

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
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

Régénération des huiles moteur par la technique d'adsorption

Réaliser par

- Mr Chembazi Mohamed
- Mr Rezki Imad edine

Encadré par

Pr. Zermane

Soutenu Le : 07/2022

Année universitaire 2021/2022

Dédicace

*Je dédie ce travail à tous ceux qui m'ont soutenu durant tout le chemin
Que j'ai dû passer pour en arriver ou j'en suis aujourd'hui.*

*A ma mère ; source de tendresse et d'amour pour son soutien durant
Toute ma vie scolaire.*

A mon père pour sa bien vaillance et ses bons conseils.

A mon binôme Imade qui a toujours été là à m'encourager et me

Pousser pour une bonne continuation.

*A ma fiancée Chourouk qui a partagé avec moi tous les moments
d'émotions lors de la réalisation de ce travail*

*A mon cher ami Sifedinne qui m'a soutenu à tout moment et qui m'a
apporté un soutien moral.*

A mes amis que j'avais l'habitude de trouver à mes côtés tout le temps.

*A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours
universitaire Et à tout mes collègues de l'université.*

Dédicace

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué au succès de mon stage et qui m'ont aidé lors de la rédaction de ce mémoire.

Je voudrais dans un premier temps remercier, mes très chers parents Rezki Farid et ma mère A. Souad, mon frère mohamed, mes sœurs houda allaa et merci pour tout la famille Rezki.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à madame Zermane Je la remercie de m'avoir encadré, orienté, aidé et conseillé.

L'enseignement de département génie des procédés a également su nourrir mes réflexions et a représenté une profonde satisfaction intellectuelle, merci donc aux enseignants-chercheurs.

Je remercie en particulier ma fiancée S.Zineb pour son soutien inconditionnel et son encouragement ont été d'une grande aide.

Enfin, je remercie mes amis qui ont toujours été là pour moi leurs encouragements, merci beaucoup

Remerciement

Tout d'abord, On rend grâce à Dieu de nous avoir donné la volonté, la santé et la force nécessaire pour effectuer cette tâche.

Nous remercions chaleureusement tous les professeurs qui ont Contribué à notre formation par leurs apports généreux en savoir.

*Nous exprimons nos profonds remerciements à notre encadreur **Mm.**
Zermane pour son orientation pour ses précieux conseils et pour sa patience sans faille, Pour le bon déroulement de ce projet.*

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

Sommaire

Remerciements	
Résumer	
Introduction.....	01
Chapitre I : Généralités Sur la régénération des huiles usagées.	
I.1.Introduction.....	04
I.1.1.Composition des huiles de lubrification.....	04
I.1.2.Définition des huiles usagées.....	08
I.1.3.Huiles régénérer.....	08
I.1.4.Les types des huiles usagées.....	08
I.1.5.Récupération des huiles usées.....	09
I.1.6.Méthodes de récupération des huiles usées.....	09
I.1.7.Etapes de récupération des huiles usées.....	09
I.1.8.Impacts des huiles moteurs usagées sur l'environnement et la santé.....	10
I.1.9.Utilisation des huiles.....	11
I.1.10.Le lubrifiant moteur.....	12
I.1.11.Le role des lubrifications.....	12
I.1.12.Classification des lubrifiants.....	13
I.1.13.Classification des huiles lubrifiants.....	14
I.1.14.Dégradation de l'huile de lubrification.....	15
I.1.15.Propriétés des huiles lubrifiants.....	16
I.1.16.Etape d'adsorption.....	18
I.2.Adsorption.....	18
I.2.1.Introduction.....	18
I.2.2.Les Différents types d'adsorption.....	18
I.2.3.Les facteurs influençant l'adsorption.....	20
I.2.4.Equilibre d'adsorption.....	21
I.2.5.La cinétique d'adsorption.....	21
I.2.6.Colonne D'adsorption sur lit fix.....	21

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1.Introduction.....	23
II.2.L'entreprise NAFTAL.....	23
II.3.Localisation géographique.....	23
II.4.Activité NAFTAL.....	23
II.5.Branche carburants.....	24
II.6.Laboratoire Centrale.....	24
II.7.Type des produits analysés au laboratoire centrale de la branche carburants.....	25
II.8.Caractérisation physique et chimique.....	25
II.8.1.Mesure de la densité manuellement.....	25
II.8.2.Mesure de la viscosité cinématique.....	25
II.8.3.Mesure de point d'éclaire.....	27
II.8.4.Mesure de point d'écoulement.....	27
II.8.5.Mesure de l'indice de basicité totale (TBN).....	28
II.9.Traitement de l'huile usée par adsorption.....	29
II.9.1.Préparation des adsorbants.....	29

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1.Introduction.....	34
III.2.Les Résultats d'adsorption discontinue.....	34
III.2.1.Résultats de la régénération par l'adsorption.....	35
III.3.Résultats des caractéristiques physiques et chimiques des différentes huiles.....	35
III.3.1.Résultats de la densité.....	36
III.3.2.Résultats de la viscosité.....	37
III.3.3.Résultats de point d'écoulement.....	38
III.3.4.Résultats de point d'éclaire.....	39
III.3.5.Résultats de l'indice de basicité totale (TBN).....	40
Conclusion Générale.....	42
Références bibliographiques	
Annexes	

Liste des figures

Figure I.1.1 : Principe de composition d'une huile.....	04
Figure I.1.2 : Fabrication d'une huile de base minérale de l'extraction de petrole brut.....	05
Figure I.1.3 : l'impact des huiles usagées sur l'environnement.....	10
Figure I.1.4 : Barre de couleur.....	17
Figure II.1 : Organigramme de laboratoire de la branche carburants.....	24
Figure II.2 : Shéma de mesure de la densité.....	25
Figure II.3 : Instrument de mesure de la viscosité a 40°C.....	26
Figure II.4 : Viscosimètres (série150-516) (série350-4785).....	27
Figure II.5 : Mesure du point d'éclaire par l'appareil.....	27
Figure II.6 : Bain de refroidissement.....	28
Figure II.7 : Appareil de titration potentiometrique.....	29
Figure II.8 : L'opération de filtration.....	31
Figure II.9 : Papier Filtrant 0.45 Um.....	31
Figure II.10 : Agitation Universel (seoucoeur).....	32
Figure III.1 : Effet du traitement de l'huile sur la densité.....	36
Figure III.2 : Effet du traitement de l'huile sur la viscosité.....	37
Figure III.3 : Effet du traitement de l'huile sur le point d'écoulement.....	38
Figure III.4 : Effet du traitement de l'huile sur le point d'éclaire.....	39
Figure III.5 : Effet du traitement de l'huile sur l'indice de basicité totale.....	40

Liste des Tableaux

Tableau I.1 : Classification d'une huile minéral sur la base de structures moléculaire....	06
Tableau I.2 : Composés polluants des huiles usées.....	11
Tableau II.1 : Composition chimique de la bentonite brut.....	29
Tableau III.1 : Les résultats des différents adsorbants	34
Tableau III.2 : Caractérisation physique et chimique des trois huiles.....	35

الملخص

أخذ تجديد زيوت المحركات المستعملة مكانًا ملحوظًا بعد أن ألحقت أضرارًا بالبيئة والكائنات الحية. يتعلق هذا العمل بدراسة علاج زيت المحرك "CHELIA S TD15W40" باستخدام تقنية الامتزاز في نظام مستمر ومتقطع على ثلاثة الممتزات (البنتونيت الخام واثنان من الجوثيت + أوكسي هيدروكسيد HFO). تجرى الاختبارات على الزيت المعالج مثل: اللزوجة ونقطة الوميض ونقطة الصب والكثافة. تبين أن خصائص الزيت المعالج قد تحسنت بشكل ملحوظ مقارنة بخصائص الزيت المستخدم.

الكلمات المفتاحية : زيت, محرك, امتزاز, تجديد

Résumé

La régénération des huiles moteurs usagées a pris une place remarquable après avoir causé ses dégâts sur l'environnement et les êtres vivants

Ce travail porte sur une étude de traitement d'une huile moteur « CHELIA S TD15W40 » en utilisant la technique adsorption en système continue et discontinue sur trois adsorbant (bentonite brute et deux oxyhydroxides Gothite+HFO).

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.

Les mots clés : Huile, Moteur, adsorption, régénération

Abstract

The regeneration of used motor oils has taken a remarkable place after having caused damage to the environment and living beings This work concerns a study of the treatment of a "CHELIA S TD15W40" motor oil using the adsorption technique in a continuous system and discontinuous on three adsorbents (raw bentonite and two oxyhydroxidesGothite+HFO). Tests are carried out on the treated oil such as: viscosity, flash point, pour point and density. The test results showed that the characteristics of the treated oil are significantly improved compared to those of a used oil.

Keywords: oil, engine, adsorption, regeneration.

Introduction Générale

Les huiles lubrifiantes sont des liquides visqueux utilisées pour la lubrification des parties mobiles des moteurs et des machines. Ce sont des produits pétroliers qui se dégradent après un certain temps d'utilisation, par contamination avec des éléments polluants, tels que les métaux lourds, les PCB (polychlorobiphényles) et autres composés halogénés [1].

Les huiles usées peuvent contaminer l'eau et le sol et poser un risque élevé pour la santé humaine. Cette huile usée nécessite une gestion appropriée pour en faire un produit à valeur ajoutée en réduisant la quantité de l'huile rejetée, et en réduisant le fardeau environnemental de l'huile usée [2].

plusieurs activités sont susceptibles de produire des huiles usagées, a savoir :

*Les garages, concessionnaires, stations de vidange, stations service;

*Les transports (routiers, fluviaux, aériens, ferroviaires);

* Les usines, ateliers, entreprises industrielles;

* Les entreprises traitant des déchets contenant des huiles usagées (cas de la démolition automobile, du traitement de filtres à huiles, d'emballages souillés par des huiles,...)[3].

Les huiles usagées ne sont pas biodégradables, elles sont classées dans la catégorie des déchets spéciaux dangereux. Leur rejet dans la nature est strictement interdit. Elles peuvent engendrer une détérioration importante du milieu naturel, qui peut être traduit par une pollution de l'eau, du sol et de l'atmosphère : Un (01) litre d'huile usagée peut contaminer 1 million de litres d'eau ; Les huiles de vidange contiennent de nombreux éléments toxiques tels que les métaux lourds (plomb, cadmium...)[3].

Leur aboutissement dans les stations d'épuration d'eau provoque une corrosion de l'appareillage. En Algérie, la quantité moyenne des huiles usagées récupérées par NAFTAL est de 12 000 tonnes par an, ce qui représente 27% de la quantité des huiles usagées générées sur la vente de NAFTAL. Ce taux a été doublé par rapport aux années précédentes, où la collecte représentait uniquement 14 %. Les capacités de stockage sont estimées à 12 426 m³ (3 476 m³ pour les dépôts primaires et à 8 950 m³ pour les dépôts portuaires) [3].

Au cours de l'exploitation des huiles, elles accumulent des produits d'oxydation, d'encrassement et d'autres impuretés qui réduisent considérablement la qualité des huiles. Les huiles polluées sont incapables de faire face à des exigences normatives et doivent être remplacées par de nouvelles huiles. Mais il existe une alternative – la **régénération des**

huiles usagées. Les huiles usées sont collectées et soumises à une régénération afin d'économiser la matière première valable, ce qui présente un intérêt économique [4].

Afin de structurer notre travail nous avons adopté pour le plan suivant :

-Une première partie c'est la partie bibliographique

On trouve dans la première partie la composition des huiles lubrifiantes, les différents types des huiles usagées, les méthodes et les étapes de récupération des huiles usées

-Une deuxième partie c'est la partie pratique

Dans cette partie on a présenté le lieu de stage puis nous citons les différents matériels et méthodes utilisés.

