

Ministère aux Universités

École Nationale Polytechnique

Department de Genie Chimique

المكتبة الوطنية للتكنولوجيا
BIBLIOTHEQUE - المكننة
École Nationale Polytechnique

Thèse de Magister

par :

Mme GUENDOUZI Tounes
Ingenieur de L'E.N.P.

TITRE

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA REGENERATION DES HUILES USAGÉES MOTEUR

soutenue le 31 Décembre 1991 devant le Jury :

PRESIDENT :	Mr R. BELABBES	Professeur
RAPPORTEURS :	Mr S.E. CHITOUR	Professeur
	M ^{me} F. MOHELLEBI	Chargé de Cours
EXAMINATEURS :	Mr K. KERBACHI	Professeur
	Mr N. YOUNSI	Chargé de Cours
INVITÉ :	Mr MESBAHI	Chercheur au CERHYD.

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère aux Universités

Ecole Nationale Polytechnique

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Departement de Genie Chimique

Thèse de Magister

par :

Mme GUENDOUZI Tounes
Ingenieur de L'E.N.P.

TITRE

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA REGENERATION DES HUILES USAGÉES MOTEUR

soutenue le 31 Décembre 1991 devant le Jury :

PRESIDENT : M. R. BELABBES

Professeur

RAPPORTEURS : M. S.E. CHITOUR

Professeur

Mme F. MOHELLEBI

Chargé de Cours

EXAMINATEURS: M. K. KERBACHI

Professeur

M. N. YOUNSI

Chargé de Cours

INVITÉ :

M. MESBAHI

Chercheur au CERHYD.



DEDICACES

- A mes Parents.
- A mon mari.
- A mes enfants: Lynda, Bachir et Hamza.
- A la mémoire de mon jeune frère Youcef.

A tous ceux qui me sont chers.

T. GUENDOUZI

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de valorisation des énergies fossiles du département de génie chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

Je tiens à exprimer mes remerciements et ma reconnaissance à Monsieur S.E.CHITOUR, Professeur, et à Madame F.MOHELLEBI, Chargé de Cours, qui ont dirigé cette étude en me faisant bénéficier de leur expérience et de leur compétence.

A Monsieur R.BELABBES, Professeur, j'exprime ma profonde gratitude pour l'honneur qu'il nous fait en acceptant de présider le Jury de cette thèse.

J'exprime mes remerciements à:

Monsieur KERBACHI, Professeur,
Monsieur YOUNSI, Chargé de Cours,
Monsieur MESBAHI, Chercheur au CERHYD,

d'avoir accepté de faire partie du Jury.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur O.MHENI, Responsable au CERHYD et toute son équipe pour leur collaboration et pour les moyens de travail qu'ils ont mis à ma disposition

Je ne saurais terminer sans trop remercier mon mari pour l'aide qu'il m'a prodiguée lors de la mise en forme de ce polycopié.

Enfin, que tous ceux qui m'ont aidé et soutenu trouvent ici un témoignage de ma reconnaissance.

MINISTERE AUX UNIVERSITES
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

Laboratoire de valorisation des Energies Fossiles

TITRE

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA REGENERATION
DES HUILES USAGEES MOTEUR

Proposé par : Mr S.E. CHITOUR Professeur
Etudié par : Mme GUENDOUZI Tounès Ingénieur

ملخص

في إطار اعادة استعمال زيت المحرك المستعملة، هذا البحث يقترح مساهمة لدراسة احد الطرق المستعملة في اعادة تكرير زيوت المحركاته الا وهي طريقة (حمض - ترسة) .
للمشروع في هذا العمل ، استعدينا العوامل النهاية للزيوت (الكثافة ، اللزوجة ، الخ) .
عدة طرق مختلفة استعملت للتحليل (كروماتوغرافيا غازية ، تحت الأحمر ، مضمون المعادن) لتمييز الزيت المستعملة .
ولهذا استعملنا عدة وسائل منها : تمرير اول على التربة ، استخراج الماء والهيدروكربونات الخفيفة ، تأخير بالحامض ، تعادل واخيرا تمرير ثاني على التربة .
وبهذا استطعنا الحصول على العوامل الضاهة لأحسن شروط نزع الطون من الزيت المفحوصة .
عدة تحاليل أجريت بعد كل فحص للزيت لهدف معاينة تغير الخصائص الفيزيائية والكيميائية .
وفي الاخير خضعت هذه الزيت الى عملية التقطر الفراغي ، وبتحليل الأقسام الناهجة عن هذه العملية حاولنا تصنيف الأقسام المستخرجة بالنسبة الى أقسام بترولية معروفة .

RESUME :

Dans le cadre de la récupération des huiles moteur usagées, ce travail contribue à l'étude d'un des procédés de régénération qui est le procédé acide-terre.

Pour ce faire, nous avons fait appel aux caractéristiques les plus importantes des lubrifiants (densité, viscosité, ect).

Différentes méthodes d'analyse ont été utilisées (C.P.G., I.R., torche à plasma) pour caractériser l'huile usagée.

Nous avons fait subir à l'huile usée les différentes étapes de traitement à savoir: un premier passage à la terre, le dé-essencement et la deshydratation, l'attaque acide, la neutralisation et un deuxième passage à la terre, afin de déterminer les paramètres optimal régissant les meilleures conditions de régénération de l'huile usagée.

Diverses analyses ont été effectuées après chaque traitement de l'huile dans le but de suivre l'évolution de ses propriétés physiques et chimiques.

Pour parfaire la purification de l'huile, nous lui avons fait subir une distillation sous vide.

L'analyse des fractions issues de cette dernière a permis de les situer du point de vue des caractéristiques par rapport à des coupes pétrolières (essence, Gas-oil, fuel).

Enfin une proposition de réutilisation de l'huile régénérée à pu être faite.

ABSTRACT:

This work is the study of the processes of regeneration of used oils engine wich is commonly called acid-clay.

For this prupose, the used oil is puted through different treatments: The first passing up on the bentonite, deshydratation and elimination of light hydrocarbon, acid attak, neutralization and the second passing up on the bentonite, in order to determine the optimum parameters governing the conditions of discoloration of oil treated this way.

Differents analysis of oil so as to follow the evolution of its physical and chemical characteristics.

Finally, the treated oil is subjected to a vacum distillation, and the analysis of the fractions originating from the latter has permitted to situate them relatively to the petroleum fractions, in order to optimize their utilisation.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION:

PARTIE THEORIQUE

CHAP I: LES LUBRIFIANTS:

I.1. DEFINITION	9
I.2. ORIGINE DES HUILES LUBRIFIANTES.....	9
I.2.1. HUILE ANIMALE ET VEGETALE.	9
I.2.2. HUILE DE SYNTHESE.....	9
I.2.3. HUILE MINERALE.....	9
I.3. CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS.....	9
I.3.1. LES LUBRIFIANTS GAZEUX.....	9
I.3.2. LES LUBRIFIANTS LIQUIDES.....	10
I.3.3. LES LUBRIFIANTS SEMI- SOLIDES (PLASTIQUES)	
I.3.4. LES LUBRIFIANTS SOLIDES.....	10
I.4. CARACTERISTIQUES DU LUBRIFIANT.....	10
I.4.1. CARACTERISTIQUES D'IDENTIFICATION.....	10
I.4.2. CARACTERISTIQUES RHEOLOGIQUES.....	10
I.5. COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES LUBRIFIANTES	
MOTEUR.....	15
I.5.1. LES HUILES DE BASE.....	15
I.5.2. LES DIFFERENTES TENDANCES DES HUILES.....	16
I.5.2.1. LA TENDANCE PARAFFINIQUE.....	16
I.5.2.2. LA TENDANCE NAPHTENIQUE	16
I.5.2.3. LA TENDANCE AROMATIQUE.....	17
I.5.3. LES ADDITIFS (DOPES).....	17
I.5.3.1. LES DIFFERENTS TYPES D'ADDITIFS.....	17
I.5.3.2. ROLE DES ADDITIFS.....	19
I.6. ROLE DU LUBRIFIANT.....	20

CHAP II: LES HUILES USAGEES:

- II.1. CARACTERISTIQUES DES HUILES USAGEES..... 21
- II.2. LES CONTAMINANTS DES HUILES USAGEES..... 22
- II.3. L'ALTERATION EN LABORATOIRE..... 22
- II.4. LES ESSAIS SUR MOTEUR..... 23

CHAP III: REGENERATION DES HUILES USAGEES:

- III.1. LE PROCESSUS DE REGENERATION..... 24
- III.2. LES DIFFERENTS ADSORBANTS UTILISES..... 25
 - III.2.1. GENERALITES SUR LES TERRES DECOLORANTES
 - III.2.2. STRUCTURE DE LA BENTONITE..... 26
- III.3. LES PROCEDES DE LA REGENERATION..... 26
 - III.3.1. LE PROCEDE ACIDE-TERRE..... 26
 - III.3.2. LE PROCEDE MATTHYS-GARAP..... 27
 - III.3.3. LE PROCEDE I.F.P..... 28
 - III.3.4. LE PROCEDE B.E.R.C..... 29
 - III.3.5. LE PROCEDE P.R.O.P..... 30
 - III.3.6. LE PROCEDE K.T.I..... 31
 - III.3.7. LE PROCEDE PAR PERCOLATION..... 32
- III.4. PROBLEMES POSES PAR LA REGENERATION DES HUILES USAGEES.
 - III.4.1. PROBLEME DE LA COLLECTE..... 32
 - III.4.1.1. LEGISLATION EXISTANTE..... 32
 - III.4.1.2. ORGANISATION DE LA COLLECTE..... 33
 - III.4.2. PROBLEME DE L'ELIMINATION DES DECHETS... 34
 - III.4.3. POLLUTION DE L'ENVIRONNEMENT..... 34
 - III.4.4. INTERET SOCIO-ECONOMIQUE DE LA REGENERATION
DES HUILES USEES..... 35
 - III.4.5. CONCLUSION..... 35

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAP I: HUILE NEUVE (SAE 20 W 50).

I.1. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE.....	37
I.2. VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE NEUVE AVEC LA..... TEMPERATURE	40
I.3. ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS L'HUILE NEUVE.....	40
I.4. ANALYSE DE L'HUILE NEUVE PAR SPECTROMETRIE..... INFRA-ROUGE.....	42
I.5. CARACTERISATION PAR DIVERSES METHODES DES PRODUITS HYDROCARBONES ET AUTRES CONTENUS DANS L'HUILE NEUVE....	43
I.5.1. DISTILLATION FRACTIONNEE ATMOSPHERIQUE.....	43
I.5.2. DISTILLATION SOUS VIDE.....	52

**CHAP II: HUILE USAGEE (SAE 20 W 50) VIDANGEE APRES 5000 KM DE
 FONCTIONNEMENT.**

II.1. CARACTERISTIQUES DU MOTEUR.....	60
II.2. CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE..... USAGEE A L'ETAT BRUT.....	60
II.2.1. ASPECT EXTERIEUR.....	60
II.2.2. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE USAGEE ET DE L'HUILE NEUVE.....	60
II.3. ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS L'HUILE USAGEE ET.... L'HUILE NEUVE.....	64
II.4. VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE AVEC LA..... TEMPERATURE.....	65
II.5. ANALYSE PAR SPECTROMETRIE INFRA-ROUGE.....	66
II.6. CARACTERISATION PAR DIVERSES METHODES DES PRODUITS.... HYDROCARBONES ET AUTRES CONTENUS DANS L'HUILE USAGEE..	69
II.6.1. DISTILLATION FRACTIONNEE ATMOSPHERIQUE.....	69
II.6.2. DISTILLATION SOUS VIDE.....	74
II.6.3. ANALYSE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE..... DES FRACTIONS ISSUES DE LA DISTILLATION..... FRACTIONNEE ATMOSPHERIQUE DE L'HUILE USEE.....	81

**CHAP III: REGENERATION ET VALORISATION DE L'HUILE USAGEE
 (SAE 20 W 50) TYPE MOTEUR VIDANGEE APRES 5000 KM
 DE FONCTIONNEMENT PAR LE PROCEDE ACIDE-TERRE.**

III.1. IMPACT DE L'ADDITION DE L'HUILE USAGEE (SAE 20 W 50)
 SUR LES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CIMIQUES
 PRINCIPALES D'UN GAS-OIL ET D'UNE HUILE NEUVE
 (SAE 20 W 50)..... 86

III.2. PROCESSUS DE REGENERATION DE L'HUILE USAGEE TYPE
 MOTEUR PAR LE PROCEDE ACIDE-TERRE..... 88

 III.2.1. PREMIER PASSAGE A LA TERRE..... 88

 III.2.2. DE-ESSENCIEMENT ET DESHYDRATATION DE
 L'HUILE USAGEE (SAE 20 W 50)..... 91

 III.2.3. LE TRAITEMENT ACIDE DE L'HUILE.....
 USAGEE..... 93

 III.2.4. LA NEUTRALISATION DE L'HUILE USAGEE..... 99

 III.2.5. DEUXIEME PASSAGE A LA TERRE OU.....
 TRAITEMENT DE FINITION..... 101

 III.2.5.1. ACTIVATION DE LA BENTONITE..... 101

 III.2.5.2. DECOLORATION DE L'HUILE NEUTRALISEE
 (SAE 20 W 50) PAR LA BENTONITE ACTIVEE

 III.2.6. DISTILLATION SOUS VIDE DE L'HUILE
 REGENEREES..... 110

III.3. VALORISATION DE L'HUILE REGENEREES
 (SAE 20 W 50)..... 119

* CONCLUSION..... 122

* ABREVIATIONS..... 124

* ANNEXES..... 125

* BIBLIOGRAPHIE..... 155

INTRODUCTION

INTRODUCTION

L'industrie de régénération des huiles usées, huiles moteur en particulier, est une industrie relativement ancienne. Elle s'est développée en Europe surtout après la deuxième guerre mondiale(1).

L'intérêt pour la régénération de ces huiles usées entraînant réduction des dépenses et la pollution de l'environnement s'est manifesté de longue date (En 1975, plus de 100.000 tonnes d'huiles usagées ont contribué à la détérioration de la qualité des eaux).

L'élimination des huiles usées pose un problème d'ordre pratique d'une très grande importance, elle peut se concevoir selon deux grands moyens:

- La réutilisation, dans laquelle il y a lieu de distinguer entre le recyclage de l'huile usée (obtention d'huile de base) et son utilisation en tant que combustible.
- La destruction, où l'incinération et la décharge constituent les moyens. Cependant, le contrôle et la protection de l'environnement, ainsi que la notion de conservation des ressources ont fait que la législation dans de nombreux pays (notamment en Europe et aux U.S.A.) a conduit au principe de la réutilisation des huiles usées (1).

Il est aujourd'hui bien connu que de nombreuses industries, le réseau de stations services, un grand nombre d'automobilistes rejettent dans la nature d'importante quantité d'huiles lubrifiantes usagées. Ces rejets ont représenté quelques 140.000 tonnes en 1989 (en Algérie), or ils sont:

- Une source de pollution dangereuse pour la santé puisque l'huile rejetée nuit à l'oxygénation du sol et des eaux.
- Une source à exploiter: une tonne d'huile usagée régénérée permet théoriquement d'obtenir 0,70 tonnes d 'huile de base.
- Un moyen d'économiser des devises: reraffinée, l'huile permet de réduire les importations d'huile de base, exportée, elle permet une rentrée de devises (2).

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

Ces différents contaminants sont:

- .Soit produits au cours du fonctionnement normal du moteur (carburation, usure, oxydation, corrosion, dégradation thermique).
- .Soit introduit au cours de la collecte (solvants, corps gras, etc ...)

La récupération de l'huile usagée a l'avantage de diminuer une forme de pollution et de constituer un produit en partie réutilisable. Ainsi la situation actuelle caractérisée par le coût élevé des matières premières est en faveur de la collecte des huiles usagées polluantes à plusieurs égards (3):

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

Le reraffinage consiste à éliminer tous les contaminants de l'huile usagée et à lui redonner ses spécifications d'origine.

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

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 dans 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 impuretés. Nous citons (4):

- Le procédé acide (acide sulfurique à 98 %)
- Le Procédé phillips,.....sels d'ammonium, (phosphates ou sulfates).
- Le procédé I.F.P. (solvant , propane)
- Le procédé B.E.R.C. (solvant, alcool+acétone)
- Le Procédé K.T.I. (évaporateur)

La régénération des huiles usées est un problème qui doit être traité en relation avec les besoins, les ressources et les capacités d'un pays, en fait, c'est un compromis entre la protection de l'environnement, l'économie et la technique, qui décide le choix du procédé de régénération .

Le développement industriel dans notre pays 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 des méthodes de régénérations de cette huile usagée moteur.

Plusieurs traitements ont été réalisés pour aboutir à des analyses qui nous ont permis d'évaluer la performance atteinte.

Le procédé acide-terre a été choisi en égard aux moyens dont nous disposons.

PARTIE THEORIQUE

I. LES LUBRIFIANTS

I.1. DEFINITION:

Un lubrifiant est une substance onctueuse, généralement d'origine pétrolière, utilisé pour réduire ou éliminer la friction entre deux surfaces mobiles en les rendant glissantes (5).

I.2. ORIGINE DES HUILES LUBRIFIANTES (6):

I.2.1. HUILE ANIMALE ET VEGETALE:

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

- Les huiles animales proviennent surtout de la faune marine comme huile de poissons, de phoque, de foie de morue, ect..
- Les huiles végétales telles que: l'huile d'olive, de maïs, de lin, de ricin, d'arachides, ect...

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

I.2.2. HUILE DE SYNTHESE:

Elles sont obtenues par synthèse organique à partir des composés organiques, on peut citer: les esters, les silicones, les polyglycols, ect...

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

I.2.3. HUILE MINERALE:

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

Ils sont très divers et en général spécialement formulés par mélange pour répondre aux besoins de toutes sortes de machines et de toutes sortes de conditions opératoires (température, sollicitation mécanique, vitesse de rotation, métaux de construction, ect...)(7).

I.3. CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS:

Parmi les huiles lubrifiantes, on distingue: les lubrifiants gazeux, liquides, semi-solides (ou plastiques) et solides (8).

I.3.1. LES LUBRIFIANTS GAZEUX:

Ils sont utilisés dans les mécanismes peu chargés, tournant à très grande vitesse, telles que les ultracentrifugeuses, rectifieuses à grande vitesse ect...

Avec les gaz, le coefficient de frottement est extrêmement faible, par exemple, l'air est le lubrifiant idéal dans les machines industrielles alimentaires, où toute contamination doit être évitée.

I.3.2. LES LUBRIFIANTS LIQUIDES:

Parmi les lubrifiants liquides, les huiles minérales d'origine pétrolière (auxquelles on ajoute des additifs pour qu'elles puissent remplir leur fonction désirée) sont les plus utilisées.

Leur utilisation est plus fréquente dans des mécanismes chargés tels que les glissières de machine, les moteurs alternatifs, etc...

Nous pouvons citer aussi comme lubrifiants liquides; les huiles d'origine animale et végétale, les huiles synthétiques (8).

I.3.3. LES LUBRIFIANTS SEMI-SOLIDES (ou plastiques):

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

Les plastiques sont utilisés essentiellement dans le garnissage ainsi que dans les mécanismes tels que roulements, joints, ect.. qui équipent les matériaux agricoles, ferroviaires, pour lesquels le problème de la rétention du lubrifiant se pose.

I.3.4. LES LUBRIFIANTS SOLIDES:

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

Parmi les lubrifiants solides, on peut citer le graphite, le talc, le bisulfure de molybdène, ect...

I.4. CARACTERISTIQUES DU LUBRIFIANT (8):

Les caractéristiques imposées aux lubrifiants en cours de fonctionnement correspondent aux propriétés physiques et chimiques qu'ils doivent vérifier pour donner satisfaction.

I.4.1. CARACTERISTIQUES D'IDENTIFICATION:

Elles correspondent à l'ensemble des propriétés mesurables ou repérables (densité, couleur, ect..) grâce aux quelles le produit est considéré comme identique à un échantillon témoin.

I.4.2. CARACTERISTIQUES RHEOLOGIQUES (9):

I.4.2.1. La viscosité: (Norme: ASTM D 445):

La viscosité est le pouvoir caractéristique des fluides de résister au déplacement d'une partie de ce fluide par rapport à l'autre.

Elle s'exprime par la relation suivante:

$$Cst = Ct - \frac{B}{t} \quad (1)$$

Cst: Viscosité en centistokes.

C : Constante du viscosimètre.

t : Durée de l'écoulement en secondes.

B : Coefficient du viscosimètre.

I.4.2.2. Indice de viscosité: (Norme: ASTM D 2270)(10):

L'indice de viscosité (VI) est une caractéristique donnant la variation de viscosité d'une huile en fonction de la température.

Une huile est d'autant meilleure, que sa variation de viscosité en fonction de la température est faible, (huiles moteur).

Pour déterminer l'indice de viscosité (VI), on a choisi, deux familles d'huiles de référence.

1. Des huiles de série L (Californiennes) naphéniques qui ont une importante variation de viscosité en fonction de la température (VI = 0).

2. Des huiles de série H (Pennsylvaniennes) à nature nettement paraffiniques qui ont une faible variation de viscosité en fonction de la température (VI = 100).

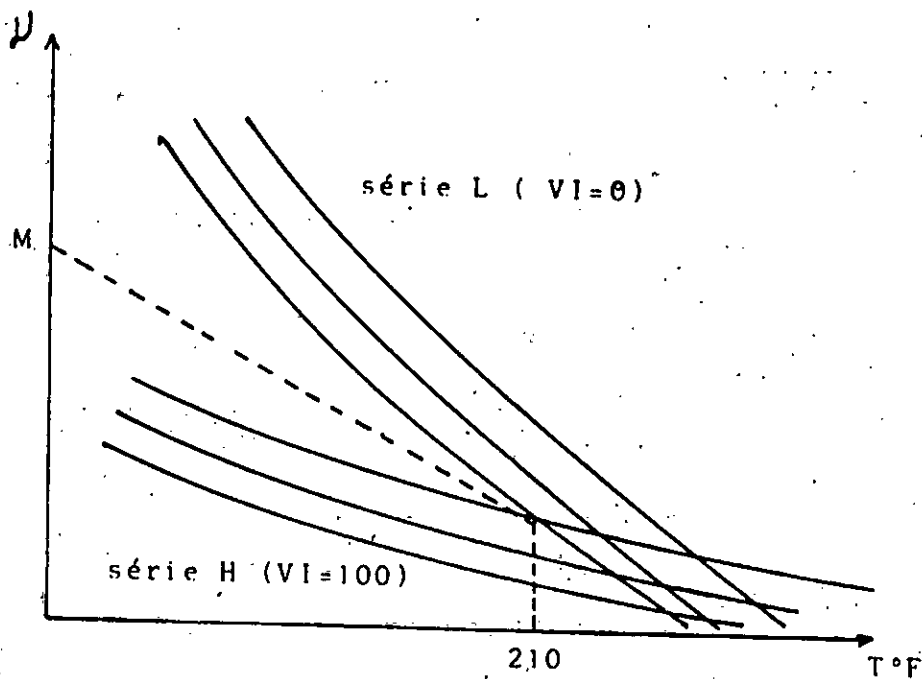


FIG 1: Variation de la viscosité des huiles avec la température.

Un point de congélation bas dénote une nature de tendance aromatique, un point de congélation élevé (supérieur à 70-75°C) est relatif à des fractions riches en paraffines.

I.4.2.4. Le point éclair (Norme: ASTM D 92) (11):

C'est la température à laquelle explose un mélange d'air et de vapeurs d'hydrocarbures, réalisé dans des conditions bien définies, sous l'action d'une flamme de dimensions déterminées.

L'extinction de la flamme formant veilleuse traduit l'explosion du mélange précité.

I.4.2.5. Le carbone conradson (Norme: ASTM D 189)(11):

C'est le résidu résultant du traitement thermique d'un produit du pétrole dans des conditions normalisées.

La détermination du résidu de carbone conradson s'effectue sur les produits non volatils qui sont évaporés et pyrolysés dans un creuset, puis les vapeurs sont enflammées.

Lorsque la combustion cesse, on calcine au rouge le résidu du creuset. Après refroidissement et dessiccation l'augmentation de masse du creuset représente le "résidu conradson".

I.4.2.6. T.A.N. (Norme: ASTM D 664):

C'est la quantité de base exprimée en mg de potasse nécessaire pour neutraliser les acides forts présents dans 1 g de la matière à analyser (11).

I.4.2.7. T.B.N. (Norme: ASTM D 2896):

C'est la quantité d'acide exprimée en mg de potasse nécessaire pour neutraliser les constituants à caractère basique fort présents dans 1 g de la matière à analyser (11).

I.4.2.8. Le point d'aniline (Norme: NF 07-021):

Le point d'aniline est la température la plus basse pour laquelle dans le mélange à volumes égaux de produits à essayer et d'aniline se manifeste la miscibilité des deux composants.

Lorsqu'on chauffe lentement un tel mélange, le point d'aniline est caractérisé par l'apparition d'un trouble dans le mélange chauffé.

Cette température est d'autant plus élevée que la teneur en carbones aromatiques du point à essayer est plus faible.

I.4.2.9. Schémas de représentation d'évolution de certaines propriétés pour les différentes familles d'hydrocarbures(12):

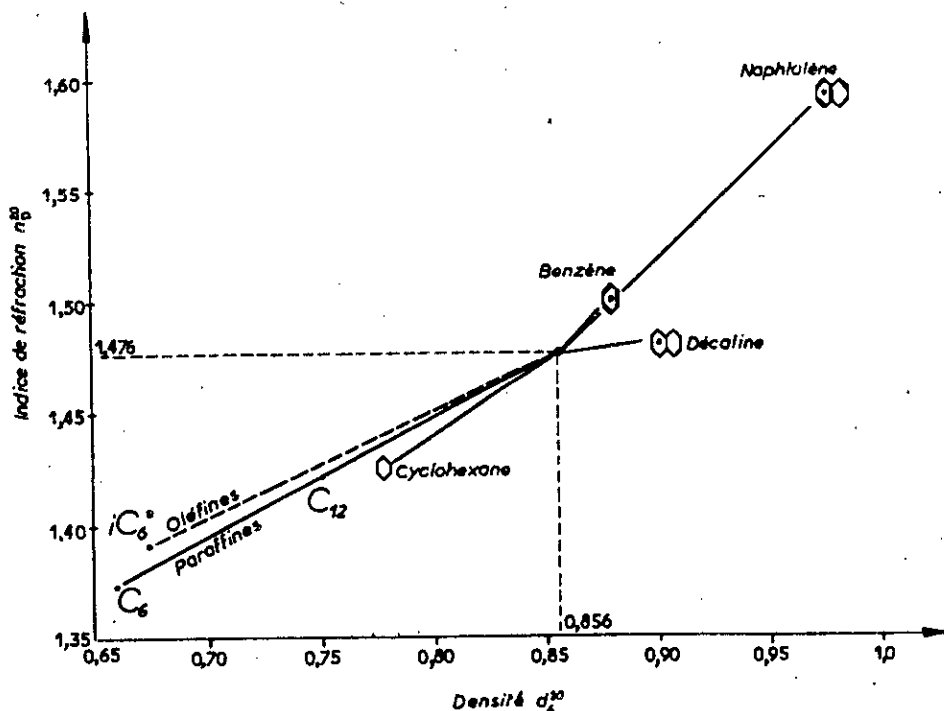


Fig 3: Classification des hydrocarbures dans le système densité-indice de réfraction.

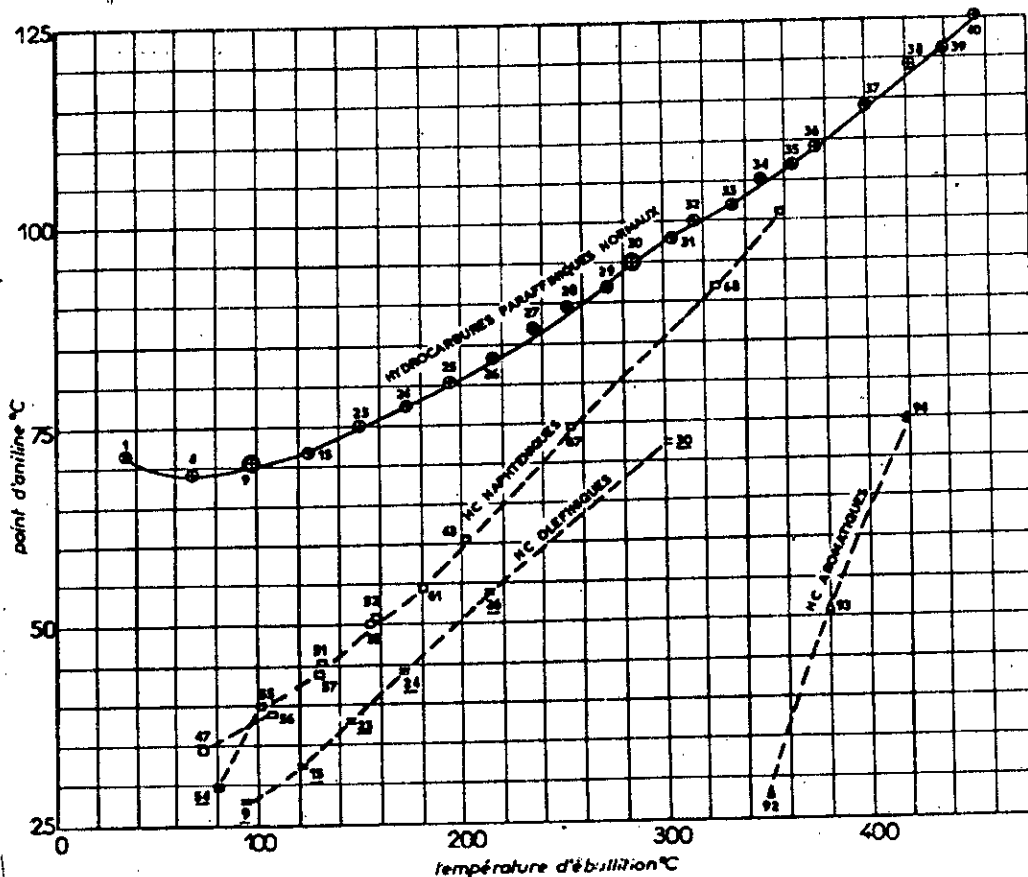


Fig 4: Courbes des points d'aniline des familles chimiques d'hydrocarbures.

1.5. COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES LUBRIFIANTES MOTEUR (6):

La composition d'une huile moteur est fonction des exigences de telle ou telle spécification que l'on veut satisfaire et dans les meilleures conditions de prix.

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

Les huiles pour moteur sont composées:

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

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

a) En fonction de la viscosité de l'huile finie à obtenir .

Le choix convenable des huiles de base permet d'obtenir des huiles finies à tendance paraffinique, naphthénique ou mixte. Ce choix de nature chimique prépondérante dépend des applications.

b) En fonction des additifs utilisés:

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

1.5.1. LES HUILES DE BASE (13):

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

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

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

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

- Traitement à l'acide sulfurique.
- Traitement aux solvants.
- Traitement de déparaffinage.
- Traitement de neutralisation et de décoloration.
- Nouveaux traitements mis au point: Hydrogénation et procédé par diffusion thermique.

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

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

1.5.2. LES DIFFERENTES TENDANCES DES HUILES (14):

La distribution relative des composés paraffiniques, naphténiques, aromatiques a une grande importance sur les propriétés lubrifiantes d'une huile.

En effet, les paraffiniques ont un point d'écoulement plus élevé, mais un indice de viscosité plus faible que les autres types. Les aromatiques résistent mieux à l'oxydation mais ont une viscosité qui varie très vite avec la température. Les naphténiques quant à eux, se caractérisent par un point d'écoulement bas.

En pratique, les huiles de pétroles contiennent les trois constituants:

1.5.2.1. LA tendance paraffinique:

Elle est représentée par les hydrocarbures saturés non cycliques à chaîne droite. Dans les fractions lubrifiantes, les paraffines ramifiées sont présentées en quantités appréciables.

Par déparaffinage, on procède au retrait des paraffines à chaîne droite de poids moléculaire élevé, la présence de ces dernières provoquent en fait l'augmentation de la température de congélation, elles sont facilement cristallisables.

Cette famille des huiles à tendance paraffinique est caractérisée par:

- Une variation relativement faible de la viscosité en fonction de la température.
- Une faible volatilité pour une viscosité donnée.
- Une faible densité (0,880 - 0,890) pour une viscosité donnée.
- Un faible pouvoir solvant caractérisé par un point d'aniline relativement élevé (80 à 85 °C).

En pratique, cela se traduit par une tendance prononcée à la précipitation des produits d'altération des huiles.

L'intervalle de température de distillation de l'huile de viscosité déterminée est d'autant plus élevée que l'huile est plus paraffinique.

1.5.2.2. LA tendance naphténique:

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

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

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

1.5.2.3. La tendance aromatique:

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

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

1.5.3. LES ADDITIFS OU (DOPERS) (8):

L'amélioration des caractéristiques des huiles de base, afin de leur conférer de nouvelles propriétés, est à la base de la création des additifs ou dopes.

Les additifs sont des produits complexes.

Il ne suffit pas d'ajouter une certaine quantité de n'importe quel additif dans n'importe quelle huile de base pour obtenir une meilleure huile. En effet, la réaction d'un additif dépend d'une part de la composition chimique de cet additif, d'autre part de la quantité qui est utilisée, du type du degré de raffinage et la nature chimique prépondérante de l'huile de base.

Il faut noter que les additifs ne sont pas des correctifs de défauts des huiles de base, mais des produits réellement nouveaux et indispensables qui sont introduits dans les huiles de qualité.

1.5.3.1. Les différents types d'additifs (6):

Plusieurs types d'additifs sont présents dans l'huile .

Les plus importants sont:

- Les additifs de lubrification.
- Les détergents-dispersifs.
- Les anti-oxydants et les anti-corrosifs.
- Les améliorants de l'indice de viscosité.
- Les améliorants du point de congélation .
- Les additifs anti-mousse.
- Les additifs anti-usure et anti-grippage.

a) Les additifs de lubrification:

Suivant l'utilisation du lubrifiant, il sera fait appel à différents types d'additifs.

- Les lubrifiants solides, graphite, bisulfure de molybdène, ect..., sont employés dans les cas difficiles de lubrification.
- Les coprs gras et leurs dérivés sont, en général, d'excellents agents d'onctuosité.

Tous ces produits sont destinés à:

- Améliorer les caractéristiques.
- Conférer des propriétés nouvelles.
- Réhausser des propriétés potentielles.

Mais les principales améliorations sont portées sur les propriétés physiques qui sont:

- La viscosité.
- L'indice de viscosité.
- Le point de congélation.

b) Les détergents- dispersifs:

Ce type d'additif est systématiquement utilisé dans les huiles pour moteurs et permet de minimiser les conséquences de la pollution par les produits de la combustion et de l'oxydation du lubrifiant. Leur action est nécessaire aussi bien dans les parties chaudes du moteur, pour éviter le gommage et la segmentation, que dans les parties froides pour empêcher des dépôts de boues.

c) Les anti-oxydants et les anti-corrosifs:

Les conséquences de l'oxydation du lubrifiant sont devenues plus aiguës avec la mise en service des moteurs ayant des pièces portées à des températures de plus en plus élevées.

Des inhibiteurs d'oxydation sont utilisés pour diminuer l'effet de l'oxydation des huiles.

Ils sont en général polyfonctionnels et assument en plus la protection des moteurs.

Les additifs anti-oxydants et anti-corrosifs utilisés sont des composés sulfurés: alcoyl phénates sulfurés ou composés azotés.

d) Les améliorants de l'indice de viscosité (14):

L'huile moteur est soumise à des écarts de températures de l'ordre de 200° C. La tendance est donc d'utiliser des huiles dont les variations de viscosité avec la température soient les plus réduites.

Les additifs utilisés sont des polymères de type polyisobutènes et surtout polyméthacrylates dont les poids moléculaires sont plus élevés que ceux des huiles de base (10.000 à 20.000 contre 600 à 1000 pour un bright-stock).

e) Les améliorants du point de congélation ou (déprimants):

L'abaissement du point de congélation est obtenu par l'addition de composés à grosses molécules qui gênent le développement des cristaux de paraffines dans l'huile.

Les additifs utilisés sont:

- Les produits de condensation d'un hydrocarbure paraffinique chloré.
- Les polyméthacrylates ou polyacrylates.

f) Les additifs anti-mousse:

Un additif anti-mousse agit en modifiant, soit la quantité, soit la stabilité de la mousse ou encore les deux à la fois.

Les additifs les plus utilisés réduisent en fait la stabilité de la mousse plutôt que sa formation et ce, en favorisant la coalescence des bulles d'air aussi bien que la rupture des films d'huile qui les entourent.

Les additifs anti-mousse les plus employés sont des composés à base de silicone.

g) Les additifs anti-usure et anti-grippage:

Ces additifs présentent une certaine importance mais sont d'un certain usage moins commun que ceux précédemment examinés.

I.5.3.2. Role des additifs (8):

- Les additifs détergents-dispersifs sont destinés à limiter la formation de vernis et de dépôt dans les moteurs. Les détergents s'adsorbent à la surface des pièces métalliques en empêchant l'adhérence du noir de carbone et des gommages.
- Les additifs dispersifs sont des substances parfaitement solubles dans les huiles et ont la faculté de disperser et de maintenir en suspension de grandes quantités de particules solides.
- Afin d'inhiber la corrosion des surfaces métalliques provoquée par des produits d'oxydation, on additionne aux huiles de base des dopes détergents alcalins qui neutralisent les produits d'oxydation ou inhibent la formation d'acides et de peroxydes.
- L'addition des additifs de viscosité permet d'augmenter la viscosité d'une huile, de rendre sa courbe viscosité - température plus coulante, on utilise à cet effet, des substances à masse moléculaire élevée, très visqueuses, constituées de longues chaînes moléculaires.

- les déprimants abaissent de façon considérable le point de congélation des huiles de base.
- Les additifs anti-mousse préviennent le moussage des huiles résultant de leur agitation énergique avec l'air.
- Les dopes anti-usure et anti- grippage servent à améliorer le pouvoir d'une couche limite résistante.

1.6. LE ROLE DU LUBRIFIANT (5):

Les lubrifiants occupent dans l'industrie moderne une place importante; En effet, pour apprécier l'importance de son rôle, il serait intéressant de voir de plus près quelles sont les fonctions de ce dernier.

a) Concourir à l'équilibre thermique du moteur :
 Dans des moteurs, l'huile doit en effet participer de plus en plus à l'évacuation d'une grande quantité de calories engendrées au cours de la combustion.
 L'huile joue ainsi le rôle de réfrigérant.

b) Réduire les frottements parasites ou résistances passives en agissant sur la viscosité.

c) Créer une étanchéité entre le cylindre et le piston afin de maintenir la compression adéquate nécessaire à la combustion dans le carter.

Une bonne étanchéité est nécessaire non seulement du point de vue fonctionnement moteur, mais aussi pour éviter une pollution trop rapide de l'huile par les produits de combustion.

d) Créer un film protecteur contre la corrosion.

e) Protéger le moteur contre l'usure de toute nature.

f) Evacuer toutes les impuretés.

II. LES HUILES USAGEES (1)

Les huiles lubrifiantes changent et se contaminent de manière considérable au cours de leur utilisation.

Tout d'abord, il y a production de calamine et de sédiments sur la surface du moteur, ce qui peut être la cause de la détérioration de certaines pièces du moteur et ainsi le bouchage des passages étroits du circuit d'huile.

