

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
جامعة محمد البشير الابراهيمي- برج بوعريريج

UNIVERSITE MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI – BORDJ
BOUARRERIDJ



Faculté des Sciences et de la Technologie
Département des Sciences de la Matière

Mémoire Présenté en vue de l'Obtention du Diplôme de Master

Filière : Chimie
Spécialité : Chimie analytique

Intitulé

Les huiles usagées : Caractérisation et contribution à la valorisation

Présenté Par :
Kebbache Namira
Attia Roumaissa

Le : /juin 2022

Jury de soutenance :

Président	:	Mekhalif Tahar	MCA. Université BBA
Encadreur	:	Boubatra Mustapha	MCB. Université BBA
Examineur	:	Dilmi Abdelkader	MCB . Université BBA



Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu « Allah », le tout puissant de nous avoir permis et accorder la volonté, la patience et le courage pour réaliser ce travail, et qui nous a amené à ce degré de savoir.

Nos vifs remerciements un grand merci à notre encadreur docteur " Boubatra Mustapha " pour ses conseils lucides et pertinents, sa patience et son précieux suivi tout au long de la réalisation de ce travail. Sa disponibilité, ses qualités pédagogiques et humaines, et ses compétences nous ont apporté un encadrement déterminant dans toutes les phases de ce travail.

Nos remerciements vont également à l'ingénieur du laboratoire chimie analytique Monsieur "Ziani Issam" et l'ingénieur du laboratoire de recherche au bloc de recherche de l'université de Sétif pour les analyses infra-rouge (FTIR).

Nous remercions chacun des membres du jury d'avoir consacré une partie de leur temps à la lecture de ce mémoire et pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

Nos remerciements s'étendent à tous nos enseignants et les membres du département chimie analytique de l'université de Bordj Bou Arreridj.

Ainsi qu'à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail.

Merci . . .



Dédicace

En ce jour inoubliable de ma vie je dédie ce travail à ma famille, elle qui m'a doté d'une éducation digne, son amour a fait de moi ce que je suis aujourd'hui.

Particulièrement à mon très cher père décédé « Zehar »

Pour le gout à l'effort qu'il a suscité en moi, de par sa rigueur. Et qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études j'espère que, du monde qui est sien maintenant, il apprécie cet humble geste comme preuve de reconnaissance de la part d'un fils qui a toujours prié pour le salut de son âme, puisse dieu, le tout puissant, lavoier en sa sainte miséricorde !

À toi ma mère chérie « Yamina »

Qui par ses sacrifices consentis et son affection profonde m'a toujours guide sur la voie du succès qu'elle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.

À mon encadreur Dr. « Boubatra Mustapha »

Pour tous ses précieux conseils, pour son écoute active, sa disponibilité. En effet, Commencer et finir la totalité du mémoire en si peu de temps, n'a pas était une tâche facile, et je n'aurais pas tant réussi si je n'avais pas reçu ses conseils, ainsi que sa force de persuasion.

À mes sœur « sakina » et « maroua »

Que dieu illumine pour eux la voie du succès et de la réussite dans leurs études.

À mon cher mari « Rafik »

Pour tout la patience, l'encouragement, le respect l'amour et le soutien dont il a fait preuve pendant toute la durée de ce travail et à qui je voudrais exprimer mes affections et mes gratitude.

À tous les membres de ma famille, petits et grands

À tous ceux qui, ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

A mon amie, ma sœur, ma compagne, Roumaïssa à travers vents et marées et sa gentille famille.



NAMIRA



Dédicace

Ce jour-là mon rêve que j'attendais depuis des années d'études, s'est réalisé et le mérite en revient à magénéreuse famille grâce à leur aide, leur amour, leurs encouragements et leur soutien pour moi,

Je dédie ce mémoire.

À Ceux qui me sont les plus chers A Mon grand père et ma grande mère.

Mon grand-père que Dieu lui fasse miséricorde, est mon idéal le plus je lui dédie spécialement ce travail, ilaimerait me voir dans les plus hauts rangs.

Ma grand-mère vous êtes ma deuxième mère, que dieu te donne longue vie merci pour ta bonne éducation etta misère depuis mon enfance.

À ma mère « Karima Zahra »

Dédicace à ma mère vous n'été pas pour moi qu'une simple Maman, mais vous représentez pour moi le symbole du sacrifice, de la force et de la fierté, que dieu te donne longue vie merci pour ta bonne éducation.

C'est la plus idéale maman dans ce monde.

À Mon frère Bilel et Mon cher oncle Abdel Moumen

Mon frère, je te souhaite tout le meilleur dans ta vie, cher oncle Moumen est mon père merci d'avoir été àmes côtés tout au long de mon parcours universitaire et de ma vie.

À Mes oncles, ses femmes et ses enfants « Siradj el Dinne et djaouad acil et Miral Tassnim ».

À Mes tante « Samra et Habiba ».

À Notre encadreur Dr Boubatra Mustapha

C'est un grand honneur pour nous de réaliser notre travail sous votre encadrement. On vous remercie vivement pour votre gentillesse et votre écoute. Vous n'êtes pas pour nous seulement un encadreur, mais vous êtes un grand exemple qu'on suis pour toute notre vie professionnelle. Vos conseils et remarques m'ontétaient d'un grand apport pour la réalisation de ce travail.

Dédicace à la plus chère amie, ma collègue, mon compagnon de vie, ma sœur Namira et sa gentille famille.



ROUMAISSA

Sommaire

Chapitre I

1. Huiles moteur	1
1.1. Les huiles de lubrification	1
1.2. Origine des lubrifiants	1
1.3. Principe de raffinage des huiles lubrifiantes	1
2. Composition des huiles de lubrification de base.....	2
2.1. Les huiles minérales	2
2.2. Les huiles de synthèse ou synthétiques	3
2.3. Les huiles de semi-synthèse	3
2.4. Les additifs	3
2.5. Rôle les additifs	5
3. Propriétés physico-chimiques des huiles de lubrification	5
3.1. Viscosité	6
3.2. Indice de viscosité	6
3.3. Densité	6
3.4. Masse molaire	6
3.5. Indice de réfraction	7
3.6. Point d'éclair	7
3.7. Point d'écoulement	7
3.8. Indice d'acidité ou dosage de l'acidité totale (TAN)	7
3.9. Indice de basicité ou dosage de basicité totale (TBN)	7
3.10. Tension de Vapeur	7
3.11. Teneur en eau	7
3.12. Onctuosité	8
3.13. Couleur	8

4. Les huiles lubrifiantes usagées.....	8
4.1. Les huiles claires	8
4.2. Les huiles usagées noires	8
5. Fonctionnement des huiles lubrifiantes moteur automobile	9
6. Classifications et spécifications des huiles moteur automobiles	10
6.1. La classification SAE	10
6.2. La spécification (classification selon le service)	11
7. La dégradation des huiles moteurs	12
7.1. Phénomène d'oxydation	12
7.2. Contamination de l'huile de lubrification	13
7.3. Phénomène de rouille et de corrosion	14
8. L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé	14
9. Possibilité de récupération des huiles usagées	16
10. Les divers systèmes de récupération des huiles usagées	16
11. Les principales étapes à suivre lors de la récupération des huiles usagées	17
12. Processus de récupération de l'huile usagée par distillation sous-vide	17
12.1. Distillation fractionnée sous vide	17
12.2. Traitement chimique	18
12.3. Distillation sous vide	18
13. Avantage de ce processus	19
14. Processus de récupération de l'huile usagée par acide sulfurique	20
15. Conclusion	21

Chapitre II

1. Introduction	22
2. Sélection et collecte des échantillons d'huile de lubrification	22
3. Méthodes d'analyse et appareillages.....	23

3.1. Propriétés physico-chimiques des huile (neuve-usagée)	23
3.1.1. La viscosité	23
La viscosité cinématique	23
3.1.2. Indice de viscosité	25
3.1.3. La densité	25
3.1.4. L'indice de réfraction	26
3.1.5. Point d'éclair	28
3.1.6. La Couleur	28
4. Récupération des huiles usagées	29
4.1. Décantation	29
4.2. Centrifugation.....	30
4.3. Filtration	31
4.4. La distillation.....	32
5. Traitement chimique de l'huile usagée	34
5.1. Traitement par l'acide sulfurique	34
6. Traitement d'adsorption	35
6.1. Adsorption par l'argile.....	35
6.2. Adsorption par gel de silice	38
6.3. Adsorption par Talc	40
7. Méthodes spectroscopiques.....	41
7.1. Spectroscopie Infra Rouge à transformée de fourrier (FTIR)	41
8- L'analyse thermogravimétrique (ATG/ATD)	42

Chapitre III

1. Introduction	47
2. Résultats des analyses	47

2.1	Caractérisation des huiles lubrifiantes	47
2.2.	La Viscosité	47
2.3.	Evolution de la viscosité de l'huile neuve avec la température	48
2.4.	L'indice de viscosité	49
2.5.	La densité	50
2.6.	L'indice de réfraction	51
2.7.	Point d'éclair	53
2.8.	La couleur	54
3.	Traitement à l'acide sulfurique	54
4.	Traitement par adsorption de l'huile usagée essence	55
4.1.	L'adsorption d'huile usagée essence par la silice	55
4.2.	L'adsorption de huile usagée essence par le talc	56
4.3.	L'adsorption de l'huile usagée essence par l'argile	56
5.	Caractérisation par spectroscopie infrarouge	56
6.	Analyse thermogravimétrique	64
6.1.	Huile neuve	64
6.2.	Huile usagée essence	65
6.2.	Huile usagée diesel	66
7.	Conclusion	66
8.	Conclusion générale	
9.	Références bibliographiques	

Liste des figures

Figure I.1 : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brute	2
Figure I.2 : Part des additifs dans les différents types d'huiles	5
Figure I.3 : Rôle de l'huile dans la lubrification du moteur	10
Figure I.4: Gradient de la viscosité en fonction de la température pour les différents types d'huiles lubrifiantes	11
Figure I.5 : Caractéristiques d'un type d'huile lubrifiante.	12
Figure I.6 : Vidange d'une huile usagée très oxydée	12
Figure I.7 : Stock des huiles de Vidange.....	13
Figure I.8: Impactes des huiles usagées sur l'environnement	15
Figure I.9 : Etapes du processus global du traitement des huiles usagées	17
Figure I.10 : Etapes du processus détaillé du procédé de distillation des huiles usagées	19
Figure I.11: Etapes du processus de traitement à l'acide sulfurique des huiles usagées.....	20
Figure II.1 : Photos des échantillons de l'huile neuve et des huiles usagées	22
FigureII.2 : Rotors du viscosimètre	24
Figure II.3: Le viscosimètre Rion VISCOTESTER VT-03f.....	24
Figure II.4: Mesure la densité par pesée	26
Figure II.5: Réfraction view	27
Figure II.6: Réfractomètre Abbe (ATAGO).....	27
Figure II.7: Décantation de l'huile usagée	29
Figure II.8 : Récipients pour centrifugation de l'huile.....	30
Figure II.9 : Centifugeuse.....	30
Figure II.10 : Filtration de l'huile usagée.....	32
Figure II.11 : distillation fractionné de l'huile usagée	33
Figure II.12 : Décantation de l'huile	34
Figure II.13: Agitation de l'huile avec H ₂ SO ₄	34
Figure II.14 : Filtration de l'huile traitée par l'acide sulfurique	35
Figure II.15 : L'argile brute.....	36
Figure II.16 : Broyeur de laboratoire	36
Figure II.17 : Lavage de l'argile.....	36
Figure II.18 : Filtration de l'argile lavée	36
Figure II.19 : Séchage de l'argile après filtration.....	37

Figure II.20 : Agitation de l'huile avec l'argile.....	37
Figure II.21 : Filtration d'huile traitée avec l'argile lavée	38
Figure II.22 : Agitation de l'huile avec gel de silice	39
Figure II.23 : Filtration d'huile traitée par gel silice	39
Figure II.24: Agitation de l'huile avec le Talc	40
Figure II.25: Filtration de l'huile traitée par le Talc.....	41
Figure II.26: Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier.....	42
Figure II.27: Appareil d'analyse thermogravimétrique SETARAM ATG/ATD evo	44
Figure II.28: (a) Photo de l'appareil utilisé, (b) Représentation schématique de l'appareil d'analyse thermique ATG et ATD	44
Figure II.29: Quelque exemple des creusets en aluminium et en alumine.....	45
Figure II.30 : porte échantillon.....	46
Figure III.1 : Evolution de la viscosité cinématique des huiles analysées	48
Figure III.2 : Evolution de la viscosité de l'huile neuve et de l'huile usagée en fonction de la température.....	49
Figure III.3 : Evolution de la densité des huiles analysées	51
Figure III.4 : Evolution de la densité des huiles usagées traitées par distillation	51
Figure III.5 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles analysées	52
Figure III.6 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles usagées traitées par distillation ..	53
Figure III.7 : Evolution du point éclair des huiles analysées	53
Figure III.8 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles usagées analysées traitées à l'acide sulfurique.....	54
Figure III.9 : Evolution de la densité des huiles usagées traitées à l'acide sulfurique.....	55
Figure III.10 : Evolution de l'indice de refraction des huiles analysées adsorbées sur la silice	55
Figure III.11: Evolution de la densité des huiles analysées adsorbées sur la silice.....	55
Figure III.12: Evolution de l'indice de réfraction des huiles usagées adsorbées sur le talc....	56
Figure III.13 : Evolution de la densité des huiles usagées adsorbées sur le talc	56
Figure III.14 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles analysées adsorbées sur l'argile	56
Figure III.15 : Evolution de la densité des huiles analysées adsorbées sur l'argile	56
Figure III.16 : Spectre infrarouge de l'huile neuve	60
Figure III.17 : Spectre infrarouge de l'huile usagée diesel	60
Figure III.19 : Spectre infrarouge de l'huile usagée essence	61

Figure III.20: Spectre infrarouge du distillat 3 à T égale à 70°C.....	61
Figure III.21 : Spectre infrarouge du distillat 4 à T égale à 70 ° C.....	61
Figure III.22 : Spectre infrarouge de l'huile adsorbée sur 2 g d'argile.....	61
Figure III.23 : l'huile adsorbée sur 15 g d'argile	62
Figure III.24 : Spectre infrarouge du distillat 5 à T égale à 80 °C.....	62
Figure III.25 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée sur 2 g de gel de silice.....	62
Figure III.26 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée sur 15 g de gel de silice.....	62
Figure III.27 : Spectre infrarouge de l'huile usagée traitée avec H ₂ SO ₄ à 10 %.	63
Figure III.28 : Spectre infrarouge de l'huile usagée traitée avec H ₂ SO ₄ à 30 %.....	63
Figure III.29 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée avec 5 g de talc.....	63
Figure III.30 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée avec 15 g de talc.....	63
Figure III.31 : Courbe ATG des huiles analysées	64
Figure III.32 : Courbe ATD des huiles analysées	65

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Huiles générant des huiles usagées claires	8
Tableau I-2 : Huiles générant des huiles usagées noires	9
Tableau I-3: Composés polluants des huiles usagé	15
Tableau II.1 : Caractéristiques de Réfractomètre Abbe DR-A1-plus (ATAGO).....	27
Tableau III.1 : Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge.....	58
Tableau III.2 : Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge.....	58
Tableau III.3 : Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge.....	59
Tableau III.4: Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge.....	59

Liste des abréviations

AFNOR	American Society for Testing and Materials
SAE	Society of Automotive Engineers
A	Absorbance
v	viscosité cinématique
n	Viscosité dynamique
D	Densité
Po	Poise
Pa	Pascal
cSt	Centile stocks
T	Température en degré Censius
°C	Degré Celsius
ACEA	Association des constructeurs Européens d'Automobiles
AGMA	American Gear Manufacturers Association
API	American Petroleum Institute
ASTM	American Society for Testing and Material
CCMC	Comité des Constructeurs d'automobile du Marché Commun
Cp	Centipoise
FTIR	Infrarouge à transformée de fourrier
HV	Huile Vierge
HU	Huile Usagée
HAP	Hydrocarbures Polycycliques Aromatiques
HFP	Flash Point Tester
ISO-VG	International Organisation for Standardization- Viscosity Grade
ATG	Analyse thermogravimétrique
DTG	Dérivé thermogravimétrique

Introduction générale

Introduction générale

Introduction générale

La pollution de l'environnement est l'un des plus grands problèmes auxquels nous sommes confrontés aujourd'hui. Il y a plusieurs causes qui aggravent la pollution de notre environnement, et l'une d'entre elles est l'utilisation inappropriée et, surtout, l'élimination finale des huiles lubrifiantes usagées [1].

La demande mondiale d'huiles lubrifiantes est d'environ 40 000 000 de tonnes par an et d'environ 40 000 000 de tonnes par an et environ 60 % de sa production devient des déchets [2], ce qui représente un coût de 1,5 milliard d'euros en déchets [2], ce qui signifie qu'environ 24 000 000 de tonnes d'huiles usagées sont produites chaque année, ce qui en fait l'un des déchets polluants les plus abondants actuellement [3].

Les huiles de lubrification sont formulées d'une huile de base, ajouté d'un certain nombre d'additifs, convenablement choisis pour qualifier le lubrifiant à assurer sa fonction requise malgré les contraintes, l'huile est exposée lors de la lubrification, à des phénomènes désagréables générés par le fonctionnement du moteur. Ces phénomènes agissent de manière néfaste sur la structure de l'huile qui finit par perdre sa qualité lubrifiante.

L'huile à moteur usagée est souvent éliminée de façon inadéquate, risquant de nuire à l'environnement. La combustion la mise au rebut, l'élimination directe au sol, l'écoulement par les égouts et l'épandage sur les routes sont des pratiques à éviter.

Le recyclage des huiles industrielles usagées demeure une activité inexploitée en Algérie, en l'absence d'unités spécialisées dans le traitement de ces déchets [2]. Selon les statistiques algérienne, environ 180.000 tonnes de lubrifiants, utilisés annuellement dans les deux secteurs des transports et de l'industrie, génèrent près de 90.000 tonnes d'huiles usagées, soit 50% du volume global des lubrifiants, selon le ministère de l'Aménagement du territoire et de l'environnement [3].

Sur l'ensemble de ces déchets, un volume de 72.000 tonnes représente des huiles de moteurs (huiles noires) alors que les 18.000 tonnes restantes sont des huiles industrielles (huiles claires) [3].

Le but du présent travail consiste en la caractérisation de deux types d'huiles usagées et la possibilité de leur récupération.

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les lubrifiants en général, et la possibilité de récupération des huiles usagées. Nous avons, également présenté quelques voies, explorées dans des études précédentes, pour la régénération de ces huiles usagées.

Introduction générale

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des méthodes nécessaires et les appareils expérimentaux utilisés dans ce travail pour réaliser les analyses qui consiste à évaluer quelques caractéristiques de l'huile telle que : la densité, la viscosité cinématique, le point éclair et des analyses spectrales par infrarouge (FTIR) ainsi qu'une analyse thermogravimétrique (ATG/ATD).

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenu dans l'laboratoire.

On termine le mémoire avec une conclusion et des recommandations.

Chapitre I

Généralités sur les huiles de lubrification

1. Huiles moteur :**1.1. Les huiles de lubrification :**

Les huiles de lubrification sont formulées d'une huile de bases minérales issues d'un pétrole brut après traitement, dopée d'un paquet d'additifs convenablement choisis pour que le lubrifiant puisse assurer sa fonction requise malgré les contraintes [2].

Le lubrifiant permet de :

- Réduire les frottements dans les machines et par conséquent d'économiser l'énergie.
- d'évacuer les calories venant des parties chaudes du moteur s'il circule et s'il peut céder sa chaleur au niveau extérieur.
- Combattre l'usure des machines sous toutes ses formes : usure adhésive et grippage, usure par fatigue, corrosion de contact.
- Protéger les organes contre les corrosions humide et acide.
- mettre en route l'organe à lubrifier à toutes températures.

Enfin, le lubrifiant doit posséder tout un ensemble de propriétés permettant d'accroître la longévité et la fiabilité des mécanismes [1].

1.2. Origine des lubrifiants :

Les premiers lubrifiants utilisés par l'homme furent, exclusivement, des huiles d'origine animale ou végétale. Actuellement, sont des huiles minérales dérivées du pétrole qui constituent la majeure partie des huiles lubrifiantes [4].

1.3. Principe de raffinage des huiles lubrifiantes :

Le pétrole brut est le produit de base pour tous les lubrifiants, indépendamment du fait qu'ils soient à base d'huile minérale ou synthétique. La fabrication de lubrifiant industriels nécessite plusieurs traitements de raffinage.

La première étape comprend la distillation atmosphérique du pétrole brut à la température de 350°C. Celle-ci produit un résidu atmosphérique constitué de produits lourds qui serviront en partie, à la récupération des huiles lubrifiantes après une distillation sous-vide. D'autres opérations de raffinage sont également nécessaires pour pouvoir séparer les différentes fractions de résidus.

Le craquage catalytique est le premier traitement thermique subi par le résidu pour obtenir des molécules d'hydrocarbures de courtes chaînes et par conséquent des produits légers.

Le deuxième traitement des huiles consiste en une extraction partielle des structures aromatiques par solvataion. Le produit subit une troisième opération de raffinage qui est un déparaffinage par solvant. La dernière opération de traitement est un hydrotraitement qui permet d'éliminer environ 90% des contaminants, y compris l'azote, le soufre, les métaux et les hydrocarbures non saturés [3].

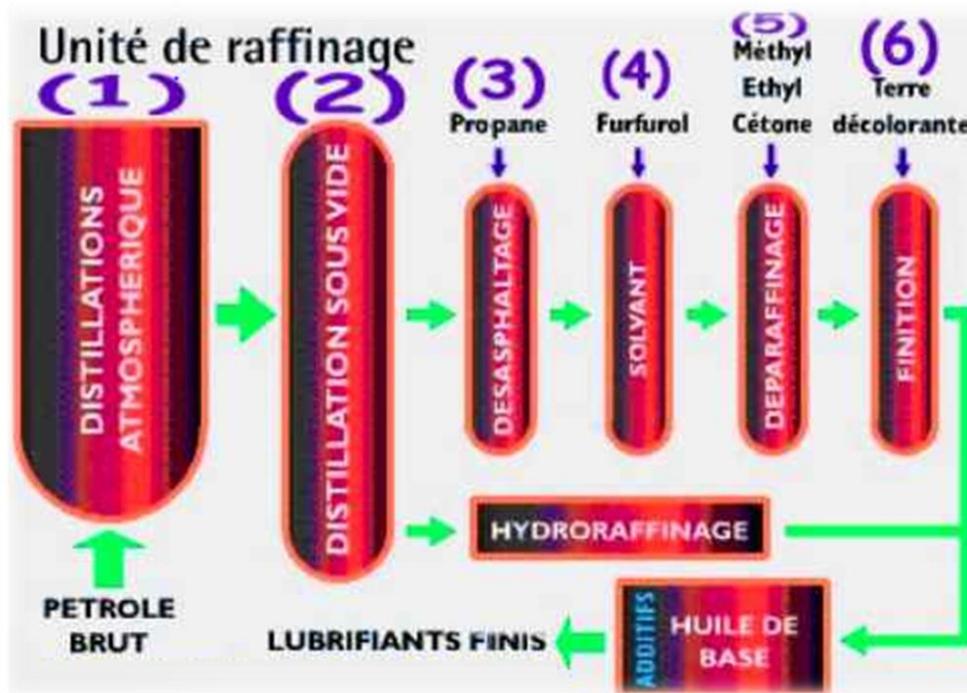


Figure 1.1 : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brute [3]

2. Composition des huiles de lubrification de base :

Une huile de lubrification de base est une huile automobile, industrielle ou pour aviation ayant les propriétés demandées pour une utilisation donnée, Elles sont constituées d'une huile de base minérale, semi-synthétique et synthétique, et d'un groupe d'additifs ajoutant chacun une propriété particulière afin d'améliorer le rôle de ces huiles.

