

وزارة الجامعات والبحث العلمي

Ministère aux Universités et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

مدرسة الوطنية المتعددة الفنون
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT *Série Chimique*

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

*Évaluation de la détérioration de
l'huile moteur 20W50 dans les
premières 1500 kilomètres*

Proposé par :

P^r CHITOUR, S.E.

Etudié par :

O. AOUSSIT

E. SELMI

Dirigé par :

P^r CHITOUR, S.E.

M. F. MOHELLEBI

PROMOTION

Juin 1992

Ce travail fait partie d'un projet de recherche au sein du laboratoire de valorisation des énergies fossiles du département de Génie-chimique sous la direction du professeur S.E CHITOUR.

DEDICACES

- A ma mère
- A mon père
- A mes frères et soeurs

Je dédie ce mémoire

E. SELMI

- A ma mère
- A mon père
- A mes frères et soeurs

Je dédie ce mémoire

O. AOUDJIT

REMERCIEMENTS

Nous tenons à exprimer nos remerciements et notre reconnaissance à Monsieur le professeur S.E. CHITOUR qui nous a dirigé et éclairé par ses précieux conseils.

A Madame MOHELLEBI, nous exprimons notre profonde gratitude pour nous avoir tant soutenu et aidé lors de l'élaboration de ce travail.

Nos remerciements vont aussi à Madame DERRICHE pour avoir accepté de présider le jury.

Et à :

- Madame MEZIANI
- Monsieur BENKOUSSAS

d'avoir accepté de faire partie du jury.

Sans oublier Monsieur SELMI Mohand pour avoir accepté de faire des prélèvements d'huile sur sa voiture.

Enfin, tous ceux qui nous ont aidé et soutenu à citer :

Mr K. REZZAZ, Mr ZETILI, ...

TABLE DES MATIERES



INTRODUCTION

PARTIE THEORIQUE

Page.

<u>CHAPITRE I: ORIGINE ET CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS</u>	11
1- DEFINITION	11
2- CLASSIFICATION	11
2.1- LES LUBRIFIANTS NATURELS	11
a- LES LUBRIFIANTS D'ORIGINE ANIMALE	11
b- LES LUBRIFIANTS D'ORIGINE VEGETALE	12
c- LES LUBRIFIANTS D'ORIGINE MINERALE	13
2.2- LES LUBRIFIANTS ARTIFICIELS	14
a- LES GRAISSES	14
b- LES PRODUITS DE SYNTHESE	14
<u>CHAPITRE II: LES HUILES DES MOTEURS</u>	16
1- COMPOSITION DES HUILES MOTEURS	16
2- LES HUILES DE BASE	16
2.1- TENDANCE CHIMIQUE DES HUILES	17
a- TENDANCE PARAFFINIQUE	17
b- TENDANCE NAPHTENIQUE	18
c- TENDANCE AROMATIQUE	19
3 - CLASSIFICATION DES HUILES MOTEURS	19
3.1 - CLASSIFICATION EN NOMBRES S.A.E	19
3.2 - LES NOMBRES S.A.E DES HUILES MULTIGRADES	21
4 - LES FONCTIONS DE L'HUILE MOTEUR	22
5 - LES ADDITIFS DES HUILES MOTEURS	23
5.1- PRINCIPAUX TYPES D'ADDITIFS	23
a- DETERGENTS - DISPERSIFS	23

c-	LES AMELIORANTS DE L'INDICE DE VISCOSITE	24
d-	LES AMELIORANTS DU POINT DE CONGELATION	24
e-	LES ADDITIFS ANTI-USURE ET ANTI-GRIPPAGE	25
f-	LES ADDITIFS ANTI-MOUSSE	25
CHAPITRE III: LES HUILES USAGEES		26
1-	LES DIFFERENTS CONTAMINANTS D'UNE HUILE MOTEUR	26
1.1-	LES CONSTITUANTS VOLATILS	26
1.2-	LES COMPOSES SOLUBLES DANS L'HUILE	26
1.3-	LES PRODUITS INSOLUBLES DANS LES HUILES	27
2-	CARACTERISTIQUES DES HUILES USAGEES	27
3-	LES DIFFERENTES FORMES D'USURES DANS UN MOTEUR	29
CHAPITRE IV: LA REGENERATION DES HUILES USAGEES DE MOTEURS		31
1-	PROCESSUS GENERAL DE LA REGENERATION	31
1.1-	DECANTATION	32
1.2-	LA SEPARATION DES IMPURETES EN SUSPENSION DANS L'HUILE	32
1.3-	LE DE-ESSENCIEMENT	32
1.4-	LE PRE-TRAITEMENT	33
2-	LES PROCEDES DE REGENERATION	33
2.1-	PROCEDE ACIDE-TERRE	33
2.2-	PROCEDE I.F.P	36
2.3-	PROCEDE MATTHYS-GARAP	39
2.4-	PROCEDE B.E.R.C	39
2.5-	PROCEDE K.T.I	40
2.6-	PROCEDE P.R.O.P	40
<u>PARTIE EXPERIMENTALE</u>		
CHAPITRE V: ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE		41
1-	DEFINITION DES DIFFERENTES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUE	41

25
 المكتبة الوطنية للعلوم والتقنيات
 المكتبة — BIBLIOTHEQUE
 26
 Ecole Nationale Polytechnique

A- CARACTERISATION DES NORMES UTILISEES	46
B- CARACTERISTIQUES PRINCIPALES DE L'HUILE NEUVE	47
2- DETERMINATION DE LA COMPOSITION DE L'HUILE NEUVE	48
3- ETUDE DE LA VARIATION DE LA VISCOSITE CINEMATIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DE L'HUILE NEUVE	49
4- DETERMINATION DE L'EQUATION LIANT LA VISCOSITE A LA TEMPERATURE DE L'HUILE NEUVE (20 W 50)	50
5- PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS	51
6- ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES DIFFERENCES ECHANTILLONS	51
7- INTERPRETATION DES RESULTATS OBTENUS	53
7.1- VISCOSITE	53
7.2- TENEUR EN CARBONE CONRADSON	54
7.3- POINT D'ECOULEMENT	54
7.4- DENSITE	54
7.5- TENEUR EN EAU	55
7.6- POINT D'ANILINE	55
8- INTERPOLATION DES COURBES OBTENUES PAR DES EQUATIONS	63
9- ANALYSE DES ECHANTILLONS D'HUILE PAR COLORIMETRIE	65
9.1- INTERPRETATION	65
CHAPITRE VI: REGENERATION DES HUILES USAGEES	67
APPLICATION DU PROCEDE ACIDE-TERRE	67
1- REGENERATION DE L'HUILE USAGEE DE 1500 KM	68
1.1- PREMIERE ETAPE: DE-ESSENCIEMENT ET DESHYDRATATION	68
1.2- DEUXIEME ETAPE: LE TRAITEMENT ACIDE DE L'HUILE USAGEE DESHYDRATEE ET DE-ESSENCIEE	70
1.3- TROISIEME ETAPE: NEUTRALISATION	72
1.4- QUATRIEME PHASE: PASSAGE A LA TERRE	74
GENERALITES SUR LES ARGILES	74

a) LA PREPARATION DES TERRES DECOLORANTES	75
b) Le KIESELGUHR	76
1- CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES	76
2- COMPOSITION CHIMIQUE	77
3- PRODUCTION	77
4- PORTS D'EMBARQUEMENT	77
c) ACTIVATION THERMIQUE	77
d) ACTIVATION CHIMIQUE	78
MODE OPERATOIRE	78
TECHNIQUE DE DECOLORATION	78
OPTIMISATION DE LA QUANTITE DE TERRE	80
LA BENTONITE	83
a) PROPRIETES PHYSIQUES	83
b) COMPOSITION	83
c) UTILISATION DE LA BENTONITE POUR LA REGENERATION DE L'HUILE (1500 KM)	83
CONDITIONS OPERATOIRES OPTIMALES	83
TRAITEMENT DE REGENERATION D'UN MELANGE D'HUILE USEE	85
1ère ETAPE : DESHYDRATATION ET DE-ESSENCIEMENT	86
2ème ETAPE: ACIDIFICATION	87
3ème ETAPE: NEUTRALISATION	88
4ème ETAPE: PASSAGE A LA TERRE	89
<u>CONCLUSION GENERALE</u>	91
<u>ABREVIATIONS</u>	
<u>ANNEXES</u>	93
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

INTRODUCTION

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

En 1990, la consommation nationale d'huile lubrifiante était de l'ordre de 160.000 tonnes dont 155.000 pour moteur.

Le taux de croissance de cette consommation est estimé à 4% par an.[1]

Les quantités de plus en plus importantes d'huiles usagées résultent de l'utilisation croissante des huiles lubrifiantes dans divers domaines.

Ces huiles usagées contiennent en quantités variables de l'eau, du carburant, des particules de carbone, des métaux, des additifs dégradés etc.. qui sont, soit produits au cours du fonctionnement normal du moteur (carburation, usure, oxydation, corrosion, dégradation thermique), soit introduits au cours de la collecte;

Ils ont pour effets de :

- Participer à la pollution des milieux naturels sous le double aspect organique et toxique,
- Accroître les effets nocifs des autres pollutions,
- Contribuer à la dégradation du cadre de vie,
- Rendre impossibles certaines vocations des cours d'eau telles que l'eau potable et l'irrigation agricole. [2]

Ce sont là des raisons qualitatives suffisantes pour se préoccuper sérieusement du devenir des huiles usagées.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I: ORIGINE ET CLASSIFICATION DES LUBRIFIANTS. (8)

1) DEFINITION:

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

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

- Des lubrifiants solides: graphites, alliage antifricition.
- Des lubrifiants plastiques et pâteux: savon, verre fondu.
- Des lubrifiants liquides: azote liquide, eau.
- Des lubrifiants gazeux: air, hélium.

2) CLASSIFICATION:

Les lubrifiants se présentent sous différents états physiques: solide, liquide, pâteux, concret, fusible ou gazeux.

2.1- LES LUBRIFIANTS NATURELS:

On distingue:

a- LES LUBRIFIANTS D'ORIGINE ANIMALE:

On peut citer:

- La lanoline (huile de laine) semblable à la vaseline qui est utilisée pour la fabrication des huiles anti-rouille.

- L'huile de lard qui est utilisée comme compound dans les huiles à cylindres et les huiles de coupe pour le travail des métaux.

La cire d'abeille qui est parfois utilisée dans les graisses à roulement et dans les huiles anti-rouille.

- Les huiles de pied de boeuf et de mouton servant aussi de compound.

b- LES LUBRIFIANTS D'ORIGINE VEGETALE:

On distingue:

* La résine et la colophane fondues utilisées dans les graisses servant à lubrifier les outils agricoles, dans les huiles isolantes épaisses et les lubrifiants adhérents pour engrenage.

* Les huiles siccatives: Ce sont des huiles qui s'épaississent par oxydation à l'air parfois jusqu'à devenir solide. Elles jouent le rôle de liants de sable; elles facilitent le retrait des modèles après moulage.

* Les huiles semi-siccatives: Elles s'épaississent seulement par soufflage d'air chaud et peu à l'air libre; elles sont non acides et servent d'enduits anti-rouille (elles adhèrent fortement aux surfaces à protéger).

* Les huiles non-siccatives: Elles conviennent le mieux, notamment l'huile de ricin à cause de sa forte onctuosité, de sa viscosité mais est influencée par la température:

Les huiles d'arachide et d'olive, ce sont des fractions obtenues par extraction ou épuisement au moyen de solvants, ces huiles résistent mal à la chaleur.

Inconvénients:

Tous ces produits naturels ont une composition qui dépend du lieu de production, de l'année de récolte et de la variété (animale ou végétale).

Avantages:

Ce sont d'excellents agents d'onctuosité ou encore de bons lubrifiants limites (utilisés dans le cas où les contacts entre les surfaces frottantes ne sont pas trop importantes).

c- LES HUILES D'ORIGINE MINERALE.

On cite:

- Le talc, par suite de son onctuosité bien connue, est parfois incorporé à des graisses pour concasseurs.
- Les brais, principalement ceux du pétrole, servent au graissage des tourillons de laminoirs à tôles minces et à la fabrication de graisses.
- Les huiles de goudron sont utilisées comme produits de remplacement pour le graissage; celles qui conviennent le mieux sont issues des distillations à basse température.

- Les huiles de pétrole constituent, tant par l'importance des ressources que par leurs qualités, la majeure partie des huiles de graissage. On les incorpore à de nombreuses compositions de lubrifiants artificiels.

- L'eau est en outre le seul lubrifiant utilisable dans les compresseurs à oxygène parce que ce gaz s'il est en excès entraîne l'auto-inflammation quasi-instantanée des huiles de pétrole.

2.2- LES LUBRIFIANTS ARTIFICIELS:

a- LES GRAISSES:

Une graisse lubrifiante est un produit de consistance semi-fluide à solide, obtenu par dispersion d'un agent épaississant dans un liquide lubrifiant. Pour apporter certaines propriétés spéciales, des produits d'addition peuvent être également inclus.

Il s'agit donc d'un système biphasique comprenant une phase liquide et une phase solide insoluble et dispersée dans la première.

La phase liquide peut être une huile minérale ou un fluide lubrifiant synthétique, la phase solide insoluble peut être de nature organique (urée aromatique), organo-métallique (savon alcalin ou alcalino-terreux) ou permentation organique (silice) [2]

b- LES PRODUITS DE SYNTHÈSE:

Parmi ces produits, on distingue:

Les huiles de synthèse:

Elles sont principalement utilisées pour des applications spécifiques (aviation, installations de pointe, méthaniers). Elles

sont chères et on ne les utilise que dans le cas où une huile minérale n'a pas les caractéristiques voulues (exemple silicone)

Les additifs:

Ce sont des produits complexes qui mélangés aux huiles, même en faibles quantités, modifient profondément le comportement de celles-ci. Ce sont des produits complexes destinés à être mélangé avec des huiles même à faible proportion et ayant un grand impact sur le comportement des huiles.

CHAPITRE II: LES HUILES MOTEURS: [3]

1- COMPOSITION DES HUILES MOTEURS:

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

Les huiles modernes pour moteurs sont composées:

- D'une ou plusieurs huiles de base obtenues par raffinage des fractions lubrifiantes tirées dans la majorité des cas de pétrole bruts.
- D'additifs 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.
- b) En fonction de la nature chimique recherchée.
- c) En fonction des additifs utilisés.

2- LES HUILES DE BASE: [4]

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

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

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

- * Le traitement à l'acide sulfurique;
- * Les traitements aux solvants, tel que: le phénol, le fufinal, le propane;
- * Les traitements de déparaffinage:
 - par filtration sur filtres-presses.
 - avec des solvants, tels que: le propane ou le toluène.
- * Les traitements de neutralisation et de décoloration avec des terres spéciales:
 - par percolation.
 - par contact.

2.1- TENDANCE CHIMIQUE DES HUILES: [5]

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

a- LA TENDANCE PARAFFINIQUE:

Elle est représentée par l'ensemble des hydrocarbures saturés à chaîne droite, ramifiée ou non, mais non cyclique. Les paraffines ramifiées qui sont les plus intéressantes se rencontrent en quantité appréciable dans les fractions lubrifiantes des bruts paraffinique.

Par contre, les paraffines à chaîne droite de poids moléculaire élevé augmentent la température de congélation des huiles et doivent être retirées par déparaffinages.

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

- faible densité pour une viscosité donnée;
- variations relativement faibles de la viscosité en fonction de la température.
- faible volatilité pour une viscosité donnée.
- faible pouvoir solvant.

b- TENDANCE NAPHTENIQUE:

Elle est composée d'hydrocarbures saturés, tout comme les paraffines, mais en outre, cyclique ou polycycliques. Les types de naphtés ayant seulement quelques cycles par molécule et une prépondérance d'atomes de carbone sous la forme de longues chaînes paraffiniques possèdent probablement les propriétés qui sont désirées dans les huiles de graissage.

Les caractéristiques physiques et chimiques de ces hydrocarbures s'éloignent d'autant plus de celles des paraffiniques que les chaînes fixées sur les noyaux naphténiques sont plus courtes: elles se traduisent en particulier par :

- Une densité relativement élevée pour un viscosité donnée.
- Des variations assez rapides de viscosité en fonction de la température.
- Une plus grande volatilité que la fraction paraffinique correspondante de même viscosité.
- Un pouvoir solvant relativement élevé.

c- TENDANCE AROMATIQUE:

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

Ces fractions présentent des caractères encore plus accusés que les carbures naphténiques. 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 minérales purs, est leur altérabilité chimiquement actifs, ils sont facilement oxydables et provoquent la formation de produits résineux ou asphaltiques accompagnés de dérivés corrosifs.

Leur point d'aniline très bas est l'indice d'un pouvoir solvant élevé, mais qui ne présente pas d'intérêt en raison des défauts moyens signalés.

3- CLASSIFICATION DES HUILES MOTEURS [3]

3.1- CLASSIFICATION EN NOMBRES S.A.E:

La classification quasi internationale adoptée pour les huiles moteurs minérales pures et avec additifs est celle de la S.A.E. américaine (society of Automotive Engineers). Elle repose uniquement sur la viscosité de l'huile.

Dans cette classification, il y'a sept nombres S.A.E différents (5w, 10w, 20w, 20, 30, 40 et 50) n'indiquant pas une valeur de viscosité quelconque, mais qui sont seulement des chiffres repérés arbitraires dont l'ordre de croissance varie dans le même sens que la viscosité.

A ces nombres correspondent en fait des intervalles de viscosité dont les valeurs de base fixées par l'organisme américain sont exprimées en (centi-stocks). Comme l'indique le tableau (1) -ci-dessous.

Dans ce tableau, les nombres S.A.E. suivis de la lettre "W" (winter ou hiver) se rapportent plus spécialement à des huiles pour utilisation sous climat froid, d'où la température de repère des viscosités fixée à -18°C (0°F).

Les nombres S.A.E, sans la lettre "W", s'appliquent aux huiles moteurs les plus utilisées sous le climat de l'Europe occidentale ils sont basés sur la viscosité à 98,9 °c (210°F).

S.A.E suivie de la lettre "W" dans l'ordre croissant

Nombres SAE de viscosité	Viscosité cinématique (CST)			
	à -18 °C		à 98,9 °C	
	MINI	MAX	MINI	MAX
5 W	-	869		
10 W	1303	2606		
20 W	2606	10423		
20			5,73	9,62
30			9,62	12,93
40			12,77	16,77
50			16,77	22,68

Tableau n° 1: Classification en nombre SAE des huiles moteurs [3]

3.2- LES NOMBRES S.A.E DES HUILES MULTIGRADES:

Les huiles "multigrades" representent une classe particulière d'huile pour moteurs du fait qu'elles sont designees par deux nombres S.A.E. accolés, le premier étant affecté de la lettre "W". soit par exemple S.A.E. 20 W 50. Leur viscosité a des limites définies a - 18 °c par le premier nombre, et a 98,9°c par le second. par conséquent, une huile multigrade repond simultanément aux exigences d'utilisation aux basses et aux hautes températures. Le tableau ci-dessous indique les index de viscosité minimaux (V.I méthode A.S.T.M D 2270) des diverses combinaisons d'huile multigrades.

DOUBLE NOMBRE S.A.E	INDEX DE VISCOSITE MINIMAL ASTM D2270
5 W 20	127
10 W 30	145
20 W 40	113
5 W 30	180
10 W 40	169
10 W 50	190
20 W 50	133
5 W 50	230

Tableau n° 2: Les nombres S.A.E. des huiles multigrades

4- LES FONCTIONS DE L'HUILE MOTEUR [6]

Ces fonctions sont nombreuses, nous pouvons entre autre parler de:

- * La réduction des pertes mécaniques dans les moteurs en substituant au frottement direct des organes, un frottement interne, plus faible par l'action des lubrifiants interposés.

- * La réduction de l'usure des organes frottants en les séparant par un film lubrifiant partout où cela est possible.

- * La protection des organes frottants contre la corrosion, par exemple: la lutte contre les contaminants acides provenant de la combustion des fuels riches en soufre dans les moteurs diesel.

- * L'évacuation de la chaleur: Dans les moteurs thermiques, l'huile peut enlever jusqu'à 4% de la chaleur produite par combustion.

- * L'amélioration de l'étanchéité: Dans les moteurs l'étanchéité aux gaz de l'ensemble piston - segments est une fonction de la viscosité de l'huile de graissage.

- * L'évacuation des impuretés; par exemple dans les moteurs à essence fonctionnant en service de porte à porte, les sels de plomb en provenance du carburant éthylé doivent être maintenus en suspension fine dans la masse de l'huile du carter pour éviter la formation des boues, c'est la fonction dispersante du lubrifiant qui remplit ce rôle.

Enfin, ces différentes fonctions sont souvent interdépendantes et en pratique, des compromis sont nécessaires par exemple, la réduction de l'usure peut conduire à utiliser des lubrifiants légèrement corrosifs ou susceptibles de donner quelques dépôts.