-A la fin c'est la partie des résultats et discussions.

Pour cette partie nous interprétons les résultats obtenus des trois huiles après le traitement par les adsorbants

CHAPITRE I :

Généralités sur la régénération des huiles usagées

CHAPITRE I : Généralités sur la régénération des huiles usagées

I.1.Introduction

Dans le cadre de la récupération des huiles moteur usagées, ce travail contribue à l'étude des procédés de régénération qui est le procédé de regeneration par la technique adsorption Pour ce faire, nous avons fait appel aux caractéristiques les plus importantes des lubrifiants (densité, viscosité, ect). Différentes méthodes d'analyse ont été utilisées pour caractériser l'huile usagée. Nous avons fait subir à l'huile usée les différentes étapes de traitement [5].

I.1.1. Composition des huiles de lubrification

Ce produit complexe est élaboré par un mélange d'une huile de base minérale ou synthétique [6] et des additifs de performance [7].ajoutant chacun une propriété particulière afin d'améliorer le rôle de ces huiles [6]. Les lubrifiants sont souvent constitués d'huile de base et des additifs [7].



Figure I.1:Principe de composition d'une huile [8]

A. Les huiles de base

-huiles minérales

Sont des hydrocarbures de diverses familles et d'une petite quantité d'impuretés résiduelles oxygénées, azotées et soufrées, issus presque exclusivement de la distillation du pétrole. On les nomme "les distillats ". Elles vont subir des opérations de raffinage dont la complexité dépend à la fois de l'origine du brut utilisé et de la qualité recherchée des produits.

Les huiles peuvent appartenir aux diverses familles d'hydrocarbures et possèdent des propriétés fort différentes [6].

La nature exacte des constituants d'une huile minérale est loin d'être connue ; cependant , les méthodes chromatographique et spectrophotométriques ont permis de progresser dans cette connaissance:

***les paraffines** de C_{19} à C_{45} environ suivant les températures de distillation (340 à 550 °C sous la pression atmosphérique) a des concentrations parfois importantes : on a identifié un 2-6-10-14 tétraméthylpentadécane ($C_{19}H_{40}$) à 0.5 % dans un brut texan. La teneur en paraffines décroît pour les fractions lourdes ; on a pourtant trouvé un hydrocarbure en $C_{78}H_{158}$ dans un bright-stock (fraction lourde de la distillation sous vide) [9].

***les naphthènes** surtout sous forme de cyclopentanes et cyclohexanes alkyles, mais on trouve aussi des polycycloparaffines comportant jusqu'à 7 cycles [10].

***Isoparaffiniques** Elles résistent bien à l'oxydation, sont peu agressives pour les élastomères, se comportent mieux à froid que les précédentes, mais leur indice de viscosité est plus faible [11].

***Aromatiques** Sont très oxydables, dotés d'un très mauvais indice de viscosité. Leur comportement est catastrophique en lubrification et ils sont éliminés dès le raffinage [11].
Classification d'une huile minérale sur la base des structures moléculaires [10].

***Les hétérocycles** ils sont, surtout soufrés de type polybenzothiophénique. On trouve aussi des dérivés de l'acridine et quelques acides naphthéniques [9].

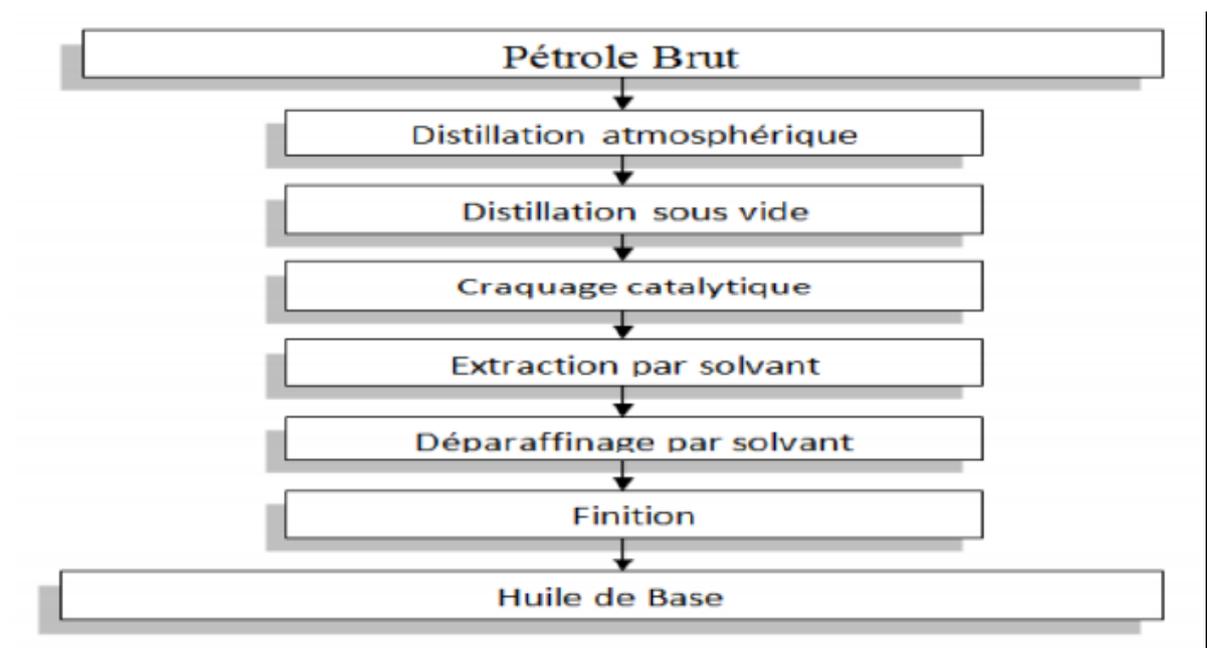


Figure I.2: Fabrication d'une huile de base minérale de l'extraction du pétrole brut [12].

Tableau I.1:Classification d'une huile minérale sur la base des structures moléculaire [10].

Structure	Fraction principale	Caractéristiques
A base de paraffine Chaines rectilignes ou ramifiées	+ de 75% de paraffines	Densité < 900 kg/m ³ Indice de viscosité 93-105
A base de naphtène	+ de 70% de naphtènes	Densité 900-940 kg/m ³ Indice de viscosité 30-80
Aromatique	+ de 50% d'aromatiques	Densité > 940 kg/m ³ Indice de viscosité 0-40

-les huiles de synthèse

Elles sont utilisées seules avec de l'huile minérales, ou compoundées en émulsion (usage) ou non (moteur) Leur composition est très variable : esters de diacides ; de polyisobutènes ; ethers de polyglycols , (polyéthylène glycol. . .) [9].

-Avantages

- *Augmente la durée de vie de vos équipements en les protégeant contre l'usure
- *Prolonge les intervalles de vidanges d'huile.
- *Diminue la consommation de carburant

-Inconvénient

- *Prix élevé [13].

B. Les additifs

Les additifs de lubrification sont des substances que l'on ajoute à l'huile soit pour renforcer certaines propriétés de l'huile de base, soit pour apporter à l'huile de base des propriétés qu'elle ne possède pas naturellement, Les additifs sont présents à hauteur de 10% à 20% dans les huiles finies [14]. Les additifs peuvent être classés en additifs de protection ou en additifs améliorant les performances [15].

***Additifs Antifriction, anti-usure**

Ils réduisent l'usure et les frottements mécaniques des surfaces métalliques en créant, à la surface des pièces, un film protecteur très résistant. Le coefficient de frottement se trouve abaissé et l'usure est réduite [15].

***Additifs Anticorrosifs, antirouille**

Sont des composés chimiques pouvant contenir du calcium, du magnésium, du phosphore et de l'azote avec ou sans soufre [16]. Ils empêchent l'attaque des métaux ferreux, due à l'action conjuguée de l'eau, de l'oxygène de l'air et de certains oxydes formés lors de la combustion. En étendant un film de protection sur les surfaces métalliques du moteur, et en neutralisant les agents corrosifs [15].

***Additifs détergents**

Ils empêchent ou diminuent les dépôts indésirables formés par les impuretés et les résidus de la combustion incomplète sur les surfaces [15]. On ajoute des composés métallo-organique, comme le magnésium, le baryum, le calcium ou l'étain [17].

***Additifs Antioxydation**

Pour prévenir la formation de vernis, de boue et de corrosion, on ajoute des composés organiques contenant du soufre, du phosphore ou de l'azote. On y incorpore souvent des métaux, comme l'étain, le zinc ou le baryum [17].

***Dispersants**

Ils permettent d'éviter l'agglomération des dépôts décollés des parois et maintenir les particules en suspension dans huile [15]. Ils contiennent souvent de l'azote, et parfois de bore [18].

***Additifs Anti-mousse**

Ces additifs permettent de limiter la dispersion d'un grand volume d'air dans l'huile en réduisant la tension de surface. Ils provoquent l'éclatement des bulles et empêche leur accumulation en surface de l'huile [15].

***Additifs extrême de pression**

Permettent à l'huile de réduire les frottements et par conséquence économiser de l'énergie. Et protéger les surfaces des fortes charges [19].

***Additifs améliorant le point d'écoulement**

Ils permettent au lubrifiant de garder une bonne fluidité à basse température (de -15°C à -45°C) [15]. Les additifs améliorant le point d'écoulement sont généralement des polymères hydrocarbonés et oxygénés [16].

***Améliorants de l'indice de viscosité**

Ce sont des polymères qui, introduisent à faible concentration dans une base lubrifiante entraînent une augmentation relative de la viscosité plus importante à haute qu'à

basse température et qui, par conséquent augmentent l'indice de viscosité du lubrifiant sans modifier défavorablement les autres propriétés essentielles[20].

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 [21].N'ont guère d'effet à des basses températures, par contre, une la baisse de viscosité est plus faible en raison de leur effet épaississant à des haute température [10].

***Additifs modificateurs de frottement**

Ces additifs permettent de réduire le coefficient de frottement des pièces lubrifiées, en améliorant ainsi leur rendement mécanique [15].

I.1.2. Définition des huiles usées

Les huiles usagées sont des déchets dangereux. Leur rejet dans la nature est interdit. Il s'agit d'huiles minérales ou synthétiques, lubrifiantes ou industrielles qui sont devenues impropres à l'usage auquel elles étaient initialement destinées : huiles de vidange pour moteurs, lubrifiants industriels [22].

I.1.3. Huiles régénérées

Ce sont des huiles de récupération (vidange moteurs) qui retournent sur le marché après un traitement souvent sommaire. Elles posent un problème important car leur tonnage est loin d'être négligeable. Leur structure est identique aux huiles pétrolières avec une concentration plus importante en polyaromatiques (enrichissement dû à l'utilisation à chaud dans les moteurs) [9].

I.1.4. Les types des huiles usagées

A. Les huiles usagées claires

D'origine industrielle et légèrement détériorées à l'usage [23].
les huiles claires provenant des transformateurs, des circuits hydrauliques et des turbines [3].Elles sont peu contaminées et chargées en général d'eau et de particules [24].

B. Les huiles usagées noires

Sont les huiles qui proviennent généralement de la lubrification automobile, elles sont obtenues par un mélange des résidus lourds [25].Qui comprennent les huiles moteurs (essence et gasoil) [3].

I.1.5.Récupération des huiles usées

L'utilisation de lubrifiants, indispensable à tout travail mécanique, génère le plus souvent des huiles usées qui sont des produits pétroliers visqueux ,au cours de l'utilisation ces huiles se dégradent après un certain temps, par l'influence des différents types de contaminants .Elles considèrent comme des déchets dangereux pouvant avoir un impact négatif sur la santé humaine et l'environnement, mais également pouvant être traitées et réutilisées comme huile de base ou simplement comme combustible dans certains industries dans le but de réduire la quantité des huiles usées, et protéger l'environnement et la santé humaine [26].

