

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITÉ 20 AOÛT 1955 SKIKDA  
FACULTE DE TECHNOLOGIE  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

## **MASTER**

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie Chimique

Thème

**Etude comparative expérimentale et régénération de l'huile  
moteur usagée par traitement à l'acide H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

Soutenu le 26/06/2023

**Réalisé par :**

- LOUASSAL Houda
- TAMALOSSI Lamis
- KERMOUZ Aya

**Encadré par :**

Dr. Boussaha

Année Universitaire 2022- 2023

## *Remerciement*

*Avant tout nous remercions dieu qui a éclairé notre route et qui nous a donnés la fois et le courage de persister et de continuer en dépit de n'importe quel obstacle.*

*Nous tenons à remercier nos parents, tous les membres de notre famille, nos amis, nos proches pour tous leurs encouragements envers nous....*

*Nous tenons à remercier vivement notre encadreur « Dr.Boussaha » pour son encadrement, sa patience et ses conseils afin d'aboutir à ce travail.*

*Nous remercions tous les enseignants du département de "génie des procédés".*

*En définitive, merci à toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce Travail, de près ou de loin.*

## *Dédicace*

*À ma chère mère, pour tous ses sacrifices, sa tendresse, son soutien et ses prières tout au long de mes études*

*À mon très cher père Je dédie ce travail, le succès a toujours été son souhait pour moi. J'aurais souhaité que vous soyez présent avec moi pour vous dédier la joie du succès de votre petite fille,*

*À ma chère sœur Soumia et Mon Cher frère Bilel..... pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.*

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

*A toutes mes très chers amis ...*

*À mon cher mari, merci d'être toujours avec moi.*

*Houda*

## *Dédicace*

*Je dédie ce mémoire*

*A mes chers parents ma mère et mon père pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur soutien tout au long de mes études,*

*A mes chères sœurs Imen, Houda, Khaoula et ma belle-sœur Hanane pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,*

*A mes chers frères Imed et Salah*

*A mes neveux Islem, Anas, Raïf et Iyed*

*A mes nièces Taouba et Takoua, Maya, Dassin, et Sidra*

*À mes amies et mes camarades*

*Merci d'être toujours là pour moi*

*En particulier. Je dédie ce travail à mon professeur, le Dr. Boussaïha Vous avez tous mes remerciements et mon appréciation pour vos efforts.*

*AYA*

## *Dédicace*

*Je dédie ce mémoire à mes chers parents qui ont été toujours à mes côtés et m'ont toujours soutenu tout au long de ces longues années d'études. En signe de reconnaissance, qu'ils trouvent ici, l'expression de ma profonde gratitude pour tout ce qu'ils ont consenti d'efforts et de moyens pour me voir réussir dans mes études.*

*À mes sœurs Sirin et Hayam et mon frère rami*

*À toute ma famille et surtout mes tantes samia, Karima et  
Chahra*

*À toutes mes amies*

*À tous les gens qui me connaissent et que je  
connais en particulier Sara, Iyad, Ranim et Maola*

*À mon professeur le Dr. Boussaha vous avez tous mes  
remerciements pour vos efforts*

*À tous ceux qui aiment le bon travail et ne reculent pas  
devant les obstacles de la vie.*

*Lamis*

## Résumé

Pour assurer la survie des composantes mécanique, il faut lui fournir une lubrification adéquate et une évacuation de chaleur efficace pour sela en utilisant des lubrifiants qui servent à lubrifier, à refroidir, et à nettoyer les organes d'un moteur par la formation d'un film protecteur entre les pièces mobile pour éviter le frottement métal/métal.

Ces lubrifiant sont obtenu par mélange d'une huile de base minérale d'origine pétrolier avec un paquet d'additive divers ce dernier améliore la résistance à l'oxydation, abaisse le point des écoulements, et assure une protection contre l'usure de la corrosion Mais il est nécessaire, afin de juger sur l'efficacité d'un lubrifiant, d'en connaitre ou de pouvoir en évaluer la capacité lubrifiante en faisant une étude comparative entre les huiles de lubrification en se basant sur des analyses physico-chimiques et connaitre par la même occasion les caractéristiques des huiles moteur après régénération.

Cette étude s'intéresse à comparative entre les huiles de lubrification existante sur le marché national (Castrol, Naftal, Elf, Total, and Naftal régénérer) en se basant sur des analyses physico-chimiques pour confirmer que les produit sur le marché sont dans les normes d'une part et d'autre part pour sélectionne l'huile la plus efficace tout un sur régénération au produit Naftal, par la même occasion étude les caractéristiques de l'huile moteur (Naftal 10W40) après régénération par traitement à l'acide.

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

## **Abstract**

To ensure the survival of mechanical components, it must be provided with adequate lubrication and effective heat removal for sella by using lubricants that are used to lubricate, cool, and clean the components of an engine by forming a protective film between moving parts to prevent metal/metal friction.

These lubricants are obtained by mixing a mineral base oil of petroleum origin with a package of various additives the latter improves oxidation resistance, lowers the point of flows, and provides protection against corrosion wear. But it is necessary, in order to judge the effectiveness of a lubricant, to know or to be able to evaluate its lubricating capacity by making a comparative study between lubricating oils based on Physico-chemical analyses and at the same time know the characteristics of engine oils after regeneration.

This study focuses on comparison between existing lubricating oil on the national market (Castrol, Naftal, Elf, Total, and Naftal regenerate) based on physico-chemical analyses to confirm that the products on the market are in the standards on the one hand and on the other hand to select the most effective oil all over regeneration to the product Naftal, and studies the characteristics of the engine oil (Naftal 10W40) after regeneration by acid treatment.

**Keywords:** Lubricants – Motor oils – Regeneration – Used oils – Sulphuric acid.

## ملخص

لضمان بقاء المكونات الميكانيكية ، يجب تزويدها بالتشحيم الكافي وإزالة الحرارة الفعالة باستخدام مواد التشحيم التي تستخدم لتزييت وتبريد وتنظيف مكونات المحرك عن طريق تشكيل طبقة واقية بين الأجزاء المتحركة لمنع الاحتكاك المعدني / المعدني.

يتم الحصول على مواد التشحيم هذه عن طريق خلط زيت أساسي معدني من أصل بترولي مع مجموعة من الإضافات المختلفة هذا الأخير يحسن مقاومة الأكسدة ، ويقلل من نقطة التدفقات ، ويوفر الحماية ضد التآكل ولكن من الضروري ، من أجل الحكم على فعالية مادة التشحيم ، معرفة أو القدرة على تقييم قدرتها على التشحيم من خلال إجراء دراسة مقارنة بين زيوت التشحيم على أساس التحليلات الفيزيائية والكيميائية وفي نفس الوقت معرفة خصائص زيوت المحركات بعد التجديد

تركز هذه الدراسة على المقارنة بين زيوت التشحيم الموجودة في السوق الوطنية (كاسترول, ألف, توتال, نفتال المتجدد) بناء على التحليلات الفيزيائية والكيميائية للتأكد من أن المنتجات الموجودة في السوق مطابقة للمعايير من ناحية ومن ناحية أخرى لاختيار الزيت الأكثر فعالية في جميع أنحاء التجديد لمنتج نفتال ، وتدرس خصائص زيت المحرك (نفتال 10W40) بعد تجديده بالمعالجة الحمضية

**الكلمات المفتاحية:** زيوت التشحيم – زيوت المحركات – التجديد – نفايات الزيوت – حمض الكبريتيك.

# Table des matières

## Résumé

## Liste des abréviations

## Liste des figures

## Liste des tableaux

<b>Introduction générale</b> .....	01
------------------------------------	----

### **Chapitre I : Généralité sur les huiles lubrifiantes**

I.1 Introduction.....	03
I.2 définition des huiles lubrifiantes.....	03
I.3 Fonctions des huiles lubrifiantes.....	03
I.4 Huiles de bases.....	05
I.4.1 Huiles d'origine végétale.....	05
I.4.2 Huiles minérales.....	05
I.4.2.1 Tendance paraffiniques.....	05
I.4.2.2 Tendance naphthénique.....	07
I.4.2.3 Tendance aromatique.....	08
I.4.3 Les huiles de semi synthèse.....	09
I.4.4 Les huiles de synthèse.....	09
I.4.4.1 Les avantages Des huiles synthèses.....	11
I.4.5 Les additifs.....	11
I.5 Caractéristiques générales des huiles lubrifiantes.....	13
I.5.1 Viscosité.....	13
I.5.2 Indice de viscosité .....	13
I.5.3 Point d'écoulement.....	14
I.5.4 Point d'éclair.....	14
I.5.5 Densité.....	14
I.5.6 la couleur.....	14

I.6 Chaîne de production des huiles de base lubrifiantes.....	14
I.6.1 Chaîne de production des huiles de base conventionnelles.....	15
I.6.2 Fabrication des huiles lubrifiantes par voie inconventionnelle.....	21
I.6.2.1 Fabrication des huiles de base par hydrotraitement et l'hydrocraquage.....	23
I.6.2.2 Procédé hybridé des huiles lubrifiantes.....	25
I.6.2.3 Isomérisation des paraffines.....	26
I.6.2.4 Déparaffinage catalytique.....	28
I.6.2.5 Voie All-hydrogène.....	30
I.6.2.6 Technologie de conversion du gaz vers le liquide.....	31
I.6.2.7 Production des huiles lubrifiantes par Poly-alpha-oléfin1es (PAO).....	33

## **Chapitre II : Généralités sur la régénération des huiles lubrifiantes**

II.1 Introduction.....	35
II.2 Dégradation de l'huile de lubrification.....	35
II.2.1 Phénomène d'oxydation.....	35
II.2.2 Cisaillement mécanique.....	36
II.2.3 Phénomène de rouille et de corrosion.....	36
II.2.4 Contamination de l'huile de lubrification.....	36
II.3 Les huiles lubrifiantes usagées.....	37
II.3.1 Les huiles noires.....	37
II.3.2 Les huiles claires.....	38
II.4 Impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé.....	39
II.5 Méthodes de récupération des huiles usages.....	39
II.6 Possibilité de récupération des huiles usages.....	41
II.7 Étapes de récupération des huiles usages.....	41
II.8 Processus de re-raffinage/régénération des huiles minérales usées.....	42
II.8.1 Processus de traitement en acide sulfurique.....	42

## **Chapitre III : Matériels et Méthodes**

III.1 Introduction.....	44
-------------------------	----

III.2 Matériels et Méthodes.....	44
III.2.1 Echantillonnage.....	44
III.2.2 Matériels et appareillages.....	45
III.2.3 Réactifs chimique nécessaires.....	45
III.2.4 Méthodes d'analyse.....	46
III.2.4.1 La densité (ASTM-D 1298).....	46
III.2.4.2 La Viscosité (ASTM-D 445).....	47
III.2.4.3 Humidité (activité de l'eau) .....	48
III.2.4.4 Acidité .....	49
III.2.4.5 Point d'écoulement (ASTM-D97).....	50
III.2.4.6 Point d'éclair (ASTM-D 92).....	53
III.2.4.7 La Couleur (ASTM-D1500).....	54
III.3 Procédés de régénération d'huile usagée.....	55
III.3.1 Régénération par le procédé de traitement à l'acide sulfurique.....	55
III.3.2 Régénération par le procédé de traitement à l'acide adsorbant.....	58
III.3.2.1 Matériaux utilisés pour la régénération.....	58
III.3.2.2 Méthode.....	60

## **Chapitre IV : Résultats et Discussions**

IV.1 Introduction.....	63
IV.2 Echantillonnage.....	63
IV.3 Choix de l'échantillon à régénérer.....	63
IV.4 Régénération par le procédé de traitement à l'acide sulfurique.....	64
IV.5 Procédures d'analyses expérimentales.....	66
IV.5.1 La viscosité cinématique.....	66
IV.5.2 La densité.....	69
IV.5.3 Humidité (activité de l'eau).....	71
IV.5.4 Acidité.....	73
IV.5.5 Point d'écoulement.....	75
IV.5.6 Point d'éclair .....	77

IV.5.7 Couleur.....	79
<b>Conclusion générale</b> .....	82
<b>Références bibliographiques</b> .....	83
<b>Annexes</b> .....	90

## Liste des abréviations

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

**VI** : Viscosity Index

**TAN** : Dosage de l'acidité totale

**CPo** : Centile poise

**Cst** : Centile stock

**BS** : Bright stock

**Min** : Minute

**MVO** : Huile mi-visqueuse

**VO** : Huile visqueuse

**SPO** : Spindle ou huile légère

**DMA** : Densimètre

**HAP** : Hydrocarbures polycycliques aromatiques

**PAO** : Poly-alpha-oléfines

**KOH** : Hydroxyde de potassium

## Liste des figures

Figure I.1: Paraffine normale (hexane $C_6H_{14}$ ).....	06
Figure I.2: Naphtène (CYCLOHEXANE $C_6H_{12}$ ).....	07
Figure I.3: Aromate (BENZENE $C_6H_6$ ).....	08
Figure I.4: Chaîne de fabrication des huiles de base lubrifiantes.....	16
Figure I.5: Schéma de l'unité de distillation sous vide.....	17
Figure I.6: Schéma de l'unité de désasphaltage au propane.....	18
Figure I.7: Schéma de l'unité d'extraction au furfural.....	19
Figure I.8: Schéma simplifié de l'unité de déparaffinage.....	20
Figure I.9: Schéma d'hydrofinishing.....	21
Figure I.10: Certaines des options des procédés de production des huiles. lubrifiantes.....	22
Figure I.11: Procédé de production des huiles par hydrocraquage.....	25
Figure I.12: Procédé de production extra-haute indice de viscosité des huiles par hydrocraquage et isomérisation des paraffines.....	27
Figure I.13: Déparaffinage catalytique en présence d'un catalyseur zéolithique.....	29
Figure I.14: Schéma du déparaffinage catalytique (hydro déparaffinage) comprenant L'hydro finition.....	30
Figure I.15: Voie all-hydrogène de la raffinerie de Chevron (California, USA) ..	31

Figure I.16: Production d'huile de base (UHVI) avec la technologie de conversion du gaz vers le liquide.....	32
Figure I.17: Produit des lubrifiants à partir du gaz naturel GTL : schéma du procédé général.....	33
Figure I.18: Oligomères de 1-décène (poly-alpha-oléfines).....	34
Figure II.1: Etapes du processus de traitement à l'acide sulfurique des huiles usagées.....	43
Figure III.1: Flotteur pour mesure de la densité.....	46
Figure III.2: Schématique viscosimètre à capillaire Cannon-Fenske.....	47
Figure III.3: Viscosimètre à capillaire Cannon-Fenske.....	48
Figure III.4: Le titreur 890 Titrande .....	49
Figure III.5: Titrage a indicateur coloré phénolphtaléine selon la norme ASTM 974 .....	50
Figure III.6: Tube à essais des huiles neuves et usée.....	51
Figure III.7: Un bain d'eau pour chauffer de l'huile.....	51
Figure III.8: Appareille de point d'écoulement.....	52
Figure III.9: Testeur de point d'éclair de type Cleveland Cup.....	53
Figure III.10: Colorimètre comparative.....	54
Figure III.11: Filtration de l'huile usagée.....	55

Figure III.12: Centrifugation de l'huile.....	56
Figure III.13: Montage expérimental de la régénération à l'acide.....	57
Figure III.14: Huile traitée à l'acide en décantation.....	57
Figure III.15: Retrait et quantification de la boue.....	57
Figure III.16: Neutralisation de l'acide par NaOH .....	58
Figure III.17: a- Argile brute, b-Argile concassée, c-Argile broyée, d- Argile tamisée.....	59
Figure III.18: Le tamis utilisé.....	59
Figure III.19: Filtration d'huile usagée.....	60
Figure III.20: Mélange d'huile usage avec d'acide sulfurique (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ).....	61
Figure III.21: Poids du charbon actif végétal.....	62
Figure IV.1: Huile Naftal 10W40 neuve (droite) et usagée (gauche).....	64
Figure IV.2: Centrifugation de l'huile.....	65
Figure IV.3: Montage expérimental de la régénération à l'acide.....	65
Figure IV.4: Neutralisation par NaOH.....	66
Figure IV.5: Le KV5000.....	67
Figure IV.6: Viscosité des différentes huiles.....	68
Figure IV.7: Le DM 4500 M.....	69
Figure IV.8: Densité des différentes huiles.....	70

Figure IV.9: Le 890 Titrande.....	72
Figure IV.10: Humidité % dans les huiles.....	73
Figure IV.11: Indicateur coloré phénolphtaléine selon la norme ASTM 974.....	74
Figure IV.12: Acidité des différentes huiles.....	75
Figure IV.13: Appareil de la mesure de point d'écoulement.....	76
Figure IV.14: Point d'écoulement des différentes huiles .....	77
Figure IV.15: Mesure de point d'éclair de type Cleveland Cup .....	78
Figure IV.16: Point d'éclair des différentes huiles .....	79
Figure IV.17: Appareil de la détermination de la couleur.....	80
Figure IV.18: La couleur des différentes huiles .....	81

## Liste des tableaux

Tableau I.1: Les additifs.....	09
Tableau I.2: L'huile de base polyalphaoléfine typique <sup>26</sup> .....	31
Tableau II.1: Huiles générant des huiles usagées noires.....	38
Tableau II.2: Huiles générant des huiles usagées claires.....	38
Tableau III.1: Comparaison entre les caractéristiques de l'huile Naftal 10W40 neuve et usagée .....	45
Tableau III.2: Les produits chimiques utilisés.....	45
Tableau III.3: Composition chimique de l'argile brute.....	59
Tableau IV.1: Echantillons choisis.....	63
Tableau IV.2: Caractéristiques de l'huile Naftal 10W40 neuve et usagée.....	64
Tableau IV.3: Viscosité des différentes huiles à 40°C et à 100°C.....	68
Tableau IV.4: Densité des différentes huiles.....	70
Tableau IV.5: Pourcentage d'eau dans les huiles.....	72
Tableau IV.6: Pourcentage d'acide dans les huiles.....	74
Tableau IV.7: Point d'écoulement des différentes huiles .....	76
Tableau IV.8: Point d'éclair des différentes huiles .....	78
Tableau IV.9: La couleur des différentes huiles .....	80

# **Introduction Générale**

### Introduction générale

La lubrification des pièces mécaniques des moteurs automobiles est fondamentale, sans la lubrification, les pièces qui se frottent entre elles s'échauffent, entraînant des températures si importantes, risquant de provoquer le grippage des surfaces en contact, ce qui conduirait directement à leur destruction [1].

Les huiles lubrifiantes sont indispensables pour assurer le bon fonctionnement du moteur, elles sont constituées d'huile de base auxquels sont ajoutés des additifs convenablement choisis pour qualifier le lubrifiant à assurer sa fonction [2]. Au plan national, le marché algérien des lubrifiants est de l'ordre de 180.000 tonnes par an, se répartissant comme suit: 75% des huiles moteurs, 19% des huiles industrielles, 3% des graisses et 3% des huiles aviation et marine. La quantité moyenne des huiles usagées récupérées par NAFTAL est de 90 000 tonnes par an, ce qui représente 50% du volume global des lubrifiants [3].

Les huiles lubrifiantes disposent de plusieurs propriétés physico-chimiques qui doivent être préservées, autant que possible, au cours de son utilisation [2]. Dans un moteur, l'huile, dont la fonction essentielle est d'assurer la lubrification, se voit soumise à de nombreuses contraintes de plus en plus sévères et ce, en rapport avec le développement actuel des moteurs aux performances améliorées, ces contraintes agissent de manière néfaste sur la structure de l'huile, une fois ses propriétés altérées, elle ne peut continuer à remplir sa tâche convenablement, et elle finit par perdre sa qualité lubrifiante [4]. Les huiles usagées sont classées dans la catégorie des déchets spéciaux dangereux, elles peuvent engendrer une détérioration importante du milieu naturel, qui peut être traduit par une pollution d'eau, du sol et de l'atmosphère [2].

La recherche a été divisée en quatre chapitres : le premier chapitre contient la généralité sur les huiles lubrifiantes (Fonctions, les caractéristiques, la composition, la chaîne de production des huiles lubrifiantes ...).

Le deuxième chapitre consiste à étudier la régénération des huiles lubrifiantes en général, en particulier ceux liquides (Dégradation, récupération..), et la possibilité de récupération des huiles usagées, et le processus de traitement en acide sulfurique.

Dans le troisième 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, le point d'écoulement, point d'éclair et la couleur), et le traitement de l'huile usagée par l'acide sulfurique avec l'utilisation d'argile active comme décolorant. En fin le quatrième chapitre regroupe la comparaison de certaines propriétés physico-chimiques de quelques huiles existante sur le marché national et les résultats obtenus après étude des propriétés de l'huile traitée.

L'objectif de cette recherche est centrée principalement sur comparative entre les huiles de lubrification existante sur le marché national (Castrol, Naftal, Elf, Total, et Naftal régénérer) en se basant sur des analyses physico-chimiques pour confirmer que les produit sur le marché sont dans les normes d'une part et d'autre part pour sélectionne l'huile la plus efficace tout un sur régénération au produit Naftal, par la même occasion étudie les caractéristiques de l'huile moteur (Naftal 10W40) après régénération par traitement à l'acide.

# *Chapitre I*

## *Généralités Sur Les huiles Lubrifiantes*

## I.1 Introduction

La fonction d'un lubrifiant est de favoriser le mouvement ou le glissement entre deux surfaces. D'une manière générale, les lubrifiants réduisent les frottements et l'usure, évitent le grippage participent au refroidissement, évacuent les impuretés (poussières, débris d'usure) et protègent contre la corrosion. Bien que l'huile ne s'use pas, elle s'oxyde et se contamine pendant son utilisation. [5].

