.65.$$

Nous voyons de ce qui précède, que notre huile usagée qui avait une tendance paraffinique très prononcée à l'état neuf, a diminué en pourcentage, mais en gardant

toujours la même tendance. Cette diminution peut être expliquée par le cracking des longues chaînes hydrocarbonées sous l'effet de la haute température.

1.4.5. Variation de la viscosité d'une huile usagée avec la température

Notre huile usagée étant issue du carter de notre véhicule, cette analyse nous permettra de connaître le comportement de cette huile dans le moteur voire si peut encore assurer les rôles qui lui sont assignés.

Nous obtenons alors le tableau 12.

Tableau 12 : Variation de l'huile neuve et l'huile usagée avec la température

T (°C)	20	40	60	80	100
Viscosité de l'HN	498.66	173.48	81.73	28.60	18.52
Viscosité de l'HU	313.42	123.72	45.00	23.12	15.77

La courbe viscosité de l'huile usagée en fonction de la température (figure N°2) est de même type que pour l'huile neuve. Elle peut être représentée par l'équation suivante :

$$V(cst) = 3 E - 06 T^4 - 0.0017 T^3 + 0.3172 T^2 - 24.00 T + 680.07 \quad (R^2 = 1)$$

En superposant nos deux courbes (figure N°3), nous constatons que celle de l'huile usagée se trouve en dessous de celle de l'huile neuve ; cela veut dire que la viscosité de l'huile usagée varie plus rapidement que celle de l'huile neuve. Cette différence de viscosité peut être due à la détérioration des additifs améliorant l'indice de viscosité (ce qui expliquerait le changement de couleur de l'huile à la fin de l'étude de la variation de la viscosité avec la température, et ce, par rapport, à la couleur de l'huile initiale, ainsi que l'odeur de brûlé dégagée par notre huile).

1.4.6. Analyse des métaux en trace dans l'huile usagée

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 [14].

En effet, lors du fonctionnement normal, certaines pièces du moteur s'usent lentement. On trouve donc dans le lubrifiant des traces infimes des différents métaux entrant dans la composition des différentes pièces du moteur :Al, Cr, Cu, Fe, . . . etc

les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 13.

Tableau13 : Teneur en métaux (ppm) .

Métaux	Na	Zn	Ca	Fe	Cu	SiO ₂	Cr	Al	Pb
HN 20W50	>200	>250	17.92	-	-	-	-	4.64	-

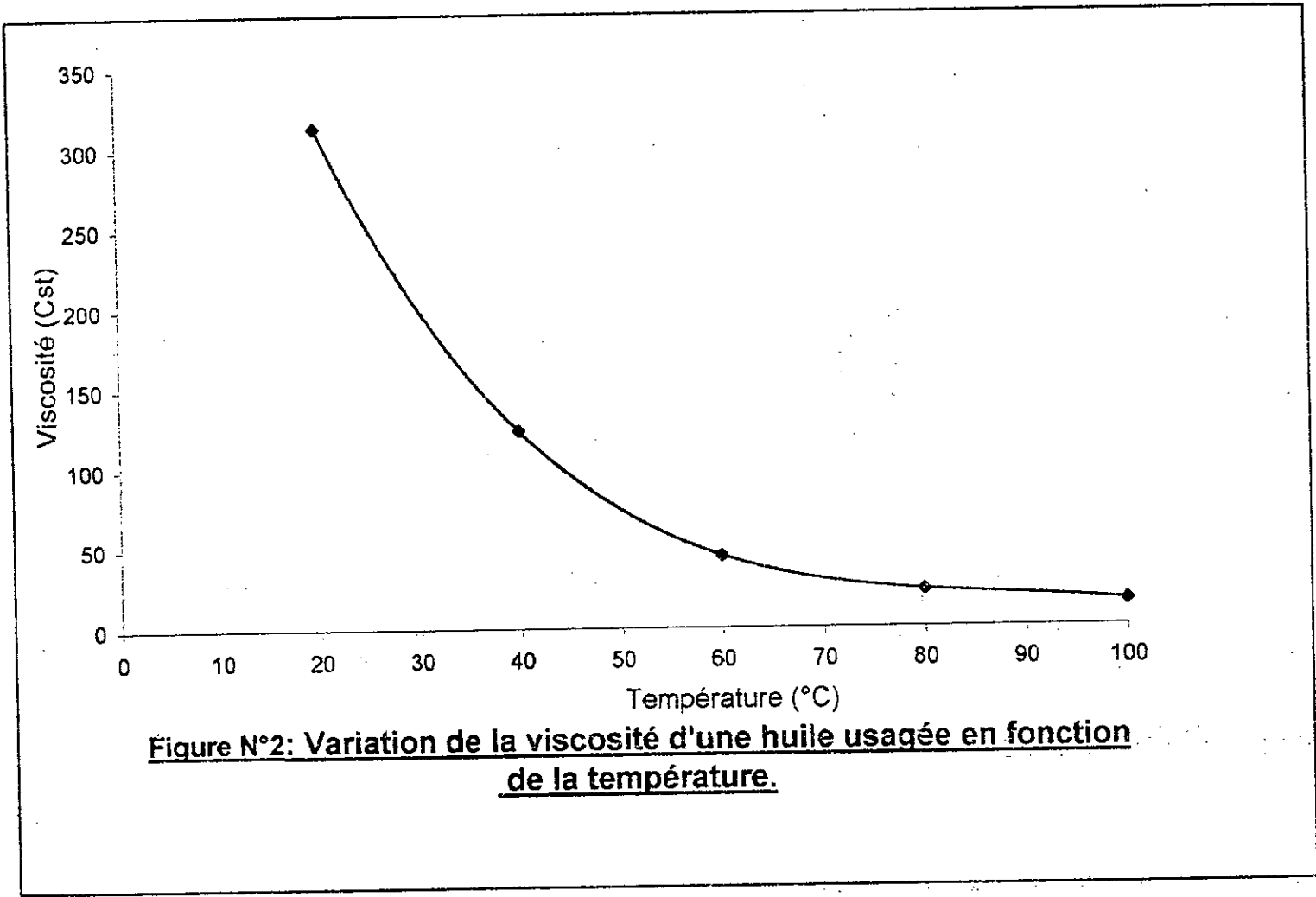


Figure N°2: Variation de la viscosité d'une huile usagée en fonction de la température.

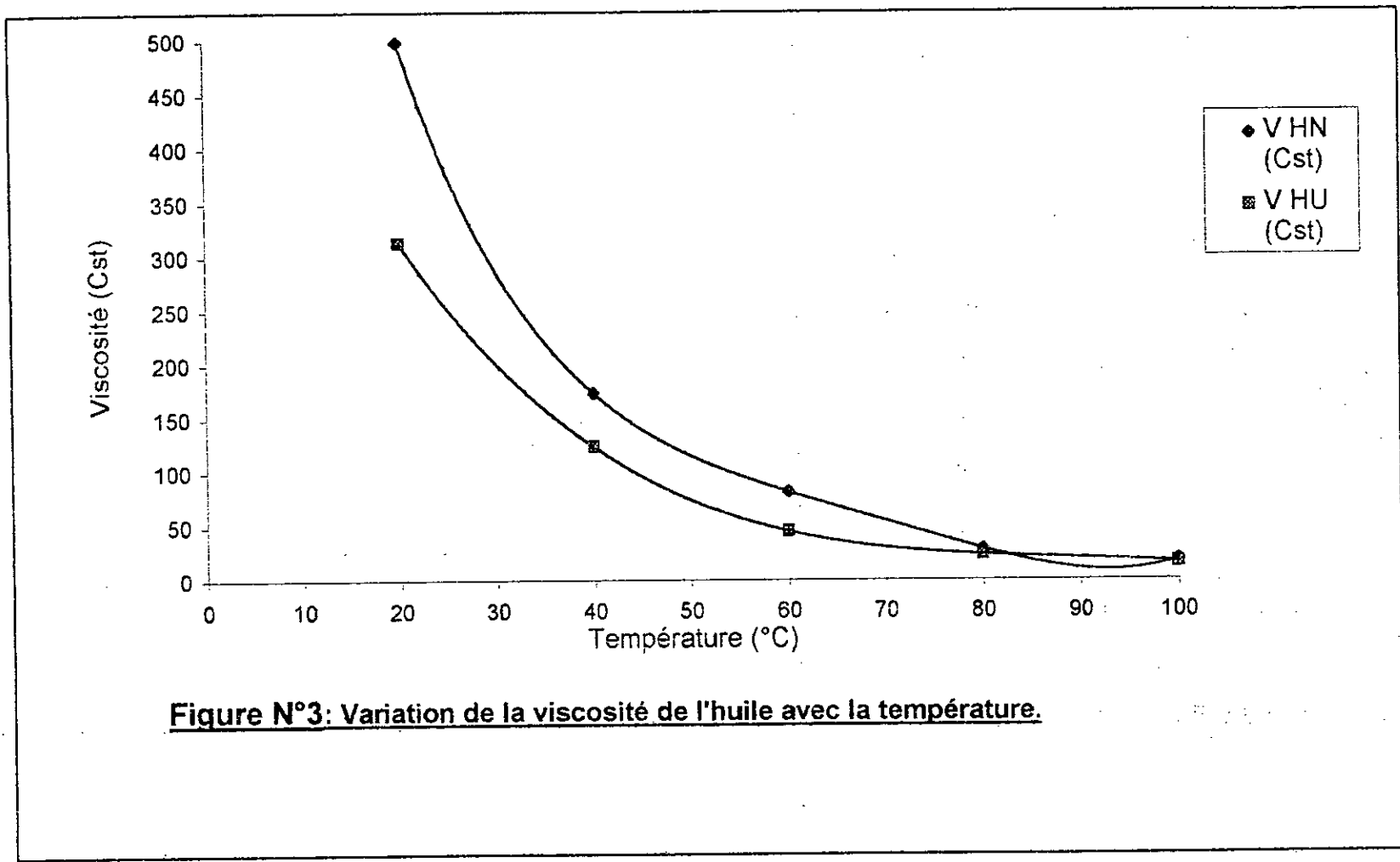


Figure N°3: Variation de la viscosité de l'huile avec la température.

Chapitre 1 Analyse physico- chimique de l'huile neuve SAE 20W50 et de l'huile usagée

HU 20W50	46.50	>250	45.45	12.66	1.52	111.8	0.03	53.35	10
-----------------	-------	------	-------	-------	------	-------	------	-------	----

En plus des éléments métalliques provenant des additifs présents en teneurs relativement importantes, l'huile usagée contient des métaux lourds qui sont le plomb, le fer, le chrome, etc.

Le plomb pourrait provenir principalement de la pollution de l'huile par l'essence à base de tétraéthyle de plomb.

Le fer pourrait provenir de l'érosion des pièces du moteur en fonte et en acier.

L'aluminium peut avoir comme origine l'usure des pistons et d'autres métaux divers.

Le cuivre et le chrome proviendraient de l'usure des coussinets et des paliers. Ce sont des alliages d'autres métaux qui entrent dans la composition des organes du moteur.

Les autres métaux présents dans l'huile sont aussi le résultat de l'usure et de la corrosion.

CHAPITRE II
CHOIX DE
L'ADSORBANT

II.1. Généralités [15]

La régénération des huiles usagées par percolation utilise comme adsorbant des terres décolorantes naturelles ou activées à base de silicate d'alumine de diverses formes.

Les argiles ou les terres décolorantes ne sont jamais pures mais souvent accompagnées d'impuretés minérales (quartz, mica, calcite, . . .etc).

La majorité des terres décolorantes ont un pouvoir de sorption naturel après séchage trois fois plus élevé que celui de la terre naturelle. Par contre, d'autres sorbants n'ont aucun pouvoir décolorant naturel mais sont susceptibles d'acquérir une puissance considérable de décoloration par activation à l'acide sulfurique ou chlorhydrique à chaud (90°C).

Les argiles ont des pouvoirs de sorption de certains cations et anions dans certaines conditions d'échange.

II.2. La bentonite [16]

La bentonite est l'une des dénominations techniques de la montmorillonite. Celle-ci se compose d'unités structurales qui sont faites de deux couches de tétraèdres de silicium entre lesquelles est disposée une couche centrale d'octaèdres d'aluminium (Al).

Les sommets des tétraèdres sont orientés vers la couche d'octaèdres.

La bentonite est une roche tendre, friable, très onctueuse au toucher, sa teinte est blanche, grise ou légèrement teintée de bleu. Elle a un grand pouvoir gonflant (5 à 30 fois en volume) et possède des propriétés plastiques.

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

- *sa capacité d'échange d'ions (142.28 mg/100 g),
- *son affinité adsorptionnelle aux liquides polaires,
- *son pouvoir gonflant exceptionnel et son caractère colloïdal.

La bentonite utilisée est fournie par l'E.N.O.F, elle provient de la mine de M'zila à Mostaganem.

C'est une bentonite de charge utilisée notamment pour la fabrication de pesticides et dans l'agriculture.

Sa densité est de 2.66, sa coloration est brun clair, sa composition chimique est donnée dans le tableau 14.

Tableau N°14 : Composition chimique de la bentonite

SiO ₂	Al ₂ O ₂	Fe ₂ O ₂	Mgo	Cao	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₂	Cr	PAF
56.62	16.44	4.32	3.21	1.39	2.70	0.78	0.47	0.11	0.02	12.50

Nous observons d'après le tableau précédent, que la teneur en silice est importante (56.62%) ; alors que les pourcentages en Mgo, Cao, sont assez faibles.

Le taux du rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ égal à 3.44, est caractéristique de la montmorillonite, lorsque celui-ci se situe entre 2 et 5.5.

Le diamètre moyen de surface a été déterminé par l'étude du tamisage et a été évalué approximativement à 692 μm .

II.3. Traitement de la bentonite

Afin de poursuivre les travaux des projets de fin d'études effectués jusqu'à aujourd'hui, nous avons opté pour la bentonite activée thermiquement sous une température de 200°C.

Avant de procéder à la percolation, nous avons dû faire subir à la bentonite le traitement suivant :

a. le concassage

Il s'agit de réduire la taille de la roche.

b. le broyage

C'est une opération de fragmentation mécanique effectuée dans un broyeur électrique.

c. le tamisage

C'est une méthode qui permet la séparation des particules en tenant compte de leur grosseur.

La fraction retenue est de 450 μm à 1mm (selon les résultats expérimentaux précédents).

d.l'activation thermique

La charge retenue subit une déshydratation à l'étuve sous une température de 220°C durant 10 heures.

Cette opération permet l'augmentation de la capacité sorptionnelle.

CHAPITRE III
TRAITEMENT DE
L'HUILE USAGÉE

III.1. Procédure expérimentale au laboratoire

Le traitement sur colonne analytique consiste à faire passer une huile usagée déshydratée et dé-essenciée à 150°C par flash à travers un lit de bentonite - bien tassé - activée thermiquement sous $T=220^{\circ}\text{C}$ dans le but d'obtenir une huile régénérée sous forme de fractions successives.

Le lit de 40cm de hauteur est surmonté d'une hauteur d'huile fixe de 10cm, pour cela l'alimentation en discontinue est préconisée.

Les analyses physico-chimiques des fractions recueillies nous permettront de déterminer :

- * la qualité de l'huile régénérée ;
- * le temps de saturation de la bentonite ;
- * l'évolution de la cinétique de régénération ;

L'appareillage sur lequel nous avons effectué le test est représenté par le schéma N°1. Il est à noter que les conditions opératoires décrites ci dessous sont fixes durant toute la période du projet.

- * température d'expérience : 20°C.
- * hauteur du lit : 40cm.
- * diamètre de la colonne : 1.2cm.
- * hauteur de l'huile : 10 cm.
- * la quantité de la bentonite : 50g.

III.2. Première série d'expériences

Cette première série consiste à faire passer l'huile usagée (déshydratée et dé-essenciée) , à travers un lit de bentonite.

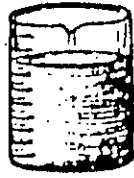
Les analyses qui ont été effectuées sur les fractions d'huile régénérée sont :

- * la densité,
- * la couleur,
- * le carbone conradson (%P).
- * la viscosité à 100 et 40°C

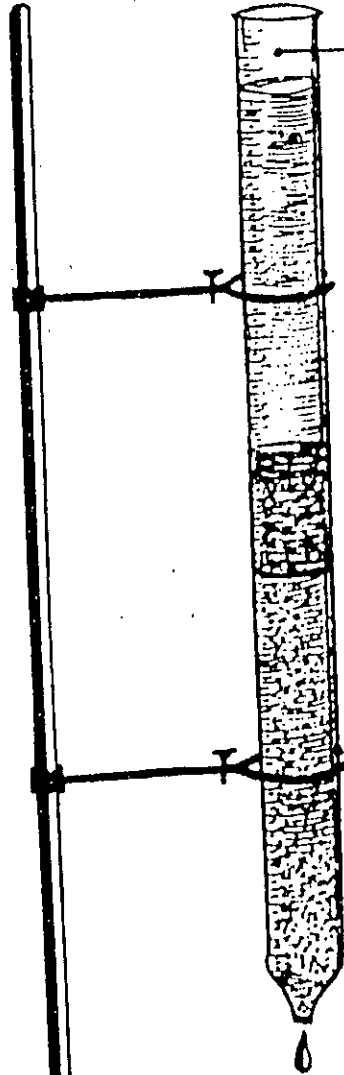
Les résultats sont regroupés dans le tableau 15 suivant :

Tableau 15 : Caractéristiques physico-chimiques de HR

Caractéristiques	HR1	HR2	HR3	HR4	HR5	HN	HU
Densité	0.8884	0.8886	0.8887	0.8910	0.8948	0.8707	0.8909
Viscosité à 40°C (cst)	121.85	120.93	120.04	119.20	118.00	173.43	123.72
Viscosité à 100°C (cst)	14.45	14.30	14.21	14.10	14.04	18.52	15.77
Carbone Conradson (%P)	1.30	1.55	1.63	1.66	1.72	0.99	1.78
Couleur (%T)	72	62	60	57	55	95	55
Temps (h)	53	76	143	167	191	-	-

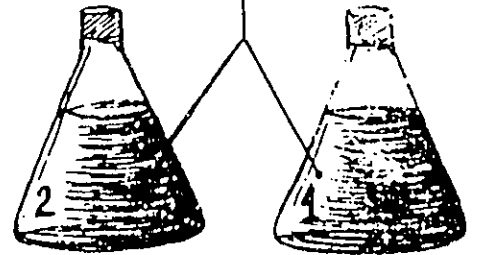


ALIMENTATION DISCONTINUE



COLONNE ANALYTIQUE

FRACTIONS D'HUILE TRAITÉE



L'HUILE TRAITÉE

DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Commentaire

Nous avons obtenu, pour cette première étape, un échantillon de couleur marron semblable à celle de l'huile usagée. L'étude des résultats obtenus montre :

- * une diminution de la densité des échantillons récupérés par rapport à l'huile usagée, mais une augmentation en fonction du temps de la percolation ce qui implique une saturation de la bentonite en métaux d'usure et en produits de cracking (figure N°4),
- * la viscosité des fractions d'huiles régénérées est plus faible que celle de l'huile usagée. Ceci est peut être dû à l'adsorption des additifs améliorant la viscosité ainsi que les produits d'oxydation qui ont épaissi l'huile usagée (figure N°5).
- * une augmentation du carbone Conradson qui révèle la saturation progressive des sites actifs de la bentonite ; de ce fait, les matières charbonneuses responsables de l'augmentation du taux de carbone ne sont plus retenues par la bentonite (figure N°6).
- * une amélioration nette de la couleur notamment pour les premiers échantillons recueillis (75%). Cela est dû à l'adsorption des particules d'oxydation qui donnent une couleur noire à l'huile. Cependant, le pourcentage en transmission diminue en fonction du temps de percolation jusqu'à devenir inférieur à celui de l'huile usagée (figure N°7). Nous pouvons expliquer cela par la saturation des sites actifs de la bentonite,

Conclusion

Les propriétés essentielles de l'huile régénérée se sont améliorées, lors de cette première série d'expérience. Nous constatons aussi que le lit de bentonite a subi une saturation assez lente.