2.1. Les huiles minérales :

Ce sont les huiles les plus utilisées aussi bien dans les applications automobiles, qu'industrielles, Elles proviennent de la distillation sous vide du pétrole brut, plus des quantités d'additifs, Elles se caractérisent par de bonnes propriétés telles que la stabilité à l'oxydation, la stabilité thermique. Ces huiles minérales sont dites à base paraffinique, iso-paraffinique, à base

naphténique, ou aromatique, selon le type d'hydrocarbures qui détermine ces caractéristiques physicochimiques de l'ensemble du composé [4].

2.2. Les huiles de synthèse ou synthétiques :

Ce sont des huiles obtenues par voie chimique, dans ce cas, on fabrique la molécule de base dont on a besoin, afin de créer le produit désiré qui est l'huile de base, dont les propriétés physiques et chimiques sont prédéterminées, On rajoute ensuite une quantité d'additifs nécessaires pour répondre au service voulu. Ces huiles ont des performances élevées, en particulier pour des objectifs et des conditions de service difficiles.

- Ces huiles elles offrent des performances supérieures :

1. indice de viscosité plus élevé.
2. meilleure tenue thermique.
3. meilleure résistance à l'oxydation [4].

2.3. Les huiles de semi-synthèse :

Sont un mélange dans des proportions variables d'huile minérale et d'huile de synthèse (généralement 70 à 80% d'huile minérale et 20 à 30% d'huile de synthèse) Ce sont les plus courantes.

2.4. Les additifs :

Les additifs sont très nombreux ; ils présentent environ 25% de la masse totale de l'huile utilisée, chacun ayant une fonction bien définie. Leur rôle est d'améliorer les propriétés chimiques des huiles lubrifiantes, afin de prolonger la durée de vie soit du moteur soit de l'huile et pour interdire la dégradation rapide des huiles usagées [5].

Les additifs généralement utilisés sont :

- **Additifs Antifriction, anti-usure :**

Ils réduisent l'usure et les frottements mécaniques des surfaces métalliques en créant, à la surface des pièces, un film protecteur très résistant. Le coefficient de frottement se trouve abaissé et l'usure est réduite [6].

- **Additifs Anticorrosifs, antirouille :**

Sont des composés chimiques pouvant contenir du calcium, du magnésium, du phosphore et de l'azote avec ou sans soufre [7]. Ils empêchent l'attaque des métaux ferreux, due à l'action conjuguée de l'eau, de l'oxygène de l'air et de certains oxydes formés lors de la combustion. En étendant un film de protection sur les surfaces métalliques du moteur, et en neutralisant les agents corrosifs [6].

• Additifs détergents :

Les détergents sont des additifs qui possèdent des propriétés nettoyant vis-à-vis d'une surface solide mouillée, et de maintenir le circuit de distribution. Elles se caractérisent par un PH basique ou neutre pour prévenir de la formation des dépôts à chaud sur les surfaces chaudes. Grâce à leur alcalinité, ils peuvent neutraliser également des produits acides, qui se forment du fait de la combustion de l'huile [5-8].

• Additifs Antioxydants :

Les antioxydants sont de nature à diminuer ou empêcher l'oxydation des huiles, afin de ralentir le vieillissement rapide de l'huile, ils agissent selon leurs structures chimiques, par l'arrivée de l'oxygène provenant de l'air de haute température et de métaux [5-8].

• Dispersants :

Les dispersants sont des adjuvants, qui ont les propriétés de maintenir en suspension des particules solides dans l'huile, Ils évitent ainsi le risque de dépôt dans les parties froides du moteur [5-8].

• Additifs Anti-mousse :

Les antis mousses sont des additifs solubles dans l'huile, à base de silicone, de très haute masse molaire, ils empêchent la formation des bulles liquide-air, qui se forment à la surface d'huile lubrifiante [5-8].

• Additifs extrême de pression :

Permettent à l'huile de réduire les frottements et par conséquence économiser de l'énergie. Et protéger les surfaces des fortes charges [9].

• Additifs améliorant le point d'écoulement :

Ils permettent au lubrifiant de garder une bonne fluidité à basse température (de -15°C à -45°C) [22]. Les additifs améliorant le point d'écoulement sont généralement des polymères hydrocarbonés et oxygénés [4].

• Additifs améliorant d'indice de viscosité :

Les améliorants de l'indice de viscosité qui ont pour rôle d'améliorer la diminution de la viscosité de l'huile lors de l'élévation de température dans le moteur [5-8].

• Additifs modificateurs de frottement :

Ces additifs permettent de réduire le coefficient de frottement des pièces lubrifiées, en améliorant ainsi leur rendement mécanique [6].

• Additifs de basicité :

Neutraliser les résidus acides de combustion des carburants, principalement sur moteur diesel.

• **Additifs anti-émulsion :**

Evite le mélange de fluides étrangers (de l'eau par exemple) avec l'huile et favorise la décantation (séparation) de l'ensemble.

2-5-Rôle les additifs :

Les additifs chimiques améliorent certaines caractéristiques spécifiques. Ils peuvent représenter 20% du volume et 60% du coût de l'huile.

Les additifs sont présents dans les huiles finies : Soit pour renforcer certaines propriétés de l'huile de base Soit pour apporter à l'huile de base des propriétés qu'elle ne possède pas naturellement [8].

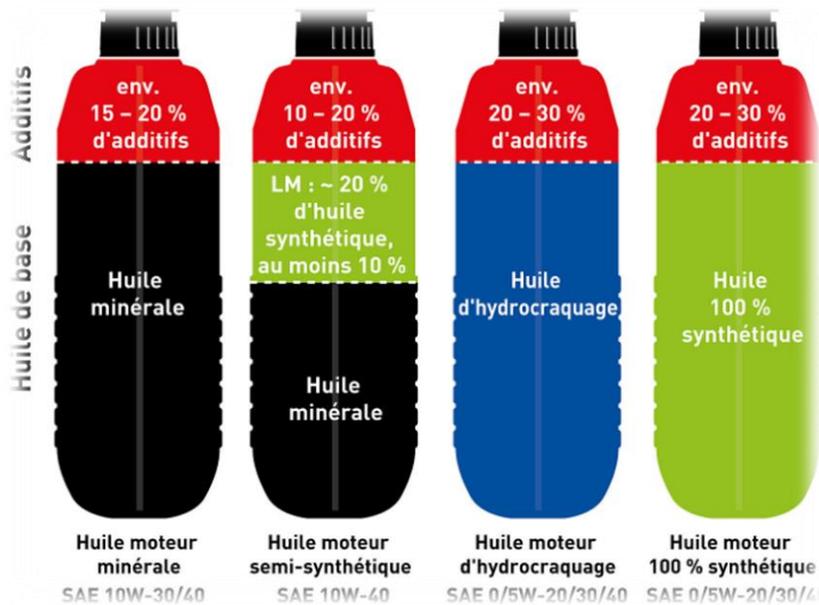


Figure I.2 : Part des additifs dans les différents types d'huiles [3].

3. Propriétés physico-chimiques des huiles de lubrification :

Les propriétés se classent en deux groupes : les caractéristiques d'identification et d'utilisation et les caractéristiques de performances.

Les caractéristiques d'identification (masse volumique, indice de réfraction, point d'écoulement, etc.) et d'utilisation, sont des propriétés physiques et/ou chimiques, habituellement désignées « propriétés physico-chimiques », évaluées par des essais simples de laboratoires. Certaines de ces caractéristiques sont véritablement des propriétés fonctionnelles (caractéristiques d'utilisation). C'est le cas, par exemple, de la compressibilité ou de la viscosité

dynamique.

Les caractéristiques de performances physico-chimiques, mécaniques ou complexes sont évaluées par des essais effectués au laboratoire, en cellule sur bancs d'essai ou en service réel. Nous parlerons que des propriétés et des caractéristiques les plus utilisées aussi bien pour les lubrifiants liquides que pour les graisses.

3.1. Viscosité :

La viscosité est la propriété qui caractérise la résistance du film lubrifiant qui protège les pièces en mouvements, pour des conditions de fonctionnement données [11]. Elle dépend de la température, lorsque la température est faible la viscosité est trop élevée, et les frottements entre les surfaces des pièces mobiles sont importants. Et plus la température est élevée, plus la viscosité est basse pour réduire les frottements internes. Ils existent deux types de viscosité : la viscosité dynamique et la viscosité cinématique.

*** Viscosité dynamique (μ) :**

La viscosité dynamique caractérise les couches de lubrifiant à froter ou à glisser les unes sur les autres, c'est aussi le produit de la viscosité cinématique par la masse volumique du fluide : Unités légales (μ) : Pa.s (pascal. Seconde) ou N.s/m² ; poise (P) et centipoise (cP) 1 poise = 1 P = 0,1 Pa.s 1000 centipoises = 103 cP = 1 Pa.s .

*** Viscosité cinématique :**

La viscosité cinématique est déterminée en mesurant, à une température donnée, la durée de l'écoulement d'un volume connu de liquide à travers un appareil comportant un orifice (tube calibré ou tube capillaire) de dimensions normalisées. Unités : m²/s ; Stoke (St) ou centistoke (cSt) 10000 St = 1 m².s-1 ; 1 cSt = 1 mm².s-1 ; 106cSt = 1 m².s-1 .

3.2. Indice de viscosité :

C'est le nombre conventionnel, qui traduit l'importance de la variation de la viscosité d'un lubrifiant issu du pétrole brut, en fonction de la température, dont il permet de juger la tenue à chaud et à froid d'un lubrifiant [10].

3.3. Densité :

La densité est le rapport entre la masse volumique du produit à une température donnée, et la masse volumique du corps de référence qui est en générale celle de l'eau, à une température standard [10].

3.4. Masse molaire :

La masse molaire est définie comme un rapport entre la masse est la quantité de matière, elle se mesure en Kg/mole [10].

3.5. Indice de réfraction :

C'est un nombre (n) sans dimension, qui permet d'identifier un produit ou une espèce chimique, et de contrôler leurs puretés, et déterminer leurs fractions molaires. Sa définition repose sur le résultat du rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide qui dépende de la longueur d'onde et de la température, avec la vitesse de la lumière du milieu transparent considéré [10].

3.6. Point d'éclair :

C'est la température minimale, à laquelle les vapeurs libérées par l'huile moteur explosent, lors de la présence d'une flamme. Celle-ci s'éteint aussitôt dans des conditions normalisées [10].

3.7. Point d'écoulement :

Le point écoulement est la température à laquelle l'huile se solidifie en formant des cristaux en paraffine, qui s'accumulent. Au point d'écoulement, l'huile perd la caractérisation d'écoulement. Ce dernier est très important pour l'usage des huiles moteur à basse température [10].

3.8. Indice d'acidité ou dosage de l'acidité totale (TAN) :

C'est le nombre de milligramme de potasse, nécessaire pour neutraliser les acides contenus dans 1 gramme d'huile. L'apparition de l'acidité dans une huile moteur, ne peut provenir que lors de l'oxydation, et pour cela son augmentation indique une oxydation due à la température ou à la contamination [10].

3.9. Indice de basicité ou dosage de basicité totale (TBN) :

C'est le nombre de milligramme de potasse stœchiométrique, équivalent à la quantité d'acidité d'une huile, renfermant des additifs alcalins. L'indice de basicité a pour but de neutraliser les acides formés dans des gaz de combustion, ou par oxydation. Il est inversement proportionnel à l'indice de basicité [10].

3.10. Tension de Vapeur :

C'est le rapport entre le volume du gaz et celui de l'huile, d'où la pression d'un carburant est développée par la vapeur à une température donnée et des conditions bien définies [8].

3.11. Teneur en eau :

C'est la quantité d'eau contenant dans une huile moteur lors de son service, et elle augmente en fonction de son usage. L'eau c'est un très mauvais lubrifiant en milieu métallique, il provient des fuites, de vapeurs émises par l'huile lors de hautes températures, et autres. L'eau cause beaucoup d'inconvénients pour la lubrification du moteur, tel que le vieillissement prématuré de l'huile, la formation d'émulsion, la corrosion de pièces métalliques et la perte de pouvoir

visqueux [10].

3.12. Onctuosité :

Propriété d'un corps lubrifiant étendu en film mince, des surfaces métalliques lubrifiées, elle se caractérise par la continuité et la solidité de ce film. On l'améliore par des additifs de base [10].

3.13. Couleur :

La couleur des huiles moteur n'est pas artificielle. Elle change progressivement au cours de son service dans le moteur. En particulier, elle noircit rapidement à cause des résidus de combustion métallique. La couleur noire d'une huile moteur mis en service est un moyen d'apprécier son altération, et nous permet d'indiquer la présence de l'eau [10].

4. Les huiles lubrifiantes usagées :

Les huiles moteur usagées, sont des huiles qui sont contaminées après utilisation, ses propriétés altérées, ne peuvent pas continuer à remplir leur tâches convenablement. On cite deux types des huiles usagées :

4.1. Les huiles claires :

Sont les huiles industrielle, elles sont peu détériorées, donc facile à valoriser sous forme de matière ou récupéré sous forme d'une huile de base [13].

Tableau I-1 : Huiles générant des huiles usagées claires [14].

Origine	Spécificité
Industriel	<ul style="list-style-type: none">➤ Huiles pour mouvements – Huiles pour turbines.➤ Huiles pour transmissions hydrauliques. –Huiles pour isolante pour transformateurs➤ Huiles non solubles pour le travail des métaux
Industrielle / Automobile	<ul style="list-style-type: none">➤ Huile pour amortisseurs

4.2. Les huiles usagées noires :

Sont les huiles qui proviennent généralement de la lubrification automobile, elles représentent un pourcentage important dans la totalité des huiles usagées, elles sont obtenues par un mélange des résidus lourds. Le traitement de ces huiles noires est plus difficile et complexe, à cause de leur forte dégradation et la présence de contaminants. Les huiles noires sont récupérables par des prestataires spécialisés dans des lieux dédiés, pour produire de l'huile de base destinée à la lubrification des moteurs, ou pour incinérées en cimenterie et autres matières [13].

Tableau I-2 : Huiles générant des huiles usagées noires [14].

Origine	Spécificité
Automobile	Toutes huiles finies pour moteurs essences y compris les huiles dites mixtes. Huiles pour moteurs Diesel dites tourisme. Huiles pour moteurs Diesel, pour les véhicules utilitaires y compris pour marine. Huiles multifonctionnelles. Huiles pour transmissions automatiques. Huiles pour engrenages automobiles.
Industrie	Tous fluides caloporteurs. Huiles pour le traitement thermique. Huiles pour compresseurs frigorifique. Huiles pour compresseurs d'air à gaz. Huiles pour engrenages industriels.
Aviation	Huiles pour moteurs d'avions

5. Fonctionnement des huiles lubrifiantes moteur automobile :

Les huiles moteur assurent la lubrification, et limitent le frottement entre les éléments mécaniques du moteur. Les huiles moteur selon des normes spécifiques, doivent posséder les propriétés suivantes [12] :

- ❖ Réduire les frottements par interposition de l'huile adaptée entre les pièces en mouvement, pour éviter l'échauffement et le grippage.
- ❖ Evacuer les particules métalliques en suspension.
- ❖ Diminuer la chaleur des organes du moteur pour les refroidir.
- ❖ L'étanchéité qui est le résultat de l'interdiction de passage des fuites de carburant et des gaz d'échappement entre le vide cylindre-segment et cylindre-piston.
- ❖ Empêcher la formation de rouille pour éviter la formation des dépôts.



Figure I.3 : Rôle de l'huile dans la lubrification du moteur

6. Classifications et spécifications des huiles moteur automobiles :

En principe il existe deux types de classifications pour les huiles moteur, qui sont différentes, mais également complémentaires pour indiquer un certain produit :

- Classification selon la viscosité (fluidité).
- Spécification selon le service (niveau de performance).

6.1. La classification SAE :

Cette classification d'usage universel est basée sur des critères de viscosité : Les grades d'huile Hiver (W), de l'abréviation anglaise Winter caractérisés par deux viscosités à basse température qui simulent l'une l'aptitude de l'huile à favoriser le démarrage à froid, l'autre sa pompabilité à froid.

Les grades d'huiles Eté caractérisés par deux viscosités cinématique à chaud, l'une est mesuré à 100 °C sous faible taux de cisaillement, et l'autre à 40°C sous taux de cisaillement très élevé.

Les huiles qui répondent aux limites de viscosité d'un grade à froid ou à chaud sont dites mono grades (SAE 10 W, SAE 40, SAE 30.....). Celles qui satisfont, à la fois, les limites de viscosité d'un grade à froid et d'un grade à chaud sont dites multigrades (5W40, 10W30, 20W40,...) [5].

La viscosité d'une huile multigrade varie beaucoup moins en fonction de la température, que celle d'une huile mono-grade. Suffisamment fluide à temps froid pour mettre un bon démarrage et une lubrification immédiate, sa viscosité également suffisamment haute pour assurer un film

d'huile permanent.

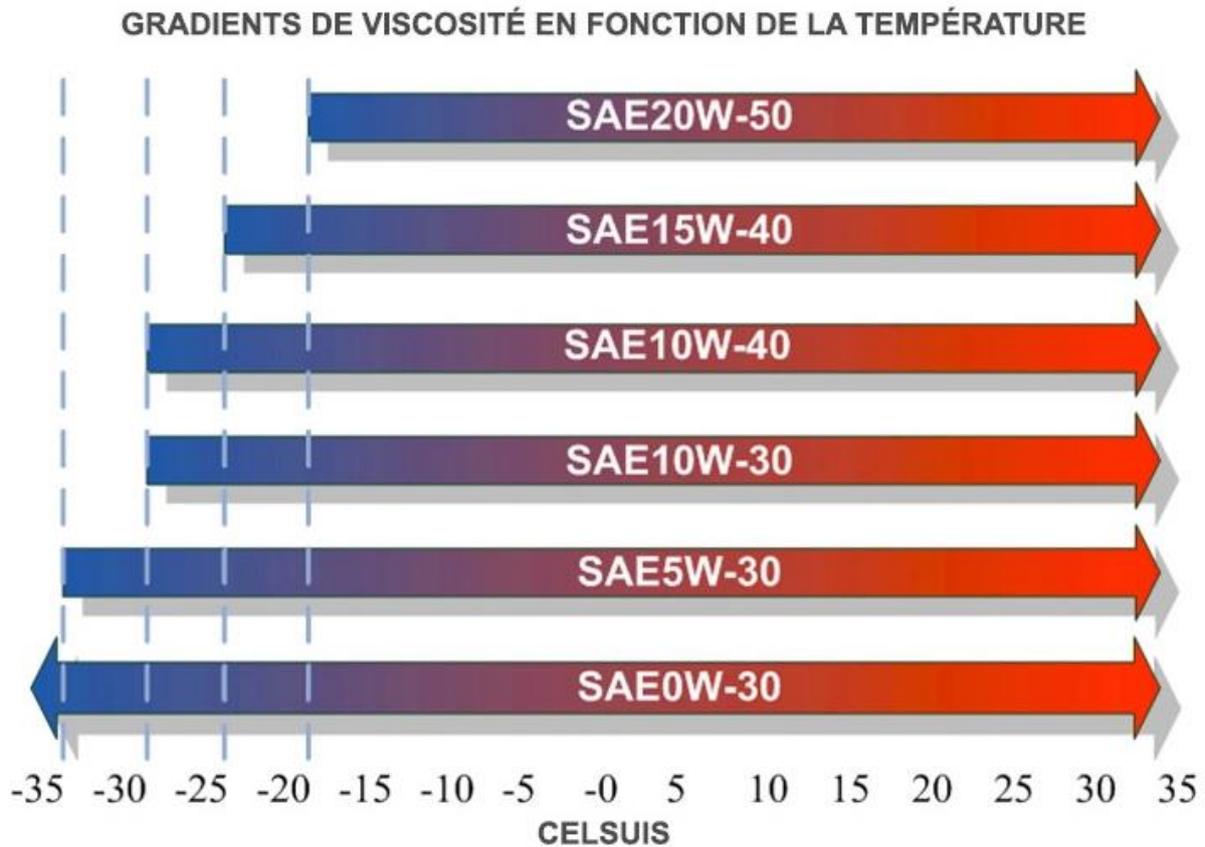


Figure I.4: Gradient de la viscosité en fonction de la température pour les différents types d'huiles lubrifiantes [22-25].

6.2. La spécification (classification selon le service) :

Ce niveau est indiqué par un chiffre ou par une lettre, plus cet indicateur est élevé, plus l'huile est performante. Pour remédier à cela, des grandes organisations comme API : American Petroleum Institute, MIL : l'armée américaine, certains grands constructeur comme L'ACEA : Association des Constructeurs Européens d'Automobiles qui a remplacé CCMC: le Comité des Constructeurs du Marché Commun, ont rédigé des spécifications en fonction des prestations qui sont exigées des huiles moteurs. Chacune de ces spécifications,est un ensemble de tests faits en laboratoire, qui a été sélectionnés pour tester les qualités des lubrifiants examinés [5].

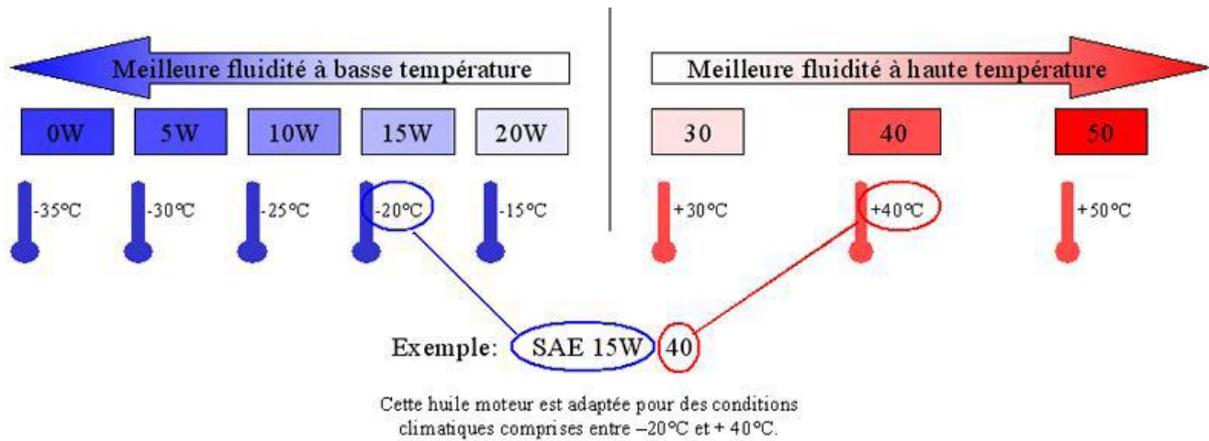


Figure I.5 : Caractéristiques d'un type d'huile lubrifiante [22-25].

