

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 : procédés de traitement des effluents et protection de
l'environnement

Intitulé du mémoire

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

Présenté par :

Bouزيدani Djamel
Abadi Mohamed Amine

Encadré par :

Dr.B. Cheknane

Année universitaire 2017- 2018

REMERCIEMENT

Avant tout, je remercie Dieu pour m'avoir donné le courage et la patience de mener ce modeste travail.

Je tiens à remercier d'une façon particulière mes chers parents pour leur patience et le bonheur qui m'ont apporté.

J'adresse mes remerciements à mon encadreur le Dr.B. Cheknane pour m'avoir fait bénéficier de ces compétences scientifiques, ses qualités humaines et sa constante disponibilité.

Ce travail a été réalisé dans le cadre d'un projet de fin d'études, pour obtenir le diplôme de

*Master en Génie de l'environnement option procédés de traitement des effluents et protection de l'environnement * à l'université de Saad Dahleb de Blida / département de Génie des procédés.

Je tiens à remercier tout les enseignants du département de Génie des procédés qui ont participé à ma formation.

A mes chers et fidèles amis et à tous ceux qui me connaissent.

B.djamel

A.Mohamed

ملخص

تحتوي زيوت التشحيم على مركبات هيدروكربونية مختلفة ، ويتم تخميرها بواسطة مجموعة من الإضافات لتحسين أعمالها في مجالات مختلفة. تصبح زيوت التشحيم المحرك سوداء أثناء الاستخدام، وهذا يرقى إلى درجة التدهور بسبب عدة ظواهر، مثل الأكسدة، والتلوث، والتآكل.... الخ

أجريت هذه الدراسة على التوصيف الفيزيائي والكيميائي لزيوت المحركات المستعملة ، والتي تسبب مشاكل ضارة على البيئة وحتى على صحة الإنسان والتي سعينا لعملية استعادة جيدة بين تلك الموجودة ، لهذا النفط بعد خدمته التي تقوم على عدة مزايا ، سواء على البيئة أو على تكلفة العملية والعائد

الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو تحليل الخصائص الفيزيائية الكيميائية: الكثافة، اللزوجة، مؤشر اللزوجة، نقطة صب نقطة الوميض، اللون والتجديد مع حامض الكبريتيك يبين أن نسبة حجم حمض/حجم الزيت يساوي 1/20 و حرارة درجة 45 مئوية فإنه يتم تحسين اللزوجة الحركية للزيت المستخدم بشكل ملحوظ

مفتاح الكلمات: زيوت التشحيم - زيوت المحركات - تجديد - الزيوت المستعملة - الحمض الكبريتيك.

Abstract

Lubricating oils contain different hydrocarbon compounds, they are doped by a package of additives for well improved their works in different fields. Engine-type lubricating oils become black during use, and this amounts to degradation due to several phenomena, such as oxidation, contamination, corrosion and others.

This study has been carried out on the physical and chemical characterization of a 20w50 motor oil, which causes harmful problems on the environment and even on human health for which we have sought a good recovery process among those that exist, for this oil after its service which is based on several advantages, either on the environment or on the cost of the operation and the yield

The main objective of this study is to analyze the physicochemical characteristics: density, viscosity, viscosity index, flash point pour point, color and regeneration with sulfuric acid showed that for a VAcide report / VHuille equal to 1/20 and a temperature of 45 ° C, the kinematic viscosity of the used oil are significantly improved

Key words Lubricants - Motor oils - Regeneration - Used oils – Acid sulfuric

Résumé

Les huiles lubrifiantes contiennent différents composés d'hydrocarbures, elles sont ajoutées par un paquet d'additifs pour bien améliorer leur travail dans différents domaines. Les huiles lubrifiantes de type moteur deviennent noires au cours de son utilisation, et cela revient à leur dégradation à cause de plusieurs phénomènes, comme l'oxydation, la contamination, ainsi que la corrosion et d'autres.

Cette étude a été portée sur la caractérisation physique ainsi que chimique d'une huile moteur 20w50, qui cause des problèmes néfastes sur l'environnement et même sur la santé humaine pour cela on a cherché un bon procédé de récupération parmi ceux qui existent, pour cette huile après son service qui se repose sur plusieurs avantages, soit sur l'environnement ou sur le coût de l'opération et le rendement.

L'objectif principal de cette étude est d'analyser les caractéristiques physico-chimiques: densité, viscosité, indice de viscosité, point d'écoulement point d'éclair, la couleur et la régénération à l'acide sulfurique a montré que pour un rapport $V_{\text{Acide}}/V_{\text{Huile}}$ égal à 1/20 et une température de 45 °C, la viscosité cinématique de l'huile usagée sont nettement améliorées.

Mots clés : Lubrifiants - Huiles moteur – Régénération - Huiles usagées - Acide sulfurique.

Sommaire

CHAPITRE1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction.....	1
1. Généralité sur les huiles moteur et le moteur	3
1.1. Introduction	3
1.2. Huiles moteur	3
1.2.1. Les huiles de lubrification	3
1.2.2. Origine des lubrifiants	4
1.2.3. Principe de raffinage des huiles lubrifiantes	4
1.2.4. Composition des huiles de lubrification de base	5
1.2.4.1. Les huiles minérale	5
1.2.4.2. Les huiles de base synthétiques	5
1.2.4.3. Les huiles de semi-synthèse	6
1.2.4.4. Les additifs	6
1.2.4.5. Rôle les additifs	6
1.2.5. Caractéristiques générales des huiles de moteur	6
1.2.5.1. Viscosité	6
1.2.5.2. Indice de viscosité	7
1.2.5.3. Point d'écoulement	7
1.2.5.4. Point d'éclair	7
1.2.5.5. Densité	7
1.2.5.6. La couleur	7
1.2.6. Les huiles lubrifiantes usagées	8
1.2.6.1. Les huiles claires	8
1.2.6.2. Les huiles usagées noires	8
1.2.7. Fonctionnement des huiles lubrifiantes moteur automobile	9
1.2.8. Classifications et spécifications des huiles moteurs automobiles	10
1.2.8.1. La classification SAE	10
1.2.8.2. La spécification (classification selon le service)	11

1.3. La dégradation des huiles moteurs	11
1.3.1. Phénomène d'oxydation.....	11
1.3.2. Phénomène de rouille et de corrosion	12
1.3.3. La contamination des huiles moteurs usagée.....	12
1.3.3.1. Contamination liquide	13
1.3.3.2. Contamination solide	13
1.4. L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé	13
1.5. Dispositions réglementaires	14
1.6. Possibilité de récupération des huiles usagées	14
1.6.1. Les divers systèmes de récupération des huiles usagées	15
1.7. Quelques Technologie de régénération.....	15
1.7.1. Technologie Meinken	15
1.7.2. Technologie KTI	15
1.7.3. Technologie UOP DCH	16
1.8. Processus de récupération de l'huile usagée par acide sulfurique.....	17
1.9. L'état de l'art.....	18

CHAPITRE 2

MATERIELE ET METHODE

2.1. Introduction.....	20
2.2. Matière utilisée	21
2.3. Méthodes d'analyse et appareillages.....	21
2.3.1. La densité.....	21
2.3.2. La Viscosité.....	22
2.3.3. Indice de viscosité.....	26
2.3.4. Point d'éclair	27
2.3.5. Point d'écoulement	28
2.3.6. La Couleur	31
2.4. Régénérations d'huile usée par acide sulfurique.....	32
2.4.1. Filtration.....	34
2.4.2. Traitement par acide	34
2.4.3. Sédimentation / Décantation.....	35
2.4.4. Neutralisation.....	36
2.4.5. Sédimentation / Décantation.....	36

2.4.6. Filtration.....	36
------------------------	----

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Introduction	37
3.2. Résultats des analyses	37
3.3. Evolution de la viscosité de l'huile neuve avec la température.....	39
3.4. Variation de la viscosité de l'huile usagée avec la température	40
Conclusion.....	45

LIST DE FIGURE

Figure 1.1 : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut.....	
.1	
Figure 1.2: Processus traitement de l'huile usagée l'huile usagée	17
Figure 2.1: mesure la densité	22
Figure 2.2 : viscosimètre d'Ubblohde.....	23
Figure 2.3 : bain de chauffe d'huiles de silicone	24
Figure 2.4 : mesure du temps d'écoulement d'un volume donné de produit à température fixée à travers un tube capillaire.	25
Figure 2.5 :Abaque de Groff	26
Figure 2.6 : mesure point d'éclair	27
Figure.2.7 : point de flamme.	28
Figure 2.8 : appareille de point d'écoulement.....	29

Figure.2.9 : emplacement de thermomètre pour le point d'écoulement.	30
Figure.2.10 : tube congelé avec le thermomètre.	31
Figure 2.10 : colorimètre comparative.	32
Figure2.11 : Etapes de processus du traitement	33
Figure2.12 : Filtration d'huile usagée	34
Figure3.13 : mélange d'huile usagée avec d'acide sulfurique (98 %).	35
Figure3.14. :Sédimentation après traitement à l'acide de huile usagée.	35
Figure 2.15 : Neutralisation de l'acide.	36
Figure 3.1: Evolution de la viscosité de l'huile neuve avec la température	40
Figure 3.5. : Evolution de la viscosité de l'huile neuve et de l'huile usagée en fonction de la température	41
Figure3.6 : variation du volume de boues avec le rapport $V_{(acide)}/V_{(huile)}$	42
Figure3.7 : variation de la viscosité d'huile traitée en fonction de la température.	43
Figure3.8 : Variation de la viscosité avec la température.	44

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Huiles générant des huiles usagées claires

