REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA



Faculté de **T**echnologie

Mémoire de fin d'études de Master

Filière : Génie des procédés
Spécialité : génie des procédés des matériaux

Influence de la filtration par un tamis moléculaire sur les propriétés d'une huile usée

---

Présenté par

LAIDI Amine

Proposé et Dirigé par

BENREKIA Ahmed Redha

ALOUAOUI Redha

Promotion juin 2019

Remerciement

Je remercie tout d'abord ELLAH le tout puissant, de m'avoir guidé vers la science et le savoir et de m'avoir donné courage et volonté pour élaborer ce modeste travail.

Je tiens à exprimer le témoignage de toute ma gratitude et mes remerciements : A mes parents, pour leurs soutiens dans les moments difficiles, qui m'ont permis d'arriver là où je suis.

- ✓ *Que le Dieu les protège.*
- ✓ *Qu'ils trouvent ici l'expression de mon profond respect.*

A Mr BENREKIA Ahmed Redha Et Mr. ALOUAOUI Redha.

- ✓ *Pour m'avoir encadré et supervisé ce travail;*
- ✓ *Pour l'aide, les conseils et les encouragements qu'ils m'ont prodigués ;*
- ✓ *Mon respect et mes chaleureux remerciements*

A tous les membres du jury pour avoir bien voulu donner de leur temps pour lire et évaluer ce travail

- ✓ *Mes plus sincères remerciements*

Au personnel du hall technologie « Médéa » Pour leurs aides et leur patience.

- ✓ *Remerciements distingués*

Au personnel de laboratoire de la faculté de biologie « USTHB »

- ✓ *Qu'ils trouvent ici l'expression de mon profond respect.*

A toutes celles et ceux qui m'ont soutenues et aidés, de près ou de loin, dans l'élaboration de ce modeste travail.

- ✓ *L'expression de mes reconnaissances*

Dédicaces

Je dédié ce travail

A ma très chère mère

Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études.

A mon père

Aucune dédicace n'exprime l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

A mes chères sœurs : Mofida, Basma et Safaa

A mes tantes ; Aicha et Naima

A tous les membres de ma famille, veuillez trouver dans ce modeste travail l'expression de mon affection.

A mes professeurs : Leur générosité et leur soutien m'oblige de leurs témoigner mon profond respect et ma loyale considération

A madame lamara fatima zohra

A tous mes collègues de classe et mes amis

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce projet soit possible, je vous dis merci.

Amine

ملخص

الزيوت المستعملة هي جزء من حياتنا اليومية، فهي تشكل خطرا كبيرا على البيئة وحياة الإنسان. تم القيام بالكثير من العمل على الزيوت من مصادر مختلف يتم تجديدها في المختبرات والمقاييس الصناعية من خلال عمليات معقدة ومتميزة

الهدف من هذه الدراسة هو تسليط الضوء على ظاهرة مادية تتمثل في عدم استقرار رايلي تايلور واستغلالها في مجال هندسة الطرائق. هذه الطريقة أصلية بتكلفة منخفضة وإيجابية على البيئة. لذلك يكرس هذا العمل خصائص الزيوت المستعملة، وقياس الكثافة، وعامل النقل النسبي، والكثافة، ومؤشر الانكسار. الخصائص الطيفية أيضا: تحليل بالأشعة فوق البنفسجية المرئية والأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه و اللوني الطيفي المقترن بالكتلة.

الكلمات المفتاحية: زيوت التشحيم ، الخواص الفيزيائية والكيميائية لزيوت التشحيم ، عدم استقرار رايلي تايلور.

Résumé

Les huiles usagées font partie de notre quotidien, elles posent un immense danger sur l'environnement et sur la vie de l'être humain. Beaucoup de travaux ont été réalisé sur les huiles provenant de différentes sources. Elles sont régénérées aux échelles du laboratoire et industrielle par des procédés complexes et distincts.

L'objectif de cette étude la mise en évidence d'un phénomène physique qui est l'instabilité de Rayleigh-Taylor et son exploitation dans le domaine de génie des procédés. Cette méthode est originale d'un cout faible, positif sur l'environnement. Ce travail est donc dédie à la caractérisation d'huiles usées, mesuré la densité, le facteur de transmission relative, la densité, et l'indice de réfraction. Aussi caractérisations spectrométries : analyse UV Visible, Infra rouge à transformé de Fourier et chromatographie couplée de spectre de masse.

Mots clés : les huiles lubrifiants, propriétés physicochimiques des lubrifiants, L'instabilité Rayleigh-Taylor

Abstract :

Used oils are part of our daily lives, they pose a huge danger to the environment and the life of the human being. Much work has been done on oils from different sources. They are regenerated at laboratory and industrial scales by complex and distinct processes.

The objective of this study is to highlight a physical phenomenon that is Rayleigh-Taylor's instability and its exploitation in the field of process engineering. This method is original at a low cost, positive on the environment. This work is therefore dedicated to the characterization of used oils, measured the density, the relative transmission factor, the

density, and the refractive index. Also spectrometric characterizations: Visible UV analysis, Fourier transformed infrared and coupled mass spectral chromatography.

Key words: lubricating oils, physicochemical properties of lubricants, Rayleigh-Taylor instability

La table des matières

Remerciement
Dédicace
Résumé
Liste des figures
Liste des tableaux
Liste d'abréviations

Introduction générale 1

Recherche bibliographie
Chapitre I : Généralité sur les lubrifiants
I.1 Définition et description générale 4
I.2 Classification des lubrifiants 4
I.2.1 Selon l'origine 4
a. Lubrifiants d'origine végétale 4
b. Lubrifiants d'origine minérale 4
c. Lubrifiants d'origine synthétique 5
d. Lubrifiants d'origine animale 5
I.2.2 Selon SAE pour les huiles moteurs 6
I.3 La fabrication des huiles neuves 6
I.3.1 Huile de base minérale 7
a. Les bases minérales conventionnelles 7
b. Les bases minérales non conventionnelles 8
c. Les huiles minérales provenant de la régénération 9
I.3.2 Les huiles synthétiques 9
a. Polyalphaoléphines(PAO) 9
b Esters organiques 10
I.3.3 Les additifs 10
I.3.3.1 Classement des additifs 10
a. Les propriétés physiques 10
b. Les propriétés physico chimique 10
c. Les propriétés chimiques 11
I.4 Les tendances chimiques des huiles de bases 11
a. Les huiles paraffiniques 11
b. Les huiles naphténiques 11
c. Les huiles aromatiques 11

Chapitre II : La dégradation et la récupération des huiles
II.1 La dégradation des huiles de moteur 13
II.1.1 La neutralisation 13
II.1.2 L'hydrolyse 13
II.1.3 L'oxydation 13
II.1.4 Dégradation thermique 14
II.1.5 Lessivage par l'eau 14
II.1.6 Dépôt par sédimentation 14
II.1.7 Adsorption des agrégats 14
II. 2 La contamination de l'huile usagée 15
II.2.1 Effet des contaminants sur l'huile 16

a. L'eau 16
b. Particules de solide 16
c. Les contaminants liquides 16
II.3 La collecte 16
a. Détenteurs 16
b. Ramasseurs 17
c. Eliminateurs 17
II .3. 1 La collecte des huiles usagées dans certains pays de l'UE 17
a. En Allemagne 17
b. En Italie 18
c. Au Portugal 19
II.3. 2 La collecte des huiles usagées en Algérie 19
II.3. 3 Aspects règlementaire 20

Chapitre III : Les risques environnementaux des huiles usagées
III-1 Cinq pratiques non écologiques 21
a. La combustion non contrôlée 21
b. La mise en décharge 21
c. L'élimination au sol 22
d. Les égouts 22
e. L'épandage d'huile usagée sur les routes pour contrer la poussière 22
III-2 Toxicité vis-à-vis de l'homme 22
III-3 Toxicité vis-à-vis de l'environnement 24

Chapitre IV: Matériels et méthodes d'analyses
IV.1 Méthodes conventionnelles 25
IV.1.1 La viscosité cinématique ASTM D445 25
IV.1.1.1 L'appareillage 25
IV.1.1.2 Mode opératoire 25
IV.1.2 La transmission de la lumière par une solution 26
IV.1.2.1 Mode opératoire 26
IV.1.3 L'indice de viscosité(V.I) ASTM D2270 27
IV.1.4 La couleur 27
IV.1.5 La densité 27
IV.1.6 Point d'éclaire ASTM D92 28
IV.1.7 Le point de congélation ASTM D97 28
IV.1.8 L'indice de réfraction 29
IV.1.9 L'indice d'acide (ou d'acidité) 29
IV.1.10 L'indice de base (ou basicité) 30
IV.1.11 Teneur en cendres 31
IV.2 Méthodes spectroscopiques 32
IV.2.1 Spectroscopique UV visible 32
IV.2.1.1 Mode opératoire 32
IV.2.2 spectroscopique infra rouge IR 32
IV.2.2.1 Mode opératoire 33
IV.2.3 Analyse chromatographie 33
IV.2.3.1 Définition 33
IV.2.3.2 Principe 34
IV.2.3.3 Chromatographie en phase gazeuse (CPG) 34
IV.2.3.4 Spectrométrie de masse (SM) 34

IV.2.3.5 Protocole et les conditions utilisées 35

Chapitre V : Résultats et discussion
V.1 Technique expérimentale et lubrifiant de l'étude 37
V.2 Matériels utilisés 37
V.3 Protocol expérimental 37
V.3.1 Principe de L'IRT 38
V.3.2 Mode opératoire de filtration 38
V.4 Techniques des caractéristiques 40
V.4.1 Méthodes conventionnelles 40
V.4.1.1 La viscosité 40
V.4.1.2 La densité 41
V.4.1.3 L'indice de réfraction 42
V.4.1.4 La transmission 43
V.4.1.5 La couleur 44
V.4.2 Méthodes spectroscopies 44
V.4.2.1 Spectrométrie UV-Visible 44
V.4.2.2 Spectrométrie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF) 44
V.2.2.1 L'absorbance de l'huile neuve 47
V.2.2.2 L'absorbance d'huile usagée 48
V.2.2.3 L'absorbance d'huile après 1ère itération de filtration 49
V.2.2.4 L'absorbance d'huile après 2ème itération 50
V.2.2.5 L'absorbance d'huile après 3ème itération de filtration 51
V.2.2.6 L'absorbance d'huile après 4ème itération de filtration 52
V.2.2.7 L'absorbance d'huile après 5ème itération de filtration 53
V.2.2.8 L'absorbance d'huile après 6ème itération de filtration 54
V.2.2.9 L'absorbance d'huile après 7ème itération de filtration 55
V.2.2.10 L'absorbance d'huile après 8ème itération de filtration 56
V.2.3 Identification des composants des huiles par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC/MS 57
V.2.3.1 Chromatogramme CPG de l'huile neuve type 15W40 57
V.2.3.2 Chromatogramme CPG de l'huile usée type 15W40 66
V.2.3.3 chromatogramme CPG de l'huile filtrée type 15W40 65

Conclusion générale 69

Bibliographique
Annexe

La liste des figures

Figure I.1 : Procédés de production du liquide de base à partir du pétrole brut…….7

Figure I.2 : Schéma de fabrication des huiles minérales conventionnelles…….8

Figure I.3 : Schéma de fabrication des huiles de bases non conventionnelles……....9

Figure II.1 : Classification des contaminants des huiles usagées……..15

Figure IV.1 : Viscosimètre rotatif PT……25

Figure IV.2 : Schéma de dispositif expérimentale de l'étude de phénomène de la transmission de la lumière par un solution ……..…26

Figure IV.3 : Schéma de principe de spectrométrie IR……..33

Figure IV.4 : Présentation schématique d'un spectromètre de masse …….……..35

Figure V.1 : Présentation de l'instabilité de Rayleigh Taylor……....38

Figure V.2 : Protocole expérimentale…….39

Figure V.3 : l'évolution de la viscosité en fonction de nombre d'itération à v = 30rd/min....41

Figure V.4 : L'évolution de densité en fonction de nombre d'itération de filtration…….....42

Figure V.5 : l'augmentation de l'indice de réfraction en fonction de nobmre d'itération.....43

Figure V.6 : L'évolution de facteurs de transmission……....44

Figure V.7 : comparaison des spectres IRTF d'huiles neuve de type15W40, usée et filtrée..45

Figure V.8 : L'absorbance d'huile neuve type 15W40……..….46

Figure V.9 : L'absorbance d'huile usée type 15W40……..……...…....47

Figure V.10 : L'absorbance d'huile de 1ère itération de filtration……..…….49

Figure V.11 : L'absorbance de l'huile de 2ème itération de filtration …….……..……..50

Figure V.12 : L'absorbance d'huile de 3ème itération de filtration……..……....51

Figure V.13 : L'absorbance de l'huile de 4ème itération de filtration……..……....52

Figure V.14 : L'absorbance de l'huile de 5ème itération de filtration……..……....53

Figure V.15 : L'absorbance de l'huile de 6ème itération de filtration……..…...….54

Figure V.16: L'absorbance de l'huile de 7ème itération de filtration ……...……55

Figure V.17 : L'absorbance de l'huile de8ème itération de filtration ……...……56

Figure V.18: Le chromatogramme de l'huile neuve type 15W40……...……....57

Figure V.19 : Spectre de masse pour temps de rétention = 35.12 min……...58.

Figure V.20 : Spectre de masse pour temps de rétention = 39.07 min……...58.

Figure V.21 : Spectre de masse pour temps de rétention = 42.26 min……..…….59

Figure V.22 : Spectre de masse pour temps de rétention = 45.74 min……..…….59

Figure V.23 : Spectre de masse pour temps de rétention = 46.23 min……..…….....60

Figure V.24: Le chromatogramme de l'huile usée type 15W40……..……...60

Figure V.25 : Spectre de masse pour temps de rétention = 6.75 min……..……..….61

Figure V.26 : Spectre de masse pour temps de rétention = 35.10 min……..…….61

Figure V.27 : Spectre de masse pour temps de rétention = 39.05 min……..…….....62

Figure V.28 : Spectre de masse pour temps de rétention = 42.26 min……..…….62

Figure V.29 : Spectre de masse pour temps de rétention = 45.76 min……..…….63

Figure V.30 : Spectre de masse pour temps de rétention = 46.22 min……..…….64

Figure V.31: Le chromatogramme de l'huile filtrée type 15W40……..……....65

Figure V.32 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 6.74 min……...65

Figure V.33 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 35.14 min…....66

Figure V.34 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 42.26 min…….67

Figure V.35 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 45.76 min……67

La liste des tables

Tableau I-1 : Classification SAE pour les huiles pour moteurs ……..…..5

Tableau IV.1 : Densité d'huiles de grade SAE……...…….…28

Tableau IV.2 : Principales méthodes normalisés de détermination de l'indice de base…...30

Tableau IV.3 : valeurs typiques des teneurs en cendres sulfatées d'huiles moteur…..…...31

Tableau V.1 : Les caractéristiques des huiles neuve, filtrée, de vidange type 15W40……..39

Tableau V.2 : Les valeurs de la viscosité obtenues……...….39

Tableau V.3 : les valeurs de densité obtenue…….....40

Tableau V.4 : les valeurs de l'indice de réfraction obtenue……..41

Tableau V.5 : les valeurs de facteurs de transmission obtenue……..42

Tableau V.6 : L'interprétation de l'absorbance d'huile neuve……...46

Tableau V.7 : L'interprétation de l'absorbance d'huile neuve……...47

Tableau V.8 : L'interprétation de l'absorbance d'huile usagée……..48

Tableau V.9 : L'interprétation de l'absorbance d'huile usagée……..48

Tableau V.10 : L'absorbance d'huile de 1ère itération de filtration……49.

Tableau V.11 : L'absorbance d'huile de 1ère itération de filtration……50

Tableau V.12 : L'absorbance d'huile de 2ème itération de filtration……...…51

Tableau V.13 : L'absorbance d'huile de 2ème itération de filtration……..51

Tableau V.14 : L'absorbance d'huile de 3ème itération de filtration……..52.

Tableau V.15 : L'absorbance d'huile de 3ème itération de filtration……..52

Tableau V.16 : L'absorbance d'huile de 4ème itération de filtration……..53.

Tableau V.17 : L'absorbance d'huile de 4ème itération de filtration……..53

Tableau V.18 : L'absorbance d'huile de 5ème itération de filtration……..54

Tableau V.19 : L'absorbance d'huile de 5ème itération de filtration……..54.

Tableau V.20 : L'absorbance d'huile de 6ème itération de filtration……..55

Tableau V.21 : L'absorbance d'huile de 6ème itération de filtration……..…55.

Tableau V.22 : L'absorbance d'huile de 7ème itération de filtration……..56

Tableau V.23 : L'absorbance d'huile de 7ème itération de filtration……..56

Tableau V.24 : L'absorbance d'huile de 8ème itération de filtration……..57

Tableau V.25 : L'absorbance d'huile de 8ème itération de filtration……...57

Tableau V.26 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 35.12 min……58

Tableau V.27: L'interprétation de SM pour temps de rétention = 39.07 min…….58

Tableau V.28 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 42.26 min……59

Tableau V.29 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 45.74 min……....59

Tableau V.30 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 46.23 min……60

Tableau V.31 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 6.75 min……..61

Tableau V.32 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 35.10 min……....62

Tableau V.33 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 39.05 min……62

Tableau V.34 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 42.26 min……63

Tableau V.35 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 45.76 min……63

Tableau V.36 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 46.22 min……64

Tableau V.37 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 46.22 min……66

Tableau V.38 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 35.10 min……66

Tableau V.39 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 42.26 min……67

Tableau V.40 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 42.26 min……68

Liste des tables

La liste des abréviations

Symbole	Significations
ACEA	Association des Constructeurs Européens d'automobiles
API	American Petrolium Institute
ASTM	America Society of Testing Materiels
Bap	Benzo a pyrène
CCMC	Comité des Constricteurs d'automobile du marché commun
CIRC	le centre international de recherche sur le cancer
CNTPP	Centre national des technologies de production plus propre
COOU	Le consortium obligatoire des huiles usagées
FNDEP	Fonds national de l'environnement et de la dépollution
GC	Chromatographie phase gazeuse
GPEM	Groupe permanent d'étude des marchés (France)
HAP	Hydrocarbures polycycliques aromatiques
IR	Infra Rouge
ISO	Internationel Organization for Standardization
IV	Indice de Viscositey
MW	Miga Watt (unité de mesure)
NF	Norme Française
PAO	Polyalphaoléfine
SAE	Society of Automotive Engineers
SM	Spectromètre de masse
SSU	Second Saybolt Universal
UE	Union Européen
UV	Ultra Violet

Introduction Générale

Les huiles font partie de notre quotidien. La recherche scientifique sur les lubrifiants est variée et aussi ancienne que l'histoire de l'humanité qui nous a été transmise. Les Chinois tiraient déjà profit en 3500 avant *Jésus-Christ* de l'effet de lubrification de l'eau, les Égyptiens utilisaient en 1400 avant *Jésus-Christ* de la graisse animale ou de l'huile d'olive mélangée avec de la chaux pulvérisée pour leurs chars de guerre; en 780 avant *Jésus-Christ*. Les Chinois découvrirent les propriétés antifriction d'un mélange d'huile végétale et de plomb, et ce, depuis plus de 100 ans.

Dans la définition moderne, le terme "lubrifiant" comprend des produits qui sont utilisés pour le graissage d'éléments glissants et roulants. Cependant, le terme lubrifiant est attribué également à des produits apparentés qui sont identiques dans la composition, la fabrication et les propriétés, mais servent à la transmission de la force, à la conduction de la chaleur, au refroidissement en tant qu'huiles isolantes, produits anticorrosion ou de produits auxiliaires pour les processus industriels sous le nom de "huiles de procédé"[1].

Les huiles sont des liquides gras à température ambiante et qui ne se mélange pas à l'eau, visqueux, d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique. Elles se différencient des graisses qui sont pâteuses dans les conditions normales d'utilisation. Les huiles minérales sont obtenues par distillation du pétrole, et servent essentiellement comme lubrifiants des organes mécaniques des machines et des moteurs. Elles sont également souvent utilisées dans l'industrie de peinture, de savonnerie, de pharmacie et dans les produits cosmétiques.

Les huiles lubrifiants sont indispensables pour assurer le bon fonctionnement du moteur, elles sont constituées de 70 à 85% d'huile de base auxquels sont ajoutés de 15 à 25% d'additifs convenablement choisis pour qualifier le lubrifiant à assurer sa fonction. Elles 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 soumis 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. [3]

Comme la plupart des produits de consommation, les huiles lubrifiantes ont une durée de vie limitée. On trouve de l'huile usagée sur tout le territoire : dans chaque garage,

concessionnaire automobile, aérodrome, port, restaurant *etc.* Cette huile est bien souvent considérée comme un déchet, ne doit être ni abandonné, ni brûlé à l'air libre, et il ne doit pas être déversé dans les réseaux d'évacuation d'eaux usées, ni rejeté dans le milieu naturel ou avec les ordures ménagères. Cependant, un litre d'huile déversée dans l'évier peut contaminer jusqu'à 1 million de litres d'eau, autrement dit la quantité nécessaire pour répondre aux nécessités d'un être humain pendant 14 ans. Quand on éparpille de l'huile dans la nature, la pollution des sols et des ressources d'eau est spontanée. Les matières organiques diminuent le taux en oxygène dans l'eau et engendrent l'asphyxie des organismes vivant dans l'eau, causant de façon directe la mort de nombreux poissons. [4]

En Algérie, la quantité moyenne des huiles usagées récupérées par NAFTAL (2009), est de 12 000 tonnes par ans, ce qui représente 27 % de la quantité des huiles usagées générées sur la vente de l'entreprise en question. Ce taux a été doublé par rapport aux années précédentes où la collecte représente uniquement 14 %. Les capacités de stockage sont estimées à 12 426 m^3 (3476 m^3 pour les dépôts primaires et à 8 950 m^3 pour les dépôts portuaires). On évoque moins souvent les problèmes des déchets de l'automobile qui, dans notre pays, sont devenus un véritable problème.

Selon des sources du Centre national des technologies de production plus propre (CNTPP), les huiles usagées peuvent suivre différentes filières de traitement. La valorisation énergétique consiste à utiliser l'huile usagée, éventuellement prés-traitée comme combustible dans les cimenteries et les chaudières. Le pouvoir calorifique d'une huile usagée est équivalent à celui d'un combustible traditionnel.

Le recyclage est une forme de valorisation en raffinerie qui consiste à injecter une partie d'huiles usagées dans le résidu atmosphérique. Afin qu'elles soient soutirées avec les distillats sous vide du brut. Ensuite, utiliser comme charge catalytique et la régénération consiste à retraiter les huiles usagées en vue de produire des huiles de base [5].

Le but de ce travail consiste dans un premier temps à effectuer des analyses sur l'huile usée pour connaître les différentes caractéristiques de cette huile. Dans un second temps nous allons filtrer cette huile avec le blanc d'œuf utilisé comme un tamis moléculaire en tirant profit des instabilités de Rayleigh-Taylor

Le document présenté est organisé en cinq chapitres encadrés par cette introduction et la conclusion générale :

- Les trois premiers chapitres sont destinés à la découverte et à la présentation des huiles usagée. Il débute par une présentation sommaire des huiles sur lesquelles nous travaillons. Il permet de fixer quelques termes de vocabulaire et de mettre en évidence les applications actuelles ou envisagées pour les huiles usagées.
- Pour la réalisation de cette étude, nous avons eu recours à des techniques expérimentales et analytiques diverses et variées qui sont décrites dans le quatrième chapitre.
- Le cinquième chapitre est entièrement consacré pour l'étude de la méthode de filtration des huiles de moteur, et pour les résultats obtenus.

Chapitre I
Généralités sur Les Lubrifiants

I.1. Définition et description générale :

Un lubrifiant du mot latin « lubricus » est un produit qui, interposé entre les surfaces flottantes d'un mécanisme, en facilite le fonctionnement.