7. La dégradation des huiles moteurs :

7.1. Phénomène d'oxydation :

L'oxydation est lorsqu'une quantité de gaz mis-sous pression, lors de la phase de compression, s'échappe par des passages entre les segments et les chemises, pour se trouver dans le carter qui contient de l'huile de lubrification, avec une haute température. Ce gaz contient environ 20% d'O₂, ce qui résulte une oxydation de l'huile qui évolue avec le temps, et la présence des particules métalliques, qui se comportent comme des catalyseurs qui accélèrent ce phénomène d'oxydation.

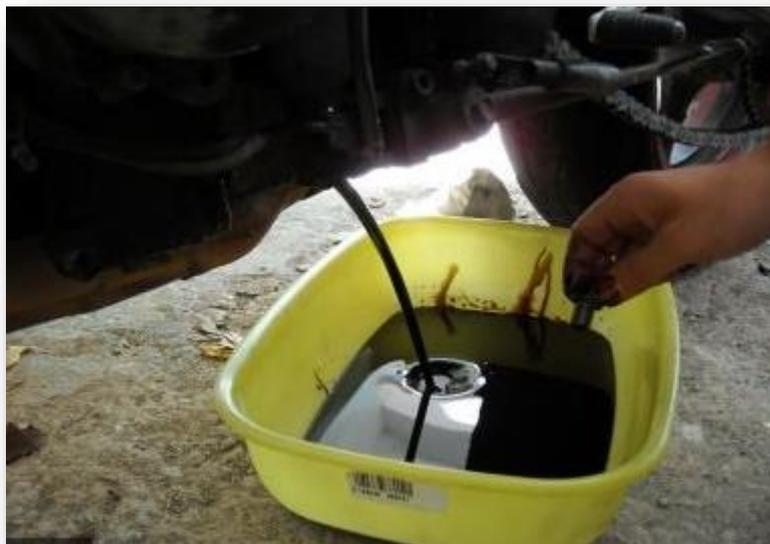


Figure I.6 : Vidange d'une huile usagée très oxydée



Figure I.7 : Stock des huiles de Vidange

Non seulement ces deux derniers qui provoquent l'oxydation, mais aussi l'influence des gaz d'échappement (EGR), qui conduisent à la formation d'une quantité importante de suie dans la chambre de combustion, qui se condense et avec le temps s'accroît puis se solidifié, et cela provoque une oxydation des parties métalliques [8].

On peut observer l'oxydation de l'huile moteur en remarquant :

- L'épaississement.
- Noircissement de l'huile et son odeur âcre.
- L'élévation de l'acidité.
- Formation de dépôts et de boues.

7.2. Contamination de l'huile de lubrification :

La contamination de l'huile est remarquable avec l'œil à partir du changement de couleur qui est la conséquence de la dégradation de l'huile, qui devient noirâtre au cours de son service. Les contaminants sont des produits liquides et solides non désirés qui peuvent conduire à la dégradation et détérioration des éléments du mécanisme de lubrification, soit pour le moteur ou pour l'huile lubrifiante. La contamination se manifeste essentiellement sous deux formes [11] :

*** Contamination liquide :**

- La plus souvent constaté est l'eau, d'où elle est la plus destructrice pouvons-nous trouver dans l'huile, elle est attaquée par une augmentation de température. L'eau peut provoquer l'oxydation, et diminuer la viscosité, et la corrosion des surfaces métalliques. Et comme elle peut même prévenir une condensation à l'intérieur du moteur à basse température. - La dilution sévère qui baisse la concentration des additifs et leurs efficacités, et de leurs tours provoquent la diminution de la viscosité en fonction de la distance parcourus.

*** Contamination solide :**

- Les contaminants provenant des frottements des éléments mobiles en formants des particules d'usures.
- L'étanchéité insuffisante. - Poussières atmosphériques lors de l'ouverture du réservoir pendant la vidange ou contrôler le niveau de l'huile.
- Les résidus de combustion qui provoquent l'usure, et l'influence des suies.

7.3. Phénomène de rouille et de corrosion :

La rouille et la corrosion sont deux phénomènes qui conduisent à une élévation de l'usure, ce phénomène provoque la corrosion des métaux non ferreux, par l'attaque de l'acide organique provenant de l'oxydation des huiles ou du carburant. D'où la rouille des métaux ferreux est par l'humidité qui est le résultat de l'action conjuguée de l'eau et l'oxygène de l'air. La formation de la rouille, ainsi que la destruction de certaines particules métalliques dues à la contamination des huiles lubrifiantes, et elle provoque leur dégradation [11].

8. L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé :

Les huiles moteurs usagées sont dangereuse pour l'environnement pour plusieurs raison [34]:

- ✓ Elles sont peu biodégradables.
- ✓ Elles ont une densité plus faible que l'eau : 1L d'huile usagée peut couvrir une surface importante d'eau et réduire l'oxygénation de la faune et de la flore du milieu.
- ✓ L'impact lié à leur dégradation qui provient de la combustion de l'huile dans de mauvaises conditions est important : formation d'hydrocarbures polycycliques aromatiques (HAP) dont le pouvoir cancérigène a été démontré ; formation de gaz chlorhydrique acide, dû au chlore, sans neutralisation des fumées, de PCB ou de dioxine [16].
- ✓ Pollution des terres, des fleuves et des océans due à une faible biodégradabilité.
- ✓ En contact avec l'eau, production d'une pellicule empêchant la circulation del'oxygène.



Figure I.8: Impactes des huiles usagées sur l'environnement

Tableau I-3: Composés polluants des huiles usagées [15].

Polluants	Exemples	Source
Hydrocarbures aromatiques polynucléaires	/	Pétrole-base lubrifiante
Hydrocarbures aromatiques mononucléaires	Alkyl benzènes	Pétrole-base lubrifiante
Hydrocarbures aromatiques di-nucléaires	Naphtalènes	Pétrole-base lubrifiante
Hydrocarbures chlorés	Trichloréthylène	Utilisation huile polluée
Métaux	Baryum	Dans les additifs
	Aluminium	Dans les moteurs
	Plomb	Dans le combustible

Pour ces raisons, les détenteurs doivent recueillir les huiles usagées provenant de leurs installations et les stocker dans des conditions de séparation satisfaisantes qui sont comme suite :

- ✓ Ne pas mélanger les huiles avec autres produits non huileux comme l'eau.
- ✓ Conservation des huiles dans des installations étanches, jusqu'à leur ramassage ou raffinage.
- ✓ Remettre les huiles usagées aux ramasseurs, en vue de les mettre directement à la disposition des éliminateurs ayant un agrément délivré par l'autorité administrative.

9. Possibilité de récupération des huiles usagées :

Les huiles lubrifiantes usagées sont des produits pétroliers visqueux, au cours de l'utilisation ces huiles se dégradent après un certain temps, par l'influence des différents types de contaminants. Ces huiles nécessitent une gestion appropriée pour en faire un produit à valeur ajoutée, qui est pour objectif [15] :

- Réduire la quantité de l'huile usagée considérée comme un déchet très dangereux soit sur la santé humaine ou sur l'environnement.
- L'économie d'achat des huiles neuves.
- Grace à la récupération de ces huiles usagées, elles auront une durée de vie plus longue. Le choix d'un processus de traitement des huiles usagée doit être basé sur :
 - Le cout de l'opération ; avoir un faible taux de dispense sur les machines et les solvants chimiques utilisées.
 - Avoir un bon rendement.
 - Le processus ne doit pas avoir beaucoup d'inconvénients, surtout sur l'environnement.

10. Les divers systèmes de récupération des huiles usagées :

Les huiles usagées noires ou claires peuvent être récupérables et valorisables sous forme de trois système [15] :

- ✓ Système de récupération sous forme d'une huile de base, prête à être un nouveau lubrifiant pour moteur, et machine industrielles.
- ✓ Système de valorisations énergétiques, sous différentes voies, soit pour l'obtention de chaleur, applicable dans les cimenteries, les raffineries etc. Soit comme un combustible utilisé en équipement de cogénération pour la production d'électricité, la fabrication de ciment, et en usine de production de conglomerat bitumineux.

11. Les principales étapes à suivre lors de la récupération des huiles usagées :

Les processus de récupération des huiles usagées sont basés sur les étapes suivantes [15] :

- Distillation sous vide : pour séparer les différentes fractions des résidus lourds.
- Ultrafiltration : l'huile est soumise à des différentes opérations de filtration et sédimentation, pour but d'éliminer les particules solides.
- Ré-addition : ajouter une quantité d'additifs afin d'améliorer les performances et caractéristiques de l'huile.

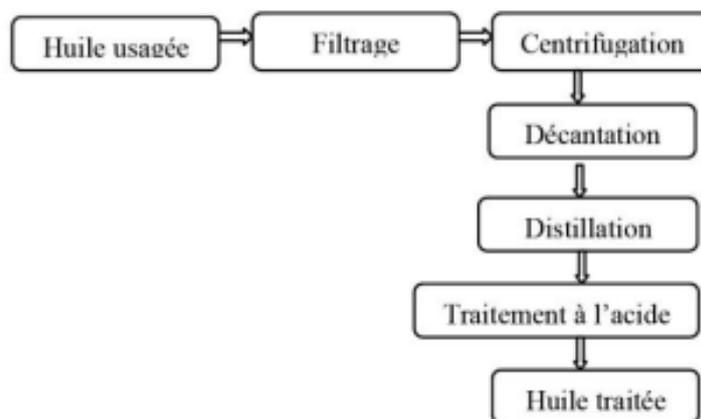


Figure I.9 : Etapes du processus global du traitement des huiles usagées

12. Processus de récupération de l'huile usagée par distillation sous-vide :

Ce processus a été spécialement conçu pour la régénération des huiles usées de tout type d'automobilisme et industrielle. Pour les récupérer sous forme d'une huile de base prête à prendre le rôle d'un lubrifiant. L'utilisation des évaporateurs cycloniques, des séparateurs à vide, doté d'un système de circulation de l'huile et de chauffe spécialement destiné à cet emploi, lui permet d'être plus compatible. Voici les principales étapes du processus :

12.1. Distillation fractionnée sous vide :

Lors cette distillation on réalise la séparation de tous les composants indésirables des huiles usagées. Cette distillation travaille dans quatre étapes de distillation, dans des conditions de température et de vide différentes.

- La première distillation : cette étapes travaille à 200 °C et 0.5 bars de pression ; dans cette étapes on élimine de l'eau et les hydrocarbures légères.

- La deuxième distillation : l'huile qui n'a pas été distillée dans la première étape, il va passer dans cette étape qui travaille à une température de 280 °C et à une pression de 75 mbars, afin d'éliminer du gas-oil léger .
- La troisième distillation : le traitement des produits qui n'ont pas été distillés lors de l'étape précédente, elle s'effectue à une température de 310 °C, et une pression basse de 5 mbars [16] .
- La quatrième distillation : consiste à éliminer des produits de nature bitumineux, elle s'effectue à une température de 350 °C, et une pression entre 5 et 10 mbars.

12.2. Traitement chimique :

Les différents produits obtenus dans la troisième et les quatrième distillations précédentes, sont libre de toute impureté et métaux.

Ils passent dans un réacteur à température, avec une solution d'hydroxyde potassique afin de nettoyer l'huile une nouvelle fois, par la suite on sépare les eux potassiques et on sèche l'huile

12.3. Distillation sous vide :

L'huile séchée est soumise à une dernière distillation à 340 °C, et à un vide de 10 mbars, cette distillation permet d'obtenir une huile de base de quantité qui sera minimum égale à celle des huiles de premier raffinage. A condition, l'huile obtenue est dopée avec une quantité d'additifs afin qu'elle soit plus performante au travail désiré qui est la lubrification.

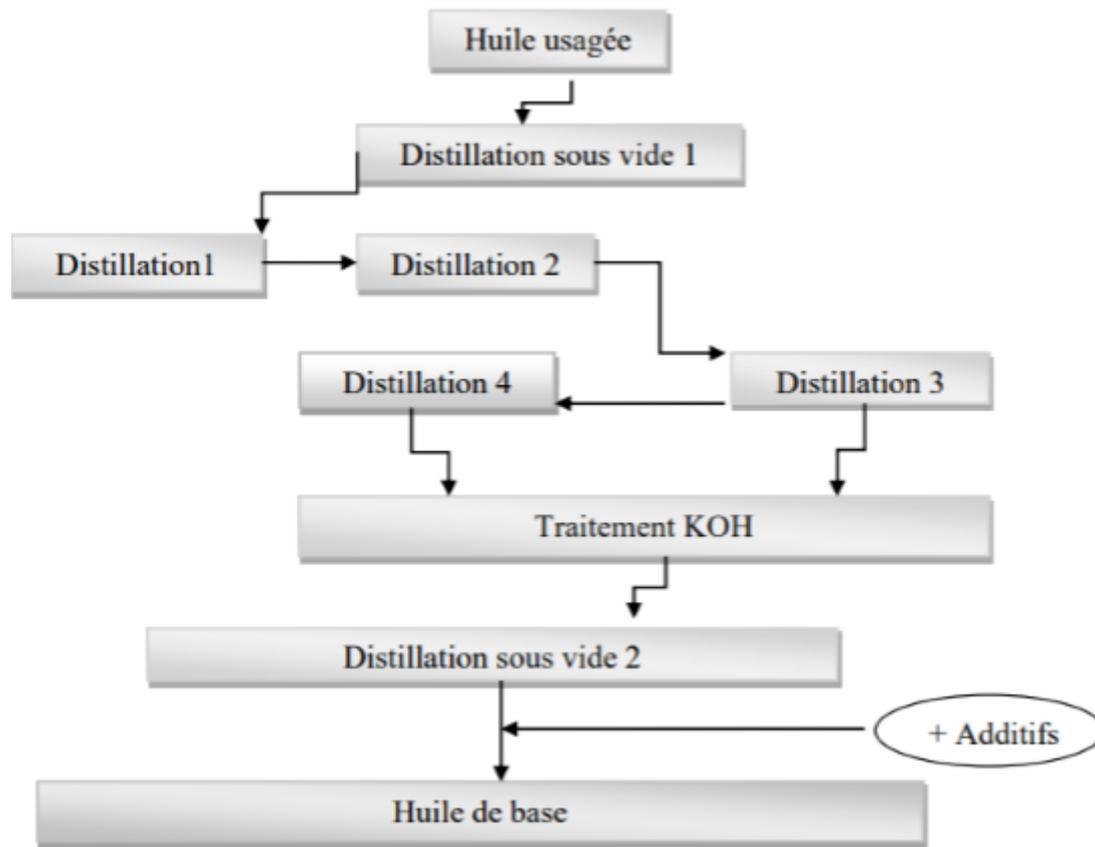


Figure I.10 : Etapes du processus détaillé du procédé de distillation des huiles usagées [15].

13. Avantage de ce processus :

C'est un procédé respectueux pour l'environnement car tous les composés des huiles usées non désiré sont séparés réutilisé par exemple [15] :

- L'eau et les hydrocarbures légers sont plus tard utilisés comme combustible pour l'usine elle-même.
- Les eaux issues de la plante d'épuration d'eaux résiduelles peuvent être utilisées dans les services généraux de la raffinerie ainsi que dans les circuits de réfrigération.
- Le gas-oil et les huiles sont envoyés dans des réservoirs de stockage adaptés.
- Les composés bitumineux sont placés dans des réservoirs adaptés pour les valoriser sous forme de combustible [18].
- Tous genres de gaz issu de ce procédé soit des pompes à vide ou des réservoirs de stockage reçoivent une valorisation énergétique.
 - Du point économique le coût de l'opération n'est pas très élevé.
 - Le rendement est mieux tel que cette usine a une capacité de traitement de 30000 Tm/an. Et elle peut atteindre jusqu'à 42 500 Tm/an.

14. Processus de récupération de l'huile usagée par acide sulfurique :

L'acide sulfurique est un produit industriel d'importance, qui trouve de très nombreuses applications, notamment dans les batteries au plomb pour les voitures, le traitement des minerais, le raffinage du pétrole, le traitement des eaux usées et les synthèses chimique. Le processus de traitement de l'huile usagée par acide sulfurique est l'une des méthodes de traitement populaires pour les huiles usées. Dans ce procédé, l'huile usée est traitée avec de l'acide sulfurique. Cet acide réagit réciproquement avec des composés d'oxygène et de soufre et certains composés à base d'azote pour former des boues. En outre le raffinage est effectué afin d'éliminer les hydrocarbures paraffiniques et naphthéniques [15-18].

L'élaboration du procédé de traitement par l'acide sulfurique est réalisée selon les étapes suivantes :

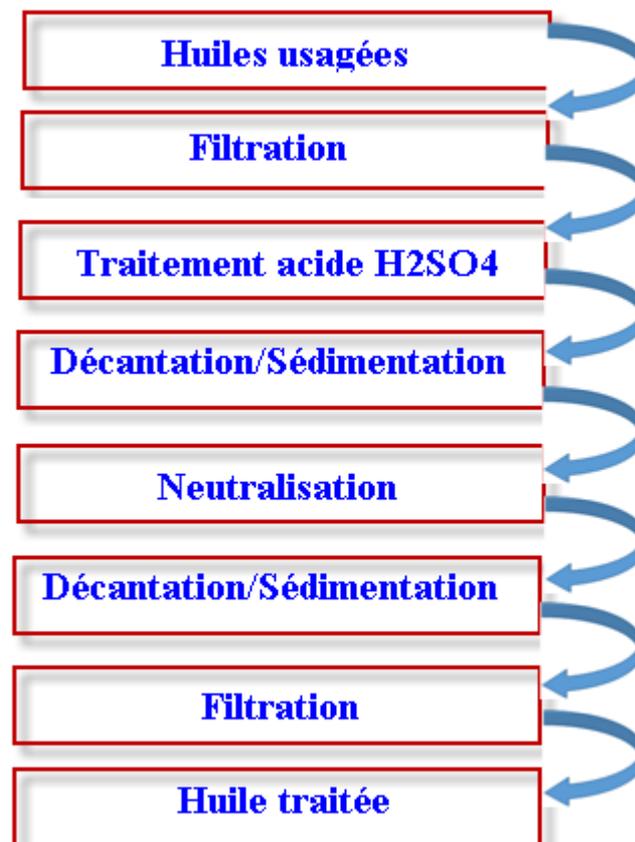


Figure I.11: Etapes du processus de traitement à l'acide sulfurique des huiles usagées [15].

15. Conclusion :

D'après l'étude bibliographique, la régénération des huiles usagées présente des intérêts positifs tant au niveau économique qu'environnemental : possibilités des valorisations, valeur ajoutée des huiles usagées, élimination des matières polluantes. La partie suivante va montrer en détails la régénération des huiles usagées.

Chapitre II

Etude expérimentale

Méthodes et matériel utilisés

1. Introduction :

Ce travail a été réalisé au niveau des laboratoires du département des sciences de la matière de l'université Mohamed El Bachir El Ibrahimi Bordj Bou Arreridj, et au niveau du bloc de recherche de l'université Ferhat Abbas de Sétif.

Dans ce chapitre nous allons présenter les méthodes d'analyse et des caractéristiques physico-chimiques des huiles (une huile neuve et deux huiles usagées) et des méthodes de traitement pour la récupération des huiles usagées.

Plusieurs mesures physico-chimiques ont été effectuées comme : la densité, la viscosité, l'indice de viscosité, et le point éclair, la spectroscopie Infra Rouge IR, l'indice de réfraction et l'analyse thermogravimétriques.

2. Sélection et collecte des échantillons d'huile de lubrification :

Les échantillons d'huile de lubrification neuve et usagée, grade de viscosité SAE 20W40, ont été obtenus auprès d'une station-service dans la ville de Sétif.

Les huiles de lubrification usagées ont été récupérées lors de l'opération de vidange des véhicules automobiles après avoir parcouru 10 000 km avec le lubrifiant pour la voiture de marque Hyundai accent essence année 2018 et l'autre voiture de marque KIA Carens diesel année 2015 et qui a parcouru 7000km.

Les échantillons ont été conservés dans des flacons en polyéthylène à température ambiante. Les véhicules ont été sélectionnés en fonction du type de moteur (essence et diesel) et de l'année de fabrication.

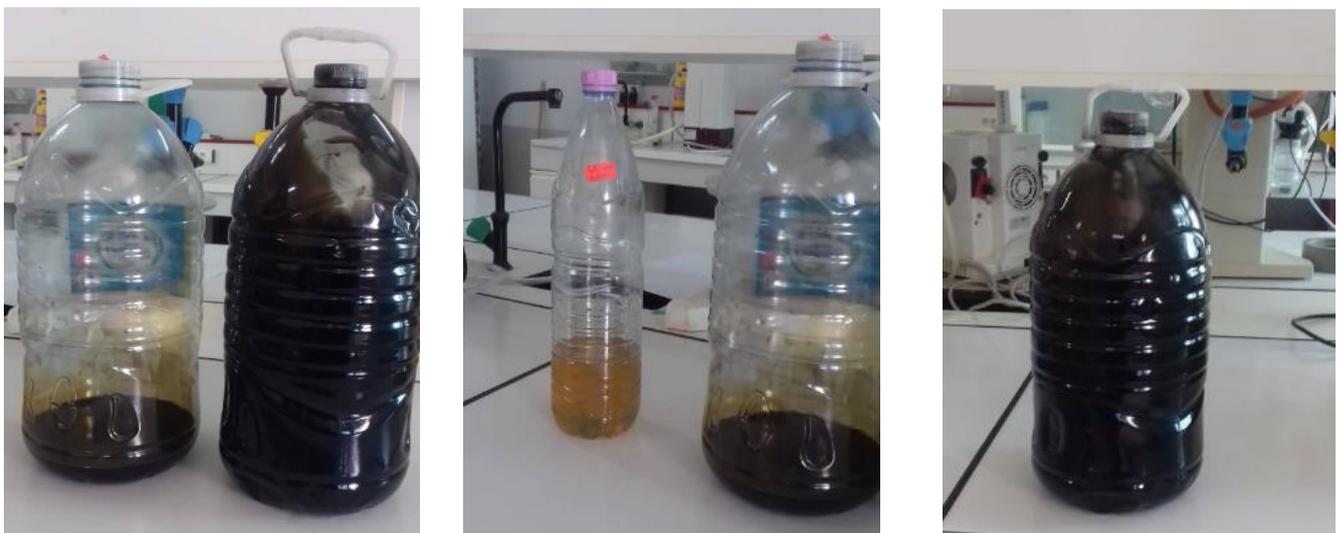


Figure II.1 : Photos des échantillons de l'huile neuve et des huiles usagées

3. Méthodes d'analyse et appareillages :**3.1. Propriétés physico-chimiques des huiles (neuve-usagée) :****3.1.1. La viscosité :**

Le but de cette manipulation est la détermination de la viscosité de l'huile moteur se mesure à différentes températures par un viscosimètre.