.....8

Tableau 1.2: Huiles générant des huiles usagées noires

.....9

Tableau 1.3 : Classification de viscosité es huiles moteurs.....	11
Tableau 2.1. : Caractéristiques moyennes de l’huile SAE 20w50.	20
Tableau3.1 : caractéristiques de l’huile Neuve SAE 20 W50	37
Tableau 3.2 : caractéristiques de l’huile usagée SAE 20 W50	38
Tableau 3.3 : Evolution de la viscosité de l’huile neuve avec la température	39
Tableau 3.4. : Variation de la viscosité avec la température.....	40
Tableau 3.5 : variation du volume de boues avec le rapport $V_{H_2SO_4}/ V_{huile}$	41
Tableau3.6 : mesure la couleur avec différent $V_{(acide)}/ V_{(huile)}$	42
Tableau3.7 : Effet de la température sur la viscosité cinématique	42
Tableau 3.8: Variation de la viscosité avec la température.....	43

Abréviations

ACEA	Association Européenne des constructeurs d'automobiles,
ADMEME	Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie
API	American Petroleum Institute,
ASTM	American Society for Testing and Materials
ATG	Analyse thermogravimétrique
CCMC	Comité des Constructeurs du Marché Commun
cSt	Centile stocks
EGR	Exhaust Gas Recirculation
VI	Viscosity Index,
Hu	Huile usagée
MIL	l'armée américaine
PCB	Polychlorobiphényle
SAE	Society of Automotive Engineers
TAN	dosage de l'acidité totale
TBN	dosage de basicité totale

Introduction

Le fonctionnement du moteur exige une fonction indispensable qui assure la diminution des frottements, la dissipation d'une quantité importante de chaleur l'étanchéité des cylindres et l'évacuation des particules d'usure lors des vidanges ou parfois au moyen des séparateurs de particules. Il s'agit de la lubrification.

Assurer une bonne lubrification du moteur, repose sur la réalisation d'un mécanisme de lubrification bien adéquat, et sur la formulation d'une huile disposant de plusieurs propriétés physico-chimiques.

Etant considéré que l'huile de lubrification est formulée d'une huile de base, ajouté d'un paquet d'additifs, convenablement choisis pour qualifier le lubrifiant à assurer sa fonction requise malgré les contraintes, l'huile est exposée lors de la lubrification, à des phénomènes désagréables générés par le fonctionnement du moteur Diesel de manière continue, latente, sporadique et parfois incompréhensible. Ces phénomènes agissent de manière néfaste sur la structure de l'huile qui finit par perdre sa qualité lubrifiante.

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

Le recyclage des huiles industrielles usagées demeure une activité inexploitée en Algérie, en l'absence d'unités spécialisées dans le traitement de ces déchets [1].

Selon les statistiques algérienne, environ 180.000 tonnes de lubrifiants, utilisés annuellement dans les deux secteurs des transports et de l'industrie, génèrent près de 90.000 tonnes d'huiles usagées, soit 50% du volume global des lubrifiants, selon le ministère de l'Aménagement du territoire et de l'environnement [1].

Sur l'ensemble de ces déchets, un volume de 72.000 tonnes représente des huiles de moteurs (huiles noires) alors que les 18.000 tonnes restantes sont des huiles industrielles (huiles claires) [1].

Le but du présent travail consiste à la caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et la possibilité de récupération. Le choix s'est porté sur une huile SAE20W50 pour moteur Diesel.

Le premier chapitre consiste à étudier les rappels bibliographiques sur les lubrifiants en général, en particulier ceux liquides (fabrications, origines, classifications, propriété, dégradation, récupération.) et la possibilité de récupération des huiles usagées

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des équipements et des méthodes nécessaires pour réaliser les analyses qui consiste à évaluer quelques caractéristiques de l'huile telle que : (la densité, le changement de la viscosité cinématique, le point d'écoulement, point d'éclair et la couleur), et le traitement de huile usagée par l'acide sulfurique.

L'objectif de cette recherche est centrée principalement sur l'obtention d'une huile de haute qualité à partir d'une huile de lubrification usagée par traitement à l'acide, réduisant ainsi la pollution de l'environnement et aussi réduire l'importation de l'huile de lubrification.

CHAPITRE1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE1

SYNTHESE BIBILIOGRAFIQUE

1. Généralité sur les huiles moteur et le moteur

1.1 Introduction

Historiquement, l'usage des lubrifiants, sous forme de graisses animales, d'huiles végétales, d'argiles mouillées, etc...remonte à la plus haute antiquité. La mise au point d'une nouvelle huile lubrifiante, pour une application donnée, relève de plus en plus du tour de force technique et requiert de la part du formateur des connaissances encore plus étendues:

- Sur les caractéristiques des huiles dites de base,
- Sur les performances des additifs élémentaires,
- Sur les moyens d'évaluation et de contrôle physico-chimiques et mécaniques des performances lubrifiantes du produit préparé

1.2. Huiles moteur

1.2.1. Les huiles de lubrification

Un lubrifiant du mot latin "lubricus" à savoir glissant, est une substance onctueuse, généralement d'origine pétrolière qui, interposée entre les surfaces frottantes d'un mécanisme, en facilitera le fonctionnement. [1]

Le lubrifiant permet de :

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

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

1.2.2. Origine des lubrifiants

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

1.2.3. Principe de raffinage des huiles lubrifiantes

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

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

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

Le deuxième traitement des huiles consiste en une extraction partielle des structures aromatiques par solvation. 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 [2].

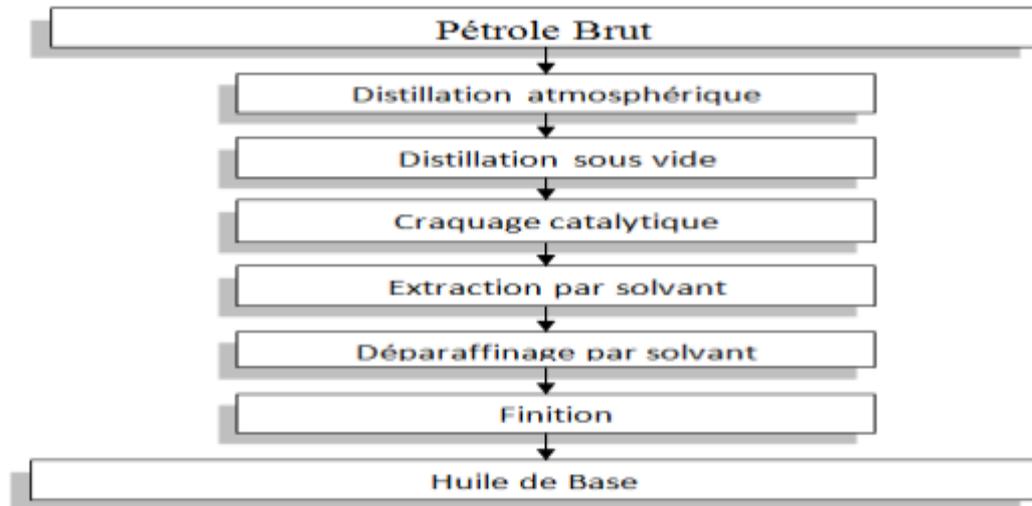


Figure 1.1 : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut [2]

1.2.4. Composition des huiles de lubrification de base

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

1.2.4.1. Les huiles minérales

Ce sont les huiles les plus utilisées aussi bien dans les applications automobiles, qu'industrielles, Elles proviennent de la distillation sous vide du pétrole brut, plus des quantités d'additifs, Elles se caractérisent par de bonnes propriétés telles que la stabilité à l'oxydation, la stabilité thermique. Ces huiles minérales sont dites à base paraffinique, à base naphénique, ou aromatique, selon le type d'hydrocarbures qui détermine ces caractéristiques physicochimiques de l'ensemble du composé [3].

1.2.4.2. Les huiles de base synthétiques

Ce sont des huiles obtenues par voie chimique, dans ce cas, on fabrique la molécule de base dont on a besoin, afin de créer le produit désiré qui est l'huile de base, dont les propriétés physiques et chimiques sont prédéterminées, On rajoute ensuite une quantité d'additifs nécessaires pour répondre au service [3]

1.2.4.3. Les huiles de semi-synthèse

Sont un mélange dans des proportions variables d'huile minérale et d'huile de synthèse. Ce sont les plus courantes.

1.2.4.4. Les additifs

Les additifs sont très nombreux ; ils présentent environ 25% de la masse totale de l'huile utilisée, chacun ayant une fonction bien définie. Leur rôle est d'améliorer les propriétés chimiques des huiles lubrifiantes, afin de prolonger la durée de vie soit du moteur soit de l'huile et pour interdire la dégradation rapide des huiles usagées. [4.5].

1.2.4.5. Rôle les additifs

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

Les additifs sont présents dans les huiles finies : Soit pour renforcer certaines propriétés de l'huile de base Soit pour apporter à l'huile de base des propriétés qu'elle ne possède pas naturellement.[6]

1.2.5. Caractéristiques générales des huiles de moteur

Tous les lubrifiants sont caractérisés par certaines propriétés, qui sont spécifiques à ces fluides. Ces propriétés comprennent : la viscosité, l'indice de viscosité, le point d'éclair, le point d'écoulement, l'acidité et la densité.

1.2.5.1. Viscosité

La caractéristique la plus importante d'un fluide est sa viscosité. La viscosité est définie comme le rapport de la force de cisaillement agissant sur une unité de surface au gradient de vitesse qui existe entre les différentes couches du fluide. La viscosité dépend fortement de la température. Elle détermine en effet l'essentiel des pertes par frottement et l'épaisseur des films d'huile. La viscosité caractérise la résistance d'un fluide à l'écoulement, l'ajout de certains additifs permet d'améliorer la viscosité des lubrifiants sous haute température [7].