On considère que qu'un lubrifiant doit remplir cinq fonctions principales :

- ✓ Réduire les frottements parasites ou résistances passives.
- ✓ Protéger le moteur contre l'usure de toute nature.
- ✓ Contribuer à l'étanchéité maximale.
- ✓ Concourir à l'équilibre thermique du moteur.
- ✓ Evacuer toutes les impuretés.

Bien que la partie la plus importante d'utilisation en lubrifiant réside dans les moteurs à combustion, les boites de vitesse, les compresseurs et les systèmes hydrauliques. [1]

I.2. Classification des lubrifiants :

I.2.1. Selon l'origine :

Les lubrifiants peuvent classées selon leur origine, végétale, minérale ou synthétique, ou selon leur présentation liquide, pate, ou solide.

a. Lubrifiants d'origine végétale :

Ce sont en général des combinaisons d'acides gras peu ou pas estérifiés. Certains sont encore largement utilisés en addition dans les huiles de pétrole ou dans les graisses :

- ✓ Liquides : huiles semi siccatives (s'épaississant par oxydation) de coton, de colza, huiles non siccatives d'arachide, d'olive, et surtout de ricin intéressante par sa forte viscosité et la possibilité de l'utiliser dans une large gamme de température ;
- ✓ Pâteux : huile de palme, de coco et de coprah, liquides aux températures tropicales mais pâteuses dans les pays froide ;
- ✓ Solide : résines et colophanes tirées du pin, pouvant résister à l'eau.

b. Lubrifiants d'origine minérale :

- ✓ Liquides : huile de houille, de schiste, utilisables comme produits de remplacement, et surtout huiles de pétrole ;

- ✓ Pâteux : vaseline ;
- ✓ Solides : soufre utilisé autrefois pour sauver les paliers endommagés, talcs, mica, bisulfures de molybdène et de tungstène, graphite, sulfure de plomb, oxyde de zinc.

c. Lubrifiants d'origine synthétique :

- ✓ Liquides : silicones, poly glycols, esters phosphoriques, esters aliphatiques,

  Polyoléfines, métaux liquides ;

- ✓ pâteux : verres ; borates et oxydes de bore B_2O_3 (pâteux à chaud) ; graisses silicones
- ✓ Solides : polyéthylènes, polytétrafluoroéthyène (PTFE), savon (stéarates de zinc, de calcium, d'aluminium, etc.), oxyde de plomb (PbO), disulfure de tungstène, phtalocyanine, fluorure de graphite, fluorures de calcium, de baryum et lithium, nitrure de bore.

d. Lubrifiants d'origine animale:

- ✓ Liquides : oléines, huiles de lard, de pied de bœuf ou de mouton, etc., très onctueuses, huiles de poisson, de baleine, de phoque, glycérine autrefois utilisée pour son point de congélation très bas ;
- ✓ Pâteux : oléostéarines, suifs (qui deviennent très acides par oxydation), suintines et brais résultant du traitement de la laine, lanoline très utilisée dans les produits antirouille car elle absorbe d'eau ;
- ✓ Solides : stéarine, dont l'usage est restreint à la formulation de graisses très dures [7]

I.2.2. Selon SAE pour les huiles du moteur :

Tableau I.1 : Classification SAE pour les huiles pour moteurs [1]

Grade SAE	Viscosité cinématique à 100 ^{0}C [cSt]		Viscosité dynamique [Pa.S] à la température maximale de fonctionnement
	Mini	Max	
0W	3.8	-	32.5 à -30 ^{0}C
5W	3.8	-	35 à -25 ^{0}C
10W	4.1	-	35 à -20 ^{0}C
15W	5.6	-	35 à -15 ^{0}C
20W	5.6	-	45 à -15 ^{0}C
25W	9.3	-	60 à -5 ^{0}C
20	5.6	9.3	-
30	9.3	12.5	-
40	12.5	16.3	-
50	21.9	21.9	-
60	26.1	26.1	-

I.3. La fabrication des huiles neuves :

Les huiles de base pour moteur sont tirées des fractions lubrifiantes obtenues par distillation sous vide du « brut réduit », c'est-à-dire du pétrole brut dont les gaz et les produits blancs ont été retirés au préalable par distillation sous pression atmosphérique. [1]

Le schéma suivant représente le principe de fabrication :

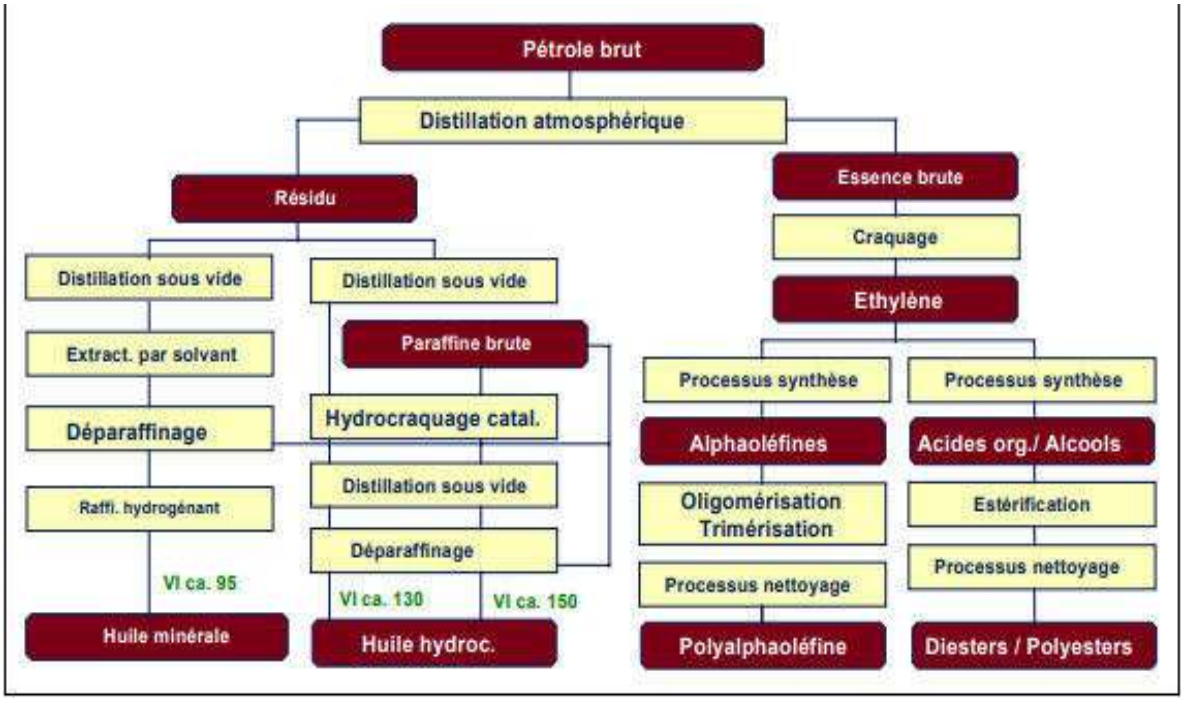


Figure I.1 : Procédés de production du liquide de base à partir du pétrole brut [1]

I.3.1.Huiles de base minérale :

a. Les bases minérales conventionnelles :

La gamme de viscosité recherchée pour lubrifier les moteurs implique de prélever sur le pétrole brut qui alimente la raffinerie une fraction se situant entre le gazole et la fraction résiduaire, l'huile ne devant être ni trop volatile, ni trop visqueuse. En pratique, la fraction huiles est obtenue et séparée en coupes au niveau de la colonne de distillation sous vide, qui est alimentée par le résidu de la colonne « atmosphérique ». L'huile présente dans la fraction résiduaire est obtenu par un désalphatage au propane, qui correspond à la fraction d'huile la plus visqueuse récupérable. Les distillas sous vide ainsi obtenus ne peuvent convenir en l'état et doivent subir les traitements suivant :

- Afin de diminuer la variation de viscosité de l'huile avec la température, on procède à une extraction partielle des structures aromatiques par un solvant : phénol, furfurol, ou encore la méthyl-2-pyrrolidone.
- Les structures paraffiniques à longues chaines étant responsables de points d'écoulement trop élevés, on procède à l'élimination de celles-ci soit par l'opération de déparaffinage, soit par un traitement catalytique.

- Les caractéristiques viscosimétriques et de point d'écoulement étant acquises, un traitement de finition et généralement appliqué mettant en œuvre une hydrogénation catalytique douce. [6]

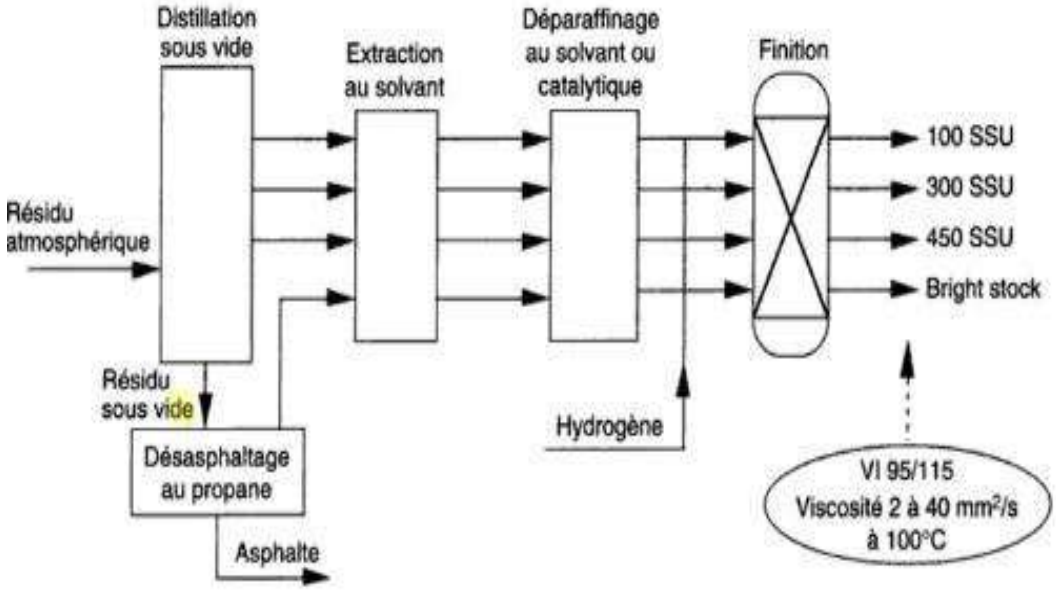


Figure I. 2 : Schéma de fabrication des huiles minérales conventionnelles [6]

b. les bases minérales non conventionnelles :

On désigne par non conventionnelles les huiles minérales obtenues par hydrotraitement (et déparaffinage) en substituant du procédé d'extraction au solvant. Un avantage immédiat résulte de l'amélioration du rendement en huile, puisque l'hydrotraitement permet d'obtenir les propriétés viscosimètres recherchées (indice de viscosité supérieure à 95 et pouvant atteindre 130 à 140) par la transformation partielle des molécules, sans que l'on ait à extraire une fraction du produit.

L'objectif est d'obtenir un bon indice de viscosité (VI) avec le minimum de longues chaines paraffiniques qui sont éliminées au niveau du déparaffinage. L'hydrotraitement permet par ailleurs, de réduire fortement la teneur en soufre et en azote qui sont éliminés sous forme d'H_2S et NH_3. [6]

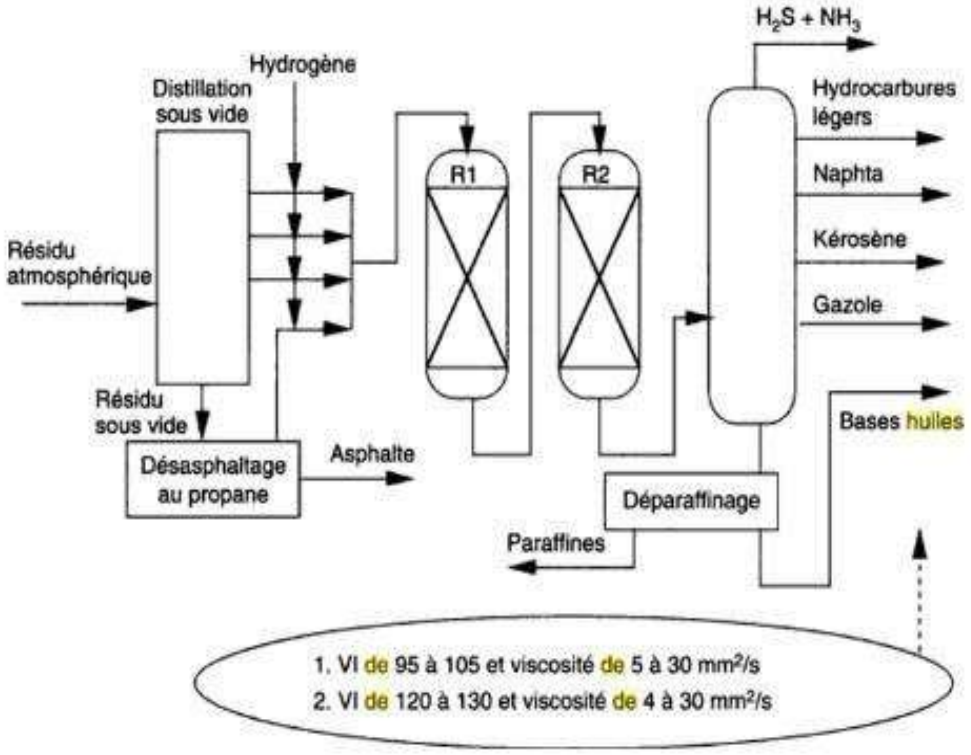


Figure I. 3 : Schéma de fabrication des huiles de bases non conventionnelles [6]

c. Les huiles minérales provenant de la régénération (ré-raffinage) :

Les huiles usagés, en stations-service et chez les gros utilisateurs, peuvent être régénérées en éliminant les 15 à 20% d'impuretés et additives quels contiennent. Ces bases minérales régénérées ont des caractéristiques comparables à celles des bases minérales conventionnelles lorsque le traitement a été convenablement conduit. [7]

I.3.2. Les huiles synthétiques :

Les huiles synthétiques sont fabriquées par voie chimique par la confusion de molécules spéciales d'hydrocarbures dans le cadre d'un processus à plusieurs étapes. À partir de là, on peu composer un produit de structure moléculaire et de longueur de chaines quelconques avec des propriétés remarquables et toujours uniformes. Dans le cas d'huiles de synthèses, on utilise principalement des polyalphaoléfines (PAO), appelés souvent également hydrocarbures synthétiques, ou des esters. [1]

a. Polyalphaoléfines (PAO) :

Dans cette classe de composés, on trouve des substances liquides et identiques à la paraffine, qui se composent seulement de carbone et d'hydrogène et présent une certaine viscosité, un indice de viscosité élevée et un point d'écoulement bas en raison de la longueur de chaine, du degré de ramification et la position des ramifications.

b. Esters organiques :

Contrairement aux polyalphaoléfines, les esters contiennent également de l'oxygène et sont obtenus par la réaction d'un alcool avec un acide organique. Pour fabriquer des lubrifiants, on utilise surtout des esters d'acide carboxylique, que l'on peut subdiviser à leur tour en diesters et polyesters sur la base de leur structure chimique. Les propriétés de ces esters sont donc également différentes, mais en général, les deux types présentent une bonne tenue viscosité-température, un faible point d'écoulement et une excellente résistance au vieillissement. [1]

Ces quatre produits de base sont utilisés aussi bien sous une forme pure que dans différentes mélanges entre eux comme liquides de base pour la fabrication des lubrifiants.

I.3.3 Les additifs :

Il y a déjà plus que cinquante temps que les procédés de raffinage des fractions lubrifiantes du pétrole on atteint un haut degré de perfection qui ne permettait plus d'envisager de nouvelles améliorations des performances des huiles moteurs. C'est une des raisons de la création des additifs, ou dopes, qui possèdent la particularité de modifier très sensiblement les caractéristiques du lubrifiant pour des quantités de 1 à 20 % (présence en masse).

I.3.3.1 Classement des additifs :

Les additifs pour huiles moteurs peuvent être classés selon qu'ils agissent sur :

a. Les propriétés physiques :

C'est-à-dire : la couleur, la viscosité et l'indice de viscosité, et la congélation.

b. Les propriétés physico-chimiques :

Tel que :

- Le pouvoir dispersif

- La réduction de frottement et l'usure
- Le pouvoir antirouille
- La résistance au moussage

c. Les propriétés chimiques :

- La résistance à l'oxydation et à la corrosion. [8]

I.4. Les tendances chimiques des huiles de bases :

Les huiles de base répondant à trois grandes tendances chimiques de caractères spécifiques particuliers, ce sont

a. Les huiles paraffiniques :

Ces types d'huiles sont produits soit par hydrocraquage ou par un procédé d'extraction. La plupart des molécules hydrocarbonées d'huiles de paraffine ont non structure en anneau à longue chaine. Les huiles paraffiniques sont relativement visqueuses et résistantes à l'oxydation.

Les huiles paraffiniques possèdent un point d'éclair élevé et point d'écoulement élevé. Les huiles paraffiniques sont utilisés pour la fabrication d'huiles moteur, les lubrifiants industriels et en tant que traitement d'huiles dans les industries de caoutchouc, de textile et du papier.

b. Les huiles naphténiques :

Elles sont fabriquées à partir de distillats de pétrole brut. La plupart des molécules d'hydrocarbures d'huiles ont une structure cyclique saturée.

Huiles naphténiques possèdent une faible viscosité, point d'éclair et un point d'écoulement bas et disposent d'une résistance à l'oxydation. Les huiles naphténiques sont utilisées dans des applications à des températures modérées, principalement pour la fabrication d'huiles de transformateurs.

c. Les huiles aromatiques :

Les huiles aromatiques sont produites de processus de raffinage dans la fabrication des huiles de paraffine. La plupart des molécules d'hydrocarbures aromatiques des huiles non saturées ont une structure en anneau.

Huiles aromatiques sont sombres et ont un point d'éclair élevé. Elles sont utilisées pour fabriquer les composés d'étanchéité, les adhésives comme le caoutchouc et la production d'asphalte. [8]

Chapitre II
La dégradations et la Récupérations des Huiles Usagées

II.1 La dégradation des huiles de moteurs :

Dans cette partie, on pose la question suivante : comment l'huile se dégrade-t-il ? En d'autres mots, quelle est les mécanismes de l'épuisement et de la, les mécanismes qui nous examinerons sont les suivantes :

a. La neutralisation :

De nombreux carburants contiennent toujours de petites quantités de soufre. On utilise toujours des carburants contenant plus de 0.5% de soufre. Au cours des combustions**,** le soufre est oxydé et forme des oxydes de soufre qui réagissent à leur tour avec la vapeur d'eau pour formés des oxoacides de soufre. Ces acides ne sont bons ni pour les machines ni pour l'huile.

b. L'hydrolyse :

L'hydrolyse est la réaction des certains additifs à l'eau qui entrains leur décomposition. Il s'agit d'une réaction chimique de l'eau qui altère la composition chimique de l'additif ou de l'huile de base. Par exemple, les esters sont formés par la réaction chimique d'un acide avec un alcool, avec perte consécutive d'une molécule d'eau. Cette réaction est réversible et en rajoutant de l'eau à un ester, on peut le décomposer en ses constituants initiaux, alcool et acide. Ce processus s'appelle l'hydrolyse.

c. L'oxydation :

L'oxydation peut provoquer une modification fondamentale de l'huile de base du lubrifiant et c'est la raison pour laquelle les huiles, même très propres et très bien entretenues, finissent pas s'user et doivent être changées. L'oxydation est la réaction entre l'huile de base du lubrifiant (et ses additifs) et l'oxygène qui se trouve dans l'atmosphère. L'air que nous respirons est constitué d'environ 20 % d'oxygène. C'est l'élément gazeux qui nous permet de vivre sur terre et il est également responsable de la combustion des carburants dans les voitures et bus que nous conduisons ainsi que dans les camions et bulldozers que nous exploitons. La vitesse de réaction de l'huile avec l'oxygène dépend de manière critique de la température à laquelle cette réaction a lieu : plus la température est élevée, plus l'huile s'oxyde rapidement.

d. Dégradation thermique :

Le principal effet de l'oxydation et de la perte de stabilité thermique (parfois appelée perte des fractions légères) est une augmentation de la viscosité. Une viscosité augmentée peut provoquer une cavitation de la pompe à huile, une mauvaise fluidité au démarrage, une augmentation de la consommation de carburant et la réduction de la capacité de l'huile à éliminer l'eau et l'air. C'est lorsque la fluidité est médiocre, en raison d'une viscosité augmentée et des démarrages à froid, qu'un moteur s'use le plus.

e. Lessivage par l'eau :

Alors que l'hydrolyse implique la décomposition chimique de l'huile sous l'action de l'eau, le lessivage à l'eau constitue l'élimination matérielle des additifs de l'huile. Pratiquement tous les additifs sont formulés de manière à être solubles dans l'huile de base du lubrifiant et n'auront qu'une solubilité limitée dans les solutions aqueuses (à base d'eau). Certains additifs, toutefois, sont sélectivement solubles dans l'eau. Cela signifie que certains additifs peuvent finir par se dissoudre dans l'eau, ce qui les élimine de l'huile. L'eau n'étant généralement pas soluble dans l'huile à forte concentration, ce processus a pour résultat le lessivage des additifs de l'huile par l'eau. L'hydrolyse est la dégradation chimique des additifs. Le lessivage est leur élimination physique par l'eau.

f. Dépôt par sédimentation :

Certains additifs, comme les dispersants, fonctionnent en maintenant les contaminants, comme les boues, en suspension. Cependant, lorsque les additifs commencent à s'épuiser, les boues tendent à s'agglomérer et finissent par se séparer de l'huile et par sédimenter, formant des dépôts sur les surfaces métalliques et se rassemblant au fond du carter. D'autres additifs possédant des propriétés inter faciales, comme les additifs antis mousses et les dés émulsifiants, peuvent également être enclins à sédimenter.

g. Adsorption des agrégats :

Souvent le laboratoire reçoit un sachet plein d'une boue ressemblant fort à de la graisse et présentant une texture et une sensation très similaires. Le client veut savoir ce qui contamine le système de lubrification. Invariablement, la boue est un mélange de très fines particules d'usure (d'une taille inférieure à 5 microns, généralement du fer), de grosses

poussières, avec des traces d'eau et certains résidus d'huile. Cette mixture est liée par l'huile elle-même, un peu de la même manière que le lait lie la farine dans une pâte à gâteau. Le fond de la plupart des carters contiendra des concentrations variées de cette boue et les additifs de surface actifs seront attirés par ces agrégats et éliminés de l'huile, ou décapés. Des résidus d'huile feront également partie de l'ensemble des additifs des lubrifiants. [9]

II.2 La contamination de l'huile usagée :

En ce qui concerne la contamination, on peut citer :

- Les poussières atmosphériques passant malgré la filtration de l'air par l'entrée principale ou par les évents de carter de l'huile.
- Les pates de rodage de soupape, les particules de grenaillage.
- L'eau de circuit de refroidissement dont l'action est principalement une dégradation des propriétés des huiles. De l'eau peut aussi provenir de condensations à l'intérieur du moteur lorsque celui-ci fonctionne à température trop base.
- Les résidus de combustion qui contaminent et dégrade de l'huile.

