

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA – BEJAIA  
Faculté de Technologie  
Département de Génie des Procédés



En vue de l'obtention du diplôme de

## **MASTER II**

En Génie des Procédés  
Option : Génie chimique

# **Caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération.**

### **Etudiants**

OUARET Samira.  
CHELAGHA Soraya.

### **Encadreur**

Pr. KACI Mustapha

**Promotion 2016-2017**

## Remerciements

Nos remerciements les plus sincères vont en premier lieu, à notre encadrant Mr M.KACI pour ses conseils lucides et pertinents, sa patience et son précieux suivi tout au long de la réalisation de ce travail. Sa disponibilité, ses qualités pédagogiques et humaines, et ses compétences nous ont apporté un encadrement déterminant dans toutes les phases de ce travail.

Nos remerciements vont également à l'ingénieure de laboratoire LMPA Mlle. ALOUI Katia pour sa disponibilité et sa compréhension, son soutien.

Nous remercions chacun des membres du jury d'avoir consacré une partie de leur temps à la lecture de ce mémoire et pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

Nos remerciements s'étendent à tous nos enseignants et les membres du département Génie des Procédés de l'université de Bejaia.

Ainsi qu'à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail.

# *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à mon père  
Mokrane et ma mère Ghania qui m'ont  
soutenu moralement tout au long de mes  
études*

*Je dédie ce travail à mes sœurs et mon petit  
frère Mohamed*

*Et aussi à mes grands parents  
à mes oncles, tantes, cousin, cousine*

*à tous mes amis et camarades*

*Laifaoui Bilal qui ma vraiment soutenu  
tout au long du travail, Mézmiz, Tonton cousin,  
Rahim, Cicina, Lynda, Kenza Jiji, Salima, Aya cicine,  
sonia, kara.*

*Et son oublier ma camarade dans ce présent travail*

*Soraya*

*Samira.*

# *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à ma très chère  
mère et mon très cher père qui m'ont soutenu  
moralement tout au long de mes études*

*Je dédie ce travail à mes très chers frères et  
sœurs*

*à mon mari Faycel.*

*à ma belle-famille.*

*à ma meilleure amie Célia*

*Et à tous mes amis et camarades*

*Et son oublier ma camarade du travail*

*Samira*

*Soraya.*

# SOMMAIRE

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Abréviations.

Introduction

## CHAPITRE I : RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

I. Généralité sur les huiles et le moteur .....	4
I.1 Huile moteur .....	4
I.1.1 Les huiles de lubrification.....	4
I.1.2 Principe de raffinage des huiles lubrifiantes .....	4
I.1.3 Composition des huiles de lubrification de base.....	5
I.1.3.1 Les huiles minérales.....	5
I.1.3.2 Les huiles de base synthétiques .....	5
I.1.3.3 Les additifs.....	5
I.1.4 Caractérisation physico-chimique des huiles lubrifiantes pour moteur Diesel .....	7
I.1.5 Les huiles lubrifiantes usagées.....	9
I.1.5.1 Les huiles claires.....	9
I.1.5.2 Les huiles usagées noires .....	9
I.1.6 Fonctionnement des huiles lubrifiantes moteur automobile .....	10
I.1.7 Classifications et spécifications des huiles moteurs automobiles.....	10
I.1.7.1 La classification SAE .....	11
I.1.7.2 La spécification (classification selon le service) .....	11

I.2 Le moteur diesel à quatre temps .....	12
I.2.1 Fonctionnement d'un moteur diesel à quatre temps.....	12
I.2.2 Le circuit de lubrification dans un moteur diesel .....	13
I.3 La dégradation des huiles moteurs usagées .....	13
I.3.1 Phénomène d'oxydation .....	13
I.3.2 Phénomène de rouille et de corrosion.....	14
I.3.3 La contamination des huiles moteurs usagées.....	14
I.4 L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé. ....	15
II. Possibilité de récupération des huiles usagées .....	16
II.1 Les divers systèmes de récupération des huiles usagées .....	16
II.2 Les principales étapes à suivre lors de la récupération des huiles usagées .....	16
II.3 Processus de récupération de l'huile usagée pas distillation sous-vide.....	17