1.2.5.2. Indice de viscosité

L'indice de viscosité (IV) est un nombre conventionnel qui traduit l'importance de la variation de la viscosité avec la température et permet de juger la tenue à chaud et à froid des huiles. Un I V de 100 indique une très faible variation de la viscosité, un IV de 0 une très grande variation ou une grande sensibilité à la température. De manière pratique, on détermine l' I V à partir des mesures de viscosités cinématiques effectuées respectivement à 40 et à 100 °C, soit en utilisant des tables ASTM, soit en utilisant un programme de spécifique sur calculette ou sur micro-ordinateur.

1.2.5.3. Point d'écoulement

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

1.2.5.4. 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 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. [8]

1.2.5.5. 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. [8]

1.2.5.6. La couleur

C'est par transparence que l'on évalue la couleur d'une huile en le comparant à celles de verres étalons.[8]

1.2.6. Les huiles lubrifiantes usagées

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

1.2.6.1. Les huiles claires

Sont les huiles industrielle, elles sont peu détériorées, donc facile à valoriser sous forme de matière ou récupéré sous forme d'une huile de base [5].

Tableau 1.1 : Huiles générant des huiles usagées claires [9]

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

1.2.6.2. Les huiles usagées noires

Sont les huiles qui proviennent généralement de la lubrification automobile, elles représentent un pourcentage important dans la totalité des huiles usagées, elles sont obtenues par un mélange des résidus lourds. Le traitement de ces huiles noires est plus difficile et complexe, à cause de leur forte dégradation et la présence de contaminants. Les huiles noires sont récupérables par des prestataires spécialisés dans des lieux dédiés, pour produire de l'huile de base destinée à la lubrification des moteurs, ou pour incinérées en cimenterie et autres matières [5].

Tableau 1.2: Huiles générant des huiles usagées noires [9].

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

1.2.7. Fonctionnement des huiles lubrifiantes moteur automobile

Les huiles moteur assurent la lubrification, et limitent le frottement entre les éléments mécaniques du moteur.

Les huiles moteur selon des normes spécifiques, doivent posséder les propriétés suivantes [10] :

- Réduire les frottements par interposition de l'huile adaptée entre les pièces en mouvement, pour éviter l'échauffement et le grippage.
- Evacuer les particules métalliques en suspension.
- Diminuer la chaleur des organes du moteur pour les refroidir.

- L'étanchéité qui est le résultat de l'interdiction de passage des fuites de carburant et des gaz d'échappement entre le vide cylindre-segment et cylindre-piston.
- Empêcher la formation de rouille pour éviter la formation des dépôts.

1.2.8. Classifications et spécifications des huiles moteurs automobiles

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

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

1.2.8.1. La classification SAE

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

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

Les huiles qui répondent aux limites de viscosité d'un grade à froid ou à chaud sont dites **mono grades** (SAE 10 W, SAE 40, SAE 30.....). Celles qui satisfont, à la fois, les limites de viscosité d'un grade à froid et d'un grade à chaud sont dites **multigrades** (5W40, 10W30, 20W40,...) [4].

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

Tableau 1.3 : Classification de viscosité es huiles moteurs.

Numéro SAE de viscosité	Viscosité cinématique (cSt)			
	à -18°C		à 98.9°C	
	Mini	Maxi	Mini	Maxi
0w	/	/	3.8	/
5w	/	869	3.8	/
10w	131.3	2606	4.1	/
15w	/	/	5.6	/
20w	2606	1042.3	5.6	/
25w	/0	/	9.3	/
20w	/	/	5.73	9.62
30w	/	/	9.62	12.93
40w	/	/	12.93	16.77
50w	/	/	16.77	22.68
60w	/	/	22.68	26.10

1.2.8.2. La spécification (classification selon le service)

Ce niveau est indiqué par un chiffre ou par une lettre, plus cet indicateur est élevé, plus l'huile est performante. Pour remédier à cela, des grandes organisations comme **API** : American Petroleum Institute, **MIL** : l'armée américaine, certains grands constructeur comme **L'ACEA** : Association des constructeurs Européens d'Automobiles qui a remplacé **CCMC**: le Comité des Constructeurs du Marché Commun, ont rédigé des spécifications en fonction des prestations qui sont exigées des huiles moteurs. Chacune de ces spécifications, est un ensemble de tests faits en laboratoire, qui été sélectionnés pour tester les qualités des lubrifiants examinés [4].

1.3. La dégradation des huiles moteurs

1.3.1. Phénomène d'oxydation:

L'oxydation est lorsqu'une quantité de gaz mis-sous pression, lors de la phase de compression, s'échappe par des passages entre les segments et les chemises, pour se trouver dans le carter qui contient de l'huile de lubrification, avec une haute température.

Ce gaz contient environ 20% d'O₂, ce qui résulte une oxydation de l'huile qui évolue avec le temps, et la présence des particules métalliques, qui se comportent comme des catalyseurs qui accélèrent ce phénomène d'oxydation.

Non seulement ces deux derniers qui provoquent l'oxydation, mais aussi l'influence des gaz d'échappement (EGR), qui conduisent à la formation d'une quantité importante de suie dans la chambre de combustion, qui se condense et avec le temps se croître puis se solidifié, etcela provoque une oxydation des parties métalliques. Et tout cela fait appel à une dégradation de l'huile de lubrification moteur [6]

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

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

1.3.2. 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 [6].

1.3.3. La contamination des huiles moteurs usagées

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

1.3.3.1. Contamination liquide

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

1.3.3.2. Contamination solide

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

1.4. L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé [12]

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

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

Pour ces raisons, les détenteurs doivent recueillir les huiles usagées provenant de leurs installations et les stocker dans des conditions de séparation satisfaisantes qui sont comme suite [3] :

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

1.5. Dispositions réglementaires

La circulaire ministérielle 21/05/89 s'appuyant sur le code de l'environnement (loi 83.03 du 05/04/85) et sur la décision du conseil des ministres du 25/09/85, constitue le texte de base instituant la récupération des huiles usagées. Dans ce cadre, Naftal a été chargée de la mise en place d'un circuit de récupération

Décète : Article 1er. — En application des dispositions du décret exécutif n° 97-40 du 9 Ramadhan 1417 correspondant au 18 janvier 1997, modifié et complété, relatif aux critères de détermination et d'encadrement des activités et professions réglementées soumises à inscription au registre du commerce, notamment ses articles 4 et 7, le présent décret a pour objet de réglementer l'exercice de l'activité de traitement et de régénération des huiles usagées.[13]

1.6. Possibilité de récupération des huiles usagées

Les huiles lubrifiantes usagées sont des produits pétroliers visqueux, au cours de l'utilisation ces huiles se dégradent après un certain temps, par l'influence des différents types de contaminants. Ces huiles nécessitent une gestion appropriée pour en faire un produit à valeur ajoutée, qui est pour objectif [14] :

- Réduire la quantité de l'huile usagée considérée comme un déchet très dangereux soit sur la santé humaine ou sur l'environnement.
- L'économie d'achat des huiles neuves.
- Grâce à la récupération de ces huiles usagées, elles auront une durée de vie plus longue. Le choix d'un processus de traitement des huiles usagées doit être basé sur :

- Le cout de l'opération ; avoir un faible taux de dispense sur les machines et les solvants chimiques utilisées.
- Avoir un bon rendement.
- Le processus ne doit pas avoir beaucoup d'inconvénients, surtout sur l'environnement.

1.6.1. Les divers systèmes de récupération des huiles usagées

Les huiles usagées noires ou claires peuvent être récupérables et valorisables sous forme de deux système [14] :

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

1.7. Quelques Technologie de régénération

1.7.1. Technologie Meinken

Cette technologie n'est plus utilisée de nos jours, pour des raisons économiques, mais également en raison des problèmes générés par le traitement des terres acides. Cette technologie implique également des problèmes de corrosion interne et de rejet. Certaines raffineries appliquent actuellement la technologie Meinken modifiée, ce qui leur permet, grâce à l'inclusion de techniques de distillation en pellicule fine et de contact, de réduire la quantité d'acide sulfurique à près de 3%, et celle des terres, à près de 3,5%. Certaines d'entre elles appliquent également l'hydrogénation. Les principaux avantages de ce procédé sont les suivants : faibles coûts d'investissement et d'entretien, possibilité de traiter des huiles usées de très basse qualité, flexibilité et facilité de manipulation de l'huile[15]

1.7.2. Technologie KTI

Le processus KTI (Kinetics Technology International), également connu sous le nom de KTI Relub Technology, mêle la distillation sous vide et le traitement d'hydrogénation afin

d'éliminer la majorité des éléments polluants de l'huile usée. Voici les étapes élémentaires de ce processus :

1. Distillation atmosphérique : comprend l'élimination de l'eau et des hydrocarbures légers.
2. Distillation sous vide : le produit obtenu fait partie des huiles lubrifiantes. La température de travail ne doit pas dépasser 250 °C.
3. Hydrogénation des produits distillés sous vide : les huiles distillées lors de la phase précédente sont soumises à un traitement d'hydrogénation afin d'éliminer les composés sulfureux, azotés, et l'oxygène. Cette phase sert également à améliorer la couleur et l'odeur de l'huile.
4. Fractionnement : l'huile hydrogénée se sépare en fractions d'huiles de base en fonction des spécifications et des exigences du produit désiré.[15]

1.7.3. Technologie UOP DCH

La technologie UOP DCH comprend le traitement de l'huile usée par du gaz hydrogène à une certaine température ; grâce à une séparation adéquate, les solides et les éléments métalliques sont éliminés. Au cours du processus, les composés halogénés sont directement détruits et, via l'oxygène, on obtient des hydrocarbures légers de haute qualité. L'hydrogénation s'effectue dans un réacteur muni d'un lit catalytique.

Voici les étapes élémentaires de ce procédé :

1. . Hydrogénation.
2. Séparation des solides et métaux.
3. Réacteur catalytique.
4. Traitement chimique de neutralisation des gaz acides
5. Séparation de la phase aqueuse.
6. Distillation sous vide et fractionnement.