La viscosité cinématique :**A. Principe :**

Le viscosimètre à rotation permet de déterminer la viscosité d'un liquide avec précision. Pour cela, l'appareil mesure la résistance mécanique d'un liquide qui agit en contre du mouvement de rotation d'un cylindre. Plus précisément, un cylindre ou disque (tige) est plongé dans le matériel à analyser et tourne à une vitesse donnée. L'appareil mesure la résistance de cette substance à cette rotation. La résistance qui en résulte est la mesure du flux de viscosité, dépendant de la vitesse et des caractéristiques de la tige ; l'appareil calcule le résultat et la lecture directe de la viscosité est reflétée en mPa·s (SI) [4].

B. Matériels utilisés :

- Viscosimètre RION VISCOTESTER VT-03 F manuel
- Bécher de 250ml
- Thermomètre
- Plaque chauffante

C. Description de viscosimètre :

Viscosimètre RION VISCOTESTER VT-03 F Ce produit est conçu pour une large gamme de mesures de viscosité. Il convient pour vérification des substances industrielles telles que l'huile lourde, la peinture et les adhésifs. Ça peut être utilisé pour le contrôle de la qualité dans les processus de fabrication de denrées alimentaires et d'autres produits. Lorsqu'inspectant des véhicules de construction et d'autres machines, l'unité peut servir à mesurer non seulement la viscosité de l'huile hydraulique, mais aussi celle de l'huile de broche légère, de l'huile pour engrenages, etc. L'unité utilise le principe du cylindre rotatif.

Un rotor tournant à vitesse constante est inséré dans le liquide à mesurer. La résistance au mouvement du rotor causée par la viscosité (couple) est mesurée à l'aide d'un mécanisme spécial pour obtenir une lecture en milli pascal-seconde (mPa.s) ou déci pascal-seconde (dPa.s).

- Taille compacte, peut être utilisé d'une seule main.
- La conception alimentée par batterie permet une utilisation n'importe où.
- Le démarrage rapide affiche les lectures immédiatement après la mise sous tension.
- Lectures directes en millipascal-secondes ou déci pascal-secondes (unités SI).
- Support et adaptateur secteur disponibles en option.



Figure II.2 : Rotors du viscosimètre

Figure II.3: Le viscosimètre Rion
VISCOTESTER VT-03f



D. Mode opératoire :

Les étapes de l'expérience :

- Nous avons pris environ 200 ml du volume d'huile.
- Dans un récipient de viscosimètre nous mettons le volume d'huile.
- en trempant directement le rotor dans le récipient qui contient le fluide (l'huile).
- puis on calibre le viscosimètre et on lire la valeur de la viscosité.
- Nous avons chauffé l'huile à l'aide d'un plaque chauffent avec un thermomètre pour mesurer sa température à 25, 40, 60, 80 et 100 ° C.
- et nous avons mesuré la viscosité avec un viscosimètre l'huile chauffé à chaque température.

3.1.2. Indice de viscosité :**A. Principe :**

Le but de l'indice de viscosité est la caractérisation de la qualité d'une huile moteur vierge ou usagée, à avoir une viscosité plus ou moins stable en fonction de la température. La viscosité des huiles peut être déterminée à l'aide de la viscosité cinématique connue à 40 °C et 100 °C. Plus l'indice de viscosité est élevé, plus le changement de viscosité d'une huile à des températures fluctuantes est faible [6].

3.1.3. La densité :**A. Principe :**

Le but de cette propriété est de mesurer la densité d'une huile par la méthode de pesée, c'est le rapport de la masse m d'un corps divisée par son volume v :

$$d = \frac{m}{v}$$

B. Matériels utilisés :

- Balance électronique
- éprouvette graduée
- bécher de 10 ml

C. Mode opératoire :

- Nous avons met l'éprouvette en haut de la balance puis on appuie sur tare on lire 0 sur l'écran de la balance.
- nous avons versé un volume connu d'huile dans l'éprouvette.
- Nous avons pesé la masse d'huile à l'aide d'une balance électronique et on lire la masse affiché sur l'écran.
- Nous avons calculé la densité d'huile par la loi suivante : $d = m / v$.



Figure II.4: Mesure la densité par pesée

3.1.4. L'indice de réfraction :

A. Principe :

La méthode ASTM D 1218 [7] a pour objet la détermination d'indice de réfraction et de la dispersion de réfraction d'hydrocarbures clairs, dont l'indice de couleur ASTM n'est pas supérieur à 4. Elle se limite à la détermination d'indices de réfraction compris entre 1.33 et 1.50 pour des températures d'essai de 20 à 30°C. Le réfractomètre utilisé est de type d'Abbe.

B. Matériels utilisés :

- Réfractomètre Abbe (ATAGO).

C. Discussion de réfractomètre :

Ce réfractomètre d'Abbe permet la mesure de l'indice de réfraction et du taux de Brix sur des liquides et des solides [7].

Par une opération très simple qui nécessite seulement de régler la ligne limite de réfraction sur l'intersection des lignes de la mire, ce réfractomètre affiche directement en chiffres la valeur mesurée (en indice de réfraction ou Brix (%), selon la sélection) en même temps que la température.

Ce réfractomètre permet à n'importe qui d'exécuter facilement une mesure sans avoir besoin de lire une graduation analogique. La valeur dispersive ne peut être mesurée par ce réfractomètre.

- Source de lumière froide pour des mesures précises non parasitées.
- Optique interne protégée de l'humidité.
- Possibilité de thermostatier le prisme (cf. options).

Tableau II.1 : Caractéristiques de Réfractomètre Abbe DR-A1-plus (ATAGO)

Caractéristiques	
Modèle	DR-A1-Plus
Numéro de coupe	1311
Gamme	Indice de réfraction (nD) de : 1,3000 à 1,7100 Brix : de 0,0 à 100,0% (La compensation automatique de température est effectuée entre 5 et 50° C)
Echelle minimale	Indice de réfraction (nD) : 0.0001 Brix : 0.1%
Précision	Indice de réfraction (nD) : $\pm 0,0002$ Brix : $\pm 0,1\%$
Température ambiante	de 5 à 40° C
Plage de température	de 5 à 50° C
Source lumineuse	LED (la raie D, longueur d'onde 589 nm)
Méthode de sortie	(1) Une imprimante numérique DP-AD(C) (en option) est utilisée. (2) Système de connexion : RS-232C
Source de courant	Avec un adaptateur AC
Dimensions et poids	13×29×31cm. 6,0kg (Réfractomètre)



Figure II.5: Réfraction view



Figure II.6: Réfractomètre Abbe (ATAGO)

D. Mode opératoire :

- à l'aide d'une pipette pasteur on ajoute quelques goutte d'huile dans le prisme de réfractomètre.
- on à régler le cercle (réfraction view) de réfractomètre que cette cercle se compose de deux couleur (deux demi-cercle noire et blanc).
- on lire la valeur de l'indice de réfraction affiché sur l'écran de réfractomètre.

3.1.5. Point d'éclair :**A. Principe :**

Le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle un mélange huile-vapeur-air devient inflammable. Il est mesuré en chauffant progressivement le mélange huile-vapeur-air dans un récipient de laboratoire standard jusqu'à ce que le mélange s'enflamme [8].

B. Mode opératoire :

20 mL de chaque échantillon ont été introduits dans un bécher puis chauffés à l'aide d'un bec Bunsen pour déterminer la température à laquelle un flash apparaîtra à la surface de l'échantillon. Cette température a été mesurée et enregistrée en tant que point d'éclair à l'aide d'un thermocouple digital type K (-50 -1300 °C).

3.1.6. La Couleur :**A. Principe :**

Couleurs ASTM D1500 présente une norme internationale prescrit une méthode de détermination visuelle de la couleur de certains produits pétroliers, tels queles huile lubrifiantes, les combustibles de chauffage, les combustibles pour moteurs diesels et les cires de pétroles. Elle est limitée aux produits qui ne contiennent pas colorants artificiels [9].

- La détermination de la couleur des produits pétroliers s'effectue à l'aide d'un colorimètre comparative.
- On compare par transparence un échantillon du liquide à des étalons de verre coloré. L'échelle varie de 0.5 à 8 par pas de 0.5 allant du plus clair au plus fonce.

Remarque :

La méthode que nous avons utilisée pour la déterminer la couleur d'une huile est visuellement, car le laboratoire ne contient pas les appareils spécialisés pour étudier cette caractéristique.

4. Récupération des huiles usagées :

4.1. Décantation :

A-Principe :

Le principe de la décantation s'appuie sur les différences de densité entre les phases dispersées et dispersantes, sous l'action de la gravitation.

La décantation consiste à laisser reposer un mélange hétérogène suffisamment longtemps pour que les particules solides en suspension tombent au fond du récipient.

B-Matériels utilisés :

-L'ampoule à décanter.

C-Mode opératoire :

-on a mis l'huile essence usagée dans l'ampoule à décanter pendant 40 minutes.



Figure II.7: Décantation de l'huile usagée

4.2. Centrifugation :

A-Principe :

La centrifugation est une opération de séparation mécanique, par action de la force centrifuge, de deux à trois phases entraînées dans un mouvement de rotation. On peut séparer deux phases liquides, une phase solide en suspension dans une phase liquide, voire deux phases liquides contenant une phase solide.

B-Matériels utilisés :

-Centrifugeuse

C-Mode opératoire :

- Soulever le capot de la centrifugeuse.
- Veiller à l'équilibrage statique et dynamique.
- Abaisser et verrouiller le couvercle : un dispositif de sécurité empêche le démarrage si le Verrouillage est incorrect.
- Choisir la durée de centrifugation: 40 MIN ,1 H, 2H.
- Sélectionner la vitesse de centrifugation 4000.
- Presser le bouton de commande de démarrage.
- L'arrêt est automatique quand le temps de centrifugation est écoulé.
- Soulever le capot, sortir les plots conten.



Figure II.8 : Récipients pour centrifugation de l'huile



Figure II.9 : Centrifugeuse

4.3. Filtration :**A- Principe :**

La filtration sous vide : fournit un moyen efficace d'éliminer les solides en suspension dans un liquide. Contrairement à la simple filtration gravimétrique, l'utilisation d'une pompe à vide crée une différence de pression pour faire passer le fluide à travers le filtre plus efficacement.

La pompe crée une dépression dans l'erenmeyer. Le mélange à filtrer est alors aspiré au travers du papier filtre.

B-Matériels utilisées :

- Pompe électrique
- Erlenmeyer à vide
- Entonnoir de Büchner
- Papier filtre

C-Mode opératoire :

- Fixer en premier l'erenmeyer à vide.
- Positionner l'entonnoir Büchner sur l'erenmeyer.
- Positionner un filtre adapté à l'intérieur de l'entonnoir.
- Installer la pompe et le relier à l'erenmeyer.
- Introduire l'huile à filtrer dans l'entonnoir.
- Pendant la filtration, appuyer doucement sur l'entonnoir avec la paume de la main, de façon à bien plaquer l'entonnoir, pour assurer une bonne étanchéité.
- Une fois la filtration terminée, arrêter en premier la pompe après retirer l'entonnoir et Récupérer le filtra de l'huile.

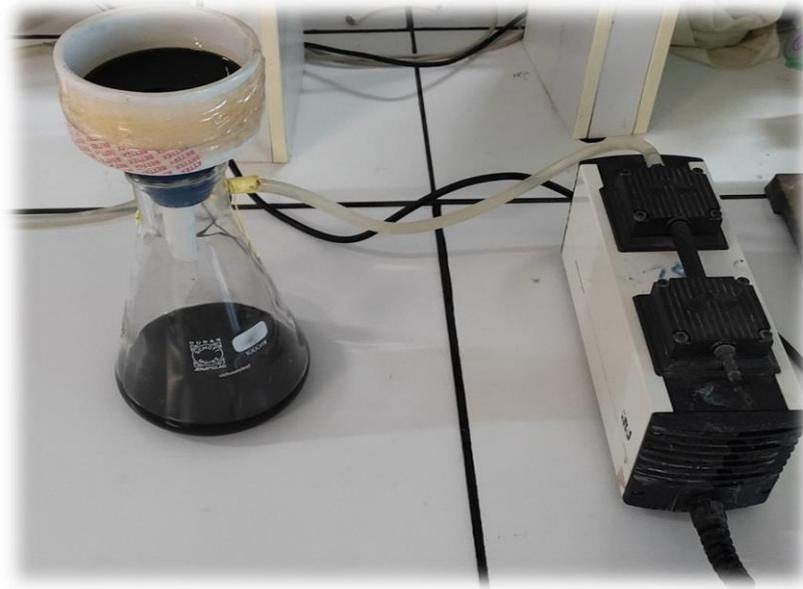


Figure II.10 : Filtration de l'huile usagée

4.4. La distillation :

A-Principe :

La distillation, est un procédé de séparation qui permet de séparer les différents constituants d'un mélange de liquides miscibles, possédant des températures d'ébullition différentes.

B-matériels utilisés :

- potence
- colonne de vigreux
- Chauffe ballon
- Elévateur
- Ballon
- Réfrigérant
- Thermomètre
- Bicher/erlenmeyer

C- Mode opératoire :

- on a placé le colon de vigreux avec le réfrigérant par un coude.
- on met un thermomètre et on allumer la chauffe ballon.
- on ouvre le robinet d'eau.
- l'huile commence à chauffer, et des vapeurs monter et descendre.
- on a récupéré des distilla avec déférente température.

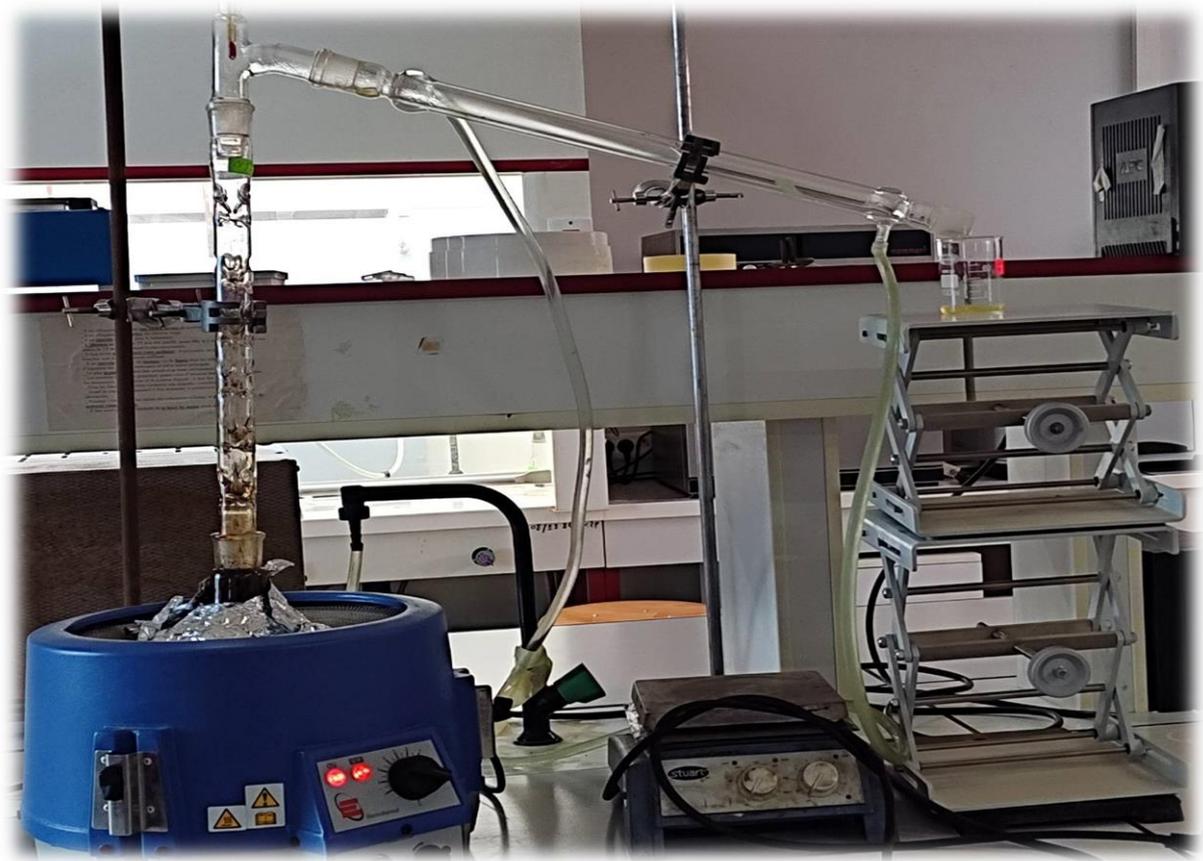


Figure II.11 : distillation fractionné de l'huile usagée

Remarque :

L'expérience de la décantation et la centrifugation n'est pas fonctionnée car l'huile est lourde et nécessite une température élevée pour séparer les matériaux, et il y a deux paramètres plus importants qui influencent dans ce cas sur l'huile : la viscosité et la densité (voisins des molécules grasses très liées et plus proches).

5. Traitement chimique de l'huile usagée :

5.1. Traitement par l'acide sulfurique :

A-principe :

L'objectif principal de la présente étude est la régénération à l'acide sulfurique est réalisé par différentes valeurs (5% ; 10% ; 15% ; 30%), pour démontrer la possibilité de régénérer cette huile, éliminer les impuretés et dégradé la matière.

B-matériels utilisées :

- bécher 250 ml
- Eprouvette 5ml
- agitateur magnétique
- barreau magnétique
- l'acide sulfurique et l'huile
- entonnoir
- fiolle/erlenmeyer
- papier filtre

C-Mode opératoire :

- on a dilué l'acide sulfurique à 5% ,10%, 15% ,30%.
- Dans un bécher on met 50 ml de l'huile essence usagée.
- on ajoute 5 ml de l'acide sulfurique.
- on laisse le pendant 1 h avec agitation.
- on fait l'expérience pour chaque %.



Figure II.13: Agitation de l'huile avec H₂SO₄

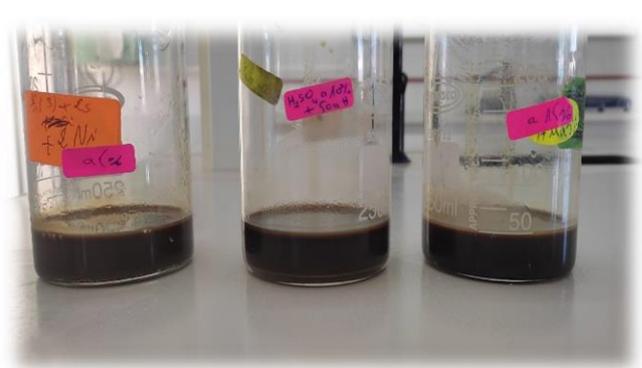


Figure II.12 : Décantation de l'huile

Filtration :

- On filtre l'huile avec papier filtre pour éliminer les impuretés.

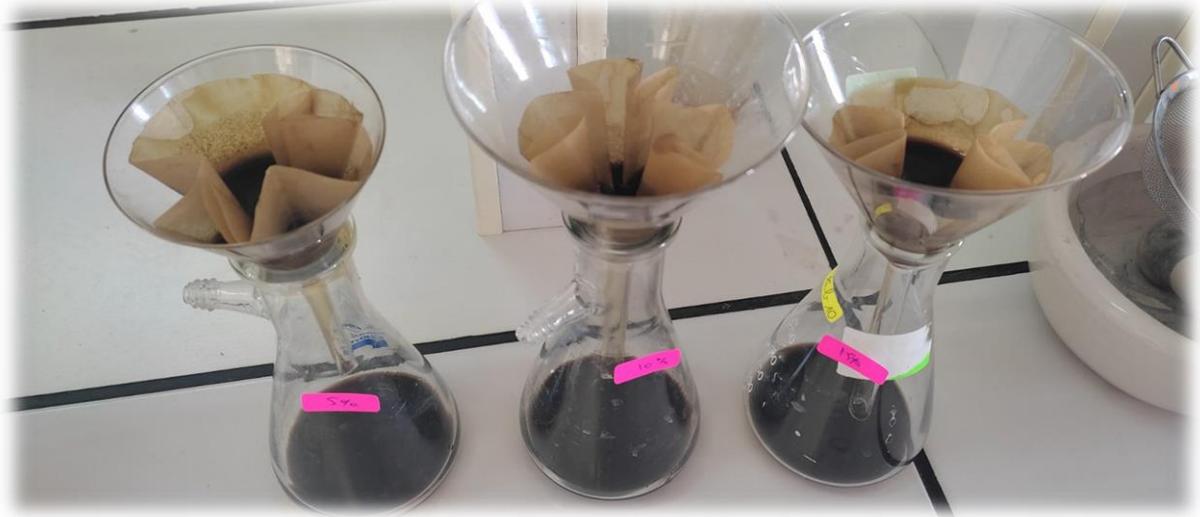


Figure II.14 : Filtration de l'huile traitée par l'acide sulfurique

6. Traitement d'adsorption :

6.1. Adsorption par l'argile :

A-Principe :

L'argile est un adsorbant un peu polaire, elle élimine les bases, les métaux et partiellement l'eau.

B-Matériel utilisées :

- bécher 250 ml
- balance
- agitateur magnétique
- barreau magnétique
- spatule
- entonnoir
- fiolle/erlenmeyer
- papier filtre

C-Mode opératoire :

- 1^{er} Les étapes de la préparation de l'argile :



Figure II.15 : L'argile brute



Figure II.16 : Broyeur de laboratoire

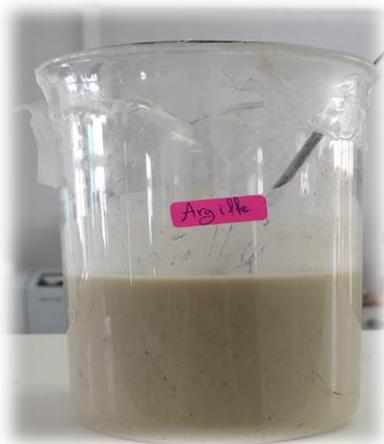


Figure II.17 : Lavage de l'argile



Figure II.18 : Filtration de l'argile lavée



Figure II.19 : Séchage de l'argile après filtration

- dans un bécher on met 50 ml de l'huile usagée.
- on ajoute 2g d'argile et on agite pendant 1 h.
- on fait cette opération pour 5g, 10 g ,15 g d'argile.



Figure II.20 : Agitation de l'huile avec l'argile

Filtration :

Après l'agitation on filtre l'huile.



Figure II.21 : Filtration d'huile traitée avec l'argile lavée

6.2. Adsorption par gel de silice :

A-principe :

Ils sont généralement utilisés, sous forme de granulés fins, pour le piégeage des produits polaires. Le gel de silice est un adsorbant poreux et très polaire.

B-Matériel utilisée :

- bécher 250 ml
- agitateur magnétique
- barreau magnétique
- balance
- spatule
- entonnoir
- fiolle/erlenmeyer
- papier filtre

C-Mode opératoire :

- dans un bécher on met 50 ml de l'huile usagée.
- on ajoute 1g de gel de silice et on laisse le pendant 1 h avec agitation.
- on fait cette opération pour 2g, 5g, 10 g ,15 g de gel de silice.



