

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITÉ DE BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés**



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité : Génie chimique**

Intitulé du mémoire

**Régénération des huiles de moteur usagées par traitement  
acide et adsorption**

Présenté par :

Mr. Bennoui Sid Ahmed

Mr. Haleche Salah Eddine Lamine

Encadré par :

Pr. Zermane Faiza

Mr. Zaim Saad

Année universitaire 2020- 2021

## Remerciements

Louange à Dieu le Tout Puissant de nous avoir donné courage, santé, souffle et patience pour accomplir ce travail.

Nous tenons à présenter notre gratitude à notre promotrice **Pr. Zermane** d'avoir accepté l'encadrement de notre travail, mais aussi pour ses conseils si précieux et sa haute bienveillance.

Nos sincères reconnaissances s'adressent à monsieur **Zaim** d'avoir accepté d'être notre co-promoteur dans ce travail. Nous vous remercions monsieur surtout pour votre patience, votre aide ainsi que pour vos judicieux conseils.

Nos plus vifs remerciements s'adressent aux membres de jury d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer notre travail.

Nous souhaitons également remercier nos professeurs de la spécialité pour la qualité d'enseignement qu'ils nous ont prodigué au cours de ses dernières années. Une mention spéciale leurs revient pour cette expérience de vie enrichie qu'ils nous ont apporté.

Hommages respectueux à toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce travail :

- ❖ Aux responsables du groupe **NAFTAL** pour leurs accueils chaleureux.
- ❖ A monsieur **Benameur Hacene** responsable de laboratoire, pour sa gentillesse, sa motivation, et sa grande disponibilité.

Enfin, nous exprimons nos vifs remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

## DEDICACES

---

Je dédie ce modeste travail :

**A Dieu le tout puissant, l'unique, l'éternel, le miséricordieux.**

**A mon père**

Homme de principe, admiré de tous ces semblables pour ses œuvres et son sens humaniste. Durant tout ce temps, tu t'es battu à ce que je ne manque de rien pour mener à bien mes études.

**A ma mère**

Je suis arrivé à ce stade grâce à ta bénédiction et, tes doux et précieux conseils qui m'ont toujours aidé dans la vie. Il n'y a pas assez de mots pour t'exprimer mes sentiments les plus profonds envers toi.

**A ma sœur**

La fraternité est une chose très précieuse qu'il nous convient de consolider et de garder jalousement.

Que le Tout Puissant ALLAH consolide davantage notre grande fraternité et solidarité.

**A mes grands-parents.**

**A mes tantes et oncles et tous mes cousins et cousines.**

**Enfin à tous mes amis (es) et surtout mon binôme Sid Ahmed.**

**Salah Eddine lamine**

# DÉDICACE

*Je dédie ce mémoire A mes chers parents*

*Ma mère et mon père,*

*Pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse,  
leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.*

*À mon frère « **FOUAD** » pour son appui et leur  
encouragement,*

*À toute **ma famille** pour leur soutien tout au long de mon  
parcours universitaire,*

*À ma chère tante **Karima Bennoui** qui m'a préparé le  
gâteau de soutenance,*

*À **Mekdour Fahima**, qui a apporté de la joie dans ma vie  
et qui m'a aidé dans l'impression du mémoire,*

*À mes amis et mes camarades « **SALAH EDDINE  
LAMINE, FAHIMA, CHAIMA, NADJIA** » pour les  
bons moments passés ensemble et à tous mes amis et à  
l'ensemble de la promotion de génie des procédés  
2017/2018,*

*Sans oublier tous les professeurs que ce soit de Primaire,  
du moyen, du secondaire ou de l'enseignement supérieur.*

**BENNOUI SID AHMED**

## ملخص

الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو الحصول على زيت متجدد من أجل إعادة استخدامه بأمان.

تتحول زيوت التشحيم من نوع المحرك إلى اللون الأسود أثناء الاستخدام، وهذا يرجع إلى تحللها بسبب العديد من الظواهر، مثل الأكسدة والتلوث والتآكل وما إلى ذلك. دون أن ننسى الضرر الكبير الذي يلحق بالبيئة والكائنات الحية، يجب بالتالي تجديده.

في هذا العمل الحالي، سوف نرى كيفية تجديد زيت النفايات المتحللة من نوع غير معروف (خليط من الزيت المستخدم) بواسطة حامض الكبريتيك، البنتونيت، المعادل بمحلول هيدروكسيد الصوديوم ومقارنته بالمعالجة بهيدروكسيد الحديد غير المتبلور (HFO) وطين معمدة بالألومنيوم (Mont-Al-CTAB). تم العثور على نتائج مثيرة للاهتمام في حالة العلاج بحمض الكبريتيك. يتم تقليل الرقم الحمضي إلى 0 مجم هيدروكسيد البوتاسيوم / جم من الزيت ويزداد الرقم الأساسي إلى 11.22 مجم هيدروكسيد البوتاسيوم / جم من الزيت. وفقاً لتوصيفات IRTF و DRX و MEB على الحمأة، تم التأكيد على أن الكمية الرئيسية من الكبريت قد تم تحويلها إلى الحمأة. أظهرت النتائج أن عملية التجديد هذه فعالة للغاية، بعد إزالة الملوثات ومنتجات الأكسدة بواسطة البنتونيت.

تظهر نتائج تحليل الزيت المعالج مثل: الكثافة، اللزوجة الحركية، نقطة الصب، نقطة الوميض، مؤشر اللزوجة، إلخ، أن الزيت الذي تم الحصول عليه متوافق باستثناء اللون الذي يظل أسوداً.

**الكلمات المفتاحية:** زيوت التشحيم، تجديد، زيت محرك مستعمل، زيت معالج، بنتونيت، تحلل، حمض الكبريتيك، هيدروكسيد الحديد غير المتبلور (HFO)، طين معمدة بالألومنيوم (Mont-Al-CTAB).

## Abstract

The main objective of this study is to obtain an oil regenerate in order to reuse them safely.

Engine-type lubricating oils turn black during use, and this comes down to their degradation due to several phenomena, such as oxidation, contamination, corrosion, etc., without forgetting its significant damage to the environment and living beings, it must therefore be renewed.

In this present work, we will see how to regenerate degraded waste oil of unknown type (mixture of used oil) by sulfuric acid, bentonite, neutralized by sodium hydroxide solution and compare it by treatment with amorphous iron hydroxides (HFO) and clay bridged by aluminum (Mont-Al-CTAB). Interesting results have been found in the case of treatment with sulfuric acid. The acid number is reduced to 0 mg KOH / g of oil and the base number is increased to 11.22 mg KOH / g of oil. According to the FTIR, XRD and SEM characterizations on the sludge it was confirmed that the major amount of sulfur was shifted to the sludge. The results show that this regeneration process is very efficient, following the removal of contaminants and oxidation products by bentonite.

Analysis results of the treated oil such as: density, kinematic viscosity, pour point, flash point, viscosity index, ... etc., must be normalized or close to normal to say that the oil obtained is compliant.

**Key words:** Lubricants, regeneration, used motor oil, treated oil, bentonite, sulfuric acid, amorphous iron hydroxides (HFO), clay colonnaded with aluminum (Mont-Al-CTAB).

### **Résumé**

L'objectif principal de cette étude est d'obtenir une huile régénérer afin de les réutiliser en toute sécurité.

Les huiles lubrifiantes de type moteur deviennent noirs au cours de leur utilisation, et cela revient à leur dégradation à cause de plusieurs phénomènes, tels que l'oxydation, la contamination, la corrosion, etc., sans oublier ses dégâts importants à l'environnement et les êtres vivants, il faut donc la renouveler.

Dans ce présent travail, on va voir comment régénérer l'huile usagée dégradée de type inconnu (mélange d'huile de vidange) par l'acide sulfurique, la bentonite, neutralisé par la solution d'hydroxyde de sodium et la comparer par traitement par l'hydroxydes de fer amorphe (HFO) et l'argile ponté par l'aluminium (Mont-Al-CTAB). Des résultats intéressants ont été trouvés dans le cas de traitement par l'acide sulfurique. L'indice d'acide est réduit à 0 mg KOH/g d'huile et l'indice de base est augmenté à 11,22 mg KOH/g d'huile. Selon les caractérisations IRTF, DRX et MEB sur la boue on a confirmé que la quantité majeure de soufre a été déplacée vers la boue. Les résultats montrent que ce procédé de régénération est très efficace, suite à l'élimination des contaminants et des produits d'oxydation par la bentonite.

Les résultats d'analyse de l'huile traitée tel que : La densité, la viscosité cinématique, le point d'écoulement, le point flash, l'indice de viscosité...etc., montrent que l'huile obtenue est conforme sauf la couleur qui reste noire.

**Mots clés :** Lubrifiants, régénération, huile moteur usagée, huile traitée, bentonite, acide sulfurique, l'hydroxyde de fer amorphe (HFO), l'argile ponté par l'aluminium (Mont-Al-CTAB).

## Sommaire

Remerciements	
Résumé	
Introduction.....	01
Chapitre 1 : Synthèse bibliographique	
1.1. Généralités sur les huiles des moteurs.....	03
1.1.1. Introduction.....	03
1.1.2. Raffinage du pétrole.....	03
1.1.3. Définition des lubrifiants.....	04
1.1.4. Le rôle de la lubrification.....	04
1.1.5. Le lubrifiant moteur.....	04
1.1.6. Composition et production des huiles de moteur lubrifiants.....	05
1.1.7. Classifications et spécifications des huiles de moteurs automobiles.....	09
1.1.8. Les caractéristiques des huiles des moteurs.....	10
1.1.9. La dégradation des huiles de moteurs.....	13
1.2. Notion de base sur la régénération des huiles.....	14
1.2.1. Les huiles usagées.....	14
1.2.2. Composition des huiles usagées.....	14
1.2.3. La collecte des huiles usagées.....	14
1.2.4. Impacts environnementaux des huiles usées.....	15
1.2.5. Définition de la régénération.....	15
1.2.6. Les procédés de régénération.....	16
1.2.7. Bentonite.....	18
1.3. Les travaux réalisés dans le domaine de régénération des huiles de moteur usagées.....	19
Chapitre 2 : Matériels et méthodes	
2.1. Introduction.....	24
2.2. Présentation de lieu de stage.....	24
2.2.1. Cadre d'étude.....	24
2.2.2. Présentation de NAFTAL Branche Carburants.....	24
2.3. Matériels et méthodes.....	26
2.3.1. Huile traitée.....	26
2.3.2. Méthodes d'analyse et caractérisation de l'huile.....	26
2.3.3. Traitement des huiles usagées par l'acide sulfurique.....	38

2.3.4. Caractérisation de la boue obtenue après traitement d'huile usagée par l'acide sulfurique.....	43
2.3.5. Traitement des huiles usagées par l'hydroxyde de fer amorphe (HFO) et l'argile pontée par l'aluminium (Mont-Al-CTAB).....	46
Chapitre 3 : Résultats et Discussions	
3.1. Introduction.....	49
3.2. Résultats des analyses physico-chimiques du l'huile.....	49
3.2.1. Résultats de la densité.....	49
3.2.2. Résultats de la viscosité .....	49
3.3.3. Résultats de l'indice de viscosité.....	50
3.3.4. Résultats de point d'écoulement.....	51
3.3.5. Résultats de point d'éclair.....	51
3.3.6. Résultats de la teneur en eau .....	52
3.3.7. Résultats de la teneur en soufre.....	52
3.3.8. Résultats de la couleur.....	53
3.3.9. Résultats de l'essai à la tache.....	53
3.3.10. Résultats de l'indice d'acidité totale (TAN).....	54
3.3.11. Résultats de l'indice de basicité totale (TBN).....	54
3.4. Analyses de la boue.....	55
3.4.1. Résultats de l'analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	56
3.4.2. Résultats de l'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	57
3.4.3. Résultats de l'analyse par microscope électronique à balayage (MEB).....	58
Conclusion.....	62
Références bibliographiques	
Annexes	



## Liste des figures

Figure 1.1 : Procédé global de raffinage du pétrole .....	03
Figure 1.2 : Fonctionnement d'une lubrification .....	04
Figure 1.3 : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut.....	05
Figure 1.4 : Principe de composition d'une huile .....	06
Figure 1.5 : Types d'huiles de moteur .....	08
Figure 1.6 : Barre de couleur.....	12
Figure 1.7 : Schéma de tâche des huiles usagées.....	13
Figure 1.8 : Huiles usagées en Algérie.....	15
Figure 1.9 : L'impact des huiles usagées sur l'environnement.....	15
Figure 2.1 : Laboratoire central.....	25
Figure 2.2 : Les produits analysés.....	25
Figure 2.3 : Mesure de la densité.....	27
Figure 2.4 : Densité convertisseur.....	28
Figure 2.5 : Viscosimètre .....	29
Figure 2.6 : Bain thermostaté .....	29
Figure 2.7 : Logiciel de l'indice de viscosité.....	30
Figure 2.8 : Bain de refroidissement.....	30
Figure 2.9 : L'échantillon à la température de congélation.....	31
Figure 2.10 : Appareil de point d'éclair.....	31
Figure 2.11 : Le moment du point d'éclair.....	32
Figure 2.12 : Mélange xylène-huile.....	32
Figure 2.13 : Mesure de la teneur en eau.....	33
Figure 2.14 : Appareil de mesure de la teneur en soufre.....	33
Figure 2.15 : Échantillon de l'analyse de la teneur en soufre.....	34
Figure 2.16 : Résultat de l'analyse de la teneur en soufre .....	34
Figure 2.17 : Colorimètre.....	35
Figure 2.18 : Essai à la tache.....	36
Figure 2.19 : Appareil de titration potentiométrique.....	37
Figure 2.20 : Appareil de titration potentiométrique.....	38
Figure 2.21 : Etapes de processus du traitement.....	38
Figure 2.22 : Filtration sous vide d'huile usagée.....	39

Figure 2.23 : Centrifuge CU-5000 .....	40
Figure 2.24 : Décantation après traitement par l'acide sulfurique.....	41
Figure 2.25 : Les étapes de l'adsorption par la bentonite.....	41
Figure 2.26 : Les étapes de traitement avec l'hydroxyde de sodium.....	42
Figure 2.27 : Distillation.....	42
Figure 2.28 : Diffractomètre à rayons X SmartLab SE.....	44
Figure 2.29 : Les étapes de préparation de boue sous forme poudre.....	44
Figure 2.30 : Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	45
Figure 2.31 : Microscope électronique à balayage QUANTA 650.....	45
Figure 2.32 : Agitateur (Secoueur).....	47
Figure 3.1 : Effet du traitement de l'huile sur la densité.....	49
Figure 3.2 : Effet du traitement de l'huile sur la viscosité .....	50
Figure 3.3 : Effet du traitement de l'huile sur l'indice de viscosité.....	50
Figure 3.4 : Effet du traitement de l'huile sur le point d'écoulement.....	51
Figure 3.5 : Effet du traitement de l'huile sur le point d'éclair.....	52
Figure 3.6 : Effet du traitement de l'huile sur la teneur en soufre.....	52
Figure 3.7 : Effet du traitement de l'huile sur l'indice d'acidité totale (TAN).....	54
Figure 3.8 : Effet du traitement de l'huile sur l'indice de basicité totale (TBN).....	55
Figure 3.9 : Diffractogramme des rayons X de la boue sans identification.....	56
Figure 3.10 : Diffractogramme des rayons X de la boue avec identification.....	56
Figure 3.11 : Spectres IRTF de la boue.....	57
Figure 3.12 : Images MEB montrant la morphologie de la boue.....	58
Figure 3.13 : Analyse élémentaire EDAX de la boue.....	59

## **Liste des tableaux**

Tableau 2.1 : Tableau de quantité de l'échantillon pour la TAN.....	36
Tableau 2.2 : Tableau de quantité de l'échantillon pour la TBN.....	37
Tableau 3.1 : Table des taches de référence de l'ASTM D4740.....	53
Tableau 3.2 : Compositions minéralogiques de la boue.....	59
Tableau 3.3 : Résultats des différents tests réalisés.....	60

## **Abréviations**

**MEC** : Méthyl-éthyle-cétane

**W**: Winter

**SAE**: Society of Automotive Engineers

**API** : American Petroleum Institute

**MIL** : l'armée américaine

**ACEA** : Association des constructeurs Européens d'Automobiles

**CCMC** : Comité des Constructeurs du Marché Commun

**ASTM**: American Society for Testing and Materials

**TAN**: Total Acid Number

**TBN**: Total Base Number

**MEK** : méthyléthylcétone

**IRTF** : Spectrométrie infrarouge à transformée Fourier

**MEB** : Microscope électronique à balayage

**DRX** : Diffractométrie de rayons X

## Introduction

L'industrie pétrolière s'est développée à un rythme très rapide depuis sa création et devenue un élément indispensable de la société, en particulier dans les communautés urbaines [1].

Jusqu'à aujourd'hui le pétrole reste non seulement indispensable en tant que source d'énergie mais aussi comme matière première de la chimie (pétrochimie). Plus de cinq cent produits sont obtenus par raffinage du pétrole brut parmi eux les lubrifiants [2].

Les huiles lubrifiantes sont indispensables pour assurer le bon fonctionnement du moteur, elles sont constituées d'huile de base à laquelle sont ajoutés d'additifs convenablement choisis pour qualifier le lubrifiant à assurer sa fonction. Au plan national, le marché algérien des lubrifiants est de l'ordre de 180.000 tonnes par an, se répartissant comme suit : 75% des huiles moteurs, 19% des huiles industrielles, 3% des graisses et 3% des huiles aviation et marine. La quantité moyenne des huiles usagées récupérées par NAFTAL est de 90 000 tonnes par an, ce qui représente 50% du volume global des lubrifiants [3].

Actuellement la technologie de valorisation des déchets connaît un essor considérable. En particulier la valorisation des huiles de vidange nous permet de contribuer non seulement à la protection de l'environnement de la pollution, mais aussi et surtout à la réutilisation des huiles usées [2].

La présente étude a pour objectif d'étudier la meilleure technique parmi les différentes techniques disponibles pouvant convertir les huiles usagées en huiles propres qui seront réutilisées à nouveau et qui répondront aux exigences énergétiques et environnementales ainsi que l'étude des caractéristiques de cette huile.

Notre mémoire sera divisé en trois chapitres :

- Le premier chapitre consiste à une étude bibliographique sur les huiles de moteur et sur les différents procédés de valorisation,
- Dans le deuxième chapitre expérimental nous allons présenter le lieu de stage, les équipements et les méthodes nécessaires pour réaliser les analyses qui consiste à évaluer les caractéristiques physico-chimiques de l'huile.
- Le troisième chapitre est consacré à la présentation des différents résultats obtenus ainsi que leurs discussions.
- A la fin nous clôturons notre travail par une conclusion générale.

# **Chapitre 1**

## **Synthèse bibliographique**

## Chapitre 1

### Synthèse bibliographique

#### 1.1. Généralités sur les huiles des moteurs

##### 1.1.1. Introduction

Le recyclage des lubrifiants usagés a été pratiqué à des degrés divers depuis les années 1930 et en particulier au cours de la seconde guerre mondiale, lorsque la rareté des approvisionnements adéquats en pétrole brut pendant le conflit a encouragé la réutilisation de tous les types de matériaux, y compris les lubrifiants [4]. De nombreux pays se penchent actuellement sur le problème de la pollution de l'environnement posé par les huiles lubrifiantes usagées [5]. Les huiles usagées peuvent être recyclées en huiles de base ou réutilisées comme combustible (source d'énergie), cela a un grand intérêt dans l'élimination de la pollution et la préservation des réserves de pétrole brut.

##### 1.1.2. Raffinage du pétrole

Les coupes pétrolières brutes obtenue par raffinage sont modifiées par différents procédés (formulation, additivation...) afin d'aboutir aux exigences techniques spécifiées par les normes régissant les carburants et avoir ainsi des produits finis prêts pour la commercialisation.

Le raffinage du pétrole brut Algérien fait ressortir en moyenne 75% de fractions pétrolières obtenues par distillation atmosphérique qui sont principalement : les gaz, les essences, les coupes intermédiaires telles que le kérosène et le gasoil. Les fractions lourdes obtenues par distillation sous vide telles que les résidus marins et les huiles de base, représentent environ 20% (Fig.1.2). Le reste correspond au pourcentage des résidus d'asphaltes qui sont valorisés en bitumes et qui sont de l'ordre de 5%. Cette prédominance des fractions légères est expliquée par la nature du pétrole brut Algérien qui est d'origine relativement légère [6].

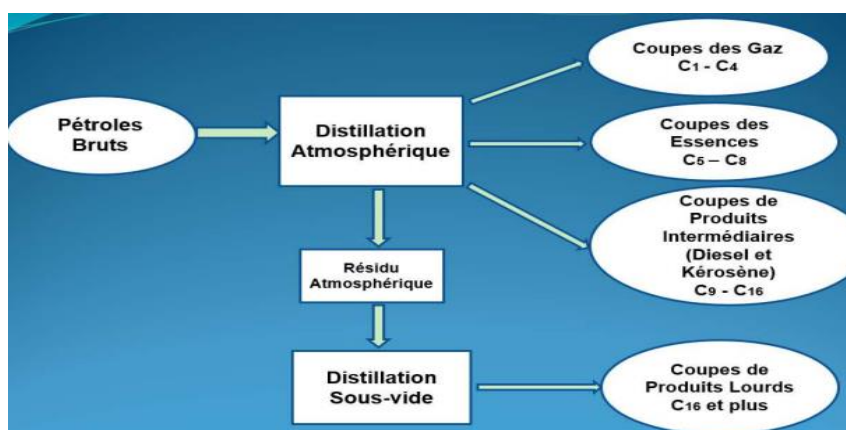


Figure 1.1 : Procédé global de raffinage du pétrole [7]

### 1.1.3. Définition des lubrifiants

Les lubrifiants sont des substances qui servent à adoucir le frottement de deux pièces mobiles en contact, Ils sont obtenus par raffinage des fractions lourdes du pétrole brut. Les lubrifiants peuvent être :

- Liquides ou fluides (huiles),
- Consistants (graisses ou gel de silicone),
- Solides (graphite, téflon) [8].