Ce procédé permet de recycler les huiles usées potentiellement dangereuses, par le biais d'un système économique donnant un bon rendement et des produits de bonne qualité. Cette technologie a été testée dans des usines pilotes et n'a pas encore été commercialisée.

[16]

1.8. Processus de récupération de l'huile usagée par acide sulfurique

L'acide sulfurique est un produit industriel d'importance, qui trouve de très nombreuses applications, notamment dans les batteries au plomb pour les voitures, le traitement des minerais, le raffinage du pétrole, le traitement des eaux usées et les synthèses chimique

Processus traitement de l'huile usagée par acide sulfurique est l'une des méthodes de traitement populaires pour les huiles usées. Dans ce procédé, l'huile usée est traitée avec de l'acide sulfurique. Cet acide réagit réciproquement avec des composés d'oxygène et de soufre et certains composés à base d'azote pour former des boues. En outre le raffinage est effectué afin d'éliminer les hydrocarbures paraffiniques et naphthéniques. [16]

L'élaboration du procédé de traitement par acide sulfurique est réalisé par les étapes suivantes :

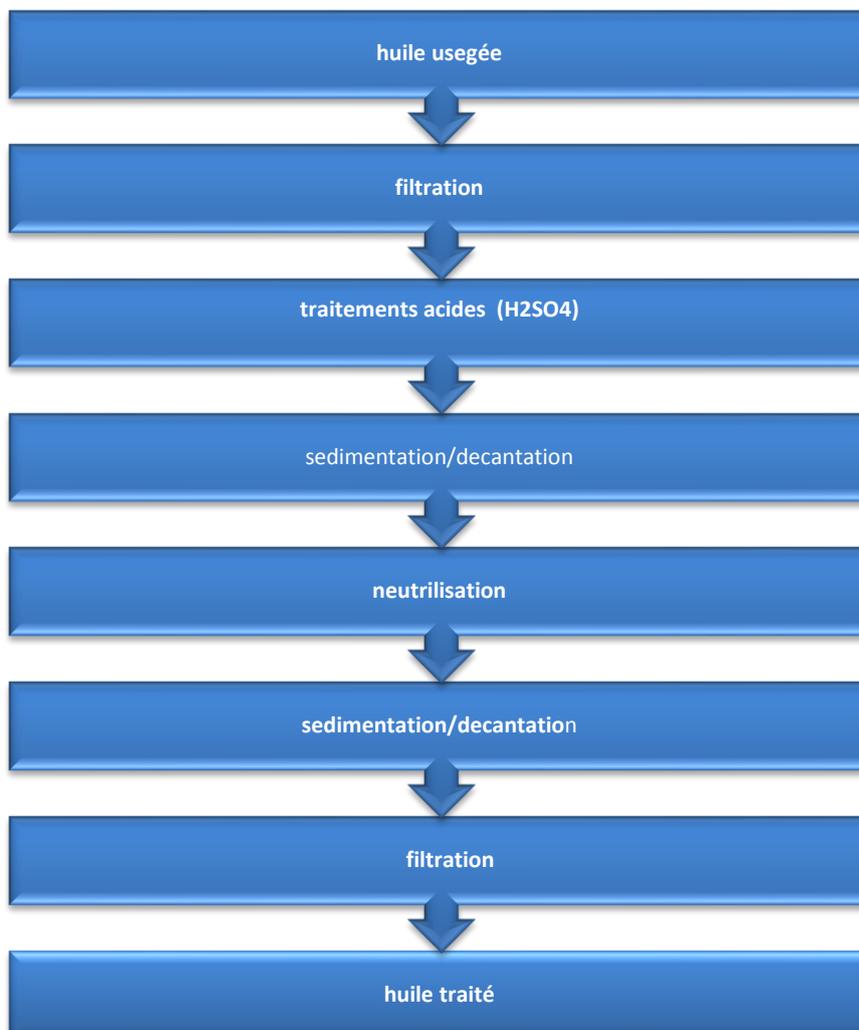


Figure 1.2: Processus traitement de l'huile usagée

1.9. L'état de l'art

En 2013 Rashid Abro et al. ont mené une étude comparative des huiles moteur re-raffinées par extraction de solvants composites, de solvants simples et de méthodes de traitement acide. Le solvant composite était constitué de butanol-propane et de butanone; le propane a été utilisé comme solvant unique. Différentes propriétés de l'huile raffinée et de l'huile usée ont été analysées, telles que le point de trouble et le point d'écoulement, le point d'éclair, la densité, la teneur en cendres, la viscosité, le taux d'humidité et l'indice d'acide. Sur la base de travaux expérimentaux, il a été constaté que la contamination par le fer diminuait de 50 ppm à 13 ppm pour le solvant composite; pour le solvant propane, il a diminué jusqu'à 30 ppm et 15 ppm pour le traitement acide. Les résultats du point d'éclair, du point d'écoulement, de la viscosité, du poids spécifique et du pourcentage de cendres ont été améliorés à différents degrés, mais les meilleurs résultats ont été observés en utilisant le solvant composite présentant un inconvénient de coût élevé. [17]

En 2013 Ihsan Hamawand et al ont étudié le recyclage des huiles de moteur usagées traitées par (acide acétique et acide formique). Le processus de recyclage a lieu à température ambiante. Il a été démontré que les huiles de base et les additifs pour huiles sont légèrement affectés par l'acide acétique. Lors de l'addition (acide acétique ou acide formique) à l'huile usée, deux couches ont été séparées, une huile transparente de couleur rouge foncé et une boue noire foncée au fond du récipient. Les huiles de base résultant d'autres méthodes de recyclage ont été comparées aux résultats de l'huile fraîche. La comparaison a montré que l'huile recyclée produite par l'acide acétique et le traitement à l'acide formique présentaient d'excellents résultats dans les propriétés de l'huile, comparables à celles de l'huile fraîche. L'utilisation d'un rapport volumétrique d'huile 10: 1 sur de l'acide acétique donne une densité de 0,87 g / ml et cette moyenne proche de l'huile fraîche en utilisant un rapport huile / acide formique de 10: 1 donne une viscosité de 30 cp et l'équivalent d'huile fraîche. [18]

En 2013 Isah et al ont présenté le résultat de la régénération de l'huile moteur usée en utilisant des terres de blanchiment industrielles et du charbon actif comme agents de blanchiment. L'huile usée subit des étapes d'acidification et de blanchiment pour éliminer la teneur en aromatiques et améliorer la couleur et la qualité de l'huile. L'analyse effectuée

a montré que lorsque les qualités formulées étaient comparées à la qualité standard (huile fraîche). La formulation A présentait une meilleure qualité d'huile régénérée parmi les différentes qualités formulées avec une viscosité de 53,16 cP à 400 ° C, une densité de 0,932 et un indice d'acide total de 0,54 en utilisant de la terre décolorante industrielle. D'autre part, la formulation E donne une qualité acceptable en utilisant du charbon actif avec une viscosité de 40,41 cP à 40 ° C, une densité de 0,883 et un indice d'acide total de 0,59. [19]

En 2014 B. Khelidj et al ont mené une étude comparative sur les huiles obtenues par distillation des produits lourds du pétrole. Avec la baisse de la production de réserves mondiales de pétrole, la nécessité se pose plus que jamais, de recycler des huiles lubrifiantes usagées. Les huiles usagées 'moteur' constituent une catégorie importante de matériaux susceptibles d'être récupérés moyennant des traitements appropriés. Cette récupération est une nécessité pour protéger l'environnement et peut conduire à des gains substantiels. Ce travail porte sur une étude de traitement d'une 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. [20]

CHAPITRE 2

MATERIEL ET METHODES

CHAPITRE 2

MATERIELE ET METHODE

2.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter les méthodes d'analyse des caractéristiques physico-chimiques d'une huile moteur usagée pour obtenir les informations sur l'état de l'huile moteur afin de s'assurer qu'elle est toujours performante et nous allons présenter l'étape principale de processus de régénération

2.2. Matière utilisée :

La matière utilisée est une huile SEA 20w50 adaptées à la lubrification des moteurs diesel, Le départ des prélèvements de l'huile moteur est fait avec une huile vierge jusqu'à après avoir roulé 3000 km, avec des prélèvements intermédiaires. Cette huile moteur est fournie par les stations de vidange, et la prise des prélèvements est faite sur un véhicule de type Kangoo 1.9D Année 2001 Les mesures de quelques caractéristiques comme la viscosité et le point écoulement ont été faites au niveau du laboratoire d'analyse de NAFTAL. On présente une fiche technique des caractéristiques moyennes de l'huile étudié

SAE 20w50, dans le tableau suivant (2.1), mesuré au sein de laboratoire d'analyse de NAFTAL, qui nous permettra de les comparer avec nos résultats.

Tableau 2.1. : Caractéristiques moyennes de l'huile SAE 20w50.

	NORME	Valeur
Densité à 20 °C(g/ml)	ASTM D941-55	0.885
Viscosité à 40 °C (mm²/s)	D445	169.0
Viscosité à 100 °C(mm²/s)	D445	19.0
Indice de viscosité	ASTM D 2270	128
Point éclair (°C)	ASTM D92	220
Point d'écoulement (°C)	ASTM D97	-22
La couleur	ASTM D1500	3

2.3. Méthodes d'analyse et appareillages

2.3.1. La densité :

✓ Principe :

Le but de cette propriété est de mesurer le rapport de masse volumique de l'huile moteur et le liquide de référence (l'eau), pour l'identification et le contrôle de la dégradation de l'huile moteur SAE 40 vierge et en fonction de son usage dans un moteur diesel.

✓ Matériel utilisé

- ❖ Densimètre,
- ❖ Eprouvette,
- ❖ Thermomètre,

✓ Méthode

Pour mesurer la densité d'huile on remplit une éprouvette d'échantillon dans laquelle on plonge un densimètre puis on lit la valeur de la densité qui est indiquée au niveau de l'huile. Pour cette opération on utilise un densimètre pour les huiles lourdes (0,800-0,850).