## I.2 définition des huiles lubrifiantes

Un lubrifiant du mot latin « lubucos » à savoir glissant, est une huile onctueuse, généralement d'origine pétrolière, elle est fabriquée à partir d'un mélange d'huiles de base (entre 80 à 90%) et d'additifs (entre 10 à 20%) qui confère aux produits finis des propriétés physico-chimiques selon le domaine d'application.

Les huiles lubrifiants utilisées pour lubrifier le mouvement d'une machine ou d'un outil en rendant glissantes et en refroidissant les surfaces métalliques en contact [5].

## I.3 Fonctions des huiles lubrifiantes

Les fonctions principales d'un lubrifiant sont

- **Refroidir :(l'évacuation des calories)**

La circulation de l'huile évacue les calories, et élimine les risques de fusion et de détérioration. Un moteur, surtout aujourd'hui avec les technologies de pointes ou les difficultés de circulation, peut chauffer anormalement jusqu'à 400°C.

- **Equilibre thermique, refroidissement**

L'huile refroidit les parties essentielles du moteur que le liquide de refroidissement du radiateur ne peut pas atteindre, comme l'arbre à cames, les bielles et les pistons. L'huile assure ainsi jusqu'à 35 % de la fonction de refroidissement.

- **Etancher : (la protection contre l'entrée d'impuretés)**

Contribuer à parfaire l'étanchéité du moteur :(L'huile protège constamment les pièces d'agressions comme les poussières aspirées par le moteur, l'eau et l'acide résultant de la combustion...).

- **Nettoyer :(l'évacuation des impuretés)**

L'huile maintient en suspension et véhicule les imbrûlés issus de la combustion. (C'est à ce niveau qu'elle a de l'importance car il n'a plus d'étanchéité. Le moteur consomme anormalement ...Il arrive même qu'il ait des grippages. C'est le phénomène d'usure par polissage).

- **Lubrifier :(la réduction des frottements et de l'usure)**

Diminuer les frottements et les résistances passives dans les machines, améliorer leur rendement et économiser l'énergie. (La viscosité d'une huile moteur devrait rester constante malgré des écarts de température. L'huile ne doit pas figer au froid, elle ne doit pas se liquéfier à la chaleur).

Elles permettent aussi de :

- Protéger les organes lubrifiés contre les diverses formes de corrosion et d'usure, donc contribuer à leur longévité ;
- Transmettre de l'énergie ou de la chaleur ;
- Assurer l'isolation électrique ;
- Améliorer l'état de surface des pièces usinées ;
- Augmenter la durée de vie[6].

#### **I.4 Huiles de bases**

Les huiles de base peuvent être d'origine naturelle : végétales, minérales extraites du pétrole (les plus utilisées), ou synthétique, et d'un certain nombre d'additifs, ajoutant chacun une propriété particulière [7].

### I.4.1 Huiles d'origine végétale

L'utilisation d'huiles végétales, notamment d'huile de colza, connaît actuellement un regain d'intérêt pour la préparation de certains lubrifiants biodégradables (lubrifiants verts) destinés soit à des applications de graissage à huile perdue (lubrifiants de chaînes de tronçonneuses à bois, lubrifiants de chaînes de véhicules à deux roues, etc.), soit à la lubrification de matériels hydrauliques travaillant en extérieur mais peu sollicités thermiquement, lorsqu'il y a risque de pollution du milieu naturel par les fuites de fluides, ce qui est le cas des matériels hydrauliques agricoles et forestiers et de certains matériels de travaux publics [7].

### I.4.2 Les huiles minérales

Les huiles minérales sont des mélanges d'un très grand nombre d'hydrocarbures de structures et de masses molaires différentes et d'une petite quantité d'impuretés résiduelles oxygénées, azotées et soufrées [7].

Les propriétés et qualités des huiles minérales dépendent essentiellement de la nature chimique des hydrocarbures qui les constituent. Comme pour les huiles, on peut classer ces huiles en trois groupes : les huiles à tendance paraffinique, les huiles à tendance naphthénique, les huiles à tendance aromatiques [8].

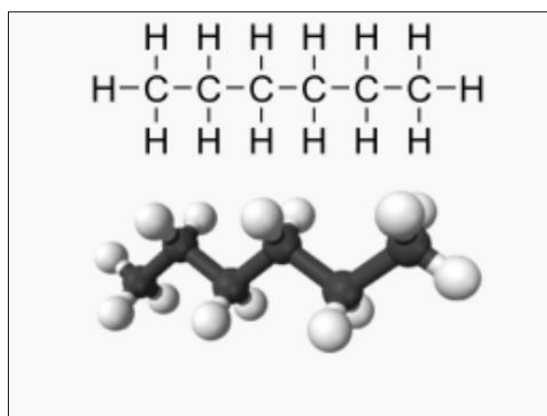
#### I.4.2.1 Tendance paraffiniques

Les paraffiniques ramifiées sont les plus intéressantes. Elles se rencontrent en quantité appréciable dans les fractions lubrifiantes. Les caractères de cette tendance sont :

- Faible densité: pour une même viscosité donnée, se caractérise par le fait que la plus paraffinique est celle qui a la densité la plus faible. Dans la gamme de viscosité des huiles moteurs, cette densité est comprise entre 0.880 et 0.890 ;
- Faible variation de viscosité en fonction de la température: cette caractéristique est liée par l'indice de viscosité. Les huiles qui ont les tendances paraffiniques

ont toujours des indices de viscosité très élevés, supérieures ou égaux à 100 pour la gamme des viscosités des huiles moteurs ;

- Faible volatilité pour une même viscosité, l'intervalle de température de distillation de l'huile est d'autant plus élevé que l'huile est plus paraffinique. cette caractéristique est traduite par un point d'inflammabilité élevée pour une viscosité donnée ;
- Faible pouvoir dissolvant: il est caractérisé par un point d'aniline relativement élevé ;
- Les huiles usagées qui ont une tendance paraffinique sans additifs, séparent plus facilement de ces produits d'altération qu'une huile d'une autre tendance ;
- Les paraffines ont des difficultés en la solubilité de certains additifs.
- Grande stabilité thermique limitée: les huiles de tendance paraffinique ont une grande stabilité thermique lors de la rupture des chaînes longues ;
- Résidu carbonéux dur et compact, il est plus abrasif que celui produit par les naphténique ou les aromatiques ;
- Point de congélation élevée [9].

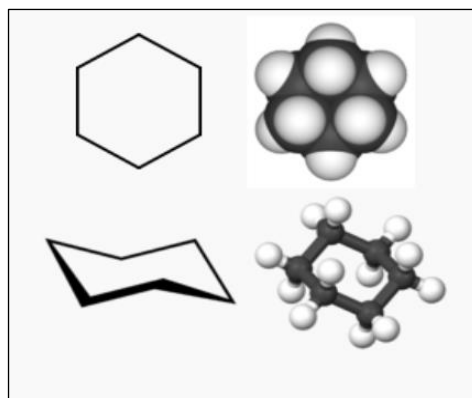


**Figure I.1:** Paraffine normale(hexane C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>) [9]

### I.4.2.2 Tendance naphténiq

Elle est composée d'hydrocarbures saturés, tout comme les paraffines, mais cyclique ou polycycliques, les arrangements moléculaires sont très complexes.

- Densité relativement élevée, pour une même viscosité la densité des huiles moteurs, qui ont une tendance naphténiq est plus souvent supérieur à 0.900 (elle est supérieur à celle des huiles paraffinique) ;
- Variation rapide de la viscosité en fonction de la température. Cette qualité est repérée avec l'indice viscosité qui généralement de l'ordre de 40 à 60 ;
- Majeur volatilité que les paraffines pour une même viscosité, le point d'inflammation est plus faible ;
- Pouvoir dissolvant relativement élevée : les huiles de tendance naphténiq ont des points d'aniline inférieurs, une bonne stabilité des additifs, une bonne solubilité des savons métallique ;
- Faible résistance à l'oxydation ;
- Résidu carboneux supérieur à celui des paraffiniques mais plus mou et spongieux ;
- Bas point de congélation. [9]

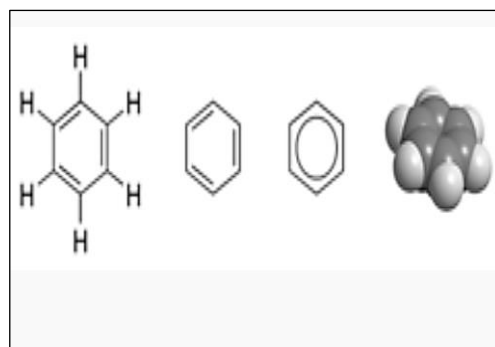


**Figure I.2:** Naphtène (CYCLOHEXANE C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>) [9]

### I.4.2.3 Tendance aromatique

Ce sont des composés non saturés ayant un ou plusieurs cycles aromatiques. Ces fractions présentent des caractères encore plus accusés que les huiles à tendance naphhténique.

- Indice de viscosité très bas ;
- Haute volatilité ;
- Excellent pouvoir dissolvant ;
- Densité élevée ;
- Grande stabilité thermique ;
- Résidu carboneux abondant ;
- Il brûle avec une grande fumée ;
- Oxydation facile (molécule chimiquement très actives) ;
- Tendance à former des résines et produits asphaltiques ;
- Formation des produits corrosifs ;
- Ils n'ont aucun intérêt en être utilisé comme des lubrifiants [9].



**Figure I.3:** Aromate (BENZENE  $C_6H_6$ ) [9].

### I.4.3 Les huiles de semi synthèse

Une huile semi synthétique ne contient généralement qu'un faible pourcentage d'huile de synthèse mélangé avec une huile minérale (généralement 70 à 80% d'huile minérale et 20 à 30% d'huile de synthèse) [6].

### I.4.4 Les huiles de synthèse

Désignées aussi bases synthétiques, elles sont obtenues par synthèse chimique telles que l'addition d'un produit sur lui-même ou polymérisation, ou l'addition d'un produit sur un autre comme l'estérification, l'alkylation, la fluoration, etc., de composants provenant de la pétrochimie, la carbochimie, la lipochimie (ou chimie des corps gras) et de la chimie minérale tels que : oléfines, aromatiques, alcools, acides, composés halogénés, phosphorés, siliciés, etc... [7].

Ces huiles ont des performances élevées, en particulier pour des objectifs et des conditions de service difficiles et elles offrent des performances supérieures : Indice de viscosité plus élevé, meilleure tenue thermique, et meilleure résistance à l'oxydation [6].

Les huiles de synthèse les plus importantes sont :

- **Hydrocarbures synthétiques**

Ils ont Comportement à froid performant, indice de viscosité élevé. Et selon la longueur de la chaîne, bonne propriété thermique [6].

Les types de produits de ces huiles : Les polyalphaoléphines (PAO) et PIO par exemples. Ils sont utilisés (polyalphaoléfines) dans lubrifiant d'engrenages, compresseur... Polybutènes et polyisobutènes (PIB) ils sont utilisés en automobile en général, Hydrocarbures aromatiques alkylés (dialkylbenzènes (DAB), polyphénylesalkylés) et Hydrocarbures cycloaliphatiques ils sont utilisés en général dans l'industrie [7].

- **Esters**

Ils ont une faible volatilité, bonnes propriétés à froid, bonne tenue thermique, bonne propriété solvante et bonne résistance au cisaillement [6].

Les types de produits de ces huiles : Diesters (esters de diacides), Esters de néo polyols, Esters complexes (visqueux) [7].

Par exemples ils sont utilisés: graisse, turbine à gaz, aviation, utilisé comme additif (pouvoir lubrifiant élevé) et utilisés en Automobile en général et l'industrie [6].

- **Esters phosphoriques**

Ces huiles sont utilisées dans l'industrie et l'aviation et l'espace. Des types de produits de ce groupe est l'alkyle et/ou le phosphate d'aryle [7].

- **Les polyglycols**

Ce groupe d'huiles est utilisé lorsque les températures de fonctionnement dépassent 90°C. Ils ont une bonne propriété lubrifiantes, haut indice de viscosité: 150 à 200 m<sup>2</sup>/s, faible volatilité (vaporisation), bonne stabilité thermique, incompatible avec les huiles minérales.

Exemples d'utilisations :

- Polyglycol soluble à l'eau : fluide difficilement inflammable, fluide d'usinage ...
- Polyglycol insoluble : fluide de frein, lubrifiant moteur, lubrifiant engrenage ... [6].

- **Dérivés siliciés**

Ils sont des inerte chimiquement, et ils ont une grande résistance à la chaleur et à l'oxydation, hydrophobe (qui n'absorbe pas de l'eau), indice de viscosité élevée, et une bonne propriété à froid, incompatibilité chimique avec de nombreux additifs.

Exemples d'utilisations : graisse, fluide hydraulique ... [6].

#### I.4.4.1 Les avantages Des huiles synthèses

Les avantages des huiles synthétiques sont multiples :

- Une meilleure protection des moteurs contre l'usure ; allongement de sa durée de vie ;
- Une amélioration des performances du véhicule, notamment en matière de puissance ;
- Une formation de dépôts limitée, grâce à une composition plus « propre » ;
- Un intervalle de vidange allongé ;
- Un fonctionnement optimisé même en cas de températures extrêmes (froides ou chaudes) ;
- Excellent écoulement à basse température ;
- Stabilité de la viscosité même à haute température (l'huile synthétique ne se fluidifie pas aisément) ;
- Allongement des intervalles de vidange ;
- Limitation de la formation de dépôts ;
- Optimisation de la consommation de carburant [10].

#### I.4.5 Les additifs

Un additif désigne une substance qui est introduite dans un mélange pour apporter une propriété spécifique [6].

**Tableau I.1:** Les additifs

Exemples d'additifs	
<b>Anti-oxydant</b>	- Supprimer, ou tout au moins ralentir les phénomènes d'oxydation du lubrifiant. Contribuer à l'espacement des vidanges par une meilleure tenue aux hautes températures.
<b>Anti-corrosion</b>	- Empêcher l'attaque des métaux ferreux, attaque

	due à l'action conjuguée de l'eau, de l'oxygène de l'air et de certains oxydes formés lors de la combustion.
<b>Anti-friction (usure)</b>	- Renforcer l'action anti-usure qu'exerce un lubrifiant vis-à-vis des organes qu'il lubrifie
<b>Anti-congelant</b>	- Permettre au lubrifiant de garder une bonne fluidité à basse température (de -15°C à -45°C).
<b>Anti-mousse</b>	Le moussage de l'huile peut être dû : <ol style="list-style-type: none"> <li>1. A la présence d'autres additifs. Les additifs détergents agissent dans l'huile comme du savon dans l'eau : ils nettoient le moteur mais ont tendance à mousser.</li> <li>2. Au dessin du circuit de graissage qui provoque des turbulences lors de l'écoulement du lubrifiant. Facilitant ainsi le brassage air-huile et la formation des bulles.</li> </ol>
<b>Anti-emulsion</b>	- Evite le mélange de fluide étrangers (de l'eau par exemple) avec l'huile et favorise la décantation (séparation) de l'ensemble.
<b>Détergent (utilisés à raison de 3 à 15)</b>	- Eviter la formation de dépôts ou de vernis sur les parties les plus chaudes du moteur telles que les gorges des pistons.
<b>Dispersants (utilisés à raison de 3 à 15)</b>	- Contrairement aux précédents, ils agissent essentiellement à basse température en retardant la formation de dépôts ou de bues. - Son rôle est de maintenir en suspension toutes les impuretés solides formées au cours de fonctionnement du moteur : imbrulés, gommés, boues, suies diesel, dépôts nettoyés par les détergents.
<b>Désaérant</b>	- Favorise la séparation des gaz de l'huile
<b>Amélioration</b>	- Permettre à l'huile d'être:

<b>d'indice de viscosité (utilisés à raison de 5 à 10)</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Suffisamment fluide à froid (faciliter le démarrage en abaissant le point d'écoulement entre -15 et -45C suivant les huiles).</li> <li>2. Visqueuse à chaud (éviter le contact des pièces en mouvement).</li> </ol>
<b>Additif extremepression</b>	<p>- Permettre à l'huile de:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Réduire les couples de frottement et par conséquence économiser l'énergie.</li> <li>2. Protéger les surfaces des fortes charges.</li> </ol>
<b>De basicité</b>	- Neutraliser les résidus acides de combustion des carburants, principalement diesel.

## I.5 Caractéristiques générales des huiles lubrifiantes

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'indice de basicité, l'indice d'acidité, la teneur en cendres, la teneur en eau et la densité et la couleur.

### I.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 [11]. L'ajout de certains additifs permet d'améliorer la viscosité des lubrifiants sous haute température.

### I.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 IV 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'IV 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 [12].

### **I.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 [12].

### **I.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 [13].

### **I.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 [12].

### **I.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.

## **I.6 Chaîne de production des huiles de base lubrifiantes**

Il existe deux voies pour la fabrication des huiles de base lubrifiantes. La méthode conventionnelle, largement utilisée, comprend la production de distillats sous-vide et de résidu dés asphalté au propane obtenus de bruts sélectionnés et l'extraction au solvant afin de séparer les différentes familles d'hydrocarbures adaptées aux applications de lubrification du moteur. La seconde méthode est beaucoup plus récente et consiste à utiliser un traitement catalytique afin de modifier la structure de quelques hydrocarbures et même, augmenter le rendement en huile lubrifiante. Du point de vue technique, le procédé d'hydrorafinage est identique au procédé d'hydrocraquage. Cependant, il y a quelques notables différences particulièrement en ce qui concerne le catalyseur et les conditions d'opération. Ce procédé peut fabriquer une huile de base avec des caractéristiques structurales différentes et des caractéristiques viscosimétriques très améliorées, bien adaptées pour la production des huiles multigrades, des huiles de turbine et de fluides hydrauliques. Le procédé d'hydrorafinage est un procédé d'hydrocraquage à sévérité moyenne qui donne d'autres produits (principalement des distillats), ayant des caractéristiques qui sont améliorées en fonction de la sévérité du traitement. Ce procédé s'opère sous haute pression et par conséquent, demande un investissement sensiblement plus important.

### **I.6.1 Chaîne de production des huiles de base conventionnelles**

Les traitements d'obtention des huiles de base minérales sont nombreux et variés.

L'un des modes de fabrication consiste en une série des procédés de sélection par type de moléculaire des hydrocarbures constituant les fractions huileuses [14-24].

Caractérisé par la mise en œuvre d'une extraction des hydrocarbures aromatiques au moyen d'un solvant sélectif, il regroupe les étapes suivantes:

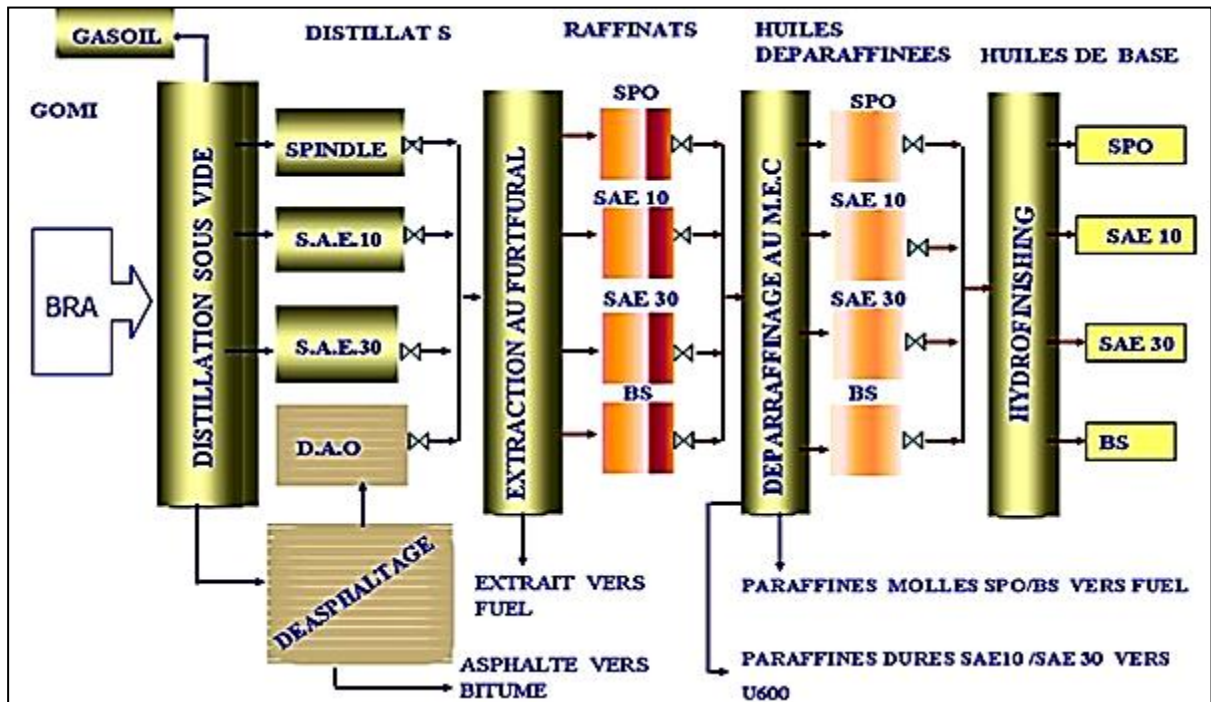


Figure I.4: Chaîne de fabrication des huiles de base lubrifiantes

- **Distillation sous vide du résidu atmosphérique**

La distillation sous vide a pour but d'extraire du résidu atmosphérique issu du fond de la colonne de distillation atmosphérique des coupes de distillats destinées à alimenter des unités de conversion afin de produire des produits à haute valeur.