Par la suite, les huiles commencent à s'oxyder, d'où formation des produits acides qui risquent de corroder le métal, de gommes et d'asphaltènes qui causent la diminution de l'indice de viscosité. Et à ce stade, les additifs se trouvant dans l'huile se dégradent et ne remplissent plus leur fonction désirée.

Ainsi, l'une des fonctions essentielles requises des huiles lubrifiantes pour moteurs est de réduire les frottements et l'usure des différents mécanismes.

La seule connaissance des caractéristiques physiques et chimiques d'une huile lubrifiante est insuffisante pour préjuger de son comportement dans le moteur.

Pour cette raison, des travaux considérables ont été réalisés et sont toujours poursuivis en vue de la mise au point des méthodes d'essais qui permettent d'évaluer le comportement des huiles lubrifiantes dans les conditions de service sur moteur.

Ces essais sont indispensables, tant pour la mise au point des formules d'huiles, que pour le contrôle de la quantité des produits finis.

C'est grâce à eux qu'il a été possible de parvenir à une meilleure connaissance à la tenue des huiles, et à réaliser de si grands progrès en matière de raffinage et d'additifs.

II.1. CARACTERISTIQUES DES HUILES USAGEES (6,14):

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

L'huile usagée moteur peut être considérée comme un brut particulier qui aurait les caractéristiques intrinsèques viscosimétriques et de point de congélation de l'huile de base moteur neuve.

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

II.2. LES CONTAMINANTS DES HUILES USAGEES (14):

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

II.2.1. LES PRODUITS VOLATILS:

Les plus connus dans les huiles moteurs usagées sont :

- L'eau: Elle provient de condensation à l'intérieur des moteurs, de la respiration des carters, des fuites de joints, ect...
- Les carburants et les combustibles (essence et Gas-oil): Ils s'introduisent dans l'huile par l'effet de la dilution.

II.2.2. LES PRODUITS SOLUBLES DANS L'HUILE:

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

II.2.3. LES PRODUITS INSOLUBLES DANS L'HUILE:

La portion inorganique des produits insolubles dans l'huile comprend: les poussières atmosphériques, des débris de métaux, des oxydes métalliques, des oxydes de plomb provenant de la combustion du plomb tétraéthyl contenu dans le combustible.

La présence dans l'huile des particules solides ont dans leur majorité, une dimension inférieure à un micron de sorte que la présence du détergent actif les maintient en suspension.

Le retrait de ces produits complique les opérations de régénération.

II.3. L'ALTERATION EN LABORATOIRE (6,15):

Aucun de ces moyens d'altération artificielle n'a réussi à s'imposer d'une manière indiscutable. La raison principale en est que la détérioration de l'huile dans l'essai de laboratoire est de nature différente de celle qui se produit dans les moteurs. Ces manipulations ne sont cependant pas sans utilité, comme par exemple le contrôle de la constance de qualité d'huiles en cours de fabrication ou d'huiles de base données ou encore d'huiles finies de formule bien établie.

Le principe de ces essais, réalisés dans des appareillages de laboratoire, est basé sur le fait que l'altération de l'huile considérée est due surtout à une oxydation sous température élevée. Ces essais consistent, en général, à soumettre l'huile à des conditions plus ou moins sévères d'oxydation par l'eau ou de l'oxygène.

Les résultats sont repérés par la variation de la viscosité, de l'indice d'acidité et la quantité de matières précipitables ou non dans différents solvants.

II.4. LES ESSAIS SUR MOTEUR (6,15):

Les essais sur moteur devraient reposer sur une corrélation satisfaisante avec la tenue en service pratique. Ils doivent être considérés comme le deuxième stade de mise au point des huiles, c'est à dire après que les essais effectués au laboratoire aient permis d'opérer une préselection des produits utilisables.

Lors de l'essai, les préoccupations sont les suivantes:

- Déterminer, par l'examen du moteur en fin d'essai, quelle serait, d'une manière aussi précise que possible, l'influence de l'huile sur le comportement du moteur en service.

- Contrôler les conditions de fonctionnement du moteur: Telles que, la teneur en matières charbonneuses, en eau, dilution, ect...

- Entrevoir l'influence des causes accidentelles de pollution de l'huile tant sur la tenue de l'huile que sur celle du moteur.

- Déterminer la durée de vie du lubrifiant dans les conditions d'essai. Des contrôles, tels que l'évolution de la viscosité, peuvent renseigner partiellement sur la sensibilité de l'huile à l'oxydation.

- Essayer, par examen de l'évolution en cours d'essais des propriétés physiques et chimiques de l'huile, d'estimer ce que pourrait être cette évolution dans la pratique où les conditions sont en général moins sévères, mais dont la durée est beaucoup plus grande.

Les deux fonctions importantes, pour les huiles lubrifiantes moteur sont: lubrifier et refroidir, de plus, il est demandé souvent de maintenir les moteurs propres.

Pour chacune de ces fonctions, le comportement de l'huile est influencé par des facteurs principaux qui sont:

- Les températures des différentes parties du moteur.
- Les pressions spécifiques de contact entre les pièces en mouvement.
- L'influence catalytique des surfaces métalliques.
- La contamination par le carburant et ses produits de combustion.
- L'intensité du contact avec l'oxygène.
- Différents facteurs tels que la vitesse de rotation, ect...

III. REGENERATION DES HUILES USAGEES (4, 6, 8, 12, 14)

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

On appelle régénération, tous les procédés qui produisent à partir d'une charge d'huile usagée de qualité déterminée, une ou plusieurs huiles de base.

Ceci est possible, car les lubrifiants, contrairement aux autres produits pétroliers, ne sont pas consommés durant leur service mais subissent juste des altérations qui dégradent leurs qualités de lubrifiants et nécessitent leur renouvellement dans le moteur.

III.1. LE PROCESSUS DE REGENERATION (4, 6):

La seule façon de résoudre le problème des huiles usées est la régénération, qui consiste en l'élimination des différents contaminants. Différents moyens physiques et chimiques sont mis en oeuvre pour réaliser ces opérations.

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

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

- a) Décantation de l'huile usagée.
- b) Premier passage à la terre.
- c) Dé-essencierement et deshydratation.
- d) Acidification.
- e) Neutralisation.
- f) Deuxième passage à la terre.
- g) Distillation sous-vide.

a) Décantation de l'huile usagée:

Elle a pour but d'éliminer, les corps solides, les grosses impuretés et l'eau libre.

b) Premier passage à la terre:

L'huile est malaxée avec une terre naturelle à une température de 30°C . Le temps de contact est de deux heures. Ensuite cette huile est filtrée au travers d'un filtre-presse constitué par des toiles en coton.

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

c) Dé-essencierement et déshydratation:

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

d) Acidification:

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

Ce traitement s'opère à une température de l'ordre de 60°C. L'huile et l'acide sulfurique à 98% sont mélangés. Ce traitement permet de réduire à quelques p.p.m. dans l'huile les teneurs en métaux provenant des additifs et de l'usure des moteurs.

e) Neutralisation:

Après le traitement à l'acide, l'huile contient encore des acides de différentes sortes, en particulier sulfoniques, ainsi que des petites particules d'acide sulfurique. La neutralisation a pour but de les éliminer c'est à dire les transformer en sels. Le carbonate de chaux et la soude sont employés le plus souvent.

f) Deuxième passage à la terre:

L'huile est mélangée avec une terre activée par HCl 5%. La température est de l'ordre de 80°C. Le temps de contact est de l'ordre de 60 minutes.

Après décantation, cette huile est filtrée.

Ce deuxième passage à la terre a pour but d'éliminer les odeurs désagréables résultant des différentes réactions chimiques et de décolorer encore l'huile.

g) Distillation sous vide:

Par le biais de cette opération, l'huile régénérée peut être séparée en différentes fractions qu'on identifiera à des coupes pétrolières.

III.2. LES DIFFERENTS ADSORBANTS UTILISES (Terres décolorantes).

III.2.1. GENERALITES SUR LES TERRES DECOLORANTES:

Le traitement des huiles se fait par un produit adsorbant sélectif comme la terre décolorante naturelle ou activée.

Les terres décolorantes sont des argiles, c'est à dire, des silicates d'alumine de formules diverses:

- Halloysite : $Al_4 (Si_4 O_{10}) (OH)_2$.
- Attapulгите : $Mg_3 Al_5 Si_8 O_{22} (OH)_4, 4H_2O$.
- Montmorillonite : $5 Si O_2 Al_2 O_3 (Mg Ca) O, nH_2O$.

Les unes ont un pouvoir décolorant naturel après séchage, par contre d'autres, n'ont aucun pouvoir décolorant naturel, mais elles sont susceptibles d'acquérir une puissance considérable de décoloration par activation à l'acide sulfurique ou chlorhydrique à chaud (90°C).

D'autre part, la terre naturelle retient moins l'huile que la terre activée plus poreuse, mais il sera tout de même nécessaire d'employer quelque fois la terre activée de préférence à l'autre en raison de son pouvoir décolorant beaucoup plus grand (3 fois plus élevé en moyenne que celui de la terre naturelle) (12).

III.2.2. STRUCTURE DE LA BENTONITE:

La bentonite est formée principalement par un minéral argileux appelé Montmorillonite. C'est une roche tendre, de couleur blanche ou grise claire, friable, onctueuse au toucher .

La bentonite a un pouvoir de gonflement très important en présence de certains liquides et en particulier l'eau et aussi un pouvoir de fixation des cations comparable à celle de tous les échangeurs d'ions naturels (16).

III.3. LES PROCÉDES DE LA RÉGÉNÉRATION (4):

Ces derniers sont nombreux, ils se différencient les uns des autres par la nature des moyens mis en oeuvre pour assurer l'élimination des impuretés.

Nous citons les principaux procédés de régénération:

- Procédé acide-terre.
- Procédé MATTHYS-GARAP.
- Procédé I.F.P.
- Procédé B.E.R.C.
- Procédé P.R.O.P.
- Procédé K.T.I.
- Procédé par percolation.

III.3.1. PROCÉDE ACIDE-TERRE (17):

Dans ce procédé, l'élimination des contaminants est réalisée au moyen d'une précipitation acide. Ce traitement acide conduisant à la floculation des suspensions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés, s'opère à une température de l'ordre de 60°C.

L'huile et l'acide sulfurique à 98% sont mélangés dans un bac de décantation à fond conique. Les boues acides qui en résultent sont précipitées dans le fond du bac et l'huile épurée fait ensuite l'objet d'autres traitements.

Ce traitement permet en fait de réduire dans l'huile les teneurs en métaux provenant des additifs et de l'usure du moteur.

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

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

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

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

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

Ce procédé est le plus employé dans le monde. C'est en fait celui qui possède le plus de références industrielles .
Récemment, il a bénéficié d'améliorations sensibles qui le modernisent considérablement (centrifugation).

Celles-ci tendent à diminuer les quantités d'acide et de terre employées, donc, par conséquent, à augmenter les rendements en huile, et ce, malgré les quantités de plus en plus importantes de dopes par exemple dans les huiles moteur multigrades.

III.3.2. PROCEDE MATTHYS -GARAP (18):

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

Les traitements acides étant pratiques sur les fractions distillées, ceci favorise non seulement l'ajustement des volumes de l'acide sulfurique mais aussi leur diminution du fait qu'une grande partie des contaminants est trouvé dans le résidu de distillation.

Les étapes du procédé sont:

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

III.3.3. PROCÉDÉ I.F.P. (Institut Français du Pétrole) (19):

L'institut français du pétrole a mis au point un procédé dans lequel le prétraitement de précipitation est réalisé au moyen du propane.

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

Ce procédé est exploité:

En Italie: 35.000 tonnes /an, depuis une dizaine d'années.

En Yougoslavie: 20.000 tonnes/an, depuis deux années.

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

L'ultrafiltration est réalisée au travers des membranes organiques. Ce procédé présente:

Des avantages: - Bonne qualité d'huile.
- Volume d'acide optimisé.

Des inconvénients:- Important volume de propane.
- Température et pression, complexité et procédé discontinu.

PROCEDE I.F.P.

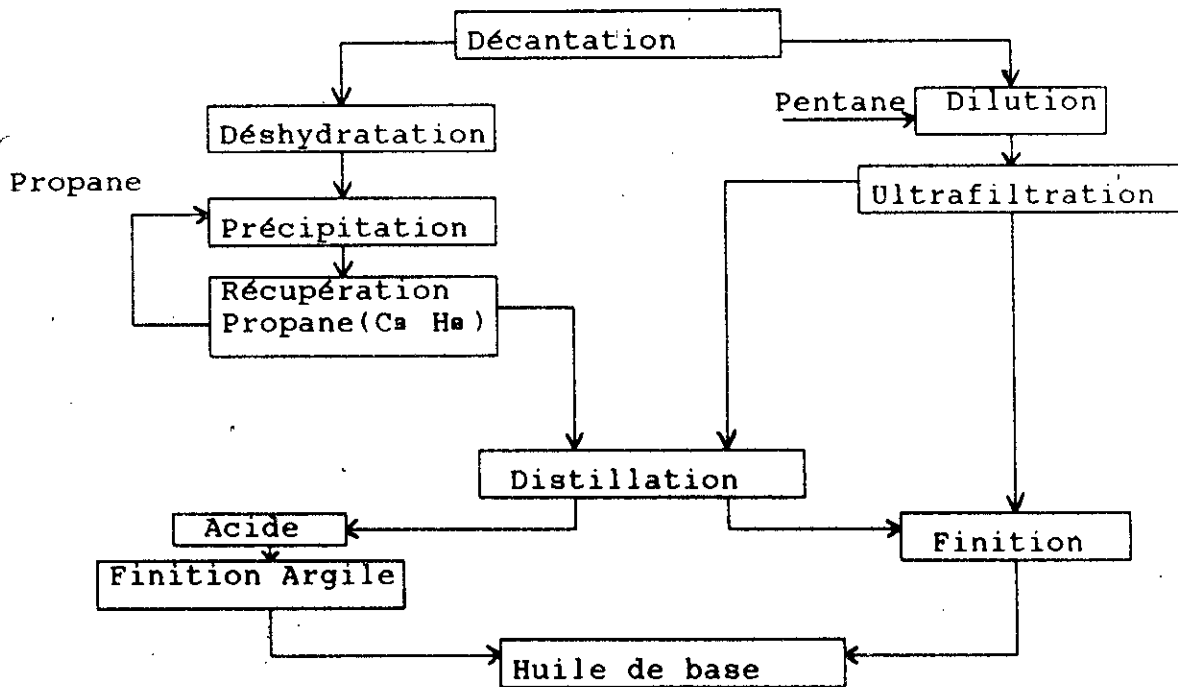


FIGURE 5 : PROCEDE I.F.P.

III.3.4. PROCEDE B.E.R.C. (Boutlesville Energy Research center)(18):

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

Les étapes de ce procédé sont:

- Déshydratation.
- Traitement aux solvants (Alcool+ Acétone).
- Séparation (boue).
- Récupération des solvants.
- Distillation sous- vide.
- Hydrofinishing.
- Huile de base.

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

L'inconvénient : Grande consommation d'énergie pour le prétraitement.

PROCEDE B.E.R.C.

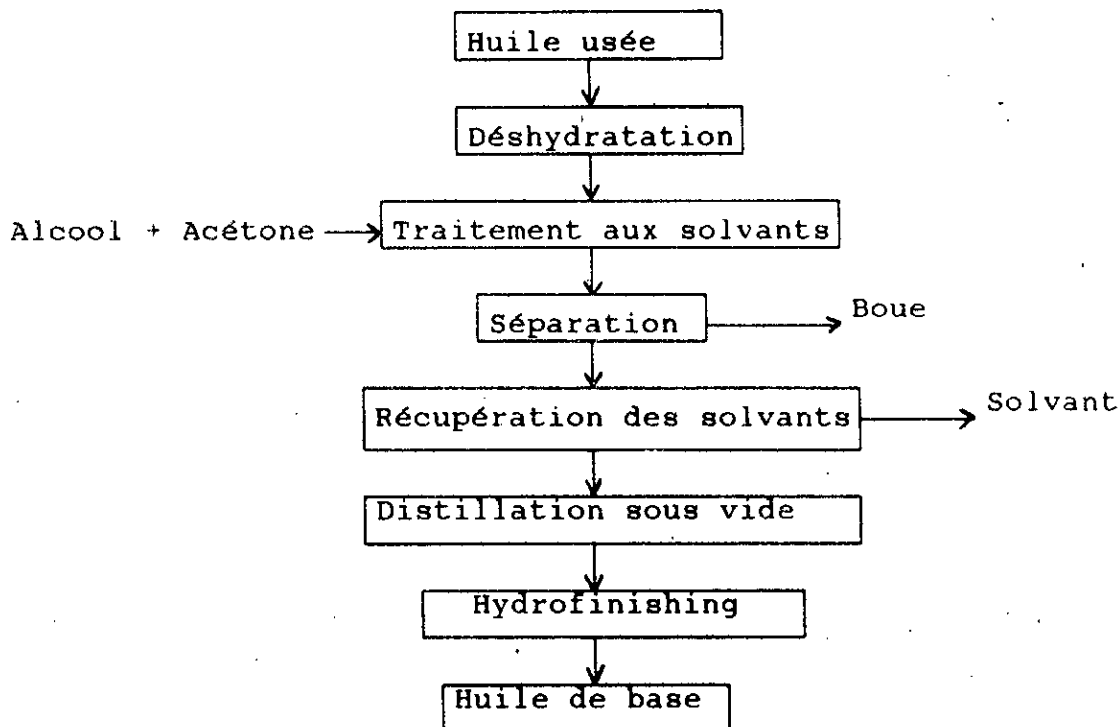


FIGURE 6 : PROCEDE B.E.R.C.

III.3.5. PROCEDE P.R.O.P. (Phillips Pétroleum Company) (18):

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

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

- Il est en accord avec les principes de la protection de l'environnement.
- Il est moins onéreux que le procédé B.E.R.C. du fait que les solvants ne sont pas utilisés.
- Rendement de 75 à 90%.

Cependant, il présente deux inconvénients:

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

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

III.3.6. PROCEDE K.T.I. (Kinetic Technology Incorporation) (18):

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

Ce procédé comprend les étapes suivantes:

- Assechement atmosphérique pour l'élimination de l'eau et du gasoline.
- Distillation sous vide pour la production du Gas-oil.
- Distillation sous vide pour la récupération des huiles lubrifiantes.
- Hydrofining des distillats lubrifiants.

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

Cependant, comme il présente des avantages, on a aussi des inconvénients.

Avantages: - Rendement de 75 à 80%
- sous produits peu polluants.

Inconvénients: - Faible pression.
- Investissements importants.

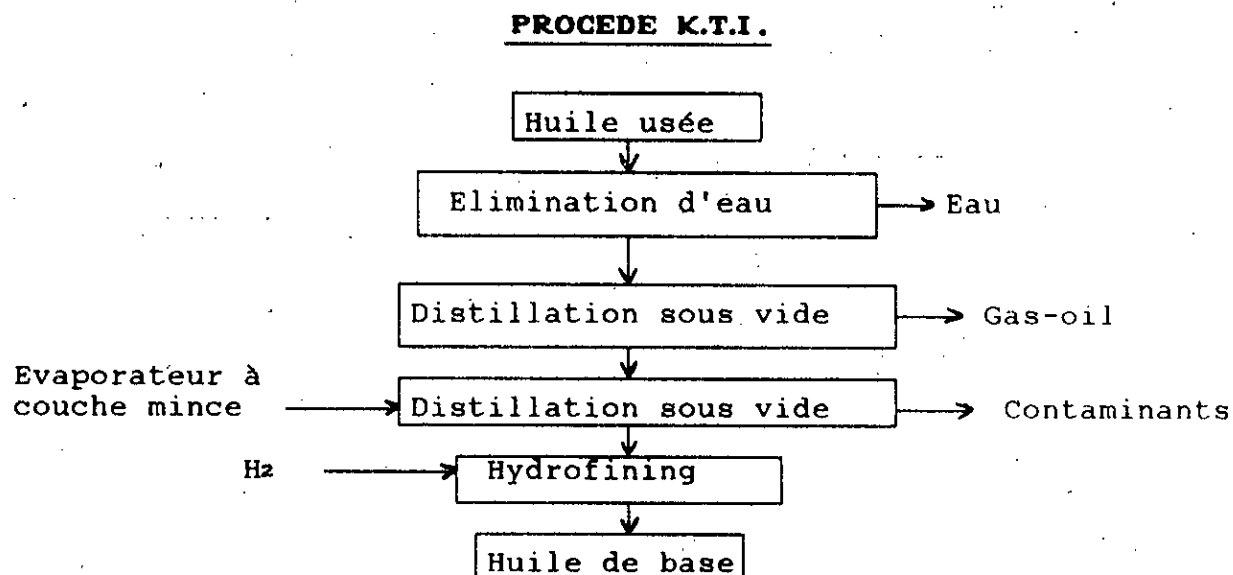


FIGURE 7: PROCEDE K.T.I.

III.3.7. PROCÉDE PAR PERCOLATION:

Dans ce procédé, l'huile à traiter s'écoule à travers un lit épais d'adsorbant.

Ce dernier est en général, sous forme granulé et afin d'éviter la formation de canaux, il doit avoir une résistance mécanique suffisante et une granulométrie convenable.

L'écoulement du fluide se fait généralement par gravitation, l'adsorption est arrêtée lorsque l'effluent n'a plus la qualité requise.

La vitesse d'adsorption en milieu liquide étant relativement lente, il faut adopter un temps de contact suffisant et régler en conséquence le débit du fluide: On peut augmenter la vitesse d'adsorption en élevant la température de l'opération. On procède alors à la régénération de l'adsorbant .

III.4. PROBLEMES POSES PAR LA REGENERATION DES HUILES USEES (1):

Les problèmes de la régénération des huiles usagées sont nombreux et différents et dépendent du procédé choisi, de la législation existante dans le pays et d'autres facteurs.

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

III.4.1. PROBLEME DE LA COLLECTE:

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

Tout producteur d'huiles régénérées a donc intérêt à avoir son propre réseau de collecte, bien organisé, efficace et drainant des quantités maximum d'huiles usées utilisables pour la régénération.

L'efficacité de la collecte dépend de plusieurs facteurs dont les plus importants sont:

III.4.1.1. Législation Existante:

Le succès de la collecte dépend d'abord de la législation existante dans le pays. La plupart des pays ont déjà mis à jour la législation, pour préserver des ressources nationales. Cette législation a été complétée notamment par une loi interdisant le brûlage et le rejet des huiles usées pour des raisons de sécurité, pollution atmosphérique, économie des réserves d'hydrocarbures, d'énergie et d'autres raisons.

Il est utile de noter le niveau de la collecte des huiles usagées atteint par certains pays (2).

L'unité de matières: 1000 tonnes .

	France	Italie	R.F.A.
Consommation annuelle en Lubrifiants	803	530	1013
Rapport huiles moteurs sur total lubrifiants	59	46	42
Quantité potentielle récupérable	467	253	521
Quantité totale d'huiles usagées collectées	129	159	303
Pourcentage d'huile collectée	28	59	58
Quantité d'huile régénérée	105	149	240
Quantité d'huile brûlée	24	-	63
Huile brûlée par l'utilisateur	-	-	150
Autres utilisations industrielles	60	-	350
Total effectivement récupéré	129	150	453

TABLEAU N°1: Collecte des huiles usagées de certains pays.

III.4.1.2. Organisation de la collecte:

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

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

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

En terme de récupération, les quantités suivantes ont été collectées en Algérie (2).

1985: 600 m³.
1986: 6 600 m³.
1987: 13 400 m³ sur un objectif de 22 000 m³.
1988: 16 760 m³ sur un objectif de 27 800 m³.
1989: 17 630 m³ sur un objectif de 27 800 m³.
1990: 18 240 m³ sur un objectif de 28 000 m³.

III.4.2. PROBLEME DE L'ELIMINATION DES DECHETS:

Par les procédés classiques, les déchets produits sont les suivants:

- Goudrons acides.
- Terres usées.

Pour ces sous produits, il n'a pas encore été trouvé d'utilisation et leur décharge (dépônage ou brûlage) est assez couteuse et constitue une des premières sources de pollution de l'environnement.

Dans le procédé de l'extraction au solvant et de traitement à l'hydrogène tous les sous produits sont utilisables comme suit:

- Distillats légers; utilisables comme combustible.
- Résidu d'asphalte, utilisable comme matière première pour la production de revêtements, produits d'étanchéité,....
- Catalyseurs usés, utilisés pour la récupération des métaux lourds.

De cette manière, on n'a pas de matériaux résiduaux pouvant contribuer à la pollution.

III.4.3. POLLUTION DE L'ENVIRONNEMENT:

Le rejet des huiles usées sans contrôle, constitue une des premières sources de pollution de l'environnement.

Il suffit d'un milligramme d'huiles usées pour rendre non potable un litre d'eau (1).

De même, le brûlage des huiles usées contribue à la pollution de l'atmosphère à cause des métaux lourds contenus dans l'huile (Plomb, Zinc, Baryum, et autres) qui se perdent dans l'atmosphère sous formes d'oxydes.

Le plus dangereux est la pollution par le Plomb car ce poison s'accumule dans l'organisme.

III.4.4. INTERET SOCI-ECONOMIQUE DE LA REGENERATION DES HUILES USEES:

On voit donc, par ce qui est présenté, que le problème de la technologie de régénération des huiles usées est actuellement résolu, ce qui confirme les résultats réalisés:

- Grande qualité des huiles de base produites.
- Commercialisation et valorisation des sous produits .

Les huiles usées représentent aujourd'hui une matière première assez importante et les unités de régénération ont une importance socio-économique exceptionnelle par les résultats suivants:

- Economie de devises nécessaires pour importer les huiles de base et le pétrole brut.
- Economie des réserves mondiales totales de pétrole.
- Stimulation à la commercialisation et à la valorisation des autres sous produits.

III.4.5. CONCLUSION:

Le rejet ou le brûlage des huiles usées sans précaution, présente pour chaque pays les conséquences suivantes:

- Pollution directe.
- Perte nationale dans le domaine de l'énergie ainsi que dans celui de l'économie.

En vue d'organiser plus efficacement la collecte et la régénération des huiles usées, une action urgente et énergique serait indispensable.

Il faut diriger ces actions sur les points les plus importants:

- * Un règlement rigoureux d'interdiction des rejets et brûlages incontrôlés des huiles usées.
- * Une meilleure organisation de la collecte des huiles usées.
- * Les facilités de financement de la société pour l'investissement dans les unités de régénération des huiles usées.
- * Les primes et la stimulation pour la collecte des huiles usées.
- * Stimulation des cadres pour leur travail de la collecte et de la régénération.
- * L'augmentation des prix d'achat des huiles usées.
- * L'activité commune des entreprises qui s'occupent de la collecte et de la régénération, pour assurer un ramassage organisé.
- * La modernisation des unités existantes et la construction des unités modernes pour la régénération des huiles usées.

Si des mesures énergiques pour l'organisation du ramassage systématique et de la régénération des huiles usées, ne sont pas prises d'urgence, les pertes et les conséquences pour tout le pays seront assez graves à cause de la diminution des réserves de pétrole dans le monde.

PARTIE EXPERIMENTALE

I. HUILE NEUVE SAE 20 W 50

I.1. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE NEUVE:

L'huile qui a été considérée dans le cadre des préoccupations du pays est la SAE 20 W 50, couramment utilisée dans le domaine des lubrifiants, c'est une huile minérale comportant des additifs, réservée à la lubrification des moteurs à essence et qui est très utilisée dans le pays.

Nous avons procédé aux essais caractéristiques de ces huiles et qui peuvent être entrepris aussi bien avec l'huile neuve qu'avec l'huile usagée.

La plupart des normes d'analyses utilisées sont relatives à des essais tirés de l'American Society of Testing Materials 1986. Il est à noter que d'autres normes d'analyses existent et sont couramment utilisées, il s'agit des normes AFNOR (françaises), DIN (allemandes), selon le type d'équipements disponibles.

Une vingtaine de propriétés et d'essais normalisés ont été effectués.

Le protocole opératoire de ces essais est décrit dans les normes citées au tableau N° 2.

Analyses	Normes
Densité (d ₄ ²⁰)	ASTMD 1298
Viscosité à 40° C (cst)	ASTMD 445
Viscosité à 100° C (cst)	ASTMD 445
Indice de viscosité	ASTMD 2270
Viscosité Engler à 40°C	CONVERSION
Point éclair (°C)	ASTMD 92
Point de feu (°C)	ASTMD 92
Point d'écoulement (°C)	ASTMD 97
Point d'aniline (°C)	NF07 -021
Carbone Conradson (% P)	ASTMD 189
Teneur en eau (% V)	ASTMD 95
Teneur en sédiment (% P)	ASTMD 473
Pouvoir calorifique (cal/g)	ASTMD 240
T.A.N. (mg KOH/g)	ASTMD 664
T.B.N. (mg KOH /g)	ASTMD 2896
Teneur en chlore (ppm)	ASTMD 240
Couleur	ASTMD 1500
Teneur en soufre (% P)	ASTMD 129
Cendres sulfatées (% P)	ASTMD 874

Tableau N° 2: Identification des différents essais selon les normes utilisées.

Analyses	Huile neuve 20 W 50
Densité (d ₄ ²⁰)	0,8800
Viscosité à 40° C (cst)	138,00
Viscosité à 100° C (cst)	19,21
Indice de viscosité	132
Viscosité Engler à 40°C	18,17
Point éclair (°C)	244
Point de feu (°C)	282
Point d'écoulement (°C)	- 21
Point d'aniline (°C)	116
Carbone Conradson (% P)	0
Teneur en eau (% V)	0
Teneur en sédiment (% P)	0
Pouvoir calorifique (cal/g)	10785,9
T.A.N. (mg KoH/g)	2,4
T.B.N. (mg KoH /g)	6,7
Teneur en chlore (ppm)	428
Couleur	4,5
Teneur en soufre (% P)	0
Cendres sulfatées (% P)	0,801
Indice de réfraction	1,4886
Dilution (% V)	—

Tableau N° 3: Détermination des caractéristiques principales selon les normes de l'huile neuve SAE 20 W 50.

I.2. VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE NEUVE AVEC LA TEMPERATURE:

L'appareillage utilisé consiste en un viscosimètre de type UBBELHODE.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 4.

T(°C)	20	30	40	50	60	70	80	90	100
V(cst)	423,5	258,2	176,5	128,11	88,32	56,73	38,00	26,13	22,12

Tableau N° 4: Variation de la viscosite de l'huile neuve (20 W 50) avec la température.

Commentaire:

On remarque que la viscosite de l'huile diminue avec la température, comme celle des liquides en général.

I.3. ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS L'HUILE NEUVE:

Un des rôles les plus importants des huiles lubrifiantes est l'élimination des particules minérales produites par usure de deux parties métalliques en contact.

Une accumulation anormale de ces éléments métalliques dans l'huile de carter présente très souvent des ennuis pour le bon fonctionnement du moteur.

Une méthode d'analyse rapide et précise permettant d'analyser ces métaux semble avoir le plus grand intérêt.

CARACTERISTIQUES DE L'APPAREIL ET MODE OPERATOIRE:

L'appareil utilisé est une torche à plasma: ICP Système avec logiciel de traitement de données.

Le plasma est un mélange gazeux qui à haute température est composé d'atomes neutres et de particules chargées.

Le gaz utilisé pour créer le plasma est l'Argon.

Le fonctionnement de ce système est relativement simple: une radiation haute fréquence est utilisée pour chauffer un courant d'Argon et former un plasma par l'intermédiaire d'une bobine d'induction.

La température du plasma est de l'ordre de 10 000°C.

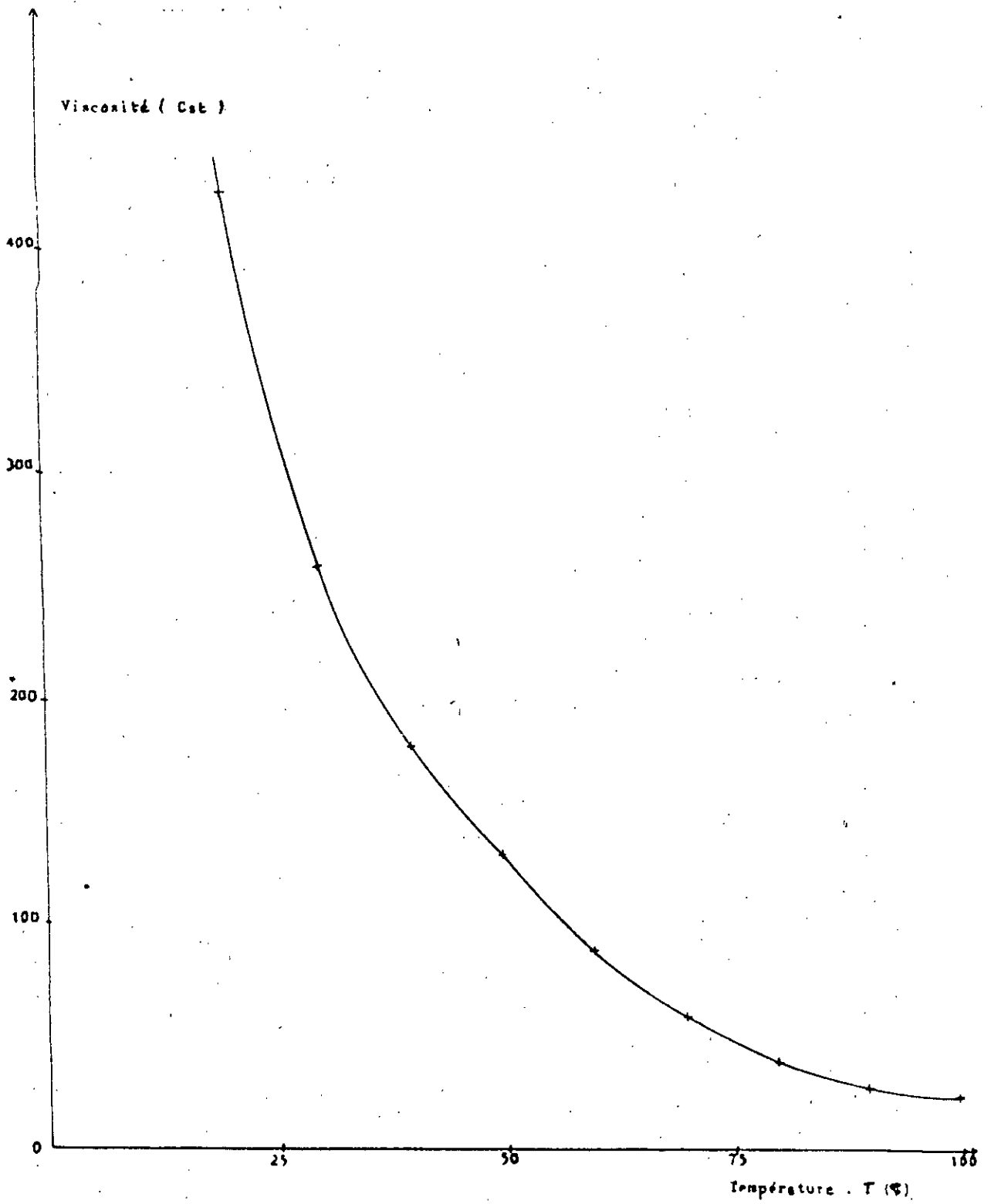


Fig 8 : Variation de la viscosité d'une huile neuve (HN) 20 W 50 avec la température.

Du fait de la viscosité de notre échantillon, une dilution préalable de 4 grammes d'huile dans 40 cm³ d'essence a été nécessaire; l'échantillon est ensuite, introduit par un nébuliseur dans le plasma, et réduit à l'état d'atomes indépendants; ces atomes excités et ionisés par le plasma transmettent l'énergie qu'ils ont acquis sous forme d'un rayonnement électromagnétique, ce rayonnement est composé de longueurs d'ondes caractéristiques correspondant aux différents éléments présents dans l'échantillon.

Les résultats obtenus au cours de l'expérience sont donnés dans le tableau N° 5, les unités sont en ppm.

Métaux	Pb	Zn	Fe	Cn	Mg	Al	Ba	Ca	Cu
HN(20W50)	-	1202	-	-	341,10	-	-	632,6	27,87

Tableau N° 5: Détermination de la teneur en métaux d'usure de l'huile neuve SAE 20 W 50.

Commentaire:

Les éléments métalliques présents dans l'huile neuve sont: le zinc, le magnésium, le calcium et le cuivre.

Ces éléments métalliques peuvent entrer dans la composition des additifs pour les huiles lubrifiantes.

I.4. ANALYSE DE L'HUILE NEUVE (SAE 20 W 50) PAR SPECTROMETRIE INFRA- ROUGE:

La spectrométrie infra-rouge donne une évaluation de la structure moléculaire d'un produit en faisant apparaître les longueurs d'onde pour lesquelles une absorption du rayonnement infrarouge signale une vibration de résonance dans la molécule(20).

Dans la plupart des spectrophotomètres, la substance à étudier est traversée par une radiation électromagnétique en fonction de la longueur d'onde.

L'analyse des échantillons est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre: PHILIPS PU 9700.

On nettoie la cellule avec du tétrachlorure de carbone, puis on y place l'échantillon.

La cellule et l'échantillon seront par la suite traversés par les rayons IR qui vont être absorbés par l'échantillon.

Cette absorption est directement enregistrée sur écran et sera représentée sur un spectrogramme.

Nous représentons les résultats de l'analyse de l'huile neuve (SAE 20 W 50) avec ceux de l'huile usagée (SAE 20 W 50) à 5000 km de fonctionnement (Tableau N° 19).

Les spectres des différents échantillons obtenus entre 4000 et 200 cm^{-1} sont donnés dans l'annexe N° 7.

I.5. CARACTERISATION PAR DIVERSES METHODES DES PRODUITS HYDROCARBONES ET AUTRES CONTENUS DANS L'HUILE NEUVE:

Avant de passer à l'analyse physico-chimique proprement dite, nous avons fractionné l'huile neuve (SAE 20 W 50) par deux types de distillation:

- La distillation fractionnée atmosphérique:
- La distillation sous vide:

I.5.1. DISTILLATION FRACTIONNEE ATMOSPHERIQUE:

La distillation fractionnée est un procédé de séparation qui permet d'obtenir à partir d'un mélange de plusieurs constituants des fractions différenciées par une ou plusieurs propriétés physiques.

I.5.1.1. Distillation fractionnée atmosphérique de l'huile neuve:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume de la charge : 500 ml
- Domaine de température : 54 + 300°C

(Voir appareillage et mode opératoire en Annexe N° 2)

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 6.

Fraction N°	Domaine de température (°C)	Volume recueilli (ml)	% Volumique
1	54 - 158	20	4,0
2	158 - 206	24	4,8
3	206 - 228	36	7,2
4	228 - 239	22	4,4
5	239 - 245	50	10,0
6	245 - 254	38	7,6
7	254 - 270	26	5,2
8	270 - 292	28	5,6
9	292 - 300	54	10,8
10	300*	202 (résidu)	40,4

Tableau N° 6: Fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile neuve (SAE 20 W 50).

I.5.1.2. Détermination de l'indice de réfraction (n_D^{20}), la densité (d_4^{20}), le point d'aniline (PA), la viscosité à 40°C (V_{40}^c), la viscosité à 100°C (V_{100}^c), le pouvoir calorifique (PCS) et la température d'ébullition pour les différentes fractions obtenues.

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau N° 7.