### 1.1.4. Le rôle de la lubrification

La lubrification à un rôle très importante, les fonctions qu'ils ont sont :

- Participer au refroidissement du moteur [9],
- Évacuation de la chaleur produite par le frottement ou par une source extérieure,
- Protection contre la rouille et d'autres types de corrosion,
- Diminuer l'usure des surfaces en contact,
- Protéger et assurer la durée de vie des mécanismes en mouvement [9],
- Nettoyer les dépôts microscopiques de poussières ou de résidus de combustion qui s'accumulent dans le moteur et qui restent en suspension [10],
- Assurer l'étanchéité du moteur et plus particulièrement des pistons et des cylindres [10].

### 1.1.5. Le lubrifiant moteur

Un moteur est constitué de plusieurs pièces métalliques en mouvement. En frottant les uns contre les autres cela génère de la chaleur en raison de la friction engendrée. Pour que les différents mécanismes puissent perdurer dans le temps il faut que ces derniers soient huilés, c'est à dire qu'il y ait une fine pellicule de lubrifiant entre ses pièces [11].

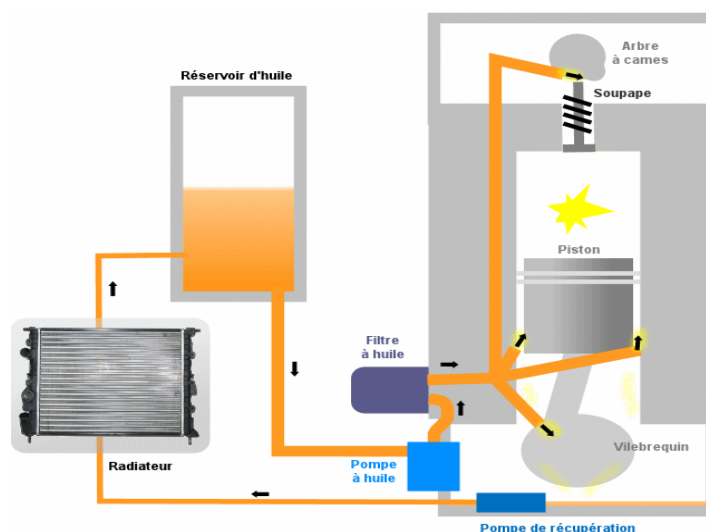


Figure 1.2 : Fonctionnement d'une lubrification [11]



### 1.1.6. Composition et production des huiles de moteur lubrifiants

Toutes les huiles lubrifiantes sont constituées d'un composant principal appelé « base », auquel sont ajoutés des additifs qui confèrent au lubrifiant les propriétés spécifiques requises pour une application donnée.

Les bases pour lubrifiants peuvent être minérales (d'origine pétrolière) ou synthétique [12].

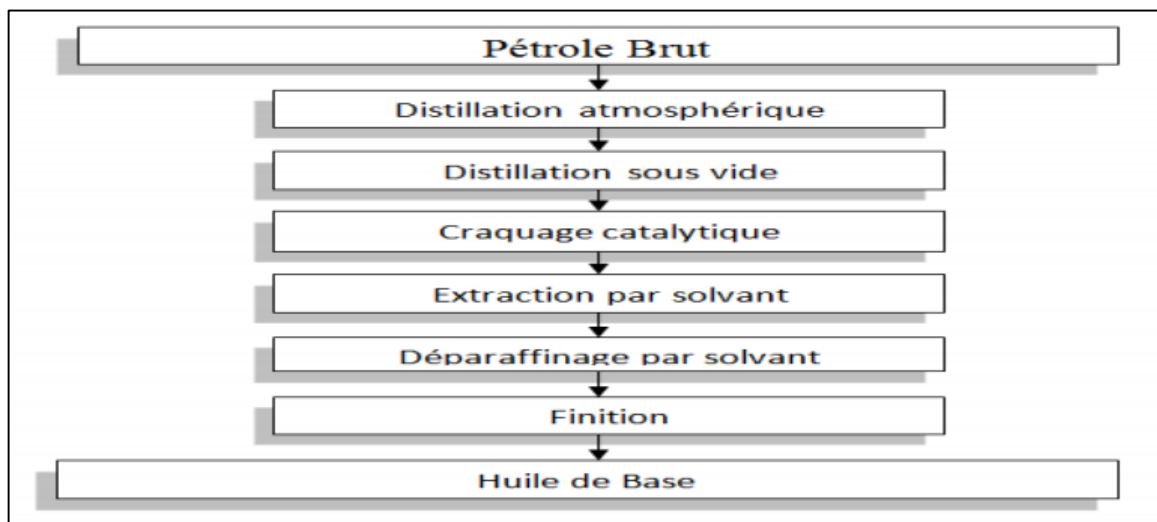
#### A. L'huile de base

Les huiles de base constituent le produit de départ pour la conception d'huiles moteur, l'obtention de cette dernière 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 en utilisant le MEC. 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 [13].

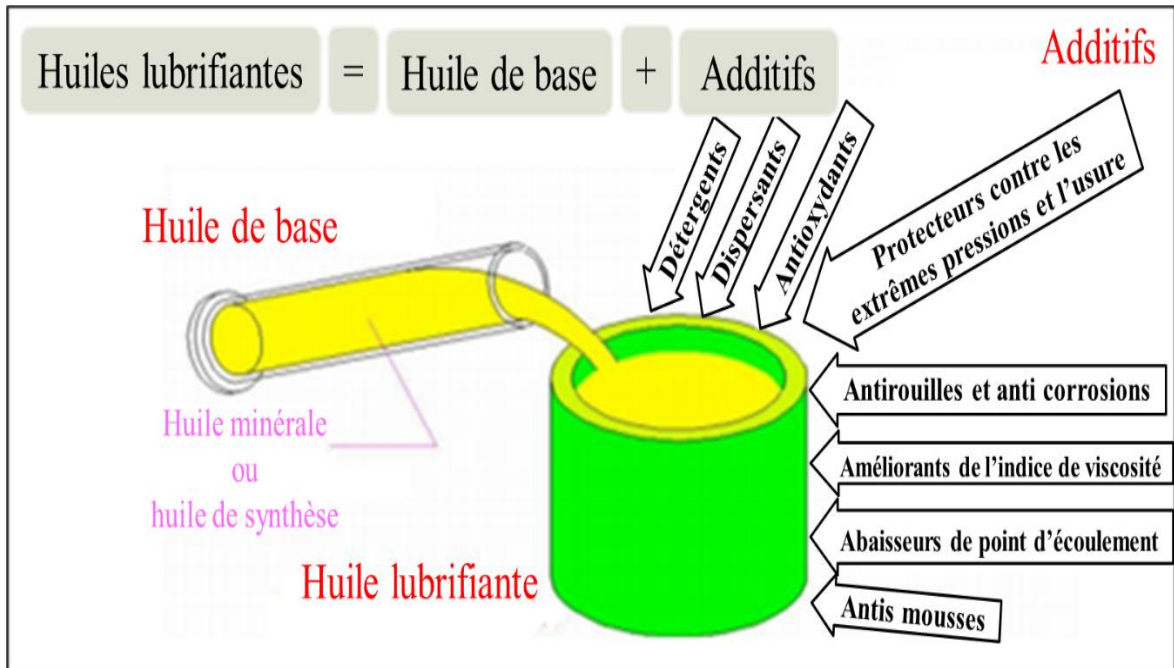


**Figure 1.3 :** Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut

[13]

## B. Les additifs

Les additifs sont très nombreux, ils présentent environ 15 à 25% de la masse totale de l'huile leurs rôles sont d'apporter à l'huile de base des propriétés qu'elle ne possède pas naturellement mais aussi d'améliorer ses propriétés chimiques, et cela afin de prolonger la durée de vie soit du moteur soit de l'huile et d'interdire sa dégradation rapide [9].



**Figure 1.4 :** Principe de composition d'une huile

Il existe plusieurs types des additifs parmi ces additifs on a :

### - Les détergents

Les détergents sont des additifs qui possèdent des propriétés nettoyantes 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 [14].

### - Les dispersants

Ils maintiennent en suspension dans l'huile des impuretés liquides et insolubles dans l'huile, qui se forment principalement pendant la phase d'échauffement dans le moteur. Les dispersants empêchent les particules de poussière de s'agglomérer et donc la formation de boue [15].

Les additifs détergents et dispersants : sulfonates thiophosphonates, phénates, salicylates plus ou moins sur basés, succinimides [12].

#### **- Les antioxydants**

Les hautes températures et le contact avec l'air amènent une oxydation des huiles pouvant altérer la viscosité et provoquer la corrosion, les additifs anti oxydation permettent de supprimer ou de ralentir les phénomènes d'oxydation. Ils contribuent aussi à l'espacement des vidanges par une meilleure tenue. Les familles d'additifs les plus utilisés pour neutraliser les acides sont les dithiophosphates, les phénols substitués et les amines aromatiques [16].

Les additifs antioxydants : phénols substitués, dithiophosphates, dithiocarbamates, amines aromatiques alkylées [17].

#### **- Les protecteurs contre les extrêmes pressions et l'usure**

Le rôle des protecteurs contre l'usure est de réduire le frottement et l'usure entre les organes métalliques du moteur. Ils agissent en séparant les parties métalliques par une couche fine d'additifs. Ainsi que pour les additifs extrêmes pressions qui se compose des molécules organo-soufrés et organochlorés. Ceux-ci créent une réaction superficielle qui empêche le contact métal-métal [15].

#### **- Les antirouilles et anti corrosions**

Les antirouilles et anti-corrosions sont des additifs qui protègent les parties métalliques, ils retardent l'apparition de la rouille qui provient de la corrosion humide. Ils évitent l'altération d'un matériau provenant des gaz de combustion contre la corrosion [14].

#### **- Les améliorants de l'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 [14].

Les additifs de VI (indice de viscosité), pour améliorer l'indice de viscosité : polyméthacrylates, polyacrylates, polymères d'oléfines [12].

#### **- Les abaisseurs de point d'écoulement**

L'action de ces additifs consiste à entraver le processus de croissance des cristaux de paraffines qui se forment dans l'huile aux basses températures. On utilise des polyméthacrylate de faible masse moléculaire et polyacrylates [18].

#### **- Les anti-mousse**

Dans la plupart des applications, les lubrifiants sont agités, ce qui provoque la formation de bulles d'air et de mousse, un moussage excessif de l'huile entraîne des défauts de

lubrification et une oxydation précoce [19]. Le rôle des additifs anti mousses, est la réduction de la tension de surface et les bulles de lubrifiant éclatent lorsqu'elles atteignent la surface du bain d'huile. Les anti mousses : polydiméthylsiloxanes, fluorosilicones, acrylates [17].

### C. Types d'huiles de moteur

Il existe trois grandes familles d'huile de moteur : minérale, synthétique ou semi-synthétique.

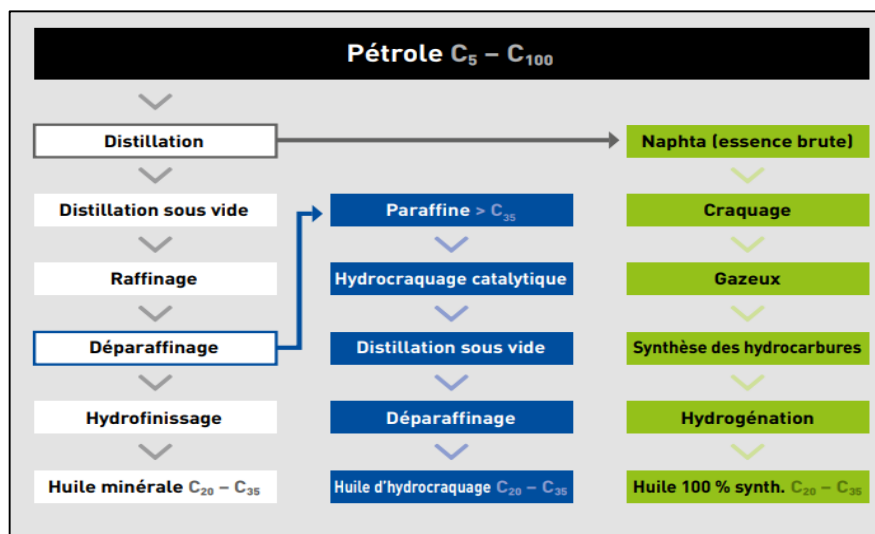


Figure 1.5 : Types d'huiles de moteur [20]

#### - Huile minérale

L'huile de moteur minérale est constituée à partir de pétrole brut. Une fois extrait et acheminé en raffinerie, le pétrole brut subit plusieurs traitements de raffinage afin d'enlever le plus d'impuretés possible. Cette huile est principalement composée d'hydrocarbures (oxygénés ou non) mais peut également contenir des traces de composés tels que du soufre ou de l'azote. Après traitement, l'huile de moteur dite minérale reçoit des additifs lui permettant d'améliorer ses performances [21].

#### - Huile synthétique

L'huile de synthèse peut être créée chimiquement en laboratoire, mais peut également provenir de pétrole raffiné. Le raffinage de l'huile synthétique est plus complexe que celui d'une huile minérale, il inclut entre autres des modifications de la structure des molécules d'hydrocarbure. Les procédés d'obtention de l'huile permettent de garder uniquement les meilleures molécules. De nombreux additifs complètent sa composition. Étant donné sa constitution, l'huile de moteur dite synthétique est considérée comme une huile haut de gamme, plus pure et plus performante que l'huile minérale [21].

## - **Huile semi-synthétique**

L'huile semi-synthétique est un mélange entre huile de synthèse et huile minérale. Le mélange n'est pas fait en proportions égales puisque l'huile semi-synthétique contient au maximum 30 % d'huile synthétique [21].

### **1.1.7. Classifications et spécifications des huiles de moteurs automobiles**

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),
- Classification selon le service (niveau de performance).

#### **A. Classification selon la viscosité (la norme SAE)**

Le besoin d'un système de classification simple pour les huiles moteur au niveau international a fait naître la "Society of Automotive Engineers" ou SAE qui a élaboré un système qui porte son nom. Ce système définit uniquement des catégories de viscosité.

La norme SAE concerne la viscosité, avec deux types d'huile : mono grade et multigrade.

Une huile mono grade n'aura qu'un seul indicateur : SAE 40 par exemple pour une huile été et SAE 20W (toujours par exemple) pour une huile hiver. Une huile multigrade aura deux indices, celui de l'hiver (W) et celui à chaud : 5W40 par exemple.

Ces derniers se réfèrent surtout au pouvoir pour procurer des résultats satisfaisants au démarrage à froid.

#### **B. Classification selon le service**

La classification SAE se réfère seulement à la viscosité, elle ne donne pas une réponse définitive au niveau qualitatif.

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 constructeurs 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 des moteurs. Chacune de ces spécifications, est un ensemble de tests faits en laboratoire, qui étaient sélectionnés pour tester les qualités des lubrifiants examinés.

Les qualités, qui sont considérées à un certain niveau, sont les suivantes :

- Le niveau de détergence ou la propriété, que l'huile possède pour maintenir propres les parties en mouvement, particulièrement les segments de piston mais également tous les autres organes qui sont lubrifiés à une température élevée.
- Le pouvoir dispersant ou la propriété qu'une huile possède qui permet de tenir les impuretés en suspension et de les éliminer lors de la vidange.
- La résistance contre l'oxydation ou la possibilité pour supporter des températures très élevées, sans que l'huile ne se dégrade. La résistance contre l'usure, qui est directement couplée à la durée de vie du moteur.
- Les propriétés antirouille, qui assurent la protection des parties internes, comme par exemple les coquilles de palier.

### 1.1.8. Les caractéristiques des huiles des moteurs

Parmi les nombreuses caractéristiques physico-chimiques qui représentent les huiles, on peut citer :

#### A. Caractéristiques physiques

##### - La 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 [9].

La densité est une grandeur sans dimension donc sa valeur s'exprime sans unité.

$$d = \frac{\text{masse volumique d'huile à une température donnée}}{\text{masse volumique d'eau à } 4^{\circ}\text{C}} \dots\dots\dots \text{Eq.1.1}$$

##### - La viscosité

Il s'agit de la caractéristique essentielle de tout lubrifiant. On mesure le plus souvent la viscosité cinématique, en chronométrant le temps d'écoulement de l'huile dans un tube capillaire calibré. La viscosité varie avec la pression mais l'incidence de la température est plus forte : la viscosité diminue rapidement avec l'augmentation de la température et il existe une abondante littérature sur les équations et les abaques reliant ces deux grandeurs. On peut citer en particulier l'ASTM D 341 [22]. Cette viscosité peut se présenter sous deux formes :

- **La viscosité cinématique (v)** : 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. La viscosité

cinématique est le produit du temps d'écoulement mesuré par la constante d'étalonnage du viscosimètre [23].

$$\nu = C * t \dots \dots \dots \text{Eq.1.2}$$

Avec :  $\nu$  : viscosité cinématique (m<sup>2</sup>/s) ou Stoke (St) ou centistoke (cSt) ; C : constante du viscosimètre ; t : temps en seconde (s).

- **La viscosité dynamique( $\mu$ )** : Caractérise les couches de lubrifiant à frotter ou à glisser les unes sur les autres, c'est aussi le produit de la viscosité cinématique «  $\nu$  » par la masse volumique du fluide «  $\rho$  ».

$$\mu = \nu * \rho \dots \dots \dots \text{Eq.1.3}$$

Avec :  $\mu$  : viscosité dynamique (Pa.s) ;  $\nu$  : viscosité cinématique (m<sup>2</sup> /s) ;  $\rho$  : masse volumique kg/m<sup>3</sup>.

- **Indice de viscosité**

Il s'agit d'un nombre qui est le résultat d'un calcul faisant intervenir la viscosité cinématique à 40 °C et celle à 100 °C, et qui caractérise la capacité du lubrifiant à conserver constante sa viscosité dans une large gamme de température. Cette propriété peut être améliorée par des additifs [22].

- **Point d'écoulement**

Il s'agit de la température la plus basse à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie, sans agitation, dans des conditions normalisées [22]. La température la plus basse à laquelle il coule encore est notée, elle correspond au point d'écoulement [24]. 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 [9].

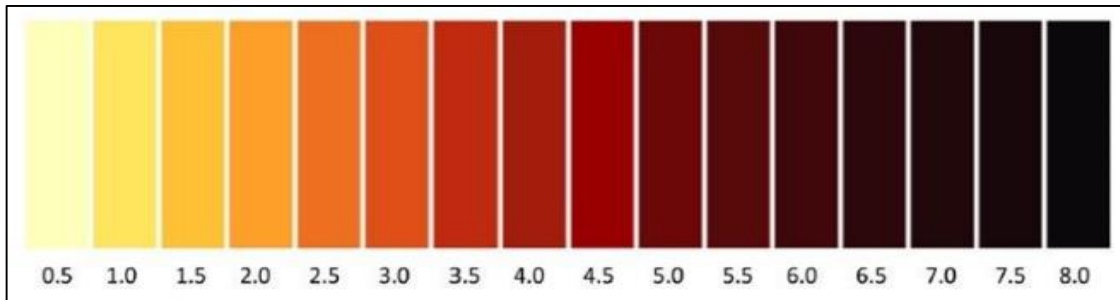
- **Point d'éclair**

Le point d'éclair, c'est la température à laquelle les vapeurs émises par une huile chauffée dans des conditions bien précises et normalisées, s'enflamment au contact d'une flamme et s'éteignent aussitôt [22]. Une présence éventuelle d'eau dans l'huile aura une grande influence sur la valeur du point d'éclair.

- **La couleur**

Elle est déterminée par un colorimètre, équipé d'une série de couleurs numérotés de zéro à huit, du plus clair (blanc) au plus foncé (rouge brun). La couleur d'une huile de base est d'autant plus claire qu'elle est mieux raffinée, mais les additifs assombrissent pratiquement

toujours les huiles de base. Certains même, les noircissent complètement (graphite, bisulfure de molybdène, etc....) [9].



**Figure 1.6 :** Barre de couleur [25]

## **B. Caractéristiques chimiques**

### **- Indice d'acidité totale (TAN)**

L'indice d'acide appelé encore Acid Number (AN) et anciennement Total Acid Number (TAN) est, par définition, le nombre de milligrammes de potasse nécessaire à la neutralisation des acides organiques ou minéraux contenus dans un gramme d'huile (mg KOH/g). Les huiles de base pures de type hydrocarbure ne doivent présenter aucune acidité à l'état neuf. L'apparition d'une acidité ne peut provenir que de leur oxydation, sauf cas exceptionnel de pollution. La mesure de l'indice d'acide est effectuée selon la méthode NF T 60-112/ ISO 6618/ASTM D 974 [26].

### **- Indice de basicité totale (TBN)**

Appelé aussi nombre de basicité totale, actuellement nommé « BN » est une mesure de la basicité. L'indice de basicité a pour but de neutraliser les acides formés dans des gaz de combustion, ou par oxydation [26].