5- LES ADDITIFS DES HUILES MOTEURS:

Ils sont incorporés aux lubrifiants pour en modifier les propriétés physiques ou chimiques dans le sens désiré, par exemple: une huile multigrade pour moteur à essence peut contenir jusqu'à 20% en poids d'additifs.

5.1- PRINCIPAUX TYPES D'ADDITIFS:

a- DETERGENTS - DISPERSIFS: [6]

Ce type d'additifs 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 de la segmentation, que dans les parties froides pour empêcher des dépôts de boues il en existe deux types:

Métalliques: On peut citer:

- Sels esters de solicylates
- Sulfonates neutres ou basique

Sans cendres: On distingue: Les copolymères de métacrylates ou d'acrylates avec des comonomères contenant des groupes polaires tels que des amines, amides, éthers, etc...

b- INHIBITEURS D'OXYDATION ET DE CORROSION DE PALIER: [6]

Les inhibiteurs d'oxydation sont utilisés pour diminuer l'effet de l'oxydation des huiles qui est dû à l'élévation de température dans le moteur. Il sont en général polyfonctionnels. On peut citer les oléfines sulfurées, les phosphites organiques, les composés phénoliques.

c- LES AMELIORANTS DE L'INDICE DE VISCOSITE: [7]

En général l'huile moteur est soumise à des écarts de température 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 les plus efficaces sont :

- Les polyméthacrylates
- Les polystyrènes alkylés
- Copolymères éthylène - propylènes

d- LES AMELIORANTS DU POINT DE CONGELATION:

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 :

- Naphtalène alkylés
- Polymères et copolymères de l'alkyl - méthacrylate
- Polymères et copolymères d'oléfines
- Polystyrènes alkylés

e- LES ADDITIFS ANTI-USURE ET ANTI-GRIPPAGE :

- Phosphites organiques
- Oléfines sulfurées
- Additifs alcalins etc....

f- LES ADDITIFS ANTI-MOUSSE :

Les additifs anti-mousse agissent en modifiant, soit la quantité, soit la stabilité de la mousse ou encore les deux à la fois.

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

CHAPITRE III: LES HUILES USAGEES [8]

1- LES DIFFERENTS CONTAMINANTS D'UNE HUILE MOTEUR:

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

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

1.1- LES CONSTITUANTS VOLATILS:

Les plus communs des huiles moteurs usagées sont l'eau et le combustible (essence et gas-oil).

L'eau provient de la condensation à l'intérieur du moteur, de fuite de joints, de la respiration du carter. Tandis que les carburants pénètrent dans l'huile du carter en raison de l'étanchéité relative en fonctionnement entre segments et cylindres.

1.2- LES COMPOSES SOLUBLES DANS L'HUILE:

Comprennent toute la famille des corps formés par oxydation, des résines, des asphaltènes, des anti-gels et des savons métalliques. L'efficacité d'un procédé de régénération dépend essentiellement de la manière dont ces corps solubles sont retirés ou altérés.

1.3- LES PRODUITS INSOLUBLES DANS LES HUILES:

Ce sont des particules solides de dimensions inférieures à un micron, de sorte que la présence des détergents actifs les maintient en suspension.

Ces produits insolubles peuvent être des particules de carbone, des poussières atmosphériques, des débris de métaux, des oxydes métalliques. Le retrait de ces produits pose en général moins de difficulté que les précédents.

2- CARACTERISTIQUES DES HUILES USAGEES:

La composition moyenne des huiles usagées au moment de la vidange des moteurs n'est pas exactement représentative de celle des huiles effectivement ramassées en vue de leur régénération, du fait de mélanges incontrôlables avec des huiles de diverses provenances (de boîtes de vitesses, de ponts arrière et d'autres mécanismes, et aussi de pollutions accidentelles). Ainsi cette composition des huiles usagées ramassées peut évoluer dans une large mesure, ce qui représente certainement le plus grand souci des régénérateurs.

Les caractéristiques principales des huiles usagées de divers origines ainsi que les huiles utilisées dans notre pays sont regroupées dans les tableaux n° 3 et 4.

CARACTERISTIQUES	FRANCE 1976	ITALIE 1976	BELGIQUE 1976	YUGOSLAVIE 1977	AFRIQUE DU SUD
Densité 20 °C	0,898	0,898	0,904	0,898	0,892
Viscosité 50 °C (Cst)	54,05	52	66,2	-	-
Viscosité 98,9 °C (Cst)	10,65	11,27	12,6	10,41	8,76
Indice viscosité	123	120	101	105	123
Carbone Conradson (Pds)	1,80	2,10	2	1,35	1,50
Point d'écoulement (°C)	-30	-33	-27	-24	-39
Point d'éclair (°C)	160	196	230	204	168
Cendres (Pds)	1,00	1,19	1,13	0,76	0,98

Tableau n° 3: Caractéristiques physico-chimiques des huiles usagées déshydratées d'origines diverses [8].

GRADE S.A.E.	20 W 50	10 W	20 W	30	40	50
Densité à 15 °C		0,870	0,890	0,890	0,890	0,890
Viscosité 40°C (CST)	137	40,6	77	132	175	245
Viscosité 100°C (CST)	18,0	5,7	8,8	12,5	15,3	19
Indice de viscosité	156	95	95	95	95	95
Viscosité Engler 50°C	10,7	3,38	5,7	9,35	12	16,4
Point d'éclair (°C)	232	190	210	221	238	238
vase ouvert						
Point d'écoulement(°C)	-32	-29	-29	-18	-15	-12
Cendres sulfatées (Pds)	0,9	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85
T.B.N. (Ing KOH/g)	5,5	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2

Tableau n° 4: Caractéristiques des différents types d'huiles usagées (en Algérie) [9].

3- LES DIFFERENTES FORMES D'USURES DANS UN MOTEUR:

Dans un moteur, l'usure des pièces frottantes peut relever de divers mécanismes, et prendre les formes principales suivantes:

a) USURE ADHESIVE OU PAR CONTACT METAL-METAL:

Celle-ci peut être plus ou moins sévère, et plus ou moins rapide, suivant les paramètres du frottement: vitesse de roulement, vitesse de glissement, états de surface, viscosité et adhérence de l'huile.

b) USURE CORROSIVE:

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

c) USURE ABRASIVE:

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

d) USURE EROSIVE:

Elle peut être due à la présence dans le fluide de graissage d'impuretés solides et dures de très petites dimensions, passant librement dans les jeux entre surfaces frottantes, mais douées, par la vitesse de circulation du fluide dans la zone de frottement, d'une énergie cinétique suffisante pour que leurs impacts sur les surfaces frottantes se traduisent par une usure progressive de ces dernières.

Le tableau ci-dessous énumère, en regard des désignations des divers pièces frottantes d'un moteur, les formes d'usures correspondantes les plus souvent rencontrées:

PIECES FROTTANTES	FORMES D'USURES
Chemise-segment-piston	<ul style="list-style-type: none"> * usure adhésive * usure corrosive par <ul style="list-style-type: none"> - Les produits d'altération de l'huile - Les produits de construction (essence) * Usure abrasive par: <ul style="list-style-type: none"> - Les contaminants de l'huile provoquant l'usure des parties basses. - Les contaminants de l'air et du carburant provoquant l'usure des parties hautes.
Bague pied de bielle- axe de piston	<ul style="list-style-type: none"> * Usure par fatigue * Usure abrasive * Usure corrosive
Coussinet tête de bielle palier	<ul style="list-style-type: none"> * Usure par fatigue * Usure corrosive (liée aux alliages) * Usure abrasive * Usure érosive par fines particules solides.
Pompe à l'huile	<ul style="list-style-type: none"> * Usure surtout abrasive
Pompe d'injection- injecteur	<ul style="list-style-type: none"> * Usure adhésive * Usure érosive (avec ou sans particules solidés)

Tableau n° 5: Quelques formes d'usures dans un moteur. [3.]

CHAPITRE IV: LA REGENERATION DES HUILES USAGEES DE MOTEURS: [3]

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

Toutefois, le retrait des produits d'altérations et de pollution des huiles usagées de moteurs n'est pas un problème simple, surtout dans le cas où l'on veut obtenir un produit final non déclassé, ayant les mêmes propriétés qu'une huile de base extraite d'un pétrole brut, par les procédés classiques de raffinage.

1- PROCESSUS GENERAL DE LA REGENERATION:

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) La décantation.
- b) La séparation des impuretés en suspension dans l'huile.
- c) Le dé-assenciment.
- d) Le pré-traitement.
- e) Le traitement à la terre et filtration.
- f) La distillation.

1.1- LA DECANTATION:

Son but est l'éliminer:

- les corps solides;
- les grosses impuretés;
- l'eau libre.

1.2- LA SEPARATION DES IMPURETES EN SUSPENSION DANS L'HUILE:

Cette étape était relativement facile à réaliser quand le graissage des moteurs était exclusivement assuré avec des huiles minérales pures. A l'heure actuelle, cette opération, y compris le retrait des additifs, représente certainement la phase la plus difficile de la régénération.

En effet, les particules de carbone et d'autres natures en suspension très fine dans les huiles détergentes sont pratiquement insensibles aux procédés antérieurement appliqués pour la précipitation des sédiments par rupture de la suspension colloïdale par un électrolyte tels que le silicate de soude ou de chaux etc... La centrifugation est elle-même peu efficace.

1.3- LE DE-ESSENCIEMENT:

Il consiste à éliminer de l'huile toutes traces de combustibles et d'eau. L'opération peut être réalisée:

-En discontinue, dans des appareils appelés "dégazoleurs": Ce sont des récipients de différentes formes, chauffés par enveloppe de vapeur, maintenus sous vide et avec injection de vapeur d'eau pour faciliter l'élimination de l'eau et des hydrocarbures légers; la température de chauffage est de l'ordre de 270°C.

- En continu, dans une véritable colonne de distillation sous vide; l'huile passe d'abord dans un four où elle est portée à 250°C environ.

1.4- LE PRE-TRAITEMENT:

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

2- LES PROCÉDES DE RÉGÉNÉRATION:

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

Les principaux procédés de régénération sont :

- a) Procédé acide-terre
- b) Procédé I.F.P
- c) Procédé MATTHYS-GARAP
- d) Procédé B.E.R.C.
- e) Procédé K.T.I
- f) Procédé P.R.O.P.

2.1- PROCÉDE ACIDE-TERRE: [10]

C'est le plus vieux procédé et le plus utilisé dans le monde.

Dans ce procédé on utilise l'acide pour éliminer les contaminants et ce, par précipitation, ce traitement à l'acide produit la floculation des suspensions carbonées et la sulfonation des produits oxydés. Cette étape est faite sous une température de 60°C environ et on procéde comme suit:

Dans un bac de décantation à fond conique, on mélange l'huile et de l'acide sulfurique à 98%. Les boues acides qui se produisent, sont précipitées au fond du bac puis éliminées.

L'huile épurée fait ensuite l'objet d'autres traitements qui permettent de réduire les tenéurs en métaux provenant des additifs et de l'usure du moteur.

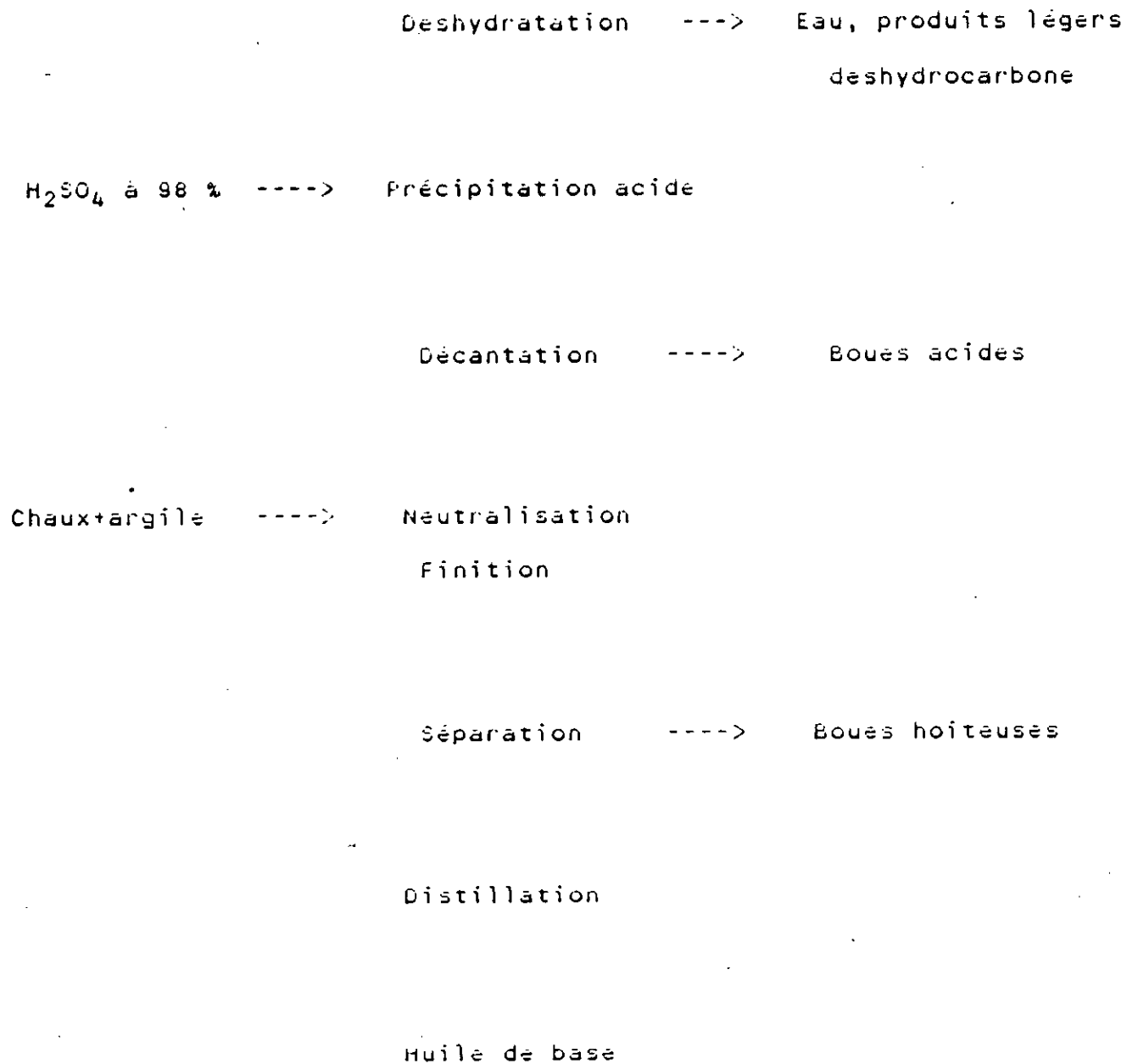
L'huile épurée résultante de la précipitation acide contient certains acides sulfoniques, sulfurique par exemple, c'est pour cela qu'on utilise une base comme la soude ou la chaux pour neutraliser ces acides.

Ce procédé se termine par un traitement de finition dans lequel l'argile à grande surface spécifique est utilisée.

L'huile est malaxée avec 1 à 10% de terre activée à une température se situant entre 80 et 100°C suivant un temps de contact de l'ordre de 15 à 20 minutes.

Enfin, on procéde à la filtration à l'aide d'un filtre presse.

Schéma n° 1: Procédé de régénération: acide-terre



2.2- PROCÉDE I.F.P [8].

Le procédé I.F.P comprend 4 étapes principales:

1^{ère} étape: Dans cette étape, on utilise un ballon flash dans lequel s'effectue l'élimination des produits volatils et de l'eau présente à des concentrations variables (0,5 à 5%) est éliminée en même temps que des polluants volatils de types phénols et autres dérivés d'additifs dont une partie est automatiquement éliminée avec l'eau du fait des interactions moléculaires.

2^{ème} étape: Purification physique profonde:

Dans cette étape, on utilise la clarification au propane ou l'ultrafiltration en présence de diluants en utilisant des membranes organiques.

Dans cette étape, la séparation des impuretés se fait sans l'élimination d'hydrocarbures autres que ceux qui se trouvent combinés dans le résidu asphaltique, la clarification au propane permet d'éliminer les particules en suspension notamment (carbone, poussières, métaux d'usures, dérivés additifs, molécules oxydées etc..).

3^{ème} étape: Raffinage: Ce raffinage léger est nécessaire pour éliminer les composés solubles d'oxydation et de dérivés autres que les hydrocarbures qui n'ont pas été éliminés par le propane ou les membranes.

Cette étape de raffinage peut consister en:

- Une acidification légère.
- Une hydrogénation catalytique peut sévère.
- Une adsorption sélective sur résine polymérique.

4^{ème} étape: Traitement de finition:

Ce traitement est considéré comme paramètre supplémentaire d'obtention des caractéristiques désirées ainsi que la limpidité et la désodorisation des coupes d'huiles.

L'addition de terre permet d'adsorber les fines particules restantes en suspension ce qui aura pour effet d'ajuster la couleur, le carbone Conradson, l'indice d'acide.

Schéma n° 2: Procédé I.F.P.

Décantation

Déshydratation

Pentane

Dilution

Propane

Précipitation

Ultra filtration

Récupération

Propane (C_3H_8)

Distillation

Acide

Finition

Finition

Argile

Huile de base

2.3- PROCÉDE: MATTHYS-GARAP: [9]

Ce procédé combine la distillation à la précipitation acide ce qui permet d'une part de faire un traitement continu des huiles et d'autre part de diminuer considérablement le volume des boues. En général, ce procédé comprend les étapes suivantes:

- 1- La séparation des particules solides par décantation.
- 2- L'élimination de l'eau et des produits volatils par distillation atmosphérique (allant jusqu'à 180°C)
- 3- Distillation fractionnée sous-vide (340 - 360°C)
- 4- Traitement acide des différentes fractions issues des précédentes étapes: les fractions épurées et les boues acides sont séparées par centrifugation.
- 5- Traitement de finition par la terre activée.

2.4- PROCÉDE B.E.R.C (Bartles ville Energy Reseach CENTER): [5]

Ce procédé utilise un solvant qui permet de faire précipiter les contaminants de l'huile usagée.

Les étapes de ce procédé sont:

- La déshydratation grâce à une distillation atmosphérique.
- La distillation sous vide où sont éliminés les hydrocarbures ayant un point d'ébullition inférieur à 345°C.
- Le traitement aux solvants
- La récupération des solvants.
- La distillation fractionnée.
- Un traitement de finition par une hydrogénation ou à la terre activée.

2.5- PROCÉDE K.T.I (Kinetics technology international):

Dans ce procédé, on n'utilise pas le traitement à la terre ce qui ne génère pas les boues acides et les boues huileuse il comporte comme étapes:

- La déshydratation et élimination des volatils par distillation atmosphérique.
- Le stripping sous vide pour produire du gas-oil.
- La distillation sous vide pour retirer la fraction lubrifiante.
- L'hydrogénation de la fraction lubrifiante.
- La distillation fractionnée pour soutirer l'huile de base.

2.6- PROCÉDE P.R.O.P (PHILLIPS.PETROLEUM COMPANY): [6]

L'utilisation de ce procédé permet d'avoir une huile régénérée ayant des qualité élevées égales à celles de l'huile vierge, mais au dépend du coût de l'opération qui reste élevé.

Les étapes du procédé sont:

- La précipitation des contaminant par une solution aqueuse de sulfate d'ammonium à une température allant de 160° à 220°c sous une haute pression.
- La séparation de l'huile et des produits de réaction.
- L'élimination des composés métalliques par un contact avec un adsorbant.
- Le traitement de finition qui consiste en une hydrogénation de l'huile épurée.

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE 5: ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE:

1- DEFINITION DES DIFFERENTES PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUE:

Dans cette partie, on s'intéresse à la détermination des caractéristiques principales de l'huile neuve et à des échantillons d'huile usagée en fonction du kilométrage dont le but de définir la cinétique de détérioration de l'huile en service.

1.1- DENSITE: [11]

La densité d'une substance à une température donnée, est le rapport de la masse d'un certain volume d'échantillon à celle du même volume d'eau à une température standard (4°C). La densité est une caractéristique d'identification de notre lubrifiant. Sa détermination nous permet de connaître le degré de contamination de l'huile.

Pour la détermination de cette propriété, nous avons utilisé la méthode du pycnomètre.

1.2- VISCOSITE: [11]

La viscosité est la résistance interne qui s'oppose à l'écoulement d'un fluide et qui est provoquée par le frottement des molécules les unes contre les autres.

On distingue:

- La viscosité dynamique ou absolue exprimée en général en poises ou en centi-poises.

- La viscosité cinématique qui est le rapport de la viscosité absolue à la densité mesurée à la même température. Elle s'exprime en stocks ou centistocks.

La détermination de la viscosité cinématique est effectuée par mesure du temps d'écoulement de l'huile entre deux traits-repères d'un tube capillaire calibré du type UBBELOHDE.

La viscosité cinématique est calculée d'après la formule donnée suivante:

$$V = CT - \frac{B}{T}$$

V: La viscosité cinématique en centistocks (cst)

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

B: Constante expérimentale.

T: Temps d'écoulement du fluide entre deux repères fixés. Pour les huiles de graissage, la viscosité est une spécification de première ordre puisqu'elle conditionne les qualités requises pour la lubrification.