Fraction N°	n_d^{20}	d_4^{20}	PA(°C)	$V^{(cat)}_{40°C}$	$V^{(cat)}_{100°C}$	PCS (cal/g)	Teb (°C)	M.M (g)
1	1,4525	0,8204	39	14,45	2,45	10898	106	98
2	1,4552	0,8220	41	16,50	4,41	10900	182	138
3	1,4563	0,8241	45	17,00	5,07	10908	217	162
4	1,4652	0,8300	46	20,01	5,40	10912	233,5	172
5	1,4660	0,8328	47	21,61	5,94	10925	242	179
6	1,4711	0,8400	50	25,42	6,68	10937	249,5	184
7	1,4762	0,8446	55	30,06	7,89	10968	262	193
8	1,4780	0,8477	56	33,85	8,37	10979	281	210
9	1,4789	0,8507	61	35,50	9,46	10984	296	255
10	Résidu							

Tableau N° 7: Caractéristiques des différentes fractions issues de la distillation fractionnée de l'huile neuve.

I.5.1.3. Graphes des différentes caractéristiques en fonction de leurs températures d'ébullition:

Le graphique de la figure 9 montre la variation de l'indice de réfraction n_d^{20} , la densité d_4^{20} , le point d'aniline PA, la viscosité à 40° C et à 100°C, le pouvoir calorifique PCS, en fonction de la température d'ébullition, cette dernière a été obtenue soit par la moyenne arithmétique (cas où les intervalles de température sont restreints), soit par le calcul de la T_{mav} (cas où les intervalles de température sont plus larges)(12).

Commentaire:

Pour les fractions recueillies, on constate que:

- La densité augmente avec la masse moléculaire.
- La viscosité augmente avec la température.
- Le pouvoir calorifique est constant, l'ordre de grandeur est d'environ 10.000 cal/g.

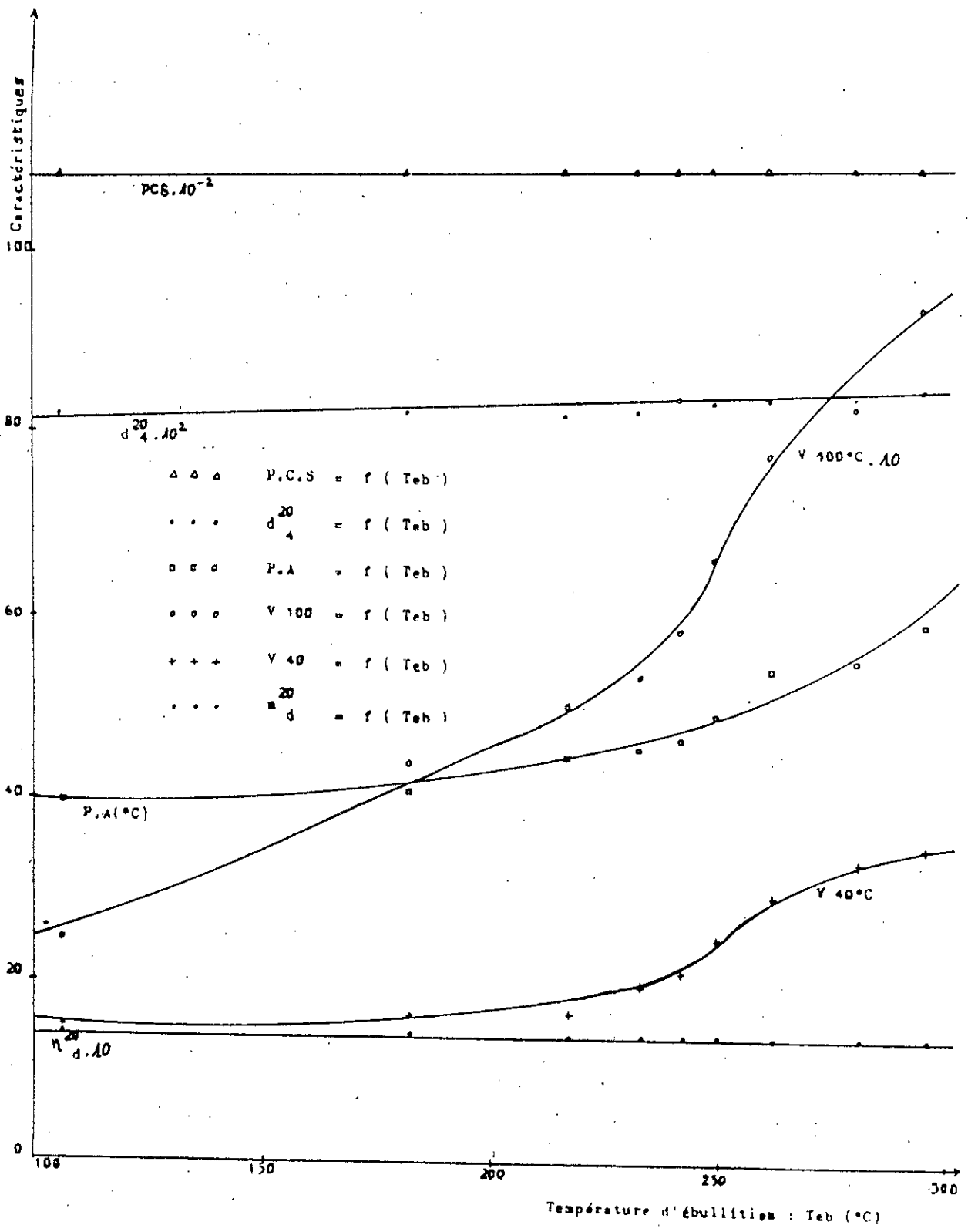


Fig 9 : Variation des différentes caractéristiques en fonction de la température d'ébullition des fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile neuve 20 W 50.

- Le point d'aniline augmente, le pourcentage en Carbone aromatique diminue, la tendance des fractions s'avère paraffinique ou naphténo-paraffinique.

I.5.1.4. Détermination des tendances des fractions recueillies:

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.

Plusieurs méthodes ont été développées, nous citons:

1) La méthode n.d.PA:

Elle est basée sur la mesure de l'indice de réfraction n , de la densité d , du point d'aniline PA et sur l'utilisation des deux formules linéaires citées en Annexe N° 1.

Les résultats sont regroupés dans le tableau N° 8.

Parmi toutes les corrélations que nous avons utilisées, nous avons choisi celle qui donnait de meilleur résultat pour le calcul de la masse moléculaire, à savoir:

$$\text{Log}_{10} M = 0,001978 \text{ Teb } (^{\circ}\text{C}) + 1,9394 + \text{Log}_{10} (2,15 - n_d^{30}) \quad (2)$$

COMPOSITIONS			
FRACTION N°	% CA	% CN	% CP
1	17,2	48,2	34,6
2	18,6	44,4	37,0
3	17,5	42,6	39,9
4	23,7	33,0	43,3
5	22,9	33,7	43,4
6	23,8	30,3	45,9
7	25,4	23,8	50,8
8	25,5	23,2	51,3
9	23,5	21,9	54,6

Tableau N° 8: Compositions en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

2) La méthode n.d.M:

Cette méthode nécessite la connaissance de trois caractéristiques: l'indice de réfraction n , la densité d , la masse moléculaire M et permet de calculer directement par des formules (voir annexe N° 1) les pourcentages d'atomes de carbone CA , CN et CP présents dans les éléments aromatiques, naphténiques et paraffiniques des diverses molécules complexes d'une huile.

Les résultats sont reportés dans le tableau N°9.

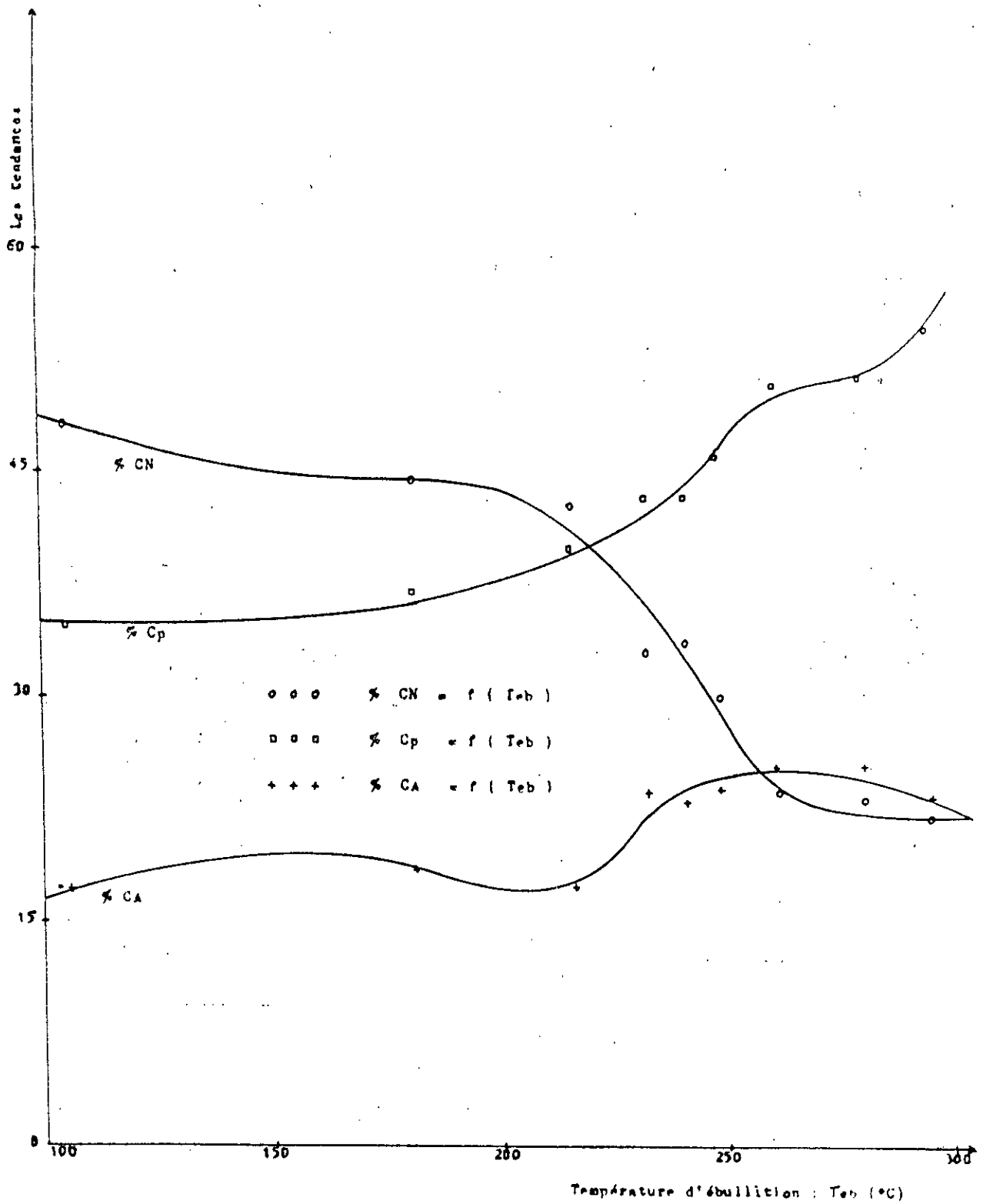


Fig 10 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile neuve en fonction de la température d'ébullition.
(Méthode n.d. P.A).

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	20,0	80,0	00,0
2	12,7	54,0	33,3
3	09,2	47,4	43,4
4	18,9	28,1	53,0
5	17,5	29,9	52,6
6	20,4	27,7	51,9
7	23,0	20,8	56,2
8	22,0	18,9	59,1
9	20,5	20,0	59,5

Tableau N° 9: Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

Commentaire:

Nous constatons que d'après les résultats obtenus (tableaux N° 8 et N° 9), les deux méthodes (n.d.PA. et n.d.M) donnent globalement les mêmes tendances sauf pour la première fraction.

Le graphique de la figure 11 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

3) La méthode de RIAZI-DAUBERT:

La fraction molaire des paraffines, naphtènes et aromatiques est définie respectivement par X_a , X_n et X_p .

Ces fractions molaires sont basées sur la mesure de la réfractivité intercept R_i , la viscosité gravity fonction VGF ou la viscosité gravity constant VGC (voir annexe N°1)

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 10:

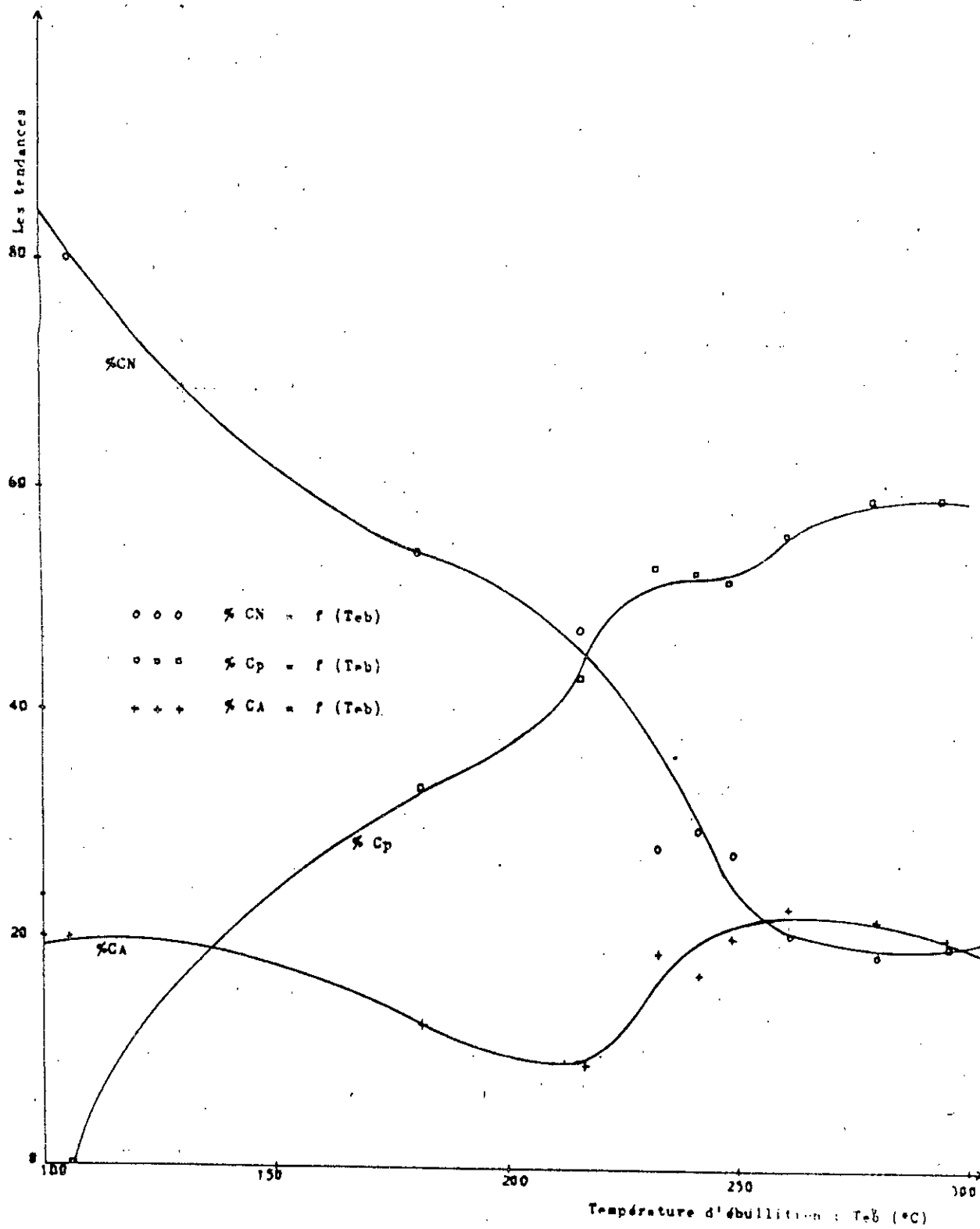


Fig 11 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile neuve en fonction de la température d'ébullition.
(Méthode n.d. M).

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% Xa	% Xn	% Xp
1	00	50	50
2	00	50	50
3	00	40	60
4	10	20	70
5	10	20	70
6	10	10	80
7	20	00	80
8	10	00	90
9	10	10	80

Tableau N° 10: Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des fractions obtenues.

Commentaire:

La méthode de RIAZI-DAUBERT semble ne pas faire la distinction entre les naphtènes et les paraffines (du fait des substitutions).

En ce qui concerne les aromatiques, à partir de la fraction N°4, on constate que le pourcentage se stabilise autour de 10%.

Les méthodes n.d.PA et n.d.M. donnent 20%.

Il est possible d'avancer de ce fait que la méthode de RIAZI-DAUBERT ne semble pas appropriée pour ce type d'huile.

I.5.2. DISTILLATION SOUS VIDE:

La fraction N° 10 (résidu) issue de la distillation fractionnée atmosphérique va subir une distillation sous vide.

Cette distillation sous vide a été utilisée pour le fractionnement des produits contenant des hydrocarbures lourds dont les températures d'ébullition normales seraient supérieures au seuil de craquage (voir appareillage et mode opératoire en annexe N° 3).

I.5.2.1. Distillation sous vide de l'huile neuve:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume de charge : 202 ml
- Domaine de température sous vide: 80 + 280°C
- Domaine de pression centré: 7 mbar

A la fin de l'expérience, dix fractions ont été recueillies .

Les résultats sont regroupés dans le tableau N° 11.

Fraction N°	Intervalle de température sous vide(°C)	Volume recueilli (ml)	% Volumique	Température équivalente à pression atmosphérique (°C)
1	80 - 212	20	9,9	220 - 380
2	212 - 220	20	9,9	380 - 390
3	220 - 231	20	9,9	390 - 402
4	231 - 240	20	9,9	402 - 412
5	240 - 248	20	9,9	412 - 423
6	248 - 258	20	9,9	423 - 435
7	258 - 270	20	9,9	435 - 448
8	270 - 276	20	9,9	448 - 454
9	276 - 280	28	13,8	454 - 460
10	280 +	14(résidu)	6,9	460 +

Tableau N° 11: Fractions issues de la distillation sous vide de l'huile neuve.

I:5.2.2. Détermination de l'indice de réfraction (n_D^{20}), la densité (d_4^{20}), le point d'aniline (PA), la viscosité à 40°C ($V_{40°C}$) et à 100°C ($V_{100°C}$), le pouvoir calorifique (PCS) et la température d'ébullition T_{eb} (°C) pour les différentes fractions.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 12.

Fraction N°	n_d^{20}	d_4^{20}	PA(°C)	$V_{40}^{(cat)}$	$V_{100}^{(cat)}$	PCS (cal/g)	Teb (°C)	M.M (g)
1	1,4792	0,8792	78	74,56	9,22	11026	300	229
2	1,4843	0,8795	81	80,12	15,50	11203	385	334
3	1,4854	0,8802	84	106,10	19,30	11294	396	351
4	1,4872	0,8844	90	125,03	22,70	11365	407	368
5	1,4931	0,8932	92	135,00	27,50	11374	417,5	382
6	1,4949	0,8986	95	170,02	32,13	11389	429	402
7	1,4975	0,8997	97	180,03	34,56	11415	441,5	424
8	1,4980	0,9026	101	200,15	36,42	11472	451	442
9	1,5000	0,9078	105	281,51	52,62	11525	457	453
10	Résidu sous vide							

leau N° 12: Caractéristiques des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile neuve.

I.5.2.3. Graphes des différentes caractéristiques en fonction de la température d'ébullition:

Le graphique de la figure 12 montre la variation de l'indice de réfraction n_d^{20} , la densité d_4^{20} , le point d'aniline PA, la viscosité à 40°C ($V_{40}^{(cat)}$) et à 100°C ($V_{100}^{(cat)}$), le pouvoir calorifique PCS, en fonction de la température d'ébullition.

I.5.2.4. Détermination des tendances des différentes fractions:

1) La méthode n.d.PA:

Cette méthode permet de définir la tendance de chacune des fractions recueillies (% Ca, % Cn, % Cp).

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 13.

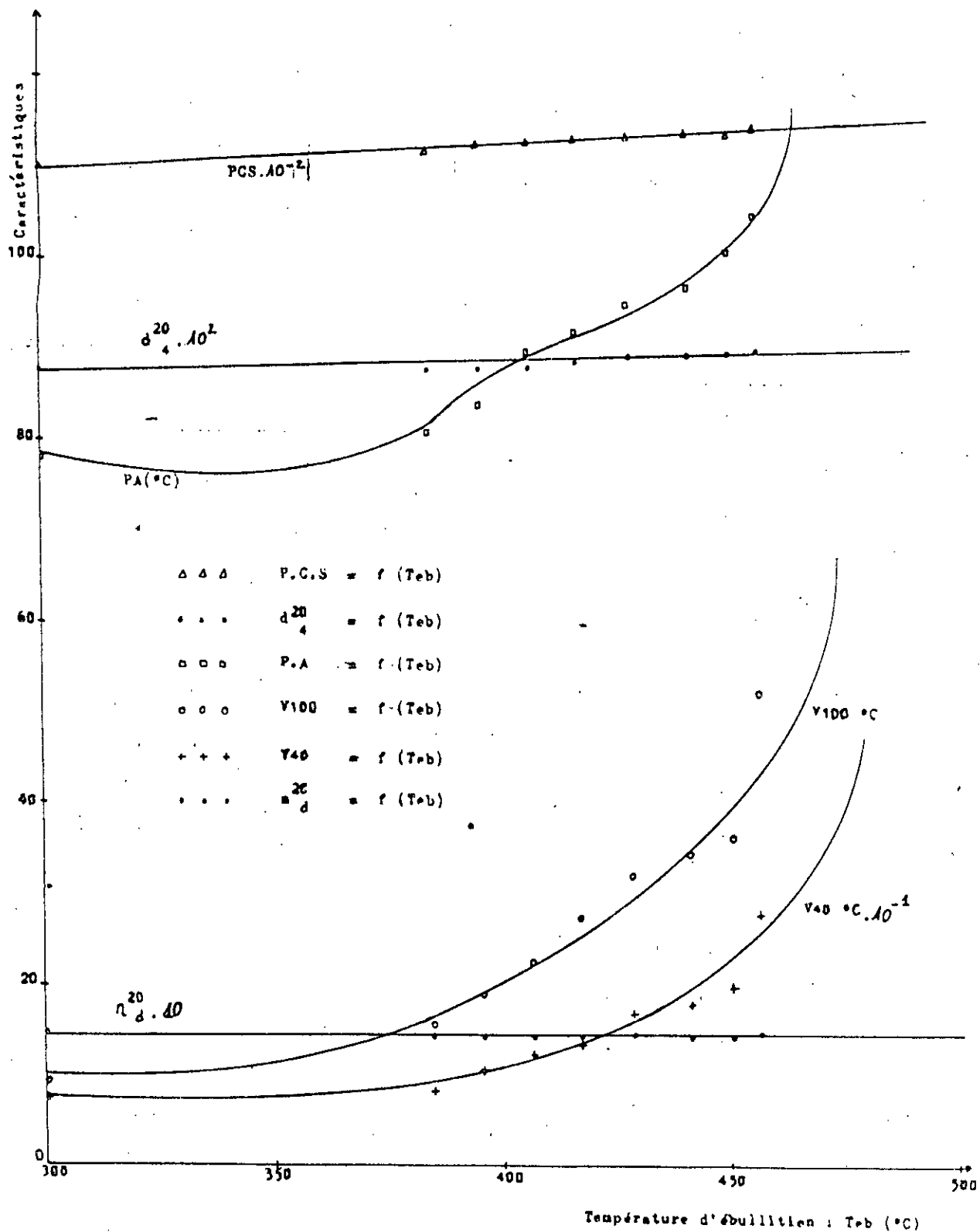


Fig 12 : Variation des différentes caractéristiques en fonction de la température d'ébullition des fractions issues de la distillation sous vide de l'huile neuve.

COMPOSITIONS			
FRACTION N°	% CA	% CN	% CP
1	5,0	37,6	57,4
2	9,2	28,4	62,4
3	9,1	25,9	65,0
4	7,1	23,8	69,1
5	8,5	21,0	70,5
6	6,8	21,3	71,9
7	8,4	17,3	74,3
8	6,3	17,0	76,7
9	4,7	16,4	78,9

Tableau N° 13: Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

Le graphique de la figure 13 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

2) La méthode n.d.M:

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau N° 14.

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	4,2	58,7	37,1
2	7,5	37,3	55,2
3	8,4	34,5	57,1
4	8,1	35,3	56,6
5	23,3	21,0	55,7
6	18,9	26,9	54,2
7	11,9	31,1	57,0
8	10,9	33,0	56,1
9	10,6	35,2	54,2

Tableau N° 14: Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

Commentaire:

D'après le tableau N° 14, il s'avère que toutes les fractions sont de tendance paraffinique, à l'exception de la fraction N° 1 qui semble avoir une tendance naphténique.

La méthode n.d.PA a été réalisée et aboutit globalement aux mêmes tendances.

Le graphique de la figure 14 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

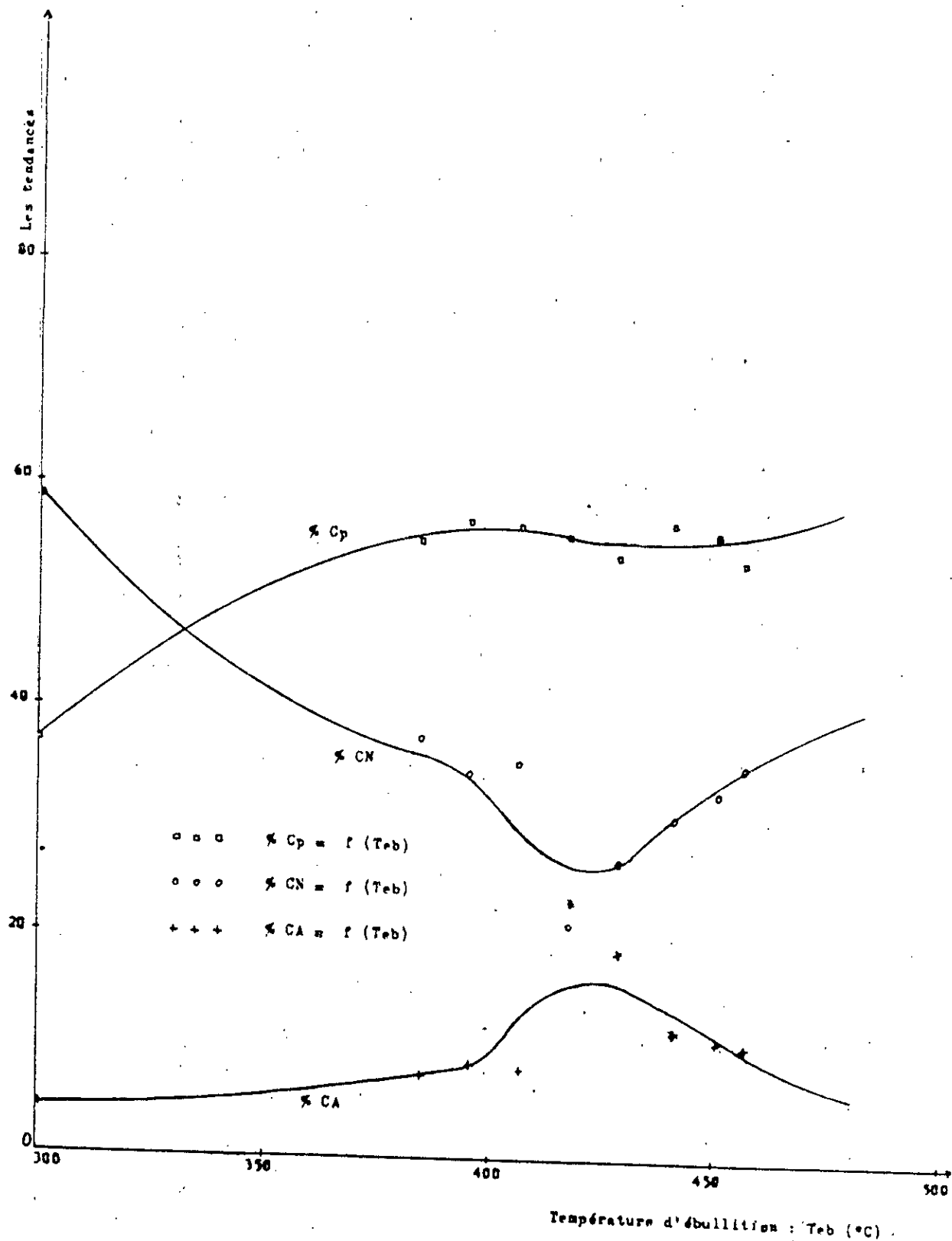


Fig 14 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile neuve en fonction de la température d'ébullition.
 (Méthode n. d. M).

II. HUILE USAGEE SAE 20 W 50 VIDANGEE APRES 5000 KM DE FONCTIONNEMENT D'UN VEHICULE DE TYPE R₄ (TL)

II.1. CARACTERISTIQUES DU MOTEUR:

Pour même approcher les conditions réelles de fonctionnement, nous avons opté pour un véhicule de type Renault, l'année de mise en circulation est 1984, le moteur disposé à l'avant comprend 4 cylindres, à arbres à cames.

Les caractéristiques techniques données par le constructeur sont:

1. Alesage : 58 mm
2. Course : 80 mm
3. Cylindrée : 845 cm³
4. Puissance fiscale : 4 cv
5. Taux de compression : 8/1
6. Régime de ralenti : (700 ± 25) tr/mn.
7. Carburateur : Zenith 32 IF 7.

REGIME DE MARCHE DU MOTEUR:

Les caractéristiques supplémentaires suivantes ont été relevées:

- . Vitesse moyenne pendant la circulation: 80 km/h
- . Type de service: - ville : 30%
- route : 70%
- . Kilométrage journalier moyen : 100

II.2. CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE USAGEE A L'ETAT BRUT:

II.2.1. ASPECT EXTERIEUR:

C'est une huile noire, opaque, visqueuse, très chargée, et présente des particules solides en suspension.

II.2.2. ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DE L'HUILE USAGEE ET DE L'HUILE NEUVE:

Cette analyse consiste en la détermination des caractéristiques principales de cette huile.

Ces paramètres permettront d'évaluer l'efficacité du processus de régénération.

Les résultats de l'analyse de l'huile usagée brute comparés à celle de l'huile neuve sont reportés dans le tableau N° 15.

Ces résultats représentent une moyenne de plusieurs manipulations à partir des essais normalisés.

Analyses	Huile neuve (HN)	Huile usagée (HU)
²⁰ Densité (d ₄)	0,8800	0,8963
Viscosité à 40° C (cst)	138,00	135,5
Viscosité à 100° C (cst)	19,21	16,76
Indice de viscosité	132	119
Viscosité Engler à 40°C	18,17	17,78
Point éclair (°C)	244	240
Point de feu (°C)	282	266
Point d'écoulement (°C)	- 21	-22
Point d'aniline (°C)	116	98
Carbone Conradson (% P)	0	2,8
Teneur en eau (% V)	0	0,56
Teneur en sédiment (% P)	0	0,65
Pouvoir calorifique (cal/g)	10785,9	10526,2
T.A.N. (mg KOH/g)	2,4	3,25
T.B.N. (mg KOH /g)	6,7	3,29
Teneur en chlore (ppm)	428	2722
Couleur	4,5	dil > 8
Teneur en soufre (% P)	0	0,55
Cendres sulfatées (% P)	0,801	0,995
Indice de réfraction	1,4886	---
Dilution (% V)	--	1,5

Tableau N°15: Détermination des caractéristiques principales selon les normes de l'huile neuve et de l'huile usagée SAE 20 W 50.

Commentaire:

Si nous devons comparer les propriétés principales de l'huile neuve et de l'huile usagée, nous constatons les points suivants:

- DENSITE:

L'augmentation de la densité peut provenir vraisemblablement d'une présence d'eau dans le carter du moteur ainsi que la contribution certaine du carbone conradson, provenant du cracking de l'huile et aussi à la présence d'autres polluants. La présence d'eau, de l'essence ou du Gas-oil est dû à un mauvais fonctionnement du moteur et à la condensation du carburant pendant le fonctionnement du moteur.

Les quantités de polluants dans l'huile usagée sont variables.

Cependant, les raisons qui peuvent être la cause de cette pollution pourraient être les suivantes: (21)

- * Périodicité de vidange trop longue.
- * Mauvaise étanchéité de la segmentation.
- * Système d'injection défaillant.
- * Système de filtration d'air encrassé.

- LA VISCOSITE:

La chute de viscosité peut être due à la présence de carburant dans l'huile (fuite dans le circuit d'essence avec introduction directe du combustible dans le carter), d'où nécessite de mesurer la dilution. Cette dernière est en relation directe avec cette chute de viscosité du lubrifiant. Elle peut cependant être due vraisemblablement aussi au cracking des hydrocarbures lourds en chaîne courte de faible viscosité.

- TENEUR EN CARBONE(22):

Cette augmentation de la teneur en carbone, en dehors d'un cracking très sévère dû à une mauvaise carburation peut être causée par une mauvaise injection ou un défaut d'étanchéité de segmentation (en particulier, pendant le rodage de la voiture), c'est une caractéristique essentielle de l'huile moteur.

- TENEUR EN SEDIMENTS:

La teneur en sédiment peut provenir de différents contaminants (eau, essence, usure des métaux).

- La chute du point d'éclair, point de feu, peut s'expliquer par la dilution de l'huile usagée qui provient très souvent d'un démarrage à froid ou d'une mauvaise étanchéité de la chambre de combustion.

- POINT D'ANILINE:

L'abaissement du point d'aniline pourrait provenir d'une aromatisation secondaire des paraffines et surtout des naphtènes, ce qui conduirait avec la désalkylation des aromatiques à un abaissement du point d'aniline.

- DILUTION:

Cette dilution est importante, car elle permet de repérer les mauvais fonctionnements du moteur (température du circuit de fonctionnement très basse, carburation ou injection défectueuse).

Elle fournit aussi des informations très importantes se rapportant à la conduite ou à l'entretien:

- * Mauvais état de la segmentation.
- * Déréglage des pompes d'injection et des injecteurs.
- * Fuites dans le circuit de carburant.
- * Ainsi que sur les risques d'explosion du carter.

- TENEUR EN EAU:

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

En service, le lubrifiant peut être pollué par l'eau. Cette eau est bien souvent le résultat de condensations qui existent dans le carter du moteur mais aussi elle peut provenir des fuites au niveau de la réfrigération.

- Le caractère acide et basique peut provenir en majeure partie des additifs qui ont pu être consommés par l'huile pendant le service.

La dégradation des additifs a pour origine principale une surchauffe ou un mauvais fonctionnement du moteur.

- LA TENEUR EN SOUFRE ET CENDRES SULFATEES:

Elles pourraient provenir du passage de l'essence dans le carter.

La teneur en soufre de l'essence est relativement importante par rapport à celle de l'huile (0,87 % en masse)(14).

Le tableau N° 16 suivant montre quelques limites acceptables pour certaines caractéristique requises pour qu'un lubrifiant assure l'objectif qui lui est assigné (11), (22), (23).

CARACTERISTIQUES	LIMITES REQUISES
Teneur en carbone (% P)	0 à 3
Teneur en eau (% V)	0 à 11
L'acidité (mg KOH/g)	0,6 à 4,2
Teneur en chlore (ppm)	37 à 4950

Tableau N° 16 : Limites données et admises pour quelques caractéristiques principales d'un lubrifiant.

III. ANALYSE DES METAUX EN TRACE DANS L'HUILE USAGEE ET L'HUILE NEUVE:

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 17 (en ppm)

METAUX	HUILE NEUVE 20 W 50	HUILE USEE (5000 Km)
Pb	--	100,20
Zn	1022	1420
Fe	--	167,6
Cr	--	9,3
Mg	341,10	630,7
Al	--	23,4
Ba	--	1,47
Ca	632,60	> 900
Cu	27,87	123

Tableau N° 17 : Détermination de la teneur en métaux d'usure l'huile neuve et de l'huile usagée catégorie SAE 20 W 50.

Commentaire:

L'huile usagée brute contient des métaux lourds en teneurs relativement importantes: Pb, Ca, Zn, Fe, Mg, dont les provenances seraient les suivantes.

- * Le plomb pourrait provenir principalement de la pollution de l'huile par de l'essence à base de tétra-éthyl de plomb.
- * Le fer pourrait provenir de l'érosion des pièces du "moteur en fonte et en acier.
- * L'aluminium peut avoir comme origine l'usure des pistons et d'autres métaux divers.
- * Le cuivre et le chrome proviendraient de l'usure des coussinets et des paliers, ce sont des alliages d'autres métaux qui rentrent dans la composition des organes du moteur.
- * Les autres éléments métalliques peuvent provenir des additifs présents dans l'huile et sont aussi le résultat de l'usure et de la corrosion.

II.4. VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE AVEC LA TEMPERATURE:

La cohérence du film d'huile comme interface piston chemise, en fonction de la température, est l'une des caractéristiques les plus importantes d'une huile.

Pour l'huile neuve et l'huile usagée, nous avons étudié la variation de la viscosité avec la température (tableau N° 18 et figure N° 15).

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 (24). Cette résistance est directement proportionnelle à la viscosité du lubrifiant utilisé.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 18 et le graphique de la figure N° 15 montre la variation des viscosités de l'huile neuve et de l'huile usagée en fonction de la température.

T(°C)	20	30	40	50	60	70	80	90	100
V (cst) Huile Usée	317,33	126,66	77,33	50,66	37,33	26,66	22,00	17,33	16,32
V (cst) Huile Neuve	423,5	258,2	176,5	128,11	86,32	56,73	38,00	26,13	22,12

Tableau N° 18: Variation de la viscosité de l'huile neuve et usagée avec la température.

Commentaire:

La viscosité de l'huile usée (huile naphténo-paraffinique) varie plus vite que la viscosité de l'huile neuve (huile paraffinique), cela veut dire qu'avec l'huile usagée, les risques de rupture du film d'huile entre chemises et pistons sont plus importants. Ce qui pourrait conduire à des points chauds susceptibles de détériorer le moteur .

Il y a en fait une perte de performance notable aux alentours de 30°C entre les deux huiles.

A température élevée, il y a une convergence dans les valeurs de la viscosité, la différence maximale se situe à 30°C (132 cst).

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

II.5. ANALYSE PAR SPECTROMETRIE INFRA-ROUGE: (20), (22), (25)

Dans le but de compléter les investigations sur les huiles usagées et neuves, il nous a paru intéressant de procéder à une analyse infrarouge, les pics les plus intenses sont représentés dans le tableau N°19.

