

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLICQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

1/95

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT : Génie chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Etude de la régénération des huiles
usagées
Contribution à la -conception et la
réalisation d'un appareil semi-pilote
de régénération

Proposé par :
Pr. C.E. CHITOUR

Etudié par :
M^{lle} D. ABDESSEMED.
Mr. S. DOUNNIT

Dirigé par :
Pr. C.E. CHITOUR
M^{me} MOHELLEBI

PROMOTION JUIN 1995

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Ecole Nationale Polytechnique
Département de Génie Chimique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Etude de la régénération des huiles usagées moteurs
Contribution a la conception et la réalisation d'un
appareil semi-pilote de régénération des huiles usagées

Proposé par:
Pr C.E.Chitour

Etudié par:
Mlle D.Abdessemmed
Mr S.Dounnit

Dirigé par:
Pr C.E Chitour
Mme F.Mohellebi

PROMOTION JUIN 1995

ENP. 10, Avenue Hassen Badi. El-Harrach, Alger.

DEDICACES

*A ma chère mère,
A la mémoire de mon père,
A mes soeurs Nawel et Amel,
A tous ceux que j'aime.*

Dounia

*A mes parents, pour leur affection et leur soutien,
A mes frères et ma soeur,
A tous mes amis en particulier Dounia.*

Salah

REMERCIEMENTS

Que Monsieur le Professeur C.E Chitour qui nous a confié et accepté de diriger le sujet de notre projet de fin d'études, trouve ici l'expression de notre sincère gratitude et notre profond respect. Nous avons particulièrement apprécié ses remarquables qualités d'homme de science alliées à un profond sens de l'humain.

Nous remercions Madame F. Mohellebi pour la sollicitude avec laquelle elle s'est penchée sur notre modeste travail, ne nous ménageant ni son temps ni ses conseils. Sa bonté demeurera pour nous un exemple et un objet d'admiration.

C'est un honneur pour nous de voir Mr A. Bendjamaa présider notre jury. Puisse-t-il trouver ici notre infinie reconnaissance. Nous sommes également très sensibles à l'honneur que nous font Mme Yagoub, Mme Haddoum et Mr Fraihat en acceptant de participer à la critique de notre travail. Nous leur en témoignons notre gratitude.

Nous tenons à remercier vivement Mr. Mohellebi et le personnel des ateliers de l'ENP, qui nous ont aidé à réaliser notre appareillage.

Que tous ceux qui ont collaboré de près ou de loin à la réalisation de ce projet de fin d'études trouvent dans ces quelques lignes l'esprit de notre reconnaissance et notre gratitude. Celles-ci s'adressent tout particulièrement à MM T. Mokrane, N. Cherad et M. Ferdi.

PRESENTATION DU SUJET



L'objectif recherché par le présent sujet réalisé au sein du laboratoire de valorisation des énergies fossiles est d'élaborer un procédé de régénération d'une huile usagée moteur dans le but d'obtenir une huile comparable à celle issue du raffinage pétrolier.

Notre travail comportera trois volets essentiels:

Le premier est une étude bibliographique sur les huiles lubrifiantes, en particulier les huiles moteurs et les différents procédés de régénération.

Dans le second volet, nous présenterons le travail effectué au laboratoire; c'est à dire. l'étude cinétique et la détermination des paramètres optimaux de la régénération des huiles usagées moteurs.

Le dernier volet sera consacré à la conception et la réalisation d'un appareil semi-pilote qui comportera principalement une colonne de percolation sur laquelle nous effectuerons un essai de régénération.

ملخص:

هذا العمل يدخل في إطار إعادة إستعمال زيت المحرك المستعملة و يقترح مساهمة لدراسة إحدى الطرق المستعملة في إعادة تكرير زيت المحركات الأخرى و هي طريقة التصفية.

الجزء الأول من العمل تركز حول تعيين الخصائص الفيزيوكيميائية لزيت المستعملة و الزيت الجديدة، ثم قمنا بعملية التصفية على البنتونيت الطبيعية بإستعمال أنبوب مخبري.

في المرحلة الثانية قمنا بعدة تجارب لتحديد الإرتفاع الملائم للبنتونيت و كذلك درجة الحرارة الملائمة التي تعطي أحسن شروط نزع اللون من الزيت المستعملة. المرحلة الثالثة تمركزت حول دراسة و إنجاز جهاز شبه صناعي لتكرير الزيت و هو عبارة عن عمود طوله 1 م و يحتوي على 20 طبق و أخيراً قمنا بعملية التصفية بإستعمال هذا الجهاز.

RESUME

Ce travail s'inscrit dans le cadre des travaux de récupération des huiles usagées moteurs, il s'agit d'une contribution à l'étude du procédé par percolation. En premier lieu, nous avons fait appel aux principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile neuve et de l'huile usagée, ensuite nous avons fait un essai de régénération en utilisant la bentonite à l'état naturel dans une colonne analytique .

la deuxième étape du travail a consisté à faire plusieurs manipulations nous permettant d'optimiser la hauteur du lit d'adsorbant à utiliser et de déterminer la température optimale de travail .

La troisième étape fut celle de la conception et la réalisation d'un appareil semi-pilote de régénération , en l'occurrence une colonne de 01 mètre de hauteur contenant 20 plateaux perforés . Sur la colonne une fois réalisée, nous avons fait un essai de régénération.

ABSTRACT

This work entered in the frame work of recovery of used engine oil. it concerns a contribution to the study of the process by percolation . we have, in the first place ,call fact to the main characteristics of new and used oil. Then, we've made a test of regeneration by using bentonite to the natural state on an analytic column .

The second step of the work has consisted in make several manipulations allowing us optimize the height of adsorbant bed to use and to determine the optimal work temperature.

The third step was that the idea and the realization of machine semi pilot of regeneration, a column of meter of height containing a twenty of perforated trays . On the once realized column , we have made a test of percolation.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I LA LUBRIFICATION ET LES LUBRIFIANTS

- I-1 DEFINITION ET ROLE D'UN LUBRIFIANT
- I-2 ORIGINE ET CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS
 - I-2-1 LES LUBRIFIANTS SOLIDES
 - I-2-2 LES LUBRIFIANTS SEMI-SOLIDES OU PLASTIQUES
 - I-2-3 LES LUBRIFIANTS LIQUIDES
 - I-2-4 LES LUBRIFIANTS GAZEUX
- I-3 ACTION D'UN LUBRIFIANT
- I-4 LE FILM LUBRIFIANT
 - I-4-1 LES PRINCIPAUX TYPES DE FROTTEMENT
 - a- frottement de glissement
 - b- frottement de roulement
 - c- frottement de pivotement
 - d- frottement fluide
 - I-4-2 LES REGIMES DE LA LUBRIFICATION
 - a- la lubrification hydrodynamique
 - b- la lubrification elasto-hydrodynamique
 - c- la lubrification hydrostatique
- I-5 LES PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DES LUBRIFIANTS

CHAPITRE II LES HUILES MOTEURS

- II-1 PRESENTATION GENERALE
- II-2 CLASSIFICATION DES HUILES MOTEURS
- II-3 COMPOSITION DES HUILES MOTEURS
 - II-3-1 CONCEPTION D'UN LUBRIFIANT

II-3-2 L'HUILE DE BASE

- a- les bases minérales conventionnelles
- b- les bases minérales non conventionnelles

II-3-3 LES ADDITIFS

- a- définition
- b- les différents additifs

II-4 PROCÉDE DE FABRICATION DES HUILES DE BASE

II-5 TENDANCES CHIMIQUES DES HUILES

II-5-1 TENDANCE PARAFFINIQUE

II-5-2 TENDANCE NAPHTENIQUE

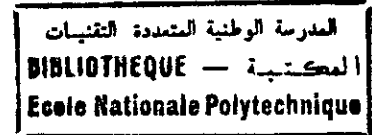
II-5-3 TENDANCE AROMATIQUE

II-6 LES HUILES MOTEURS USAGÉES

II-6-1 DÉFINITION

II-6-2 DIFFÉRENTES FORMES D'USURE

II-6-3 LES CONTAMINANTS DE L'HUILE USAGÉE



CHAPITRE III

LA RÉGÉNÉRATION DES HUILES USAGÉES

III-1 PROCESSUS GÉNÉRAL DE RÉGÉNÉRATION

III-1-1 LA DÉCANTATION

III-1-2 SÉPARATION DES IMPURETÉS EN SUSPENSION DANS L'HUILE

III-1-3 DE-ESSENCIEMENT ET DESHYDRATATION

III-1-4 TRAITEMENT À L'ACIDE

III-1-5 NEUTRALISATION

III-1-6 PASSAGE À LA TERRE

III-2 LES DIFFÉRENTS PROCÉDES DE RÉGÉNÉRATION

III-2-1 NOUVEAU PROCÉDE IFP

III-2-2 RÉGÉNÉRATION PAR ULTRAFILTRATION ET TRAITEMENT DE FINITION - PROCÉDE IFP/RHONE-POULENC

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE

1-1 DEFINITION DES DIFFERENTES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DES HUILES LUBRIFIANTES ET LES NORMES UTILISEES

1-2 CARACTERISATION DE L'HUILE NEUVE 20W50 SAE

1-2-1 ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE

1-2-2 COMPOSITION CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE

1-2-3 ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS L'HUILE NEUVE

1-2-4 VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE NEUVE AVEC LA TEMPERATURE

1-3 CARACTERISATION DE L'HUILE USAGEE

1-3-1 CARACTERISTIQUES DU MOTEUR

1-3-2 PRISE D'ECHANTILLON D'HUILE USAGEE

1-3-3 CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE USAGEE

1-3-4 COMPOSITION DE L'HUILE USAGEE

1-3-5 VARIATION DE LA VISCOSITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

1-3-6 TENEUR EN METAUX D'USURE DANS L'HUILE NEUVE

CHAPITRE II CHOIX DE L'ADSORBANT

II-1 LES DIFFERENTS ADSORBANTS UTILISES POUR LA REGENERATION DES HUILES USAGEES

II-2 ANALYSE DE L'ADSORBANT CHOISI

II-3 ACTIVATION DE LA BENTONITE

CHAPITRE III ESSAI DE REGENERATION SUR UNE COLONNE ANALYTIQUE

- III-1 NOTION DE PERCOLATION
- III-2 PROCEDURE EXPERIMENTALE
- III-3 TEST DE PERCOLATION AVEC TERRE NON ACTIVEE
- III-4 TEST DE PERCOLATION AVEC BENTONITE ACTIVEE
THERMIQUEMENT
 - III-4-1 CHOIX DU SUPPORT DE LA BENTONITE
 - a- essai utilisant le coton comme support
 - b- essai utilisant le tissu comme support
 - c- essai de combustion de la bentonite
 - d- essai utilisant le coton comme adsorbant
 - III-4-2 OPTIMISATION DE LA HAUTEUR DU LIT
 - a- première expérience (h=16cm)
 - b- deuxième expérience (h=37,5cm)
 - c- troisième expérience (h=99cm)
 - III-4-3 OPTIMISATION DE LA TEMPERATURE
 - a- première expérience (T=temperature ambiante)
 - b- deuxième expérience (T=40 C)
 - c- troisième expérience (T=60 C)

CHAPITRE IV CONCEPTION ET REALISATION DE L'APPAREIL SEMI-PILOTE POUR LA REGENERATION DES HUILES USAGEES

- IV-1 LES DIFFERENTS COMPOSANTS DE L'APPAREIL
- IV-2 MONTAGE ET ASSEMBLAGE

CHAPITRE V

ESSAI DE REGENERATION DE L'HUILE SUR LA COLONNE SEMI-PILOTE

- V-1 ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE D'UN MELANGE D'HUILES
- V-2 ESSAI A VIDE
- V-3 TEST DE PERCOLATION SUR LA COLONNE UTILISANT UN SEUL PLATEAU
- V-4 TEST DE PERCOLATION EN PLACANT LA CHARGE SUR TOUS LES PLATEAUX

CONCLUSION

ANNEXE

NOMENCLATURE

BIBLIOGRAPHIE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les huiles lubrifiantes finies sont essentiellement des formulations d'huiles de base dérivées du pétrole brut dont les propriétés ont été adaptées au moyen d'additifs, comme des améliorants de l'indice de viscosité, des produits antirouille, etc.

L'Europe occidentale produit environ 7 millions de tonnes par an d'huiles lubrifiantes et on peut estimer que environ la moitié de la consommation totale se rapporte à l'industrie automobile (1). En Belgique, la consommation totale est de l'ordre de 220.000 tonnes dont 80.000 tonnes sont des huiles moteurs. L'Algérie aura consommé, à la fin de l'année 1995, 126.550 tonnes d'huiles lubrifiantes.

Après déduction de la part qui est réellement consommée (évaporation, consommation interne des moteurs,...), on peut dire que la masse d'huile rejetée est très importante. La prise de conscience mondiale dans le domaine de l'écologie, illustrée par la conférence de RIO en 1992 a incité de nombreux pays à mettre en place une politique de traitement des déchets (2). Une certaine priorité est donnée au recyclage dont l'objectif est l'économie de matières premières. Lorsque les conditions techniques et/ ou économiques ne le permettent pas, la combustion avec récupération d'énergie est une solution acceptable.

a- La combustion

L'incinération des huiles usées présente un intérêt du fait de leur important pouvoir calorifique. Ces huiles sont valorisables, le plus souvent, en qualité de combustibles dans des procédés peu exigeants ou en addition modérée à des combustibles de base.

Le cycle des opérations est:

- . Elimination de l'eau et des sédiments;
- . Elimination des métaux lourds;
- . Elimination des solvants et autres impuretés;
- . Réduction très forte de la teneur en cendres.

Après ces opérations, l'huile peut être considérée comme un combustible qui a les caractéristiques suivantes:

- . Pouvoir calorifique élevé, proche de celui du fuel (environ 10000 kcal/kg)

- . Bas point de congélation;
- . Faible teneur en soufre;
- . Faible teneur en cendres.

Dans l'hypothèse combustion, on peut considérer que 90 à 95% de l'huile sont recyclés. Une tonne d'huile que l'on brûle permet d'économiser 800kg de fuel (1). La quantité d'huile recyclée en combustible représente moins de 1% de la consommation de fuel, ce qui permet ni une pression sur le prix du combustible neuf ni un abaissement du prix de revient dont le consommateur pourrait tirer profit.

b- Le recyclage

Les huiles usagées contiennent en quantité variable de l'eau, de l'essence, du gasoil, des particules de carbone, des résines, des métaux, des additifs dégradés, des solvants chlorés et des corps gras. Ces différents contaminants sont:

- . soit produits au cours du fonctionnement normal du moteur (carburation, usure, oxydation, corrosion...)
- . soit introduits au cours de la collecte (solvants, corps gras,...)

Le recyclage consiste à éliminer tous les contaminants de l'huile usagée 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.

Le pourcentage d'huiles moteurs usées effectivement récoltées varie fort d'un pays à l'autre (1). Ces disparités sont attribuables à plusieurs causes. Tout d'abord, il est bien connu que les attitudes envers la protection de l'environnement varient fortement de pays à pays et que les pays nordiques ont toujours su faire preuve d'un grand civisme.

Qu'advient-il des huiles non collectées?

- . la plus grande partie est certainement brûlée dans des conditions souvent peu favorables pour l'environnement;
- . une autre partie disparaît dans la nature, et probablement une grande partie des vidanges faites en privé.

Ceci montre l'importance d'un système organisé de collecte, ainsi que des règles claires et respectées quant à l'auto-brulage.

Différents moyens physiques et chimiques sont mis en oeuvre pour réaliser les opérations de régénération de ces huiles usées. A l'heure actuelle, il existe de par le monde de nombreux procédés de régénération qui se différencient les uns des autres par la nature des moyens utilisés pour assurer l'élimination des contaminants.

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

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

Dans le cadre du présent travail, on a étudié la possibilité d'utiliser une terre adsorbante pour purifier une huile usée moteur pouvant servir de combustible en adjonction à du fuel. Après avoir caractérisé en laboratoire les échantillons d'huile neuve catégorie S.A.E 20W50 et d'huile usée de même nature vidangée après 1000 km de fonctionnement d'un véhicule type Renault Express par des essais normalisés, le but ultime est la réalisation d'un procédé cyclique en lit fixe utilisant la bentonite comme adsorbant. Ce dernier sera utilisé sous deux états différents (brut, activé thermiquement). Les résultats de l'étude cinétique obtenus sur la colonne de percolation à l'échelle laboratoire seront utilisés pour la conception et la réalisation d'un semi-pilote de régénération.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I LA LUBRIFICATION ET LES LUBRIFIANTS

I-1 DEFINITION ET ROLE D'UN LUBRIFIANT (3)

Un lubrifiant, du mot latin "lubricus" à savoir glissant, est une huile onctueuse, généralement d'origine pétrolière, utilisée pour lubrifier le mouvement d'une machine ou d'un outil en rendant glissantes et en refroidissant les surfaces métalliques en contact.

Très souvent, on demande au lubrifiant de préserver de la corrosion les surfaces des pièces en contact, ce qui permet de garder le moteur en bon état, et de servir d'agent de refroidissement en participant à l'évacuation de la chaleur et l'élimination des points chauds.

D'autre part, le lubrifiant doit réduire les frottements parasites ou les résistances passives des machines ; ce qui augmente le rendement mécanique.

I-2 ORIGINE ET CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS (4)

Les premières huiles utilisées par l'homme provenaient du règne animal ou végétal (huile de poisson, de foie de morue, d'olive, de maïs, de ricin, d'arachides...etc.). Ces huiles sont utilisées en pharmacie et dans l'alimentation.

Dans les domaines de l'aviation et des équipements de méthaniers, on utilise des huiles de synthèse obtenues par synthèse organique à partir de composés organiques (esters, silicones, polyglycol).

Les huiles minérales sont définies comme étant des huiles dérivées du pétrole. Elles répondent aux besoins de toutes sortes de machines quelles que soient les conditions opératoires.

On distingue parmi les lubrifiants:

I-2-1 LES LUBRIFIANTS SOLIDES

Un lubrifiant solide est, dans la plupart des cas, un milieu de contact, minéral ou organique, doué de propriétés lubrifiantes. La plupart des lubrifiants solides ne présentent une action lubrifiante que s'ils sont incorporés à un milieu porteur, par exemple de l'huile(5). C'est pour cette raison que, seuls, quelques uns de ces lubrifiants solides servent de moyens de lubrification secs. Ceux-ci peuvent être utilisés à l'état pur

sans avoir recours à un milieu porteur. On peut citer: le graphite, le talc, le mica, le bisulfure de molybdène, le nitrure de bore...etc.

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

I-2-2 LES LUBRIFIANTS SEMI- SOLIDES OU PLASTIQUES

Ces lubrifiants sont constitués de corps gras d'origine animale ou végétale, de corps gras saponifiés, de gels divers...etc., on peut citer le savon, le verre fondu. Ils sont utilisés dans le garnissage et dans les mécanismes tels que les joints ou les roulements.

I-2-3 LES LUBRIFIANTS LIQUIDES

Les lubrifiants liquides tels que l'eau, les acides, l'éther, l'azote liquide...etc, sont utilisés dans les mécanismes chargés, par exemple dans un moteur alternatif.

Les huiles minérales d'origine pétrolière additivées font partie des lubrifiants liquides les plus utilisés.

I-2-4 LES LUBRIFIANTS GAZEUX

Ces lubrifiants (air, azote, hélium) servent dans les mécanismes peu chargés et / ou tournant à grande vitesse. Leur très faible coefficient de frottement fait que l'air par exemple est utilisé dans l'alimentation.

I-3 ACTION D'UN LUBRIFIANT (6)

L'utilisation d'un lubrifiant devant agir comme matériau intermédiaire entre des corps opposés, en mouvement l'un par rapport à l'autre, afin de réduire le frottement, remonte à 2000 ans avant J-C.

Tout mouvement mécanique implique la transformation d'énergie, avec pour résultat une part de travail utile, et d'autre part ce qu'il est habituel d'appeler la "perte de rendement", résultant généralement en production de chaleur.

Il va de soi que cette part parasitaire doit être réduite dans la mesure du possible. La réduction du frottement entre éléments mécaniques, premier générateur de chaleur, est donc impérative. Quel que soit l'état de surface de deux éléments en contact, leur mouvement relatif implique le frottement. Les irrégularités des deux reliefs créent des points de contact qui, écrasés l'un par l'autre par le mouvement, produisent de la chaleur. Celle-ci peut conduire, en cas d'excès, à la fatigue des éléments, et finalement à leur destruction.

La fonction première de la lubrification est d'éviter le contact entre les parties "hautes" des deux reliefs relatifs qui, sous l'effet de la charge, se rapprochent et s'imbriquent l'une dans l'autre.

Deux types de frottements doivent être distingués:

- le glissement
- le roulement

Dans chacun des cas, le frottement peut être réduit de façon significative par un film lubrifiant. L'établissement du film lubrifiant a un autre avantage: la réduction du contact effectif entre les surfaces opposées (une partie du relief des surfaces est noyée dans le film qui sépare ces surfaces). Ceci réduit l'usure des surfaces.

Lorsqu'un lubrifiant se fait écraser entre des surfaces, et qu'ensuite il se détend, tel que c'est le cas entre dents d'engrenages, on note un effet d'amortissement des vibrations.

La réduction du frottement réduit l'échauffement, ce qui résulte en une prolongation de la durée de vie par l'abaissement de la température en régime de l'ensemble mécanique.

Le film lubrifiant qu'il soit graisse ou huile, forme une protection contre les influences extérieures, assure une protection anticorrosion et prévient l'introduction de poussières.

L'énumération ci-dessus permet de se rendre compte de l'importance du film lubrifiant correct, à l'endroit voulu.

I-4 LE FILM LUBRIFIANT

On définit la lubrification comme étant l'interposition d'un film de lubrifiant entre les surfaces de contact de deux éléments mécaniques en mouvement l'un par rapport à l'autre, dans le dessein de diminuer les forces de frottement, l'usure et l'échauffement.

I-4-1 LES PRINCIPAUX TYPES DE FROTTEMENT (7) (3)

Tout mouvement est freiné par une résistance. Cette résistance, qui limite toutes les formes connues de mouvement, est appelée frottement. On peut donner au frottement la définition suivante: "Force qui agit entre deux corps à leur surface de contact, de façon à freiner le déplacement de l'une par rapport à l'autre".

Si les deux corps sont des solides, cette force est appelée frottement solide qui peut être du type glissement, du type roulement, du type

pivotement. Si l'un des deux corps est un fluide, la force est un frottement fluide.

a- frottement de glissement

C'est un frottement qui se produit lorsqu'on déplace, sans la faire rouler, la surface d'un corps solide sur la surface d'un autre corps solide: piston glissant dans un cylindre.

b- frottement de roulement

C'est un frottement qui se produit lorsqu'un cylindre ou une sphère roule sur une surface plane ou de courbure moindre: roulements à rouleaux ou à billes.

c- frottement de pivotement

Il se produit lorsqu'une surface oscille, tourne en reposant par le même point sur une autre surface; toupie en mouvement.

d- le frottement fluide

Lorsqu'on introduit un liquide entre deux corps solides et que l'on déplace l'un de ces corps par rapport à l'autre, le film lubrifiant formé, se partage en plusieurs couches. La résistance du fluide à cette action de partage, la tendance que les différentes couches de lubrifiants ont à coller les unes aux autres, est appelée frottement fluide.

Lorsque cette lubrification est obtenue par de l'huile, on distingue essentiellement trois phénomènes différents suivant l'épaisseur du film de lubrifiant:

- La lubrification est dite **onctueuse** quand les deux corps sont recouverts d'une mince couche de lubrifiant appelée épilamen (10^{-6} mm).
- La lubrification est dite **mixte** ou **imparfaite** lorsque l'épaisseur du film d'huile est telle que le contact entre les surfaces métalliques est seulement intermittent.
- La lubrification est **hydrodynamique** ou **parfaite** quand l'épaisseur du lubrifiant est supérieure à la hauteur des aspérités métalliques et qu'un film d'huile sépare complètement les surfaces métalliques.