Puis on corrige la densité finale (15/4 °C), en utilisant une table de corrélation qui se trouve au niveau de laboratoire.

Le calcul de la densité se fait comme suit :

$$d \text{ à } 15 = \Delta t_{luc} + a (T - 15)$$

Avec :

a le coefficient de dilatation volumique.

$$a = 0.00066 \text{ g/ml}$$



Figure 2.1: mesure la densité

2.3.2. La Viscosité

✓ Principe :

Le but de cette manipulation est la détermination de temps nécessaire pour qu'un volume de produit s'écoule, dans des conditions normalisées. La viscosité de l'huile moteur se mesure à 40°C et à 100°C, par un capillaire calibré.

a. Matériels utilisés

- Un viscosimètre d'Ubblohde,
- Un thermostat avec la pompe,
- Un bain d'eau,
- Un chronomètre,

b. Description de viscosimètre d'Ubblohde

Le viscosimètre est constitué principalement par le tube avec capillaire (3) le tube de ventilation (2) et le tube de remplissage (1) le tube capillaire 7 avec la boule de mesure (5) la boule d'entre 4 (pour le viscosimètre selon Ubblohde) et le récipient de détente (7). Au-dessus et au-dessous de la boule de mesure (5) les marques annulaires A et B sont imprimées sur le tube de ventilation 2. Ces marques définissent non seulement le débit de l'échantillon, mais aussi la pression hydrostatique moyenne h . Le tube capillaire (6) se termine dans la partie supérieure réalisée comme calotte sphérique (7) du récipient de détente. Par la surface intérieure de cette calotte sphérique, l'échantillon s'écoule du tube capillaire (6) sous forme d'un film mince, représenté sur figure 2.2.

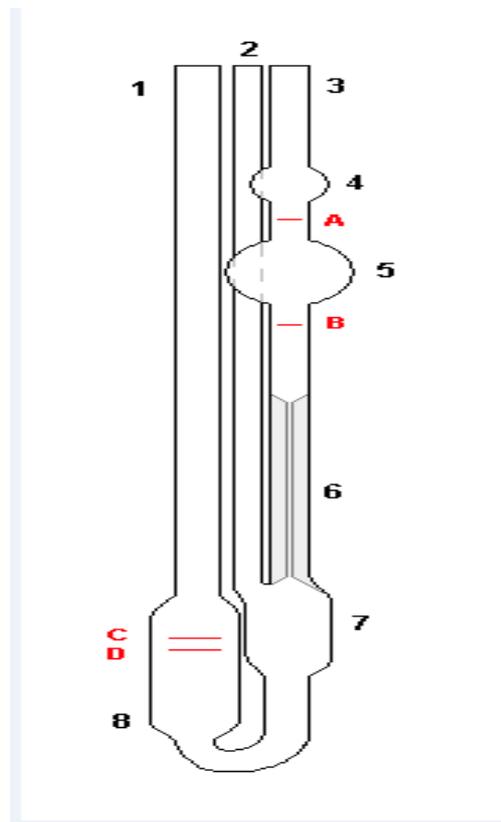


Figure 2.2 : viscosimètre d'Ubblohde

La mesure de la viscosité cinématique des lubrifiants est faite en utilisant un viscosimètre à capillaire, et un chronomètre, elle est généralement effectuée aux températures de 40 et de 100c⁰ .tel qu'un de ceux représentés sur la figure 2.3



Figure 2.3 : bain de chauffe d'huiles de silicone

c. Méthode :

- La méthode consiste à mesurer le temps nécessaire à l'écoulement par capillaire d'un volume déterminé de l'huile contenue dans le réservoir d'un viscosimètre en verre sous charge d'huile à une température exactement contrôlée.
- Avant l'essai on lave le viscosimètre avec l'essence et l'acétone, puis on sèche soigneusement.

- L'échantillon à essayer doit être débarrassé de l'eau et filtré ;il faut établir et maintenir soigneusement la température nécessaire au bain d'eau (la variation ne doit pas dépasser $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$) à l'aide de la circulation de l'eau par la pompe de thermostat,
- On remplissage le réservoir du viscosimètre choisi de 8 à 10 ml d'échantillon d'huile à essaye,
- On place le du viscosimètre dans le bain d'eau , en utilisant un dispositif de fixation. Le du viscosimètre doit se trouver en position vertical voire l'image . on aspire le liquide dans le réservoir supérieur du viscosimètre paire fermant simultanément le tube du viscosimètre avec le doigt pendant 30 min (pour les viscosimètre cinématiques les plus élevées),
- L'huile commence à coule par gravité du réservoir supérieur à travers le capillaire dans le réservoir inférieur (s'écoule librement). Quand le niveau du liquide atteindra le repère supérieur on met en marche le chronomètre on débranche le chronomètre quand le niveau du liquide atteindra le repère inférieur,
- Mesure en secondes ,0.1s près, le temps qu'il faut au ménisque pour passer du premier repère de chronométrage à la seconde
- Répéter une seconde fois l'opération, et enregistrer les deux mesure .A partir des deux mesure de temps d'écoulement, utiliser la moyenne pour déterminer la viscosité cinématique,



Figure 2.5 :Abaque de Groff

2.3.4. Point d'éclair

a. Matériel utilisé

- Appareille mesure point d'éclair.
- Thermomètre.

b. Méthode

- ❖ le température de l'échantillon doit être au dessus 18°C ,
- ❖ nettoyer et sécher toutes les du vase et les accessoires avant l'essai,
- ❖ S'assurer qu'il ne reste plus aucune trace du solvant,
- ❖ Remplir le vase au niveau indiqué par la prise d'essai,
- ❖ Régler son diamètre entre 3.2mm et 4.8mm, régler le chauffage à un régime tel que la température indiquée par le thermomètre s'accroisse de 5°C à $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$,
- ❖ Mettre en marche l'agitation 90 tr/min à 120 te/min,
- ❖ si le point éclair présumé est inférieur ou égale à 110°C appliquer la flamme tous les 1°C jusqu'à 110°C et ce à 23°C –ou $+5^{\circ}\text{C}$ avant le flache présumé,
- ❖ présente la flamme d'une façon qu'elle soit abaissée jusqu'au-dessus du vase où sont émises les vapeurs en 0.5s,
- ❖ laisser en position basse pendant 1s et relever rapidement jusqu'à sa position haute,



Figure 2.6 : mesure point d'éclair

- ❖ si la prise d'essai a un point d'éclair présumé supérieure à 110°C ,
- ❖ présume la flamme de la même manière tous les 2°C en commençant à une température de $230^{\circ}\text{C} - 50^{\circ}\text{C}$ en dessous du point d'éclair présumé,
- ❖ noter comme point d'éclair observé, la température de la prise d'essai lue sur le thermomètre au moment où la présentation provoque un éclair net à l'intérieur du vase d'essai.
- ❖ Calculer le point d'éclair corrigé à la pression atmosphérique de 101.3kPa :

$$T_C = T_0 + 0.25 (101.3 - p)$$

Ou :

T_0 : est le point d'éclair observé à la pression barométrique ambiante en degrés Celsius,

P : est la pression atmosphérique ambiante en kilo pascalle,

T_C : est le point d'éclair corrigé



Figure.2.7 : point de flamme.

2.3.5. Point d'écoulement

✓ Principe

L'objectif de la mesure repose sur la détermination de la plus basse température à laquelle l'huile moteur conserve une fluidité suffisante et s'arrête de s'écouler. Il se mesure selon la norme (ASTM D97)

a. Matériels utilisés :

- Un tube d'essai, placé dans une jaquette format un bain d'aire,
- Une jaquette,
- Un bain réfrigérant,
- Un thermomètre destiné au tube d'essai et d'un thermomètre ordinaire pour le bain réfrigérant,

b. Description appareille de point d'écoulement

- ❖ La fiole cylindrique du verre claire le fond plat de diamètre 33.2 à 34.8 mm, et 115 à 125 de hauteur. Le diamètre intérieur de la fiole peut s'étendre de 30.0 à 32.4 mm, la fiole aura une ligne pour indique une taille d'échantillon 54 ± 3 mm au-dessus de fond intérieure.



Figure 2.8 : appareille de point d'écoulement

- ❖ Le bouchon pour adapter la fiole d'essai, et centralisé le thermomètre d'essai,
- ❖ Garniture (gasket) pour s'adapter confortablement autour de l'extérieur de la fiole d'essai, La garniture peut être faite de caoutchoute, cuire, ou tout autre matériel qui est assez élastique pour s'accrocher dans la fiole d'essai et assez dure à la prise de sa forme. son but est d'empêcher la fiole d'essai de toucher la veste.
- ❖ Les températures exigées de bain peuvent être obtenues par réfrigération si disponibles autrement par les mélanges frigorifique appropriés.
- ❖ Disque, liège ou feutre, 6mm d'épaisseur pour s'adapter profondément à l'intérieur du la jacket.

c. Méthode

Mettre le
jusqu'à la
des 4
51°C).



bain réfrigérant en marche
stabilité des températures
compartiments (0, -17, -34, -

Figure.2.9 : emplacement de thermomètre pour le point d'écoulement.

- ❖ Remplir le tube à essai avec l'huile à analyser jusqu'au trait de remplissage, le renfermer avec un bouchon contenant un thermomètre, puis on le réchauffe jusqu'à $T = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$
- ❖ Enlever les tubes à essais et attendre jusqu'à ce que les températures de ces derniers descendent à $T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$, puis les placer dans le premier compartiment (0°C).
- ❖ Les refroidir progressivement avec les bains réfrigérants de plus en plus froids.



Figure.2.10 : tube congelé avec le thermomètre.