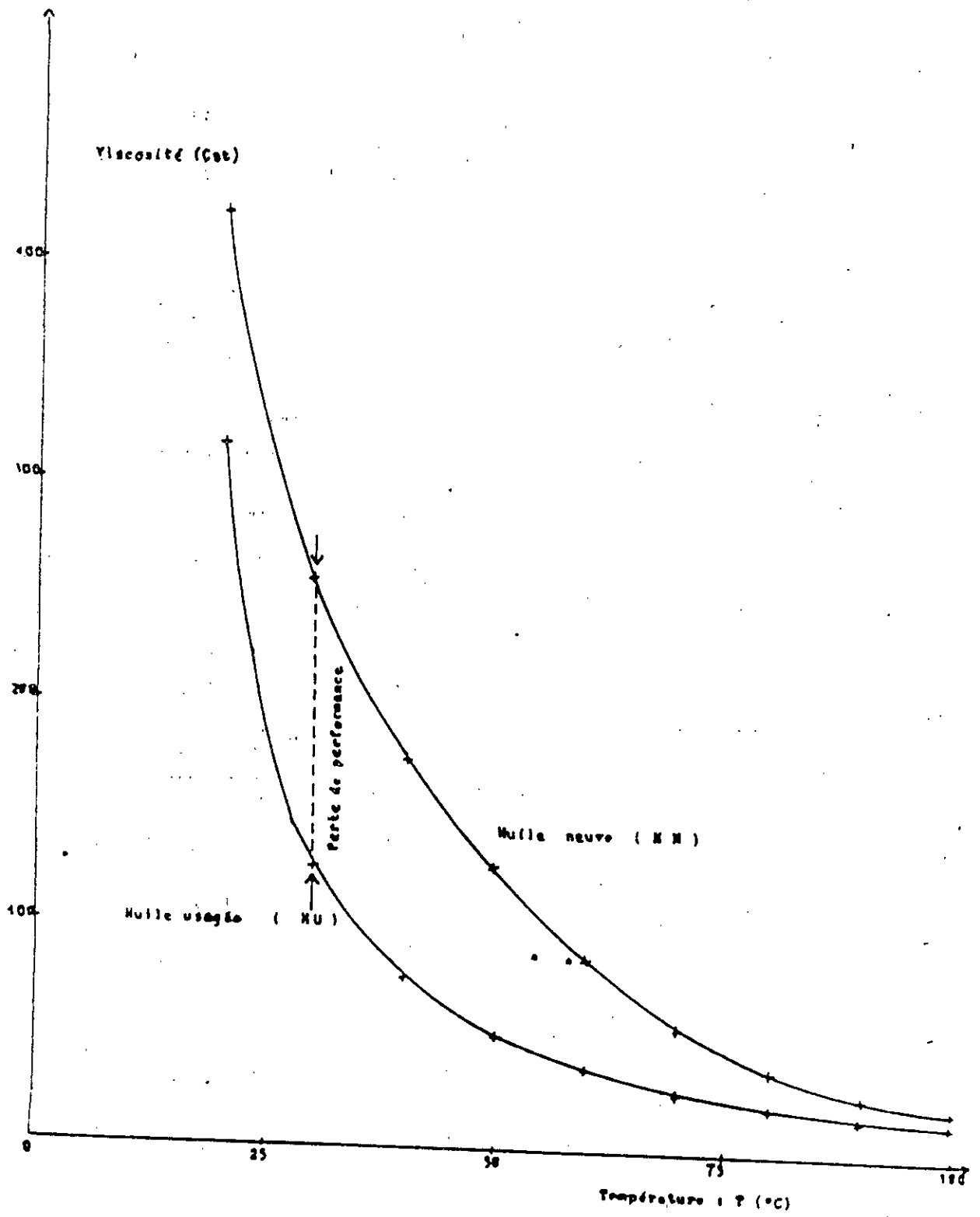


Fig 15 : Variation de la viscosité d'une huile avec la température.

	Huile neuve SAE 20 W 50	Huile usagée SAE 20 W 50	Attribution probable
1/λ (cm ⁻¹)	3606	3616	OH vibration de déformation
% T	6,64	9,90	
1/λ (cm ⁻¹)	—	2970	C-H, vibration de valence, alcanes et cycloalcanes
% T	—	3,38	
1/λ (cm ⁻¹)	2772	2786	(- C = C -) Vibration de valence
% T	2,62	3,33	
1/λ (cm ⁻¹)	1779	1784	$\begin{array}{c} \diagdown \quad \diagup \\ \text{C} = \text{C} \\ \diagup \quad \diagdown \end{array}$ (aromatique) vibration de valence
% T	22,90	28,64	
1/λ (cm ⁻¹)	1769	1754	
% T	21,54	24,74	
1/λ (cm ⁻¹)	1743	1740	
% T	18,92	23,90	
1/λ (cm ⁻¹)	1721	1714	
% T	10,28	14,44	
1/λ (cm ⁻¹)	1678	1695	
% T	6,92	13,10	
1/λ (cm ⁻¹)	1644	1658	CH ₂ vibration de déformation
% T	4,97	8,87	
1/λ (cm ⁻¹)	1492	1459	
% T	8,38	4,31	- CH ₃ vibration de déformation
1/λ (cm ⁻¹)	1476	1449	
% T	3,56	2,54	Hydrocarbures (essence)
1/λ (cm ⁻¹)	—	1371	
% T	—	2,92	(CH ₂) _n > 4 Vibration de déformation
1/λ (cm ⁻¹)	781	793	
% T	9,49	12,38	
1/λ (cm ⁻¹)	766	761	
% T	7,90	10,77	
1/λ (cm ⁻¹)	717	707	
% T	3,69	4,97	

Tableau N° 19 : Résultats obtenus par analyse infrarouge de l'huile neuve et usagée.

Commentaire:

On remarque que les spectres d'huile usagée sont relativement différents de ceux de l'huile neuve, du fait de l'altération des chaînes hydrocarbonées et de la consommation de certains additifs. Nous constatons ainsi que le pourcentage de transmission correspondant à des pics voisins varie de l'huile neuve vers l'huile usagée pour les mêmes raisons citées précédemment.

II.6. CARACTERISATION PAR DIVERSES METHODES DES PRODUITS HYDROCARBONES ET AUTRES CONTENUS DANS L'HUILE USAGEE:

Après les analyses globales réalisées, la distillation a été mise en oeuvre pour recueillir et analyser les différentes fractions.

II.6.1. DISTILLATION FRACTIONNEE ATMOSPHERIQUE:

Le but de la distillation fractionnée est de séparer les différents hydrocarbures en fonction de leur température d'ébullition.

II.6.1.1. Distillation fractionnée de l'huile usée:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume de la charge en huile usée : 500 ml
- Domaine de température : 62 + 320 °C

A la fin de l'expérience, dix fractions ont été recueillies.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 20

Fraction N°	Domaine de température (°C)	Volume recueilli(ml)	% Volumique
1	62 - 164	16	3,2
2	164 - 212	20	4,0
3	212 - 236	18	3,6
4	236 - 246	24	4,8
5	246 - 252	34	6,8
6	252 - 264	26	5,2
7	264 - 280	45	9,0
8	280 - 310	28	5,6
9	310 - 320	82	16,4
10	320 ⁺	207 (résidu)	41,4

Tableau N° 20: Fractions issues de la distillation fractionnée de l'huile usée (SAE 20 W 50) après 5000 km de fonctionnement.

II.6.1.2. Détermination des principales propriétés: indice de réfraction (n_d^{20}), densité (d_4^{20}), point d'aniline (PA), la viscosité à 40°C ($V_{40}^{(cat)}$) et à 100°C ($V_{100}^{(cat)}$), pouvoir calorifique (PCS) et température d'ébullition des fractions recueillies:

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 21.

Fraction N°	n_d^{20}	d_4^{20}	PA (°C)	$V_{40}^{(cat)}$	$V_{100}^{(cat)}$	PCS (cal/g)	Teb (°C)	M.M (g)
1	1,4630	0,8205	45	1,15	0,12	10304	113	100
2	1,4647	0,8251	48	1,84	0,65	10738	188	140
3	1,4672	0,8252	51	2,00	0,94	10762	224	165
4	1,4700	0,8310	53	2,02	0,97	10675	241	177
5	1,4750	0,8481	55	4,67	1,64	10777	249	182
6	1,4755	0,8517	59	7,49	2,22	10875	258	190
7	1,4765	0,8557	62	10,57	2,78	10898	272	202
8	1,4778	0,8588	65	14,55	3,44	10917	295	224
9	1,4780	0,8597	75	13,45	3,35	10934	315	245

Tableau N° 21: Caractéristiques des différentes fractions issues de la distillation fractionnée de l'huile usée .

Commentaire:

Le point d'aniline augmente régulièrement, ce qui caractérise un faible pouvoir solvant caractéristique entre autres des paraffines.

II.6.1.3. Graphes des différentes caractéristiques en fonction de la température d'ébullition:

Le graphique de la figure 16 montre la variation de l'indice de réfraction n_d^{20} , la densité d_4^{20} , le point d'aniline PA, la viscosité à 40° C et à 100° C, le pouvoir calorifique PCS en fonction de la température d'ébullition.

II.6.1.4. Détermination des tendances des fractions recueillies:

Deux méthodes empiriques ont été utilisées, il s'agit des méthodes n.d.PA et n.d.M.

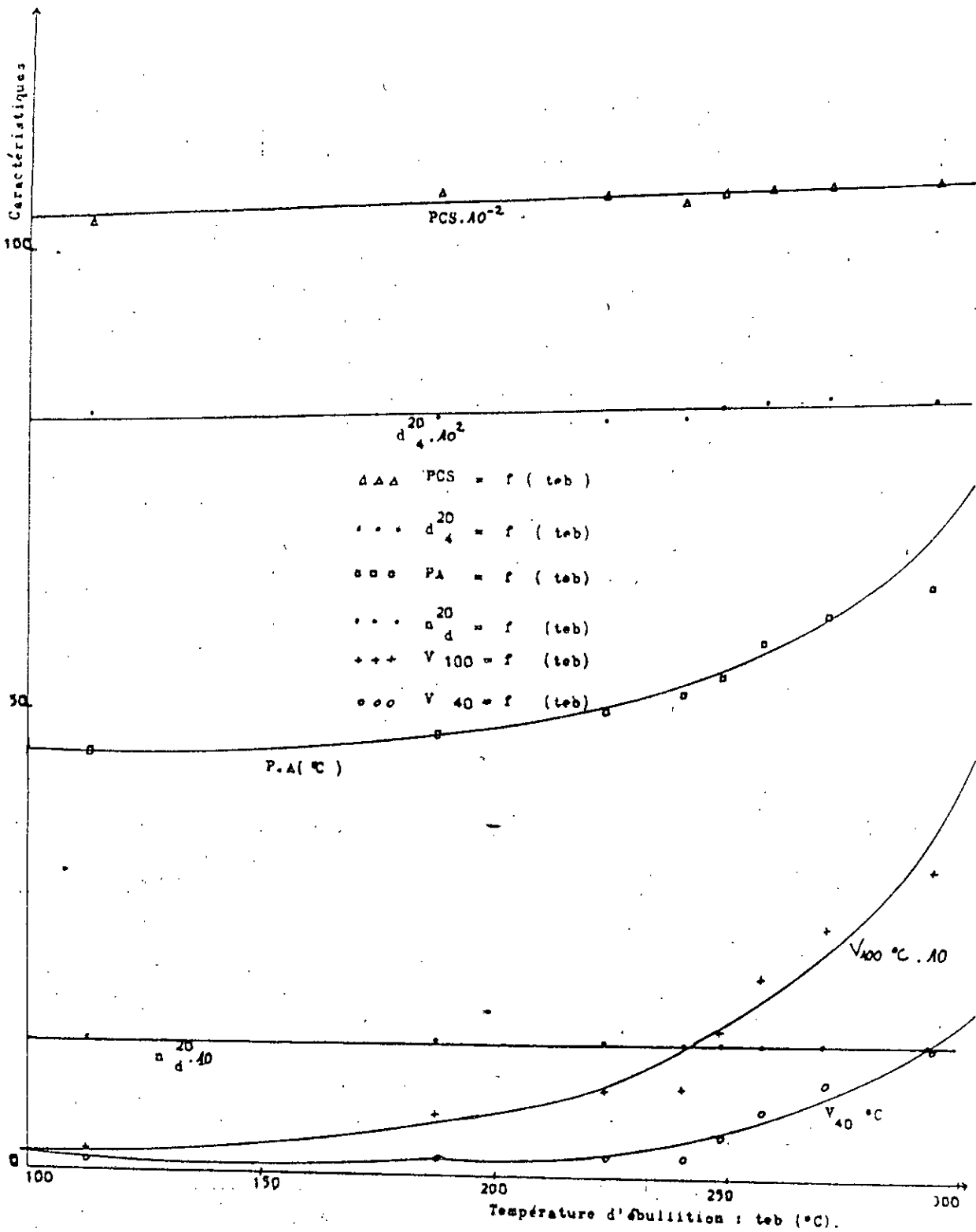


Fig 16 : Variation des différentes caractéristiques en fonction de la température d'ébullition des fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile usée.

1) La méthode n.d.PA:

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 22.

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	26,2	29,0	44,8
2	24,9	28,8	46,3
3	26,5	23,5	50,0
4	26,0	23,0	51,0
5	22,5	28,7	48,8
6	20,1	29,1	50,8
7	18,3	29,5	52,2
8	17,3	28,7	54,0
9	13,9	24,5	61,6

Tableau N° 22: Composition en aromatiques, en naphthènes et en paraffines des différentes fractions.

Commentaire:

D'après les résultats obtenus:

Il s'avère que les fractions 1,2 ont une tendance naphthéno-paraffinique, les fractions 3,4,5,6,7,8,9 ont une tendance paraffinique.

Le graphique de la figure 17 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

2) La méthode n.d.M:

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau N° 23.

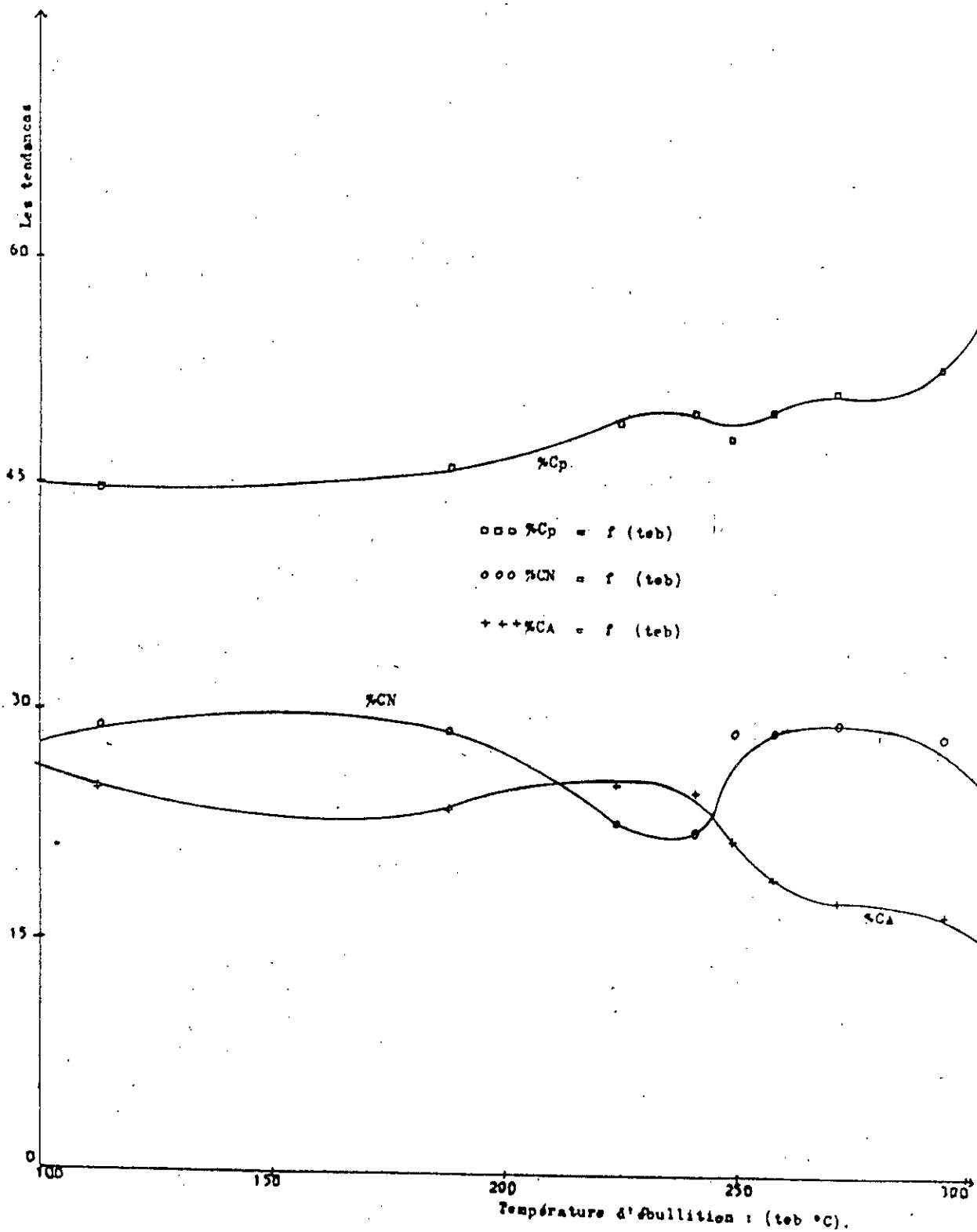


Fig 17 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile usée en fonction de la température d'ébullition.
(Méthode n. d. PA).

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	36,7	43,0	20,3
2	26,1	27,2	46,7
3	24,8	13,1	62,1
4	23,8	13,7	62,5
5	21,3	31,1	47,6
6	19,5	31,5	49,0
7	17,5	35,5	47,0
8	15,8	30,9	53,3
9	14,1	29,4	56,5

Tableau N° 23 : Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

Commentaire:

D'après les résultats obtenus, il s'avère que les fractions 2,5,6,7 ont une tendance naphténo-paraffinique, les fractions 3,4,8,9 ont une tendance paraffinique.

D'une façon générale, les deux méthodes montrent une tendance paraffinique croissante des fractions.

Le graphique de la figure 18 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

II.6.2. DISTILLATION SOUS VIDE:

La fraction N° 10(résidu) issue de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile usée va subir une distillation sous vide, et ceci pour éviter le cracking.

II.6.2.1. Distillation sous vide de l'huile usée:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume de la charge en huile usée: 207 ml
- Domaine de température sous vide : 114 + 290 °C
- Domaine de pression centré: 7 mbar.

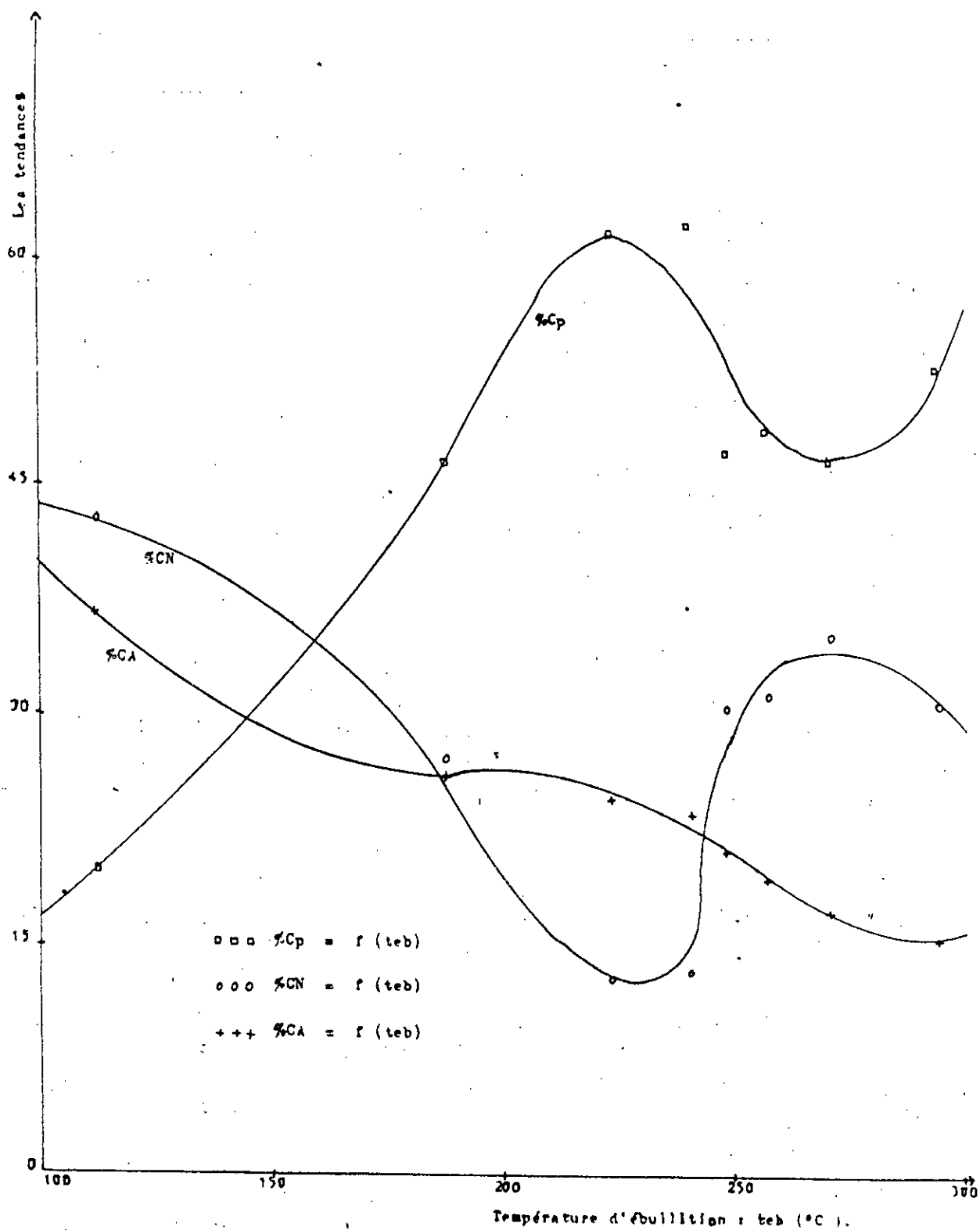


Fig 18 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation fractionnée atmosphérique de l'huile usée en fonction de la température d'ébullition.
(Méthode n.d.M).

A la fin de l'expérience, dix fractions ont été recueillies.

Les résultats sont regroupés dans le tableau N° 24.

Fraction N°	Intervalle de température sous vide(°C)	Volume recueilli (ml)	% Volumique	Température équivalente à pression atmosphérique (°C)
1	114- 212	20	9,7	260 - 380
2	212 - 218	20	9,7	380 - 388
3	218 - 230	20	9,7	388 - 400
4	230 - 240	20	9,7	400 - 413
5	240 - 248	20	9,7	413 - 422
6	248 - 258	20	9,7	422 - 434
7	258 - 272	20	9,7	434 - 450
8	272 - 282	20	9,7	450 - 462
9	282 - 290	35	16,9	462 - 470
10	290 +	12(résidu)	5,7	470 +

Tableau N° 24: Fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usée .

II.6.2.2. Détermination des principales propriétés:
indice de réfraction (n_D^{20}), densité (d_4^{20}),
point d'aniline (PA), viscosité à 40°C
(V_{40}^c) et à 100°C (V_{100}^c), pouvoir
calorifique (PCS) et température d'ébullition
des fractions recueillies:

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 25:

Fraction N°	n_d^{20}	d_4^{20}	PA(°C)	$V_{40^\circ C}^{(cat)}$	$V_{100^\circ C}^{(cat)}$	PCS (cal/g)	Teb (°C)	M.M (g)
1	1,4813	0,8624	83	7,01	2,35	10903	320	249
2	1,4884	0,8695	87	7,24	2,72	10947	384	330
3	1,4915	0,8736	90	10,10	3,98	10972	394	344
4	1,4968	0,8812	94	16,20	5,24	10997	406,5	362
5	1,5001	0,8865	95	32,30	8,02	11100	417,5	378
6	1,5016	0,8897	96	60,40	8,45	11210	428	396
7	1,5028	0,8976	97	66,60	8,71	11392	442	421
8	1,5087	0,9058	99	74,50	8,93	11477	456	445
9	1,5100	0,9101	101	89,01	9,70	11587	466	465

Tableau N° 25: Caractéristiques des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usée .

Commentaire:

Le point d'aniline dénote une tendance paraffinique des différentes fractions, le pouvoir calorifique tend à se stabiliser, la viscosité augmente.

II.6.2.3. Graphes des différentes caractéristiques en fonction de la température d'ébullition:

Le graphique de la figure 19 montre la variation de l'indice de réfraction n_d^{20} , la densité d_4^{20} , le point d'aniline PA, la viscosité à 40 °C ($V_{40^\circ C}$) et à 100°C ($V_{100^\circ C}$), le pouvoir calorifique PCS en fonction de la température d'ébullition.

II.6.2.4. Détermination des tendances des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usée:

De la même façon que précédemment, les méthodes empiriques classiques ont été utilisées.

1) La méthode n.d.PA:

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 26.

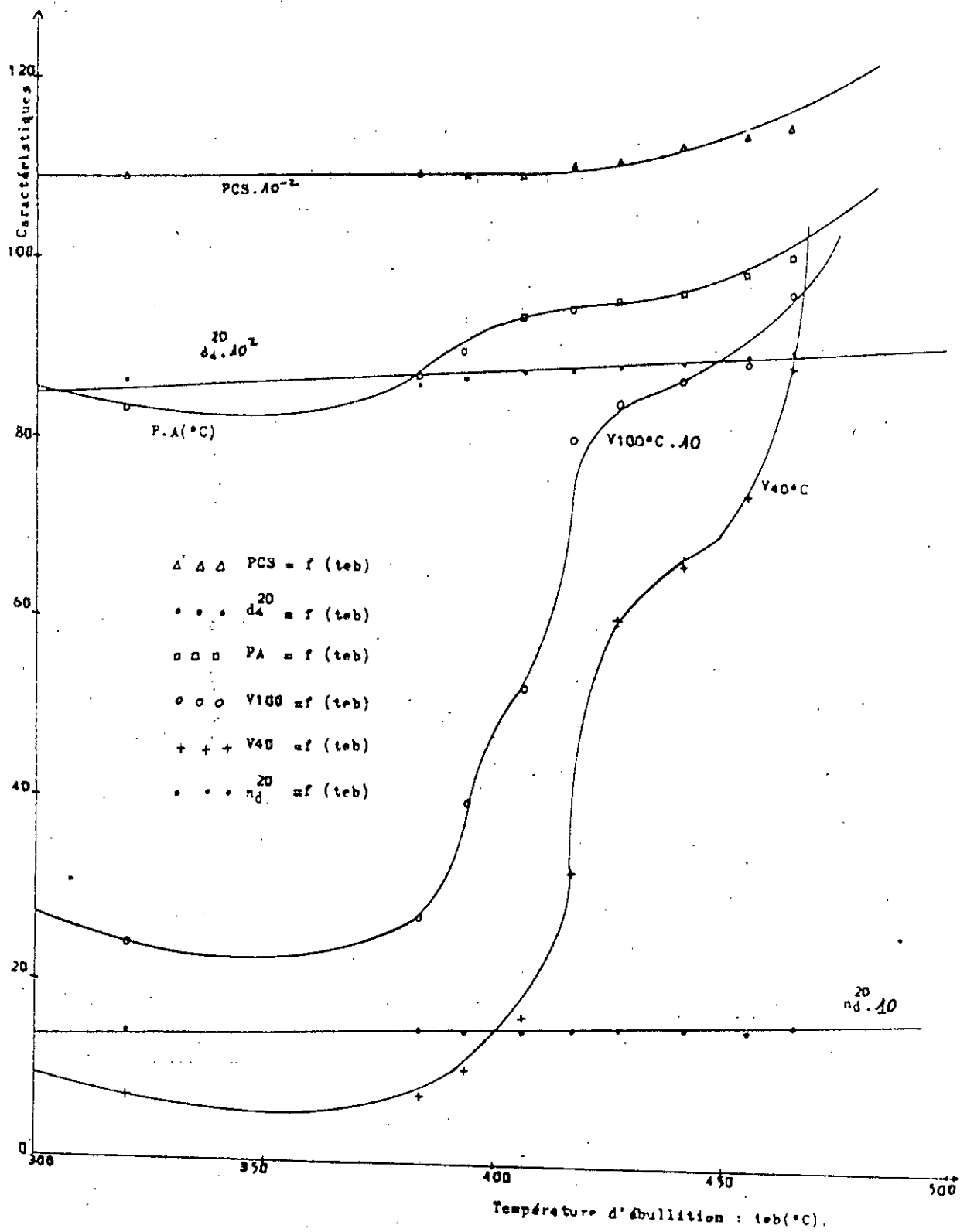


Fig 19 : Variation des caractéristiques des fractions issues de la distillation sous vide en fonction de la température d'ébullition de l'huile usée.

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	13,5	17,8	68,7
2	16,3	10,8	72,9
3	16,6	8,0	75,4
4	17,3	4,2	78,8
5	17,9	3,2	78,9
6	17,7	2,8	79,5
7	14,9	7,2	77,9
8	16,5	3,8	79,7
9	15,2	4,5	80,3

Tableau N° 26: Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

Commentaire:

D'après les résultats du tableau N° 26, il s'avère que toutes les fractions sont de tendance paraffinique. Les aromatiques se stabilisent autour de 15% .

Le graphique de la figure 20 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

2) La méthode n.d.M:

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau N° 27.

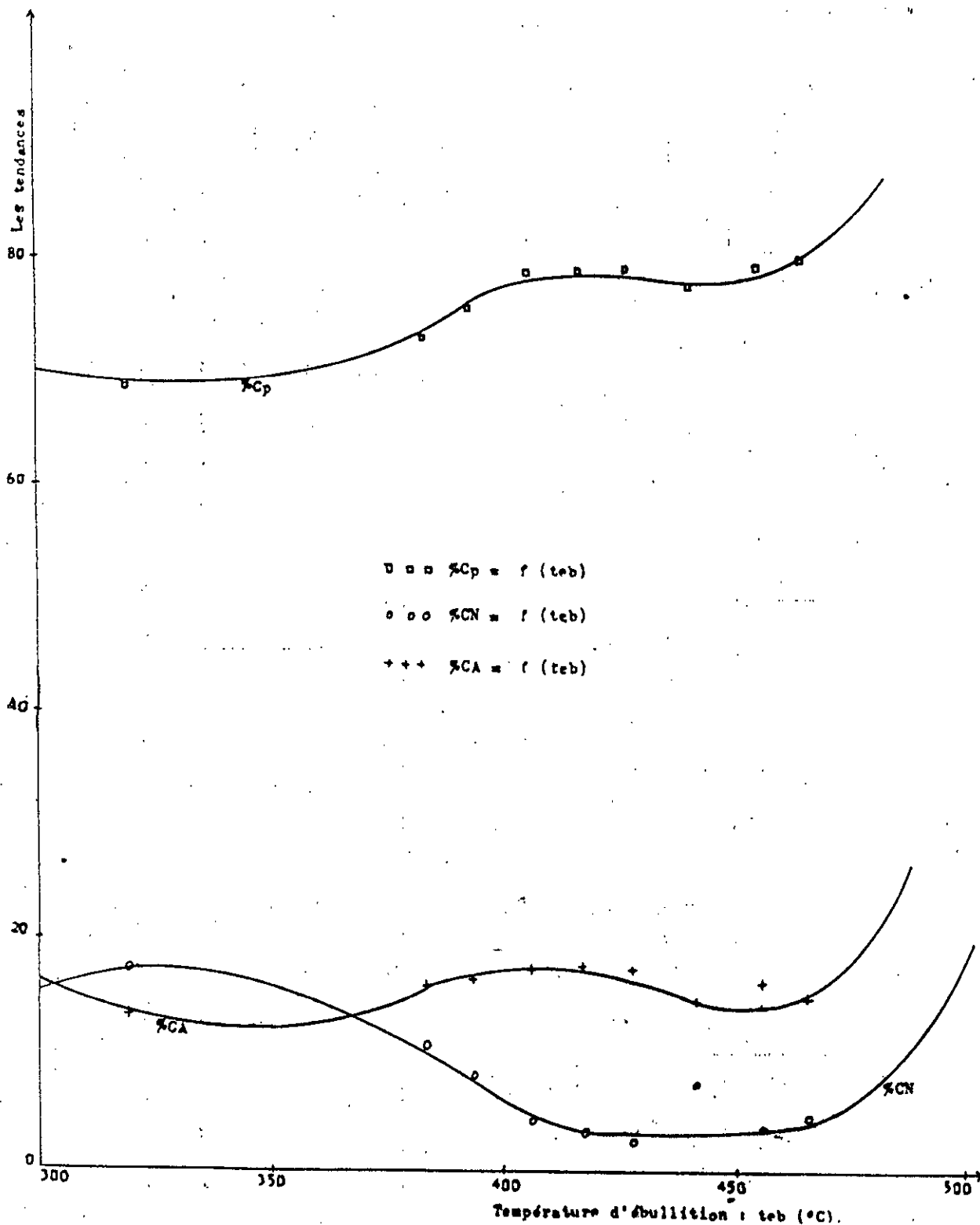


Fig 20 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usée en fonction de la température d'ébullition.
(Méthode n.d. PA).

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	16,7	25,4	57,9
2	17,5	19,1	63,4
3	18,7	12,1	69,2
4	20,6	10,3	69,1
5	21,5	9,5	69,0
6	21,3	9,7	69,0
7	18,6	16,3	65,1
8	20,9	14,1	65,0
9	20,2	16,2	63,6

Tableau N° 27 : Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

Commentaire:

D'après les résultats obtenus dans le tableau N° 27, il s'avère que toutes les fractions sont de tendance paraffinique.

En comparant les résultats obtenus par le biais des deux méthodes, nous constatons :

- Une divergence quant à la proportion en paraffine.
- Une certaine stabilité dans la proportion en aromatique.

Le graphique de la figure 21 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

II.6.3. ANALYSE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DES FRACTIONS ISSUES DE LA DISTILLATION FRACTIONNEE ATMOSPHERIQUE DE L'HUILE USEE:

L'utilisation de la technique de chromatographie permet dans certaines conditions, d'approcher au mieux la composition d'une fraction pétrolière (14).

Afin de pouvoir identifier les composés susceptibles de constituer ces fractions, nous avons fait appel à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.).

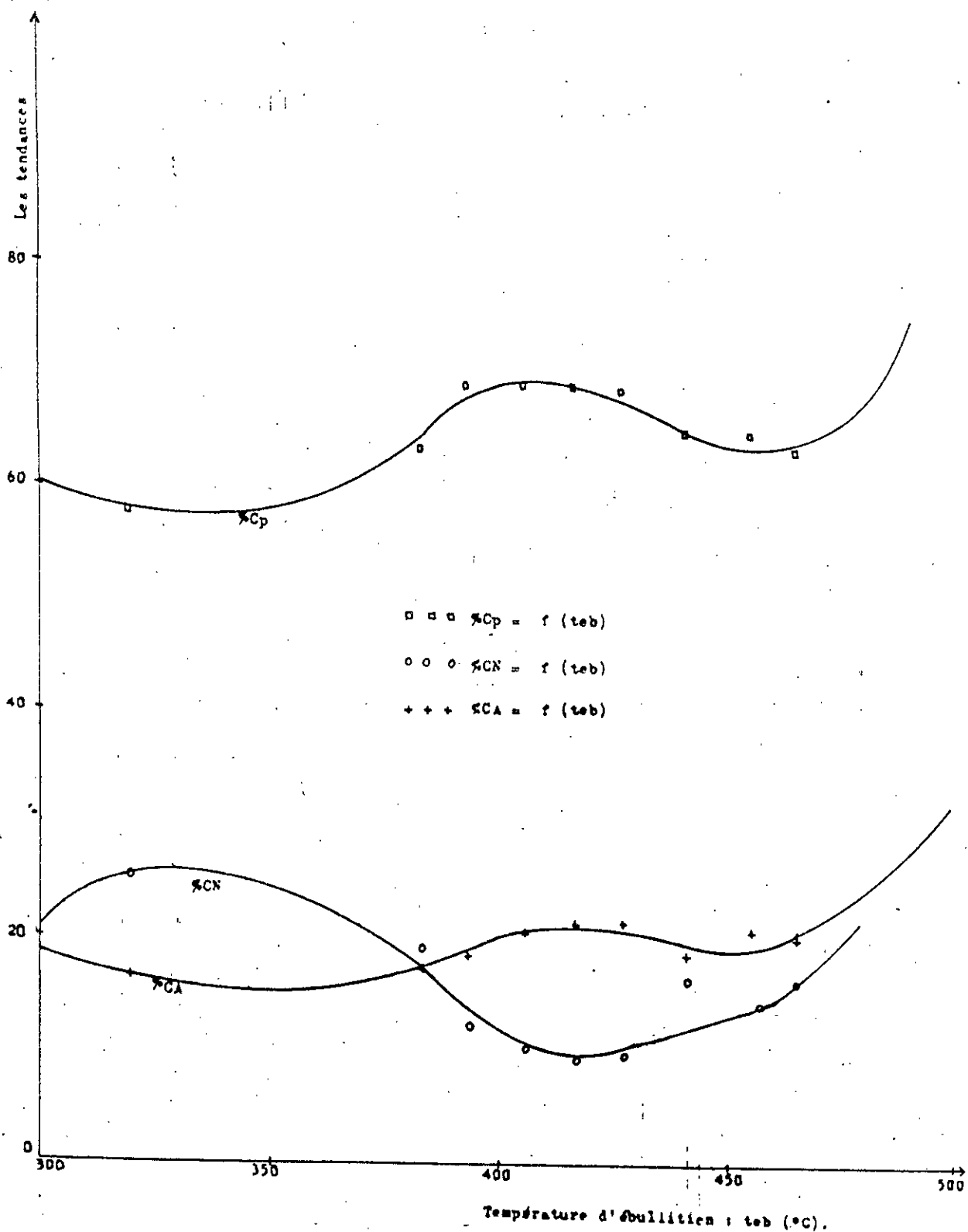


Fig. 21 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile usée en fonction de la température d'ébullition.

(Méthode n.d.M).

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

- Chromatographe utilisé : type PERKIN ELMER N° 8410
- Détecteur à ionisation de flamme.
- Colonne OV 17, longueur: 3 m, diamètre: 4 mm
- Gaz vecteur : Azote (N₂), débit 30 ml / mn
- Débit hydrogène : 33 ml / mn.
- Débit d'air : 337 ml / mn.

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

1) En isotherme: Elle a été menée sous les conditions opératoires suivantes:

- Température de colonne: T_c = 160°C
- Température de l'injecteur : T_i = 180°C
- Température du détecteur : T_d = 350°C
- Quantité injectée : 0,5 microlitres

2) En programmation de température:

Elle a été menée sous les conditions opératoires suivantes:

- Température de colonne: T_c = 60° à 220 °C
- Vitesse de chauffe : 4 °C / mn
- Température de l'injecteur : T_i = 200°C
- Température du détecteur : T_d = 350°C

Pour pouvoir faire une identification, nous avons injecté dans les mêmes conditions, des étalons (n - paraffines) du C₅ au C₂₂.

La méthode des indices de KOVATZ, nous a permis d'identifier les composés existant dans ces fractions.

Connaissant le temps de rétention (tr) et la température d'ébullition (T_{eb}), on peut déterminer à quelle famille un produit injecté appartient (26).

Nous notons que ces fractions sont celles recueillies après distillation fractionnée atmosphérique de l'huile usée après 5000 km de fonctionnement.

Cependant il est possible que des composés oxygénés puissent aussi être ajoutés comme additifs.

L'interprétation est purement qualitative. D'une façon globale les différentes fractions donnent les mêmes spectres, aux compositions près.

Les résultats obtenus par la méthode des indices de KOVATZ sont illustrés dans les tableaux N° 28, 29, pour les neuf fractions.