Le résidu, quant à lui, peut constituer une charge pour la fabrication des bitumes.

Enfin, la distillation sous vide de brut permet, dans des cas particuliers, d'obtenir des bases d'huiles pour la fabrication des lubrifiants.

La distillation sous vide est réservée au fractionnement des produits dont la température d'ébullition serait trop élevée à une pression supérieure à la pression atmosphérique et conduirait au craquage de la charge. Le schéma simplifié d'une unité de distillation sous vide est représenté en figure I.5.

Les distillats obtenus sont :

- Spindle ou huile légère (SPO).
- SAE10 ou huile mi- visqueuse (MVO)
- SAE30 ou huile visqueuse (VO).
- RSV ou résidu sous vide qui est un résidu noir recueilli dans le fond de la colonne qui présente une charge pour la fabrication d'une huile lubrifiante très visqueuse appelée Bright stock (BS).

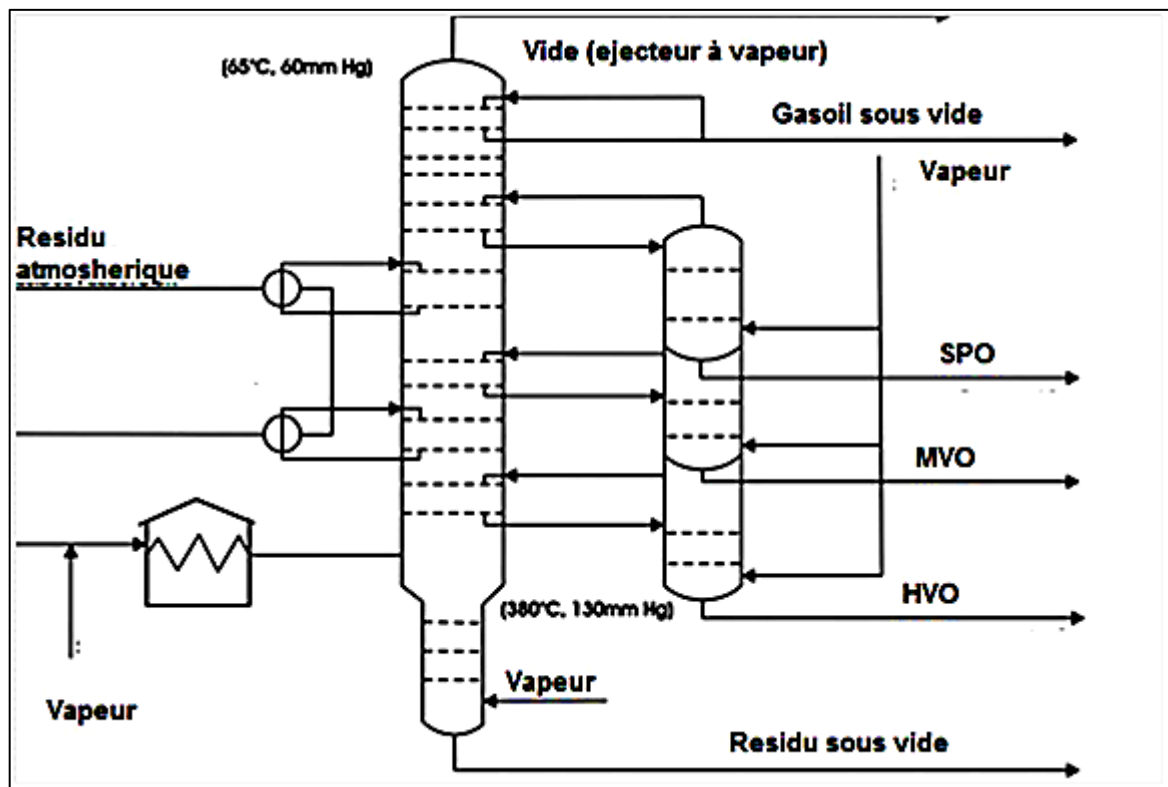


Figure I.5: Schéma de l'unité de distillation sous vide

- **Désasphaltage de résidu sous vide par le propane**

Le but de l'unité de désasphaltage est de séparer les asphaltènes et les résines contenus dans le résidu sous vide, cette opération fournit un brai asphaltique précipité par le propane et une phase huileuse claire, bien désasphaltée et épaisse dissoute dans le même solvant.

Le résidu sous vide provenant de l'unité précédente est introduit dans la colonne d'extraction rencontre un courant ascendant de propane liquide qui dissout les fractions huileuses.

L'asphalte, insoluble et de forte densité, décante dans le fond de l'extracteur est soutiré continuellement. A la partie supérieure de l'extraction sort la solution diluée d'huile dans le propane. L'huile visqueuse brute (DAO) obtenue dans cette unité est ensuite soumise aux étapes ultérieures du raffinage. Le schéma simplifié d'une unité de désasphaltage est représenté en figure I.6.

Un exemple des données caractéristiques sur le désasphaltage du résidu de brut Aramco pour l'huile de lubrification avec un traitement de propane de 600% de volume par rapport à l'alimentation sont indiqués dans le tableau I.6.

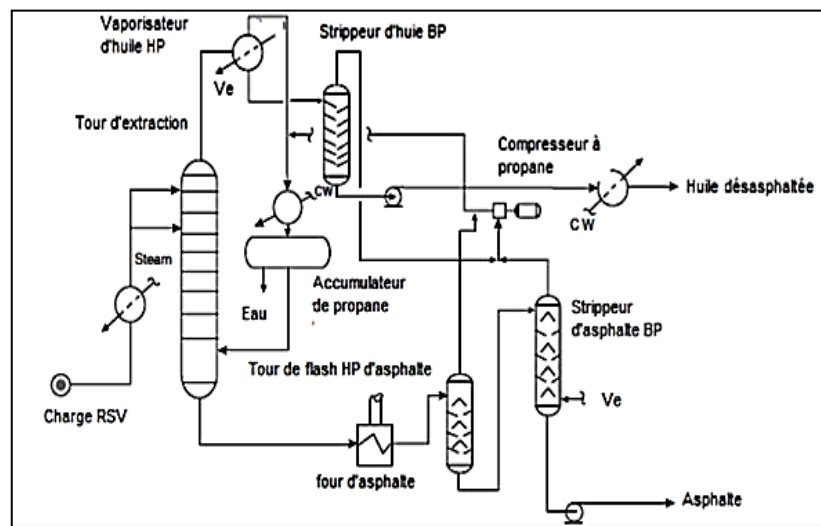


Figure I.6: Schéma de l'unité de désasphaltage au propane

- **Extraction des hydrocarbures aromatiques**

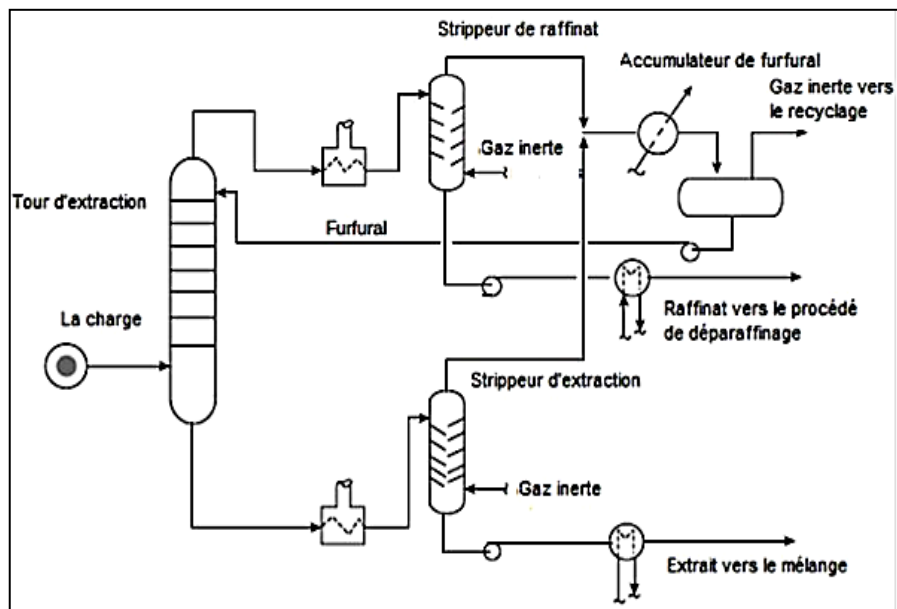
Les bases visqueuses alimentant les unités de fabrication des huiles de base proviennent soit de la distillation sous vide, soit du désasphaltage au propane.

Ces bases sont appelées «distillât» lorsqu'elles proviennent de la distillation sous vide et «huile désasphaltée», lorsqu'elles proviennent de l'unité de désasphaltage au propane.

Le but de ce procédé est d'améliorer l'indice de viscosité en se débarrassant des composés instables à l'oxygène et l'élimination des produits aromatiques indésirables qui altèrent certaines propriétés. Cette élimination est réalisée par l'emploi de divers solvants sélectifs doués de pouvoir solvant différent à l'égard des différentes familles hydrocarbures.

On distingue deux phases dont la première est un extrait riche en aromatiques et la deuxième est le raffinat riche en paraffinique (huile épurée). Le furfural est un aldéhyde hétérocyclique qui est le plus utilisé pour effectuer la séparation de ces groupes de constituants.

Le schéma simplifié d'une unité d'extraction au furfural est représenté en figure I.7.



**Figure I.7:** Schéma de l'unité d'extraction au furfural

- **Déparaffinage des huiles de base**

À la sortie de l'unité d'extraction au solvant, la future huile de base, qui est appelée à ce stade de la fabrication «raffinat», a été débarrassée de la majorité de ses molécules aromatiques. Son indice de viscosité ou (VI) a été ajusté à la valeur requise.

Les molécules paraffiniques à chaîne droite ou peu ramifiée ont tendance à cristalliser dès la température ambiante. Or, à basse température, l'huile doit rester fluide dans le carter des moteurs à des températures aussi basses que  $-20^{\circ}\text{C}$ . Elle ne doit donc pas, en se refroidissant, se prendre en masse par cristallisation, empêchant ainsi son écoulement.

Il est donc indispensable d'éliminer les molécules paraffiniques à point de cristallisation élevé de la majorité des huiles de base.

L'objectif de l'unité de déparaffinage est d'abaisser le point de trouble (flood point) et les point d'écoulement (pour point) des huiles de base à la sortie de l'unité d'extraction, en éliminant les molécules paraffiniques à point de cristallisation élevé.

Pour ce faire, la méthode utilisée consiste à cristalliser par refroidissement les paraffines (phase solide), puis à les séparer de l'huile (phase liquide) par filtration.

Le procédé utilise la différence de solubilité de l'huile et de paraffine dans un solvant composé de toluène et de méthyle éthyle cétone (MEK, toluène) tel que le MEK cristallise la paraffine et le toluène dissous l'huile.

La charge mélangée au solvant est refroidie à une température laissant les paraffines en forme de cristaux insolubles, celles-ci sont séparées en continu par des filtres rotatifs.

Le schéma simplifié d'une unité de déparaffinage est représenté en figure I.8.

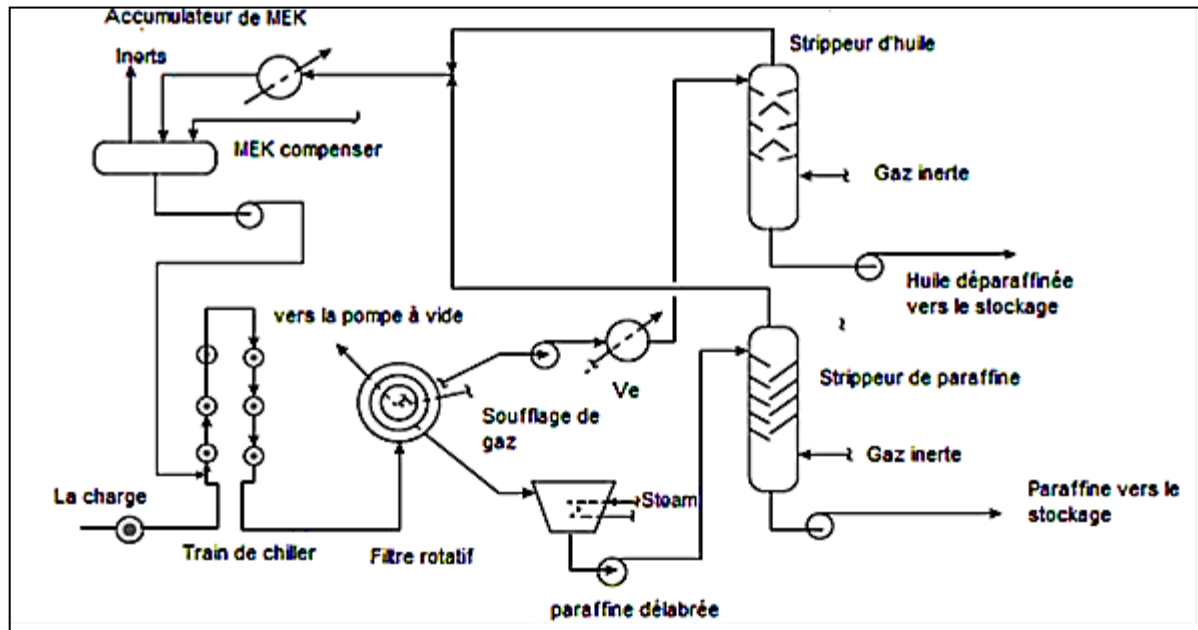


Figure I.8: Schéma simplifié de l'unité de déparaffinage

- **Traitement de finition**

Le traitement consiste à faire passer l'huile et l'hydrogène injectés à travers un lit catalytique sous des conditions modérées de température et de pression, la réaction de décoloration et d'amélioration de la résistance à l'oxydation prend place dans le but de :

- Stabiliser la couleur due à l'élimination des insaturés, du soufre et de l'azote ;
- Assurer la résistance à l'oxydation aux températures élevées aussi il permet d'atténuer l'odeur ;
- Éliminer les traces d'humidité (H<sub>2</sub>O) et minimiser la teneur en impureté.

Le schéma simplifié d'une unité d'hydrofinishing est représenté en figure I.9.

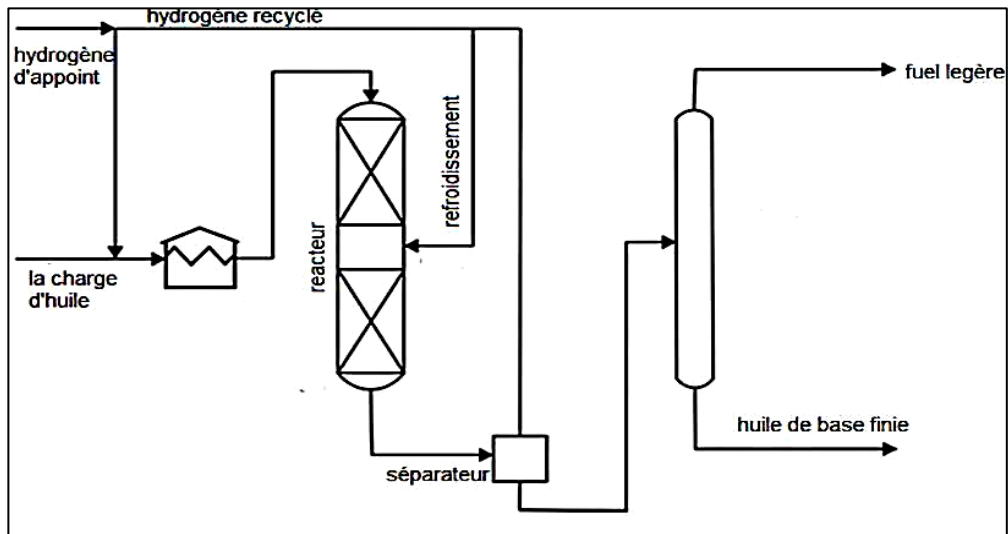


Figure I.9: Schéma d'hydrofinishing

### I.6.2 Fabrication des huiles lubrifiantes par voie inconventionnelle

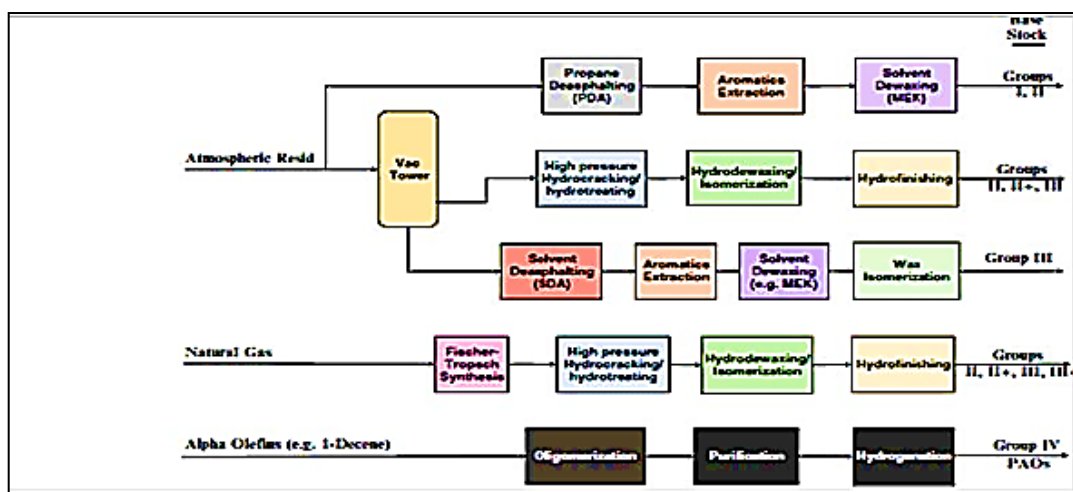
Avec la demande en huiles lubrifiantes de haute pureté et un indice de viscosité VI supérieure, la voie d'hydrotraitement à été mis au point dans les années 1960. Il y a plusieurs lieux qui emploient cette voie pour produire des huiles de base du groupe II, II + et III. Ces mêmes procédés sont également employés dans la conversion de la charge brute GTL en huiles de base [14, 20, 22].

Les principaux objectifs de la partie d'hydrotraitement / hydrocraquage de la voie hydro sont:

- Éliminer le soufre, l'azote, des oléfines, des métaux et d'autres contaminants dans la charge via hydrotraitement. Ceci améliore la stabilité de l'huile de base résultante ;
- Saturer les aromatiques complètement que possible ;
- Augmenter le rendement du produit par l'hydrocraquage modéré de l'alimentation en gazole lourd sous vide. Il a été noté que les procédés impliqués dans la voie hydro sont propriétaires. Les principes aux fournisseurs de ces technologies (tout ou partie) comprennent ;

- Exxon Mobil ;
- Chevron Lum mus Global (CLG) ;
- Shell Oil Company;
- UOP, A Honeywell Company.

La figure I.10 fournit des diagrammes de bloc de flux pour les voies générales de raffinage vers des charges d'huiles lubrifiantes qui répondent aux exigences primaires des groupes des huiles de base.



**Figure I.10:** Certaines des options des procédés de production des huiles lubrifiantes

### I.6.2.1 Fabrication des huiles de base par hydrotraitement et l'hydrocraquage

Le raffinage traditionnel au solvant est la séparation des composés indésirables de distillats sous vide. Dans la fabrication des huiles de base lubrifiantes, les procédés d'hydrogénation et l'hydrocraquage influent de manière significative sur les structures chimiques des molécules d'huile minérale. D'un côté, des molécules instables chimiquement sont stabilisées par l'élimination des composés hétéroatomes (soufre, l'oxygène, de l'azote) et d'autre part, l'hydrogénation sévère peut convertir les composés aromatiques en structures saturées paraffiniques ou naphthéniques. En plus de procédé d'hydrogénation, d'hydrocraquage réduit de plus grosses molécules en plus

petites. Les structures moléculaires élevées peuvent être reformée à partir de petits fragments.

Les principaux critères du procédé, sont la température, la pression, le catalyseur, la vitesse spatiale.

Il est clair que les huiles de base lubrifiantes peuvent être beaucoup plus facilement adaptées en utilisant ces procédés, ce qui est aussi possible avec une simple extraction au solvant. L'avenir de la production d'huile de base lubrifiante réside donc avec l'hydrogénation et l'hydrocraquage. La première étape est consacrée à l'hydrotraitement afin d'éliminer les impuretés (hétéro éléments, métaux...) et notamment l'azote. L'hydrodésazotation est une opération indispensable en amont de l'étape d'hydrocraquage, car elle permet de préserver les catalyseurs acides des effets d'empoisonnement. En effet, ces catalyseurs sont très sensibles à la présence des composés basiques azotés qui s'adsorbent et abaissent très fortement leur activité.

L'intérêt d'intégrer ce procédé dans le raffinage des huiles lubrifiantes, est de minimiser la dépendance sur la qualité du pétrole brut. Bien que les limites économiques de traitement au solvant soient déterminées par le rendement (extrait et les quantités de paraffines), la modification des paramètres du procédé d'hydrocraquage peut compenser les variations des qualités de pétrole brut.