## CHAPITRE II : TRAITEMENT DES CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE MOTEUR USAGEE.

III.1 Méthodes conventionnelles .....	22
III.1.1 La densité .....	22
III.1.2 La viscosité.....	23
III.1.3 Indice de viscosité .....	24
III.1.4 Point d'écoulement.....	25
III.1.2 Méthodes spectroscopiques.....	27
III.1.2.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) .....	27

III.1.2.2 Spectrophotométrie d'absorption UV-Visible .....	28
III.1.3 Analyse Thermogravimétrique (ATG).....	29
III.2 Résultats et discussions .....	31
III.2.1 Analyses conventionnelles .....	31
III.2.1.1 La densité .....	31
III.2.1.2 La viscosité.....	31
III.2.1.3 Indice de Viscosité .....	32
III.2.1.4 Point écoulement.....	33
III.2.2 Analyses spectroscopiques .....	34
II.2.2.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) .....	34
II.2.2.2 Spectrophotométrie d'absorption UV-Visible.....	37
II.2.3 Analyse Thermogravimétrique (ATG) .....	39

Conclusion.

Bibliographie.

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b>	Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut .....	4
<b>Figure I.2</b>	Cycle thermodynamique du fonctionnement d'un moteur diesel .....	12
<b>Figure I.3</b>	Schéma de circuit de lubrification d'ans un moteur diesel .....	13
<b>Figure II.1</b>	Schéma de processus de récupération des huiles usées .....	18
<b>Figure II.1.1</b>	Pycnomètre.....	22
<b>Figure II.1.2</b>	Viscosimètre à capillaire Cannon-Fenske .....	23
<b>Figure II.1.3</b>	Bain viscosimétrique à 40 °C (a), bain viscosimétrique à 100 °C (b) .....	24
<b>Figure II.1.4</b>	Abaque de Groff.....	25
<b>Figure II.1.5</b>	Réfrigérant (a) et (b) , tube a essaie (c)....	26
<b>Figure II.1.6</b>	Spectromètre à Transformé de Fourier .....	27
<b>Figure II.1.7</b>	Appareille UV-Visible Spectro-Scan 50 .....	28
<b>Figure II.1.8</b>	Dispositif d'analyse thermogravimétrique .....	29
<b>Figure II.2.1</b>	Evolution de la densité de l'huile moteur en fonction du nombre de kilomètre .....	31
<b>Figure II.2.2</b>	Evolution de la viscosité de l'huile moteur à 40°C en fonction du nombre de kilomètre .....	32
<b>Figure II.2.3</b>	Evolution de la viscosité de l'huile moteur à 100°C en fonction du nombre de kilomètre .....	32
<b>Figure II.2.4</b>	Evolution de la l'Indice de Viscosité de l'huile moteur en fonction du nombre de kilomètre .....	33
<b>Figure II.2.5</b>	Evolution du point écoulement de l'huile moteur en fonction du nombre de Kilomètre .....	33
<b>Figure II.2.6</b>	Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur .....	34
<b>Figure II.2.7</b>	Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur, dans le domaine 4000-2000 cm <sup>-1</sup> pour les composés de type ROOH .....	35
<b>Figure II.2.8</b>	Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur, dans le domaine 2000-1500 cm <sup>-1</sup> pour les composés de types R=O .....	36



<b>Figure II.2.9</b>	Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur, dans le domaine $1500-600\text{ cm}^{-1}$ , pour les composés de type $\text{R}-\text{O}-\text{R}'$ .....	37
<b>Figure II.2.10</b>	Spectre UV-Visible de l'huile moteur .....	38
<b>Figure II.2.11</b>	Evolution de la couleur de l'huile .....	39
<b>Figure II.2.12</b>	Thermogramme d'ATG de l'huile vierge et l'huile moteur usagée .....	40
<b>Figure II.2.13</b>	Thermogramme DTG pour l'huile neuve et l'huile usagée .....	40

## Liste des tableaux

<b>Tableau I-1</b>	Classification d'une huile minérale sur la base des structures moléculaire.....	5
<b>Tableau I-2</b>	Huile générant des huiles usagée claires .....	9
<b>Tableau I-3</b>	Huiles générant des huiles usagées noires .....	10
<b>Tableau I-4</b>	Composés polluants des huiles usagées.....	15
<b>Tableau II-1</b>	Caractéristiques moyennes de l'huile CHIFA SAE 40 .....	21
<b>Tableau II-2-2</b>	Evolution de l'Indice de Jaunissement IJ .....	38
<b>Tableau II-2-3</b>	Différentes températures de décomposition pour différentes pertes de masse de l'huile .....	42