(les spectres obtenus sont donnés en annexe N° 8)

Fraction N°	Tr	Teb (°c)	Composés
1	3,28	84	Cyclohexane
	4,28	102,75	Ethyl cyclopentane
2	19,53	208,5	C ₁₁ H ₁₆
3	7,00	138	P- Xylène C ₈ H ₁₀
	12,10	175,5	m- Cymène C ₁₀ H ₁₄
	13,33	183	C ₁₀ H ₁₄
4	9,22	156,75	C ₈ H ₁₀
	12,60	178,5	O - Cymène C ₁₀ H ₁₄
5	1,192	12	Cyclobutane
	7,17	138,75	P- Xylène C ₈ H ₁₀
	9,64	159	C ₁₀ H ₁₂ Propyl
	12,54	177	P- Cymène C ₁₀ H ₁₄
	19,11	207,75	C ₁₁ H ₁₆
6	1,512	29,25	Isopropylacétylène (CH ₃) ₂ CHC:CH
	1,753	40,5	CH ₂ :C:(CH ₃) ₂ asym-Diméthylallène
	2,292	58,5	(CH ₃) ₂ CH CH (CH ₃) ₂
	2,681	69	CH ₂ :C(CH ₃)C(CH ₃):CH ₂ Biisopropényl
	4,153	100,5	Méthyl cyclohexane
	19,46	208,5	C ₁₁ H ₁₆

Tableau N° 28 : Identification par C.P.G. des fractions N° 1 à N° 6.

Fraction N°	tr	Teb (°C)	Composés
7	1,508	29,25	Isopropylacétylène (CH ₃) ₂ CHC : CH
	1,752	40,5	CH ₂ : C : (CH ₃) ₂ Asym-Diméthylallène
	2,689	69,75	CH ₂ : C(CH ₃)C(CH ₃) : CH ₂ Biisopropényl
	4,170	100,5	Méthylcyclohexane
	8,61	152,25	Cumène C ₉ H ₁₂
	18,52	205,5	C ₁₁ H ₁₆
	19,49	208,5	C ₁₁ H ₁₆
8	1,494	29	Isopropylacétylène (CH ₃) ₂ CHC : CH
	2,254	57	2-Isohexène (CH ₃) ₂ CHCH : CHCH ₃
	2,637	69	Biisopropényl CH ₂ : C(CH ₃)C(CH ₃) : CH ₂
	19,31	208,5	C ₁₁ H ₁₆
9	1,508	29,25	Isopropylacétylène (CH ₃) ₂ CHC : CH
	2,290	58,5	(CH ₃) ₂ CHCH(CH ₃) ₂
	4,146	100,5	Méthyl cyclohexane
	12,75	178,5	O.Cumène C ₁₀ H ₁₄
	19,40	208,5	C ₁₁ H ₁₆

Tableau N° 29: Identification par C.P.G. des fractions N° 7 à N° 9.

III. REGENERATION ET VALORISATION DE L'HUILE USAGEE SAE 20 W 50
TYPE MOTEUR VIDANGEE APRES 5000 KM DE FONCTIONNEMENT PAR LE
PROCEDE ACIDE-TERRE

III.1. IMPACT DE L'ADDITION DE L'HUILE USAGEE SAE 20 W 50 SUR LES
CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES PRINCIPALES D'UN
GAS-OIL ET D'UNE HUILE NEUVE SAE 20 W 50:

Afin de confirmer que le processus de régénération est nécessaire, nous allons faire deux types de mélanges.

- a) Gas-oil et huile usée (HU) SAE 20 W 50 (5000 km).
b) Huile neuve SAE 20 W 50 et huile usée SAE 20 W 50 (5000 km).

a) Mélange Gas-oil (G.O) et huile usée (HU):

Les mélanges ont été effectués aux proportions suivantes:

- 100 ml de Gas-oil auquel on ajoute 10, 20, 40, 50, 60, 80 ml d'huile usée.

Après homogénéisation des mélanges, on a procédé à l'analyse.

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau N° 30.

Caractéristiques	d_4^{20}	$V_{40}^{(cat)}$	$V_{100}^{(cat)}$	PCS (cal/g)
G.O + HU (ml)				
Gas oil seul	0,81 - 0,89	3,11	1,24	10876,0
Huile usée seule	0,8963	135,5	16,76	10526,2
100 + 10	0,8101	4,21	1,56	10844,0
100 + 20	0,8250	18,12	1,89	10789,6
100 + 40	0,8410	70,11	6,70	10811,9
100 + 50	0,8610	120,35	8,10	10797,7
100 + 60	0,8823	130,6	12,11	10801,8
100 + 80	0,8959	134,2	15,3	10738,7

Tableau N° 30 : Caractéristiques principales des mélanges
Gas-oil - huile usée.

b) Mélange huile neuve (HN) et huile usée (HU):

Les proportions des mélanges sont les suivantes:

- 100 ml d'huile neuve auquel on ajoute 10, 20, 40, 50, 60 et 80 ml d'huile usée.

Après homogénéisation des mélanges, les essais suivants ont été effectués.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 31.

Caractéristiques	d_4^{20}	$V_{40}^{(cat)}$	$V_{100}^{(cat)}$	PCS (cal/g)
G.O + HU (ml)				
Huile neuve seule	0,880	138,0	19,21	10785,9
Huile usée seule	0,8963	135,5	16,76	10526,2
100 + 10	0,8700	137,2	20,01	10795,6
100 + 20	0,8772	140,6	18,12	10785,7
100 + 40	0,8799	137,9	20,11	10737,9
100 + 50	0,8801	139,1	18,75	10745,4
100 + 60	0,8899	136,6	17,1	10735,2
100 + 80	0,8957	134,2	16,58	10708,6

Tableau N° 31 : Caractéristiques principales des mélanges huile neuve - huile usée.

Commentaire:

En comparant les résultats des tableaux N° 30 et N° 31 avec ceux du Gas-oil et de l'huile neuve, on constate qu'au départ, ces ajouts ne compromettent pas de façon significative les caractéristiques du Gas-oil et de l'huile neuve.

Par contre, autour de 20% , le Gas-oil et l'huile neuve commencent à perdre leurs propriétés initiales qui tendent à se rapprocher vers celles de l'huile usée.

On peut conclure que pour de tels mélanges, les perturbations sont faibles aux alentours de 20% .

L'opération de régénération est cependant nécessaire, dans le cas où ces mélanges ne sont pas possibles.

III.2. PROCESSUS DE REGENERATION DE L'HUILE USAGEE TYPE MOTEUR PAR LE PROCÉDE ACIDE-TERRE:

Le procédé acide-terre choisi pour la régénération de l'huile usagée peut être schématisé comme suit:

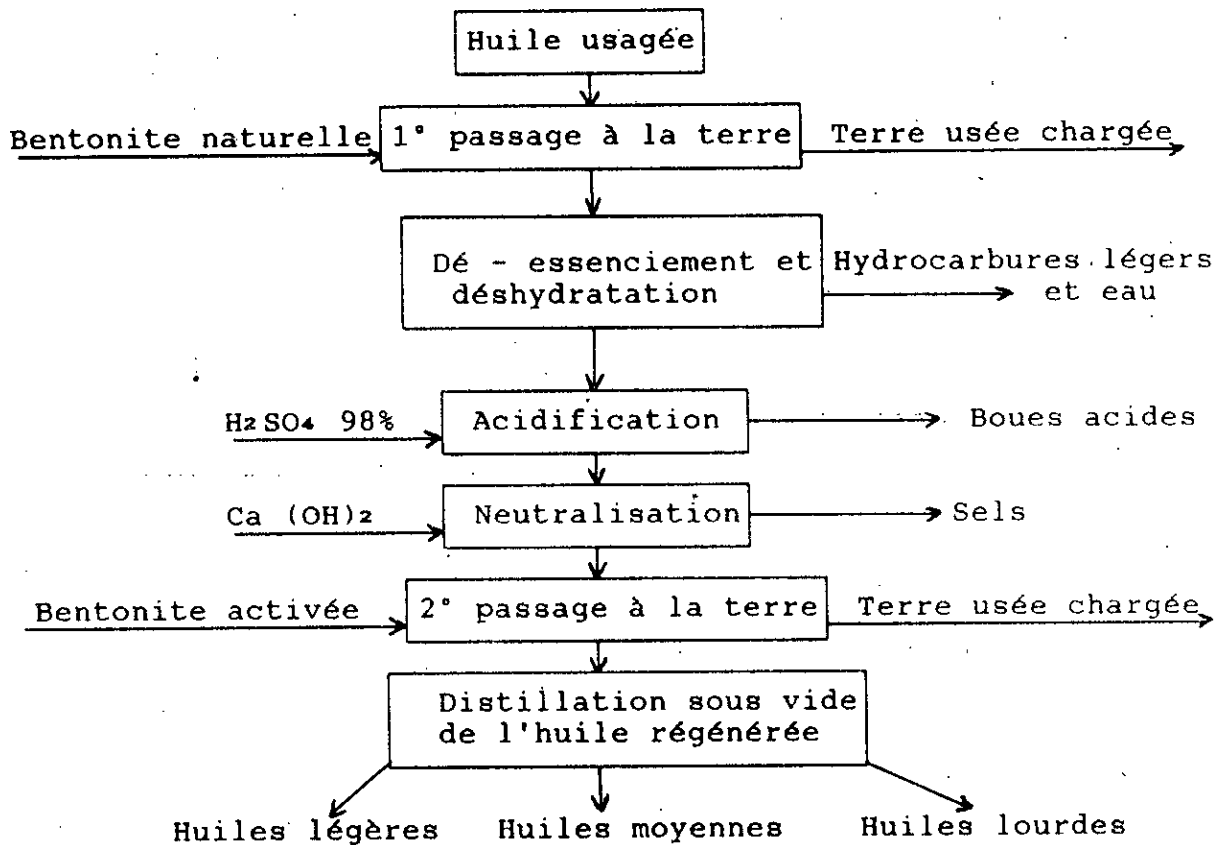


Figure N° 22: Schématisation du procédé de régénération acide-terre.

III.2.1. PREMIER PASSAGE A LA TERRE: (Première Etape):

a) Préparation de l'échantillon:

La terre décolorante utilisée est la bentonite de Maghnia.

Une grande quantité de cette argile est déshydratée à l'étuve sous une température de 105- 110°C et ce jusqu'à poids constant. Ensuite, elle est broyée dans un mortier jusqu'à une granulométrie de 500 micromètres.

b) Décoloration de l'huile usagée par la bentonite naturelle:

L'huile usagée (SAE 20 W 50) a subi un premier passage à la terre.

Les conditions opératoires choisies sont les suivantes:

- Volume de l'huile usagée : 1 l
- Temps de contact: huile usagée - bentonite : 2 h
- Masse de bentonite naturelle : 50 g
- Température de contact huile usagée - bentonite : 30° C
- Agitation continue pendant deux heures: 300 t / mn

L'huile usagée, après centrifugation, décantation et filtration, conserve toujours sa couleur noire.

Nous avons déterminé les caractéristiques les plus importantes de cette huile usagée conformément aux normes standards d'analyses. (Tableau N° 32).

Analyses	Résultats		
	Huile neuve (HN)	Huile usagée (HU)	Huile décolorée par la bentonite naturelle (HT ₁)
Densité (d ₄ ²⁰)	0,8800	0,8963	0,8963
Viscosité à 40°C (cat)	138,00	135,5	133,5
Viscosité à 100°C (cat)	19,21	16,76	15,52
Indice de viscosité	132	119	115
Viscosité Engler à 40°C	18,17	17,78	17,51
Pt.éclair (°C)	244	240	236
Pt.de feu (°C)	282	266	258
Pt.d'écoulement	- 21	-22	-18
Pt.d'aniline(°C)	116	98	96
Carbone Conradson(% P)	0	2,8	3,3
Ten.en eau (% V)	0	0,56	0,46
Ten.en sédiments (% P)	0	0,65	0,55
P.C.S. (cal/g)	10785,9	10526,2	10535,5
T.A.N. (mg KOH/g)	2,4	3,25	2,35
T.B.N. (mg KOH/g)	6,7	3,29	2,49
Ten.en chlore (ppm)	428	2722	2250

Tableau N° 32: Résultats des caractéristiques de l'huile usagée après un premier passage à la terre (HT₁).

Commentaire:

Dans le tableau N° 32, nous remarquons une amélioration de presque tous les paramètres.

Viscosité:

Elle diminue légèrement à 40°C et à 100°C. Ceci peut s'expliquer par une détérioration des additifs améliorant la viscosité.

Ces additifs sont en général des polymères linéaires sensibles aux effets de cisaillement provoqués par le moteur (27).

L'indice de viscosité:

Il dépend des valeurs de viscosité à 40°C et à 100°C, mais sa variation est moins accentuée.

Le carbone conradson:

Le carbone conradson augmente.

Cette augmentation peut résulter de la détérioration des additifs détergents-dispersants dont le rôle est d'éviter l'agglomération de particules solides et de les maintenir en suspension (6) et d'une présence possible de fines particules de bentonites introduites lors du traitement.

Teneur en eau:

La teneur en eau a diminué, ceci est peut être dû au caractère hydrophile de la bentonite.

III.2.2. DE-ESSENCIEMENT ET DESHYDRATATION DE L'HUILE USAGÉE SAE 20 W 50; (deuxième étape):

Cette phase consiste à éliminer l'eau et les hydrocarbures légers se trouvant dans l'huile usagée.

L'élimination d'eau se fait par le passage de l'huile usagée sur un desséchant qui est le chlorure de calcium (CaCl_2) à 15% massique.

Le contact CaCl_2 -huile usée s'est fait pendant six heures sous une température de 30°C et sous agitation continue.

L'huile filtrée a subi un chauffage éclair (10 mn) sous une température de 150°C.

Cette dernière peut être suffisante pour éliminer les hydrocarbures légers et l'eau restante.

L'huile ainsi traitée (HT₂) a été analysée.

Les résultats sont regroupés dans le tableau N° 33.

Analyses	Résultats			
	Huile neuve (HN)	Huile usagée (HU)	Huile traitee 1 (HT ₁)	Huile traitee 2 (HT ₂)
Densité (d ₄ ²⁰)	0,8800	0,8963	0,8963	0,8958
Viscosité à 40°C (cat)	138,00	135,5	133,5	132,3
Viscosité à 100°C (cat)	19,21	16,76	15,52,	14,77
Indice de viscosité	132	119	115	110
Viscosité Engler à 40°C	18,17	17,78	17,51	17,38
Pt.éclair (°C)	244	240	236	232
Pt.de feu (°C)	282	266	258	256
Pt.d'écoulement	- 21	-22	-18	-17
Pt.d'aniline(°C)	116	98	96	95
Carbone Conradson(% P)	0	2,8	3,3	3,35
Ten.en eau (% V)	0	0,56	0,46	0,20
Ten.en sédiments (% P)	0	0,65	0,55	0,52
P.C.S. (cal/g)	10785,9	10526,2	10535,5	10576,80
T.A.N.(mg KOH/g)	2,4	3,25	2,35	2,25
T.B.N.(mg KOH/g)	6,7	3,29	2,49	2,54
Ten.en chlore (ppm)	428	2722	2250	2225

Tableau N° 33: Détermination des différentes caractéristiques de l'huile deshydratée et dé-essenciée (HT₂).

Commentaire:

En comparant les résultats (tableau N°33) obtenus lors de la détermination des différentes caractéristiques de l'huile usagée dé-essenciée et deshydratée, nous remarquons:

- Une relative diminution de la densité pouvant s'expliquer par l'élimination de l'eau.
Cette teneur en eau passe de 0,46% en volume à 0,2% .
- Une valeur du point d'aniline de l'huile finie inférieure à celle de l'huile usée. Ceci peut s'expliquer par le fait que les éléments légers libérés à 150°C sont de nature paraffinique.

Le reste de l'huile verra alors sa composition globale en paraffine diminuer.

Ceci, entrainera une augmentation du pouvoir solvant, donc un point d'aniline faible.

- Une stabilité dans les valeurs du pouvoir calorifique de l'huile usagée et de l'huile finie.
Ce n'est pas a priori un critère d'identification, puisqu'il est du même ordre de grandeur pour les différentes familles d'hydrocarbures.

III.2.3. LE TRAITEMENT ACIDE DE L'HUILE USAGÉE DE-ESSENCIÉE ET DESHYDRATÉE (troisième étape) :

C'est l'une des étapes les plus importantes du procédé .
Le traitement à l'acide sulfurique 98% conduit à la floculation des suspensions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés.

Pour mener à bien cette partie, nous allons chercher les paramètres optimal (volume d'acide, température, temps de contact, agitation).

III.2.3.1. Détermination du volume optimal d'acide sulfurique à 98% :

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume d'huile (dé-essenciée et déshydratée): 100 ml
- Volume d'acide sulfurique à 98% : 5, 10, 15, 20, 25, 30 ml.
- Temps de contact: huile usée dé-essenciée et déshydratée- acide sulfurique : 60 mn
- Température de contact: 80°C
- Agitation continue : 500 t/ mn.

Après 24 heures de décantation, les boues acides se sont formées au fond du récipient et l'huile épurée a pu être récupérée.
Nous avons observé un changement de couleur du noir au marron.

Pour analyser cette huile traitée, nous allons faire appel aux caractéristiques les plus importantes de l'huile qui sont: la densité, la viscosité, le carbone conradson et le point de congélation. Ensuite, nous comparons les résultats de ces analyses avec ceux de l'huile déjà traitée (HT₂) (deuxième étape) et de l'huile neuve (HN).

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 34.

VH ₂ · SO ₄ (ml)	5	10	15	20	25	30	HN	HT ₂
Analyses								
Densité (d ₄ ²⁰)	0,857	0,860	0,868	0,885	0,879	0,872	0,8800	0,8958
Viscosité à 40°C (est)	89,2	91,6	95,7	130,7	122,5	106,2	138,00	132,3
Viscosité à 100°C (est)	8,72	9,12	10,1	14,18	13,15	11,91	19,21	14,77
Indice de viscosité	55	64	82	106	100	100	132	110
Carbone conradson (% P)	0,139	0,140	0,142	0,181	0,178	0,150	0	3,35
Point de congélation (°C)	- 12	- 12	- 12	- 14	- 14	- 14	- 21	- 17

Tableau N° 34: Détermination du volume optimal d'acide sulfurique à 98% .

Commentaire:

En comparant ces caractéristiques avec celles de l'huile usée (dé-essenciée et deshydratée) (HT₂) et de l'huile neuve (HN), nous déduisons que le volume optimal d'acide sulfurique est de 20 ml.

III.2.3.2. Détermination de la température de contact optimale:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume d'huile (dé-essenciée et deshydratée) : 100 ml
- Volume d'acide sulfurique : 20 ml
- Temps de contact: 60 mn
- Agitation continue : 500 t/mn
- Température de contact: 20, 30, 40, 60, 80, 100°C

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

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N°35.

Température (°C)	20	30	40	60	80	100	HN	HTz
Analyses								
Densité (d_4^{20})	0,9230	0,912	0,884	0,889	0,885	0,912	0,8800	0,8958
Viscosité à 40°C (cent)	182,8	177,5	175,1	131,6	130,7	100,2	138,00	132,3
Viscosité à 100°C (cent)	17,1	17,4	17,9	14,9	14,18	15,2	19,21	14,77
Indice de viscosité	99	105	109	111	106	135	132	110
Carbone conradson (% p)	0,37	0,37	0,36	0,36	0,181	0,48	0	3,35
Point de congélation (°C)	- 14	- 14	- 14	- 16	- 14	- 16	- 21	- 17

Tableau N° 35: Détermination de la température de contact optimale.

Commentaire:

La comparaison entre les caractéristiques de ces différents échantillons, l'huile (dé-essenciée et deshydratée)(HTz) et l'huile neuve (HN), nous amène à conclure que la température de contact optimale est de 60°C.

III.2.3.3. Détermination du temps de contact optimal:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume d'huile dé-essenciée et deshydratée) : 100 ml
- Volume d'acide sulfurique : 20 ml
- Température de contact: 60°C
- Agitation continue: 500 t/mn
- Temps de contact: 10, 20, 30, 40, 60, 80, 100 mn.

Après décantation et séparation de l'huile des boues acides, l'analyse a donné les résultats qui sont regroupés dans le tableau N° 36.

Temps (mn)	10	20	30	40	60	80	100	HN	HTz
Analyses									
Densité(d_4^{20})	0,878	0,881	0,871	0,8892	0,889	0,880	0,883	0,8800	0,8958
Viscosité à 40°C (cst)	131,1	128,8	126,7	132,1	131,6	134,6	122,9	138,00	132,3
Viscosité à 100°C (cst)	11,5	11,78	11,99	15,6	14,9	14,2	15,1	19,21	14,77
Indice de viscosité	66	74	88	116	111	103	119	132	110
Carbone conradson (% P)	0,45	0,42	0,34	0,24	0,36	0,41	0,35	0	3,35
Point de congélation (°C)	- 14	- 14	- 16	- 16	- 16	- 13	- 13	- 21	- 17

Tableau N° 36: Détermination du temps de contact optimal.

Commentaire:

Nous déduisons que le temps de contact optimal est de 40 mn, vu que ses caractéristiques se rapprochent le plus des caractéristiques de l'huile déjà traitée (HTz) et de l'huile neuve (HN).

III.2.3.4. Détermination de l'agitation optimale:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume d'huile dé-essenciée et deshydratée : 100 ml
- Volume d'acide sulfurique : 20 ml
- Temps de contact : 40 mn
- Température de contact: 60°C
- Agitation continue: 100, 300, 500, 700, 900, 1100 t/ mn.

Après décantation et séparation de l'huile des boues acides, l'analyse a donné les résultats qui sont regroupés dans le tableau N° 37.

Agitation (t/mn)	100	300	500	700	900	1100	HN	HTz
Analyses								
Densité (d_4^{20})	0,881	0,879	0,8892	0,885	0,882	0,877	0,8800	0,8958
Viscosité à 40°C (cat)	113,1	125,6	132,1	130,2	127,5	129,5	138,00	132,3
Viscosité à 100°C (cat)	12,1	12,9	15,6	13,7	14,9	15,1	19,21	14,77
Indice de viscosité	96	95	116	101	114	115	132	110
Carbone conradson (% P)	0,41	0,34	0,24	0,39	0,45	0,37	0	3,35
Point de congélation (°C)	- 13	- 14	- 16	- 15	- 15	- 16	- 21	- 17

Tableau N° 37: Détermination de l'agitation optimale.

Commentaire:

Après la comparaison des caractéristiques de ces échantillons avec celles de l'huile (dé-essenciée et deshydratée)(HTz) et de l'huile neuve (HN), nous déduisons que l'agitation optimale est de: 500 t/mn.

En résumé: Les paramètres optimal pour le traitement à l'acide sulfurique sont:

- Volume d'huile dé-essenciée et deshydratée : 100 ml
- Volume d'acide sulfurique : 20 ml
- Température de contact : 60°C
- Temps de contact : 40 mn
- Agitation continue : 500 t/mn.

Avec les conditions optimal ainsi déterminées, nous avons procédé à un traitement acide de l'huile dé-essenciée et deshydratée. (voir figure, Annexe N° 4).

Après décantation et séparation de l'huile des boues acides, une partie de l'huile a été analysée, l'autre partie va subir la neutralisation.

Les résultats de l'analyse de l'huile usagée SAE 20 W 50 après l'attaque acide (HTz) aux conditions optimal trouvées (Troisième étape) sont regroupés dans le tableau N° 38.

Analyses	Résultats				
	(HN)	(HU)	(HT ₁)	(HT ₂)	(HT ₃)
Densité (d ₄ ²⁰)	0,8800	0,8963	0,8963	0,8958	0,8892
Viscosité à 40°C (cat)	138,00	135,5	133,5	132,3	132,1
Viscosité à 100°C (cat)	19,21	16,76	15,52,	14,77	15,6
Indice de viscosité	132	119	115	110	116
Viscosité Engler à 40°C	18,17	17,78	17,51	17,38	17,38
Pt.éclair (°C)	244	240	236	232	238
Pt.de feu (°C)	282	266	258	256	252
Pt.d'égoulement	- 21	-22	-18	-17	-16
Pt.d'aniline(°C)	116	98	96	95	110
Carbone Conradson(% P)	0	2,8	3,3	3,35	0,24
Ten.en eau (% V)	0	0,56	0,46	0,20	0,01
Ten.en sédiments (% P)	0	0,65	0,55	0,52	0,42
P.C.S. (cal/g)	10785,9	10526,2	10535,5	10576,80	10595,7
T.A.N.(mg KOH/g)	2,4	3,25	2,35	2,25	2,22
T.B.N.(mg KOH/g)	6,7	3,29	2,49	2,54	0,15
Ten.en chlore (ppm)	428	2722	2250	2225	1213

Tableau N° 38: Caractéristiques de l'huile usagée SAE 20 W 50 après l'attaque acide (HT₃).

Commentaire:

En comparant les résultats obtenus pour l'huile dé-essenciée et deshydratée (HT₂) avec ceux de l'huile usagée après l'attaque acide. Nous constatons que:

Densité:

Partant de l'huile usée vers l'huile traitée, la diminution de la densité peut s'expliquer par une élimination d'eau et des résidus de cracking (la teneur en eau passe de 0,2 % en volume à 0,01 %).

Point d'écoulement:

le point d'écoulement de l'huile diminue lors du traitement acide, ceci pourrait s'expliquer par la mise en évidence des paraffines dont les points de congélation sont élevés, ce qui d'ailleurs est illustré par le point d'aniline important (110°C au lieu de 95°C).

Les autres propriétés sont aussi améliorées dans des proportions notables, c'est le cas de la teneur en sédiments.
La teneur en chlore a diminué de moitié.

C'est le traitement le plus caractéristique puisque le carbone conradson a été réduit considérablement (92%) et le point d'aniline a augmenté aussi, le T.A.N. rejoint celui de départ et le T.B.N. est pratiquement annulé.

III.2.4. LA NEUTRALISATION DE L'HUILE USAGEE SAE 20 W 50 APRES L'ATTAQUE ACIDE (quatrième étape):

Après le traitement acide et après décantation, l'huile contient encore probablement des acides, en particulier sulfoniques ainsi que quelques traces d'acide sulfurique restées en suspension dans l'huile.

La neutralisation a pour but de les transformer en sels, elle s'avère nécessaire pour une réutilisation ultérieure de cette huile.

Les conditions opératoires choisies sont les suivantes:

- Volume d'huile à neutraliser: 500 ml
- Volume de la solution de chaux (3N): 200 ml
- Température de contact : 80°C
- Agitation continue : 300 t/mn.

Le volume de la solution de chaux Ca(OH)_2 , (3N), nécessaire pour la neutralisation de 500 ml d'huile a été déterminé par pH-métrie. (voir figure , Annexe N° 5).

L'huile neutralisée a subi une centrifugation pour éliminer les sels ainsi que l'eau issue de la neutralisation.

Après décantation et filtration, le filtrat recueilli a été chauffé à 150°C pour éliminer l'eau restante.

Une partie de l'huile neutralisée va être analysée, l'autre partie va subir un deuxième passage à la terre.

Les résultats de l'analyse de l'huile neutralisée (HT₄) sont regroupés dans le tableau N° 39.

Analyses	Résultats					
	(HN)	(HU)	(HT ₁)	(HT ₂)	(HT ₃)	(HT ₄)
Densité (d ₄ ²⁰)	0,8800	0,8963	0,8963	0,8958	0,8892	0,8896
Viscosité à 40°C (cat)	138,00	135,5	133,5	132,3	132,1	131,5
Viscosité à 100°C (cat)	19,21	16,76	15,52	14,77	15,6	15,5
Indice de viscosité	132	119	115	110	116	116
Viscosité Engler à 40°C	18,17	17,78	17,51	17,38	17,38	17,25
Pt.éclair (°C)	244	240	236	232	238	224
Pt.de feu (°C)	282	266	258	256	252	237
Pt.d'écoulement	- 21	-22	-18	-17	-16	-15
Pt.d'aniline(°C)	116	98	96	95	110	112
Carbone Conradson(% P)	0	2,8	3,3	3,35	0,24	0,28
Ten.en eau (% V)	0	0,56	0,46	0,20	0,01	0,015
Ten.en sédiments (% P)	0	0,65	0,55	0,52	0,42	0,48
P.C.S. cal/g)	10785,9	10526,2	10535,5	10576,80	10595,7	10622,5
T.A.N.(mg KOH/g)	2,4	3,25	2,35	2,25	2,22	0
T.B.N.(mg KOH/g)	6,7	3,29	2,49	2,54	0,15	0
Ten.en chlore (ppm)	428	2722	2250	2225	1213	1200

Tableau N° 39: Caractéristiques principales de l'huile neutralisée (HT₄).

Commentaire:

Comparons les résultats obtenus lors de l'évolution du traitement de l'huile usagée SAE 20 W 50.

Les paramètres les plus remarquables sont:

- L'augmentation de la teneur en eau, la teneur en sédiment et du résidu Conradson. Ceci est peut être du à la dissolution des sels résultants de la neutralisation et c'est ce qui a probablement provoqué une légère augmentation de la densité.
- La neutralisation a permis d'annuler le T.A.N. et le T.B.N. .
- Le point d'aniline a été amélioré ainsi que l'indice de viscosité.

Toutes les autres propriétés sont améliorées dans des proportions notables.

III.2.5. DEUXIEME PASSAGE A LA TERRE OU TRAITEMENT DE FINITION DE L'HUILE USAGEE SAE 20 W 50 (cinquième étape):

III.2.5.1. Activation de la bentonite:

A l'état brut, la plupart des adsorbants naturels ont de faibles capacités sorptionnelles.

Pour améliorer ces propriétés, on fait subir aux sorbants des traitements physiques (chauffage...) ou chimiques (acides, basiques....) (28).

a) Activation thermique:

C'est la méthode la plus simple. Le chauffage d'une argile à une température $T = 105^{\circ}\text{C}$ permet l'élimination de l'eau de mouillage. Une augmentation de la température provoque le départ de l'eau de constitution, l'élimination des carbonates et au delà de $T = 900^{\circ}\text{C}$, on assiste à une destruction de la structure cristalline de la Montmorillonite (16).

Nous avons fait subir à l'échantillon un traitement thermique à des températures variant de 105 à 400°C .
Le temps de chauffe a été fixé à six heures.

b) Activation chimique:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Granulométrie : 500 micromètres.
- Quantité de bentonite : 150 g
- Temps de contact : 6 heures
- Température de contact: 98°C
- Agitation continue.

A partir d'une solution d'acide chlorhydrique (37%), nous avons préparé 5 solutions moins concentrées à:
 5% , 10% , 15% , 20% et 25% (en volume).

De la même façon, à partir d'une solution d'acide sulfurique (98%), nous avons préparé 5 solutions moins concentrées à : 5%, 10%, 15%, 20% et 25% (en volume).

Dans un réacteur de 2000 ml muni d'un réfrigérant, d'un agitateur (barreau magnétique) et d'un thermomètre (voir figure en annexe N°6), on introduit la bentonite ainsi préparée et séchée à 105-110°C puis la solution d'acide.

Le mélange est alors chauffé jusqu'à environ 98°C, température que l'on maintient constante durant tout le processus d'activation au moyen d'un bain-marie.

L'agitation a été maintenue constante pendant toute la durée du traitement pour éviter qu'une attaque locale trop vive ne détruise les minéraux argileux.

Le temps de contact, initialement fixé à 6 heures (16, 28, 29) est déterminé à partir de l'instant où la température de la suspension atteint 98°C environ.

La bentonite activée est par la suite filtrée sur bûchner puis lavée avec de l'eau distillée jusqu'à ce que la totalité des anions (Cl^- et SO_4^{--}) introduits par ces deux traitements acides soient éliminés.

On le vérifie lors du:

- Traitement à l'acide sulfurique par action d'une solution saturée de chlorure de baryum (BaCl_2) sur le filtrat. L'absence de précipité blanc de sulfate de baryum indique que les ions SO_4^{--} introduits par cette activation sont éliminés.
- Traitement à l'acide chlorhydrique par action d'une solution saturée de nitrate d'argent (AgNO_3) sur le filtrat. L'absence de précipité blanc de chlorure d'argent (AgCl) indique l'élimination des ions Cl^- introduits par ce traitement.

III.2.5.2. Décoloration de l'huile neutralisée SAE 20 W 50 par la bentonite activée:

a) Détermination des conditions optimales d'activation de la bentonite:

Nous avons fait subir à l'échantillon d'argile, 15 types de traitement.

- Cinq échantillons activés thermiquement: (105°C, 110°C, 250°C, 350°C et 400°C)
- Dix échantillons activés chimiquement: HCl et H_2SO_4 (5 %, 10 %, 15 %, 20 % et 25 % en volume).

Les contacts huile-terre ont été réalisés sous les conditions opératoires suivantes:

- Quantité de terre de chaque type : 20 g
- Volume d'huile neutralisée : 200 ml
- Température de contact : 80°C
- Temps de contact : 40 mn.
- Agitation continue : 500 t/ mn.

Après adsorption, l'huile a été filtrée sur bûchner.

Pour la détermination de la meilleure terre activée, nous avons fait appel aux caractéristiques les plus importantes de l'huile qui sont: densité, viscosité, indice de viscosité, carbone conradson et point de congélation, comparativement à celle de l'huile neutralisée (HT₄) et de l'huile neuve (HN).

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 40.

Analyses	densité	Viscosité	Viscosité	Indice	carbone	point
Passage de huile sur les diffé- rentes terres	d_4^{20}	à 40°C (cst)	à 100° C (cst)	de viscosité	conrad- son (% P)	de congéla- tion(°C)
Huile neuve (HN)	0,8800	138,00	19,21	132	0	-21
Huile neutr alisée(HT*)	0,8896	131,1	15,5	116	0,28	- 15
à 105°C	0,9005	109,5	14,6	124	2,15	-23
à 110°C	0,8999	120,2	14,9	119	1,79	-22
à 250°C	0,8925	110,5	15,2	127	1,68	-22
à 350°C	0,8934	115,8	14,9	122	1,69	-22
à 400°C	0,8945	118,7	15,7	126	1,71	-22
H ₂ SO ₄ 5%	0,8955	108,4	15,9	133	1,75	-23
H ₂ SO ₄ 10%	0,8965	105,9	15,6	133	1,78	-23
H ₂ SO ₄ 15%	0,8975	120,6	15,8	125	1,79	-23
H ₂ SO ₄ 20%	0,8902	122,4	15,2	120	2,01	-22
H ₂ SO ₄ 25%	0,8915	123,5	14,8	116	2,20	-22
Hcl 5%	0,8877	134,5	15,5	114	1,11	-21
Hcl 10%	0,9000	128,9	15,1	115	1,95	-23
Hcl 15%	0,9011	129,5	15,2	115	1,88	-22
Hcl 20%	0,9012	120,4	15,3	122	1,85	-22
Hcl 25%	0,9100	127,3	15,2	117	1,75	-23

Tableau N°40: Détermination de la meilleure terre activée:

Commentaire:

En comparant les caractéristiques de l'huile après son passage sur les différentes terres activées, avec les caractéristiques de l'huile neutralisée (HT*) et de l'huile neuve (HN), nous déduisons que la meilleure terre est la bentonite activée par Hcl à 5% du fait que ses caractéristiques correspondantes se rapprochent le plus de celle de l'huile neuve et l'huile neutralisée (4^e étape).

b) Détermination de la quantité de terre optimale:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Volume d'huile neutralisée : 200 ml
- Température de contact : 80° C
- Temps de contact : 60 mn
- Agitation contenue: 500 t/mn.
- Qualité de la terre: bentonite activée par Hcl 5%
- Quantité de la terre: 5, 8, 10, 15, 20, 25g.

Après filtration de l'huile, nous avons procédé à l'analyse .

Les résultats sont donnés dans le tableau N° 41.

Masse de terre (g)	5	8	10	15	20	25	HN	HT*
Analyses								
Densité(d_4^{20})	0,8920	0,8915	0,8892	0,8932	0,8909	0,8907	0,8800	0,8896
Viscosité à 40°C (cat)	130,6	130,6	132,5	130,2	126,5	127,8	138,00	131,1
Viscosité à 100°C (cat)	15,2	14,8	15,7	14,8	14,9	15,3	19,21,	15,5
Indice de viscosité	115	111	117	112	115	117	132	116
Carbone conradson (% P)	2,08	2,01	0,92	1,75	1,12	1,95	0	0,28
Point de congélation (°C)	- 22	- 23	- 21	- 22	- 21	- 23	- 21	- 15

Tableau N° 41: Détermination de la quantité de terre optimale.

Commentaire:

En comparant les caractéristiques des différents essais avec celles des huiles (HN) et (HT*), nous déduisons que la quantité optimale de la terre activée est 10 g, du fait que ses caractéristiques se rapprochent le plus de celles de ces huiles.

c) Détermination du temps de contact optimal:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Qualité de la terre: bentonite activée par Hcl 5%
- Quantité de la terre: 10g
- Volume d'huile neutralisée : 200 ml
- Température de contact: 80°C
- Temps de contact: 10, 20, 30, 40, 60, 80 mn
- Agitation continue: 500 t / mn

Après filtration, l'huile a été analysée.

Les résultats sont regroupés dans le tableau N° 42.

Temps (mn)	10	20	30	40	60	80	HN	HT*
Analyses								
Densité (d_4^{20})	0,9265	0,9031	0,9005	0,8979	0,8892	0,8902	0,8800	0,8896
Viscosité à 40°C (cst)	130,2	130,4	129,1	128,5	132,5	130,1	138,00	131,1
Viscosité à 100°C (cst)	14,8	14,8	14,8	15,0	15,7	14,2	19,21	15,5
Indice de viscosité	112	111	112	114	117	106	132	116
Carbone conradson (% P)	1,75	1,75	1,74	1,72	0,92	1,60	0	0,28
Point de congélation (°C)	- 23	- 23	- 23	- 22	- 21	- 21	- 21	- 15

Tableau N° 42: Détermination du temps de contact optimal.

Commentaire:

Par comparaison avec les huiles prises comme référence, nous déduisons que le temps de contact optimal est de 60 mn.

d) Détermination de la température de contact optimale:

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- Qualité de la terre: bentonite activée par Hcl 5%
- Quantité de la terre: 10g
- Temps de contact: 60 mn
- Volume d'huile neutralisée : 200 ml
- Température de contact: 30, 40, 60, 50, 80, 100°C
- Agitation continue: 500 t / mn

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 43.

Température (°C)	30	40	50	60	80	100	HN	HT4
Analyses								
Densité (d_4^{20})	0,8990	0,8972	0,8923	0,8900	0,8892	0,8929	0,8800	0,8896
Viscosité à 40°C (cat)	130,1	129,9	129,8	130,8	132,5	128,7	138,00	131,1
Viscosité à 100°C (cat)	14,4	14,3	14,1	15,0	15,7	15,0	19,21	15,5
Indice de viscosité	108	107	105	113	117	114	132	116
Carbone conradson (% P)	1,69	1,73	1,62	1,60	0,92	1,65	0	0,28
Point de congélation (°C)	- 22	- 22	- 21	- 21	- 21	- 23	- 21	- 15

Tableau N° 43: Détermination de la température de contact optimale (Huile neutralisée-terre activée).

Commentaire:

Par comparaison avec les huiles (HN) et (HT4) prises comme référence, nous déduisons que la température de contact optimale est de 80°C.

e) Détermination de l'agitation optimale:

Les conditions opératoires sont:

- Qualité de la terre: bentonite activée par Hcl 5%
- Quantité de la terre : 10 g
- Volume d'huile neutralisée: 200 ml
- Température de contact:(huile neutralisée- terre activée): 80° C
- Temps de contact : 60 mn
- Agitation continue: 100, 300, 500, 700, 900, 1100 t/mn.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 44.