1.3- INDICE DE VISCOSITE: [4]

Au démarrage d'un moteur, et particulièrement en hiver, l'huile est froide et visqueuse. Quand le moteur est en régime, la température de l'huile se stabilise dans le carter entre 80 et 100°C mais elle peut atteindre plus de 200°C dans le film qui recouvre les cylindres; il faut que dans cet intervalle l'huile assure trois fonctions:

- Lubrification grâce à une certaine viscosité
- Elimination de calories
- Nettoyage du moteur

Il faut donc trouver une huile dont la viscosité varie le moins possible avec la température et qui assure à chaud et à froid ses fonctions.

Pour soulever ce problème DEAN et DAVIS ont choisi deux huiles étalons.

1) Famille d'huile (H) de Pennsylvanie: Type nettement paraffinique de faible variation de viscosité avec la température et affectées conventionnellement d'un indice de viscosité (VI) de 100.

2) Famille d'huile (L) du GOLF COAST de nature naphténique présentant une variation rapide de viscosité en fonction de la température affectées d'indice de viscosité VI=0.

L'indice de viscosité est calculé, en se rapportant à 2 températures déterminées à 40°C et 100°C tel que:

L'huile à analyser et chacune des 2 huiles étalons possèdent à 100°C une même viscosité V.

A 40°C chacune des 3 huiles ont des viscosité différentes.

L'huile à analyser à une viscosité U et à par définition l'indice de viscosité:

$$VI = \frac{L - U}{L - H} \cdot 100$$

L'indice de viscosité caractérise la constance de la viscosité avec la température par un seul nombre.

1.4- POINT D'ANILINE: [4]

C'est la température la plus basse à laquelle dans un mélange égal d'aniline et de produit à examiner se manifeste la miscibilité et ceci par l'apparition d'un trouble.

Le point d'aniline est en relation avec l'aromaticité du produit.

Un point d'aniline élevé nous indique une faible teneur en carbone aromatique du produit considéré.

Les huiles à tendance paraffiniques ont un point d'aniline plus élevé que les huiles à tendance naphténique.

1.5- POINT D'ÉCOULEMENT: [11]

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

La connaissance du point d'écoulement permet entre autre d'apprécier les limites de températures à respecter dans la mise en oeuvre des produits, en particulier pour le démarrage des moteurs en hiver.

1.6- TENEUR EN CARBONE CONRADSON: [7]

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 dissiccation, l'augmentation de masse du creuset représente le "résidu Conradson".

C'est une caractéristique essentielle pour une huile moteur car, elle indique l'état du moteur, elle donne également des limites d'utilisation de l'huile (3%).

1.7- COULEUR: [12]

La couleur est une des rares caractéristiques des produits du pétrole pouvant s'estimer sans appareils de laboratoire. La différence de couleur de deux produits de mêmes caractéristiques peut provenir:

- Des bruts d'origine
- Du raffinage

La couleur apparente des hydrocarbures est due, comme pour toutes les substances, à l'absorption sélective des radiations composant la lumière blanche. Les radiations non absorbées donnent une lumière colorée qui impressionne notre vue.

Pour pouvoir suivre l'évolution de la couleur de l'huile en fonction du kilométrage, on a utilisé le colorimètre "PHOTOELECTRIC, COLORIMETER, MODEL F-01, OGAWA SELKI", qui utilise des verres colorés étalons. [12]

1.8- TENEUR EN EAU: [13]

Ce test est basé sur le principe qui consiste à entraîner l'eau contenue par distillation à reflux d'un solvant non miscible à l'eau.

Après condensation l'eau se sépare du solvant et s'accumule dans un tube de recette gradué. Le liquide d'entraînement retourne dans le récipient de distillation

$$T.E = \frac{\text{volume d'eau dans le tube de recette} \times 100}{\text{Masse ou volume de la prise d'essai}}$$

Analyses	Normes
Densité	A S T M D 1298
Viscosité à 40 °C en (CST)	A S T M D 445
Viscosité à 100 °C en (CST)	A S T M D 445
Indice de viscosité	A S T M D 2270
Viscosité Engler à 40 °C	CONVERSION
Point d'éclair (°C)	A S T M D 92
Point d'aniline (°C)	A S T M D 611
Point d'écoulement (°C)	A S T M D 97
Point de congélation (°C)	A S T M D 97
Teneur en eau (% VOL)	A S T M D 95
Résidu Conradson (% PDS)	A S T M D 189

Tableau n° 6: Identification des différents essais selon les normes utilisées.

ANALYSES	HUILE NEUVE 20 W 50
Densité	0,8923
Viscosité 40°C (CST)	110
Viscosité 100°C (CST)	20,8
Indice de viscosité	147,25
Viscosité Engler 40°C	14,47
Point d'éclair (°C)	210
Point d'écoulement(°C)	-26
Point de congélation(°C)	-29
Point d'aniline (°C)	116
Teneur en eau (%vol)	0
Résidu Conradson (%pds)	0,068
Indice de réfraction	1,4877
% Transmission	85

Tableau n° 7: Détermination des caractéristiques principales selon les normes, de l'huile neuve 20W50

2- DETERMINATION DE LA COMPOSITION DE L'HUILE NEUVE (20 W 50):

Pour la détermination de la composition de HN nous avons utilisé la méthode n.d.M qui nécessite la connaissance de la masse moléculaire. Cette dernière est évaluée par la formule de ROBERT qui est la suivante:

$$M = 1705,45 n + 792,93 d + 4,553 P.A - 3287$$

$$\text{avec } n = 1,4877$$

$$P.A = 116 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$d = 0,8923$$

$$\text{On trouve } M = 481,32 \text{ g}$$

Les teneurs en paraffines (% C_p), naphtènes (% C_N) et aromatiques (% C_A) sont calculées par la méthode n.d.M suivante:

$$V = 2,51 (n - 1,4150) - (d - 0,8510)$$

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

$$\text{Si } V > 0 \text{ alors } \% C_A = 430 V + 3660 / M$$

$$R_A = -0,44 + 0,055 MV \quad (1)$$

$$\text{Si } V < 0 \text{ alors } \% C_A = 430 V + 3660 / M$$

$$R_A = 0,44 + 0,080 MV \quad (2)$$

$$\text{Dans notre cas: } V = -0,0064 \implies (2)$$

$$W = 0,027$$

$$\text{Donc } \% C_A = 3,31$$

$$R_A = 0,078$$

$$\text{Si } W < 0 \quad \% C_R = 1440 W - 39 + 10600/11$$

$$R_T = 1,33 + 0,180 M (W - 0,0059) \quad (1')$$

$$\begin{aligned} \text{Si } W > 0 \quad \% C_R &= 820W - 3S + 10\,000/M \\ R_A &= 1,33 + 0,146 M (W - 0,0055) \end{aligned} \quad (2')$$

Si $W = 0,027 > 0$ donc on applique (2') et on trouve:

$$\% C_R = 42,91$$

$$R_A = 3,22$$

$$\% C_N = \% C_R - \% C_A = 42,91 - 3,31 = 39,6$$

$$\% C_P = 100 - C_R = 57,09$$

$\% C_A$	3,31
$\% C_N$	39,6
$\% C_P$	57,09

Tendance de l'huile neuve

CONCLUSION:

D'après les résultats retenus, nous remarquons que le pourcentage en paraffinés est prépondérant.

Ceci nous permet de conclure que notre huile neuve est de tendance paraffinique.

3- ETUDE DE LA VARIATION DE LA VISCOSITE CINEMATIQUE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DE L'HUILE NEUVE:

Lors de nos analyses, il nous a paru intéressant d'étudier la variation d'une propriété très importante pour les huiles: la viscosité en fonction de la température; elle est directement liée à la cohérence du film de lubrification chemise-piston. Une rupture de ce film (viscosité faible) peut amener à des points chauds pouvant conduire au coulage du moteur.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau ci-dessous:

Température (° C)	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Viscosité (cst)									
MN	10,9	194,5	110	68,5	45	32,5	28	25	20,8

Tableau n° 8: Variation de la viscosité cinématique de l'huile neuve en fonction de la température.

COMMENTAIRE: On remarque que la viscosité de l'huile diminue avec la température comme celle des liquides en général.

4- DETERMINATION DE L'EQUATION LIANT LA VISCOSITE A LA TEMPERATURE DE L'HUILE NEUVE (20 W - 50).

La variation de la viscosité cinématique en fonction de la température a été établie par la fonction W dite de WALTHER qui s'écrit:

$$W = a + b \log T$$

avec $W = \log(\log(c + 0.6))$

T: température absolue ($^{\circ}\text{C} + 273$).

C: viscosité cinématique (Cst) à la température T.

a et b sont deux constantes spécifiques de l'huile.

0.6 constante valable pour les viscosités supérieures à 1,5 cst

En traçant la fonction $W = F(\log T)$, on obtient la pente a et l'ordonnée à l'origine b .

Connaissant a et b : l'équation de l'hyperbole serait

$$C = 10^{\frac{10^b \cdot T^a}{-0,6}}$$

Après calculs, nous avons obtenu l'équation suivante:

$$C = 10^{\frac{10^{8,62} \cdot T^{-3,33}}{-0,6}}$$

avec $a = -3,33$

$b = 8,62$

Cette équation représente la variation de la viscosité cinématique de l'huile neuve en fonction de la température.

5- PRELEVEMENT DES ECHANTILLONS:

Pour pouvoir suivre la cinétique de détérioration de l'huile moteur (20 W - 50) en fonction du kilométrage nous avons fait des prélèvements de 100 ml au niveau du carter d'un véhicule de type F.I.A.T et ceci sans appoint d'huile.

Les caractéristiques du véhicules et les conditions de la collecte sont données en annexe.

6- ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES DIFFERENTS ECHANTILLONS:

Cette analyse a pour but de déterminer les caractéristiques principales des différents échantillons et de suivre la détérioration de l'huile en fonction du kilométrage.

Les résultats obtenus pour chaque échantillon sont regroupés dans le tableau n° 9:

Analyses → Echantillons v	Densité d ₄ ²⁰	Viscosité à 40°C (CST)	Viscosité à 100°C (CST)	Indice de viscosité	Viscosité Engler à 40°C	Point d'anilure (°C)	Point d'écoulement (°C)	Point de congélation (°C)	Résidu Convulsion (% Pds)	Teneur en eau (% vol)
	0,8923	110	20,6	147,250	14,47	116	-26	-29	0,068	0
HU (50 km)	0,8933	96,5	17,3	146,350	12,69	115	-24	-28	0,42	0
HU (106 km)	0,8940	69,5	13,5	151,056	115	-23	-26	1,01	0,01	0,01
HU (210 km)	0,8955	36,4	12,6	152,500	8,34	114	-22	-26	1,12	0,03
HU (405 km)	0,8971	60	12	153	7,89	114	-22	-25	1,13	0,045
HU (514 km)	0,8985	55,5	11,5	155,180	7,30	114	-22	-25	1,15	0,07
HU (1050 km)	0,8986	64,2	11,56	146,883	8,45	111,5	-21	-24	1,24	0,42
HU (1500 km)	0,8989	80	14,5	147,325	10,52	110	-19	-22	1,52	0,89

Tableau n°9: Analyse physico-chimique des différents échantillons prélevés sur moteur FIAT

7- INTERPRETATION DES RESULTATS OBTENUS:

7- 1 VISCOSITE:

On constate que la viscosité cinématique chute brutalement. Pour la viscosité à 40 °C, on remarque un taux de chute de 30% et pour celle de 100 °C on a un taux de 28% cela peut s'expliquer par:

- La dégradation des additifs améliorants la viscosité qui sont en général des polymères linéaires qui sont sensibles aux effets de cisaillement au niveau piston - cylindres.
- La contamination de l'huile par le carburant et ce par effet de dilution, et par l'eau ayant une viscosité moindres.
- L'apparition de fractions légères issues du craching des molécules à longues chaînes linéaires qui contribuent à la diminution de la viscosité globale.

A partir de 600 km, on remarque une augmentation de la viscosité qui s'explique par un vieillissement de l'huile se caractérisant par:

- L'oxydation du lubrifiant ayant produit:
 - * Des résines, produits oxygénés pouvant conduire ultérieurement à la formation de vernis, qui sont des produits plus ou moins colorés, relativement plastique.
 - * Des produits asphaltiques insolubles, composés polycycliques ayant un rapport C/H élevé.
 - * Des composés acides et d'hydrocarbures.

Ce phénomène est corrélé avec le carbone Conradson qui devient de plus en plus élevé.

7.2- TENEUR EN CARBONE CONRADSON:

Le résidu Conradson augmente d'une manière nette, cela est dû à :

- Une augmentation des résidus du cracking de l'huile
- Détérioration des additifs dispersants qui maintiennent les fines particules solide en suspension dans l'huile.

Cela peut être lié aussi à l'état du moteur, en effet une teneur en carbone élevée est un signe de mauvaise injection ou mauvaise carburation, ou bien d'un défaut d'étanchéité de la segmentation.

7.3- POINT D'ÉCOULEMENT:

On remarque une légère augmentation du point d'écoulement on peut expliquer cela par :

Une légère dégradation des additifs améliorant le point d'écoulement.

7.4- DENSITÉ:

On remarque une augmentation de la densité et cela est dû à:

- La contamination de l'huile par l'eau produite par le refroidissement du carter et les fuites des joints.

- L'augmentation de la teneur en métaux conséquence de la dégradation de certains additifs et de l'usure de certaines parties du moteur notamment segments, coussinets et vilebrequin.

7.5- 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...).

On constate qu'au fur et à mesure de l'espacement des vidanges, la teneur en eau augmente (tableau n°). Ceci constitue une anomalie d'autant plus indésirable que l'eau même en faible quantité peut causer de graves dégâts dans un lubrifiant moteur, en effet étant non miscible à l'huile, elle peut former des émulsions qui évidemment n'ont pas les propriétés lubrifiantes nécessaires. En outre, cette eau peut réagir sur certains additifs du lubrifiant en particulier ceux qui apportent la réserve d'alcalinité, pour les déstabiliser et les rendre plus ou moins insolubles; les risques de blocage des filtres existent alors.

7.6- POINT D'ANILINE:

L'abaissement du point d'aniline pourrait provenir d'une aromatisation secondaire des paraffines et surtout des naphthènes, ce qui provoque avec la désalkylation des aromatiques et l'effet de dilution que subit l'huile en fonction du kilométrage à un abaissement du point d'aniline.

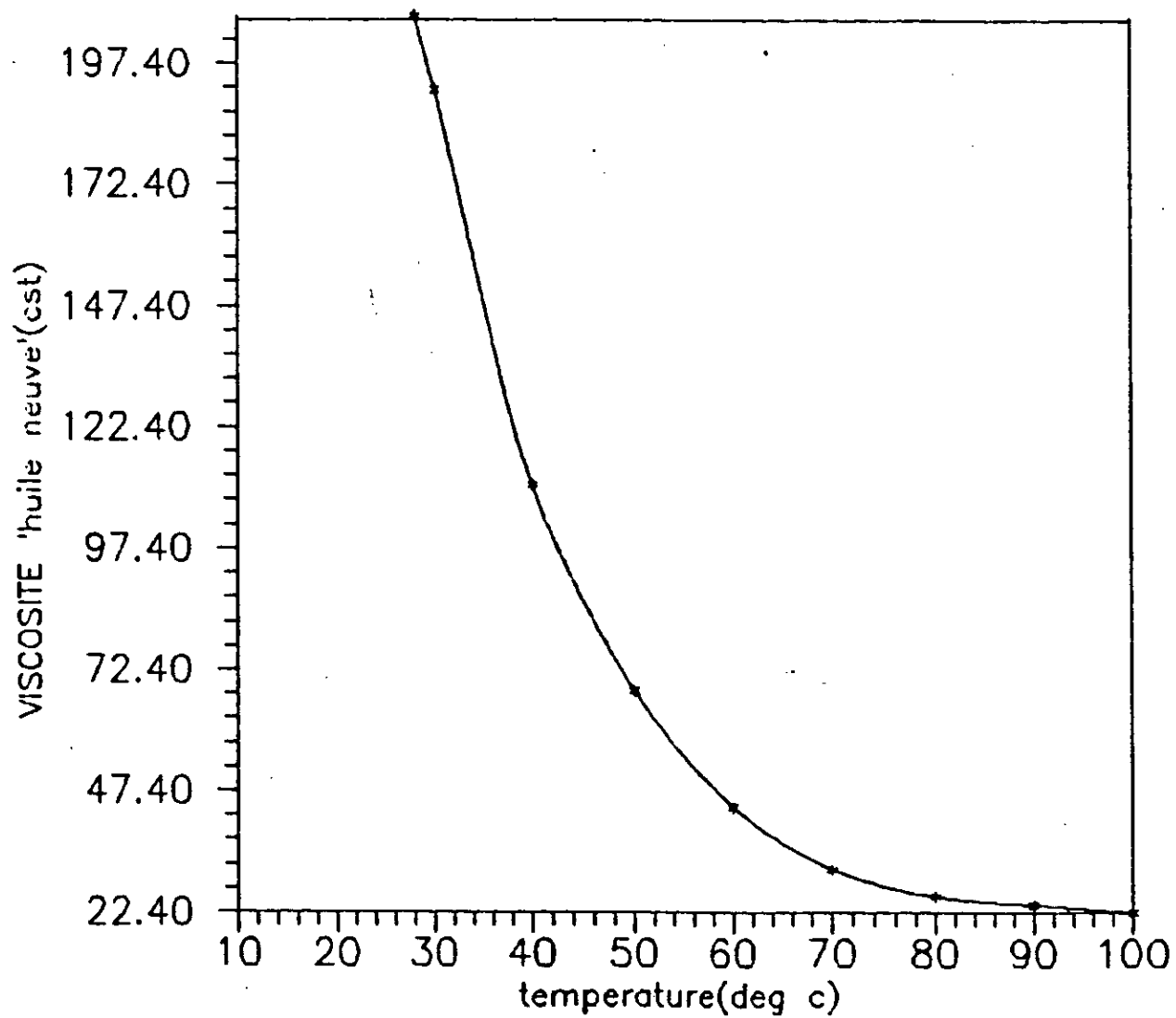


FIG N°1: Variation de la viscosite de l'huile neuve 20w50 en fonction de la temperature

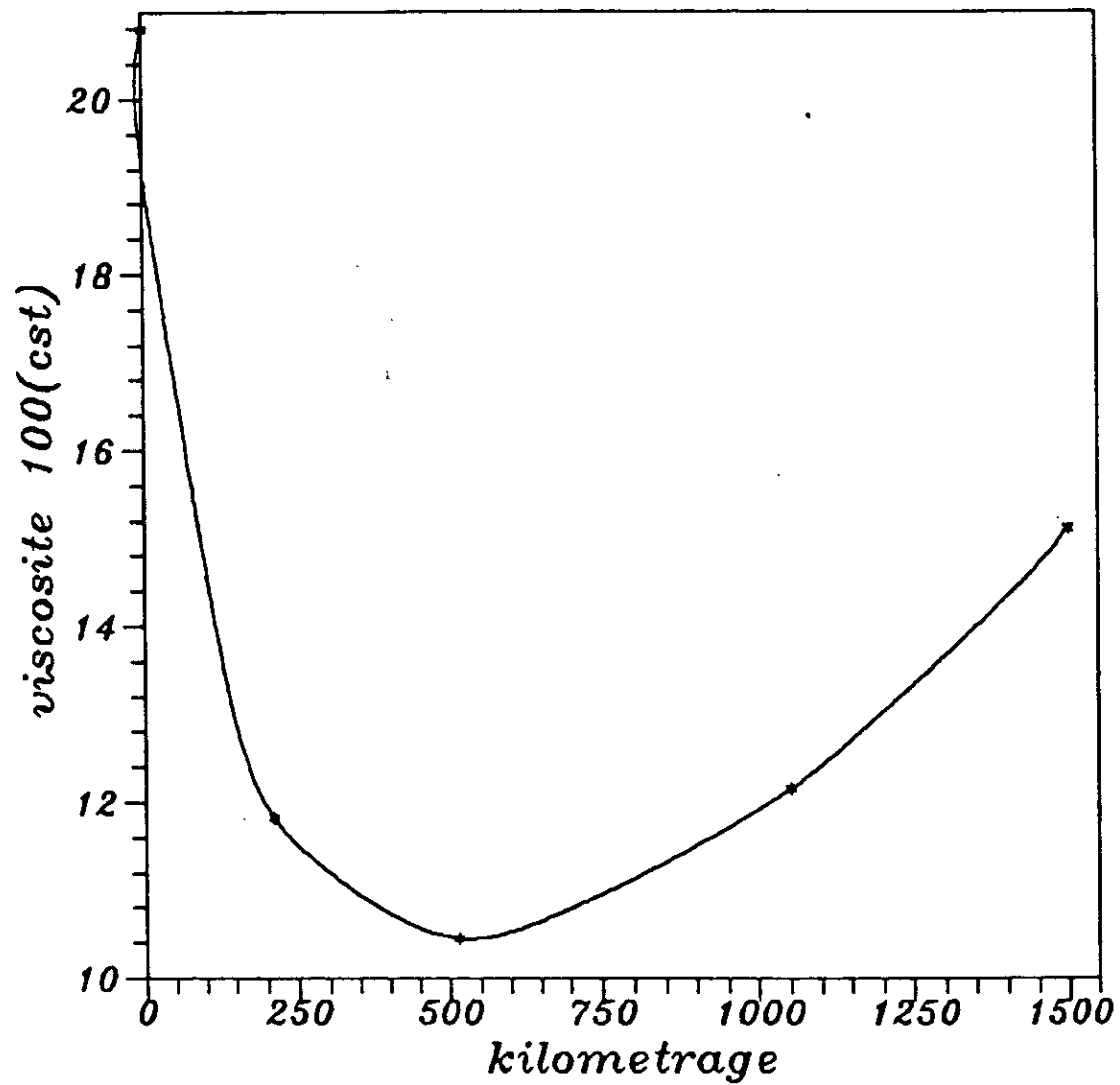


FIG N° 2 : Variation de la viscosite 100 de l'huile 20w50 En fonction du kilometrage