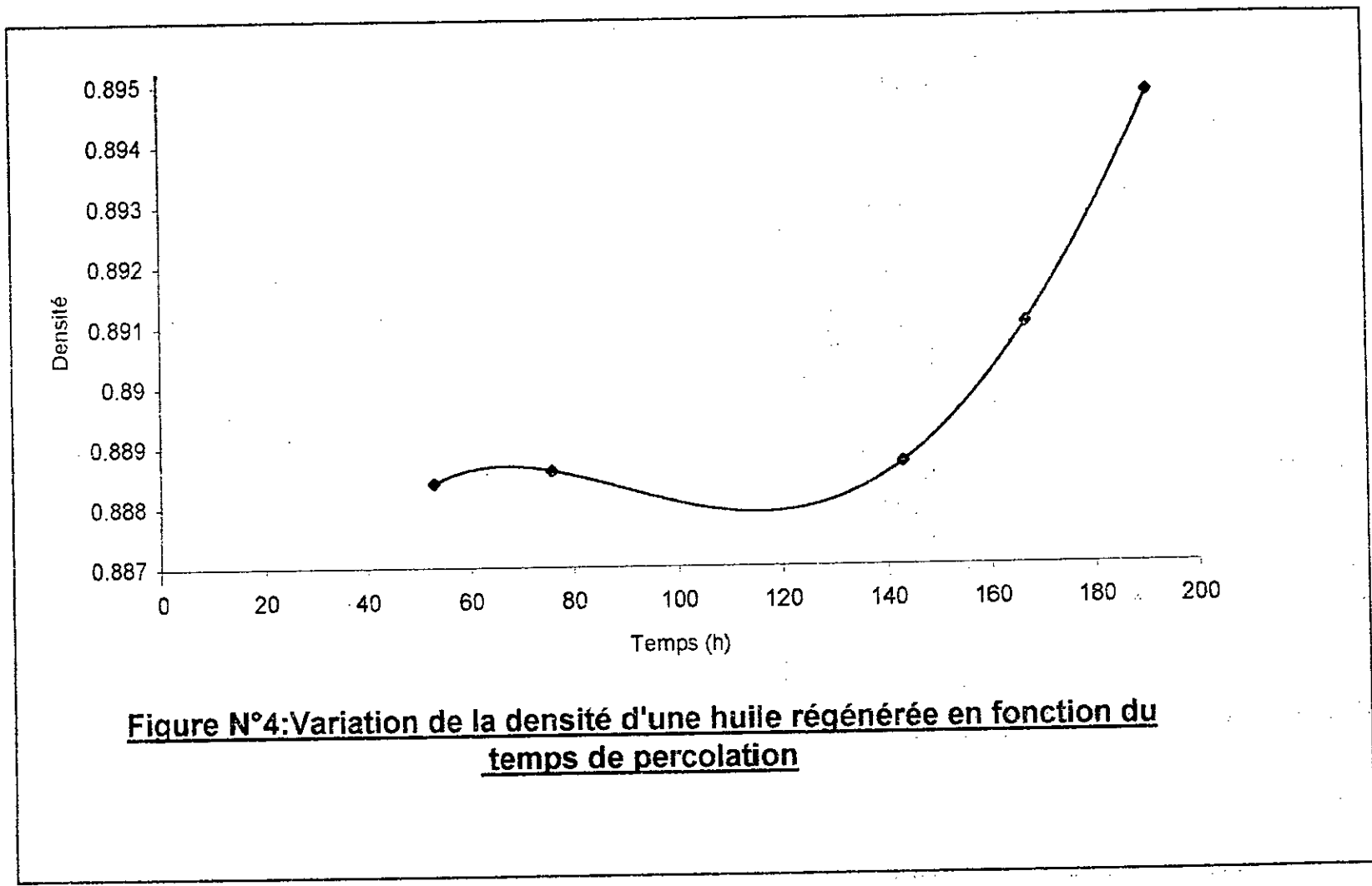


Figure N°4: Variation de la densité d'une huile régénérée en fonction du temps de percolation

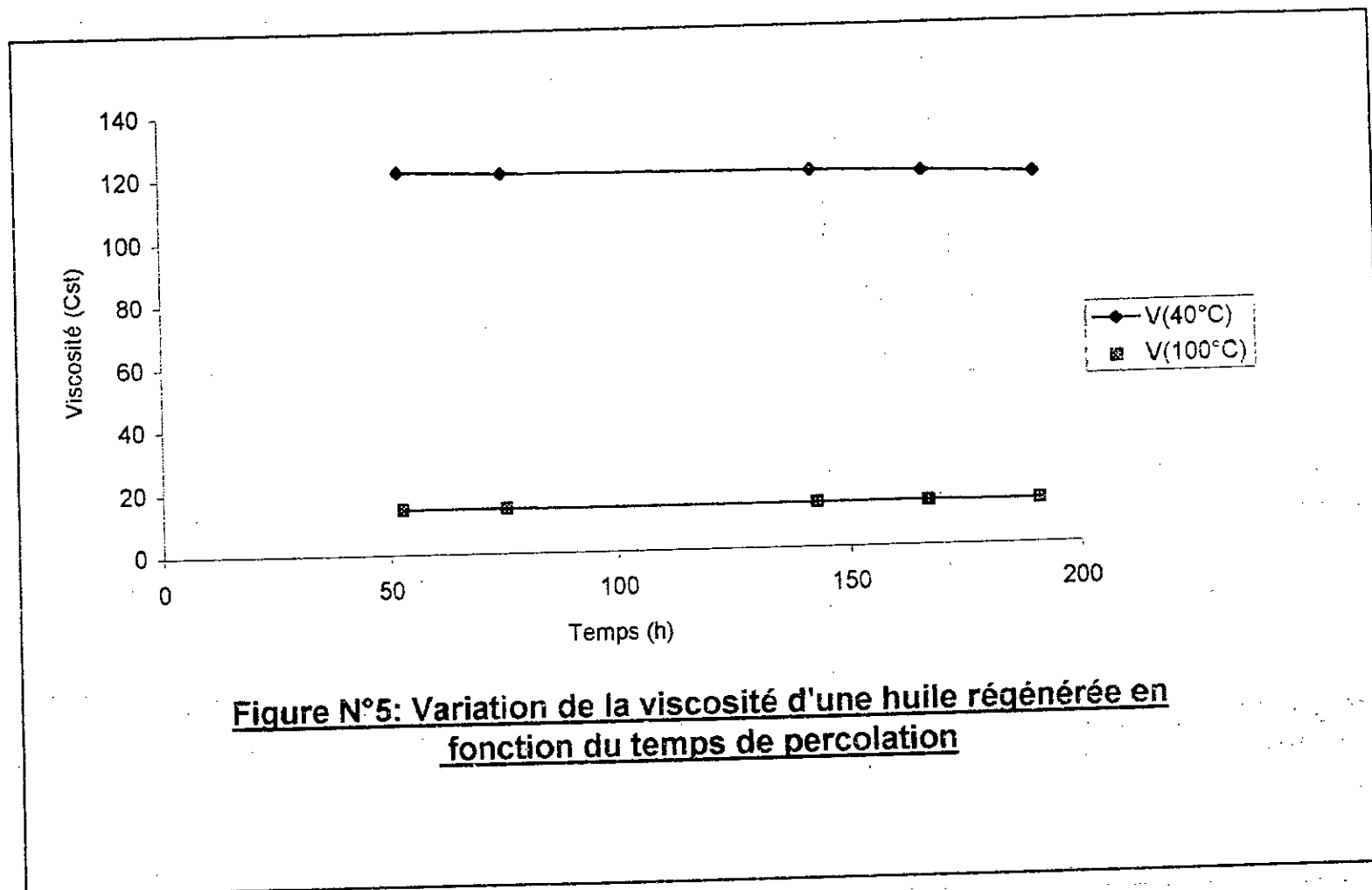
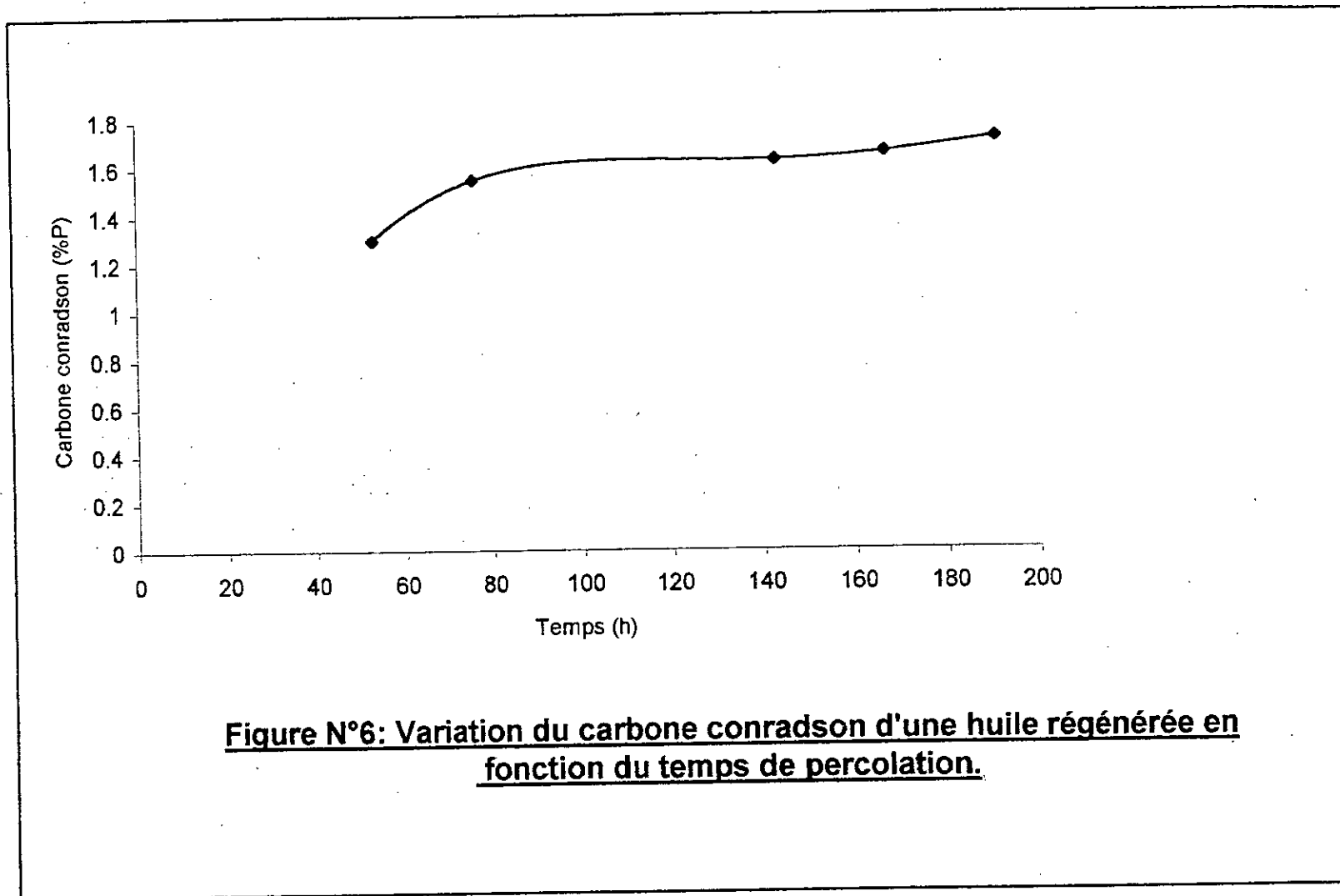


Figure N°5: Variation de la viscosité d'une huile régénérée en fonction du temps de percolation



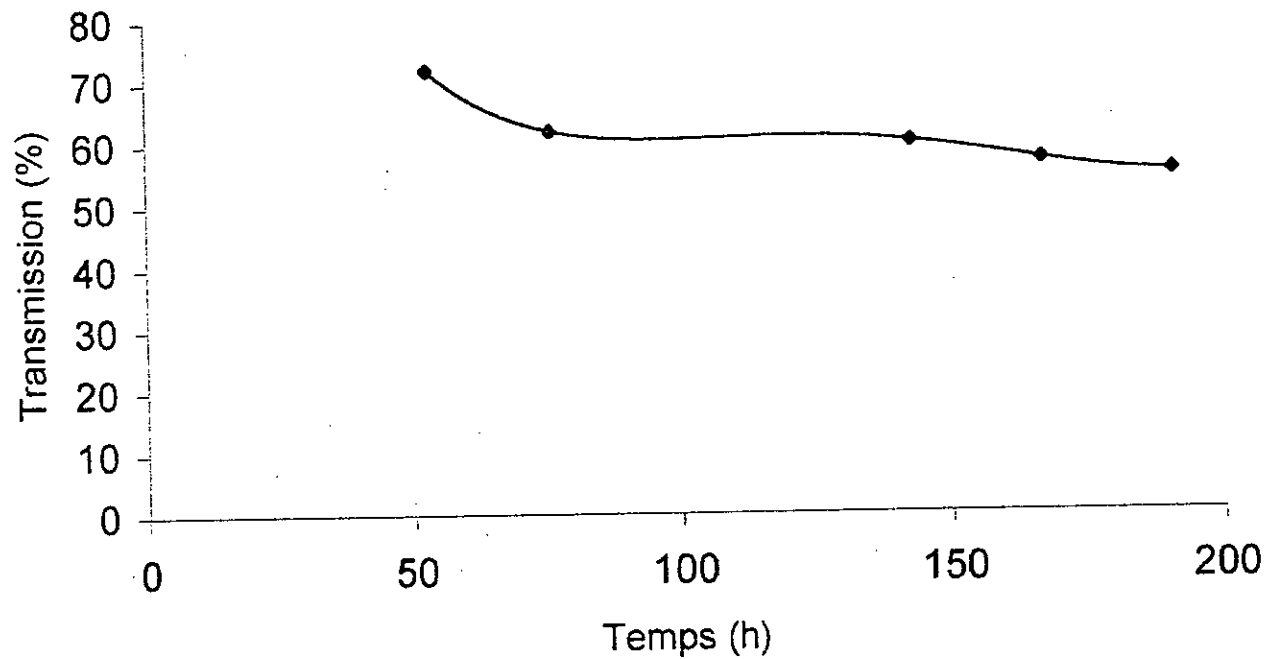


Figure N°7: Variation de la couleur d'une huile régénérée en fonction du temps de percolation.

III.3. Deuxième série d'expériences

Dans le but d'obtenir un meilleur rendement, nous avons opté pour un prétraitement de l'huile usagée avant percolation.

Nous avons donc choisi un prétraitement dans lequel nous éliminons les impuretés et les produits d'oxydation, éventuellement, les produits volatils, sans que nous nous attaquions à la structure moléculaire de l'huile. Pour cela, deux types de distillation ont été mis en œuvre pour recueillir et analyser les différentes fractions. Nous citons :

- La distillation fractionnée atmosphérique,
- La distillation sous vide,

Ces deux opérations permettent la séparation et le fractionnement de l'huile usagée et ainsi l'obtention de plusieurs fractions différenciées par une ou plusieurs propriétés physiques.

III.3.1 La distillation atmosphérique :

Ce type de distillation consiste à chauffer un liquide jusqu'à son point d'ébullition puis à condenser les vapeurs produites, en repérant la température pour différents volumes condensés [8].

Toutes les conditions opératoires et l'appareillage (annexe 4) sont normalisés

Des corrections de pression sont effectuées si celle-ci s'écarte de plus de 10 millimètres de la pression atmosphérique (760 mm de mercure).

Les conditions opératoires sont les suivantes :

- * volume de la charge : 400 ml,
- * domaine de température : 76-400 °C où 76°C représente le point initial : température à laquelle la première goutte tombe du condenseur et 400°C représente le point final : température maximale relevée au cours de la distillation qui coïncide avec les premiers signes de décomposition thermique détectée par une variation irrégulière de la température.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 16 :

Tableau 16 : Fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile usagée

N° de fraction	Domaine de température (°C)	Volume recueilli (ml)	% Volumique
1	76 363	40	10
2	363 378	40	10
3	378 388	40	10
4	388 395	40	10
5	395 400	40	10
6	400	200	50

Les analyses effectuées sur les différentes fractions recueillies sont :

- * l'indice de réfraction (n^{20}),
- * la densité (d_4^{20}),
- * le point d'aniline (Pa),

D'autres caractéristiques ont été déterminées en utilisant des corrélations (voir annexe N° 5). Citons :

- * la viscosité à 40°C (V40),
- * la viscosité à 100°C (V100),
- * le pouvoir calorifique (PC),

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau 17 et schématisés par les figures N°8 et 9.

Tableau 17: Caractéristiques des différentes fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile usagée

N° Fraction	Teb (°C)	n^{20}	d_4^{20}	Pa (°C)	M (g/mole)	PCS (Mj/Kg)	V (40°C)	V (100°C)
1	219.5	1.4707	0.8430	45	161	42.72	1.8	1.5
2	370.5	1.4736	0.8514	77	318	43.18	11.8	4.5
3	383.0	1.4747	0.8579	79	336	43.16	15.3	5.7
4	391.5	1.4748	0.8596	82	349	43.19	18.1	6.7
5	397.5	1.4757	0.8620	83	358	43.18	20.3	7.4
6	Résidu							

Commentaire

Les fractions récupérées au début de la distillation sont légères . Elles sont de plus en plus lourdes pour des températures élevées , ce qui explique l'augmentation de la densité et de la viscosité avec la température .

Le pouvoir calorifique est constant , l'ordre de grandeur est d'environ 43.00 Mj/Kg .

a. Détermination des tendances des fractions recueillies

Comme il n'est pas possible de connaître individuellement les constituants d'une fraction pétrolière, nous nous contentons de connaître la composition globale en chacune des familles d'hydrocarbures .