Agitation (t/mn)	100	300	500	700	900	1100	HN	HT ₄
Analyses								
Densité (d_4^{20})	0,8900	0,8912	0,8892	0,8973	0,8935	0,8917	0,8800	0,8896
Viscosité à 40°C (cst)	130,5	130,0	132,5	130,1	128,8	129,9	138,00	131,1
Viscosité à 100°C (cst)	15,0	14,2	15,7	15,0	15,0	14,6	19,21	15,5
Indice de viscosité	113	106	117	113	114	110	132	116
Carbone conradson (% P)	1,65	1,69	0,92	1,65	1,52	1,52	0	0,28
Point de congélation (°C)	- 22	- 22	- 21	- 21	- 21	- 22	- 21	- 15

Tableau N° 44: Détermination de l'agitation optimale.

Commentaire:

Par comparaison avec les huiles de référence (HN) et HT₄), nous déduisons que l'agitation optimale est de 500 t/mn.

En résumé: les paramètres optimal pour la décoloration de l'huile neutralisée par la bentonite activée sont:

- Qualité de la terre: bentonite activée par Hcl 5%
- Quantité de la terre: 10g
- volume d'huile neutralisée : 200 ml
- Température de contact huile-terre : 80°C
- Temps de contact huile -terre: 60 mn
- Agitation continue : 500 t/mn.

Avec les conditions opératoires (optimal) citées plus haut, nous avons procédé à un passage de l'huile neutralisée sur la terre activée.

Après filtration, une partie de l'huile recueillie a été analysée (HT₅) (Huile traitée à la cinquième étape), l'autre partie va subir une distillation sous vide.

Les résultats de l'analyse sont donnés dans le tableau N° 45.

Résultats							
Analyses	(HN)	(HU)	(HT ₁)	(HT ₂)	(HT ₃)	(HT ₄)	(HT ₅)
Densité (d ₄ ²⁰)	0,8800	0,8963	0,8963	0,8958	0,8892	0,8896	0,8892
Viscosité à 40°C (cst)	138,00	135,5	133,5	132,3	132,1	131,5	132,5
Viscosité à 100°C (cst)	19,21	16,76	15,52	14,77	15,6	15,5	15,7
Indice de viscosité	132	119	115	110	116	116	117
Viscosité Engler à 40°C	18,17	17,78	17,51	17,38	17,38	17,25	17,51
Pt.éclair(°C)	244	240	236	232	238	224	235
Pt.de feu(°C)	282	266	258	256	252	237	264
Pt.d'écoulement (°C)	- 21	-22	-18	-17	-16	-15	-21
Pt.d'aniline (°C)	116	98	96	95	110	112	109
Carbone Conradson(% P)	0	2,8	3,3	3,35	0,24	0,28	0,92
Ten.en eau (% V)	0	0,56	0,46	0,20	0,01	0,015	0,01
Ten.en sédiment (% P)	0	0,65	0,55	0,52	0,42	0,48	0,22
P.C.S. (cal/g)	10785,9	10526,2	10535,5	10576,80	10595,7	10622,5	10675,8
T.A.N. (mg KOH/g)	2,4	3,25	2,35	2,25	2,22	0	0
T.B.N. (mg KOH/g)	6,7	3,29	2,49	2,54	0,15	0	0
Ten.en chlore (ppm)	428	2722	2250	2225	1213	1200	998

Tableau N° 45: Caractéristiques principales de l'huile après le deuxième passage à la terre (HT₅)=(HR) et évolution des différentes caractéristiques de l'huile ayant subi le traitement par le procédé acide-terre.

Commentaire:

L'étude de la décoloration de l'huile par la bentonite activée, nous a permis de déterminer les paramètres optimal à utiliser dans le traitement de l'huile par la terre.

Après avoir subi les différents traitements (premier passage à la terre, dé-essencement et deshydratation, acidification, neutralisation, deuxième passage à la terre), l'huile usagée SAE 20 W 50 (5000 km) a été purifiée considérablement du fait que ses caractéristiques de départ ont été améliorées le long des différents traitements.

On a une augmentation du carbone conradson qui peut résulter des dépôts des résidus du cracking de l'huile et aussi de la détérioration de certains additifs (6).

Tous les autres paramètres sont améliorés dans des proportions notables et ceci montre que l'utilisation de la terre dans l'élimination des impuretés et de l'eau est nécessaire.

III.2.6. DISTILLATION SOUS VIDE DE L'HUILE REGENERE (sixième étape):

Après le traitement de finition, on a procédé à une distillation sous vide.

L'huile régénérée peut être séparée en différentes fractions qu'on identifiera à des coupes pétrolières.

Les conditions opératoires choisies sont :

- Volume de la charge en huile régénérée : 200 ml
- Domaine de température : 58 + 276°C
- Domaine de pression centré: 7 mbar .

A la fin de l'expérience, dix fractions ont été recueillies.

Les résultats sont regroupés dans le tableau N° 46.

Fraction N°	Intervalle de température sous vide(°C)	Volume recueilli (ml)	% Volumique	Température équivalente à pression atmosphérique (°C)
1	58 - 195	20	10	190 - 360
2	195 - 212	20	10	360 - 380
3	212 - 222	20	10	380 - 392
4	222 - 232	20	10	392 - 403
5	232 - 242	20	10	403 - 415
6	242 - 250	20	10	415 - 425
7	250 - 260	20	10	425 - 436
8	260 - 270	20	10	436 - 448
9	270 - 276	20	10	448 - 454
10	276 +	20(résidu)	10	454 +

Tableau N° 46: Fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée.

III.2.6.1. Détermination de l'indice de réfraction (n_D^{20}), la densité (d_4^{20}), le point d'aniline (PA), la viscosité à 40°C ($V_{40°C}$) et à 100°C ($V_{100°C}$), le pouvoir calorifique (PCS) et la température d'ébullition $T_{eb}(°C)$ pour les différentes fractions:

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 47.

Fraction N°	n_d^{20}	d_4^{20}	PA(°C)	$V_{40}^{(est)}$	$V_{100}^{(est)}$	PCS (cal/g)	Teb (°C)	M.M (g)
1	1,4536	0,8101	41	6,8	1,2	10858	275	212
2	1,4562	0,8151	44	7,0	1,2	10785	370	325
3	1,4664	0,8298	47	9,5	3,7	10274	386	346
4	1,4700	0,8340	51	15,3	5,1	10262	397,5	362
5	1,4710	0,8416	53	30,1	7,2	10345	409	380
6	1,4762	0,8475	56	57,6	7,3	10445	420	397
7	1,4793	0,8524	61	63,4	8,6	10592	430,5	414
8	1,4825	0,8585	65	72,1	8,9	10589	442	434
9	1,4864	0,8656	76	81,2	9,3	10560	451	450
10	résidu sous vide							

Tableau N° 47: Caractéristiques des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée.

III.2.6.2. Graphes des différentes caractéristiques en fonction de la température d'ébullition:

Le graphique de la figure 23 montre la variation de, l'indice de réfraction n_d^{20} , la densité d_4^{20} , le point d'aniline PA, la viscosité à 40°C ($V_{40}^{(est)}$) et à 100°C ($V_{100}^{(est)}$), le pouvoir calorifique PCS en fonction de la température d'ébullition de l'huile régénérée SAE 20 W 50.

III.2.6.3. Détermination des tendances des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée.

1) La méthode n.d. PA:

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 48.

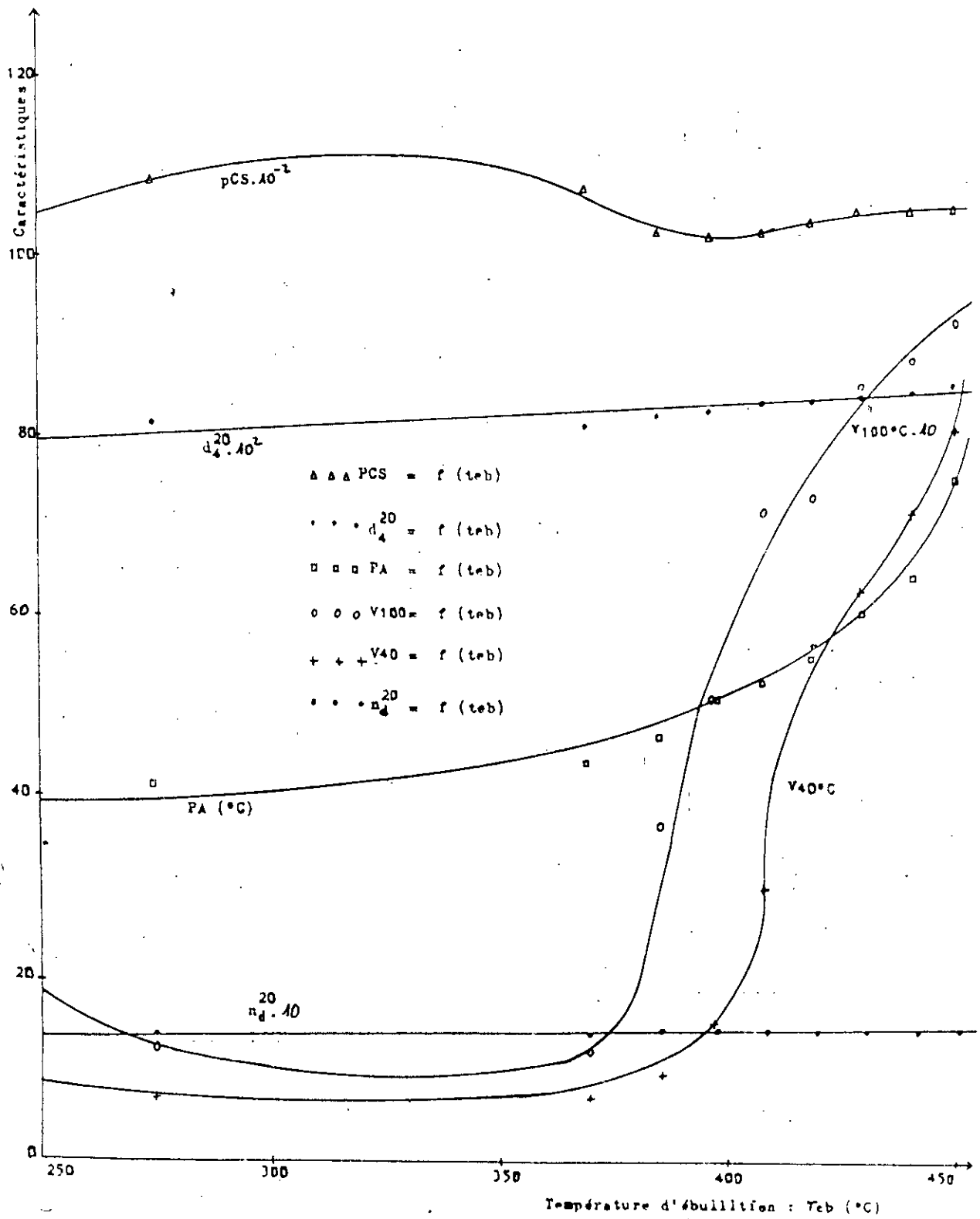


Fig 23 : Variation des différentes caractéristiques des fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée en fonction de la température d'ébullition.

FRACTION N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	22,5	36,9	40,7
2	21,9	35,6	42,5
3	24,7	30,5	44,8
4	25,2	26,5	48,3
5	22,1	30,4	47,5
6	23,7	25,8	49,5
7	23,1	22,7	54,2
8	22,3	21,0	56,7
9	19,5	15,7	64,8

Tableau N° 48: Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

Commentaire:

D'après les résultats du tableau N° 48, il s'avère que les fractions sont de tendance paraffinique. Les aromatiques se stabilisent autour de 20%.

Le graphique de la figure 24 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

2) La méthode n.d.M:

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau N° 49.

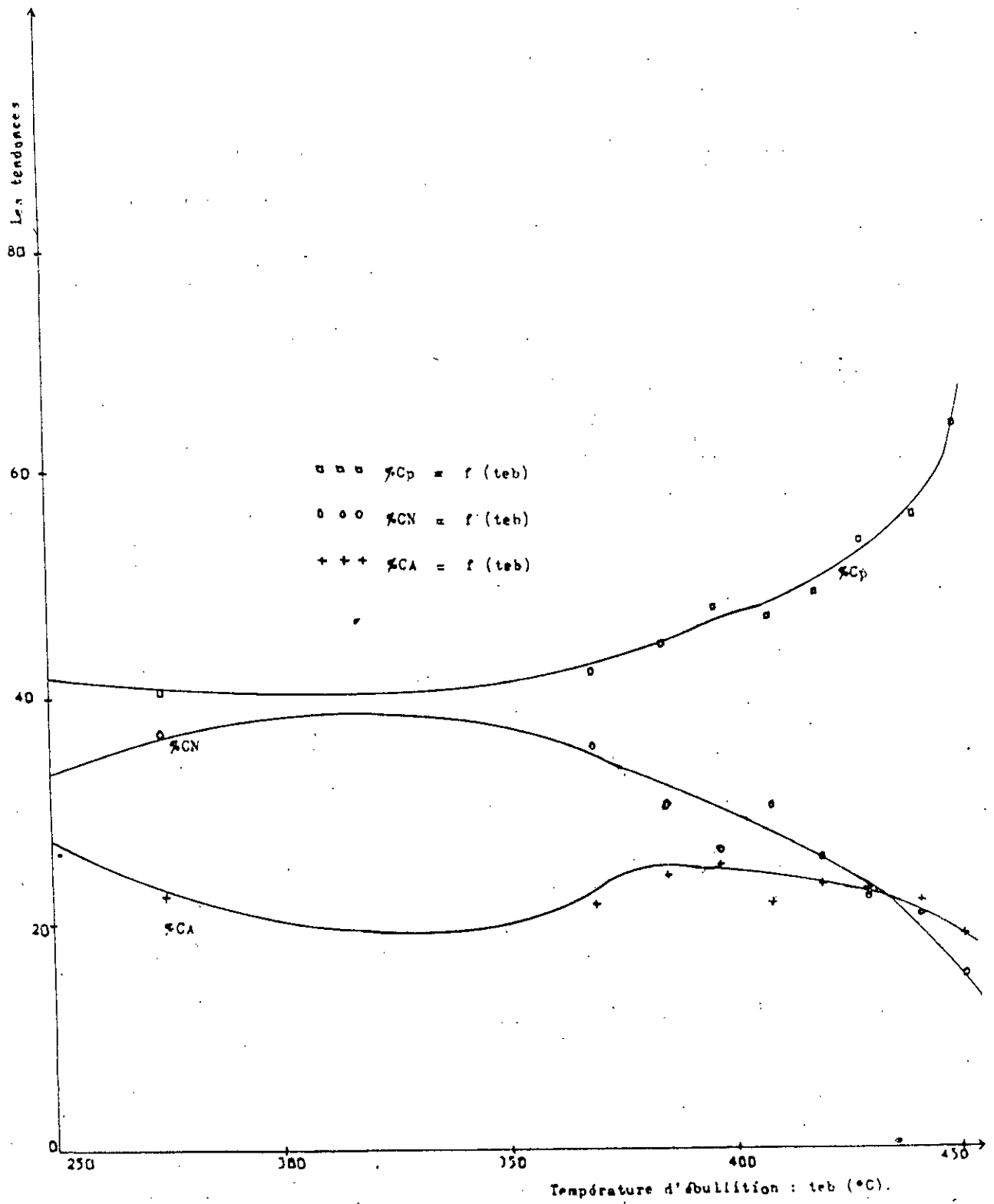


Fig 24 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée en fonction de la température d'ébullition.
(Méthode n.d. PA).

Fraction N°	COMPOSITIONS		
	% CA	% CN	% CP
1	8,6	16,8	74,6
2	3,7	7,3	89,0
3	10,3	3,6	86,1
4	12,0	0,8	87,2
5	9,2	11,6	79,2
6	12,0	7,8	80,2
7	12,8	8,0	79,2
8	13,3	10,0	76,7
9	14,1	9,7	76,2

Tableau N° 49: Composition en aromatiques, en naphtènes et en paraffines des différentes fractions.

La méthode n.d.M a aussi été réalisée et aboutit globalement aux même tendances.

Le graphique de la figure 25 montre la variation de ces compositions en fonction de la température d'ébullition.

III.2.6.4. Identification des fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée:

Nous allons essayer d'identifier les neuf fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée, en comparant leurs caractéristiques les plus importantes (densité, viscosité et le pouvoir calorifique) avec celles des huiles de base que nous rencontrons dans les industries de fabrication des huiles lubrifiantes finies.

Le tableau N° 50 regroupe les caractéristiques principales de différentes huiles de base ainsi que du Gas-oil.

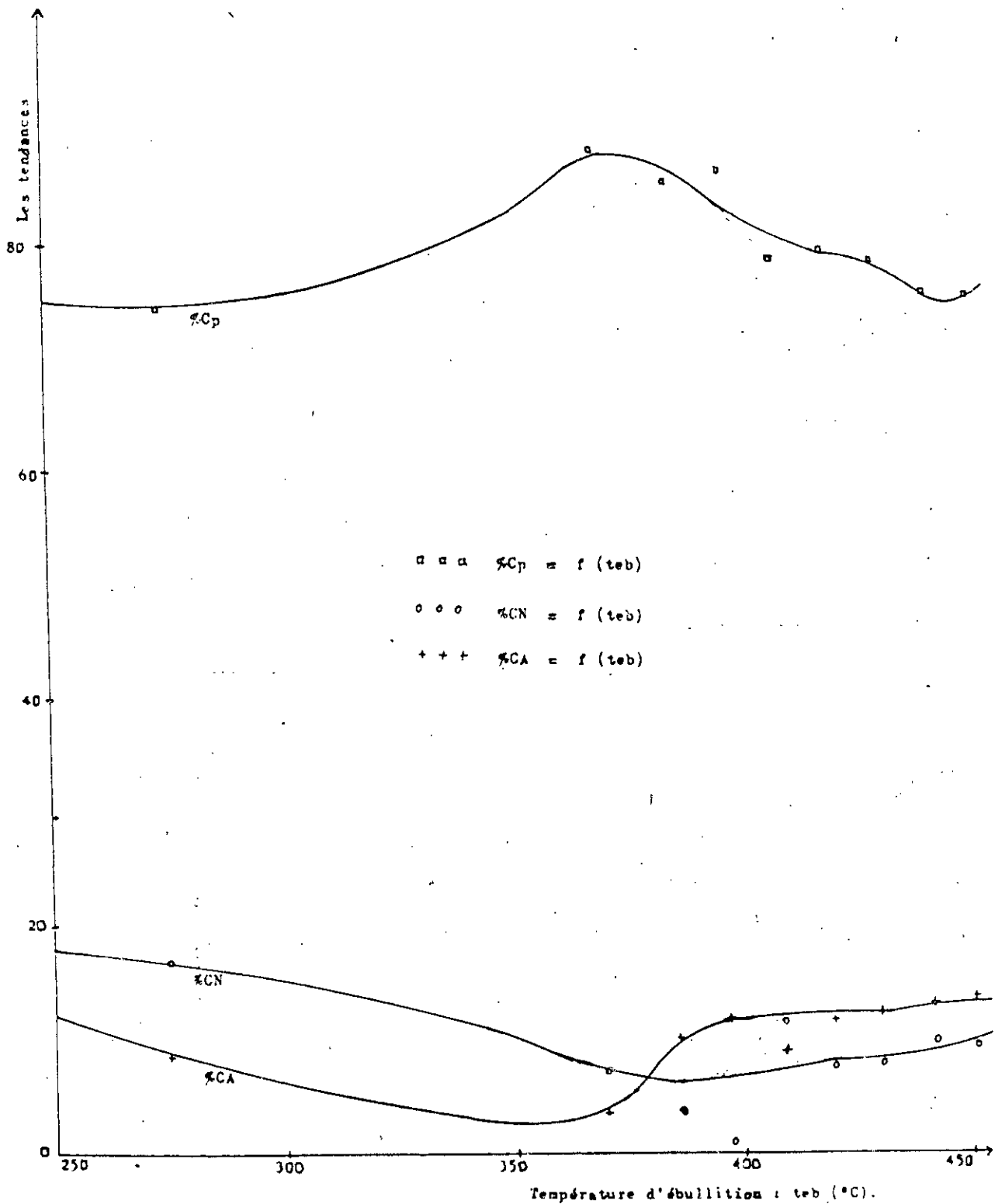


Fig 25 : Variation des tendances des différentes fractions issues de la distillation sous vide de l'huile régénérée en fonction de la température d'ébullition.
(Méthode n.d.M).

Caractéristiques	d_{4}^{20}	$V_{40^{\circ}C}^{(cat)}$	$V_{100^{\circ}C}^{(cat)}$	PCS (cal/g)
Produits				
Gas oil	0,810-0,890	3,11	1,24	10876
Huile de base SAE 10	0,823-0,835	8,5	2,9	10284
Huile de base SAE 20	0,833-0,840	12,5	4,8	10220
Huile de base SAE 30	0,845-0,850	45,7	9,5	10425
Huile de base SAE 40	0,847-0,856	60,1	7,1	10510
Huile de base SAE 50	0,851-0,860	66,4	10,8	10580
Huile de base SAE 90	0,855-0,867	73,2	9,0	10605
Huile de base SAE 140	0,862-0,876	92,1	12,3	10672

Tableau N° 50 : Caractéristiques principales des huiles de base et du Gas-oil.

Commentaire:

En comparant les résultats du tableau N° 50 avec ceux du tableau N° 47, nous concluons que:

- Les fractions 1 et 2 peuvent être confondues à un Gas -oil du fait que leurs caractéristiques se rapprochent le plus de ce dernier.
- La fraction 3 peut être confondue à une huile de base SAE 10 du fait que ses caractéristiques sont proches de cette dernière.
- La fraction 4 peut être confondue à une huile de base SAE 20.
- La fraction 5 peut être confondue à une huile de base SAE 30.
- La fraction 6 peut être confondue à une huile de base SAE 40.
- La fraction 7 peut être confondue à une huile de base SAE 50.
- La fraction 8 peut être confondue à une huile de base SAE 90.
- La fraction 9 peut être confondue à une huile de base SAE 140.

Le résidu est du goudron . Il peut constituer une charge de cracking thermique ou catalytique.

III.3. VALORISATION DE L'HUILE REGENEREE SAE 20 W 50:

Par le biais de différents mélanges avec du Gas-oil, de l'huile neuve, nous avons tenté de valoriser l'huile régénérée par le procédé acide-terre.

L'objectif est de déterminer la proportion d'huile régénérée qui ne perturbe pas de façon notable les propriétés du Gas-oil et de l'huile neuve.

Pour cela, nous allons faire deux types de mélanges.

- a) Gas-oil et huile régénérée SAE 20 W 50.
- b) Huile neuve SAE 20 W 50 et huile régénérée SAE 20 W 50.

a) Mélange Gas-oil (G.O) et huile régénérée (HR):

Les mélanges ont été effectués aux proportions suivantes:

- 100 ml de Gas-oil auquel on ajoute 10, 20, 40, 50, 60 et 80 ml d'huile régénérée.

Après homogénéisation des mélanges, on a procédé à l'analyse.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau N° 51.

Caractéristiques	ρ d_4	$V_{40^\circ C}^{(cal)}$	$V_{100^\circ C}^{(cal)}$	PCS (cal/g)
G.O + HR (ml)				
Gas-oil seul	0,810- 0,890	3,11	1,24	10876,0
Huile régénérée seule	0,8892	132,5	15,7	10675,8
100 + 10	0,8231	5,18	1,41	10835,0
100 + 20	0,8522	20,33	2,98	10811,3
100 + 40	0,8675	75,37	9,12	10795,4
100 + 50	0,8800	122,72	10,77	10701,5
100 + 60	0,8812	135,20	13,33	10699,2
100 + 80	0,8875	139,63	16,98	10655,1

Tableau N° 51 : Caractéristiques principales des mélanges Gas-oil - huile régénérée.

Commentaire:

Il ressort de ces résultats que:

Jusqu'à 10%, l'huile régénérée peut être ajoutée au Gas-oil sans trop perturber ses propriétés.

L'huile régénérée peut aussi subir des traitements de finition pour son utilisation sans mélange.

b) Mélange huile neuve (HN) et huile régénérée (HR):

Les proportions des mélanges sont les suivantes:

- 100 ml d'huile neuve auquel on ajoute:
10, 20, 40, 50, 60 et 80 ml d'huile régénérée.

Après homogénéisation des mélanges, les essais suivants ont été effectués.

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau N° 52.

Caractéristiques	d_{20}^4	$V_{40}^{(cal)}$	$V_{100}^{(cal)}$	PCS (cal/g)
H.N + H.R (ml)				
Huile neuve seule	0,8800	138,0	19,21	10785,9
Huile régénérée seule	0,8892	132,5	15,7	10675,8
100 + 10	0,8801	137,9	20,01	10798,2
100 + 20	0,8805	138,7	19,17	10777,6
100 + 40	0,8809	139,1	18,78	10753,4
100 + 50	0,8842	130,2	16,15	10681,1
100 + 60	0,8879	131,4	15,8	10670,7
100 + 80	0,8890	132,8	16,2	10668,2

Tableau N° 52 : Caractéristiques principales des mélanges huile neuve - huile régénérée.

Commentaire:

Jusqu'à 20%, une addition de l'huile usagée régénérée à l'huile neuve est recevable.

Parmi les mélanges étudiés (tableau N° 51 et N° 52), on constate que:

Au départ, ces ajouts n'influent pas de façon significative sur les caractéristiques du Gas-oil et de l'huile neuve.

Vers la fin des essais, le Gas-oil et l'huile neuve commencent à perdre leurs propriétés d'origine et acquièrent de nouvelles propriétés qui sont celles de l'huile régénérée.

CONCLUSION

CONCLUSION

Le travail effectué montre la possibilité de la régénération d'huile moteur usagée par le procédé acide-terre.

La première phase a consisté en la détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée. Ceci étant nécessaire dans la mesure où les résultats obtenus donnent une idée sur le degré de détérioration des différentes propriétés de l'huile usagée et ce, comparativement aux propriétés d'une huile neuve.

Cette étape de caractérisation a pu être affinée par une série de méthodes physiques d'analyse:

- La chromatographie en phase gazeuse (C.P.G).
- La spectrométrie infra-rouge (I.R).
- La torche à plasma .

Dans la deuxième étape de ce travail, nous nous sommes penchés sur l'optimisation des paramètres essentiels (qualité et quantité de terre, temps optimal,.... ect) de l'attaque acide et du traitement de finition .

Les inconvénients majeurs rencontrés dans notre travail, furent surtout l'activation chimique de la bentonite, ainsi que son lavage. Ces manipulations demandèrent énormément de temps.

Au cours de l'évolution des différentes caractéristiques de l'huile ayant subi le traitement par le procédé acide-terre aux conditions optimal, il a fallu faire appel aux caractéristiques les plus importantes de l'huile usagée et les comparer à chaque fois à celles de l'huile déjà traitée dans une phase précédente et de l'huile neuve.

Après la dernière étape (distillation sous vide), nous pouvons avancer qu'il y a eu une nette amélioration des paramètres de l'huile usagée brute.

Nous avons pu nous rapprocher des propriétés des huiles de base où des huiles non additivées.

Enfin, l'étude de l'étape de valorisation de l'huile régénérée, nous a permis d'élargir la plage d'utilisation de l'huile régénérée en la mélangeant au Gas-oil et à l'huile neuve.

Dans notre pays, la perspective de faire une régénération des huiles usagées est très intéressante. Elle trouve son impact dans plusieurs domaines, entre autres dans le domaine de l'économie du pays, puisqu'elle permet de diminuer le budget affecté à l'importation des huiles.

L'utilisation du procédé acide-terre a pu se faire du fait que nous ne manquons ni de produits chimiques, ni de terre.

La diminution des réserves pétrolières mondiales et le souci de la protection de l'environnement sont les deux facteurs qui ont contribué à orienter notre activité vers la procédure de régénération des huiles de lubrification des automobiles.

La régénération a permis de mettre en relief nos ressources naturelles telles que la bentonite,.....etc.

Mais en vérité, le procédé acide-terre a un inconvénient majeur qui est la pollution de l'environnement.

En effet, du traitement acide résultent des quantités assez importantes de boues acides qui affecteront grandement l'environnement, alors que l'un des buts de la régénération, c'est bien de préserver l'environnement de la pollution due aux rejets de ces huiles usées.

ABBREVIATIONS

ABREVIATIONS

A.S.T.M	: Normes établies par l'Américan Society of Testing Materiels.
S.A.E	: Society of Automotive Engineers.
n_d^{20}	: Indice de refraction.
d_4^{20}	: Densité.
P.A.	: Point d'aniline (°C).
V 40°C	: Viscosité à 40° C (cst).
V 100°C	: Viscosité à 100° C (cst).
P.C.S.	: Pouvoir Calorifique supérieur (cal/ g).
Teb	: Température d'ébullition (°C).
M.M	: Masse Moléculaire (g).
T.A.N.	: Total Acid Number (mg KOH/g).
T.B.N.	: Total Base Number (mg KOH/g).
H.N.	: Huile Neuve.
H.U.	: Huile Usée.
H.R.	: Huile Régénérée.
G.O.	: Gas Oil.
H T ₁	: Huile traitée étape 1.
H T ₂	: Huile traitée étape 2.
H T ₃	: Huile traitée étape 3.
H T ₄	: Huile traitée étape 4.
H T ₅	: Huile traitée étape 5.
Pt	: Point.
Ten	: Teneur.

ANNEXES

ANNEXE N° 1

La méthode n.d.PA:

Elle est basée sur la mesure de l'indice de réfraction n , de la densité d , du point d'aniline PA et sur l'utilisation des deux formules linéaires suivantes:

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

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

$$\% \text{ CP} = 100 - (\% \text{ CA} + \text{CN}).$$

La méthode n.d.M:

Cette méthode nécessite la connaissance de trois caractéristiques, l'indice de réfraction n , la densité d , la masse moléculaire M et permet de calculer directement par les formules suivantes les pourcentages d'atomes de carbone CA , CN et CP .

* n et d mesurés à 20° C

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

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

$$V > 0 \left| \begin{array}{l} \% \text{ CA} = 430 V + \frac{3660}{M} \\ \text{RA} = 0,44 + 0,055 MV \end{array} \right.$$

$$V < 0 \left| \begin{array}{l} \% \text{ CA} = 670 V + \frac{3660}{M} \\ \text{RA} = 0,44 + 0,080 MV \end{array} \right.$$

$$W > 0 \left| \begin{array}{l} \% \text{ CR} = 820 W - 3s + \frac{10000}{M} \\ \text{Rr} = 1,33 + 0,146 M (W - 0,005 s) \end{array} \right.$$

$$W < 0 \left| \begin{array}{l} \% \text{ CR} = 1440 W - 3s + \frac{10600}{M} \\ \text{Rr} = 1,33 + 0,180 M (W - 0,005 s) \end{array} \right.$$

$$\% \text{ CN} = \% \text{ CR} - \% \text{ CA}$$

$$\% \text{ CP} = 100 - \% \text{ CR}$$

M: Masse moléculaire
S: Teneur en soufre (% P)

La méthode de RIAZI DAUBERT:

La fraction molaire des paraffines, naphtènes et aromatiques d'un pétrole brut est définie respectivement comme X_a , X_n et X_p . Pour la prédiction de ces trois inconnues, les fractions ont été divisées en deux "plages" de poids moléculaires.

- Les fractions légères $M < 200$.
- Les fractions visqueuses $200 < M < 500$.

Fractions légères:

Deux paramètres ont été choisis R_i et VGF pour les corrélations proposées pour les fractions légères:

La composition des fractions pétrolières est alors déterminée à partir des équations suivantes:

$$X_p = -23,94 + 24,21 R_i - 1,092 \text{ VGF}$$

$$X_n = 41,14 - 39,43 R_i + 0,627 \text{ VGF}$$

$$X_a = -16,20 + 15,22 R_i + 0,465 \text{ VGF}$$

Fractions visqueuses:

Parmi les différents facteurs de caractérisation proposés par la littérature, la réfractivité intercept R_i , et la viscosité gravity constant (VGC) ont été choisis. Les équations donnant X_p , X_n et X_a sont les suivantes:

$$X_p = -9,00 + 12,53 R_i - 4,228 \text{ VGC}$$

$$X_n = +18,66 - 19,90 R_i + 2,973 \text{ VGC}$$

$$X_a = -8,66 + 7,37 R_i + 1,225 \text{ VGC}$$

La viscosité gravity fonction VGF:

VGF est la fonction viscosité gravité qui est définie par:

$$\text{VGF} = -1,816 + 3,484 S - 0,1156 \ln V_{100}$$

S est la spécifique gravity à 60°F.

De même, on définit VGF par:

$$VGF = - 1,948 + 3,535 S - 0,1613 \text{ Ln } V_{210}$$

V_{100} et V_{210} sont les viscosités cinématiques respectivement à 100° F et 210° F en centistokes.

La viscosité gravity constant VGC:

VGC a été définie par HILL et COATS (1928)

$$VGC = \frac{10 S - 1,0752 \text{ Log } (V_1 - 38)}{10 - \text{Log } (V_1 - 38)}$$

$$VGC = \frac{S - 0,24 - 0,022 \text{ Log } (V_2 - 35,5)}{0,755}$$

V_1 et V_2 sont les viscosités en unités saybolt respectivement à 100° F et 210° F.

S est la spécifique gravity à 60° F.

La réfractivité intercept R_i :

$$R_i = n - \frac{d}{2}$$

Cette constante dépend de la température, la pression n'a pas d'effet ségnificatif sur R_i . La réfractivité intercept est très utile pour différencier les naphènes des paraffines et des aromatiques.

ANNEXE N° 2

Présentation de l'appareil de distillation fractionnée atmosphérique (Norme ASTM D 2892):

L'appareillage utilisé pour la distillation est un appareil de type: " AUTODEST - Modele 800 ", il est constitué de 3 parties essentielles:

La colonne de distillation avec système de bouilleur, condenseur et collecteur de fractionnement , le système de réfrigération et l'armoire de commande.

a) Etude de la colonne de distillation:

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

Le chauffe alambic contient :

- Un interrupteur du secteur pour agitateur à aimant.
- Un régulateur continu pour agitateur à aimant.
- Un commutateur pour réglage de charge.
- Une loupe de contrôle de l'agitateur.

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

- La colonne de garnissage :

La colonne est couverte d'une chemise chauffante liée à un détecteur de température (type PT 100), la partie supérieure de la colonne présente deux ouvertures, l'une liée à la bobine électroaimant pour le réglage de reflux, l'autre au condenseur principal à triples chemises. Latéralement, la colonne est liée à un réfrigérant .

La colonne à garnissage présente une grande efficacité de séparation, elle contient 50 plateaux théoriques:

- Le condenseur principal à triples chemises:

Ce condenseur est principalement lié aux ouvertures pour être relié au détecteur de température (Type PT 100). On remarque également deux autres ouvertures permettant la circulation du gaz reliées à des pièges à gaz par l'intermédiaire de tubes capillaires.

- Réfrigérant de distillation à triples chemises:

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

- Le collecteur de fractionnement:

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

b) Le système de réfrigération:

La réfrigération est assurée en circuit fermé par deux cryostats. Le réglage de température de réfrigération est assuré par un bouton gradué en température, cette dernière pouvant aller jusqu'à 50°C en utilisant comme fluide frigorigène le Méthanol.

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

Elle comprend :

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

Mode opératoire de l'ASTMD 2892.

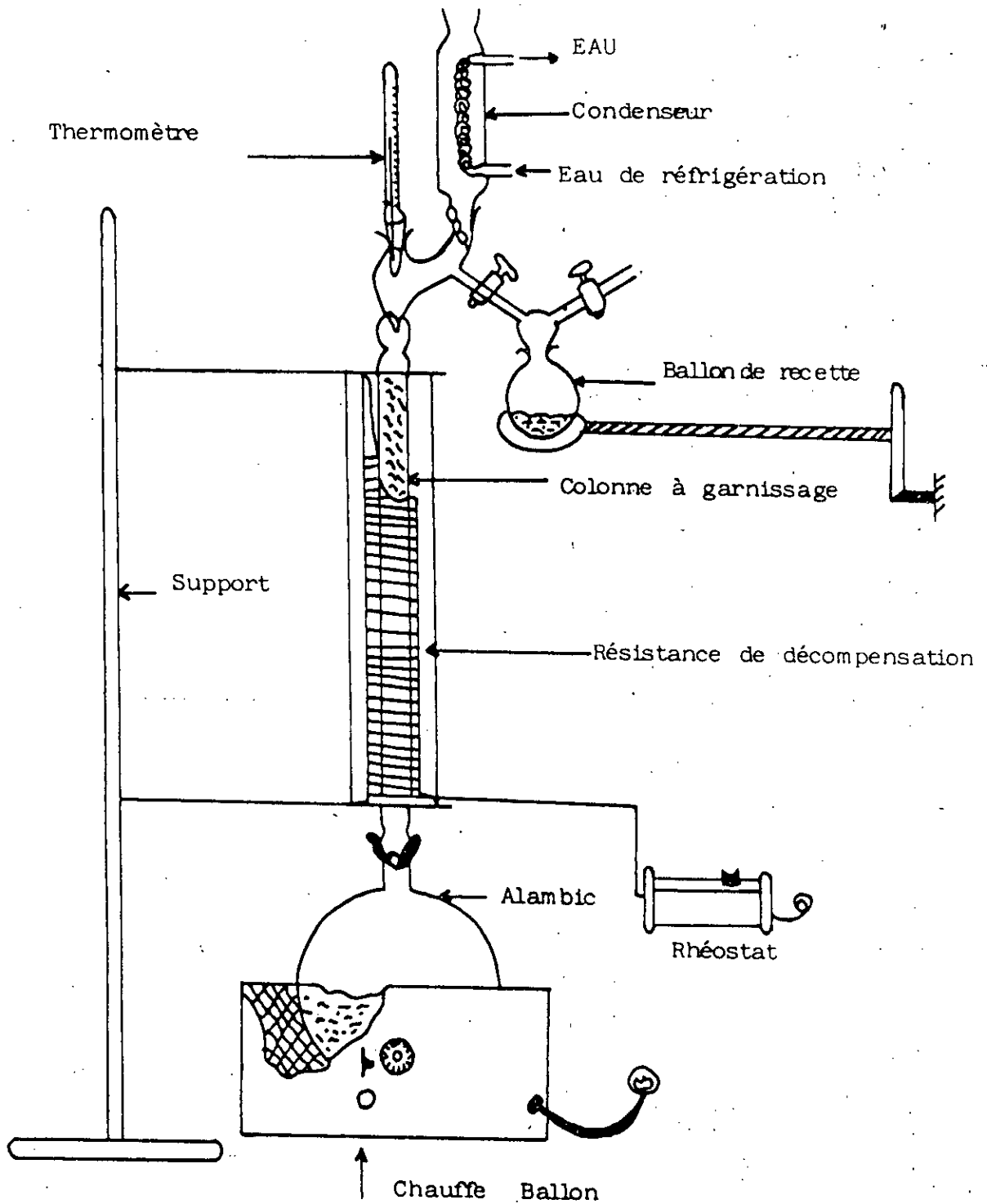
La distillation fractionnée atmosphérique permet la séparation des différents hydrocarbures en fonction de leur température d'ébullition .

On utilise une colonne de distillation en discontinue.

Elle comprend notamment:

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

Le distillat est recueilli à l'état liquide, une telle distillation est appelée T.B.P. (true Boiling Point). L'efficacité de l'appareil permet d'obtenir en tête les constituants purs ayant la même température d'ébullition environ et de les recueillir dans des ballons de recettes(30).