I.1.6. Méthodes de récupération des huiles usées

L'opération de recyclage des lubrifiants usagés passe par plusieurs étapes, à savoir la Collecte et le traitement en utilisant deux méthodes [27].

A. La méthode de régénération ou re-raffinage

Consiste à refabriquer une huile de base semblable aux huiles neuves où les installations de régénération sont de véritables petites raffineries.

B. La méthode de valorisation

La valorisation énergétique est l'une des possibles voies d'application des huiles usées. Elle prévoit de brûler ces déchets pour l'obtention de la chaleur qu'est l'application la plus courante, particulièrement dans les cimenteries, les raffineries, etc.

I.1.7. Étapes de récupération des huiles usées

Les processus ayant pour objectif la minimisation à la source sont basés sur les étapes suivantes [28]:

A. Distillation sous vide

Phase de déshydratation et de dégazage, ce qui élimine également d'autres polluants volatiles.

B. Ultrafiltration

Cette étape est une Phase dans laquelle huile usée est soumise à des processus de sédimentation et de filtration afin d'éliminer les particules métalliques et les autres solides présents dans l'huile.

C. Ré- addition

Tout au long de ce processus, on incorpore des additifs afin d'obtenir de l'huile propre, aux caractéristiques désirées. Avant l'introduction de l'huile dans le système, on

effectue des analyses chimiques, afin de connaître l'état de l'huile usée, et donc de pouvoir définir l'intensité de traitement et l'addition à mettre en place pour obtenir les caractéristiques finales désirées.

I.1.8.Impacts des huiles moteurs usagées sur l'environnement et la santé

A. Sur l'environnement

D'une manière générale, les huiles usagées sont peu biodégradables. Elles ont une densité plus faible que l'eau. C'est pourquoi 1 litre d'huile usagée peut couvrir une surface importante d'eau et réduire l'oxygénation de la faune et de la flore du milieu. Les conséquences d'un rejet direct de l'huile usagée dans le milieu naturel sont donc évidentes. Par ailleurs, bien que son pouvoir calorifique puisse être estimé à environ 90 % du fuel lourd et fasse donc de l'huile un combustible intéressant, l'impact lié à sa combustion dans de mauvaises conditions peut également être important, pollution des terres, des fleuves et des océans due à une faible biodégradabilité, en contact avec l'eau, production d'une pellicule empêchant la circulation de l'oxygène, la combustion non-contrôlée peut entraîner l'émission dans l'atmosphère de gaz contenant du chlore, du plomb, et d'autres éléments, aux effets correspondants [23].



Figure I.3 : L'impact des huiles usagées sur l'environnement.

B. Sur la santé

L'exposition aux huiles usagées ou leur manipulation peuvent entraîner chez les sujets des allergies, des anémies, des bronchites, des cancers, des dermatoses, des convulsions, l'asthme, des emphysèmes, des diarrhées, des céphalées, des troubles respiratoires [29], Irritations du tissu respiratoire dues à la présence de gaz renfermant des aldéhydes, des

cétones, des composés aromatiques,etc, la présence d'éléments chimiques tel que (Cl), (NO₂), (H₂S), (Sb), (Cr), (Ni), (Cd) et (Cu), affectent les voies respiratoires supérieures et les tissus pulmonaires, Production d'effets asphyxiants empêchant le transport d'oxygène, dû à la présence de monoxyde de carbone, de solvants halogénés, d'hydrogène sulfuré, etc. Effets cancérigènes sur la prostate et les poumons, dû à la présence de métaux comme le plomb, le cadmium, le manganèse, etc [23].

Tableau I.2: Composés polluants des huiles usées [30].

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

I.1.9.Utilisation des huiles

A l'exception des huiles blanches, des huiles de trempe, des huiles diélectriques, c'est le pouvoir lubrifiant qui fait en général leur intérêt. Cependant, il leur est souvent demandé d'autres qualités qui nécessitent d'ailleurs l'emploi d'additifs divers [9].

A. Huiles blanches

Bien que les plus élaborées actuellement, ce sont paradoxalement les plus anciennement connues : elles étaient déjà employées comme laxatif trois siècles avant J.C. En fait, d'origine minérale, elles se purifiaient par l'équivalent d'une chromatographie à travers les couches souterraines et suintaient le long de parois rocheuses [9].

B. Huiles moteurs

Ce sont des huiles de graissage, mais dont le rôle réfrigérant est tout aussi important. Elles doivent être suffisamment fluides à basse température (démarrage) tout en restant visqueuses à température plus élevée [9].

C. Huiles d'usinage

Elles comprennent les huiles de coupe, de brochage, de taraudage. Elles doivent faciliter l'avance de l'outil sur le métal par leur pouvoir lubrifiant, refroidir l'outil, entraîner les copeaux et protéger pièces et matériel contre l'oxydation [9].

D. Huiles de trempe

Leur qualité réside surtout dans le pouvoir mouillant: et réfrigérant de plus, elles doivent être de point éclair élevé. Ce sont des bases paraffiniques Légères 2 à 3°E à 500°C [9].

I.1.10. Le lubrifiant moteur

Le lubrifiant moteur est un produit complexe et multifonctions ;Il existe différents types de lubrifiants : fluide, solide, pâteux (graisse) ou gazeux. Au niveau de notre étude, nous utilisons les lubrifiants de type fluide, les huiles pour moteur[07].

Peut-être définie comme une substance liquide, introduite entre deux surfaces métalliques en mouvement afin de réduire le frottement entre elles, ce qui facilite les mouvements des pièces métalliques et ralentit leur usure [31].

Les huiles de lubrification sont utilisées dans les domaines suivants : l'automobile (il s'agit de huile moteur), l'aviation (turbines et pistons), la marine et l'industrie (hydraulique, compresseurs, engrenages, turbines, systèmes de circulation et de réfrigération) [11].

I.1.11. Le rôle de la lubrification

- la lubrification sert à réduire le frottement et l'usure [32].
- protéger contre la corrosion et d'empêcher le grippage [32].
- Solubiliser les gaz [07].

I.1.12. Classification des lubrifiants

La lubrification se fait par des lubrifiants qui sont classés en quatre groupes principaux :

A. Les lubrifiants liquides

Issues de la distillation du pétrole brut, industriellement nommé **Distillat**. Ce dernier subi des opérations de raffinage dont la complexité dépend à la fois de l'origine du pétrole brut utilisé, et de la qualité recherché des produits. Ils sont généralement utilisés dans les moteurs alternatifs.

B. Les graisses

C'est la fraction (70% à 90%) de la distillation du pétrole brut.

Les graisses sont composées de :

- * 70 à 95 % d'huile de base (minérale, synthétique ou végétale) qui sert d'agent lubrifiant ;
- * 0 à 10 % d'additifs ;
- * 3 à 20 % d'un agent épaississant ou gélifiant qui à pour rôle de donner la consistance au lubrifiant (semi fluide, fluide, mou ou dur) et d'emprisonner l'huile de base et les additifs pour qu'ils ne s'écoulent pas.

Les graisses de lubrification sont des produits viscoplastiques homogènes à aspect bitumeux, composés de l'huile de base et d'un épaississeur (agent gélifiant) insoluble ; afin d'améliorer certaines propriétés. Des additifs sont ajoutés aux graisses de lubrification tels que : antioxydants, antirouilles, anticorrosifs, extrême pression, anti-usures....

On distingue quatre sortes de graisses :

- * Graisses résistant à l'eau et aux températures jusqu'à 85°C. Ce sont souvent des graisses dont le savon est à base de Ca ou d'Al.
- * Graisses solubles dans l'eau mais résistant aux températures élevées de 150°C à 200°C on utilise des graisses sodiques [contiennent de la soude].
- * Graisses tous emplois élaborés pour l'aviation.
- * Autres graisses aux fortes pressions et aux températures pouvant aller à 200°C [33].

C. Les lubrifiants solides

Ils sont des matières solides facilement cisailable qui réduisent les frottements entre les joints du moteur, absorbent les chocs et préviennent l'usure par vibration, consommable à long terme, donnant une meilleur lubrification même à haute températures [33].

D. Les lubrifiants gazeux

Nous pouvons trouver les lubrifiants gazeux :

-Faible pression (gaz incompressible)

Le gaz utilisé dans ce cas est l'air, par sa disponibilité et son faible coût énergétique. Les lubrifiants gazeux à faible pression sont utilisés pour la séparation entre deux surfaces par un flux d'air appelé coussin d'air ; les Hovercrafts sont construits sur ce principe permettant la traversée tout type de terrain, même sur l'eau [33].

-Haute pression (gaz compressible) :

L'azote est le plus utilisé dans ce cas. On le trouve dans des industries où toute contamination doit être évitée; citons : l'industrie alimentaire, l'industrie pharmaceutique, l'industrie pétrolière...etc. [33].

I.1.13.Classification des huiles lubrifiants

Les classification sont établies par des organismes internationaux [34]

Classification S.A.E

Classification A.P.I

Classification C.C.M.C

A. Classification SAE (society of automotive engineers)

Les huiles étaient classées : légères, moyennes ou lourds selon la viscosité, mais lorsque des instruments ont été mis au point pour mesurer avec précision la viscosité, la {society of automative enginners } ou SAE c'est-à-dire la société des ingénieurs de l'automobile a établi un système de classification basé sur les mesures de viscosité [18] :

Huile dites normales : elles se distinguent en fonction de leur viscosité mesuré à +99°C (210°F) et composées en cinq classes telles que : SAE20, SAE30, SAE40 SAE50 et SAE60.

Huiles dites d'hiver : indiquées par une lettre W (Winter en anglais) signifie hiver. Ces huiles sont classées en six zones en fonction de leur viscosité à -18°C (0°F) : SAE0W, SAE5W, SAE10W, SAE15W, SAE20W et SAE25W.

Ces huiles sont destinées au fonctionnement à basse température, ce sont des huiles mono grades.

Les mesures de leur viscosité, d'une part à -18°C et d'autre part à +99°C permet de définir des séries d'huiles couvrant deux échelons : SAE ; ce sont des huiles dites multigrades , c'est-à-dire d'un grade à froid et d'un grade à chaud. Ils sont huit : SAE 0W30, 5W20, 5W40, 10W30, 10W40, 15W40 et 20W50 ; utilisables en toute saison (Hiver et été).

B. Classification API (Américanpetroleuminstitute)

En 1970, l'API , l'ASTM (American society for testing and matrials), le SAE l'armée américaine et d'autres grandes compagnies de construction (General Motors, Caterpillard Ford) ont établi conjointement un nouveau système définissant les classes de service, auquel est soumis le moteur ;

Ce nouveau système permet de définir et de choisir les huiles moteurs selon leur caractéristique de rendement et le type de service auquel elles sont destinées.

La norme API se caractérise [18] :

-En essence : par la lettre << S >> suivie d'une seconde lettre qui détermine le niveau de performance en fonction de l'évolution des moteurs

-En diesel par la lettre << C >> suivie d'une seconde lettre qui détermine le niveau de performance en fonction de l'évolution des moteurs.

Remarque :

La lettre S signifie Service et la lettre C signifie Commercial

C. Classification CCMC (comité de construction du marché commun)

La norme CCMC se caractérise :

En essence ; par lettre G suivie d'un chiffre qui détermine le niveau de performance en fonction de l'évolution des moteurs

En Diesel ; par la lettre PD (ou D pour les huiles professionnelles uniquement suivies d'un chiffre qui détermine le niveau de performance de l'évolution des moteurs [18].