### **- Teneur en eau**

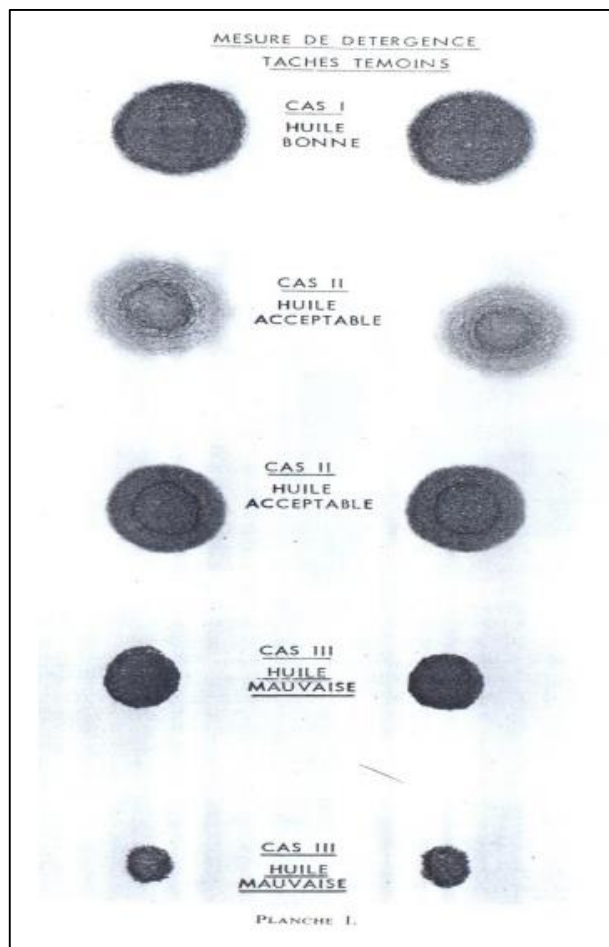
C'est la quantité d'eau contenant dans une huile de moteur lors de son service, et elle augmente en fonction de son usage. L'eau est l'ennemi numéro un des lubrifiants en milieu métallique, elle provient des fuites, de vapeurs émises par l'huile lors de hautes températures, et autres. L'eau cause beaucoup 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 [9].

### **- Essai à la tache**

Il est possible en examinant l'aspect d'une tache sur un papier test. On a trois cas se peuvent se présenter :



- **Le 1<sup>er</sup> cas** : est celui d'une huile ayant une très bonne détergence : sa teneur en matière carbonneuse est proportionnelle à la qualité d'huile usagée (huile usagée moins polluée). L'huile se disperse très largement,
- **Le 2<sup>ème</sup> cas** : est celui d'une huile dont les propriétés détergentes sont moyennes : sa teneur en matière carbonneuse commence à dépasser la limite tolérable des matières carbonneuses dans les huiles usagées. On note une barrière au-delà de laquelle l'huile ne se disperse plus,
- **Le 3<sup>ème</sup> cas** : est celui d'une huile mauvaise : sa teneur en matière carbonneuse est très élevée (à cause de la pollution totale d'huile). L'huile ne se répand absolument pas.



**Figure 1.7** : Schéma de tâche des huiles usagées [27]

### 1.1.9. La dégradation des huiles de moteurs

Lors du fonctionnement moteur, l'huile de lubrification subit plusieurs transformations physico-chimiques dues aux divers phénomènes qui s'y reproduisent. Ces transformations qui font perdre à l'huile les qualités qui lui permettent d'assurer la fonction requise entraînent alors sa dégradation. Les principales origines de la dégradation de l'huile de lubrification sont :

- **La contamination** : C'est toute présence d'éléments polluants dans l'huile,
- **L'intrusion des particules** : Les particules métalliques générées par usure et la poussière,
- **La biodégradation** : Les conditions sévères du fonctionnement moteur favorisent des réactions chimiques notamment l'oxydation qui fait perdre à l'huile sa structure initiale,
- **La consommation d'huile** : La consommation de l'huile par évaporation augmente la concentration des éléments polluants, comme elle peut réduire la quantité d'additifs présents dans le circuit de lubrification [28].

## **1.2. Notion de base sur la régénération des huiles**

### **1.2.1. Les huiles usagées**

Les huiles usagées sont toutes huiles minérales et synthétiques, lubrifiantes ou industrielles, qui sont devenues impropres à l'usage auquel elles étaient initialement destinées, telles que les huiles usagées des moteurs à combustion et des systèmes de transmission, les huiles lubrifiantes, les huiles pour turbines et celles pour systèmes hydrauliques. On distingue deux catégories d'huiles usagées, les huiles noires et les huiles claires. Les huiles noires sont fortement dégradées et contaminées, ce sont des huiles de moteur ou des huiles industrielles. Les huiles claires sont peu contaminées, mais chargées en d'eau et en particules, ces huiles proviennent des transformateurs, des turbines et des circuits hydrauliques [29].

### **1.2.2. Composition des huiles usagées**

Une huile usagée est accompagnée généralement de la présence de :

- L'eau,
- L'essence et le plomb,
- Composés venant de la dégradation partielle des additifs,
- Polymères de composés halogènes et de phénols.

### **1.2.3. La collecte des huiles usagées**

Les huiles usagées sont interdites à les brûler ou les mélanger avec d'autres substances donc la collecte permet de transférer les huiles usagées détenues chez les détenteurs vers les installations de traitement et de régénération [30]. Malheureusement aujourd'hui en Algérie, il n'existe aucune structure professionnelle organisée, agréée et dédiée spécifiquement pour la collecte. Le seul opérateur dans ce domaine est le groupe NAFTAL qui récupère annuellement 18000 tonnes des huiles usagées, qui sont jusqu'à présent exportés vers des marchés internationaux pour un but de régénération.



**Figure 1.8 :** Huiles usagées en Algérie [31]

#### **1.2.4. Impacts environnementaux des huiles usées**

Les huiles usagées qui sont rejetées dans la nature, réduisent l'oxygénation de la faune et de la flore existantes. Un litre d'huile usagée peut couvrir une surface d'eau de 1 000 m<sup>2</sup> !

Les huiles usagées déversées dans les canalisations, peuvent également les boucher et colmater les filtres, donc il est nécessaire de les collecter et les valorisées [32].



**Figure 1.9 :** L'impact des huiles usagées sur l'environnement

#### **1.2.5. Définition de la régénération**

La régénération est un ensemble de procédés permettant le traitement chimique et physique qui éliminent les contaminants et les produits acides d'une huile usagée, elle permet de restaurer les propriétés de l'huile afin d'obtenir un produit présentant quasiment les mêmes propriétés qu'une huile neuve.

La régénération de l'huile de moteur usagée est un processus de recyclage dans lequel l'huile obtenue peut être réutilisée [33].

Le principal moyen de recyclage des huiles lubrifiantes usagées est ce que l'on appelle le raffinage, qui consiste à récupérer l'huile de base d'origine pour être réutilisée dans la formulation de nouveaux produits [34].

### **1.2.6. Les procédés de régénération**

Le processus de la régénération est basé sur les étapes suivantes :

- **Distillation sous vide** : pour la séparation des fractions des résidus lourds,
- **Ultrafiltration** : a pour but d'éliminer les particules solides,
- **Ré-addition** : Pendant le processus, des additifs sont combinés pour obtenir une huile propre avec les caractéristiques souhaitées.

En considérant la quantité d'huile usée produite quotidiennement dans le monde, il est nécessaire de développer les procédés de régénération [33]. Le processus de recyclage des huiles minérales usées a gagné un écart très important dans le contexte de la protection de l'environnement.

Parmi les huiles minérales issues du pétrole, les huiles lubrifiantes ne sont pas entièrement consommées lors de leur utilisation ; il est donc nécessaire d'appliquer un traitement de récupération en vue de leur réutilisation. De plus, la législation environnementale des pays n'autorise leur rejet dans aucun type de sols, rivières, lacs, océans ou réseaux d'égouts.

Le traitement conventionnel a montré certaines difficultés dans le processus de récupération des huiles usées.

Le procédé aux rayonnements ionisants est reconnu dans les traitements d'effluents industriels en raison de sa grande efficacité dans la dégradation des composés organiques et dans l'élimination des métaux dans l'huile de lubrification automobile usagée [35].

L'huile de moteur usagée peut être raffinée par distillation sous vide et traitement par acide [36]. Comme le traitement chimique crée des problèmes environnementaux, la distillation, l'adsorption et l'extraction par solvant ont été proposées comme méthodes alternatives.

Le traitement d'extraction par solvant a fait l'objet d'une attention considérable ces dernières années, car il permet de surmonter les problèmes liés aux boues acides issues du traitement chimique. Le solvant peut être récupéré par distillation, mais le processus de régénération

est coûteux et une énorme quantité de liquide doit être distillée pour séparer l'huile et le solvant.

Récemment, les huiles usagées ont été raffinées par distillation sous vide avec traitement chimique ou adsorption d'argile en raison du faible coût de fabrication [37].

Le choix de la technique de régénération pour obtenir une huile de base est déterminé par la nature des déchets, le coût et les considérations environnementales. Habituellement, des processus mécaniques et physico-chimiques sont nécessaires pour une purification en profondeur.

La méthode physique comprend l'élimination de la saleté, du sable et des particules métalliques. La centrifugation, la décantation et les filtrations sont classées en techniques mécaniques.

En ce qui concerne les techniques physico-chimiques, de nombreuses méthodes avancées telles que la séparation supercritique [38], la pyrolyse par micro-ondes [39, 40] et le procédé catalytique [41] peuvent être utilisées pour éliminer les matières toxiques de l'huile usée. Tous ces procédés présentent des inconvénients importants en raison d'un enlèvement incomplet, de besoins énergétiques élevés et d'une inapplicabilité à l'échelle industrielle. Ces techniques ont également un rendement et une qualité de produit, une construction et un coût d'exploitation différents.

Les caractéristiques de l'huile de base raffinée obtenue par distillation sous vide et extraction par solvant ont montré que ces procédés sont de bonnes techniques pour éliminer les contaminants de l'huile usée et pour améliorer les propriétés souhaitées [42, 43].

La performance du 2-propanol, 1-butanol et méthyl-éthyle-cétone, dans le recyclage des huiles usées a été évaluée expérimentalement [44, 45].

Les résultats montrent que la technique d'extraction par solvant est un procédé efficace de récupération des huiles usagées. Le pourcentage de perte d'huile le plus bas ainsi que les meilleures performances ont été obtenus grâce à l'utilisation de méthyl-éthyle-cétone.

Une extraction par méthyl-éthyle-cétone et n-hexane suivie d'une adsorption sur magnésite donne l'huile d'indice de couleur le plus bas. Ce système utilise cependant deux solvants et nécessite donc deux étapes de récupération de solvant [46, 47].

Il y a un procédé de régénération qu'est basé sur l'extraction de contaminants organiques avec du propane liquide suivie d'une cascade de trois étapes de distillation consécutives (deux dans les conditions atmosphériques et une supplémentaire sous vide). Ce processus fonctionne à l'échelle du plan en Espagne pour récupérer l'huile de base en vue de sa réutilisation [48].

Bien qu'il existe un grand nombre de technologies de raffinage facilement disponibles, les options les plus utilisées industriellement peuvent être classées en trois catégories : procédés d'extraction chimiques, physiques et par solvant [49, 50].

Traditionnellement, les huiles lubrifiantes usagées ont été réaffinées par le procédé chimique acide-argile, qui donne une huile de base de haute qualité de manière économique. Cependant, ce processus a été interrompues car les boues acides générées sont assez toxiques et nécessitent des techniques d'élimination coûteuses [50, 51].

Les techniques de ré-raffinage physique comprennent des procédés de distillation (atmosphérique et sous vide) et une évaporation en couche mince. Ces procédés sont plus respectueux de l'environnement que les procédés chimiques, mais présentent des problèmes de fonctionnement difficiles (encrassement des équipements et réactions de craquage) et nécessitent des traitements de finition pour améliorer la qualité des huiles lubrifiantes obtenues [52, 53].

Les procédés de raffinage par extraction par solvant comprennent une étape de pré-nettoyage pour surmonter partiellement les problèmes associés aux traitements physiques [54]. Ensuite, une opération d'extraction par solvant avec du propane est utilisée pour extraire sélectivement l'huile de base du reste des composants des huiles lubrifiantes usagées, qui est finalement obtenue par distillation à la fois dans des conditions atmosphériques et sous vide. Ce procédé ne nécessite pas de finition supplémentaire et il est compétitif même pour une production à moyenne échelle [52]. De plus, cette technologie est intéressante en termes de conservation de l'énergie et des sources naturelles, car elle permet la récupération de la plupart des huiles de base en vue de leur réutilisation [52, 53].

### **1.2.7. Bentonite**

La bentonite est une argile colloïdale étant essentiellement constituée de montmorillonite (80 %) qui est une argile ce qui explique sa capacité de rétention d'eau car la montmorillonite est un type de smectite particulièrement gonflant.

La bentonite naturelle, est un très bon adsorbant de l'excès d'acide sulfurique contenu dans l'huile après traitement par acide [55].

### **1.3. Les travaux réalisés dans le domaine de régénération des huiles de moteur usagées**

De façon très générale, les différents travaux relatifs à la régénération des huiles de moteur usagées ont mis l'accent principalement sur l'influence de l'acide sulfurique sur les différentes caractéristiques physico-chimiques de l'huile traitée et les différents adsorbants utilisés.

Les premiers travaux relatifs à la régénération des huiles de moteur usagées réalisés par Pearce [56] ont montré que la réutilisation de l'huile lubrifiante comme carburant était devenue une proposition commerciale plus attractive. Compte tenu de l'impact des prix de l'énergie sur la balance des paiements des pays importateurs de pétrole, la réutilisation des matériaux est devenue importante pour contribuer à contenir le déficit des paiements. L'élimination des huiles usagées a suscité des inquiétudes dans de nombreux pays en raison de son impact sur l'environnement.

Dans un autre laboratoire, Mohellebi et al. [57] ont étudié une technique de régénération non polluante, la percolation, dont l'objectif majeur était la suppression de l'emploi d'acide. De ce fait, Ils ont étudié la possibilité d'utiliser la bentonite algérienne pour la purification complémentaire de l'huile de moteur SAE 20 W50 usagée, déshydratée et débarrassée des hydrocarbures légers (l'essence).

L'étude effectuée par El-Fadel et al. [1] décrit les pratiques actuelles de gestion des huiles usagées au Liban et identifie l'étendue des impacts environnementaux négatifs potentiels associés à ces pratiques. Des stratégies pour une bonne gestion des huiles usagées sont ensuite proposées dans le contexte de la perception dominante du public et de la conscience environnementale. Ils ont montré la faisabilité économique du recyclage des huiles usagées en tant qu'option de gestion est examinée, en tenant compte des caractéristiques techniques et socio-économiques propres au pays.

Les recherches de Scapin et al. [35] ont montré que le procédé de rayonnement ionisant qui est renommé dans le traitement des effluents industriels en raison de sa grande efficacité dans la dégradation des composés organiques et dans l'élimination des métaux par l'action des radicaux  $\text{OH}^\circ$ ,  $^\circ\text{H}$ . Les échantillons ont été irradiés avec des doses d'irradiation de 100 et

200 kGy. Détermination des éléments Mg, Al, P, S, Cl, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Se, Mo, Nb, Cd, Sn, Ba, Bi et Pb, avant et après l'irradiation, ont été réalisées par la technique de fluorescence X et le profil organique a été obtenu par spectroscopie infrarouge.

En utilisant l'éthane liquide et supercritique comme solvant pour le recyclage des huiles lubrifiantes usagées Rincon et al. [38] ont pu identifier les meilleures conditions de traitement pour séparer l'huile de base adaptée à la formulation de nouveaux lubrifiants, en évitant la co-extraction de produits d'oxydation et de composés métalliques.

Le travail de Danane et al. [58] consiste en l'analyse et le traitement d'une huile usagée moteur (huiles de vidange collectées par NAFTAL, stockée au port d'Alger). Pour cela, Ils ont réalisé des essais à l'échelle du laboratoire en vue de mettre au point un procédé de raffinage adéquat. En premier lieu, ils ont effectué des analyses comparatives entre l'échantillon prélevé du bac de stockage et une huile neuve produite à la raffinerie d'Arzew. Par la suite, les résultats issus de ces analyses ont aidé à mieux cerner les différentes étapes du procédé de régénération (Prétraitement, élimination des métaux par un agent chimique, traitement de finition par un passage dans la bentonite et la filtration). Finalement, les différentes étapes qu'ils ont effectuées, permis l'élimination de la majorité des impuretés et la régularisation de différents paramètres, ainsi, l'huile obtenue à la fin du procédé est une huile de base prête à l'emploi.

Dans une autre étude, Mazouzi et al. [59] ont traité huile moteur SAE20W50 usées par l'acide sulfurique. Des tests sont effectués sur l'huile traitée tels que : la viscosité, le point d'éclair, le point d'écoulement et la densité. Les résultats des tests ont montré que les caractéristiques de l'huile traitée sont nettement améliorées par rapport à ceux d'une huile usée.

De leur côté Salem et al. [33] ont été initialement produits les adsorbants nano poreux par traitement acide d'argile naturelle. Les effets de certains facteurs importants tels que le type d'acide, la concentration et le temps de séjour ont été évalués sur la structure poreuse de l'adsorbant. Une réduction d'environ  $2,7 \text{ \AA}$  a été observée à distance des couches de montmorillonite due au remplacement des ions hydrogène en présence d'acide sulfurique. Le nombre de nano pores, 12 nm, était préférable pour éliminer les contaminations de l'huile de moteur usée, en fonction du type d'agent d'activation dans le processus de traitement. Les



résultats sont très prometteurs pour la réduction de la teneur en adsorbant lors de la régénération des huiles lubrifiantes usagées.

Pour leur part, Botas et al. [34] ont évalué la performance environnementale et énergétique d'un ré-raffinage et le processus de valorisation des huiles lubrifiantes usagées. Le procédé de régénération proposé est basé sur l'extraction de contaminants organiques avec du propane liquide suivie d'une cascade de trois étapes de distillation consécutives (deux dans les conditions atmosphériques et une supplémentaire sous vide). Ce processus fonctionne à l'échelle du plan en Espagne pour récupérer l'huile de base en vue de sa réutilisation. Toutes les opérations ont été simulées à l'aide d'Aspen Plus 8.6 et des enjeux environnementaux et la performance a été déterminée par l'analyse du cycle de vie, en tenant compte du potentiel de réchauffement planétaire, de la demande d'énergie cumulée, de l'acidification et de la toxicité comme catégories d'impacts. Les résultats montrent que l'ensemble du processus de valorisation génère jusqu'à 363 kg-eq CO<sub>2</sub>/tonne d'huile de base (principalement associé aux besoins de chauffage des distillations) et qu'il consomme 6144 MJ/tonne d'huile de base. La distillation sous vide est le principal facteur d'acidification et de toxicité, en raison des besoins en chauffage et en électricité de la colonne. Ces paramètres ont été comparés pour l'huile de base améliorée et l'huile lubrifiante de raffinerie, et les résultats suggèrent que de grands impacts environnementaux peuvent être réduits en recyclant l'huile.

En travaillant sur la régénération à l'acide sulfurique d'une huile moteur 20w50, Bouzidani et al. [60] ont montré que pour un rapport V Acide/V Huile égal à 1/20 et une température de 45 °C, la viscosité cinématique de l'huile usagée est nettement améliorée.

A la même année, Carolina et al. [61] ont étudié l'élimination des contaminants des huiles de lubrification usagées aux propriétés distinctes par extraction au solvant pour récupérer l'huile de base. 1-butanol et la méthyléthylcétone ont été choisis comme solvants verts. Trois échantillons des huiles de lubrification usagées (classes A, B et C) avec des propriétés sensiblement différentes ont été considérés.

Dans le même contexte et en utilisant le même acide (acide sulfurique) pour traiter l'huile usagé, Medani et al. [62] ont démontré la faisabilité de régénérer l'huile usagée dégradée « CHELIA S TD15W40 » par la bentonite, l'acide sulfurique neutralisé par la solution d'hydroxyde de sodium, en optimisant au maximum la quantité de ces produits chimiques, en évaluant notamment ses propriétés physico-chimiques en amont et en aval du traitement.

A la même année, Rabhi et al. [3] ont traité l'huile avec de l'acide sulfurique et étudié ses caractéristiques. Ils ont montré que le rendement obtenu est 68% et propriétés de l'huile traitée sont assez proches de celles de la nouvelle huile non utilisée, traitée telle que la viscosité (huile traitée 70.96 mm<sup>2</sup>/s et huile nouvelle 103.5 mm<sup>2</sup>/s), le point d'éclair (178°C et 180°C), le point d'écoulement (-10°C et -9.6°C) et la densité (0.8726 et 0.875).

Dans le même axe de recherche, Velasco-Calderon et son équipe [63] ont développé une méthodologie pour l'élimination des boues et ainsi régénéré les propriétés de l'huile synthétique lubrifiante du moteur pour sa réutilisation. Ceci a été réalisé en éliminant les contaminants des déchets de lubrifiant par extraction au solvant. La technique utilisée analyse les diagrammes de phases ternaires des mélanges de solvants avec des déchets de lubrifiant et des déchets de lubrifiant déshydraté pour déterminer les régions qui permettent une élimination maximale des boues humides. La paire de solvants choisie pour créer des diagrammes de phases ternaires avec des déchets de lubrifiant est constituée d'un solvant polaire et d'un solvant non polaire. Les couples de solvants sélectionnés étaient la méthylisobutylcétone et le méthanol avec le toluène en fonction de leur miscibilité avec des déchets de lubrifiant et de leurs valeurs de paramètres de solubilité Hildebrand. Le mélange de solvants des systèmes liquides avec des déchets de lubrifiant correspondant aux points sélectionnés dans les diagrammes de phase ternaire a été centrifugé pour quantifier le pourcentage d'élimination des boues humides pour évaluer l'efficacité du procédé. Les propriétés des lubrifiants récupérés ont été évaluées en effectuant des tests de viscosité et de densité à différentes températures ainsi que le point d'éclair. Les résultats ont été comparés à ceux de l'huile de lubrification usagée et du nouveau lubrifiant.

# **Chapitre 2**

## **Matériels et méthodes**

## **Chapitre 2**

### **Matériels et méthodes**

#### **2.1. Introduction**

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'ensemble de matériels et méthodes utilisés dans notre travail pour identifier les caractéristiques physico-chimiques de l'huile moteur usagées et de présenter les différents procédés de régénération afin d'obtenir une huile de haute qualité.

#### **2.2. Présentation de lieu de stage**

##### **2.2.1. Cadre d'étude**

Ce travail a été effectué au sein du laboratoire central de Naftal branche carburants à l'aéroport d'Alger-Houari Boumédiène et le laboratoire de Chimie Physique des Interfaces de matériaux appliquée à l'environnement Université de BLIDA 1.