Figure II.22 : Agitation de l'huile avec gel de silice

Filtration :

Après l'agitation on filtre l'huile.

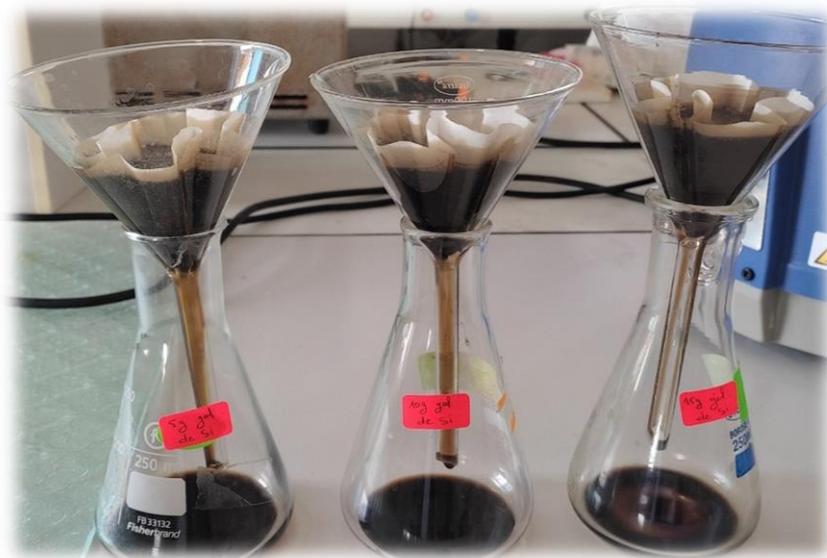


Figure II.23 : Filtration d'huile traitée par gel silice

6.3. Adsorption par Talc :

A-principe :

Talc est un adsorbant trop poreux, il élimine tous les impuretés polaire proche a lui.

B-Matériels utilisées :

- bécher 250 ml
- agitateur magnétique
- barreau magnétique
- balance
- spatule

C-Mode opératoire :

- Dans un bécher on met 50 ml de l'huile usagée.
- on ajoute 1g de gel de silice et on laisse le pendant 1 h avec agitation.
- on fait cette opération pour 5g, 10 g ,15 g de Talc.

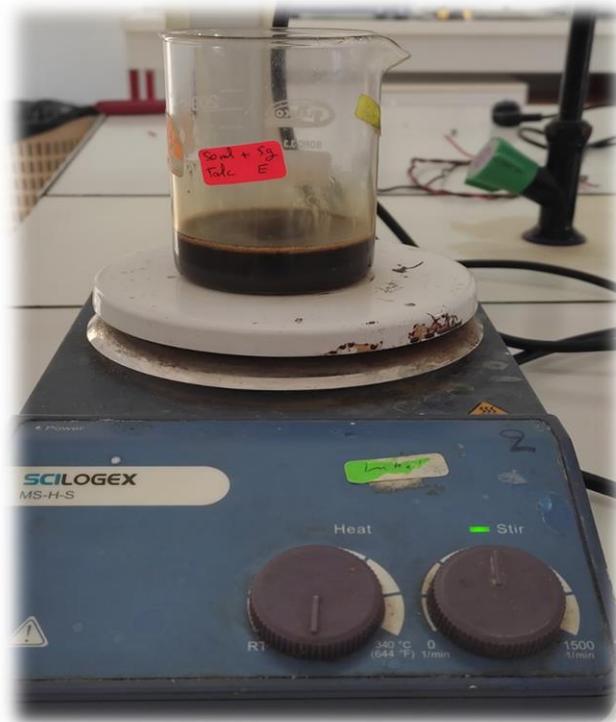


Figure II.24: Agitation de l'huile avec le Talc

Filtration :

Après l'agitation on filtre l'huile.



Figure II.25: Filtration de l'huile traitée par le Talc

7. Méthodes spectroscopiques :

7.1. Spectroscopie Infra Rouge à transformée de fourrier (FTIR) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ou spectroscopie IRTF (ou encore FTIR), est une technique utilisée pour obtenir le spectre d'absorption, d'émission, la photoconductivité ou la diffusion Raman dans l'infrarouge d'un échantillon solide, liquide ou gazeux. Un spectromètre FTIR permet de collecter simultanément les données spectrales sur un spectre large. Ceci lui confère un avantage significatif sur les spectromètres à dispersion qui ne peuvent mesurer l'intensité que dans une gamme réduite de longueurs d'onde à un instant donné. Le terme « spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier » vient du fait qu'il est nécessaire de passer par une transformation de Fourier pour convertir les données brutes en réel résultat spectral. Le but de toute spectroscopie d'absorption (FTIR, ultraviolet-visible (UV-Vis)...) est de mesurer combien un échantillon absorbe la lumière, en fonction de la longueur d'onde.

Nos mesures ont été réalisées sur un spectrophotomètre de type Shimadzu Q ATR-S.

Elle permet l'identification des groupements fonctionnels et la détermination des structures moléculaires. Les tables de corrélation de spectroscopie infrarouge sont largement présentées dans la littérature scientifique.



Figure II.26: Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (FTIR Q-ATR-S)

Mode opératoire :

- Une goutte de l'échantillon est étalée dans le compartiment d'échantillonnage du spectromètre infrarouge.
- Obtention des spectres sur l'écran.

8- L'analyse thermogravimétrique (ATG/ATD) :

L'analyse thermogravimétrique (ATG), est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné. Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures : masse, température et variation de température. Comme les courbes de variations de masse sont souvent similaires, il faut souvent réaliser des traitements de ces courbes afin de pouvoir les interpréter. La dérivée de ces courbes montre à quels points ces variations sont les plus importantes. L'ATG est souvent employée dans la recherche et les essais pour déterminer les caractéristiques de matériaux tels que les polymères, pour estimer la cinétique d'oxydation en corrosion à haute température, pour déterminer les températures de dégradation, l'humidité absorbée par le matériau, la quantité en composés organiques et inorganiques d'un matériau, le point de décomposition d'un explosif et des résidus de solvants. La DSC est largement utilisée en milieu industriel en contrôle qualité en raison de son

applicabilité dans l'évaluation de la pureté d'échantillons ou dans l'étude du durcissement de polymères [10,12]. Un appareil se compose typiquement d'une enceinte étanche permettant de maîtriser l'atmosphère de l'échantillon, d'un four permettant de gérer la température, d'un module de pesée (microbalance), d'un thermocouple pour mesurer la température et d'un ordinateur permettant de piloter l'ensemble et d'enregistrer les données. La microbalance est normalement sous atmosphère inerte (par exemple diazote ou argon) ; ce gaz constitue un « couvercle » empêchant le gaz réactif de pénétrer dans l'enceinte du module de pesée, et le gaz doit être moins dense que le gaz réactif. L'appareil dispose d'un système de refroidissement, habituellement à circulation d'eau, afin de limiter les parties chaudes. L'appareil utilisé dans notre travail est le ATD/ATG 1600 evo de marque SETARAM.

Cette méthode consiste donc à suivre la perte de masse du produit lorsque celui-ci est soumis à une température croissante. Ces expériences peuvent être réalisées sous air ou sous atmosphère inerte.

1- Appareillage :

Les appareils comportent :

- 1- un bloc thermostaté (four ou enceinte d'une façon plus générale) permettant d'assurer les variations programmées de températures (croissante, décroissante et constante) des cellules d'échantillon et référence. C'est la partie dans laquelle s'effectue la mesure elle contient trois éléments principaux : la tête de mesure (porte échantillon (figure4)), le creuset et un thermocouple.
- 2- L'enceinte est balayée par un gaz vecteur neutre ou réactif à l'aide d'un débitmètre.
- 3- Un générateur.
- 4- Un ordinateur où les signaux sont traités par un logiciel qui fait la différence entre la température de l'échantillon et celle de la référence et le convertit en flux de chaleur.

Dans ces appareils à flux de chaleur, c'est la différence des flux $\Delta\Phi = \Phi_e - \Phi_r$ qui est enregistrée en fonction du temps ou de température. Ce signal est parfois appelé « flux de chaleur » et noté par « Φ ».

Le choix du matériau du creuset se fait en fonction de la température de chauffage, l'alumine s'avère un excellent matériau résistant aux plus hautes températures (elle peut aller jusqu'à 1600 °C).



Figure II.27: Appareil d'analyse thermogravimétrique SETARAM ATG/ATD evo

1600

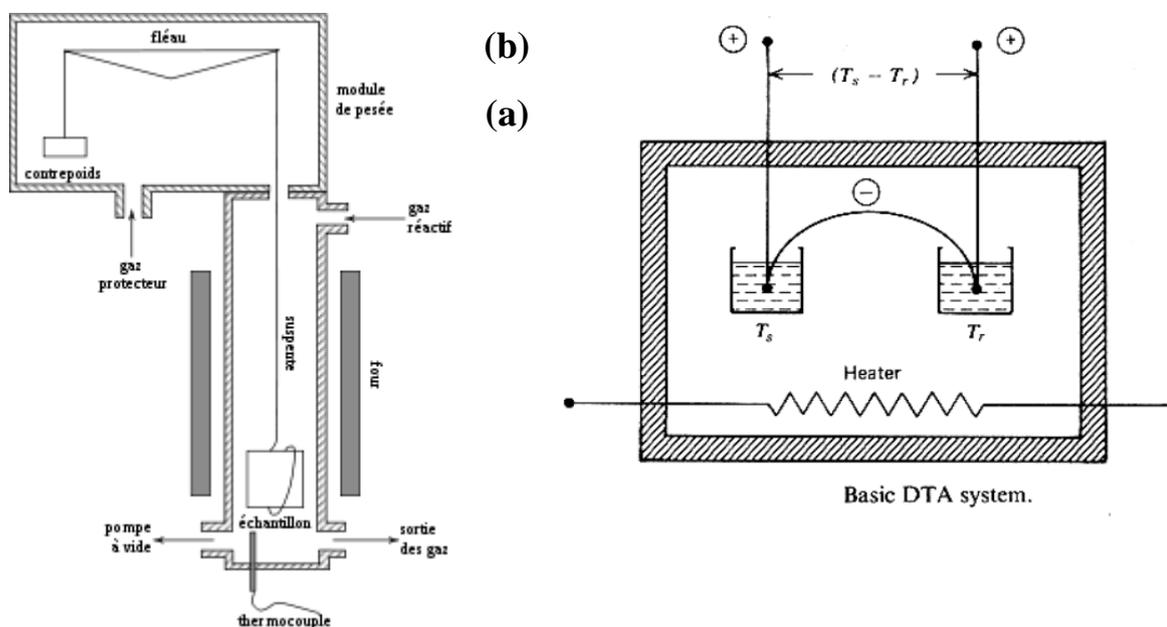


Figure II.28: (a) Photo de l'appareil utilisé, (b) Représentation schématique de l'appareil d'analyse thermique ATG et ATD

L'analyse thermogravimétrique a été effectuée sur les trois types d'huiles (à savoir : huile neuve, huile usagée moteur essence et huile usagée moteur diesel).

Le domaine de température est de la température ambiante à 600 °C avec une vitesse de chauffe de 10 °C/min.

1- Creusets ou Capsules :

Les capsules, les couvercles peuvent être de nature très différente. D'excellente conductibilités thermique et de faible cout, les capsules en alliage d'aluminium sont les plus courantes, on trouve aussi des creusets en cuivre, graphite, or, platine, inox ; dans les cas les plus fréquents, les couvercles sont sertis mais on peut aussi avoir des fermetures hermétiques (pression de quelques bars) avec joints d'étanchéité. Des capsules de différents volumes sont également disponibles.

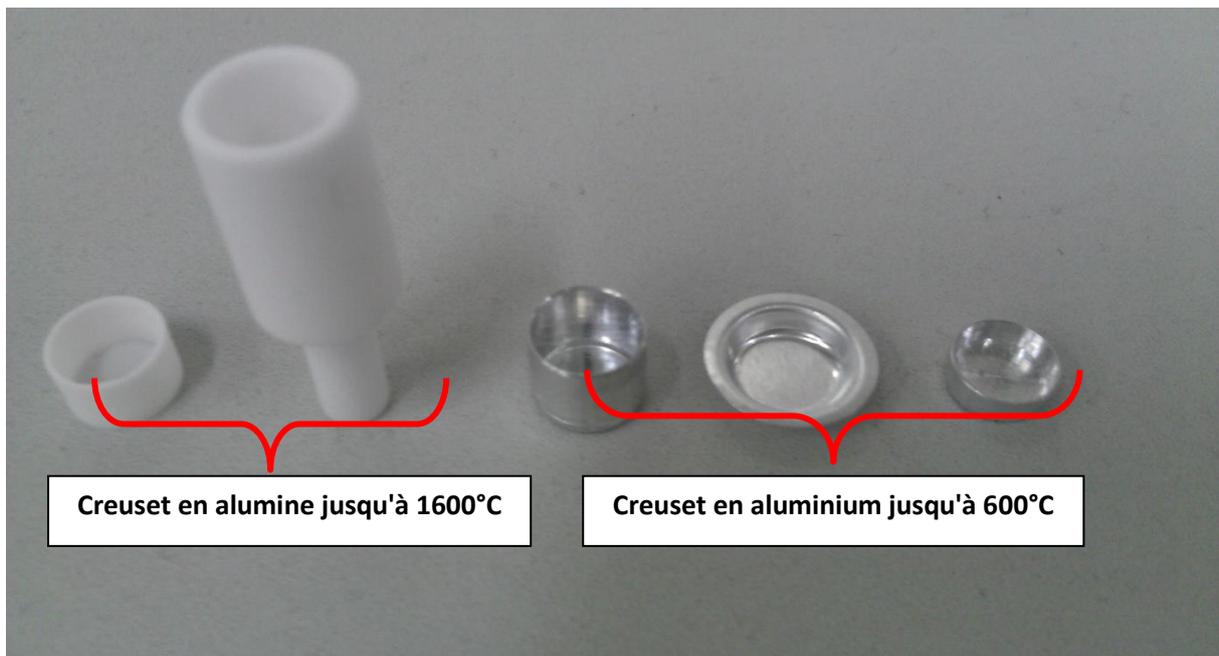


Figure II.29: Quelques exemples de creusets en aluminium et en alumine

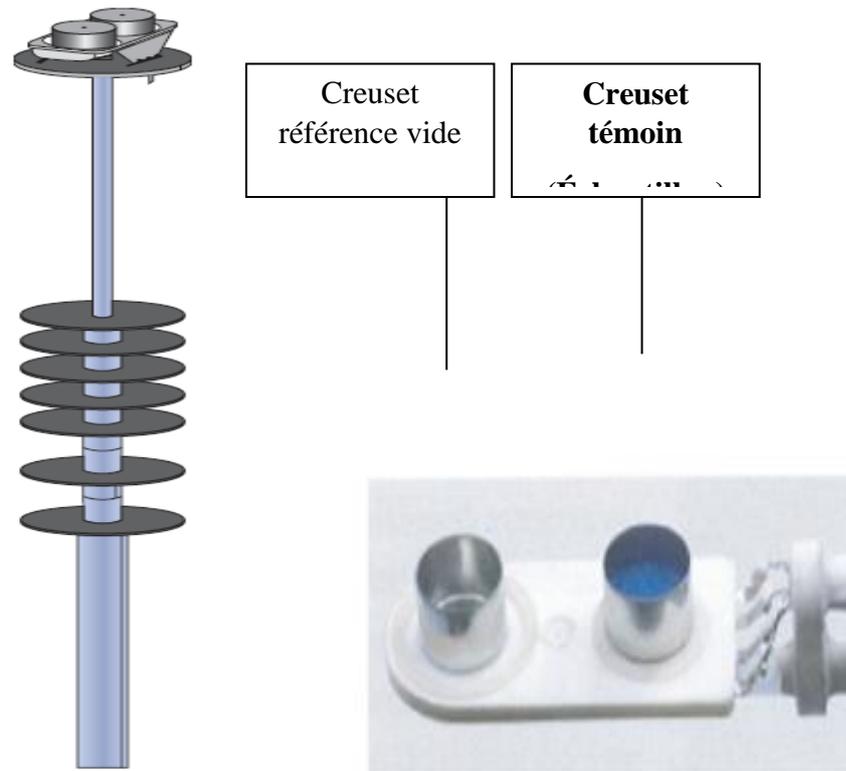


Figure II.30 : porte échantillon

2- Gaz de balayage :

Le gaz qui balaie la cellule de mesure et les capsules a plusieurs objectifs :

- purger la tête de mesure.
- éliminer l'humidité.
- améliorer la thermique du dispositif.

On utilise en général un gaz neutre (N_2 , He) ; cependant, dans certains cas on peut être amené à introduire un gaz réactif (O_2 , mélange N_2 et O_2 , CO_2 ...). Le changement de gaz en cours d'analyse affecte le calibrage de l'appareil et peut être source d'erreur.

Chapitre III

Résultats et discussions

1. Introduction :

Les travaux expérimentaux ont débuté par des tests et analyses physico-chimiques et ensuite par des essais de récupération des huiles récupérées auprès de la station-service en utilisant les techniques déjà cités dans le chapitre précédents à savoir : les techniques de séparation physiques, la distillation, le traitement à l'acide sulfurique et les méthodes d'adsorption des supports solides comme l'argile, la silice et le talc. L'analyse physico-chimique des différents échantillons est une étape très importante.

Le déroulement des travaux suivra le cheminement suivant :

- 1°) Caractérisation des huiles neuve et usagées (fournies par la station-service).
- 2°) Expérimentation des processus de traitement de régénération adoptée aux huiles usagées : Etude des paramètres opératoires, caractérisation de produits obtenus.
- 3°) Interprétation des résultats expérimentaux obtenus par le traitement de régénération expérimenté.
- 4°) Proposition des solutions environnementales.

2. Résultats des analyses :**2.1 Caractérisation des huiles lubrifiantes :**

Comme mentionné dans le chapitre précédent, les huiles de lubrification usagées ont été récupérées lors de l'opération de vidange des véhicules automobiles après avoir parcouru 10 000 km avec le lubrifiant pour la voiture de marque Hyundai accent essence année 2018 et l'autre voiture de marque KIA Carens diesel année 2015 et qui a parcouru 7000 km. Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les différents types d'huiles sont regroupés dans la figure III.1.

2.2. La Viscosité :

À partir de la figure III.1, nous pouvons constater une diminution de la viscosité de l'huile usagée, à cause de la contamination sous forme de boues de l'huile usagée ou la combustion d'huile dans le moteur. En général, l'huile devient inutilisable.

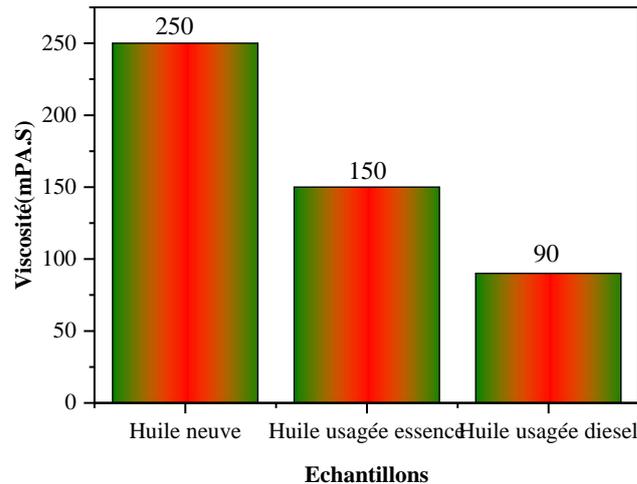


Figure III.1 : Evolution de la viscosité cinématique des huiles analysées

2.3. Evolution de la viscosité de l'huile neuve avec la température :

Chaque huile a été soumise à une variation de température de l'ambiance jusqu'à 100°C. Des mesures de viscosité ont été effectuées.

Les résultats sont représentés dans la figure III.2.

On peut le voir, la température a une influence significative sur la viscosité des huiles lubrifiantes. Plus la température est élevée, plus la viscosité du fluide est faible, c'est-à-dire que des tensions plus faibles doivent être appliquées au fluide pour qu'il s'écoule.

Concluant que le comportement de diminution de la viscosité avec la température n'est pas exclusif aux huiles lubrifiantes, mais à la plupart des liquides existants.

Nous pouvons conclure que l'huile SAE 20W40 a une viscosité plus élevée à des températures plus basses par rapport aux huiles usagées et subit une plus grande variation de viscosité avec la température [11].

Comme l'indice de viscosité représente la sensibilité de l'huile aux variations de température, on comprend que plus ce paramètre est élevé, meilleure est la performance de l'huile, maintenant une couche lubrifiante uniforme et évitant l'usure des pièces.

Du point de vue de la lubrification, il est très important de connaître le comportement de la viscosité avec la température, car cette propriété influence considérablement les dimensions de l'épaisseur minimale du film lubrifiant qui favorise la séparation des surfaces en contact.

L'évolution de la viscosité avec la température de l'huile neuve est représentée par la figure III.2. On remarque une diminution de la viscosité en fonction de la température.

À partir des données obtenues, il peut être prouvé que les huiles lubrifiantes ont un comportement newtonien, c'est-à-dire qu'elles présentent un comportement linéaire dans un graphique de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation, en plus de ne pas avoir besoin d'une contrainte de cisaillement minimale pour démarrer l'écoulement. De plus, la température a une influence significative sur la viscosité des fluides, et on peut relier l'indice de viscosité à ce changement, sachant que les améliorants VI sont utilisés comme additifs dans la plupart des huiles lubrifiantes, alternant ainsi leur composition et augmentant la résistance du fluide aux hautes températures [2-3].

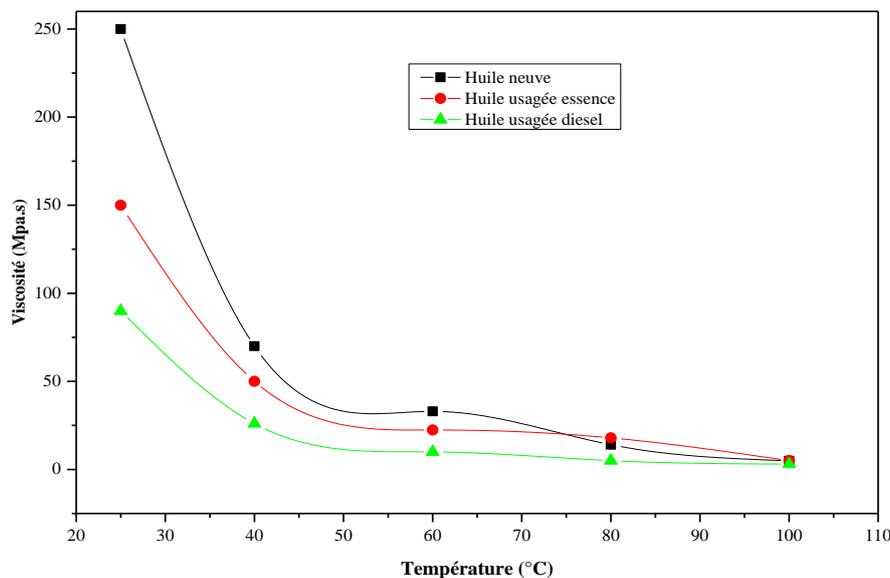


Figure III.2 : Evolution de la viscosité de l'huile neuve et de l'huile usagée en fonction de la Température

2.4. L'indice de viscosité :

On remarque que l'indice de viscosité de l'huile usagée a baissé par rapport à l'huile neuve. et d'après la littérature, cela signifie qu'il y avait une dégradation du polymère qui améliore l'indice de viscosité, par cisaillement, ou par des coupures thermiques, ou bien thermo-oxydant. En sachant que l'huile devient très sensible au gradient de température [1-4] et [25].