Remarque

Les lettres : G signifie Gazoline

PD signifie Passenger Diesel

D signifie Diesel.

I.1.14. Dégradation de l'huile de lubrification

L'oxydation est la réaction entre l'huile de base du lubrifiant et l'oxygène qui se trouve dans l'atmosphère, c'est l'une des principales causes de la dégradation du lubrifiant. Elle peut provoquer une modification fondamentale de l'huile de base du lubrifiant et c'est la raison pour laquelle les huiles finissent par s'user. La vitesse de réaction de l'huile avec l'oxygène dépend de la température à laquelle cette réaction a lieu, plus la température est élevée plus l'huile s'oxyde rapidement [35].

L'oxydation de l'huile génère un ensemble de phénomènes, entraînant des conséquences nuisibles à l'huile et sur le circuit de lubrification, tel que l'augmentation de

la viscosité, l'augmentation de l'acidité de l'huile, et la formation de dépôts et de boues [36].

A. Contamination de l'huile de lubrification

Les huiles lubrifiantes peuvent être contaminées par des particules métalliques provenant de l'usure des moteurs, par les impuretés des composés de plomb, ou par l'eau ou du carburant provenant à partir de la combustion du carburant dans le moteur [37].

B. Phénomène de rouille et de corrosion

La rouille et la corrosion sont deux phénomènes qui conduisent à une élévation de l'usure, ce phénomène provoque la corrosion des métaux non ferreux, par l'attaque de l'acide organique provenant de l'oxydation des huiles ou du carburant. D'où la rouille des métaux ferreux est par l'humidité qui est le résultat de l'action conjuguée de l'eau et l'oxygène de l'air. La formation de la rouille, ainsi que la destruction de certaines particules métalliques dues à la contamination des huiles lubrifiantes, et elle provoque leur dégradation [22].

I.1.15. Propriétés des huiles lubrifiantes

A. Propriétés physico-chimiques

-Densité

La densité d'une substance est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps de référence dans des conditions qui doivent être spécifiées pour les deux corps. En général, les corps de référence sont l'eau pour les liquides et l'air pour les gaz [37].

-Point d'écoulement

Il s'agit de la température la plus basse à laquelle l'huile coule encore lorsque 'elle est refroidie , sans agitation, dans des conditions normalisées [38]. La température la plus basse à laquelle il coule encore est notée, elle correspond au point d'écoulement [39]. 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 [07].

-Point d'éclair

Il est défini par la température minimale à laquelle il faut porter l'huile pour que les vapeurs émises s'enflamment spontanément (s'éclaire) en présence d'une flamme dans des conditions normalisées. Le test de point d'éclair donne une indication de la présence de composés volatils dans l'huile et de la température à laquelle l'huile doit être chauffée dans des conditions spécifiques pour donner suffisamment de vapeur pour former un mélange

inflammable avec l'air. Il existe différentes méthodes pour déterminer le point d'éclair des huiles telles qu'elles sont mentionnées dans la norme ASTM [34].

-Viscosité

La viscosité est une grandeur physique qui mesure la résistance interne à l'écoulement d'un fluide, cette résistance est due au frottement des molécules qui glissent l'une contre l'autre. Plus la valeur de la viscosité est élevée, plus le fluide est visqueux. Elle varie inversement avec la température [18].

-Viscosité cinématique

Est déterminée en mesurant à une température donnée, la durée de l'écoulement d'un volume connu de liquide à travers un viscosimètre. La viscosité cinématique est le produit du temps d'écoulement mesuré par la constante de tarage du viscosimètre [40].

$$v = C * t$$

-Indice d'acidité ou dosage de l'acidité totale (TAN)

L'indice d'acidité est le nombre de milligramme de potasse nécessaire à la neutralisation des acides contenus dans un gramme d'huile (mg KOH/ g d'huile) [21].

-Indice de basicité ou dosage de basicité totale (TBN)

L'indice de basicité est le nombre de milligrammes de potasse stoechiométriquement équivalent à la quantité d'acide nécessaire pour la neutralisation des constituants basiques contenus dans un gramme d'huile [7].

-Couleur

La coloration anormalement sombre dans une huile lubrifiante est une indication de la présence d'oléfine. Ceux-ci sont indésirables dans les huiles lubrifiantes. Comme ils sont thermiquement instables [38].

Cette couleur change progressivement au cours de son service dans le moteur. En particulier, elle noircit rapidement à cause des résidus de combustion métallique [38].

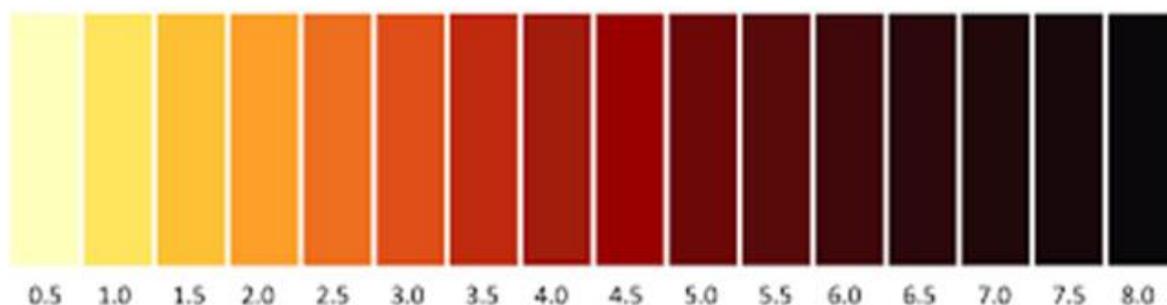


Figure I.4: Barre de couleur [41].

I.1.16. Etape d'adsorption

Cette étape est réalisée en utilisant différents adsorbant comme bentonite.

I.2. ADSORPTION

I.2.1. introduction

Les molécules, ions ou atomes formant la surface d'un solide sont soumis à des forces Asymétriques qui se traduisent par un champ de force attractive. Ce champ à une portée limitée, à des distances de l'ordre de grandeur des dimensions, l'atome (quelques Å). Mais il est suffisant pour attirer les molécules de gaz ou de liquide situé au voisinage immédiat de l'interface.

Ce sont des forces qui provoquent la fixation des molécules en couche monomoléculaire ou en couche polymoléculaires. Ces couches peuvent se déplacer (couches mobiles) ou être stationnaires (couches localisées) [41]. L'adsorption est donc au phénomène de surface, à distinguer de l'absorption : « phénomène de profondeur ».

I.2.2. Les différents types d'adsorption

L'adsorption est une transformation de premier ordre du point de vue thermodynamique.

Elle traduit, de façon discontinue, un changement d'état de deux phases. Cette transformation est toujours exothermique et elle s'accompagne d'une diminution de l'énergie libre du système [42]. Selon la nature des forces d'interaction qui se produisent entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant, on distingue deux types d'adsorption.

A. L'adsorption physique (ou physisorption)

La physisorption est caractérisée par la rétention réversible d'un soluté à la surface de l'adsorbant sans modification de chaque identité chimique, grâce à un échange de forces

d'interaction réciproques d'origine électrostatique [43]. Elle met en jeu des forces du type VANDER WAALS et provient d'une condensation moléculaire dans les pores du solide.

B.L'adsorption chimique (ou chimisorption)

L'adsorption chimique résulte par contre, de l'établissement de liaisons chimiques ; souvent de nature covalente ou ionique comme dans le cas d'échange d'ions. Le processus est généralement irréversible et les molécules adsorbées subissent des changements dans leurs structures chimiques.

C.L'adsorption en phase liquide

La théorie de l'adsorption liquide-solide est beaucoup moins complète que l'adsorption gaz-liquide. Cela revient à l'intervention d'un grand nombre de facteurs qui rendent l'étude d'un tel phénomène plus difficile à interpréter.

L'adsorption des mélanges liquides est similaire à l'adsorption des mélanges gazeux. Elle se distingue cependant par les raisons suivantes

La pression n'est pas un paramètre important en phase liquide alors qu'elle est essentielle en phase gazeuse.

Le recouvrement de la surface de l'adsorbant par les molécules d'adsorbant est total au contact d'une phase liquide, ce qui n'est jamais le cas en phase gazeuse.

D. Cas des solutions diluées

L'adsorption du polluant organique sur un adsorbant en solution aqueuse est un domaine qui a été largement étudié. Etant donné la faible solubilité de ces polluants, les isothermes sont limitées à un petit domaine de concentrations (de quelque ppm jusqu'à quelques grammes par litre).

E. Cas des mélanges binaires des liquides à solubilité limitée

Le cas le plus fréquent est fourni par les solutions aqueuses de composés organiques peu solubles, comme les hydrocarbures, dérivés chlorés, phénol, et autres dérivés de benzène

L'adsorption préférentielle de ces composés organiques, nulle avec les adsorbants hydrophiles (gel de silice, alumine, tamis moléculaire ...) est importante avec les adsorbants hydrophobes (charbon actif, polymère poreux, ...). C'est dans le domaine des solutions très diluées que l'on a le plus d'informations sur les travaux sur les micropolluants organiques dans l'eau.

Il apparaît que plus la solubilité d'un composé organique est faible, plus son adsorption pour une concentration donnée sera élevée [44].

I.2.3. Les facteurs influençant l'adsorption

Comme dans tous les autres problèmes de transfert de masse, la capacité d'adsorption d'un adsorbant vis-à-vis d'un corps déterminée dépend des facteurs suivants.

A. La nature de l'adsorbât

La nature chimique de l'adsorbât (polarité, polarisabilité,...) influe sur la quantité adsorbée. Plus la molécule est polaire plus elle est fortement adsorbée sur une surface polaire. De même la géométrie ou isomérisation des molécules (molécule ramifiée ou linéaire) peut faire varier l'adsorption dans un sens ou dans un autre sens [45]

B. Type d'adsorbant

Les caractéristiques propres de l'adsorbant jouent un grand rôle dans le processus d'adsorption, on cite les principales:

La surface spécifique.

Le volume des pores et leur distribution.

Les dimensions et les formes des particules de l'adsorbant.

C. La nature de l'adsorbant

En général, il existe des solides polaires tels l'alumine. et la silice à gel adsorbant préférentiellement les substances polaires et des solides non polaires tel que le carbone qui adsorbe de préférence des substances non polaires [46].

D. La concentration des adsorbats

L'adsorption dépend énormément de la concentration. Elle est plus intense pour une concentration élevée. L'équilibre d'adsorption qui s'établit entre la concentration dans la phase solide et la phase liquide dépend en premier lieu de la concentration initiale des substances adsorbables.

E. Les facteurs physiques

La température ainsi que le pH jouent un rôle très important dans le phénomène d'adsorption. A pression constante, la quantité adsorbée décroît quand la température augmente et l'élévation de celle-ci libère l'adsorbât (désorption).

F. Les caractéristiques hydrodynamiques de l'échange

La vitesse relative entre les deux phases ainsi que le temps de contact et le débit du fluide influent d'une manière considérable sur le phénomène d'adsorption.

I.2.4.Équilibre d'adsorption

L'information sur l'équilibre d'adsorption est indispensable dans l'étude d'adsorption d'un soluté sur un matériau. Le phénomène d'adsorption est décrit en termes d'isothermes. Ces derniers rendent compte la relation entre la quantité adsorbée du soluté et la concentration de ce dernier dans la phase liquide, sous deux conditions : l'équilibre réactionnel est atteint et les conditions opératoires sont constantes [47].

I.2.5.La cinétique d'adsorption

Lorsqu'une molécule vient s'adsorber sur un solide poreux, l'ensemble du phénomène peut se diviser en plusieurs étapes dont chacune à une vitesse propre [48]. Parmi ces étapes on note

* Etape 1 : Transfert de la particule de la couche externe d'hydratation vers la couche interne (très rapide).