- ❖ Dès que le liquide contenu dans le tube d'essai ne s'écoule plus, lorsque celui-ci est incliné; maintenir le tube horizontal pendant 5 secondes, et si la surface du liquide ne se déforme pas ; On note la température indiquée par le thermomètre en ajoutant 3°C à la température observé, et le résultat comme étant: le point d'écoulement.

2.3.6. La Couleur

✓ Principe

- ❖ Couleurs ASTM D1500 présente une norme internationale prescrit une méthode de détermination visuelle de la couleur de certains produits pétroliers, tels que les huile lubrifiantes, les combustibles de chauffage, les combustibles pour

moteurs diesels et les cires de pétroles. Elle est limitée aux produits qui ne contiennent pas colorants artificiels.

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

a. Matériels utilisés :

- Colorimètre comparative
- Tubes verre



Figure 2.10 : colorimètre comparative.

b. Description colorimètre comparative

Colorimètre comprenant un boîtier métallique avec un disque de couleur étalon, prisme à 2 champs de vision, logement pour tubes à essai, source lumineuse, livré avec 2 tubes à essais.

c. Méthode

- On place un récipient témoin, remplis à une profondeur au moins de 50mm avec l'eau distillé, du colorimètre par lequel on observera le verre standard. Ensuite on place l'échantillon dans son récipient dans l'autre compartiment.

- Le récipient sont couvrirs pour exclure toute la lumière extérieure.
- On alimente la source lumineuse en comparant la couleur de l'échantillon à celle de disque de couleur étalon.

2.4. Régénérations d'huile usée par acide sulfurique

✓ Principe

L'objectif principal de la présente étude est la régénération à l'acide sulfurique est réalisé par différent valeur de paramètre du rapport $V_{\text{Acide}}/V_{\text{Huile}}$ (1/10, 1/20, 1/40et 1/60) pour démontrer la possibilité de régénérer cette huile

L'élaboration du procédé de traitement d'acide de l'huile usagée réalise par les étapes suivant :

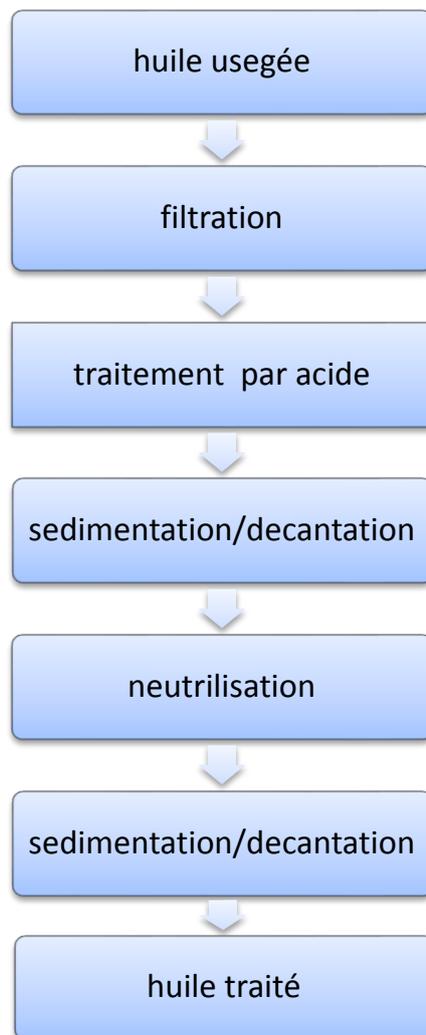


Figure2.11 : Etapes de processus du traitement

✓ **Mariel utilise**

- ❖ Bêcher de 500ml
- ❖ Bêcher de 50ml
- ❖ Agitateur magnétique chauffant
- ❖ Barreau magnétique
- ❖ Ampoule de 500ml avec robin

2.4.1. Filtration

L'huile lubrifiante usagée est filtrée pour éliminer les impuretés susceptibles de la contaminer. Cette opération se fait à l'aide d'un entonnoir muni d'un papier filtre.



Figure2.12 : Filtration d'huile usagée

2.4.2. Traitement par acide

✓ **Méthode**

- ❖ Remplir un bêteher de 500 ml avec 400 ml d'huile moteur usée.
- ❖ ensuite dans un bêteher de 50ml on remplit certain volume d'acide sulfurique concentré à 98 % (6.6ml, 10ml, 20ml, 40ml)
- ❖ On place l'huile de moteur usée mesurée en plaque chauffante du régulateur a été allumée.

- ❖ On chauffant l'huile usée atteigne la température à 45 ° C.
- ❖ A cette température, l'acide sulfurique a été introduit dans l'huile de moteur usée simultanément avec agitation du mélange pendant 45 minutes.

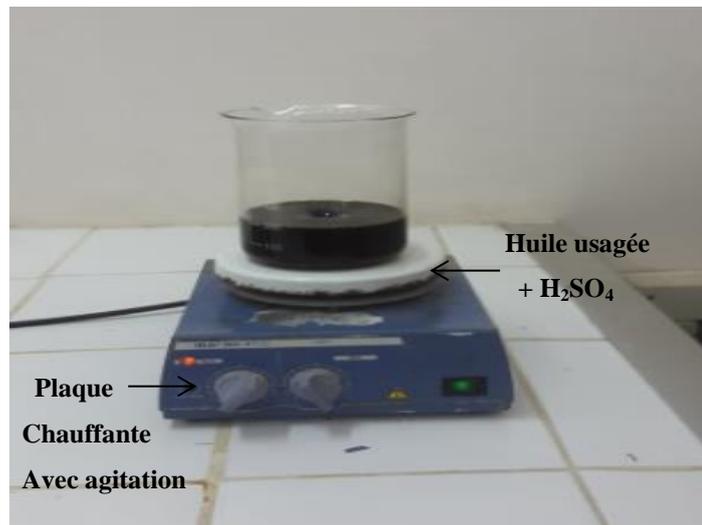


Figure3.13 : mélange d'huile usagée avec d'acide sulfurique (98 %)

2.4.3. Sédimentation / Décantation

Après traitement, le mélange est laissé reposer pendant 48 heures dans une ampoule à décanter. On constate la formation de deux phases, l'huile prétraitée en haut, et la boue en bas. Après décantation, la boue est retirée du bas de l'ampoule pour être quantifiée.



Figure3.14. :Sédimentation après traitement à l'acide de huile usagée.

2.4.4. Neutralisation

- ❖ Remplir un bêcher de 500 ml avec l'huile prétraitée restant
- ❖ Ensuite dans un bêcher de 50ml on a préparé un volume de 33ml de solution Na OH à 10%
- ❖ dans le bêcher qui contient l'huile prétraitée restant on ajout de solution Na OH avec agitation du mélange pendant 30 min

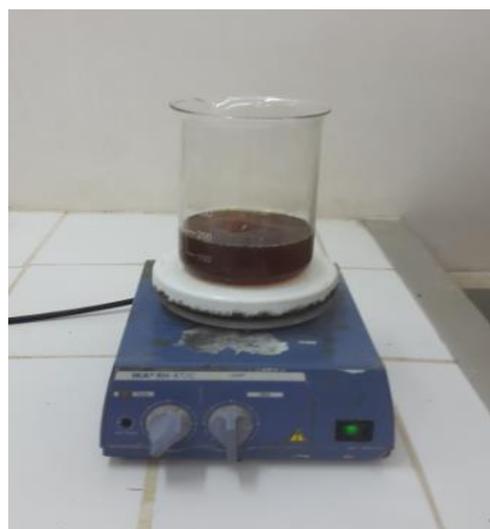


Figure 2.15 : Neutralisation de l'acide

2.4.5. Sédimentation / Décantation

- ❖ Après neutralisation le mélange est laissé reposer pendant 24 heures dans une ampoule à décanter.
- ❖ Ouvert le robin retire la phase alcaline formée à la partie inférieure de l'ampoule.

2.4.6. Filtration

L'huile de sédiment a été finalement filtrée en utilisant une toile filtrante et le filtrat a été recueilli dans un flacon de filtration et on a observé qu'il était clair alors que le résidu (gâteau de filtration) était jeté.

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Introduction

Après avoir régénéré l'huile usée et effectué les différentes analyses, nous avons procédé à l'étude des résultats trouvés. Dans les Tableau, sont regroupés les résultats des différents tests réalisés.

3.2. Résultats des analyses

Les principales caractéristiques de l'huile neuve, usagée, déterminées selon les normes ASTM, sont regroupées dans les tableaux ci- dessous.

Tableau3.1 : caractéristiques de l'huile Neuve SAE 20 W50

Caractéristiques	Huile Neuve SAE 20W50
Densité	0.8639

Viscosité à 40 °C (Cst)	153.84
Viscosité 100°C(Cst)	17.04
Indice de viscosité (IV)	129
Point d'Eclair (°C)	235
Point d'écoulement (°C)	-22
Couleur	3

D'après le tableau 3.1 on remarque que les valeurs des caractérisations de huiles neuve a été réalisé au niveau de laboratoire sont proche par rapport les valeurs enregistre dans la fiche technique de huile 20w50.