I-4-2 LES REGIMES DE LA LUBRIFICATION

Lorsque le relief des surfaces en contact reste en permanence noyé dans le lubrifiant, et qu'il n'y a donc pas de contact mécanique, on parle de lubrification fluide. Il faut faire la distinction entre deux types:

- la lubrification hydrodynamique
- la lubrification hydrostatique

a- la lubrification hydrodynamique

Dans la lubrification hydrodynamique, la pression qui sépare les éléments mécaniques est induite dans le film porteur par le "coin d'huile". Celui-ci est formé au niveau de la cannelure de lubrification, par action conjuguée de la vitesse relative des éléments et la viscosité du lubrifiant.

L'apport correct du lubrifiant, sa viscosité, la vitesse relative et la charge forment, avec le dessin correct de la cannelure, les conditions nécessaires pour assurer le pouvoir porteur du palier. Les applications typiques sont les paliers lisses, patins et glissières.

Le choix de la viscosité est essentiel. Dans le cas d'un palier lisse, on peut employer trois huiles:

a-1 une huile trop visqueuse

Ce terme s'applique à une huile dont la force de cohésion interne est trop importante pour l'utilisation considérée. Les forces d'adhésion aux surfaces en mouvement arrivent difficilement à bout des forces de cohésion, l'énergie nécessaire pour cisailer le film d'huile est très élevée et se transforme en chaleur. Des incidents de marche sont à prévoir.

a-2 une huile trop fluide

Les forces de cohésion entre les molécules des différentes couches sont trop faibles: un film de résistance suffisante pour soutenir l'arbre ne peut être formé. Les couches de molécules seront écrasées, la lubrification sera insuffisante.

a-3 une huile convenable

Les forces de cohésion entre les molécules de cette huile sont suffisantes pour soulever l'arbre. Le film d'huile est composé d'un nombre de couches suffisant pour donner un frottement fluide. Il y a un bon

équilibre entre les forces d'adhésion aux surfaces et les forces de cohésion entre les molécules de l'huile.

b- la lubrification élastohydrodynamique

On parle de lubrification élastohydrodynamique à film mince lorsqu'il y a contact occasionnel entre les surfaces. Le relief subit une déformation élastique sous la charge. Lorsque le film moléculaire est détruit par défaut de lubrifiant (viscosité ou débit), ou du fait d'un état de surface exagérément rugueuse, la lubrification devient limite. Seuls les creux sont garnis de lubrifiant et les reliefs se déforment mutuellement. A l'extrême, on note le grippage des surfaces, qui entraîne l'arrêt de la production: cette situation est représentée par la figure 1:

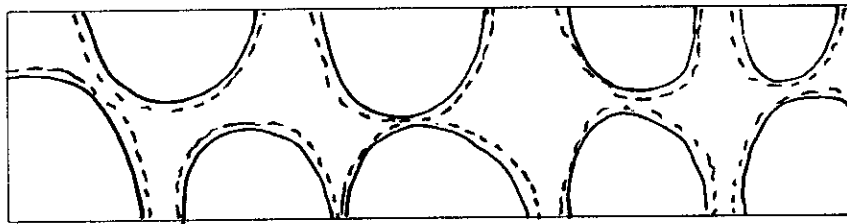


Figure 1 Lubrification limite.

En lubrification limite, l'usure est très importante. On additionne l'huile de composés chlorés, soufrés, qui réagissent sur le métal pendant le frottement (7) et recouvrent celui-ci d'un film adhérent et onctueux. On rencontre ce type de régime dans la lubrification de la boîte de vitesses des véhicules.

En régime partiel, on demandera au lubrifiant de former un film fortement accroché aux surfaces. Lorsque les surfaces se déplacent lentement l'une sur l'autre, on ajoute à l'huile des savons ou des corps gras qui réagissent sur le métal de la surface pour donner un film adhérent et onctueux. Quand les surfaces frottent fortement, le film d'huile ne peut séparer les surfaces, on ajoute à l'huile des composés de phosphore qui protègent de l'usure.

c- la lubrification hydrostatique

La lubrification hydrostatique est obtenue par l'injection sous pression d'un volume d'huile constamment renouvelé, à une pression telle que le film forme un vérin capable de porter la charge qui lui est imposée.

I-5 LES PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DES LUBRIFIANTS (3)

L'onctuosité ou pouvoir graissant est une notion complexe qui dépend de la viscosité, de la capillarité, de la tension superficielle et de la polarisation des molécules du lubrifiant, elle est essentiellement une caractéristique de l'action de contact lubrifiant-métal.

La couleur, ainsi que le reflet au soleil, le trouble par transparence et l'aspect général étaient les seuls critères utilisés pour qualifier un lubrifiant; plus importants sont la stabilité d'une huile à la chaleur et à l'oxydation, le point d'éclair qui mesure l'inflammabilité, et le point de congélation, qui représente la fluidité à froid; l'acidité, la teneur en métaux et le carbone résiduel doivent être contrôlés dans le but d'éviter la corrosion et la calamine dans le moteur.

CHAPITRE II LES HUILES MOTEURS

II-1 PRESENTATION GENERALE (8)

L'une des principales causes de pollution de l'air consiste aux gaz d'échappement des automobiles qui sont très toxiques. On est amené, pour minimiser cette pollution, à réduire la consommation du carburant dans les moteurs. A cette fin, plusieurs solutions ont été mises en oeuvre par les constructeurs; on cite parmi elles:

- L'amélioration de la combustion: Elle se réalise par un accroissement progressif des taux de compression et une optimisation des systèmes d'alimentation. Cette solution a entraîné une diminution de consommation de 10% sur 15 ans.
- L'adaptation moteur-véhicule: Cette méthode consiste essentiellement à modifier le rapport de transmission de telle façon, qu'à une vitesse déterminée du véhicule, le moteur fonctionne à régime plus faible donc à meilleur rendement.
- La réduction des pertes mécaniques: La consommation du carburant s'accroît de façon remarquable par les frottements internes et l'entraînement des auxiliaires. Les moyens d'intervention les plus efficaces dans ce domaine, passent par une optimisation de la lubrification et par une réduction du temps de mise en action, d'où l'intérêt principal de l'utilisation des lubrifiants.

II-2 CLASSIFICATION COMMERCIALE DES HUILES MOTEURS

Les lubrifiants répondent à des classifications, à des spécifications et à des cahiers des charges émanant d'organismes nationaux ou internationaux, civils ou militaires, de constructeurs de matériels, et parfois de grands utilisateurs comme dans le cas des armées nationales ou des grandes administrations(9). Ces caractéristiques sont destinées à

mieux qualifier les produits. On distingue les classifications des spécifications; les premières sont données à titre informel et n'ont pas un caractère obligatoire, elles ne constituent que des recommandations d'emploi. Les secondes en revanche présentent un certain caractère "législatif" puisque les organismes d'utilisateurs (tels que les grands constructeurs d'automobiles) les intègrent dans leurs préconisations. Les lubrifiants d'automobiles sont actuellement définis par les classifications et spécifications des organismes suivants:

- Society of Automotive Engineers (S.A.E) et American Petroleum Institute (A.P.I) pour les Etats Unis
- Comité des Constructeurs d'Automobiles du Marche Commun (CCMC) devenu récemment Association Européenne des Constructeurs d'Automobiles (ACEA) pour l'Europe
- International Lubricant Standardization and Approval Committee (ISLAC) qui ne concerne uniquement que les huiles destinées aux moteurs à essence
- Spécifications militaires.

Le système de classification de viscosité SAE est le plus connu et le plus utilisé. Ce système d'usage universel prend en compte pour critère principal la viscosité du lubrifiant. La viscosité des huiles moteurs définit, dans sa dernière version SAE J300 FEV 92, 11 niveaux de base, ou "grades", à savoir six huiles dites HIVER "W", de l'abréviation anglaise "winter", qui sont caractérisées par leur viscosité à basse température (inférieure à 0 °C), et cinq "grades" d'huiles ETE caractérisées par leur viscosité à chaud (100 °C et 150 °C). Ces classifications introduisent la notion d'huiles dites "multigrades" qui répondent à la fois à des exigences de viscosité à basse température et à température élevée (par exemple 5W-40, 10W40). Les caractéristiques de ces classifications sont reproduites sur le tableau 1.

Tableau 1 : Classification de viscosité SAE J 300 feb 1992 des huiles moteurs.

Grade de viscosité SAE	viscosité de démarrage à froid en (cp) à la température (DEG C) de	viscosité de pompabilité à froid en (cp) à la température (DEG C) de	viscosité cinématique en (cst) a 100 (DEG C)	
	MAXI	MAXI	MINI	MAXI
0W	3250 à -30	30000 à -35	3.8	-
5W	3500 à -25	30000 à -30	3.8	-
10W	3500 à -20	30000 à -25	4.1	-
15W	3500 à -15	30000 à -20	5.6	-
20W	4500 à -10	30000 à -15	5.6	-
25W	6000 à -05	30000 à -10	9.3	-
20	-	-	5.6	<9.3
30	-	-	9.3	<12.5
40	-	-	12.5	<16.3
50	-	-	16.3	<21.9
60	-	-	21.9	<26.1
Méthodes	ASTM D 2602	ASTM D4684	ASTM D445 sur viscosimètre capillaire	

II-3 COMPOSITION DES HUILES MOTEURS

II-3-1 CONCEPTION D'UN LUBRIFIANT (8)

La réalisation d'une formule d'huile consiste à trouver la composition optimale de bases et d'additifs permettant de répondre aux exigences des diverses contraintes d'utilisation. Ces contraintes peuvent être dues à la technologie du moteur, à l'environnement ou aux impératifs économiques ou pratiques.

a- Contraintes dues à la technologie du moteur:

- les températures atteintes par l'huile dans la zone de segmentation (250°C) dans les paliers de vilebrequin (120 à 160°C), dans le carter (100 à 120°C).
- les frottements en régime hydrodynamique et limite.
- les jeux entre les pièces en frottement (segments et chemises par exemple).

b- Contraintes dues à l'environnement :

- les températures minimales de l'air ambiant qui conditionnent le démarrage.
- l'oxygène de l'air qui provoque une oxydation de l'huile.
- le contact de l'huile avec les bagues en élastomères.
- les gaz brûlés qui traversent la zone de segmentation et polluent l'huile.

c- Contraintes dues aux impératifs économiques ou pratiques:

- la réduction des pertes par frottements pour économiser l'énergie.
- l'espacement des périodicités de vidange.
- possibilité de stockage prolongé.
- limitation du prix de revient.

En prenant ces contraintes en considération, les propriétés de l'huile qui en découlent sont des propriétés d'écoulement, de stabilité chimique, de détergence...etc.

- l'état liquide doit être maintenu approximativement entre -30 et 250°C.
- le régime hydrodynamique doit être assuré dans la plupart des organes du moteur grâce à un film d'huile de viscosité convenable.
- dans les organes soumis au régime limite, le pouvoir lubrifiant doit être assuré par des composés polaires fortement adsorbés, le plus souvent chimiquement, pour former des films moléculaires "onctueux" empêchant le contact des métaux entre eux.

-l'huile doit combattre la formation de dépôts qui risqueraient d'encrasser les moteurs par son pouvoir détergent et dispersant.

L'intégration de tous ces aspects conduit le plus souvent à une solution "cocktail" contenant:

- des produits de base
- des additifs servant soit à renforcer les propriétés des premiers, soit à conférer à l'ensemble des caractéristiques spécifiques.

II-3-2 L'HUILE DE BASE (10) (11)

Un lubrifiant pour automobile se compose principalement d'une huile dite de base (ou d'un mélange d'huiles de base) qui constitue l'ossature même du produit final.

C'est généralement une huile minérale visqueuse ayant pour propriété le fait qu'elle réduit les pertes par frottement dans le moteur par abaissement de sa viscosité.

Suivant leur origine, on distingue les catégories des huiles de base suivantes:

a- Les bases minérales conventionnelles

a-1 bases minérales issues du raffinage: Elles sont produites selon des procédés traditionnels de raffinage du pétrole brut. Elles couvrent l'essentiel des besoins les plus courants (plus de 90% du marché).

Le raffinage se fait en cinq étapes:

- distillation sous vide
- désasphaltage au propane du résidu de distillation sous vide
- désaromatisation au furfurool
- déparaffinage à la méthyléthylcétone
- hydrofinissage

Les huiles issues de ce raffinage sont constituées d'hydrocarbures surtout paraffiniques et naphthéniques, mais aussi aromatiques en proportion beaucoup plus faible. D'une manière générale, on obtient la composition suivante: $C_P = 70$ à 80 %, $C_N = 15$ à 25 %, $C_A = 5$ à 10 % où C_P , C_N , C_A représentent respectivement les types d'hydrocarbures présents: paraffiniques, naphthéniques et aromatiques.

Ces aromatiques leur confèrent une certaine polarité, un certain pouvoir solvant et également, en présence de soufre (0.1 à 1 %), une légère résistance à l'oxydation.

Les principales caractéristiques de quelques bases sont données dans le tableau 2 . L'un des inconvénients majeurs des bases légères, réside dans le fait qu'elles provoquent un gonflement important des joints en silicone. Concernant leur désignation, les bases issues du raffinage selon le procédé en cinq étapes sont désignées par leur viscosité en S.S.U à 100°F ou 37.8°C (de 100 à 600). On ajoute souvent à cette appellation les mots "Neutral Solvent" en raison de leur mode de raffinage. L'huile tirée du résidu sous vide désasphalté est appelée "Bright Stock".

Vu l'insuffisance de leurs propriétés naturelles, les bases minérales doivent être renforcées par une additivation complexe.

Tableau 2 Caractéristiques de bases minérales classiques du Moyen Orient.

Designation des bases	100	150	200	350	600	Brigh
Caractéristiques	Neutral Solvent	Neutral Solvent	Neutral Solvent	Neutral Solvent	Neutral Solvent	t Stock
Couleur A.S.T.M	0,5	1	1,5	1	2	5,5
Indice de réfraction	1,4752	1,481	1,487	1,488	1,489	1,498
point d'aniline (°C)	97	97,4	95,8	106,2	111,2	118
viscosité à 40°C (mm ² /s)	19,85	29,5	39,2	69,8	111	432
viscosité à 100°C (mm ² /s)	4,08	5,15	6,15	8,75	12,2	29,6
indice de viscosité	104	103	102	97	99	97
point de trouble (°C)	-12	-9	-9	-9	-9	-12
point d'écoulement (°C)	-12	-15	-9	-11	-12	-12
point d'éclair (°C)	206	212	216	252	268	280
point de feu (°C)	230	240	246	274	300	326
carbone conradson (%)	0,015	0,01	0,01	0,04	0,08	0,63
soufre (%)	0,6	0,72	1,05	0,95	1,08	1,13

b- Les bases minérales non conventionnelles

b-1 Les bases hydrotraitées:

Ces bases diffèrent des précédentes par le remplacement de l'étape de désaromatisation au furfurool par une hydrogénation catalytique sous haute pression (150 bars) et haute température (380°C). Par conséquent, elles contiennent très peu d'aromatiques si la vitesse de passage sur catalyseur est faible. Leur composition est alors la suivante: C_p= 75 à 80 %, C_s= 20 à 25 %, C_a= 1 à 5 %. Comme leur indice de viscosité peut atteindre 120 à 140, elles sont parfaitement adaptées aux formulations d'huiles multigrades fluides et permettent une réduction non négligeable de la proportion d'additif de viscosité qui est nécessaire.

A l'état naturel, elles sont très sensibles à l'oxygène de l'air, mais sont très réceptives aux antioxydants.

Tableau 3 Caractéristiques de bases hydrotraitées

Désignation des bases caractéristiques	150 SSU	200 SSU	350 SSU	500 SSU
couleur	0,5	0,5	0,5	1,5
indice de réfraction	1,4678	1,4689	/	/
viscosité à 40°C (mm ² /s)	30,3	42,3	73,2	112,4
viscosité à 100°C (mm ² /s)	5,7	7,28	9,94	12,2
indice de viscosité	131	136	117	99
point de trouble (°C)	-12	-9	-17	-18
point d'écoulement (°C)	-12	-12	-18	-21
point d'éclair (°C)	226	>220	>220	226
point de feu (°C)	252	250	260	256
carbone Conradson	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05

b-2 les hydrocarbures de synthèse:

Certains hydrocarbures (notamment polyalkylbenzènes et les polyalphaoléfines P.A.O) ont des caractéristiques viscosimétriques semblables à celles des bases hydrotraitées, c'est pourquoi ils sont utilisés comme base pour la formulation des huiles lubrifiantes. Néanmoins, leur utilisation est limitée pour des raisons de prix (quatre à cinq fois plus coûteuses que les bases minérales classiques) et de compatibilité médiocre avec certains additifs très polaires. Leur pureté les rend oxydables, mais les additifs antioxydants peuvent y remédier. Quant à leur obtention, les polyalkylbenzènes sont obtenus par alkylation d'oléfines linéaires de C10 à C24 sur le benzène et les P.A.O par oligomérisation d' α -oléfines linéaires en C8, C10 suivie d'hydrogénation.

Tableau 4 Caractéristiques d'hydrocarbures de synthèse

Désignation des bases Caractéristiques	Oligomères d'oléfines		Polyalkylbenzènes	
	100 SSU	140 SSU	150 SSU	180 SSU
couleur	0,5	0,5	1	1
indice de réfraction	/	1,4593	104785	1,479
point d'aniline(°C)	/	125	92,5	96,8
viscosité à 40°C (mm ² /s)	20,5	28,9	31,4	39,7
viscosité à 100°C (mm ² /s)	4,4	5,52	5,56	6,52
indice de viscosité	126	132	115	116
point de trouble (°C)	/	/	-36	-33
point d'écoulement (°C)	-54	-54	-33	-30
point d'éclair (°C)	226	240	218	242
point de feu (°C)	246	260	244	246
Carbone Conradson (%)	/	/	<0,01	0,02

b-3 Les esters de diacides et de polyols:

Ils sont obtenus par synthèse à partir de matières premières dérivées du pétrole ou des huiles végétales et animales. Quelques unes de leurs propriétés sont supérieures à celles des autres bases d'huile à savoir l'indice de viscosité, le pouvoir lubrifiant, le pouvoir solvant vis à vis des produits d'oxydation...etc.

L'un des inconvénients que présentent ces esters est la provocation d'un gonflement important des joints en élastomères. D'autre part, ils sont environ cinq fois plus coûteux que les bases d'huiles minérales.

Les mélanges de bases minérales et d'esters paraissent donc tout à fait adaptés aux formulations d'huiles multigrades fluides.

II-3-3 LES ADDITIFS (3)

Ayant choisi l'huile de base ou le mélange d'huiles de base, le formulateur devra s'adresser à un fabricant d'additifs qui lui fournira le mélange d'additifs (paquet ou "package" en anglais) lui permettant d'atteindre le niveau de performances visé. Ce paquet dit de "performances" est en fait constitué d'additifs élémentaires, parfois plus de quinze, exerçant chacun une ou plusieurs actions spécifiques(14).

a - Définition:

On définit l'additif comme un corps chimique qui, ajouté en faible quantité aux produits pétroliers, améliore leurs qualités. On dit aussi dope, adjuvant, inhibiteur, produit d'addition.

La mise au point de nouveaux additifs est devenue un des secteurs de l'industrie du pétrole où s'effectuent le plus de recherches et où les profits peuvent être les plus grands.

Tableau 5 Principaux additifs pétroliers utilisés

PRODUIT PETROLIER	PRINCIPAUX ADDITIFS UTILISES
Essence ordinaire Carburéacteurs Gasoil diesel Lubrifiants fuel lourd bitumes	antidétonant, antigivre antioxydant, anticorrosif, antigivre, antistatique anticongéant, antioxydant, antifumée, détergent antioxydant, antiusure, antiémulsifiant, détergent, dispersif memes + antifumée corps acides pour adhésivité

b- Les différents additifs

b-1 les additifs antioxydants: La durée de vie d'un lubrifiant dépend d'abord de sa résistance à l'oxydation; et bien que ce phénomène ne puisse jamais être totalement évité, il est possible de le limiter d'une façon très efficace en utilisant des composés chimiques dotés d'une activité particulière sur une ou plusieurs des différentes étapes chimiques de la réaction d'oxydation des hydrocarbures:

- . les inhibiteurs radicalaires qui agissent sur l'amorçage de l'oxydation: composés phénoliques, phénates et silicates alcalino-terreux et amines aromatiques.

- . les destructeurs d'hydroperoxydes qui ralentissent la propagation de la réaction en chaîne tels que les DTPZn (dialkyldithiophosphates de zinc).

b-2 les additifs détergents: Ils sont utilisés à la fois sous forme neutre ou légèrement basique pour apporter la détergence nécessaire à la prévention des dépôts à chaud sur les surfaces et pour maintenir propres les circuits de distribution du lubrifiant. Les formes dites "surbasées" sont utilisées dans les huiles moteurs, pour lutter contre la corrosion induite par les acides formés au cours de l'oxydation de l'huile, et par la contamination provenant de la combustion de carburants soufrés et plombés.

b-3 les additifs dispersants: Ils comportent dans leur structure chimique une partie dite "polaire" le plus souvent azotée. L'action de ces produits consiste à se fixer par leur partie polaire sur les particules solides et les polluants liquides contenus dans les lubrifiants (produits solides d'oxydation, particules d'usure, poussières, eau, suie de combustion,

etc...). Il résulte de cette adsorption solide-liquide ou liquide-liquide, la formation d'une suspension stable extrêmement divisée, ayant une tendance beaucoup moins prononcée à s'agglomérer en grosses particules, à former les dépôts dans les parties froides des mécanismes et à obstruer les circuits de lubrification.

b-4 les additifs anti-usure: Les DTPZn sont aussi des additifs anti-usure extrêmement actifs même utilisés à faibles doses. Ils agissent, en régime de lubrification limite et mixte, en formant avec les surfaces métalliques un film protecteur autolubrifiant par réaction chimique.

b-5 les additifs antirouille: La protection des métaux ferreux contre la corrosion humide est assurée par les additifs détergents et dispersants précédents, en particulier les sulfonates de calcium et surtout de magnésium.

b-6 les additifs anti-corrosifs: Les métaux réactifs à base de cuivre sont protégés de la corrosion par utilisation d'additifs spécifiques. Ils attaquent les surfaces métalliques sensibles pour former un film protecteur de passivation.

b-7 les autres additifs: En plus des additifs contenus dans le paquet de performances, le formulateur devra incorporer à son lubrifiant d'autres composés soit pour corriger certains défauts des huiles de bases et/ou du paquet d'additifs, soit pour améliorer les propriétés rhéologiques et tribologiques de la formulation.

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

Le pouvoir épaississant est défini à une température donnée comme le rapport entre la viscosité apportée par le polymère et la viscosité apportée par l'huile de base. Cet effet épaississant est affecté par les diverses contraintes que subit le lubrifiant dans le moteur: contraintes thermiques, oxydantes et mécaniques. En effet, en service, les macromolécules peuvent présenter deux comportements: dans le premier cas, elles s'alignent temporairement sous l'effet des contraintes de cisaillement; ce qui entraîne une chute réversible de viscosité. Dans le second cas, les macromolécules subissent une dégradation sous l'effet de contraintes

mécaniques (taux de cisaillement très élevé), thermiques ou oxydantes (attaques aux points sensibles, notamment à l'endroit des carbones tertiaires), ce qui conduit à une perte irréversible de viscosité.

Les polymères additifs de viscosité, se classent en deux grandes catégories: les copolymères hydrocarbonés et les polymères d'esters, cependant, ce sont les premiers qui sont les plus utilisés pour des raisons économiques.

-additifs anti-mousse: Pour corriger la tendance au moussage du lubrifiant, moussage lié notamment à la présence de quantités notables d'additifs détergents et dispersants dans le paquet de performances, on utilise de très faibles quantités d'additifs anti-mousse (quelques parties par millions ppm). Ces produits, insolubles dans l'huile, agissent en venant s'intercaler à l'interface liquide/air et préviennent, du fait de leur très faible tension de surface, la formation de mousse stable par coalescence rapide des bulles d'air.

II-4 PROCÉDE DE FABRICATION DES HUILES DE BASE (10)

Les huiles de base sont tirées des fractions lourdes issues de la distillation sous vide du pétrole brut, celles qui ont une tendance paraffinique sont appelées "Neutral Solvent" tandis que les huiles appartenant à la catégorie des naphéniques sont désignées par leur valeur de viscosité Engler à 50 °C complétée par l'indication "Mouvement".