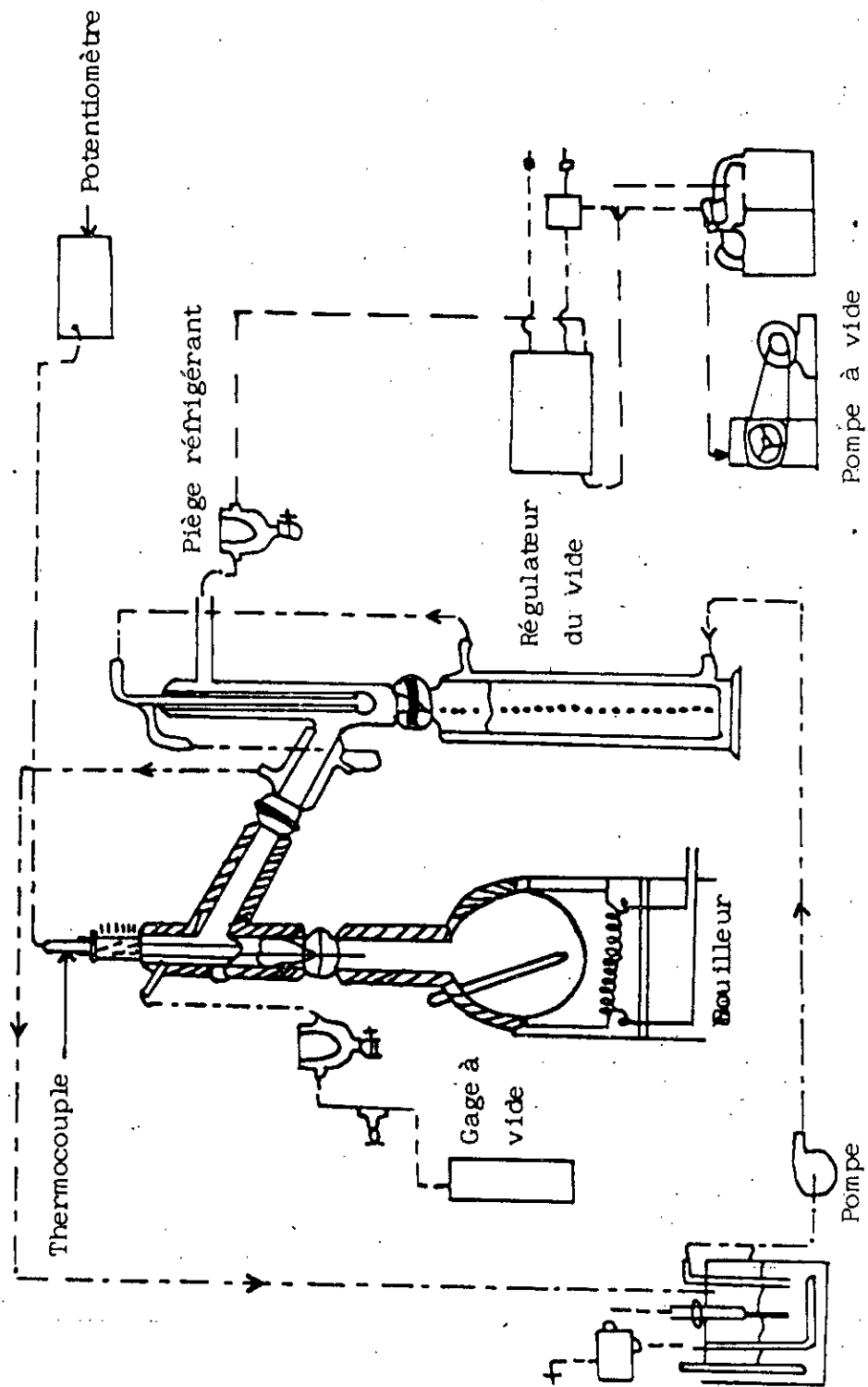


SCHEMA N° 1 : APPAREIL DE DISTILLATION FRACTIONNEE ASTMD 2892

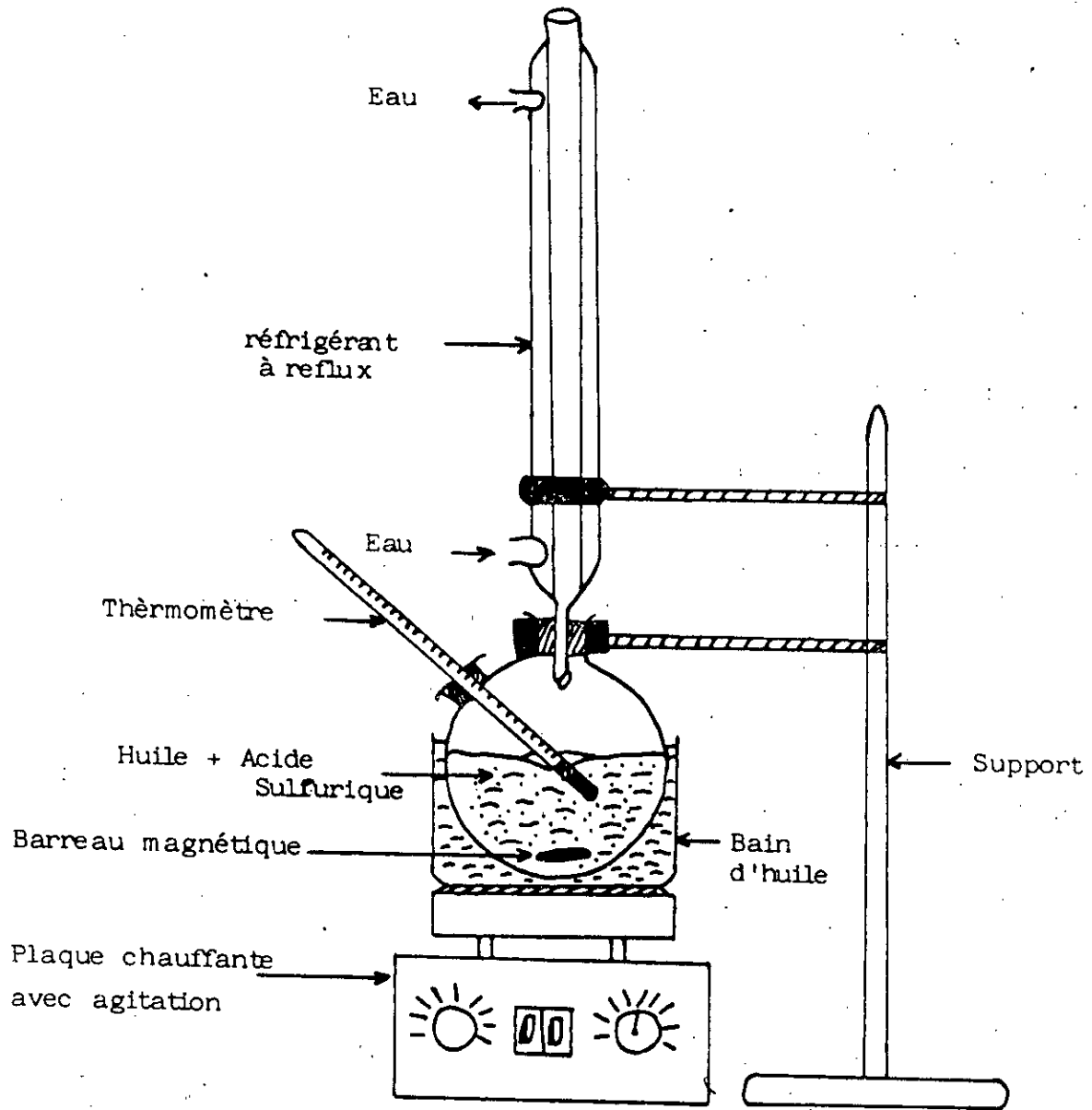
ANNEXE N° 3

Mode opératoire de l'ASTMD 1160

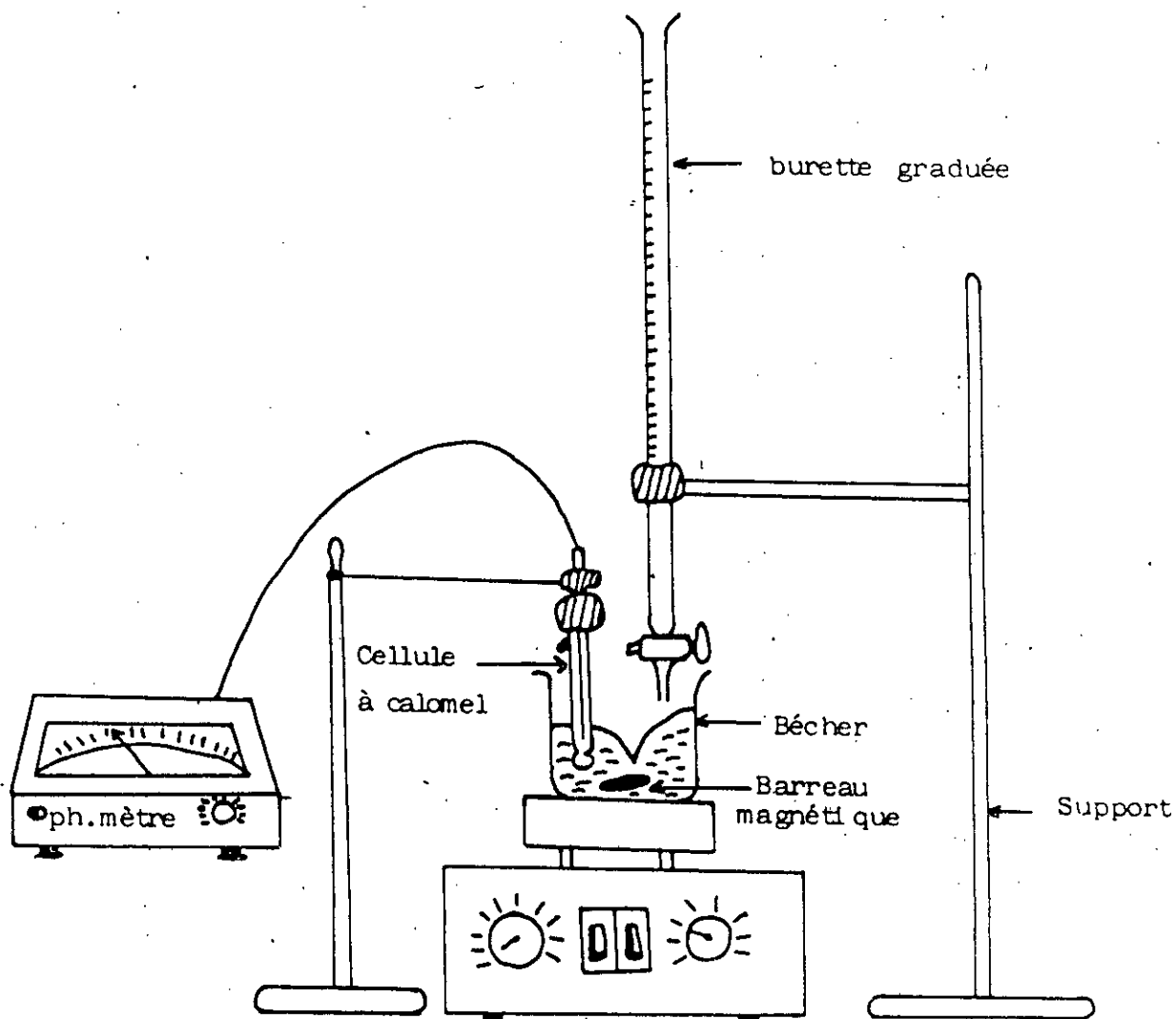
- Le bain thermostatique alimentant le réfrigérant doit être réglé de manière que la température soit au minimum de 28°C inférieure au point initial présumé de distillation de l'échantillon à analyser.
- Calculer à 0,1 grammes près le poids de 200 ml d'échantillon et effectuer la pesée dans le ballon de distillation.
- Introduire le thermomètre dans son emplacement dans le ballon à distiller après avoir mis un peu de laine de verre.
- S'assurer que tous les points sphériques sont bien propres et les graisser en utilisant le minimum de graisse.
- Démarrer la pompe à vide et vérifier que l'huile ne mousse pas, dans le cas contraire, augmenter lentement la pression jusqu'à ce que le produit ne mousse plus, chauffer légèrement pour faciliter l'évacuation des gaz dissous; puis rapidement en vérifiant que l'échantillon ne mousse plus.
- Dès que les vapeurs apparaissent au col du ballon, ajuster le chauffage pour une vitesse de distillation de 4 à 8 ml/mn, continuer à distiller jusqu'à ce que le liquide atteigne une température de 400°C ou bien jusqu'à la température maximale de la vapeur.
- Baisser le chauffe ballon de quelques centimètres pour permettre de refroidir le ballon.
- Reporter les températures des vapeurs en °C correspondant au pourcentage voulue condensé.
- Reporter les pressions observées correspondant à chaque lecture de température.



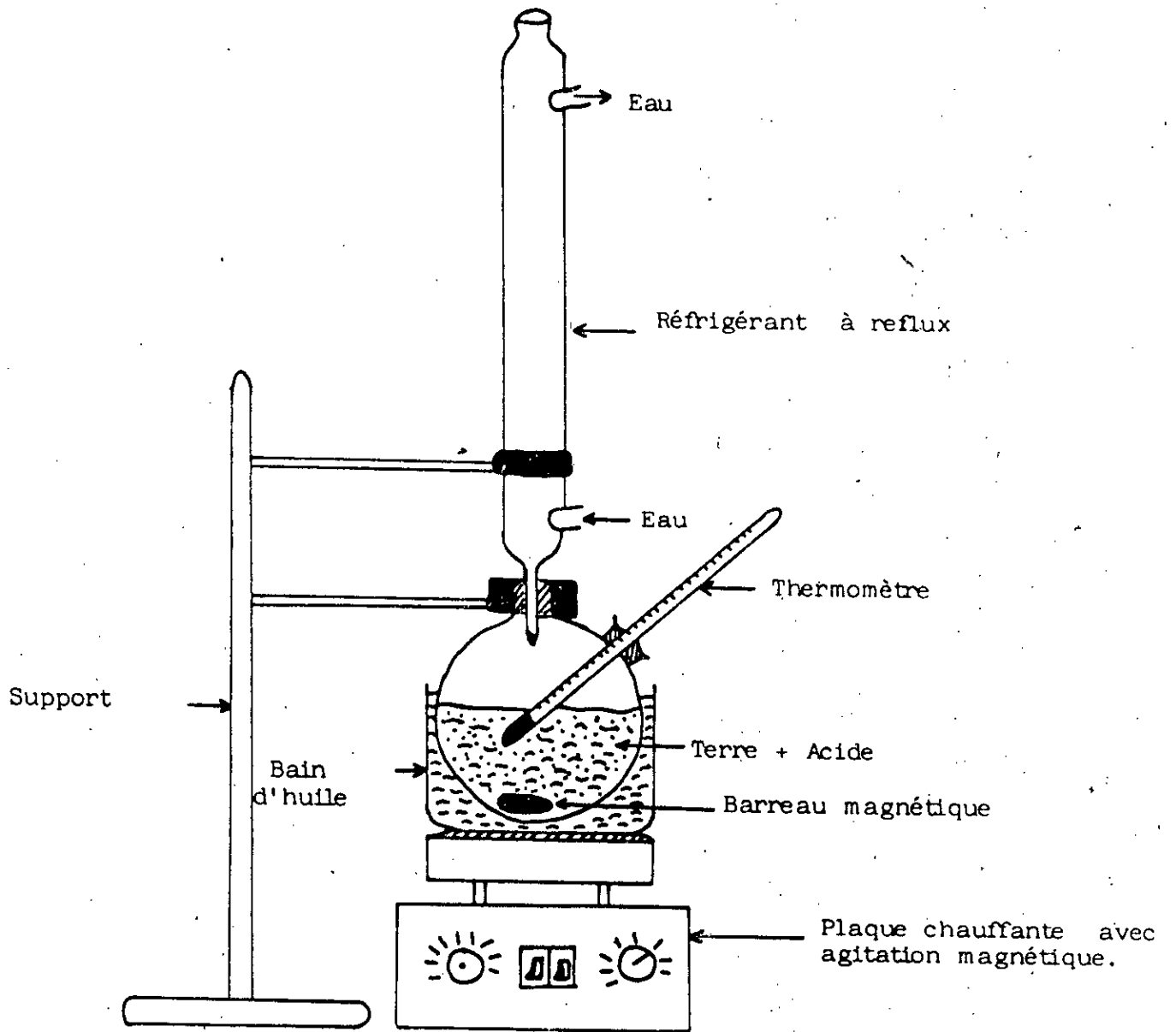
SCHEMA N°2: APPAREIL DE DISTILLATION SOUS VIDE
 ASTM D 1160



SCHEMA N° 3: INSTALLATION UTILISEE POUR L'ATTAQUE ACIDE DE L'HUILE.



SCHEMA N° 4 : INSTALLATION UTILISEE POUR LA
NEUTRALISATION DE L'HUILE.



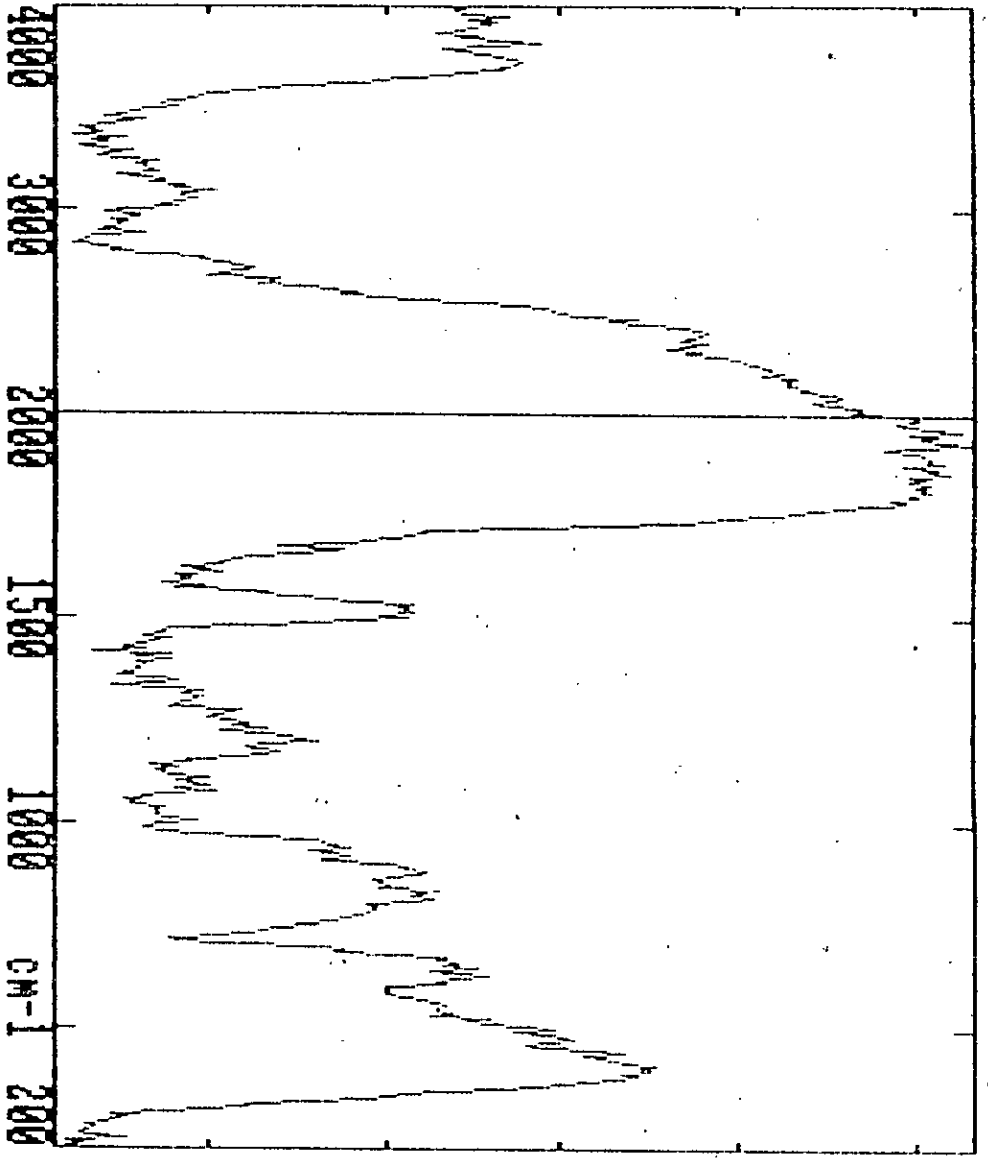
SCHEMA N° 5 : ACTIVATION ACIDE DE LA BENTONITE

26.7

1/T

15.0

0.7



CURRENT AREA

OPERATOR:

GUENDOUZI

20 W50 - H NEUVE

PRINTER STATUS
GRAPHICS DUMP

1 HELP

2 LIBRARY
MENU

3 BACK

4 MANIP-
ULATE

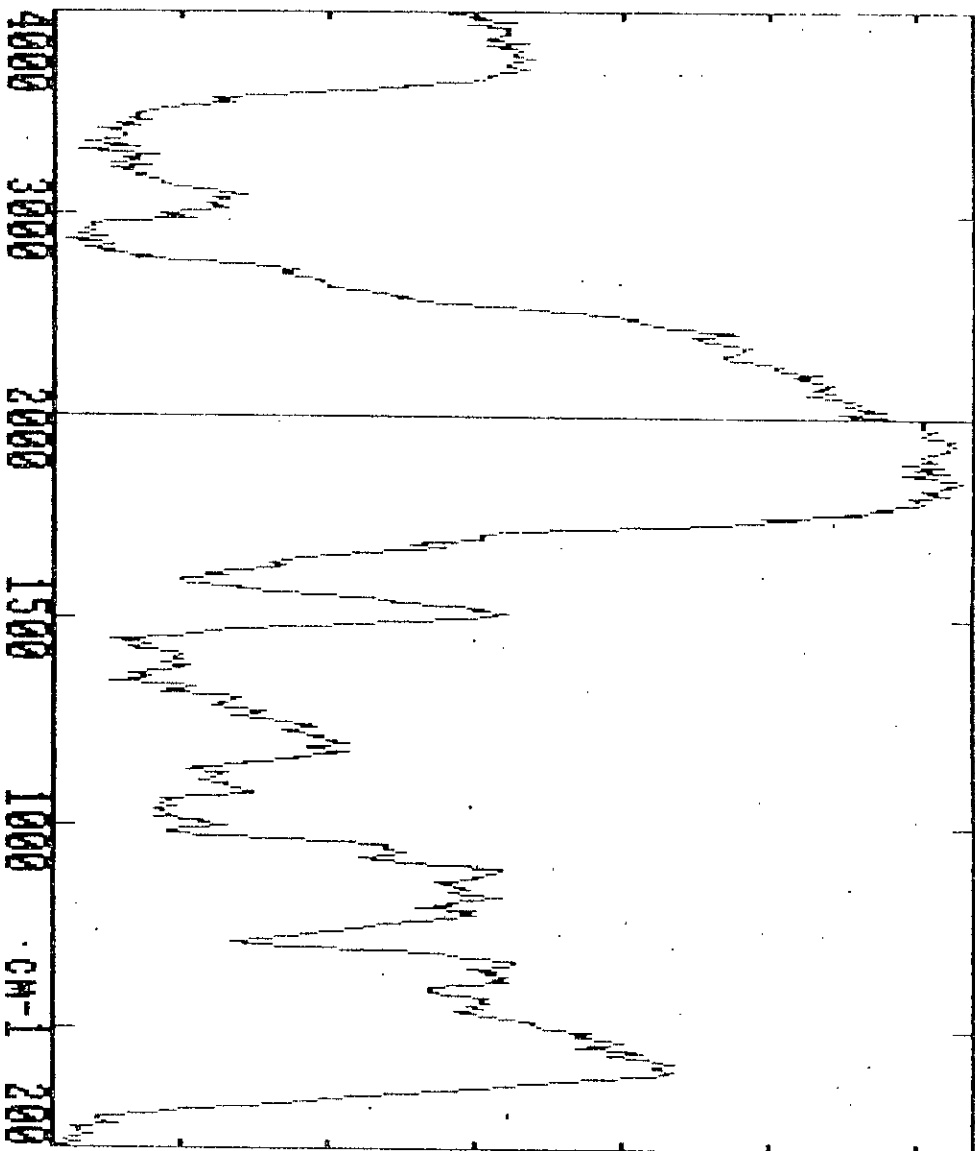
5 DISPLAY
MODE

31.9

%T

20.0

0.6



CURRENT AREA

OPERATOR

GUENDOUZI

20 W 50- H.USAGEE

PRINTER STATUS
GRAPHICS DUMP

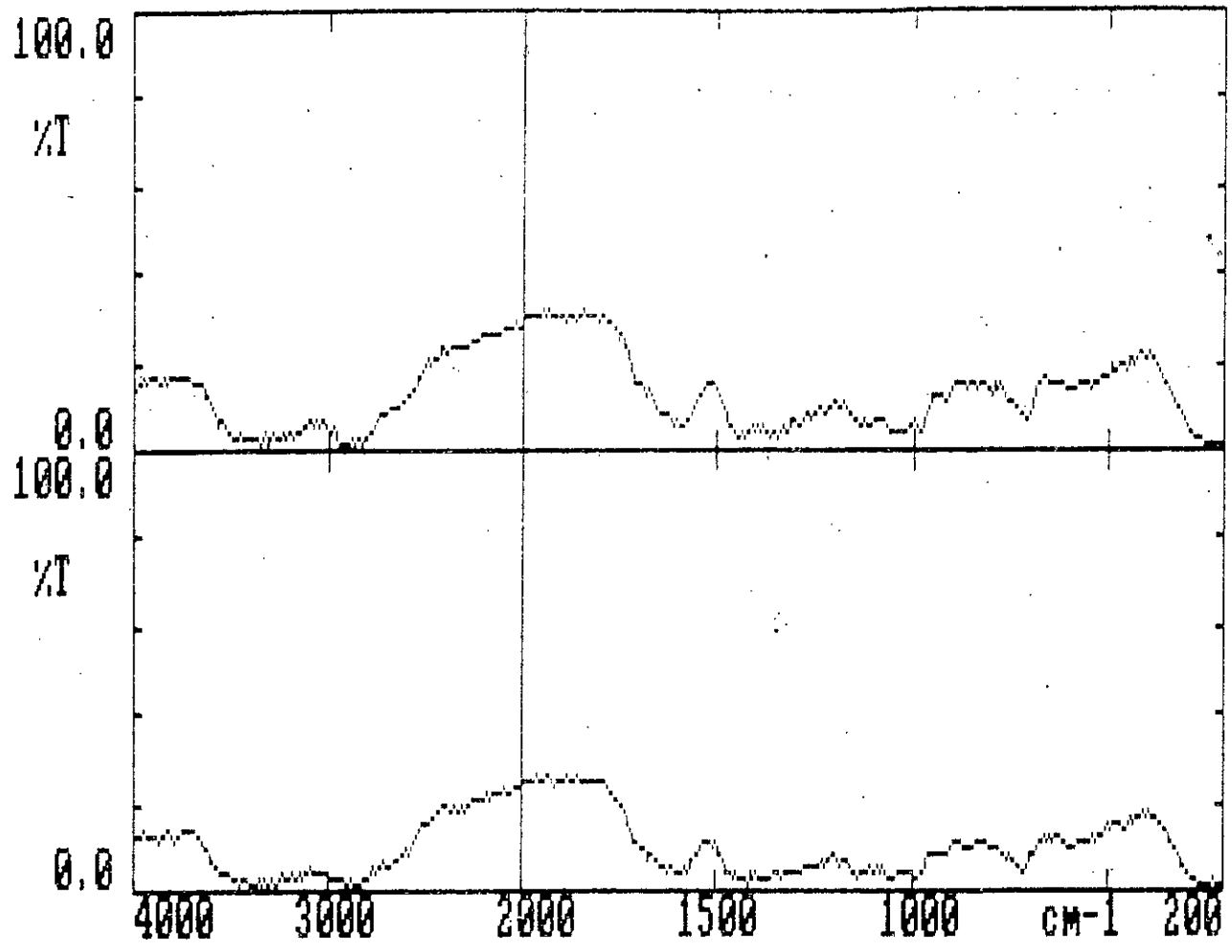
1 HELP

2 LIBRARY
MENU

3 BACK

4 MANIP-
ULATE

5 DISPLAY
MODE

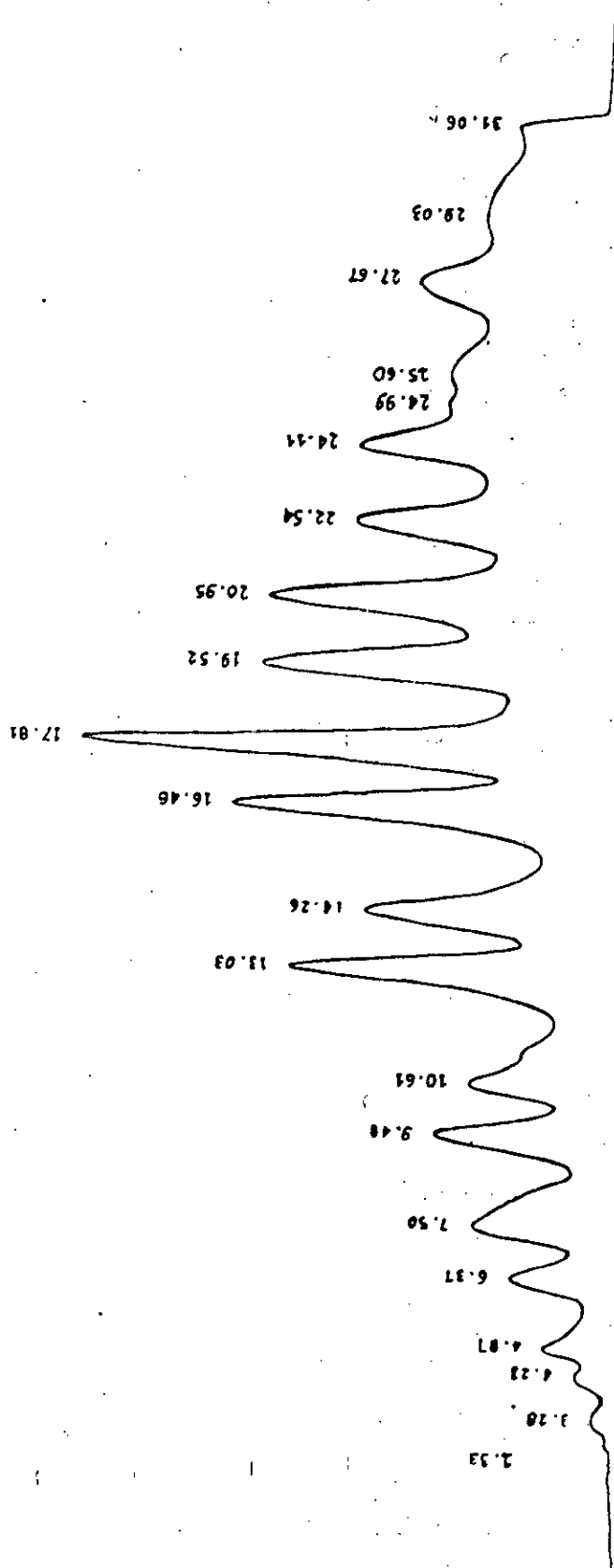


BACK UP AREA
 ENP.
 OPERATOR:
 GUENDOUZI
20450 H.USAGEE

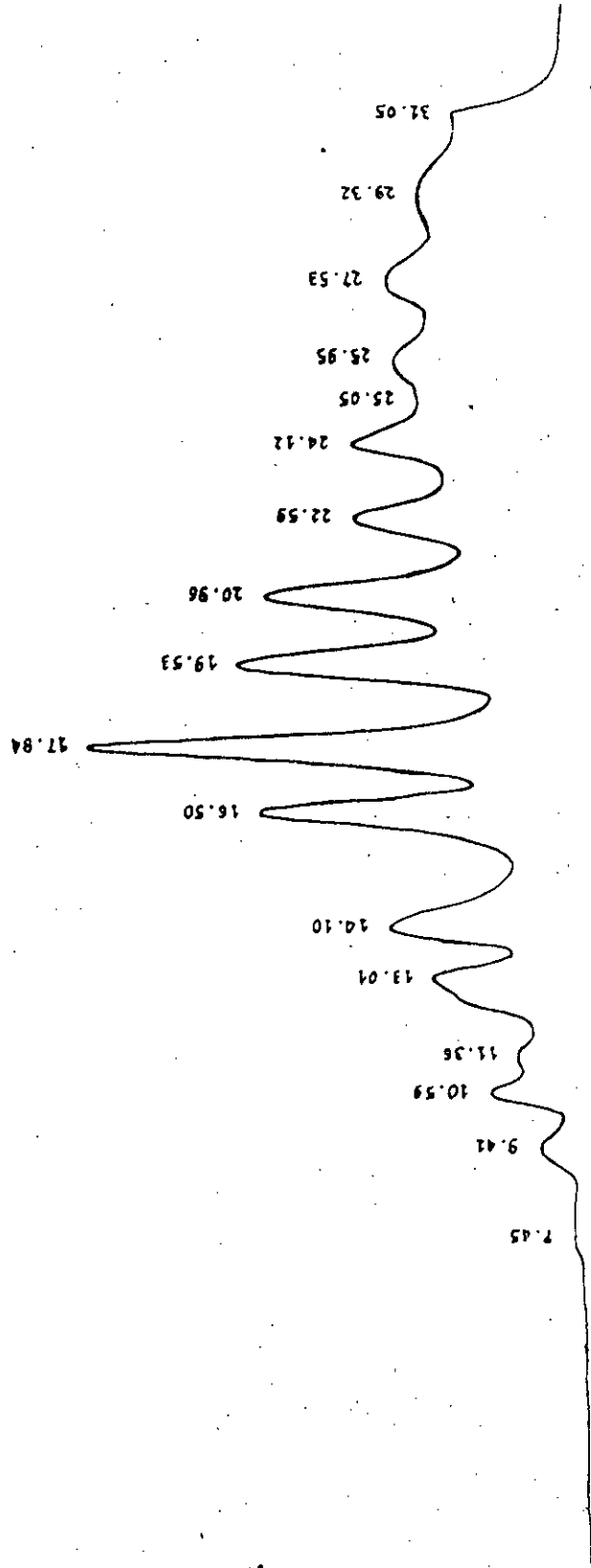
CURRENT AREA
 ENP.
 OPERATOR:
 GUENDOUZI
20450 - H.NEUVE