Touts ces particules peuvent provoquer de l'usure par érosion. [10]

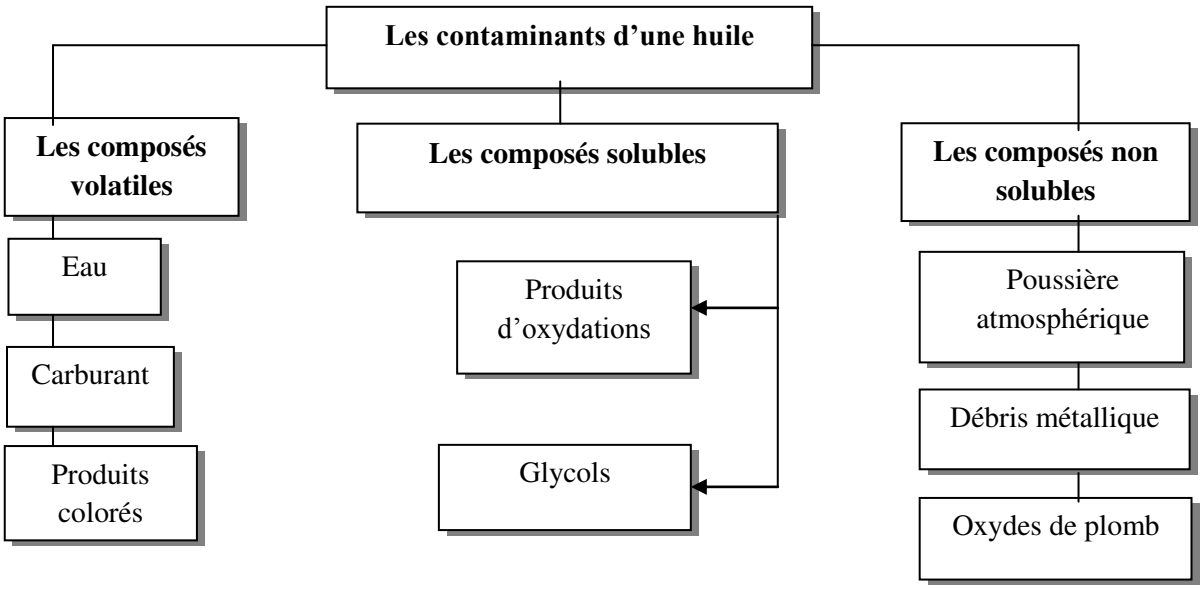


Figure II.1: Classification des contaminants des huiles usagées [10]

II.2.1 Effet des contaminants sur l'huile :

Les propriétés de l'huile de lubrification sont affectées par les contaminants qui peuvent se produire pendant le fonctionnement du moteur. Les effets des contaminants sont les suivantes :

a. L'eau :

Même en petite gouttes, l'eau cause le roulement du fer ou de l'acier. L'eau ce traduit également dans la formation d'émulsion, qui peut obstruer le passage d'huile, des vannes de la pompe et d'autres équipements de manutention d'hydrocarbures. L'eau contribue également aux problèmes écumant.

b. Particules de solide :

De la saleté, de la poussière, de la granulation et des fragments métalliques, qui ont été dispersé par lubrifiant, ces contaminants provoquent une usure excessive, marquage de la surface de roulement, et l'échec possible en raison de la saisie de la fatigue du métal.

c. Les contaminants liquides :

Tels que le carburant non brulé des moteurs diluent l'huile de lubrification et réduire probablement leur viscosité au-delà d'une charge sure. Contaminants du lubrifiant avec de l'huile lourd augmente la viscosité d'huile et interfèrent la circulation d'huile. Ce qui affecte la vanne et de capacité de Transfer de chaleur de lubrification. [11]

II.3 La collecte:

Le décret modifier n^0 79-981 du 21 novembre 1979 portant la réglementation de la récupération des huiles usagées, dont le rejet dans le milieu naturel est interdit. Il est important de souligner que la collecte constitue la première étape du processus de récupération des huiles usagées.

Les dispositifs de la récupération des huiles usagées sont décrits comme :

a. Détenteurs :

Toutes les personnes physiques ou morales qui accumulent, dans leurs propres établissements, des huiles usagées en raison de leur activité professionnelle, ils doivent

recueillir les huiles usagées provenant de leurs installations et les stocker dans des conditions de séparation satisfaisantes, évitant notamment les mélanges avec de l'eau ou tout autre déchet non huileux, ils doivent dispose d'installations étanches permettant la conservation des huiles et qui doivent être accessibles aux véhicules qui assurent le massage.

b. Ramasseurs :

Toutes personnes physiques ou morales qui assurent la collecte auprès de détenteurs d'huiles usagées et le transport jusqu'au point d'élimination. [12]

Les ramasseurs agrées sont responsables de la collecte de toutes les huiles usagées produites dans la zone pour laquelle ils ont reçu l'agrément. Ils doivent procéder dans un délai de quinze jours à l'enlèvement de tout lot d'huiles usagées d'un volume supérieur é 600 litres qui leur proposé. De plus, ils ne peuvent « exiger du détenteur une rétribution pour l'enlèvement des huiles qui ne contiennent pas plus de 5%d'eau pour les qualités moteurs ».

C. Eliminateurs :

Toutes personnes physiques ou morales qui exploitent une installation de traitement d'huiles usagées, pour laquelle un agrément leur à été délivré par le ministère de l'environnement. [13]

II.3.1 La collecte des huiles usagées dans certains pays de l'UE :

a. En Allemagne :

- **Collecte de l'huile usagée issue des particuliers :**

Les huiles usagées des ménages (huiles de moteurs et de boites de vitesses) sont reprises gratuitement dans des points de collecte mis en place par les distributeurs. Les distributeurs financent ensuite la collecte et le traitement des huiles.

- **Collecte des huiles usagées des entreprises :**

Les entreprises peuvent confier leurs huiles de moteurs et de boites de vitesse aux distributeurs, ces derniers assurent le financement de leur collecte et traitement. En revanche, les entreprises doivent elles-mêmes prendre en charge la gestion de leurs autres huiles usagées.

En 2008, 1 079 576 tonnes d'huiles ont été mises sur le marché allemand. D'après le ministre fédéral de l'environnement, 493 000 tonnes d'huiles usagées ont été collectées en 2008, dont 200 000 tonnes d'huiles de moteur et 67 000 tonnes d'huiles de boites de vitesse.

b. En Italie :

- **La collecte de l'huile usagée des particuliers**

La collecte des huiles usagées des particuliers est assurée gratuitement dans des points de collecte mis en place par les municipalités. Les particuliers ont l'obligation de remettre leurs huiles usagées dans ces points de collecte.

- **La collecte des huiles usagées des entreprises**

Le consortium obligatoire des huiles usagées (COOU) gère entièrement la collecte et le traitement des huiles usagées en Italie. Les principales missions du COOU sont les suivants :

- ❖ Garantir une collecte et une gestion des huiles lubrifiants usagées ;
- ❖ Informer et sensibiliser l'opinion publique sur la gestion appropriée de ces déchets dangereux ;

L'activité du COOU s'articule en quatre étapes :

- ❖ La collecte ;
- ❖ Le stockage ;
- ❖ L'analyse et classification ;

• Le traitement : régénération, incinération avec valorisation énergétique, destruction.

Les détenteurs d'huiles usagées contactent le COOU qui se charge de faire assurer le service de collecte ou de recommander la solution appropriée.

La collecte des huiles usagées des entreprises est assurée par les collecteurs qui vont remettre physiquement leurs huiles usagées au COOU ou les remettre directement à l'éliminateur en informant le COOU des quantités concernées et de leur destination.

Après la collecte, les huiles sont stockées dans les centres de stockages agrées.

La majorité de ces centres sont directement connectés aux centres de traitement par un système de canalisations [14]

c. Au Portugal :

Le Portugal a établi un système de REP. Un système intégré de gestion a été mis en place avec l'organisme SOGILUB sous le nom ECOLUB, qui prend en charge la coordination de tous les acteurs intervenant dans la filière des huiles usagées.

- **Collecte des huiles usagées des particuliers :**

Les particuliers sont pour obligation de se débarrasser convenablement de leurs huiles usagées. Pour ce faire, ils peuvent les remettre à la déchèterie la plus proche qui les accepte gratuitement.

SOGILUB n'a aucune obligation de prendre en charge la création des points de collecte pour les municipalités, mais l'éco-organisme a néanmoins pour projet d'inciter les municipalités à accroître le réseau des points de collecte.

- **Collecte des huiles usagées des entreprises :**

Les entreprises sont responsables du stockage des huiles usagées et de leur remise dans le circuit de gestion des huiles usagées. Elles peuvent adhérer un système ECOLUB, afin qu'il assure la collecte gratuite de leurs huiles usagées. En pratique, lors de la première collecte effectuée, les détenteurs signent un protocole avec ECOLUB pour devenir membre du système.

En 2008, 93 576 tonnes d'huiles ont été mises sur le marché portugais, dont 77 135 tonnes d'huiles soumises à la contribution, soit environ 82% du total des huiles vendues, 14 044 tonnes d'huiles ont été exemptées de la contribution car elles sont entièrement consommées durant leur utilisation et ne produisent pas de déchets enfin de vie ainsi que 2 388 tonnes de graissages, également exemptées de la contribution. [14]

II.3.2 la collecte des huiles usagées en Algérie

En Algérie, la problématique des huiles usagées se pose sérieusement, pour la protection de l'environnement. Cette manière avec ces deux catégories, « les huiles noires qui comprennent les huiles moteurs et certaines huiles industrielles (huiles de trempe, de laminage…), des huiles fortement dégradées et contaminées », ainsi que « les huiles claires qui proviennent des transformateurs, des circuits hydrauliques et des turbines peu contaminées et chargées en générales d'eau et de particules », représentent un grand danger

sur la nature. En effet, selon les experts, un litre d'huile usagée peut polluer un million de litre d'eau, alors dans ce cas on peut imaginer le degré de la catastrophe écologique que risque notre pays en stockant cette matière sans collecte ni traitement.

Par ailleurs, « le marché algérien des lubrifiants neufs avoisinerait 180 000 tonnes ». La répartition des consommations se représente comme suit : lubrifiants moteurs 60 à 70%, lubrifiants industriels 30 à 40%. L'usage de ces lubrifiants générerait, selon les normes admises, environ 110 000 tonnes d'huiles usagées dont 85 000 tonnes d'huiles moteurs (le taux de collecte peut atteindre 80%) et 25 000 tonnes d'huiles industriels (le taux de collecte n'est que de 10%).

Selon les pratiques internationales en matière de collecte, on pourrait récupérer environ 7000 tonnes. Concernant la collecte, il n'existe aujourd'hui en Algérie, aucune structure professionnelle organisée, agréée et dédiée spécifiquement pour la collecte. Le seul opérateur dans ce domaine est le groupe NAFTAL, opérateur historique dans la distribution des produis pétroliers, qui récupère une partie des huiles usagées. La meilleure manière de traiter ces huiles usagées serait leur régénération. [15]

II.3.3 Aspects réglementaire :

Du coté de la réglementation, «le dispositif réglementaire mis en place à ce jour est très insuffisant », juge le responsable. Depuis le 1er janvier 2006, la loi de finances 2006, a institué en son article 61, une taxe sur les lubrifiants importés, laquelle fixée à 12 500 DA la tonne, ou fabriqués sur le territoire national et dont l'utilisation génère des huiles usagées. Les revenus annuels de cette taxe estimés 2 250 000 000 DA pour un marché de 180 000 tonnes sont répartis comme suit : 15% au profit de trésor public ; 35% au profit des communes ; 50% au profit du fonds national de l'environnement et de la dépollution (FNDEP). [15]

Chapitre III

Les risques Environnementaux des Huiles Usagées

Un litre d'huile usagée peut couvrir sous forme d'une nappe flottante 1 000 m^2 d'eau et empêcher l'oxygénation de la flore et de la faune pendant des années. Rejetée dans le réseau des eaux usées, l'huile usagée colmate les filtres dans les stations de traitement de l'eau et perturbe les processus dépuration biologiques.

L'incinération de l'huile usagée nécessite des températures ainsi que des traitements des fumées spécifiques. Réalisée dans de mauvaises conditions, elle engendre des rejets toxiques dans l'atmosphère (dioxines et gaz à effet de serre) [16].

Il ne faut jamais disperser sauvagement des huiles usagées dans l'environnement. Une ressource précieuse peut alors se transformer en polluant irrécupérable et extrêmement nocif pour les nappes phréatiques. [17]

III. 1. Cinq pratiques non écologiques :

L'huile usagée éliminée de façon inadéquate risque de nuire à l'environnement. La combustion sans permis la mise au rebut, l'élimination directe au sol, l'écoulement par les égouts et l'épandage sur les routes sont des pratiques à éviter. [18]

a. La combustion non contrôlée :

Certains grands industriels, détenant les permis nécessaires, sont autorisés à se servir d'huiles usagées comme combustible. Elles doivent se soumettre à des contrôlés réguliers afin que leur émanations ne dépassent pas certains taux de toxicité.

Un regard particulier doit être porté sur les composés d'oxydes d'azotes et d'oxydes de soufre qui contribuent à la formation des acides. La valorisation énergétique à l'échelle industrielle est donc régie selon des normes strictes. A l'heure actuelle, le règlement québécois sur les matières dangereuses interdit l'utilisation de toute nouvelle chaudière ou fournaise de capacité inférieure à 3 MW. Ces appareils ne possèdent généralement pas un système de purification efficace des émissions dans l'atmosphère, et la nature des émissions est directement liée à la qualité du combustible avec lequel on alimente ces appareils. Ainsi, ils pourraient éventuellement devenir, au su ou à l'insu des utilisateurs, des sources de gaz nocif pour la santé ou pour l'environnement.

b. La mise en décharge :

Les huiles jetées avec des ordures ménagères aboutissent dans les sites d'enfouissement. L'élimination des résidus domestiques dangereux dans ces lieux, tels que les huiles usagées, les contenants d'huile, les filtres et les peintures, est interdite. Toutefois, les

quantités individuelles d'huile jetées aux ordures sont très faibles ; elles peuvent donc passer inaperçues.

c. L'élimination au sol :

L'élimination directe au sol par des particuliers et de petites entreprises n'est pas une pratique totalement éradiquée, ni en milieu ni en milieu rural.

d. Les égouts :

Une proportion des huiles à moteur éliminées par les particuliers et les bricoleurs d'autos peut aussi se retrouver dans le réseau des égouts et voyager jusqu'à une station de traitement des eaux usées. Leur présence, et celle des sels de métaux qu'elles contiennent, peut perturber le fonctionnement de ces stations et altérer la qualité de l'eau résultant du traitement. Les huiles à moteur usagées jetées dans un réseau collecteur des eaux pluviales seront déversées directement dans les eaux de surface sans aucun traitement.

Les résidus d'huile éliminés directement au sol peuvent aussi se retrouver dans le réseau des égouts, étant donné le ruissellement de l'eau de pluie.

e. L'épandage d'huile usagée sur les routes pour contrer la poussière :

Les huiles à moteur usagées ont été utilisées pour lutter contre la poussière sur les routes au canada et aux les Etats-Unis. Cette pratique, qui risquait de contaminer les eaux de surface, a été interdite par la plupart des provinces canadiennes à partir des années 1980. [18]

III.2. Toxicité vis-à-vis de l'homme :

Les huiles de base utilisées dans la formulation des huiles minérales neuves sont issues de la distillation du pétrole. Elles sont constituées de mélanges d'hydrocarbures parmi lesquels les HAP (hydrocarbures polycycliques aromatiques). Famille de composés chimiques présentant deux à plus de sept cycles aromatiques. Certains HAP sont classés cancérogènes leur principal représentant étant le Benzo a pyrène (Bap), classé C2 (substances devant être assimilées à des substances cancérogène, groupe 1, cancérogène pour l'homme) par le centre international de recherche sur le cancer (CIRC).

Dans la dernière version du tableau des maladies professionnelles, concernant l'affection cancéreuses provoquées par certains dérivés du pétrole, les huiles sont particulièrement mises en cause. [19]

Les risques continuent et peuvent inciter plusieurs complications :

- La présence d'hydrocarbures poly aromatiques des certains sont reconnus cancérogènes.
- La dégradation de certains types d'additifs en cours d'usages, et l'effet allergisant des concentrés de certains additifs.
- Le développement de bactéries dans les huiles soluble de travail des métaux [20].

Les méthodes d'évaluation de la toxicité vis-à-vis l'homme sont généralement pratiqués sur les mammifères.

Les méthodes utilisées pour déterminer la possibilité d'un effet cancérigène sont les suivantes :

- La recherche des tumeurs sur la peau des rats ;
- Les essais de mutagénicité qui détectent les aberrations chromosomiques de certains gènes bactériens.

Plus généralement, la toxicité des produits est exprimée suivant certains critères décrits comme suit :

- Les critères de toxicité aigues oraux, respiratoire et cutanée qui sont indiqués en termes de « DL 50 »ou dose létale (mortelle) de produit pour 50% des animaux soumis à une certaine durée d'exposition et il y a danger si « DL 50 » < 2 g/kg ;
- L'irritation de l'œil [19].

Le paragraphe si après regroupe quelques principaux effets directe des huiles sur la santé :

- Irritations du tissu respiratoire dues à la présence de gaz renferment des aldéhydes, des cétones, des composés aromatiques, etc.
- La présence d'éléments chimiques tel le Cl (Chlorure), le NO_2 (Dioxyde d'azote), le H_2S (hydrogène sulfuré), le Sb (antimoine), le Cr (Chrome), le Ni (Nickel), le Cd (Cadmium), el le Cu (Cuivre), affectent les voies respiratoires supérieurs et les tissus pulmonaires.
- Production d'effets asphyxiants empêchant le transport d'oxygène, dû à la présence de monoxyde de carbone, de solvants halogènes sulfuré, etc.

- Effets cancérigènes sur la prostate et les poumons, dû à la présence de métaux comme le plomb, le cadmium, le manganèse, etc. [21]

III. 3. Toxicité vis-à-vis de l'environnement :

L'évaluation des risques encourus par l'environnement pour un produit polluant ou une formulation chimique donnée est une procédure formelle de la détermination de la possibilité de survenue des effets pathogènes lors d'une exposition à ce produit de connaissances apportées entre autres par les outils et techniques disponibles, et en tenant compte du cadre règlementaire.

L'évaluation des risques recouvre deux aspects qui sont en général :

- ***L'évaluation des expositions*** *:* l'étude du comportement du produit polluant dans l'environnement. Cet aspect du problème a conduit à développer des méthodologies pour tenter de rendre compte de la biodégradabilité des composés et de leur dispersion dans la nature.
- ***L'évaluation des effets :*** l'effet du produit polluant parvenu par les méthodes toxicologiques sur les micro-organismes vivants et les écosystèmes, bioaccumulation qui évoquent des risques directs sur l'environnement depuis longtemps.

Néanmoins, il y une insuffisance de données expérimentales sur le terrain concernant les effets pour déterminer les conséquences et les nocifs environnementaux produits par les huiles usagées. [22]

Chapitre IV
Matériels et Méthodes D'analyses

IV.1 Méthodes conventionnelles :

IV.1.1 La viscosité ASTM D445 :

Pour tous les systèmes de lubrifiants à l'huile, sa viscosité est considérée comme le paramètre le plus important qui indique l'état et l'épaisseur du film d'huile. Elle permet aussi connaitre la résistance de l'huile à l'écoulement sous des températures données. Autant que l'huile est visqueuse, sa valeur de viscosité est élevée. [23]

IV.1.1.1 L'appareillage :

- Viscosimètre rotatif PT
- Tige numéro 4
- Support métallique
- Éprouvette graduée de 20 ml



Figure IV.1 : Viscosimètre rotatif PT

IV.1.1.2 Mode opératoire

- ✓ Remplir la burette avec de l'huile jusqu'à que la tige soit bien immergée
- ✓ Mètre la spindel au niveau 4 (car on a utilisé la tige numéro 4)
- ✓ Démarrer le viscosimètre

- ✓ Obtenir la valeur sur l'écran

IV.1.2 La transmission de la lumière par une solution :

D'après la formule de Beer Lambert (1), nous constatons que la lumière transmise par une cellule d'épaisseur e constante et contenant une solution, est proportionnelle à la concentration de cette solution. Elle varie suivant la loi [24]

$$I(C) = I_0 e^{-\alpha C} \quad \text{.....IV.1}$$

Où :

I_0 Est l'intensité de la lumière incidente initiale

C : Concentration de cette solution.

α : Coefficient d'atténuation

Ci-dessous le schéma du dispositif expérimental

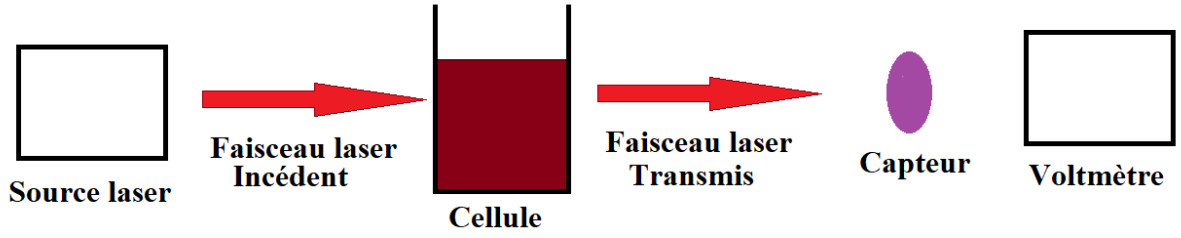


Figure IV.2: Schéma du dispositif expérimental de l'étude du phénomène de transmission de la lumière par une solution.

IV.1.2.1 Mode opératoire

L'étude expérimentale suit le protocole suivant :

La source laser est le laser He-Ne disponible au hall de technologie, émettant la raie rouge de longueur d'onde 632.8 nm.

La cellule contenant la solution d'huile est réalisée par moi-même, elle a pour épaisseur 6 mm.

Le capteur est une cellule photoélectrique.

- ✓ La lumière laser incidente de longueur d'onde 632.8 nm passe à travers la cellule vide et est captée par la cellule photoélectrique dont le rôle est de transformer le signal optique en signal électrique, l'intensité de ce dernier est mesurée par le voltmètre.
- ✓ Cette intensité à cellule vide est notée I_0. On remplit la cellule par la solution et on mesure l'intensité transmise, notre travail consiste à relever le rapport de l'intensité de la lumière transmise à l'intensité initiale I_0 pour les itérations successives de filtration.

IV.1.3 L'indice de viscosité(V.I) ASTM D2270 :

L'indice de viscosité est un nombre empirique qui indique l'effet de changement de la température sur la viscosité d'une huile. Pour une valeur faible ceci signifie un changement relativement important de la viscosité en fonction de la température.

Cet indice est calculé dans un intervalle de température comprise entre 40 et 100 ˚C. La procédure de son calcul est décrite dans la méthode ASTM D2270, en utilisant un programme numérique [25].

IV.1.4 La couleur :

La couleur de huile neuve dépend de son degré de raffinage, de sa teneur en composés aromatiques ou /et azotés et des additifs qui y son incorporées. La réaction de certains composés aromatiques de l'huile à l'oxydation et à la nitro-oxydation ainsi que la pollution donnent des produits très colorées. L'évolution de la couleur donne une indication de l'état d'oxydation. [6]

IV.1.5 La densité :

Les valeurs courantes des densités pour les huiles de pétroles varient entre 0.85 et 0.95 et elles dépendent de l'origine des produits mère. La mesure à été effectuée à 15 ˚C par rapport à l'eau. La densité d'une huile est le rapport de la masse d'un certain volume de cette huile à une température donnée (généralement 15 ou 20 ˚C) à celle du même volume d'eau à 4˚C. Elle est désignée par d_4^{15} ou d_4^{15} et elle n'a pas d'unité [7].

$$d_4^{15} = \frac{\text{masse d'un volume de l'échantillon à } 15\ ^\circ\text{C}}{\text{masse de même volume d'eau à } 4\ ^\circ\text{C}} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \text{VI.2}$$

Tableau IV.1 : Densité d'huiles de grade SAE [10]

Type d'huile	Grade SAE	Densité		
		25 °C	**40 °C**	**100 °C**
Moteur	5W	0.860	0.851	0.812
	10W	0.877	0.867	0.829
	15W	0.879	0.869	0.831
	20W	0.886	0.876	0.839
	20	0.880	0.870	0.832
	30	0.886	0.876	0.839
	40	0.891	0.881	0.884
	50	0.899	0.889	0.852

IV.1.6 Point d'éclaire ASTM D92 :

Le point d'inflammabilité est la plus base température à la quelle les vapeurs en air bruleront momentanément si mis à feu par la flamme. Cette propriété est intéressante particulièrement dans les régions à climat froid, une diminution de point d'inflammabilité indique la contamination par dilution d'huile de graissage avec du carburant non brulé.