*Etape 2 : Déplacement de l'eau liée jusqu'au contact du adsorbant (rapide).

* Etape 3 : Diffusion à l'intérieur du adsorbant sous l'influence du gradient de concentration (lente).

*Etape 4 : Adsorption dans un micropore (très rapide) [49].

I.2.6.Colonne d'adsorption sur lit fixe

L'adsorption est un procédé de transfert de phase dans lequel un ou des solutés dissous dans une phase 9 liquide ou gaz est adsorbé à la surface d'un solide, dissout dans une phase liquide, sur une phase solide. vu que l'adsorption est un phénomène directement relié à la surface d'échange, la porosité est un facteur clé dans ce procédé. Les matériaux adsorbants doivent alors être conçus pour avoir une porosité assez développée avec des surfaces spécifiques [50].

CHAPITRE II :

Matériels et méthodes

CHAPITRE II : Matériels et méthodes

II.1.Introduction

Dans cette partie de notre travail nous présenterons tous les matériels et les méthodes utilisés pour réaliser la régénération physique et chimique des huiles usées

II.2.Présentation de l'entreprise NAFTAL

NAFTAL est une société nationale qui a pour mission principale, la distribution et la commercialisation des produits pétroliers sur le marché national. Elle possède trois branches (la branche GPL, branche carburants et branche commercialisation) ainsi que dix laboratoires de contrôle de qualité qui s'assurent de la conformité de ses produits [51].

L'entreprise nationale de commercialisation et de distribution de produits pétroliers est sous le sigle de « NAFTAL ».

*NAFT : carburant.

* AL: Algérie.

II.3.Localisation géographique

La branche carburants est localisée dans la wilaya d'Alger et plus précisément dans la circonscription administrative de DAR EL-BEIDA à 300 mètres de l'aéroport HOUARI BOUMEDIENE.

II.4. Activité 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 : [51].

*organiser et développer l'activité de commercialisation et de distribution des produits pétroliers.

* Stocker, transporter et/ou faire transporter tout produit pétrolier

*Procéder à toute étude de marché en matière d'utilisation et de consommation des produits pétroliers.

* Enfûtage des GPL et formulation des bitumes.

II.5. Branche Carburants

II.5.1. Présentation de la Branche Carburants

La branche carburant est une entité de NAFTAL, chargée des activités d'approvisionnement de réalisation, stockage et livraison de produits carburants constituée de la division aviation marine et la division carburants terre [51].

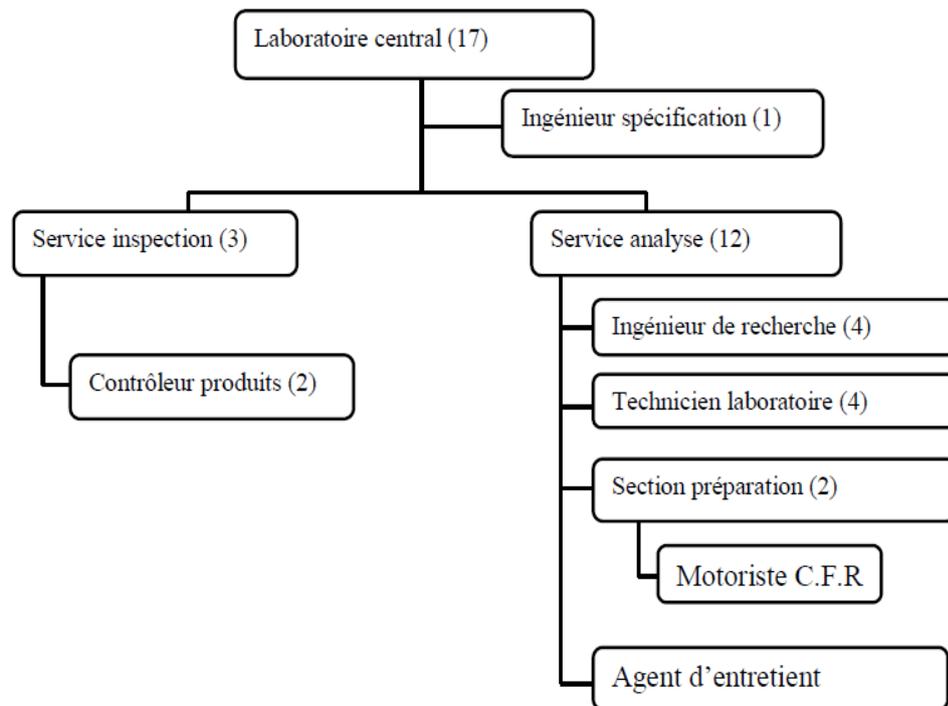


Figure II.1: organigramme de laboratoire de la branche carburants

II.6. Laboratoire central

Le laboratoire central a ouvert ses portes en 1976. Il a pour mission de contrôler la qualité des produits commercialisés par la direction aviation marine.

Au niveau du **Laboratoire Central** d'Alger, les produits distribués par NAFTAL sont soumis à un contrôle rigoureux depuis les installations des fournisseurs jusqu'à la mise à bord des avions et navires.

Equipé de matériels modernes, ce laboratoire garantit donc la très haute qualité des produits, et propose également pour ces clients des analyses d'huiles en service pour les compagnies aériennes et maritimes civiles ou militaires [52].

II.7.Type de produits analysés au laboratoire central de la branche carburant

Le laboratoire situé à Dar El Beida Alger, est érigé comme laboratoire central spécialisé dans l'analyse des produits carburants Aviation et Marine et de toutes les gammes d'huiles telle que Jet A1, Fuel80cts, 40cts, 60cts, les huiles marine et aviation.

II.8.Caractérisation physique et chimique de l'huile usée

Afin de contrôler la qualité de l'huile, plusieurs caractérisations sont effectuées à savoir :

II.8.1.Mesure de la densité manuellement

Le protocole de la mesure de densité est réalisé selon les étapes suivantes :

- 1- Transvaser l'échantillon de l'expérience dans une éprouvette de 500ml et y plonger le densimètre (attendre que ce dernier se stabilise).
- 2- La lecture se fait au niveau du ménisque inférieur.



Figure II.2 : Mesure de la densité

II.8.2.Mesure La viscosité cinématique

Le protocole de la mesure la viscosité cinématique réalisé selon les étapes suivantes :

- 1-Préparer le viscosimètre à tube ascendant, et plonger le tube avec capillaire (1) dans l'huile, pendant que l'on aspire au tube de ventilation (2) avec un tuyau flexible jusqu'à ce que l'huile atteigne le trait de remplissage (3).
- 2- Fermer le tube de ventilation (2) avec un bouchon, puis accrocher le viscosimètre avec son support dans le bain.
- 3- Attendre un temps de 15 à 20min pour que l'huile atteigne la température du bain.
- 4-Enlever le bouchon du tube de ventilation, et à l'aide d'un chronomètre mesurer le temps de passage du trait (4) jusqu'au trait (5), puis avec un autre chronomètre du trait (5) jusqu'au trait (6).
- 5-Déterminer la viscosité cinématique en utilisant la relation suivante :

$$v = (C1 \times t1 + C2 \times t2) / 2$$

Avec :

C : La constante du viscosimètre qui dépend de la taille du capillaire du viscosimètre.

t : le temps d'écoulement en secondes.

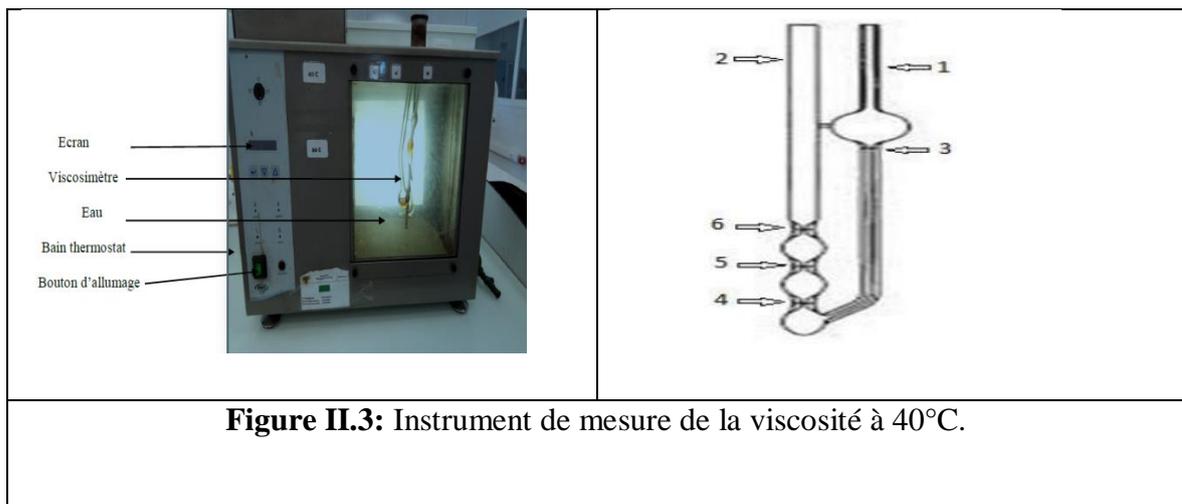
Nous avons utilisé deux différents viscosimètres :

1/ Le viscosimètre série 350-4785 avec la première constante 0,474780 et la deuxième 0,35004 pour la mesure de viscosité à 40°C.

2/ Le viscosimètre la série 150-5167 avec la constante 0.034790 pour la mesure de viscosité à 100°C.

Note

Le mode opératoire pour la mesure de la viscosité cinématique à 40°C est le même qu'à 100°C.





Série 150-5167

Série 350-4785

Figure II.4: Viscosimètres

II.8.3. Mesure de 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 (ex : Les huiles).

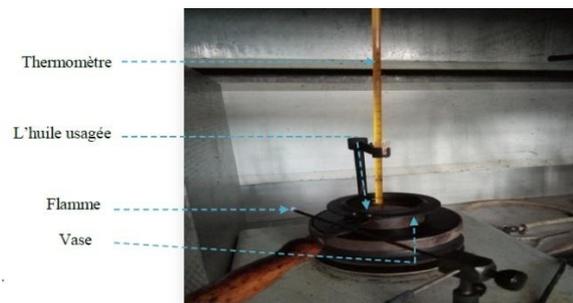


Figure II.5: Mesure du point d'éclair par l'appareil

-Mode opératoire

- 1- Nettoyer et sécher bien la vase
- 2- On remplit la vase jusqu'à le trait de jauge par l'huile usagée
- 3- Allumer une petite flamme bleue et chauffer, puis on lit la température sur le thermomètre au début de l'accumulation de la vapeur de l'huile au moment du point d'éclair.

II.8.4. Mesure du point d'écoulement

La mesure du point d'écoulement est déterminée selon le protocole suivant :

- Verser l'échantillon dans le tube à essai jusqu'au trait de jauge ;
- Fermer le tube avec un bouchon de liège équipé du thermomètre ;

-Mettre l'échantillon dans le premier bain de 0°C puis passer à la jaquette suivante si le produit coule encore ;

-Chaque 3°C, vérifiez l'échantillon, s'il ne s'écoule plus, lisez la température et arrêtez l'analyse.

La température varie de 0°C à -51°C distribuées sur 4 bains comme suit :

- La première : 0°C ;

- La deuxième : -18°C ;

- La troisième : -33°C ;

- La quatrième : -51°C



Figure II.6: Bain de refroidissement

II.8.5.Mesure de l'indice de basicité totale (TBN)

La mesure de l'indice de basicité totale (TBN) est déterminée selon le protocole suivant :

1-Dans un bécher nous pesons une quantité d'une huile usagée environ 1g ou bien 2g.