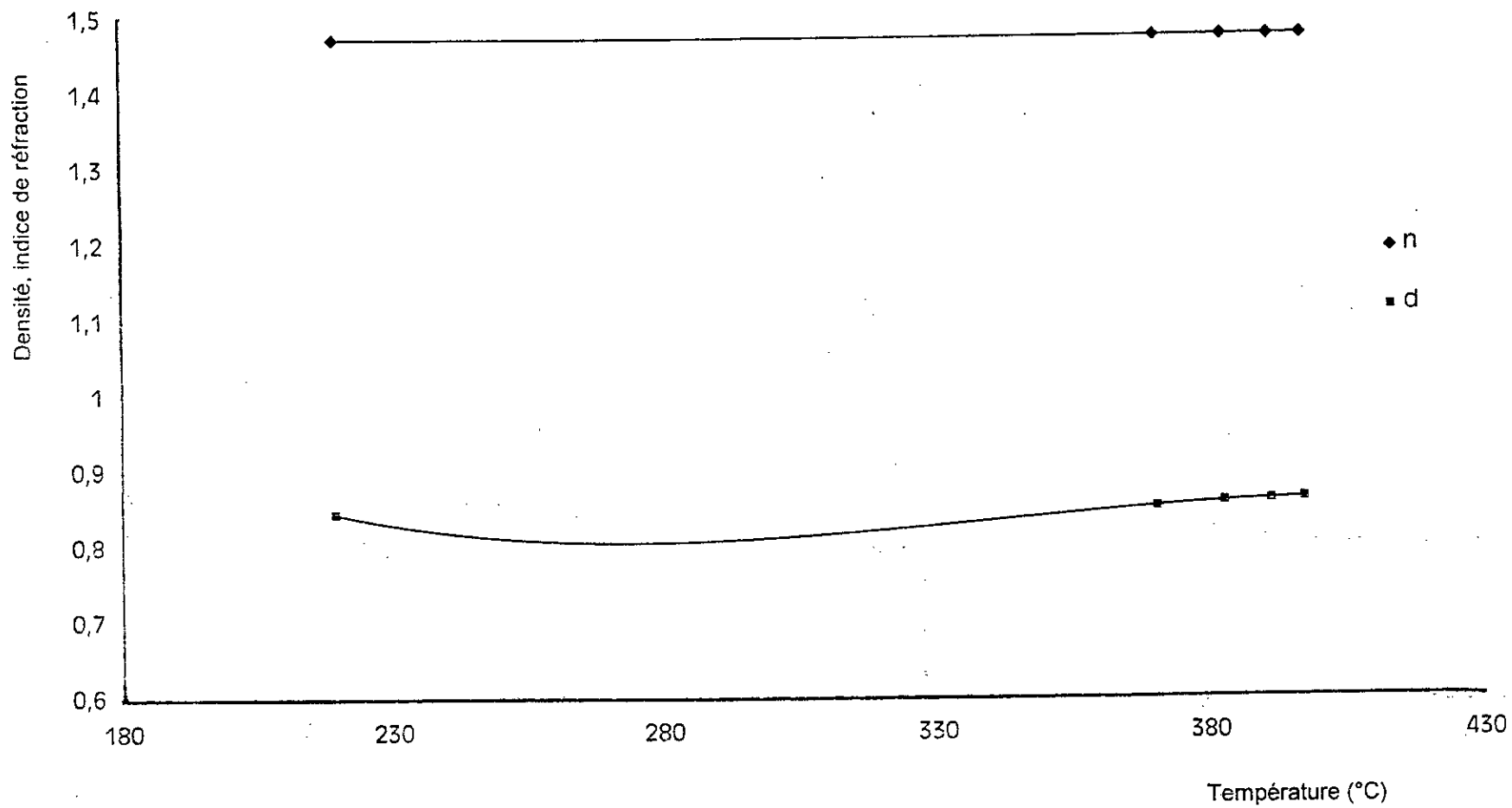


Figure N°8: Variation de la densité, indice de réfraction des différentes fractions issues de la distillation atmosphérique

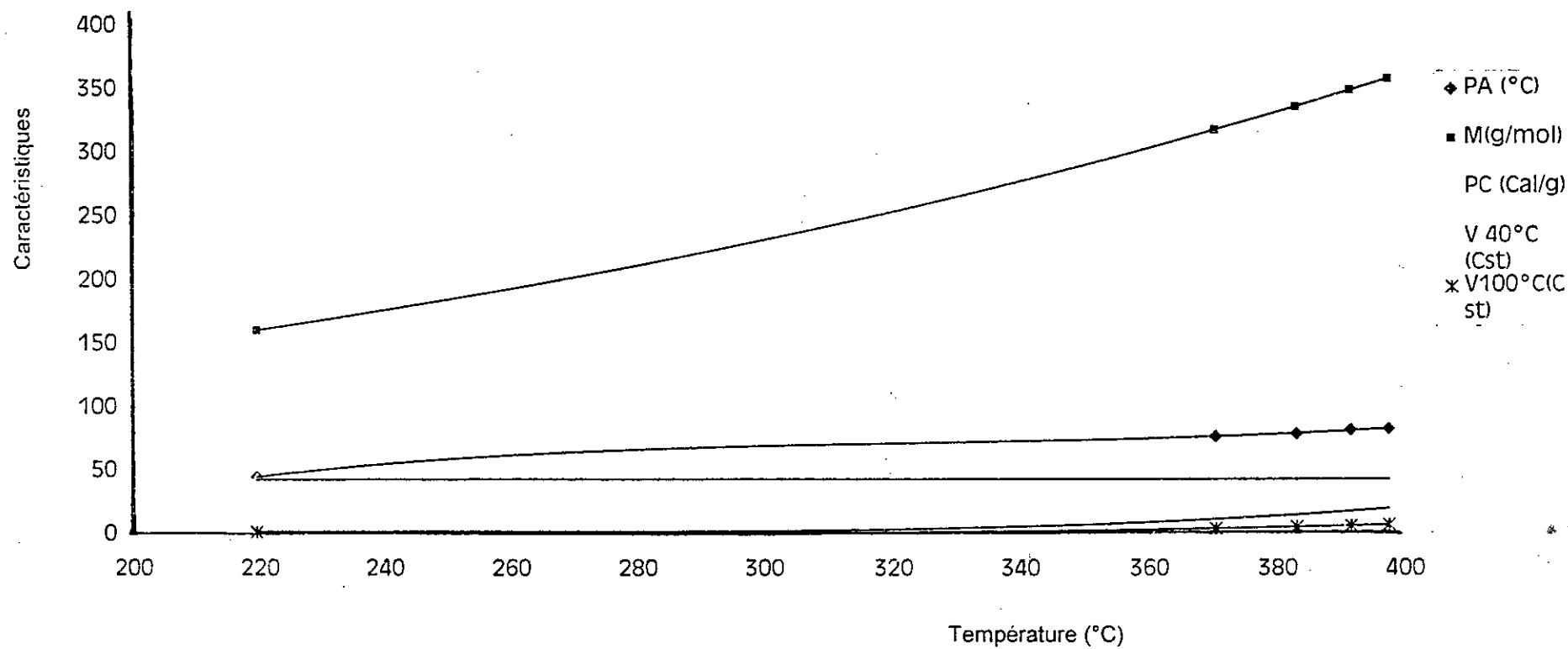


Figure N°9: Variations des différentes caractéristiques des fractions issues de la distillation atmosphérique en fonction de la température d'ébullition.

a.1. La méthode n.d.Pa :

La méthode n.d.Pa permet de définir la tendance de chacune des fractions recueillies (voir annexe N° 3) .

Les résultats sont donnés dans le tableau 18 .

Tableau N°18 : Composition chimique des différentes fractions par la méthode n.d.Pa .

Fraction N°	Compositions		
	%C _A	%C _N	%C _P
1	23.6	35.8	40.6
2	12.6	23.5	63.9
3	10.1	26.3	63.6
4	8.4	26.2	65.4
5	7.9	26.3	65.7

a.2. La méthode n.d.M

Cette méthode nécessite la connaissance de trois caractéristiques, l'indice de réfraction , la densité d , la masse moléculaire M et permet de calculer directement (voir annexe N°3) la composition en aromatiques , naphènes et paraffines de chaque fraction récupérée .

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau 19 .

Tableau 19 : Composition chimique des différentes fractions par la méthode n.d.M

Fraction N°	Compositions		
	%C _A	%C _N	%C _P
1	20.9	40.3	38.8
2	8.9	24.2	66.9
3	5.8	29.9	64.3
4	4.4	31.5	64.1
5	4.0	32.3	63.7

Cette méthode est appliquée en supposant que l'huile utilisée , extraite du brut Koweïtien , est soumise à une désulfuration donc la teneur en soufre est nulle .

Commentaire

D'après les résultats obtenus par les deux méthodes , il s'avère que la première fraction a une tendance naphéno-paraffinique , les autres fractions ont une tendance paraffinique .

D'une façon générale, nous constatons une tendance paraffinique croissante des fractions .

Conclusion

Cette distillation nous a permis d'éliminer les produits volatils et le gasoil (voir partie identification).

Afin d'éviter un cracking thermique et d'obtenir d'autres fractions lubrifiantes (bases visqueuses), nous avons opté pour une distillation sous vide (voir annexe N°6).

III.3.2. La distillation sous vide

La distillation sous vide est réservée au fractionnement de produits contenant des hydrocarbures lourds dont les températures d'ébullition normales seraient supérieures au seuil de crackage.

Les conditions opératoires sont :

- * volume de la charge : 200ml,
- * domaine de température sous vide : 40-300 °C,
- * domaine de pression centré : 5 mbar,

Les résultats sont regroupés dans le tableau 20.

Tableau 20 : Fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usagée.

Fraction N°	Intervalle de température sous vide (°C)	Volume recueilli (ml)	% volumique	Température équivalente à la pression atmosphérique (°C)
1	40-100	8	4.0	176-249
2	100-150	18	9.0	249-316
3	150-200	40	15.0	316-385
4	200-250	47	20.0	385-443
5	250-300	30	23.5	443-510
6	300 ⁺	57	28.5	510 ⁺

L'abaque de Maxwell (voir l'annexe N°7) est utilisé pour convertir les températures obtenues sous vide en températures sous pression atmosphérique.

a. Détermination des caractéristiques des différentes fractions obtenues

Le tableau 21 et les figures N° 10 et 11 mettent en relief les résultats obtenus.

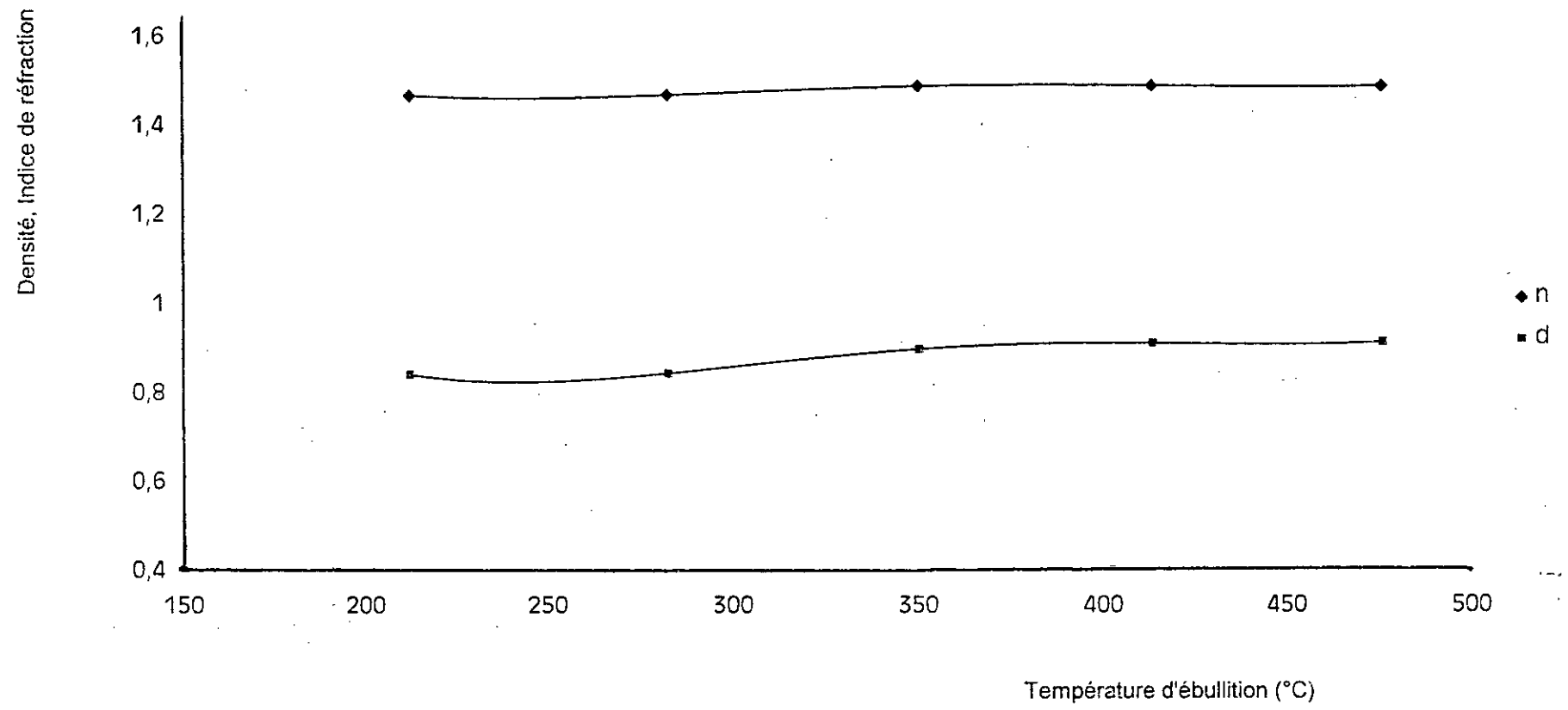


Figure N°10: Variation de la densité, indice de réfraction des différentes fractions issues de la distillation sous vide en fonction de la température d'ébullition

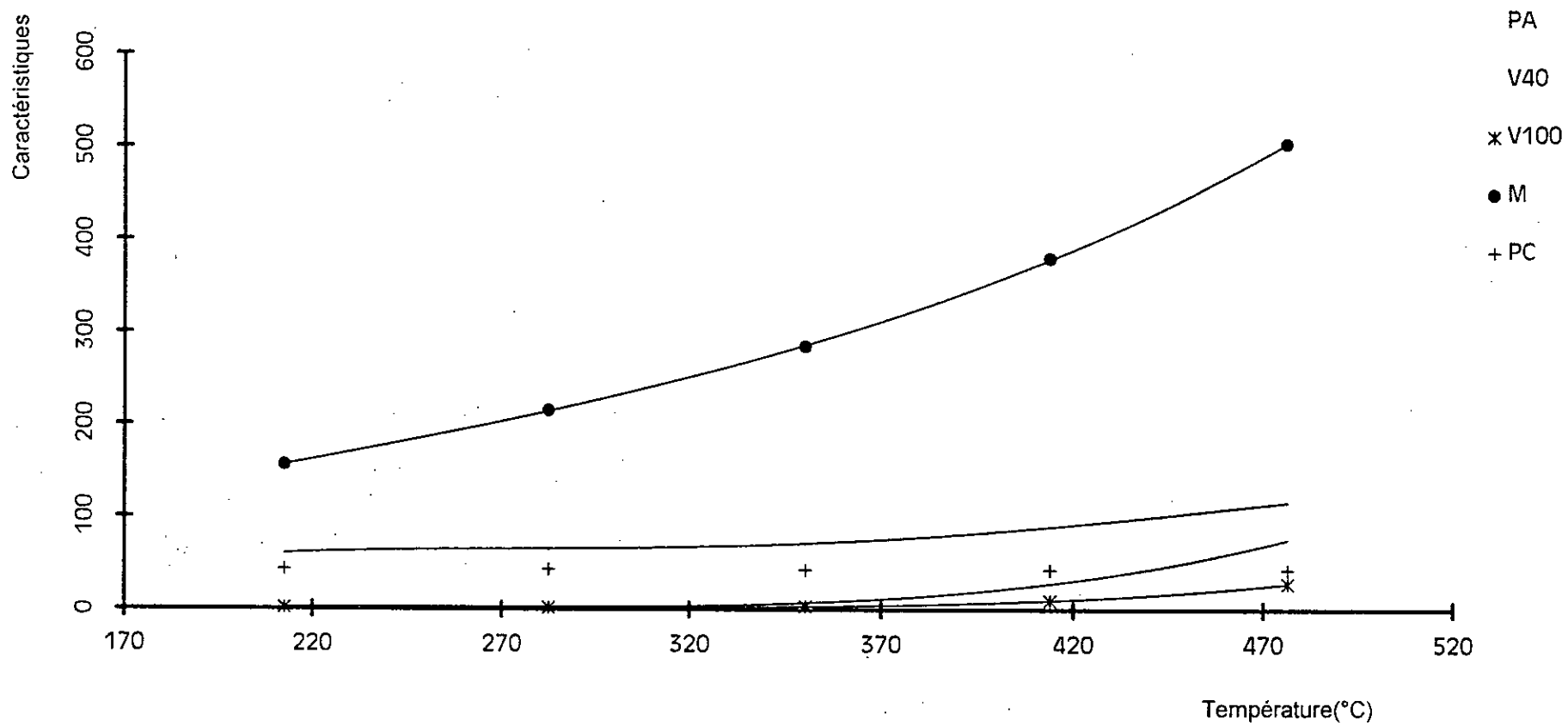


Figure N°11: Variations des différentes caractéristiques des fractions issues de la distillation sous vide en fonction de la température d'ébullition

Tableau 21: Caractéristiques des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usagée .

N° Fraction	η	d_4^{20}	Pa (°C)	V _{40°C} (cst)	V _{100°C} (cst)	M (g/mole)	P.C (Mj/Kg)	Teb (°C)
1	1.4667	0.8412	60.3	1.8	1.4	156	42.99	212.5
2	1.4676	0.8430	65.4	2.2	1.7	215	43.06	282.5
3	1.4868	0.8973	71.4	7.7	3.2	285	42.75	350.5
4	1.4678	0.9105	89.5	27.7	10.0	380	42.85	414.0
5	1.4880	0.9125	116.4	76.1	28.3	504	43.13	476.5

Commentaire

L'augmentation du point d'aniline dénote une tendance paraffinique des différentes fractions .Le pouvoir calorifique s'est stabilisé .La viscosité et la densité augmentent avec la masse molaire .

b. Détermination de la tendance chimiques des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usagée:

b.1 la méthode n.d.pa:

Les résultats sont regroupés dans le tableau 22 ci dessous:

Tableau 22: Compositions chimiques des fractions issues de la distillation sous vide par la méthode n.d.Pa

N° Fraction	COMPOSITIONS		
	%C _A	%C _N	%C _P
1	15.5	33.5	51.0
2	14.0	31.3	54.7
3	6.5	43.9	49.6
4	-	-	-
5	-	-	-

b.2 la méthode n.d.M

Les résultats obtenus par le biais de l'application de cette méthode conduisent au tableau 23 ci-dessous.

Tableau 23: Compositions chimiques des fractions issues de la distillation sous vide par la méthode n.d.M

N° fraction	Compositions		
	% C _A	%C _N	%C _P
1	16.1	51.0	32.9
2	17.1	46.7	36.2
3	1.7	60.6	37.7
4	-	-	-
5	-	-	-

Commentaire :

En utilisant la méthode n.d.Pa, nous constatons que les deux premières fractions ont une tendance paraffinique et la troisième une tendance naphthéno-paraffinique, donc une diminution de la composition paraffinique. Tandis que la méthode n.d.M dénote une tendance naphthénique de la première et troisième fraction et une tendance naphthéno-paraffinique de la deuxième fraction. Nous pouvons aussi noter une augmentation progressive de la tendance paraffinique. Cependant, nous remarquons que les deux méthodes ne permettent pas la détermination de la composition pour les fractions 4 et 5 dont les valeurs trouvées sont négatives.