L'augmentation du point d'inflammabilité indique l'évaporation des composants légers de l'huile [7].

IV.1.7 Le point de congélation ASTM D97 :

C'est la plus base température à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie sans agitation, dans les conditions normalisées.

Le point d'écoulement est exprimé en degrés Celsius. Pour l'utilisation d'huile moteurs et transmission, cette caractéristique ne constitue par un critère déterminant.

En revanche, elle est primordiale pour le choix des huiles de base [7].

IV.1.8 L'indice de réfraction :

L'indice de réfraction est défini par le rapport des vitesses de transmission d'une radiation lumineuse dans le vide et dans un milieu transparent considéré. C'est un nombre sans dimension, caractéristique d'un milieu donnée.

Dans un milieu différent du vide, la vitesse d'une radiation lumineuse dépend de sa longueur d'onde et de température. Pour cette raison, les mesures d'indice de réfraction sont généralement faites pour la raie D du sodium à 20 ˚C, l'indice de réfraction est alors noté n_D^{20}

L'indice de réfraction varie de l'ordre 1.35 à 1.60 pour les hydrocarbures ; celui des hydrocarbures aromatiques est supérieur à celui des naphténiques, lui-même supérieur à celui des paraffiniques. Les lubrifiants ont un indice de réfraction de l'ordre de 1.470 à 1.550. Il est d'autant plus élevé que la masse moléculaire moyenne et la densité de l'huile sont élevées.

La mesure de l'indice de réfraction peut se faire avec différents appareillages ; le plus simple est le réfractomètre d'Abbe, qui est basé sur l'angle limite de réfraction (bien connu en optique géométrique). Il existe aussi d'autre méthode de mesure : la norme NF T 60-212, la méthode ASTM D 1218, la norme NF V 04-313, la méthode ASTM D 1747. [20]

IV.1.9 L'indice d'acide (ou d'acidité) :

L'indice d'acide appelé encore Acid Number (AN), et anciennement Total Acid Number (TAN) est, par définition, le nombre de milligramme de potasse nécessaire à la neutralisation des acides organiques ou minéraux contenus dans un gramme d'huile.

Les huiles de base pures de types hydrocarbures (bases minérales classiques, bases hydrotraités, …), ne doivent présenter aucune acidité à l'état neuf. L'apparition d'une acidité ne peut provenir que de leur oxydation.

La mesure de l'indice d'acide est effectuée selon la méthode NF T 60-112 équivalente à ASTM D 974 et à ISO 6618 pour les huiles claires car la neutralisation de l'acidité de l'huile par la potasse est détectée par le changement de couleur d'un réactif coloré ou par la méthode de titration potentiométrique ASTM D 664/ISO 6619 pour les huiles neuves et usagées. [7]

IV.1.10 L'indice de base (ou basicité) :

La basicité d'une huile renferment des additifs alcalins ou alcalino-terreux est caractérisée par l'indice de base ou Base Number (BN) anciennement désigné Total Base Number (TBN). En effet, afin de neutraliser tous les produits acides formés dans les moteurs, soit par oxydation d'huile, soit par formation de produit acides dans les gazes de combustion, on incorpore dans les huiles moteur des sels alcalino-terreux (carbonates de calcium et/ou de magnésium).

L'alcalinité (ou basicité), est exprimée par le nombre de milligrammes de potasse par gramme d'huile qui aurait le même pouvoir neutralisant vis-à-vis des polluants acides.

Il existe plusieurs méthodes de détermination de l'indice de base selon la nature de l'acide utilisé pour neutraliser l'alcalinité de l'huile (acide chlorhydrique ou acide perchlorique) es selon le mode de détection du point de neutralisation (titration potentiométrique ou titration à l'indicateur coloré). [7]

Ces différentes méthodes son comparés dans le tableau suivant :

Tableau IV.2 : Principales méthodes normalisés de détermination de l'indice de base [7]

Méthodes			Agent de neutralisation	Mode de titration	Remarque
Afnor	ASTM	ISO			
NF T 60-112	D 974	6618	Acide chlorhydrique	Indicateur coloré	Huiles claires seulement
	(D 664) pour mémoire	6619	Acide chlorhydrique	Potentiométrique	Méthode ASTM obsolète
	D 4739	–	Acide chlorhydrique	Potentiométrique	Toutes huiles Nouvelle méthode, remplace ASTM D 664
	D 2896	3771	Acide perchlorique	Potentiométrique	Toutes huiles Toutes alcalinités même faibles

IV.1.11 Teneur en cendres :

La teneur en cendre d'une huile est le pourcentage en masse du résidu recueilli après calcination complète de l'échantillon dans des conditions bien déterminées.

Les huiles de base pures ne donnent pas des cendres, alors que les additifs constitués de sels organométalliques conduisent, par calcination complète, à la formation de cendres contenant, par exemple, du calcium, du magnésium, du zinc, etc.

Pour les huiles moteurs, cette grandeur, exprimée en taux de cendres sulfatées**,** permet d'apprécier la quantité d'additifs détergents et antiusures organométalliques contenue dans la formule.

La méthode de détermination de la teneur en cendres sulfatées d'une huile est décrite dans les normes NF T60-143, ASTM D874 et ISO 3987.

Le tableau suivant donne des exemples de teneurs en cendres sulfatées pour différentes catégories d'huile moteur [7]

Tableau IV.3 : Valeurs typiques des teneurs en cendres sulfatées d'huiles moteurs [7]

Type d'huile	Spécifications(s)**	Cendres sulfatées (% masse)
Huiles pour moteurs à essence	API SE/CC-CCMC G1/D1	0,6-0,7
	API SF/CC-CCMC G2 ou G3	0,6-0,8
	API SG/CC-CCMC G4 ou G5	0,7-1,0
	API SH-SJ/CD...	1,2-1,4
Huiles mixtes pour moteurs à essence et Diesel ou Diesel et essence*	GPEM D2/E-A G2/D2/PDI	
	CCMC G4 ou G5/PD2, API SG ou SH/CD	1,2-1,4
	CCMC D4/G4, API CE ou CF-4/SG	1,3-1,5
Huiles pour moteurs Diesel 4 temps	API CC/SD	~ 0,6
	API CC/SE-CCMC D1	0,6-0,9
	API CD/SE-MIL-L-2104 C	0,9-1,4
	API CD/SF-CCMC D2	~ 1,3
	API CD/SF-MIL-L-2104 D-CCMC D2	1,3-1,5
	CCMC PD2 (Diesel tourisme)	1,3-1,6
	CCMC D4 (Diesel poids lourds)	1,4-1,7
	CCMC D5/SHPD (Diesel poids lourds)	1,8-1,9
	ACEA A1, A2, A3-96	≤ 1,5
	B1, B2, B3-96	≤ 1,8
	E1, E2, E3-96	≤ 2
	GPEM DL3-B (Traction ferroviaire)	< 2
Huiles pour moteurs Diesel 2 temps	API CD-II/CF-2	< 1

IV.2 Méthodes spectroscopiques:

IV.2.1 Spectroscopique UV visible :

La spectroscopie d'absorption UV visible est l'une des méthodes d'analyse de la spectroscopie moléculaire. C'est l'une des plus utilisées. Elle permet l'analyse structurale de certaines des molécules. Elle permet aussi de nombreuses déterminations quantitatives.

Les molécules qui présentent spectre d'absorption UV visible sont celles qui absorbent des photons dont l'énergie correspond à des longueurs d'ondes se situant dans le domaine 190 nm- 800nm. L'absorption de la lumière UV-vis par les molécules se produit, du fait de la transition électronique entre différent nivaux d'énergie. Un électron à l'état fondamental absorbe des radiations d'une énergie suffisante pour l'élever à un niveau supérieur.

La spectroscopie d'absorption UV-visible permet d'identifier une substance chimique et de déterminer la concentration d'un soluté dans une solution. [26]

L'analyse se fait par un spectromètre UV visible de marque SHIMADSU.

IV.2.1.1 Mode opératoire :

- ✓ Dilution un volume de 1 ml d'huile dans un volume de 20 ml de cyclohexane (solvant organique).
- ✓ Remplir la cuve en verre avec de l'échantillon à analyser et la cuve de référence avec le cyclohexane.
- ✓ Introduire la cuve de référence et attende jusqu'à la éliminée.
- ✓ Introduire la cuve de l'échantillon à analyser.
- ✓ Obtention de spectre sur l'écran.

IV.2.2 Spectroscopique infra rouge à transformée de Fourier FTIR:

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse qui traite la région infrarouge du spectre électromagnétique. Le principe de spectrométrie d'absorption IR est simple, lorsqu'un corps est traversé par un rayonnement IR, certaines de ces liaisons chimiques entrent en résonnance pour certaines fréquences de rayonnement. Le rayonnement IR émergeant subit une atténuation pour les domaines de fréquence caractéristiques des liaisons

du corps analysé. L'importance de l'atténuation est fonction de la concentration de la liaison considérée. [7]

Le domaine infrarouge utilisé sur les spectres se situe entre 400 et 4000cm^{-1}, ce qui correspond à des énergies situées autour de 30 $kJ.mol^{-1}$ .Une telle énergie reste insuffisante pour provoquer les transitions électroniques, comme en UV visibles, elle agit plutôt sur la vibration et la rotation des molécules.

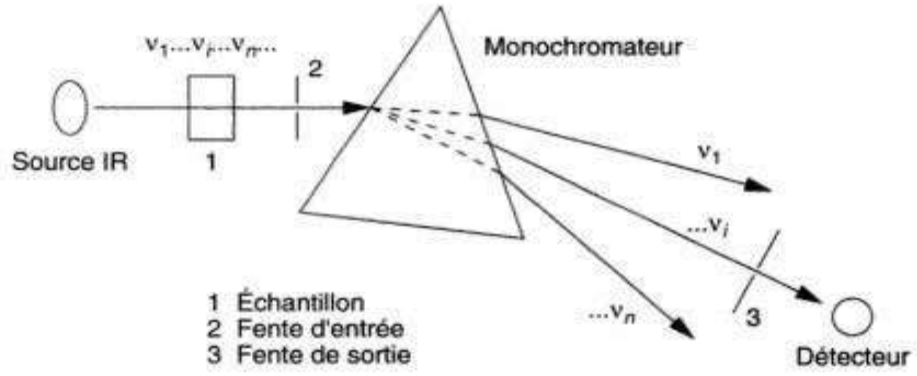


Figure IV.3: Schéma de principe de spectrométrie IR [7]

IV.2.2.1 Mode opératoire :

Une goutte de l'échantillon est étalée sur deux pastilles préparées avec 200mg de KBr chacune, introduite ensuite dans le compartiment d'échantillonnage du spectromètre infrarouge.

IV.2.3 Analyse chromatographie :

IV.2.3.1 Définition:

La chromatographie est avant tout un outil extrêmement puissent pour séparer différences espèces ioniques ou moléculaires d'un mélange complexe, mais elle est aussi utilisée pour identifier et quantifier les espèces isolées.

IV.2.3.2 Principe :

Toutes les méthodes chromatographiques reposent sur un seul et même principe général :

Pour séparer les constituants d'un mélange, on s'appuie sur le fait que chaque espèce a une affinité différente des autres, d'une part, pour une phase stationnaire, qui peut être un solide ou un liquide greffé sur un support solide, d'autre part, pour une phase mobile qui est soit gazeuse (chromatographie en phase gazeuse) soit liquide (chromatographie liquide). Chaque espèce se partage ainsi de façon singulière entre deux phases, l'une stationnaire et l'autre mobile, la séparation des différentes espèces étant réalisées dans un processus d'échange dynamique et continu. [26]

IV.2.3.3 Chromatographie en phase gazeuse (CPG) :

La phase mobile est un gaz se déplaçant soit dans les colonnes remplies de la phase fixe, soit dans des tubes capillaires dont le matériau constitutif (acier ou verre) joue le rôle de support revêtu d'une couche de phase fixe. Cette technique est utilisée pour l'analyse de formulations d'huile ainsi que pour le dosage du glycol contenu dans les huiles moteur usagées et pour celui des dilutions d'essence (méthode ASTM D 3525) ou de gazole (méthode ASTM D 3524) dans les huiles moteur en service. [7]

Les molécules sont séparées dans le temps car elles migrent dans la colonne avec des vitesses différentes. Chaque molécule est caractérisée par un temps appelé le temps de rétention, qui correspond au temps écoulé entre l'injection de l'échantillon et l'instant de son arrivée au détecteur. [27]

IV.2.3.4 Spectrométrie de masse (SM) :

La spectrométrie de masse est une technique d'analyse physicochimique permettant de détecter, d'identifier, et de quantifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse. Son principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées (ions) en fonction de leur rapport masse /charge (m/z).

De plus la spectrométrie de masse permet de caractériser la structure chimique des molécules en les fragmentant. [28]

Les spectromètres de masse sont tous constituées d'au moins cinq éléments :

- ✓ Le système d'introduction de l'analyte.
- ✓ La source est l'endroit où sont produits les ions gazeux.
- ✓ L'analyseur est la partie du spectromètre de masse qui permet la séparation des ions.
- ✓ Les détecteurs servent, comme leur nom l'indique, à détecter les ions mais également à les dénombrer.
- ✓ Système de traitement des données est un ordinateur de type PC fonctionnant sous Windows. [27]

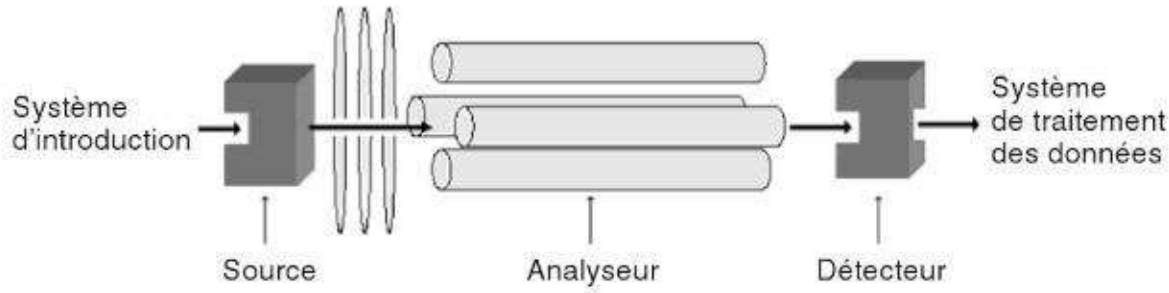


Figure IV.4 : Présentation schématique d'un spectromètre de masse [27]

IV.2.3.5 Protocole et les conditions utilisés :

C'est une méthode d'analyse par un Chromatographe en phase gazeuse **Perkin Elmer de marque CLARUS 500** couplée au Spectromètre de masse, GC/MS, **Perkin Elmer de marque SQ 8T**, qui consiste en la détermination des masses des espèces atomiques ou moléculaires, elle donne des informations sur la nature, la composition et la structure des espèces présentes dans les échantillons analysés et très utile pour les analyses de traces.

Conditions opératoires pour CPG

Quantité d'injection : 1 µl

Passeur d'échantillon : Automatique.

Température d'injection : 250°C

Gaz vecteur : Hélium.

Conditions opératoires

Mode d'ionisation : EI.

Délai de solvant : 5.9 mn

Balayage de Scan entre m/z (25 – 500).

Passeur d'échantillon : Automatique.

Température d'injection : 250°C

Programmation de température : Température initiale 60°C (05 mn)

Température finale 290°C (20min)

Augmentation de 4°C/mn

Système et appareillage

Le chromatographe utilisé est un **Perkin Elmer de marque CLARUS 680** muni d'un injecteur « split/splitless », associé à un spectromètre de masse, le POLARIS Q (Quadripôle) de chez **Perkin Elmer.** L'injection des échantillons s'est faite de manière automatisée grâce au Combi Pal en mode SPME. La colonne chromatographique retenue pour réaliser ces essais est une Elite, 5MS (30 m x 0,25 mm, 0,25 µm).

Chapitre V
Résultats et Discussions

V.1 Technique expérimentale et lubrifiants de l'étude :

Le but de ce travail consiste dans un premier temps à effectuer des analyses sur l'huile usée pour connaître les différentes caractéristiques de cette huile. Dans un second temps nous allons filtrer cette huile avec le blanc d'œuf utilisé comme un tamis moléculaire en tirant profit des instabilités de Rayleigh-Taylor.

V.2 Matériels utilisés :

- Tube en verre cylindrique 1.5 m de longueur et 7 mm de diamètre interne ;
- Burette graduée de 20 ml ;
- pipette ;
- Fiole de 20 ml ;
- Cellule en verre d'épaisseur 6 mm ;
- Viscosimètre rotatif ;
- Thermomètre,
- Réfractomètre,
- laser He-Ne (longueur d'onde de 632.8 nm) ;
- Voltmètre,
- Photocellule (capteur),
- Réfractomètre,
- Spectromètre UV visible de type SHIMATSU ;
- Spectromètre Infrarouge à transformé de Fourier (FTIR type 8400) ;
- Chromatographie phase gazeuse type Clarus 500 (Perkin Elmer) ;
- Cyclohexane,
- Huile usagée de type 15W40 ;
- Blanc d'œuf ;
- Seringue 20 ml ;
- Seringue 2.5 ml ;

V.3 Protocol expérimental :

L'instabilité de Rayleigh-Taylor apparait dans les travaux de Rayleigh de 1883 et les calculs ont été repris par Taylor en 1949, cette instabilité porte souvent le nome d'instabilité de Taylor dans la littérature anglo-saxonne notée IRT [29].

V.3.1 Principe de L'IRT :

Il s'agit d'une instabilité hydrodynamique due à d'une couche de fluide de densité ρ_2 située au dessus d'une autre couche moins dense $\rho_1 < \rho_2$, en présence de la pesanteur $\vec{g}$. Un tel système est à l'équilibre quand l'interface est parfaitement plane et horizontale, mais la stabilité de l'équilibre dépend de l'importance relative des forces de tension superficielles (stabilisantes) et des forces gravitationnelles (déstabilisantes). Lorsque les secondes dominent (c'est-à-dire lorsque le nombre de bonde est élevé), l'équilibre est instable : toute perturbation s'amplifie pour atteindre l'équilibre quand les couches s'inversent i.e. le fluide le plus dense passe en dessous du fluide le moins dense. [30]

La série de photographies suivante donne la mise en évidence de l'évolution du phénomène d'instabilité dans le mélange non miscible de deux solutions (eau+sulfate de cuivre et de l'huile). On voit la formation d'un filament bleu qui descend dans l'huile.

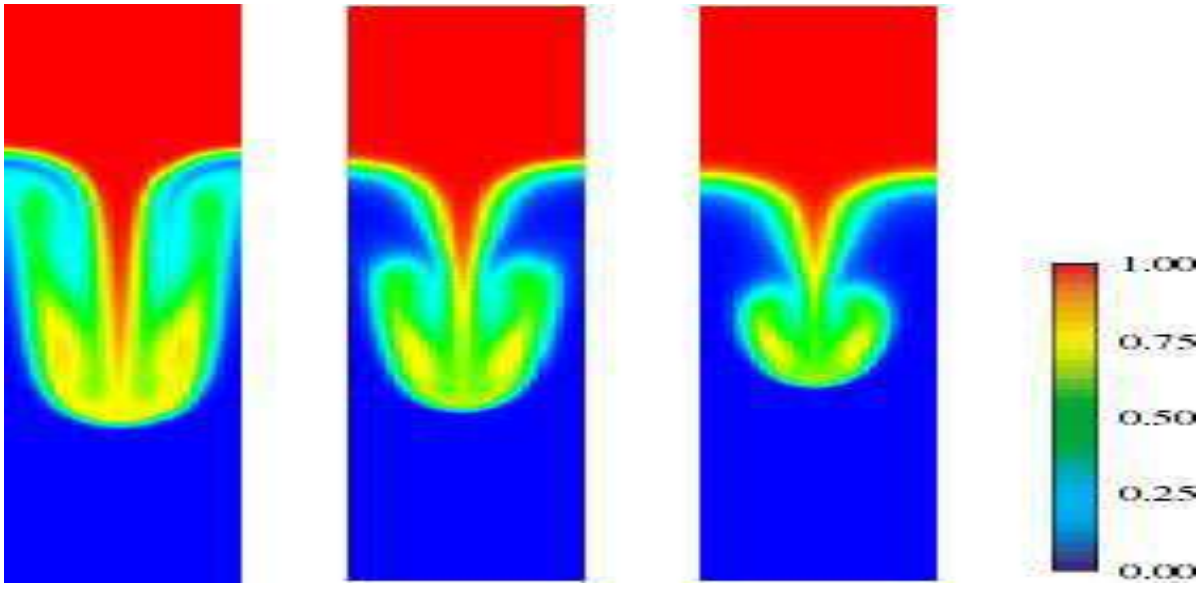


Figure V.1 : présentation de l'instabilité de Rayleigh Taylor [30]

V.3.2 Mode opératoire de filtration :

La filtration est une épuration obtenue en séparant dans un fluide la phase solide particulaire de la phase purement fluide. Ceci est réalisé par passage à travers d'une paroi sélective ne laissant passer que l'une des phases et retenant l'autre avec plus au moins d'efficacité. La filtration est aussi considérée comme épuration passive au contraire des

épurations dynamiques obtenues par l'utilisation d'un champ de forces extérieures (force d'inertie, filtre centrifuge). [5]

La photographie suivante montre le dispositif expérimental monté au niveau du hall de technologie.