Les principaux éléments du procédé d'hydrocraquage de lubrifiant sont le craquage des composés de bas VI et la saturation des aromatiques. L'hydrocraquage est une future méthode importante pour la production d'huile de base minérale qui peut être effectuée dans deux types de raffinerie. Le premier est une raffinerie d'huile de lubrification qui exploite un hydrocraqueur avec l'objectif principal de la production d'huiles lubrifiantes et le second est une raffinerie qui exploite un hydrocraqueur de carburant pour convertir le gazole sous vide en haute qualité carburants. Les résidus d'hydrocraquage de fuel sont d'excellentes charges d'alimentation pour la fabrication des huiles de base lubrifiantes. La sévérité a un effet plus important sur la qualité de produit d'huile de base. La haute sévérité (par exemple les produits légers 80%) génère un haut VI et de l'huile à faible évaporation. Les huiles de base hydro craquées

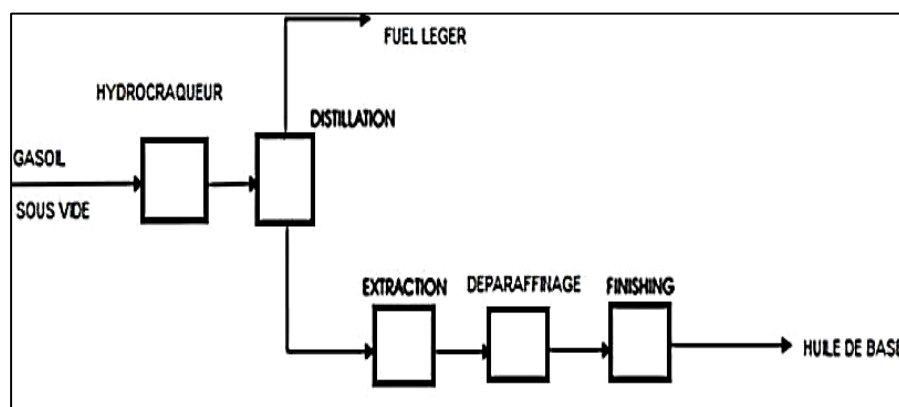
différent des huiles traitées au solvant par leur très faible contenu en aromatiques et leur pureté chimique, à savoir des traces d'hétéroatomes tels que le soufre, l'azote ou l'oxygène [25].

Depuis 1995, plus de la moitié de toutes les nouvelles unités de fabrication des huiles de base ont été construites ou sont prévues pour l'utilisation la technologie d'hydrocraquage. Dans l'unité d'hydrocraquage qui fonctionne à environ 50% de distillat sous vide, la sévérité génère autant de produits légers de haute qualité que les huiles de base lubrifiantes. Pour augmenter VI de 100 à 125, la sévérité de l'hydrocraquage doit être augmentée aussi bien jusqu'à la perte de la moitié du rendement en huile de base [26].

Pendant le procédé d'hydrocraquage, surtout si les gazoles sous vide sont sévèrement traités pour produire des huiles de très haute indice viscosité (VHVI), les hydrocarbures aromatiques polycycliques peuvent être formés de même avec des structures saturées (les aromatiques en naphthènes ou des paraffines et iso paraffines) sous certaines conditions de traitement. Ceux-ci doivent être éliminés par hydrogénation ultérieure à haute pression ou par extraction si des procédés hybridés sont utilisés [27].

Cette hydrogénation ultérieure peut également être opérée de sorte qu'il produit également dans l'augmentation significative en VI[28].

La figure I.11 montre le procédé de production des huiles par hydrocraquage.



**Figure I.11:** Procédé de production des huiles par hydrocraquage

Afin de convertir les huiles lourdes vers des distillats moyens, l'hydrocraquage peut être effectué dans un réacteur à lit garni (plusieurs lits de catalyseur) sous régime d'écoulement goutte à goutte à température et pression élevée et dans une atmosphère riche en hydrogène [29], Puisque les réactions d'hydrocraquage impliquent à la fois la fissuration et l'hydrogénation, elle nécessite des catalyseurs à double fonction [30] consistant en une hydrogénation des composés dispersés sur un support acide poreux pour fournir une activité de craquage.

Un catalyseur typique est constitué de silice-alumine (ou de la zéolite SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> basse ou haute) avec des éléments métalliques de base tels que Ni, Pt, Pd, W et Mo. La partie de silice-alumine favorise une activité de craquage tandis que les métaux assurent l'hydrogénation [31-35].

#### **I.6.2.2 Procédé hybridé des huiles lubrifiantes**

La combinaison de traitement au solvant traditionnel avec le procédé d'hydrotraitement et l'hydrocraquage sévère est connue comme la transformation hybridée.

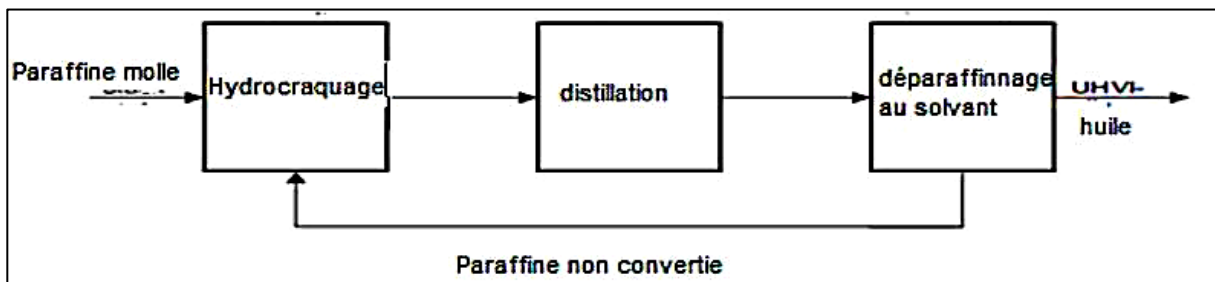
D'une part, ces procédés devraient représenter une extension des opérations de raffineries existantes, et de l'autre, exploiter les propriétés favorables du procédé d'hydrogène. Pour créer une VI plus élevée (> 105) et de réduire la teneur en soufre, l'hydrotraitement peut succéder l'extraction par solvant (par exemple dans la fabrication d'huiles de turbines). La combinaison d'une extraction au furfural avec l'hydrocraquage peut produire des huiles hydro craquées de faible conversion dans de petits réacteurs. La faible consommation d'hydrogène ajoute à l'économie de ces procédés, étant donné que l'usine d'extraction existe et l'unité d'hydrocraquage peut être intégrée dans l'infrastructure d'une raffinerie d'huile de lubrification. Comme montré à la figure I.11 ci-dessus.

### I.6.2.3 Isomérisation des paraffines

Les huiles de très haute indice de viscosité VHVI ont été fabriquées à partir d'une cire depuis le début des années soixante-dix. La charge était les coupes de paraffines provenant du procédé d'extraction par solvant.

L'isomérisation dans le procédé d'hydrocraquage a conduit à la conversion des chaînes longues de n-paraffines ou des composés paraffiniques moins ramifiés en produits isomériques avec des bonnes caractéristiques à basse température et haute indice de viscosité, en présence des catalyseurs convenables. Sachant que l'alimentation d'entrée est déjà aromatique et naphénique, les catalyseurs peuvent être entièrement optimisés pour la conversion de la matière paraffinique.

Aux pertes de rendement relativement élevés, le procédé produit des huiles de haute qualité mais sont relativement coûteuses (Shell XHVI, Exxon mobil MWI-2 catalyseur). La figure I.12 illustre la fabrication des huiles XHVI (extra haute indice de viscosité) par isomérisation et hydrocraquage des paraffines, le déparaffinage au solvant y compris.



**Figure I.12:** Procédé de production extra-haute indice de viscosité des huiles par hydrocraquage et isomérisation des paraffines

Les paraffines normales sont des composés indésirables dans une huile de base lubrifiante en raison de leurs points d'écoulement élevés, tandis que les paraffines ramifiées et monocycliques avec des chaînes latérales alkylées sont acceptables, car ils ont de bas points d'écoulement ainsi que les viscosités et les indices de viscosité sont

élevés [36, 37]. Sur cette base, Chevron a développé un procédé d'hydro isomérisation pour le déparaffinage en 1992.

Par rapport au déparaffinage au solvant et au déparaffinage catalytique, le déparaffinage par l'hydro isomérisation a amélioré le rendement en huile avec un VI équivalent [38].

En Chine, Sinopec et Petro china ont utilisé la technologie de Chevron pour la production des huiles de base de qualité supérieure au cours de la dernière décennie. Fushun de Sinopec de l'institut de Recherche de Pétrole et de la Pétrochimie (FRIPP) a également développé une série de catalyseurs FIDW (Fushun iso déparaffinage) pour son propre procédé d'hydro isomérisation qui a été utilisé dans plusieurs raffineries.

Dans ce procédé, le fond d'hydrocraquage, le gazole sous vide hydro traité et le résidu sous vide désasphalté (DAO) peuvent être utilisés comme matières premières pour la production ultérieure des huiles de base lubrifiantes à haute VI ( $VI > 95$ ).

Concernant l'hydro isomérisation des paraffines normales à longue chaîne, Girgis et Tsao ont déterminé la voie de la réaction et la cinétique d'hydro isomérisation /hydrocraquage de n-hexadécane en présence d'un catalyseur contenant une double fonction à base du platine comme des catalyseurs zéolite, un catalyseur silice-alumine, et un catalyseur MCM-41. Ils ont utilisé un schéma classique de réaction bi fonctionnel pour expliquer les changements dans les voies de la réaction sur la base des différences en concentrations relatives de platine métallique et des sites acides [39].

Certains chercheurs ont appliqué les mécanismes de la bouche des pores et Key-Lock pour expliquer la formation de la ramification de la longue n-alkanes en mono méthyle et de diméthyle sur un catalyseur bi fonctionnel Pt / H-ZSM-22 [40-42].

Cependant, pour les matières premières industrielles de l'hydro isomérisation sont toujours plus complexes que les modèles de composés tels que les n-paraffines pures à longue chaîne. ZSM-48 zéolite est un catalyseur efficace pour le déparaffinage par hydro isomérisation [43-44].

#### I.6.2.4 Déparaffinage catalytique

L'étape la plus complexe du traitement de l'huile de base traditionnel est le déparaffinage au solvant. De plus des dépenses capitales élevées ainsi que le cout d'opération. Ces dernières années, plusieurs méthodes ont été développées afin d'enlever les paraffines de longue chaîne ou de courte chaîne non ramifiées, paraffines moins ramifiées et quelque d'autre composés de pétrole par des réactions catalytique et de l'hydrogénation pour convertir ces composés afin d'améliorer les caractéristiques de l'huile de base à basse température [45].

Les premières technologies ont été basées sur le craquage catalytique de ces substances. En 1979, Mobil a introduit le Mobil Lube De waxing Procédé (MLDW).

Dans le développement de nouveaux catalyseurs de déparaffinage, il est important de parvenir un équilibre exact entre l'activité d'hydrogénation et l'activité acide.

L'accroissement des propriétés d'hydrogénation conduit généralement à une réduction de l'isomérisation et donc une détérioration en point d'écoulement.

L'augmentation de l'activité acide fait augmenter le craquage et donc des pertes en rendement.

Le soufre et l'azote dans la charge jouent un rôle important. L'azote est préjudiciable à l'activité de l'acide et le soufre est un poison pour les catalyseurs pour des composés en métal d'hydrogénation [46].

Les tamis moléculaires -zéolithes sont des meilleurs catalyseurs de ce nouveau procédé de déparaffinage [47, 48].

Dans la raffinerie des huiles hautement paraffiniques, il est nécessaire de produire des paraffines solides pour leur différentes applications. Le déparaffinage au solvant est parmi des procédés. Nigmatullin et al ont développé un nouveau schéma du procédé basé sur le déparaffinage partiel au solvant du raffinat, le produit obtenu a été servie comme charge pour le déparaffinage catalytique [49].

La figure I.13 illustre cette procédure catalytique.

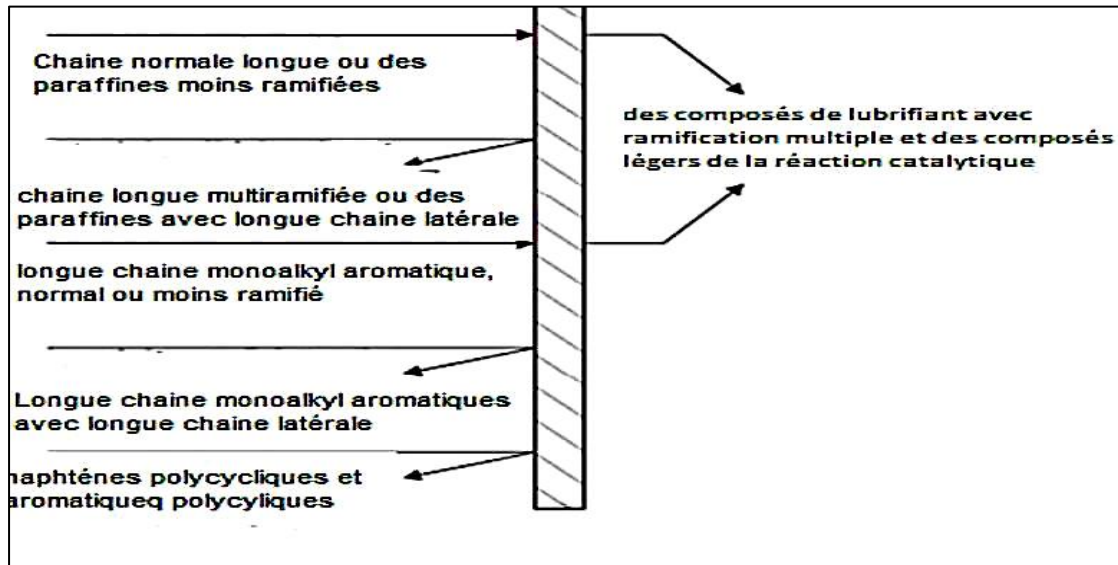


Figure I.13: Déparaffinage catalytique en présence d'un catalyseur zéolithique

Bien que les hydrocarbures paraffiniques avec des ramifications élevées ou les naphténiques et les aromatiques polycycliques ne sont pas affectés par les zéolites, la longue chaîne des molécules non ramifiés ou moins sont sollicitées par des catalyseurs [50,51].

Figure I.14 montre le schéma pour le déparaffinage catalytique (hydro déparaffinage) y compris un réacteur d'hydro finition.

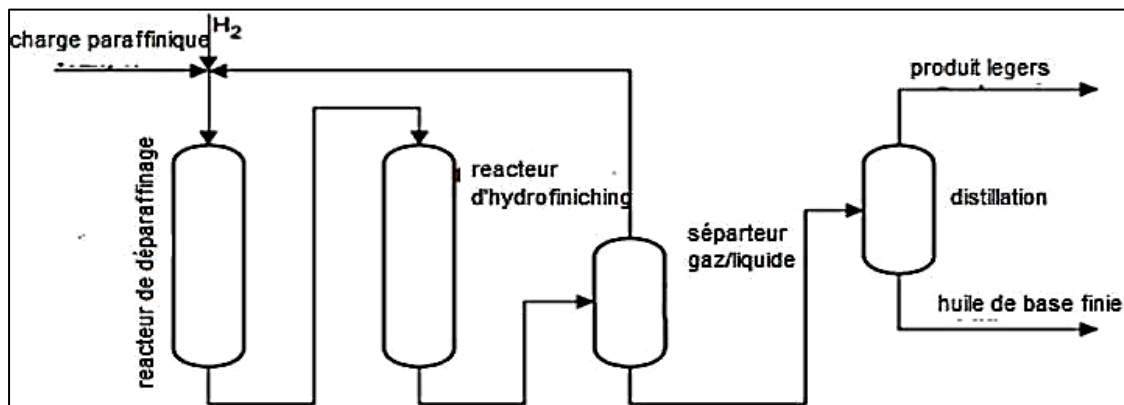


Figure I.14: Déparaffinage catalytique (hydro déparaffinage) comprenant L'hydro finition

### I.6.2.5 Voie All-hydrogène

La production des huiles de base par hydrocraquage catalytique et le déparaffinage exempt de solvant est appelé la voie all-hydrogène. La figure I.15 montre un schéma pour une telle raffinerie utilisée pour la fabrication des huiles VHVI. Selon la sévérité de l'hydrocraqueur, les huiles HVI groupe II ou du groupe III peuvent être produites. La première implantation de la raffinerie pour les huiles HC-I est de Chevron à Richmond, en Californie et la raffinerie de Conoco-Pennzoil à Lake Charles (Excel Paralube) [52]. Certains HC-I raffineries ont été préparés pour produire des huiles HC-2 par voie all-hydrogène par l'augmentation de la sévérité de l'hydrocraquage. La figure I.16 [53] montre le schéma du procédé d'hydrocraquage d'une raffinerie implantée par Petro-Canadas.

Le premier hydrocraqueur de combustibles pour la production des huiles de base en utilisant la voie all- l'hydrogène a été réalisé par le SK Corporation (Ulsan, Corée) en 1995. Par le recyclage du fond de l'hydrocraqueur et l'intégration spéciale de l'hydrocraqueur de carburant dans le procédé de l'huile de lubrification, SK a également développé une méthode spécifique (processus UCO, figure I.15) [54].

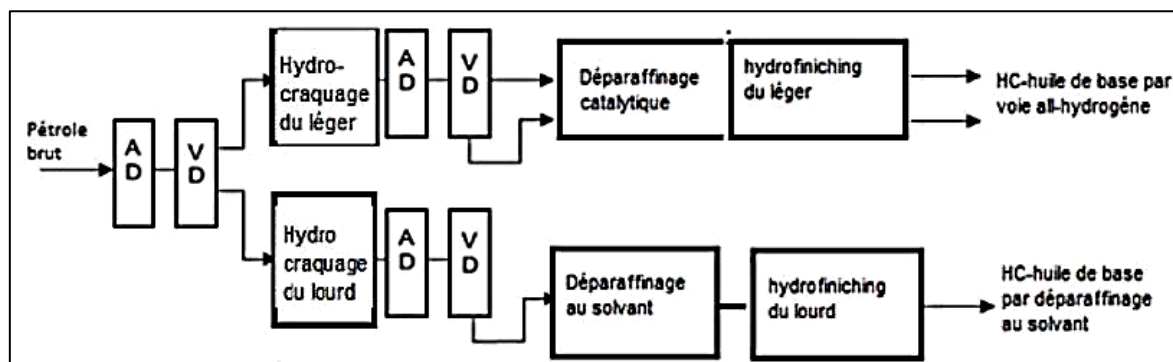


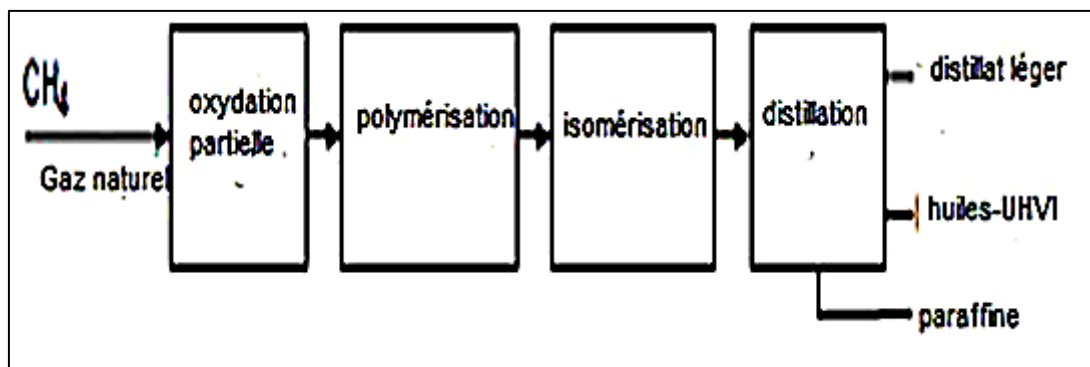
Figure I.15: Voie all-hydrogène de la raffinerie de Chevron (California, USA)

### I.6.2.6 Technologie de conversion du gaz vers le liquide

En conséquence des efforts pour accroître la valeur du gaz naturel dans des endroits favorables sur le plan logistique, la liquéfaction chimique du gaz naturel

(également la voie de la réaction chimique) a été développée sur la base du procédé Fischer-Tropsch. Ce procédé produit un liquide de haute qualité et la cire de paraffine. Les huiles UHVI de haute qualité peuvent alors être obtenues à partir de gaz naturel par oxydation partielle, la polymérisation, et l'isomérisation, comme le montre le schéma de la figure I.18 [55].

La technologie de Fischer-Tropsch a attiré une attention considérable dans les dernières années. L'objectif de cette attention est la meilleure utilisation du gaz naturel. Le gaz de synthèse (CO et H<sub>2</sub>) est obtenu à partir de la réaction du méthane, de l'oxygène et de la vapeur d'eau et ce, son tour, est transformée en hydrocarbures liquides et solides dans le réacteur de Fischer-Tropsch. Les cires hydrocarbonées solides (> 99%) sont des paraffines de l'hydrocraquage et l'hydro isomérisation et qui sont iso-déparaffinées en huiles de base de haute pureté. Shell a utilisé ces cires de son usine Bintulu en Malaisie pour produire des huiles XHVI.