Ceci est peut être dû au fait que ces deux méthodes ne sont pas applicables pour des densités supérieures à 0.9.

III.3.3. Identification des fractions issues de la distillation de l'huile usagée

Avant de procéder à la percolation, nous essayons d'identifier les différentes fractions récupérées des deux types de distillation en comparant leurs caractéristiques les plus importantes (densité, viscosité, pouvoir calorifique) avec celles des coupes pétrolières lourdes (gas-oil, fuel) et des huiles lubrifiantes finies.

Le tableau 24 regroupe les caractéristiques les plus importantes du gas-oil et des huiles de base de différentes catégories.

b. Fractions issues de la distillation sous vide

Les fractions N° 1 et 2 peuvent être confondues à un gas-oil,
 La fraction N° 3 peut être confondue à une huile de base SAE 10,
 Les fractions N° 4 et 5 peuvent être assimilées à un fuel-oil N° 1,
 Le résidu est un goudron, il peut constituer une charge de cracking catalytique ou thermique.

III.3.4 Régénération des fractions lourdes issues de la distillation sous vide

Dans le but d'améliorer la couleur et certaines autres propriétés de l'échantillon d'huile, nous procédons à un traitement de finition par percolation du cumul des fractions N° 3,4 et 5 sur un lit fixe de bentonite activée thermiquement sous $T=220^{\circ}\text{C}$.

Le tableau 25 résume les caractéristiques du cumul obtenu avant percolation.

Tableau 25 : Caractéristiques du cumul avant percolation

	d_{4}^{20}	$V_{40^{\circ}\text{C}}(\text{cst})$	$V_{100^{\circ}\text{C}}(\text{cst})$	T (%)
Fraction N° 3	0.8973	7.7	3.2	70
Fraction N° 4	0.9105	27.7	10.0	40
Fraction N° 5	0.9125	76.1	28.3	20
Cumul	0.9065	24.9	9.1	30

Une charge d'environ 100 ml est utilisée pour effectuer le procédé de régénération. Les conditions opératoires de percolation citées précédemment sont maintenues constantes.

Les résultats sont donnés en fonction du temps de percolation dans le tableau 26.

Tableau 26 : Détermination des caractéristiques des différentes fractions issues de la régénération du cumul en fonction du temps de percolation.

Temps de percolation (h)	6	20	29	37
Analyses				
Densité (d_{4}^{20})	0.9030	0.9046	0.9060	0.9070
Couleur (% T)	35	32	30	30

Commentaire

Notre échantillon (le cumul) a gardé une couleur noire semblable au cumul avant percolation, mais nous remarquons une légère amélioration du pourcentage de transmission, cela veut dire que le bentonite a pu adsorber quelques particules très fines qui donnaient une couleur noire opaque au cumul (produits sulfuriques).

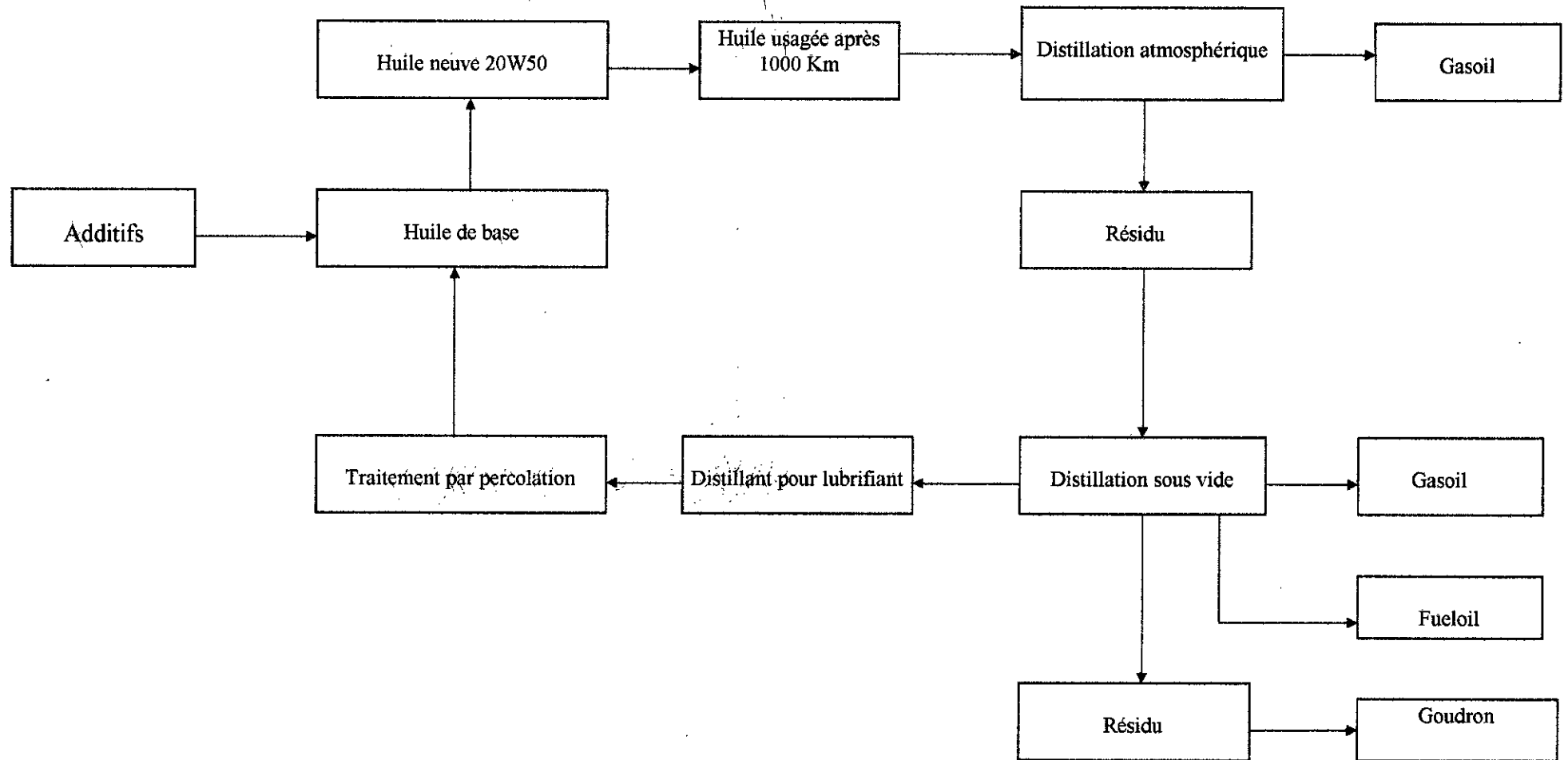
Tandis que l'augmentation légère de la densité en fonction du temps de percolation, peut être due à la saturation des sites actifs de la bentonite.

Conclusion:

Lors des deux séries d'expériences de régénération de l'huile usagée 1000 Km, nous avons eu une nette amélioration des propriétés. Nous avons pu aussi obtenir à partir de cette huile usagée des fractions qui pourraient être assimilées à des gas-oils, fuels et des huiles de base de différentes catégories.

Donc l'application du procédé de percolation a été limitée aux fractions lourdes (issues de la distillation sous vide) dont le pourcentage de transmission est faible et qui nous a permis d'améliorer légèrement les caractéristiques des fractions récupérées.

Schéma de régénération d'une huile Usagée



PARTIE
CORRELATIONS

I.1. Introduction

Les quantités importantes de lubrifiants utilisées chaque année dans notre pays, leur coût économique et écologique considérable rendent utile voire nécessaire l'étude des moyens de prolonger la durée de vie des huiles moteurs. Donc, notre rôle en tant qu'ingénieur est de trouver les différentes lois qui régissent la détérioration d'une huile lubrifiante moteur en fonction de son temps d'utilisation (ou de son kilométrage).

Pour cela, nous suivons la variation des principales propriétés caractérisant une huile moteur avec le kilométrage pour essayer de déterminer le temps au bout duquel une huile perd ses performances et devient dangereuse pour le bon fonctionnement du moteur. Ce temps dépendra de tous les paramètres qui influent sur le fonctionnement du moteur, à savoir le type de régime, le mode d'utilisation ainsi que l'état du véhicule.

Origine des huiles lubrifiantes usagées catégorie SAE 20W50

Les fréquences de vidange de l'huile moteur retenues pour la série d'essais normalisés sont :

1000 Km - 3000 Km - 5000 Km - 7000 Km .

Les huiles vidangées proviennent d'un moteur RENAULT type R4 TL année 1974 . Chacune de ces quatre vidanges a été suivie d'un rinçage à l'huile neuve, d'une nouvelle vidange et d'un remplissage définitif du carter par de l'huile neuve .

I.2 Caractéristiques du moteur :

- * cylindrée : 845 cm³
- * Puissance fiscale : 4 CV .
- * Taux de compression : 8/1 .
- * Régime de ralenti : (700 ± 25) trs / mn .
- * Carburateur : ZENITH 32 IF 7

I.3. Analyse physico-chimique des huiles de vidange :

A chaque vidange d'huile, un échantillon a été prélevé pour la détermination de ses caractéristiques physico-chimiques conformément aux normes ASTM [17,18,19].

De l'ensemble des déterminations effectuées, un tableau récapitulatif (tableau 27) a été extrait qui résume l'évolution des caractéristiques physico-chimiques des huiles usagées par rapport aux caractéristiques de l'huile neuve 20W50 .

Tableau 27 : Evolution des caractéristiques physico-chimiques en fonction de l'espacement des vidanges.

Caractéristiques	Normes ASTM	HN SAE 20W50	HU Vid 1000km	HU Vid 3000 km	HU Vid 5000 km	HU Vid 7000 km
Densité d_4^{20}	D1298	0.8800	0.8901	0.8951	0.8963	0.8982
V. à 40°C (cst)	D445	138.00	123.63	115.38	135.50	153.50
V.à100°C (cst)	D445	10.21	16.54	13.70	16.76	20.16
P.E V.O (°C)	D92	272	248	242	240	/
P.Ecoult. (°C)	D97	-21	-21	-21	-22	-22
P.A. (°C)	D611	116	114	/	98	97
R.C (%P)	D189	0.000	1.123	1.900	2.800	3.300
T.Eau (%V)	D95	0.000	0.100	0.300	0.560	3.000
T.A.N (mg KOH/g)	D664	2.400	2.250	2.550	3.250	5.250
T.B.N (mg KOH/g)	D2896	6.700	6.400	5.800	3.290	2.500
P.C.S (Cal /g)	D240	10785.90	10570.00	/	10526.20	/
C . Sulf. (%P)	D874	0.801	0.900	/	0.995	/

I.4. Interprétations et commentaires des résultats obtenus :

Nous allons examiner parmi les vingt et une propriétés analysées , les neuf caractéristiques les plus importantes de l'huile moteur et qui sont : la viscosité , le T.A.N , le T.B.N ,le point d'aniline , le point d'éclair , la teneur en eau , le carbone conradson, la densité , le pouvoir calorifique .

* la viscosité

Les courbes de viscosité à 40°C et 100°C ont une même allure .

La viscosité chute rapidement jusqu'à 3000 Km ; ceci peut être expliqué par la dégradation des additifs de viscosité et par la présence éventuelle de combustible (phénomène de dilution du lubrifiant) dans l'huile et de l'eau.

Nous assistons ensuite à une augmentation de cette viscosité à partir de 5000 Km , cela peut être expliqué par la pollution que subit notre huile , ce qui provoque un encrassement du moteur .

L'huile peut contenir des poussières et des particules métalliques issues de l'oxydation des additifs et de l'usure des pièces du moteur .Ces impuretés, dont on peut vérifier l'existence par la teneur en carbone Conradson , se trouvent en suspension dans l'huile et peuvent ainsi augmenter la viscosité (Figure N°12).

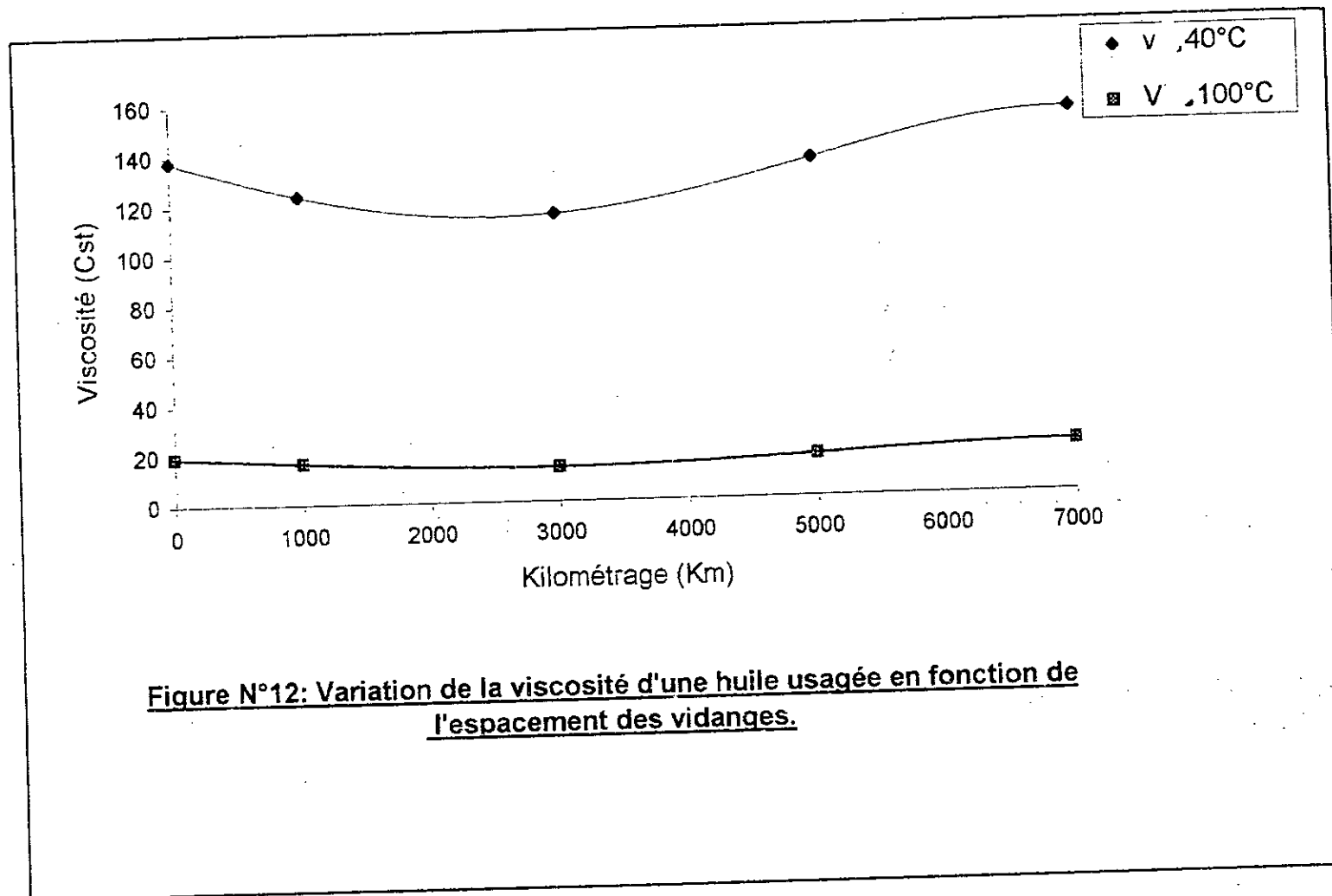


Figure N°12: Variation de la viscosité d'une huile usagée en fonction de l'espacement des vidanges.

*** la densité**

L'accroissement de la densité constaté en fonction du kilométrage pourrait être dû à trois facteurs :

- la contamination de l'huile par l'eau issue des fuites des joints,
- la combustion brutale avant 3000Km , le cracking en chaînes moins longues

étant alors défavorisé. Cette combustion produit du carbone qui alourdit la coupe,

- l'augmentation de la teneur en métaux résultant de l'usure des pièces ,de la détérioration des additifs et de la l'infiltration d'impuretés telles que la poussière ou le plomb contenu dans l'essence .

Cependant , nous constatons qu'après 3000 Km , la densité augmente plus lentement . Nous pouvons l'expliquer par le fait que le moteur s'encrasse de plus en plus et nous avons colmatage des fuites au niveau des joints (Figure N° 13) .

*** le T .A. N :**

Cette caractéristique reflète le degré d'oxydation qu'a subit l'huile car des acides se forment à partir des oxydes . Vérifier la teneur en acides nous permet de juger si la capacité résiduelle du lubrifiant à l'oxydation et sa tenue thermique sont suffisantes .

L'huile neuve S.A.E 20W50 possède un certain T.A.N (2.4 mg KOH /g) . Cette présence est normale car le T.A.N est une mesure potentiométrique de tous les produits acides , organiques et minéraux présents dans le lubrifiant .

Nous remarquons que le T.A.N varie en fonction de l'espacement des vidanges . Cette variation est anormale et indique une oxydation rapide du lubrifiant . La forme de la courbe obtenue (Figure N°14) est peut être due au fait que jusqu'à 1000 Km , il y avait consommation des additifs (les additifs apportent au départ une acidité de 2.4 mg KOH/g).A 1000 Km, l'additif est consommé et l'indice d'acide obtenu(2.25 mgKOH /g) est dû à l'huile qui commence à se dégrader et à avoir son acidité propre [12] .

*** la T.B.N ou réserve d'alcalinité**

Une telle propriété nous permet de savoir quand les acides formés ne sont plus neutralisés .

Les acides sulfuriques formés à partir des gaz sulfureux, de la vapeur d'eau formée au moment de la combustion peuvent conduire à une usure corrosive de la chemise . Pour éviter une telle usure , il faut neutraliser ces acides et ce, par la présence des additifs dans le lubrifiant (ceci explique la valeur du T.B.N de l'huile neuve:6.7 mg KOH /g) . Mais au fur et à mesure du vieillissement de l'huile , les additifs sont consommés chimiquement d'où une T.B.N qui diminue en fonction de l'espacement des vidanges (Figure N°15) .