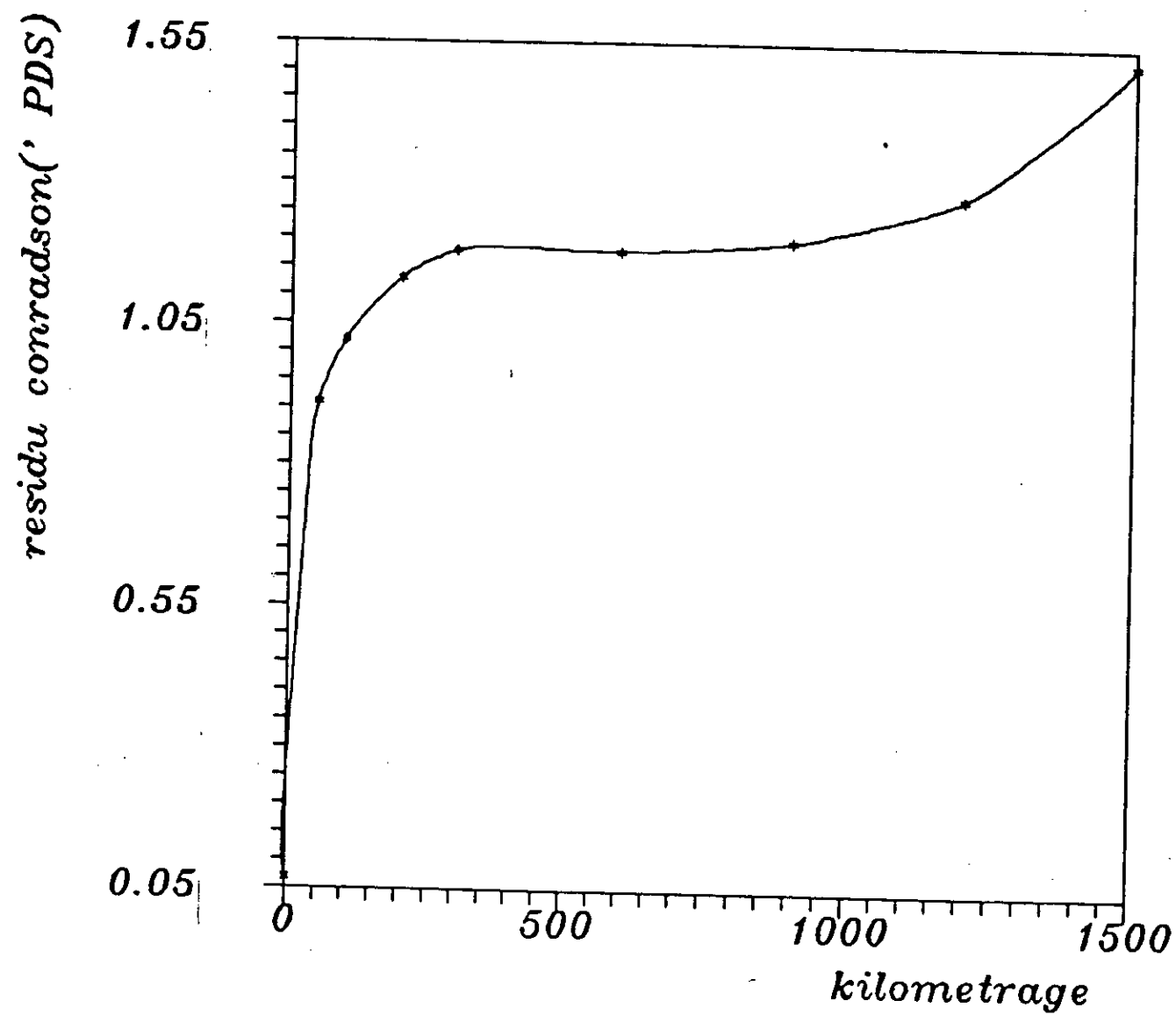


FIG N° 3: Variation de la teneur en carbone conradson de l'huile 20w50 en fonction du kilometrage

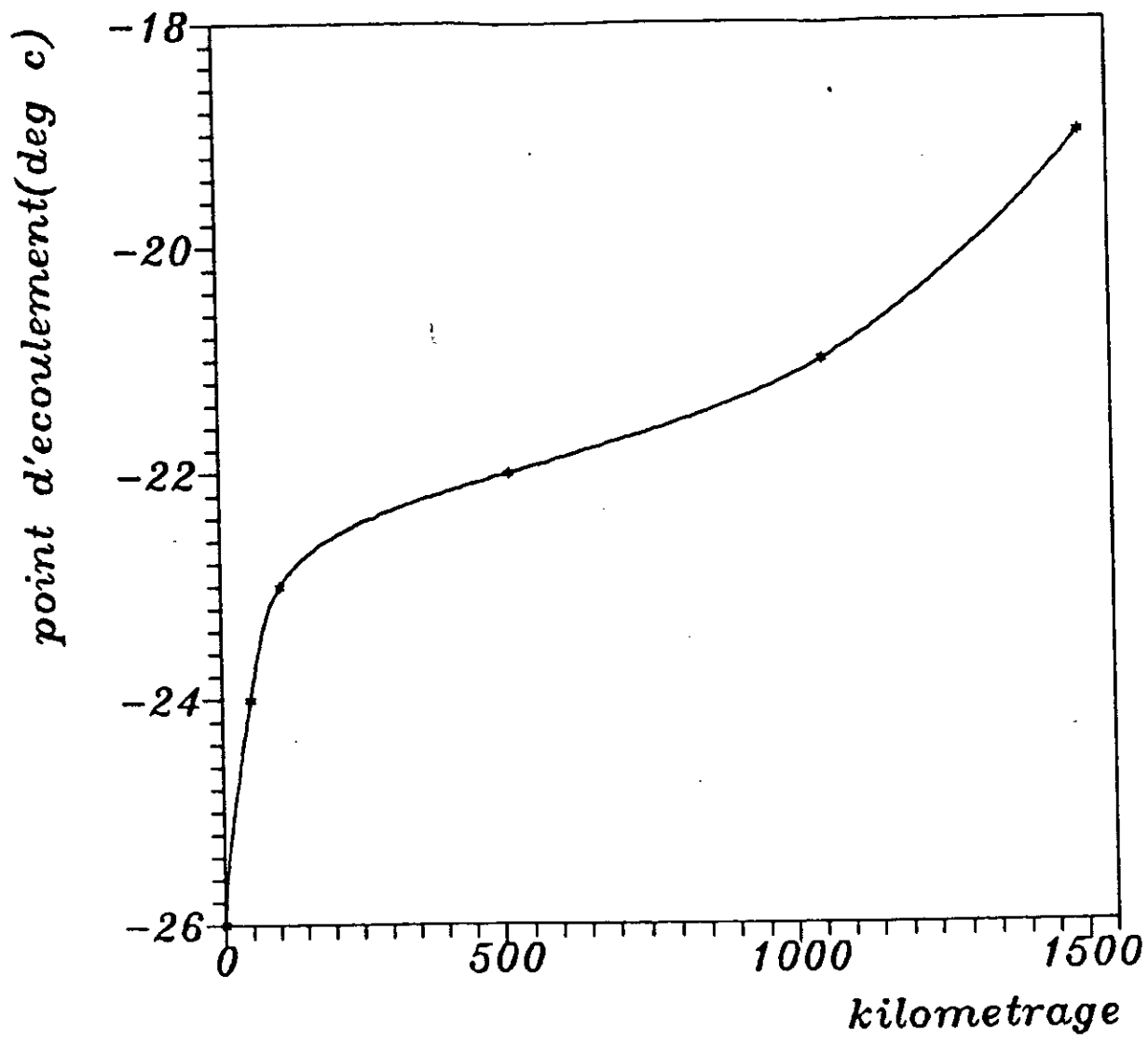


FIG N°4: Variation du point d'écoulement de l'huile 20w50 en fonction du kilometrage

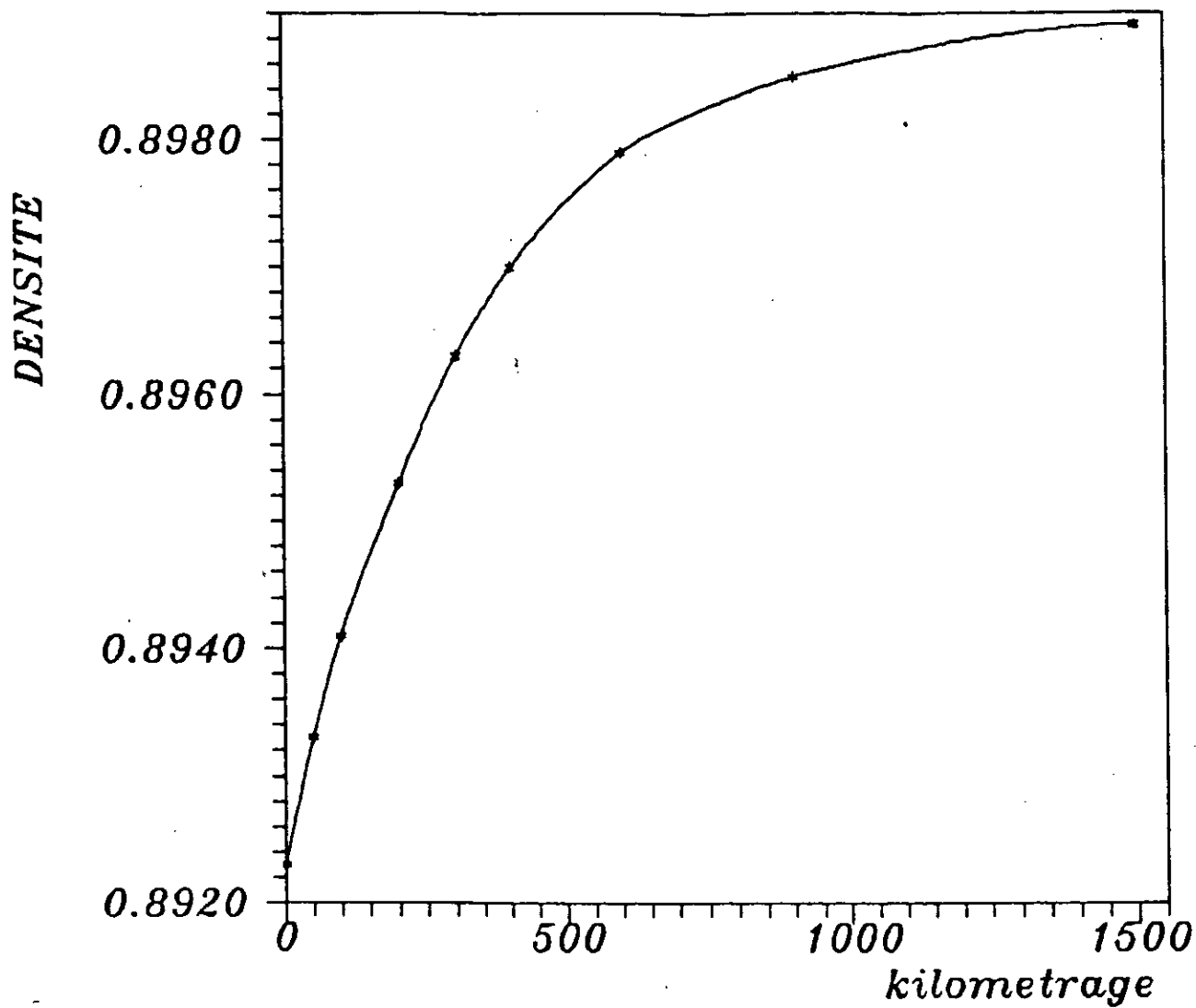


FIG N° 5 : Variation de la densite de l'huile 20w50 en fonction du kilometrage

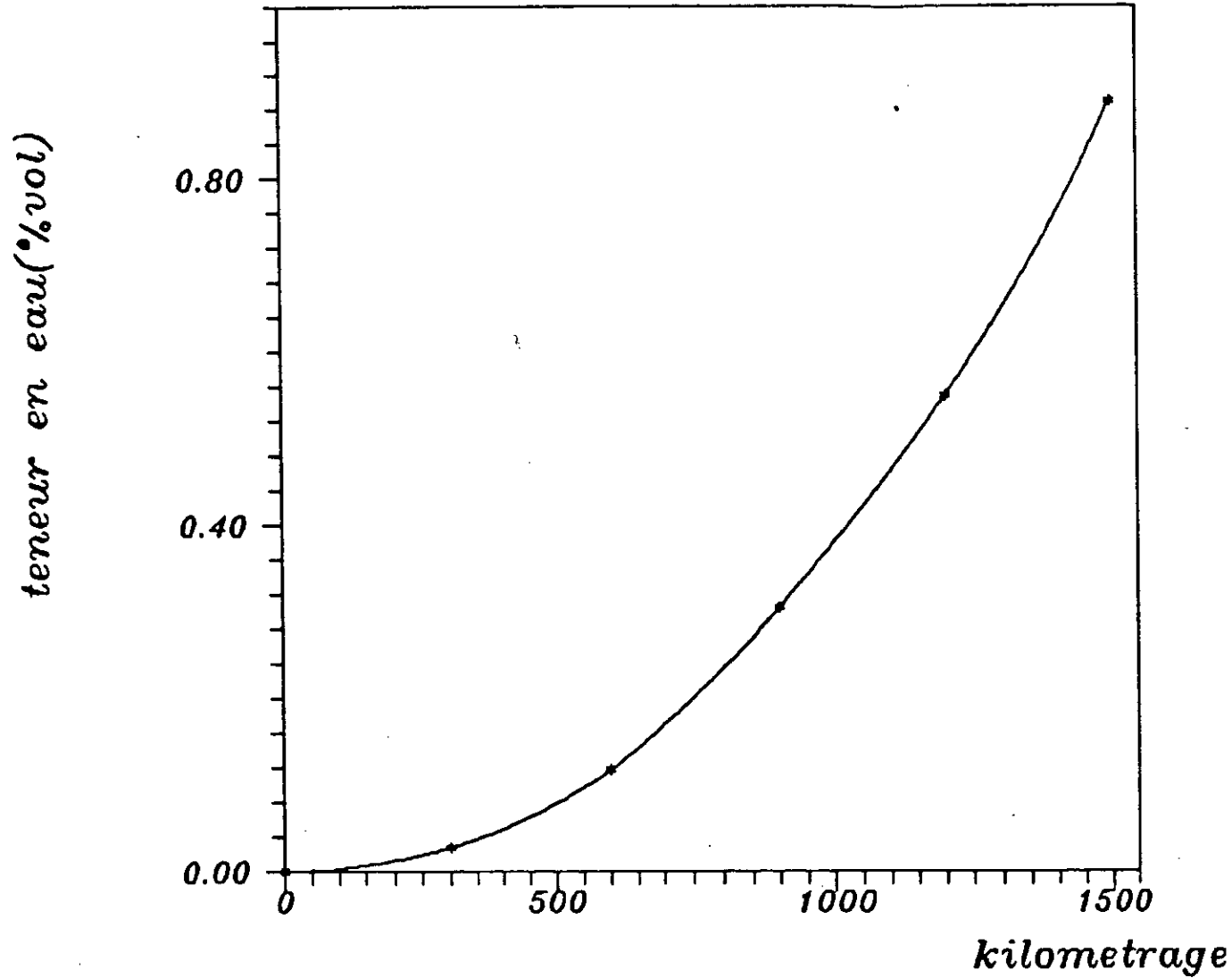


FIG N°6 : Variation de la teneur en eau de l'huile 20w50 en fonction du kilometrage

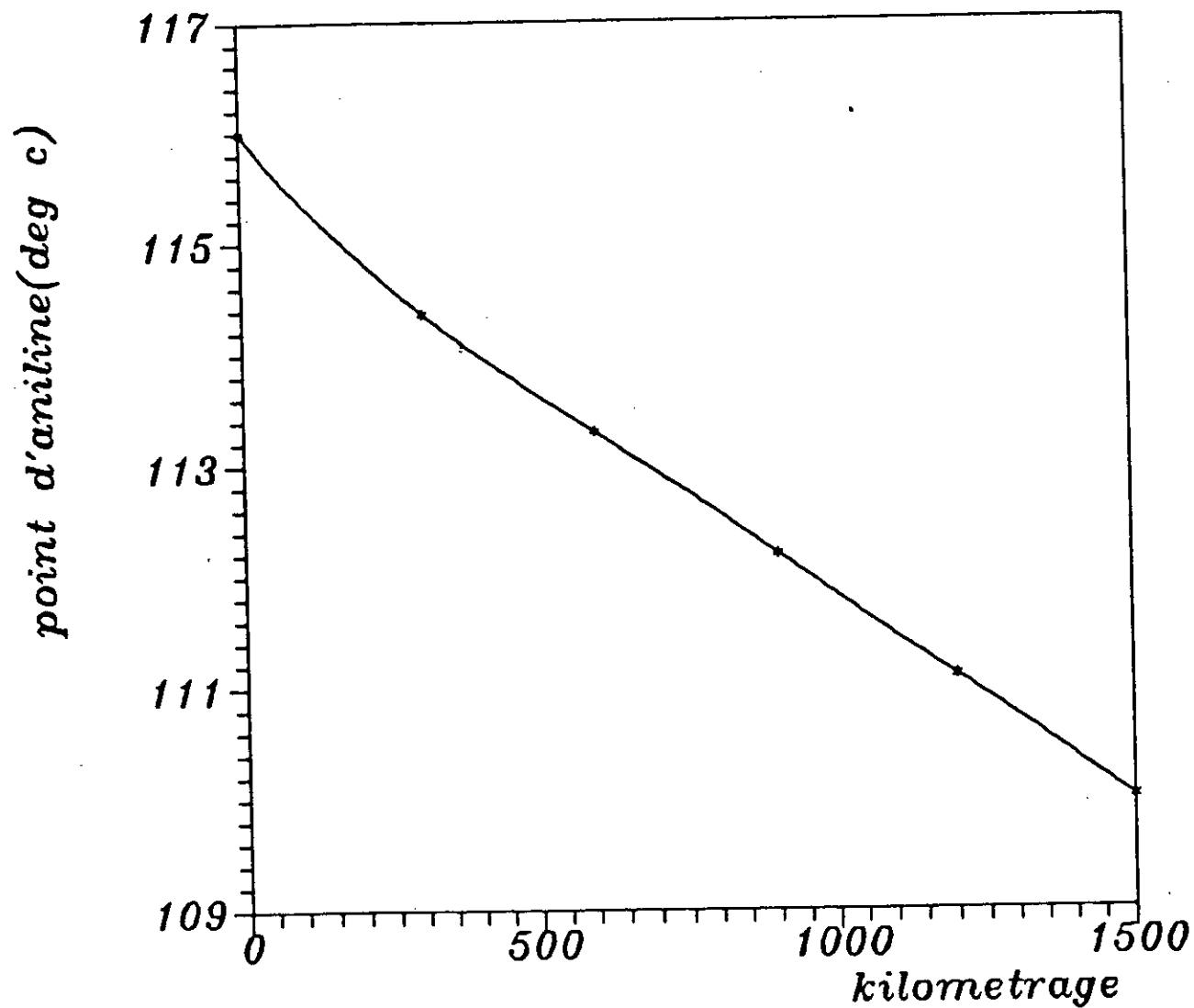


FIG N°: 7: Variation du point d'aniline (deg c) de l'huile 20w50 en fonction du kilometrage