2-On ajoute 120 ml d'un solvant TBN, placer le bêche dans le titreur et bien mélanger.

3-Appuyer sur <<Entrer>> puis sur <<TBN>>, entrer la valeur du quantité de huile pesée et appuyer<<Entrer >>.

4-Laisser l'électrode dans l'eau lorsqu'elle n'est pas utilisée.

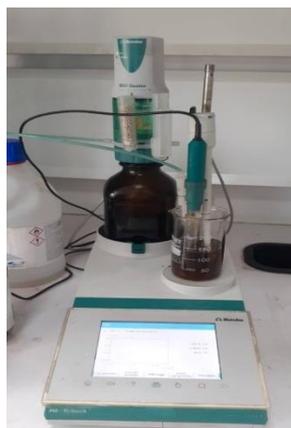


Figure II.7: Appareil de titration potentiométrique.

II.9.Traitement de l'huile usée par l'adsorption

II.9.1Préparation des adsorbants

A. Traitement préliminaire de la bentonite

La bentonite brute utilisée dans toutes les expériences de ce travail provient du même lot extrait du gisement de Roussel (Maghnia-Algérie). Les principales caractéristiques de cette bentonite sont regroupées dans le Tableau II.1 suivant:

Tableau II.1 : composition chimique de la bentonite brute [53].

Composition	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO	As	PAF
% en poids	69.4	14.7	1.2	1.1	0.3	0.5	0.8	0.2	0.05	11

PAF : perte au feu à 900 °C.

Dans le but d'éliminer les phases cristallines indésirables (quartz, calcite, feldspath,etc.) et rendre cette argile homoionique sodique, nous avons procédé à une purification par traitement sodique qui est réalisée selon la procédure suivante [53]:

1- Nous dispersons une masse de 500 g de bentonite brute dans 5 L d'eau distillée que nous soumettons à une agitation pendant 8 h jusqu'à l'homogénéisation complète de la suspension.

2- Après une décantation prolongée d'environ 8 h, l'eau surnageante est remplacée par un même volume d'une solution de chlorure de sodium (1N). Cette opération est répétée 5 fois, sous agitation de 4 h, afin de s'assurer de l'homoionisation sodique totale de la bentonite initiale. Cette étape est suivie par plusieurs lavages successifs avec de l'eau

distillée dans le seul but d'éliminer l'excès des ions chlorures encore présents dans la suspension argileuse. Dans ce cycle d'opérations, chaque lavage est effectué après une agitation de 4 h suivie d'une décantation de 24 h.

3- La suspension montmorillonitique ainsi obtenue est mise dans plusieurs éprouvettes de 2 L afin de réaliser la séparation granulométrique humide. Les prélèvements de la fraction inférieure à 2 μm ont été réalisés à une profondeur de 10 cm de la surface libre après 8 h de repos grâce à la pipette de "Robinson-Kohn". Cette opération est effectuée autant de fois que nécessaire, jusqu'à épuisement total de la montmorillonite. La séparation solide-liquide est réalisée en utilisant une centrifugeuse type "MWLT 62" ce qui permet de récupérer la fraction réelle de la montmorillonite.

4- Les sels encore présents sont éliminés grâce à la dialyse. Celle-ci consiste à immerger des sacs perméables en acétate de cellulose, contenant la fraction de montmorillonite déjà centrifugée, dans des béciers remplis d'eau distillée. L'eau d'immersion est changée toutes les 24 h jusqu'à ce que le test au nitrate d'argent s'avère négatif.

5- La montmorillonite obtenue après dialyse est séchée modérément dans une étuve à 40 °C pendant 3 jours. Elle est symbolisée dans la suite de notre travail par montm-Na.

B.Préparation des oxyhydroxydes de fer

-Goethite

La synthèse de la goethite $\alpha\text{-FeO(OH)}$ a été réalisée par précipitation d'un sel ferrique en milieu basique selon le protocole Schwertmann et Cornell. le procédé consiste à mélanger rapidement 100 mL de $\text{Fe(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (1M) ($> 98\%$, Prolabo) avec 180 mL de NaOH (5M) ($> 98\%$, prolabo) sous agitation et bullage d'azote afin d'éviter la carbonatation par le dioxyde de carbone atmosphérique. Le mélange est ensuite dilué à 2 L avec de l'eau bi-distillée puis placé à l'étuve à 70 °C pendant une durée de 60 heures. Le précipité obtenu est centrifugé pendant 15 minutes puis lavé trois fois dans 500 mL d'eau bi-distillée afin d'éliminer l'excès des nitrates. Après séchage à l'étuve à 60 °C pendant environ 24 heures, le solide est broyé jusqu'à l'obtention d'une poudre homogène puis récupéré dans un flacon sombre. [53].

-Hydroxyde de Fer amorphe (HFO)

L'hydroxyde de fer amorphe Fe(OH)_3 , désigné par HFO, a été synthétisé selon le protocole de Schertmann et Cornell [53]. 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.

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 [53].

C. Le procédé d'adsorption

Le traitement de l'huile usée est réalisé par un procédé d'adsorption sur trois types d'adsorbants à savoir la bentonite brute, la goethite et l'HFO, le protocole de réalisation consiste à suivre les étapes données ci-dessous :

- Prenez 3 flacon de même forme et on ajoute 200 ml d'huile usagée.
- Pesée 2g d'argile brut ou Goethite ou HFO et l'ajouter à chaque flacon.
- Mettre les flacons dans un agitateur universel (secoueur) pendant (2h, 4h, 24h).
- Filtrer le mélange obtenue par papier filtrant 0.45 μm les trois flacons.



Figure II.8: l'opération de filtration.



Après la filtration

Avant La filtration

Figure II.9: Papier Filtrant 0.45 μm



Figure II.10: Agitateur universel (secoueur).

CHAPITRE III :

Résultats et Discussion

CHAPITRE III : Résultats et discussions

III.1.Introduction

Dans cette partie de notre travail nous présenterons les résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

III.2.Les Résultats d'adsorption discontinue

Nous résumons dans le tableau suivant tous les résultats de la caractérisation physique et chimiques :

Tableau III.1 : Les résultats des différents adsorbants

		HFO	Goethite	Bentonite
Densité	2h	0.882	0.881	0.883
	4h	0.880	0.880	0.881
	24h	0.879	0.876	0.878
Viscosité a 40°C	2h	81	80	80
	4h	86	84	83
	24h	91	89	86
Viscosité a 100°C	2h	13.7	13.7	13.6
	4h	13.8	13.9	13.8
	24h	14.4	14.7	14
Point d'écoulement	2h	-23	-24	-24
	4h	-23	-21	-23
	24h	-20	-19	-21
Point d'éclaire	2h	216	217	216
	4h	217	217	216
	24h	217	218	217
TBN	2h	4.2	4.7	4
	4h	5.3	5.4	4.8
	24h	5.91	6.1	5.13

Au regard, des résultats donnée dans le tableau ci-dessus nous constatons que le meilleur adsorbant qui a présenté une remarquable augmentation de TBN c'est la goethite, Il sera

utilisé dans la suite de travail ou nous prolongé le temps de contact à 5 jours les résultats de cette partie sont donnés comme suite :

III.2.1. Résultats de la régénération par l'adsorption

Pour mesurer le rendement de régénération, nous appliquons la formule suivante :

$$\eta = (\Delta x_1) / (\Delta x_2)$$

$$\text{TBN huile neuve} = 8.466 \text{ mgkoh/g}$$

$$\text{TBN huile usagée} = 3.80 \text{ mgkoh/g}$$

$$\text{TBN huile traité} = 6.97 \text{ mgkoh/g}$$

$$\eta = (6.97 - 3.80) / (8.466 - 3.80)$$

$$\eta = 0.67 = 67\%$$

Donc on a régénéré l'huile usagée 67%.

Tableau III.2 : Caractéristiques physico-chimiques des trois huiles

Caractéristiques	Huile neuve	Huile usagée	Huile traité
Densité à 15 °C	0.875	0.884	0.878
Viscosité a 40 °C	97.03	79.4	93.3
Viscosité a 100 °C	16.3	13.6	15.1
Point d'écoulement	-15	-24	-18
Point d'éclaire	220	216	218
TBN	8.466	3.80	6.97

A la lumière des résultats consignés dans le **tableau III.2** nous constatons que les résultats de l'huile traité sont plus proche a celle de l'huile neuve alors nous remarquons que le traitement de l'huile dans ce cas il a joué un role majeur dans l'amélioration de la qualité de l'huile usagée.

III.3. Résultats des caractéristiques physiques et chimiques des différentes huiles

Les résultats des caractéristiques physiques et chimiques de l'huile avant et après traitement sont présentés comme suit :

III.3.1. Résultats de la densité

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

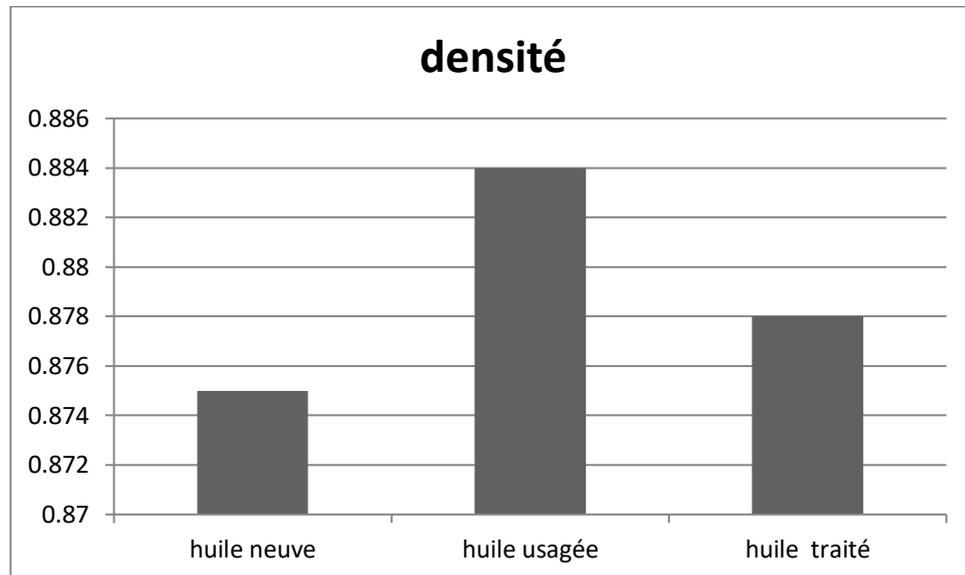


Figure III.1 : Effet du traitement sur la densité

Les résultats pour l'huile neuve et usagée sont 0.875 et 0.884 respectivement, tandis que celle d'une huile régénérée est 0.878 (figure III.1).

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 d'une huile neuve et à celle d'une huile traité, Donc dans ce cas on remarque qu'il y a une diminution de la densité de l'huile traité.