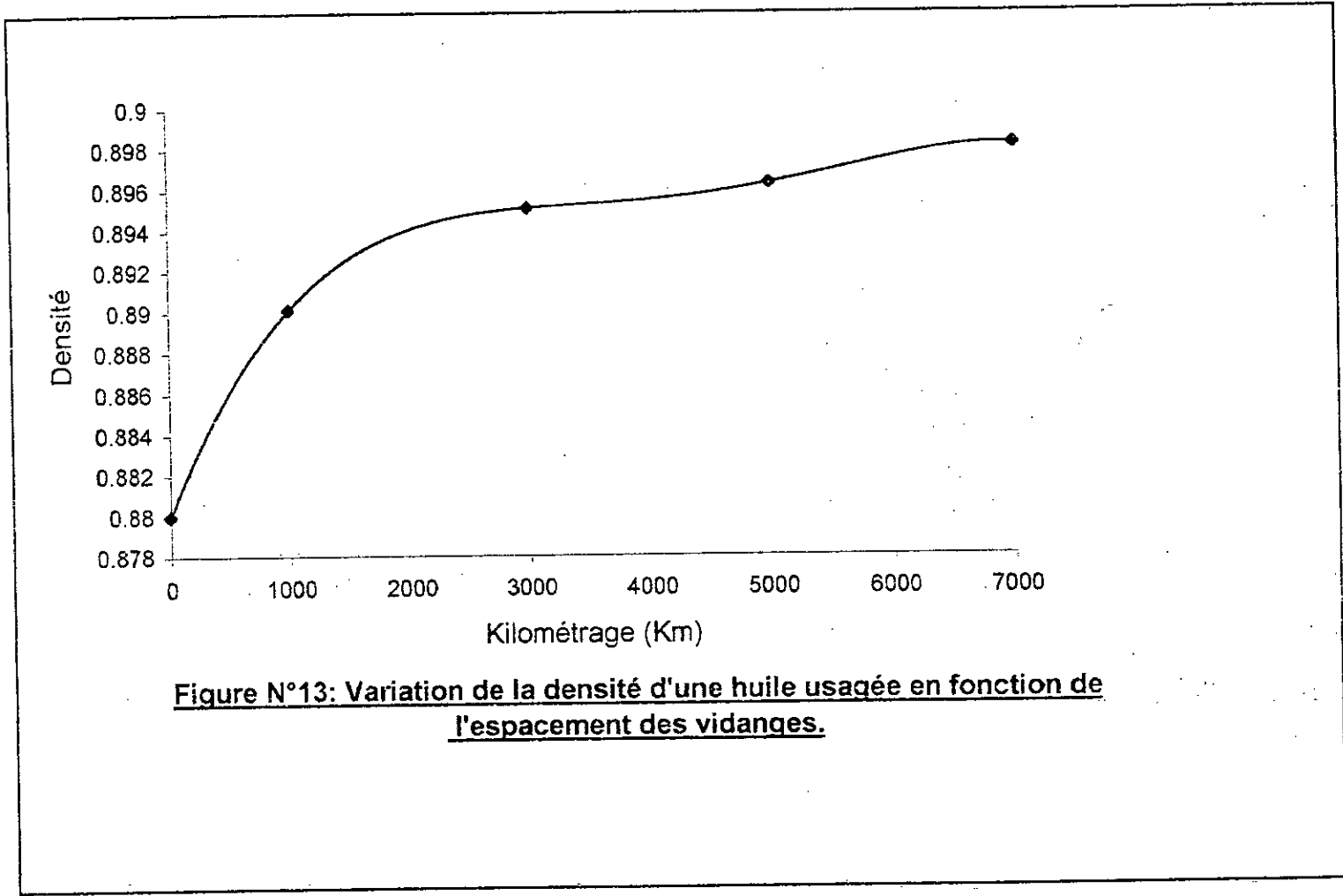


Figure N°13: Variation de la densité d'une huile usagée en fonction de l'espacement des vidanges.

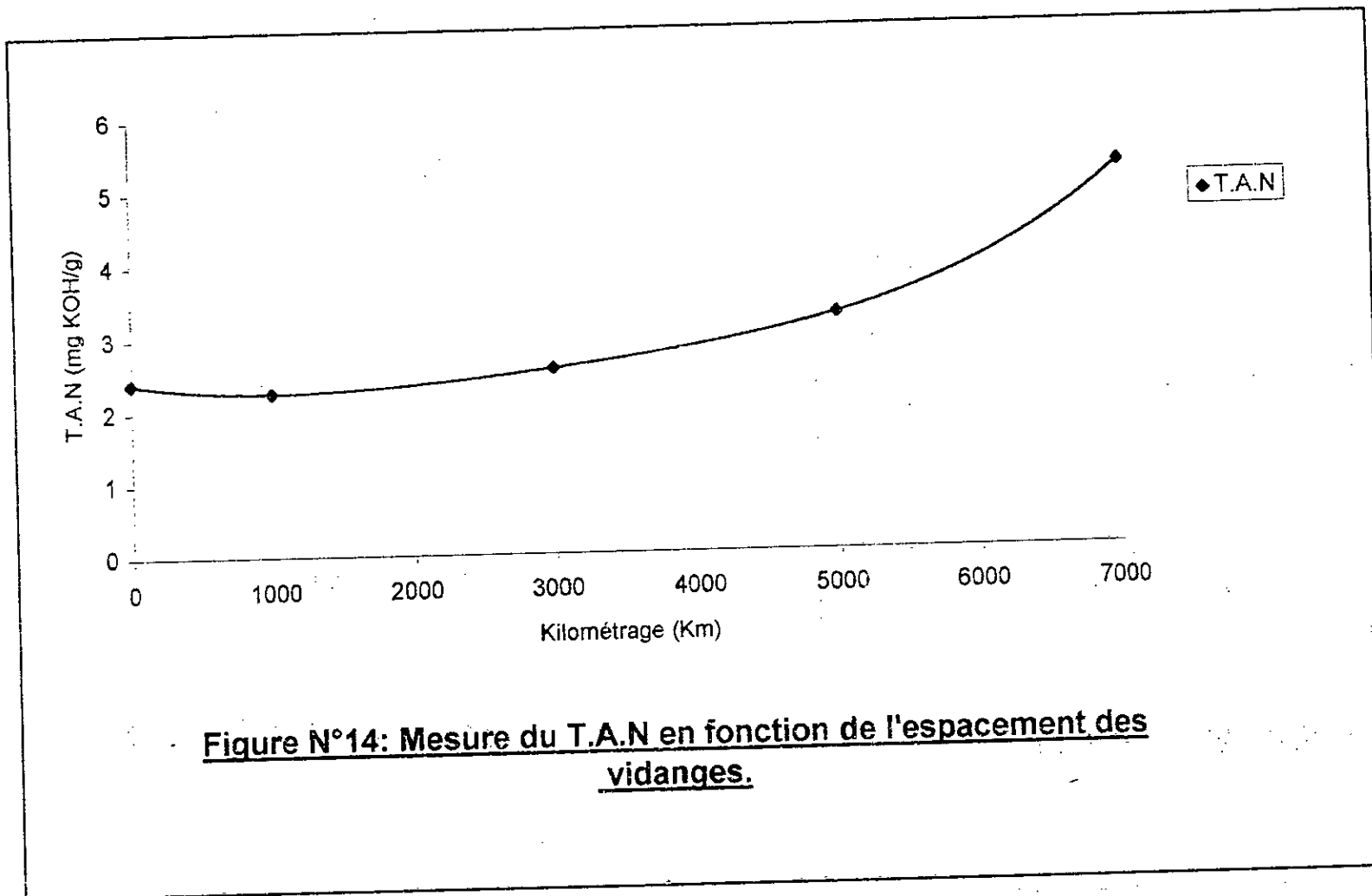
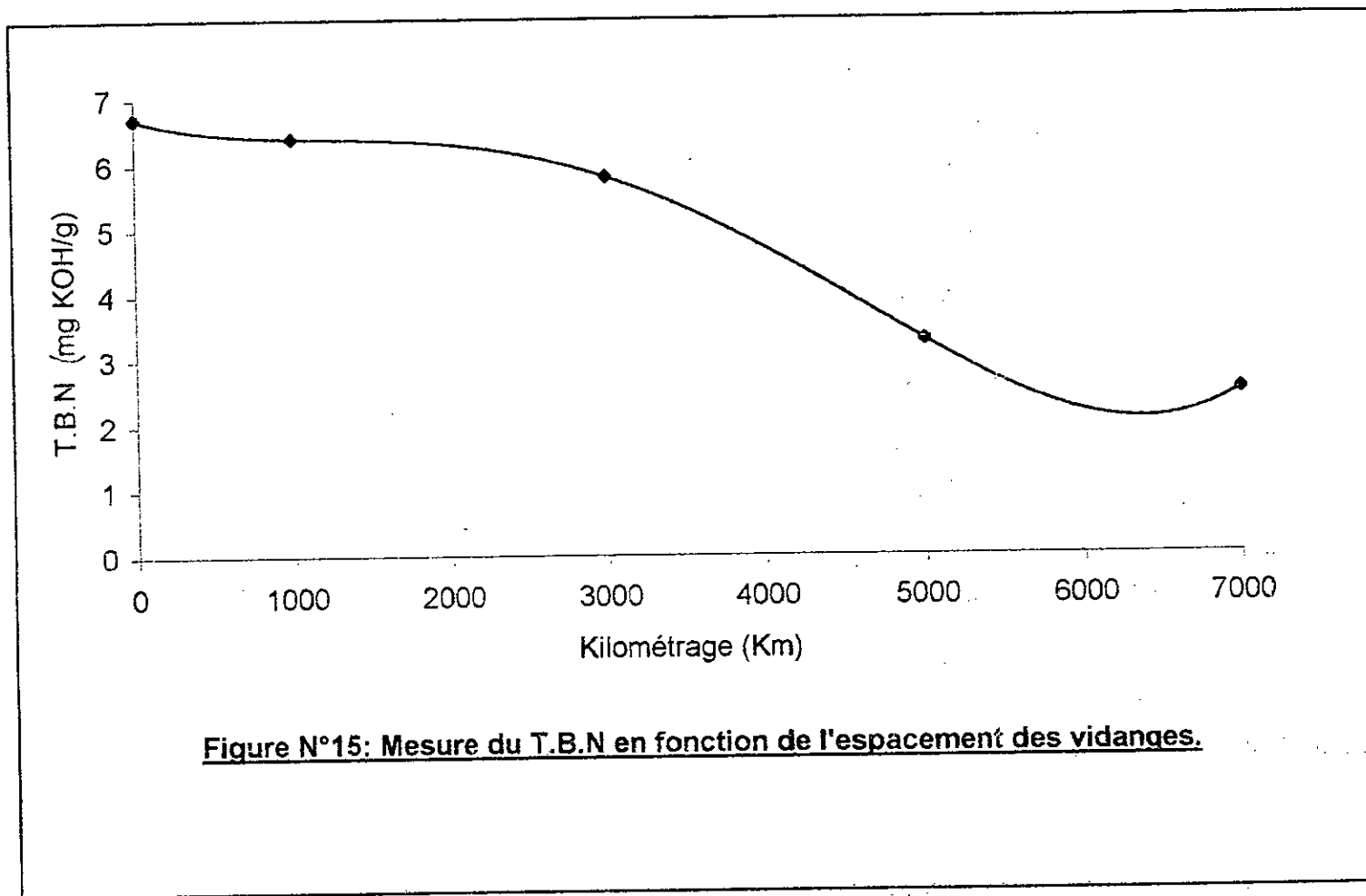


Figure N°14: Mesure du T.A.N en fonction de l'espacement des vidanges.



*** la teneur en carbon conradson :**

Nous notons une augmentation du carbon conradson . Ceci est peut être dû aux résidus de cracking et à la dégradation des additifs détergents et dispersants dont le rôle est d'éviter l'agglomération des fines particules solides et de les maintenir en suspension .

Une teneur en carbone conradson élevée est un signe de mauvaise carburation ou mauvaise injection ou d'un défaut d'étanchéité de segmentation . (Figure N° 16)

*** la teneur en eau**

C'est une caractéristique mécanique indépendante des propriétés de l'huile mais liée à l'état de fonctionnement du moteur (usure , mauvais entretien ...)

Nous constatons qu'au fur à mesure de l'espacement des vidanges ,la teneur en eau augmente (Figure N° 17). Cette augmentation peut être due à la contamination de l'huile par l'eau provenant de condensation ou des fuites qui existent dans le carter du moteur et au niveau de la réfrigération .

Ceci constitue une anomalie d'autant plus indésirable que l'eau , même en faible quantité ,peut causer de graves dégâts dans un lubrifiant moteur .

D'autre part , cette eau peut bien souvent réagir sur certains additifs du lubrifiant [13] , en particulier ceux qui apportent la réserve d'alcalinité , pour les déstabiliser et les rendre plus ou moins insolubles .

*** le point d'éclair :**

Le point d'éclair dépend des huiles de base utilisées et des additifs incorporés au lubrifiant .

Quand du combustible (essence) est présent dans le lubrifiant , la valeur du point a tendance à diminuer . Ceci pourrait s'expliquer par un cracking qui produit des molécules moins lourdes ayant un point d'éclair plus bas (Figure N° 20)

*** le pouvoir calorifique :**

Le pouvoir calorifique diminue mais pas de façon très significative . Ceci prouve que quelque soit le régime du moteur et la durée d'utilisation, les propriétés combustibles sont pratiquement intactes. Elle peut alors être retraitée et utilisée comme combustible (Figure N°18).

*** la teneur en métaux :**

En fonctionnement normal , certaines parties du moteur s'usent. Nous retrouvons donc dans l'huile lubrifiante des traces des différents métaux entrant dans la composition des différentes pièces du moteur telles que le chrome ,le cuivre ,le fer ,...etc

Cette analyse a été effectuée sur quatre échantillons d'huile .
Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 28.

Tableau 28 : Teneur en métaux (en ppm) .

Métaux	Zn	Pb	Mn	Cr	Mg	Si	Al	Ca	Fe	Cu
HN S.A.E 20W50	1202	-	-	-	341.4	-	-	632.6	-	-
HU . VID 1000 Km	1161	3.96	1.06	2.42	291.5	4.0 5	7.9 5	1050	44.6 3	69.24
HU VID 5000 Km	1420	100.2	-	9.3	630.7	-	23. 4	1100	167. 6	123.0
HU VID 7000 Km	1727.2	321.1	-	9.58	-	-	-	1158	250	208.0

Un très grand nombre d'éléments métalliques peuvent entrer dans la composition des additifs incorporés à l'huile neuve. nous trouvons du Zn ,Mg , Ca.

Dans les huiles usées , le nombre d'éléments métalliques présents est plus grand. Nous constatons qu'il y a apparition du Pb ,du Fe , du Cr et du Cu (éléments toxiques) . le plomb contenu en quantité notable dans l'huile usagée type moteur peut provenir de la dilution des lubrifiants par le carburant contenant l'additif plomb tétraéthyle .

La présence du fer peut être due à l'érosion des pièces moteur .

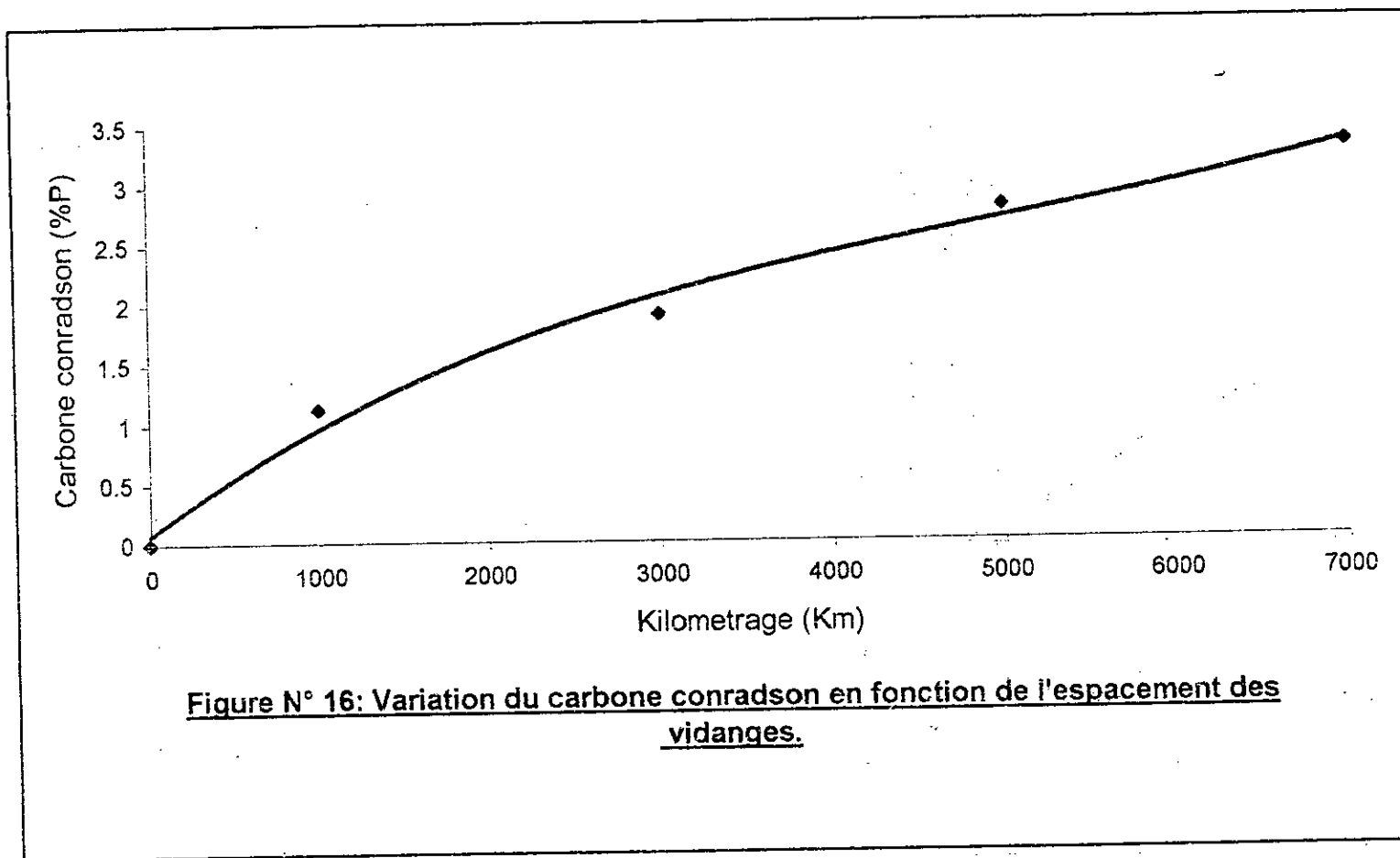
Le chrome et le cuivre sont généralement présents dans les alliages métalliques entrant dans la composition des organes du moteur , tout comme le fer ,le phénomène d'érosion explique bien leur présence dans les huiles usées (Figure N°21,22,23)