Pour aboutir aux huiles de base proprement dites, les fractions lourdes subissent une série de traitements destinés à en retirer les constituants indésirables. Ces traitements qui sont nombreux ne sont pas tous nécessaires; parmi les plus utilisés on cite:

- le traitement à l'acide sulfurique
- les traitements aux solvants tels que le phénol et le furfurol
- les traitements de déparaffinage
- les traitements de neutralisation et de décoloration avec des terres spéciales.

Nous allons, à titre d'exemple, décrire le schéma de fabrication des huiles de base à partir d'un brut à tendance paraffinique.

En partant d'un pétrole brut, on effectue une distillation atmosphérique pour retirer les fractions légères (essence, gasoil), le brut réduit subit

ensuite une distillation sous vide et on obtient alors les fractions lourdes. Ces dernières passent par différentes unités ou elles subissent des traitements de finition qui sont les suivants:

a- **désasphaltage au propane**: le but visé est de débarrasser l'huile lourde de matériaux asphaltiques et résineux qui nuisent à leur stabilité thermique. Elle est réalisée par raffinage aux solvants et principalement par le propane, ce dernier agit comme agent de floculation qui retire les produits à haut poids moléculaire (asphaltes). Cette opération est réalisée dans une unité de désasphaltage au propane qui est représentée schématiquement par la figure 2.

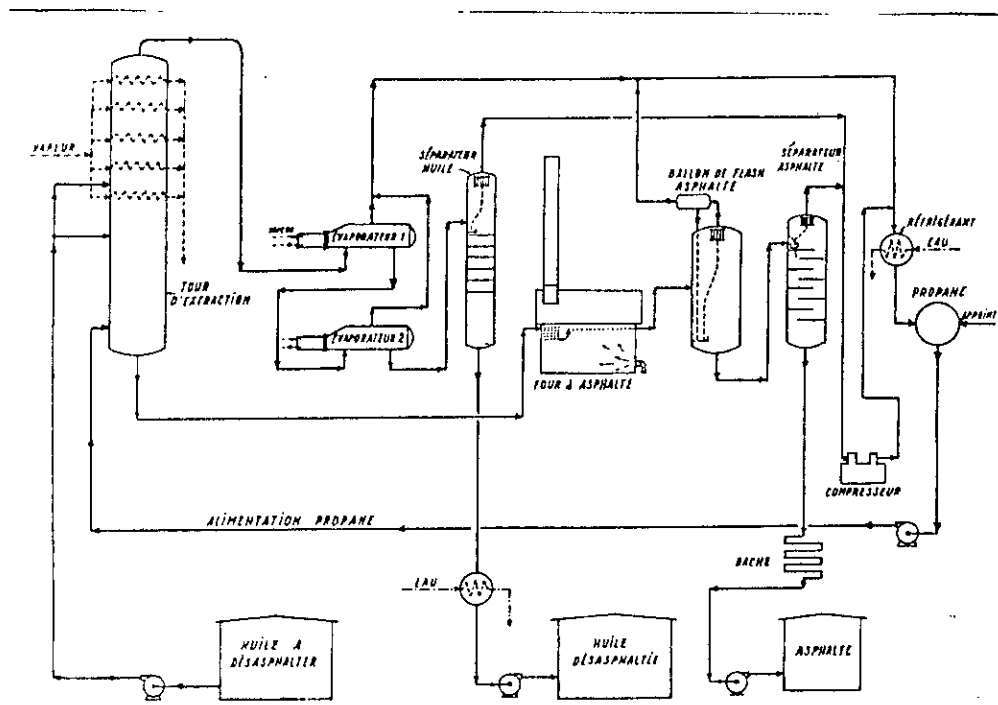


Figure 2 Schéma d'une unité de désasphaltage au propane

b- **raffinage au furfural**: lors de cette étape, les fractions obtenues après désasphaltage sont traitées par le furfural qui leur enlève, grâce à son pouvoir solvant sélectif, les hydrocarbures aromatiques et naphthéniques. L'huile obtenue se présente donc comme une huile épurée et enrichie en fraction paraffinique. Ce raffinage se fait dans une unité similaire à celle représentée sur la figure 3.

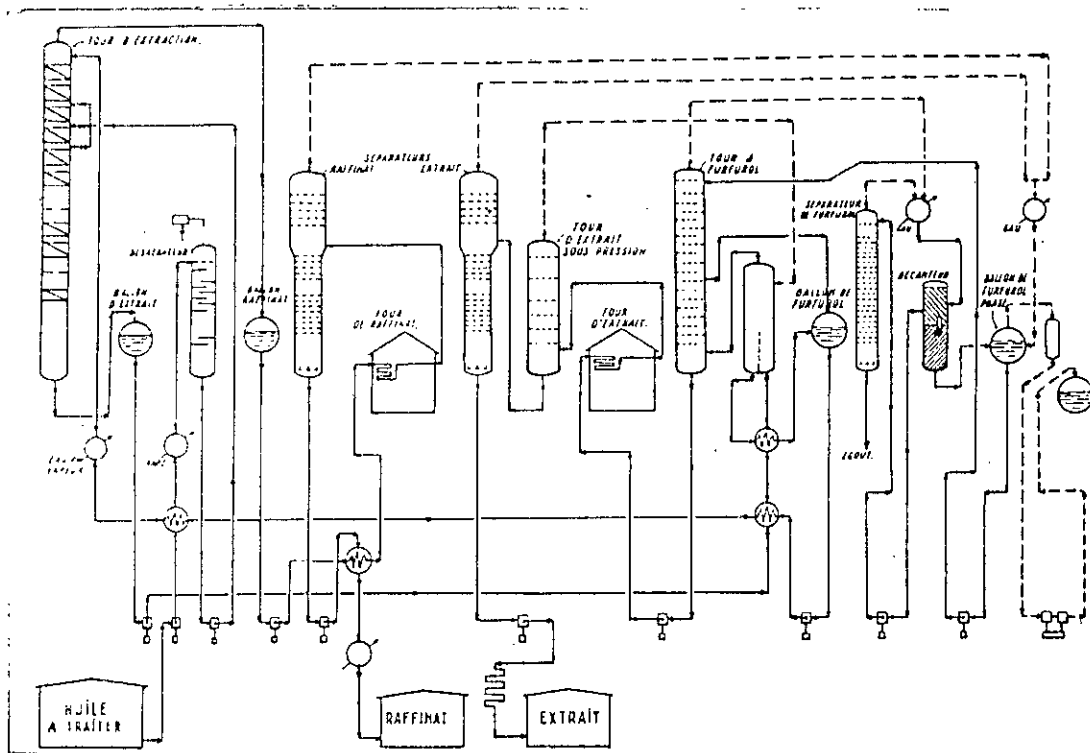


Figure 3 Schéma d'une unité de raffinage au furfural

c- déparaffinage au mélange méthyléthylcétone-toluène: c'est également un traitement au solvant qui se fait suite au raffinage au furfural; on traite alors le raffinat qui est l'huile enrichie en paraffines. Le solvant utilisé a la propriété de sélectionner les hydrocarbures suivant leur température de congélation, ceux dont le point de congélation est bas sont solubles, les autres sont précipités sous forme de cristaux solides. L'installation dans laquelle se fait cette opération est représentée par la figure 4.

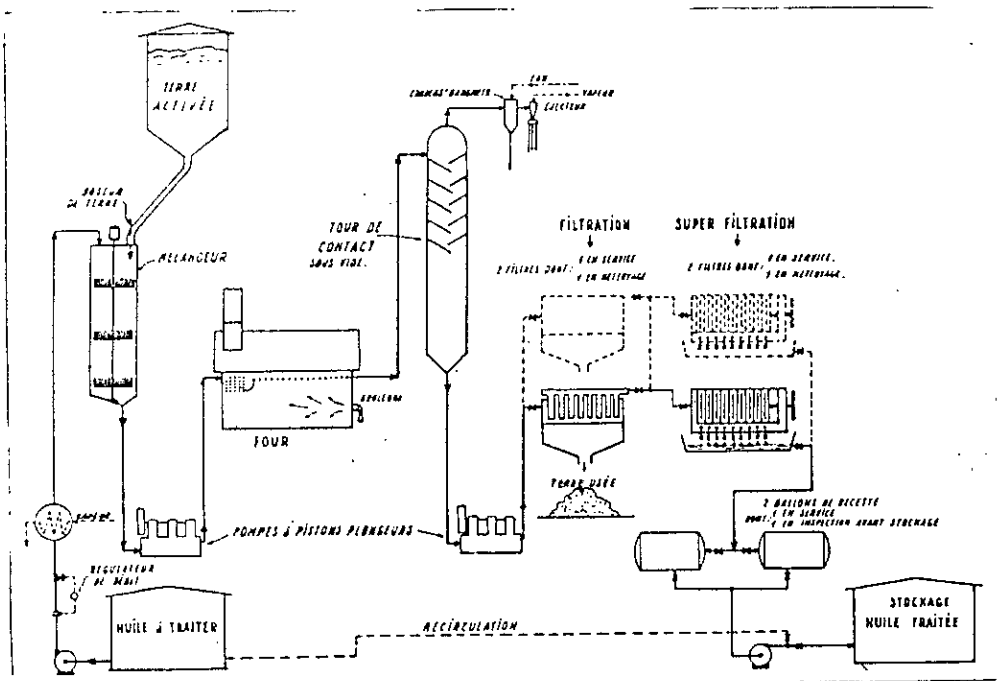
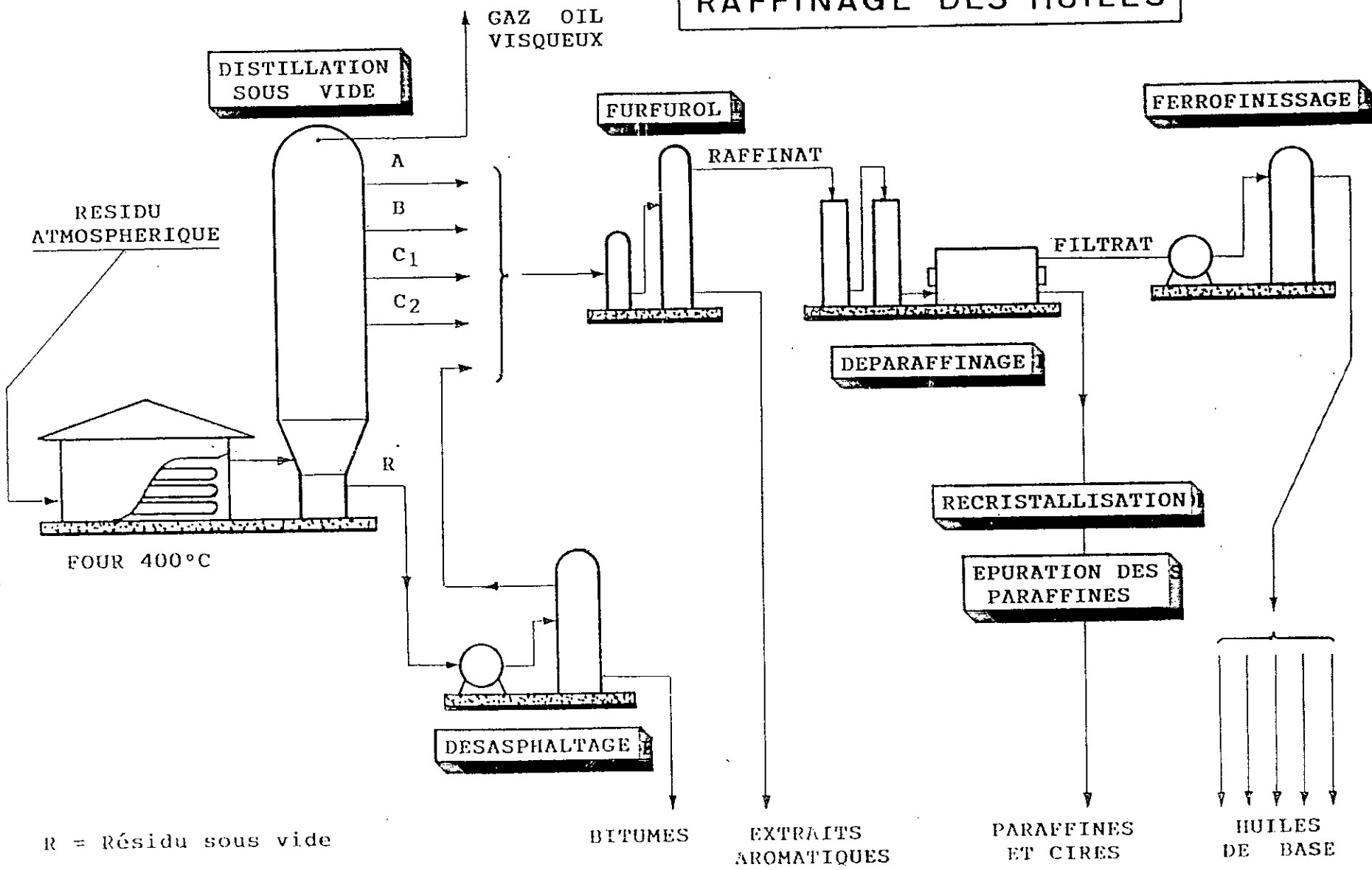


Figure 5 Schéma d'une unité de traitement aux terres spéciales
Autres méthodes de traitements

Plusieurs autres techniques de raffinage ont été mises au point; nous pouvons citer par exemple:

- le traitement par **hydrogénation catalytique**: il consiste à faire passer l'huile et l'hydrogène à travers un lit de catalyseur sous des conditions de température et de pression modérées.
- le procédé par **diffusion thermique**: ce procédé consiste à chauffer une paroi de l'unité et maintenir l'autre froide; les meilleures molécules lubrifiantes sont alors conduites vers la paroi chaude.
- l'**hydrocracking**: cette opération est caractérisée par une hydrogénation catalytique qui mène à une transformation poussée de tous les composés insaturés; les réactions qui entrent en jeu sont alors des réactions d'hydrogénation, de cracking et d'isomérisation.

RAFFINAGE DES HUILES



R = Résidu sous vide

Figure 6 Schéma du raffinage des huiles

II-5 TENDANCES CHIMIQUES DES HUILES (10)

Les huiles de base se classent, suivant leurs tendances chimiques, en trois grandes catégories:

II-5-1 LA TENDANCE PARAFFINIQUE

Cette tendance est représentée par les hydrocarbures saturés à chaîne droite, ramifiée ou non. Les chaînes droites de poids moléculaire élevé augmentent la température de congélation des huiles, elles doivent donc être retirées par déparaffinage. Les caractères de cette famille des huiles riches en hydrocarbures paraffiniques sont:

-faible densité pour une viscosité donnée: En comparant les densités de plusieurs huiles ayant une viscosité égale à même température, on dira que la plus paraffinique est celle qui a la densité la plus faible; dans la gamme des viscosités des huiles de base pour moteur, cette densité est comprise entre 0.880 et 0.890.

-faible variation de la viscosité en fonction de la température: cette caractéristique est repérée par l'indice de viscosité: les huiles de tendance paraffinique ont des intervalles de températures de distillation élevés. Cette propriété se traduit par des points d'inflammabilité élevés pour une viscosité donnée.

-faible pouvoir solvant: cette caractéristique se traduit par un point d'aniline relativement élevé de 80 à 85°C. De ce fait, une huile usagée de tendance paraffinique se sépare plus facilement de ses produits d'altération qu'une huile d'une autre famille chimique.

II-5-2 LA TENDANCE NAPHTENIQUE

Elle est représentée par les hydrocarbures saturés cycliques ou polycycliques. Les caractéristiques chimiques et physiques de ces hydrocarbures s'éloignent d'autant plus de celles des paraffiniques que les chaînes fixées sur les noyaux naphténiques sont plus courtes.

Ces caractéristiques sont:

-densité relativement élevée pour une viscosité donnée (souvent supérieure à 0.9 pour les huiles de base moteur).

-variation rapide de viscosité avec la température, dans ce cas les indices de viscosité sont de l'ordre de 40 à 60.

-plus grande volatilité que la fraction paraffinique correspondante (de même viscosité).

-pouvoir solvant élevé: comparés à ceux des paraffiniques, les points d'aniline des huiles de base à tendance naphénique sont plus faibles.

II-5-3 LA TENDANCE AROMATIQUE

Elle est composée d'hydrocarbures non saturés contenant un ou plusieurs cycles aromatiques sur lesquels sont fixées une ou plusieurs chaînes latérales. Du fait de leur densité élevée et de leur indice de viscosité très faible, ces fractions présentent une importance limitée dans la composition des huiles finies.

Le caractère essentiel de ces composés dans les huiles minérales pures est leur altérabilité; du fait de leur activité chimique, ils sont facilement oxydables et conduisent à la formation de produits asphaltiques accompagnés de dérivés corrosifs.

II-6 LES HUILES MOTEURS USAGÉES

II-6-1 DEFINITION

On désigne par huile usagée tout produit usé, semi liquide ou liquide, composé entièrement ou partiellement d'huile minérale ou synthétique. Elle est conventionnellement définie comme étant une huile qui ne remplit plus tous les rôles qui lui sont assignés; c'est donc une huile qui a perdu certaines de ses qualités du fait de son utilisation.

La bibliographie montre qu'une huile usagée ne renferme que 15 à 20 % d'impuretés; on peut donc la considérer comme un pétrole brut très riche en huile lubrifiante.

II-6-2 DIFFÉRENTES FORMES D'USURE DANS UN MOTEUR

(10) (13)

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

-**usure adhésive**: elle a lieu lorsque les deux pièces ne sont pas totalement séparées et résulte des aspérités des surfaces métalliques.

-**usure par fatigue superficielle** : cette forme d'usure provient des contraintes dues aux frottements de roulements; la répétition de ces contraintes entraîne des craquelures profondes de fatigue.

-**usure corrosive** : elle est due à la présence, dans les produits issus de la combustion, d'autres produits ayant un caractère acide, et qui deviennent, en présence de l'eau très agressifs vis à vis des métaux.

-**usure abrasive** : dans ce cas la présence de particules étrangères plus dures que les surfaces frottantes entraîne un arrachement de matière de ces surfaces.

-**usure érosive**: ce type d'usure existe lorsque les surfaces métalliques sont mises au contact d'un fluide circulant à grande vitesse et chargé de particules solides et dures.

II-6-3 LES CONTAMINANTS DE L'HUILE (10)

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

1- des produits volatils: eau, combustible: essence et gasoil.

2- des composés solubles dans l'huile: les corps formés par oxydation, produits relatifs aux alcalis acides ou pas, des résines, des asphaltènes, des antigels et des savons métalliques.

3- des produits insolubles dans les huiles: carbone, poussières atmosphériques, débris de métaux, oxydes métalliques, oxydes de plomb...etc

Tableau 6 Propriétés de quelques huiles usagées moteurs brutes

PAYS CARACTERISTIQUES	FRANCE	ITALIE	RUSSIE	AFRIQUE SUD	YOUGOSLAVIE
Densité	897	901	898	892	897
Viscosité 98,9°C (est)	11,7	12,5	10,4	8,8	10,8
Indice de viscosité	126	119	100	123	102
Point de congélation(°C)	-36	-36	-30	-39	-24
Point d'éclair(°C)	202	216	214	168	232
%pds Carbone Conradson	106	2,18	1,1	1,5	2,15
Indice d'acide	3,4	-	0,9	2,2	3,9

CHAPITRE III LA REGENERATION DES HUILES USAGEES

On définit la régénération comme étant tous les procédés qui produisent, à partir d'une charge d'huile usagée, une ou plusieurs huiles de base.

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

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

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

III-1 PROCESSUS GENERAL DE REGENERATION (2) (4) (10)

Le cycle des opérations successives à effectuer pour obtenir une huile de haute qualité comprend en général les phases suivantes:

III-1-1 LA DECANTATION

Cette première phase a pour but de débarrasser l'huile usagée des corps solides, des grosses impuretés et de l'eau qui s'y trouvent par séparation de phase.

III -1-2 SEPARATION DES IMPURETES EN SUSPENSION DANS L'HUILE

La présence des dopes fait que cette étape soit assez difficile. Les particules en suspension très fines dans l'huile sont insensibles aux anciens processus de précipitation des sédiments par rupture de la suspension colloïdale par électrolyte tel que le silicate de soude.

III -1-3 DE-ESSENCIEMENT ET DESHYDRATATION

Ces étapes ont pour but d'éliminer l'eau et les hydrocarbures légers provenant de la contamination par l'essence, en chauffant à une température de 150°C. On peut aussi utiliser un desséchant, à savoir le CaCl_2 .

III -1-4 TRAITEMENT A L'ACIDE

Ce traitement conduit à la floculation des suspensions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés, et ce, sans que l'huile ne soit attaquée elle même. L'huile et l'acide sulfurique (en général à 98%) sont mélangés dans un bac de décantation à fond conique. On obtient ainsi, des boues acides qui précipitent dans le fond. Ce traitement nous permet d'obtenir une huile épurée qui contient une très faible teneur en métaux, teneur dûe à l'usure du moteur, et aux dopes.

III -1-5 NEUTRALISATION

Après le traitement à l'acide, l'huile contient encore des acides de différentes sortes, en particulier sulfoniques, ainsi que de petites particules d'acide sulfurique. Cette étape a pour but de les éliminer, c'est à dire de les transformer en sels. On utilise généralement le carbonate de chaux et la soude.

III -1-6 PASSAGE A LA TERRE

Pour décolorer l'huile usagée, on utilise des terres décolorantes (bentonite, tuf. kieselguhr). Ces terres sont activées et mélangées avec l'huile dans certaines conditions. Cette huile est ensuite filtrée.

Ce passage à la terre a pour but de rendre à l'huile la couleur ambrée qu'elle présente ordinairement.

III -2 LES DIFFERENTS PROCEDES DE REGENERATION (14)

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

- le procédé I.F.P
- le procédé acide-terre
- le procédé Matthys-Garap
- le procédé B.E.R.C
- le procédé K.T.I
- le procédé P.R.O.P

Il existe deux autres procédés de régénération des huiles usagées:

III -2-1 NOUVEAU PROCEDE I.F.P (15)

L'Institut Français du Pétrole a développé un nouveau procédé de régénération des huiles usagées. Il consiste à faire subir à l'huile un prétraitement thermique effectué dans des conditions de température et de temps bien déterminées. Ce prétraitement a pour but de dégrader les additifs, présents en grande quantité dans certaines huiles, et de faciliter ainsi l'élimination des métaux.

En plus de l'amélioration du rendement en huile utilisée comme base pour la préparation des lubrifiants moteurs, l'avantage que présente l'intégration de cette étape dans un procédé conventionnel à l'acide est que d'une part, la consommation en acide sulfurique sera diminuée de 50%. et d'autre part, ce procédé inclut des techniques modernes permettant une complète automatisation.

On peut comparer ci dessous deux schémas de reraffinage: un schéma conventionnel type et un schéma IFP avec prétraitement et clarification au propane.