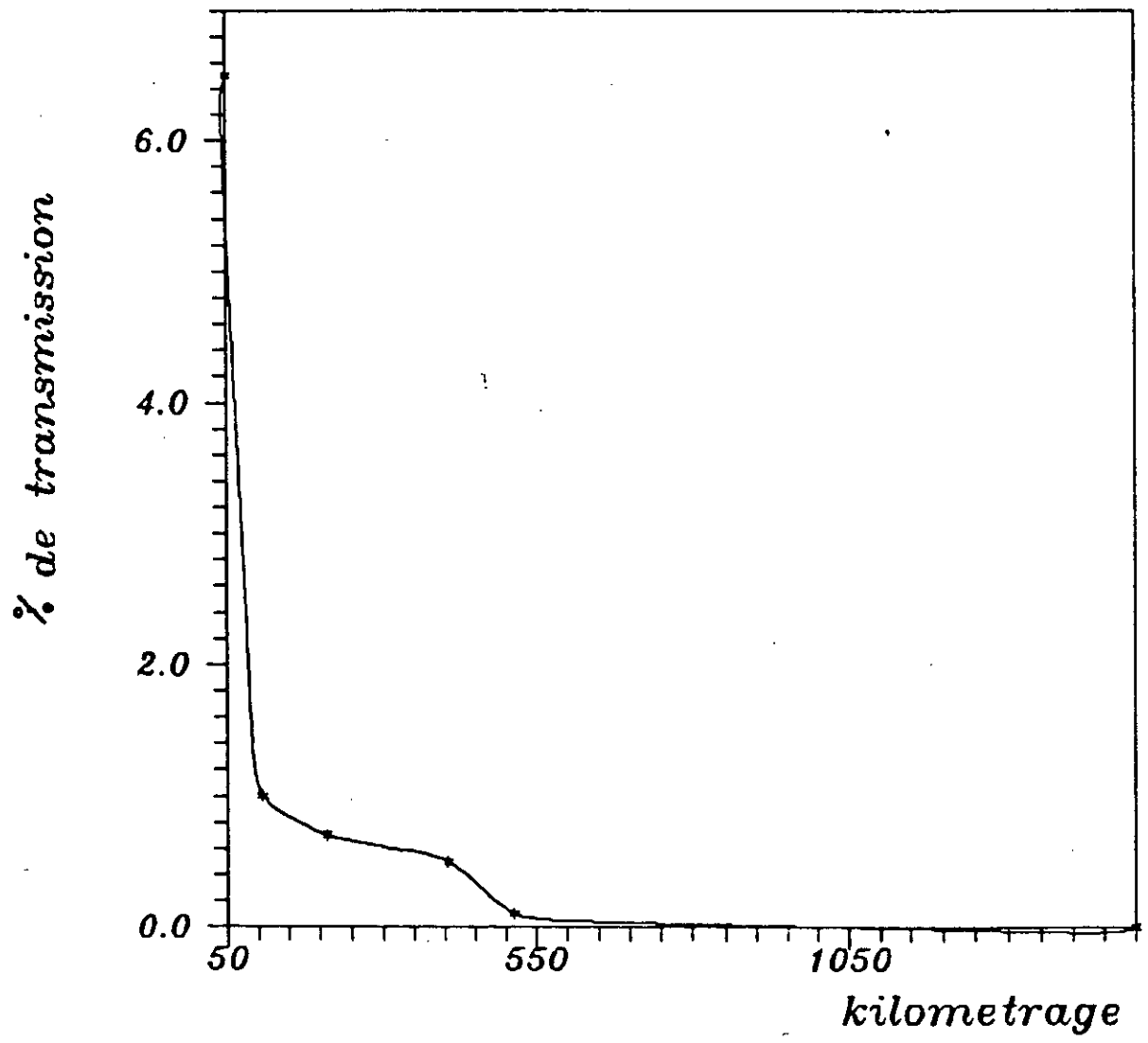


FIG N°: 8 : Variation du % de transmission de l'huile usagée en fonction du kilometrage

8- INTERPOLATION DES COURBES OBTENUES PAR DES EQUATIONS:

8-1) COURBE REPRESENTATIVE DE LA DENSITE:

Dans le but d'interpoler la courbe représentative de la propriété densité en fonction du kilométrage on a utilisé le logiciel "GRAPHER" qui nous a donné l'équation suivante:

$$d_4^{20} = 0,8989 - 0,0066 \text{ EXP } (-0,003179.\text{km})$$

On remarque que cette équation représente bien notre courbe vu que l'erreur relative maximale n'excède pas 0,1%.

8-2) COURBE REPRESENTATIVE DU POINT D'ANILINE:

Le même logiciel a été utilisé pour cette courbe et on trouve l'équation suivante:

$$P.A = - 3,57 \cdot 10^{-3} \text{ km} + 115,5$$

L'erreur relative maximale est de l'ordre de 0,3%.

8-3) TENEUR EN EAU:

L'équation représentative de cette courbe a été obtenue par la méthode d'interpolation de Lagrange qui s'écrit de la manière suivante:

$$y = \frac{(x-x_1)(x-x_2)\dots(x-x_n)}{(x_0-x_1)(x_0-x_2)\dots(x_0-x_n)} y_0 + \frac{(x-x_0)(x-x_2)\dots(x-x_n)}{(x_1-x_0)(x_1-x_2)\dots(x_1-x_n)} y_1 + \dots +$$

$$+ \frac{(x-x_0)(x-x_1)\dots(x-x_{n-1})}{(x_n-x_1)(x_n-x_2)\dots(x_n-x_{n-1})} y_n$$

avec * ($x_0, x_1 \dots x_n$) : valeurs obtenues par expérience prises comme abscisses.

* ($y_0, y_1 \dots y_n$) : valeurs obtenues par expérience prises comme ordonnées.

On trouve l'équation suivante:

$$T.E = [-0,64 (Km)^3 + 5439 (Km)^2 + 982829 Km] \cdot 10^{-10}$$

8.4 COURBES REPRESENTATIVES DES VISCOSITES:

On trouve par la même interpolation les équations suivantes:

$$VIS_{40} = (1,939 (Km)^4 - 6586,208 (Km)^3) \cdot 10^{-10} + 7,769 \cdot 10^{-4} (Km)^2 - 0,357 \cdot (Km) + 110$$

$$VIS_{100} = (-1,58 (Km)^3 + 4518,97 (Km)^2 - 3844607,5 Km) \cdot 10^{-8} + 20,8$$

8.5 CARBONE CONRADSON:

Par la même méthode on a eu:

$$GC = [0,12 (Km)^3 - 281,85 (Km)^2 + 213848,61 (Km)] \cdot 10^{-8} + 0,68$$

NB: Dans toutes les équations on a pris comme abscisse,

Km : Kilométrage

9- ANALYSE DES ECHANTILLONS D'HUILE PAR COLORIMETRIE:

ECHANTILLON	% DE TRANSMISSION	RAPPORT DE DILUTION (EN VOLUME)
Huile neuve	85	0
HU (50 Km)	6,5	10
HU (106 Km)	1	10
HU (210 Km)	0,7	10
HU (405 Km)	0,5	10
HU (514 Km)	0,1	10
HU (1500 Km)	0	10

REMARQUE: Le rapport de dilution représente: $\frac{\text{Volume du solvant}}{\text{Volume d'huile}}$

Le solvant utilisé est le xylène

9.1 INTERPRETATION:

D'après les résultats obtenus lors de l'analyse par colorimétrie de l'huile neuve et de l'huile usagée à différents kilométrage (de 50 à 1500 Km) diluée au xylène dans un rapport volumique de 10 fois. On remarque une détérioration de la couleur par le biais de % de transmission qui diminue.

On peut interpréter cela par:

- La formation des substances oxydées: asphaltes, résines, les acides organiques à chaînes longues ou ramifiées, certains composés sulfurés ou azotés, certains noyaux aromatiques soudés à de longues chaînes paraffiniques à des groupements naphéniques qui contribuent par leur présence plus ou moins accentuée selon le kilométrage à la coloration de l'huile:

- * Les asphaltènes, carbènes et carboïdes sont noires.
- * Les résines sont grises.
- * La cyclisation favorise la coloration.
- * Les benzyles et polybenzyle ont des colorations vives, jaunes, oranges, rouille, brun. [12]

CHAPITRE VI: REGENERATION DES HUILES USAGEES

1- APPLICATION DE PROCEDE ACIDE-TERRE:

Dans cette partie nous avons fait subir toutes les étapes de ce procédé à une huile usagée (20 W 50) vidange après 1500 Km et une fois après avoir déterminé toutes les conditions optimales nous avons pensé à appliquer ce procédé à un mélange d'échantillons vu qu'il nous reste une quantité susceptible de subir la régénération et ce dans le but de voir l'influence du kilométrage sur l'efficacité du procédé acide-terre.

Le procédé acide-terre se résume comme suit:

Huile usagée à 1500 km			
Ca Cl_2	---->	Dé-essencier et déshydratation	----> Hydrocarbures légers + eau
H_2SO_4 96%	---->	Acidification	----> Boues acides
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	---->	Neutralisation	----> Sels
Kieselgöhr	---->	Passage à la terre	----> Boues argileuses chargées

H.R

Distillation sous
vide de l'huile régénérée

ANALYSES	HUILE USAGEE	HUILE TRAITEE (HT ₁)
Densité	0,8989	0,8985
Viscosité 40°C(CST)	80	78,4
Viscosité 100°C(CST)	14,5	14,1
Viscosité Engler 40°C	10,52	10,31
Point d'aniline (°C)	110	108
Point d'écoulement(°C)	-19	-18
Point de congélation(°C)	-22	-21
Teneur en carbone Conradson (%pds)	1,52	1,63
Teneur en eau (%vol)	0,89	0,34
Indice de viscosité	147,35	146,95

Tableau n° 10: détermination des caractéristiques de l'huile déshydratée et dé-essenciée (HT₁).

COMMENTAIRE:-

D'après les résultats obtenus lors de la détermination des propriétés physico-chimiques de l'huile usagée déshydratée et dé-essenciée, on constate:

* Une légère diminution de la densité qu'on peut interpréter par l'élimination de l'eau par le Ca Cl₂ à en juger par la teneur en eau qui passe de 0,89 à 0,34 % en volume.

* Une diminution du point d'aniline par rapport à l'huile usée initiale due à ce que les hydrocarbures qui ont été éliminés à 150°C

sont en général de nature paraffiniques ce qui entraîne une légère diminution de la viscosité.

* Une augmentation de la teneur en résidu Conradson qui est peut être d'ûe au chauffage à 150°C de l'huile et qui a généré un cracking des hydrocarbures à longues chaînes.

1.2- DEUXIEME ETAPE: LE TRAITEMENT ACIDE DE L'HUILE USAGEE DESHYDRATEE ET DE-ESSENCIEE:

C'est l'une des étapes la plus importante du procédé.

L'acide sulfurique ($H_2 SO_4$, 96%) employé permet la floculation des suspensions carbonées et la sulfonation des produits oxydés.

Les conditions opératoires optimales sont les suivantes:

- * Volume d'huile dé-essenciée et déshydratée: 1700 ml
- * Volume d'acide sulfurique : 340 ml
- * Température de contact : 80°C
- * Temps de contact : 40 minutes
- * Agitation continue : 500 tr/min

Après décantation et séparation de l'huile des boues acides, nous avons analysé notre échantillon.

Les résultats de l'analyse de l'huile usagée SAE 20 W 50 après l'attaque acide HT2 sont regroupés dans le tableau n°11 ci-dessous:

ANALYSES	HUILE USAGEE	HT1	HT2
Densité	0,8989	0,8985	0,8958
Viscosité à 40°C(CST)	80	78,4	78,6
Viscosité à 100°C(CST)	14,5	14,1	14,1
Indice de viscosité	147,32	146,95	146,82
Viscosité Engler à 50°C	10,52	10,31	10,34
Point d'aniline(°C)	100	108	110
Point d'écoulement (°C)	-19	-18	-20
Point de congélation (°C)	-22	-21	-23
Teneur en carbone	1,52	1,63	0,18
Conradson (%pds)			
Teneur en eau(%vol)	0,89	0,34	0,07

Tableau n° 11: Caractéristiques de l'huile usagée SAE 20 W 50 après l'attaque acide (HT2).

COMMENTAIRE:

En comparant les résultats obtenus pour l'huile dé-essenciée et déshydratée à ceux de l'huile ayant subi un traitement acide on constate:

- Une diminution de la densité qui est due à l'élimination des résidus carbonés issus du cracking ainsi que l'eau à en juger par la teneur en eau qui passe de 0,34% en volume à 0,07%.

- Une diminution du point d'écoulement de l'huile traitée qui pourrait être due à la mise en évidence des paraffines ayant des points d'écoulement élevés, ceci a influé le point d'aniline qui passe de 108°C à 110°C.

- Une réduction importante du résidu Conradson qui passe de 1,63% à 0,18% dû à l'élimination des suspensions carbonées par l'acide sulfurique.

1-3 TROISIEME ETAPE: NEUTRALISATION:

L'huile usée ayant subi le traitement acide et après décantation contient encore des acides et surtout sulfuriques (formé par sulfonation des produits oxydés) ainsi que des traces d'acide sulfurique en suspension dans l'huile.

Une neutralisation s'avère nécessaire pour une utilisation ultérieure de l'huile, cela se fera avec de la chaux (Ca(OH)_2 , 3N) en se servant du PH mètre.

Conditions opératoires:

- Volume d'huile : 1600 ml
- Volume de solution de chaux (3N) : 320 ml
- Température de contact : 85°C
- Agitation continue : 300 tr/min

Après décantation, l'huile est filtrée pour éliminer les sels qui se sont formés.

Le filtrat recueilli a été chauffé à 150°C pour éliminer l'eau formée.

L'huile neutralisée et filtrée (HT3) a été analysée, les résultats de l'analyse sont donnés dans le tableau n° 12 ci-dessous:

ANALYSES	HUILE USEE	HT1	HT2	HT3
Densité	0,8989	0,8985	0,8958	0,8952
Viscosité 40°C (CST)	80	78,4	78,6	80,8
Viscosité 100°C (CST)	14,5	14,1	14,1	15,2
Indice de viscosité	147,32	146,95	146,82	144,36
Viscosité Engler	10,52	10,31	10,34	11,68
Point d'aniline (°C)	110	108	110	111
Point d'écoulement (°C)	-19	-18	-20	-19
Point de congélation (°C)	-22	-21	-23	-21
Teneur en carbone 1,52	1,63	0,18	0,18	0,18
Conradson (%pds)				
Teneur en eau (%vol) 0,89	0,34	0,07	0,08	0,08
% transmission 0	0	0	0	0,3

Tableau n° 12: Caractéristiques de l'huile usagée 20 W 50 après neutralisation (HT3).

COMMENTAIRE:

D'après les résultats obtenus lors de la détermination des propriétés physico-chimiques de l'huile usagée neutralisée on constate:

* Une amélioration globale de la viscosité, cela est dûe probablement à l'élimination des acides restés en suspension dans l'huile.

* Une légère augmentation de la teneur en eau qui peut s'expliquer par la formation de l'eau au cours de la réaction de neutralisation. Ce qui a influé sur le point d'écoulement qui a légèrement augmenté.

* Une augmentation du point d'aniline qui peut résulter de l'élimination des acides en majorité issus de l'oxydation des aromatiques vu que ces derniers sont facilement oxydables.

* Une amélioration de la couleur de l'huile neutralisée qui passe du noir au marron, et cela est dûe à l'élimination de substances en suspension colloïdale et des composés et impuretés responsables de la coloration noire.

1.4- QUATRIEME PHASE: PASSAGE A LA TERRE

Ce procédé de régénération est basé sur l'utilisation d'une argile décolorante (Kieselgühr), il y'a lieu donc d'en définir quelques aspects.

GENERALITES SUR LES ARGILES:

Les roches argileuses sont des polyminéraux argileux d'origines sédimentaire ou volcanique à composition chimique variable, leur formule générale est $Al_2O_3 \dots SiO_2 \dots mH_2O$.

Les différents types d'argile sont déterminées en fonction de leur teneur en tel ou tel autre composant minéral: Kaolinite, attapulgite, montmorillonite etc..

Chaque type est constitué d'un minéral argileux de base et de certaines impuretés secondaires telles que: silice, gypse, calcite, oxyde et de fer, de manganèse, de magnésium, métaux alcalins et alcalino-terreux etc.. [13]

En raison de la finesse de leurs particules, toutes les argiles ont une grande superficie intérieure et ainsi ont la possibilité d'y lier les bases par échange d'ions.

Le durcissement de l'argile repose sur la cohésion des particules et sur un processus de retrait colloïdal qui se traduit par une solidification considérable lors du départ de l'eau.

D'autre part les argiles présentent comme de nombreuses autres substances (charbon actif, résines, noir animal,...) des propriétés de sorption.

C'est ainsi que, dans différents domaines de l'industrie, les sorbants d'origine végétale, animale, synthétique de prix de revient élevé, sont délaissés pour les sorbants d'origine minérale, qui sont moins coûteux, généralement plus efficaces et de technologie plus simple.[14]

a) LA PREPARATION DES TERRES DECOLORANTES:

On utilise un procédé simple: la terre en mottes est broyée dans des broyeurs, puis criblée ou tamisée, lavée s'il le faut et ensuite séchée.

Si les terres sont obtenues directement sous forme activée (en Allemagne par exemple), on utilise des procédés chimiques de préparation. Le principe du procédé est l'attaque des terres brutes par les acides minéraux, ce qui élimine le carbonate de calcium, le fer et l'aluminium. Il en résulte une augmentation de l'activité des terres que l'on explique par l'échange d'ions de la série alcaline et alcalino-terreuse et du troisième groupe du système périodique, contre des ions d'hydrogènes.[15]

b) Le KIESELGUHR

Le Kieselguhr est une roche blanche, plus au moins claire, friable, très légère; elle contient environ 85% de silice hydratée, d'oxyde de fer et de matières organiques.

Elle absorbe fortement les liquides et, est formée particulièrement de diatomes, qui sont à l'origine du nom "DIATOMITE", sont les restes de plantes unicellulaires microscopiques existant sous plus de 10.000 formes tridimensionnelles, composés d'une structure en silice.

Vue sa grande porosité, et donc sa grande capacité d'adsorption jusqu'à 80% de son poids, est donc utilisée dans l'industrie chimique, pharmaceutique et alimentaires, on l'utilise aussi comme moyen de filtration, industrielle.

1- CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES: (E.N.O.F)

- Couleur : blanche
- Densité : 0,144 g/cm³

- Granulométrie : 200 microns
- H₂O : 2 à 4% maximum

2- COMPOSITION CHIMIQUE

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	HgO	SO ₂	CaO	H ₂ O	CO ₂	P.AF
58,52	2,65	1,12	1,96	-	12,32	1,85	9,75	12

3- PRODUCTION:

- Mine de Sig

4- PORTS D'EMBARQUEMENT :

- Oran
- Mostaganem

c) ACTIVATION THERMIQUE

Après avoir broyé et tamisé le Kieselgühr à une granulométrie de 200 microns, nous avons opté pour le chauffage du Kieselgühr à une température de 105°C qui permet l'élimination de l'eau de mouillage. Une augmentation de la température provoque le départ de l'eau de constitution et au delà de T = 900°C, on assiste à une destruction de la structure cristalline.

L'activation thermique sert à libérer les surfaces actives, occupées par l'eau d'absorption.

Le chauffage du Kieselgühr est assuré au moyen d'une étuve et ce pendant 6 heures.

d) ACTIVATION CHIMIQUE

- Optimisation du pourcentage d'acide:

Pour améliorer les capacités sorptionnelles du Kieselgühr, nous avons opté à l'activation chimique par l'acide chlorhydrique à différents pourcentages de concentration (5%, 10%, 15%).

MODE OPERATOIRE:

Dans trois ballons de 250 ml munis de réfrigérants, on introduits 20 g de Kieselgühr broyé et séché à 105°C et 160 ml d'acide chlorhydrique à différentes concentrations (5%, 10%, 15%).

Les conditions opératoires sont les suivantes:

- * Temps de contact : 1 heure
- * Température de contact : 80°C assurée au moyen d'un bain marie placé sur une plaque chauffante.
- * Agitation magnétique continue.

Ensuite le produit est filtré, puis lavé avec de l'eau distillée et ce, jusqu'à disparition des ions Cl^- introduit lors de l'attaque acide, le contrôle est assuré par un réactif AgNO_3 qui donne un précipité blanc au contact des ions chlorures (AgCl).

Enfin, le Kieselgühr traité est séché dans une étuve réglée à 105-110°C puis broyé et conservé à l'abri de l'humidité.

TECHNIQUE DE DECOLORATION:

MATERIEL:

L'appareillage comprend essentiellement trois ballons de 250 ml munis de doigts de gant pour prise des températures.

L'agitation est réalisée au moyen des barreaux magnétiques.
Des ballons sont chauffés dans des bains maries placés sur des plaques chauffantes

CONDITIONS OPERATOIRES:

- Température de contact : 80°C
- Durée de contact : 1 heure
- Quantité d'huile : 60 ml
- Rapport Kieselgöhr (gr) . 100/ huile (grammes)=10%

MODE OPERATOIRE

Dans chaque ballon de décoloration munis de barreaux magnétiques, on introduit 60 grammes d'huile neutralisée et on les chauffe jusqu'à une température de 80°C.

Lorsque la température désirée est atteinte, on arrête l'agitation et on introduit la quantité voulue d'adsorbant (pesé à 0,1 mg près). Après cela, on remet en marche l'agitation et on détermine le temps de contact à partir de l'introduction de l'adsorbant, une fois que la durée de contact est écoulée on procède à la filtration sur papier filtre.