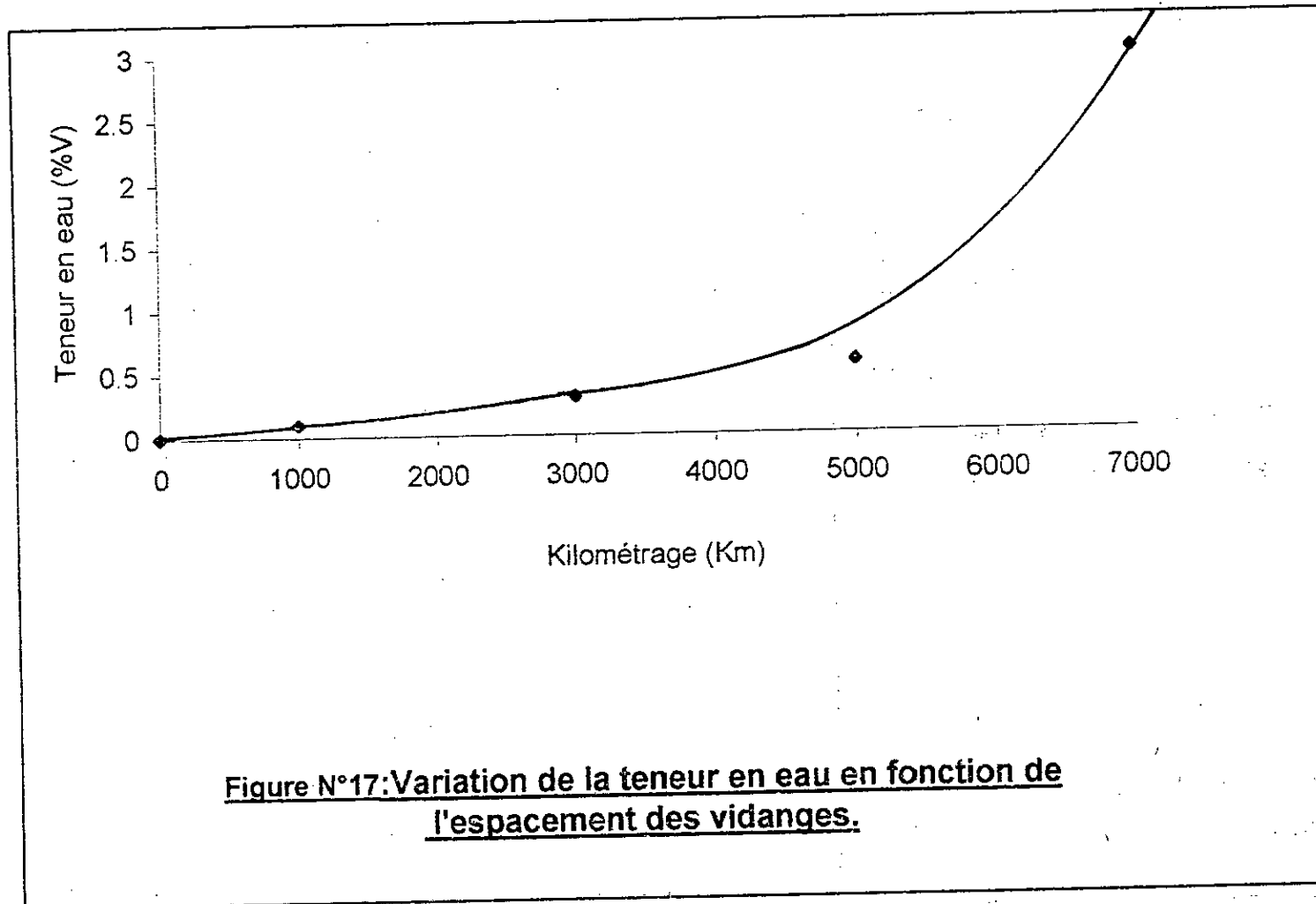
1.5. Variation de la viscosité avec la température

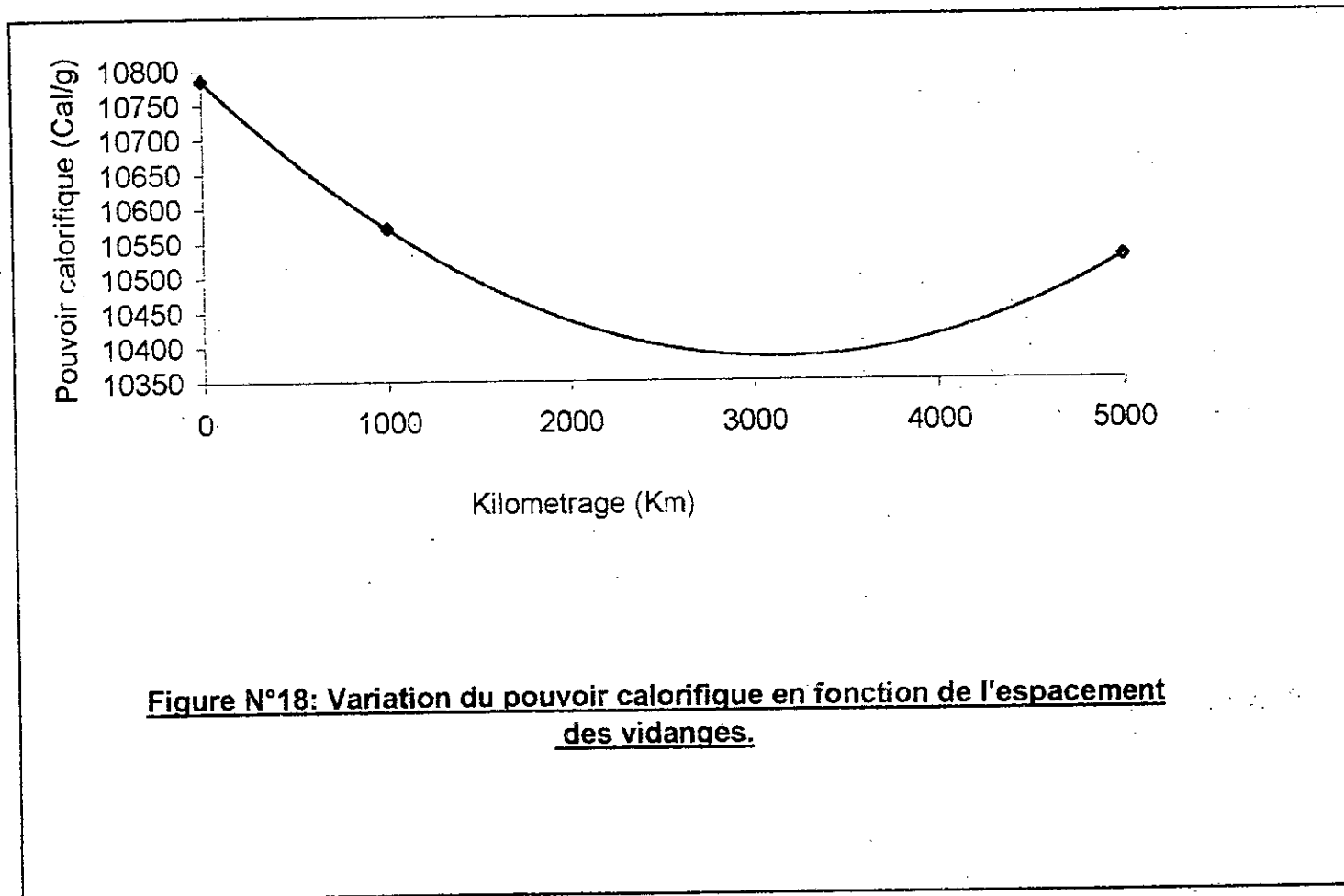
En cours d'utilisation, le lubrifiant subit souvent des écarts élevés de température . Pour chaque échantillon d'huile , nous avons étudié la variation de la viscosité avec la température (tableau 29, Figure N°24)

TABLEAU 29 : Variation de la viscosité avec la température

	T (°C)	20	30	40	50	60	70	80	90	100
HN SAE 20W50	V (cst)	423.5 0	258.2 0	138.0 0	128.1 0	86.32	56.73	38.0	26.1	19.20
HU VID 1000 Km	V (cst)	336.4 0	-	123.6 3	-	50.20	-	26.1	-	16.50
HU VID 3000 Km	V (cst)	332.5 0	198.8 0	115.3 8	71.70	-	31.60	21.6	17.5	13.70
HU VID 5000 Km	V (cst)	317.3 0	126.6 0	-	50.66	37.33	26.66	22.0	17.3	16.30
HU VID 7000 Km	V (cst)	313.0 0	123.5 0	-	45.26	-	22.32	-	-	14.20







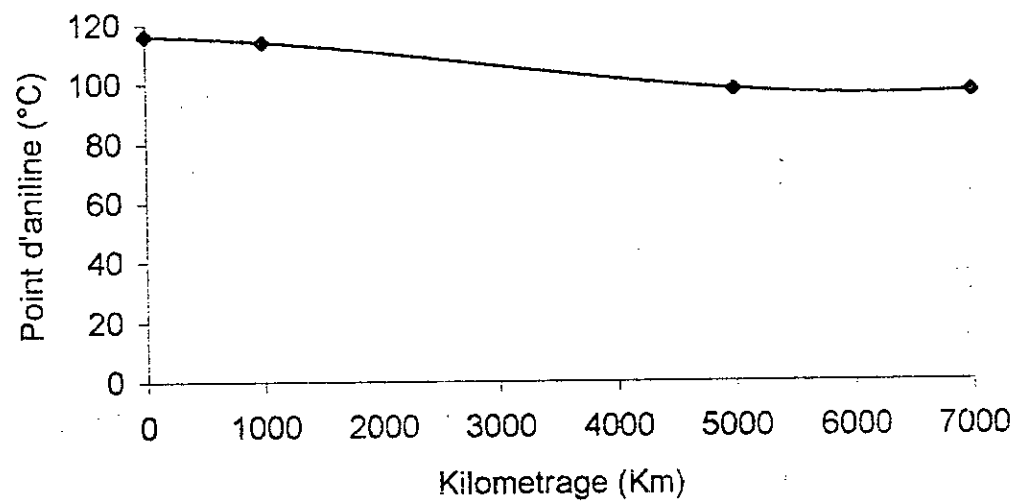


Figure N°19: Variation du point d'aniline d'une huile usagée en fonction de l'espacement des vidanges.

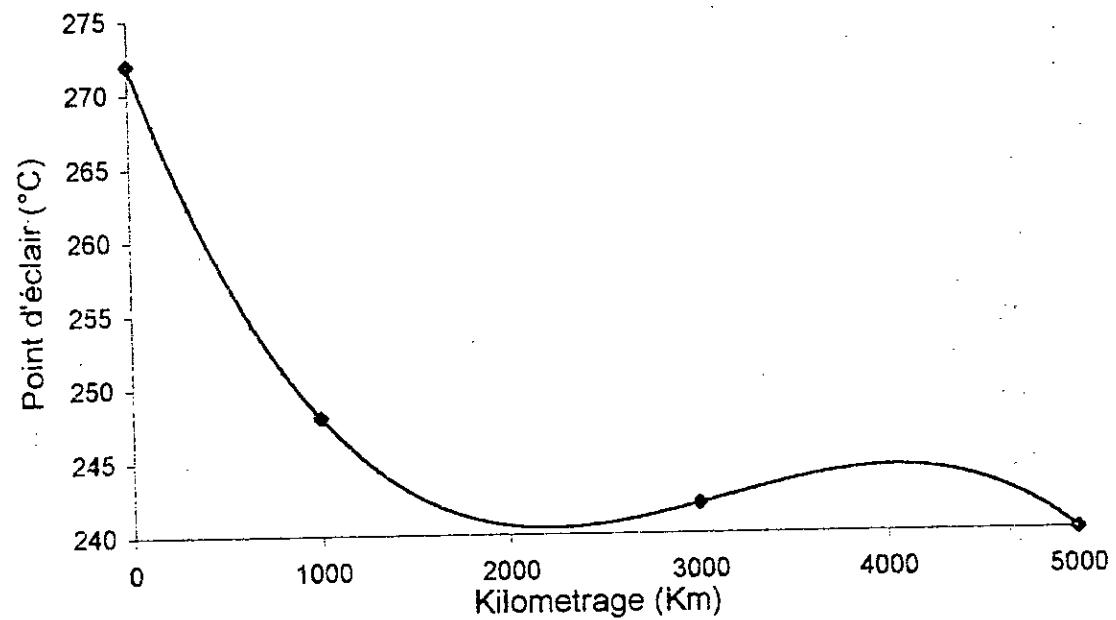
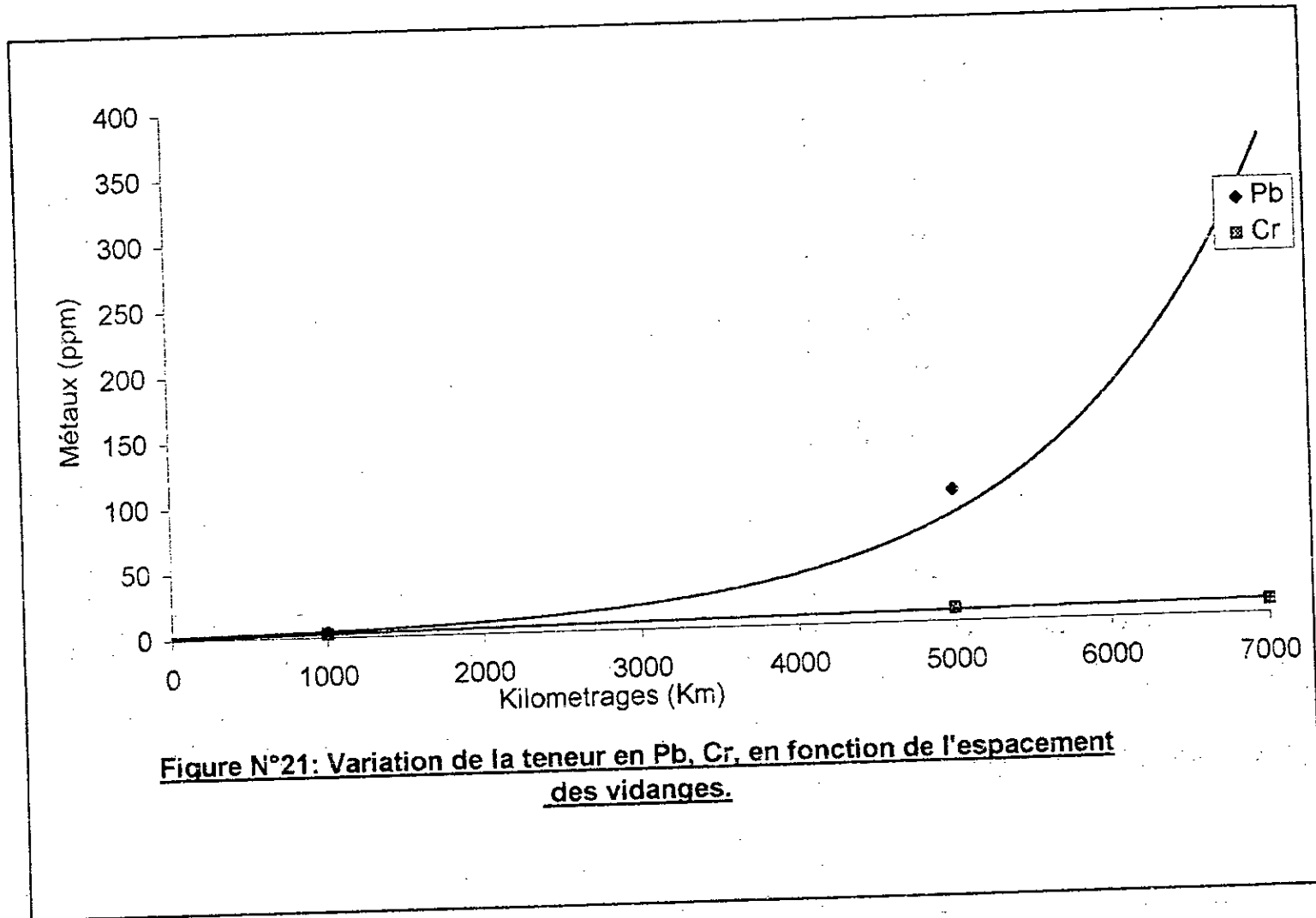


Figure N°20: Variation du point d'éclair d'une huile usagée en fonction de l'espacement des vidanges.



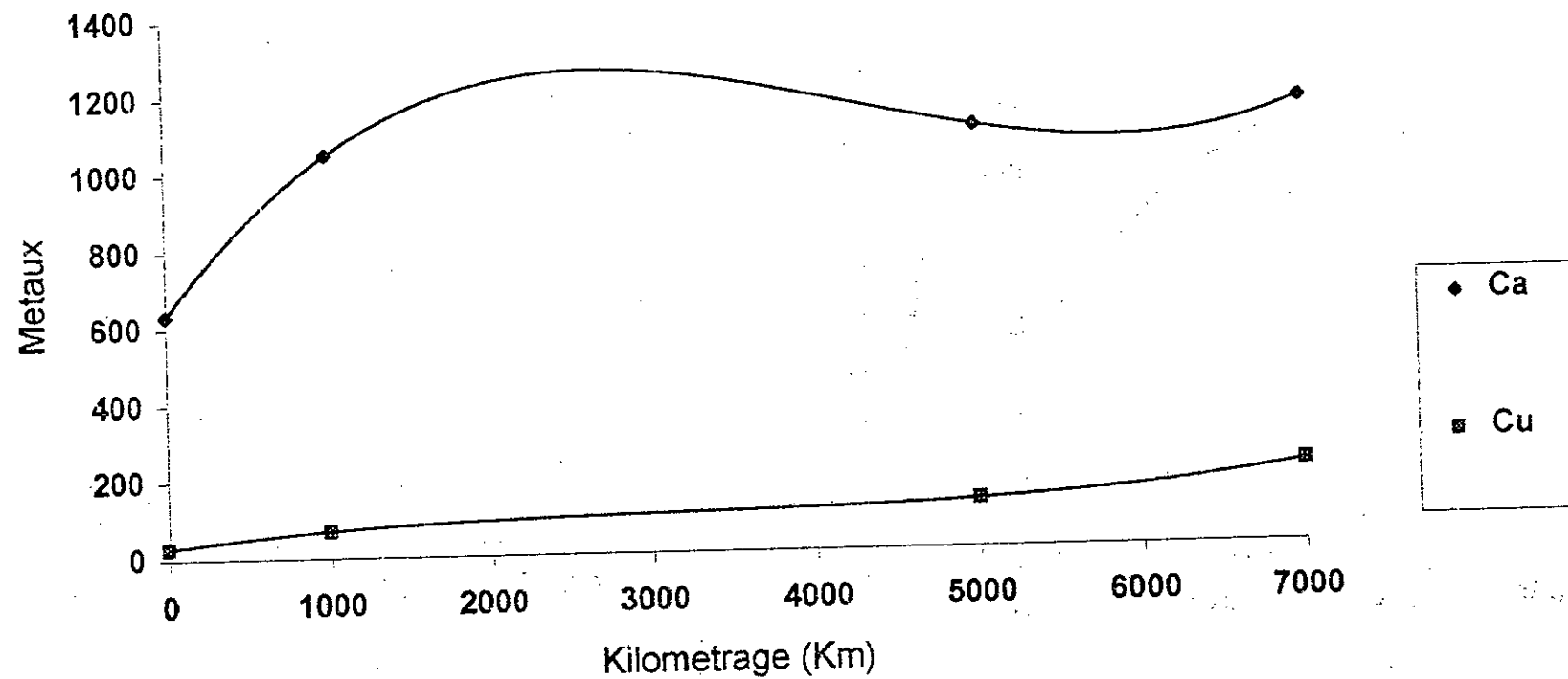


Figure N°22: Variation de la teneur en Cu, Ca, avec l'espacement des vidanges.