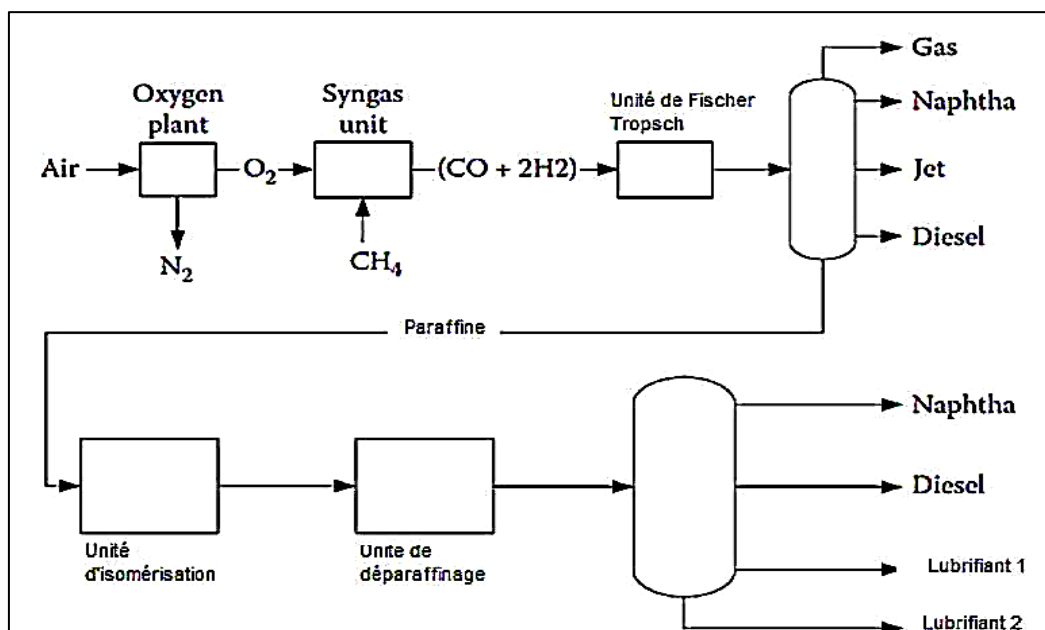


**Figure I.16:** Production d'huile de base (UHVI) avec la technologie de conversion du gaz vers le liquide

Les huiles de base GTL auront des caractéristiques de haute gamme, y compris l'indice de viscosité très élevée, essentiellement pas de soufre et d'azote, de très faibles pertes par évaporation, et presque pas de contenu aromatique. Ils seront très probablement être classés dans le groupe III + des huiles de base, en raison de leurs caractéristiques qui peuvent varier entre de l'huile de base de VHVI (Groupe III) et polyalphaoléfines (groupe IV).

Outre le gaz naturel, tout le carbone contenant des matériaux peut, en principe, être utilisé pour la production des produits liquides et de cire de paraffine par la technologie de Fischer-Tropsch.

En raison de la disponibilité limitée de pétrole brut, la gazéification et la liquéfaction du charbon, la biomasse, et même des sables bitumineux [56] sont d'un intérêt croissant. La figure I.17 montre un schéma de procédé général de production des lubrifiants à partir du gaz naturel GTL.



**Figure I.17:** Produit des lubrifiants à partir du gaz naturel GTL : schéma du procédé général

### I.6.2.7 Production des huiles lubrifiantes par Poly-alpha-oléfines (PAO) 25

Poly-alpha-oléfines (poly- $\alpha$ -oléfines ou PAO), appliquées aux huiles de base lubrifiantes sont produites par oligomérisation catalytique des oléfines primaires ou alpha, comme 1-décène. Les réactions sont effectuées dans un réacteur continu à cuve agitée. Les dimères, trimères, tétramères, etc. résultant, doivent avoir des indices de viscosité au voisinage de 140 ou plus et une bonne gamme de viscosité pour les huiles de base lubrifiantes. A titre d'exemple, les oligomères issues des réactions de 1-décène sont représentées dans la figure. I.18. On note que les oligomères contiennent des

doubles liaison restantes qui nécessitent une étape d'hydrogénation finale pour les stabiliser [57,58]

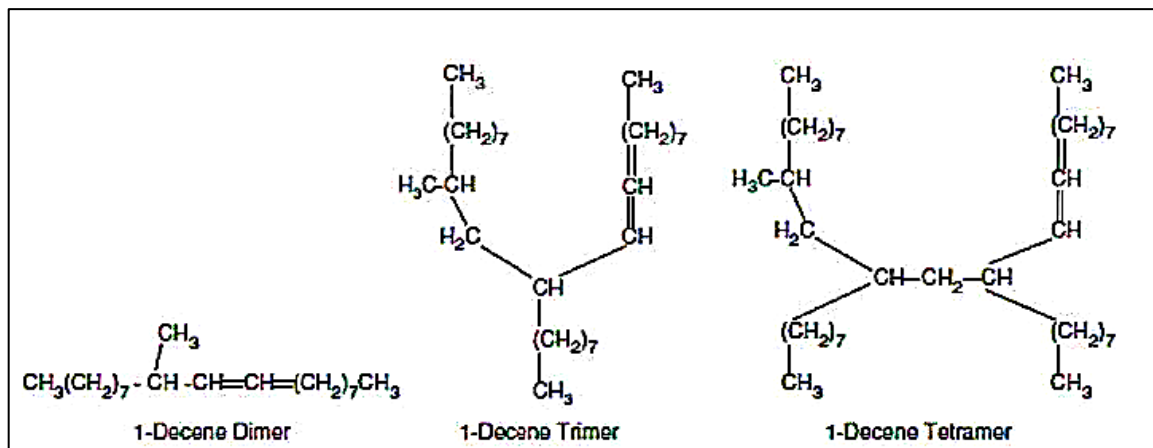


Figure I.18: Oligomères de 1-décène (poly-alpha-oléfines)

Les propriétés PAO des huiles de base lubrifiantes typiques sont reportées dans le tableau I.1, d'après la source Silvy et al (2010) [59].

Tableau I.2: L'huile de base polyalphaoléfine typique<sup>26</sup>

Propriétés	Typique groupe IV PAO
Indice de viscosité	120-140
Viscosité cSt à 100 °C	4.0
Volatilité	12.7
Point d'écoulement	-64
Soufre wppm	<1

## ***Chapitre II***

*Étude sur la régénération des huiles lubrifiantes*

## II.1 Introduction :

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 [60].

Par conséquent, le traitement des huiles usagées a un grand intérêt dans l'élimination de la pollution et la préservation des réserves de pétrole brut.

Les huiles usagées sont récupérables et valorisables, peuvent être re-raffinées en huiles de base ou réutilisées comme combustible (source d'énergie). C'est pourquoi nous devons obtenir d'une huile de haute qualité à partir d'une huile de lubrification usagée par la méthode de régénération à l'acide sulfurique que nous mènerons dans nos recherches, réduisant ainsi la pollution de l'environnement et aussi réduire l'importation de l'huile de lubrification [61].

## II.2 Dégradation de l'huile de lubrification

### II.2.1 Phénomène d'oxydation

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 [62].

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 [63].

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.

### **II.2.2 Cisaillement mécanique**

Le cisaillement du lubrifiant est la contrainte que subit le film d'huile lorsque ses deux faces sont animées de vitesses différentes, il s'exprime par la variation de vitesse dans le film d'huile. L'aptitude d'un lubrifiant à résister au cisaillement lui permet de garantir des caractéristiques stables pendant sa durée de vie [64].

### **II.2.3 Phénomène de rouille et de corrosion**

La rouille et la corrosion sont deux phénomènes qui conduisent à une élévation de l'usure, ce phénomène provoque la corrosion des métaux non ferreux, par l'attaque de l'acide organique provenant de l'oxydation des huiles ou du carburant. D'où la rouille des métaux ferreux est par l'humidité qui est le résultat de l'action conjuguée de l'eau et l'oxygène de l'air. La formation de la rouille, ainsi que la destruction de certaines particules métalliques dues à la contamination des huiles lubrifiantes, et elle provoque leur dégradation [65].

### **II.2.4 Contamination de l'huile de lubrification**

La contamination de l'huile est remarquable avec l'œil à partir du changement de couleur qui est la conséquence de la dégradation de l'huile, qui devient noirâtre au cours de son service. Les contaminants sont des produits liquides et solides non désirés qui peuvent conduire à la dégradation et détérioration des éléments du mécanisme de lubrification, soit pour le moteur ou pour l'huile lubrifiante. La contamination se manifeste essentiellement sous deux formes [65] :

- **Contamination liquide**

La plus souvent constaté est l'eau, d'où elle est la plus destructrice pouvons-nous trouver dans l'huile, elle est attaquée par une augmentation de température. L'eau peut provoquer l'oxydation, et diminuer la viscosité, et la corrosion des surfaces

métalliques. et comme elle peut même prévenir une condensation à l'intérieur du moteur à basse température. La dilution sévère qui baisse la concentration des additifs et leurs efficacités, et de leurs tours provoquent la diminution de la viscosité en fonction de la distance parcourus.

- **Contamination solide**

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

### **II.3 Les huiles lubrifiantes usagées**

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

#### **II.3.1 Les huiles 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 [66].

**Tableau II.1:** Huiles générant des huiles usagées noires [67].

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 transmission 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.

### II.3.2 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 [66].

**Tableau II.2:** Huiles générant des huiles usagées claires [67].

Origine	Spécificité
Industrielle	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	Huile pour amortisseurs.

## II.4 Impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé

Les huiles moteur usagées sont dangereuses pour l'environnement pour plusieurs raisons [68]:

- 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 [69].
- 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 :

- 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 re-raffinage.
- Remettre les huiles usagées aux ramasseurs, en vue de les mettre directement à la disposition des éliminateurs ayant un agrément délivré par l'autorité administrative.

## II.5 Méthodes de récupération des huiles usagée

L'opération de récupération des lubrifiants usagés passe par plusieurs étapes, à savoir la collecte et le traitement en utilisant deux méthodes: la régénération et la valorisation [70].

- **La méthode de valorisation**

La valorisation énergétique des huiles usagées se définit comme une activité de réutilisation et de recyclage. Elle consiste à utiliser la matière résiduelle (l'huile usée dans ce cas-ci) comme carburant, en remplacement de matières premières [71].

La méthode de valorisation prévoit de brûler ces déchets pour les utiliser comme des combustibles dans les cimenteries ou dans les centres d'incinération de déchets industriels spéciaux [70].

Après un traitement rapide de décantation et de filtration, les lubrifiants sont utilisés comme mazout et jouent ainsi le rôle d'un combustible d'appoint utilisé par les industries lourdes, comme les cimenteries ou les serres [71].

Mais ce procédé est déconseillé et même interdit dans certains pays car considéré comme polluant de l'environnement [70].

- **La méthode de régénération ou re-raffinage**

Le procédé de régénération est celui qui est utilisé pour donner une nouvelle vie aux huiles usagées récupérées [71].

La 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 [70].

Durant ce procédé, l'huile usagée est soumise à différents traitements de raffinage élaborés. À la fin du processus, un nouveau lubrifiant qui égalera sans problème le rendement des huiles vierges est obtenu.

La régénération des huiles usées est très bénéfique d'un point de vue environnemental. En effet, ce procédé génère 80 % moins de gaz à effet de serre au litre que la production d'huile neuve à moteur à partir de pétrole brut [71].

## II.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 [72]:

- Réduire la quantité de l'huile usagée considérée comme un déchet très dangereux soit sur la santé humaine ou sur l'environnement.
- L'économie d'achat des huiles neuves.
- Grace à la récupération de ces huiles usagées, elles auront une durée de vie plus longue.
- Réduire les coûts de production, les matériaux recyclés coûtent moins cher que les matériaux reconstruits.

Le choix d'un processus de traitement des huiles usagée doit être basé sur :

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

## II.7 Étapes de récupération des huiles usagées :

Les processus ayant pour objectif la minimisation à la source sont basés sur les étapes suivantes [73]:

1. Distillation sous vide : phase de déshydratation et de dégazage, ce qui élimine également d'autres polluants volatiles.
2. Ultrafiltration : phase dans laquelle l'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.

3. 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.

## **II.8 Processus de re-raffinage/régénération des huiles minérales usées**

Les différents processus existant, regroupés en fonction des technologies basiques à utiliser [74]:

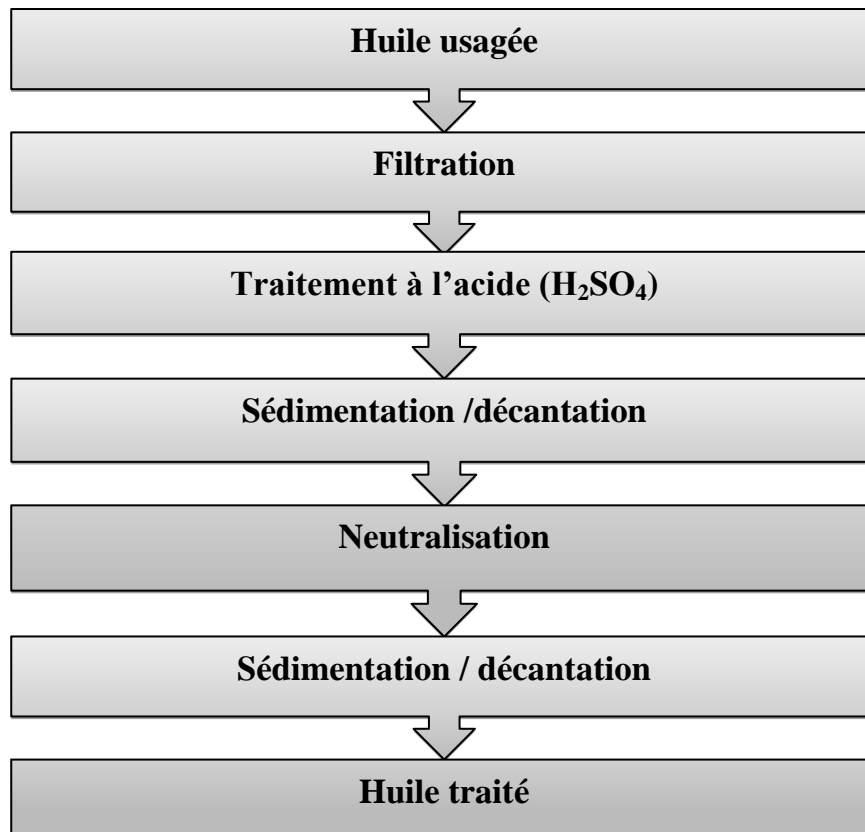
- Technologies basées sur le traitement acide / terres.
- Technologies basées sur la distillation sous vide et l'hydrogénation.
- Technologies basées sur la distillation sous vide et le traitement en terres.

### **II.8.1 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 [72-75].

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



**Figure II.1:** Etapes du processus de traitement à l'acide sulfurique des huiles usagées [72].

## ***Chapitre III***

### *Matériels et Méthodes*

### III.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.

### III.2 Matériels et Méthodes

#### III.2.1 Echantillonnage

On a choisi une qualité d'huile usagée (Naftal 10W40). Le prélèvement est fait principalement à partir d'un moteur essence, un circuit d'huile chaude et une machine tournante utilisés au niveau de la raffinerie de Skikda RA1K.

On présente une fiche technique des caractéristiques moyennes de l'huile étudié Naftal 10W40 dans le tableau suivant (III.1), qui nous permettra de les comparer avec nos résultats.

**Tableau III.1:** Comparaison entre les caractéristiques de l'huile Naftal 10W40 neuve et usagée

Caractéristiques	Unité	Norme ASTM	Huile neuve	Huile usage
Viscosité à 40°C	CPo	D 445	87,92	46,32
Viscosité à 100°C	CSt	D 341	14,615	8,540
Densité	g/cm <sup>3</sup>	D 1298	0,8637	0,6354
Point d'écoulement	°C	D 97	-36	-33
Point d'éclair	°C	D 92	230	224
Couleur		D 1500	3,5	8

### III.2.2 Matériels et Appareillages

Les matériels et appareillages utilisés sont regroupés ci-dessous :

Matériels	Appareillage
-Ampoule à décantes	Agitateur
-Buchner	-Congélateur
-Bécher	-Centrifugeuse
-Support élévateur	-Pompe à vide
-Thermomètre	-Haute chimique
-Erlenmeyer avec col	-Colorimètre comparative
-Entonnoir	-Plaque chauffante
-Papier filtre	-Un chronomètre
-Tube verre	-Densimètre
-Eprouvette	-Un bain d'eau
-Support de tube	-Viscosimètre à capillaire Cannon-
-Poire d'aspiration	Fenske
	-Testeur de point d'éclair HFP de type Cleveland Open Cup

-.

### III.2.3 Réactifs chimique nécessaires

**Tableau III.2:** Les produits chimiques utilisés

N°	Désignation	Formule chimique	Etat physique
1	Hydroxyde sodium	NaOH	Solide
2	Acide sulfurique	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Liquide
3	Eau distillée	H <sub>2</sub> O	Liquide

### III.2.4 Méthodes d'analyse

#### III.2.4.1 La densité (ASTM-D 1298)

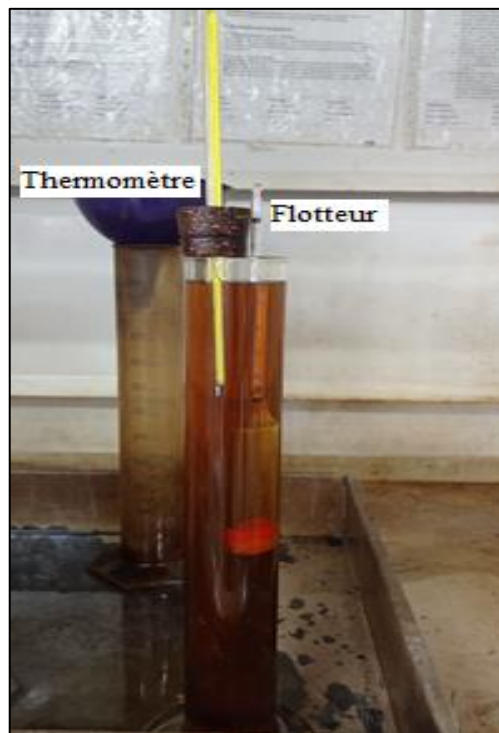
##### ✓ Principe

Le principe est basé sur la mesure de la masse, à la température demandée, d'un volume de corps gras contenu dans un pycnomètre préalablement étalonné à la même température par rapport à l'eau.

##### ✓ 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 (0.850-0.900).

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



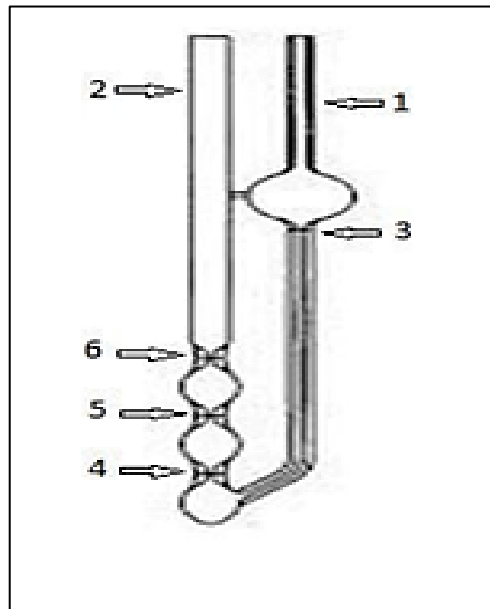
**Figure III.1:** Flotteur pour mesure de la densité

### III.2.4.2 La Viscosité (ASTM-D 445)

#### ✓ Principe

Cette technique a pour objectif de mesurer le temps d'écoulement d'une quantité de lubrifiant à travers un capillaire pourvu de deux repères à une température donnée, elle est effectuée aux températures de 40 et 100°C.

Le viscosimètre à capillaire utilisé se compose d'un tube capillaire contenant l'huile à caractériser, l'huile s'écoule à travers le capillaire sous l'action de la pesanteur, la mesure du temps d'écoulement permet de déterminer la viscosité de l'huile, à une température constante contrôlée par un bain viscosimétrique.



**Figure III.2:** Schématique Viscosimètre à capillaire Cannon-Fenske

#### ✓ Méthode

1. Préparer le viscosimètre Cannon-Fenske 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 viscosimétrique.

3. Attendre un temps de 15 à 20min pour que l'huile atteigne la température du bain.
4. 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 :

$$\mu = (C_1 \times t_1 + C_2 \times t_2) / 2$$

$C_1$  et  $C_2$  : sont des constantes fournies par le constructeur.

$t_1$  et  $t_2$  : sont les temps de passage.



**Figure III.3:** Viscosimètre à capillaire Cannon-Fenske.

### III.2.4.3 Humidité (activité de l'eau)

#### ✓ Principe

L'objectif de cette mesure est la détermination de pourcentage d'eau dans l'huile.

### ✓ Méthode

On a pu effectuer la mesure de l'humidité dans les huiles grâce à la méthode du réactif Karl Fischer selon la norme ASTM D-1744-64 ou on a utilisé le titreur 890 Titrandu du producteur Metrohm.

Le titrage de Karl Fischer est basé sur l'humidité dans l'huile en interaction avec la solution titrant (contenant de l'iode et du dioxyde de soufre dissous au méthanol). La teneur en humidité est calculée en fonction de la masse d'eau dépensée à l'électrolyse. La méthode est plus précise que la précédente, mais n'est pas convenable aux huiles oxydées.



**Figure III.4:** le titreur 890 Titrandu

### III.2.4.4 Acidité

L'acidité est la tendance d'un composé chimique à fournir des protons  $H^+$  ou à capturer des électrons. Les solutions acides sont caractérisées par un pH inférieur à 7.