L'indice de viscosité est une mesure du changement de viscosité en fonction du changement de température. En d'autres termes, nous pouvons dire à partir d'une huile à quel point la viscosité est affectée par la température.

On sait déjà que la viscosité augmente quand on baisse la température et que la viscosité baisse quand la température augmente. C'est-à-dire, au démarrage du moteur, huile froide, haute

viscosité ; Mais au fur et à mesure que le moteur chauffe, est-ce que toute l'huile diminue sa viscosité dans la même mesure et de la même manière ?

Non, cela dépendra de l'indice de viscosité.

En d'autres termes, un indice de viscosité plus élevé se traduirait par une huile avec une viscosité plus stable lorsqu'elle est soumise à différentes températures de travail, tandis qu'une huile avec un indice de viscosité faible subirait plus de changements de viscosité avec les changements de température qui lui sont imposés.

2.5. La densité :

La densité est une propriété clé d'un fluide et est donnée par le rapport de sa masse spécifique à un volume connu ($d = m/V$). L'eau, la norme de référence, a une densité de 1 000 kg/m³, par définition. Les huiles varient entre 700 kg/m³ et 950 kg/m³. C'est la raison pour laquelle la plupart des huiles flottent sur l'eau : elles sont moins denses que celle-ci.

Une caractéristique importante de la densité est qu'elle varie en sens inverse de la température de l'huile : plus la température est élevée, plus la densité est faible. La valeur de densité d'un fluide est utilisée dans les calculs de viscosité, la propriété la plus importante d'un lubrifiant. C'est donc la raison principale pour effectuer une analyse de la densité de l'huile : sans ces informations, il ne sera pas possible de déterminer la viscosité. et tout fluide qui a Une caractéristique importante de la densité est qu'elle varie en sens inverse de la température de l'huile : plus la température est élevée, plus la densité est faible [28-31].

La densité est influencée par la composition chimique de l'huile. Une augmentation de la quantité de composés aromatiques dans l'huile entraîne une augmentation de la densité, tandis qu'une augmentation des composés saturés entraîne une diminution de la densité. La densité des huiles moteur usagées augmente avec la présence de quantités croissantes de solides dans l'huile moteur usagée.

Les résultats des analyses de la densité des huiles sont représentés dans les figures III.3, III.7 et III.9. Nous pouvons remarquer que pour densité de l'huile moteur usagée élevée par rapport aux autres huiles et ceci est à la présence de produits d'oxydation, de métaux, de contaminants.

La densité de l'huile de lubrification usagée est inférieure à celle de l'huile neuve. Les résultats pour l'huile lubrifiante neuve 0.887 et usagée essence 0.860 pour l'huile diesel 0.7704.

La densité de l'huile après le traitement acide est inférieure à celle de l'huile usagée en raison du traitement à l'acide qui élimine les acides carboxyliques, les sulfonâtes et les acides gras.

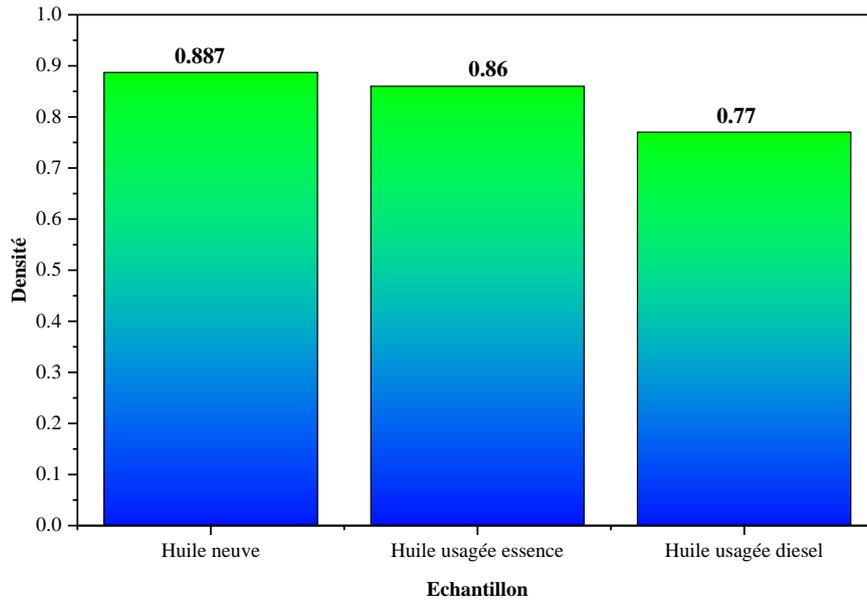


Figure III.3 : Evolution de la densité des huiles analysées

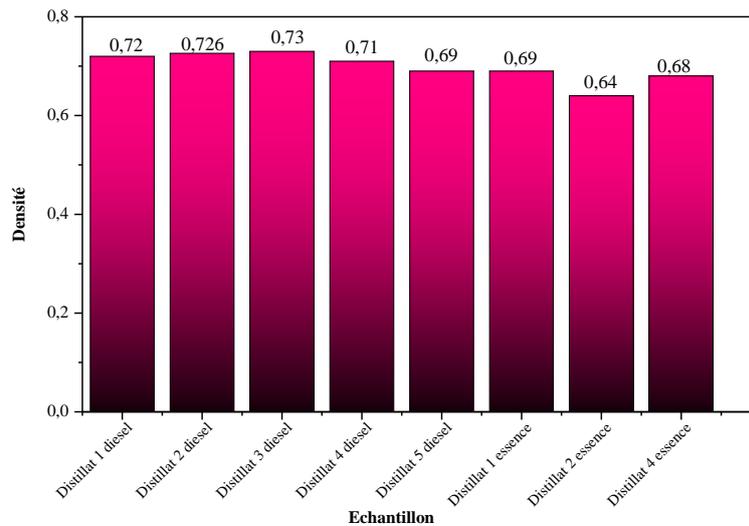


Figure III.4 : Evolution de la densité des huiles usagées traitées par distillation

2.6. L'indice de réfraction :

L'indice de réfraction (IR) est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et la vitesse de la lumière dans les substances à une température spécifique. La mesure de l'indice de réfraction est très simple et nécessite de petites quantités d'échantillons. L'indice de réfraction peut être utilisé pour fournir des informations précieuses sur la

composition des huiles moteur. De faibles valeurs de l'indice de réfraction indiquent la présence de paraffine tandis que des valeurs élevées indiquent la présence de composés aromatiques. Il est également utilisé pour estimer d'autres propriétés physiques telles que la masse moléculaire [10]. La figure III.4 montre l'évolution de l'indice de réfraction des huiles analysées. Cette évolution est due à la présence d'additifs tels que des polymères, des composés organiques polaires, des composés organiques, différents métaux, des copolymères, des copolymères d'oléfines et des copolymères de styrène et de diène hydrogéné [10-33].

Ces composants augmentent la masse moléculaire de l'huile de base et par conséquent son indice de réfraction [10-33].

D'après les figures III.5 et III.6, l'indice de réfraction, de l'huile neuve est proche de celui de l'huile usagée essence (1.47) mais celui de l'huile usagée diesel est un peu loin de la valeur de l'huile neuve (1,36). L'indice de réfraction des huiles usagées récupérées par distillation est presque constant pour toutes les huiles.

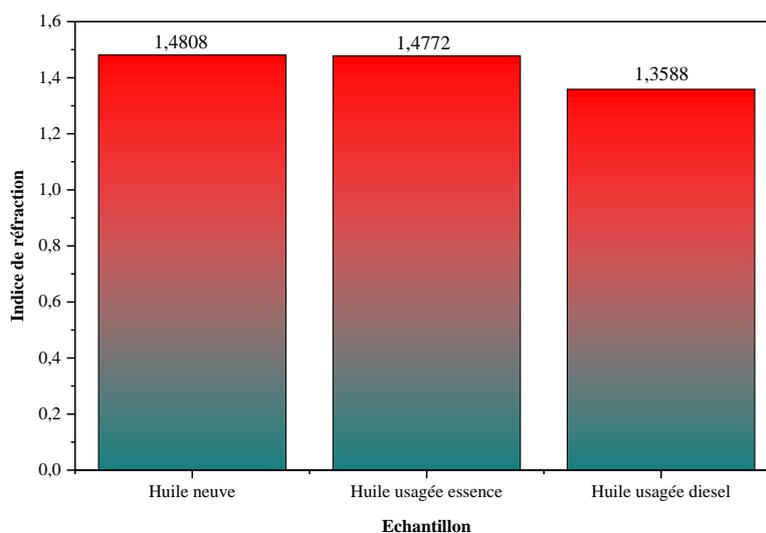


Figure III.5 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles analysées

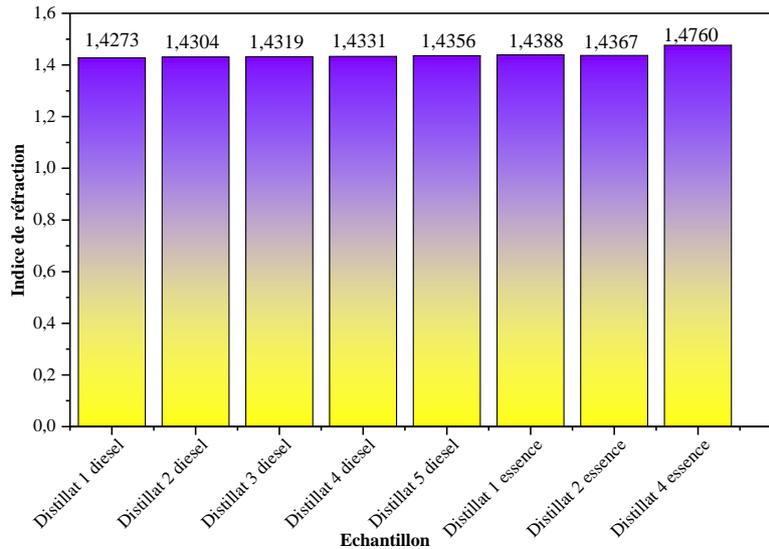


Figure III.6 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles usagées traitées par distillation

2.7. Point d'éclair :

D'après la figure III.7, le point d'éclair est de 255°C pour l'huile neuve, 170 °C pour l'huile usagée essence et 125°C pour l'huile diesel. La diminution de la valeur du point éclair de l'huile usagée pourrait être le résultat de la présence des fractions légères d'huiles .Après avoir subi la combustion et l'oxydation à haute température du moteur à combustion, l'huile se décompose en composants, qui comprennent des fractions légères. La diminution du point d'éclair de l'huile usagée est due à la distillation avec le carburant, c'est que pour un véhicule automobile avec de mauvais segments de piston, le point d'éclair diminuera en raison de la distillation avec le carburant [10,33] et [11-22].

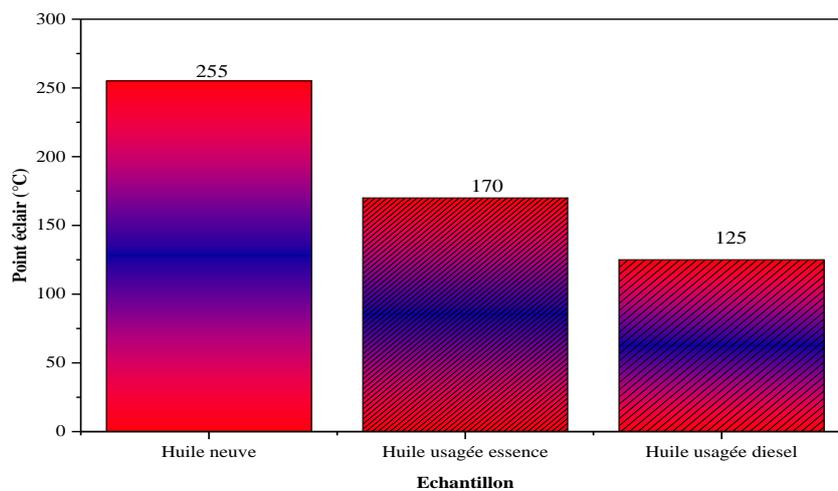


Figure III.7 : Evolution du point éclair des huiles analysées

2.8. La couleur :

Notre laboratoire n'étant doté de matériel pour la mesure de la couleur, nous avons estimé ces couleurs visiblement et le constat est comme suit :

- La couleur de l'huile neuve est jaune claire.
- La couleur de l'huile usagée essence noire claire.
- La couleur de l'huile usagée diesel est noire corbeau.

3. Traitement à l'acide sulfurique :

L'huile, ainsi débarrassée de sa phase aqueuse, est raffinée à l'acide sulfurique à une température de l'ordre de 30-40° C. Les molécules d'hydrocarbures contenues dans l'huile usagée ont en effet une résistance à l'acide sulfurique concentré, même à chaud, lorsqu'elles ne sont pas oxydées ; mais dans le cas contraire, elles sont attaquées et se combinent à l'acide pour donner de produits pâteux de fortes densités, appelés goudrons sulfuriques. Ce traitement conduit à leur décantation en fond de verre [11-22].

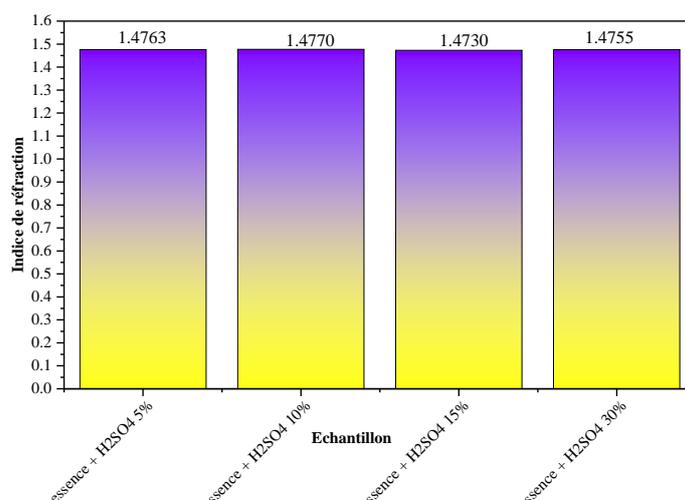


Figure III.8 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles usagées analysées traitées à l'acide sulfurique

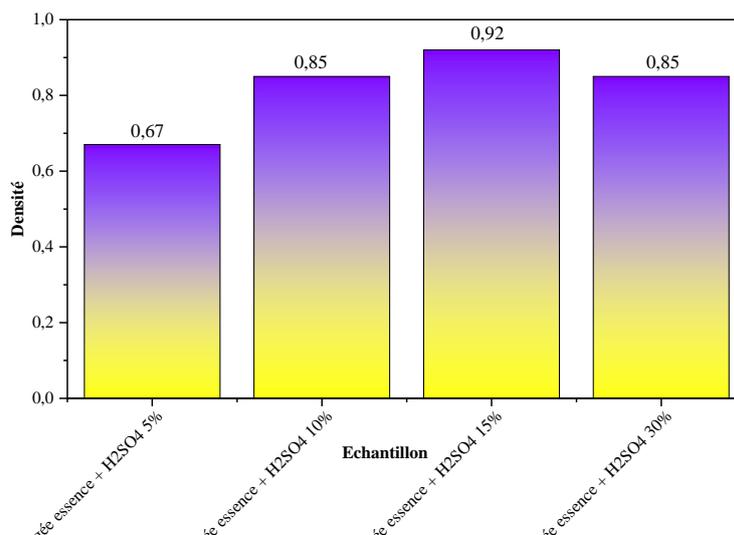


Figure III.9 : Evolution de la densité des huiles usagées traitées à l'acide sulfurique

4. Traitement par adsorption de l'huile usagée essence :

Le traitement aux absorbants, c'est-à-dire aux terres naturelles comme argile, a pour but :

- La décoloration par élimination des substances en suspension colloïdale, des produits d'oxydation, des composés et impuretés colorées responsables de la coloration rouge brun des fractions lubrifiantes.
- L'adsorption des acides organiques, l'élimination des acides naphthéniques, etc. . . . ,
- La neutralisation des huiles (dans le cas du raffinage à l'acide) de plus, il permet d'atténuer l'odeur, d'éliminer les traces d'humidité [11-22].

4.1. L'adsorption d'huile usagée essence par la silice :

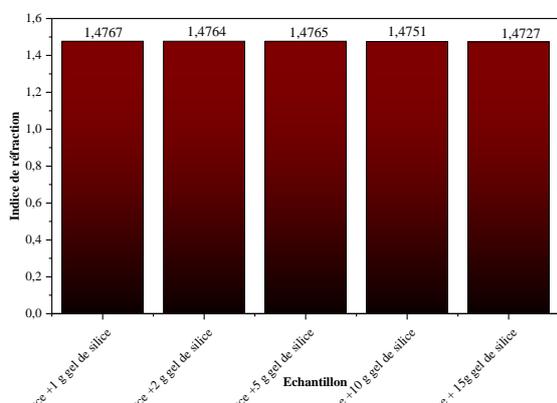


Figure III.10 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles analysées adsorbées sur la silice.

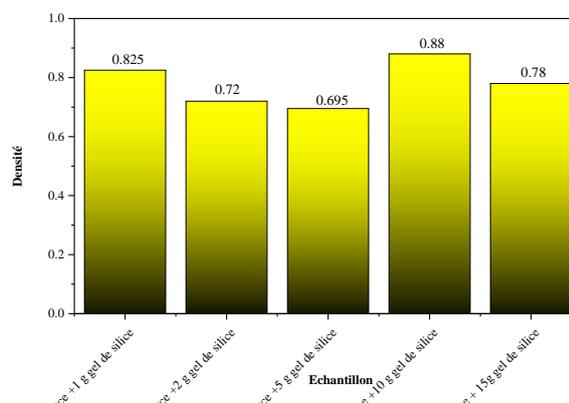


Figure III.11: Evolution de la densité des huiles analysées adsorbées sur la silice.

4.2. L'adsorption de huile usagée essence par le talc:

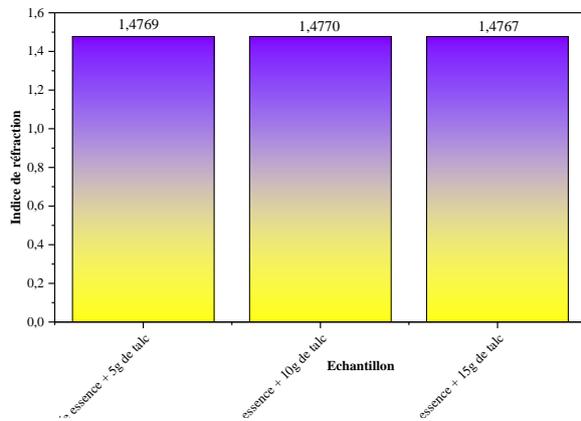


Figure III.12: Evolution de l'indice de réfraction des huiles usagées adsorbées sur le talc

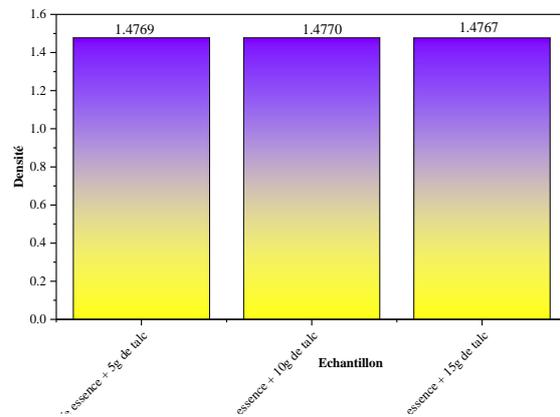


Figure III.13 : Evolution de la densité des huiles usagées adsorbées sur le talc

4.3. L'adsorption de l'huile usagée essence par l'argile :

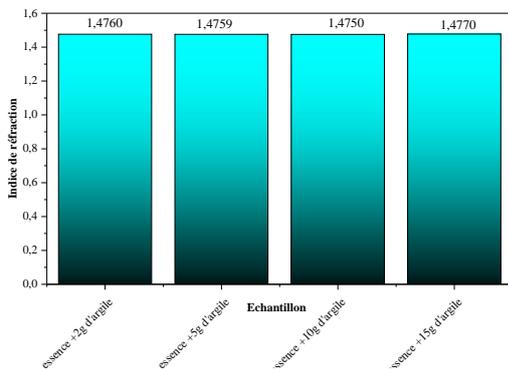


Figure III.14 : Evolution de l'indice de réfraction des huiles analysées adsorbées sur l'argile

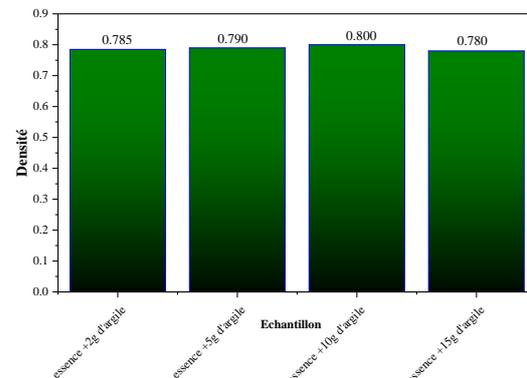


Figure III.15 : Evolution de la densité des huiles analysées adsorbées sur l'argil

5. Caractérisation par spectroscopie infrarouge :

Le spectre infrarouge peut servir de base à la compréhension de la composition de l'huile usagée et neuve et récupérée.

D'après le tableau III.1 à III.4 et les figures de III.16 à III.30, nous pouvons tirer les résultats suivants :

- L'apparition de bande de transmittance à ~ 2850 , 2925 cm^{-1} et 3000 , 3100 cm^{-1} . Selon les tableaux des fréquences caractéristiques, ces vibrations correspondent au groupe CH_2 , qui appartient aux hydrocarbures de la série aliphatique et aux liaisons $\text{C}=\text{C}$ des cycles aromatiques. Le pic à 700 cm^{-1} est typique des chaînes aliphatiques constituées de 4 atomes de carbone. C'est-à-dire que la composition principale de l'huile est constituée d'hydrocarbures saturés et de composés de la classe du benzène.
- L'apparition de bandes liées à la vibration du carbonyle ($\text{C}=\text{O}$) autour de 1700 cm^{-1} et 1610 cm^{-1} qui peut être attribuée à des réactions d'oxydation subies par l'huile, formant des produits carbonylés par l'huile, formant des composés carbonylés tels que des acides carboxyliques, des cétones et des aldéhydes.
- Bandes faibles entre 1000 et 800 cm^{-1} sont associés aux liaisons $\text{C}-\text{C}$, et sont généralement recouvert par de larges bandes OH associées à des dimères d'acide carboxylique à 978 cm^{-1} observée dans l'huile usagée. L'intensification de ce même large OH caractéristique des acides carboxyliques indique que la dégradation de l'huile lubrifiante se produit par une réaction d'oxydation .
- La déformation $\text{C}-\text{H}$ est caractérisée par la présence de bandes à 1460 cm^{-1} et 1380 cm^{-1} représentatif de ce groupe.
- L'étirement $\text{C}-\text{H}$ pour le groupe $-\text{CH}_2$ apparaît à 2900 et 2850 cm^{-1} et cette dernière bande devient plus intense dans les huiles usagées essence et diesel.
- Les groupes des bandes de déformation $\text{C}-\text{H}$ asymétriques pour $-\text{CH}_2-$ et $-\text{CH}_3$ sont observées à 721 et 1380 cm^{-1} respectivement.
- La bande à 1580 cm^{-1} indique probablement la liaison aromatique $\text{C}-\text{C}$
- La présence d'une bande à 2730 cm^{-1} dans tous les échantillons fait référence à une certaine quantité de soufre les composés du soufre.
- Les bandes attribuées aux vibrations $\text{C}-\text{C}$ axiales sont faibles et sont observées dans la région entre 1200 et 800 cm^{-1}
- . Bandes entre 800 et 1400 cm^{-1} montrant plusieurs pics peut représentent les liaisons $\text{C}-\text{O}$ associées à une variété de composés organiques oxygénés.