##### **2.2.2. Présentation de NAFTAL Branche Carburants**

NAFTAL est une société par action d'un capital social de 40 milliard DA. 100 % des actions sont détenues par SONATRACH dont la mission consiste en la commercialisation et la distribution des produits pétroliers. La branche carburant est l'une des trois branches de NAFTAL. Elle est chargée des activités d'approvisionnement, de stockage et de livraison des carburants aviation (jet-A1 et Avgas 100 LL), marine (gas-oil et fuel-oils) et terre (essence super, normal et sans plomb, gasoil, white spirit) ainsi que les différents types d'huile (lubrifiants, hydrauliques et de transmission) [64]. Les différents services dans cette société sont :

##### **A. Les missions de NAFTAL**

Dans le cadre du plan national de développement économique et social de la commercialisation et de distribution des produits pétroliers et ses dérivés, NAFTAL est chargée en outre de : [65]

- Organiser et développer l'activité de commercialisation et de distribution des produits pétroliers,
- Stocker, transporter et/ou faire transporter tout produit pétrolier commercialisé sur le territoire national (les carburants des GPL, les lubrifiants, des bitumes, des pneumatiques, du GPL, carburant, essence SP, super, gaz, et des produits aviations marines),

- Veiller à l'application et au respect des mesures relatives à la sécurité industrielle et à la sauvegarde de la protection de l'environnement en se mettant en relation avec les organismes concernés, exemple : les huiles usagées,
- Procéder à toute étude de marché en matière d'utilisation et de consommation des produits pétroliers,
- Définir et développer une politique en matière d'audit, concevoir et mettre en œuvre des systèmes intégrés d'information,
- Développer et mettre en œuvre les actions visant à une optimisation rationnelle des infrastructures,
- Veiller à l'application et au respect des mesures liées à la sûreté interne de l'entreprise conformément à la réglementation,
- Enfûtage des GPL et formulation des bitumes.

### **B. Laboratoire central**

Branche carburants, dispose de dix laboratoires situés au niveau des grands centres de stockage des carburants implantés sur tout le territoire national. Elle dispose aussi d'un laboratoire central situé à l'aéroport d'Alger-Houari Boumédiène qui assure le contrôle et la qualité de tous types de carburants et lubrifiants.

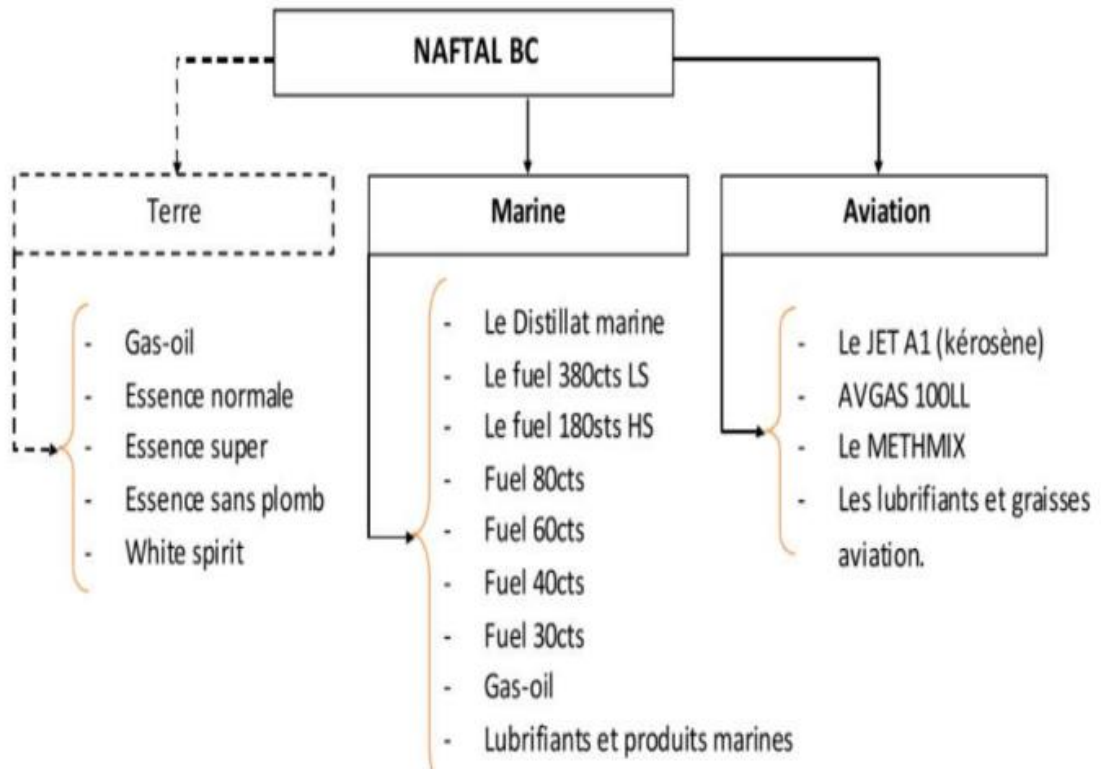
Le « laboratoire central » de la branche carburants a été créé en 1980 dans le but d'assurer une qualité des produits et de favoriser l'élan partenarial entre NAFTAL Branche Carburant et ses clients [66].



**Figure 2.1** : Laboratoire central

### C. Type de produits analysés au laboratoire central de la branche carburant

Le laboratoire central est le seul laboratoire à l'échelle nationale qui effectue les analyses sur tous types de produits (aviation, marine et terre). La figure 2.2 présente ces différents produits.



**Figure 2.2** : Les produits analysés

Pour la branche carburants, environ 95% des essais réalisés concernent les produits aviation et marine dont le JET A1 et le FUEL. Quant aux carburants terre, les essais ne sont effectués au niveau du laboratoire central qu'en cas d'expertise suite à des litiges dans les laboratoires spécialisés dans l'analyse des carburants Terre.

### 2.3. Matériels et méthodes

#### 2.3.1. Huile traitée

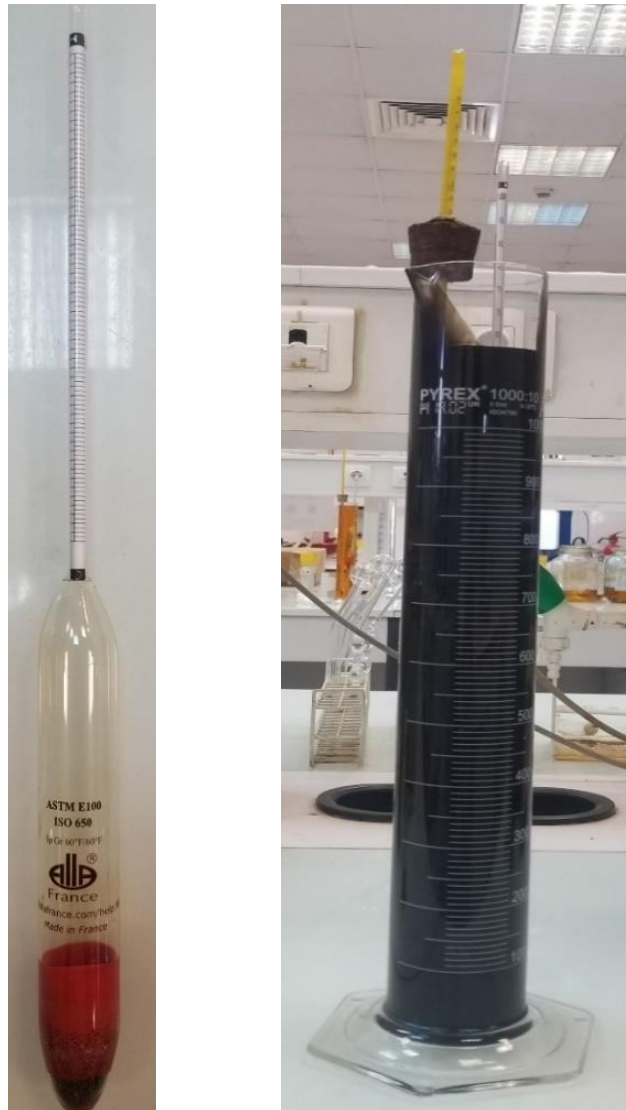
L'huile traitée est un mélange des différents types d'huiles de vidange. Dans les stations de vidange quand l'ouvrier réalise le processus de vidange, il mélange les huiles ensemble dans les cuve de stockage, il ne vide pas chaque huile dans une cuve spécifique.

#### 2.3.2. Méthodes d'analyse et caractérisation de l'huile

##### A. Mesure de la densité

La mesure de la densité de l'huile consiste à suivre le mode opératoire suivant [67] :

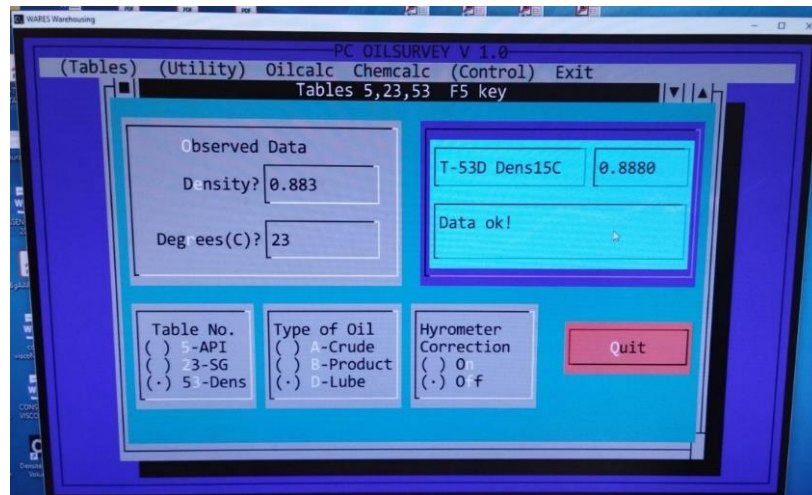
1. Dans une éprouvette de 1000 ml (avec un diamètre interne qui est supérieur à 25 mm) verser l'huile ensuite, plonger l'aréomètre conforme aux spécifications E 100/ ISO 650) et le thermomètre (IP39C / IP64C / ASTM 12C),
2. Laisser le système en repos jusqu'à la stabilisation de la température,
3. Noter la valeur de la densité lue sur le densimètre et la mettre dans le logiciel si la température est différente de 15°C.



**Figure 2.3 : Mesure de la densité**

Le choix du densimètre est en fonction de la densité de cette l'huile à l'état neuf, et comme on a un mélange d'huile, nous avons choisi un densimètre de large gamme pour la lecture de densité.

Nous avons introduit la valeur de la densité lue et la température correspondante dans le logiciel afin d'avoir la densité à 15 °C.



**Figure 2.4 : Densité convertisseur**

## **B. Mesure de la viscosité cinématique**

Pour mesurer la viscosité cinématique de notre huile, nous avons procédé de la manière suivante [23] :

1. Mettre en marche le bain thermostaté et le laisser se stabiliser à la température affichée,
2. Choisir le viscosimètre adéquat pour le test (Table A1 1) voir annexe 1,
3. Charger le viscosimètre et le placer dans le bain,
4. Maintenir le viscosimètre chargé dans le bain, suffisamment longtemps pour qu'il atteigne la température d'essai (30 minutes),
5. Ajuster le volume pour le faire coïncider avec les traits de remplissage,
6. Laisser l'échantillon s'écouler librement, mesurer en seconde à 0,1s près le temps qu'il faut au ménisque pour passer du premier repère de chronométrage au second,
7. Si les deux mesures correspondent à la valeur de déterminabilité indiquée calculer la moyenne de ces deux mesures et utiliser cette valeur pour le calcul de la viscosité cinématique.

Le choix de viscosimètre est fait à partir d'un calcul de la constante selon l'équation citée dans le premier chapitre (Eq.1.2)

Mais comme l'huile est un mélange des huiles de vidange avec des caractéristiques inconnues, nous avons choisi un viscosimètre d'un intervalle suffisamment large.

Nous avons utilisé deux viscosimètres :

1/ Le viscosimètre utilisé c'est celui de la série 350-4802 avec la première constante 0,45986 et la deuxième 0,34060 pour la mesure de viscosité à 40°C.



2/ Le viscosimètre utilisé c'est celui de la série 200-4745 avec la première constante 0,107010 et la deuxième 0,0737 pour la mesure de viscosité à 100°C.



**Série 350-4802**



**Série 200-4745**

**Figure 2.5 : Viscosimètre**



**Bain thermostaté à 40 °C**



**Bain thermostaté à 100 °C**

**Figure 2.6 : Bain thermostaté**

### C. Mesure de l'indice de viscosité

L'indice de viscosité est calculé à l'aide d'un logiciel, nous avons introduit les valeurs de viscosité cinématique à 40 et à 100 °C dans le logiciel pour obtenir l'indice de viscosité.

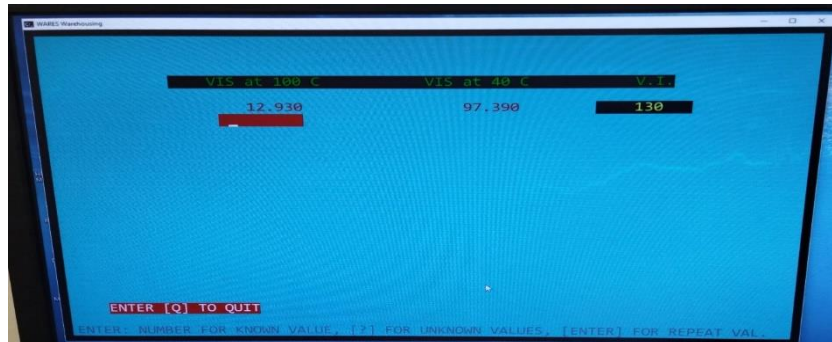


Figure 2.7 : Logiciel de l'indice de viscosité

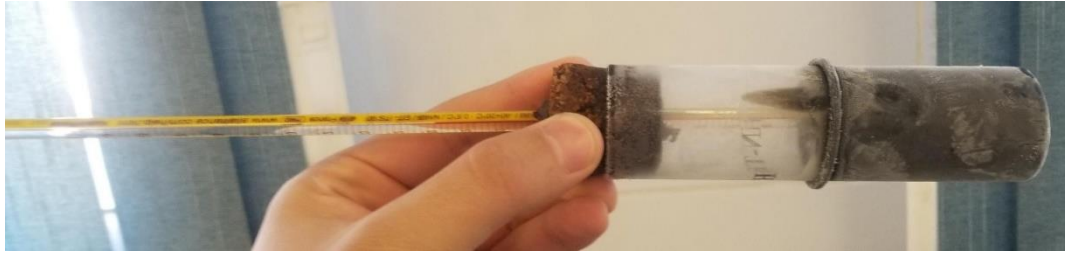
### D. Mesure du point d'écoulement

Le point d'écoulement est mesuré selon les étapes suivantes [24] :

1. Verser l'échantillon dans le tube à essai (cylindrique en verre transparent à fond plat) jusqu'au trait de jauge,
2. Fermer le tube avec son bouchon (en liège, adapté au tube à essai et percer au centre) équipé du thermomètre (ASTM 5C, 6C ou 61C) approprié en fonction du point d'écoulement estimé,
3. Introduire le tube à essai dans la jaquette (en métal, étanche, cylindrique et à fond plat) après l'avoir entouré du joint d'étanchéité (d'environ 5 mm d'épaisseur, adaptable à l'extérieur du tube d'essai),
4. Retirer le tube à essai tous les 3 °C,
5. Quand l'échantillon ne coule plus, maintenir le tube en position horizontal pendant 5 secondes et si l'échantillon ne présente pas des signes d'écoulement après les 5 secondes noter la valeur observée de la température,
6. Le point d'écoulement c'est la température observée plus 3 °C.



Figure 2.8 : Bain de refroidissement

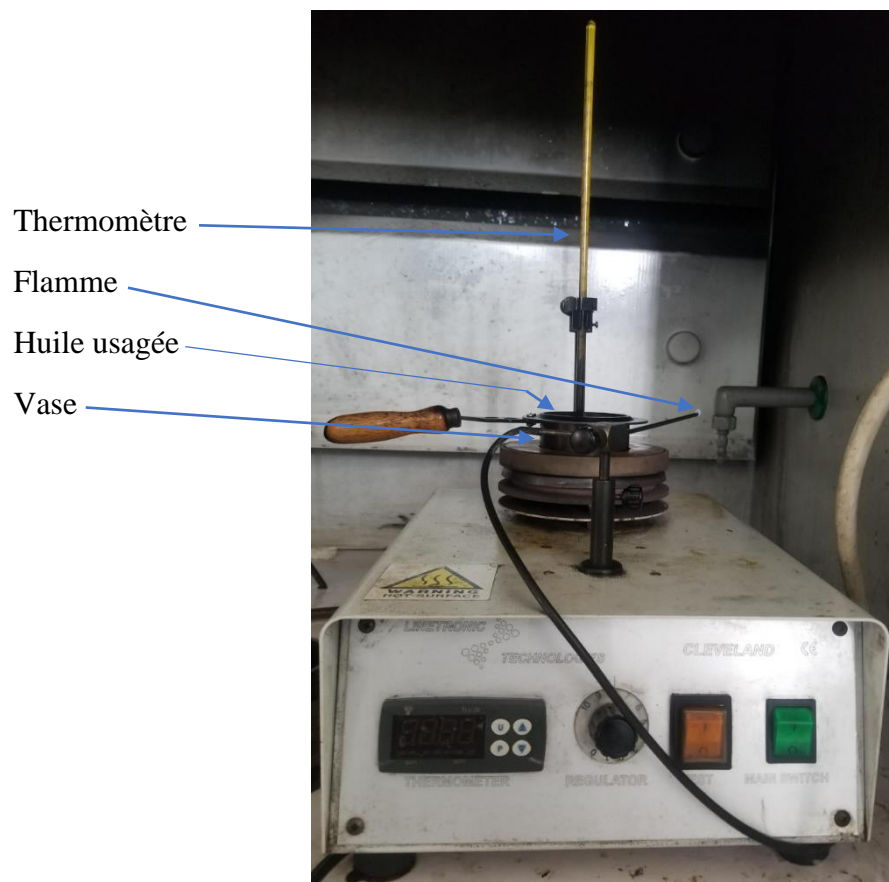


**Figure 2.9 :** L'échantillon à la température de congélation

### **E. Mesure du point d'éclair (vase ouvert)**

Cette analyse est effectuée selon la norme ASTM D92 utilisée pour déterminer le point d'éclair afin d'éviter une explosion pendant le stockage ou le transport du produit, pour cela nous allons suivre le mode opératoire suivant [68] :

1. Nettoyer et sécher le vase et les accessoires avant l'essai. S'assurer qu'il ne reste plus aucune trace du solvant.
2. Remplir le vase jusqu'au trait de jauge.
3. Allumer une petite flamme bleue et chauffer avec un taux de 5, puis on note la température lue sur le thermomètre au début de la vaporisation de l'huile au moment du point d'éclair (un éclair net à l'intérieur du vase d'essai).



**Figure 2.10 :** Appareil de point d'éclair

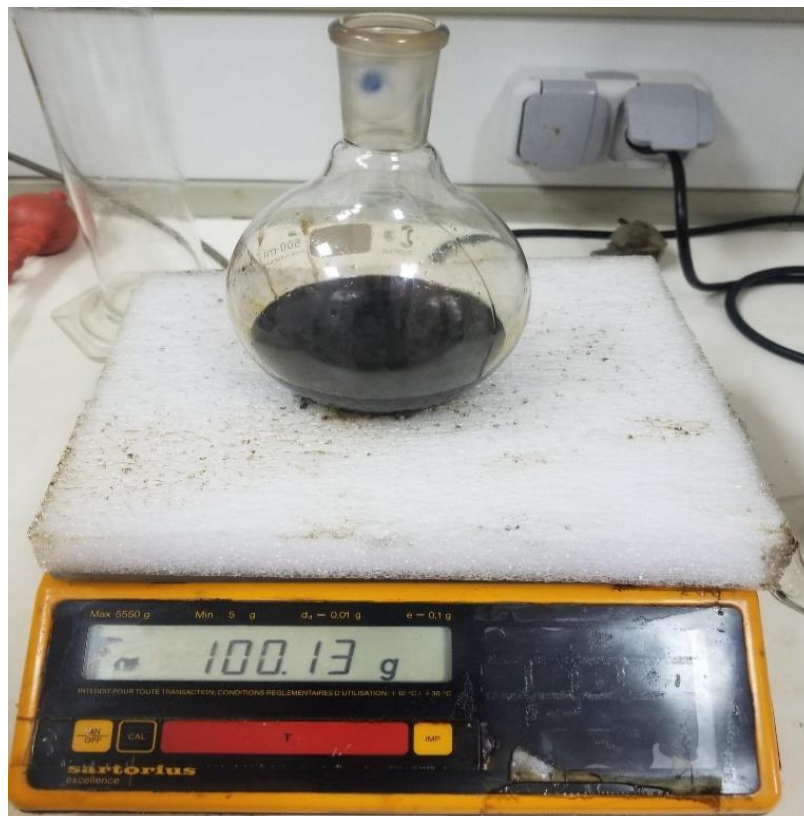


**Figure 2.11** : Le moment du point d'éclair

#### **F. Mesure de la teneur en eau**

Pour mesurer la teneur en eau nous allons suivre le mode opératoire suivant :

1. Dans un ballon versé 50 g de xylène et 50 g d'huile comme indiqué dans la figure 2.11,
2. Mettre le ballon dans un chauffe-ballon,
3. Placer le dispositif pour refroidir la solution comme indiqué dans la figure 2.12.



**Figure 2.12** : Mélange xylène-huile



**Figure 2.13 : Mesure de la teneur en eau**

### G. Mesure de la teneur en soufre

La mesure de la teneur en soufre de l'huile consiste à suivre le mode opératoire suivant :

1. Dans l'appareil X-RAY FLUORESCENCE SULFUR-IN-OIL ANALYZER comme indiqué dans la figure 2.14, introduire l'échantillon comme illustré dans la figure 2.15,
2. Démarrer l'appareil,
3. Après 100 secondes l'appareil affiche les résultats en format papier (imprimé) voir figure 2.16.