1 **HELP** 2 **LIBRARY MENU** 3 **BACK** 4 **MANIPULATE** 5 **DISPLAY MODE**

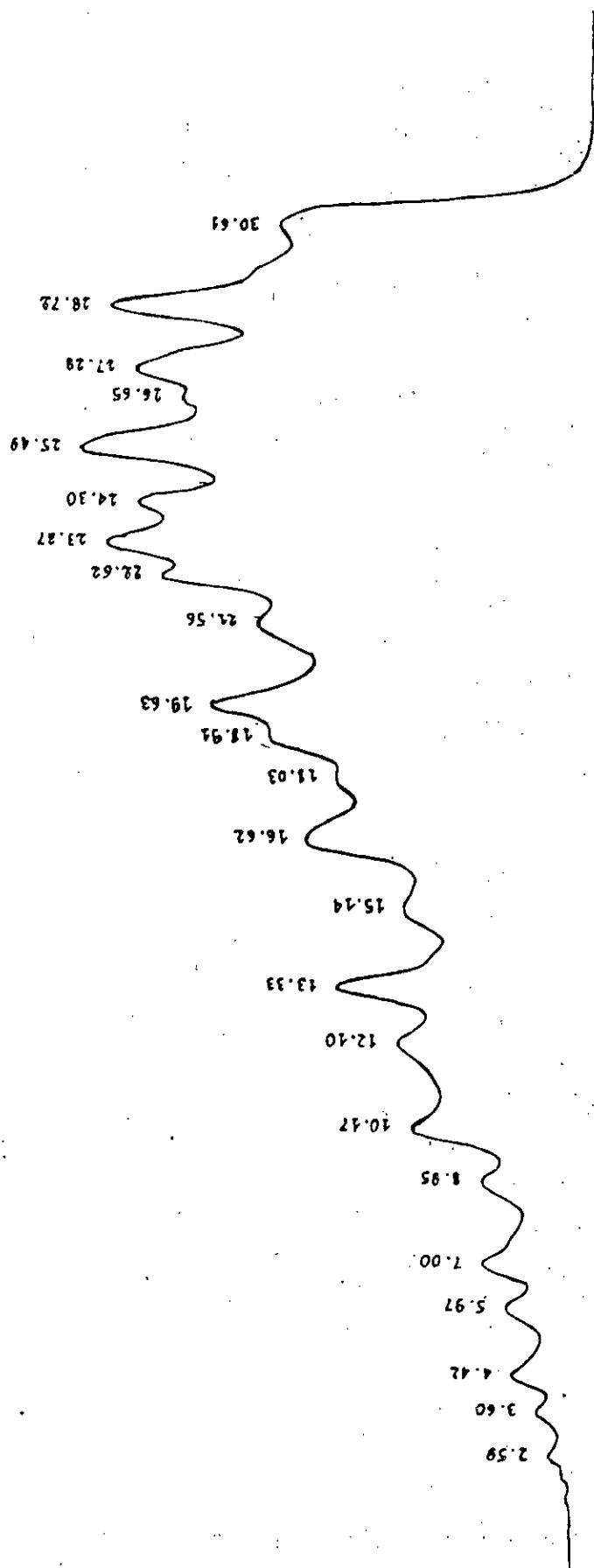
FRACTION N° 1

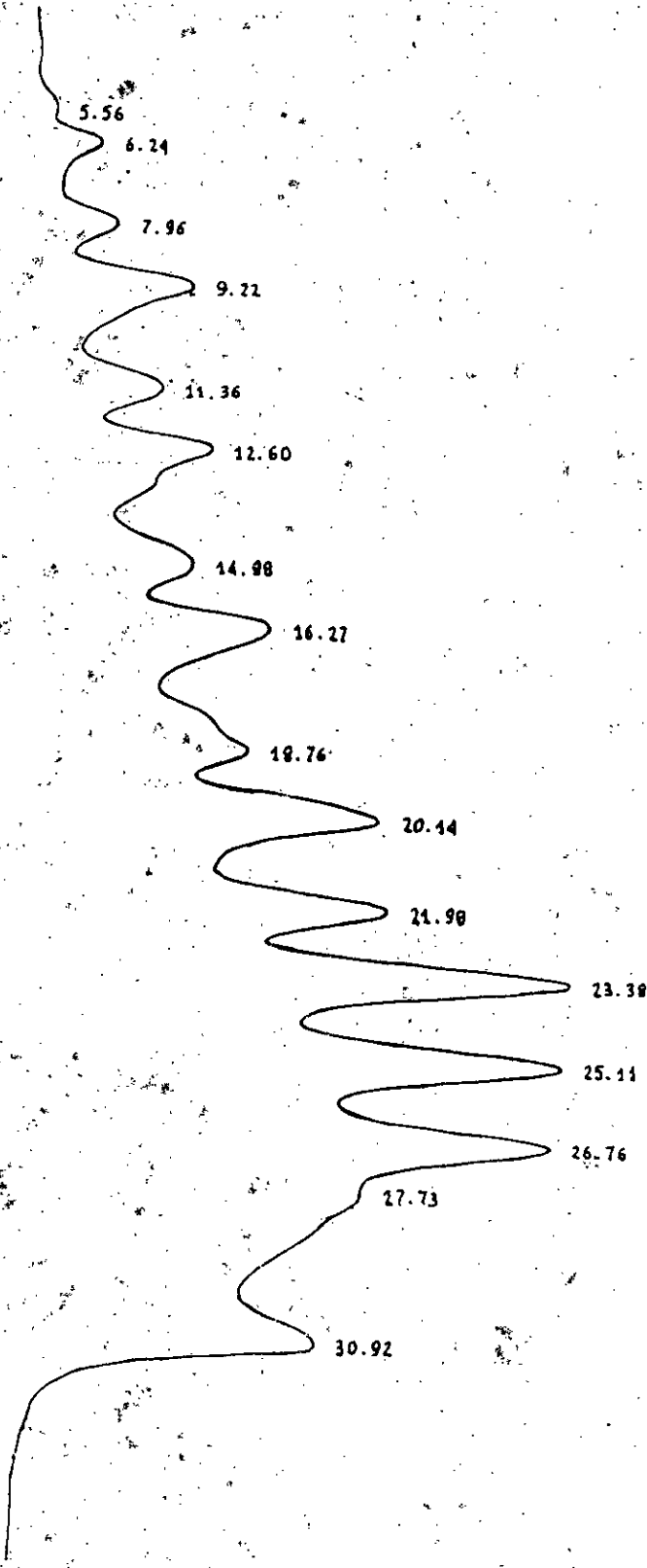


FRACTION N°2

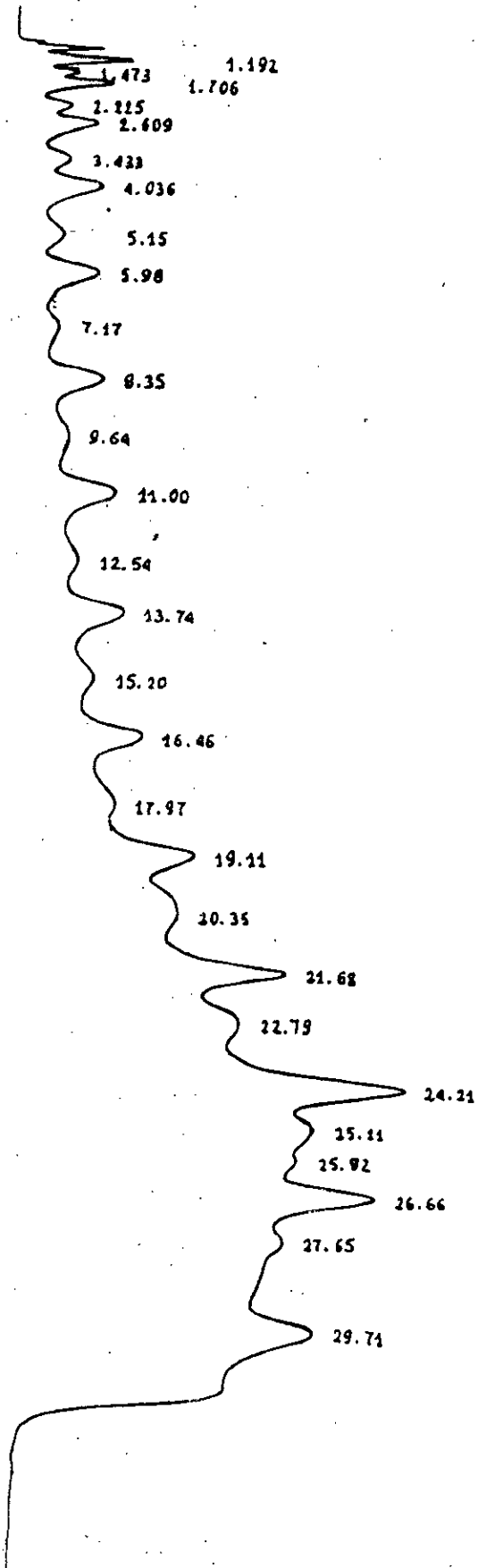


FRACTION N° 3



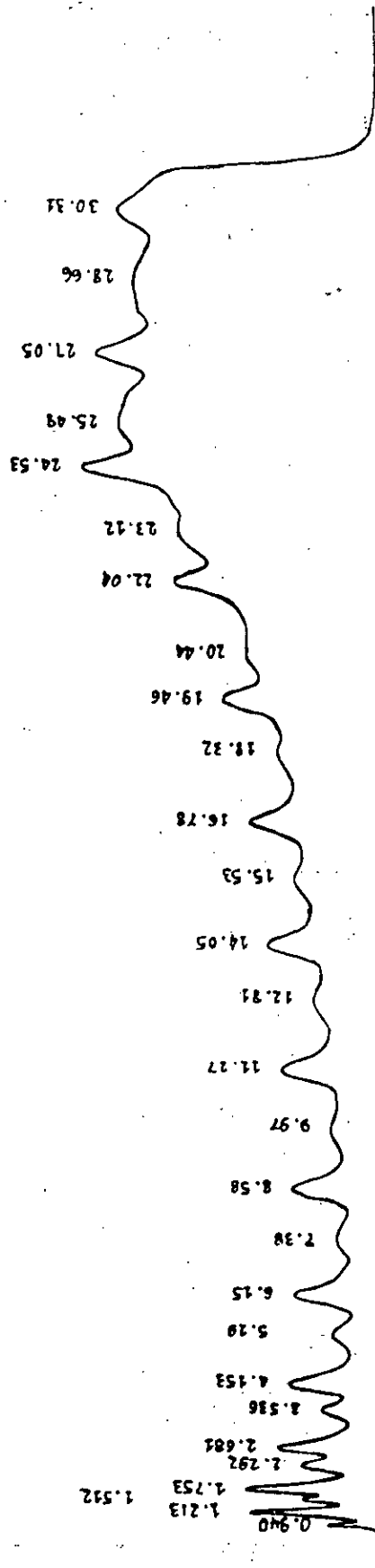


FRACTION N^o4

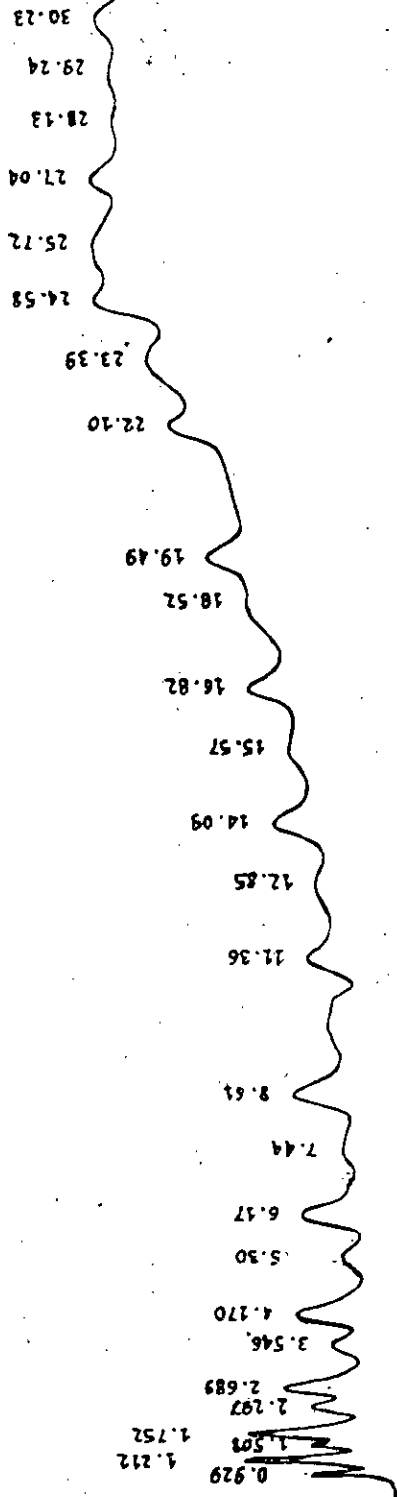


FRACTION : No 5

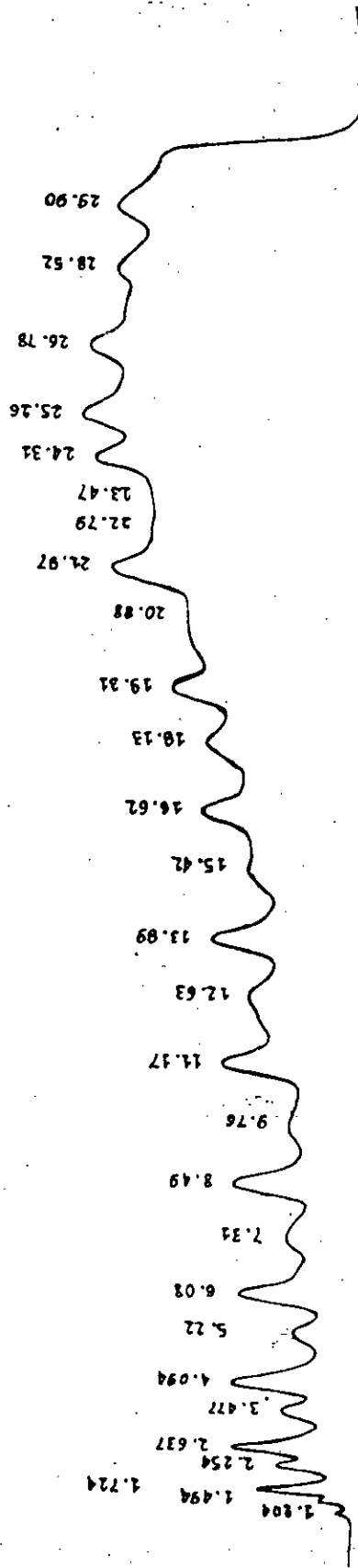
FRACTION N° 6



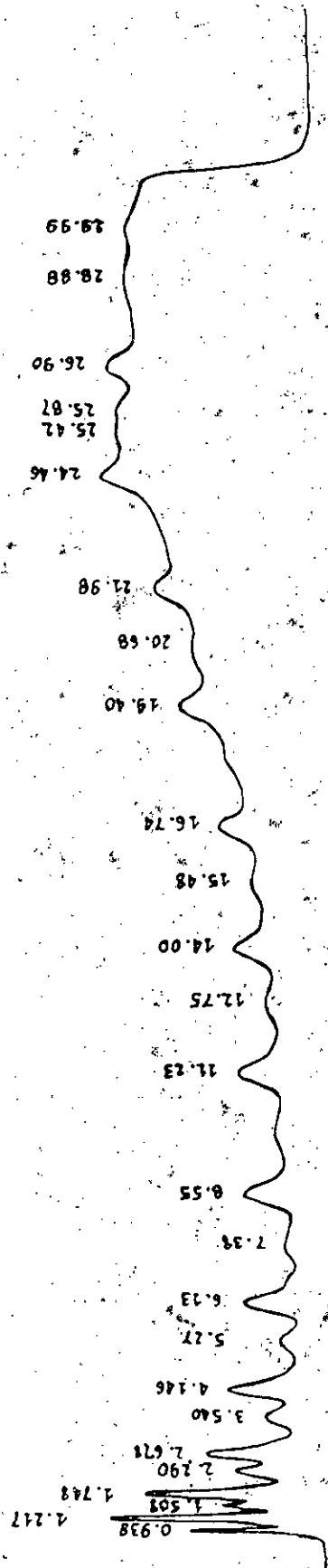
FRACTION N° 7



FRACTION N° 8



FRACTION N° 9



Moteur Chrysler type 341

équipant les modèles 160 GT et 180 de Chrysler France

Vue extérieure

1. Pompe à essence
2. Carburateur double corps
3. Durite de circulation d'eau chaude (vers le carburateur)
4. Pompe de reprise (sur le carburateur)
5. Filtre à air à élément filtrant interchangeable
6. Reniflard et tuyauterie de récupération des vapeurs d'huile
7. Dispositif de recyclage des gaz
8. Couvercle des culbuteurs
9. Bouchon de remplissage d'huile
10. Allumeur
11. Correcteur d'avance à dépression (allumage)
12. Ventilateur
13. Courroie de ventilateur, pompe à eau, alternateur
14. Poulie de vilebrequin
15. Pompe à eau (refroidissement du moteur)
16. Durite retour de réchauffage du collecteur d'admission et du carburateur
17. Collecteur d'admission
18. Alternateur
19. Tendeur de courroie d'alternateur et de pompe à eau
20. Démarreur à solénoïde
21. Jauge de niveau d'huile dans le carter moteur
22. Prise de température d'huile moteur (thermocontact)
23. Filtre à huile moteur
24. Carter d'huile moteur

Attelage mobile

25. Piston
26. Segments
27. Axe de piston
28. Bielle
29. Chapeau de tête de bielle
30. Vilebrequin à cinq paliers
31. Bloc cylindre cinq paliers en fonte spéciale à l'étain (alésage des cylindres: 87,7 mm)

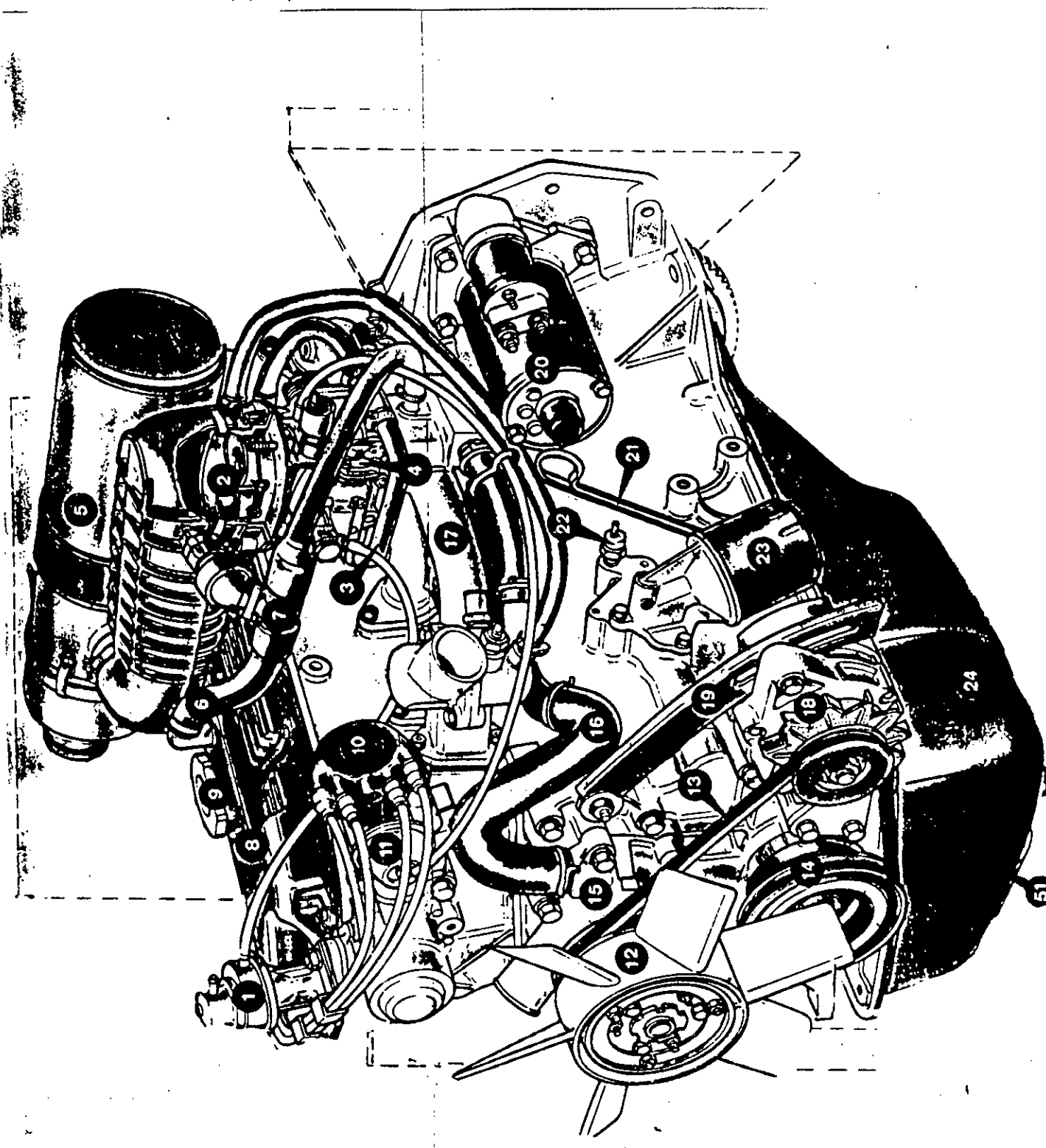
32. Chapeau de palier de vilebrequin
33. Coussinet de palier de vilebrequin
34. Volant moteur (de vilebrequin)
35. Couronne de démarreur

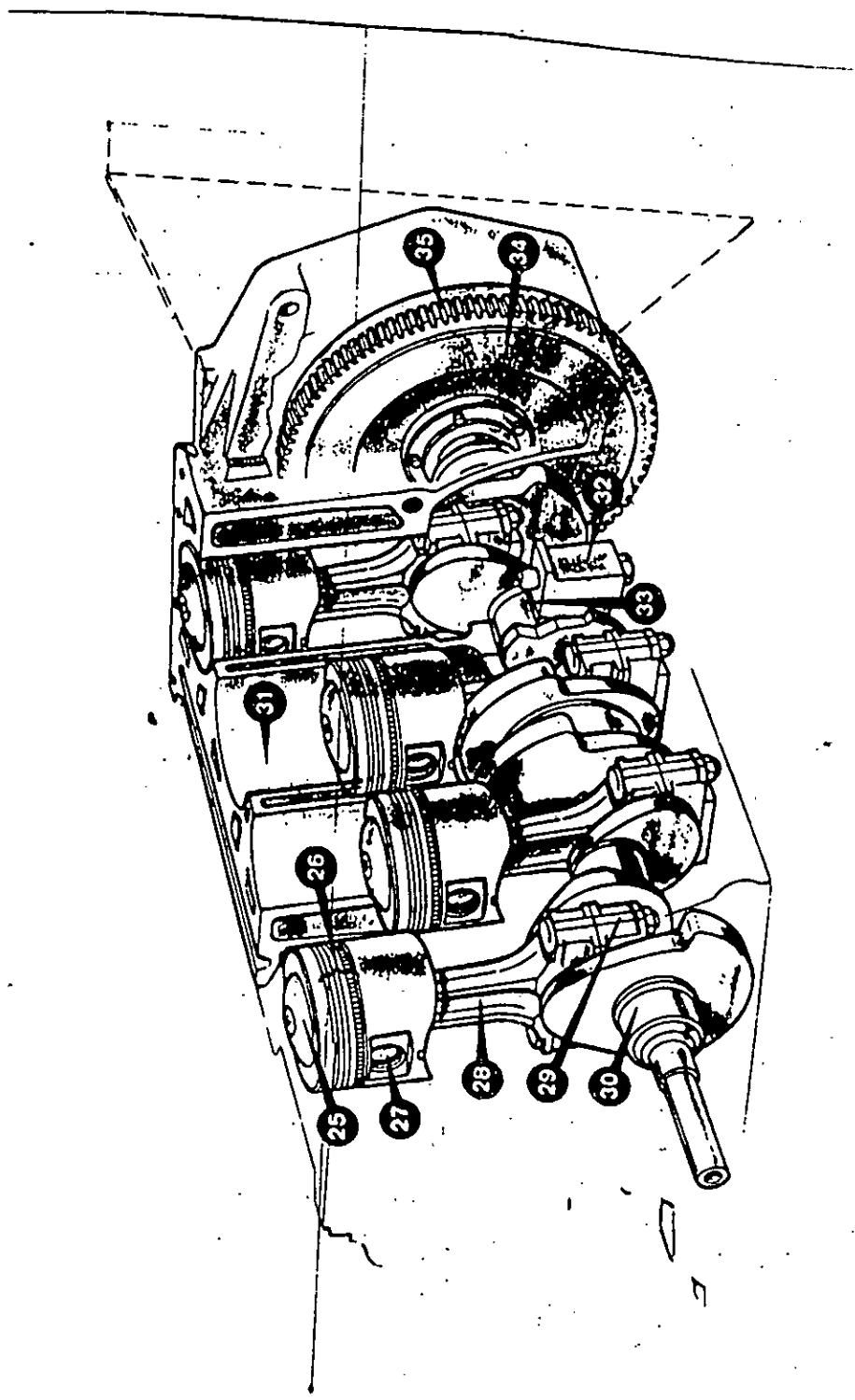
Distribution

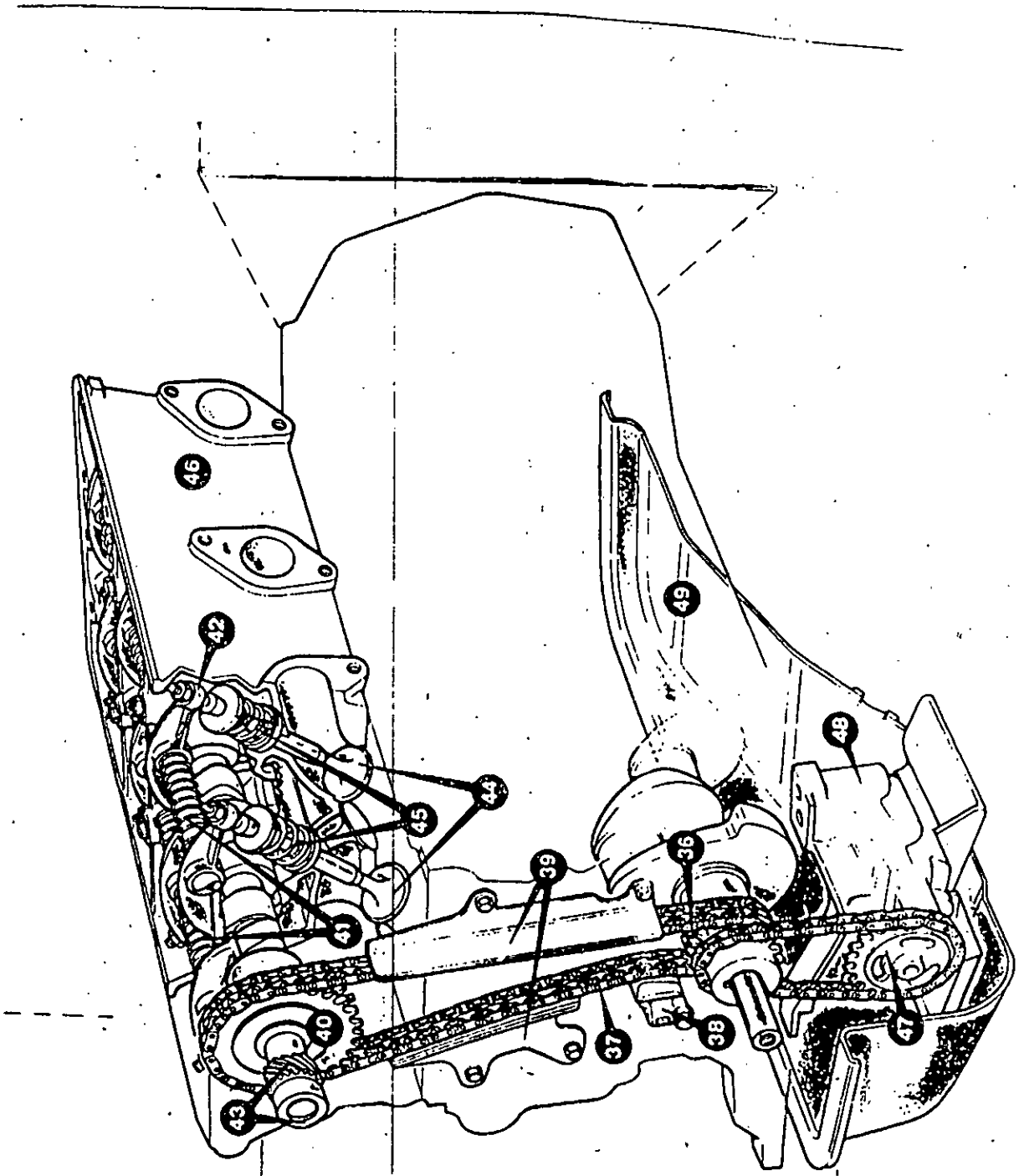
36. Pignon d'entraînement de chaîne de distribution
37. Chaîne double de distribution
38. Tendeur de chaîne de distribution (à commande hydraulique)
39. Guide de chaîne de distribution
40. Pignon sur arbre à cames en tête
41. Axes de support des culbuteurs
42. Culbuteur
43. Excentrique de commande de pompe à essence et pignon d'entraînement de l'allumeur
44. Soupapes (en tête)
45. Ressorts de soupapes
46. Culasse
47. Pignon d'entraînement de la pompe à huile
48. Pompe à huile de lubrification du moteur
49. Carter inférieur d'huile moteur

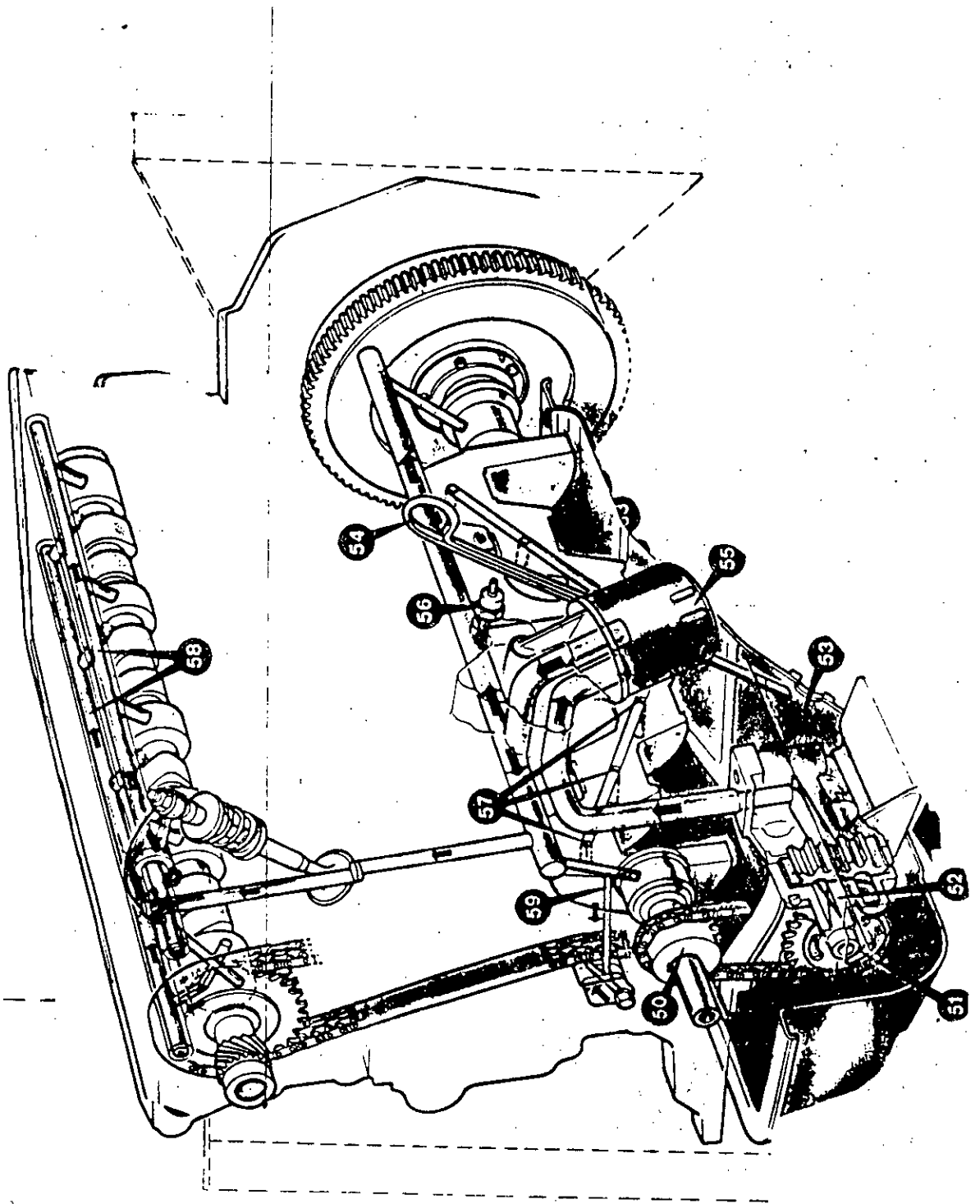
Graissage du moteur

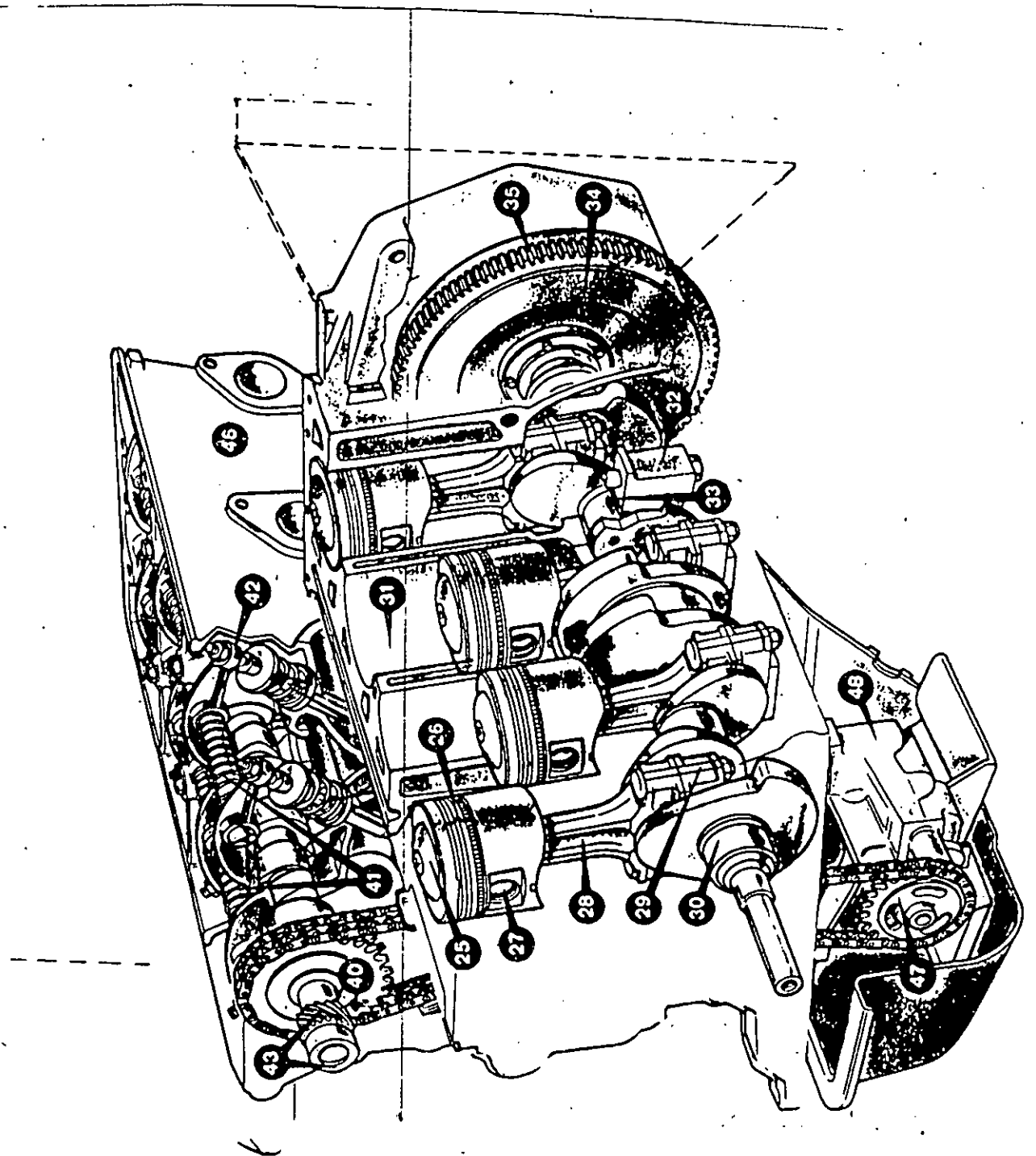
50. Pignon d'entraînement de la pompe à huile
51. Pignon de la pompe à huile
52. Pompe à huile à engrenage
53. Carter inférieur d'huile (de quatre litres de capacité)
54. Jauge de niveau d'huile
55. Filtre à huile
56. Thermocontact (prise de température sur le circuit d'huile moteur pour le contrôle visuel sur le tableau de bord)
57. Graissage des paliers de support et des manetons de vilebrequin
58. Graissage des axes de support des culbuteurs et des paliers de l'arbre à cames
59. Graissage et commande hydraulique du tendeur de chaîne de distribution











BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- (1) - **PETROLINVEST.** (Anonyme)
"Procédé moderne pour la régénération des huiles usées".
Entreprise d'engineering et d'études, SARAJEVO.
YOUgosLAVIE, 1981.
- (2) - **REVADE 90.** (Anonyme)
" Huiles usagées".
Colloque international sur la récupération et la
valorisation des déchets.
17 au 21 mars 1990 à Alger.
- (3) - **P. AUDIBERT, P. TRAMBODZE.**
" Les huiles usagées sources de matières premières et
d'énergie".
Publication IFP, Information chimie N° 145
Juin 1976.
- (4) - **P. BONO.**
" Aspects technico-économiques de la régénération des huiles
usées".
Séminaire Sonatrach, Oran 14 et 15 Décembre 1981.
- (5) - Union Africaine des chemins de fer. (Anonyme)
" Séminaire sur l'entretien du matériel moteur".
BAMAKO, 1987.
- (6) - **A.SCHILLING.**
" Les huiles pour moteurs et le graissage des moteurs".
Tome I et II.
Edition Technip - PARIS 1962.
- (7) - **M.L.VHISMAN, J.W.GOEST ZINGER and F.O.COTTON.**
" Waste lubricating oil research: and investigation of
several re-refining methods".
Bu, Mines RI 7884, 1974.
- (8) - **J.RICHARD, F.ROUX.**
" Les lubrifiants", Technique d'ingénieur,
B 590, 1978.
- (9) - **A.F.N.O.R.**
" Méthodes des essais pétroliers.
Edition 1979.

- (10) - **A.F.N.O.R.**
 " Produits pétroliers, huiles et graisses industrielles".
 Tome II.
 bnpé, 6° édition 1985.
- (11) - " Méthode d'essais des lubrifiants".(Anonyme)
 Département raffinage.
 CERHYD, Fevrier 1987.
- (12) - **P. WUITHIER.**
 " Le pétrole raffinage et génie chimique". Tome I et II.
 Edition Technip, PARIS 1971.
- (13) - **V.PROSKOURTAKOV ET A.DRAKINE.**
 " La chimie du pétrole et du gaz ".
 Edition Moscou, 1981.
- (14) - **S.E.CHITOUR.**
 " Raffinage du pétrole " . Tome I et II.
 Office de publications universitaires, Alger, 1983.
- (15) - Revue de l'I.F.P. (Anonyme)
 Art " L'usure et polissage des cylindres moteurs".
 N° Mai/Juin 1979.
- (16) - **F.D.OVCHARENKO.**
 " Propriétés hydrophiles des argiles et des minéraux
 argileux".
 A.N.USSR, Kiev, 1961.
- (17) - **R.LEFEVRE.**
 " Graissage et tribotechnique". Tome I.
 Technip, 1975.
- (18) - **M.L.VHISMAN.**
 " New re-refining technologies of the western world".
 Lubrification engineering, may 1979.
- (19) - **DENNIS W. BRINKMAN.**
 " Technologies for re-refining used lubricating oil".
 National institute for pétroleum and energy research,
 Bartes ville.
 Lubrification engineering, May 1987
- (20) - **Jacques BUZON, Jean-Claude ROUSSEL**
 " Spectroscopie d'absorption dans l'infrarouge".
 P 2855 - 8, Fevrier 1979.
- (21) - " Périodicité des vidanges".(Anonyme)
 Département raffinage.
 CERHYD, Octobre 1988.

- (22) - I.F.P. (Anonyme)
 " Méthodes rapides d'analyses des huiles usagées".
 Collection colloques et séminaires.
 Association française des techniciens du pétrole et société
 des ingénieurs de l'automobile.
 Edition technip, 1971.
- (23) - " Qualité des huiles usagées collectées en
 Algérie".(Anonyme)
 Département raffinage.
 CERHYD, Octobre 1988.
- (24) - SAINT YVES, M.
 " Régénération des huiles récupérées".
 L'industrie française - achats et entretien.
 N° 290 - 10, 1977.
- (25) - M.AVRAM.
 " Spectroscopie infra-rouge".
 DUNOD, édition 1970.
- (26) - ROBERT C. WEAST, Ph.D.
 " Hand book of chemistry and physics".
 Edition 1975 - 1976.
- (27) - JAHAN (C).
 " Comportement des huiles multigrades résultant de leur
 caractère non newtonien".
 Ingénieur de l'automobile, Février 1964.
- (28) - F. MOHELLEBI.
 " Contribution à l'étude de la Bentonite de Mostaganem et
 échange des cations Cu^{++} et Zn^{++} ".
 Thèse de Magister à l'E.N.P., Janvier 1983.
- (29) - A. BENJAMA.
 " Etude des Bentonites Algériennes, application à la
 décoloration des huiles minérales".
 Thèse de Magister à l'E.N.P., 1981.
- (30) - S.E. CHITOUR.
 " Technologie du pétrole ".
 Cours effectués à l'école nationale polytechnique,
 1974-1975.
- (31) - J.GROFF.
 " A.B.C. du gaissage".
 Edition technip, 1961.
- (32) - X.NORMAND.
 " Leçons sommaires sur l'industrie du raffinage de
 pétrole". Tome II.
 Edition technip, 1978.

- (33) - **H.PERRY.**
 "Chémical engineer". Hand book, perry.
 5° édition 1973.
- (34) - **T.YA.PAPERNO, V.P.POZDNYAKOV, A.A.SMIRNOVA, L.MELACIN.**
 "Physico-chemical laboratory techniques in organic and
 biological chemisty".
 Publishers, Moscou, 1979.
- (35) - **O.BENSALEM, O.MEHNI.**
 "Etude de l'incorporation des huiles usagées au fuel lourd".
 CERHYD, Mars 1987.
- (36) - **R.E.LINNARD.**
 "Pro- An innovation in used oil re-refining".
 Prop. program. Director.
 Annual meeting, NPRA, 1979.
- (37) - Paramins post. (Anonyme)
 "Industry and additives news".
 May, 1986.
- (38) - **Ir. J.HO.HAZEWINKEL K.T.I.**
 "The economic break through in rerefining os spent lube
 oil".
 Septembre 1980.
- (39) - **TAKASEVICHYI, OVCHARENKO. F.D.**
 "Adsorption sur les minéraux argileux".
 Kiev, 1975.
- (40) - **J.C. GUIBET.**
 "Carburants et moteurs". Tome I.
 Technip, 1987.
- (41) - "L'eau pure". (Anonyme)
 Journée d'étude sur l'élimination des déchets et protection
 des eaux".
 N° 90-91, 1989.
- (42) - **F. AUDIBERT.**
 "Le reraffinage des huiles usagées moteurs".
 Séminaire reraffinage des huiles usagées.
 SKIKDA, 10 - 11 Décembre 1984.
- (43) - **GARDNER (L).**
 "Infrared spectroscopic examination of used lubricating
 oils".
 Canad. Spectr., Sept 1966, P 98.

(44) - J. TRANCHANT, J. BUZON.

" Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse".
Edition masson 1982.

(45) - QUILLET.

" Encyclopédie des sciences industrielles".

Nouvelle encyclopédie pratique, d'électricité et
d'électronique.

Mécanique. Applications - transports.