## Abréviation

<b>A</b>	Absorbance
<b>ACEA</b>	Association des constructeurs Européens d'Automobiles
<b>ADEME</b>	Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie
<b>API</b>	American Petroleum Institute
<b>ASTM</b>	American Society for Testing and Material
<b>ATG</b>	Analyse thermogravimétrique
<b>CCMC</b>	Comité des Constructeurs du Marché Commun
<b>cSt</b>	Centile stocks
<b>DTG</b>	Dérivé thermogravimétrique
<b>DTPZn</b>	Dialkyldithiophosphate de zinc
<b>EGR</b>	Exhaust Gas Recirculation
<b>HAP</b>	hydrocarbures polycycliques aromatiques
<b>HM</b>	Huile moteur
<b>HMU</b>	Huile moteur usagée
<b>HV</b>	Huile vierge
<b>IJ</b>	Indice de Jaunissement
<b>IRTF</b>	Infrarouge à Transformé de Fourier
<b>MEC</b>	Méthyl-éthyle-cétane
<b>MIL</b>	l'armée américaine
<b>PCB</b>	Polychlorobiphényle
<b>PMB</b>	Point mort bas
<b>PMH</b>	Point mort haut
<b>SAE</b>	Society of Automotive Engineers
<b>TAN</b>	dosage de l'acidité totale
<b>TBN</b>	dosage de basicité totale
<b>%P<sub>mf</sub></b>	Pourcentage de perte de masse finale

# **Introduction**

## Introduction

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Nous avons, également présenté quelques voies, explorées dans des études précédentes, pour la régénération de ces huiles usagées.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des équipements et des méthodes nécessaires pour réaliser les analyses qui consiste à évaluer quelques caractéristiques de l'huile telle que : la densité, le changement de la viscosité cinématique, le point d'écoulement. Et des analyses spectrales par Infrarouge, UV-Visible et une analyse thermogravimétrique.

# Chapitre I

Rappels bibliographies

## I. Généralité sur les huiles moteur et le moteur

### I.1 Huiles moteur

#### I.1.1 Les huiles de lubrification

Les huiles de lubrification sont formulées d'une huile de bases minérales issues d'un pétrole brut après traitement, dopée d'un paquet d'additifs convenablement choisis pour qualifier le lubrifiant à assurer sa fonction requise malgré les contraintes.

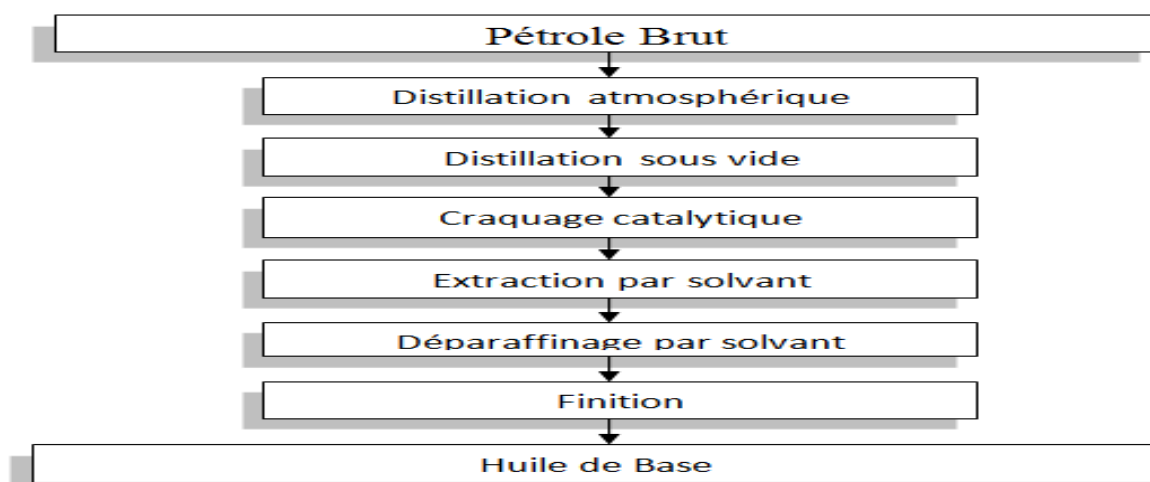
#### I.1.2 Principe de raffinage des huiles lubrifiantes