**Figure 2.14 : Appareil de mesure de la teneur en soufre**



**Figure 2.15 :** Échantillon de l'analyse de la teneur en soufre

```
**Measure
Date           : 2021/04/07 11:05
CAL Range Set  : 1
CAL Curve #    : 2
Measure Time   : 100 sec
Repeat         : 3 times
Warm Up        : Finished
-----
Seq #: 31
ID :
01/03          0.3092 %
02/03          0.3092 %
03/03          0.3062 %
Average        0.3082 %
(K 0.22330)
STD DEV       0.0018 %
(K 0.00067)
```

**Figure 2.16 :** Résultat de l'analyse de la teneur en soufre

## H. Mesure de la couleur

Pour mesurer la couleur de notre huile, nous avons procédé de la manière suivante [69] :

1. Remplir deux éprouvettes avec de l'eau sur une hauteur d'au moins 50mm, dans le cas où on utilise un colorimètre à deux voies, ou encore trois éprouvettes si on utilise un colorimètre à trois voies,  
Placer une éprouvette dans le compartiment destiné à l'échantillon et les autres dans les compartiments correspondant aux verres étalons. Allumer la source de lumière artificielle et vérifier que les intensités lumineuses sont égales dans tous les compartiments quand les verres étalons ne sont pas en place,
2. Placer une éprouvette remplie d'eau distillée sur une hauteur d'au moins 50 mm, dans le compartiment du colorimètre à travers lequel les verres étalons de couleur seront observés. Placer l'éprouvette contenant la prise d'essai dans l'autre compartiment. Couvrir les éprouvettes avec le cache pour les mettre à l'abri de toute lumière extérieure,
3. Allumer la source de lumière et comparer la couleur de la prise d'essai avec celles des verres étalons. Si l'on utilise un colorimètre à trois voies, la prise d'essai doit se situer entre le disque de verre de couleur plus foncée le plus proche et celui de couleur plus claire le plus proche. Si l'on utilise un colorimètre à deux voies, sélectionner le disque

de verre dont la couleur correspond le mieux avec celle de la prise d'essai. Si cela est impossible, utiliser le disque de verre qui a la couleur plus foncée la plus proche.



**Figure 2.17** : Colorimètre

### **I. Mesure de l'essai à la tache**

L'essai à la tache est mesuré selon les étapes suivantes [27] :

1. Chauffer 50 ml de l'échantillon à 90 °C pendant 20 min afin d'assurer la fluidité de l'échantillon,
2. Bien agiter,
3. Préchauffer la tige en verre en la plongeant dans l'échantillon et agiter environ 20 secondes. Retirer la tige et laisser couler la première goutte dans l'échantillon puis faire tomber la seconde goutte sur le papier (papier chromatographique ou papier filtre whatman N°2) test qui est positionné horizontalement dans l'étuve chauffée à la température 100 °C,
4. Sécher le papier test dans l'étuve maintenu à la T° 100 +/-2°C pendant 01 heure. Le papier test doit être placé et soutenu de manière à empêcher la partie test de toucher une surface quelconque,
5. Après une heure, retirer le papier test de l'étuve. Se mettre à la table de référence et comparer la tache ayant un aspect qui se rapproche le plus. Si la tache de l'échantillon se trouve entre deux taches consécutives, considérer la tache de plus grand numéro.

**Remarque** : Ignore toutes différences pouvant apparaître en matière d'aspect brune, couleur, taille.



**Figure 2.18 :** Essaie à la tache

### J. Mesure de l'indice d'acidité totale (TAN)

Cette analyse est effectuée selon le mode opératoire suivant [70] :

1. Dans un bêcher de 250 ml verser une quantité de l'échantillon 5 g (voir tableau ci-dessous),

**Tableau 2.1 :** Tableau de quantité de l'échantillon pour la TAN

TAN présumé	Poids de l'échantillon (g)	Précision de la pesée
0,05 à < 1,0	$20 \pm 2,0$	0,10
1,0 à < 5,0	$5,0 \pm 0,5$	0,02
5 à < 20	$1,0 \pm 0,1$	0,005
20 à < 100	$0,25 \pm 0,02$	0,001
100 à < 260	$0,1 \pm 0,01$	0,0005

2. Ajouter 100 ml du solvant TAN (5 ml toluène, 495 ml propan-2-ol et 5 ml d'eau distillée) et placer le bêcher dans le titreur et bien mélanger,
3. Immerger l'électrode à moitié dans le bêcher en présence de l'échantillon et du solvant en agitant avec un aimant magnétique,
4. Remplir la burette avec une solution de KOH alcoolique à 0,1mol/l, et le placer dans la position de titration et s'assurer que la pointe de la burette est plongée à 25mm dans le liquide du récipient,
5. Appuyer sur << entrer >>. Puis entrer la valeur de la pesée de l'échantillon puis appuyer une deuxième fois sur entrer,
6. Après la fin du test, préserver la moitié inférieure de l'électrode dans une solution électrolyte de chlorure de lithium.





**Figure 2.19 :** Appareil de titration potentiométrique

**K. Mesure de l'indice de basicité totale (TBN)**

Pour mesurer l'indice de basicité totale (TBN) nous allons suivre le mode opératoire suivant [71] :

1. Dans un bêcher verser une quantité d'échantillon (3g), calculée selon le TBN présumé,

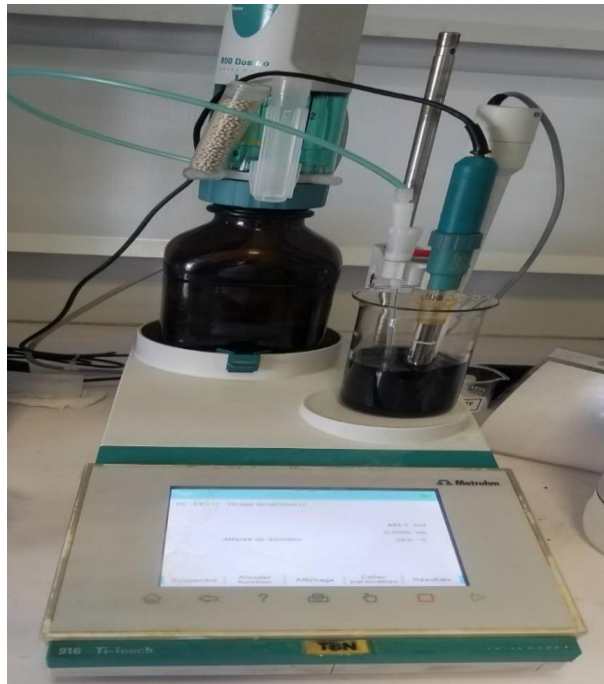
$$\text{Poids de l'échantillon (g)} = 28 / \text{TBN présumé} \dots\dots\dots \text{Eq.2.1}$$

**Tableau 2.2 :** Tableau de quantité de l'échantillon pour la TBN

Poids de l'échantillon (g)	Précision de la pesée
5 à 10	0,02
1 à 5	0,005
0,25 à 1,0	0,001
0,1 à 0,25	0,0005

2. Ajouter 120 ml du solvant TBN (mélange d'un volume d'acide acétique glacial et de deux volumes de chlorobenzène), placer le bêcher dans le titreur et bien mélanger,
3. Rincer l'électrode combinée avec le solvant, puis le nettoyer avec de l'eau distillée, et le rincer deuxième fois avec le solvant,
4. Immerger le plus possible l'électrode dans le bêcher qui de l'échantillon et le solvant.
5. Ajuster l'appareil pour voir des résultats en millivolt,
6. Remplir la burette avec une solution de HClO<sub>4</sub> 0,1 N, et la placer dans la position de titration. Prenez soin que l'électrode est immergée en dessous du niveau de la surface du liquide dans le bêcher,

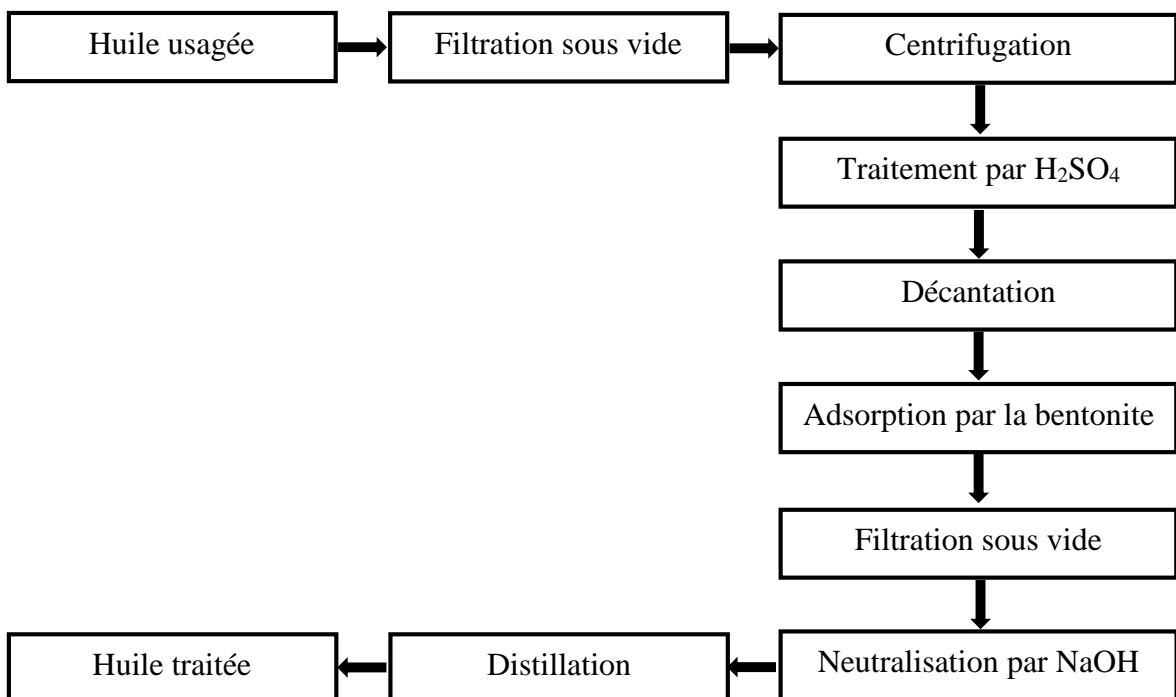
7. Appuyer sur << entrer >>. Puis entrer la valeur de la pesée de l'échantillon puis appuyer une deuxième fois sur entrer,
8. Laisser l'électrode dans l'eau lorsqu'elle n'est pas utilisée.



**Figure 2.20 :** Appareil de titration potentiométrique

### 2.3.3. Traitement des huiles usagées par l'acide sulfurique

Le traitement de l'huile usagée par l'acide sulfurique a été effectué selon les étapes représentées sur la figure 2.21



**Figure 2.21 :** Etapes de processus du traitement

**Remarque :** On va faire des analyses de l'huile en amont et en aval du procédé pour comparer ses caractéristiques physico-chimiques.

### **A. Filtration sous vide**

Avant de soumettre l'huile usée à un traitement à l'acide, l'huile subit une filtration pour éliminer les impuretés, telles que les copeaux métalliques, sable, poussière, particules et micro impuretés. Cela est réalisé à l'aide d'un entonnoir filtre, ensuite une pompe à vide est reliée à une fiole conique erlenmeyer à filtration sous vide dans lequel l'entonnoir est fixé à l'aide d'un bouchon en caoutchouc [59].



**Figure 2.22 :** Filtration sous vide d'huile usagée

### **B. Centrifugation et décantation**

Parmi les procédés mis en œuvre pour le traitement mécanique de liquides, la centrifugation et la décantation sont basées sur la différence de densité des phases en présence de forces liées à ces deux phénomènes, la force de gravité et la force centrifuge.

La centrifugation permet de séparer :

- Deux phases liquides,
- Une phase solide en suspension dans une phase liquide,
- Deux phases liquides contenant une troisième phase solide.

Et pour la décantation, la séparation se fait par la différence de densité entre les deux phases liquides et solides.

Le mode opératoire suivi pour faire la centrifugation est le suivant :

Une fois l'huile est dans le rotor de la centrifuge, on le fait tourner à 3000 tours/min pendant 30 min. Après la centrifugation, laisser le mélange hétérogène en attendant que les constituants se séparent spontanément.



**Figure 2.23** : Centrifuge CU-5000

### **C. Traitement par l'acide sulfurique**

L'huile est un mélange d'hydrocarbures saturés, ces hydrocarbures ne réagissent avec aucuns composants à une température ordinaire. Mais s'ils sont portés à haute température, ils subissent la réaction de craquage avec formation d'alcènes donc des hydrocarbures non saturés contient des doubles liaisons  $C=C$ .

Les molécules contenant de telles doubles liaisons réagissent avec l'acide sulfurique en forment de nouvelles molécules d'acides sulfoniques. S'il y a beaucoup de ces doubles liaisons dans les mêmes molécules, elles prennent une couleur brune de plus en plus foncées.

Le traitement par l'acide sulfurique consiste à :

1. Mettre l'huile dans un bécher et ajouter 10 % en volume d'acide sulfurique,
2. Agiter le mélange pendant 1 heure à 40 °C pour faciliter l'agitation,
3. Mettre le mélange dans une ampoule de décantation et laisser la repose pendant 48 heures,
4. Récupérer la boue du fond de l'ampoule et l'huile c'est la partie supérieur (il y'a une phase qui a la même couleur mais pas la même viscosité).



**Figure 2.24 :** Décantation après traitement par l'acide sulfurique

#### **D. Traitement par adsorption par la bentonite**

L'utilisation de la bentonite après traitement par acide, permet l'adsorption de l'excès d'acide sulfurique présent dans l'huile.

La méthode de travail consiste à :

1. Ajouter la bentonite à 20% de la masse de l'huile récupérée après la filtration.
2. Agiter pendant 1h.
3. Laisser décanter 24h dans un b cher.
4. R cup rer l'huile par filtration pour  liminer toute la bentonite.



**Figure 2.25 :** Les  tapes de l'adsorption par la bentonite

## E. Neutralisation par l'hydroxyde de sodium

L'étape de neutralisation par l'hydroxyde de sodium consiste à :

1. Verser 30 g de NaOH dans un bécher contenant 100 ml d'eau distillée sous la hotte à cause des vapeurs et de la chaleur dégagée.
2. Ajouter la solution de NaOH dans l'huile.
3. Agiter pendant 2h.
4. Laisser décanter pendant 24h.



**Figure 2.26 :** Les étapes de traitement avec l'hydroxyde de sodium

## F. Distillation

Pour séparer l'eau de l'huile, on procède à la distillation qui s'effectue selon les étapes suivantes :

1. Verser l'huile dans un erlenmeyer à l'aide d'un entonnoir en verre,
2. Placer l'erlenmeyer au bas d'un dispositif de distillation simple,
3. Allumer les circuits de réfrigération de l'appareil,
4. Allumer la plaque chauffante et fixer à une température qui ne dépasse pas les 100°C avec l'agitation pour éliminer le barbotage,
5. Récupérer l'eau dans un bécher.



**Figure 2.27 :** Distillation

### **2.3.4. Caractérisation de la boue obtenue après traitement d'huile usagée par l'acide sulfurique**

Plusieurs caractérisations (DRX, IRTF et MEB) ont été effectuées afin d'évaluer l'efficacité de traitement à savoir :

#### **A. Diffraction par rayon X (DRX)**

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. Cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement des atomes constitutifs de façon périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels.

Cette méthode est basée sur le phénomène de diffusion cohérente des rayons X par les couches électroniques des atomes. Ainsi donc, chaque espèce cristalline donne un diagramme de rayon X spécifique. La longueur d'onde de ces rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances interatomiques (quelques angströms), les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, on va donc avoir un flux important de photons X, ou au contraire un flux très faible ; ces variations selon les directions forment le phénomène de diffraction X [72].

#### **Principe**

Les faisceaux de Rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon dans lequel ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux, conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace. C'est ce signal qui est collecté par le détecteur, et tracé sous forme d'une courbe (diffractogramme) qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction.

Pour faire cette caractérisation nous allons suivre le mode opératoire suivante :

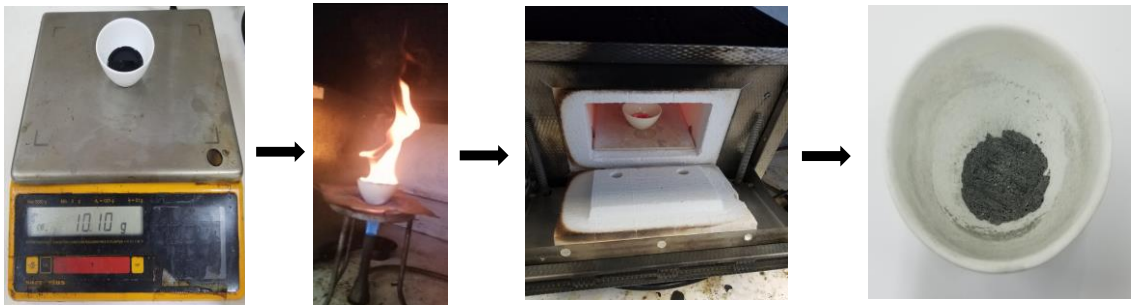
1. Préparation d'échantillon sous forme d'une poudre.
2. Aplanir la poudre dans une coupelle.
3. Envoyer les rayons X sur l'échantillon.
4. Un détecteur mesure l'intensité des rayons X selon la direction.



**Figure 2.28 :** Diffractomètre à rayons X SmartLab SE

### **Les étapes de préparation de la boue sous forme d'une poudre**

1. Peser 10 g de boue,
2. Mettre les 10 g dans un creuset,
3. Mettre le creuset dans un bec benzène et laisser jusqu'à la disparition de la flamme,
4. Mettre le creuset dans un four de calcination à 750° C pendant 1h.



**Figure 2.29 :** Les étapes de préparation de boue sous forme poudre

### **B. Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)**

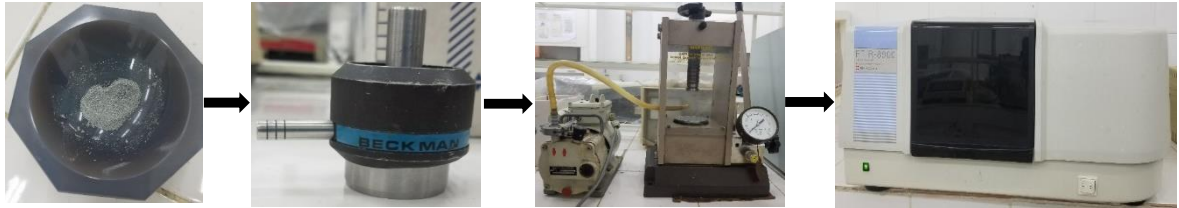
L'analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une méthode qui complète bien celle de la diffraction des rayons X. Cette technique est sensible aux énergies de vibration des liaisons moléculaires. Elle constitue une méthode d'analyse des environnements locaux quel que soit l'état physique du système étudié [72].

Les spectres d'absorption ont été réalisés à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier de type « SHIMADZU FTIR-8900 ».



Pour réaliser cette analyse nous allons suivre les étapes suivantes :

1. Mélanger la poudre de la boue avec le bromure de calcium (70% CaBr + 30% poudre),
2. Mettre l'échantillon dans le moule pastille,
3. Mettre le moult dans la pastilleuse,
4. Mettre l'échantillon sous forme de pastille dans le spectromètre infrarouge à transformée de Fourier.



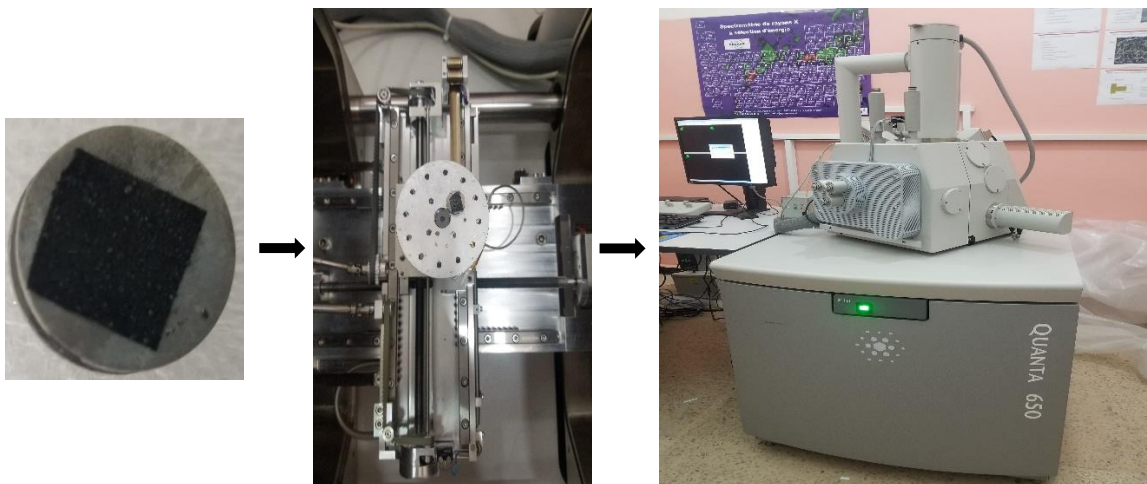
**Figure 2.30** : Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

### C. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'obtenir des informations sur la morphologie des poudres et des grains. Le principe de cette technique est basé sur la forte interaction entre les électrons secondaires émis et rétro diffusés qui permettent de reconstituer l'image de l'objet [72]. L'appareil utilisé est un microscope de type QUANTA 650.

Pour faire cette analyse nous allons suivre le mode opératoire suivant :

1. Mettre le stup (colle en carbone) dans un support en aluminium,
2. Mettre l'échantillon sur le stup,
3. Mettre le support dans l'appareil.