III.3.2. Résultats de la viscosité

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

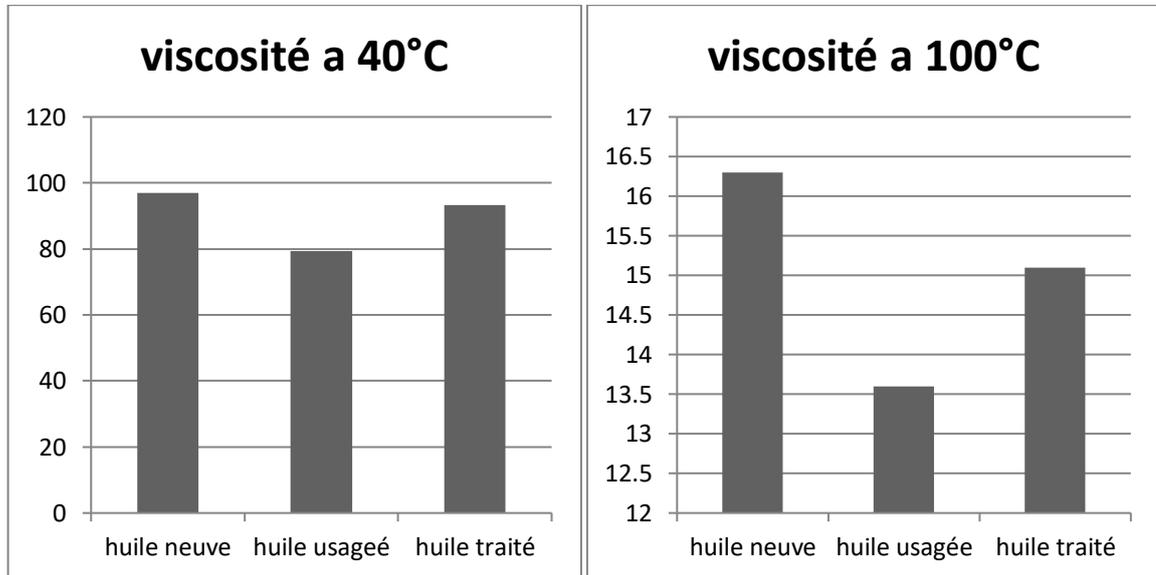


Figure III.2 : Effet du traitement de l'huile sur la viscosité

A partir de la figure III.2, nous pouvons constater une diminution de la viscosité cinématique à 40°C et à 100°C de l'huile usagée, cela est dû à la contamination sous forme de boues de l'huile usagée. En général, l'huile est considérée comme inapte au service, si la viscosité originale augmente ou diminue considérablement.

D'après les résultats de l'essai de viscosité on remarque que l'huile usagée a perdue sa viscosité cependant, presque ramené l'huile sa viscosité. Il ya une relation entre la viscosité et la température, dans une température élevée plus l'huile est fluide , dans une température basse plus l'huile est épaisse.

III.3.3. Résultats de point d'écoulement

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

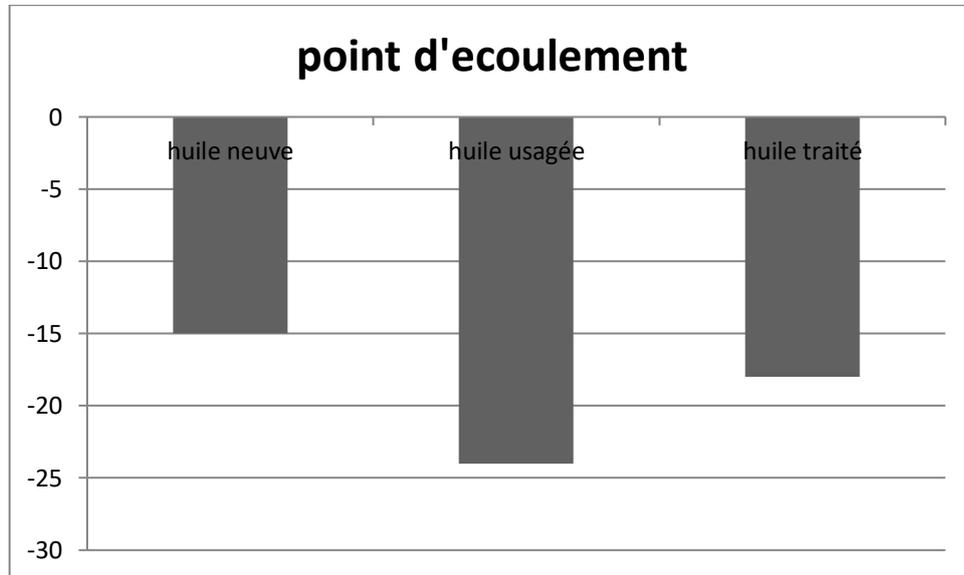


Figure III.3 : Effet du traitement de l'huile sur le point d'écoulement.

Le point d'écoulement et de congélation sont reliés aux quantités de paraffines présentes dans l'huile, à partir des résultats obtenus, on constate que le point d'écoulement d'huile de lubrification usagée est élevé. À cause de la dégradation des additifs dans l'huile de Lubrification. Le point d'écoulement est d'un intérêt particulier, lorsque l'huile fonctionne dans des conditions relativement froides. La méthode de traitement s'est révélée efficace en comparant le point d'écoulement de l'huile traitée à celle d'une huile neuve.

III.3.4. Résultats de point d'éclair

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

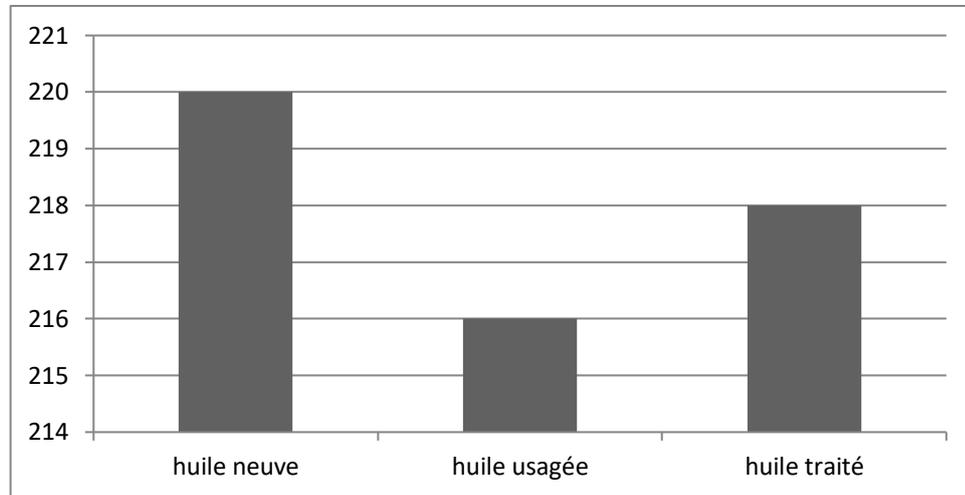


Figure III.4: Effet du traitement de l'huile sur le point d'éclair.

Le point d'éclair est de 220 °C pour l'huile neuve, 216 °C pour l'huile usagée et 218°C pour l'huile traitée. La diminution de la valeur du point d'éclair de l'huile usagée pourrait être le résultat de la présence des fractions légères d'huiles [54]. Après avoir subi la combustion et l'oxydation à haute température du moteur à combustion, l'huile se décompose en composants, qui comprennent des fractions légères, d'après les résultats obtenus nous remarquons que la valeur du point d'éclair d'huile traitée est acceptable en comparaison avec celui d'une huile neuve

III.3.5. 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 :

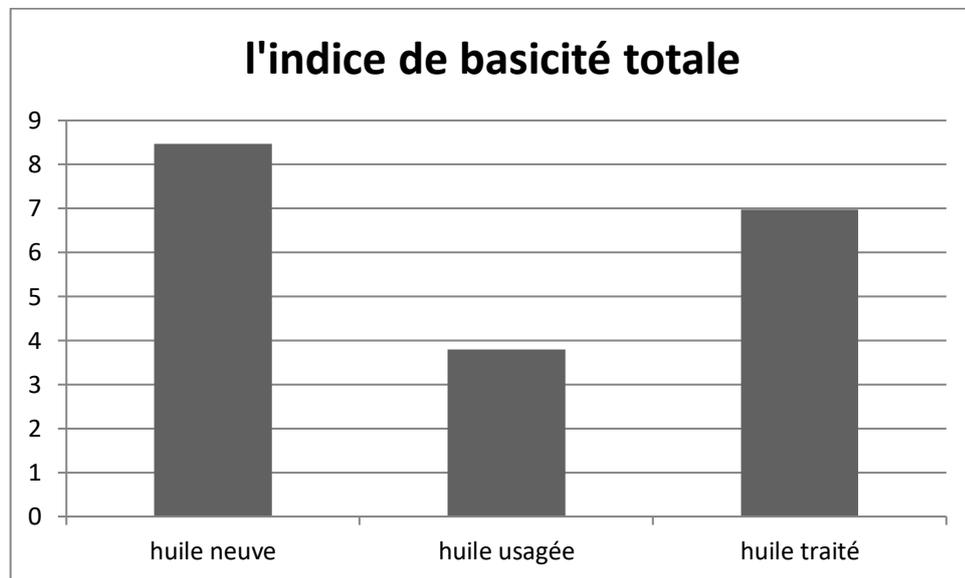


Figure III.5: Effet du traitement de l'huile sur l'indice de basicité totale (TBN).

L'objectif de l'indice de basicité totale est la détermination de la durée de vie résiduelle de l'huile, on remarque une diminution de la valeur de l'indice de basicité de l'huile usagée

Par rapport à l'huile neuve et l'huile traité, cette diminution a cause de l'utilisation dans le moteur et la contamination avec les dépôts moteur alors l'huile sera sale aussi cette diminution de l'indice de basicité totale est due à l'augmentation des acides dans l'huile. D'après les résultats obtenus on constate que l'indice de basicité totale augmente pour l'huile traité par goethite.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Les huiles lubrifiantes sont des liquides visqueux utilisées pour la lubrification des parties mobiles des moteurs et des machines. Ce sont des produits pétroliers qui se décomposent après une période d'utilisation, par contamination par des éléments polluants, tels que les métaux lourds, les huiles usées peuvent contaminer l'eau et le sol et poser un risque élevé pour la santé humaine. 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.

Pour supprimer l'impact et l'influence de ces huiles, on a effectué cette étude pour chercher et trouver 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 à ces huiles lubrifiantes.

Ce travail expérimental est réalisé au laboratoire centrale de branche carburants NAFTAL et aussi au laboratoire de Chimie Physique des interfaces de matériaux appliquée à l'environnement l'université SAAD DAHLEB BLIDA, D'après les résultats présentés dans ce travail, il est clair que la méthode de traitement utilisée 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.

Les caractéristiques physico-chimique de l'huile traité est acceptable en comparaison avec celui d'une huile neuve alors le traitement était efficace

Pour conclure, le traitement par la goethite est le meilleur parmi les produite se que on a utilisé pour le traitement d'huile usagée, mais il faut respecter le dosage optimisé adéquat selon le degré de noircissement de l'huile et de sa viscosité, l'huile usagées régénérer 67 % en vue d'améliorer ses caractéristiques physico-chimiques avec un coût énergétique et économique le plus faible possible

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] : G.S. Dang, 'Rerefining of Used Oils: A Review of Commercial Process', Journal of Wiley Inter Science, Vol. 3, N°4, pp. 445 - 457, Mars, 2006.
- [3] : BOUOUDINA Mokhtar (2010) ; Centre National des Technologies de Production plusPropre.
- [4] : <https://globecore.com/fr/regeneration-de-lhuile/used-oil-regeneration>
- [5] : GUENDOUIZI, Tounes. Contribution à l'étude de la régénération des huiles usagées moteur. 1991. Thèse de doctorat. Alger, Ecole Nationale Polytechnique
- [6] : Vfsely, V. (1963). Chemistry and Technology of Petroleum I. Bratislava
- [7] : Denis, B. (1997). Physico-Chimie des lubrifiants. Technip: Analyses et essais, Publication de l'institut français du pétrole, ed. Technip.
- [8] : Rounds, F. (1978). Base oil effects on fatigue life for additive blends as measure on 4-ball fatigue machine.
- [9] : Lafontaine, M. (1978). Huiles minérales et cancers cutanés: approche chimique un problème ;hygiène industrielle (Doctoral dissertation, Université Paul Verlaine-Metz).
- [10] : Castrol. (2006). ABC du graissage-Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants
- [11] : Courvoisier, P. (1978). Bases et additifs pour lubrifiants, Frottement usure et Lubrification dans l'industrie.
- [12] : ouaret. S, Chalagha.S (caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et Possibilité de récupération) Mémoire en vue de l'obtention du diplôme master II en génie des procédés. Faculté de technologie. Université A. MIRA – BEJAIA. 2017
- [13] : <http://blogue.caronlubrifiants.ca/huile-minerale-ou-huile-synthetique/> (28 Mai 2019)*
- [14] : NEJJAR, K. (2011), Etude de la réactivité thermique d'une huile de lubrification

[15] : GIRAUD, L. (2000), Modèle prédictif pour le développement d'un système embarqué de vidange des lubrifiants pour transmission, thèse de Doctorat, université de QUEBEC.