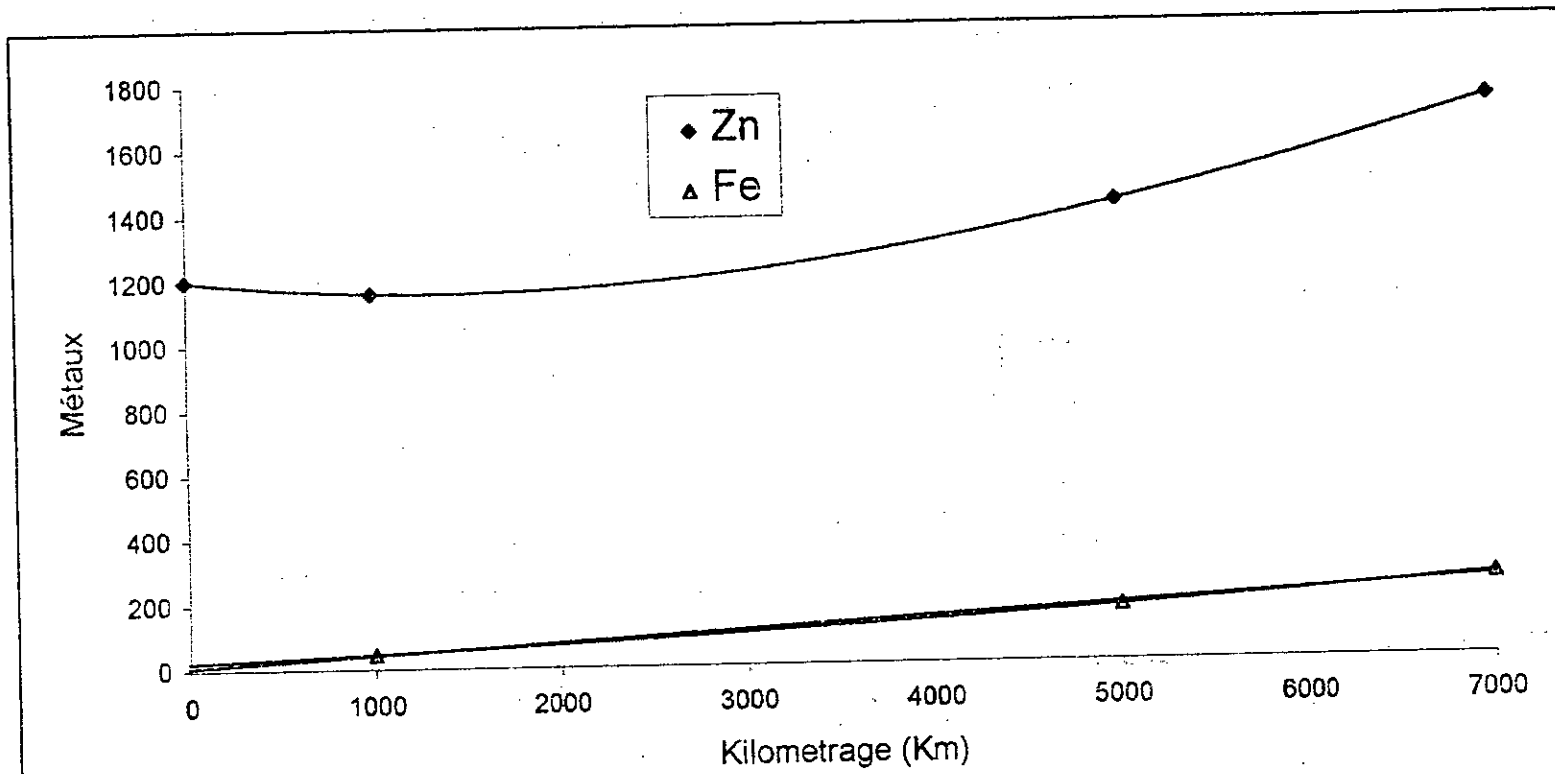


Figure N°23: Variation de la teneur en Fe,Zn avec l'espacement des vidanges.

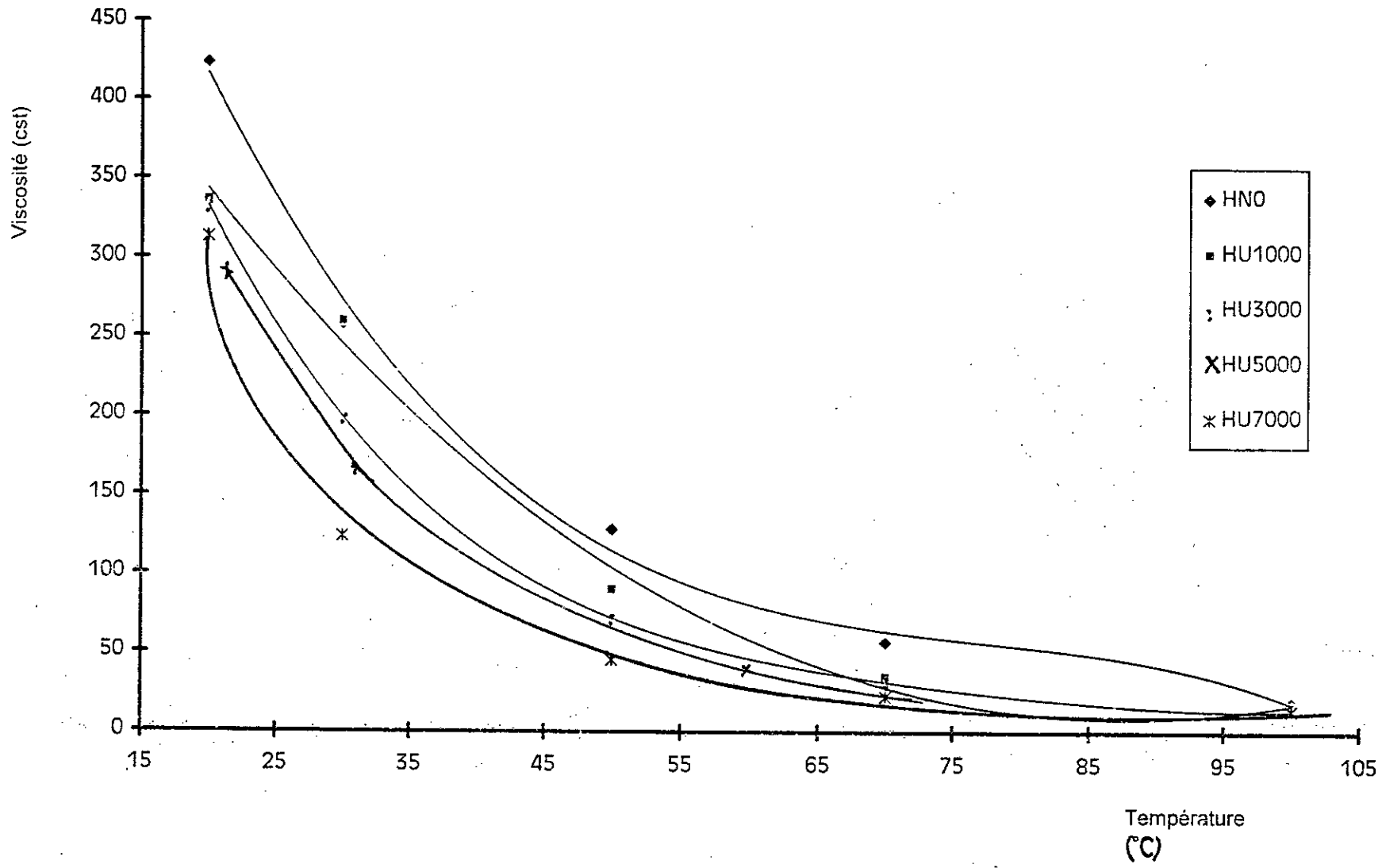


Figure N°24: Variation de la viscosité d'une huile avec la température

Les caractéristiques du lubrifiant associées à ses propriétés d'écoulement et de fluidité sont importantes en ce qui concerne le rendement organique du moteur qui est directement lié glissement des pièces en mouvement [14] . Cette résistance est liée directement à la viscosité du lubrifiant utilisé.

Cette évolution de la viscosité montre que l'huile perd sa performance (et cela à partir de 3000 Km).

Ceci pourrait s'expliquer entre autres par la dégradation de plus en plus importante du lubrifiant en service (présence d'eau, dilution par l'essence ,cracking, désalkylation , produits d'oxydation ...)

I.6. Interprétation des courbes par des équations:

En utilisant le logiciel" Excel", nous avons obtenu pour les courbes tracées les équations mathématiques suivantes:

où Km : Kilométrage.

R^2 : Coefficient de régression linéaire .

* viscosité à 40°C:

$$\text{Vis.40}^\circ\text{C (cst)} = -9\text{E-14Km}^4 + 9\text{E-10Km}^3 + \text{E-06Km}^2 - 0.0163\text{Km} + 138 \quad (R^2 = 1)$$

* viscosité à 100°C:

$$\text{Vis.100}^\circ\text{C (cst)} = -3\text{E-14Km}^4 + 8\text{E-10Km}^3 - 4\text{E-07Km}^2 - .0025\text{Km} + 19. \quad (R^2 = 1)$$

* densité

$$d = -5\text{E-17Km}^4 + 8\text{E-13Km}^3 - 5\text{E-09Km}^2 + \text{E-05Km} + 0.88 \quad (R^2 = 1)$$

* T.A.N

$$\text{T.A.N (mg KOH/g)} = 4\text{E-15Km}^4 - 5\text{E-11Km}^3 + 2\text{E-07Km}^2 - 0.0003\text{Km} + 2.4 \quad (R^2 = 1)$$

* T.B.N

$$\text{T.B.N(mg KOH/g)} = 2\text{E-14Km}^4 - 2\text{E-10Km}^3 + 6\text{E-07Km}^2 - 0.0007\text{Km} + 6.7 \quad (R^2 = 1)$$

* teneur en eau

$$\text{Eau(\%v)} = 6\text{E-15Km}^4 - 5\text{E-11Km}^3 + \text{E-07Km}^2 + \text{E-05Km} - 8\text{E-12} \quad (R^2 = 1)$$

*** pouvoir calorifique**

$$P.C.S \text{ (Cal/g)} = 4E-05K^2 - 0.2569K + 10786 \quad (R^2=1)$$

*** point d'aniline**

$$P. a \text{ (}^\circ\text{C)} = E - 10K^3 - E-06K^2 - 0.0009K + 116 \quad (R^2 = 1)$$

*** carbone Conradson**

$$RC \text{ (%P)} = E-11K^3 - E-07K^2 + 0.001K + 0.0762 \quad (R^2 = 1)$$

*** point d'éclair**

$$P. E \text{ (}^\circ\text{C)} = -E-09K^3 + E-05K^2 - 0.0349K + 272 \quad (R^2 = 1)$$

*** teneur en métaux**

$$Zn \text{ (ppm)} = -9E-10K^3 + 3E-05K^2 - 0.0667K + 1202 \quad (R^2 = 1)$$

$$Fe \text{ (ppm)} = 2E-06K^2 + 0.0203K + 22.602 \quad (R^2 = 1)$$

$$Pb \text{ (ppm)} = 2.0084 \exp(0.0007K) \quad (R^2 = 0.9944)$$

$$Cr \text{ (ppm)} = 0.0141K^{0.7479} \quad (R^2 = 0.9795)$$

$$Cu \text{ (ppm)} = E-09K^3 - E-05K^2 + 0.0544K + 27.87 \quad (R^2 = 1)$$

$$Ca \text{ (ppm)} = E-08K^3 - 0.0060K^2 + 0.5582K + 632.6 \quad (R^2 = 1)$$

I.7 Conclusion

D'après cette étude, nous remarquons que plus la vidange se fait tardivement, plus l'huile ne peut assurer les rôles qui lui sont assignés.

Une vidange qui se fait à 5000 Km est en fait une limite que l'on ne devrait pas dépasser .

En plus de la régénération, nous pouvons, en remarquant que le pouvoir calorifique de l'huile est à peu près équivalent à celui d'un fuel domestique, l'utiliser comme combustible. Cependant, certains additifs présents dans l'huile posent des problèmes réels de pollution .

CONCLUSION

CONCLUSION

Le travail que nous avons présenté est une contribution à l'étude de la régénération des huiles, pour cela, nous avons appliqué un procédé connu: C'est le procédé de percolation d'une huile usagée moteur à 1000 Km de catégorie SAE 20 W 50 sur un lit de terre décolorante disponible en plus grande quantité en Algérie et qui donne les meilleurs résultats d'après des études déjà effectuées.

Dans le but d'obtenir une plus grande surface d'échange, nous l'avons activé thermiquement à 220°C.

Les analyses physico-chimiques de l'huile neuve et usagée vidangée après 1000 Km de fonctionnement d'un véhicule de type POLO 1995 a révélé une dégradation des caractéristiques principales de l'huile, notamment, la viscosité, la couleur, le résidu Conradson.

Après avoir déterminé le degré de contamination de l'huile mise en service en la comparant avec une huile neuve de même catégorie, nous avons procédé, en premier lieu, à la régénération de l'huile usagée par le procédé cité ci dessus.

Dans une première série d'expériences, nous avons travaillé sur une colonne analytique de diamètre 1.2 cm contenant un lit de bentonite activée thermiquement d'une hauteur de 40 cm.

Une alimentation par gravité discontinue est assurée. La température de l'expérience est de 20°C.

L'analyse physico-chimique des fractions récupérées a montré que:

- L'huile obtenue est de meilleure qualité par rapport à l'huile usagée.
- Le temps de contact entre l'huile et la bentonite est grand.
- Le rendement est assez faible (vue le temps de contact, et la charge récupérée).

Dans la deuxième série d'expériences et, dans le souci d'obtenir un meilleur rendement, nous avons joué sur le prétraitement de l'huile usagée avant percolation; nous avons donc effectué deux types de distillation:

Une distillation atmosphérique, et ce dans le but de déshydrater et d'éliminer les produits volatils.

Une distillation sous vide pour retirer les fractions lubrifiantes.

Un prétraitement de l'huile usagée par distillation nous a permis de récupérer des fractions pouvant être assimilées à:

- Des gas-oils.
- Des fuels.
- Des huiles de base de différentes catégories.

Notre étude s'est avérée intéressante lors de cette étape, mais il serait encore plus intéressant de signaler les problèmes rencontrés.

Le premier d'entre eux réside déjà au niveau des analyses physico-chimiques des deux huiles, car la majorité de ces analyses à savoir (TAN, TBN, teneur en asphaltènes, en métaux, pouvoir calorifique ...) n'ont pas été effectuées au niveau du notre laboratoire par faute de moyens (des appareils défectueux, ou l'absence de ces derniers); nous étions obligées de les confier aux techniciens du laboratoire de NAFTAL (Dar El Beida).

En passant à la distillation sous vide d'une huile usagée qui n'est pas évidente , la récupération des fractions nous a posé des problèmes. Il fallait à chaque fois arrêter l'appareil afin de récupérer une fraction et à chaque fois, il fallait donc refaire le vide.

Une fois les fractions récupérées et identifiées, nous avons procédé à un traitement de finition par percolation du cumul des dernières fractions lourdes issues de la distillation sous vide et ce, afin d'améliorer ses caractéristiques.

Cette étude nous a permis de faire les conclusions suivantes:

- Prétraiter l'huile usagée avant percolation donne un meilleur rendement (que cela soit en qualité ou en quantité),
- Le temps de percolation d'une huile usagée prétraitée (par distillation) est plus rapide que celui d'une huile usagée déshydratée et déssenciée.

En second lieu, nous avons suivi l'évolution des propriétés les plus importantes de l'huile en fonction du kilométrage à savoir (1000Km, 3000Km, 5000Km, 7000Km), et nous avons constaté un changement dans la variation de ces propriétés aux environs de 3000 - 5000 Km.

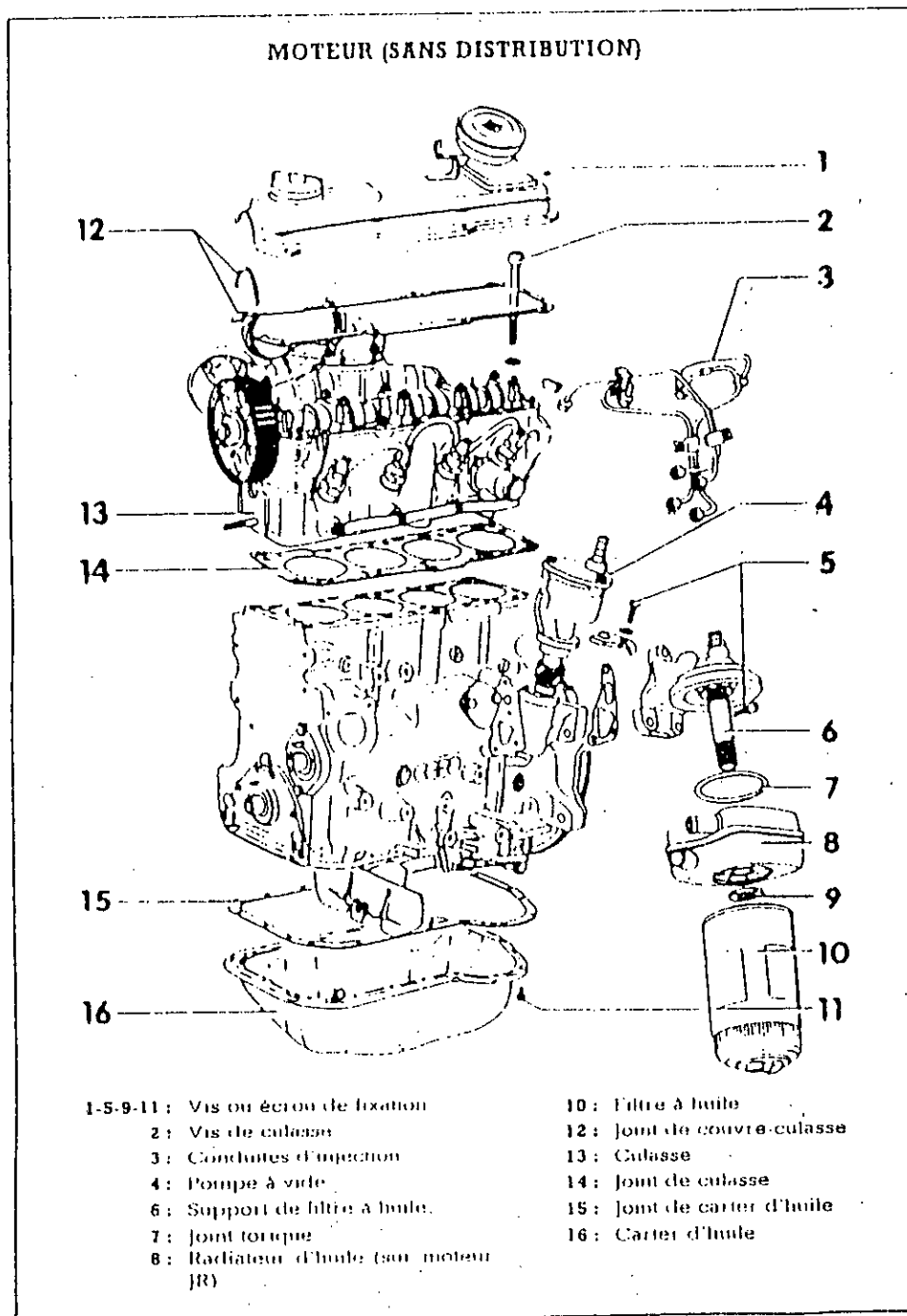
Pour cette étape de notre travail, nous avons proposé des explications concernant l'évolution de chacune des propriétés de l'huile avec le kilométrage.

En utilisant le logiciel Excel, nous avons pu déterminer les différentes équations liant les différentes caractéristiques de l'huile en fonction de l'espacement de la vidange (la kilométrage).

Donc en conclusion globale, nous constatons, qu'une perspective de régénération des huiles usagées dans notre pays est très intéressante puisque d'une part, elle permet de diminuer le budget affecté à l'importation des huiles neuves, et d'autre part, le procédé de percolation peut se réaliser, puisque nous nous manquons ni de terre, ni de produits climatiques. Le but ultime , il ne faut pas l'oublier consiste en la réalisation d'un pilote de régénération fiable, économique et parfaitement manipulable par un personnel non qualifié.