**Figure 2.31** : Microscopie électronique à balayage QUANTA 650

### **2.3.5. Traitement des huiles usagées par l'hydroxyde de fer amorphe (HFO) et l'argile pontée par l'aluminium (Mont-Al-CTAB)**

#### **A. Préparation d'hydroxyde de Fer amorphe (HFO)**

L'hydroxyde de fer amorphe  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , désigné par HFO, a été synthétisé selon le protocole de Schwertmann et Cornell [73]. La préparation consiste à dissoudre lentement, sous agitation et bullage d'azote, 60 g de pastilles NaOH dans 500 ml d'une solution de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  0,5 M [72].

La séparation solide-liquide est réalisée directement par décantation. Après élimination du surnageant, lavages répétés à l'eau bi-distillée et centrifugations, le résidu solide obtenu est séché dans une étuve à 25 °C. Après broyage, la poudre est récupérée dans un flacon sombre et protégée contre d'éventuelles contaminations par les produits organiques [73, 74].

#### **B. Préparation d'argile pontée par l'aluminium (Mont-Al-CTAB)**

La solution pontante CTAB est préparée en titrant la solution de chlorure d'aluminium (0,5M  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) par des solutions d'hydroxyde de sodium (NaOH, P.a.-Fluka) de concentrations égales à 0,22 M.

Le titrage est effectué avec un débit discontinu égale à et  $1,5 \text{ ml} \cdot \text{mn}^{-1}$ . Durant le processus de polymérisation, l'homogénéisation de chaque solution intercalant est réalisée à l'aide d'un agitateur rapide et puissant muni d'une tige en verre afin d'éviter les sur-alcalinités locales de solution. Celles-ci pourraient, en effet, déclencher la formation des précipités d'aluminium  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

Les différentes conditions de préparation de ces solutions pontantes sont respectivement les suivantes :

- Rapport molaire :  $\text{OH}/\text{Al} = 1,8$ .
- Concentration finale :  $[\text{Al}]_f = 0,1 \text{ mole} \cdot \text{L}^{-1}$ .
- Temps de vieillissement : CTAB (48 heures) [72].

#### **C. Les étapes de traitement**

Pour réaliser le traitement nous allons suivre les étapes suivantes :

- Prenez 10 bouteilles de même forme et ajouter 50 ml d'huile,
- Ajouter 1g de HFO à 5 bouteille et 1g d'argile ponté dans le reste des bouteilles (1g pour chaque bouteille),
- Mettre les bouteilles dans un agitateur universel comme montrer dans la figure 2.31 pendant 1h, 2h, 4h, 8h et 24h (2 bouteilles pour chaque durée).



**Figure 2.31 : Agitateur (Secoueur)**

# **Chapitre 3**

## **Résultats et discussions**

## Chapitre 3 Résultats et Discussions

### 3.1. Introduction

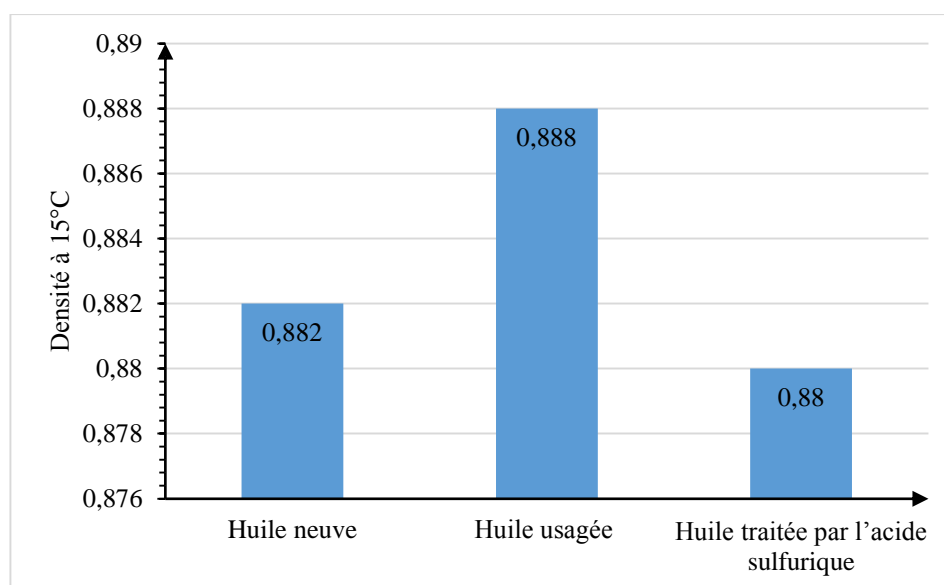
Ce chapitre, vise à présenter les résultats expérimentaux des analyses faites sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile usagée, afin d'avoir amélioré ces propriétés et comme l'huile traitée est un mélange des huiles de vidange on a choisi NAFTILIA VP Super 15W40 pour faire la comparaison des résultats avant et après le traitement dans le but de vérifier leurs conformités.

### 3.2. Résultats des analyses physico-chimiques de l'huile

Les résultats de la caractérisation de notre huile sont donnés comme suit :

#### 3.2.1. Résultats de la densité

Les résultats de la densité obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté dans la figure suivante :

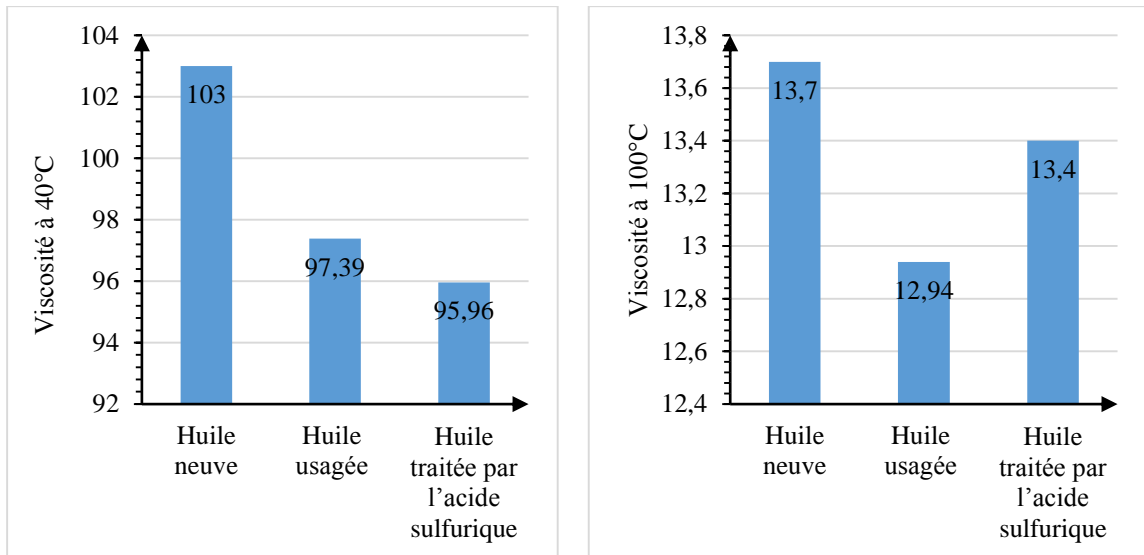


**Figure 3.1** : Effet du traitement de l'huile sur la densité

La densité d'une huile contaminée pourrait être inférieure ou supérieure à celle de son lubrifiant vierge en fonction de la nature de la contamination. La densité de l'huile usagée est supérieure à celle de l'huile neuve, et à celle de l'huile traitée. On remarque une diminution de la densité de l'huile traitée par l'acide sulfurique qui s'approche de la valeur typique d'une huile neuve.

#### 3.2.2. Résultats de la viscosité

Les résultats de la viscosité obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté dans la figure suivante :



**Figure 3.2 :** Effet du traitement de l'huile sur la viscosité

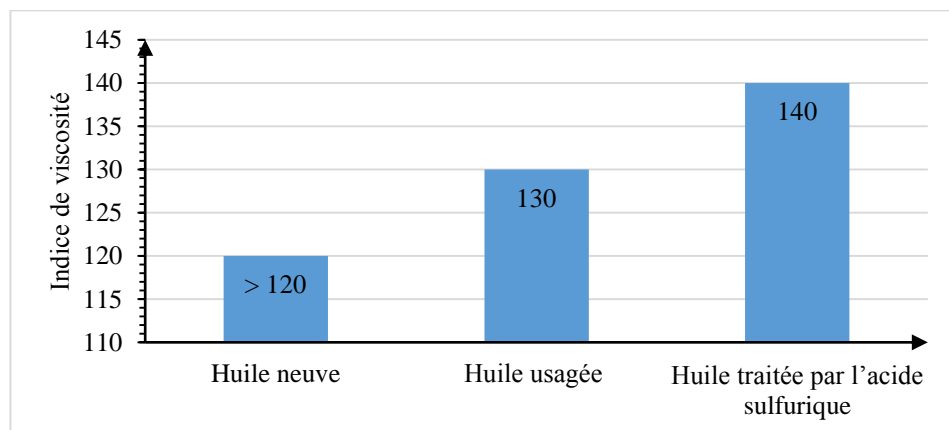
D'après la figure 3.2 nous pouvons constater une diminution dans la viscosité à 40°C et une augmentation à 100°C, cette diminution pouvant être due à un début de dégradation des additifs où probablement à cause d'une dilution de l'huile avec du carburant léger et l'augmentation de la viscosité peut se produire en raison de l'oxydation ou à cause d'une contamination par des éléments insolubles [35].

Le résultat de l'essai de viscosité montre que l'huile usagée a perdue plus de sa viscosité. Cependant, le traitement a presque ramené l'huile à sa viscosité d'origine.

En effet, plus l'huile à une température basse plus elle est épaisse, et plus la température est élevée plus l'huile est fluide.

### 3.3.3. Résultats de l'indice de viscosité

Les résultats de l'indice de viscosité obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté par la figure suivante :



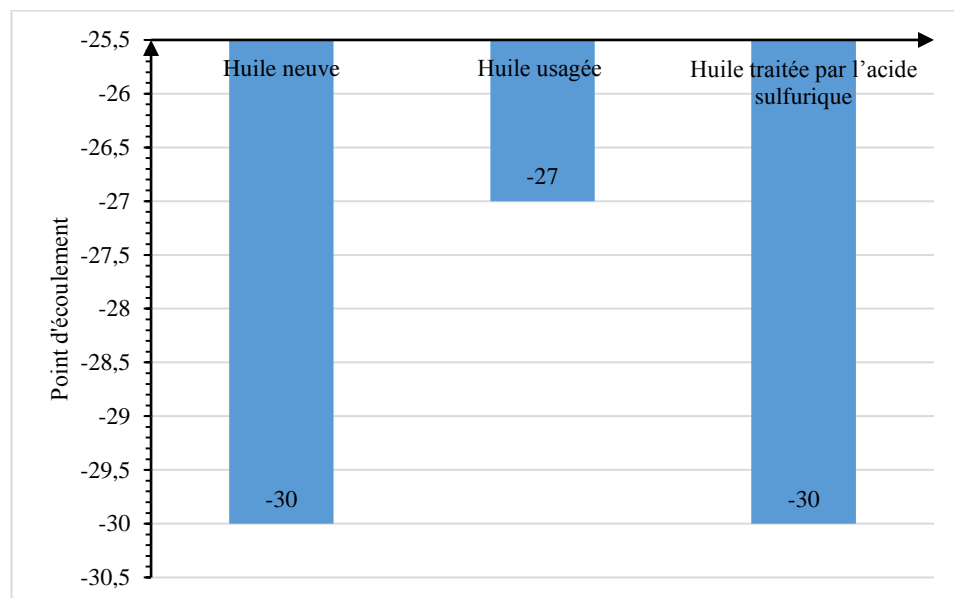
**Figure 3.3 :** Effet du traitement de l'huile sur l'indice de viscosité

On remarque que l'indice de viscosité de l'huile usagée est au-dessus du minimum d'une huile neuve et après le traitement l'indice de viscosité est amélioré. L'indice de viscosité de l'huile moteur en service diminue, ce résultat est dû à la dégradation des additifs et les polymères qui améliorent l'indice de viscosité. Il est à noter que l'huile devient très sensible au gradient de température.

La décroissance de l'indice de viscosité par rapport à la norme peut être expliquée due à une dégradation des polymères, par cisaillement mécanique, ou par coupure thermique ou thermo-oxydante [9].

### 3.3.4. Résultats de point d'écoulement

Les résultats de point d'écoulement obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté dans la figure suivante :

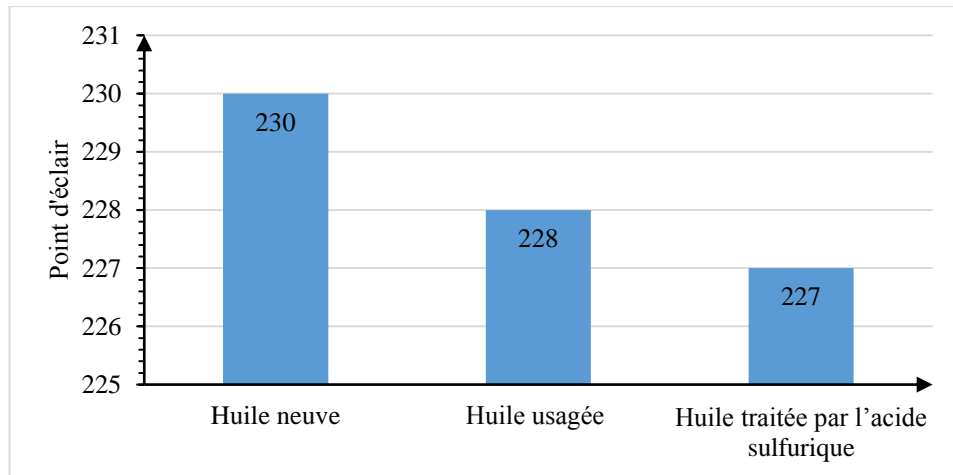


**Figure 3.4 :** Effet du traitement de l'huile sur le point d'écoulement

A partir des résultats obtenus, on constate que pour les huiles usagées la température de solidification, et la formation des premiers cristaux est supérieure par rapport à la norme (huile neuve), donc une augmentation de température, cela est dû à la dégradation des additifs contenu dans l'huile usagée [75]. La méthode de traitement par l'acide sulfurique s'est révélée efficace en comparant le point d'écoulement de l'huile traitée à celle d'une huile neuve (Figure 3.4).

### 3.3.5. Résultats de point d'éclair

Les résultats de point d'éclair obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté dans la figure suivante :



**Figure 3.5 :** Effet du traitement de l'huile sur le point d'éclair

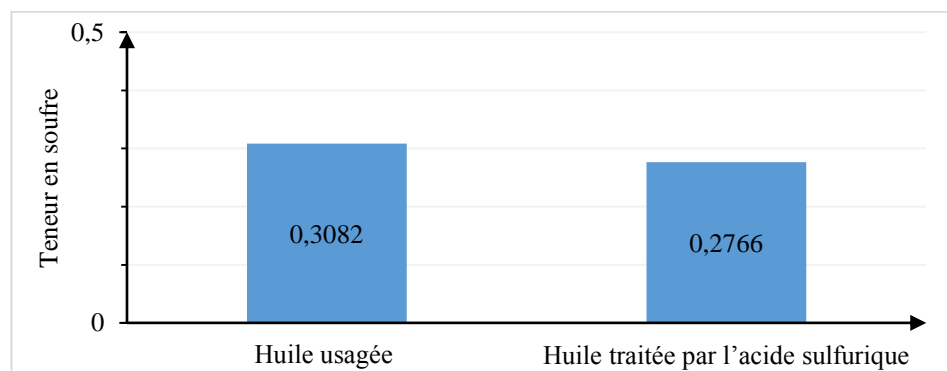
D'après les résultats obtenus, on ne voit pas une grande différence entre le point d'éclair de l'huile neuve et l'huile usagée, et après traitement il y a une diminution, mais cette diminution est négligeable et ne peut pas affecter son fonctionnement. La diminution de la valeur du point d'éclair de l'huile usagée résulte 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, comportant des fractions légères [76]. Le point d'éclair de l'huile traitée est acceptable en comparaison avec celui d'une huile neuve.

### 3.3.6. Résultats de la teneur en eau

La présence de l'eau dans les lubrifiants en grandes quantités (>0,5 %vol) est indésirable et influence sa densité et conduit à la dégradation rapide des composants de moteur. D'après les résultats obtenus, les valeurs de la teneur en eau de l'huile usée et l'huile traitée sont dans la norme ISO 3734 (<0,5 %vol).

### 3.3.7. Résultats de la teneur en soufre

Les résultats de la teneur en soufre obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté dans la figure suivante :



**Figure 3.6 :** Effet du traitement de l'huile sur la teneur en soufre



Le soufre est l'ennemi numéro 1 pour les moteurs, les atomes de soufre entrant dans le moteur ressortent sous forme de dioxyde de soufre et de sulfate (une partie des poussières), le seul remède est de réduire au maximum la teneur en soufre.

D'après les résultats obtenus on constate une diminution de la teneur en soufre (0,3082-0,2766).

### 3.3.8. Résultats de la couleur

Le paramètre couleur est utilisé principalement comme un critère pour contrôler le degré de raffinage d'une huile usée. A force la couleur de l'huile est clair, cela veut dire qu'elle est mieux raffinée, mais le vieillissement de cette dernière la rend plus foncée à cause de dégradation des additifs et la présence importante de matières carbonneuse [77].

L'huile est faite d'hydrocarbures saturés, ces hydrocarbures ne réagissent avec aucuns composants à une température ordinaire. Mais s'ils sont portés à haute température, ils subissent la réaction de craquage avec formation d'alcènes donc des hydrocarbures non saturés contient des doubles liaisons C=C. S'il y a beaucoup de ces doubles liaisons dans les mêmes molécules, elles prennent une couleur brune de plus en plus foncées.

La couleur de l'huile après traitement par l'acide sulfurique, par l'hydroxyde de fer amorphe (HFO) et par l'argile pontée par l'aluminium (Mont-Al-CTAB) n'a donné aucun résultat.

### 3.3.9. Résultats de l'essai à la tache

Pour connaître le numéro de la tache, nous comparerons notre tache (figure 2.18) à l'aide du tableau suivant :

**Tableau 3.1 :** Table des taches de référence de l'ASTM D4740

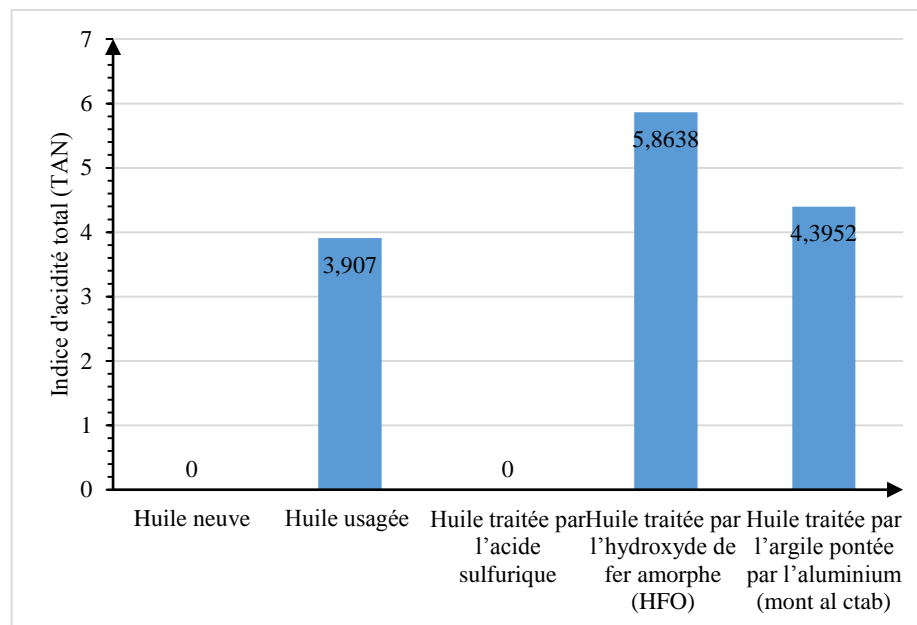
Numéro de la tâche	Référence caractérisant des dispositifs
1	Tache homogène (absence d'anneau intérieur).
2	Anneau intérieur légèrement défini.
3	Anneau intérieur fin et bien défini, toute fois légèrement foncé que l'arrière-plan.
4	Anneau intérieur clairement définit, plus épais que celui de la tache No.3 par référence et quelque plus foncé que dans arrière-plan.
5	Des particules solides très foncés ou pratiquement toute une surface de solides au centre. La zone centrale est beaucoup plus foncée que l'arrière-plan.

D'après la figure 2.18 numéro de la tache est 1.

D'après les résultats obtenus et quel que soit le type de l'huile usagée ou traitée, on observe une tache homogène, c'est le cas d'une huile ayant une très bonne détergence sa teneur en matière carbonneuse est proportionnelle à la qualité d'huile usagée (huile usagée moins polluée). L'huile se disperse très largement.