Tableau 3.2 : caractéristiques de l'huile usagée SAE 20 W50

analyses	Huile usagée SAE 20W50
Densité d420	0.8840
Viscosité à 40°C (Cst)	92.50
Viscosité à 100°C (Cst)	13.39
Indice de Viscosité (IV)	106
Point d'écoulement (°C)	-25
Point d'éclair (°C)	160

Couleur	8
---------	---

A partir des résultats obtenus, on constate que :

✓ **La densité**

D'après les résultats obtenus, on remarque que la densité de l'huile usagée est augment à celle d'une huile neuve, d'après la littérature cela dû à une contamination de l'huile en raison d'une dilution du carburant et/ou de l'eau provenance à partir de la combustion du carburant dans le moteur. [21, 20]

✓ **La viscosité**

D'après les résultats obtenus on remarque une diminution de la viscosité (40°C et à 100°C). Cette diminution, nous pouvons peut être l'expliquer par la dilution de l'huile par le carburant, une petite quantité de celui-ci peut avoir un effet sensible sur la chute de la viscosité, cette diminution pouvant aussi être due à un début de dégradation des additifs [21,22]

✓ **L'indice de viscosité**

On remarque que l'indice de viscosité de l'huile usagée a baissé par rapport à l'huile neuve. et d'après la littérature , cela signifie qu'il y avait une dégradation du polymère qui améliore l'indice de viscosité, par cisaillement, ou par des coupures thermiques, ou bien thermo oxydant. En sachant que l'huile devient très sensible au gradient de température. [21,23]

✓ **le point d'écoulement**

à partir des résultats obtenus ; on constate que pour les huiles usagées la température de solidification, et la formation des premiers cristaux est plus basse que celle de l'huile neuve, donc une diminution de température, et d'après la littérature cela signifie, que la teneur en paraffine est diminuée, plus une absence des paraffines à chaînes linéaires droites [22]

✓ **Le point d'éclair**

à partir des résultats obtenus on remarque que le point d'éclair d'huile neuve est de 235 °C 160 °C pour l'huile usagée, 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, qui comprennent des fractions légères. [22]

✓ **la couleur**

à partir des résultats obtenus on remarque que la couleur d'huile usagée égale 8, elle est plus élevée, ce changement de couleur est signe d'une présence importante de matières carbonneuses. [23]

3.3. Evolution de la viscosité de l'huile neuve avec la température

Tableau 3.3 : Evolution de la viscosité de l'huile neuve avec la température

Température (°C)	20	40	60	80	100
Viscosité (Cst)	296.30	153.84	86.50	49.50	17.04

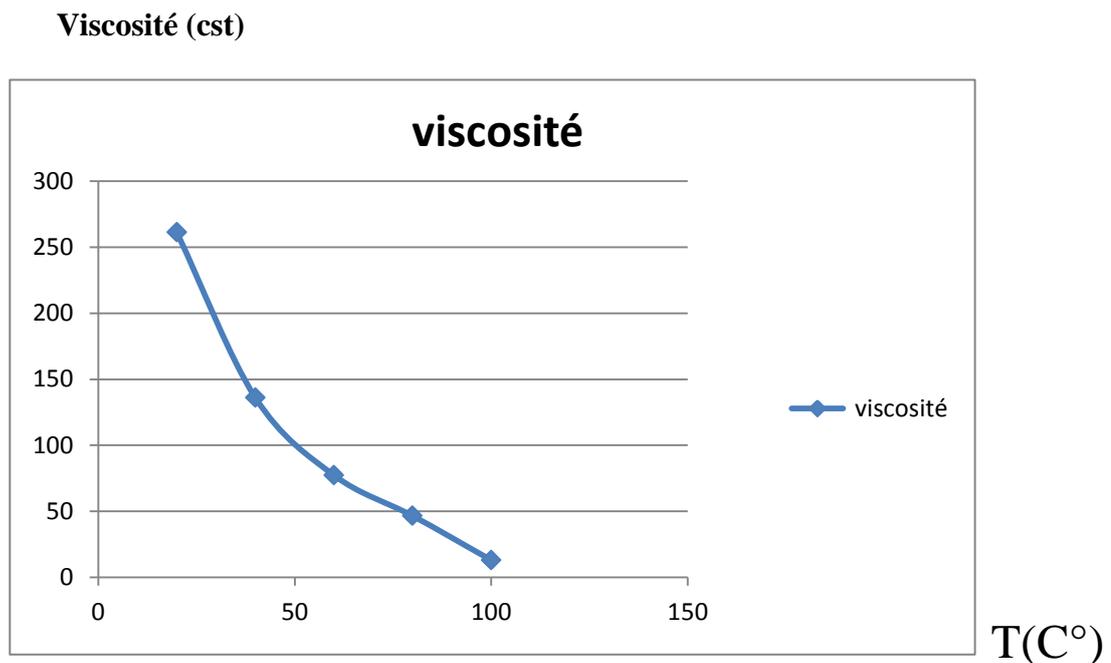


Figure 3.1: Evolution de la viscosité de l'huile neuve avec la température

D'après **Figure 3.1** nous remarquons que la viscosité de l'huile neuve diminue avec l'augmentation de la température. c'est le cas en général pour les liquides. [23]

3.4. Variation de la viscosité de l'huile usagée avec la température

La variation de la viscosité de l'huile usagée avec le changement de la température est mise en évidence par le tableau et la figure suivants :

Tableau 3.4. : Variation de la viscosité avec la température

Température (°C)	20	40	60	80	100
Vis. (Cst) Huile neuve	296.3	153.84	86.5	49.5	17.04
Vis. (Cst) Huile usagée	210.07	92.5	55.08	25.48	11.92

Viscosité(cst)

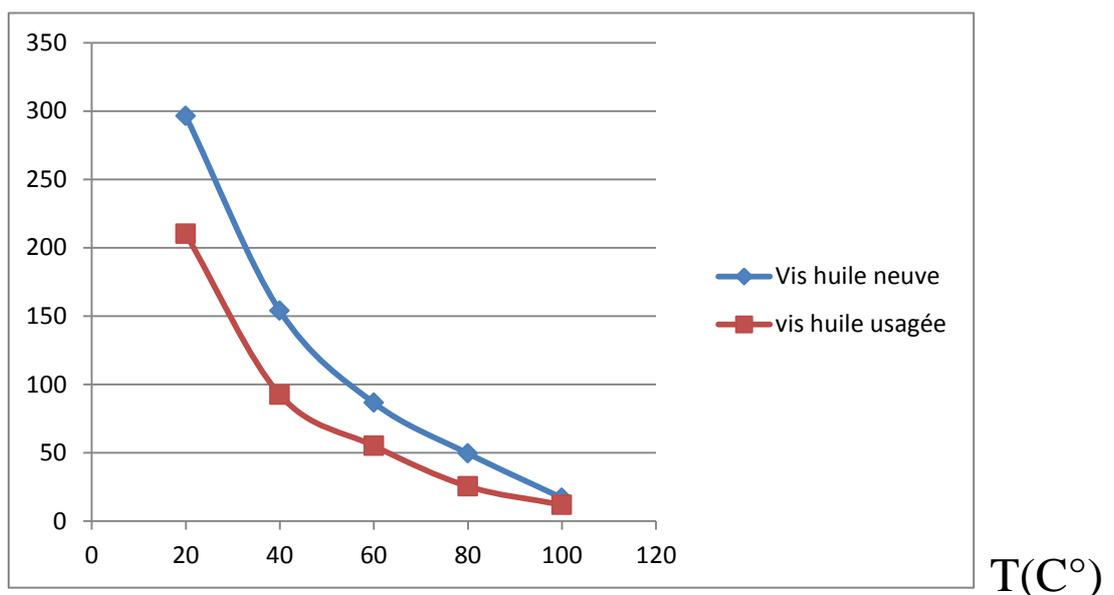


Figure 3.5. : Evolution de la viscosité de l'huile neuve et de l'huile usagée en fonction de la température

d'après la figure3.5, l'huile usagée accuse une diminution de la viscosité plus importante que celle de l'huile neuve .Avec l'augmentation de la température l'écart entre les valeurs des viscosités des huiles à l'état neuf et à l'état usagé est moins prononcé. ce qui explique qu'il y a eu des modifications structurelles des molécules constituant l'huile, autrement dit que, la diminution de la viscosité avec l'élévation de la température est due uniquement aux phénomènes de la dilatation des molécules.

Tableau3.5 : variation du volume de boues avec le rapport $V_{H_2SO_4}/V_{huile}$

rapport $V_{H_2SO_4}/V_{huile}$	volume de boues
1/10	25
1/20	24
1/40	16
1/60	7

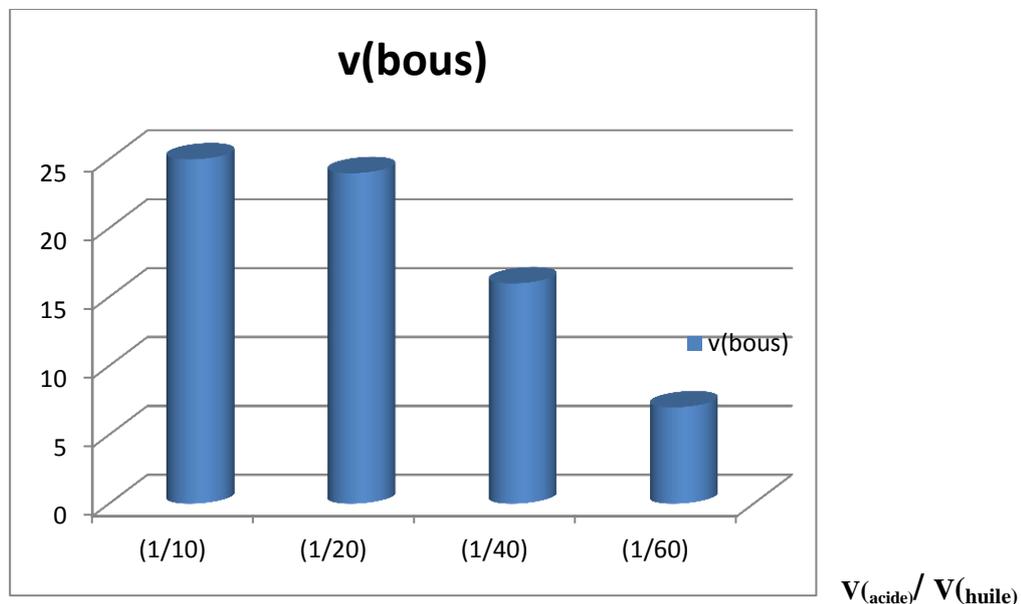


Figure3.6 : variation du volume de boues avec le rapport $V_{(acide)}/V_{(huile)}$

D'après la figure3.6 on remarque que la quantité de boues augmente chaque fois qu'on ajoute de l'acide au mélange. A partir du rapport $V_{(acide)}/V_{(huile)} = 1/20$, cette quantité reste constante même après variation de la quantité d'acide et n'influe plus sur la

quantité de boues produites (figure3.6). La valeur 1/20 est considérée comme valeur optimale à la purification de l'huile usagée dans les conditions opératoires choisies. C'est cette valeur qui est prise dans les différentes manipulations.