Figure V.2 : Protocole expérimentale

On opère comme suit :

- L'injection de l'huile de vidange dans le tube ;
- L'ajout de blanc d'œuf ;
- La composition est 50% d'huile, 50% de blanc d'œuf ;
- Attendre jusqu'à le système soit stable ;
- Refaire l'itération jusqu'à notre huile sera bien filtré ;

Les paramètres physico-chimiques mesurés sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau V.1 : Les caractéristiques des huiles neuve, filtrée, de usée type 15W40

Caractéristiques	Huile neuve	Huile usagée	Huile filtrée	La norme ASTM
Viscosité (v=30 tr/min) (Pa.S)	1.8	0.160	2.2	-
Densité d_4^{15}	0.96	0.74	0.94	ASTM D 1298
L'indice de réfraction n_D^{20}	1.60	1.42	1.54	-
Le facteur de transmission relative	0.87	0.04	0.50	-
La couleur	Jaune	Noir	Marron clair	-

V.4 Techniques des caractérisations :

V.4.1 Méthodes conventionnelles

V.4.1.1 La viscosité

Les mesures de la viscosité sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau V.2 : Les valeurs de la viscosité obtenues

Numéro d'itération	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Viscosité (Pa.S) V= 30tr/min	0.16	0.18	0.55	1.28	1.32	1.5	1.6	1.79	2.2

La figure V.3 représente l'augmentation de la viscosité en fonction de nombre d'itération de filtration :

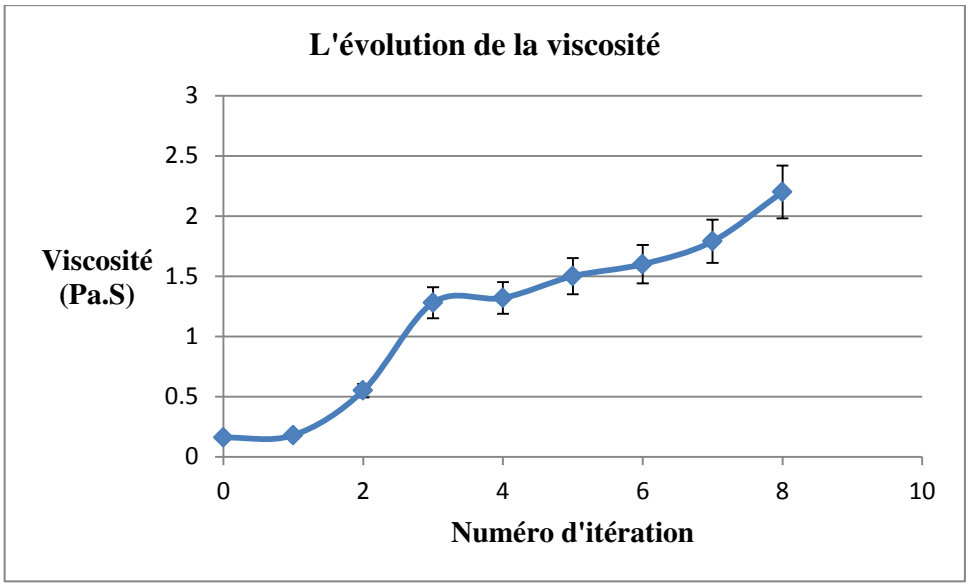


Figure V.3 : L'évolution de la viscosité en fonction de nombre d'itération à v = 30rd/min

Cette augmentation s'explique par les phénomènes suivants :

- L'élimination de carburant qui dilué à travers la segmentation
- L'élimination de l'eau qui peut provenir de la condensation des produits de combustion ou d'une fuite du circuit de refroidissement. [31]

V.4.1.2 La densité

Les mesures de la densité obtenue sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau V.3 : Les valeurs de densité obtenue

Numéro d'itération	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Densité d_4^{15}	0.74	0.75	0.79	0.87	0.87	0.91	0.92	0.94	0.95

La figure V.3 suivant, indique l'évolution de la densité en fonction de numéro d'itération de filtration :

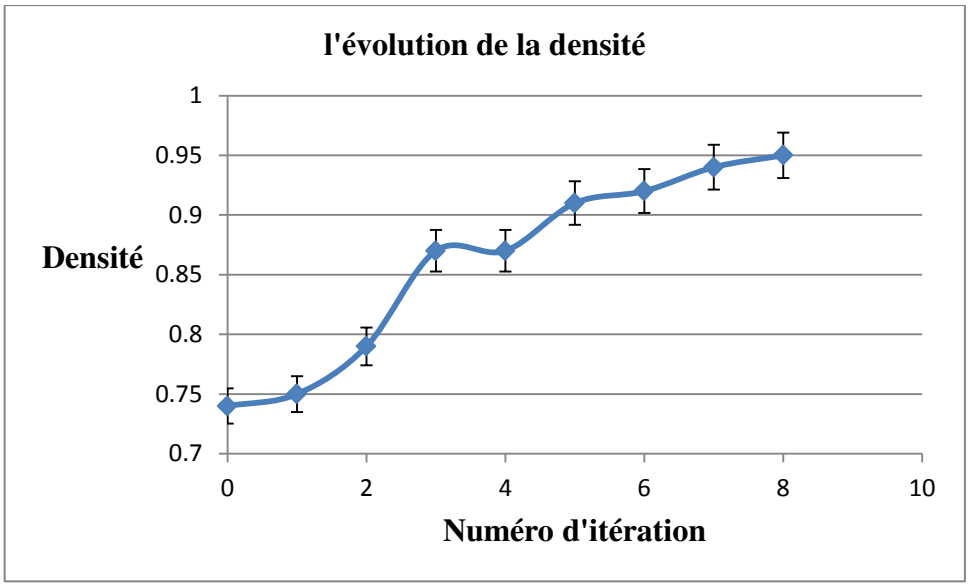


Figure V.4 : L'évolution de densité en fonction de numéro d'itération

On remarque une augmentation de la densité d'huile, ceci est dû à :

- L'élimination des quantités d'eau ou du carburant présentes dans l'huile, qui proviennent à partir de la combustion du carburant dans le moteur [32].
-

V.4.1.3 L'indice de réfraction :

Les mesures de l'indice de réfraction sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau V.4 : Les valeurs de l'indice de réfraction obtenu

Numéro d'itération	0	1	2	3	4	5	6	7	8
l'indice de réfraction n_D^{20}	1.421	1.432	1.475	1.482	1.490	1.511	1.525	1.537	1.546

La figure V.5 montre l'augmentation de l'indice de réfraction en fonction de numéro d'itération de filtration :

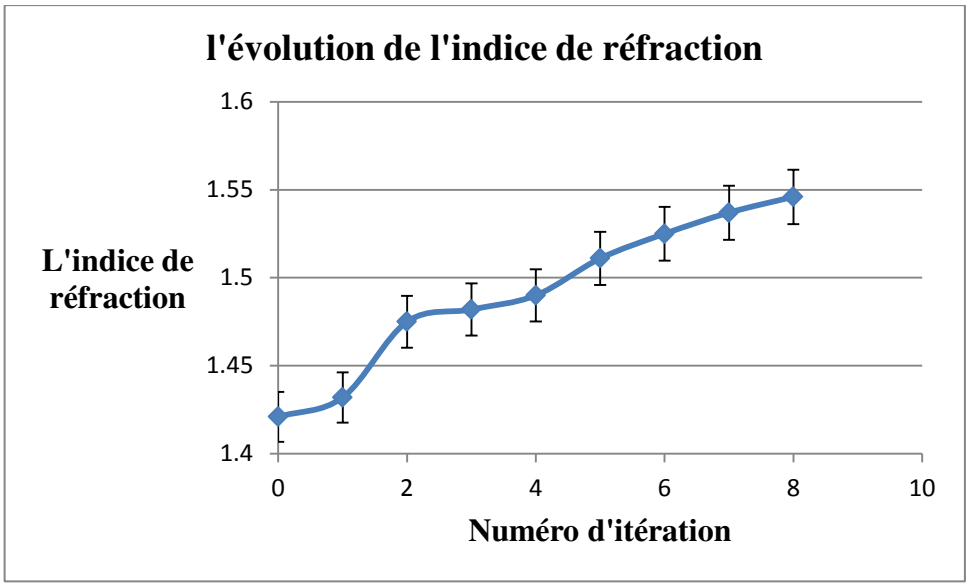


Figure V.5 : L'augmentation de l'indice de réfraction en fonction de numéro d'itération

- Nous voyons que l'indice de réfraction augmente avec le degré de purification et suit l'augmentation de la densité [20]

V.4.1.4 Le facteur de la transmission relative :

Tableau V.5 : Les valeurs de facteurs de transmission obtenue

Itération de filtration	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Facteur de la transmission	0.04	0.048	0.090	0.120	0.187	0.235	0.357	0.458	0.502

La figure V.5 représente la variation de l'intensité relative transmisse en fonction de nombre d'itération.

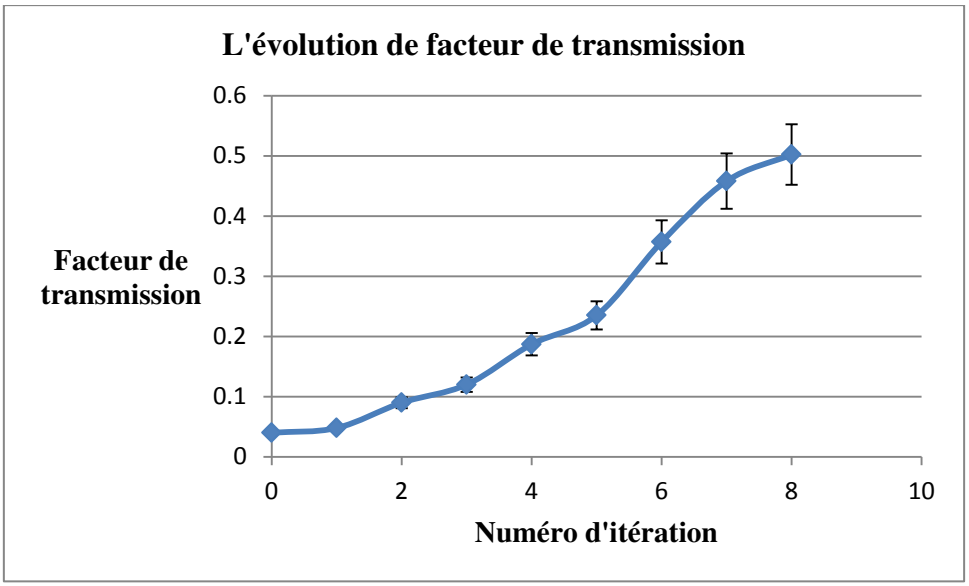


Figure V.6 : L'évolution de facteurs de transmission en fonction de numéro d'itération

- D'après la formule de Beer-Lambert et le graphe ce dessus, on confirme que la filtration de l'huile par ce procédé a permis de réduire la concentration des impuretés dans l'huile. [24]

V.1.1.5 La couleur :

La variation de la couleur est remarquable après chaque itération de filtration. Cette variation s'explique par :

- L'élimination des produits oxydants et polluants. [6]

V.2 Méthodes spectroscopies

V.2.1 Spectrophotométrie UV-Visible :

- D'après l'analyse par UV-Visible, on trouve que la longueur d'onde maximale est de 360 nm, cette absorbance des doubles liaisons C=C des groupes aromatiques. [20]

V.2.2 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

La figure V.7 représente les spectres IRTF de l'huile de moteur neuve, vidange, et de huile après chaque itération de filtration.

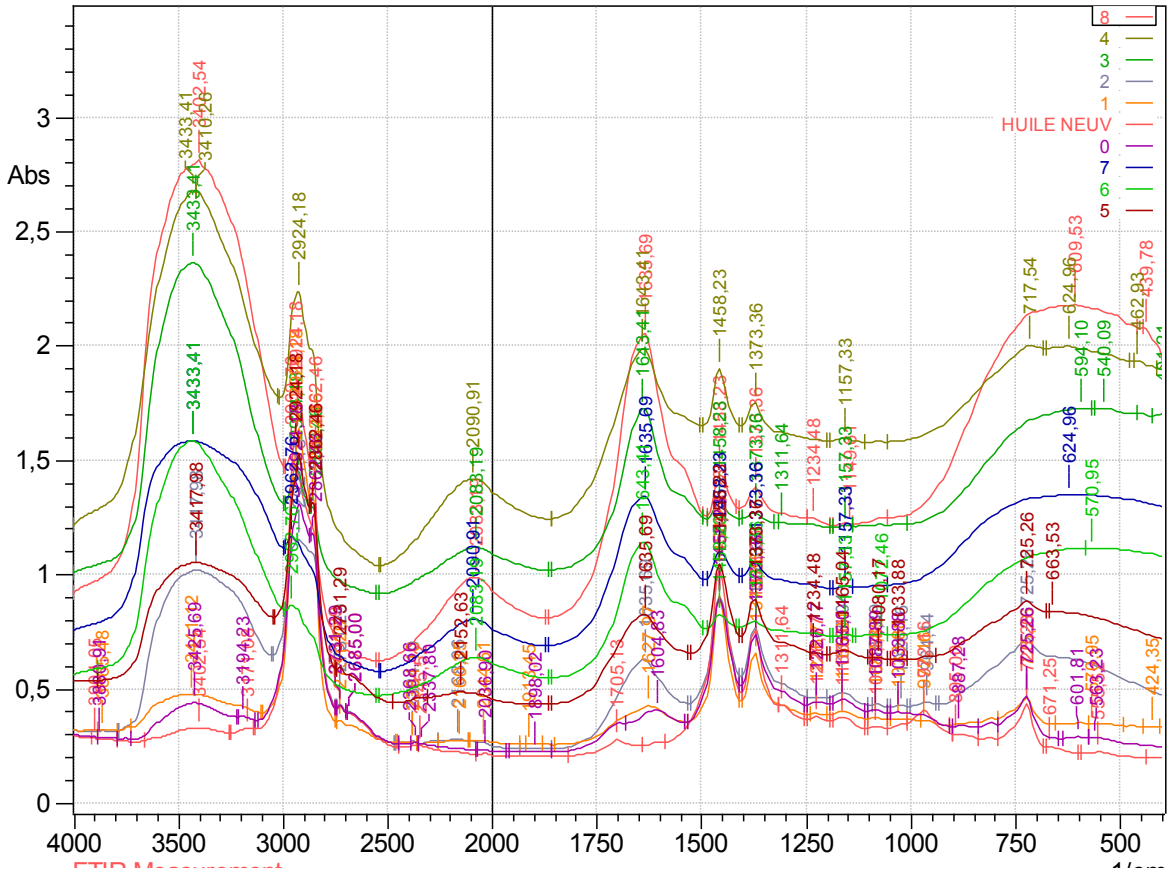


Figure V.7 : Comparaison des spectres IRTF de huiles neuve de type15W40, vidange et filtrée

- ✓ 0 représente le spectre de l'huile de vidange
- ✓ HUILE NEUV représente le spectre de l'huile neuve ;
- ✓ 1 représente le spectre de l'huile après 1ère itération de filtration ;
- ✓ 2 représente le spectre de l'huile après 2ème itération de filtration ;
- ✓ 3 représente le spectre de l'huile après 3ème itération de filtration ;
- ✓ 4 représente le spectre de l'huile après 4ème itération de filtration ;
- ✓ 5 représente le spectre de l'huile après 5ème itération de filtration ;
- ✓ 6 représente le spectre de l'huile après 6ème itération de filtration ;
- ✓ 7 représente le spectre de l'huile après 7ème itération de filtration ;
- ✓ 8 représente le spectre de l'huile après 8ème itération de filtration ;

V.2.2.1 L'absorbance de l'huile neuve :

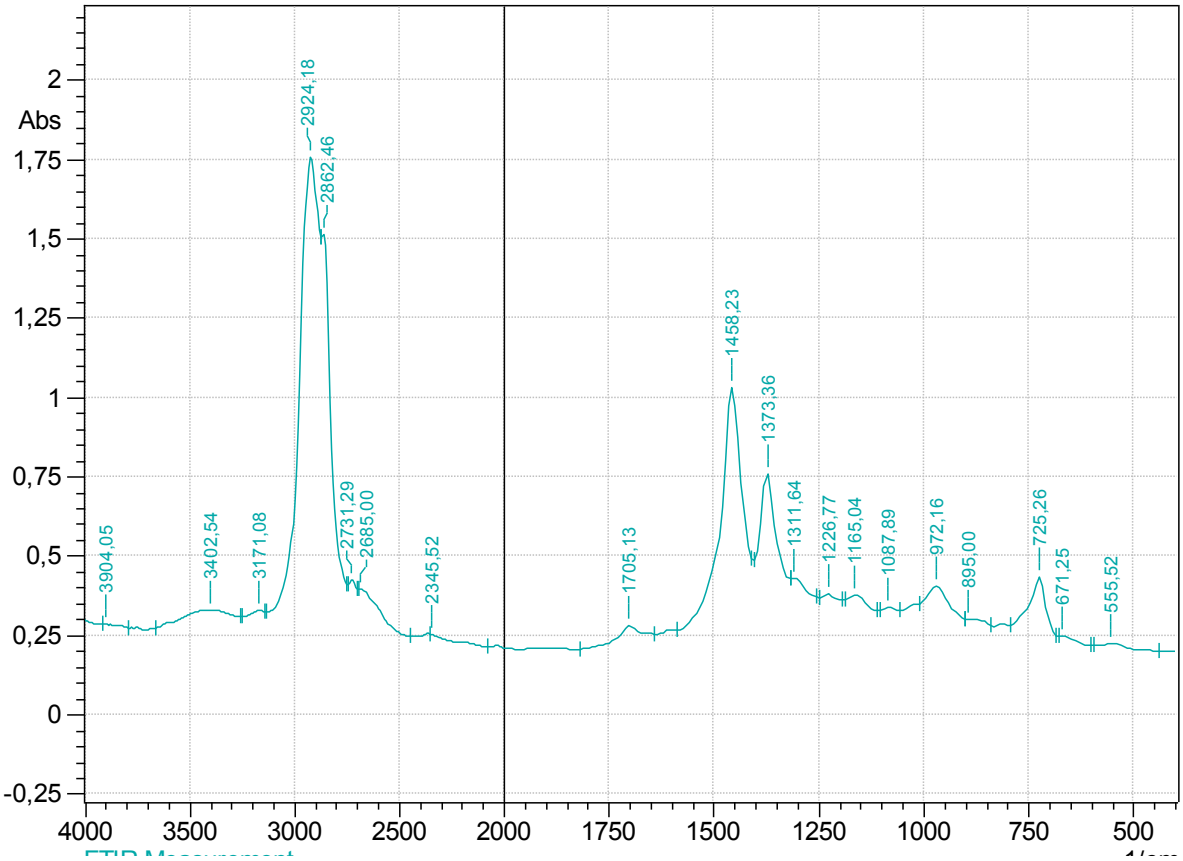


Figure V.8 : L'absorbance d'huile neuve type 15W40

On divise ce spectre en deux domaines :

Domaine [4000- 2000 cm^{-1}]

Tableau V.6 : L'interprétation de l'absorbance d'huile neuve

Bande centrée sur	Origine
2924.18 cm^{-1}	cette bande d'absorption provient des vibrations d'élongation des liaisons C-H et des groupes CH_3 et CH_2. [7]
3402.25 cm^{-1}	cette bande d'absorption correspond aux vibrations d'élongation des liaisons O-H des groupes hydroxyles libres. [7]
2345.52 cm^{-1}	aditifs soufrés (S-H) [7]

Domaine [2000-1500 cm^{-1}] :

Tableau V.7 : L'interprétation de l'absorbance d'huile neuve

Bande centrée Sur	Origine
1500-1400 cm^{-1}	double liaison C=C aromatique. [7]
1400-1325 cm^{-1}	liaison O-H alcool aromatique [7]
1087.89 cm^{-1}	sulfonâtes (détergents) [7]
1311.64 cm^{-1}	polybutènes [7]
1000-900 cm^{-1}	Alkylphosphates, dialkyldithiophosphates de zinc (antiusure) [7]
1311.64 cm^{-1}	phénates (détergents) [7]
895 cm^{-1}	hydrocarbures naphténiques [7]
800- 680 cm^{-1}	liaison C-H de CH_2 [7]
725.26 cm^{-1}	liaison C-H de CH_2 [7]

V.2.2.2 L'absorbance d'huile usagée :

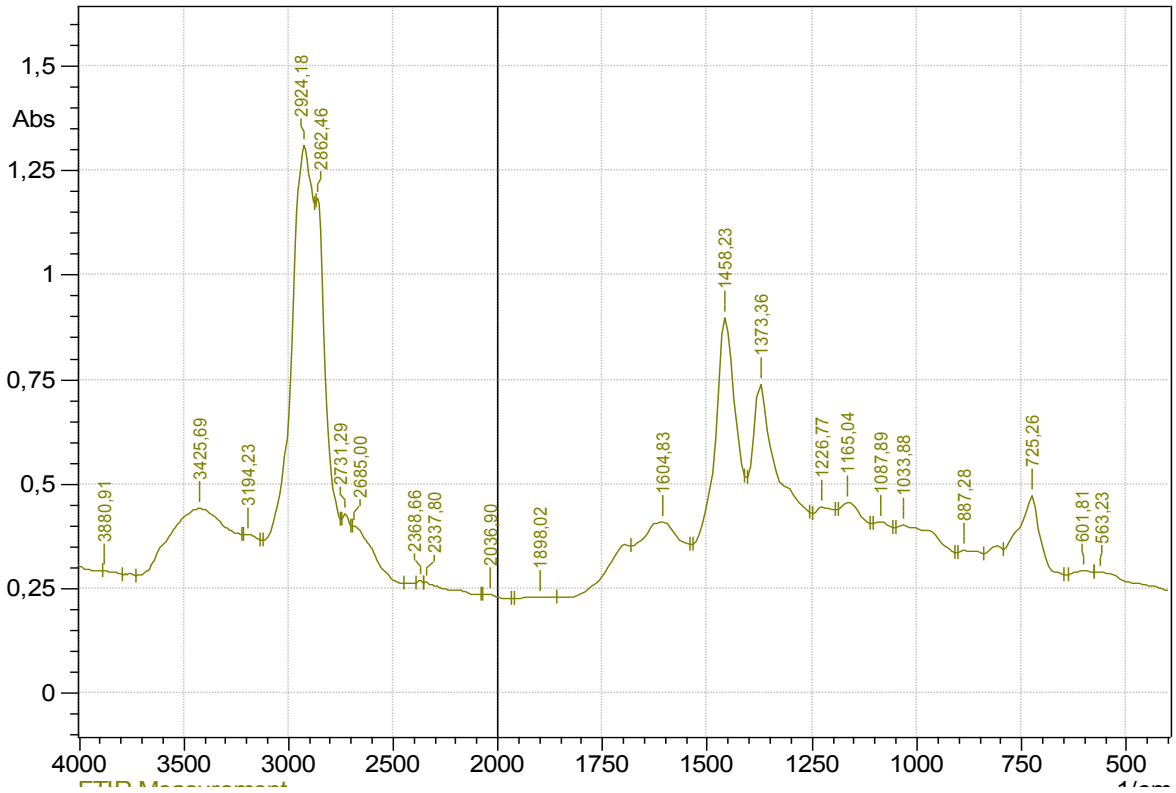


Figure V.9 : L'absorbance d'huile usée de type 15W40

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.8 : L'interprétation de l'absorbance d'huile usagée

Bande centré sur	L'origine
3700-3200 cm^{-1}	liaison O-H des groupes hydroxyles libres [7]
2924.18 cm^{-1}	liaisons C-H des groupes CH_3 et CH_2 [7]
2036 cm^{-1}	la liaison C≡C [7]

Comparaison entre le spectre de l'huile neuve et l'huile usée :

- Disparition de pique 2345.52 cm^{-1} correspondent aux additifs soufrés (S-H)
- L'apparition de pique 2036 cm^{-1} correspondent à la liaison C≡C

Domaine de [2000-500 cm^{-1}] :

Tableau V.9 : L'interprétation de l'absorbance d'huile usagée

Bande centrée sur	Origine
1680-1550 cm^{-1}	double liaison C=C [7]
1500-1400 cm^{-1}	C-H des groupes CH_3, CH_2 [7]
1373.36 cm^{-}	groupe CH_3 [7]
1030-1080 cm^{-1}	Ethylènes glycol [7]
887.26 cm^{-1}	hydrocarbures naphténiques [7]
725.26 cm^{-1}	liaison C-H de CH_2 [7]
887.28 cm^{-1}	hydrocarbures naphténiques [7]

Comparaison entre le spectre IRTF de l'huile neuve et usée :

- L'apparition de bande 1680-1550 cm^{-1} correspondent à la double liaison C=C
- L'apparition de bande 1030-1080 cm^{-1} correspondent à l'éthylène glycol

V.2.2.3 L'absorbance d'huile après 1ère itération de filtration

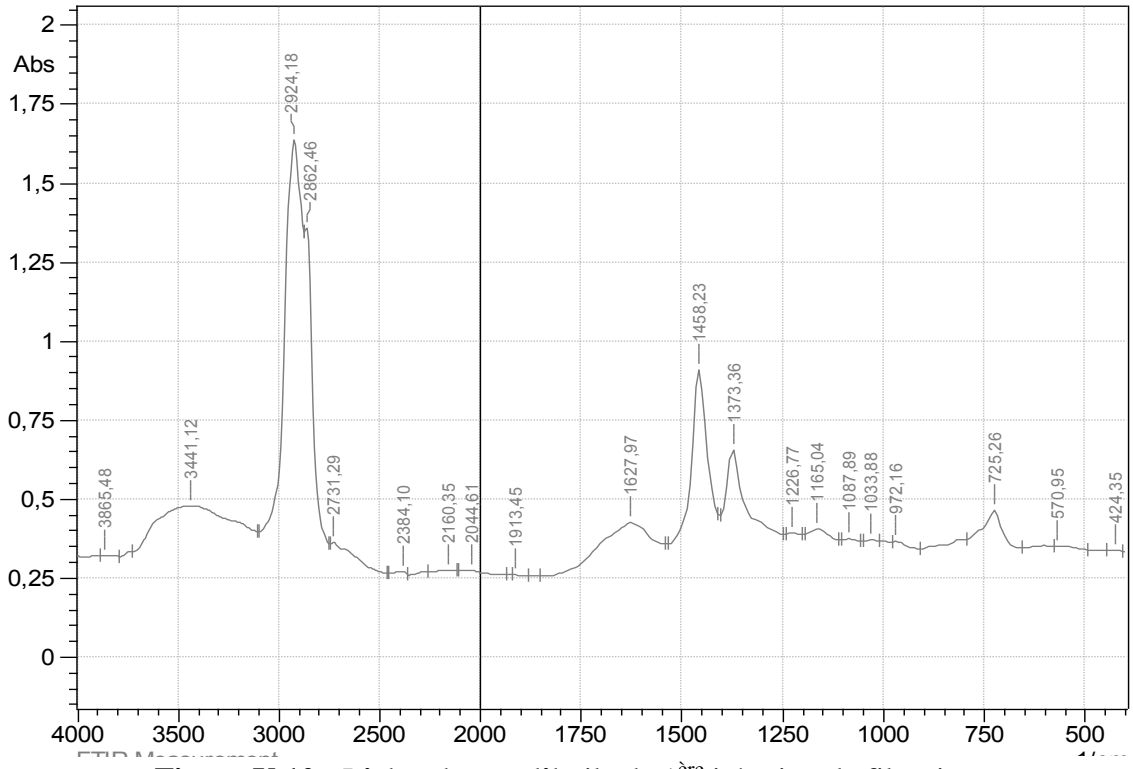


Figure V.10 : L'absorbance d'huile de 1ère itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.10 : L'absorbance d'huile de 1ère itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3700-3100 cm^{-1}	liaisons O-H des groupes hydroxyles libres [7]
3100-2750 cm^{-1}	liaisons C-H des groupes CH_3 et CH_2 [7]