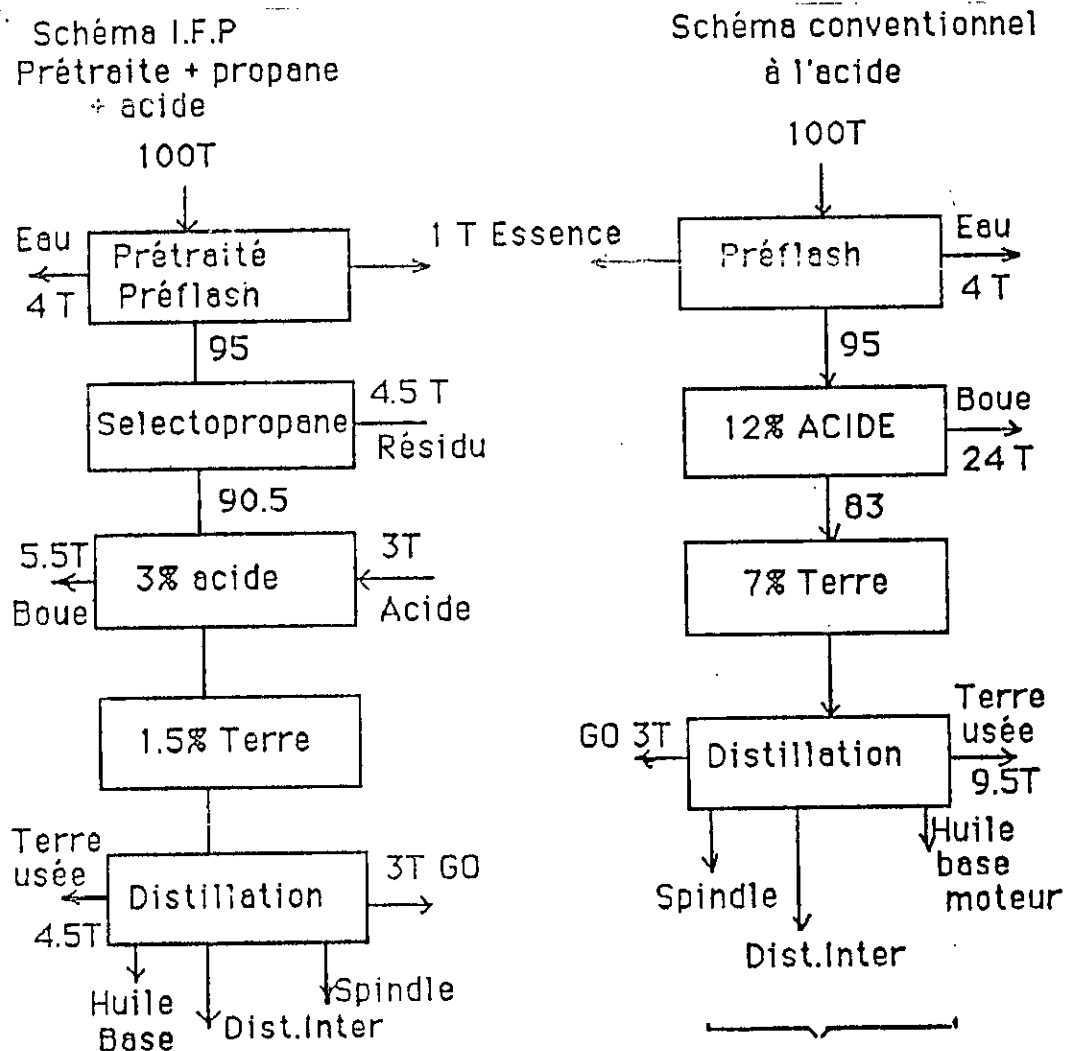


Figure 7 Schéma du procédé IFP

III-2-1 REGENERATION PAR ULTRAFILTRATION ET TRAITEMENT DE FINITION PROCEDE IFP/RHONE-POULENC (8)

Après un prétraitement thermique à 150-200°C, l'huile à filtrer est diluée par de l'hexane afin d'abaisser sa viscosité, puis elle est soumise à l'ultrafiltration sur membrane plane dans les conditions opératoires suivantes: rapport huile/hexane 25/75, pression différentielle 2 bars, température 50°C, vitesse de circulation 2m/s.

L'huile ultrafiltrée est limpide mais contient encore des impuretés solubles qui la colorent fortement et lui donnent une acidité élevée. Un traitement de finition est donc nécessaire pour amener l'huile aux spécifications d'une huile de base.

A cette fin, plusieurs solutions sont possibles:

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

-Traitement à l'hydrogène, en présence de catalyseur: Ce traitement n'est effectué que sur les huiles ayant subi un prétraitement thermique avant ultrafiltration. La faible teneur en métaux et métalloïdes permet d'éviter l'empoisonnement rapide du catalyseur.

-Traitement par percolation sur un adsorbant: Dans ce cas, on fait passer l'huile ultrafiltrée additionnée d'un solvant sur un lit de terre activée. Les spécifications sont obtenues avec un taux de solvant de 1 environ.

Après avoir travaillé jusqu'à une certaine limite (saturation) où on jugera le produit de percolation non conforme aux normes, on procède alors à la régénération de la terre épuisée pour pouvoir la réutiliser. La régénération passe par les étapes suivantes: On lave à l'essence le filtre plein de terre usagée et on évapore celle qui reste dans la terre après égouttage. La terre est ensuite transférée dans un four rotatif où elle est calcinée à une température variable selon sa nature, mais toujours supérieure à 500°C (16). La possibilité de régénération de la terre présente l'un des grands avantages du procédé par percolation.

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I ANALYSE PHYSICO-CHEMIE DE L'HUILE LUBRIFIANTE TYPE MOTEUR SAE 20W50

L'analyse physico-chimique de l'huile lubrifiante type Moteur a été faite selon des essais normalisés tirés de l'American Society of Testing Materials 1986 (ASTM). Une dizaine de propriétés ont été déterminées, chacune d'elles a été définie et ce, pour mieux en saisir l'importance dans le rôle que joue le lubrifiant dans le moteur.

I-1 DEFINITION DES DIFFERENTES PROPRIETES PHYSICO-CHEMIQUES DES HUILES LUBRIFIANTES ET LES NORMES UTILISEES (18) (19) (20)

1- La viscosité:

La viscosité représente la résistance interne qui s'oppose à l'écoulement d'un fluide. Cette résistance est due aux frottements des molécules les unes contre les autres.

La viscosité a une importance capitale pour les huiles lubrifiantes, car elle conditionne les qualités requises pour la lubrification, à savoir:

- Un rendement mécanique élevé et donc une fluidité maximale.
- La sécurité liée à l'épaisseur minimale des films de lubrifiants et, par conséquent une viscosité minimale.

Le choix de la viscosité est le résultat d'un compromis entre les deux conditions.

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

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

V: viscosité cinématique en centistokes (cst).

C: constante d'écoulement du viscosimètre.

t: durée d'écoulement observée en secondes.

B: coefficient ou constante expérimentale.

2- Indice de viscosité VI:

Cet indice est une caractéristique qui donne la variation de la viscosité d'une huile en fonction de la température.

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

a- Famille d'huile H de PENNSYLVANIE: type nettement paraffinique de faible variation de la viscosité avec la température et affectée par convention d'un indice de viscosité VI = 100.

b- Famille d'huile L du GOLF COAST de nature naphthénique présentant une variation rapide de viscosité avec la température et affectée d'un VI = 0.

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

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

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

Les tables ne donnent les valeurs de L et D que pour les huiles de viscosité inférieure à 70 cst à 100°C. Pour les huiles de viscosité supérieure, il existe d'autres formules (Annexe 1).

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

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

3-La densité :

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

$$d_4^{20} = (m/v)/(m'/v) = m/m'$$

C'est une caractéristique d'identification qui rend compte de l'état de pureté de l'huile et du degré de contamination. On mesure la densité à l'aide d'un pycnomètre. La densité ne peut toujours être calculée à 20 °C (annexe 2).

4- Point d'écoulement :

Cet essai a pour but de caractériser soit la teneur en paraffines des huiles, soit la teneur en hydrocarbures à haut point de congélation des autres produits. Il permet d'apprécier les limites de températures à respecter dans la mise en oeuvre des produits, en particulier pour leur pompage en hiver.

Le point d'écoulement est un point important et facile à observer, de l'action du froid sur les huiles. C'est la plus basse température à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie, sans agitation, dans des conditions normalisées.

5- Point d'aniline :

C'est la température la plus basse à laquelle des volumes égaux d'aniline et de produit à examiner sont complètement miscibles, la rupture de miscibilité se manifestant par l'apparition d'un trouble net lorsqu'on chauffe lentement le mélange.

Le produit d'aniline est donc la température de trouble. Il caractérise la tendance aromatique de l'huile: plus le point d'aniline est faible, plus le pourcentage en carbone aromatique augmente.

6- Teneur en carbone Conradson :

C'est le résidu résultant du traitement thermique d'un produit non volatil qui est évaporé et pyrolysé dans un creuset, puis les vapeurs sont enflammées. Lorsque la combustion cesse, on calcine au rouge le résidu du creuset.

Après refroidissement et dissication, l'augmentation de masse du creuset représente le " Résidu Conradson ". C'est une caractéristique qui nous renseigne sur la teneur du carbone, qui peut être issue de la détérioration des additifs ou d'un cracking catalytique.

7- Teneur en eau :

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

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

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

8- Couleur :

Cette caractéristique peut s'estimer sans appareil de laboratoire. La différence de couleur de deux produits peut provenir des bruts d'origine ou du raffinage. La couleur apparente des hydrocarbures est due, comme pour toutes les substances, à l'absorption sélective des radiations composant la lumière blanche. Les radiations non absorbées donnent une lumière colorée qui impressionne la vue. Nous avons utilisé un colorimètre qui utilise des verres colorés étalons.

9- Indice de réfraction :

Cet indice n'est pas important par lui même; il entre dans la recherche de la tendance de l'huile (Méthodes n.d.n ou n.d.p.A). C'est le rapport des vitesses de transmissions dans le vide et d'une radiation dans le lubrifiant d'une radiation monochromatique fixe (en général la raie du sodium). L'indice de réfraction est en général, pour les huiles minérales entre 1,47 et 1.55. Il varie avec la température (annexe3).

Tableau 7 Identification des normes utilisées

Analyse	Norme ASTM	Norme AFNOR
Densité	ASTM D.1298	NF T66-007
Viscosité (cst)	ASTM D.445	NF T60-100
Indice de viscosité	ASTM D.2270	NF T60-136
Viscosité Engler	Conversion	
Point d'écoulement (°C)	ASTM D.97	NF T60-105
Point d'aniline (°C)	ASTM 611	NF M07-021
Teneur en eau (%V)	ASTM D.95	NF T60-113
Couleur (%T)	ASTM D.155	NF T60-104
Résidu Conradson (%Pds)	ASTM D.189	NF T60-116

I-2 CARACTERISATION DE L'HUILE NEUVE SAE 20W50

I-2-1 ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE

Pour mieux apprécier le degré de contamination de l'huile lubrifiante en service, il est utile, voire indispensable de procéder à la caractérisation d'une huile de même catégorie mais à l'état neuf. La détermination des caractéristiques physico-chimiques principales de l'huile neuve SAE 20W50 par le biais d'essais normalisés a donné les résultats regroupés dans le tableau 8.

Tableau 8 Analyse physico-chimique de l'Huile neuve 20W50

Caractéristique	HN 20W50
Indice de réfraction n_D^{20}	1,4862
Densité d_4^{20}	0,8624
Viscosité à 40° C (cst)	100,8
Viscosité à 100° C (cst)	19,4
Indice de Viscosité V.I	147,89
Viscosité Engler	17,17
Point d'aniline (°C)	106
Point d'écoulement (°C)	-22
Residu Conradson (% pds)	0,85
Couleur (%T)	98
Dilution	6
Teneur en eau (% V)	0

I-2-2 COMPOSITION DE L'HUILE NEUVE

Comme il n'est pas possible de connaître individuellement les constituants d'une fraction pétrolière, on se contente de connaître la composition globale en chacune des familles d'hydrocarbures. Les méthodes développées sont:

a- méthode n.d.PA

Elle est basée sur la mesure de l'indice de réfraction n , de la densité d , du point d'aniline et sur l'utilisation des deux formules linéaires citées en annexe 4.

On trouve alors:

- % C_A = 10.20
- % C_N = 1.70
- % C_P = 88.10

b- méthode n.d.M

L'utilisation de cette méthode nécessite la connaissance de la masse moléculaire moyenne de l'huile, pour la déterminer, nous avons appliqué la corrélation de Robert exposée dans l'annexe 4.

On trouve alors $MM = 416,14$ g/mole.

Pour déterminer la composition, nous suivons les étapes présentées en annexe 4.

$$V = 0.014112 > 0$$

$$W = -1,568 \text{ E-}03 < 0$$

donc

$$\%C_A = 14,9$$

$$\%C_N = 7,9$$

$$\%C_P = 77,2$$

Conclusion

Les résultats obtenus par l'application des deux corrélations révèlent une prépondérance du carbone sous forme paraffinique, ce qui nous amène à conclure que l'huile neuve a une tendance paraffinique.

La composition donnée par la méthode n.d.M paraît plus juste du fait qu'elle donne des résultats assez proches de la composition exacte lorsqu'on travaille avec des fractions lourdes. Par ailleurs, la tendance paraffinique de notre huile justifie l'utilisation, parmi les solvants

disponibles. de l'hexane au lieu du xylene qui est un composé aromatique. Nous avons alors dilué l'huile dans de l'hexane pour effectuer l'essai de la mesure du pourcentage de transmission.

1-2-3 ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS L'HUILE NEUVE

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

L'appareil utilisé est une torche à plasma ICD système avec logiciel de traitement de données.

Tableau 9 Teneur en métaux (p.p.m)

Metaux	Zn	Ca	Mg	Ba	P
HN SAE 20W50	1297	12,33	1017	2,24	2400,7

1-2-4 VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE NEUVE AVEC LA TEMPERATURE

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

L'instrument utilisé consiste en un viscosimètre de type Ubbelohde.

Tableau 10 Variation de la viscosité cinématique de l'Huile neuve 20 W 50 avec la température.

T (°C)	20	40	60	80	100	150	250
Vis (cst)	282	100,8	35,8	26,25	19,4	8,3	1.4

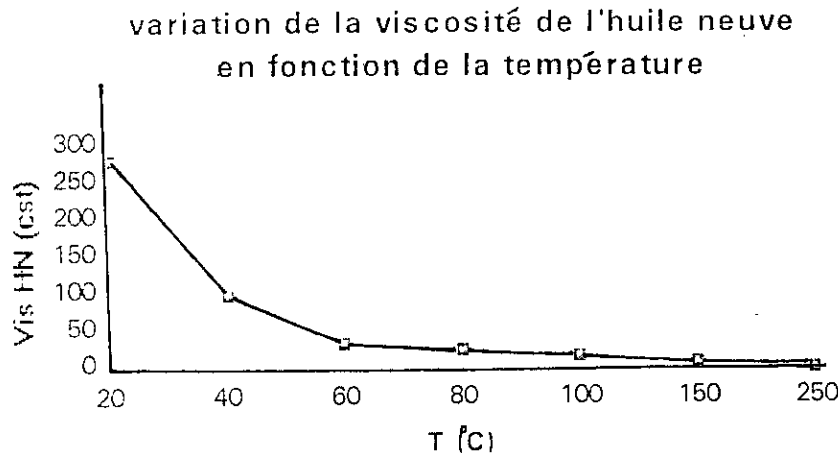


Figure 8 Variation de la viscosité avec la température

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

I-3 CARACTERISATION DE L'HUILE USAGEE

I-3-1 CARACTERISTIQUES DU MOTEUR

a- nature du moteur

Le véhicule utilisé est de type RENAULT EXPRESS, l'année de mise en service est 1990. Le moteur disposé à l'avant comprend 4 cylindres, à arbres à cames. Les caractéristiques techniques données par le constructeur sont:

- alésage
- course
- cylindrée
- puissance fiscale
- taux de compression
- régime de ralenti
- carburateur

b- régime de marche du moteur

- vitesse moyenne de fonctionnement: 90 Km/h
- type de trajet: autoroute
- kilométrage journalier: 100Km/h
- même conducteur.

I-3-2 PRISE D'ECHANTILLON D'HUILE USAGÉE

a- vidange à 1000Km

Pour éliminer le maximum d'huile résiduelle de la vidange précédente, nous avons procédé au rinçage du moteur pendant environ 10 minutes. Ce rinçage a été effectué avec 2 litres d'huile neuve SAE 20W50 pour diluer l'huile usagée restée sur les parois des organes moteurs et dans le filtre à huile et représentant environ 0,5 l. Ce rinçage a été alors suivi d'un remplissage définitif du carter par de l'huile neuve SAE 20W50. La prise d'échantillon a alors été faite après 1000Km de fonctionnement du véhicule dans les conditions citées précédemment.

b- aspect extérieur de l'huile usagée

C'est une huile de couleur noire, visqueuse et chargée.

I-3-3 CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE USAGÉE

La détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée a été faite conformément aux normes ASTM. De l'ensemble des déterminations effectuées, 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 à 1000Km

Caractéristique	HN 20W50	HU 1000 Km
Indice de réfraction n_D^{20}	1,486	1,468
Densité d_4^{20}	0,8620	0,8656
Viscosité à 40° C (cst)	100,8	53,8
Viscosité à 100° C (cst)	19,4	11,5
Indice de Viscosité V.I	147,89	156,91
Viscosité Engler	17,17	16,52
Point d'aniline (°C)	106	96
Point d'écoulement (°C)	-22	-21
Residu Conradson (% Pds)	0,85	1,21
Couleur (%T)	98	25
Dilution	6	6
Teneur en eau (%V)	0	0

Commentaire

La comparaison des propriétés principales des deux échantillons d'huile nous amène aux constatations suivantes:

D'une manière générale, la totalité des caractéristiques a subi une altération. Cette dernière est probablement dûe aux raisons suivantes:

a- **cas de la densité:** la densité de l'huile usagée est légèrement supérieure à celle de l'huile neuve, ceci étant prévisible du fait que les pièces du moteur subissent lors du fonctionnement une usure qui mène à l'introduction de traces de métaux dans l'huile. Cette augmentation peut aussi provenir de la présence d'eau dans le carter du moteur et de carbone provenant du cracking de l'huile.

b- **cas de la viscosité:** l'abaissement de la viscosité est remarquable aussi bien à basse qu'à haute température. Cette baisse est probablement dûe:

- d'une part à une éventuelle dégradation des molécules à longues chaînes hydrocarbonées responsables de l'augmentation de la viscosité, en molécules ayant des chaînes hydrocarbonées plus courtes. C'est donc un début de cracking catalytique

- d'autre part à une introduction d'essence dans le carter.

c- cas de l'indice de viscosité: l'indice de viscosité est l'indice conventionnel qui a pour but d'indiquer l'effet du changement de température sur la viscosité d'une huile. plus ce nombre est élevé, moins la viscosité varie avec la température.

d- cas du point d'aniline: la diminution du point d'aniline est vraisemblablement due à une aromatisation des paraffines et des naphènes sous l'effet de la haute température, à une possible desalkylation des molécules aromatiques lourdes.

e- cas du résidu Conradson: l'augmentation de la teneur en carbone dans l'huile usagée peut être expliquée par une combustion brutale avant 1000Km, le cracking en chaînes moins longues étant alors défavorisé. Cette combustion produit du carbone qui alourdit la coupe.

f- cas du point d'écoulement: on remarque une très légère augmentation du point d'écoulement et on peut expliquer cela par une légère dégradation des additifs améliorant le point d'écoulement. Cette augmentation n'est cependant pas significative.

g- cas de la teneur en eau: ce qui est remarquable dans l'analyse de l'huile usagée est que sa teneur en eau est nulle. Ce résultat est une explication convainquante de la bonne étanchéité du carter et du bon fonctionnement du moteur.

h- cas de la couleur: on remarque une détérioration de la couleur par le biais du pourcentage de transmission qui diminue. on peut interpréter cela par la formation de substances oxydées (asphaltes, résines) qui contribuent par leur présence à la coloration de l'huile.

1-3-4 COMPOSITION DE L'HUILE USAGÉE

Pour déterminer la composition de l'huile usagée, nous utilisons la méthode n.d.M.

En appliquant la corrélation de Robert: $MM= 373,62g/mole$.

$$V= 0,0131 > 0$$

$$W=0,0034 < 0$$

Et donc $\%C_A=15,4$

$$\%C_N=14,1$$

$$\%C_P=70,5$$

La diminution du pourcentage en paraffines est sûrement due au cracking des longues chaînes hydrocarbonées. L'huile usagée, est toutefois de tendance paraffinique.

I-3-5 VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE AVEC LA TEMPERATURE

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 12).

Tableau 12 Variation de la viscosité cinématique de l'huile usagée à 1000 Km avec la température.

T (°C)	20	40	60	80	100	150	250
Vis HN (cst)	282	100,8	35,8	26,25	19,4	8,3	1,4
Vis HU (cst)	160,5	53,8	29,15	18,5	11,5	3,80	1,0

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 au glissement des pièces en mouvement (21). Cette résistance est liée à la viscosité du lubrifiant utilisé. Cependant, il est nécessaire de ne pas descendre en dessous d'une certaine valeur sous peine d'obtenir une rupture du film lubrifiant entraînant alors un frottement excessif des pièces en mouvement et une usure accélérée des organes moteurs. L'évolution de la viscosité avec l'élévation de la température est donnée par le tableau 12 et la figure 9.

Variation de la viscosité de l'huile usagée en fonction de la température

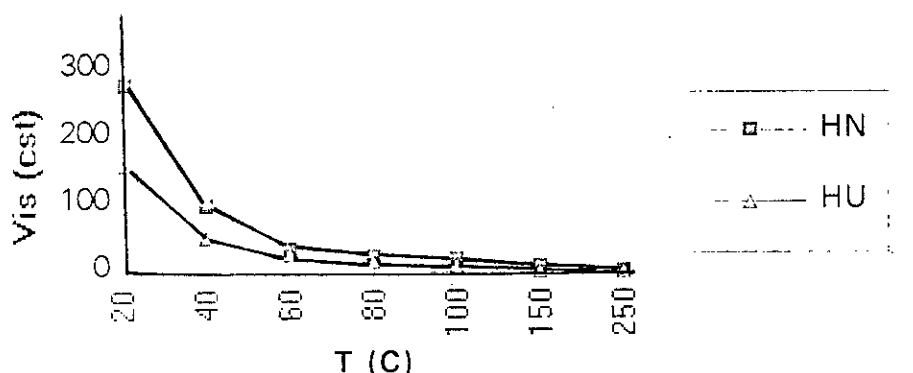


Figure 9 Variation de la viscosité des huiles en fonction de la température

La viscosité de l'huile usagée varie de manière plus prononcée que celle de l'huile neuve. Avec l'huile usagée, les risques de rupture du film d'huile entre chemises et pistons sont plus importants. Un tel phénomène conduirait inéluctablement à la formation de points chauds susceptibles de dégrader le moteur. La perte de performance de l'huile se situe aux alentours de 20°C. A température élevée, on constate une convergence dans les valeurs de la viscosité.

La viscosité à elle seule, ne peut expliquer la cohérence du film lubrifiant à température élevée, ce qu'elle fait à froid.

I-3-6 LA TENEUR EN METAUX D'USURE

Cette analyse a été effectuée sur les deux échantillons d'huile (HN et HU) et ce, dans un souci de compréhension du phénomène de détérioration. les résultats sont regroupés dans le tableau 13.

Tableau 13 Teneur en métaux (ppm)

Métaux	Pb	Fe	Cu	Zn	Ca	Mg	Al	Ba	Sn	P	Cr
HN	-	-	-	1297	12,33	1017	-	2,24	-	2400,7	-
HU 1000 Km	226	5,36	1,19	1392	45,28	1053	0,89	2,98	3,25	2444,6	2,42

Dans l'huile usagée, le nombre éléments métalliques présents est plus grand. On constate qu'il y a apparition de plomb, de fer, de cuivre, d'aluminium et d'étain.

Le plomb contenu en quantité notable dans l'huile usagée peut provenir de la dilution du lubrifiant par le carburant contenant l'additif plomb tetraethyl. La présence du fer peut être due à l'érosion ou l'abrasion des pièces du moteur.

Le cuivre, le chrome, l'aluminium et l'étain sont présents dans les alliages métalliques entrant dans la composition des organes moteurs. Tout comme pour le fer, le phénomène d'usure explique bien leur présence dans l'huile usagée.

CHAPITRE II CHOIX DE L'ADSORBANT

II-1 LES DIFFERENTS ADSORBANTS UTILISES POUR LA REGENERATION DES HUILES USAGEES

Plusieurs adsorbants sont utilisés pour la régénération des huiles usagées moteurs, comme les terres décolorantes qui sont des argiles, c'est à dire, des silicates d'aluminium de diverses formules, nous pouvons citer: la bentonite, le kieselguhr et le tuf.

La bentonite est une terre décolorante qui fait partie de la famille des "montmorillonite". Sous sa forme brute naturelle, la bentonite est une roche tendre ayant à peu près la consistance du kaolin c'est à dire friable, onctueuse au toucher et happant fortement à la langue. Sa teinte est blanche, grise ou légèrement teintée de jaune, son grain est extrêmement fin. La forme et l'exiguïté des particules joueront un rôle de base dans les applications sorptionnelles.