### 3.3.10. Résultats de l'indice d'acidité totale (TAN)

Les résultats de l'indice d'acidité totale (TAN) obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté dans la figure suivante :



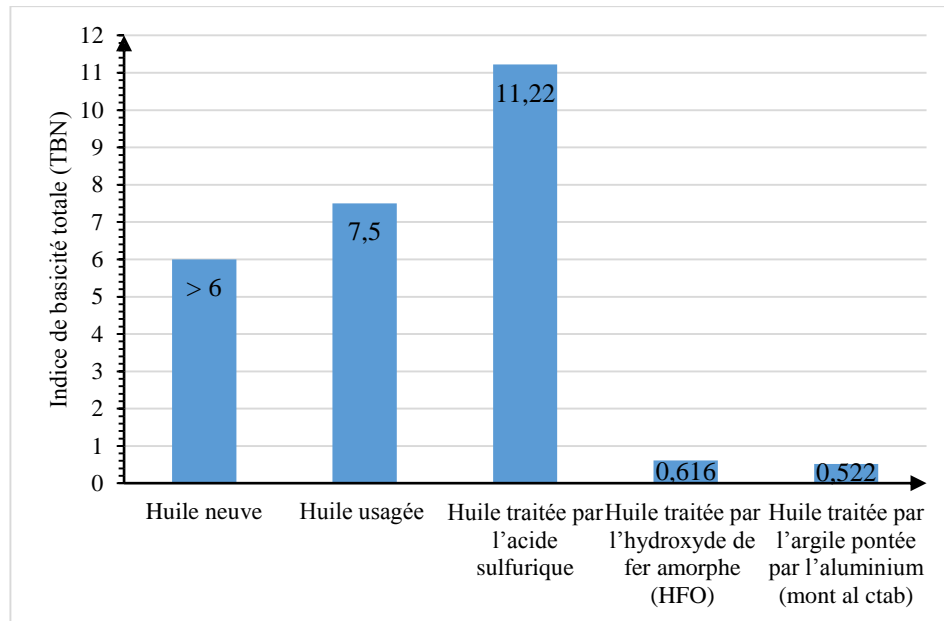
**Figure 3.7 :** Effet du traitement de l'huile sur l'indice d'acidité totale (TAN)

La mesure des acides est importante pour les lubrifiants car un lubrifiant contenir une concentration élevée de composés acides pouvant causer la corrosion des pièces de moteur. Les huiles de base pures de type hydrocarbure ne doivent présenter aucune acidité à l'état neuf. L'apparition d'une acidité ne peut provenir que de leur oxydation.

D'après les résultats obtenus on constate que l'indice d'acidité totale pour l'huile traitée par l'acide sulfurique est idéal et conforme à la norme tandis que pour le traitement par l'hydroxyde de fer amorphe (HFO) et par l'argile pontée par l'aluminium (Mont-Al-CTAB) la rendre plus acidifie.

### 3.3.11. Résultats de l'indice de basicité totale (TBN)

Les résultats de l'indice de basicité totale (TBN) obtenus sont donnés dans l'histogramme présenté dans la figure suivante :



**Figure 3.8 :** Effet du traitement de l'huile sur l'indice de basicité totale (TBN)

L'indice de basicité totale a pour objectif de déterminer la durée de vie résiduelle de l'huile et pour indiquer la quantité d'additif lié à la performance restant dans l'huile moteur. La diminution de ce dernier est due à l'augmentation des acides dans l'huile.

D'après les résultats obtenus on constate que l'indice de basicité totale pour l'huile usagée est toujours conforme à la norme et que l'huile traitée par l'acide sulfurique à donner d'excellents résultats et conforme à la norme tandis que pour le traitement par l'hydroxyde de fer amorphe (HFO) et par l'argile pontée par l'aluminium (Mont-Al-CTAB) l'huile a perdue ses bases.

### 3.4. Analyses de la boue

Ces analyses servent à connaître les différents composés chimiques existants dans la boue afin de déterminer le type de ce déchet, puis sa valorisation la plus économique possible. La boue étudiée est une boue issue de la régénération de l'huile usagée, donc nous avons réalisé 3 caractérisations : DRX, IRTF et MEB.

Pour la valorisation de la boue qui est un déchet contenant tous les polluants de l'huile usée et qui peut endommager la faune, la flore, les eaux superficielles et souterraines, l'utiliser dans l'agriculture est non souhaitable pour ne pas prendre de risque sur la santé. Le traitement des boues est très couteux, la jeter dans la nature aura éventuellement des conséquences sur l'environnement, par conséquent, l'utilisation de cette boue est suggérée comme additif à la matière première dans la fabrication de céramique et dans le goudron à des pourcentages déterminés.



### 3.4.2. Résultats de l'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La Figure 3.11 présente les différents spectres relatifs à la boue. L'examen de ces spectres fait apparaître les bandes d'absorption suivantes :

- La bande située à  $1739\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de valence de la liaison C=O (aldéhyde).
- La bande située à  $1618\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de valence de la liaison C=C.
- La bande située à  $1515\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de valence de la liaison  $-\text{NO}_2$ .
- La bande située à  $1454\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de valence de la liaison N-H.
- La bande située à  $1394\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de déformation de la liaison C-O-H.
- La bande située à  $1120\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de valence de la liaison C-O (alcool).
- La bande située à  $678\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de déformation de la liaison =C-H (alcène).
- Les bandes d'absorption situées entre  $650\text{-}575\text{ cm}^{-1}$ , avec des épaulements situés à  $611$  et  $595\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de déformation de la liaison C-Cl.
- La bande située à  $420\text{ cm}^{-1}$  caractérise la vibration de déformation de thiosulfate  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ .

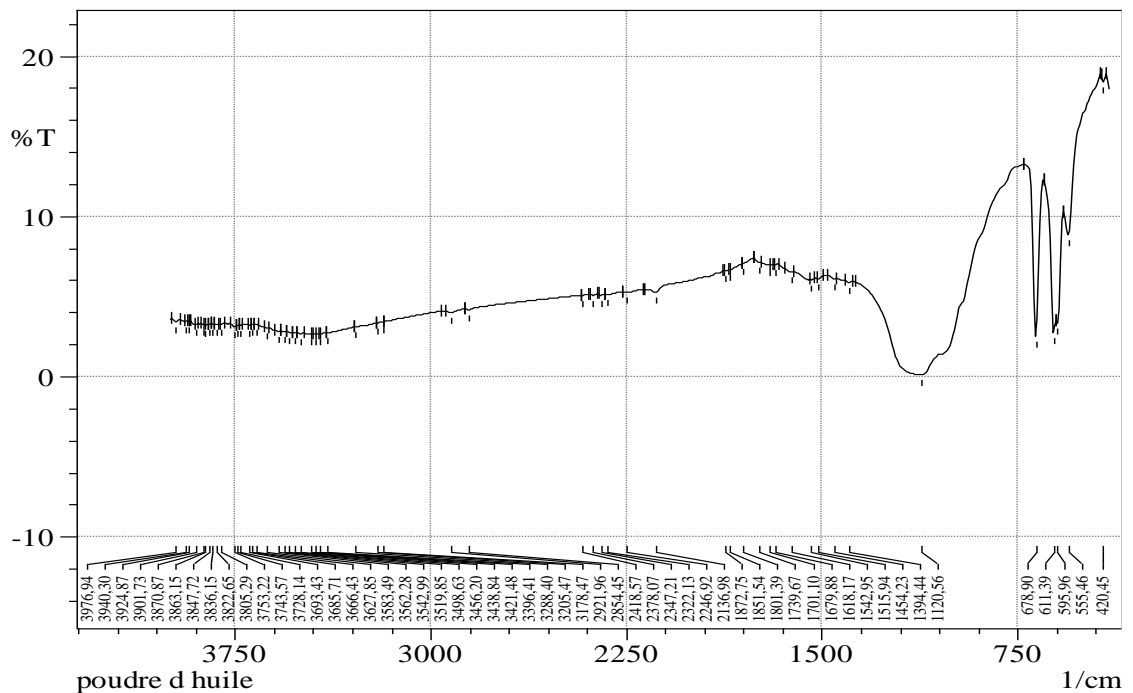


Figure 3.11 : Spectres IRTF de la boue

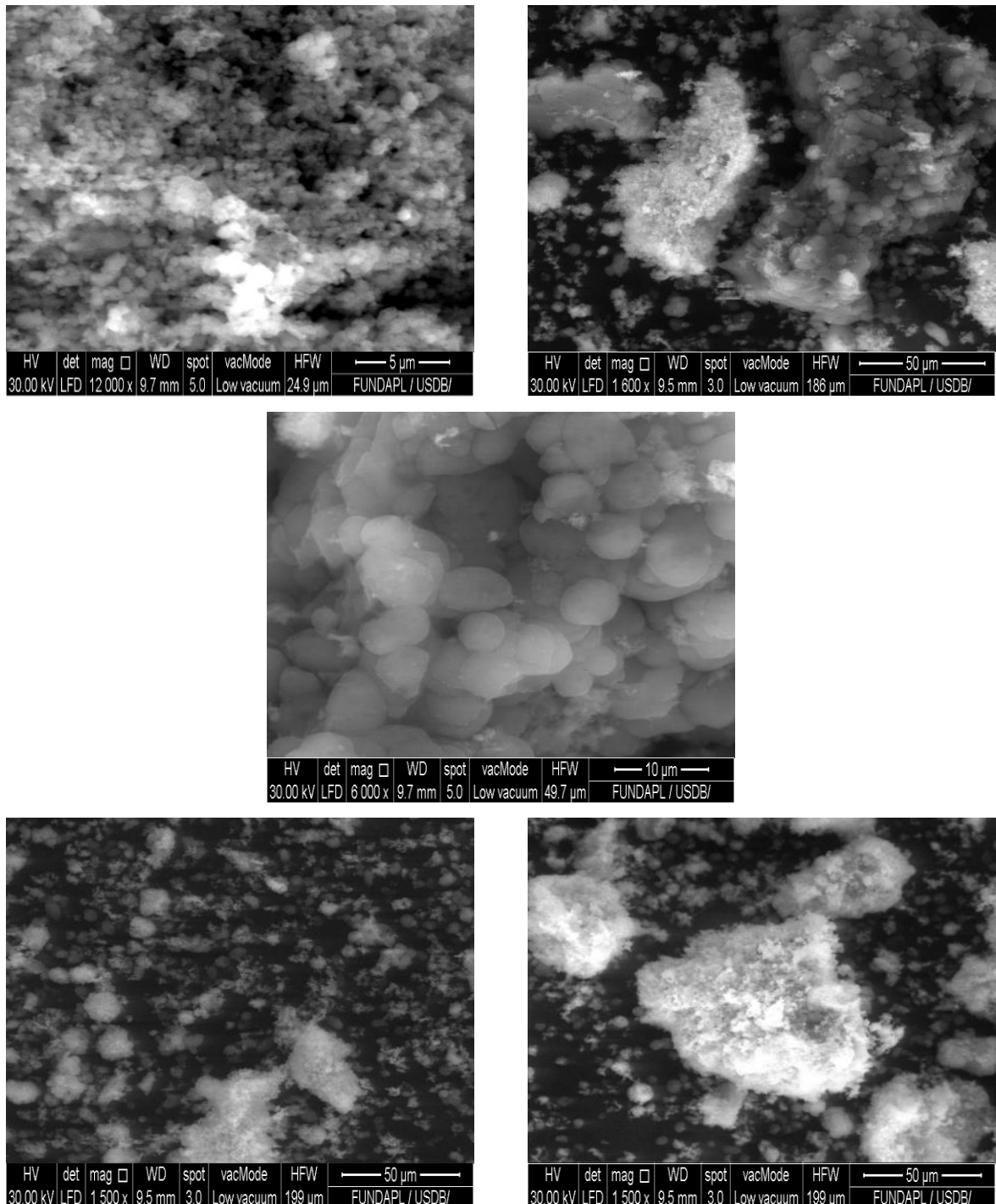
Au terme de cette analyse, nous constatons que la boue contient du soufre en grande quantité.

### 3.4.3. Résultats de l'analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisée dans le seul but d'examiner la morphologie de notre boue.

Les résultats obtenus sont présentés dans les Figures 3.12 et 3.13 ci-dessous.

Les résultats de l'analyse chimique obtenus de la boue en utilisant MEB sont dressés sous forme de spectres (Figure 3.13) et regroupés en termes de valeurs dans le Tableau 3.2, ci-après.



**Figure 3.12 :** Images MEB montrant la morphologie de la boue

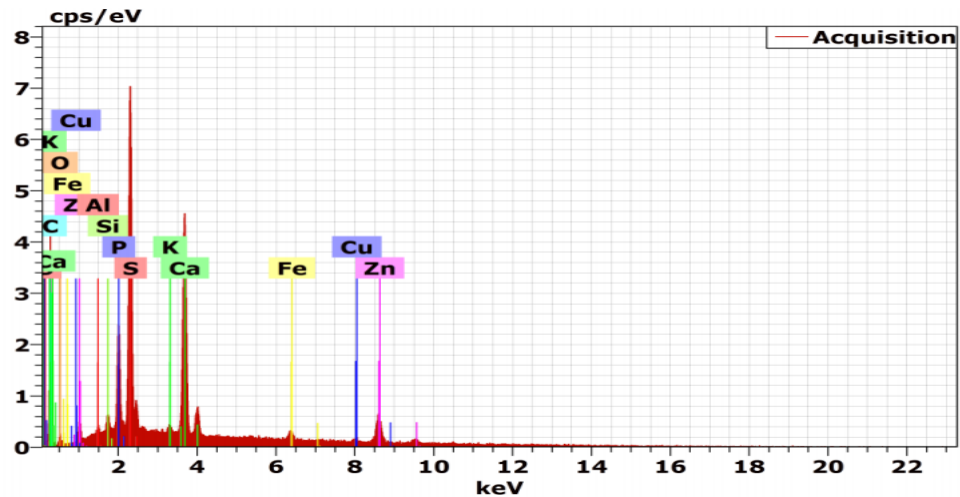


Figure 3.13 : Analyse élémentaire EDAX de la boue

Tableau 3.2 : Compositions minéralogiques de la boue

Eléments	% masse	% atomique
Soufre	9,64	4,58
Calcium	9,49	3,61
Phosphore	3,10	1,53
Carbone	65,70	83,43
Zinc	4,71	1,10
Fer	0,70	0,19
Oxygène	5,16	4,92
Silicium	0,52	0,28
Aluminium	0,23	0,13
Potassium	0,33	0,13
Cuivre	0,42	0,10
Totaux	100	100

L'examen de ces spectres montre également que l'intensité de la diffraction (hauteur de pic) correspondant à chaque élément est proportionnelle à la quantité de ce dernier comme l'illustre aussi le Tableau 3.2.

Au regard de ces résultats nous constatons que la boue contient le soufre en pourcentage massique très élevés est cela confirme les résultats obtenus précédemment (DRX, IRTF et la teneur en soufre).

Le pourcentage élevé de carbone est dû à la morphologie de stup (colle en carbone).

Après avoir traité l'huile usagée et effectué les différentes analyses, les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3.3 suivant :

**Tableau 3.3 : Résultats des différents tests réalisés**

Caractéristiques	Huile neuve	Huile usagée	Huile traitée par l'acide sulfurique	Huile traitée par l'hydroxyde de fer amorphe (HFO)	Huile traitée par l'argile pontée par l'aluminium (Mont-Al-CTAB)
Densité à 15°C	0,882	0,888	0,880	-	-
Viscosité à 40°C (CST)	103	97,39	95,96	-	-
Viscosité à 100°C (CST)	13,7	12,94	13,4	-	-
Indice de viscosité	>120	130	140	-	-
Point d'écoulement (°C)	-30	-27	-30	-	-
Point d'éclairs (°C)	230	228	227	-	-
Teneur en eau (%)	0	0	0	-	-
Teneur en soufre (%)	-	0,3082	0,2766	-	-
Couleur	4,5	>8	>8	>8	>8
Essaie à la tache	1	1	1	-	-
TBN (mg KOH/g)	>6	7,5	11,22	0,616	0,522
TAN (mg KOH/g)	0	3,907	0	5,8638	4,3952



# **Conclusion**

## Conclusion

Les huiles lubrifiantes sont des liquides visqueux utilisées pour la lubrification et de réduire les frottements entre les parties mobiles des moteurs. Ce sont des produits pétroliers qui se décomposent après une période d'utilisation, par contamination par des éléments polluants, tels que les métaux lourds. Ces huiles de moteurs qui noircissent sous plusieurs effets restent toujours un problème lors de leur rejet. Elles sont considérées comme un déchet très dangereux pour l'environnement et la santé humaine car elles contiennent des métaux lourds qui peuvent être cancérigène pour l'être humain, et nuisible à l'environnement par la pollution du sol, de l'eau et d'atmosphère (1 litre d'huile usagée peut contaminer 1 million de litres d'eau). Le traitement des huiles usagées a un intérêt dans l'élimination de la pollution de l'environnement, préservation des réserves de pétrole brut et réduit la consommation d'huiles vierges.

Cette étude nous a permis de connaître et de découvrir les vraies conséquences du noircissement et de dégradation de l'huile moteur, et aussi nous a permis de retenir que les lubrifiants sont de très loin les plus utilisés, aussi bien dans les applications automobiles qu'industrielles.

Pour supprimer l'impact et l'influence de ces huiles, on a effectué cette étude pour chercher et trouver un ou des moyens qui rendent ces huiles usagées possibles à être récupérables et utilisables à nouveau pour la lubrification, et cela donne une durée de vie plus longue pour ces huiles lubrifiantes.

Les propriétés de l'huile peuvent être restaurées de nouveau atteignant quasiment les mêmes propriétés de départ. Le procédé consiste à acidifier l'huile, puis l'adsorber sur une bentonite. Le traitement a été suivi par la détermination des paramètres tels que : la couleur, l'indice d'acidité totale, la teneur en eau, la viscosité, la densité, la teneur en soufre, etc. Effectivement la régénération par l'acide sulfurique a amélioré les propriétés de l'huile, et conduit à une meilleure amélioration. La boue a été caractérisée par plusieurs méthodes (DRX, IRTF et MEB), à travers les résultats de caractérisation obtenus nous pouvons avancer la conclusion suivante :

- ✓ Le soufre déplacé de l'huile vers la boue, ce qui confirme les résultats obtenus de la teneur en soufre (avant traitement 0,3082% et après traitement 0,2766%)

L'objectif de cette étude était d'étudier la faisabilité du traitement de l'huile moteur par l'acide sulfurique concentré à 95 %. Les résultats ont montré que ce procédé est efficace et conduit à une huile répondant aux normes.

D'après les résultats présentés dans ce travail, il est clair que la méthode de traitement par l'acide sulfurique permet d'enlever efficacement les contaminants de l'huile lubrifiante usagée, et d'obtenir une huile traitée avec des caractéristiques proches de celle d'une huile neuve. Dans l'ensemble, la méthode de traitement par l'acide nous montre que notre huile est une bonne lubrifiante, vu qu'ils sont dans les normes.

Ce travail n'est qu'un début dans un vaste domaine prometteur qui mérite d'être exploité.

**Références  
bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1] M. El-Fadel and R. Khouy, 'Strategies for Vehicle Waste-Oil Management : A Case Study', Resources, Conservation and Recycling, Vol. 33, N°2, pp. 75 - 91, 2001.
- [2] RAMILISON Sty Rosine ; CONTRIBUTION A LA VALORISATION DES HUILES USAGEES EN VUE DE CREER UNE UNITE DE PRODUCTION DE GRAISSE CONSISTANTE Madagascar, mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR EN INGENIERIE PETROLIERE ; 2014.
- [3] Rabhi. Z, Mamouni. K, « Etude de la possibilité du régénération des huiles moteur usagées par processus de traitement à l'acide », Mémoire Master Académique, Faculté des Sciences et de la Technologie, Université Ahmed Draïa Adrar, 2019.
- [4] P.A. Asseff, 'Lubricating Oil Additive, Description and Utilization', Lubricol Corp, Wicklif, Ohio, pp. 140 - 142, 1961.
- [5] R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci, « Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide », Revue des Energie Renouvelables Vol. 17 N°4, p. 631-632, (2014).
- [6] BOULADJOUL. S, BOUYAHIA. R, « Caractérisation des boues des fonds de bacs de stockage des hydrocarbures en vue de l'élimination du plomb ». Mémoire de fin d'études. Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés. Université de Science et Technologie HOUARI Boumediene. 2020.
- [7] Sonatrach, - activité aval- Manuel opératoire de la Raffinerie de Skikda 2018.
- [8] <http://tpmattitude.fr/lubrification.html>
- [9] J. Denis, J. Briant et J.C. Hipeaux, 'Physico-Chimie des Lubrifiants, Analyses et Essais', Publication de l'institut français du pétrole, Editions Technip, Paris, 1997.
- [10] <https://www.total.ma/lubrifiants/huiles-moteur/en-savoir-plus-sur-les-huiles-moteur/role-et-avantages-de-lhuile-moteur>
- [11] Fonctionnement de la lubrification d'un moteur / Circuit de lubrification (fiches-auto.fr).
- [12] J.-P. WAUQUIER, « Le raffinage du pétrole », (France) : ÉDITIONS TECHNIP, 1994, p 285.
- [13] OUARET. S, CHELAGHA. S, « Caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération ». Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER II En Génie des Procédés. Faculté de Technologie. Université A. MIRA – BEJAIA. 2017.
- [14] Ayel. J, Born. M, Germain. F, « Lubrifiants et fluides pour l'automobile ». France : Éditions Technip (1998).