Certaines de ces bandes peuvent être attribuées à des composés sulfonés ou à d'autres substances les composés contenant du soufre produits après dégradation ou initialement présents dans les huiles lubrifiantes [7-19].

Tableau III.1 : Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge [7-19].

Frequency cm^{-1}	Type of vibration	Bond	Functional group
653.95	Stretch	C-X	Alkyl halide
721.94	Bending in plain (rocking)	C-H	Alkenes
818.13	Out of plan bending	C-H	Alkenes
890.19	Out of plan bending	C-H	Alkenes
972.81	Out of plan bending	C-H	Aromatic
1155.34	Wagging	$\text{CH}_2\text{-X}$	Alkyl halide
1306.37	Wagging	$\text{CH}_2\text{-X}$	Alkyl halide
1377.05	Out of plan bending	C-H	Alkans
1464.57	Bending in plain (scissoring)	C-H	Alkans
1515.68	Stretch	C=C	Aromatic
1604.85	Stretch	C=C	Aromatic
2358.98	Stretch	$\text{C}\equiv\text{C}$	Alkynes
2727.71	Stretch	$\text{C}\equiv\text{C}$	Alkynes
2934.97	Stretch	C-H	Alkans

Tableau III.2 : Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge [7-19].

Frequency cm^{-1}	Type of vibration	Bond	Functional group
722.01	Bending in plain (Rocking)	C-H	Alkans
814.47	Out of plan bending	C-H	Aromatic
889.41	Out of plan bending	C-H	Aromatic
1032.37	Stretch	C-O	Carboxylic acid
1155.53	Stretch	C-O	Carboxylic acid
1376.86	Out of plain bending	C-H	CH_3
1457.84	Bending in plain (Scissoring)	C-H	Alkan
1605.17	Stretch	C=C	Aromatic
1704.61	Stretch	C=O	Carbonyl compounds
2359.55	Stretch	O-H	Carboxylic Acid
2727.6	Stretch	H-C=O:CH	Aldehyd
2923.03	Stretch	C-H	Alkan

Tableau III.3 : Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge [7-19].

Frequency cm^{-1}	Type of vibration	Bond	Functional group
721.79	In plan bending (Rocking)	C-H	Alkenes
814.63	Out of plan bending	C-H	Alkenes
889.76	Out of plan bending	C-H	Aromatic
965.57	Out of plan bending	C-H	Aromatic
1076.36	Stretch	C-O	Carboxylic acid
1155.41	Stretch	C-O	Carboxylic acid
1304.64	Rock	C-H	Aromatic
1376.24	Out of plain bending	C-H	CH_3
1457.43	In plain bending (Scissoring)	C-H	Alkans
1604.83	Stretch	C=C	Aromatic
2358.96	Stretch	O-H	Carboxylic acid
2727.54	Stretch	H-C=O:C-H	Aldehyde
2958.42	Stretch	C-H	Alkans

- Il y a des composants aldéhydes à 1457.43 cm^{-1} et des acides carboxyliques à 1076.36 et 1155.41 cm^{-1}

Tableau III.4: Fréquences caractéristiques d'absorption infrarouge [7-19].

Frequency cm^{-1}	Type of vibration	Bond	Functional group
721.86	In plan bending (Rocking)	C-H	Alkan
813.79	Out of plan bending	C-H	Aromatic
889.56	Out of plan bending	C-H	Aromatic
965.43	Out of plan bending	C-H	Alkan
1032.62	Stretch	C-O	Carboxylic acid
1155.37	Stretch	C-O	Carboxylic acid
1304.69	Rock	C-H	Alkans
1376.94	Out of plain bending	C-H	CH_3
1457.51	In plain bending (Scissoring)	C-H	Alkans
1604.95	Stretch	C=C	Aromatic
2359.56	Stretch	O-H	Carboxylic acid
2727.59	Stretch	C-H	Alkans
2922.2	Stretch	C-H	Alkans

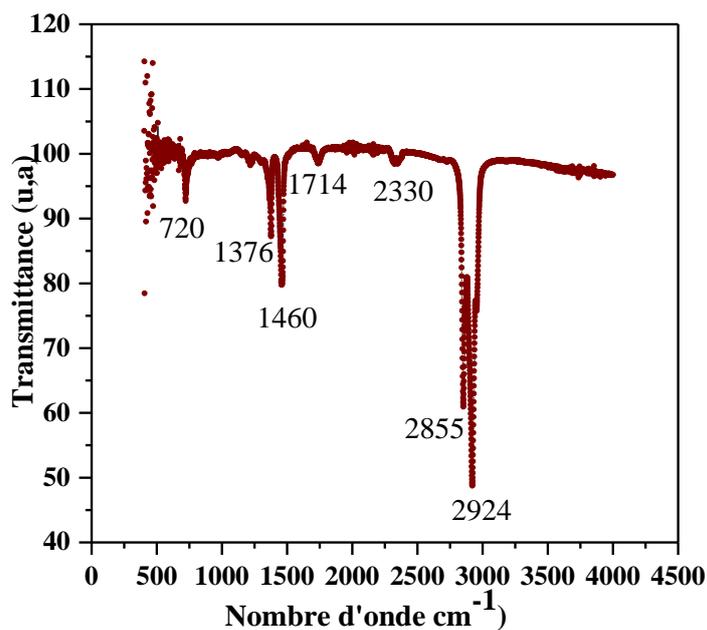


Figure III.16 : Spectre infrarouge de l'huile neuve

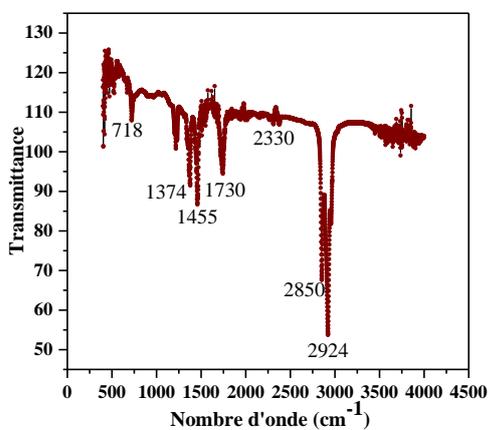


Figure III.17 : Spectre infrarouge de l'huile usagée diesel

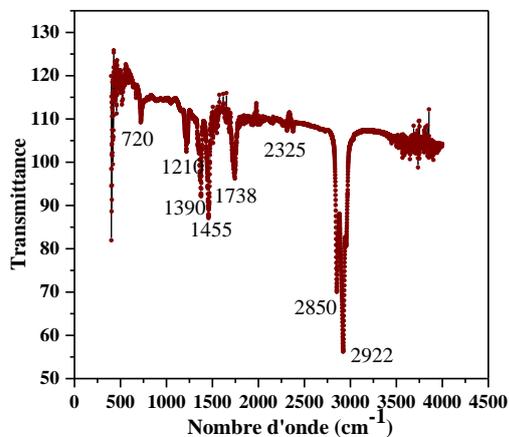


Figure III.18: Spectre infrarouge de l'huile usagée essence

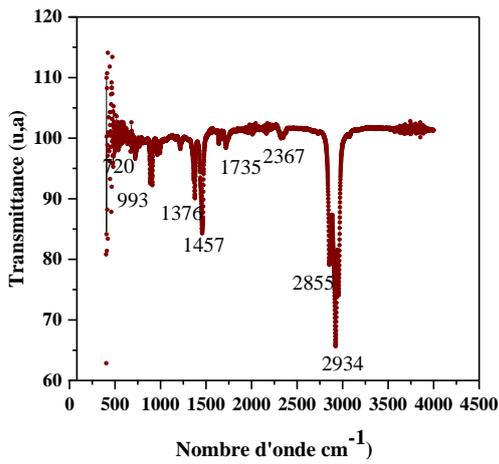


Figure III.19 : Spectre infrarouge du distillat 1 à la température de 55 °C

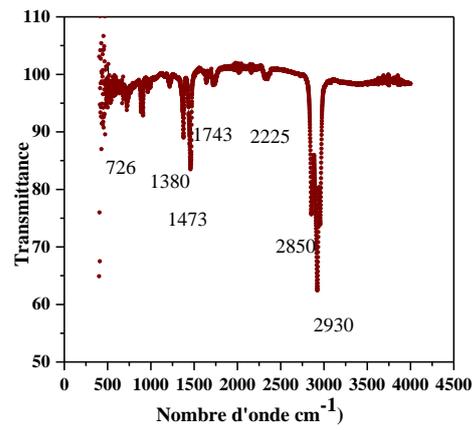


Figure III.20: Spectre infrarouge du distillat 3 à T égale à 60°C

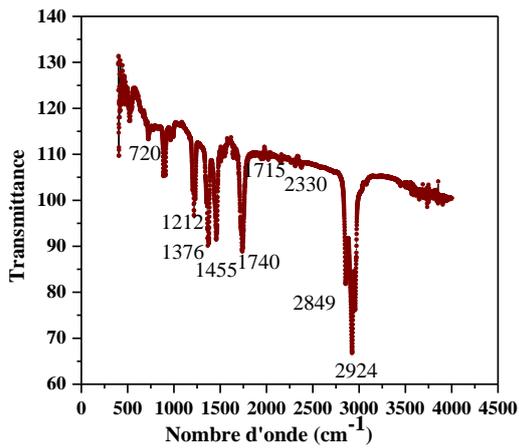


Figure III.21 : Spectre infrarouge du distillat 4 à T égale à 70 °C

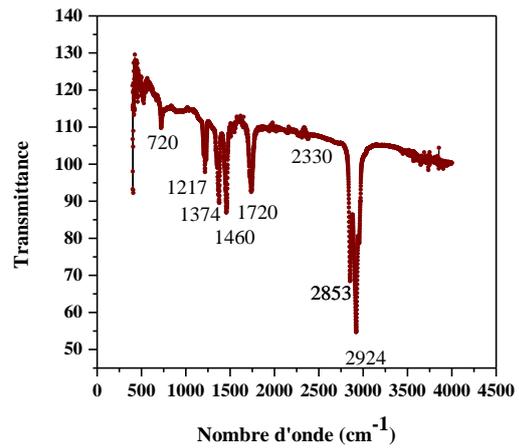


Figure III.22 : Spectre infrarouge de l'huile adsorbée sur 2 g d'argile

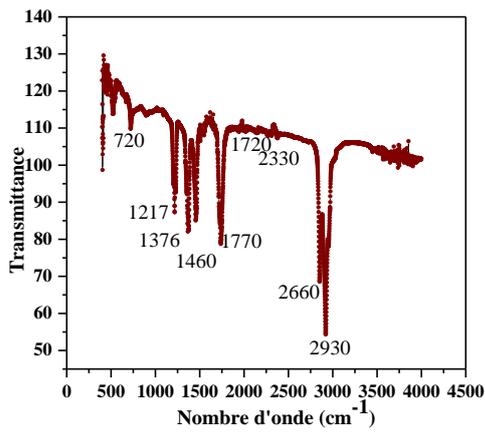


Figure III.23 : Spectre infrarouge l'huile adsorbée sur 15 g d'argile

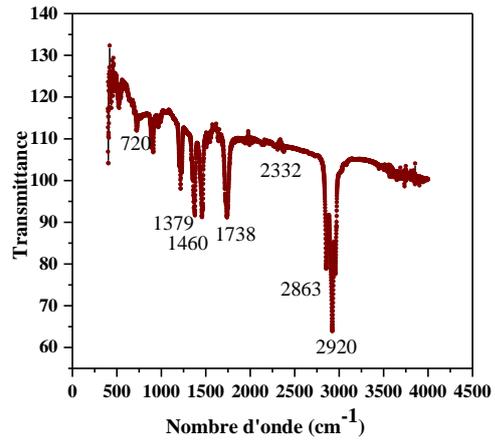


Figure III.24 : Spectre infrarouge du distillat 5 à T égale à 80 °C

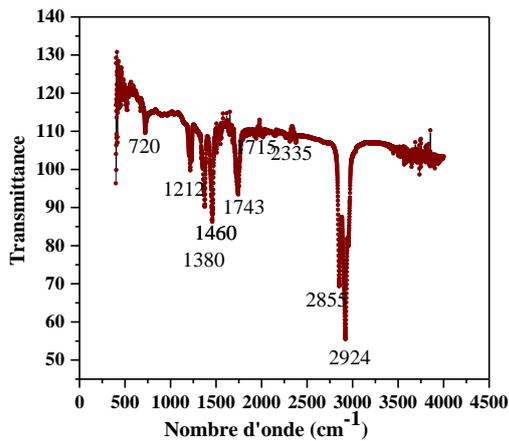


Figure III.25 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée sur 2 g de gel de silice

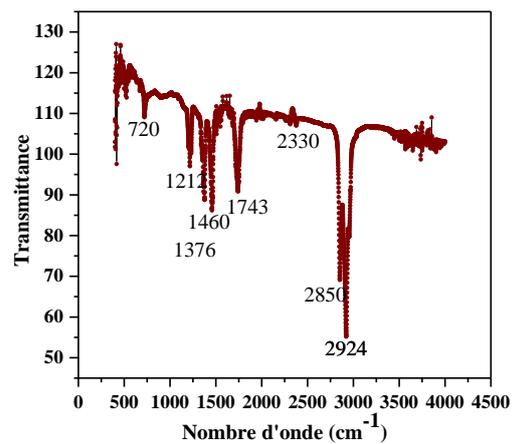


Figure III.26 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée sur 15 g de gel de silice

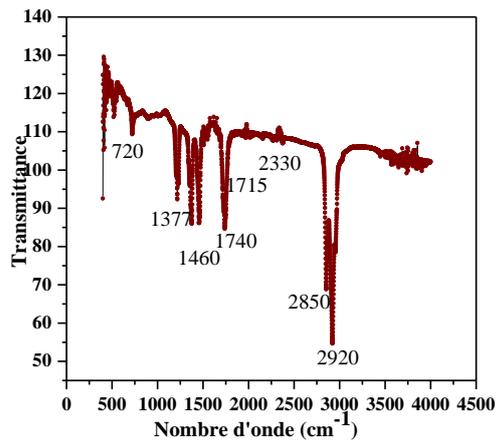


Figure III.27 : Spectre infrarouge de l'huile usagée traitée avec H₂SO₄ à 10 %

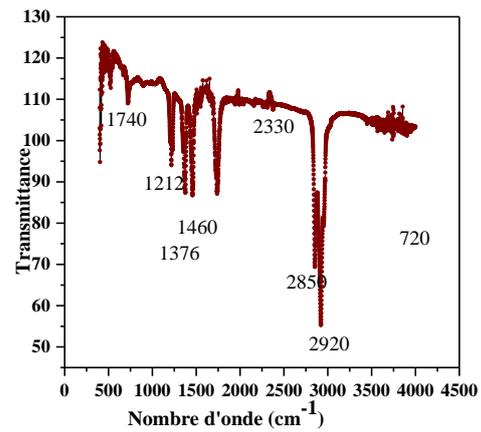


Figure III.28 : Spectre infrarouge de l'huile usagée traitée avec H₂SO₄ à 30 %

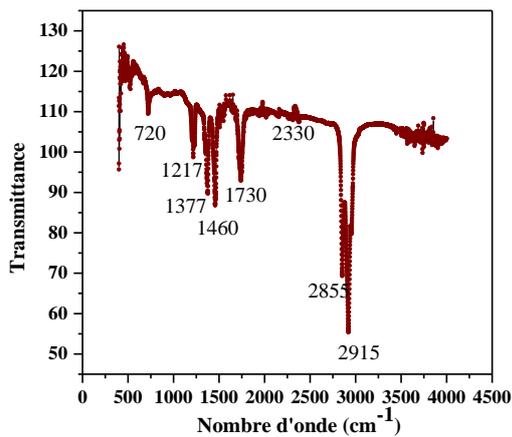


Figure III.29 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée avec 5 g de talc

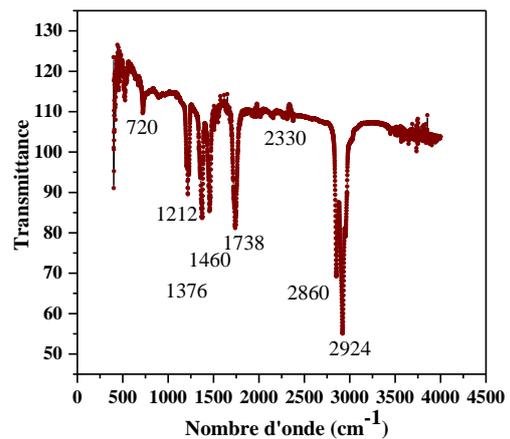


Figure III.30 : Spectre infrarouge de l'huile usagée adsorbée avec 15 g de talc

6. Analyse thermogravimétrique :

6.1. Huile neuve :

Les figure III.31 et III.32 montrent les courbes TG et DTG pour les trois types d'huile , neuve, usagée essence et usagée diesel dans une atmosphère oxydante. La perte de masse commence à 128,9°C avec la volatilisation de l'eau ou de la vapeur d'eau les matières organiques volatiles qui sont présentes dans la composition de l'huile. La principale perte DTG se situe à 327°C, ce qui correspond à une conversion de 37,8% de la masse.

Dans un environnement inerte, il est possible de mieux observer le deuxième pic de la courbe DTG, puisque dans ce cas, il y a pyrolyse des matériaux et non combustion.

La superposition des phénomènes endo et exothermiques est caractérisée par l'équilibre de la dégagement et absorption de chaleur, résultant de la combustion de produits oxygénés. Ainsi, on peut comprendre qu'il y a la présence de produits gazeux oxygénés qui sont formés à partir de la décomposition de l'huile et qui peuvent réagir avec l'échantillon d'huile lui-même [1-6].

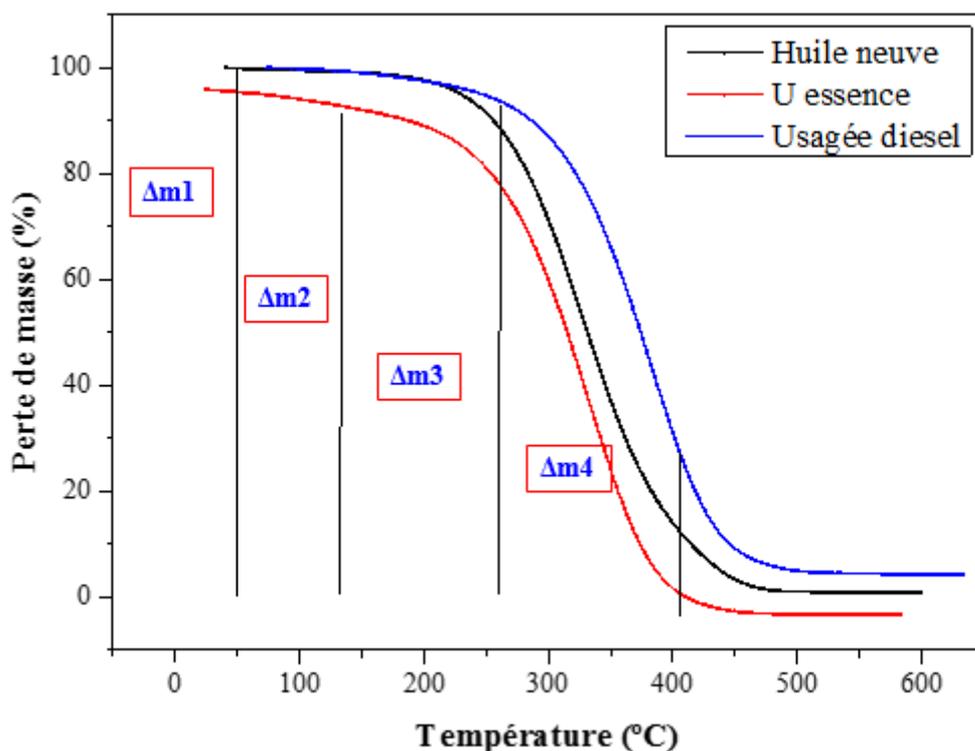


Figure III.31 : Courbes ATG des huiles analysées

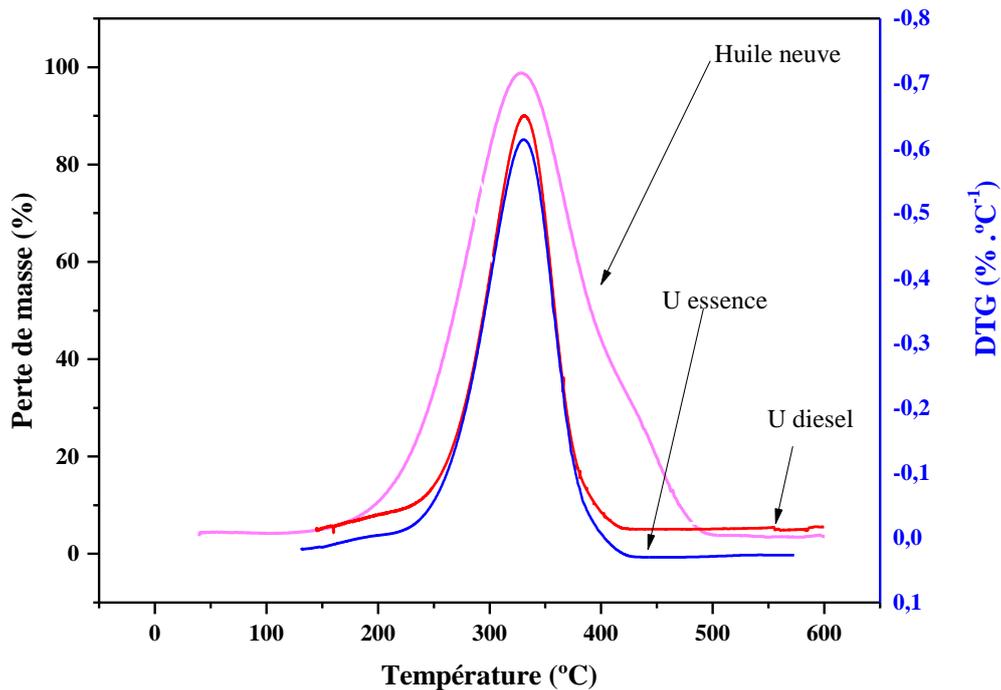


Figure III.32 : Courbes ATD des huiles analysées

6.2. Huile usagée essence :

Les figure III.31 et III.32 montrent les courbes TG et DTG pour les trois types d'huile , neuve, usagée essence et usagée diesel dans une atmosphère oxydante, la température de début de perte de masse est de 137,2°C et la fin est de 270,7°C. Le changement de masse de la courbe TG est lié aux pics de la courbe DTG (figure III.32).