Comparaison entre le spectre IRTF de l'huile usée et l'huile de 1ère itération de filtration :

- L'élimination de la triple liaison C≡C correspond à la bande d'absorption 2036 cm^{-1}

Domaine [2000-500 cm^{-1}] :

Tableau V.11 : L'interprétation de l'absorbance d'huile de 1ère itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1755-1550 cm^{-1}	double liaison C=C [7]
1500-1360 cm^{-1}	liaison C-H des groupes CH_2 et CH_3 [7]
725.26 cm^{-1}	liaison C-H de CH_2 [7]

Commentaire :

- L'élimination de la bande 1030-1080 cm^{-1} correspond à l'éthylène glycol

V.2.2.4 L'absorbance d'huile après 2ème itération :

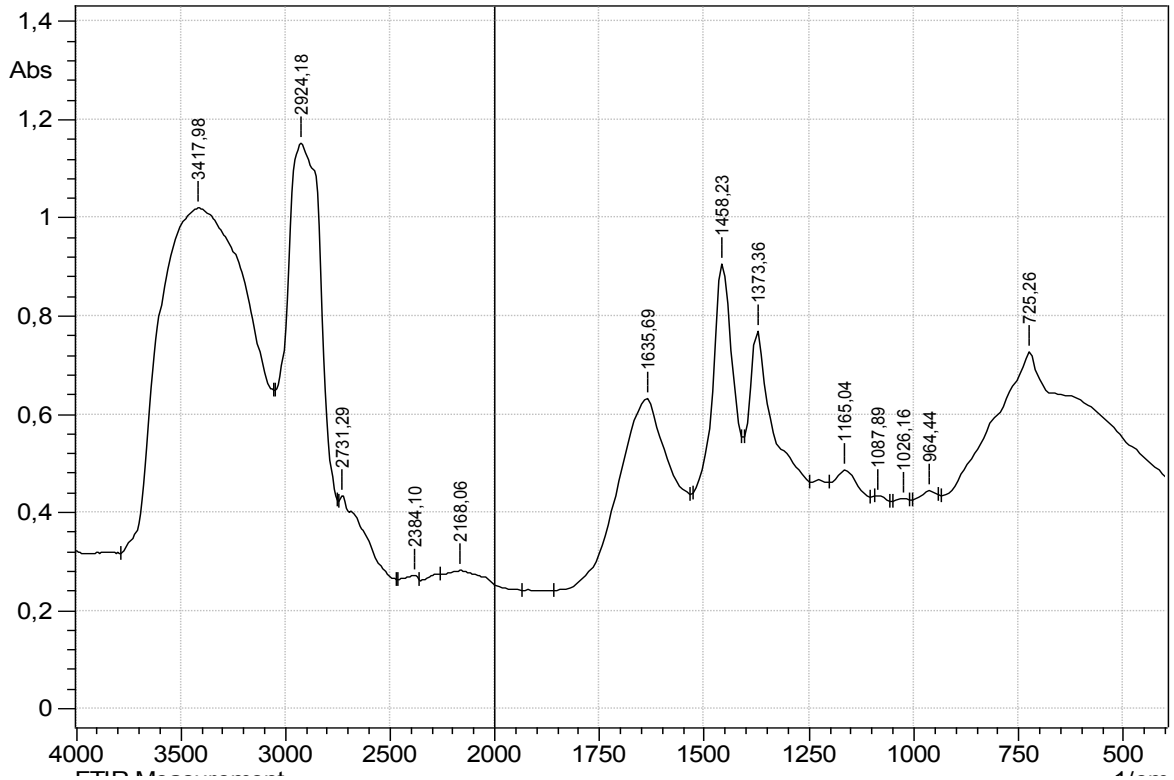


Figure V.11 : L'absorbance de l'huile de 2ème itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.12 :L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 2ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3780-3050 cm^{-1}	Liaison O-H liée (liaison hydrogène). [7]
3050-2750 cm^{-1}	Liaison C-H [7]

Comparaison entre le spectre FTIR entre l'huile de 1ère et 2ème d'itération de filtration :

- L'agrandissement de deux bandes qui correspondent aux liaisons C-H et O-H

Domaine [2000-500 cm^{-1}] :

Tableau V.13 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 2ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1750-1550 cm^{-1}	double liaison C=C [7]
1550-1400 cm^{-1}	liaison C-H des groupes CH_2 et CH_3 [7]
1400-1320 cm^{-1}	liaison C-H [7]
725.26 cm^{-1}	liaison C-H de CH_2 [7]

V.2.2.5 L'absorbance d'huile après 3ème itération de filtration :

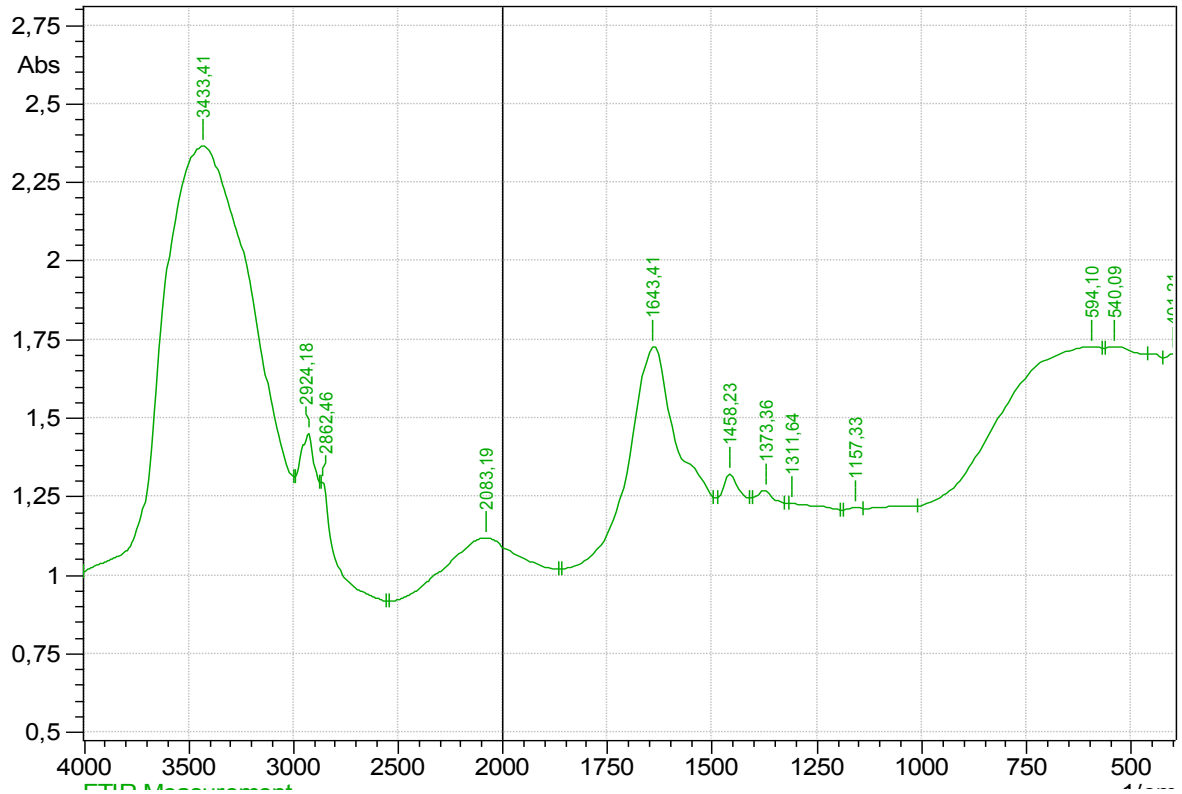


Figure V.12 : L'absorbance d'huile de 3ème itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.14 : L'interprétation de l'absorbance d'huile de 3ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3600-3000 cm^{-1}	liaison O-H [7]
3000-2860 cm^{-1}	liaison C-H de groupe CH_3, CH_2 [7]

Domaine [2000-500 cm^{-1}]

Tableau V.15 : L'interprétation de l'absorbance d'huile de 3ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1700-1575 cm^{-1}	la double liaison C=C [7]
1460-1400 cm^{-1}	liaison C-H de groupe CH_3, CH_2 [7]
1373.33 cm^{-1}	groupe CH_2 [7]

V.2.2.6 L'absorbance d'huile après 4ème itération de filtration :

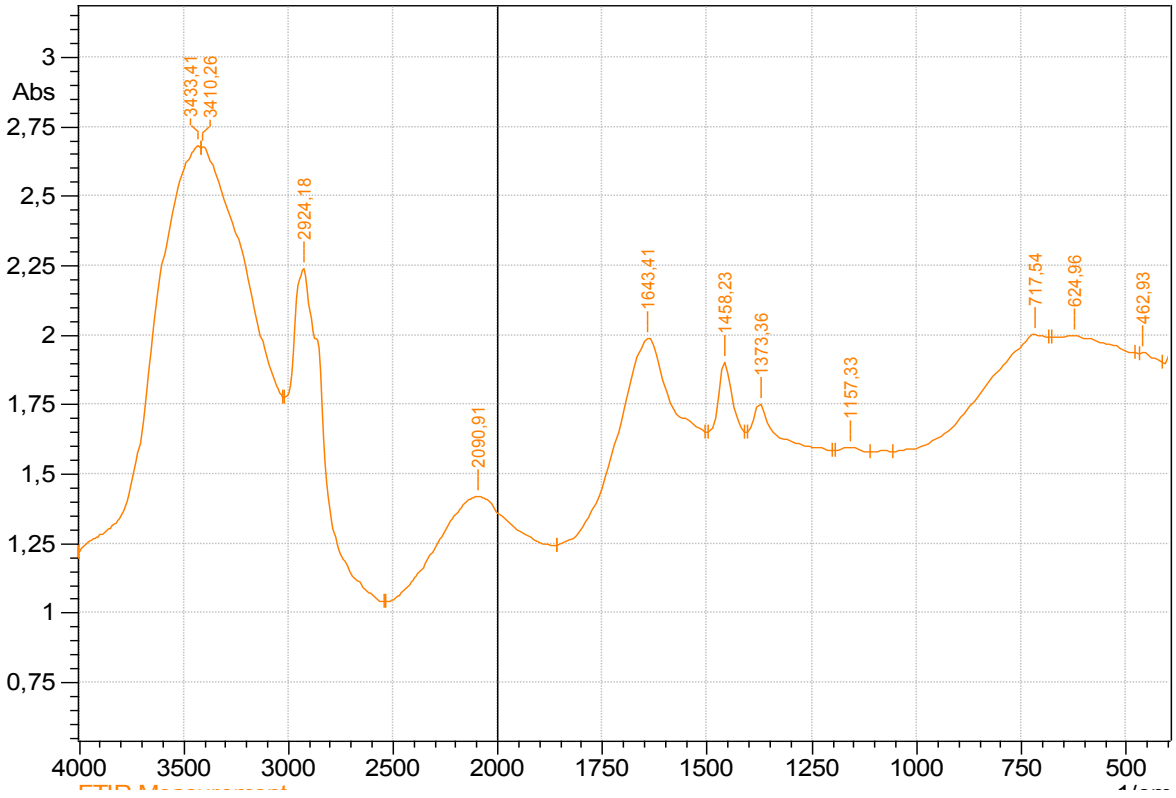


Figure V.13 : L'absorbance de l'huile de 4ème itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.16 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 4ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3700-3000 cm^{-1}	liaison O-H [7]
2924.18 cm^{-1}	groupe CH_3 [7]

Domaine [2000-500 cm^{-1}] :

Tableau V.17 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 4ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1643,41 cm^{-1}	la double liaison C=C [7]
1458.23 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]
1373.36 cm^{-1}	groupe CH_3 [7]
717.54 cm^{-1}	hydrocarbures paraphréniques [7]

V.2.2.7 L'absorbance d'huile après 5ème itération de filtration :

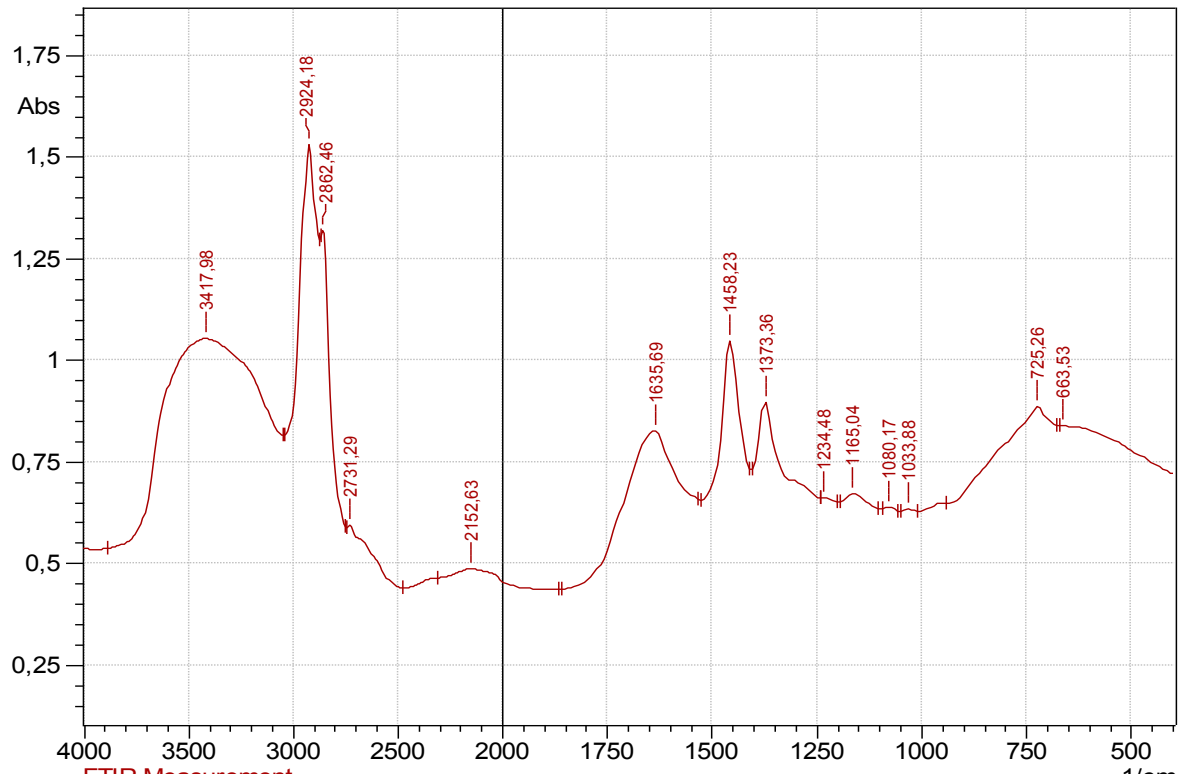


Figure V.14 : L'absorbance de l'huile de 5ème itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.18 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 5ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3500-3050 cm^{-1}	liaison O-H [7]
3000-2800 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]

Domaine [2000-500 cm^{-1}] :

Tableau V.19 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 5ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1700-1500 cm^{-1}	double liaison C=C [7]
1458.23 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]
1373.23 cm^{-1}	groupe CH_3 [7]
725.28 cm^{-1}	hydrocarbures paraphéniques [7]

V.2.2.8 L'absorbance d'huile après 6ème itération de filtration :

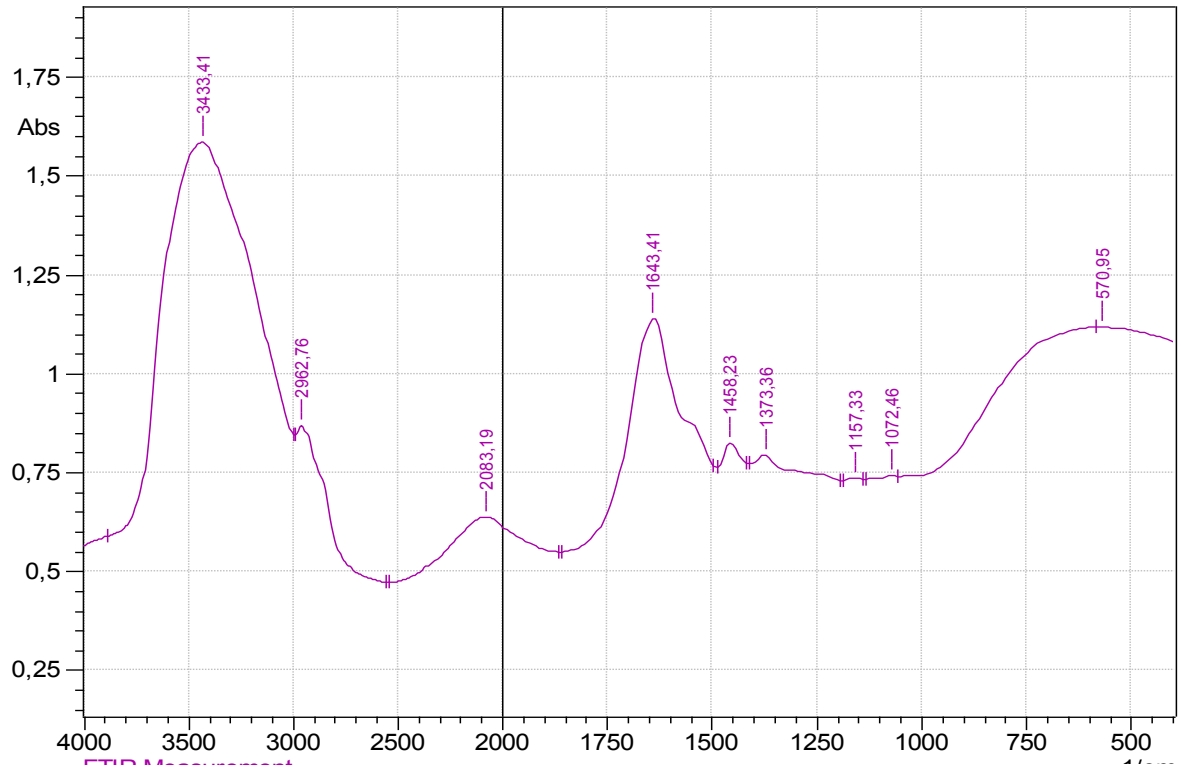


Figure V.15 : L'absorbance de l'huile de 6ème itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.20 :L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 6ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3600-3000 cm^{-1}	liaison O-H [7]
2962.76 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]

Domaine de [2000-500 cm^{-1}] :

Tableau V.21 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 6ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1700-1600 cm^{-1}	double liaison C=C [7]
1500-1350 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]

V.2.2.9 L'absorbance d'huile après 7ème itération de filtration :

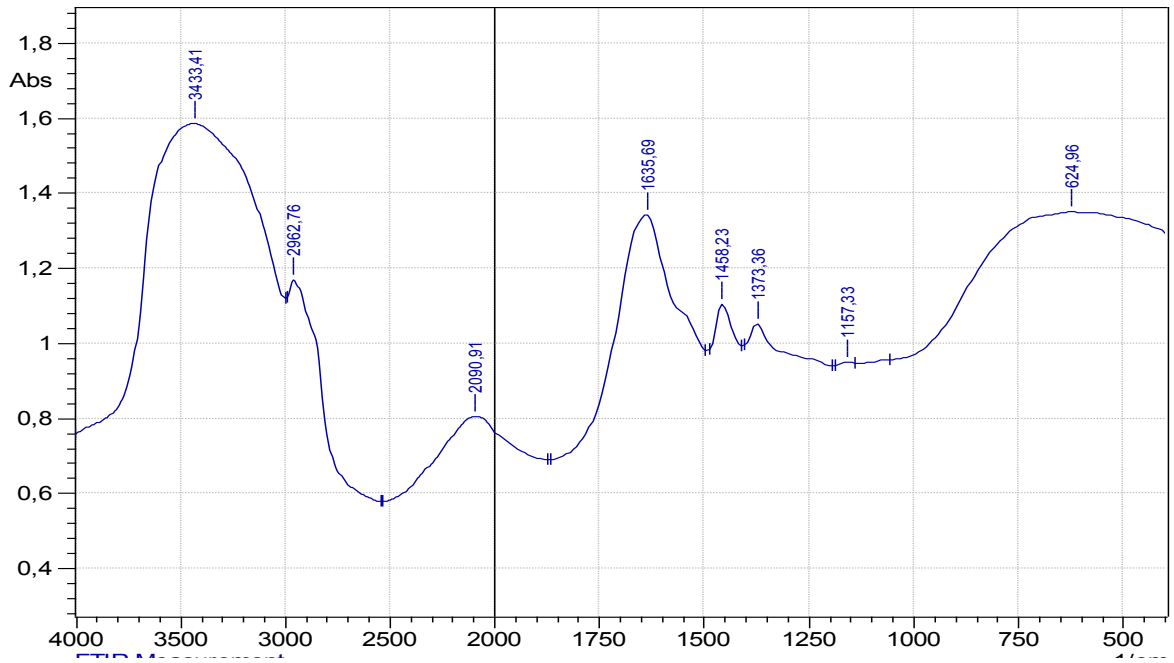


Figure V.16: L'absorbance de l'huile de 7ème itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}]:

Tableau V.22 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 7ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3550-3000 cm^{-1}	liaison O-H [7]
2962.76 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]

Domaine [2000-500 cm^{-1}] :

Tableau V.23 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de 7ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1635.69 cm^{-1}	double liaison C=C [7]
1500-1350 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]

V.2.2.10 L'absorbance d'huile après 8ème itération de filtration :