Le tuf a une origine volcanique, les études qui ont été faites pour déterminer ses caractéristiques sorptives révèlent une bonne aptitude à décolorer les huiles usagées moteurs; de ce fait, il est utilisé comme adsorbant dans la phase finale des traitements de régénération.

Quant au kieselguhr, c'est une roche blanche, friable et très légère. Elle contient 85% de silice hydratée en plus d'oxyde de fer et de matières organiques.

Le kieselguhr a de bonnes propriétés sorptionnelles. Du fait de sa grande surface spécifique ($24.88\text{m}^2/\text{g}$), il est alors utilisé dans une grande variété

de domaines tels que l'industrie chimique, pharmaceutique et alimentaire.

Les adsorbants, tels qu'on les trouve dans la nature, ne sont pas de bons adsorbants. Pour améliorer leur capacité sorptionnelle, on leur fait subir alors des traitements thermiques et chimiques.

L'Algérie renferme des gisements de ces différents adsorbants (Maghnia, Mostaganem...).

II-2 ANALYSE CHIMIQUE DE L'ADSORBANT CHOISI

Notre choix s'est porté sur une argile de type "montmorillonite" (densité 2.66), seul matériau disponible dans notre département. Cet échantillon a été prélevé sur le site dénommé bloc3 du gisement de M'zila à Mostaghanem. Cette argile se présente sous forme douce au toucher et de coloration brun clair. L'analyse chimique qui a pour but de déterminer la teneur en SiO_2 , Al_2O_3 , MgO ,...etc dans l'argile a donné les résultats suivants:

Tableau 14 Composition Chimique en % de l'échantillon de bentonite à l'état naturel.

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_5	Cr	PAF
56.62	16.44	4.32	3.21	1.39	2.70	0.78	0.47	0.11	0.02	12.5

La bentonite, comme chaque type d'argile, est constituée d'un ^{minéral} ~~métal~~ argileux de base, à savoir le SiO_2 , et de certaines impuretés secondaires telles que l'oxyde de fer, de manganèse, de magnésium, des métaux alcalins et alcalino-terreux,...etc.

Le rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ est de l'ordre de 3,44; cela peut s'expliquer par la forte teneur en SiO_2 (silice libre). Certains auteurs présentent le rapport $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ comme étant l'indice caractéristique de la montmorillonite lorsque sa valeur varie entre 2 et 5.5.

La perte à feu de notre bentonite est relativement élevée. Cet échantillon de bentonite est sous forme sodique; elle absorbe beaucoup d'eau.

II-3 ACTIVATION DE LA BENTONITE

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

II-3-1 ACTIVATION DE L'ECHANTILLON DE BENTONITE

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

Suite à cette opération, nous avons fait subir à l'échantillon d'argile un traitement thermique sous une température de 220°C, le temps de chauffe a été fixé à 6 heures.

La composition chimique de l'échantillon traité thermiquement (densité 2.72) a été déterminée par la méthode classique d'analyse des silicates. Les éléments décelés et dosés sont: Si, Al, Mg, Ca, Na, K, Ti et P. Les résultats obtenus sont groupés dans le tableau suivant:

Tableau 15 Composition chimique en % de l'échantillon de bentonite activée thermiquement.

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Ti O ₂	P ₂ O ₅	Cr	SO ₃	PAF
58,59	17,67	4,39	3,43	1,7	2,8	0,85	0,48	0,12	0,01	1,45	8,70

L'examen simultané des résultats de la composition chimique de l'argile naturelle (tableau 14) et activée (tableau 15) montre que le traitement thermique de l'argile entraîne:

- une augmentation de la teneur en SiO₂, de l'aluminium, du fer, du sodium, du magnésium et du calcium
- une diminution du potassium et du chrome.

L'augmentation du pourcentage de silice est due à la disparition relative des autres composés de l'argile considérée.

d'autres formes de composés difficilement éliminés par l'élévation de température.

A la température de 220 °C, l'eau de mouillage a disparu, cette disparition peut entraîner la libération des positions d'échange. On peut aussi assister à cette température à un départ de l'eau de constitution. Il est fort possible qu'à cette température, un processus de destruction de la structure cristalline l'emporte sur tout autre phénomène (à savoir libération de sites actifs). Si tel est le cas, on peut dire que la bentonite utilisée est de structure cristalline fragile. Du point de vue technologique, l'emploi d'une telle bentonite est profitable car son activation thermique ne nécessite pas une grande énergie (220 °C) et ce, comparativement à d'autres argiles.

En conclusion, pour connaître la température optimale d'activation qui soit favorable à un échange de cations, il faudrait tenir compte:

- de la composition minérale du sorbant
- de la quantité et de la qualité des impuretés
- de la nature des cations échangeables
- de l'éventuelle application de ce sorbant naturel (22)

CHAPITRE III REGENERATION DE L'HUILE USAGEE PAR PERCOLATION

III-1 NOTION DE PERCOLATION

L'huile à traiter traverse un lit épais d'adsorbant, à savoir la bentonite, de granulométrie adéquate pour éviter la formation de canaux préférentiels. L'écoulement est dû à la gravitation et on arrête l'adsorption quand l'effluent n'a plus les qualités requises. L'adsorption étant lente, il faut un temps de contact suffisant qu'on ajuste en réglant le débit du fluide.

Conventionnellement, la méthode de régénération consiste essentiellement en un traitement à l'acide sulfurique suivi d'un contact avec de la terre activée. le rendement est médiocre et surtout, le taux d'acide étant élevé (au moins 13% de l'huile), d'importantes quantités de boues acides extrêmement polluantes sont formées. L'enfoissage de ces déchets comporte des risques pour les nappes d'eau souterraines et leur incinération provoque localement une forte accumulation d'anhydride sulfureux dans l'atmosphère. Le but visé est la suppression complète du

traitement acide et son remplacement par la méthode décrite ci-dessus qui est moins polluante.

La régénération de l'huile usagée vidangée à 1000Km s'est faite sur deux échelles :

- échelle laboratoire
- échelle semi-pilote

III-2 PROCEDURE EXPERIMENTALE EN LABORATOIRE

Le test de régénération sur colonne analytique consiste à percoler l'huile à travers un lit cylindrique de bentonite et de recueillir l'effluent sous forme de fractions successives. L'analyse physico-chimique de ces fractions nous permet de suivre la cinétique de régénération de l'huile usagée et de déterminer le temps au bout duquel la bentonite se sature.

L'appareillage sur lequel ce test a été effectué est représenté par la figure 10. Il comprend une colonne de percolation avec double enveloppe et ses accessoires. La colonne est un tube en verre muni à sa base d'une toile. Nous pouvons faire circuler, à travers l'enveloppe extérieure, de l'eau à différentes températures, l'apport d'huile usagée se fait par le biais d'un réservoir situé en hauteur.

III-3 TEST DE PERCOLATION AVEC BENTONITE NON ACTIVEE

Afin d'avoir une idée sur les propriétés sorptionnelles de la bentonite à l'état naturel, nous avons fait un premier essai de percolation d'un échantillon d'huile usagée à 1000Km dé-essenciée et déshydratée par flash à 150 °C.

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- quantité de bentonite: 50g
- hauteur du lit: 37,5 cm
- température d'expérience: 90° C
- quantité d'huile percolée: 250cm³

Le choix de la quantité de terre à utiliser vient après une détermination de la capacité d'un plateau sur l'appareil semi-pilote; nous avons donc choisi de travailler avec la même quantité que peut supporter un plateau.

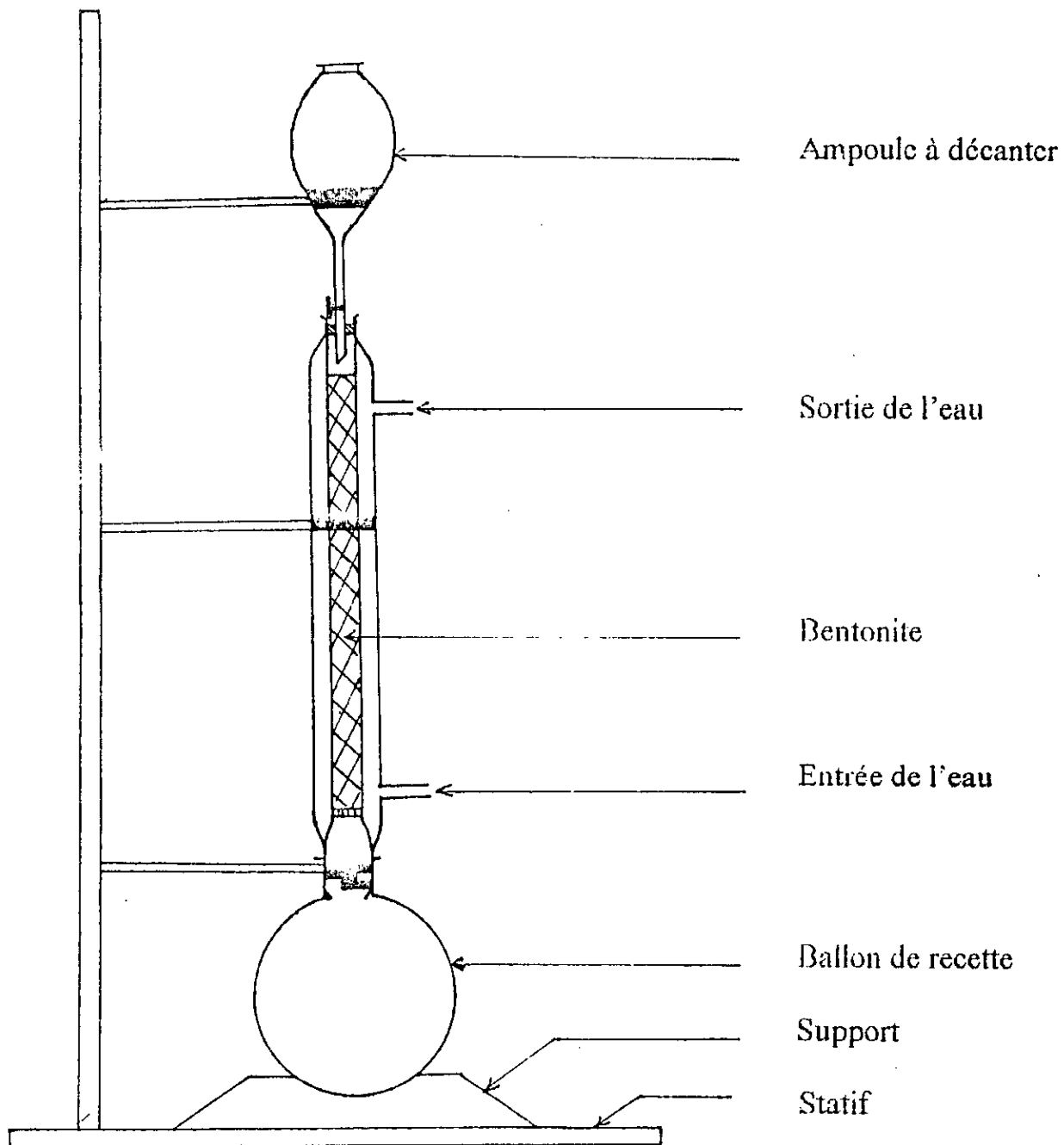


Figure 40: Schéma du montage

Après avoir percolé toute la quantité d'huile sur le lit d'adsorbant, nous avons fait subir à l'huile régénérée (HR1) les analyses physico-chimiques et avons obtenu les résultats suivants:

Tableau 16 Caractéristiques physico-chimiques de HR1

Caractéristique	HN 20W50	Hu 1000 Km	HR 1
Indice de réfraction n_D^{20}	1,4860	1,4680	1,4866
Densité d_4^{20}	0,8620	0,8656	0,8647
Viscosité à 40° C (cst)	100,8	53,8	50,0
Viscosité à 100° C (cst)	19,4	11,5	9,15
V.I	147,82	156,91	141,76
Viscosité Engler	17,17	16,52	15,09
Point d'aniline (°C)	106	96	100
Point d'écoulement (°C)	-22	-21	-22
Résidu Conradson (% Pds)	0,85	1,21	1,07
Couleur (%T)	98	25	33
Dilution	6	6	6
Teneur en eau (%V)	0	0	0

Commentaire

Nous remarquons, d'une manière générale, une amélioration des propriétés physico-chimiques. Cette amélioration est surtout caractérisée par l'augmentation du pourcentage de transmission qui passe de 25 à 33% soit une augmentation de 11%. On explique cet accroissement par le fait que lors de son passage sur le lit de bentonite; l'huile a été purifiée grâce à l'adsorption des particules solides de carbone et qui confèrent la coloration noire à l'huile usée. Cette explication est confirmée par l'essai du résidu Conradson où nous remarquons une réduction très importante. La diminution de la densité peut être expliquée par l'adsorption des particules solides tels que le carbone, les produits d'oxydation et les métaux en trace issus de l'usure du moteur. Concernant la viscosité, on constate une diminution, ceci peut être dû également à l'enlèvement d'une partie du carbone et des produits d'oxydation qui ont épaissi l'huile usée.

Pour le point d'aniline, il passe de 96 à 100°C, cette augmentation nous indique qu'il y a eu soit une hausse de la teneur en paraffines dans l'huile régénérée soit encore une diminution de la teneur en aromatiques. Etant donné que les aromatiques sont plus sensibles à l'oxydation que les paraffines, donc durant le fonctionnement du moteur l'oxydation a surtout touché les molécules contenant des cycles aromatiques et lors de la régénération, ces mêmes composés ont été retenus.

La bentonite usée issue de cette opération a été soumise à une analyse des silicates. les résultats obtenus sont les suivants:

Tableau 17 Composition Chimique en % de l'échantillon de bentonite naturelle imprégnée d'huile (après percolation)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	NaO ₂	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	Cr	SO ₃	PAF
45,41	13,63	3,87	2,83	1,39	2,47	0,73	0,38	0,14	0	0,86	26,45

La densité de la bentonite usée est égale à 2,17; elle a diminué du fait de sa rétention en huile.

Commentaire

L'examen des résultats des tableaux 14 et 17 montre une augmentation des éléments tels que le fer, le manganèse, le magnésium, le calcium, le sodium, le potassium et le phosphore. Comme dit précédemment, l'activation thermique entraîne la libération de sites d'échange. Ces derniers peuvent alors être occupés par les éléments métalliques contenus dans l'huile suite à une usure des organes moteurs ou à une détérioration des additifs. Il aurait été intéressant de mesurer la surface spécifique de l'échantillon d'argile à l'état naturel et à l'état actif. Une variation de la surface spécifique signifierait une variation de la capacité de sorption.

III-4 TEST DE PERCOLATION AVEC BENTONITE ACTIVEE THERMIQUEMENT

L'essai préliminaire de percolation effectué précédemment a donné des résultats satisfaisants. Cependant, pour affiner cette manipulation, nous nous devons de procéder à quelques améliorations de type:

- utilisation de bentonite activée thermiquement
- utilisation de différents supports de la bentonite (coton, tissu)
- variation de la hauteur du lit de bentonite
- variation de la température d'expérience.

III-4-1 CHOIX DU SUPPORT DE LA BENTONITE

Nous avons essayé de déterminer le support adéquat de la bentonite dans la colonne analytique. Les supports disponibles étant du coton et du tissu. Nous avons donc fait deux essais de percolation d'huile usagée à 1000Km ayant subi un préchauffage pendant environ 10 minutes à 150 °C pour déshydratation et déessencement, sur une même quantité de terre décolorante. Les conditions opératoires sont maintenues identiques lors des deux opérations à savoir:

- quantité de bentonite: 50g
- hauteur du lit: 16cm
- température d'expérience: 24°C (température ambiante)
- quantité d'huile: 250 cm³ d'HU 1000Km

a- essai utilisant le coton comme support

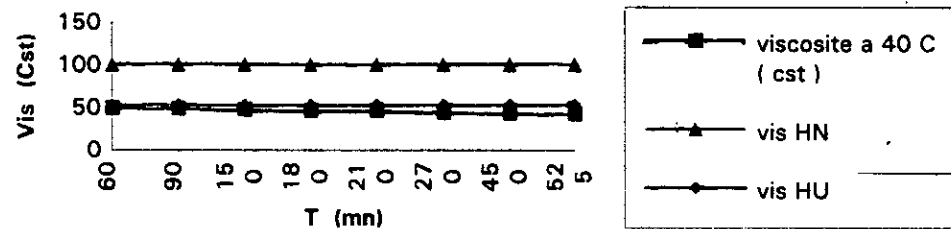
L'analyse des fractions issues de la première colonne utilisant le coton comme support de la bentonite, a donné les résultats représentés sur le tableau ci-après. Nous notons que les premières gouttes ont été obtenues après une heure et nous récupérons, après percolation, un volume total de 231,4cm³. Le rendement de opération est calculé comme suit:

$$\eta = 231,4 / 250 * 100 = 92,56\%$$

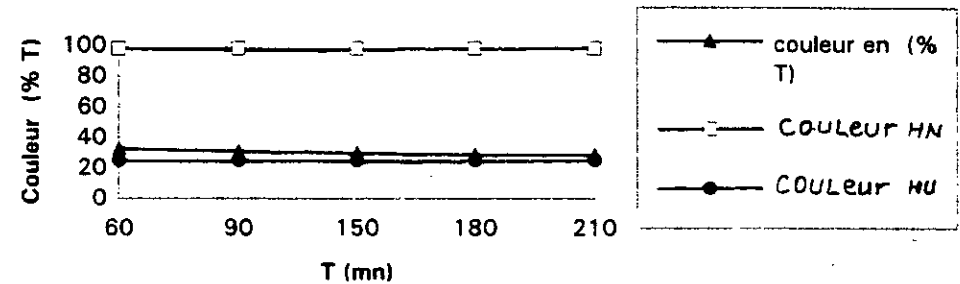
Tableau 18 Caractéristiques physico-chimiques de HR2

caractéristiques	HR2.1	HR2.2	HR2.3	HR2.4	HR2.5	HR2.6	HR2.7	HR2.8
densité	0,8653	0,8659	0,8661	0,8663	0,8664	0,8667	0,8669	0,8669
viscosité a 40 °C (cst)	50,1	49,3	48,24	47,18	46,92	44,89	43,91	43,05
viscosité a 100 °C (cst)	9,82	9,53	9,17	8,91	8,91	8,63	8,21	7,98
Indice de viscosité	148,87	148,12	146,05	145,82	145,17	145,59	142,06	140,86
Résidu Conradson (% pds)	1,04	1,06	1,07	1,07	1,08	1,09	1,12	1,19
couleur (% T)	33	31	30	29	29	27	27	26
Dilution	6	6	6	6	6	6	6	6
Temps (mn)	60	90	150	180	210	270	450	525

Variation de la viscosite à 40°C de HR2 en fonction du temps



Variation de la couleur de HR2 en fonction du temps



Variation du carbone Conradson en fonction du temps

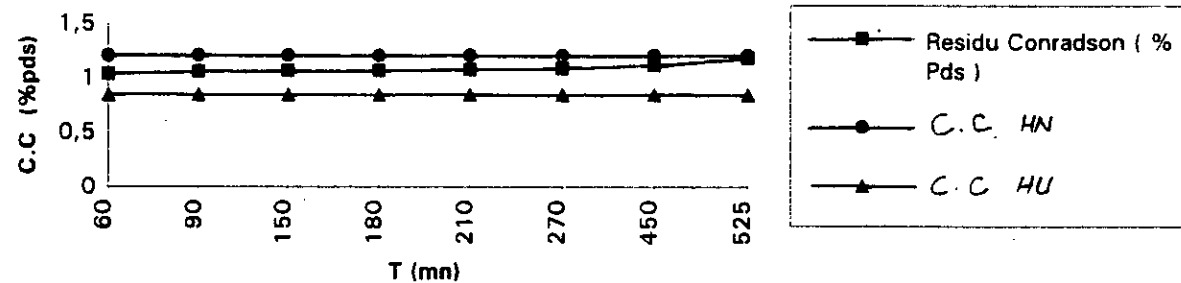


Figure 11 : Variation des principales caracteristiques de HR2 en fonction du temps

Commentaire sur le tableau 18

Nous remarquons, d'une façon générale, une amélioration de toutes les caractéristiques et notamment le pourcentage de transmission qui passe de 25% pour l'huile usagée à 33% pour le premier échantillon de HR2, c'est d'ailleurs la fraction la plus purifiée.

En ce qui concerne les autres caractéristiques, leur évolution peut être expliquée par les raisons suivantes:

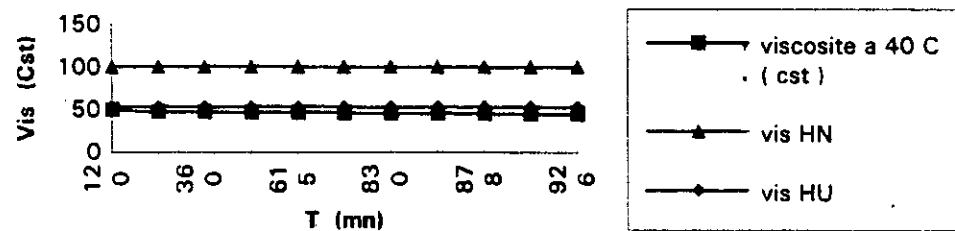
- **viscosité:** Aussi bien à haute qu'à basse température, nous remarquons une diminution de la viscosité en fonction du temps de percolation.
- **résidu Conradson:** L'augmentation du carbone Conradson en fonction du temps confirme bien le fait que la bentonite se sature au fur et à mesure que l'huile usagée la traverse. Le résidu Conradson des dernières fractions s'approche de la teneur en carbone de HU 1000Km.
- **densité:** L'augmentation continue de la densité peut s'expliquer par la diminution du taux d'adsorption des métaux d'usure et des produits d'oxydation par la bentonite qui se sature progressivement.
- **couleur:** Une amélioration de la couleur est observée pour les premiers échantillons par le biais du pourcentage de transmission, nous remarquons ensuite, une diminution de ce pourcentage pour les autres échantillons jusqu'à s'approcher de celui de HU 1000Km en ce qui concerne le dernier échantillon. Ceci s'explique par le fait que les produits d'oxydation qui colorent l'HU n'ont pas pu être retenus par la bentonite suite à la saturation de cette dernière.

b- essai utilisant le tissu comme support de la bentonite

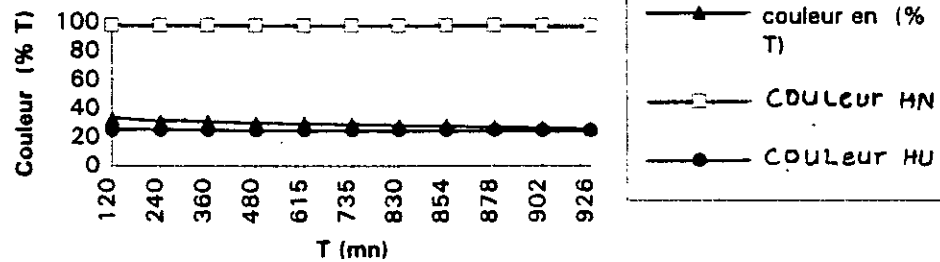
Nous avons, dans ce dernier cas, prélevé à des fractions afin de pouvoir comparer l'efficacité des deux process. Rappelons que lors de ce deuxième essai, nous avons utilisé un tissu fin comme support de la bentonite.