Après filtration et centrifugation, nous avons analysé les trois échantillons.

Les résultats de l'analyse sont regroupés dans le tableau n°13

Analyse	huile traitée avec kiesel active à 5/ HCL	huile traitée avec kiesel active à 10/ HCL	huile traitée avec kiesel active à 15/ HCL
Densité	: 0,8947	0,8940	0,8938
Viscosité à 40°C (Cst)	: 93	95,5	95
Viscosité à 100°C (Cst)	: 15,4	16	15,7
Indice de viscosité	: 142,65	143,30	144,95
Viscosité Engler à 40°C	: 12,23	12,56	12,49
Pt d'aniline (°C)	: 111	112	110
Pt d'écoulement (°C)	: -21	-21	-21
C. Conradson (%PdS)	: 0,29	0,21	0,33
Teneur en eau (%Vol)	:		
% Transmission	: 1,6	4	3,4

Tableau n° 13: Détermination de l'activation chimique optimale.

COMMENTAIRE:

En comparant les caractéristiques de l'huile après son passage sur les 3 types d'échantillons de Kieselgühr avec celles de l'huile neuve, on peut déduire que la meilleure terre (Kieselgühr) activée est celle activée à 10% d'acide chlorhydrique

OPTIMISATION DE LA QUANTITE DE TERRE:

Pour trouver la quantité de Kieselgühr traitée à l'acide chlorhydrique 10%, utile pour une bonne adsorption, nous avons choisi les valeurs suivantes:

masse de Kieselgühr (gr).100/masse d'huile (gr) = 5-10-20.

Les trois contacts ont été effectués sous les conditions opératoires suivantes:

- * Volume d'huile neutralisée : 60 cm³
- * Température de contact : 80°C
- * Temps de contact : 1 heure
- * Agitation continue : 500 tr/min

Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau n°14 ci-dessous:

ANALYSES	Rapport: quantité Kieselgühr (gr).100 / quantité (gr)		
	50%	10%	20%
Densité	0,8950	0,8940	0,8942
Viscosité 40°C (CST)	92,61	95,55	94,38
Viscosité 100°C(CST)	15,13	16,00	15,76
Indice de viscosité	141,78	143,30	143,26
Viscosité Engler 40°C	12,18	12,56	12,41
Pt d'aniline (°C)	110	112	110
Pt d'écoulement	-20	-21	-21
Teneur en CC (%Pds)	0,23	0,21	0,43
% Transmission	3,2	4	2,8

Tableau n°14: Détermination de la quantité optimale de Kieselgühr.

COMMENTAIRE:

En comparant les caractéristiques de l'huile après son passage sur les 3 types d'échantillons de terre, avec celles de l'huile neuve et neutralisée on déduit que la quantité de terre (Kieselgühr) optimale est 10% en hausse.

RESUME: En définitif les paramètres optimaux pour la décoloration à la terre de l'huile de 1500 km sont:

* Qualité de la terre : Kieselgühr activé par HCl 10%

* Quantité de la terre : 10 gr de Kieselgühr

* Volume d'huile : 112 ml

* $100 \cdot \frac{\text{Quantité de terre}}{\text{Quantité d'huile}} = 10 \%$

* Temps de contact : 1 heure

* Agitation : 500 tours/min

* Température de contact : 80°C

Pour voir l'évolutions des différentes propriétés de l'huile usagée après chaque étape de traitement on a regroupé les résultats obtenus dans le tableau suivant:

ANALYSES \ ECHANTILLONS	HN	HU (1500 km)	HT1	HT2	HT3	HT4
Densité	0,8923	0,8989	0,8985	0,8958	0,8952	0,8940
Viscosité 40°C (CST)	110	80	78,4	78,6	88,8	95,55
Viscosité 100°C (CST)	20,8	14,52	14,1	14,1	15,2	16
Indice de viscosité	147,25	147,33	146,95	146,82	144,36	143,30
Point d'écoulement (°C)	-26	-19	-18	-20	-19	-21
Point d'aniline (°C)	116	110	108	110	111	112
C.Conradson (%pds)	0,068	1,52	1,63	0,18	0,18	0,21
Teneur en eau (%ml)	0	0,89	0,34	0,07	0,08	0,03
% Transmission	85	0	0	0	0,3	4
Viscosité Engler	14,47	10,52	10,31	10,34	11,68	12,56

Tableau n° 15: Evolution des différentes caractéristiques de l'huile usagée 1500 km, ayant subie le traitement par le procédé acide-terre.

LA BENTONITE:

Le mot "Bentonite" dérive du nom "Fort benton" dans le Wyoming "U.S.A" où fut découverte en 1888 une nouvelle variété d'argile.

Celui de "Mont morillonite" dérivé du nom de la montagne "Mont Morillon" en Autriche.

a) PROPRIETES PHYSIQUES:

La Bentonite est une roche tendre, friable, présentant un aspect gras, très onctueux au toucher, sa teinte est blanche, grise ou légèrement teintée en bleu.

Elle est dotée d'un pouvoir gonflant considérable de 5 à 30 fois par rapport à son volume initial en présence de certains liquides principalement l'eau, et aussi d'un pouvoir de fixation des cations comparable à celui de tous les échangeurs d'ions naturels.

b) COMPOSITION:

La bentonite est composée principalement par un minéral argileux appelé "Montmorillonite" caractérisé par des feuillets complexes à trois couches séparées par des molécules d'eau [13].

La bentonite avec laquelle on a traité l'huile est celle de Mostaghanime.

UTILISATION DE LA BENTONITE POUR LA REGENERATION DE L'HUILE (1500 KM):

CONDITIONS OPERATOIRES OPTIMALES:

- * Qualité de la terre : Bentonite activée par HCl 5%
- * Quantité de terre : 5 g

- * Granulométrie : 200 um
- * Volume d'huile neutralisée : 100 ml
- * Température de contact huile-Bentonite : 80°C
- * Temps de contact : 60 minutes
- * Agitation continue : 500 tr/min

Ces conditions opératoires optimales sont empruntées de la thèse de Magister de Mme GUENDOUZI qui a utilisé la bentonite dans la régénération de l'huile.

Avec ces conditions on a procédé au passage de l'huile neutralisée de 1500 km sur la bentonite.

L'huile filtrée a été analysée et les résultats obtenus sont donnés dans le tableau n° 16 ci-dessous:

ANALYSES	H.NEUVE	HU (1500 Km)	HT1	HT2	HT3	HT4
Densité	0,8923	0,8909	0,8905	0,8950	0,8952	0,8930
Viscosité 40°C (CST)	110	80	70,4	78,6	88,8	96,3
Viscosité 100°C (CST)	20,8	14,5	14,1	14,1	15,2	16,5
Indice de viscosité	147,25	147,33	146,95	146,82	144,36	144,40
Viscosité Engler (40°C)	14,47	10,52	10,31	10,34	11,68	12,67
Pt Aniline (°C)	116	110	108	110	111	113
Pt Ecoulement (°C)	-26	-19	-18	-20	-19	-21
C.Conradson (%Pds)	0,068	1,52	1,63	0,18	0,18	0,17
Teneur en eau (%Vol)	0	0,09	0,34	0,07	0,08	0,02

I

Tableau n° 16: Evolution des différentes caractéristiques de l'huile usagée (1500 Km) traitée sur Bentonite.

Les propriétés de ce mélange sont données dans le tableau suivant:

ANALYSES	MÉLANGE D'HUILES USEES
Densité	0,8960
Viscosité à 40°C (CST)	68,7
Viscosité à 100°C (CST)	12
Indice de viscosité	144,83
Viscosité Engler à 40 °C	9,039
Point Aniline (°C)	114
Point Ecoulement (°C)	-22
C.Conradson (%pds)	1,08
Teneur en eau (%vol)	0,04

Tableau n° 17: Mélange d'huile utilisée avant traitement.

1^{ère} ETAPE : DESHYDRATATION ET DE-ESSENCIEMENT

Les conditions opératoires utilisées sont:

- * Volume d'huile : 150 ml
- * Quantité de Ca Cl₂ : 20 grammes
- * Température de contact : 30 °C
- * Temps de contact : 6 heures
- * Agitation continue : 500 tr/min

L'huile issue de cette étape a été décantée et filtrée et a subi un chauffage flash à 150°C pour faire disparaître toute trace d'eau et les hydrocarbures légers, l'huile a été analysée et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau n°18 suivant:

Analyses	Mélange d'huile	huile déshydratée et dé-essenciée
Densité	0,8960	0,8959
Viscosité 40°C (CST)	68,7	67,5
Viscosité 100°C (CST)	12	11
Indice viscosité	144,83	139,23
Viscosité Engler à 40°C	9,039	8,88
Point Aniline (°C)	114	114
Point Ecoulement (°C)	-22	-22
C.Conradson (%pds)	1,08	1,09
Teneur eau (%vol)	0,04	0,01

Tableau n° 18: Mélange d'huile après 1^{er} traitement (déshydratation et dé-essencement).

2^{ème} ETAPE: ACIDIFICATION

Les conditions opératoires utilisées sont les suivantes:

- * Volume d'huile : 120 ml
- * Volume d'acide : 12 ml
- * Température de contact : 80°C
- * Temps de contact : 60 min
- * Agitation continue : 500 tr/min

L'huile issue de cette étape a été décantée, filtrée et centrifugée l'analyse faite sur cette huile a donné les résultats suivants:

Analyses	Mélange d'huiles	huile déshydratée	huile acidifiée
Densité	0,8960	0,8959	0,8947
Viscosité 40°C (CST)	68,7	67,5	86
Viscosité 100°C (CST)	12	11	15
Indice viscosité	144,83	139,23	145,31
Viscosité Engler à 40°C	9,039	8,88	11,31
Point Aniline (°C)	114	114	114
Point Ecoulement (°C)	-22	-22	-23
C.Conradson (%pds)	1,08	1,09	0,12
Teneur eau (%vol)	0,04	0,01	0

Tableau n° 19: Mélange d'huile après traitement acide

3^{ème} ETAPE: NEUTRALISATION

Les conditions opératoires utilisées sont:

- * Volume d'huile : 80 ml
- * Volume de Ca(OH)₂ : 11,3 ml
- * Température de contact : 80 °C
- * Temps de contact : 60 minutes
- * Agitation continue : 500 tr/min

L'huile issue de cette étape a été décantée filtrée et centrifugée.
Les résultats des analyses sont les suivants:

Analyses	Mélange d'huiles	Déshydratation + dé-essencement	Acidification	Neutralisation
Densité	0,8960	0,8959	0,8947	0,8942
Vis 40°C (cst)	68,7	67,5	86	92
Vis 100°C (cst)	12	11	15	16,25
Indice viscosité	144,83	139,23	145,31	145,85
Vis Engler à 40°C	9,039	8,88	11,31	12,10
P.A (°C)	114	114	114	115
P.E (°C)	-22	-22	-23	-22
C.Conradson (%pds)	1,08	1,09	0,12	0,12
Teneur eau (%vol)	0,04	0,01	0	0,02

Tableau n° 20: Mélange d'huile après neutralisation

4^{ème} ETAPE: PASSAGE A LA TERRE:

Les conditions opératoires utilisées sont:

- * Volume d'huile : 60 ml
- * Quantité de Kieselgühr : 5,4 grammes
- * Température de contact : 80°C
- * Temps de contact : 1 heure
- * Agitation continue : 500 tr/min

L'huile obtenue de cette étape a été décantée filtrée. Les résultats des analyses sont regroupés dans le tableau suivant:

Analyses	Huile neuve	Mélange d'huiles	Déshyd. +dé-essen.	Acid.	Huile neutr.	Passage à la terre
Densité	0,8923	0,8960	0,8959	0,8947	0,8942	0,8993
Vis 40°C (cst)	110	68,7	67,5	86	92	98,1
Vis 100°C (cst)	20,8	12	11	15	16,25	18,37
Indice viscosité	147,25	144,83	139,23	145,31	145,85	142,93
Vis Engler à 40°C	14,47	9,038	8,88	11,31	12,10	13
P.A (°C)	118	114	114	114	115	115
P.E (°C)	-26	-22	-22	-23	-22	-24
C.Conradson (%pds)	0,068	1,08	1,08	0,12	0,12	0,10
Teneur eau (%vol)	0	0,04	0,01	0	0,02	0

Tableau n° 21: Evolution des différentes caractéristiques du mélange après traitement acide terre.

COMMENTAIRE:

On remarque que toutes les propriétés de l'huile après cette dernière étape ont été améliorées dans des proportions notables, vue qu'elles s'approchent bien de celles de l'huile neuve. Ce qui est normale, parce que les huiles mélangées avaient des kilométrages moyens ou faibles donc des taux de détérioration faibles, ce qui a permis une récupération rapide des propriétés physiques de l'huile, notamment la densité, viscosité, indice de viscosité, point d'aniline, point d'écoulement et carbone Conradson.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Le travail que nous avons présenté est une contribution à l'étude de la régénération de huiles usagées 20W50.

Dans la première étape, nous nous sommes intéressés à l'étude de la cinétique de détérioration de l'huile en fonction du kilométrage dans un moteur FIAT, et ceci sans appoint d'huile.

Les différentes analyses physico-chimiques faites sur des échantillons prélevés après des kilométrages bien déterminés nous ont permis de bien suivre l'évolution de chaque caractéristique de l'huile.

Lors de cette étude, nous avons fait un premier prélèvement après 50 km dont le but essentiel était de voir la dégradation de la couleur de l'huile dans le moteur.

Dans une deuxième étape, notre travail a été consacré à la régénération des huiles usagées par le procédé acide-terre.

Au cours de cette phase, nous avons étudié les capacités sorptionnelles du Kieselg0hr et de la Bentonite disponible en Algérie, mis en contact avec l'huile moteur usagée.

L'utilisation de ces différents absorbants a donné des résultats acceptables, notamment en ce qui concerne la Bentonite.

La détermination de la teneur en métaux dans l'huile neuve et l'huile régénérée, nous aurait permis de connaître encore plus les capacités soptionnelles des absorbants.

Enfin, dans les prochains projets il sera très intéressant de travailler sur un moteur statique car:

- * D'une part, il présente un intérêt économique du fait de la capacité du carter qui est petite.
- * D'autre part, on peut contrôler tous les paramètres du moteur (vitesse, système de refroidissement, etc...).

ABBREVIATIONS

- * A.S.T.M : NORMES ETABLIES PAR L'AMERICAIN SOCIETY OF TESTING
MATERIELS
- * S.A.E : SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS
- * I.F.P : INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE
- * B.E.R.C : BOUT LES VILLES ENERGY RESCARCH CENTER
- * P.R.O.P : PHILLIPS PETROLEUM COMPANY
- * K.T.I : KINETIC TECNOLOGY INCORPORATION
- * VIS 40 : VISCOSITE CINEMATIQUE A 40 °C
- * VIS 100 : VISCOSITE CINEMATIQUE A 100 °C
- * R.C : RESIDU CONRADSON
- * P.A : POINT D'ANILINE
- * I.V : INDEX DE VISCOSITE
- * P.C : POINT DE CONGELATION
- * C.S.T : CENTISTOCKES
- * H.N : HUILE NEUVE
- * H.U : HUILE USAGEE
- * H.T.1 : HUILE TRAITEE A LA PREMIERE ETAPE
- * H.T.2 : HUILE TRAITEE A LA DEUXIEME ETAPE
- * H.T.3 : HUILE TRAITEE A LA TROISIEME ETAPE
- * H.T.4 : HUILE TRAITEE A LA QUATRIEME ETAPE

ANNEXES

ANNEXE 1

QUESTIONNAIRE POUR VEHICULE A ESSENCE

- * TYPE D'HUILE
 - NAFTILLIA SUPER 20W-50 [X]
 - NAFTILLIA 40 []
- * MARQUE DE VEHICULE FIAT 131
- * ANNEE DE MISE EN CIRCULATION 1978
- * TYPE DE SERVICE:
 - PORTE A PORTE [X]
 - VILLE [X]
 - ROUTE [X]
- * ETAT DU SYSTEME DE REFROIDISSEMENT
 - BON
 - MOYEN [X]
 - MAUVAIS
- * ETAT DE LA POMPE D'HUILE
 - BON
 - MOYEN [X]
 - MAUVAIS
- * ETAT DU FILTRE D'HUILE
 - BON [X]
 - MAUVAIS
- * CAPACITE DU CARTER 4 Litres
- * CAPACITE MINIMALE DU CARTER 2,5 Litres
- * RINCAGE DU MOTEUR
 - OUI
 - NON [X]

- * KILOMETRAGE JOURNALIER MOYEN 50 Km
- * VITESSE MOYENNE PENDANT LA CIRCULATION 50 à 60 Km
- * VOLUME D'HUILE A CHAQUE PRELEVEMENT 90 ml
- * TEMPERATURE DE L'HUILE A LA SORTIE DU CARTER 60 à 65 °C
- * APPOINT D'HUILE ENTRE LES VIDANGES

- OUI

- NON

[X]

ANNEXE 2

VARIATION DE LA VISCOSITE DE L'HUILE USAGEE 20W-50 DE 1.500 KM EN
FONCTION DE LA TEMPERATURE

TEMPERATURE °C	20	40	50	60	80	100
VISCOSITE (CST)	186,6	76,5	52,65	33,5	19,2	12,25

Voir fig n° :

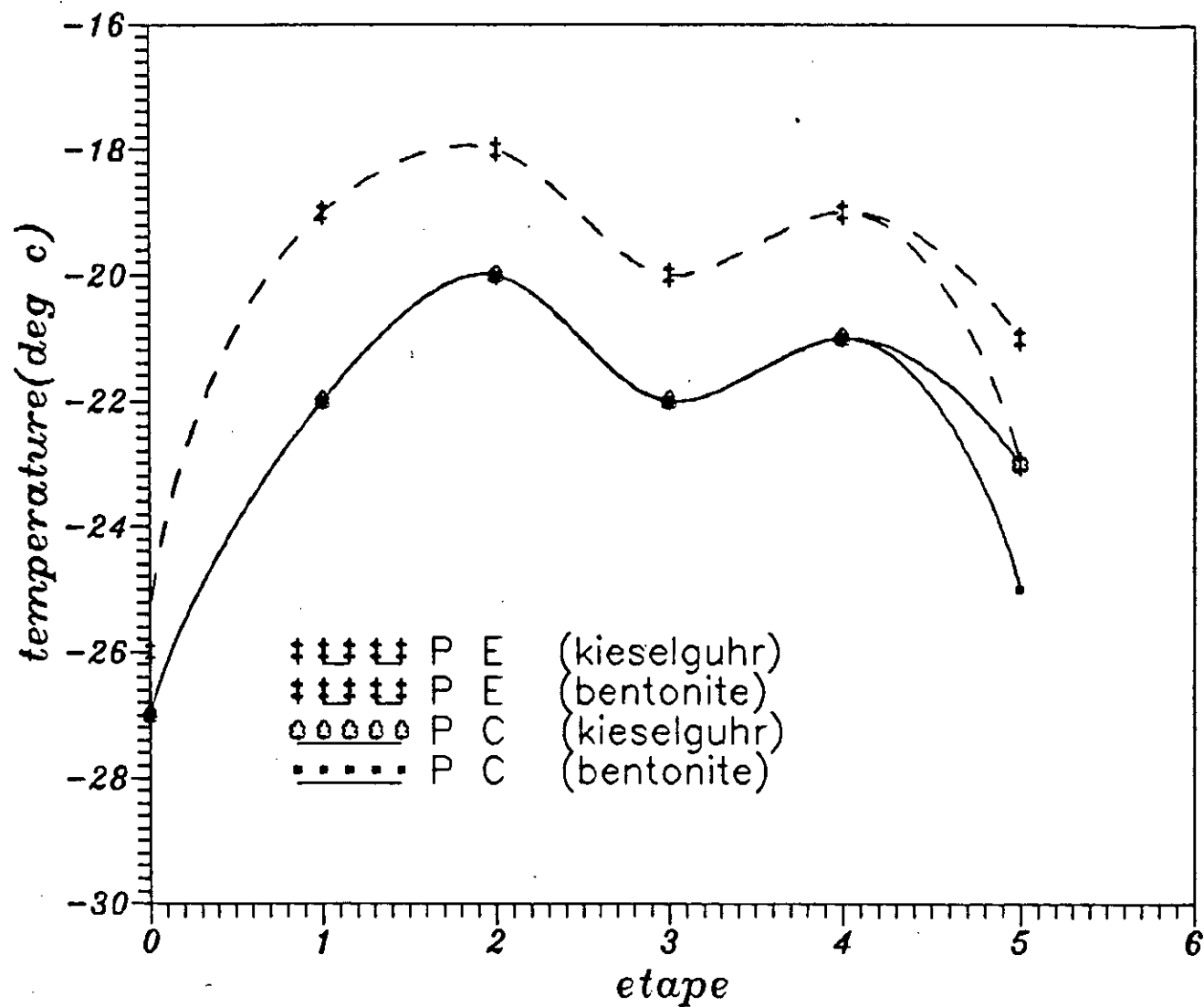


FIG N°9: Variation du Point d'Écoulement et de Congelation de l'Huile traitée en fonction des étapes du procédé acide terre