### ✓ Principe

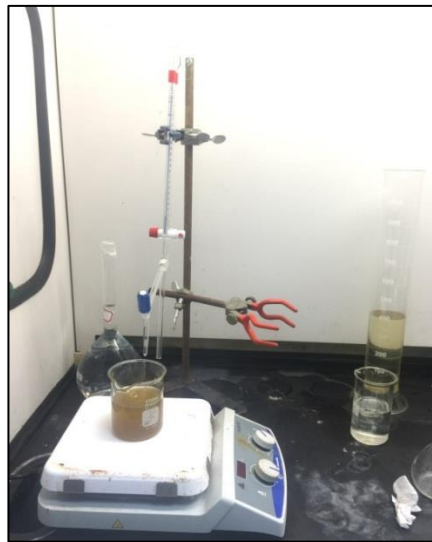
L'objectif de cette technique est mesure le niveau acide dans l'huile.

### ✓ Méthode

L'indice d'acidité total (TAN) mesure le niveau acide dans l'huile et est un indicateur de nitration, oxydation et contamination. Il s'agit d'une des principales analyses permettant de définir l'intervalle de vidange optimum.

On a procédé à l'analyse de l'acidité grâce à la méthode de titrage à indicateur coloré phénolphthaléine selon la norme ASTM 974.

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).



**Figure III.5:** Titrage à indicateur coloré phénolphthaléine selon la norme ASTM 974

#### III.2.4.5 Point d'écoulement (ASTM-D 97)

### ✓ 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.

### ✓ Mode opératoire

1. Noter les conditions ambiantes du milieu au début et à la fin de l'essai ;
2. Verser l'échantillon dans le tube à essais jusqu'au trait de jauge et le chauffer

Suffisamment au bain d'eau pour permettre son écoulement ;

3. Refermer hermétiquement le tube à essais avec un bouchon muni du thermomètre ASTM 5C, maintenu verticalement et bien centré, la naissance du capillaire du thermomètre. Etant 3 mm au-dessous de la surface d'échantillon ;



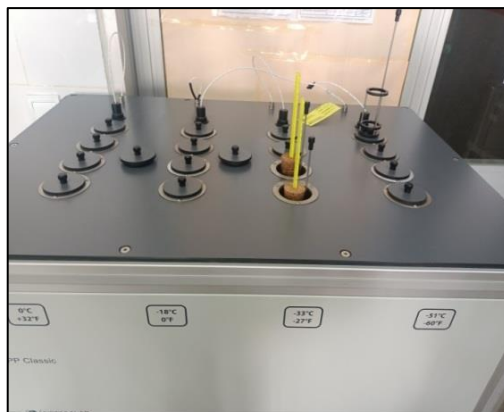
**Figure III.6:** Tube à essais des huiles neuves et usée

4. Pour un point d'écoulement inférieur ou égale ( $-33^{\circ}\text{C}$ ), chauffer sans agiter jusqu'à une Température de  $45^{\circ}\text{C}$  dans un bain d'eau maintenu à une température de  $48^{\circ}\text{C}+1.5^{\circ}\text{C}$  Au maximum ;



**Figure III.7:** Un bain d'eau pour chauffer de l'huile.

5. Refroidir ensuite l'échantillon à 27°C soit dans l'air, soit dans un bain-marie maintenu Approximativement à 24°C+1.5°C ;
6. Si l'échantillon n'a pas cessé de couler quand la température atteint 27°C, placer le tube à Essais dans la jaquette d'un second bain réglé à (0°C -1.5°C) ;
7. Commencer les mesures à une température de préférence multiple de 3°C et supérieure de 12°C à celle du point d'écoulement présumé ;
8. Examiner le tube à essais avec précaution et l'incliner juste assez pour rendre compte s'il y a encore un mouvement de l'échantillon dans le tube à essais toute les fois que la température baisse de 3°C ;
9. Si l'échantillon n'a pas cessé de couler quand la température atteint 9°C, placer le tube à essais dans la jaquette d'un second bain réglé à (-18°C /1,5°C) ;
10. Si l'échantillon n'a pas cessé de couler quand la température atteint -6°C, placer le tube à essais dans la jaquette d'un second bain réglé à (-33°C / -1,5°C) ;
11. Si l'échantillon n'a pas cessé de couler quand la température atteint -24°C, placer le tube à essais dans la jaquette d'un second bain réglé à (-51°C / -1,5) ;
12. Si dans l'échantillon contenue dans le tube à essai apparaît un mouvement quelconque dans ces conditions, replacer immédiatement le tube à essais dans la jaquette et répéter l'essai d'écoulement à une température inférieure de 3°C ;
13. Continuer l'essai de la même manière jusqu'à ce que la surface d'échantillon ne se déforme pas pendant cinq secondes (5s) durant lesquelles le tube à essais est maintenu horizontalement.



**Figure III.8:** Appareille de point d'écoulement.

### III.2.4.6 Point d'éclair (ASTM-D 92)

#### ✓ Principe

L'objectif de cette mesure est la détermination de la température à laquelle apparaît un éclair (La température d'inflammabilité).

#### ✓ Méthode

Pour cette mesure nous utilisons un thermomètre ASTM 11C-IP 28C. Elle est même procédure que pour le vase ferme seulement le creuset est dépourvu de couvercle et d'agitation.

-Le thermomètre est plongé directement dans liquide.

-Lors de la lecture la perle de flamme est dirigée lentement et horizontalement juste au-dessus des bords du creuset.

-Si un flash (éclair) apparaît au contact de la flamme noté la température en °C comme point d'éclair.



**Figure III.9:** Testeur de point d'éclair de type Cleveland Cup

### III.2.4.7 La Couleur (ASTM-D 1500).

#### ✓ Principe

Un échantillon liquide est placé dans le récipient d'essai et comparé aux disques en verre coloré. Valeur comprise entre 0,5 et 8 amené à une température prescrite, quand la couleur d'échantillon se situe entre deux couleurs standards, le plus élevé des deux couleurs est rapporté, avec l'utilisation d'une source lumière standard.

#### ✓ Mode opératoire

1. Placer une éprouvette remplie d'eau distillée jusqu'à une hauteur de 50 mm dans l'un des compartiments du colorimètre.
2. Placer dans l'autre compartiment et dans les mêmes conditions une autre éprouvette remplie de la prise d'essai à examiner.
3. Couvrir les deux éprouvettes pour les mettre à l'abri de toute lumière extérieure.
4. Allumer la lampe à lumière du jour et comparer la couleur de la prise d'essai avec celle des verres étalons.
5. Déterminer celui dont la couleur s'harmonise le mieux avec la prise d'essai.



**Figure III.10:** Colorimètre comparative.

### III.3 Procédés de régénération d'huile usagée

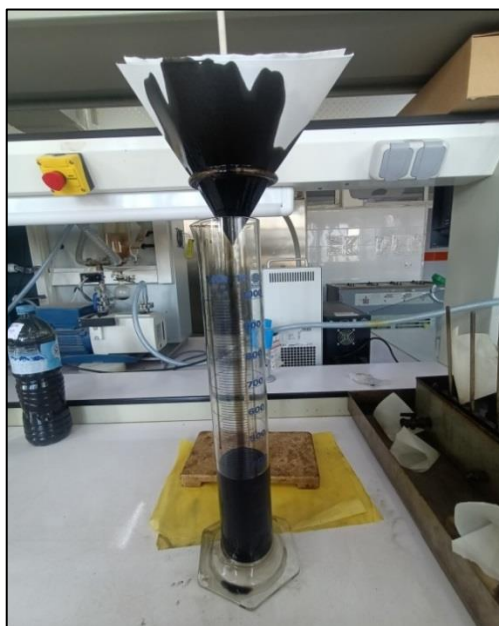
La régénération de l'huile usagée et les mesures de viscosité, de densité, de point d'éclair, de point d'écoulement et de couleur ont été réalisées au niveau du laboratoire d'analyse de RA1K.

#### III.3.1 Régénération par le procédé de traitement à l'acide sulfurique

L'élaboration du procédé de traitement de l'huile se fait en trois étapes :

##### 1) Le prétraitement

Avant de soumettre l'huile usagée à un traitement à l'acide, l'huile subit une filtration pour éliminer les impuretés, telles que les copeaux métalliques, sable, poussière, particules et micro impuretés. Cela est réalisé à l'aide d'un entonnoir muni d'un papier filtre.



**Figure III.11:** Filtration de l'huile usagée

Après la filtration, l'huile est centrifugée à raison de 1500 tr/min pendant 10 minutes. Après la filtration d'un seul échantillon, on a remarqué l'absence de contamination physique.

La centrifugation a aussi révélé l'absence de contamination physique et celle de l'humidité. C'est pour cela qu'on a annulé l'étape de distillation.



**Figure III.12:** Centrifugation de l'huile

## 2) Le traitement à l'acide

Les différentes manipulations sont réalisées sur 300 ml d'huile usagée avec un 1/100 volume de  $H_2SO_4$  concentré à 98% (ratio 1/10). Le mélange huile + acide est placé dans un erlenmeyer sous agitation modérée en maintenant une température constante ( $30^{\circ}C$ ) pendant une heure.

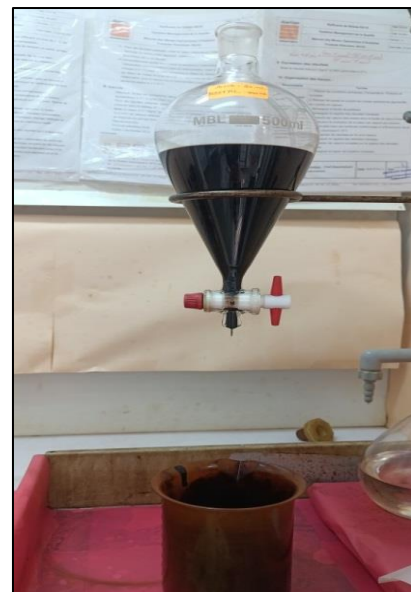


**Figure III.13:** Montage expérimental de la régénération à l'acide

Après le traitement, le mélange est laissé reposer pendant 24 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.



**Figure III.14:** Huile traitée à l'acide  
en décantation



**Figure III.15:** Retrait et quantification  
de la boue

### 3) Fin de traitement

Après l'attaque de l'huile usagée avec du  $H_2SO_4$ , on procède à la neutralisation de l'acide en excès par l'ajout de 50 ml de solution de NaOH à 10%, la neutralisation se fait sous agitation pendant 15 minutes, une deuxième décantation pendant 24 heures est alors nécessaire.



**Figure III.16:** Neutralisation de l'acide par NaOH

### III.3.2 Régénération par le procédé de traitement à l'acide / adsorbants

#### III.3.2.1. Matériaux utilisés pour la régénération :

- ✓ Charbon actif végétal
- ✓ Charbon actif de type BAC
- ✓ Argile brute
- ✓ Argile activée

##### a) Préparation de l'argile :

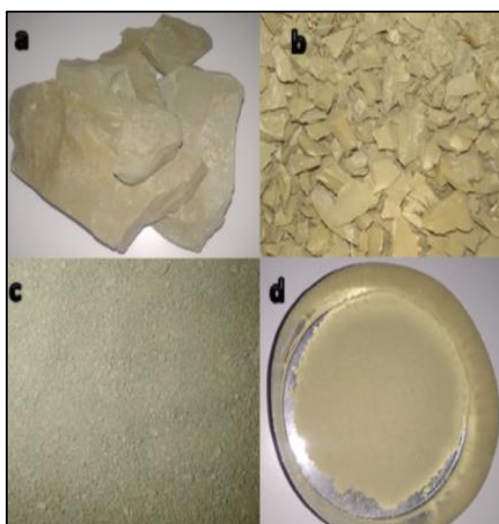
L'argile utilisée dans ce travail provient du sud Tunisien et possède la composition suivante :

**Tableau III.3:** Composition chimique de l'argile brute

Composé	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	PAF*
Composition massique (%)	49,25	13,57	6,09	9,60	2,23	0,73	1,02	0,40	15,76

- **Broyage et tamisage :**

L'échantillon brut de l'argile a été d'abord concassé et broyé à l'aide d'un mortier propre et sec. Les poudres très fines obtenues ont été ensuite tamisées à 250 microns (60 Mesh) puis séchées à 85°C pendant une heure.

**Figure III.17:** a- Argile brute, b-Argile concassée, c-Argile broyée, d- Argile tamisée**Figure III.18:** Le tamis utilisé

- **Activation chimique de l'argile**

Dans un bécher de 1000 ml, on introduit 60 g de bentonite ( $d < 250 \mu\text{m}$ ) et 600ml de solution d'acide sulfurique (2 mol/L). On agite vigoureusement pendant 3.5 heures à une température de 90°C.

Après refroidissement, on filtre le mélange pour récupérer l'argile traitée. Cette dernière est lavée avec de l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à stabilisation du pH de l'eau de lavage. On laisse sécher l'argile dans l'étuve à 65°C pendant 24 heures.

A la fin l'argile est broyée et tamisée pour être prête à l'utilisation et la conservation.

### III.3.2.2 Méthode

L'élaboration de ce procédé se fait en quatre étapes :

#### 1) Le prétraitement

Avant de soumettre l'huile usagée à un traitement à l'acide, l'huile subit une filtration pour éliminer les impuretés. Cela est réalisé à l'aide d'un Buchner contenant d'un papier filtre, ensuite une pompe à vide pour absorber l'air et accélérer le processus de filtration de l'huile usée. Après la filtration, l'huile est centrifugée à raison de 1500 tr/min pendant 10 minutes.



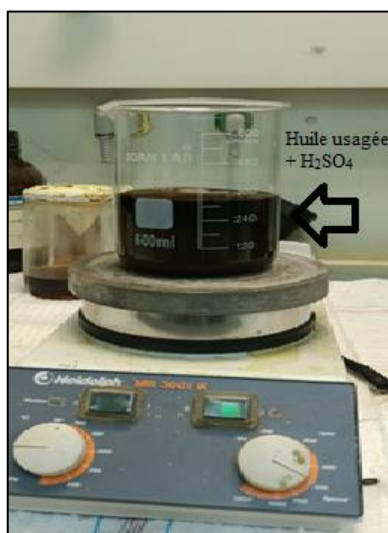
**Figure III.19:** Filtration de l'huile usagée

Après la filtration d'un seul échantillon, on a remarqué l'absence de contamination physique.

La centrifugation a aussi révélé l'absence de contamination physique et celle de l'humidité. C'est pour cela qu'on a annulé l'étape de distillation.

## 2) Le traitement à l'acide

Les différentes manipulations sont réalisées sur 300 ml d'huile usagée avec un volume 30 ml de  $H_2SO_4$  concentré à 98% (ratio 1/10). Le mélange huile + acide est placé dans un erlenmeyer sous agitation modérée en maintenant une température constante ( $30^{\circ}C$ ) pendant une heure.



**Figure III.20:** Mélange d'huile usagée avec d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ )

Après le traitement, le mélange est laissé reposer pendant 24 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.

## 3) L'adsorption

Dans cette étape, l'huile récupérée du haut de l'ampoule est traitée avec 15g d'adsorbant, le mélange huile + adsorbant est placé dans un bécher sous agitation pendant 10 minutes tout en gardant la température entre  $95^{\circ}C$  et  $115^{\circ}C$ . Ensuite, on laisse refroidir à température ambiante, puis, il subit une filtration pour séparer l'huile de l'adsorbant.

On a choisis 4 adsorbants différents, et on a attribué des numérotations pour chaque essai :

- Charbon actif végétal (noté « 5 »)
- Argile brute (noté « 8 »)
- Argile activée (noté « 9 »)

- Charbon actif de type BAC (noté « 10 »)



**Figure III.21:** Poids du charbon actif végétal

#### 4) Fin de traitement

Après l'attaque de l'huile usagée avec du  $H_2SO_4$  et l'adsorption, on procède à la neutralisation de l'acide en excès par l'ajout de 50 ml de solution de NaOH à 10%, la neutralisation se fait sous agitation pendant 15 minutes, une deuxième décantation pendant 24 heures est alors nécessaire.

## *Chapitre IV*

### *Résultats et Discussions*

### IV.1 Introduction

Les processus d'analyse physico-chimiques actuels ont pour objectif d'évaluer la capacité lubrifiante des huiles qui seront utilisées pour la lubrification adéquate. Cette étude s'intéresse à la comparaison de certaines propriétés chimique et physique de quelques huiles existante sur le marché national à savoir : Castrol, Naftal, Elf, Total, et Naftal usagée : une huile de production nationale qui a subi un protocole de régénération par traitement à l'acide.

### IV.2 Echantillonnage

On a choisi quatre qualités d'huiles usagées provenant de quatre sources différentes. Les prélèvements sont faits principalement à partir d'un moteur essence Logan Dacia, un circuit d'huile chaude et une machine tournante utilisés au niveau de la raffinerie de Skikda RA1K.

**Tableau IV.1:** Echantillons choisis

Huile gamme 10 w 40	
<b>Castrol</b>	
<b>Naftal</b>	
<b>Elf</b>	
<b>Total</b>	
<b>Naftal Usagée</b>	<b>100000 km</b>

### IV.3 Choix de l'échantillon à régénérer

Avant de commencer la régénération de l'huile, on a effectué de différentes analyses physico-chimiques, afin de connaître l'état de l'huile usagée, et donc connaître si la régénération est possible.

**Tableau IV.2:** Caractéristiques de l'huile Naftal 10W40 neuve et usagée

Caractéristiques	Unité	Norme ASTM	Huile neuve	Huile usagée
Viscosité à 40°C	CPo	D 445	87,92	46,32
Viscosité à 100°C	CSt	D 341	14,615	8,540
Densité	g/cm <sup>3</sup>	D 1298	0.8637	0.6354
Point d'écoulement	°C	D 97	-36	-33
Point d'éclair	°C	D 92	230	224
Couleur		D 1500	3,5	8

**Figure IV.1:** Huile Naftal 10W40 neuve (droite) et usagée (gauche)

#### IV.4 Régénération par le procédé de traitement à l'acide sulfurique

L'élaboration du procédé de traitement de l'huile Naftal 10W40 se fait en trois étapes :

##### 1. Le prétraitement

L'huile usagée avant de la soumettre à un traitement à l'acide, elle subit une filtration pour éliminer les impuretés, telles que les copeaux métalliques, sable, poussière, particules et micro impuretés. Cela est réalisé à l'aide d'un entonnoir muni d'un papier filtre après l'opération on a remarqué l'absence de contamination physique.

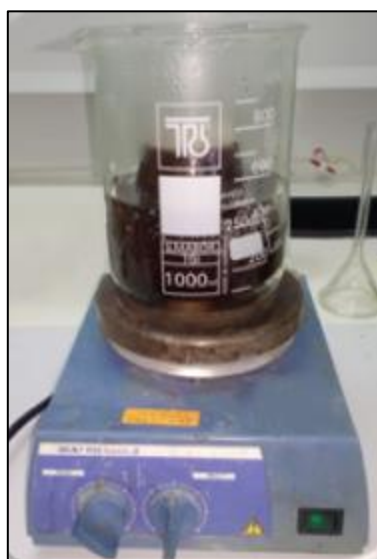
Après la filtration, l'huile est centrifugée à raison de 2000 tr/min pendant 15 minutes. La centrifugation a aussi révélé l'absence de contamination physique et celle de l'humidité ce qui nous a conduit à annuler l'étape de distillation.



**Figure IV.2:** Centrifugation de l'huile

## 2. Le traitement à l'acide

Le traitement est réalisé sur 300 ml d'huile usagée avec un 1/100 volume de  $H_2SO_4$  concentré à 98%. Le mélange huile + acide est placé dans un erlenmeyer sous agitation modérée en maintenant une température constante ( $30^{\circ}C$ ) pendant une heure.



**Figure IV.3:** Montage expérimental de la régénération à l'acide

Après le traitement, le mélange est laissé reposer pendant 24 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.

### 3. Fin du traitement

Après l'usage du  $H_2SO_4$ , on procède à la neutralisation de l'acide en excès par l'ajout de 50 ml de solution de NaOH à 10%, la neutralisation se fait sous agitation pendant 15 minutes, une deuxième décantation pendant 24 heures est alors nécessaire.



**Figure IV.4:** Neutralisation par NaOH

## IV.5 Procédures d'analyses expérimentales

Les analyses sont effectuées au niveau du laboratoire de la Raffinerie Skikda dans cette partie nous allons présenter les différents résultats comparatifs des huiles utilisées y compris l'huile usagée régénérée afin d'une part mettre en évidence les caractéristiques des huiles moteur vendu sur le marché par rapport à celle nationale et d'autre part de confirmer l'efficacité du procédé de régénération.

### IV.5.1 La viscosité cinématique

Il s'agit de la caractéristique essentielle de tout lubrifiant. On mesure le plus souvent la viscosité cinématique, en chronométrant le temps d'écoulement de l'huile

dans un tube capillaire calibré. La viscosité varie avec la pression mais l'incidence de la température est plus importante : la viscosité diminue avec l'augmentation de la température et il existe une abondante littérature sur les abaques reliant ces deux grandeurs. On peut citer en particulier la norme ASTM D 445.

-A haute température : la viscosité doit être suffisamment élevée pour assurer la protection du moteur (éviter la rupture du film d'huile).

-A basse température : la viscosité doit être suffisamment faible pour permettre un démarrage facile du moteur.