L'analyse des différentes fractions obtenues a donné les résultats suivants:

Variation de la viscosite à 40 °C de HR3 en fonction du temps



Variation de la couleur de HR3 en fonction du temps



Variation du carbone Conradson de HR3 en fonction du temps

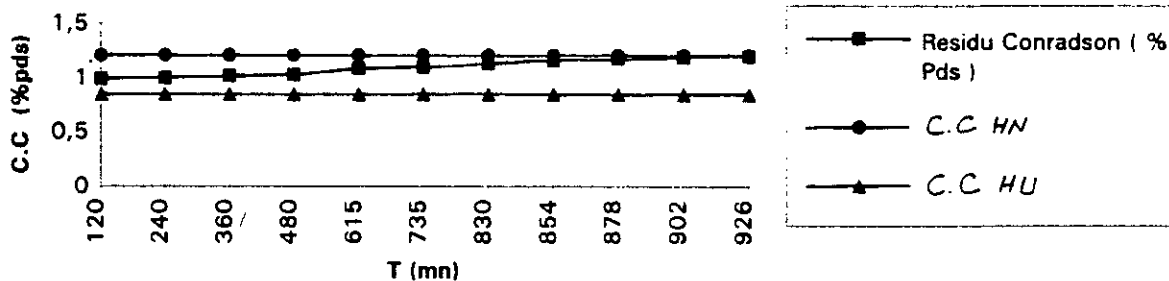


Figure 12 : Variation des principales caracteristiques de HR3 en fonction du temps

Dans ce cas également, les premières gouttes ont été obtenues après une heure. le volume total recueilli est de 216.6cc et le rendement est:

$$\eta' = 216.6/250 * 100 = 86.64\%$$

Nous remarquons que le rendement a diminué comparé à celui obtenu lors du premier essai utilisant le coton. Cette diminution est due à un phénomène de tension superficielle généré par la maille du tissu et qui a contribué à augmenter la quantité de l'huile retenue par la bentonite puisque la quantité de cette dernière est identique à celle du premier essai et la granulométrie est la même.

Commentaire sur le tableau 19

Afin d'obtenir des quantités suffisantes pour nous permettre d'effectuer les analyses nécessaires, nous avons laissé plus de temps à chaque échantillon car l'écoulement se fait dans ce cas plus lentement. Une amélioration des caractéristiques est enregistrée en comparant les premiers échantillons avec l'HU. Ensuite, vers la fin de la régénération, elles s'approchent de celle-ci. Cela est surtout observé grâce au pourcentage de transmission qui tend vers la valeur de l'HU à savoir 25%.

Comparaison et conclusion:

En comparant les fractions obtenues lors des deux essais, on peut faire les remarques suivantes:

- le pourcentage de transmission est identique pour les premières gouttes du fait que les deux opérations sont effectuées dans les mêmes conditions.
- le carbone Conradson est légèrement inférieur à celui du premier essai, c'est sûrement dû au temps de contact huile-terre qui est plus long.

En conclusion, nous dirons que le coton et le tissu permettent tous deux d'obtenir des huiles régénérées de mêmes qualités. Néanmoins, le premier essai a mis beaucoup moins de temps, de plus, nous obtenons, avec le coton, un meilleur rendement. Nous utiliserons donc, pour la suite des manipulations, le coton comme support.

c- essai de combustion de la bentonite

Dans le souci de déterminer la rétention de la bentonite, nous avons fait un essai de combustion de la bentonite usée, c'est à dire celle qui a servi d'adsorbant lors de l'expérience du choix du support (coton). La procédure expérimentale consiste à brûler dans un creuset métallique, une masse bien déterminée de bentonite imbibée, ensuite peser la terre régénérée. Pour nos résultats, les données de l'essai sont:

masse de bentonite usée: 49,22g

masse de bentonite régénérée: 37,76g

La fraction d'huile retenue est alors:

$$\Delta m = 49,22 - 37,76 = 11,46g$$

Le taux d'imprégnation se calcule alors par l'équation:

$$\tau = (11,46/37,76) \times 100 = 30,35\%$$

Notons qu'il s'agit d'un pourcentage massique.

La densité des grains imprégnés peut être calculée à partir du taux d'imprégnation comme suit:

$$d = (2,72 \times 0,6965) + (0,845 \times 0,3035) = 2,16$$

ou 2,72 et 0,845 représentent respectivement la densité des grains secs et la densité moyenne de l'huile régénérée.

On retrouve alors la valeur déterminée précédemment.

d- essai utilisant le coton comme adsorbant

Après avoir choisi le coton pour servir de support, nous avons fait passer de l'huile usagée sur la colonne analytique bourrée de coton. Cet essai nous permettra de voir si le coton peut jouer un rôle quant à la purification de l'huile ou pas.

Les conditions opératoires sont:

-hauteur du lit de coton: 37,5 cm

-quantité d'huile à purifier: 70cm³

-température: 24° C (température ambiante)

Nous avons recueilli l'effluent et l'avons ensuite analysé. Les résultats sont donnés dans le tableau 20.

Tableau 20 Caractéristiques physico-chimiques de HR-coton

Caractéristique	HR-coton
Viscosité à 40 °C (est)	50,5
Viscosité à 100°C (est)	9,9
VI	152,20
Carbone Conradson (% pds)	1,16
Couleur (%T)	28
Dilution	6

La quantité d'huile recueillie après égouttage du lit est de 62cc, soit un rendement de:

$$\eta = 62 * 100 / 70 = 88,57\%$$

Commentaire

Bien que le coton ne présentait, à notre connaissance, aucune qualité sorptive vis à vis des contaminants de l'huile, nous remarquons tout de même une amélioration de la couleur qui passe de 25 à 28%. L'abaissement du résidu Conradson confirme cet accroissement du pourcentage de transmission. Nous pouvons expliquer cela par le fait que les fibres de coton ont retenu d'une part, les contaminants en suspension dans l'huile tels que la poussière et d'autre part, une partie du carbone issu du cracking.

Pour ce qui est de la viscosité, nous remarquons une légère diminution comparée à celle de l'huile usagée. Cet abaissement est dû à la rétention du carbone qui a contribué à l'épaississement de l'huile, par le coton.

En conclusion, il apparaît intéressant de filtrer l'huile usagée sur du coton avant tout traitement de régénération. Ce passage de l'huile à travers un lit de coton pourra même se faire sous pression pour accélérer le processus, dans ce cas, il faudra utiliser une colonne métallique susceptible de travailler à haute pression.

III-4-2 OPTIMISATION DE LA HAUTEUR DU LIT DE BENTONITE

La partie suivante a été consacrée à une optimisation de la hauteur du lit de bentonite à utiliser. Pour ce faire, nous avons travaillé à température ambiante sur trois colonnes de différents diamètres, avec toujours la même quantité de bentonite activée thermiquement. Nous avons, à chaque fois, recueilli et analysé les fractions. Le montage utilisé est celui de la figure.10.

a- première expérience (h=16cm)

Cette expérience est celle que nous avons faite lors du choix du support, les conditions opératoires étant:

- diamètre de la colonne: 1,8 cm
- hauteur du lit: 16cm
- température: 23°C (température ambiante)
- adsorbant: 50g de bentonite activée thermiquement
- huile usagée: 250cm³ d'HU 1000Km dé-essenciée et déshydratée

Les résultats obtenus sont ceux du tableau 18.

b- deuxième expérience (h=37,5cm)

Nous avons ensuite travaillé avec une autre colonne de 12mm de diamètre, le support utilisé est le coton et la quantité d'adsorbant reste la même. La hauteur du lit est alors de 37,5 cm.

- diamètre de la colonne: 1,2 cm
- hauteur du lit: 37,5 cm
- température: 24 °C (température ambiante)
- adsorbant: 50g de bentonite activée thermiquement
- huile usagée: 250cm³ d'HU 1000Km déeesenciée et déshydratée

L'analyse physico-chimique des différentes fractions a donné les résultats suivants: (tableau 21)

Tableau 21 Caractéristiques physico-chimiques de HR 4 (37,5 cm)

Fraction /Caractéristique	HR4-1	HR4-2	HR4-3	H.U1000Km
densité d_4^{20}	0,8558	0,8579	0,8646	0,8656
Viscosité à 40°C(cst)	—	48,6	46,9	53,8
Viscosité à 100°C(cst)	—	8,40	7,90	11,5
V . I	—	139,86	135,58	156,91
Carbone Conradson(% pds)	0,86	0,91	0,93	1,21
Couleur (% T)	35	30	28	25
Dilution	6	6	6	6
Temps (h)	40	86	124	-

Nous nous sommes, dans ce cas, limités aux trois premières fractions, car ces manipulations ont demandé énormément de temps du fait que l'huile usagée est visqueuse à température ambiante et que l'écoulement se fait uniquement par gravitation. En ce qui concerne les premières gouttes, la taille de échantillon recueilli n'était pas suffisante pour pouvoir déterminer sa viscosité.

Commentaire

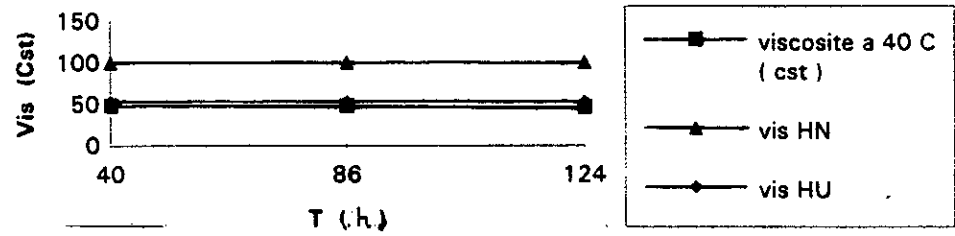
A partir des données du tableau, nous pouvons faire les remarques suivantes:

-densité: Nous constatons une diminution très importante de la densité pour les deux premières fractions au point où elles deviennent inférieures à celle de l'huile neuve. Cette baisse est probablement dûe à l'adsorption d'une grande quantité de contaminants provenant de l'oxydation des additifs lourds.

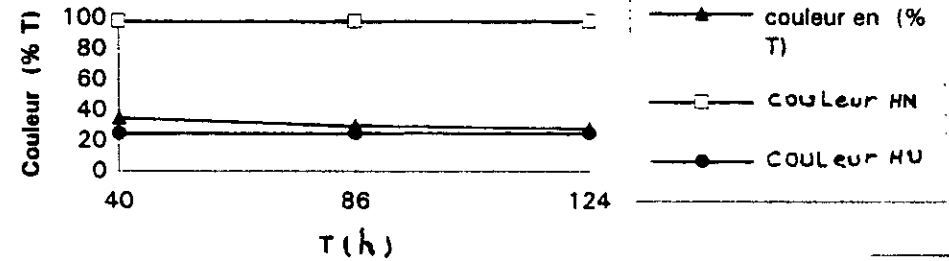
-viscosité: Aussi bien à haute qu'à basse température, on remarque une diminution de la viscosité, ceci peut être expliqué par l'adsorption des produits solides, tels que le carbone, qui ont contribué à l'épaississement de l'huile usagée.

-carbone Conradson: sa diminution est en accord avec l'abaissement de la viscosité.

Variation de la viscosite à 40 °C de HR4 en fonction du temps



Variation de la couleur de HR4 en fonction du temps



Variation du carbone Conradson de HR4 en fonction du temps

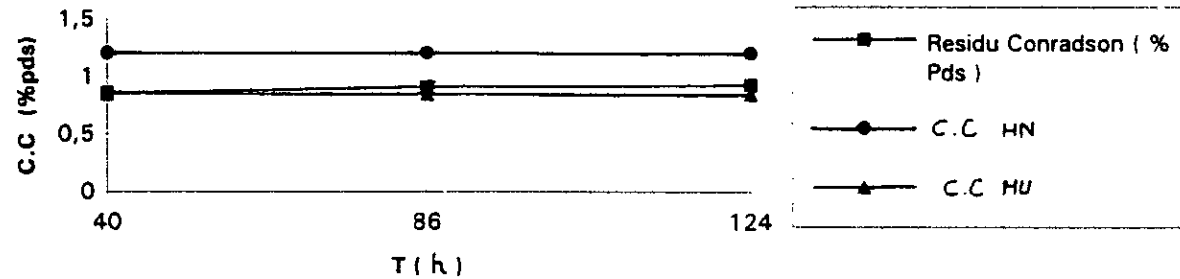


Figure 13 : Variation des principales caracteristiques de HR4 en fonction du temps

-couleur: une nette amélioration du pourcentage de transmission des échantillons est observée, notamment en ce qui concerne les premières gouttes. Ce résultat est prévisible du fait que la hauteur du lit est assez importante pour permettre une bonne décoloration.

c- Troisième expérience (h=99cm)

La dernière expérience a été réalisée en utilisant un tube fin de façon à ce que la hauteur du lit soit de 99cm, la quantité de bentonite étant toujours de 50g. Nous avons recueilli l'effluent sous forme de fractions pour voir l'évolution des propriétés physico-chimiques en fonction du temps.

-diamètre de la colonne:0,8 cm

-hauteur du lit: 99 cm

-température: 24 °C (température ambiante)

-adsorbant: 50g de bentonite activée thermiquement

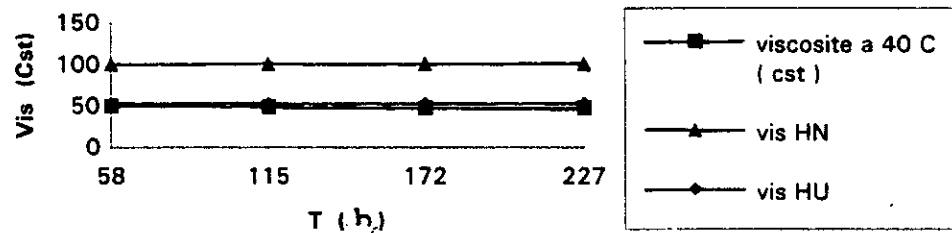
-huile usagée: 250cm³ d'HU 1000Km déessenciée et déshydratée

L'analyse a donne les résultats suivants (tableau 22):

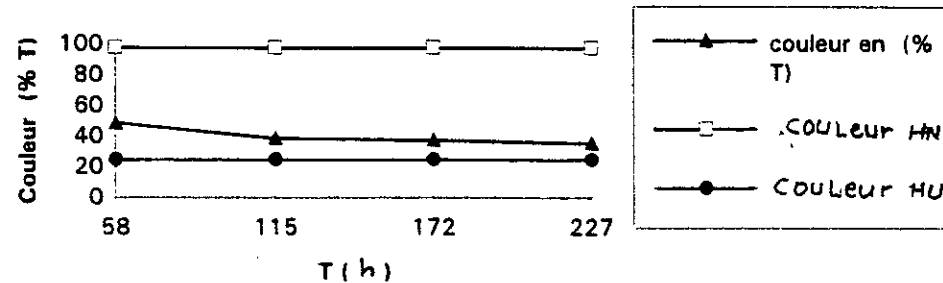
Tableau 22 Caractéristiques physico-chimiques de HR5 (99 cm)

Fraction /Caractéristique	HR5-1	HR5-2	HR5-3	HR5-4	H.U 1000 Km
densité d_4^{20}	0,8589	0,8628	0,8641	0,8645	0,8656
Viscosité à 40°C(cst)	50,4	49,0	48,1	47,8	53,8
Viscosité à 100°C(cst)	8,70	8,05	7,7	7,55	11,5
V.I	140,53	132,61	128,94	125,39	156,91
Carbone Conradson(% pds)	0,86	0,89	0,95	0,99	1,21
Couleur (% T)	49	39	38	36	25
Dilution	6	6	6	6	6
Temps (h)	58	115	172	227	-

Variation de la viscosite à 40 °C de HR5 en fonction du temps



Variation de la couleur de HR5 en fonction du temps



Variation du carbone Conradson de HR5 en fonction du temps

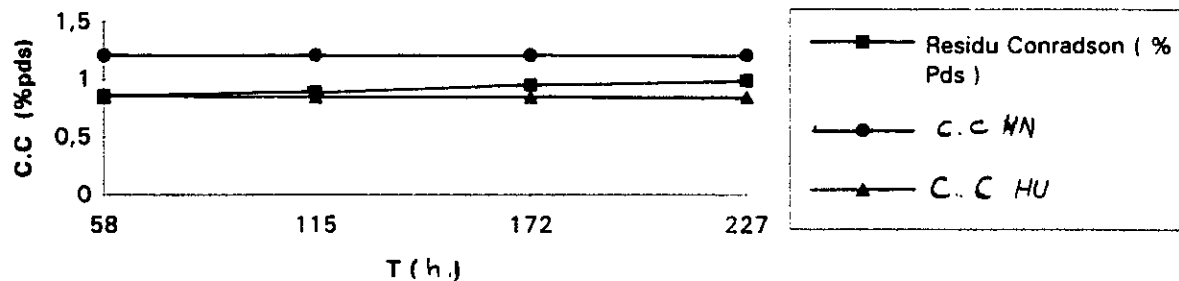


Figure 14 : Variation des principales caracteristiques de HR5 en fonction du temps

Commentaire

Vu l'importance de la hauteur du lit dans cette expérience, on s'attend à ce que l'huile régénérée soit de meilleure qualité comparée aux précédentes, et c'est d'ailleurs ce qu'on constate notamment par le biais du pourcentage de transmission qui est, pour la première fraction, de 49%. L'essai du carbone Conradson révèle également une amélioration et il en est de même pour la densité.

Conclusion

En se basant sur les résultats d'analyse des fractions issues des différentes manipulations, nous remarquons que les pourcentages de transmission des fractions obtenues lors de la troisième expérience sont supérieurs à ceux des fractions obtenues par la deuxième expérience qui sont, à leur tour, supérieurs à ceux des fractions de la première expérience. Le test de couleur nous donne une indication suffisamment claire sur le degré de régénération de l'huile usagée.

En conclusion, nous dirons que plus la hauteur du lit augmente plus la qualité de l'huile régénérée obtenue est meilleure, et cela pour une même quantité d'adsorbant. Par ailleurs, ce que nous gagnons en qualité nous le perdons en temps puisque la dernière expérience a nécessité beaucoup de temps (environ deux semaines) et il a fallu plus de 10 heures pour avoir les premières gouttes au début de opération.

III-4-3 OPTIMISATION DE LA TEMPERATURE

Les propriétés rhéologiques des huiles lubrifiantes, notamment la viscosité, dépendent étroitement de la température. De ce fait, nous avons essayé, par une série d'expériences, de déterminer la température optimale à laquelle la régénération des huiles usagées donne des résultats satisfaisants. La procédure consiste à percoler une quantité bien déterminée sur un lit de bentonite de hauteur fixe, et cela à différentes températures, à savoir 20, 40 et 60°C.

27

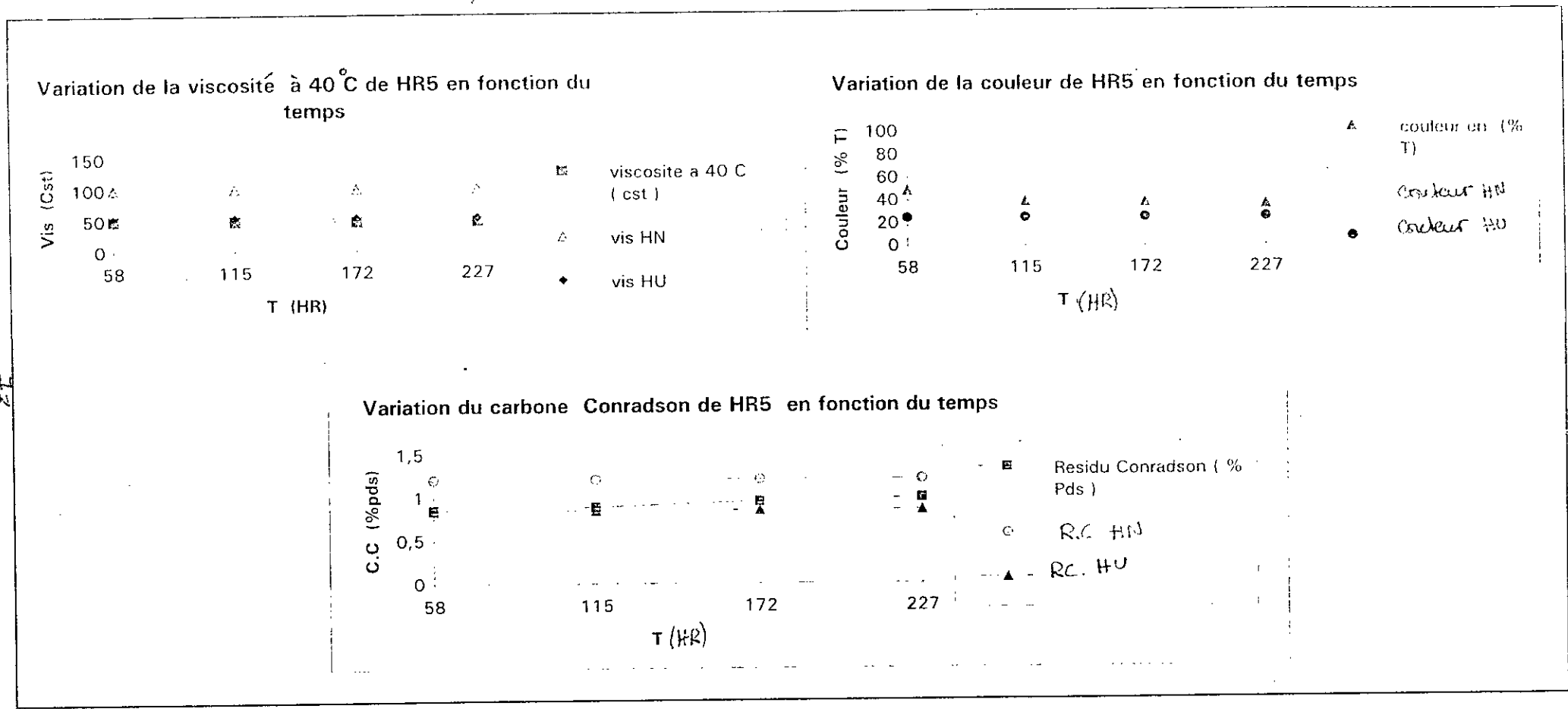


Figure 14 : Variation des principales caractéristiques de HR5 en fonction du temps

a- première expérience (T= température ambiante)

Nous avons travaillé avec la colonne qui donne une hauteur de lit de 40cm, car elle contient une double paroi dans laquelle on peut faire circuler de l'eau à différentes températures. Le schéma de l'installation est représenté sur la figure 10. Les conditions opératoires sont:

- diamètre de la colonne: 1,2 cm
- hauteur du lit: 37,5 cm
- température: 24 °C (température ambiante)
- adsorbant: 50g de bentonite activée thermiquement
- huile usagée: 250cm³ d'HU 1000Km dé-essenciée et déshydratée

Les résultats d'analyse des fractions obtenues sont regroupés dans le tableau 21.

b- deuxième expérience (T=40°C)

La deuxième expérience a été réalisée dans les mêmes conditions opératoires que la première, mais l'eau circulant dans le réfrigérant qui constitue notre colonne est de 40 °C. Pour réaliser cela, nous avons utilisé un bain thermostaté avec une pompe intégrée. L'effluent est récupéré sous forme de fractions nous permettant de suivre la cinétique de régénération.

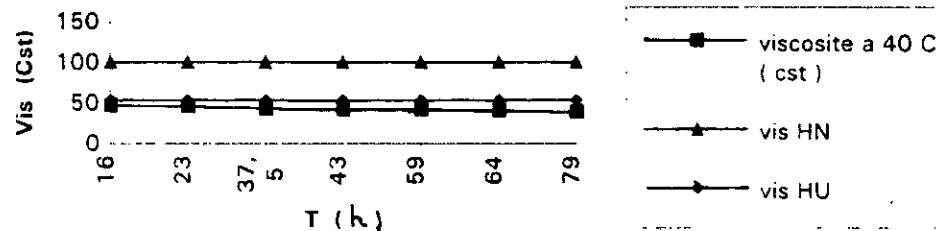
- diamètre de la colonne: 1,2 cm
- hauteur du lit: 37,5 cm
- température: 40 °C
- adsorbant: 50g de bentonite activée thermiquement
- huile usagée: 250 cm³ d'HU 1000Km dé-essenciée et déshydratée

Les résultats de l'analyse physico-chimique sont représentés sur le tableau 23.