- [15] <https://www.yumpu.com/fr/document/read/16896249/abc-du-graissage-castrol>
- [16] Audibert. F, « Les huiles usagées : reraffinage et valorisation énergétique ». France : Éditions Technip (2003) p. 11.
- [17] J.-P. WAUQUIER, « Le raffinage du pétrole », (France) : ÉDITIONS TECHNIP, 1994, p 286.
- [18] Audibert. F, « Les huiles usagées : reraffinage et valorisation énergétique ». France : Éditions Technip (2003) p. 14.
- [19] B. Sillon. Les lubrifications pour automobiles, Société Française des chimistes l'actualité chimique, Octobre 2003.
- [20] <https://www.liquimolyfrance.fr/img/cms/PDF/ABC%20des%20Huiles.pdf>
- [21] <https://www.gn.total.com/nos-produits/lubrifiants/en-savoir-plus-sur-les-huiles-moteur/quelle-est-la-composition-dune-huile>
- [22] J.-P. WAUQUIER, « Le raffinage du pétrole », (France) : ÉDITIONS TECHNIP, 1994, p 291.
- [23] ASTM D 445 / ISO 3104.
- [24] ASTM D 97 / NA 2660.
- [25] ASTM D1500.
- [26] <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/lubrification-42465210/lubrifiants-b5340/caracteristiques-chimiques-et-analyses-b5340niv10012.html>
- [27] ASTM D 4740.
- [28] <http://leslubrifiants.com/2018/02/18/degradation-de-lhuile-lors-de-la-lubrification-du-moteur-diesel-2/>
- [29] <http://cogetrad.com/huile-usagee/>
- [30] JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE N°189 3 Safar 1425 24 mars 2004.
- [31] Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement (Décembre 2010) "Centre National des Technologies de Production plus Propre", « Vaste Programme de Dépollution Industrielle dans le secteur des ciments ».
- [32] <http://www.guadeloupe.developpement-durable.gouv.fr/dechets-les-huiles-usagees-un-danger-pour-notre-a1537.html#:~:text=Les%20huiles%20usag%C3%A9es%20qui%20sont,boucher%20et%20colmater%20les%20filtres>

- [33] Shiva Salem, Amin Salem, Aylin Agha Babaei, «Application of Iranian nano-porous Ca-bentonite for recovery of waste lubricant oil by distillation and adsorption techniques». *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, p. 154-155, (2014).
- [34] Juan A. Botas, Jovita Moreno, Juan J. Espada, David P. Serrano, Javier Dufour, «Recycling of used lubricating oil: Evaluation of environmental and energy performance by LCA». *Resources, Conservation & Recycling* 125, p.316, (2017).
- [35] M.A. Scapin, C. Duarte, M.H.O. Sampa, I.M. Sato « Recycling of the used automotive lubricating oil by ionizing radiation process ». *Radiation Physics and Chemistry* 76, p.1, (2007) 1899–1902.
- [36] M.M. Rahman, T.A. Siddiquee, S. Samdani, K.B. Kabir, « EFFECT OF OPERATING VARIABLES ON REGENERATION OF BASE-OIL FROM WASTE OIL BY CONVENTIONAL ACID-CLAY METHOD ». *Chemical Engineering Research Bulletin* 12 (2008) 24-27.
- [37] Y.L. Hsu, C.H. Lee, V.B. Kreng, « Analysis and comparison of regenerative technologies of waste lubricant », *WSEAS Transactions on Environment and Development* 5 (3), 295-309, 2009.
- [38] J. Rincon, P. Canizares, M.T. Garca, « Regeneration of used lubricant oil by ethane extraction », *The Journal of supercritical fluids* 39 (3), 315-322, 2007.
- [39] S.S. Lam, A.D. Russell, H.A. Chase, « Microwave pyrolysis, a novel process for recycling waste automotive engine oil Energy », *Energy* 35 (7), 2985-2991, 2010.
- [40] S.S. Lam, A.D. Russell, C.L. Lee, H.A. Chase, « Microwave-heated pyrolysis of waste automotive engine oil: Influence of operation parameters on the yield, composition, and fuel properties of pyrolysis oil », *Fuel* 92 (1), 327-339, 2012.
- [41] H. Bridjanian, M. Sattarin, « Modern recovery methods in used oil re-refining », *Petroleum & Coal* 48 (1), 40-43, 2006.
- [42] E.A. Emam, A.M. Shoaib, « RE-REFINING OF USED LUBE OIL, I-BY SOLVENT EXTRACTION AND VACUUM DISTILLATION FOLLOWED BY HYDROTREATING », *Petroleum & Coal* 55 (3), 2013.
- [43] M. Shakirullah, I. Ahmad, M. Saeed, M.A. Khan, M. Ishaq, A.A. Shah, « Environmentally friendly recovery and characterization of oil from used engine lubricants », *Journal of the Chinese Chemical Society* 53 (2), 335-342, 2006.
- [44] N.O. Elbashir, S.M. Al-Zahrani, M.I. Abdul Mutalib, A.E. Abasaheed, *Chem. Eng. Process.* 41 (2002) 765.

- [45] V. Katiyar, S. Husain, « Recycling of used lubricating oil using 1-butanol », *International Journal of Chemical Sciences* 8 (3), 1999-2012, 2010.
- [46] A. Kamal, F. Khan, « Effect of extraction and adsorption on re-refining of used lubricating oil », *Oil & Gas Science and Technology-Revue de l'IFP* 64 (2), 191-197, 2009.
- [47] R. Abro, X. Chen, K. Harijan, Z.A. Dhakan, M. Ammar, « A comparative study of recycling of used engine oil using extraction by composite solvent, single solvent, and acid treatment methods », *International Scholarly Research Notices* 2013, 2013.
- [48] Juan A. Botas, Jovita Moreno, Juan J. Espada, David P. Serrano, Javier Dufour, « Recycling of used lubricating oil: Evaluation of environmental and energy performance by LCA », *Resources, Conservation & Recycling* 125, p.315, (2017).
- [49] Yu-Lung Hsu, Chun-Chu Liu, « Evaluation and selection of regeneration of waste lubricating oil technology », *Environmental monitoring and assessment* 176 (1), 197-212, 2011.
- [50] AH Kheireddine, AH Ammouri, T Lu, IS Jawahir, RF Hamade, « An FEM analysis with experimental validation to study the hardness of in-process cryogenically cooled drilled holes in Mg AZ31b », *Procedia Cirp* 8, 588-593, 2013.
- [51] K. M. Banat, F. M. Howari, A. A. Al-Hamad, « Heavy metals in urban soils of central Jordan: should we worry about their environmental risks? », *Environmental research* 97 (3), 258-273, 2005.
- [52] P. Angulo, « Nonalcoholic fatty liver disease », *New England Journal of Medicine* 346 (16), 1221-1231, 2002.
- [53] A. G. Rincón, C. Pulgarin, « Photocatalytical inactivation of E. coli: effect of (continuous–intermittent) light intensity and of (suspended–fixed) TiO<sub>2</sub> concentration », *Applied Catalysis B: Environmental* 44 (3), 263-284, 2003.
- [54] Federico A Gutiérrez-Miceli, Jorge Santiago-Borraz, Joaquín Adolfo Montes Molina, Camerino Carlos Nafate, Miguel Abud-Archila, María Angela Oliva Llaven, Reiner Rincón-Rosales, Luc Dendooven, « Vermicompost as a soil supplement to improve growth, yield and fruit quality of tomato (*Lycopersicon esculentum*) », *Bioresource Technology* 98 (15), 2781-2786, 2007.
- [55] <https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Bentonite#:~:text=La%20bentonite%20est%20une%20argile,le%20Wyoming%20aux%20C3%89tats%20Unis>
- [56] D. Pearce, « The recovery of waste lubrication oil a comparative national analysis », (1975).



[57] F. Mohellebi, A. Bouchekhou, N. Harbi1, R. Hadjoudj et C. E. Chitour, « Étude de la purification d'huiles usagées de type moteur au moyen d'une argile montmorillonitique », *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP*, Vol. 54 (1999), No. 3.

[58] F. Danane, A. Ahmia, A. Bakiri et N. Lalaoui, « Experimental regeneration process of used motor oils », *Revue des Energies Renouvelables* Vol. 17 N°2 (2014).

[59] R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci, « Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide », *Revue des Energie Renouvelables* Vol. 17 N°4, p. 633, (2014).

[60] Bouzidani. D, Abadi. M. A, « Régénération des huiles de moteur usagées par traitement acide », Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de master génie des procédés, Faculté de technologie, Université de Blida 1, 2018.

[61] Carolina T. Pinheiro, Rodrigo F. Pais, Margarida J. Quina, Licínio M. Gando-Ferreira, « Regeneration of waste lubricant oil with distinct properties by extraction-flocculation using green solvents », *Journal of Cleaner Production* 200 (2018).

[62] Medani. N, Siouane. H, « Régénération des huiles moteurs usagées par l'acide sulfurique et la bentonite », Mémoire de fin d'étude, Faculté des sciences de l'ingénieur, Université M'Hamed BOUGARRA Bumerdes, 2019.

[63] José C. Velasco-Calderon, Arturo A. Garcia-Figueroa, José Luis Lopez Cervantes, Jesús Gracia-Fadrique, « Regeneration of used lubricating oil by solvent extraction and phase diagram analysis », *Current Research in Green and Sustainable Chemistry* 3 (2020).

[64] M QSE BC H- Février 2015. Manuel qualité de la Branche Carburants.

[65] Mme Boumaza, Manuel du système de management intégré, P 04, 07, 99, 2010.

[66] Manuel des activités du laboratoire central.

[67]

- ASTM D 1298-12b (2017): Standard Test Method for Density, Relative Density, or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method.
- ASTM E 100 Spécification standard pour les aréomètres ASTM
- ISO 3676-1998 : Pétrole brut et produits pétroliers – Détermination en laboratoire de la masse volumique – méthode à l'aréomètre.
- NA 1145 : Pétrole brut et produits pétroliers liquides – Détermination en laboratoire de la masse volumique ou de la densité relative – méthode à l'aréomètre.

[68] ASTM D92.

[69]

- ASTM D 1500-12 (2017): Standard test method for ASTM Color of Petroleum Products (ASTM Color Scale)
- ISO 2049-1996 : Produits pétroliers – Détermination de la couleur (échelle ASTM)
- NA 1145 : Produits pétroliers – Détermination de la couleur.

[70] ASTM 664.

[71] ASTM 2896.

[72] Zermane. F, « DEVELOPPEMENT DE NOUVEAUX MATERIAUX POUR LA DEPOLLUTION COMBINEE D'EFFLUENT CONTENANT DES METAUX DANS UNE MATRICE ORGANIQUE », THESE DE DOCTORAT en Chimie Industrielle, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA, Algérie, 2011.

[73] Schwertmann, U., Cornell, R.M., "Iron Oxides in the Laboratory, preparation and characterization", 2nd edition, VCH Verlag, Weinheim, (1996 b).

[74] Lenoble, V., "Elimination de l'arsenic pour production d'eau potable : oxydation chimique et adsorption sur des substrats solides innovants", thèse de doctorat. N°24, Université de Limoges, France, (2003).

[75] R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci, « Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide », Revue des Energie Renouvelables Vol. 17 N°4, p. 635, (2014).

[76] J. Rincon, 'Regeneration of Used Lubricant Oil by Polar Solvent Extraction', 2005, 'Online', Available: [pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ie040254](https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ie040254).

[77] GAVRILOVS G, BORSCEVSKIS O., « Insulation Oil Treatment and its' Necessity in Power Transformers », publication. Edition name, pp. 23-27, 2011.

# **Annexes**

**Annexe 1 :** Tableau récapitulatif donnant les séries des viscosimètres avec ses coefficients aux différentes températures.

**Tableau Annexe 1.1 :** Les différentes séries des viscosimètres avec ses constants

Séries	N° de série	-20°C	20°C	40°C	50°C	100°C
75	G 534	0,010002	0,009975	0,009962	0,009955	0,009922
75	4955	0,0079784	0,0079576	0,0079472	0,007942	0,0079160
75	4956	0,008238	0,008217	0,0082058	0,008200	0,0081736
75	5052	0,008330	0,008308	0,0082974	0,008292	0,0082648
100	H94	1B 0,015550	0,015637	0,015680	0,015702	0,015810
		2B 0,01137	0,01143	0,01146	0,011475	0,01155
100	4642	0,014993	0,014954	0,014934	0,014924	0,014875
100	4644	0,014530	0,014492	0,014473	0,0144635	0,014416
150	5162	0,040466	0,040360	0,040307	0,040281	0,040148
150	5164	0,038974	0,038872	0,038821	0,038796	0,038668
150	5165	0,038606	0,038505	0,038455	0,038430	0,038304
200	4734	1B 0,097981	0,098238	0,098367	0,098431	0,098753
		2B 0,073398	0,07359	0,073687	0,07374	0,073976
200	4736	1B 0,107330	0,107617	0,10776	0,107832	0,10819
		2B 0,07747	0,00031	0,077772	0,00031	0,078078
200	F67	0.1166	0.1162	0.1161	0.1160	0.1156
300	F 518	0,256700	0,256033	0,2557	0,255533	0,2547
350	4802	0,45805	0,459257	0,45986	0,460162	0,46167
		0,33926	0,340153	0,34060	0,340823	0,34194
200	H208	1B .01079	0.108367	0.1086	0.1087	0.1093
		2B 0.08039	0.08079	0.08099	0.08109	0.08159
200	4745	1B 0.106170	0.10645	0.10659	0.10666	0.107010
		2B 0.07313	0.07332	0.07342	0.07346	0.0737
300	F490	0.2692	0.268467	0.2681	0.267917	0.2670
300	4867	1B 0.231450	0.2132057	0.23236	0.232512	0.23327
		2B 0.17677	0.17724	0.17747	0.17759	0.17817
300	F677	0.2524	0.251733	0.2514	0.251233	0.2504
300	4821	1B 0.25042	0.251073	0.25140	0.251563	0.25238
		2B 0.17011	0.17056	0.17078	0.17089	0.17145
300	4855	1B 0.246240	0.246887	0.24721	0.247372	0.24818
		2B 0.16786	0.16830	0.16852	0.16863	0.16918
300	4824	1B 0.24589	0.24653	0.24685	0.247010	0.24781
		2B 0.17742	0.17789	0.17812	0.17824	0.17882
350	4784	1B 0.44018	0,44134	0,44192	0,442210	0,44366
		2B 0,34597	0,34688	0,34733	0,34755	0,34869
400	G606	1,233	1,229667	1,228	1,227167	1,223
400	G603	1,250000	1,246667	1,245000	1,244167	1,240000
400	4678	1B 1,108800	1,111667	1,1131	1,113817	1,1174
		2B 0,71201	0,71388	0,71481	0,71528	0,71761
400	4667	1B 1.0535	1.056233	1.05745	1.0579	1.0617
		2B 0.67545	0.67722	0.67801	0.67811	0.68077
500	G210	7,650000	7,630000	7,620000	7,615000	7,590000
500	G206	7,863	7,841667	7,831	7,825667	7,799
600	G244	20,13	20,076667	20,05	20,036667	19,97

## Annexe 2 : Résultats des caractérisations de la boue

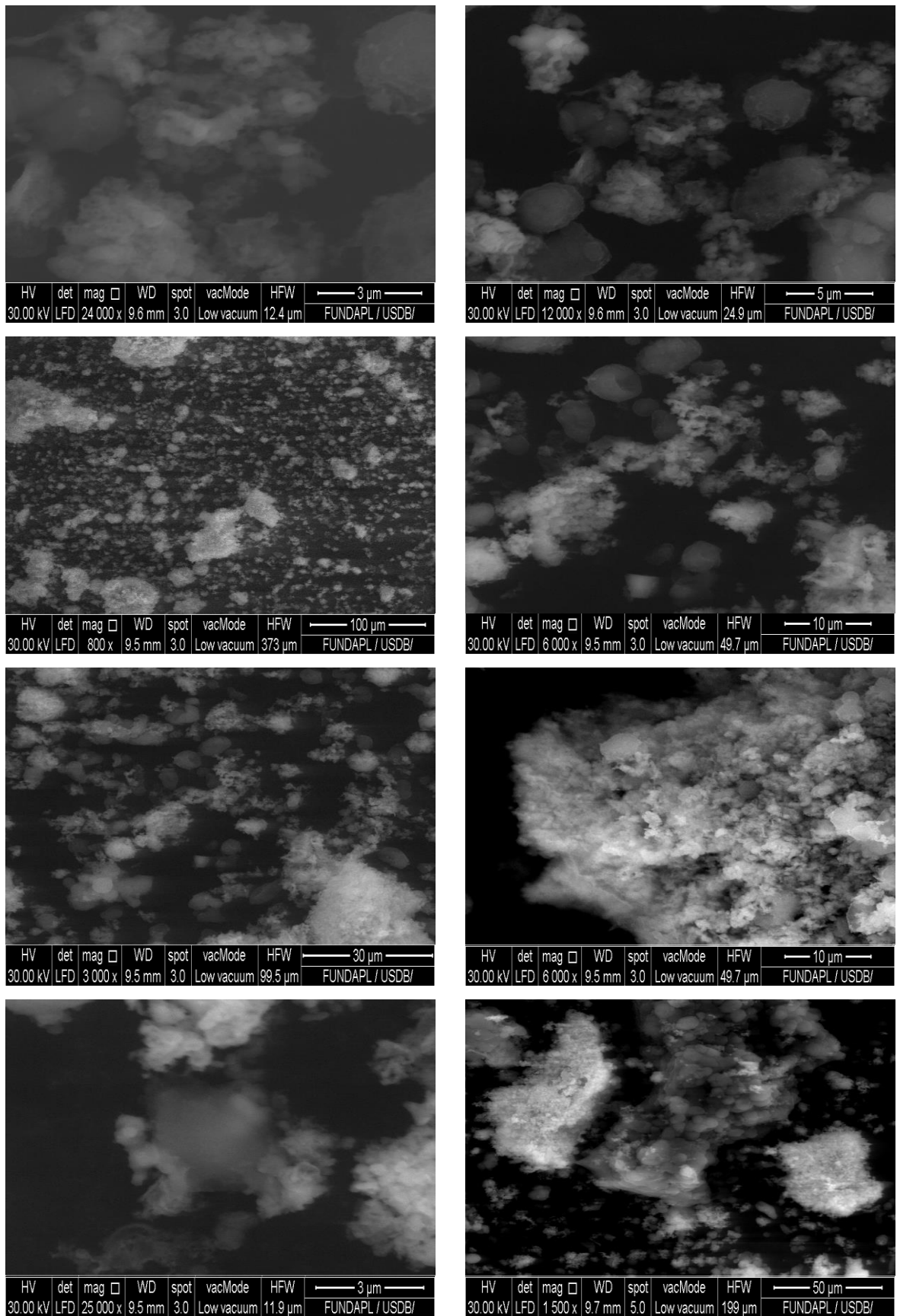
### 2.1. Les résultats de L'IRTF

**Tableau Annexe 2.1 : Tableau des pics de l'IRTF**

No.	Pic	Intensité	Corr. Intensité	Base (H)	Base (L)	Surface	Corr. Surface
1	420,45	0,734	0,010	430,10	410,81	14,089	0,121
2	555,46	1,051	0,097	572,82	432,03	117,327	1,768
3	595,96	1,479	0,120	601,75	574,75	33,621	1,409
4	611,39	1,564	0,204	648,04	603,68	52,301	1,845
5	678,90	1,597	0,700	727,11	649,97	82,103	13,193
6	1120,56	2,888	1,799	1375,15	729,04	996,235	317,551
7	1394,44	1,229	0,005	1409,87	1384,79	30,746	0,078
8	1454,23	1,216	0,007	1477,37	1446,51	37,293	0,099
9	1515,94	1,216	0,007	1519,80	1494,73	30,296	0,112
10	1542,95	1,219	0,004	1546,80	1529,45	21,094	0,044
11	1618,17	1,186	0,005	1641,31	1610,45	36,428	0,091
12	1679,88	1,156	0,003	1683,74	1668,31	17,808	0,014
13	1701,10	1,156	0,001	1703,03	1687,60	17,825	0,008
14	1739,67	1,147	0,006	1760,89	1731,96	33,038	0,127
15	1801,39	1,152	0,002	1805,25	1762,82	48,376	0,036
16	1851,54	1,172	0,002	1855,39	1805,25	58,318	0,096
17	1872,75	1,181	0,002	1876,61	1857,32	22,719	0,040
18	2136,98	1,276	0,026	2183,27	1880,47	371,689	1,850
19	2246,92	1,277	0,005	2264,27	2185,20	100,494	0,202
20	2322,13	1,288	0,003	2331,78	2266,20	84,096	0,130
21	2347,21	1,293	0,006	2358,78	2333,71	32,341	0,088
22	2378,07	1,293	0,005	2391,57	2360,71	39,810	0,082
23	2418,57	1,292	0,000	2422,43	2393,50	37,352	0,005
24	2854,45	1,378	0,008	2869,88	2424,35	592,342	0,164
25	2921,96	1,399	0,017	2943,17	2871,81	98,923	0,492
26	3178,47	1,462	0,001	3180,40	2960,53	312,475	0,005

27	3205,47	1,474	0,002	3207,40	3182,33	36,790	0,012
28	3288,40	1,507	0,002	3292,26	3209,33	123,717	0,186
29	3396,41	1,562	0,004	3400,27	3292,26	165,815	0,261
30	3421,48	1,570	0,002	3425,34	3402,20	36,236	0,034
31	3438,84	1,574	0,001	3440,77	3427,27	21,223	0,009
32	3456,20	1,574	0,002	3460,06	3450,41	15,174	0,008
33	3498,63	1,569	0,006	3514,06	3488,99	39,251	0,083
34	3519,85	1,564	0,005	3533,35	3515,99	27,097	0,056
35	3542,99	1,557	0,008	3552,63	3533,35	29,965	0,074
36	3562,28	1,550	0,007	3575,78	3554,56	32,839	0,104
37	3583,49	1,545	0,006	3598,92	3577,71	32,674	0,068
38	3627,85	1,512	0,003	3641,35	3622,07	29,126	0,050
39	3666,43	1,488	0,002	3676,07	3664,50	17,201	0,023
40	3685,71	1,489	0,003	3687,64	3678,00	14,320	0,011
41	3693,43	1,496	0,008	3701,14	3689,57	17,266	0,057
42	3728,14	1,491	0,006	3733,93	3724,29	14,346	0,029
43	3743,57	1,495	0,002	3745,50	3735,86	14,379	0,008
44	3753,22	1,505	0,016	3770,58	3745,50	37,429	0,142
45	3805,29	1,484	0,005	3809,15	3791,79	25,649	0,044
46	3822,65	1,489	0,009	3828,44	3816,86	17,184	0,054
47	3836,15	1,486	0,008	3840,01	3830,36	14,298	0,040
48	3847,72	1,488	0,008	3851,58	3841,94	14,300	0,036
49	3863,15	1,499	0,015	3867,01	3855,44	17,277	0,099
50	3870,87	1,486	0,002	3880,51	3868,94	17,172	0,021
51	3901,73	1,486	0,005	3903,65	3894,01	14,267	0,036
52	3924,87	1,462	0,006	3928,73	3919,08	14,070	0,033
53	3940,30	1,464	0,006	3944,16	3930,66	19,710	0,037
54	3976,94	1,463	0,019	3992,37	3963,44	42,031	0,246

## 2.2. Les résultats de MEB



**Figure Annexe 2.1 :** Images MEB montrant la morphologie de la boue