Pour procéder à cette analyse on a utilisé le Koehler KV5000



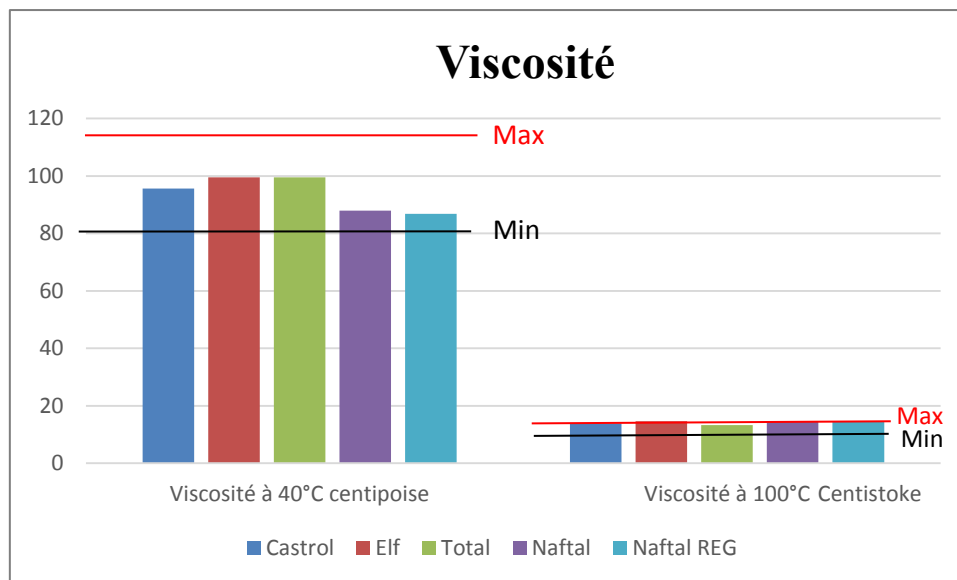
**Figure IV.5:** Le KV5000

#### ✓ Les résultats

Les résultats de la mesure de la viscosité cinématique des différentes huiles à 40°C et à 100°C sont dans le tableau ci-dessous.

**Tableau IV.3:** Viscosité des différentes huiles à 40°C et à 100°C

Huile gamme 10w40	Viscosité à 40°C	Viscosité à 100°C
	Centipoise	Centistoke
Castrol	95,637	13,865
Elf	99,47	14,57
Total	99,511	13,216
Naftal	87,92	14,615
Naftal REG	86,80	14,560



**Figure IV.6:** Viscosité des différentes huiles

✓ **Discussion**

D'après les résultats obtenus on remarque que :

- À 40°C la viscosité cinématique de Naftal est inférieure à celles des autres huiles.
- À 100°C la viscosité de Naftal diminue de la même manière que les autres.
- La viscosité de Naftal et Naftal REG est Presque la même.

-Ces cinq huiles traitées sont conformes aux normes.

### ✓ Conclusion

On peut déduire de ces résultats que les proportions d'ajouts d'additifs qui augmentent la viscosité cinématique sont très importantes pour l'obtention d'une huile performante et surtout résistante à l'élévation de la température.

#### IV.5.2 La densité

La densité d'une substance et le rapport de sa masse 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 de l'eau pour les liquides et l'air pour les gaz. La densité est donc un nombre sans dimension, qui permet de s'affranchir de l'influence de la variation de l'attraction de la pesanteur

On a procédé à la mesure de la densité grâce au DMA 4500 M du producteur Anton Par à la température ambiante de 20°C.



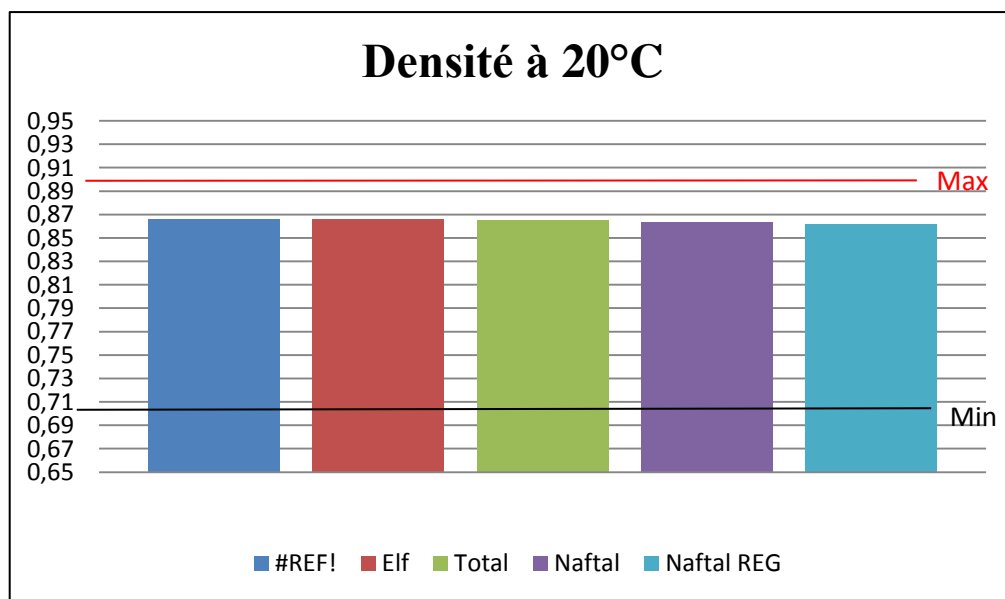
**Figure IV.7:** le DMA 4500 M

✓ **Résultats**

Les résultats de la mesure de la densité sont dans le tableau ci-dessous

**Tableau. IV.4:** Densité des différentes huiles

Huile gamme 10 w 40 100 (g/ml )	Densité à 20°C
Castrol	0,8661
Elf	0,8664
Total	0,8651
Naftal	0.8637
Naftal REG	0,8621



**Figure IV.8:** Densité des différentes huiles

✓ **Discussion**

On remarque que la densité est presque la même pour toutes les huiles. Ces cinq huiles traitées sont conformes aux normes.

**✓ Conclusion**

La légère différence qui y a entre la densité des huiles peut s'expliquer par l'ajout d'additifs.

**IV.5.3 Humidité (activité de l'eau)****✓ Définition**

L'activité de l'eau ( $a_w$ ) est une mesure indiquant le contenu humide (eau) d'un fluide sur une échelle de 0 à 1 (0 correspondant à totalement sec et 1 à totalement saturé). Tout comme l'air, chaque fluide (huile de lubrification, fluide hydraulique, kérosène, etc.) possède la capacité de retenir l'eau à l'état dissout au-dessous du point de saturation. Une fois le point de saturation atteint, toute adjonction d'eau dans le fluide se sépare en "eau libre" observable sous la forme d'une couche distincte généralement sous l'huile.

- On a pu effectuer la mesure de l'humidité dans les huiles grâce à la méthode du réactif Karl Fischer selon la norme ASTM D-1744-64 ou on a utilisé le titre 890 Titrand du producteur Metrohm
- Le titrage de Karl Fischer est basé sur l'humidité dans l'huile en interaction avec la solution titrante (contenant de l'iode et du dioxyde de soufre dissous au méthanol). La teneur en humidité est calculée en fonction de la masse d'eau dépensée à l'électrolyse. La méthode est plus précise que la précédente, mais n'est pas convenable aux huiles oxydées.



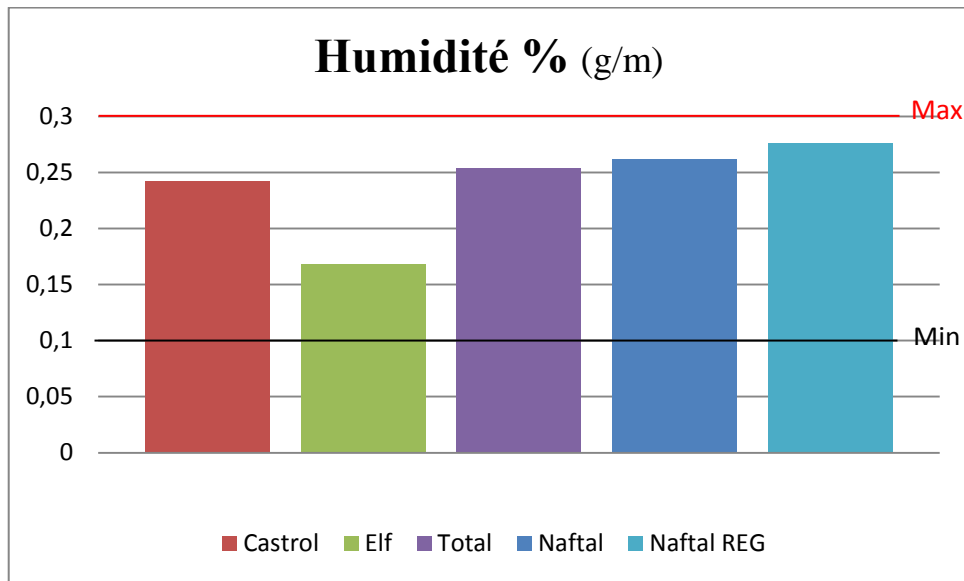
**Figure IV.9:** Le 890 Titrande

### ✓ Résultats

Les résultats obtenus sont dans le tableau ci-dessous

**Tableau IV.5:** Pourcentage d'eau dans les huiles

Huile gamme 10 w 40	Pourcentage d'eau (humidité) % g/m <sup>3</sup>
Castrol	0,2418
Elf	0,1685
Total	0,2539
Naftal	0,2618
Naftal REG	0,2761



**Figure IV.10:** Humidité % dans les huiles

#### ✓ Discussion

On remarque que :

-Le pourcentage d'humidité dans l'huile Elf est faible par rapport aux autres huiles.

-Le pourcentage d'humidité dans Naftal et Naftal REG est presque la même.

-Ces cinq huiles traitées sont conformes aux normes.

#### IV.5.4 Acidité

##### ✓ Définition

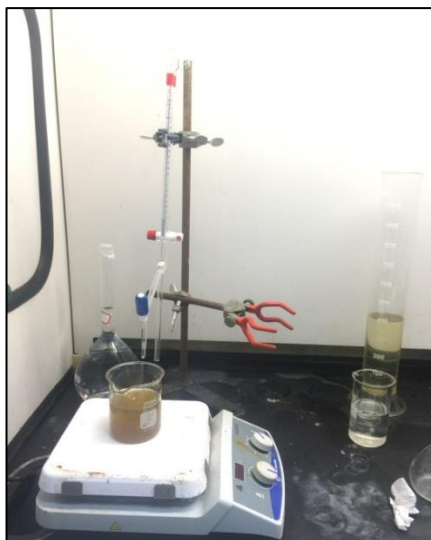
L'acidité est la tendance d'un composé chimique à fournir des protons  $H^+$  ou à capturer des électrons. Les solutions acides sont caractérisées par un pH inférieur à 7.

##### ✓ Indice d'acidité total (TAN)

Le TAN mesure le niveau acide dans l'huile et est un indicateur de nitration, oxydation et contamination. Il s'agit d'une des principales analyses permettant de définir l'intervalle de vidange optimum.

On a procédé à l'analyse de l'acidité grâce à la méthode de titrage à indicateur coloré phénolphthaléine selon la norme ASTM 974.

L'indice d'acide d'un corps gras (ex : huile hydraulique) est la quantité de potasse KOH en mg nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenu dans 1g de ce corps gras (exprimé en mg KOH/g).



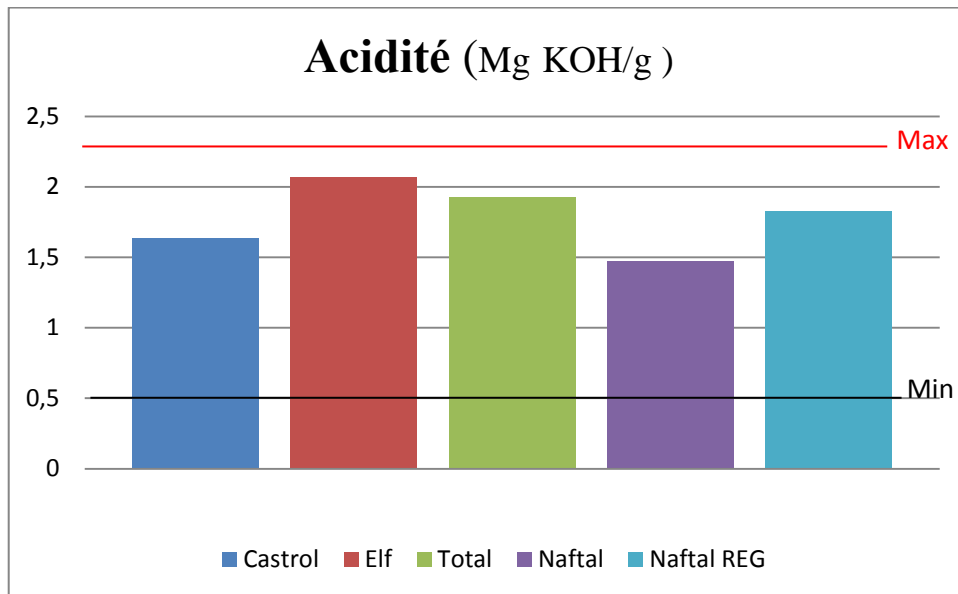
**Figure IV.11:** Indicateur coloré phénolphthaléine selon la norme ASTM 974

### ✓ Résultats

Les résultats obtenus sont dans le tableau ci-dessous

**Tableau IV.6:** Pourcentage d'acide dans les huiles

Huile gamme 10 w 40	Acidité
Unité	Mg KOH /g
Castrol	1,6345
Elf	2,0718
Total	1,9267
Naftal	1,4726
Naftal REG	1,8261



**Figure IV.12:** Acidité des différentes huiles

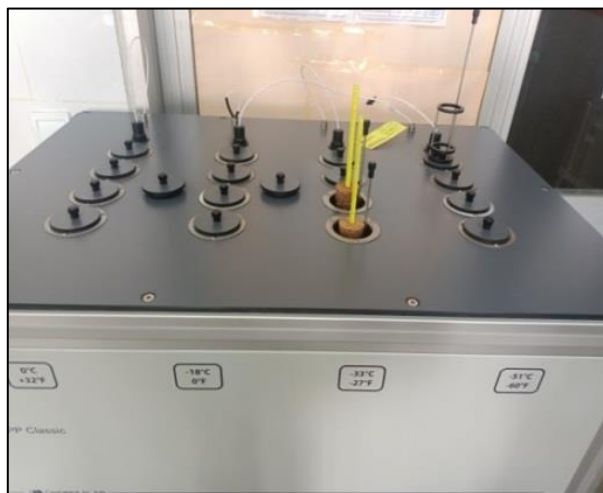
#### ✓ Discussion

D'après les résultats on remarque que :

- L'acidité dans l'huile Naftal est faible par rapport à Castrol, Elf, total.
- L'acidité dans l'huile Naftal et Naftal REG est presque la même avec légère différence.
- Ces cinq huiles traitées sont conformes aux normes.

#### IV.5.5 Point d'écoulement

Le point d'écoulement est la température à laquelle l'huile se solidifie en formant des cristaux en paraffine, qui s'accumulent. Au point d'écoulement, l'huile perd la caractérisation d'écoulement. Ce dernier est très important pour l'usage des huiles moteur à basse température. Mesuré selon la norme ASTM D 97.



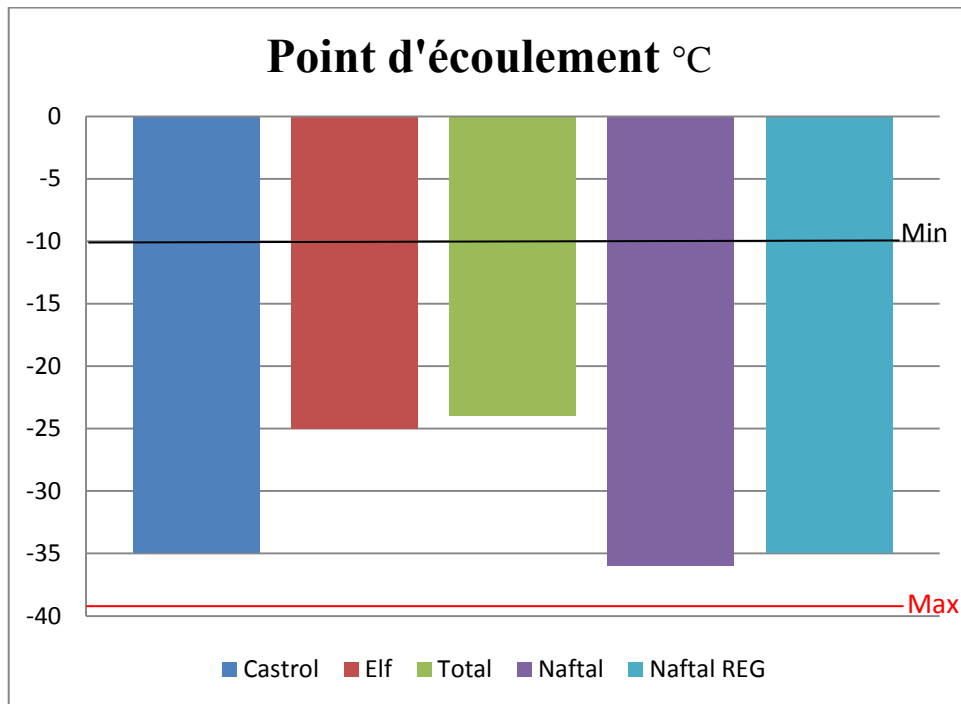
**Figure IV.13:** Appareil de la mesure de point d'écoulement.

### ✓ Résultats

Les résultats obtenus sont dans le tableau ci-dessous :

**Tableau IV.7:** Point d'écoulement des différentes huiles

Huile gamme 10 w 40	Point d'écoulement °C
Castrol	-34
Elf	-25
Total	-24
Naftal	-36
Naftal REG	-35



**Figure IV.14:** Point d'écoulement des différentes huiles

#### ✓ Discussion

On remarque que le point d'écoulement de l'huile Naftal et Naftal REG et Castrol est presque la même, mais est inférieure par rapport les autres huiles. Ces cinq huiles traitées sont conformes aux normes.

#### IV.5.6 Point d'éclair

C'est la température minimale, à laquelle les vapeurs libérées par l'huile moteur explosent, lors de la présence d'une flamme. Celle-ci s'éteint aussitôt dans des conditions normalisées. Mesuré selon la norme ASTM D 92.



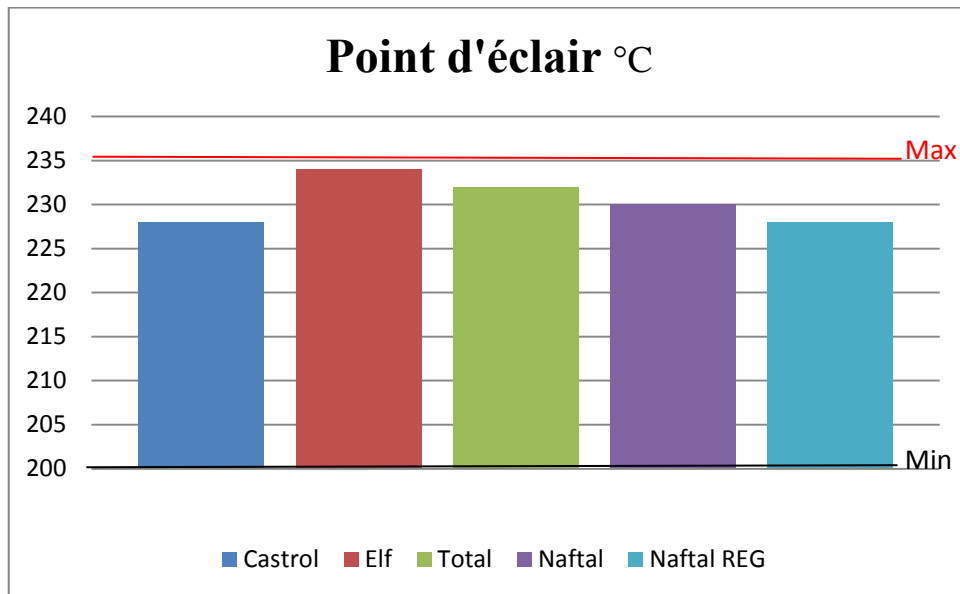
**Figure IV.15:** Mesure de point d'éclair de type Cleveland Cup

### ✓ Résultats

Les résultats obtenus sont dans le tableau ci-dessous :

**Tableau IV.8:** Point d'éclair des différentes huiles

Huile gamme 10 w 40	Point d'éclair °C
Castrol	229
Elf	234
Total	232
Naftal	230
Naftal REG	228



**Figure IV.16:** Point d'éclair des différentes huiles.

#### ✓ Discussion

On distingue d'après les résultats que :

- Le point d'éclair est presque la même pour les cinq huiles traitées avec une légère différence.
- Ces cinq huiles traitées sont conformes aux normes.

#### IV.5.7 Couleur

La couleur ASTM c'est une méthode d'analyse pour déterminer la gamme de la couleur d'un produit.