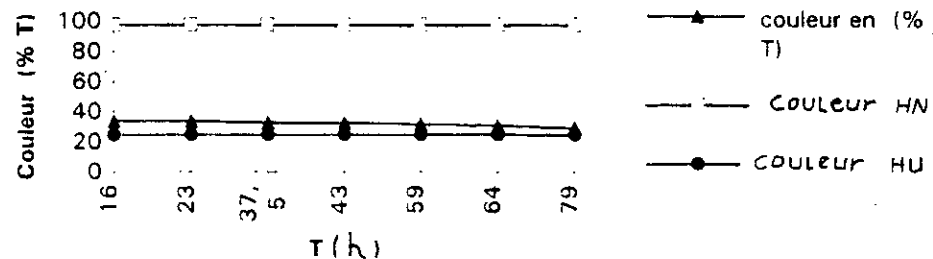
Tableau 23 Caractéristiques physico-chimiques de HR6 (40° C)

Fraction /Caractéristique	HR6-1	HR6-2	HR6-3	HR6-4	HR6-5	HR6-6	HR6-7	II.U 1000 Km
densité d_4^{20}	0,8626	0,8627	0,8628	0,8630	0,8640	0,8643	0,8655	0,8656
Viscosité à 40°C(cst)	47,65	46,5	43,60	43,10	42,85	41,20	39,85	53,8
Viscosité à 100°C(cst)	7,95	7,78	7,65	7,60	7,50	7,30	7,10	11,5
V . I	135,61	134,73	139,82	139,34	138,13	138,67	139,21	156,91
Carbone Conradson(% pds)	0,98	0,99	0,99	1,01	1,04	1,08	1,10	1,21
Couleur (% T)	34	34	33	33	32	31	30	25
Dilution	6	6	6	6	6	6	6	6
Temps (h)	16	23	37,5	43	59	64	79	-

Variation de la viscosite à 40°C de HR6 en fonction du temps



Variation de la couleur de HR6 en fonction du temps



Variation du carbone Conradson de HR6 en fonction du temps

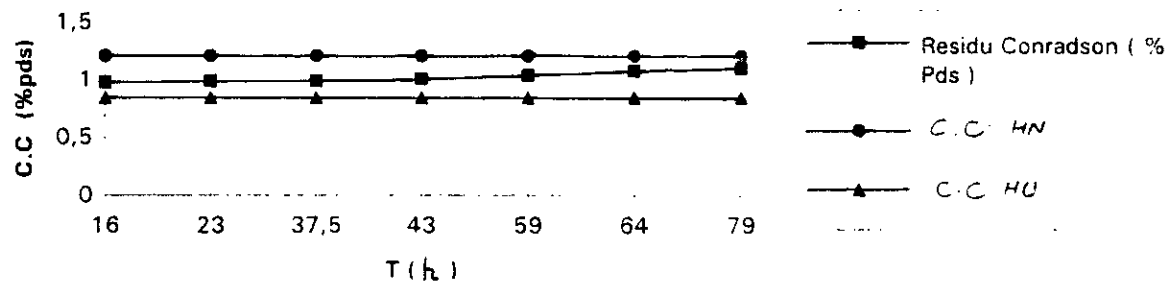


Figure 15 : Variation des principales caracteristiques de HR6 en fonction du temps

94

c- troisième expérience (T=60° C)

Cette dernière expérience consiste à percoler l'huile usagée à 60 °C, nous avons donc fait circuler dans le réfrigérant de l'eau à cette température. Les autres conditions opératoires sont maintenues identiques aux précédentes:

- diamètre de la colonne: 1,2 cm
- hauteur du lit: 37,5cm
- température: 60 °C
- adsorbant: 50g de bentonite activée thermiquement
- huile usagée: 250cm³ d'HU 1000Km déessenciée et déshydratée

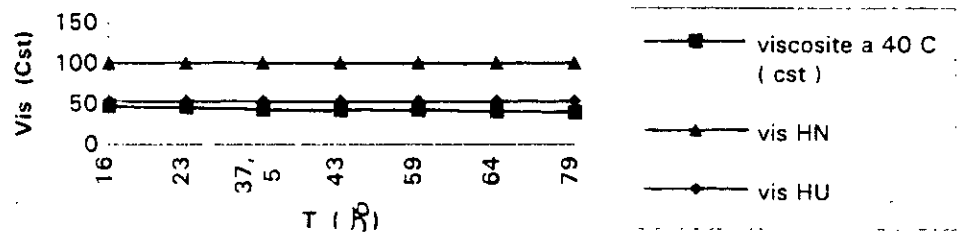
Le tableau 24 regroupe les résultats d'analyse des fractions recueillies:

Tableau 24 Caractéristiques physico-chimiques de H R 7 (60 °C)

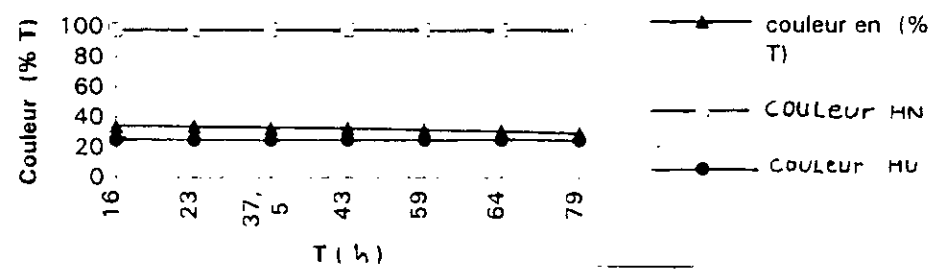
Fraction /Caractéristique	HR7-1	HR7-2	HR7-3	HR7-4	HR7-5	HR7-6	H.U 1000 Km
densité d_4^{20}	0,8619	0,8623	0,8624	0,8625	0,8623	0,8631	0,8656
Viscosité à 40°C(cst)	48,1	45,0	-	41,2	40,6	38,5	53,8
Viscosité à 100°C(cst)	8,65	8,65	-	8,50	8,05	7,85	11,5
V . I	144,76	149,38	-	155,58	151,23	154,73	156,91
Carbone Conradson(% pds)	0,98	0,99	0,96	1,00	0,96	1,02	1,21
Couleur (% T)	32	29	34	29	34	28	25
Dilution	6	6	6	6	6	6	6
Temps (h)	2	4	28	32	56	61	-

Notons que les fractions HR7-3 et HR7-5 sont constituées par une huile issue de l'égouttage du lit, et cela, à température ambiante.

Variation de la viscosite à 40 °C de HR6 en fonction du temps



Variation de la couleur de HR6 en fonction du temps



Variation du carbone Conradson de HR6 en fonction du temps

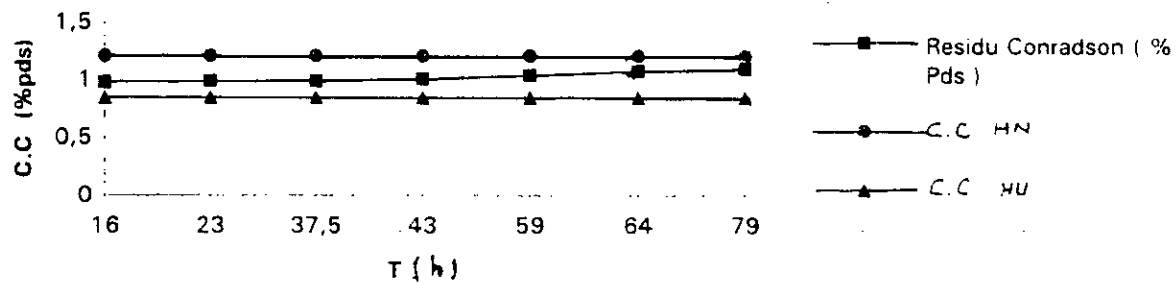


Figure 16 : Variation des principales caracteristiques de HR7 en fonction du temps

Conclusion

En comparant les résultats du test de couleur obtenus pour la première fraction de chaque expérience, nous remarquons que le pourcentage de transmission de l'huile traitée à 20 °C (HR4) est le plus élevé, ce qui nous pousse à conclure que cette huile est la plus purifiée. Les tests de carbone Conradson et de densité confirment cette constatation.

Nous pouvons par la suite, dire que la température optimale de régénération est de 20 °C, puisque à cette température, la viscosité de l'huile est la plus élevée. Par conséquent, la durée du contact huile-adsorbant est plus longue. De plus, l'adsorption à cette basse température est favorisée, du fait que ce phénomène est exothermique.

CHAPITRE IV CONCEPTION ET REALISATION DE L'APPAREIL SEMI-PILOTE

Il s'agit de concevoir et de réaliser un appareil semi-pilote qui soit en mesure de répondre à un certain nombre de conditions à savoir:

- assurer la régénération des huiles usagées à différentes températures avec possibilité de variation de la quantité de terre décolorante à utiliser.
- accéder au montage et démontage pour le changement de la terre usée et le nettoyage de l'appareil.

Nous avons opté pour la réalisation d'une colonne à plateaux possédant trois ouvertures qui permettent d'introduire des thermocouples afin de mesurer la température en haut, au milieu et en bas de colonne.

Dans le souci de pouvoir varier le nombre de plateaux à utiliser, nous avons conçu un système qui nous permet de maintenir les plateaux dans une position horizontale d'une part et de pouvoir varier la distance entre les plateaux d'autre part. Le système étant constitué d'une tige filetée aux deux extrémités qui sert d'axe central sur lequel sont montés les plateaux et plusieurs petits cylindres de mêmes dimensions qui serviront de supports pour les plateaux et de moyen de régulation de la distance entre ces derniers.

Etant donné que le diamètre des plateaux est inférieur à celui du tube cylindrique, le jeu engendré construira un chemin préférentiel pour l'huile et la régénération ne se fera pas correctement.

Pour minimiser toute fuite au niveau des parois, chaque plateau est entouré de joints d'étanchéité qui sont des joints en caoutchouc, découpés suivant les dimensions requises.

En bas de colonne, nous avons placé un cône qui dirige l'huile percolée vers un ballon de recette. Le stockage de l'huile usagée se fait dans un double réservoir connecté à la colonne par un tuyau.

A la fin de ce chapitre, nous présentons deux photos de l'appareil.

IV- LES COMPOSANTS DE L'APPAREIL

Comme nous l'avons mentionné, l'appareil réalisé est une colonne qui peut travailler jusqu'à une vingtaine de plateaux perforés. La charge en bentonite peut varier jusqu'à 2kg. Dans le détail l'appareil est constitué des accessoires suivants:

a- L'axe central:

C'est une tige filetée aux deux extrémités. Deux écrous permettent de serrer les plateaux et de les maintenir en position horizontale. La figure - 17- représente son dessin technique avec les dimensions.

Pour réaliser cet axe central, nous avons dû:

- Découper une tige de 15 cm de diamètre.
- Ajuster ses extrémités sur tour.
- Réduire le diamètre des bouts à 14 cm, diamètre standard des écrous disponibles.
- Procéder au filetage manuel .

b- Les plateaux perforés:

Ce sont des disques en cuivre découpés à partir d'une taule de 2mm d'épaisseur.

Etant donné que l'huile usagée a un caractère acide, son contact avec le métal provoquera la corrosion de celui-ci. De ce fait, notre choix s'est porté sur l'utilisation, parmi les matériaux disponibles, du cuivre. Le dessin représentant les plateaux est celui de la figure 18.

La détermination du diamètre des perforations a été faite après une série d'essais de percolation d'huile sur bentonite en utilisant des trous de différents diamètres. Le diamètre adéquat fut $d=2\text{mm}$; Par ailleurs, et du fait de la faible granulométrie de la bentonite utilisée, ces perforations permettent aussi à la bentonite de passer en même temps que l'huile. Pour y remédier nous avons pensé recouvrir chacun des 20 plateaux par une mince couche de coton à même de maintenir la bentonite en place et de permettre à l'huile de percoler.

L'usinage des plateaux s'est fait comme suit par:

- le tracé de cercles sur la grande taule.
- le découpage des disques en utilisant la grignoteuse.
- le perçage du trou central dans lequel entre l'axe et des petits trous après traçage.

c- Le tube cylindrique:

Le système constitué de la tige et des plateaux est mis dans un tube cylindrique qui est en P.V.C d'épaisseur 5mm.

Afin de pouvoir mesurer la température à l'intérieur de l'appareil, nous avons percé le tube à trois niveaux. Des bouchons en liège permettront de

maintenir les thermocouples en place et d'assurer l'étanchéité au niveau des ouvertures. Ce tube est présenté par la figure 19.

d- Les supports:

La séparation des plateaux est assurée par des petits cylindres ayant les mêmes dimensions que l'axe central.

L'usinage de ces pièces est passé par les étapes suivantes:

- le découpage d'un tube ayant le même diamètre que l'axe central en de petits cylindres.

- l'ajustement de leurs longueurs sur tour.

- la rectification de la surface latérale sur rectifieuse.

Un modèle est représenté par la figure 20.

IV-2 MONTAGE ET ASSEMBLAGE

Une fois tous ces composants usinés, l'assemblage se fait alors comme suit:

- on fixe le premier écrou sur la tige.

- on introduit en intermittence un plateau et un cylindre.

- on met le deuxième écrou et on serre l'ensemble.

- on introduit l'ensemble dans le tube muni de l'entonnoir.

- on fixe l'appareil sur le statif.

Un schéma d'assemblage est représenté par la figure 21.

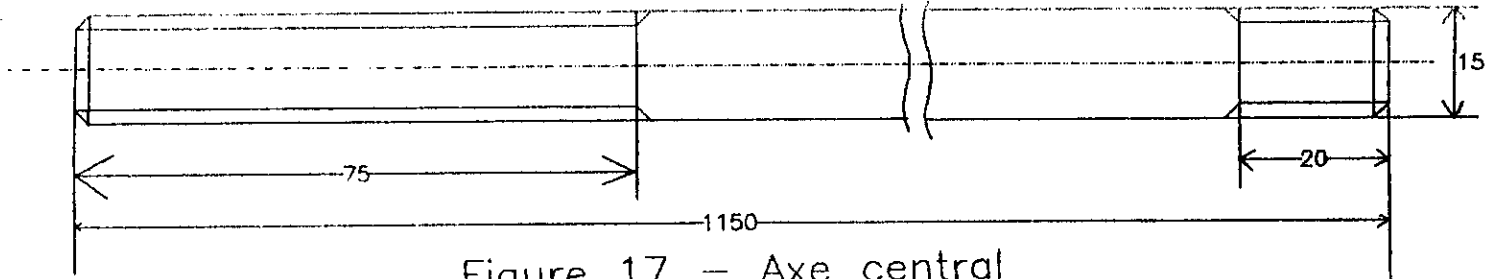


Figure 17 - Axe central

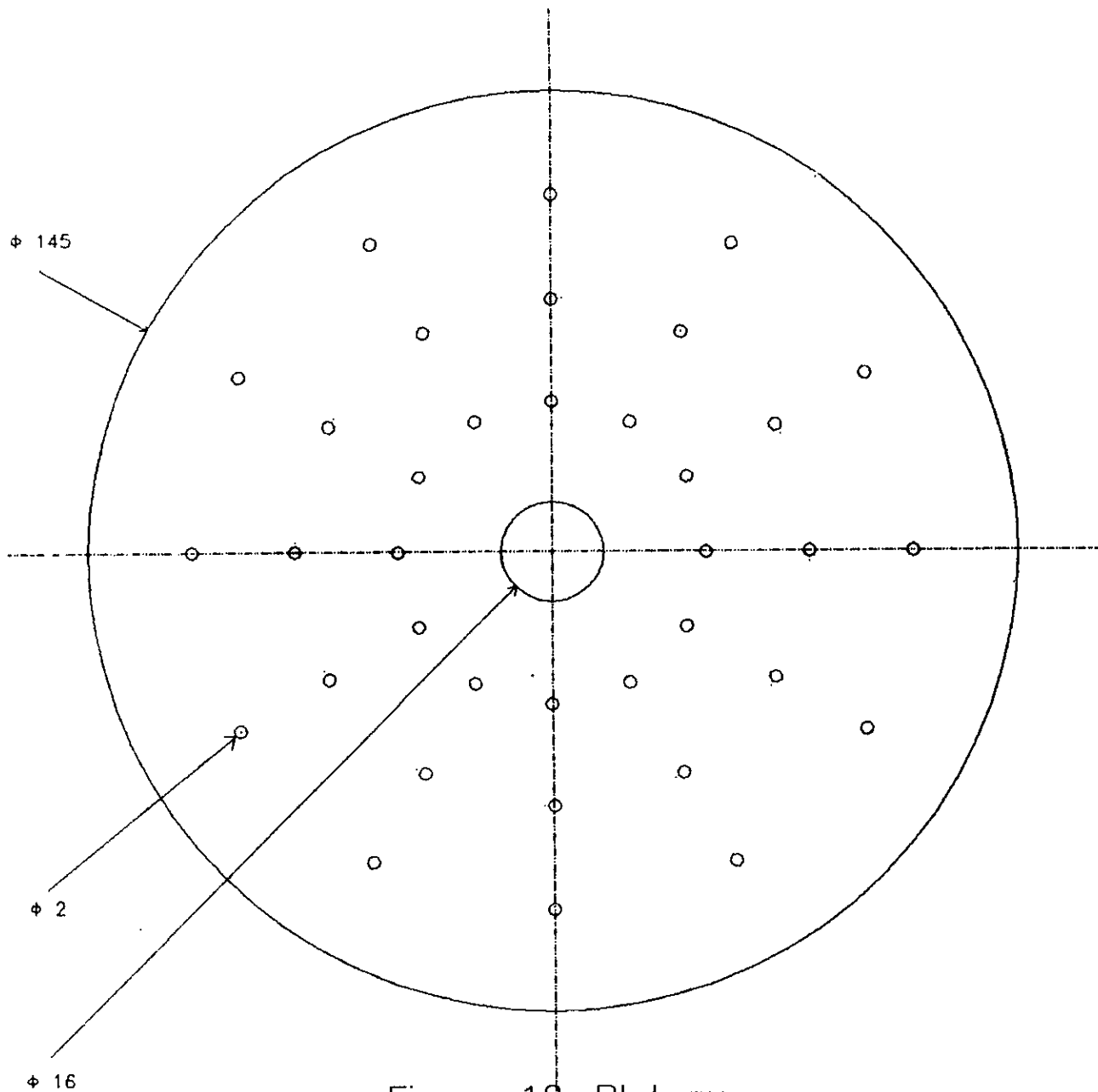
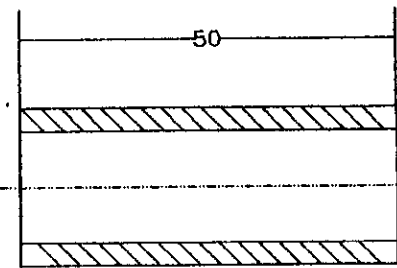
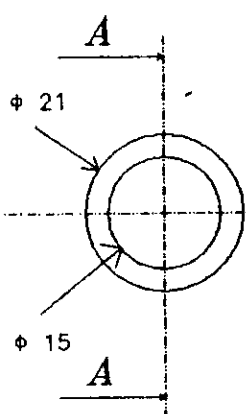
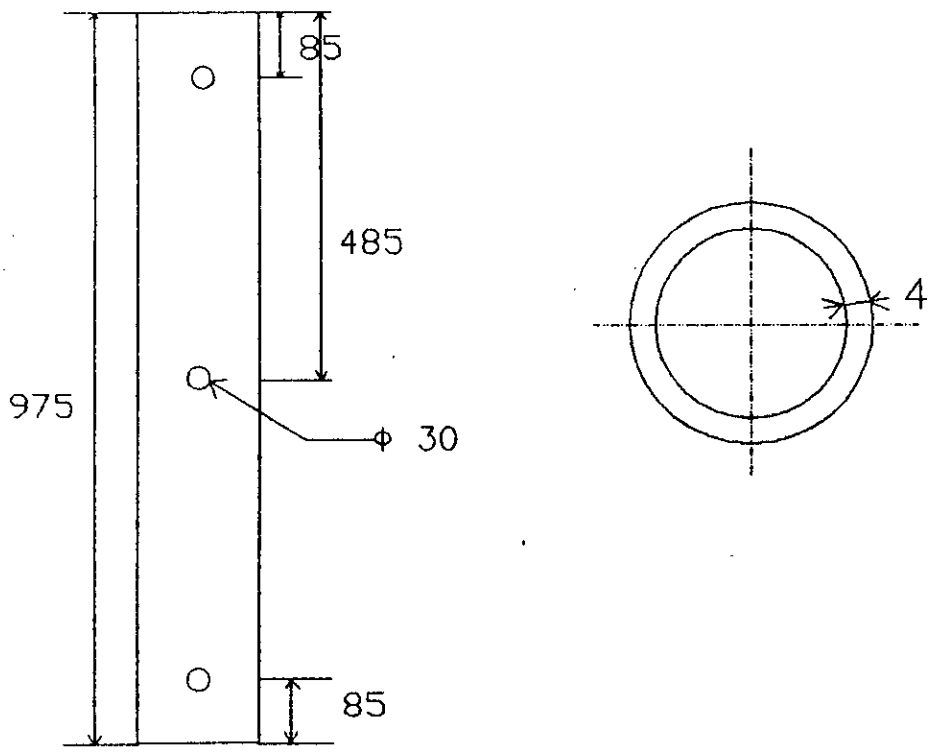


Figure 18 - Plateau



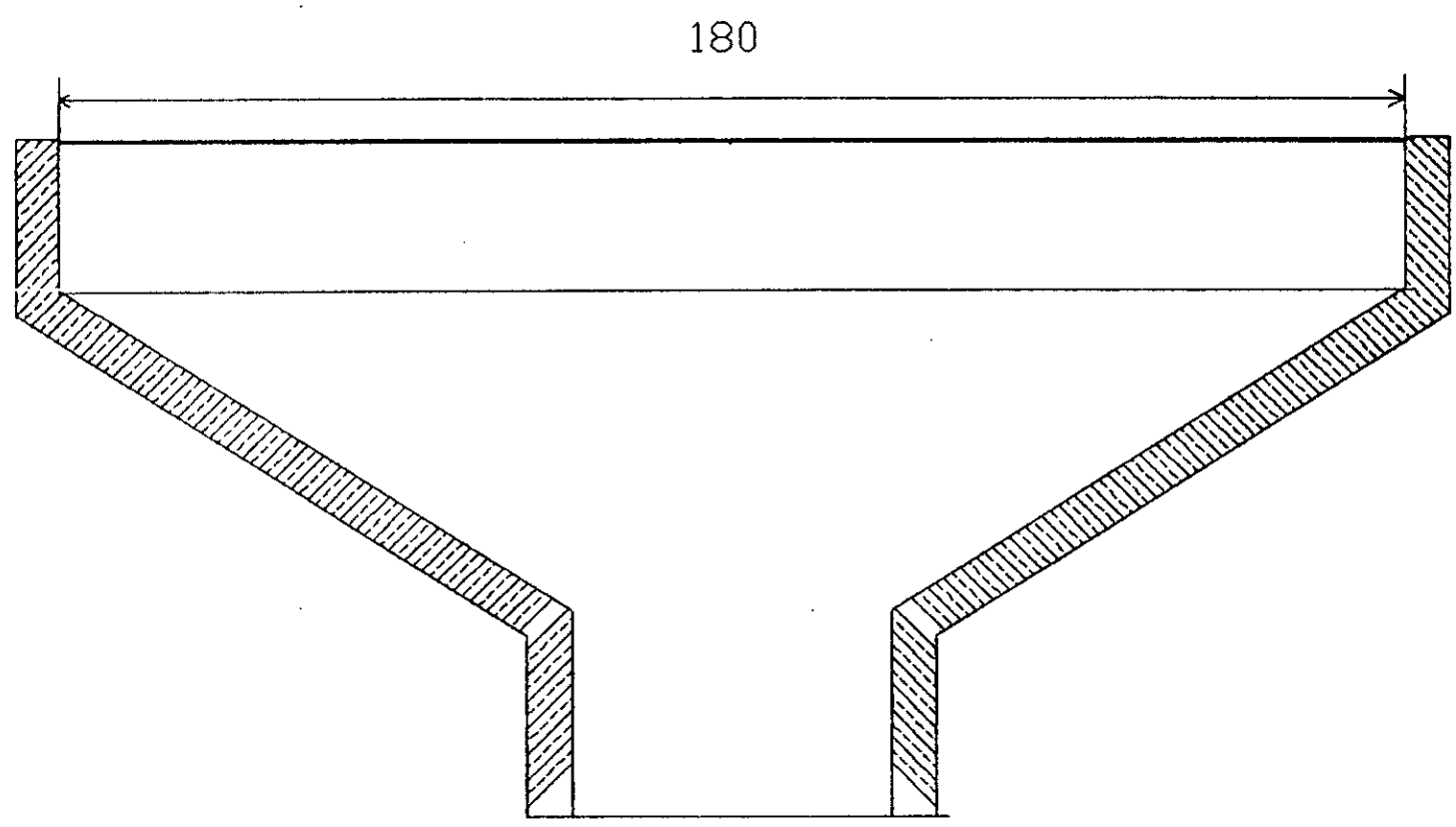
COUPE A-A

Figure 20 - Cylindre



(Echelle 1/10)

Figure 19 - Tube cylindrique



85

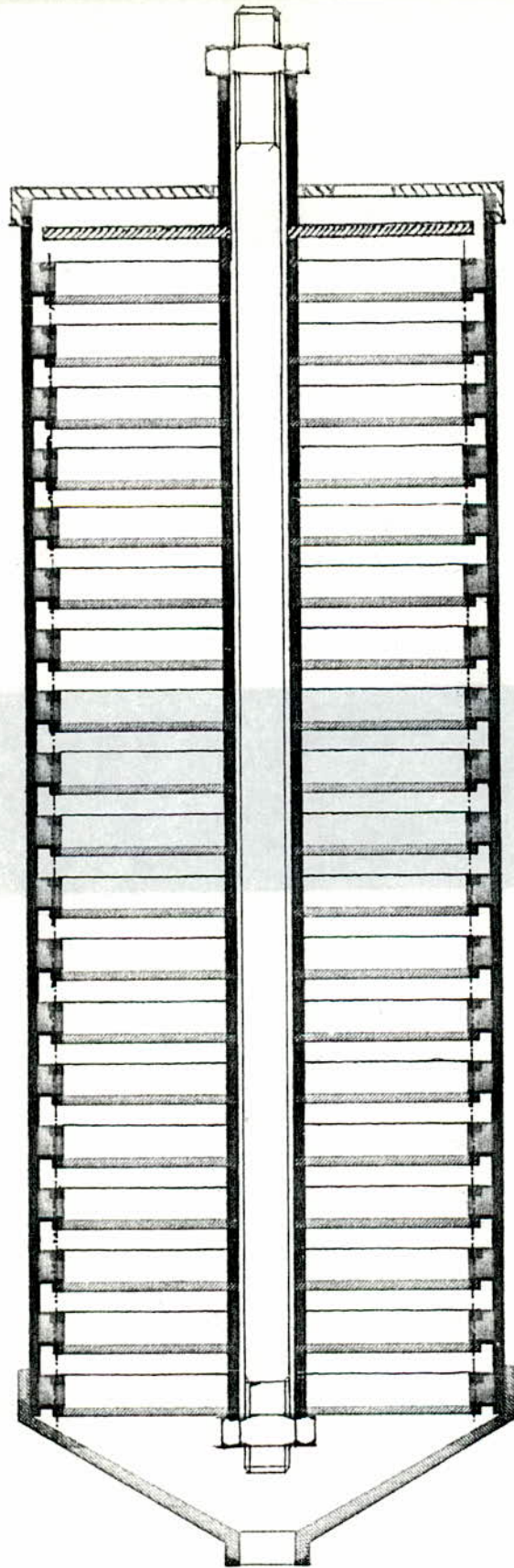


Figure 21 Schéma d'assemblage

87



CHAPITRE V REGENERATION DE L'HUILE USAGEE SUR LA COLONNE SEMI-PILOTE

V-1 ANALYSE PHYSICO-CHEMIQUE DE L'HUILE UTILISEE

Il s'agit d'un mélange d'huiles usagées à différents kilométrages. L'analyse physico-chimique a donné les résultats suivants:

Tableau 25 Caractéristiques physico-chimiques du mélange d'huiles usagées.