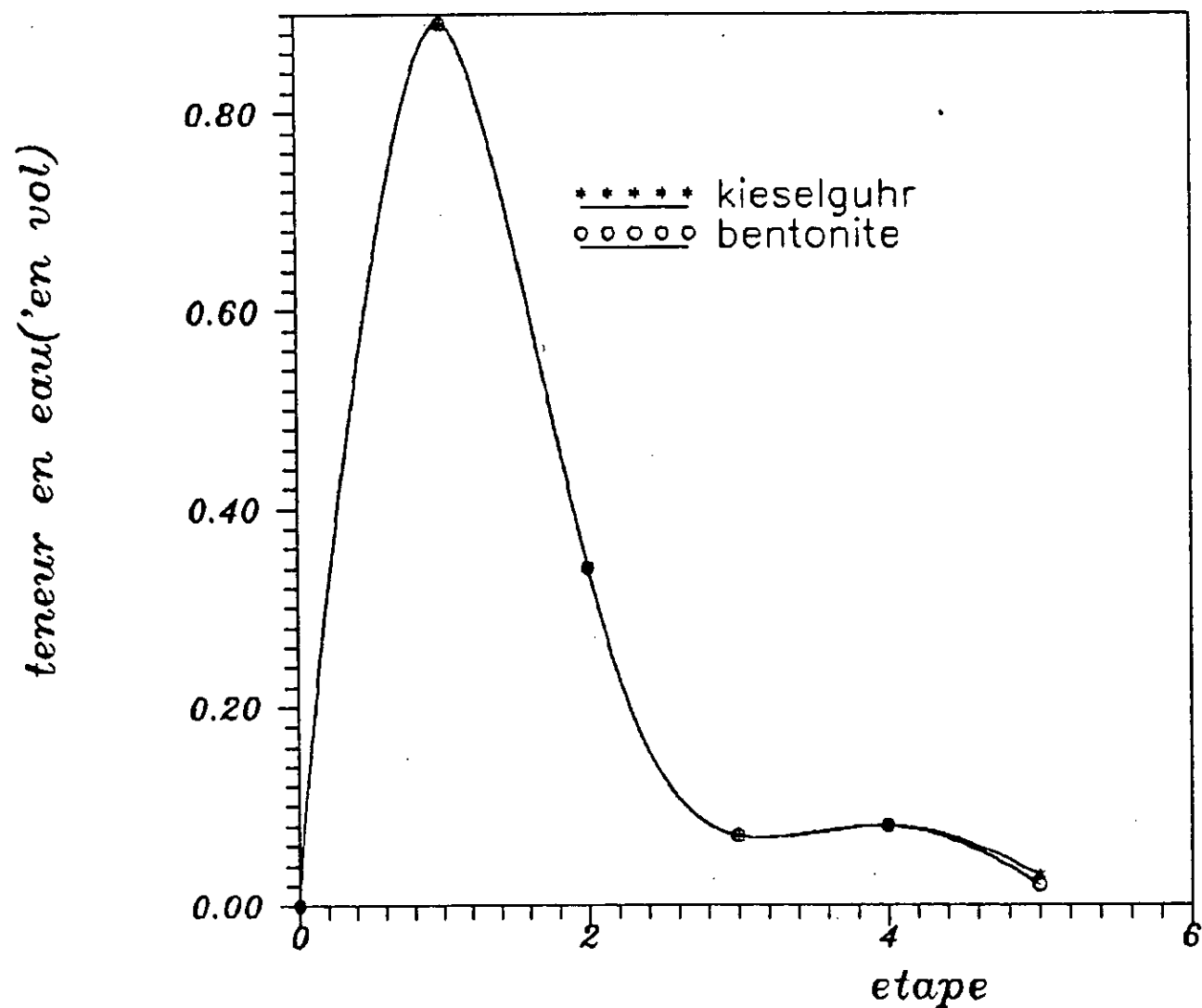


FIG N:10 : Variation de la teneur en eau de l'huile traitée en fonction des étapes du procédé acide-terre

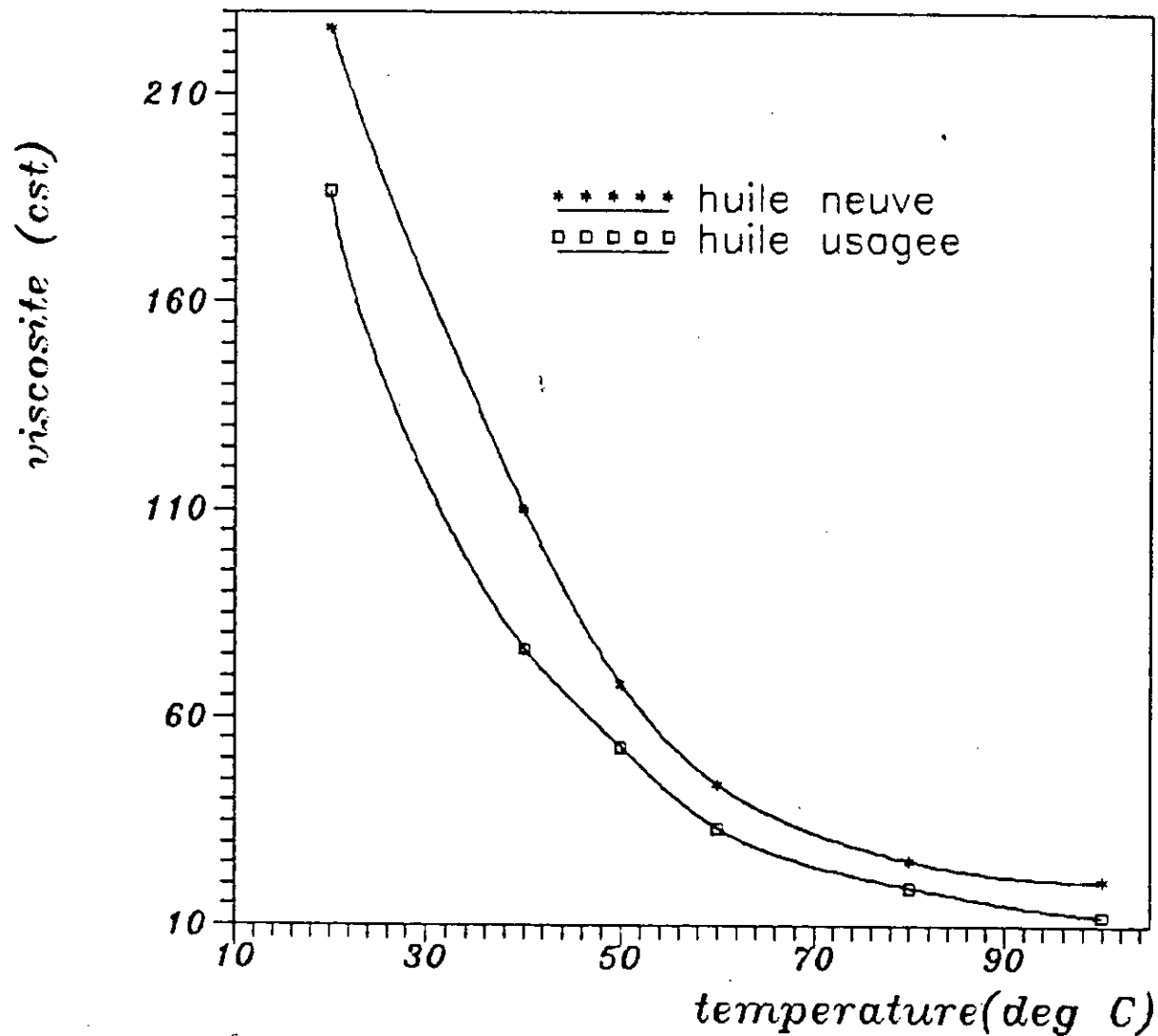


FIG N°: 11: Variation de la viscosite de l'huile neuve et usagée(1500km) en fonction de la temperature

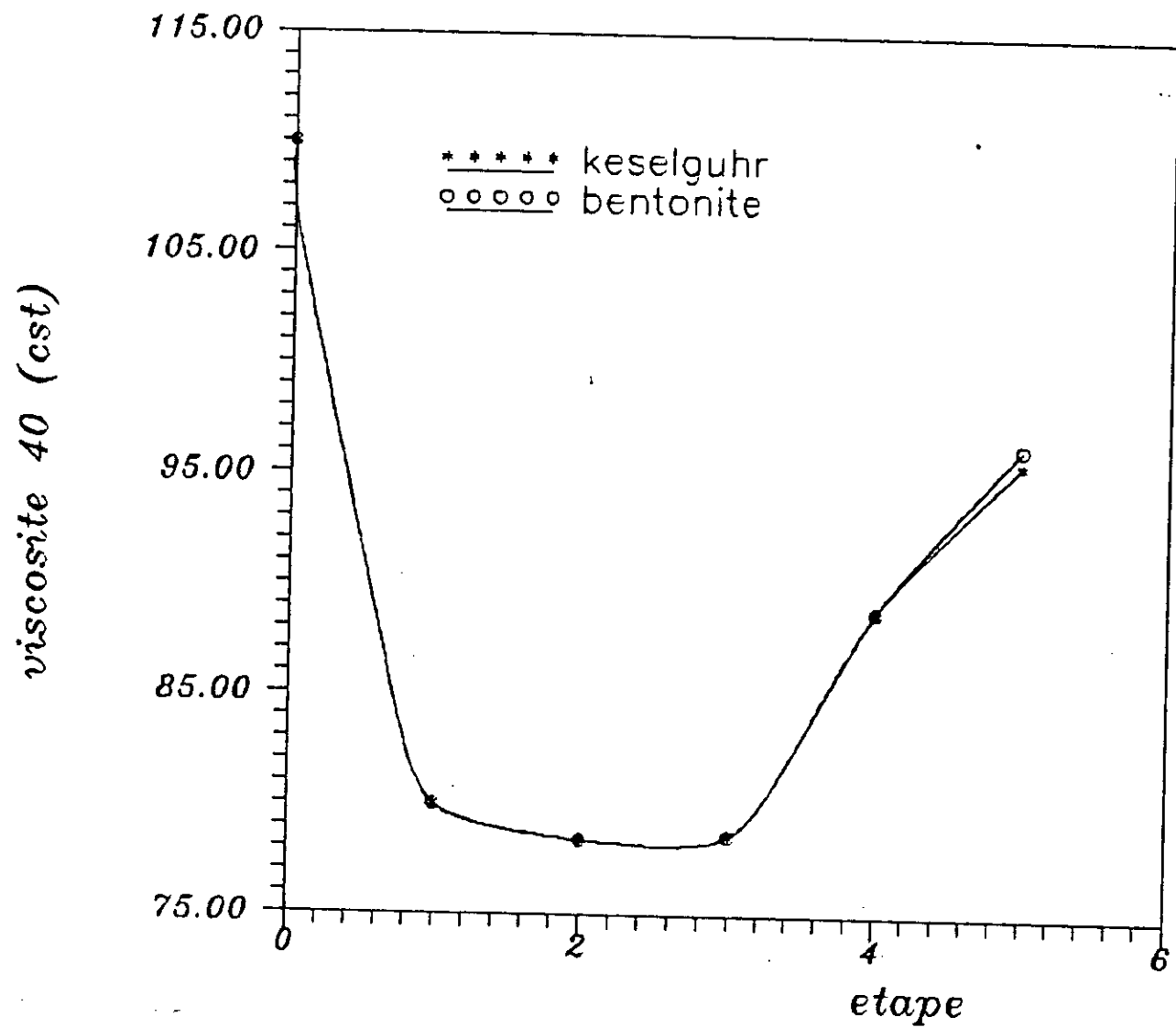


FIG N°: 12 : Variation de la viscosité 40 de l'huile traitée en fonction des étapes du procédé acide-terre

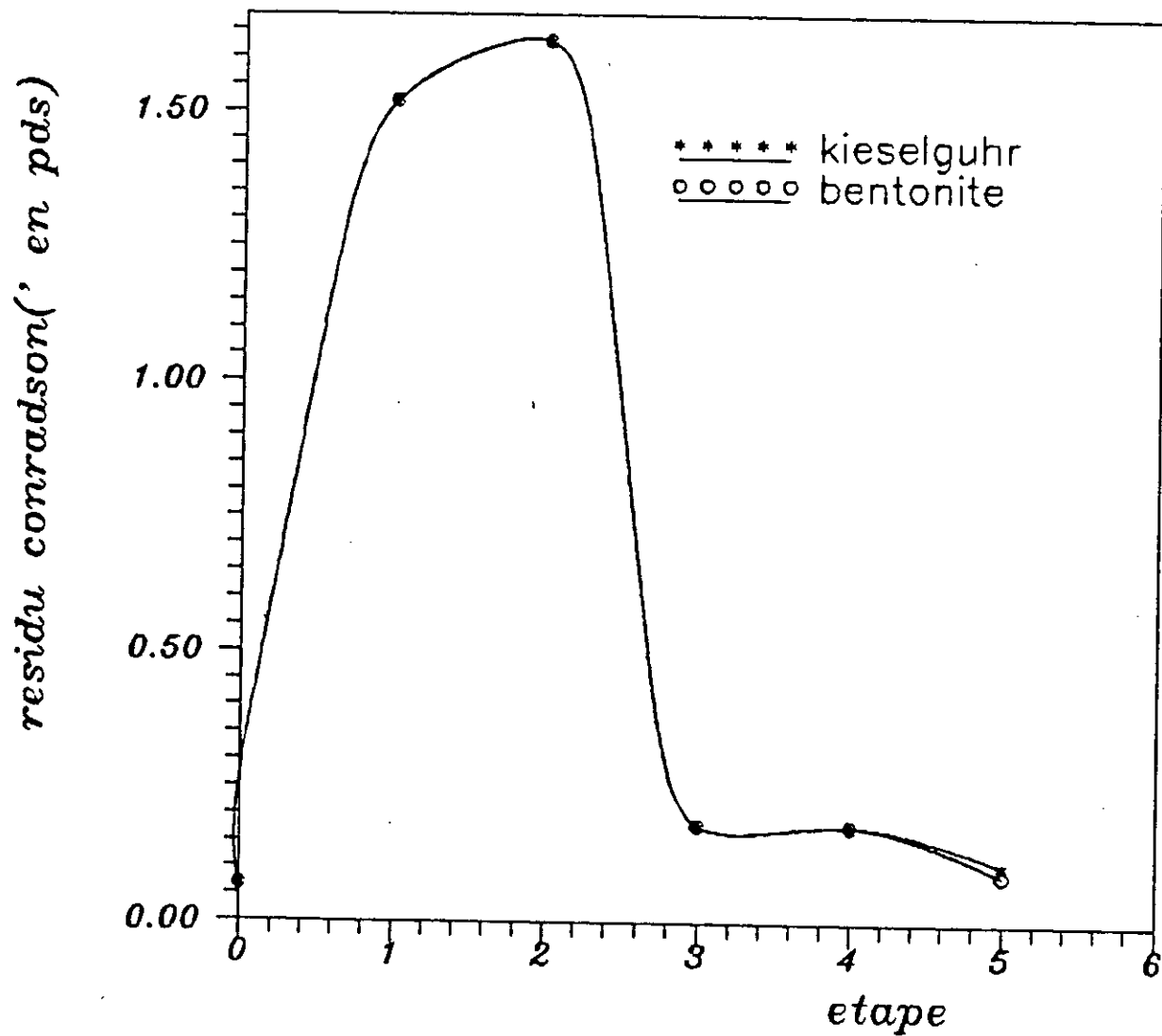


FIG N°:14: Variation du residu conradson de l'huile traitee en fonction des etapes du procede acide-terre

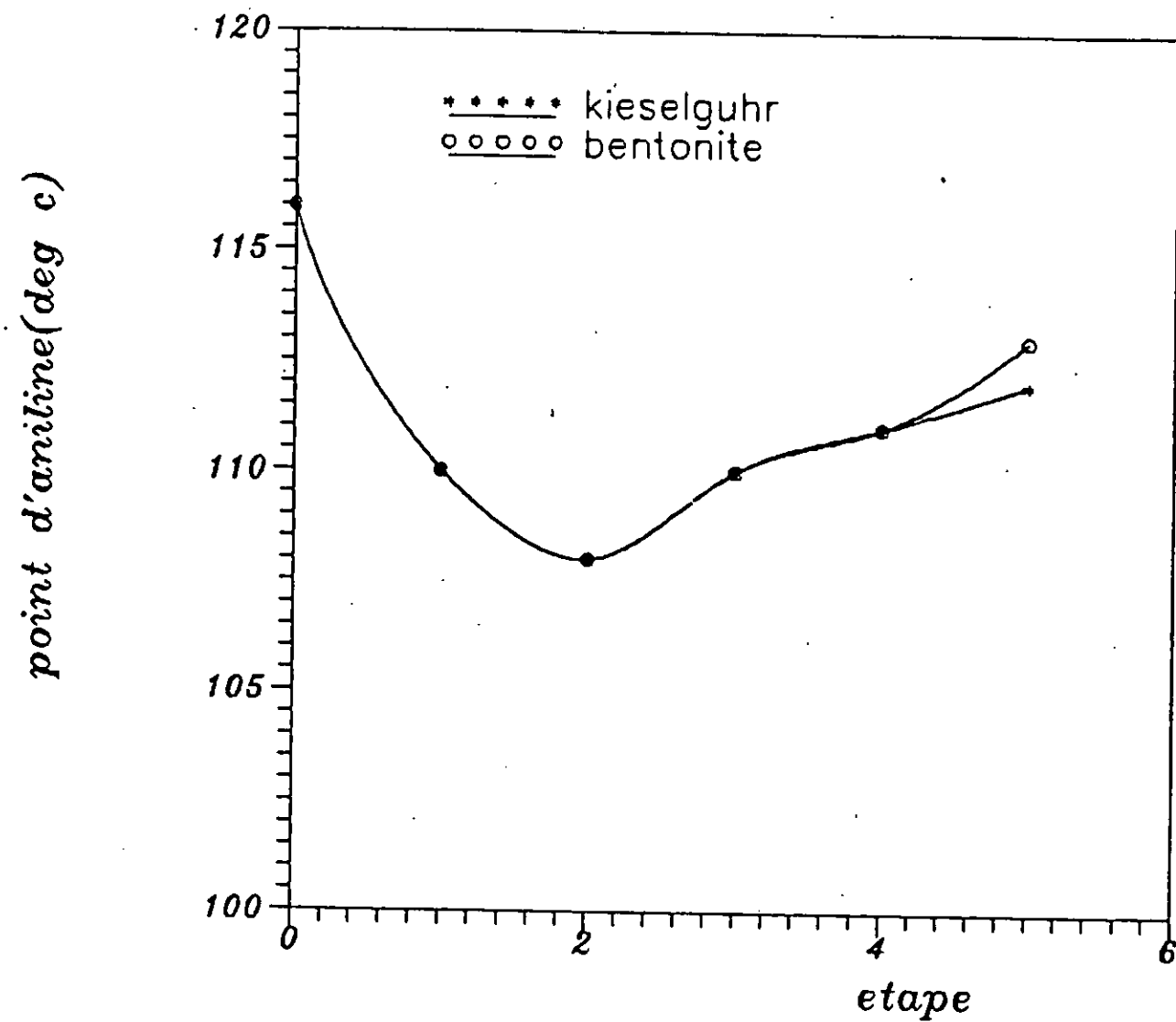


FIG N°:15 : Variation du point d'aniline de l'huile traitée en fonction des étapes du procédé acide-terre