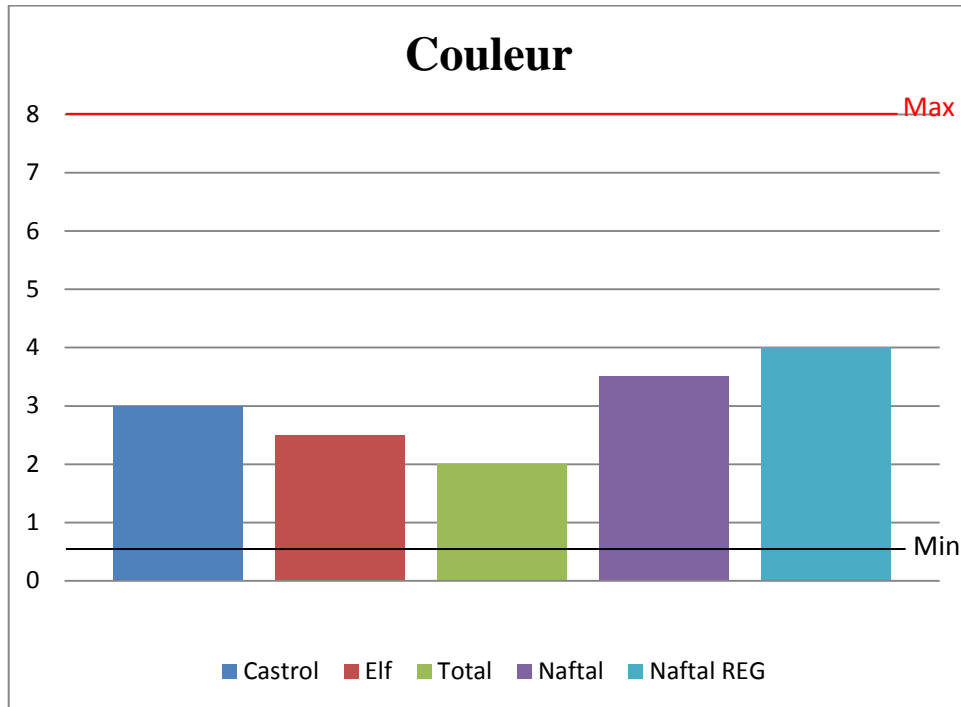
**Figure IV.17:** Appareil de la détermination de la couleur.

### ✓ Résultats

Les résultats obtenus sont dans le tableau ci-dessous :

**Tableau IV.9:** La couleur des différentes huiles

Huile gamme 10 w 40	Couleur
Castrol	3
Elf	2,5
Total	2
Naftal	3,5
Naftal REG	4



**Figure IV.18:** La couleur des différentes huiles

#### ✓ Discussion

On remarque que la couleur de l'huile Naftal et Naftal REG est Presque la même, est élève par rapport les autres huiles. Ces cinq huiles traitées sont conformes aux normes.

# **Conclusion générale**

### Conclusion générale

Les huiles lubrifiantes ont le rôle de Réduire les frottements (ce qui améliore le rendement du moteur et diminue la consommation de carburant) Protéger les organes mécaniques de l'usure et la corrosion. Permettre l'évacuation des impuretés grâce au filtre à huile pour maintenir la propreté des pièces moteur.

L'objectif principal de ce travail est :

- La régénération de l'huile usagée Naftal 10W40 par traitement d'acide  $H_2SO_4$ .
- La comparaison de certaines propriétés physico-chimiques de quelques huiles existante sur le marché national à savoir : Castrol, Naftal, Elf, Total, et Naftal régénérer, pour confirmer que les produit sur le marché sont dans les normes d'une part et d'autre part pour sélectionne l'huile la plus efficace tout un sur régénération au produit Naftal.

. D'après les résultats obtenus, il est clair que la méthode de traitement utilisée élimine efficacement les polluants de l'huile usagée et permet d'obtenir un traitement de l'huile presque identique à l'huile neuve. En outre, cette huile régénérer a des caractéristiques similaires approximativement au huile neuve, il s'agit donc d'une huile compétitif par les huiles sur le marché national. Donc généralement la méthode de traitement d'acide par  $H_2SO_4$  est très efficace. En plus, ces cinq produits (Castrol, Naftal, Elf, Total, et Naftal régénérer) sont conformes aux normes.

En Algérie, la perspective de faire une régénération des huiles usagées devient une nécessité, compte tenue de contexte mondiale de la récupération et l'élimination des déchets dangereux. Vue qu'elle trouve sont impact dans plusieurs domaines, mais surtout dans le domaine de protection de l'environnement et pour l'economie du pays, puisqu'elle permet de prévoir une autre source de production de lubrifiants de base.

## **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1] LAIB, L. (2010), Etude de la stabilité à l'oxydation des huiles lubrifiantes Algériennes (pour moteur à essence), mémoire de Magister, Université de BOUMERDES.
- [2] AUDIBERT, F. (2003), Les huiles usagées- re-raffinage et valorisation énergétiques, Technip.
- [3] BOUOUDINA, M. (2010), Les huiles usagées en Algérie, Produire plus propre, 07, 02-08.
- [4] IZZA, H. (2017), Contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes, thèse de Doctorat, université de OUARGLA.
- [5] Chems ddine CHITOUR (1999) raffinage tome 1. Édition OPU. Alger.
- [6] [fac.umc.edu.dz](https://fac.umc.edu.dz) <https://fac.umc.edu.dz> > cours PDF Chapitre 2: Généralité sur les lubrifiants
- [7] Technique de l'ingénieur BM 5341 Jean AYEL
- [8] P. MARCHAL (1986), les lubrifiants dans l'agriculteur.
- [9] Chemse ddine CHITOUR (1983), le raffinage du pétrole. Tome I
- [10] <https://totalenergies.ch> > faq > how Quelles différences entre huile synthétique et minérale
- [11] D.B. Marghitu, 'Mechanical Engineer's Handbook', USA, Edition 2001.
- [12] <https://www.cder.dz> > pdfPDF Régénération des huiles lubrifiantes
- [13] A. Jones, 'Lubricating Oil Through the Process of Refining Used Motor Oil', 2023, 'Online', Available: [ww.articlealley.com/article](http://ww.articlealley.com/article).
- [14] Theo Mang and WilfriedDresel; Lubricants and Lubrication, 2nd Ed., 2007

- [15] Wuithier pierre « le pétrole, procédé de séparation tom 2 raffinage et génie chimique » édition tchnip. 27 rue dinouxparis, 1998
- [16] Roy M., Mortier, Malcolm F., Fox Stefan Orszulik T.; Chemistry and Technology of Lubricants
- [17] McKettaJJ.; Encyclopedia of Chemical Processing and Design, Marcel Dekker, Inc, New York, 1989
- [18] Nelson W.L.; Petroleum Refining Engineering, 4th ed., McGraw-Hill, New York, 1978
- [19] Juan A., Sequeira Jr.; Lubricant Base Oil and Wax Processing, Marcel Dekker, New York, pp. 81–82, 1994
- [20] Lynch, Thomas R.; Processchemistry of lubricant base stocks (Chemical industries series), 2007
- [21] Che, S., Kessler R.; Update of the KTI RelubeProcess, Proceedings of the 6th International Conference on UsedOilRecovery and Reuse, Association of Petroleum Rerefiners, Buffalo, pp. 157-170, 1992
- [22] David S., Jonesa J., Steven A.; Treesea; Non-energyRefineries in Petroleum Processing, Springer New York, pp. 219-255, 2015
- [23] Cotton F.O., Brinkman D.W., Reynolds J. W., Goetzinger J. W., Whisman M. L.; PilotScaleUsedOilRe-refiningUsing a SolventTreatment/ Distillation.
- [24] Magnabosco, L. M., et al., "The Mohawk-CEP Re-refiningProcess," proceedings of the 6th International Conference on UsedOilRecovery and Reuse, Association of Petroleum Rerefiners, Buffalo, NY, pp. 143-155, 1992.
- [25] Kargonov V.M., Papusha L.V., Shtein V.L., Laphin D.A.; The hydrocracking process in the oil production system; Chemistry and Tecnology of fuel and oils, Vol. 36, N°3, 1999

- [26] Miller S. J., Shippey M. A., M.Masada G.; Advances in Lube Base Oil Manufacture by CatalyticHydroprocessing; NPRA National Fuels and Lubricants Meeting, Houston, 1992
- [27] Thompson S.; Stabilizing a hydrocrackedlubeoil by solvent extraction US 3
- [28] Bruce E., Stangeland; Sequential hydrocracking and hydrogenatingprocess for lubeoilproduction, US 4162962 A, Chevron ResearchCompany, 1979781196 A, Sun Oil Co Pennsylvania, 1973
- [29] Al-Dahhan M.H., Larachi F., Dudukovic M.P., Laurent A. ; High-pressure tricklebedreactors ; a review, Ind. Eng. Chem. Res., 36, pp. 3292-3314, 1997
- [30] Ali M., Tatsumi A., Masuda T. ; Development of heavyoil hydrocracking catalystsusingamorphoussilica-alumina and zeolites as catalyst supports; AppliedCatalysis A: General, 233: 77-90, 2002
- [31] Breysse M., Berhault G., Kasztelan S., Lacroix M., Mauge F., Perot G.; New aspect of catalyticfunctions on sulphidedcatalysts; CatalysisToday, 66:15-22, 2001
- [32] Calemma V., Peratello S., Perego C.; Hydroisomerization and hydrocracking of long chainnalkanes on Pt/amorphous SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst; AppliedCatalysis A: General, 190 : 207-218, 2000
- [33] LeonovaaE. , GerasimovaYu., Danilovaa b. I. G., Noskova A. S.; Vacuum Gasoil Hydrocracking over Three\_Layered Packages Consisting of SupportedSulfideNiMoandNiWCatalysts ;Catalysis in Industry, Vol. 6, No. 4, pp. 320-328, 2014
- [34] Peng Chong, Yang Xuejing; Fang Xiangchen, Huang Xinlu; Cheng Zhenmin; ZengRonghui; GuoRong; Development of Light Cycle Oil (LCO) Hydrocracking Technologyover a Commercial W-Ni BasedCatalyst; China Petroleum Processing and Petrochemical Technology, NovelTechnology, Vol. 17, No. 4, pp 30-36, 2015

- [35] Usui K., Kidena K., Murata S., Nomura M., Trisunaryanti W. ; Catalytic hydrocracking of petroleum-derived asphaltenes by transition metal loaded zeolite catalysts. *Fuel*, 83: 1899–1906, 2004
- [36] Qiang Wang a,b, Hao Ling a, Ben-xian Shen a, Kun Li b, SiauWNg c; Evaluation of hydroisomerization products as lube base oils based on carbon number distribution and hydrocarbon type analysis,
- [37] Briant J., Denis J., Parc G.; *Rheological Properties of Lubricants*, Editions Technip, Paris, 1989
- [38] Avilino Sequeira Jr.; *Lubricant Base Oil and Wax Processing [M]*, Marcel Dekker, Inc., New York, 1997
- [39] Michael J., Girgis Y., Peter Tsao; Impact of catalyst metal–acid balance in n-hexadecane hydroisomerization and hydrocracking, *Ind. Eng. Chem. Res.* 35 386–396, 1996
- [40] Marion C., Claude, Johan A., Martens; Monomethyl-branching of long n-alkanes in the range from decane to tetracosane on Pt/H-ZSM-22 bifunctional catalyst, *J. Catal.*, 190, 39–48, 2000
- [41] Martens J.A., Vanbutsele G., Jacobs P.A., Denayer J., Ocakoglu R., Baron G., Muñoz Arroyo J.A., Thybaut J., Marin G.B.; Evidences for pore mouth and key-lock catalysis in hydroisomerization of long n-alkanes over 10-ring tubular pore bifunctional zeolites, *Catal. Today*, 65, 111–116, 2001
- [42] Marion C., Claude, Gina Vanbutsele, Johan A., Martens; Dimethyl branching of long n-alkanes in the range from decane to tetracosane on Pt/H-ZSM-22 bifunctional catalyst, *J. Catal.*, 203, 213–231, 2001
- [43] Degnan T.F., Valyocsik E.W.; Production of high viscosity index lubricating oil; US5,075,269 patent, assigned to Mobil Oil, 1991
- [44] Lucien J., Dutot G.; Process for the preparation of lubricating base oil; US4, 906, 350 patent, assigned to Shell Oil, 1990

- [45] Kargonov V.M., Papusha L.V., Shtein V.L., Laphin D.A.; The hydrocracking process in the oil production system; Chemistry and Tecnology of fuel and oils, Vol. 36, N3, 1999
- [46] Esipko E.A., Martirosov R.A., Gonchoreko A. D., et al ; Catalytichydrodewaxing of petroleumcuts; TsNILTEneflek, Moscow, 1982
- [47] Robeled J.A.; ZeoliteChemistry and Catalysis, ACS Monograph171, American Chemical Society, 1976
- [48]Radchenko E., Nefedorov B. K., Aliev R.R.; Idustrialcatalys of hydrogenationprocess in petroleumrefining; Moscow, 1987
- [49] Nigmatulling R.G., Batyrov N.A., Vorob'ev A.A., Ol'kov P.L., AgrobaevSh.T.;Selective hydrocracking of partiallydewaxedraffinates; Chemistry and Tecnology of fuel and oils, Vol. 36, N1, 2000
- [50]Miller S. J.; New MolecularSieveProcess for LubeDewaxing by WaxIsomerization, MicroporousMaterials, 2, 439–449, 1994
- [51] Jacob S. M.; Lube Base OilProcessing for the 21st Century, 4th Annual Fuels and Lubes
- [52] Johnson E. S., Thomas K.; Excel Para lubes– Base Oils for Tomorrow, National Fuels and Lubricants Meeting, Houston, 1995
- [53] Cohen S. C., Mack P. D.; HVI and VHVI Base Stocks; The World Base Oils Conference, London, 1996
- [54] Moon W. S., Cho Y. R., Yoon C. B., Park Y. M.; VHVI Base Oils fromFuelsHydrocrackerBottoms
- [55] Mang T.; Future Importance of Base Oils in Lubricants, 12th International ColloquiumTribology, Stuttgart/Ostfildern, 2000
- [56] Gasification News, Vol. IX No. 2, Hart; Energy Publishing, Houston, 2006

- [57] Craig J., Emett; Poly alpha olefin compositions and process to produce poly alpha olefin compositions, WO2013055483 A1, Exxonmobil Chemical Patent Inc. 2013
- [58] M. N., Kazhokin E. M., Mokimov S.L.; Continuous process monitor for selective solvent extraction of oil with furfural; Tekhnologiya Tolivi Masel. N°5, 2325, 1973
- [59] Silvy R.P. et al.; Oil Gas J. 108(28), (Petrobras, 2010), Aug 2010. Accessed June 2023
- [60] G.S. Dang, 'Rerefining of Used Oils: A Review of Commercial Process', Journal of Wiley Inter Science, Vol. 3, N°4, pp. 445 - 457, Juin, 2023.
- [61] <https://www.cder.dz> › pdf PDF Régénération des huiles lubrifiantes.
- [62] MERABET, A. (2012), Contribution à l'étude des échanges thermiques dans un moteur DIESEL atmosphérique à taux de compression variable, thèse de Doctorat, université de CONSTANTINE.
- [63] FEDOUL, M. (2017), Etude de la qualité des huiles lubrifiantes par des méthodes chimiométriques, mémoire de Master, université de FES – SAISS.
- [64] GIRAUD, L. (2000), Modèle prédictif pour le développement d'un système embarqué de vidange des lubrifiants pour transmission, thèse de Doctorat, université de QUEBEC.
- [65] CASTROL. ABC du graissage-Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants. switzerland :HC-06/2023.
- [66] ADEME, (Agence De l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie). Recyclage et valorisation énergétiques des huiles usagées, Atouts et faiblesses. Paris 2000.
- [67] Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP). Possibilités de recyclage et d'utilisation des huiles usées. 2000.

[68] Pontes, M.J.C.; Rocha, A.M.J.; Pimentel, M.F.; Pereira, C.F. Determining the quality of insulating oils using near infrared spectroscopy and wavelength selection. *Microchem. J.* 2011, 98, 254–259.

[69] Ihsan Hamawand 1, Talal Yusaf 1,\* and Sardasht Rafat “Recycling of Waste Engine Oils Using a New Washing Agent” Faculty of Engineering and Surveying, National Centre for Engineering in Agriculture, University of Southern Queensland, Toowoomba 4350, QLD, Australia , *Energies* 2013, 6, 1023-1049; doi:10.3390/en6021023

[70] <http://www.algerie360.com/recyclage-des-huiles-industrielles-usagees-un-creneau-inexpoite/>.

[71] <http://www.envirourgence.com/fr/blogue/procedes-recyclage-huile-usagee/>.

[72] Rashid Abro,1 Xiaochun Chen,1 Khanji Harijan, et al, “A Comparative Study of Recycling of Used Engine Oil Using Extraction by Composite Solvent, Single Solvent, and Acid Treatment Methods” Hindawi Publishing Corporation *ISRN Chemical Engineering* Vol 2013, Article ID 952589,

[73] Centre d’Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP). (2000), Possibilité de recyclage et d’utilisation des huiles usagées, UNEP.

[74] Cprac.org <http://www.cprac.org> > olis\_frPDF Possibilités de Recyclage et Utilisation des Huiles usées

[75] R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci. Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l’acide. Laboratoire des fluides industriels, mesure et application, FIMA, Université de Khemis Meliana 2014.

# **Annexes**

## Annexe I

Huiles minérales et huiles de synthèse : comparaison des propriétés						
familles	compatibilité avec huiles minérales	biodégradabilité	fluidité à basse température	viscosité à haute température	résistance oxydation haute température	applications
huiles minérales	–	médiocre	médiocre	acceptable	acceptable	les plus usuelles sont les huiles paraffiniques hautement raffinées
polyalpholé-fines (PAO)	excellente	médiocre	bonne (IV > 100)	bonne	très bonne	travaillent dans des conditions extrêmes (température...) : moteurs, transmissions, engrenages, paliers...
alkylats aromatiques	excellente	médiocre	bonne	acceptable	bonne	systèmes travaillant à basse températures (– 80 à – 100 °C) : compresseurs frigo...
esters (diesters) organiques	acceptable à bonne	bonne	bonne	bonne à très bonne	bonne à excellente	transmissions d'hélicoptères, moteurs à réaction, instrumentation, gyroscopes, fluides hydrauliques...
esters phosphates	acceptable	médiocre	acceptable	médiocre	acceptable	compresseurs, turbines à vapeur et à gaz, systèmes électro-hydrauliques...
polyglycols	médiocre	très variable	bonne	très bonne	bonne	réducteurs à vis, compresseurs, paliers à hautes températures, fluides hydrauliques peu inflammables...
<b>Caractéristiques pour choisir les huiles</b> : base minérale ou synthétique ; inhibée à la corrosion, au moussage ; non additivée ; additivée ou compoundée ; propriétés anti-usure, extrême pression, détergentes ; avec agent d'adhésivité ; avec améliorant de l'indice de viscosité...						

## Annexe II

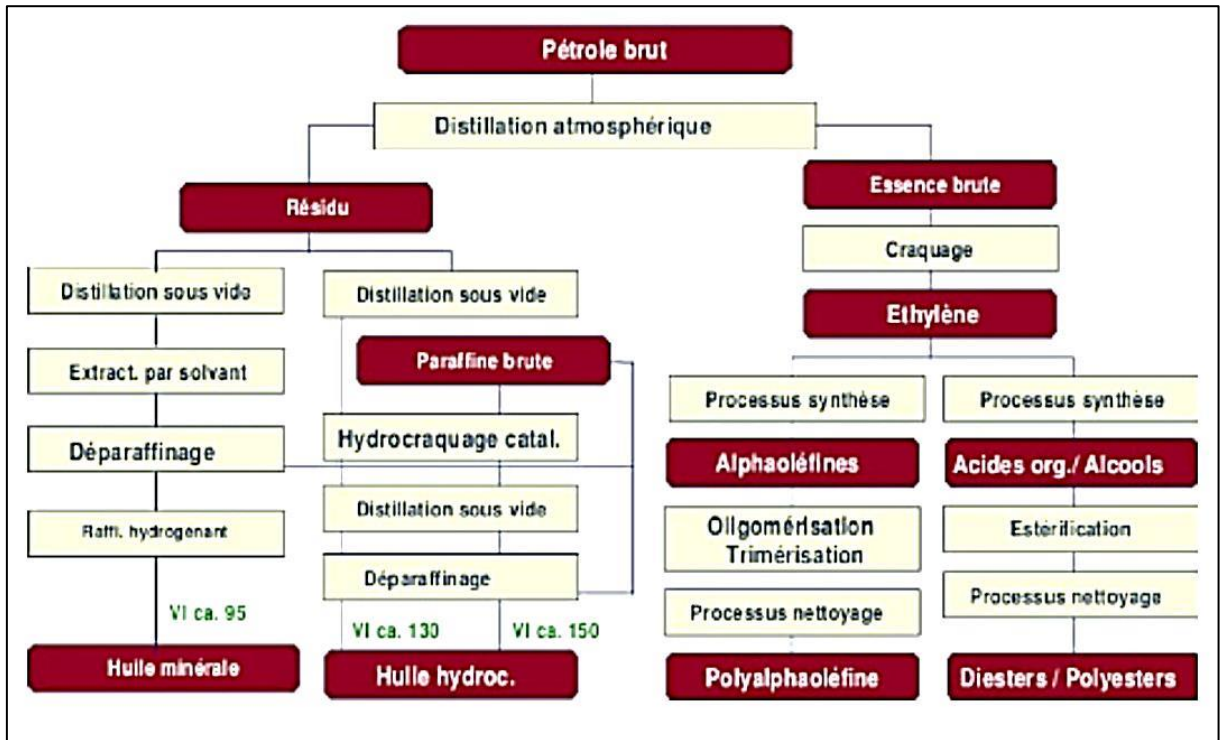


Figure II.1: Schéma des différentes méthodes de fabrication