Tableau3.6 : mesure la couleur avec différent $V_{(acide)}/V_{(huile)}$

$V_{(acide)}/V_{(huile)}$	1/10	1/20	1/40	1/60
La couleur	3.5	3.5	5	6

D'après le tableau3.6 d'analyse de la couleur on constant que la quantité d'acide nécessaire à traiter un certain volume d'huile usagée est très important. La valeur choisie ($V_{(acide)}/V_{(huile)} = 1/20$) est considérée comme valeur optimale dans les différentes manipulation.

Tableau3.7 : Effet de la température sur la viscosité cinématique

Température (°C)	20	40	60	80	100
Viscosité (Cst)	260.19	135.93	77.23	46.52	13.02

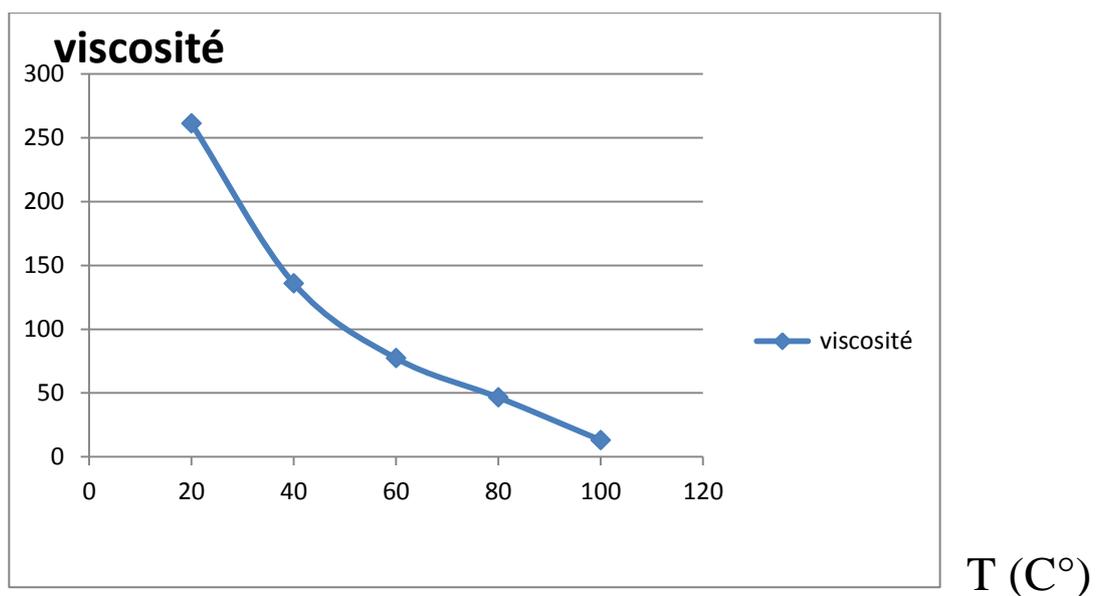


Figure3.7 : variation de la viscosité d'huile traitée en fonction de la température

D'après **Figure 3.7** nous remarquons que la viscosité de l'huile traitée est diminuée avec l'augmentation de la température. C'est le cas en général pour les liquides.

Tableau 3.8: Variation de la viscosité avec la température

Température (°C)	20	40	60	80	100
Vis. (Cst) Huile neuve	296.3	153.84	86.5	49.5	17.04
Vis. (Cst) Huile usagée	210.07	92.5	55.08	25.48	11.92
Vis. (Cst) Huile traité	260.19	135.93	77.23	46.52	13.02

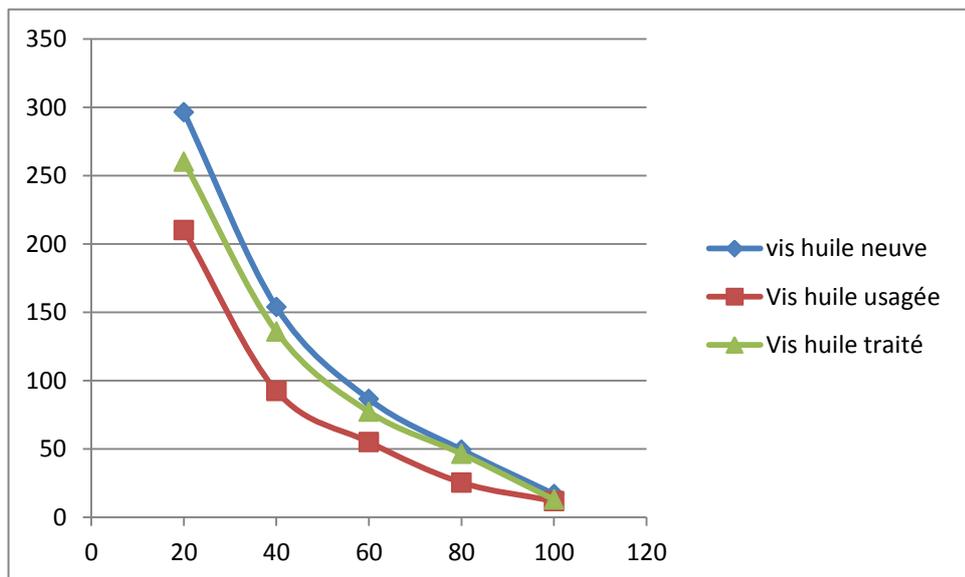


Figure3.8 : Variation de la viscosité avec la température

D'après la figure 3.8, la diminution de la viscosité peut être causée par une dilution avec du carburant léger et contamination sous forme de boue dans l'huile usée. Cependant, le traitement par acide a rétabli la plus grande partie de sa viscosité. Le résultat montre également que le traitement utilisant de l'acide sulfurique a donné la viscosité la plus élevée. Cela peut être attribué à la conversion possible des contaminants possibles par l'acide. [24]

Conclusion

Les huiles lubrifiantes ont le rôle de réduire les frottements entre les pièces en mouvement. 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 que les lubrifiants sont de très loin les plus utilisés, aussi bien dans les applications automobiles qu'industrielles.

L'objectif de cette étude était d'étudier la faisabilité du traitement de l'huile moteur par l'acide sulfurique concentré à 98 %. Les résultats ont montré que ce procédé est efficace et conduit à une huile répondant aux normes d'utilisation en tant qu'agent lubrifiant.

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. Dans l'ensemble, la méthode de traitement à l'acide s'avère très efficace, en considérant les résultats obtenus en pourcentage, puisque un traitement à l'acide, permet de récupérer la viscosité de l'huile à 90%.

Les résultats obtenus nous montrent que notre huile est une bonne lubrifiante, vu qu'ils sont dans les normes, et aussi la viscosité qui est la caractéristique la plus importante pour les huiles lubrifiantes nous indique que notre huile est visqueuse, elle pourra s'en servir plus.

L'huile moteur se dégrade en fonction de son usage, et la cause principale de cette dégradation d'après nos résultats est la dilution par des carburants qui ont peut-être les mêmes caractéristiques que l'huile comme le (gazole ou essence), ou bien à cause de l'eau provenant de la combustion du carburant, ou à cause d'un cisaillement mécanique.

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.

Pour supprimer l'impact et l'influence de ces huiles, on a consacré en deuxième lieu une partie 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.

Annex 2

SAE Viscosity Grade	Low-Temperature (°C) Cranking Viscosity ⁽³⁾ , mPa-s Max	Low-Temperature (°C) Pumping Viscosity ⁽⁴⁾ mPa-s Max with No Yield Stress ⁽⁴⁾	Low-Shear-Rate Kinematic Viscosity ⁽⁵⁾ (mm ² /s) at 100°C Min	Low-Shear-Rate Kinematic Viscosity ⁽⁵⁾ (mm ² /s) at 100°C Max	High-Shear-Rate Viscosity ⁽⁶⁾ (mPa-s) at 150°C Min
0W	6200 at -35	60 000 at -40	3.8	-	-
5W	6600 at -30	60 000 at -35	3.8	-	-
10W	7000 at -25	60 000 at -30	4.1	-	-
15W	7000 at -20	60 000 at -25	5.6	-	-
20W	9500 at -15	60 000 at -20	5.6	-	-
25W	13 00 at -10	60 000 at -15	9.3	-	-
8	-	-	4.0	<6.1	1.7
12	-	-	5.0	<7.1	2.0
16	-	-	6.1	<8.2	2.3
20	-	-	6.9	<9.3	2.6
30	-	-	9.3	<12.5	2.9
40	-	-	12.5	<16.3	3.5 (0W-40, 5W-40, and 10W-40 grades)
40	-	-	12.5	<16.3	3.7 (15W-40, 20W-40, 25W-40 grades)
50	-	-	16.3	<21.9	3.7
60	-	-	21.9	<26.1	3.7

1. Notes - 1mPa-s = 1 cP; 1 mm²/s = 1cSt

2. All values, with the exception of the low-temperature cranking viscosity, are critical specifications as defined by ASTM D3244 (see text, Section 7.)

3. ASTM D5293: Cranking viscosity - The non-critical specification protocol in ASTM D3244 shall be applied with a P value of 0.95.

4. ASTM D4684: Note that the presence of any yield stress detectable by this method constitutes a failure regardless of viscosity.

5. ASTM D445.

6. ASTM D4683, ASTM D4741, ASTM D5481, or CEC L-36-90.