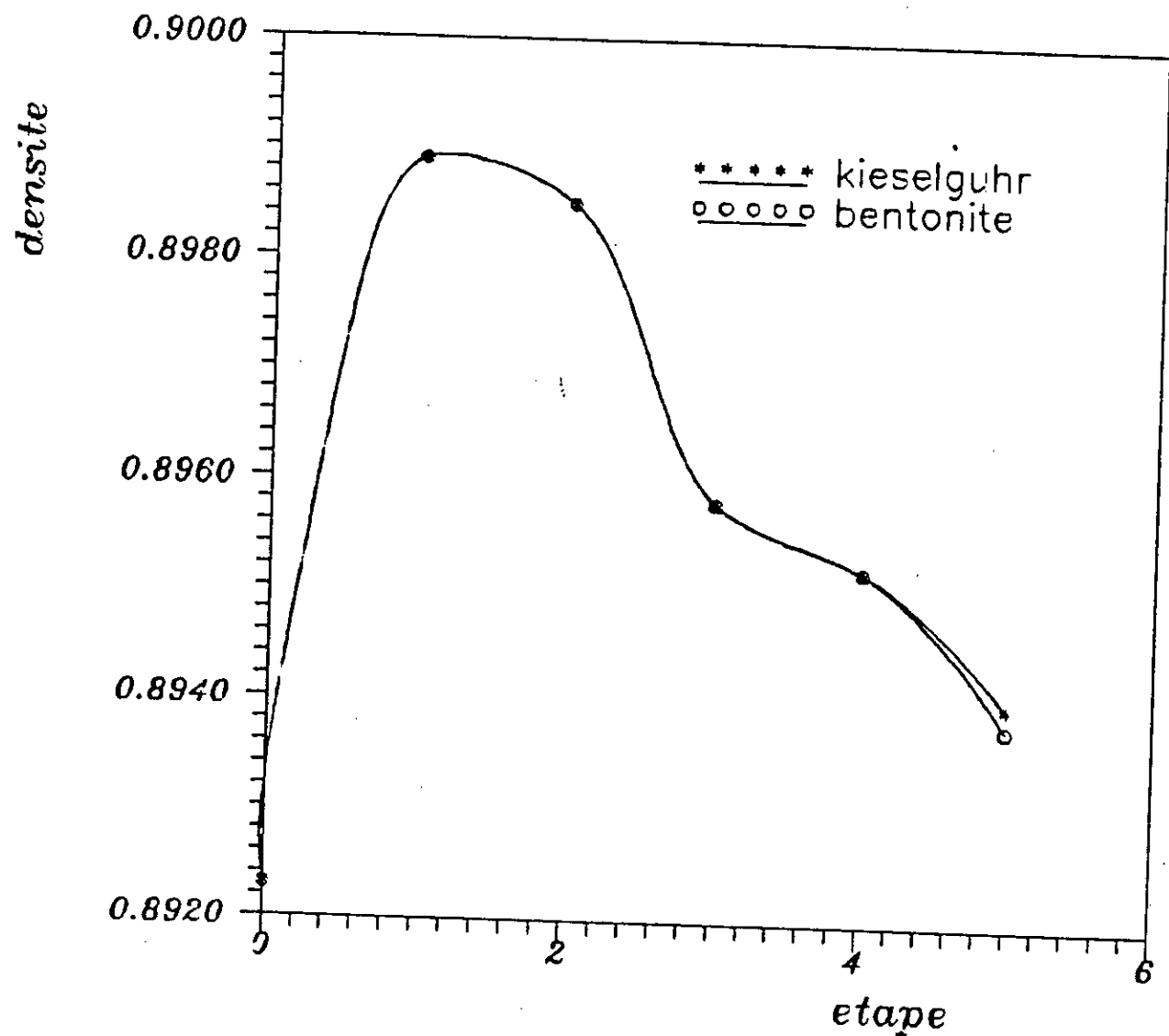


FIG N°:16 : Variation de la densite de l'huile traitee en fonction des etapes du procede acide-terre

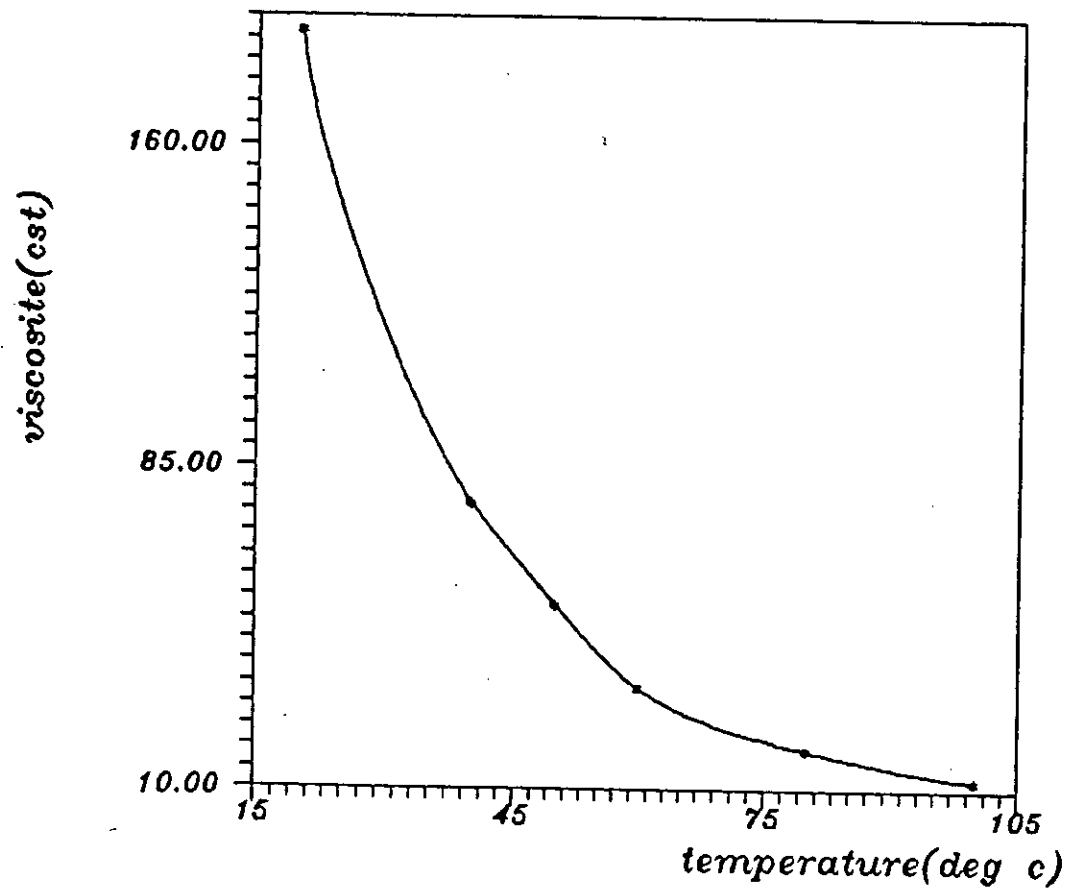


FIG N° 17 : Variation de la viscosite de l'huile usagee (1500 km) en fonction de la temperature(deg c)

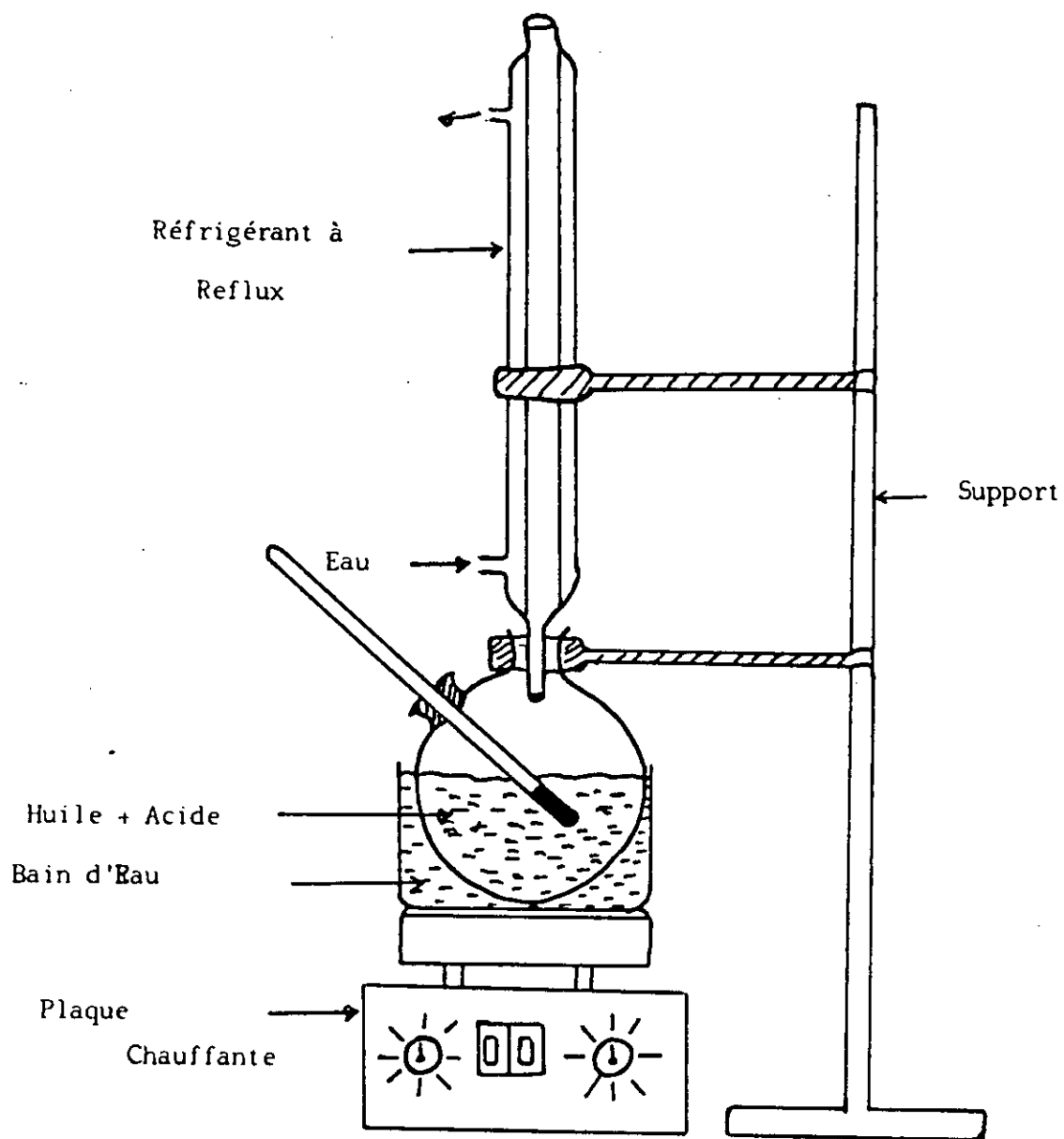


Schéma N°: Installation Utilisée Pour
L'attaque Acide de L'Huile

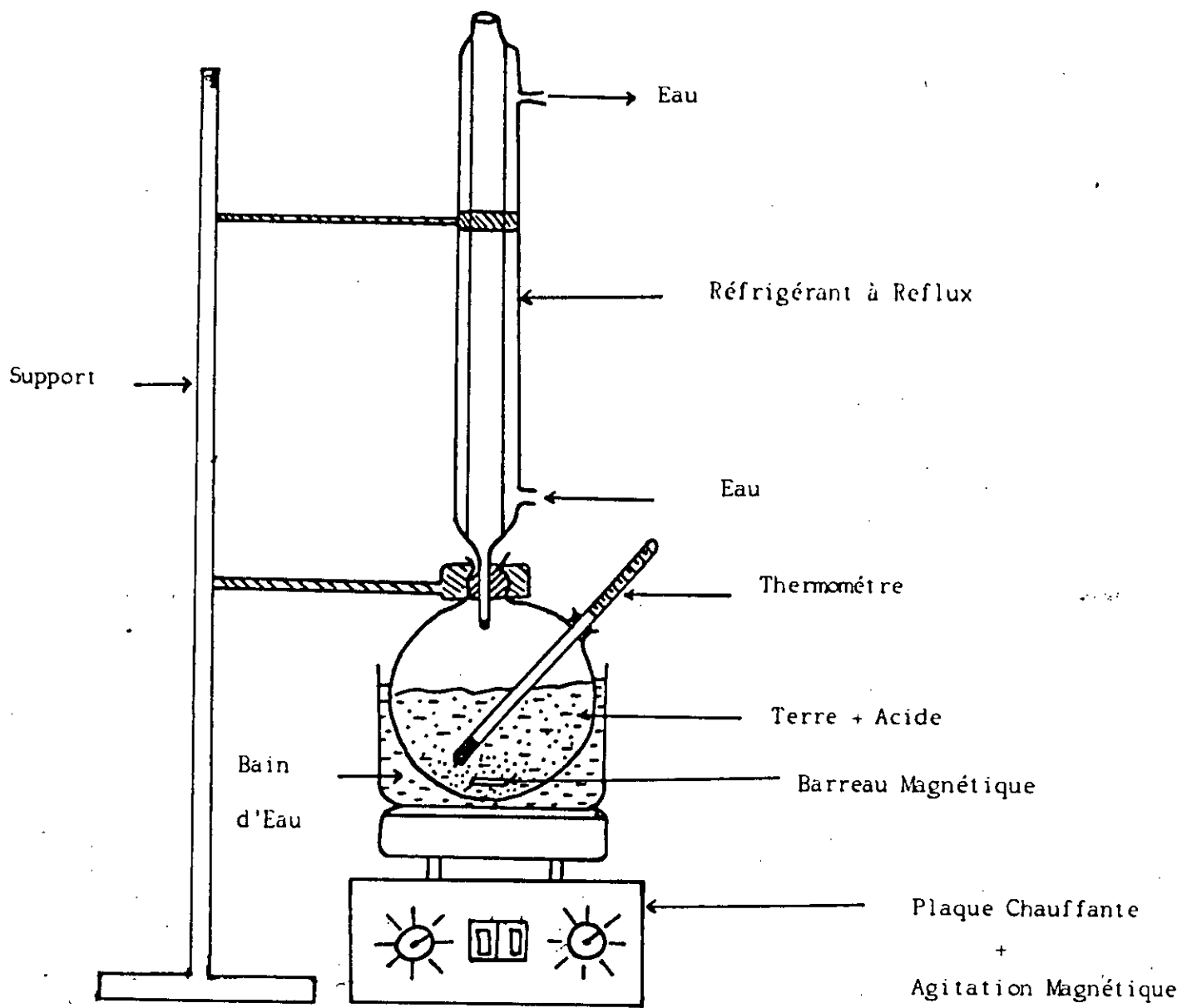


Schéma N° :

Installation Utilisée Pour L'Activation Acide de la Terre

Utilisée

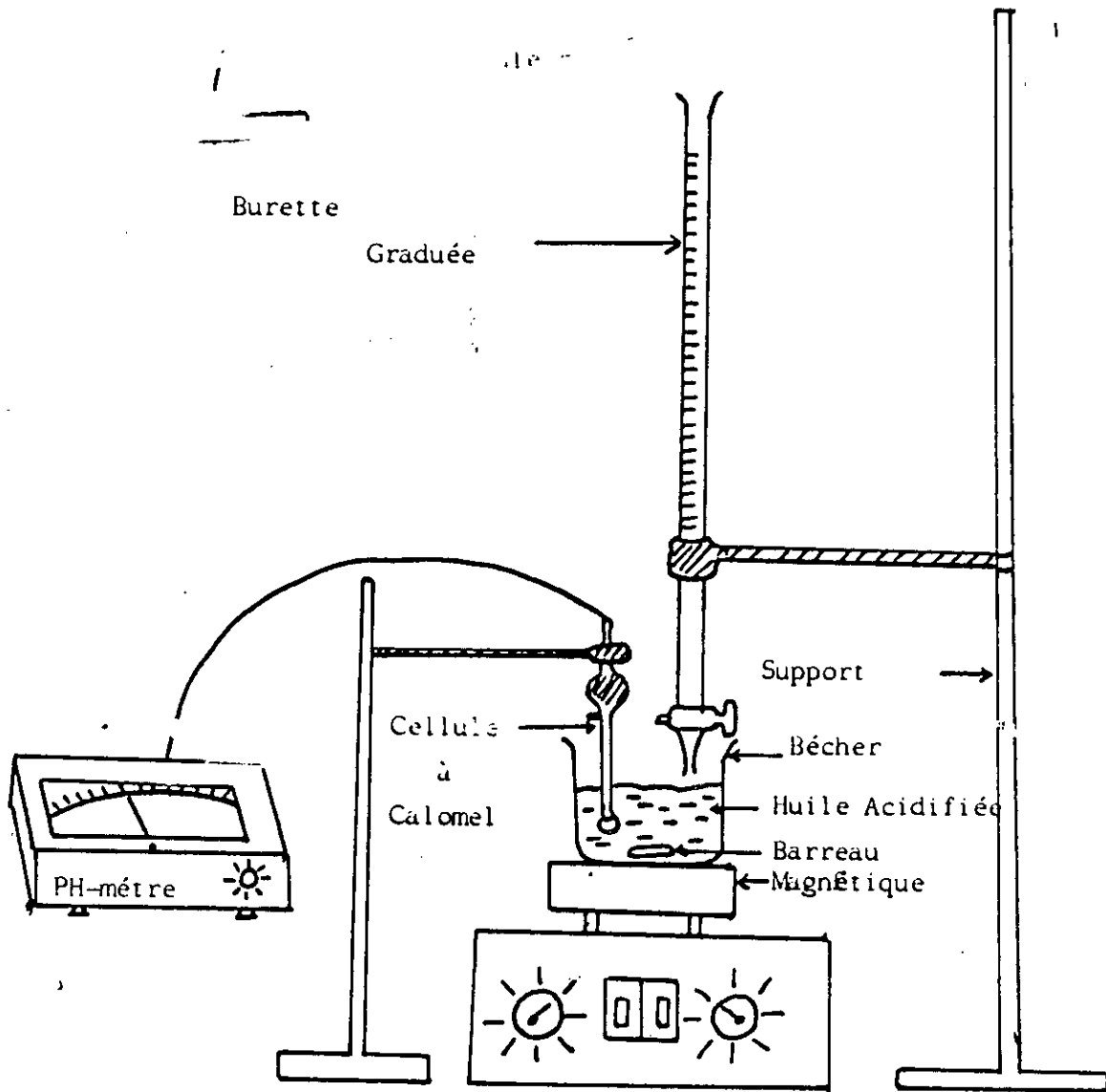


Schéma N° :

Installation Utilisée Pour la Neutralisation de l'Huile
Après l'Attaque Acide

BIBLIOGRAPHIE

- [1]: REVADE 90, "COLLOQUE INTERNATIONAL SUR LA RECUPERATION ET LA VALORISATION DES DECHETS"
- RAPPORT NAFTAL (17 au 12 Mars 1990 à ALGER)
- [2]: M-DANIEL, "LA LUBRIFICATION INDUSTRIELLE, TOME 2"
EDITION TECHNIP, 1984
- [3]: SCHILLIN G, "LES HUILES POUR MOTEURS ET LE GRAISSAGE DES MOTEURS"
TOME 1 ET 2, EDITION TECHNIP, 1975
- [4]: F.WUITHIER, "LE PETROLE: RAFFINAGE ET GENIE CHIMIQUE"
TOME 1, EDITION TECHNIP, 1972
- [5]: T.GUENDOUZI, "CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA REGENERATION DES HUILES USAGEES MOTEURS"
- THESE DE MAGISTER A L'E.N.P 1991.
SOUS LA DIRECTION DE PR.SE.CHITOUR.
- [6]: J.RICHARD ET F.ROUX, "LUBRIFIANT", TECHNIQUE DE L'INGENIEUR
B 590, B591
- [7]: J.L.E.GROFF, "ABC DU GRAISSAGE" EDITION TECHNIP, 1961
- [8]: F.AUDIBERT, "HUILES USAGEES, SCHEM I.F.P DE RAFFINAGE"
REVUES DE L'INSTITUT FRANCAISE DE PETROLE, NOV-DEC 1978
- [9]: B-BOUALI, "CINETIQUE DE DETERIORATION DE L'HUILE MOTEUR 20W-50 S.A.E ET ESSAIE DE REGENERATION SUR KAOLIN".
PROJET DE FIN D'ETUDE, E.N.P 1991.
SOUS LA DIRECTION DU PROFESSEUR S.E CHITOUR.
- [10]: R.LEFEVRE, "GRAISSAGE ET TRIBOTHECHNIQUE", TOME 1 EDITION

TECHNIP 1975.

- [11]: Pr S.E.CHITOUR, "CORRELATION SUR LE PETROLE BRUT ET LES FRACTIONS PETROLIERES", TOME 2, O.P.U (1983.
- [12]: J.F.DEMARQ, "RAFFINAGE DES HUILES MINERALES PAR TRAITEMENT A LA TERRE"
EDITION TECHNIP
- [13]: I.F.P, "METHODES D'ANALYSE RAPIDES DES HUILES USAGEES"
PUBLICATION I.F.P 1971.
- [14]: A.BENDJAMA, "ETUDE DES BENTONITES ALGERIENNES, APPLICATION A LA DECOLORATION DES HUILES MINERALES"
THESE DE MAGISTER A L'E.N.P 1983.
SOUS LA DIRECTION
- [15]: K.WINNACKER ET L'KUCHEL, "TECHNOLOGIE MINERALE, TOME IV,
EDITION EYROLLES, 1965
- [16]: M.AIT OUARAB, "CARACTERISATION ET REGENERATION DES HUILES MOTEURS S.A.E 20W-50"
PROJET DE FIN D'ETUDE A L'E.N.P 1989.
SOUS LA DIRECTION DU Pr S.E.CHITOUR.
- [17]: J.L.GROFF, "INDEX DE VISCOSITE V.T.I (table de calcul) DES HUILES DE GRAISSAGE"
EDITION TECHNIP 1957 SEPTEMBRE
- [18]: A.F.N.O.R, "METHODES DES ESSAIS PETROLIERS"
EDITIONS 1972.
- [19]: J.DENIS ET J.GRIANT, "PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES LUBRIFIANTS"
EDITION TECHNIP 1985.
- [20] X.NORMAND, "LECONS SOMMAIRES SUR L'INDUSTRIE DU RAFFINAGE DE PETROLE" TOME II EDITION TECHNIP 1978.