Caractéristique	HN SAE 20W-50	Mélange H.U
densité d_4^{20}	0,8624	0,8650
n_d^{20}	1,4862	1,4864
Viscosité à 40°C (est)	100,8	40,75
Viscosité à 100°C (est)	19,4	7,80
V.I	147,89	148,22
Viscosité Engler	17,17	15,34
Point d'aniline (°C)	106	98
Point d'écoulement (°C)	-22	-21
Résidu Conradson (% pds)	0,85	1,46
Teneur en eau (% V)	0	0
Couleur (% T)	98	6
Dilution	6	12

Commentaire

D'une manière générale, nous constatons une dégradation de toutes les caractéristiques physico-chimiques du mélange d'huiles usagées, et notamment le pourcentage de transmission qui est de l'ordre de 6% pour un rapport de dilution de 12 en utilisant l'hexane.

Par ailleurs, le test de la teneur en eau révèle un pourcentage nul dans le mélange d'huiles, ce qui renforce l'hypothèse du bon fonctionnement du moteur et de la bonne étanchéité du carter; pour ce qui est du point d'écoulement, nous remarquons une légère augmentation comparé à celui de l'huile neuve qui s'explique par le cracking des molécules à longues chaînes et une oxydation des additifs anticongéants.

V-2 ESSAI A VIDE

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

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

Tableau 26 Variation du débit avec le temps

Volume (cm ³)	TEMPS (s)	Débit moyen (cm ³ /s)
100	148	0,675
100	160	0,625
100	352	0,284
100	555	0,180
100	1251	0,080
100	3603	0,028
120	∞	0

En ce qui concerne la dernière fraction, nous l'avons laissée pendant un temps assez long pour permettre aux plateaux de s'égoutter, le débit correspondant tend alors vers zéro. Quant au temps nécessaire pour que l'huile arrive en bas de colonne, il est de 9 minutes.

La figure 22 représente la variation du débit moyen en fonction du temps.

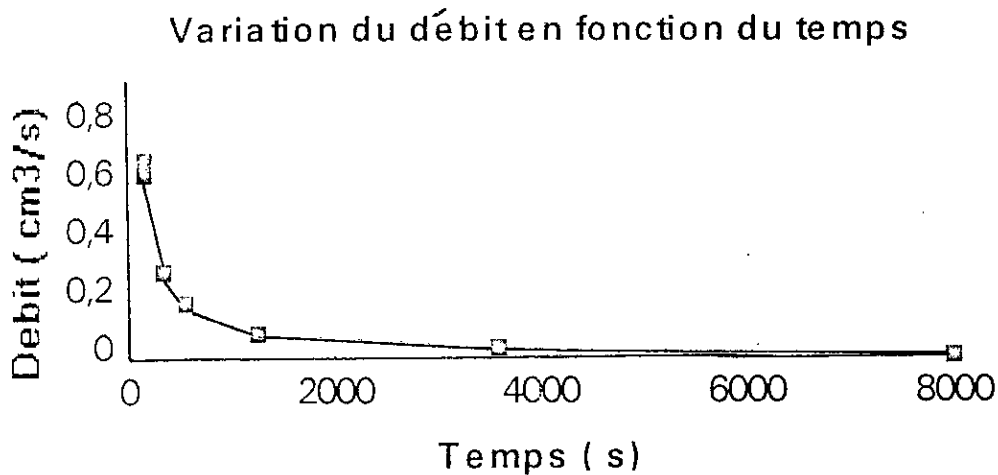


Figure 22 Variation du débit en fonction du temps

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

V-3 TEST DE PERCOLATION EN UTILISANT UN SEUL PLATEAU

V-3-1 premier essai

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

En ce qui concerne la charge en huile usagée, nous avons pris un échantillon de 300 cm³ et nous lui avons fait subir un chauffage à 150 °C pendant environ 10 minutes. Cette opération a été effectuée à température ambiante (23° C) et le temps nécessaire pour l'apparition des premières gouttes était de 13 minutes.

L'analyse de l'huile régénérée obtenue a donné les résultats suivants:

Tableau 27 Caractéristiques de l'huile régénérée sur 50 gr de bentonite HR-50 g

Caractéristique	HN SAE 20W-50	Mélange H.U	HR-50g
densité d	0,8624	0,8650	0,8669
n	1,4862	1,4864	1,4852
Viscosité à 40°C (cst)	100,8	40,75	32,1
Viscosité à 100°C (cst)	19,4	7,80	7,65
V.I	147,89	148,22	167,64
Viscosité Engler	17,17	15,34	12,67
Point d'aniline (°C)	106	98	90
Point d'écoulement (° C)	-22	-21	-22
Résidu Conradson (% pds)	0,85	1,46	1,28
Couleur (% T)	98	6	6
Dilution	6	12	12

Commentaire

Les résultats d'analyse de l'huile régénérée montrent que du point de vue décoloration de l'huile, aucune amélioration n'a été constatée puisque le pourcentage de transmission est resté le même que celui de l'huile usagée utilisée comme charge. Cette même remarque est valable pour le point d'écoulement et le point d'aniline. Néanmoins, le pourcentage du carbone Conradson a diminué, ce qui veut dire qu'il y a quand même une légère clarification, mais pas si importante pour être détectée par le test de couleur. Nous pouvons interpréter ces constatations par le fait que l'épaisseur du lit de bentonite était très faible, et par conséquent, le temps de contact huile-terre est aussi très court. Ce temps peut être calculé en retranchant le temps que met l'huile pour traverser les plateaux vides, déterminé à partir de l'essai à vide, du temps total mesuré jusqu'à l'apparition des premières gouttes.

Nous aurons alors $t = 13 - 9 = 4 \text{ mn}$

V-3-2 deuxième essai

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

bentonite. L'analyse physico-chimique de l'huile régénérée obtenue ainsi, a donné:

Tableau 28 Caractéristiques de l'huile régénérée sur 100 gr de bentonite

Caractéristique	HN SAE 20W-50	Mélange H.U	HR-50g	HR-100g
densité d_4^{20}	0,8624	0,8650	0,8649	0,8639
n_D^{20}	1,4862	1,4864	1,4852	1,486
Viscosité à 40°C (cst)	100,8	40,75	32,1	34,15
Viscosité à 100°C (cst)	19,4	7,80	7,65	7,70
V.I	147,89	148,22	167,64	163,71
Viscosité Engler	17,17	15,34	12,67	14,96
Point d'aniline (°C)	106	98	90	93
Point d'écoulement (° C)	-22	-21	-22	-21
Résidu Conradson (% pds)	0,85	1,46	1,28	1,23
Couleur (% T)	98	6	6	9
Dilution	6	12	12	12

Commentaire

Lors de cet essai, les premières gouttes ont été obtenues au bout de 11 minutes, ce qui montre que le contact huile-terre n'est plus que de 2 minutes; malgré cela, nous remarquons une amélioration des caractéristiques par rapport au mélange initial par le biais du test de couleur et celui du résidu Conradson.

En comparant les résultats d'analyse de HR-100g avec ceux de HR-50g, nous remarquons que plus la quantité d'adsorbant est plus grande, plus la qualité de l'huile régénérée est meilleure: ce qui est normal puisque l'épaisseur du lit que traverse l'huile est plus grande et donc la décoloration est meilleure.

V-4 TEST DE PERCOLATION EN PLACANT LA CHARGE SUR TOUS LES PLATEAUX

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

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

- nombre de plateaux: 18
- température: 23 °C (température ambiante)
- adsorbant: 50g de bentonite activée thermiquement sur chaque -plateau
- support: coton
- huile usagée: 3 l d'un mélange d'huiles déessencié et déshydraté

Tableau 29 Caractéristiques physico-chimiques de HR18

Caractéristique	HR-18	Mélange HU
Densité d_4^{20}	0,8634	0,8650
Indice de réfraction n_D^{20}	1,4856	1,4864
Viscosité à 40 °C (cst)	34,10	40,75
Viscosité à 100 °C (cst)	6,90	7,80
VI	153,45	148,22
Viscosité Engler	14,76	14,96
Point d'écoulement (°C)	-22	-21
Point d'aniline (°C)	94	98
Carbone Conradson (pds)	1,19	1,46
Couleur (%T)	24	6
Dilution	12	12

Commentaire et conclusion

Généralement, nous remarquons une amélioration de la plupart des caractéristiques physico-chimiques. L'amélioration de la variation de la viscosité en fonction de la température est caractérisée par l'augmentation de l'indice de viscosité qui passe de 148,22 à 153,45. D'autre part, l'augmentation du pourcentage de transmission confirme la diminution du carbone conradson et de la densité du fait de l'adsorption des contaminants lourds et colorés par la bentonite.

L'indice de viscosité de HR-100 est supérieur à celui de HR-18. Ceci confirme le fait que la viscosité à 40°C de la première est supérieure à celle de la deuxième du fait qu'elles ont la même viscosité à 40°C.

Le pourcentage de transmission de l'huile HR-18 est supérieur à celui de HR-100g à même dilution, cela s'explique par la purification que subit l'huile au niveau de chaque plateau. Néanmoins la variation du carbone Conradson n'est pas très importante, ceci peut être dû au fait que les composés colorés absorbés sont en grande partie des composés issus de l'oxydation des additifs.

CONCLUSION

CONCLUSION

Cette étude a été entreprise dans le but d'éviter l'utilisation d'une trop grande quantité d'acide qui conduit inéluctablement à la formation de boues acides extrêmement nocives à l'environnement. La percolation telle qu'étudiée dans ce mémoire conduit non pas à une huile régénérée proche d'une huile de base mais cependant à une huile que l'on pourrait valoriser comme combustible par ajouts dans du fuel. Ce travail pourrait contribuer à une économie d'énergie (huile utilisée comme combustible) et à la protection de l'environnement (rejets non polluants).

La concrétisation de cette recherche est passée par plusieurs étapes.

Notre choix s'est porté sur l'huile lubrifiante moteur catégorie SAE 20W50. La caractérisation physico-chimique a porté sur deux échantillons d'huile: une huile usagée vidangée à 1000Km et une huile neuve. L'analyse de cette dernière est nécessaire dans le but d'estimer le degré de détérioration de l'huile en service.

Les résultats obtenus révèlent une dégradation de la majorité des propriétés physico-chimiques, notamment en ce qui concerne la couleur qui passe de 98% pour l'huile neuve à 25% pour l'huile usagée, ainsi que le carbone Conradson qui augmente de 0,36% par rapport à celui de l'huile neuve. La comparaison des courbes caractérisant les variations de la viscosité de l'huile neuve ainsi que celle de l'huile usagée en fonction de la température montrent qu'il y a une perte de performance maximale à la température de 20 °C.

La partie suivante de notre étude à l'échelle laboratoire a porté sur le choix de l'adsorbant du fait qu'il existe une multitude de terres décolorantes susceptibles de purifier les huiles usagées. En se basant sur les résultats d'études antérieures effectuées dans le même contexte que le notre (14), nous avons choisi de travailler avec de la bentonite provenant du gisement de Mostaganem et nous lui avons fait subir un traitement thermique pour augmenter ses propriétés sorptionnelles. L'analyse des métaux des deux échantillons d'huile neuve et d'huile usagée montre que le nombre de métaux a augmenté, il apparaît le plomb résultant des additifs plombtétratétyl de l'essence, et le fer provenant de l'usure des différentes pièces du moteur.

Ensuite, nous sommes passés à l'étude de la percolation à l'échelle laboratoire où nous avons déterminé les conditions opératoires optimales de régénération des huiles usagées. Pour cela, nous avons effectué deux

séries de manipulations: la première a été consacrée à l'optimisation de la hauteur du lit. où nous avons trouvé après caractérisation des effluents obtenus que la purification est meilleure par une hauteur du lit d'adsorbant de 99cm, le résultat est surtout observé à partir des couleurs des premiers échantillons de chacune des manipulations (49% pour HR5, 36% pour HR4, 33% pour HR2). Néanmoins, le temps nécessaire à la percolation est élevé, de ce fait, une étude économique permettra de trouver un compromis entre les deux facteurs.

Comme pour la première série, la détermination des caractéristiques physico-chimiques des différents effluents montre que la percolation se fait mieux à température ambiante. Ceci est surtout valable en comparant les pourcentages de transmission des premiers échantillons de chacune des manipulations (36% pour HR4, 34% pour HR6, 32% pour HR7) ainsi que leur pourcentage en résidu Conradson (0,86 pour HR4, 0,98 pour HR6 et HR7).

Après avoir déterminé les paramètres de la percolation, nous sommes passés à une échelle plus grande où nous avons conçu et réalisé un appareil semi-pilote de régénération qui consiste en une colonne à plateaux. L'étude de la percolation sur cette colonne est nécessaire du fait que les conditions opératoires dans les quelles elle fonctionne diffèrent de celle rencontrées à l'échelle laboratoire et par conséquent une extrapolation des résultats ne peut avoir lieu . Pour cela nous avons effectué deux expériences : la première utilisant un seul plateau alors que la seconde consiste à charger les 18 plateaux.

La caractérisation des effluents révèle une amélioration qui reste médiocre par rapport à la taille de l'appareil.

En fin, pour la suite des études ,nous préconisons de:

- refaire l'étude des paramètres à l'échelle laboratoire en travaillant avec de la bentonite activée chimiquement , car ce genre de traitement augmente considérablement la capacité sorptionnelle de la bentonite (14).

- précéder la percolation par une ultrafiltration de l'huile usagée pour respecter les étapes du procédé IFP/Rhône -Poulenc .

- procéder à une filtration ordinaire de l'huile usagée sur du coton en utilisant un appareil annexe ou en mettant un lit de coton sur le plateau utilisé comme distributeur.

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

ANNEXE
NOMENCLATURE
BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE 1

L'expression de l'indice de viscosité est: $VI=100*(L-U)/D$

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

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

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

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

$$VI=((10^N-1)/0,00715)+100$$

où

$$N=(\log H-\log U)/ \log Y$$

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

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

ANNEXE 2

Lors de la détermination des densités des différentes fractions, les mesures ont été faites à température ambiante.

Pour ramener les valeurs à 20° C, valeurs des densités à partir desquelles les compositions de l'huile neuve et de l'huile usagée sont calculées, nous avons appliqué la corrélation suivante:

$$d_v^t = d_v^{20} \pm K * (t-20)$$

ou K est un coefficient dépendant de la densité du produit, selon le tableau suivant:

d	0.60-0.70	0.70-0.76	0.76-0.80	0.80-0.85	0.85-0.88	0.88-0.90
K	0.0009	0.00085	0.0008	0.00075	0.00065	0.00062

ANNEXE 3

L'effet de la température sur l'indice de réfraction est donné par:

$$n_d^{20} = n_d^T - a(20-T)$$

avec $a=0,0004$

ANNEXE 4

COMPOSITION DE L'HUILE NEUVE

La complexité des fractions pétrolières engendre une impossibilité de déterminer leur composition exacte. De ce fait, plusieurs corrélations ont été établies pour déterminer les pourcentages des carbones sous différentes formes présents dans la fraction en question. Parmi les méthodes les plus utilisées, on cite:

a- la méthode n.d.M:

Cette méthode est basée sur la connaissance de trois caractéristiques de l'huile; sa densité mesurée à 20 °C, son indice de réfraction et sa masse moléculaire moyenne.

les étapes de calcul sont récapitulées dans le tableau suivant:

$$V = 2,51*(n-1,4750)-9d-0,8510$$

$$W = (9d-0,8510)-1,11*(n-1,4750)$$

si $V > 0$	$\%CA = 430V + (3660/M)$ $RA = 0,44 + 0,055MV$
si $V < 0$	$\%CA = 670V + (3660/M)$ $RA = 0,44 + 0,08MV$
si $W > 0$	$\%CR = 820W - 3S + (10000/M)$ $RT = 1,33 + 0,146M(W - 0,005S)$
si $W < 0$	$\%CR = 1440W - 3S + (10600/M)$ $RT = 1,33 + 0,180M(W - 0,005S)$

$$\%CN = \%CR - \%CA$$

$$\%CP = 100 - \%CR$$

La masse moléculaire moyenne peut être calculée par la corrélation de Robert:

$$MM = 1705,45n + 792,93d + 4,553PA - 3287$$

b- la méthode n.d.PA

L'utilisation de cette méthode nécessite la connaissance de la densité, de l'indice de réfraction et du point d'aniline. Les équations sont alors:

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

$$\%CN = -1573,3n + 840,15d - 0,4619PA + 1662,2$$

$$\%CP = 100 - (\%CA - \%CN)$$

NOMENCLATURE

IFP: Institut Français du pétrole

BERC: Boutlesville Energy Research Center

PROP: Philips Petroleum Company

KTI: Kinetic technology Incorporation

HN ou HN 20W50: huile neuve categorie SAE 20W50

HU ou HU 1000Km: huile usagée vidangée a 1000Km

n : indice de réfraction à 20 °C

d : densité

VI: indice de viscosité

%T: pourcentage en transmission

%V: pourcentage volumique

%pds: pourcentage en poids

Vis: viscosité en centistocks

T: température

ASTM: American Society of Testing Materials

NF: normes françaises

HR1: huile régénérée sur 50g de bentonite naturelle

HR2: huile régénérée sur 50g de bentonite activée en utilisant le coton comme support (h=16cm)

HR3: huile régénérée utilisant le tissu comme support (h=16cm)

HR4: huile régénérée à T= température ambiante et h=37,5cm

HR5: huile régénérée à T=température ambiante et h=99cm

HR6: huile régénérée à T=40° C et h=37,5cm

HR7: huile régénérée à T= 60 °C et h=37,5cm

HR-50g: huile régénérée sur 50g de bentonite sur un plateau de l'appareil semi-pilote

HR-100g: huile régénérée sur 100g de bentonite sur un plateau

HR-18: huile régénérée sur les 18 plateaux.

BIBLIOGRAPHIE

- (1)- X
“ Les états généraux de la lubrification”
Symposium d'information scientifique technique et technologique.
Institut Royal Belge du pétrole. TomeII. (Nov 1993).
- (2)- F.AUDIBERT
“ Procédés de régénération des lubrifiants usagés”
Revue de l'IFP. (Nov, Dec 1978).
- (3)- X
“ Les lubrifiants”
Encyclopédie Larousse. Villeneuve St-Georges (1982).
- (4)- F.ROUX
“ Lubrifiants”
Technique de l'ingénieur, B 591. (1986).
- (5)- P.LEUS
“ Graissage et lubrifiants solides”
Product Development Manager, CCMPNV, Symposium
d'information
scientifique technique et technologique. Tome I. Louvain la Neuve
(Nov 1993).
- (6)- J.LEERS
“ La lubrification automatique contrôlée”
Project Manager, ANTWERP LION OIL WORKS, NV, Symposium
d'information scientifique technique et technologique. Tome II. Louvain-
la-Neuve. (Nov 1993).
- (7)- J.DHERS
“ Usure, avaries, corrosion”
Technique de vulgarisation. Paris (1978).

- (8)- M.MURAT
" Valorisation des déchets et des sous produits industriels"
Edition Masson. Paris (1981).
- (9)- X.
Centre professionnel des lubrifiants, Rueil-Malmaison, statistiques
1991 et 1992.
- (10)- A.SCHILLING
" Huiles pour moteurs et le graissage des moteurs"
Tomes I et II. Edition Technip. Paris (1976).
- (11)- J.BRIANT
" Propriétés rhéologiques des lubrifiants"
Edition Technip. Paris (1985).
- (12)- X.
"Additives for lubricants 1988-1998"
OCD OZIMEC Data Corporation. Volume I.
- (13)- X.
" Les lubrifiants moteurs: pertes par frottement et usure"
Edition Technip. Paris (1979)
- (14)- T.Guendouzi
" Contribution a étude de la régénération des huiles usagées
moteurs"
Thèse de Magister. ENP. (1991).
- (15)- R.BENAMOR
" Conception, dimensionnement et validation d'un procédé de
régénération des huiles usagées moteurs"
Thèse de DEA. Paris (1994).
- (16)- X.NORMAND
" Leçons sommaires sur l'industrie du raffinage du pétrole"
Edition Technip. Paris (1978).

- (17)- J.L.E.GROFF
" ABC du graissage"
Edition Technip. Paris (1968).
- (18)- C.E.CHITOUR
" Le raffinage du pétrole"
Tome I. Edition OPU. Alger (1983).
- (19)- P.WUITHIER
" Le pétrole: raffinage et génie chimique"
Tome I. Edition Technip. Paris (1972).
- (20)- X.
" Méthodes d'essais des produits pétroliers"
Edition AFNOR. Paris (1970).
- (21)- I.D.SEDLETSKY S.M>YUSSUPOVA
" Variations in parameters of montmorillonite as affected by
Petroleum"
Compt. Rend. Acad. Sci. URSS, 46,pp.30-47. (1943).
- (22)- M. SAINT YVES
" Régénération des huiles récupérées"
L'industrie française, achat et entretien. n290-10. (1970).