ANNEXES
BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE I



ANNEXE II

Indice d'acidité et de basicité TAN et TBN

Le TAN (Total Acid Number) est l'indice déterminé par une méthode potentiométrique normalisée (ASTM D664).

L'échantillon est dissout dans un mélange Toluène - Alcool isopropylique et titré potentiométriquement par la potasse alcoolique à l'aide d'une électrode en verre et d'une électrode de référence au calomel.

On enregistre sur une courbe la variation du potentiel en fonction du volume réactif. Le point de neutralisation est donné par le point d'inflexion ou à défaut par un tampon alcalin .

Il peut y avoir des acides forts et des acides faibles.

La courbe présente alors deux points de neutralisation, on est alors amené à définir le SAN.

Le SAN (Strong Acid Number) est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser les acides forts contenus dans un gramme de substance. Le volume de potasse introduit jusqu'au premier d'inflexion correspond au SAN, le TAN correspondant à l'acidité totale indiquée par le deuxième point d'inflexion.

La méthode de détermination des TBN et SBN est semblable à celle des TAN et SAN. La titration se fait par l'acide chlorhydrique décimormal.

ANNEXE III

Composition de l'huile neuve SAE 20W50 et de l'huile usagée à 1000Km

1. Méthode n.d.Pa

C'est une méthode qui nécessite la connaissance de trois caractéristiques : densité d , indice de réfraction n à (20°C) ; et le point d'aniline en °C (PA) et qui permet de calculer directement par les formules suivantes, la composition :

$$\%C_A = 1039.4 n - 0.315 PA - 1094.3$$

$$\%C_N = -1573.3n - 840.15d - 0.4619PA + 1662.2$$

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

2. Méthode n.d.m

Cette méthode nécessite la connaissance de la densité, l'indice de réfraction, la masse moléculaire et éventuellement le pourcentage en soufre ; comme aussi elle 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 $C_A = 0.44 + 0.55MV$

Si $V < 0$

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

et $R_A = 0.44 + 0.080MV$

Si $W > 0$

$$\%C_R = 820 - 3S + 10000/M$$

et $R_T = 1.33 + 0.145M(W - 0.005S)$

Si $W < 0$

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

et $R_T = 1.33 + 0.180 M(W - 0.005S)$

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

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

3. La formule de Robert

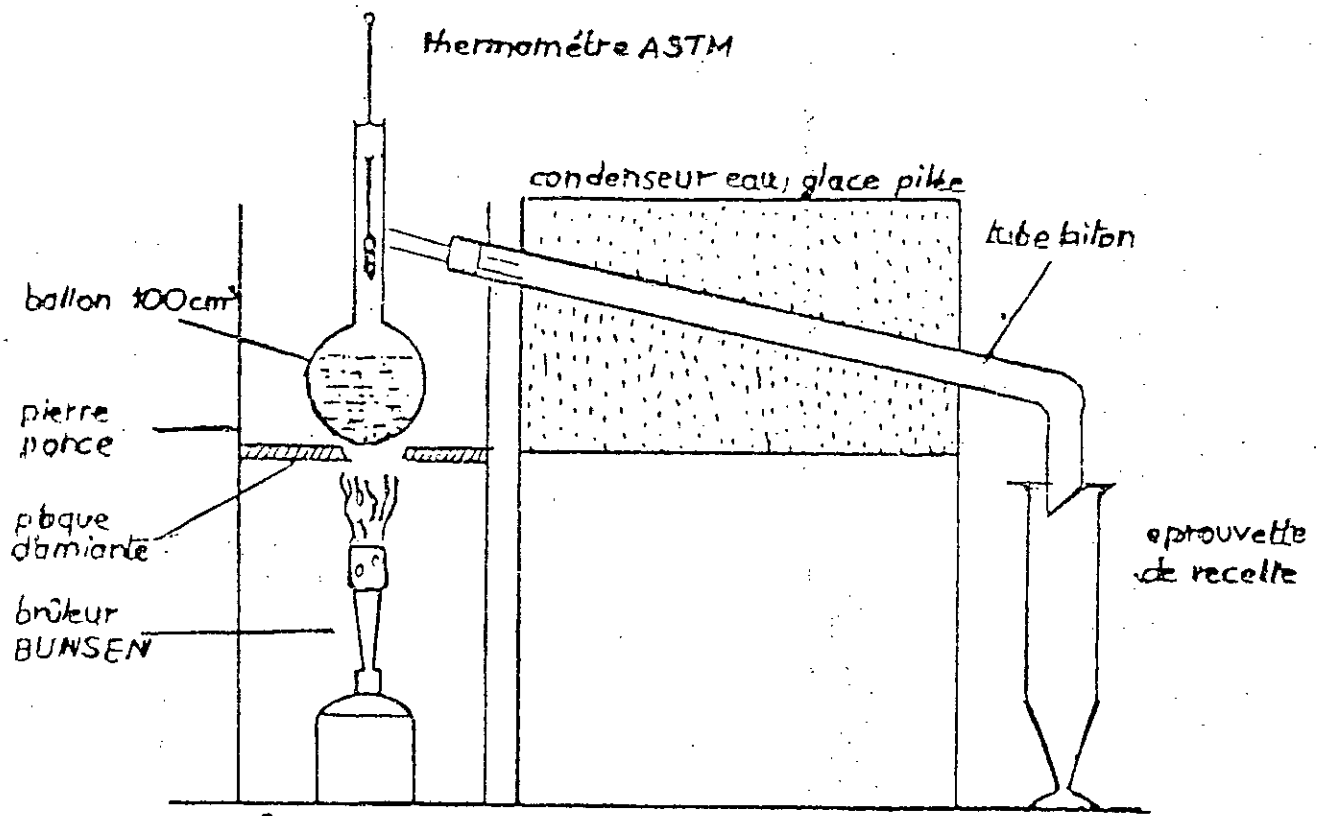
Cette équation nous permet de connaître la masse moléculaire de notre fraction pétrolière moyennant la connaissance de sa densité d , de son indice de réfraction et de son point d'aniline pA .

Elle s'écrit :

$$M(g) = 1705.45 \eta + 792.93d + 4.553pA - 3287$$

ANNEXE IV

Appareil de distillation atmosphérique



ANNEXE V

Corrélations

Corrélation de Viscosité des fractions pétrolières

$$V = 15.0317 - 0.337229 \text{ Teb} + 0.00286415 \text{ Teb}^2 - 1.01494 \cdot 10^{-5} \text{ Teb}^3 + 1.29877 \cdot 10^{-08} \text{ Teb}^4$$

Cf=0.92.

$$V = 11.6045 - 0.232056 \text{ Teb} + 0.00176738 \text{ Teb}^2 - 5.61442 \cdot 10^{-06} \text{ Teb}^3 + 6.46681 \cdot 10^{-9} \text{ Teb}^4$$

Cf=0.92

Corrélation de la masse molaire des fractions pétrolières

$$\log_{10} M = 0.001978 \text{ Teb} + 1.9394 + \log_{10} (2.15 - n^{20})$$

Corrélation du pouvoir calorifique supérieur

$$\text{P.C.S} = (\text{°API} \cdot \text{Pa} \cdot 0.10923 + 17919) \cdot 0.002326$$

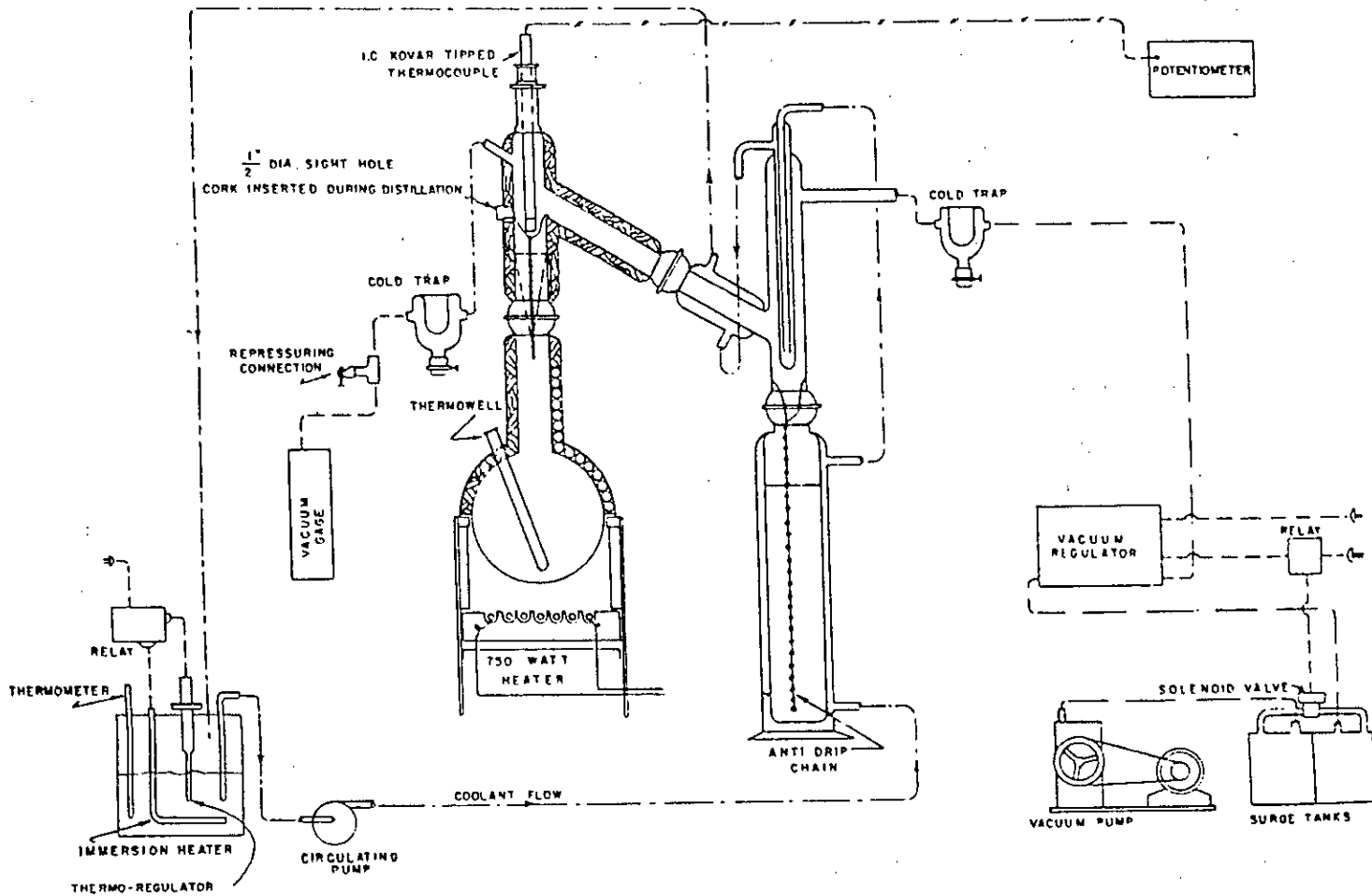
$$\text{°API} = (141.5 / d) - 131.5$$

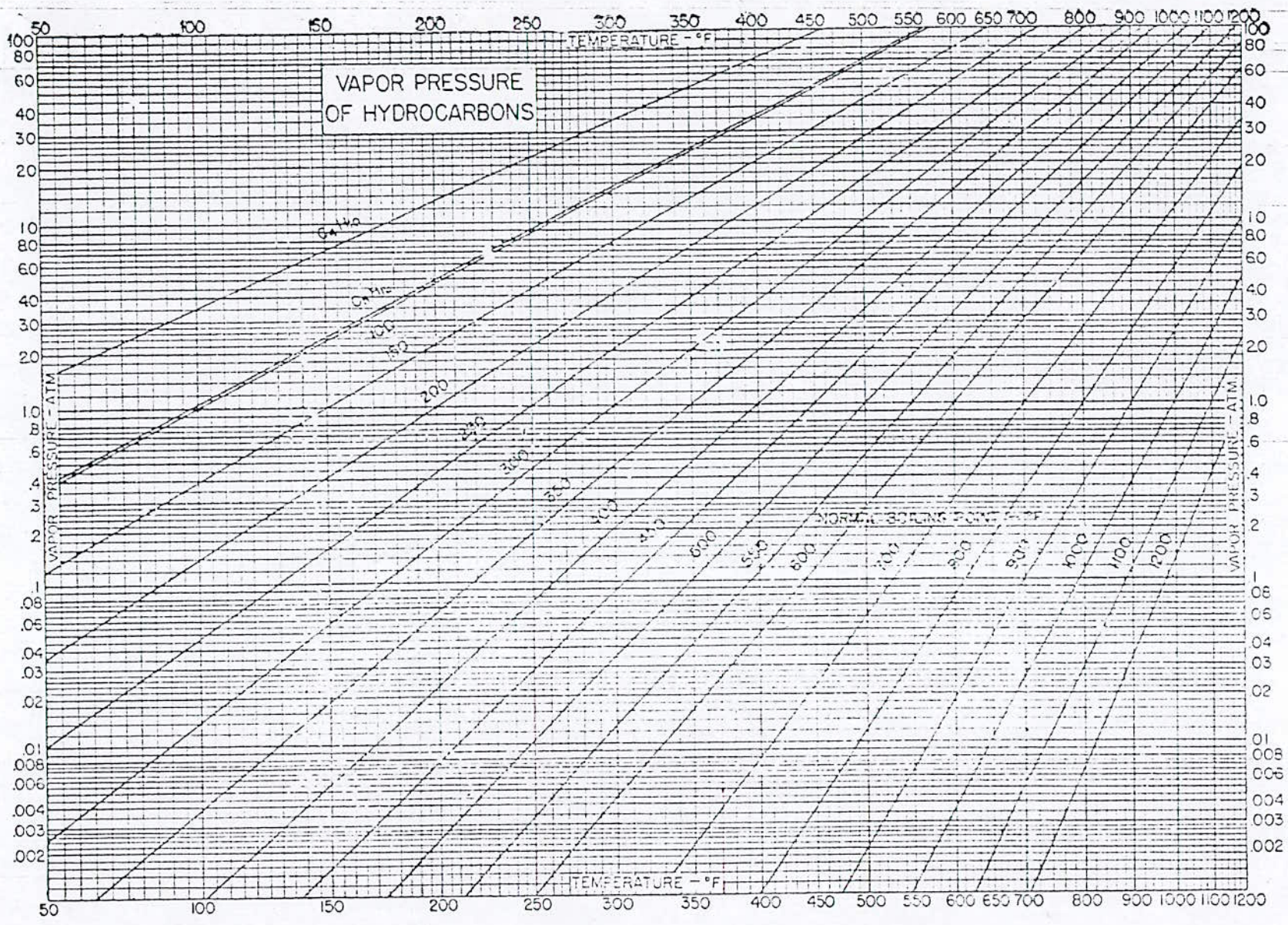
Avec :

$$[V] = \text{Cst}, [\text{Teb}] = \text{°C}, [\text{Pa}] = \text{°F}$$

ANNEXE VI

Appareil de Distillation sous Vide





Abaque Maxwell

ANNEXE VII

Bibliographie

- [1] J.L.F GROFF, «ABC de graissage », Edition Technip, Paris.
- [2] J. RICHARD. F. ROUX, « Lubrifiants, Technique de l'ingénieur, B590, 1986.
- [3] X., « Elément sur les lubrifiants et le graissage IRSID », Les cahiers de CESSID, centre d'études supérieurs de la sidérurgie METZ.
- [4] J.P. WAUQUIER, « Pétrole brut, produits pétroliers, schémas de fabrication », Edition Technip, Paris 1994.
- [5] J. BRIANT, « Propriétés rhéologiques des lubrifiants », Edition Technip, Paris 1981.
- [6] X., « Analyse et diagnostic », Laboratoire Technoparc du golf, Caen, France.
- [7] A.SCHILLING, « Huiles pour moteurs et le graissage des moteurs », Tome 1. Edition Technip, Paris 1971.
- [8] M. MERLET, « Les fluides d'usinage et l'environnement », Revue d'une agence financière de bassin série, Paris.
- [9] A. FORGE, M. LEMEE, S. ILIC, N. MARJANOVIC, « Régénération des huiles usagées par une voie non polluante éprouvée industriellement », 2^{ème} congrès européen sur le recyclage des huiles usagées, 1980.
- [10] P. WHUITHIER, « Le pétrole, Raffinage et Génie Chimique », Tome 1-2, Edition Technip, Paris 1971.
- [11] Entreprise NAFTEC, direction commercialisation, département programmation. « Bilan statistique des quatre années en lubrifiants (1991 - 1994) ».
- [12] X., « Méthodes rapides d'analyse des huiles usagées », Edition Technip, Paris 1971.
- [13] X., « Méthodes d'essais des produits pétroliers », Edition AFNOR, Paris 1970.
- [14] N.SAINT-YVES, « Régénération des huiles récupérées », L'industrie française, achats et entretien, N° 290 - 10, 1977.
- [15] X., « Adsorption industrielle », Techniques de l'ingénieur, J 2730, 1988.
- [16] R. DOUAL, R. ZETILI, « Contribution à l'élaboration des catalyseurs de cracking à base de KIESELGHUR », Thèse de fin d'études, ENP, Alger 1992.
- [17] X., « Les lubrifiants moteurs, Pertes par frottement et usure », Edition Technip, Paris 1978.
- [18] M. MURAT, « Valorisation des déchets et sous produits industriels », Edition Masson, Paris 1981.
- [19] C.E. CHITOUR, « Corrélations sur le pétrole brut et les fractions pétrolières », Edition OPU, Alger 1982.
- [20] T. GUENDOUIZI, « Contribution à l'étude de la régénération des huiles usagées », Thèse de magister, ENP, Alger 1991.
- [21] O. AOUDJIT, E. SELMI, « Evaluation de la détérioration de l'huile moteur (20W50) pendant les 1500 premiers kilomètres », Thèse de fin d'études, ENP, Alger 1992.

- [22] C. Ameer - H.N. FRAIHAT, « Etude de la cinétique de détérioration de l'huile lubrifiante 20W50 durant les premiers 1500 kilomètres », Thèse de fin d'études, ENP, Alger 1993.
- [23] B. BOUALI, « Cinétique de détérioration de l'huile moteur S.A.E 20W50 et essai de régénération sur Kaolin », Thèse de fin d'études, ENP, Alger 1991.
- [24] X., « La lubrification industrielle », Revue de l'IFP.
- [25] X. NORMAND, « Leçons sommaires sur l'industrie du raffinage du pétrole », Edition Technip, Paris 1978.
- [26] K. ZAOURAR, « Utilisation de différents adsorbants (Bentonite-Tuf-Kieselghur) pour la régénération des huiles moteur usagées », Thèse de fin d'études, ENP, Alger 1990.
- [27] M. AIT-OUARAB, « Caractérisation et régénération des huiles moteur SAE20W50 », Thèse de fin d'études, ENP, Alger 1989.
- [28] A.DRIS, F.KHECHEKHOUCHE, « Caractérisation de l'huile usagée moteur SAE 20W50 et régénération », Thèse de fin d'études, ENP, Alger 1988.
- [29] Société des lubrifiants ELF-AQUITAINE, « Séminaire LUB MARINE », Alger 28 et 29 Mai 1988.