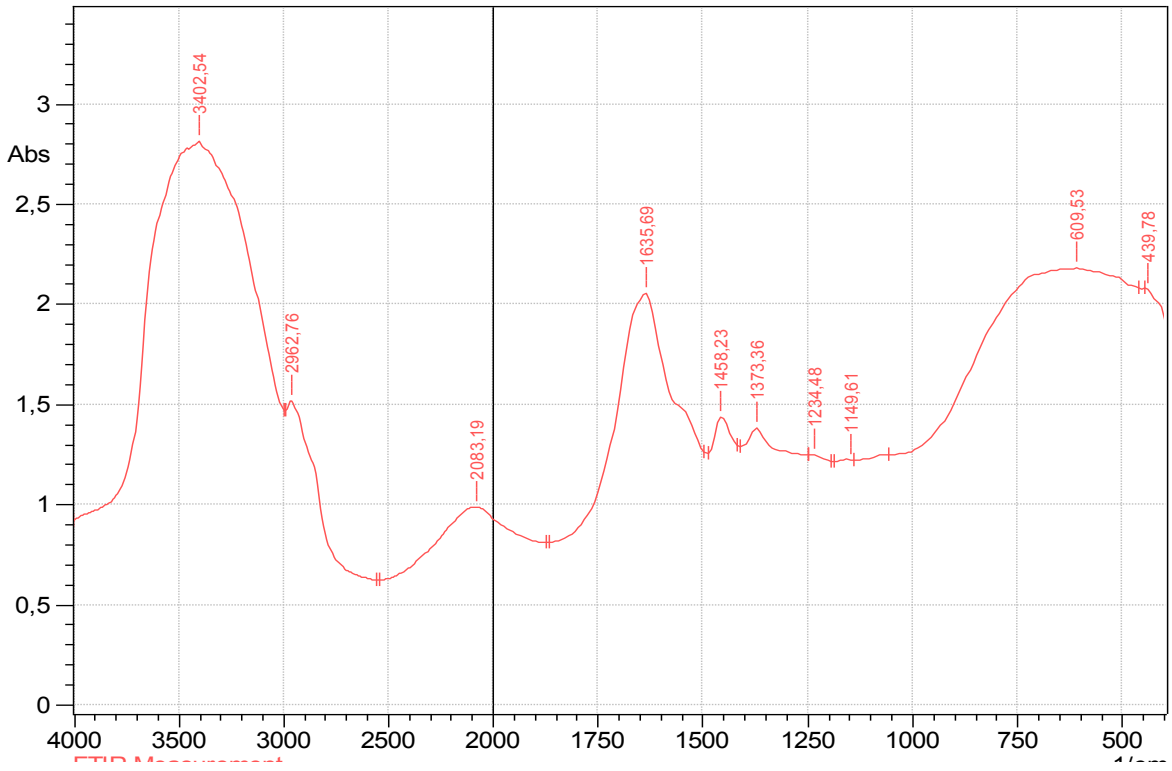


Figure V.17 : L'absorbance de l'huile de8ème itération de filtration

Domaine [4000-2000 cm^{-1}] :

Tableau V.24 : l'interprétation de l'absorbance de l'huile de8ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
3600-3000 cm^{-1}	liaison O-H [7]
2962.76 cm^{-1}	groupe CH_3, CH_2 [7]

Domaine de [2000-500 cm^{-1}]

Tableau V.25 : L'interprétation de l'absorbance de l'huile de8ème itération de filtration

Bande centrée sur	Origine
1635.69cm^{-1}	double liaison C=C [7]
1500-1350 cm^{-1}	groupe CH_3 [7]

V.2.3 Identification des composants des huiles par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC/MS

V.2.3.1 Chromatogramme CPG de l'huile neuve type 15W40 :

La figure suivante représente le chromatogramme CPG de l'huile neuve 15W40 :

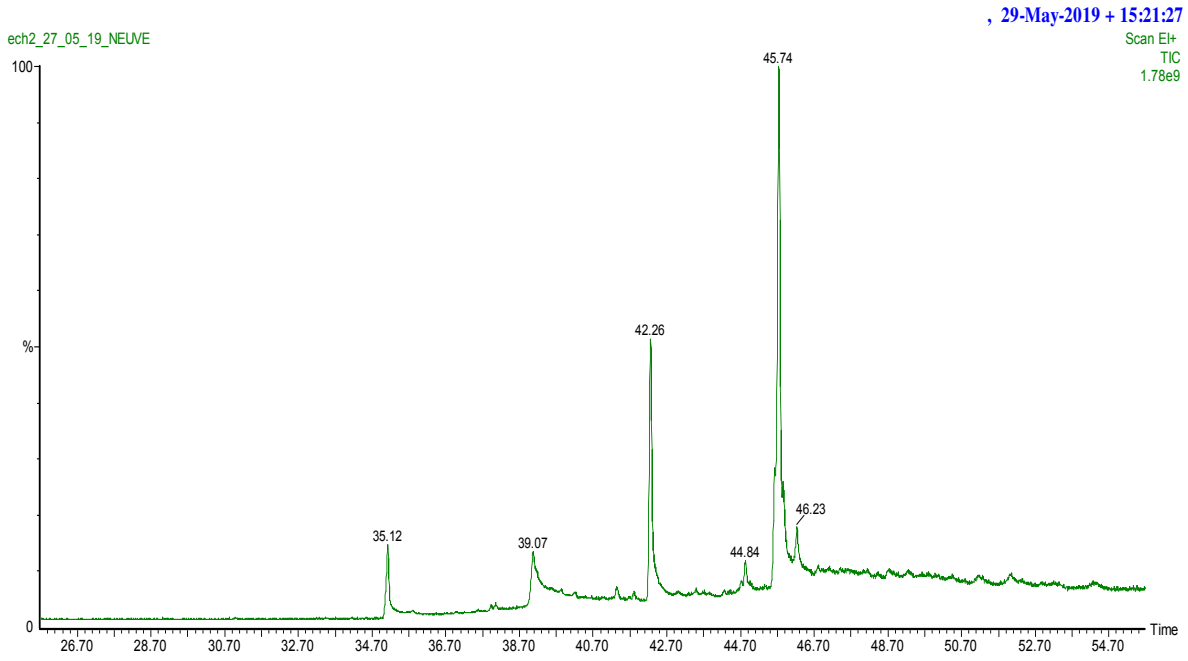


Figure V.18: Le chromatogramme de l'huile neuve type 15W40

Pour le temps de rétention = 35.12 min

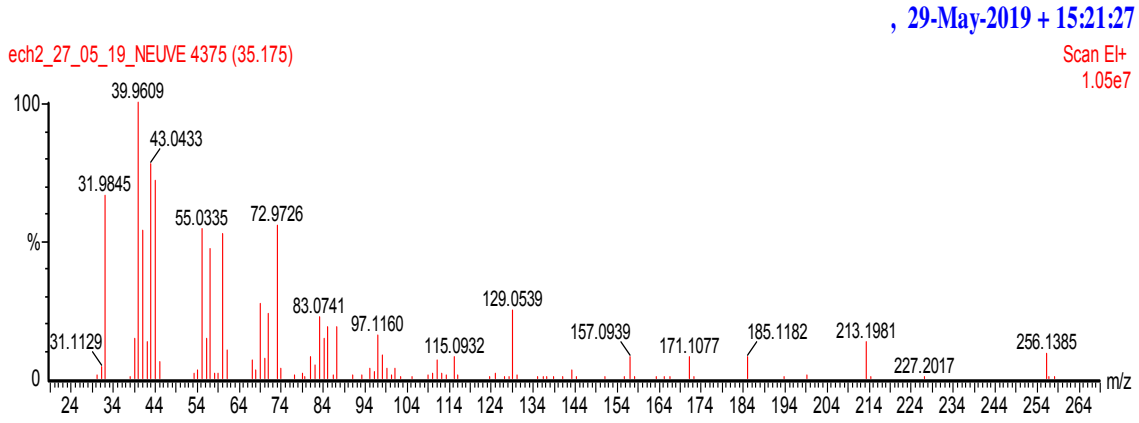


Figure V.19 : Spectre de masse pour temps de rétention = 35.12 min

Tableau V.26 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 35.12 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
252	3-Heptadécénal	$C_{17}H_{32}O$

Pour le temps de rétention = 39.07 min

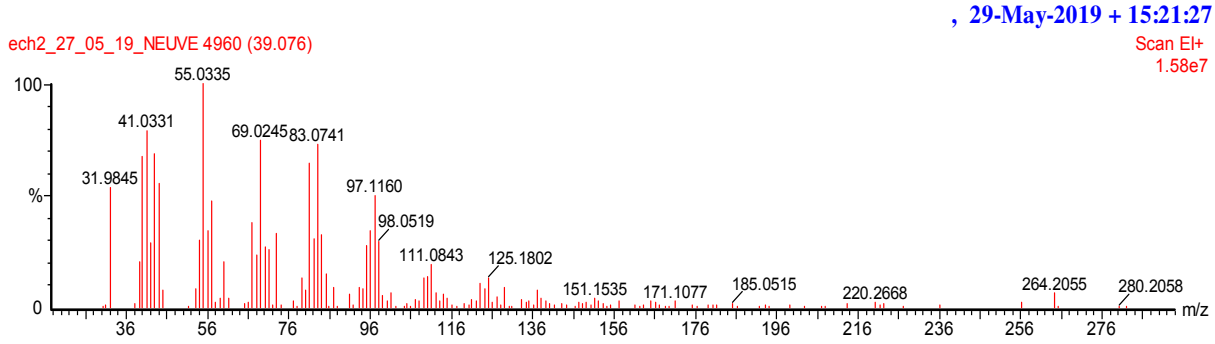


Figure V.20 : Spectre de masse pour temps de rétention = 39.07 min

Tableau V.27: L'interprétation de SM pour temps de rétention = 39.07 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
170	2-isopropyl-5-méthyl hept-6-en-1-ol	$C_{11}H_{22}O$

Pour le temps de rétention = 42.26 min

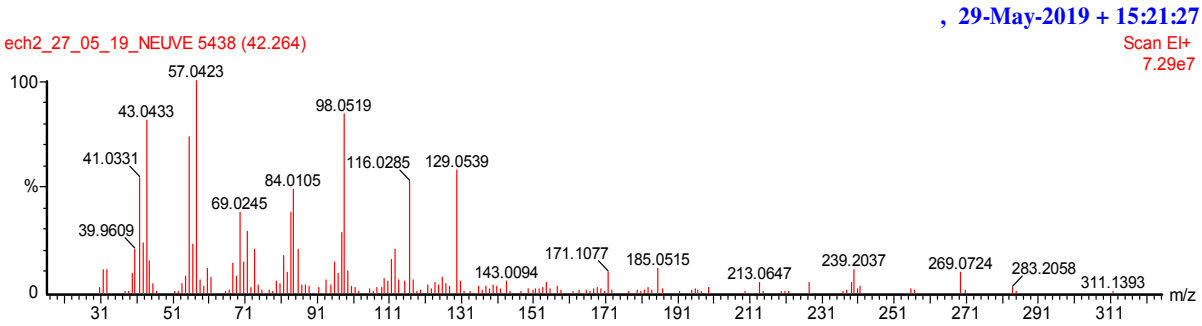


Figure V.21 : Spectre de masse pour temps de rétention = 42.26 min

Tableau V.28 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 42.26 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
312	Palmitate de glycéride	$C_{19}H_{36}O_3$

Pour le temps de rétention = 45.74 min

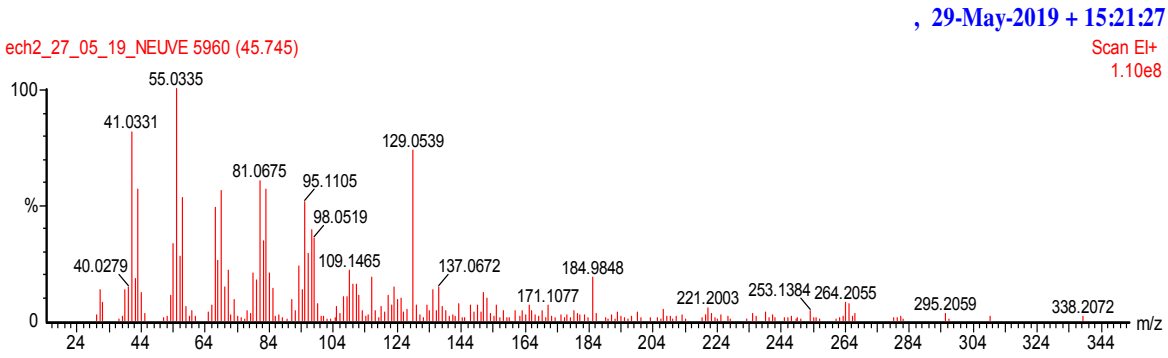


Figure V.22 : Spectre de masse pour temps de rétention = 45.74 min

Tableau V.29 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 45.74 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
286	1,12-octadécanediol	$C_{18}H_{38}O_2$

Pour un temps de rétention = 46.23 min

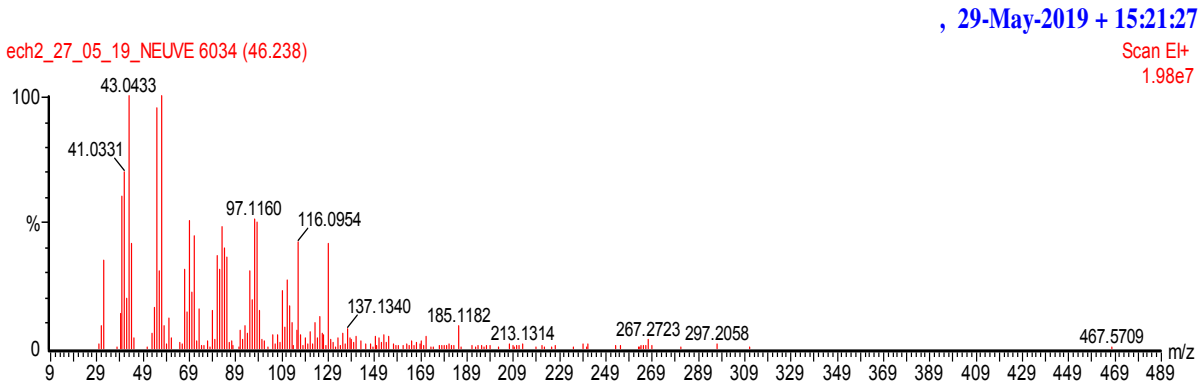


Figure V.23 : Spectre de masse pour temps de rétention = 46.23 min

Tableau V.30 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 46.23 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
270	L'alcool stéarylique	$C_{18}H_{38}O$

V.2.3.2 Chromatogramme CPG de l'huile usée type 15W40 :

La figure suivante représente le chromatogramme CPG de l'huile usée 15W40

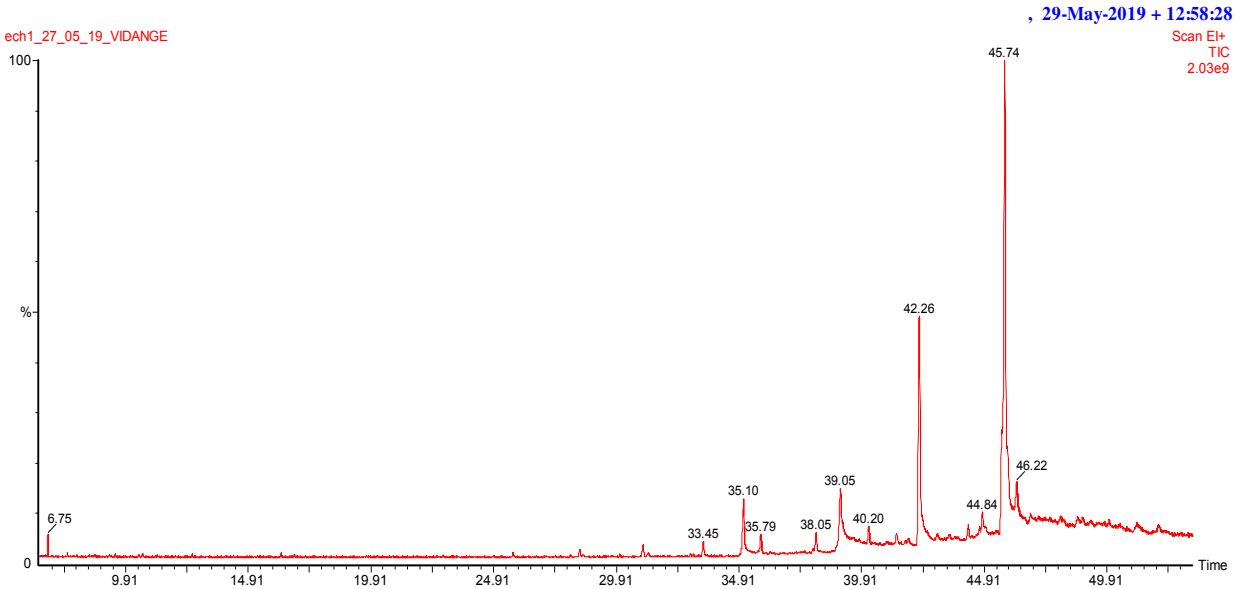


Figure V.24: Le chromatogramme CPG de l'huile usée type 15W40

Pour un temps de rétention = 6.75 min

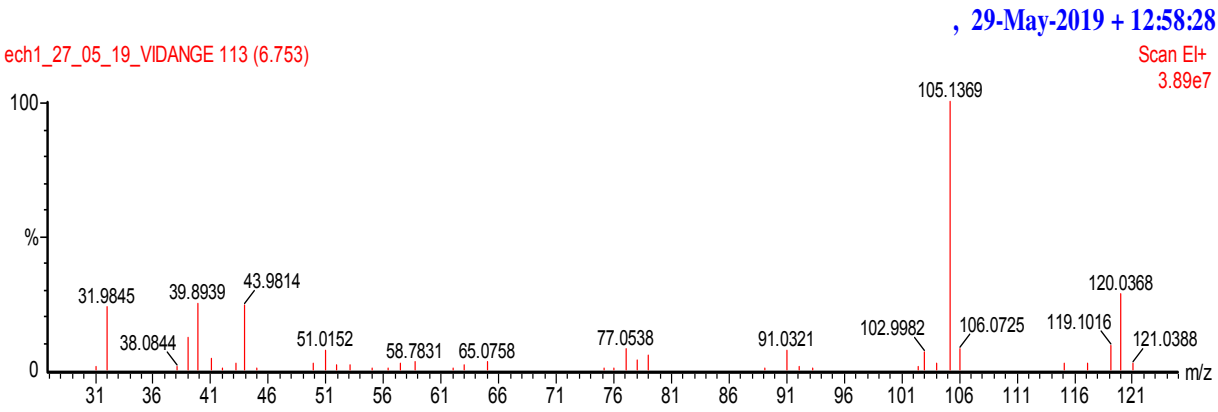


Figure V.25 : Spectre de masse pour temps de rétention = 6.75 min

Tableau V.31 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 6.75 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
120	Benzène 1,2,3-triméthyl	C_9H_{12}

Pour temps de rétention = 35.10 min :

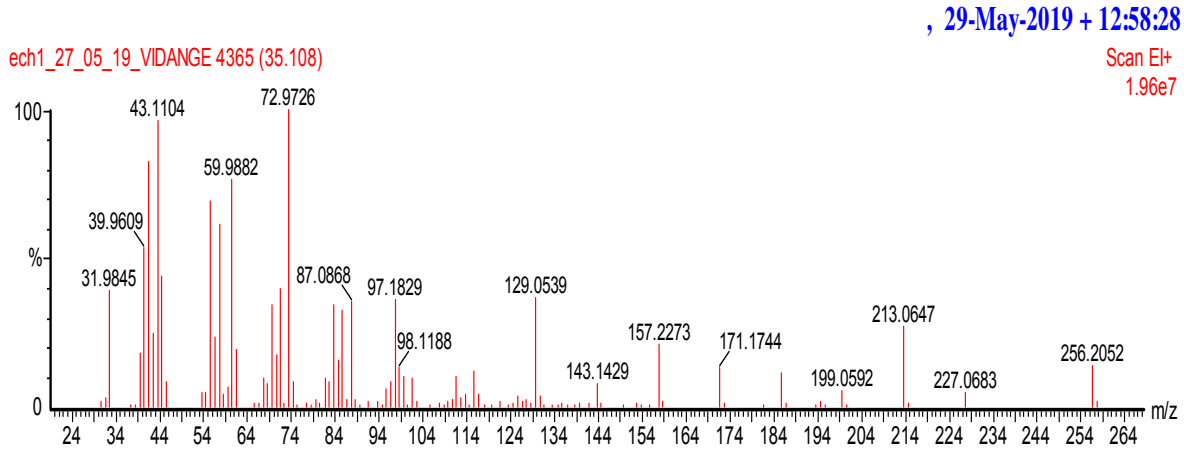


Figure V.26 : Spectre de masse pour temps de rétention = 35.10 min

Tableau V.32 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 35.10 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
214	acide tridécanoique	$C_{13}H_{26}O_2$

Pour un temps de rétention = 39.05 min :

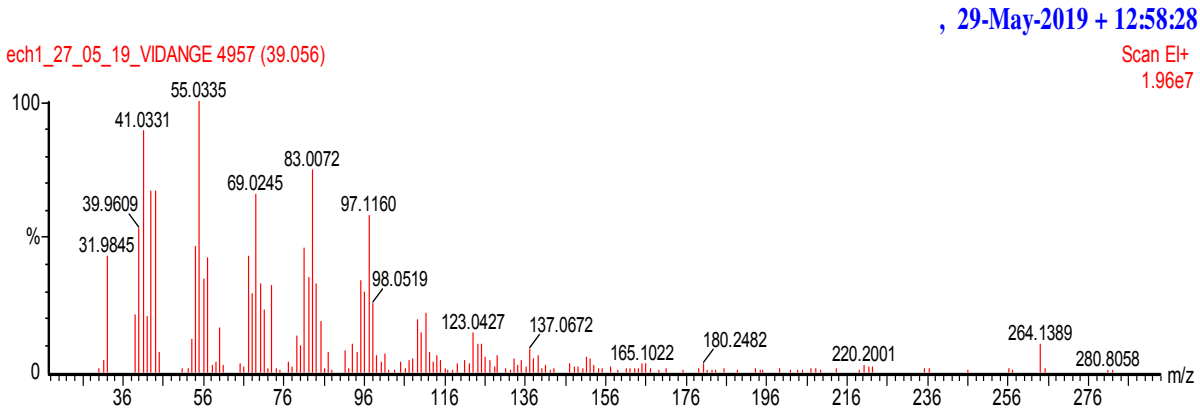


Figure V.27 : Spectre de masse pour temps de rétention = 39.05 min

Tableau V.33 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 39.05 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
268	9-octadécène-1-ol	$C_{18}H_{36}O$

Pour un temps de rétention = 42.26 min :

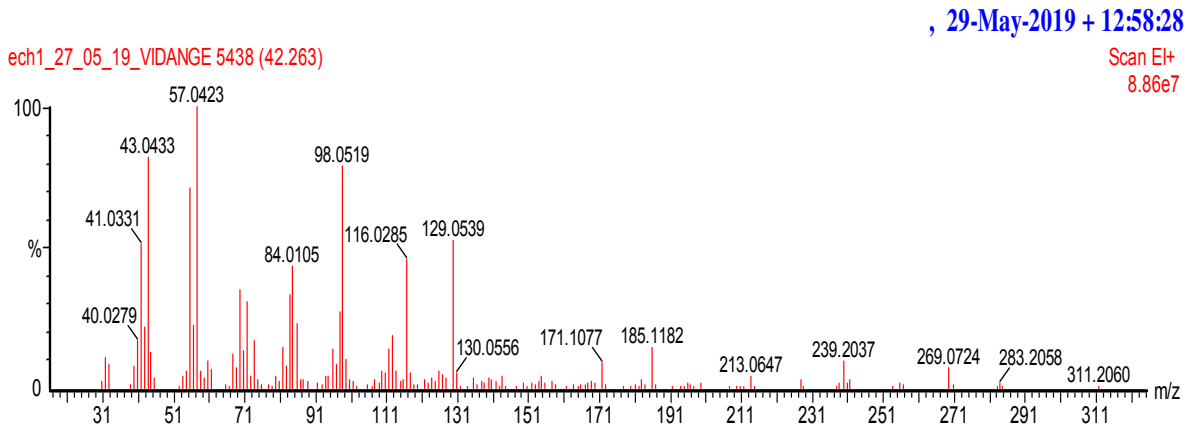


Figure V.28 : Spectre de masse pour temps de rétention = 42.26 min

Tableau V.34 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 42.26 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
312	Palmitate de glycéride	$C_{19}H_{36}O_3$

Pour un temps de rétention = 45.74 min :