D'après les résultats d'analyses des échantillons prélevés localement, on peut dire que les caractéristiques de ces échantillons correspondent aux caractéristiques normalisées des huiles usagées surtout l'augmentation de teneur en eau (de 0,3% à 0,9%), et la diminution de point d'éclair (de 170°C à 92°C), ainsi que la diminution de la viscosité [13-15].

6.2. Huile usagée diesel :

Les figures III.31 et III.32 montrent les courbes TG et DTG pour les trois types d'huile, neuve, usagée essence et usagée diesel dans une atmosphère oxydante, la température de début de perte de masse est de 131,4°C et à 251°C. Le changement de masse de la courbe TG est lié aux pics de la courbe DTG.

D'après les résultats d'analyses des échantillons prélevés localement, on peut dire que les caractéristiques de ces échantillons correspondent aux caractéristiques normalisées des huiles usagées surtout l'augmentation de teneur en eau (de 0,45% à 1,2%), et la diminution de point d'éclair (de 125°C à 88°C), ainsi que la diminution de la viscosité

En observant ces résultats, on en déduit que la régénération acide/terre adoptée a apporté un bon résultat avec un rendement de 90,36% [13-15].

7. Conclusion :

L'envolée des prix du pétrole de ces dernières années a augmenté l'intérêt des huiles usagées dans le monde entier et même dans les pays exportateurs de pétrole. L'objectif principal du présent mémoire est donc d'étudier la récupération des huiles de base et la valorisation des sous-produits à partir de régénération des huiles usagées moteurs. Nous avons choisi comme support de l'étude, l'huile usagée de multigrade SAE 20 W 40. Les huiles neuves et usagées nous ont été fournies par une station-service au niveau de la ville de Sétif.

Certes des difficultés ont été rencontrées, mais nous pouvons dégager les conclusions suivantes :

En se basant sur les résultats d'analyses de ces échantillons prélevés localement, en particulier concernant la viscosité, l'indice de réfraction et le point éclair, nous avons constaté que les caractéristiques de ces échantillons correspondent bien aux conditions normalisées des huiles usagées.

Les résultats expérimentaux tirés de l'étude de régénération acide/terre adoptée possèdent plusieurs avantages car il est plus rentable par rapport aux autres processus. Ce procédé utilise des matières premières existant en grandes quantités dans notre pays (calcaire et argile). Quel que soit la nature d'huile usagée, la régénération est l'une des méthodes la plus avantageuses pour la récupération des huiles de base. Beaucoup de travaux restent encore à faire, notre prochain travail consiste donc à étudier la caractérisation et valorisation des argiles, des bitumes, des goudrons acides.

Nous savons que l'eau est un mauvais lubrifiant, elle peut donc provoquer des incidents mécaniques. La teneur en eau trouvée expérimentalement d'huile de base obtenue a pour valeur 0,01% et même proche de l'huile neuve (inférieure à 0,3%). Cette valeur est encore inférieure à celle de l'huile usagée de valeur 0,9%. Ces résultats montrent une nette amélioration de la qualité lubrifiante (inexistence de l'eau) de l'huile de base obtenue expérimentalement après régénération selon notre méthode. b) Point d'éclair Le point d'éclair d'huile de base obtenue a pour valeur de 141°C. Cette valeur est supérieure à celle de l'huile usagée de valeur 88°C, et supérieure à celle de l'huile neuve de valeur 125°C. Cette augmentation de point d'éclair est liée à la volatilisation des fractions légères encore présentes dans l'huile de base obtenue.

La récupération des lubrifiants usagés s'avère être une alternative écologiquement et économiquement correcte. Plusieurs alternatives de recyclage ont été utilisées dans le monde pour la récupération, chacune avec ses avantages et ses inconvénients. Parmi les procédés, l'extraction avec des solvants polaires s'avère plus intéressante, car c'est un procédé simple et approprié, étant un moyen adéquat pour protéger l'environnement.

La présente étude visait à déterminer les conditions optimales du processus de clarification des lubrifiants usagés, à l'aide d'argiles naturelles, ainsi qu'à les récupérer pour les réinsérer dans le processus.

Conclusion générale

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

La présente étude vise à déterminer les conditions optimales du processus de clarification des lubrifiants usagés, à l'aide de méthodes physico-chimiques ainsi qu'à les récupérer pour les réutiliser. Nous avons pu montrer que l'huile moteur usagée peut être recyclée en utilisant la méthode acide sulfurique – argile. Cette méthode produit une huile de base comparable à celle produite par les méthodes conventionnelles. Le processus de recyclage est simple, puisqu'il ne nécessite qu'un mélange à température ambiante, une décantation, la centrifugation et enfin le mélange avec d'argile.

Cela indique clairement que l'acide sulfurique n'affecte pas la structure originale de l'huile. En outre, ceci est le plus grand avantage de l'utilisation de l'acide sulfurique dans le recyclage des huiles usées.

Une plus faible quantité d'additifs peut être nécessaire pour l'huile de base recyclée par la méthode acide sulfurique argile-argile en raison de sa faible réactivité avec l'huile usagée.

L'argile est un matériau qui présente d'excellentes propriétés adsorbantes qui peuvent être appliquées pour la clarification des huiles moteur usagées.

L'huile moteur usagée est un matériau très polluant qui nécessite une gestion responsable. L'huile moteur usagée causent des dommages à l'environnement lorsqu'elles sont déversées dans le sol ou dans les cours d'eau, y compris dans les égouts. Il en résulte une contamination des eaux souterraines et du sol. Le recyclage de ces matériaux contaminés permet de réduire les coûts de l'huile moteur. En outre, il a un impact positif significatif sur l'environnement. Une solution à ce problème est la récupération de l'huile de base lubrifiante à partir de l'huile usagée.

Les processus de recyclage utilisant des matériaux non toxiques et rentables constituent une solution optimale.

Ce travail que nous avons mené a commencé par la caractérisation de l'huile moteur usagée afin de savoir à quel point l'huile vierge s'est dégradée et perd ses propriétés.

L'huile vierge se dégrade et perd ses propriétés. Les résultats de la caractérisation de l'huile usagée ont montré que la viscosité cinématique, la densité, le point d'éclair et l'indice de réfraction ont une valeur qui est très différente de celle de l'huile vierge.

La viscosité et la densité ont augmenté à cause de la contamination et de la dégradation.

Le point d'éclair a été réduit en raison des extrémités légères à une valeur de 170 et 168,7°C. De plus, la couleur est passée au noir à cause du carbone et de la suie.

Conclusion générale et perspectives

Sur la base de travaux expérimentaux, il a été constaté que toutes les méthodes éliminaient efficacement les contaminants de l'huile de base lubrifiante usée et restituaient à l'huile une qualité essentiellement équivalente aux huiles produites par des stocks d'huile de lubrification fraîche. La méthode de traitement à l'acide est la deuxième meilleure méthode. La méthode de traitement à l'acide n'est pas coûteuse. Le principal inconvénient du traitement à l'acide est un indice d'acide élevé qui crée une série de problèmes environnementaux.

En se basant sur les résultats d'analyses de ces échantillons prélevés localement, en particulier concernant la viscosité, l'indice de réfraction et le point éclair, nous avons constaté que les caractéristiques de ces échantillons correspondent bien aux conditions normalisées des huiles usagées.

Les résultats expérimentaux tirés de l'étude de régénération acide/terre adoptée possèdent plusieurs avantages car il est plus rentable par rapport aux autres processus. Ce procédé utilise des matières premières existant en grandes quantités dans notre pays (calcaire et argile). Quel que soit la nature d'huile usagée, la régénération est l'une des méthodes la plus avantageuses pour la récupération des huiles de base. Beaucoup de travaux restent encore à faire, notre prochain travail consiste donc à étudier la caractérisation et valorisation des argiles, des bitumes, des goudrons acides.

Nous savons que l'eau est un mauvais lubrifiant, elle peut donc provoquer des incidents mécaniques. La teneur en eau trouvée expérimentalement d'huile de base obtenue a pour valeur 0,01% et même proche de l'huile neuve (inférieure à 0,3%). Cette valeur est encore inférieure à celle de l'huile usagée de valeur 0,9%. Ces résultats montrent une nette amélioration de la qualité lubrifiante (inexistence de l'eau) de l'huile de base obtenue expérimentalement après régénération selon notre méthode. b) Point d'éclair Le point d'éclair d'huile de base obtenue a pour valeur de 141°C. Cette valeur est supérieure à celle de l'huile usagée de valeur 88°C, et supérieure à celle de l'huile neuve de valeur 125°C. Cette augmentation de point d'éclair est liée à la volatilisation des fractions légères encore présentes dans l'huile de base obtenue.

La récupération des lubrifiants usagés s'avère être une alternative écologiquement et économiquement correcte. Plusieurs alternatives de recyclage ont été utilisées dans le monde pour la récupération, chacune avec ses avantages et ses inconvénients. Parmi les procédés, l'extraction avec des solvants polaires s'avère plus intéressante, car c'est un procédé simple et approprié, étant un moyen adéquat pour protéger l'environnement.

RÉSUMÉ

Les huiles lubrifiantes contiennent différents composés d'hydrocarbures, elles sont garnies par un lot d'additifs pour bien améliorer leurs travaux dans différents domaines. Les huiles lubrifiantes de types moteur deviennent noires au cours de leur utilisation, et cela revient à leur dégradation à cause de plusieurs phénomènes, comme l'oxydation, la contamination, ainsi que la corrosion et d'autres. Cette étude a porté sur la caractérisation physico-chimique d'une huile usagée d'un moteur Diesel, et d'une huile moteur usagée essence qui causent des problèmes néfastes sur l'environnement et même sur la santé humaine et la possibilité de récupérer ces huiles par un bon procédé de récupération parmi ceux qui existent, pour ces huiles après leur utilisation qui repose sur plusieurs avantages, soit sur l'environnement ou sur le coût de l'opération et le rendement. L'objectif principal de cette étude est l'analyse des caractéristiques physico-chimiques : densité, viscosité, indice de viscosité, point éclair, indice de réfraction ainsi que les analyses spectroscopiques par infrarouge et l'analyse thermique pour voir les principaux composants et leurs évolutions dans les huiles étudiées. Les résultats obtenus ont bien montré que ces huiles moteur se dégradent rapidement, et ceci est remarquablement affichée par leur couleur noire, ces tests montrent aussi que ces huiles contiennent des contaminants solides qui peuvent être la cause de l'endommagement du moteur.

Le présent travail présente une contribution à la récupération des huiles lubrifiantes diverses techniques physico-chimiques et la compréhension des différentes transformations.

La récupération a été effectuée par plusieurs méthodes et en plusieurs étapes.

Les étapes de la récupération de l'huile sont : le prétraitement, la distillation, l'adsorption des agrégats d'argile, de gel de silice et de talc.

Les résultats des analyses physico-chimiques ont prouvé l'efficacité du traitement des huiles usagées.

Mots-clés : Huile lubrifiante, caractérisations physico-chimiques, dégradation, récupération.

SUMMARY

Lubricating oils contain different hydrocarbon compounds and are filled with a lot of additives to improve their performance in different areas. The lubricating oils of engine types become black during their use, and this is due to their degradation because of several phenomena, such as oxidation, contamination, corrosion and others. This study focused on the physico-chemical characterization of a used diesel engine oil and a used gasoline engine oil that cause harmful problems on the environment and even on human health and the possibility of recovering these oils by a good recovery process among those that exist, for these oils after their use which is based on several advantages, either on the environment or on the cost of the operation and the yield. The main objective of this study is the analysis of the physicochemical characteristics: density, viscosity, viscosity index, flash point, refractive index as well as the infrared spectroscopic analysis and thermal analysis to see the main components and their evolution in the oils studied. The results obtained showed that these motor oils degrade rapidly, and this is remarkably displayed by their black color, these tests also show that these oils contain solid contaminants that can be the cause of engine damage. The present work presents a contribution to the recovery of lubricating oils various physicochemical techniques and understanding the different transformations. The recovery was carried out by several methods and in several stages. The stages of oil recovery are: pretreatment, distillation, adsorption of clay aggregates, silica gel and talc. The results of the physicochemical analysis proved the efficiency of the waste oil treatment.

Keywords: Lubricating oil, physical-chemical characterizations, degradation, and recovery.

ملخص

تحتوي زيوت التشحيم على مركبات هيدروكربونية مختلفة، فهي مليئة بالكثير من الإضافات لتحسين عملها في مجالات مختلفة. تتحول زيوت التزليق من نوع المحرك إلى اللون الأسود أثناء استخدامها، وهذا يرقى إلى تدهورها بسبب عدة ظواهر، مثل الأكسدة والتلوث والتآكل وغيرها. ركزت هذه الدراسة على التوصيف الفيزيائي والكيميائي للزيت المستخدم من محرك ديزل، وزيت محرك البنزين المستخدم الذي يسبب مشاكل ضارة بالبيئة وحتى على صحة الإنسان وإمكانية استعادة هذه الزيوت بعملية استرجاع جيدة بين تلك الموجودة لهذه الزيوت بعد استخدامها والتي تعتمد على عدة مزايا سواء على البيئة أو على تكلفة التشغيل والمحصول. الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو تحليل الخصائص الفيزيائية والكيميائية: الكثافة، اللزوجة، مؤشر اللزوجة، نقطة الوميض، معامل الانكسار وكذلك التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء والتحليل الحراري لمعرفة المكونات الرئيسية وتغيراتها في الزيوت المدروسة. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن زيوت المحركات هذه تتحلل بسرعة، ويتجلى ذلك بشكل ملحوظ من خلال لونها الأسود، كما تظهر هذه الاختبارات أن هذه الزيوت تحتوي على ملوثات صلبة يمكن أن تكون سبباً في تلف المحرك.

يقدم العمل الحالي مساهمة في استعادة زيوت التشحيم تقنيات فيزيائية - كيميائية مختلفة وفهم التحولات المختلفة تم إجراء التعافي بعدة طرق وعلى عدة مراحل. مراحل استخلاص الزيت هي: المعالجة المسبقة، والتقطير، وامتصاص الركام الطيني، وجل السيليكا والتلك. وقد أثبتت نتائج التحاليل الفيزيائية والكيميائية فاعلية معالجة الزيوت المستعملة.

الكلمات المفتاحية: زيت التشحيم، التحليل الفيزيائي والكيميائي، تراجع، استرجاع

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération. Extrait du portail Algérien des ENERGIES RENOUVLABLES. Le recyclage des huiles industrielles usagées : Une activité inexploitée en Algérie. Mai 2015.
- [2] Hidayat, IZZA. Thèse doctorat. contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes. Université Kasdi Marbah de OUARGLA : 10/01/2017.
- [3] Groupe permanent d'étude des marchés de produits divers de l'industrie chimique et parachimique , France .Lubrifiants et produits connexes pour l'automobile. Guide pratique à l'attention des acheteurs publics de lubrifiants et de produits connexes pour véhicule terrestre à moteur thermiques: Collection marchés publics, Edition 2000
- [4] Ministère de l'économie des finances et de l'industrie,. Lubrifiant et produits connexes pour l'automobile : Direction des affaires juridiques, 2000.
- [5] GIRAUD, L. (2000), Modèle prédictif pour le développement d'un système embarqué de vidange des lubrifiants pour transmission, thèse de Doctorat, université de QUEBEC.
- [6] Groupe permanent d'étude des marchés de produits divers de l'industrie chimique et parachimique (GPEM/ CP). (2000), Lubrifiant et produit connexes pour l'automobile,Collection Marchés publics.
- [7] M.Born J.Ayel. lubrifications et fluides pour l'automobile. Paris : Technip, 1998.
- [8] CHAUVEAU, V. (2010), Le pouvoir lubrifiant des nanotubes de carbone, thèse de Doctorat, Ecole centrale de LYON.
- [9] J. DENIS, J. BRIANT, J-C. HIPEAUX. Physico-Chimie des lubrifiants : analyses et essais. Paris : Edition Technip, 1997.
- [10] J.L.Ligier. Lubrification des palier moteur. Paris : Technip, 1997
- [11] CASTROL. ABC du graissage-Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants. switzerland :HC-04/2006.
- [12] F. Audibert. Les huiles usagées : reraffinage et valorisation énergétique. Paris : Technip, 2003.
- [13] ADEME, (Agence De l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie). Recyclage et valorisation énergétiques des huiles usagées, Atouts et faiblesses. Paris 2000.

-
- [14] Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP). Possibilités de recyclage et d'utilisation des huiles usées. 2000.
- [15] Rashid Abro,1 Xiaochun Chen,1 Khanji Harijan, et al, "A Comparative Study of Recycling of Used Engine Oil Using Extraction by Composite Solvent, Single Solvent, and Acid Treatment Methods" Hindawi Publishing Corporation ISRN Chemical Engineering Vol 2013, Article ID 952589,
- [16] Ihsan Hamawand 1, Talal Yusaf 1,* and Sardasht Rafat "Recycling of Waste Engine Oils Using a New Washing Agent" Faculty of Engineering and **Surveying**, National Centre for Engineering in Agriculture, University of Southern Queensland, Toowoomba 4350, QLD, Australia , Energies 2013, 6, 1023-1049; doi:10.3390/en6021023
- [17] sah, A. G., Abdulkadir, M., Onifade, K. R., Musa, U., Garba, M. U.,et al "Regeneration of Used Engine Oil" Proceedings of the World Congress on Engineering 2013 Vol I , WCE 2013, July 3 - 5, 2013, London, U.K.
- [18] R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci. Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide. Laboratoire des fluides industriels, mesure et application, FIMA, Université de Khemis Meliana 2014.
- [19] R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci. Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide. Laboratoire des fluides industriels, mesure et application, FIMA, Université de Khemis Meliana 2014.
- [20] R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci. Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide. Laboratoire des fluides industriels, mesure et application, FIMA, Université de Khemis Meliana. 2014
- [21] M.A. Scapin, '*Recycling of Used Lubricating Oils by Ionizing*', Linking Hub, 2007. 'Online' Available: elservier.com/retrieval/pii/30969806X0700182X
- [22] .Mohellebi F , Harbi N , Hadjoudj.R ,Bouchehou,A , Chitour .C .E., « Etude de la purification d'huiles usagées de type moteur au moyen d'une argile montmoullonitrique » Oil and Gas Science and Technology,Revue de l'IFP,Vol.54,N°3,P.403-418,Edition Technip,1999.
- [23] A. Firasand P. Dumitru, 'Design Aspects of Used Lubricating Oil Rerefining', 2006, 'Online', Available: books.google.com.ng/books?isbn
- [24]. Santos JCO, Santos IMG, Souza AG (2017) Thermal degradation of synthetic lubricating oils: Part II - Rheological study. Petrol Sci Technol 35(6): 535-539.
- [25]. Santos JCO, Santos IMG, Souza AG, Lima LN (2007) Thermal, spectroscopic and rheological study of mineral base lubricating oils. J Therm Anal Calorim 87(3): 639-643.

-
- [26]. Santos JCO, Souza AG, Santos IMG, Sobrinhoc EV, Fernandes VJ, et al. (2004) Thermoanalytical and rheological characterization of automotive mineral lubricants after thermal degradation. *Fuel* 83(17-18): 2393- 2399.
- [27]. D.C.M. Filho, J.B. Ramalho, L.S. Spinelli, E.F. Lucas
Aging of water-in-crude oil emulsions: Effect on water content, droplet size distribution, dynamic viscosity and stability
- [28]. Braga, J.W.B.; dos Santos Junior, A.A.; Martins, I.S. Determination of viscosity index in lubricant oils by infrared spectroscopy and PLSR. *Fuel* 2014, 120, 171–178.
- [29]. Wolak, A.; Krasodonski, W.; Zaj ac, G. FTIR analysis and monitoring of used synthetic oils operated under similar driving conditions. *Friction* 2020, 8, 995–1006.
- [30]. Sejkorova, M. Tribotechnical diagnostics as a tool for effective management of maintenance. *Perner Contacts* 2015, 10, 126–136.
- [31]. Honig, V.; Prochazka, P.; Obergruber, M.; Ku cerova, V.; Mejst rık, P.; Mack u, J.; Bou cek, J. Determination of tractor engine oil change interval based on material properties. *Materials* 2020, 13, 5403.
- [32]. Wakiru, J.M.; Pintelon, L.; Muchiri, P.N.; Chemweno, P.K. A review on lubricant condition monitoring information analysis for maintenance decision support. *Mech. Syst. Signal Process.* 2019, 118, 108–132.
- [33]. Besser, C.; Dorr, N.; Novotny-Farkas, F.; Varmuza, K.; Allmaier, G. Comparison of engine oil degradation observed in laboratory alteration and in the engine by chemometric data evaluation. *Tribol. Int.* 2013, 65, 37–47.
- [34]. Pontes, M.J.C.; Rocha, A.M.J.; Pimentel, M.F.; Pereira, C.F. Determining the quality of insulating oils using near infrared spectroscopy and wavelength selection. *Microchem. J.* 2011, 98, 254–259.
- [35]. Braga, J.W.B.; dos Santos Junior, A.A.; Martins, I.S. Determination of viscosity index in lubricant oils by infrared spectroscopy and PLSR. *Fuel* 2014, 120, 171–178.
- [36]. Pinheiro, C.T.; Rendall, R.; Quina, M.J.; Reis, M.S.; Gando-Ferreira, L.M. Assessment and prediction of lubricant oil properties using infrared spectroscopy and advanced predictive analytics. *Energy Fuels* 2017, 31, 179–187.
- [37]. Sejkorova, M. Application of FTIR spectrometry using multivariate analysis for prediction fuel in engine oil. *Acta Univ. Agric. Silvic. Mendel. Brun.* 2017, 65, 933–938.
- [38]. Corgozinho, C.N.C.; Carvalho, M.M.D.O.; Barbeira, P.J.S. Spectrophotometric and chemometric Determination of the ASTM color of Automotive DIESEL. *Energy Fuels* 2009, 23, 2136–2142.

[39]. Caneca, A.R.; Pimentel, M.F.; Galvão, R.K.H.; daMatta, C.E.; de Carvalho, F.R.; Raimundo, I.M.; Rohwedder, J.J. Assessment of infrared spectroscopy and multivariate techniques for monitoring the service condition of diesel-engine lubricating oils. *Talanta* 2006, 70, 344–352.

[40]. Al-Ghouti, M.A.; Al-Degs, Y.S.; Amer, M. Application of chemometrics and FTIR for determination of viscosity index and base number of motor oils. *Talanta* 2010, 81, 1096–1101.