[16] : Groupe permanent d'étude des marchés de produits divers de l'industrie chimique et Para-chimique (GPEM/ CP). (2000), Lubrifiant et produit connexes pour l'automobile, Collection Marchés publics.

[17] : [HAIDER, S. (2011), Optimisation des concentrations des additifs des huiles lubrifiantes Algériennes (pour moteur à essence), mémoire de Magister, université de BOUMERDES

[18] : DEA, E. C. CONTRIBUTION A L'ETUDE COMPARATIVE PHYSICO-CHIMIQUE DES LUBRIFIANTS NEUFS ET USAGES.

[19] : CHAUVEAU, V. (2010), Le pouvoir lubrifiant des nanotubes de carbone, thèse de Doctorat, Ecole centrale de LYON.

[20] : Georges. (2000). Frottement, usure et lubrification. Edition Eyrolles, collection Sciences et technique de l'ingénieur.

[21] : Born .M, et al (1998). Lubrifications et fluides pour l'automobile. Paris: Technip

[22] : <https://www.ecologie.gouv.fr/huilesUsagees#:~:text=Les%20huiles%20usag%C3%A9es%20sont%20des,%2C%20lubrifiants%20industriels%2C...>

[23] : Boukherrouba, s. (2011). étude, caractérisation et mise au point d'un combustible innovant à base des huiles de vidange. Boumerdes: université Mohamed Bougara de Boumerdes.

[24] : Mehrez. B, D. A. (2017). Management de la collecte des déchets dangereux. Cas des Huiles usées des véhicules. Tlemcen : Université Aboubekr Belkaid de Tlemcen.

[25] : Audibert ., F. (2003). Les huiles usagées: raffinage et valorisation énergétique. Paris: Technip.

- [26] : DEBEKA, P. (2012), Analyse de la gestion des déchets industriels : cas des huiles usagées par la SRH, mémoire de Master, Institut supérieur des transports, CO DAKAR
- [27] : Extrait de portail Algérien des ENERGIES RENOUVELABLES. (2015), Le recyclage des huiles industrielles usagées : Une activité inexploitée en Algérie, 01-03.
- [28] :Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP). (2000), Possibilité de recyclage et d'utilisation des huiles usagées, UNEP.
- [29] : Bani. (2003). Caractérisation et gestion durable des huiles usagées minérales de la ville d'Abidjan Mémoire de DESS. Université d'Abobo-Adjamé.
- [30] : Chollet. (1974). Le moteur. paris: Speslausanne-Dundo.
- [31] : Benoit. (2016). Etude du procédé de CO-Pyrolyse de déchet Plastiques et d'huiles Usagées en vue de la production d'un combustible liquide alternatif. Bruxelles: université libre de Bruxelles.
- [32] : Pascal GUAY : Ingénieur INSA Lyon - Docteur ès Sciences - Expert en Tribologie chez Airbus Defence and Space, Toulouse
- [33] : Semche Eddine Chitour, P131.(1983), Raffinage du pétrole (Tome1)
- [34] : Aldarouich. (2005). Stabilité thermique de la fraction aromatique de l'huile brute Safaniya. Paris: université paris.
- [35] : FELLAHI, E. (1998), Biodégradation et gestion des huiles de coupes usées, thèse de Doctorat, université de QUEBEC.
- [36] : FEDOUL, M. (2017), Etude de la qualité des huiles lubrifiantes par des méthodes chimométriques, mémoire de Master, université de FES – SAISS
- [37] : Hassanshahina .M, et al (2003). Crude oil biodegradation in the marine Environments.
- [38] : J.-P. WAUQUIER, (le raffinage du petrol), (France) : EDITIONS TECHNIP, 1994, p291.
- [39] : ASTM D 97 / NA 2660
- [40] : ASTM D 445 / ISO 3104

- [41] : ASTM D1500
- [42] : Chitour, S. E., (Chimie de surface- introduction à la catalyse) OPU, 123, Alger, 1981.
- [43] :Strelko Jr V., Malik D. J., Streat, M., ‘ ‘ Characterisation of the surface of oxidised Carbon Adsorbents ‘ ’, carbon, Vol. 40, 2002, p.95.
- [44] : S. E. Chitour, S. E., (Physico-chimie de surface), vol . 2, OPU, Alger,1992.
- [45] : S. E. Chitour, S. E., (Physico-chimie de surface), vol . 2, interface gaz solide, Alger,1989.
- [46] :Wlima,ski, K., Lipinski, K., J. of env. Eng, 115, 1, 1989, p.23.
- [47] : Desjardins, Araymond. 1997. Le traitement des eaux. Montréal: Presses InternationalesPolytechnique, 305 p.
- [48] : Cardot, C., (les traitements de l’eau), ellipses Ed marketing S. A, Paris France, 89, 1999.
- [49] : Lager, S., Green, Eur. Polym. J. 9, 1973, p.525.
- [50] :Worch, E., Adsorption Technology in Water Treatment. 2012. Walter de Gruyter.
- [51] : Mme Boumaza, Manuel du système de management intégré, P 04, 07, 99, 2010
- [52] : Manuel des activites du laboratoire central.
- [53] : Zermane F. «DEVELOPPEMENT DE NOUVEAUX MATERIAUX POUR LA DEPOLLUTION COMBINEE D’EFFLUENT CONTENANT DE METAUX DANS UNE MATRICE ORGANIQUE » These de DOCTORAT en chimie industrielle, Faculté des sciences de l’ingenieur UNIVERSITE SAAD DAHLEB BLIDA, Algerie 2011.
- [54] :Rincon, J. (2005). ‘Regeneration of Used Lubricant Oil by Polar Solvent Extraction.

Annexes

Annexe 1: Tableau représente les séries des viscosimètres avec ses coefficients aux différents températures.

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	5052	0.008330	0.008308	0.0082974	0.008292	0.0082648
100	4642	0.014993	0.014954	0.014934	0.014924	0.014875
100	4644	0.014530	0.014492	0.0014473	0.0144635	0.014416
150	5162	0.040466	0.040360	0.040307	0.040281	0.040148
150	5167	0.035064	0.034973	0.034927	0.034904	0.034790
200	4734	0.097981 0.07340	0.098238 0.07359	0.098367 0.073687	0.098431 0.07374	0.098753 0.073976
200	4736	0.107330 0.07747	0.107617 0.07767	0.10776 0.07777	0.107832 0.07782	0.10819 0.078078
200	4745	0.106170 0.07313	0.106450 0.07332	0.10659 0.073416	0.106660 0.07346	0.10701 0.073704
300	F490	0.2692	0.268467	0.2681	0.267917	0.2670
300	F518	0.256700	0.256033	0.2557	0.25553	0.2547
350	4785	0.472920 0.34867	0.474160 0.34958	0.474780 0.35004	0.475090 0.35027	0.47664 0.35141
400	4678	1.108800 0.71201	1.111667 0.71388	1.1131 0.71481	1.113817 0.71528	1.1174 0.71761

Annexe 2 : Une fiche représente la méthode de détermination de point d'écoulement selon ASTM D 97/ NA 2660.

 BRANCHE CARBURANTS	Détermination du point d'écoulement Selon ASTM D 97 / NA 2660	IT BC LB 31 D Page 6 sur 7
---	--	-------------------------------

Bain	Température du bain (°C)	Température de l'échantillon (°C)
1	24 ± 1.5	Début à 27
2	0 ± 1.5	27 à 9
3	-18 ± 1.5	9 à -6
4	-33 ± 1.5	-6 à -24
5	-51 ± 1.5	-24 à -42
6	-69 ± 1.5	-42 à -60

5.7 Quand l'échantillon ne coule plus, maintenir le tube en position horizontale pendant 5 secondes mesurées avec chronomètre puis noter la valeur observée de la température ;

NB : Si l'échantillon présente des signes d'écoulement à un temps inférieur à 5 seconds, remettre le tube ou la jaquette dans le bain de refroidissement et poursuivre l'essai ;

5.8 Pour les produits noirs et les fuel-oils, le résultat obtenu selon le point 5.9 est appelé point d'écoulement supérieur. Si le point d'écoulement inférieur est demandé, chauffer l'échantillon tout en l'agitant jusqu'à 105°C et suivre les étapes décrites précédemment.

NB : dans le cas où le point d'écoulement présumé est non divisible par 3°C on procède à la mesure du point d'écoulement de l'échantillon à 9 ° C au-dessus du point d'écoulement de la spécification, poursuivre les observations à 3 ° C comme décrit précédemment.

6. Calculs et expressions des résultats :

- Ajouter 3°C à la température observée et reporter le résultat comme étant le point d'écoulement, ASTM D97.
- Pour les produits opaques, ajouter 3°C à la température observée et reporter comme étant « point d'écoulement supérieur, ASTM D97 » ou bien « point d'écoulement inférieur, ASTM D97 ».
- Reporter le résultat sur le registre du produit analysé.

Edition Décembre 2019

Annexe 3 : Fiche technique (Source: NAFTAL) CHELIA SUPER TD 15W40.

 Branche Commercialisation	FICHE TECHNIQUE CHELIA TD 15W40 (poids lourds – Engins- Véhicules Utilitaires)	DIRECTION LUBRIFIANTS Huile Moteur
---	--	--

Utilisation et propriété :

Huile minérale multigrade, conçue pour répondre aux exigences de lubrification des moteurs diesel et turbo diesel des camions, tracteurs routiers, véhicules utilitaires et engins de travaux publics, elle est utilisable toute l'année hiver comme en été.
 Le grade 15W40 répond aux principales recommandations des constructeurs automobiles.

Caractéristiques Physico-Chimiques :

Essais	Norme ASTM	Unité	Valeurs		
			Min	Max	Typique
Densité à 15°C	D 4052	-	0.875		
Viscosité à 100 °C	D 445	cST	12.5	16.3	14.4
Viscosité à 40 °C	D 445	cST	97.03		
Indice de Viscosité	D 2270	-	95	-	-
Point d'éclair (V.O)	D 92	°C	220	-	-
Point d'écoulement	D 97	°C	-	-	-15
TBN	D 2896	Mg koh/g	-	-	8.460
Teneur en Zinc	LZA AAE3	% pds	0.094	0.109	0.101
Teneur en Calcium	LZA AAE3	% pds	0.278	0.323	0.3005
Essai NOACK	D 5800	% pds	-	13	-
CCS	D5293	Cp	-	-	7000

Spécifications techniques

- API CI-4
- MB 228.3

Santé sécurité & environnement

Dans les conditions usuelles d'utilisation, ce produit ne présente pas de danger particulier ni de risque particulier d'inflammation ou d'explosion, en usage normal

Ne pas rejeter ce produit dans l'environnement.

Nous nous réservons le droit de modifier les caractéristiques générales de nos produits pour faire bénéficier notre clientèle de l'évolution de la technologie

Annexe 4 : Laboratoire centrale