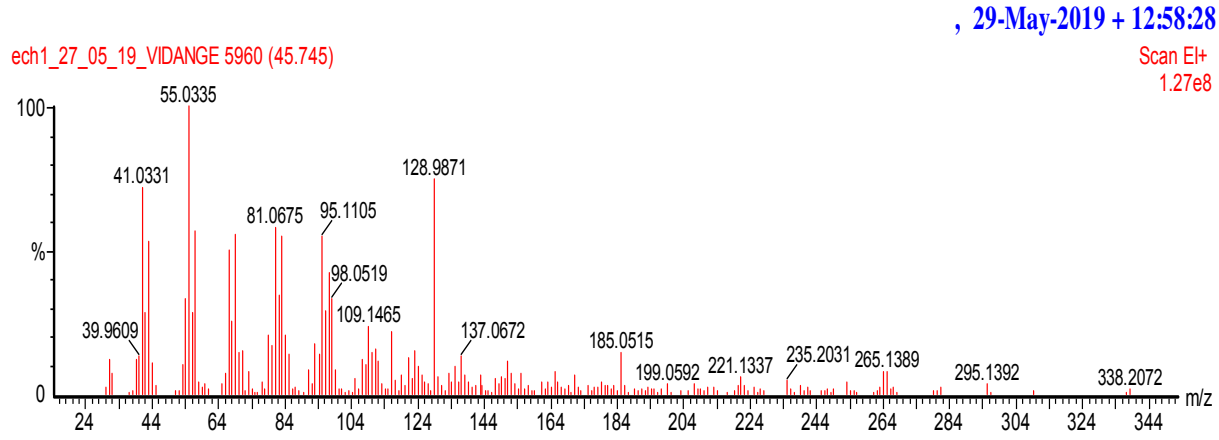


Figure V.29 : Spectre de masse pour temps de rétention = 45.74 min

Tableau V.35 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 45.74 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
286	1,12-octadécandiol	$C_{19}H_{36}O_3$

Pour un temps de rétention = 46.22 min :

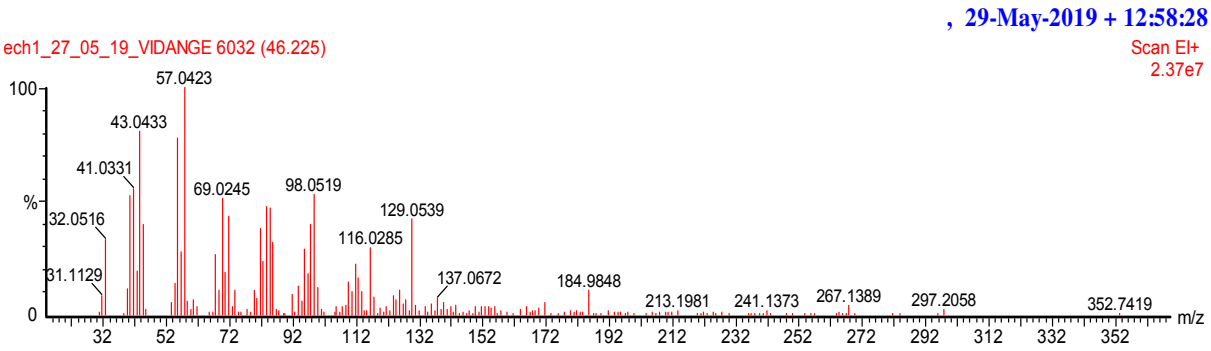


Figure V.30 : Spectre de masse pour temps de rétention = 46.22 min

Tableau V.36 : L'interprétation de SM pour temps de rétention = 46.22 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
252	3-heptadécénal	$C_{17}H_{32}O$

Comparaison entre le chromatogramme CPG de l'huile neuve et huile usée :

- L'apparition au niveau de l'huile usée un pique de temps de rétention = 6.75 min, correspond d'après le spectre de masse à Benzène triméthyl de formule chimique brute C_9H_{12}
- L'élimination au niveau de l'huile neuve d'un pique de temps de rétention = 35.12 min, correspond d'après le spectre de masse à 3-Heptadécénal de formule chimique brute $C_{17}H_{32}O$
- L'apparition au niveau d'huile usée un pique de temps de rétention = 35.10 min correspond d'après le spectre de masse à 9-octadécène-1-ol de formule brute $C_{13}H_{26}O_2$
- L'apparition au niveau d'huile usée un pique de temps de rétention = 39.05 min correspond d'après le spectre de masse à l'acide tridécanoique de formule brute $C_{18}H_{36}O$
- L'apparition au niveau d'huile usée un pique de temps de rétention = 45.74 min correspond d'après le spectre de masse à palmitate de glycérine de formule brute $C_{19}H_{36}O_3$

- L'élimination au niveau de l'huile neuve d'un pique de temps de rétention = 46.23 min, correspond d'après le spectre de masse à l'alcool stéarylique de formule chimique brute $C_{18}H_{38}O$

Ces changements sur l'huile neuve dû à la dégradation par le carburant non brulé et l'eau qui travers à parti de système de refroidissement (fuite) [32]

V.2.3.3 chromatogramme CPG de l'huile filtrée type 15W40 :

La figure suivante représente le chromatogramme CPG de l'huile filtrée 15W40 :

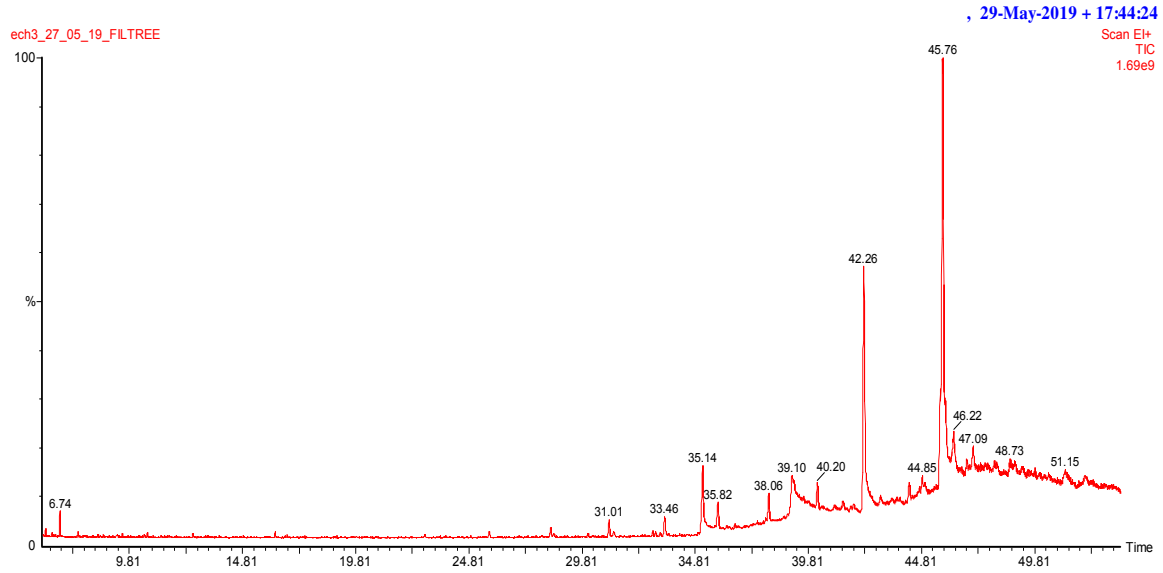


Figure V.31: Le chromatogramme CPG de l'huile filtrée type 15W40

Pour un temps de rétention = 6.74 min :

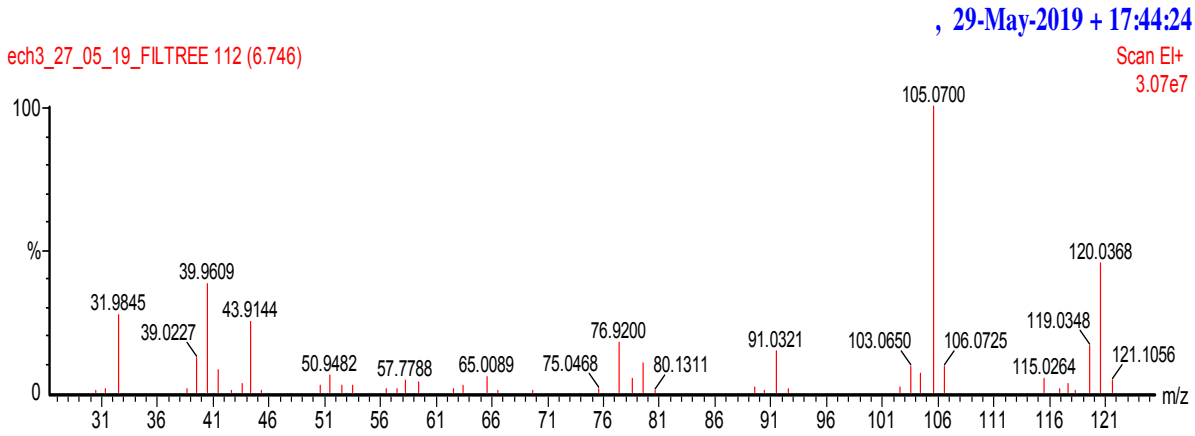


Figure V.32 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 6.74 min

Tableau V.37 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 6.74 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
120	Benzène 1,2,3-triméthyl	C_9H_{12}

Pour un temps de rétention = 35.14 min :

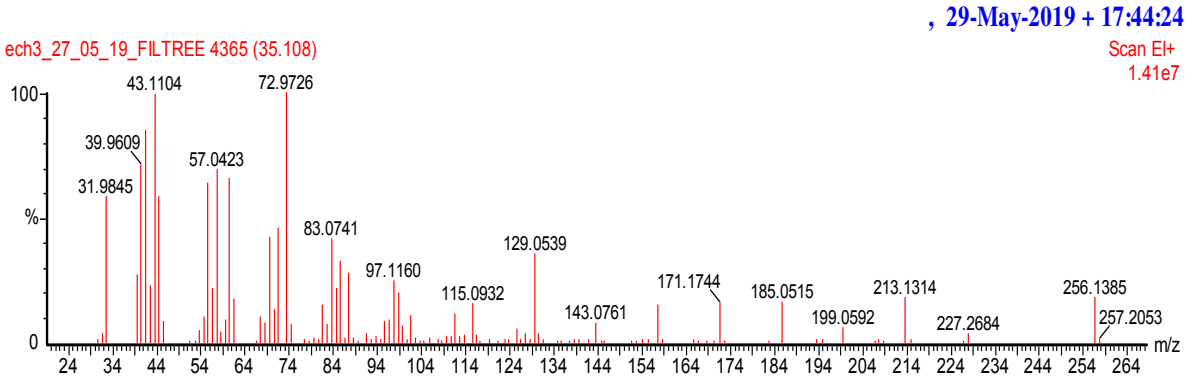


Figure V.33 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 35.14 min

Tableau V.38 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 35.10 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
256	Acide hexdécanoique	$C_{16}H_{32}O_2$

Pour un temps de rétention = 42.26 min :

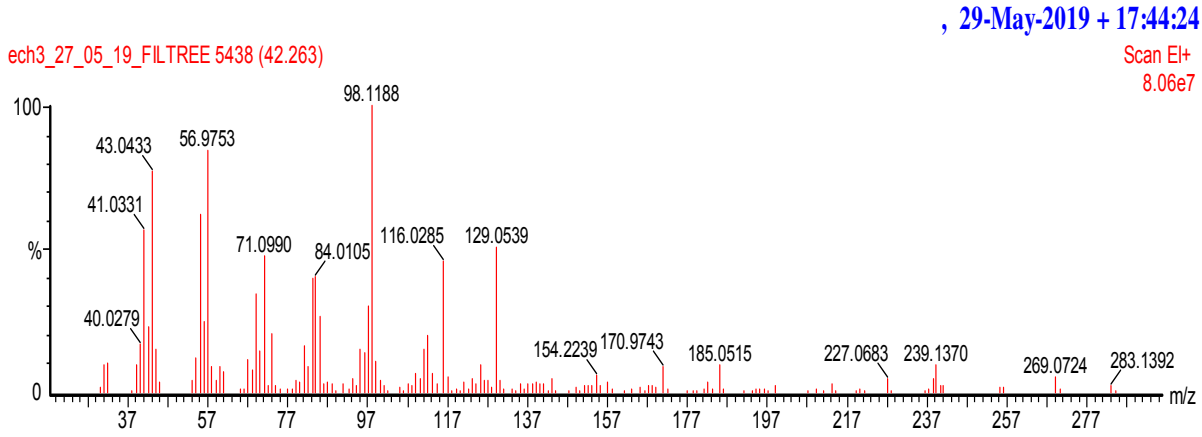


Figure V.34 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 42.26 min

Tableau V.39 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 42.26 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
252	3-heptadécénal	$C_{17}H_{32}O$

Pour un temps de rétention = 45.76 min :

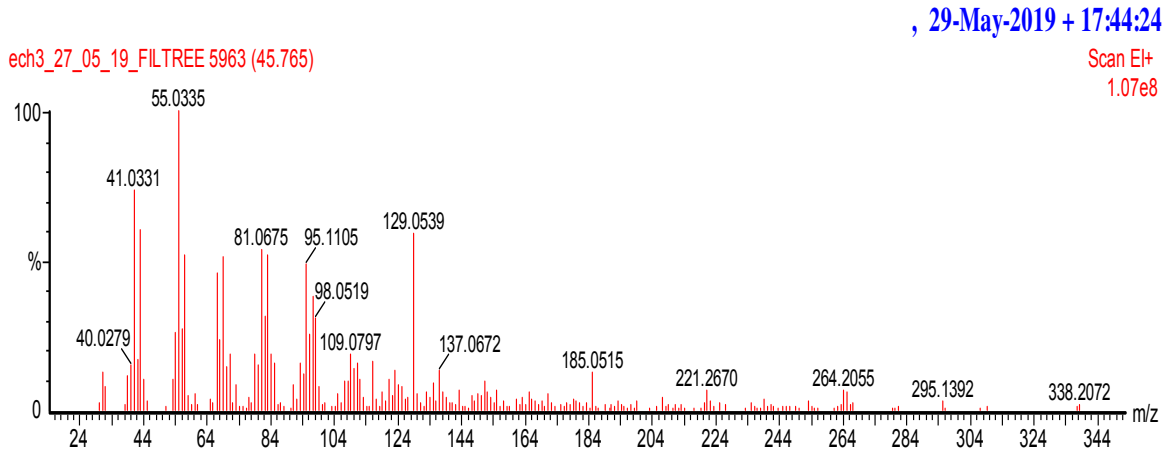


Figure V.35 : Spectre de masse de l'huile filtrée pour temps de rétention = 45.76 min

Tableau V.40 : L'interprétation de SM de l'huile filtrée pour temps de rétention = 45.76 min

Ion parentale	Nom de composé	Formule chimique
252	3-heptadécénal	$C_{17}H_{32}O$

Comparaison entre le chromatogramme CPG de l'huile usée et l'huile filtrée :

- L'élimination au niveau de l'huile usée un pique de temps de rétention = 35.10 min correspond d'après le spectre de masse à l'acide tridécanoique de formule brute $C_{13}H_{26}O_2$
- L'élimination au niveau de l'huile usée un pique de temps de rétention = 39.05 min, correspond d'après le spectre de masse à 9-octadécène-1-ol de formule brute $C_{19}H_{36}O$

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail est la filtration des huiles usées et possibilité de la transformée en huile de base apte à la fabrication de nouvelles huiles lubrifiantes.

En premier lieu, la détermination des caractéristiques d'huiles usées de type 15W40 récupérée avec une approche réelle du parcours de la collecte de ces huiles usées après le vidange.

En deuxième lieu, on a filtré l'huile avec une méthode originale à l'échelle laboratoire dans le but d'éliminer les contaminants des huiles usées.

L'évolution de la viscosité, la densité, le facteur de transmission et l'indice de réfraction à chaque itération de filtration, aussi les analyses spectromètres montre que la méthode utilisée permis d'arrivée à des résultats de ces paramètres favorables.

D'après les résultats obtenus, on constate que dans la période février-mars la méthode été lourde, par contre dans la période avril-mai la méthode été rapide, se qui ne permis de conclu que la température est un facteur considérable.

Compte tenu des résultats obtenus, le procédé utilisé montre clairement l'efficacité de l'utilisation de blanc d'œuf comme un tamis moléculaire pour éliminer les contaminants des huiles de moteurs

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'économie du pays, puisqu'elle permet de prévoir une autre source de production de lubrifiants de base.

Bibliographiques et références

La liste bibliographique

[1] Castrol (Switzerland) AG, ABC du « graissage, structure, utilisation et propriétés des lubrifiants ; www.hd19.net/technique/hydraulique/ABC_du_graissage.pdf (consultée le 12/03/2019)

[2] BENSALEM.I, MEHNI.F « étude de l'incorporation d'huile usagée au fuel lourd rapport » CERHYD, Mars 1987

[3] IZZA.H, 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, 2007

[4] MOHELLEBIL.F, BOUVHEKHOL.A, HARBIL.N, HADJOUL.N et C. E. Chitour1, Étude de la purification d'huiles usagées de type «moteur» au moyen d'une argile montmorillonitique, *Oil & Gas Science and Technology Ð Rev. IFP,* Vol. 54 (1999), No. 3, pp. 403-418Copyright © 1999, .ditions Technip, 1999.

[5] GUILLEY.F, L'emploi des huiles biodégradables dans les écosystèmes forestiers en remplacement des huiles minérales polluantes, rapport de stage – ENSTIB 3- 2003/2004.

[6] AUDIBERT.F, les huiles usagées réraffinage et valorisation énergétique, ditions Technip, 2003.

[7] AYEL.J, BORN.B, Lubrifiants et fluides pour l'automobile, édition Technip, 1998.

[8] KOPELIOVICH.D, classification of lubricants, SubsTech, 2012.

[9] EVANS.J Comment l'huile se dégrade t-elle, www.wearcheck.com (consultée le 15/04/2019)

[10] LIGIER.J, lubrification des paliers moteurs, Edition Technip, 1997

[11] AWAJA.F, PAVEL.D, Design Aspects of Used Lubricating Oil Re-Refining, Elsevier, 2006.

[12] GPEM/CP, lubrifiants et produits connexes pour l'automobile ; guide pratique à l'attention des acheteurs publics de lubrifiants et de produits connexes pour véhicules terrestre à moteurs thermiques, 2000.

[13] ADEME, rapport d'activité de la commission nationale des aides, filière huiles usagées, 2004.

[14] MONIER.V, ESCALON.V, CASSOWITZ.L, Etude De La Gestion De La Filiere De Collecte Et De Valorisation Des Huiles Usagees Dans Certains Pays De L'UE, ADEME, Février 2010.

[15] AIT MEZIANE.I, Une problématique qu'il faut prendre aux sérieux, Collecte et traitement des huiles usagées en Algérie, Publié dans Le Maghreb, 2006.

[16] www.ademe.fr (consultée le 17.04.2019)

[17] LAROCHE.R, Rôle des huiles à moteur conventionnelles et synthétiques. Québec - Ministère de l'Agriculture, des pêcheries et de l'alimentation, 2008

[18] BOURQUE.C, Les huiles usagées Fiches informatives, RECYC QUÉBEC, 2010.

[19] INRS, estimation du potentiel cancérogène des huiles minérales- Hygiène et sécurité du travail, 227/4,5, 2012.

[20] DENIS.J, BRIANT.J, HIPEAUX.J-C, Physico-chimie des lubrifiants: analyses et essais, p322, editions technip Paris 1997.

[21] IFP, ENSPM formation industrielle « lubrification des moteurs pour groupement institue Algérien du pétrole », 2004

[22]BOUKHERROUBA.S, Mémoire de Magistère en énergétique et développement durable « Étude, Caractérisation et Mise au point d'un combustible Innovant à base des huiles de vidange » 2009.

[23] Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity), Book of Standards Volume: 05.01, http://www.astm.org/Standards/D445.htm (consulté le 02/05/2019)

[24] ALEKEEV.V, chimie quantitative, 3eme édition, édition Moscou 1980.

[25] ASTM, VISCOSITY INDEX CALCULATED FROM KINEMATIC VISCOSITY, published by the American society for testing and materials, Library of Congress Catalog Cara Number 65-24834,1965.

[26] DUCAUZE.C, chimie analytique, Analyse chimique et chimiométrie/concepts, démarche et méthode, Lavoisier Tec & Doc.

[27] BOUCHENNOUT.S, la spectrométrie de masse en couplage avec la chromatographie en phase gazeuse, Editions TEC&DOC, Lavoisier

[28] La spectrométrie de masse : Une technique d'étude structurale des protéines. L2 Sciences.univ-amu. Fr cour 2013

[29] www.nimadam.org/ article/SEDP 2000-2001 (consulté le 10/02/2019 19 :44)

[30] TAILLET.R, VILLAIN.L, FEBVRE.P, dictionnaire de physique. Deboeck superieur.

[31] LJUBAS.D, KRPAN.H, MATANOVIC.I, Influence of engine oils dilution by fuels on their viscosity, flash point, and fire point, Nafta 61, 2, 73-79. 2010

[32] MAZOUZI.R, KHELIDJ.B, KELLACI.A, Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide, Energies renouvelables, 4, 631-637, 2014

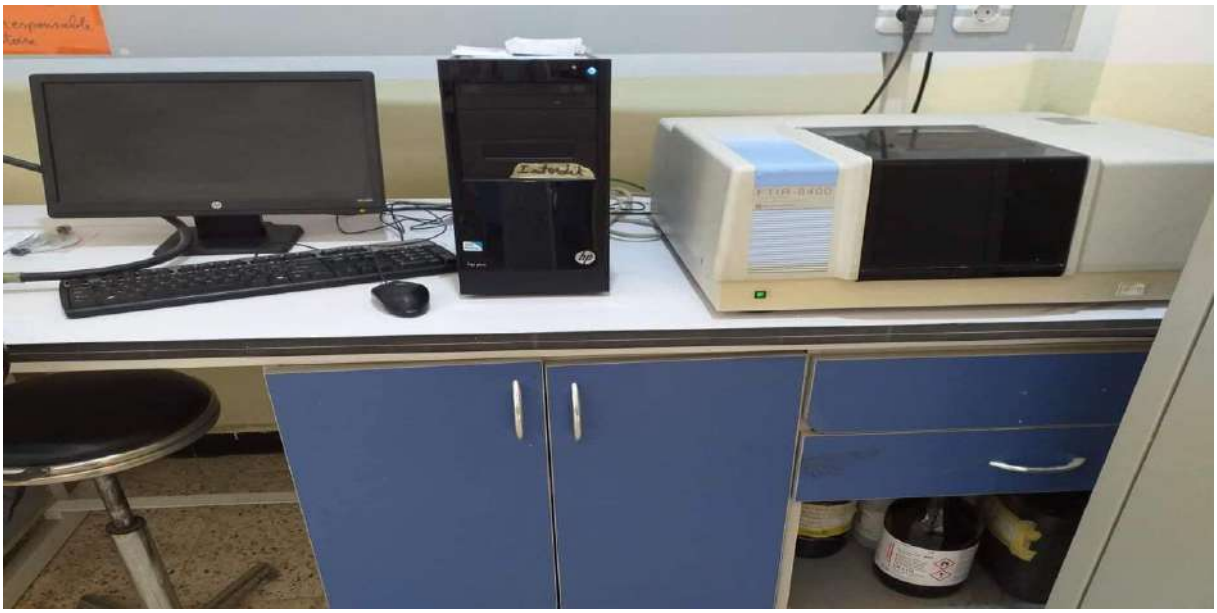
Annexe

Valeur nutritionnelle moyenne pour 100g de blanc d'œuf

Apport énergétique (Kj)	Principaux composants (g)	Minéraux et oligo-éléments (mg)	Vitamines (mg)
201	Glucide 1.12 Amidon 0 Sucre 0.7 Protéines 10.3 Lipides 0.17 Eau 87.84 Cendres totales 0.6	Calcium 6.67 Cuivre 0.023 Fer 0.067 Magnésium 9.67 Phosphore 14.7 Potassium 147 Sélénium 6.1 Sodium 155 Zinc 0.025	Vitamines B1 0.06 Vitamine B2 0.035 Vitamines B3 0.078 Vitamine B5 0.18 Vitamine B6 0.007 Vitamine B9 7.9 Vitamine B12 0.056



Spectroscopie UV visible mini



Spectroscopie Infra rouge à transformé de Fourier (FTIR)

Annexe



Chromatographie phase gazeuse couplée de spectre de masse