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

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

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

Le deuxième traitement des huiles consiste en une extraction partielle des structures aromatiques par solvataion. Le produit subit une troisième opération de raffinage qui est un déparaffinage par solvant en utilisant le MEC. La dernière opération de traitement est un hydrotraitement qui permet d'éliminer environ 90% des contaminants, y compris l'azote, le soufre, les métaux et les hydrocarbures non saturés [2].



**Figure I-1** : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut [2].



### I.1.3 Composition des huiles de lubrification de base

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

#### I.1.3.1 Les huiles minérales

Ce sont les huiles les plus utilisées aussi bien dans les applications automobiles, qu'industrielles, Elles proviennent de la distillation sous vide du pétrole brut, plus des quantités d'additifs, Elles se caractérisent par de bonnes propriétés telles que la stabilité à l'oxydation, la stabilité thermique. Ces huiles minérales sont dites à base paraffinique, à base naphthénique, ou aromatique, selon le type d'hydrocarbures qui détermine ces caractéristiques physico-chimiques de l'ensemble du composé [3]. Le tableau 1 montre le classement des huiles minérales selon la base des structures moléculaire:

**Tableau I-1** : Classification d'une huile minérale sur la base des structures moléculaire [7].

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

#### I.1.3.2 Les huiles de base synthétiques

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

#### I.1.3.3 Les additifs

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

- **Les antioxydants :**

Les antioxydants sont de nature à diminuer ou empêcher l'oxydation des huiles, afin de ralentir le vieillissement rapide de l'huile, ils agissent selon leurs structures chimiques, par l'arrivée de l'oxygène provenant de l'air de haute température et de métaux [4-6].

- **Les détergents :**

Les détergents sont des additifs qui possèdent des propriétés nettoyant vis-à-vis d'une surface solide mouillée, et de maintenir le circuit de distribution. Elles se caractérisent par un PH basique ou neutre pour prévenir de la formation des dépôts à chaud sur les surfaces chaudes. Grâce à leur alcalinité, ils peuvent neutraliser également des produits acides, qui se forment du fait de la combustion de l'huile [4-6].

- **Les dispersants :**

Les dispersants sont des adjuvants, qui ont les propriétés de maintenir en suspension des particules solides dans l'huile, Ils évitent ainsi le risque de dépôt dans les parties froides du moteur [4-6].

- **Les extrêmes pressions et protecteurs contre l'usure :**

Le rôle des protecteurs contre l'usure est de réduire le frottement et l'usure entre les organes métalliques du moteur. Ils agissent en séparant les parties métalliques par une couche fine d'additifs. Ainsi que pour les additifs extrêmes pressions qui se compose des molécules organo-soufrés et organochlorés. Ceux-ci créent une réaction superficielle qui empêche le contact métal-métal [7].

- **Les antirouilles et anti corrosions :**

Les antirouilles et anti corrosions sont des additifs qui protègent les parties métalliques, ils retardent l'apparition de la rouille qui provient de la corrosion humide. Ils évitent l'altération d'un matériau provenant des gaz de combustion contre la corrosion. [4-6]

- **Les améliorants de l'indice de viscosité :**

Les améliorants de l'indice de viscosité qui ont pour rôle d'améliorer la diminution de la viscosité de l'huile lors de l'élévation de température dans le moteur. [4-6]

- **Les abaisseurs du point d'écoulement :**

Les abaisseurs du point d'écoulement sont des additifs qui ont pour rôles le retardement de la formation des cristaux de paraffines, à basse température, pour lui permettre à un bon écoulement en les enveloppant avec ces additifs afin d'interdire leur fusionnement lors du refroidissement. [4-6]

- **Les antis mousses :**

Les antis mousses sont des additifs solubles dans l'huile, à base de silicone, de très haute masse molaire, ils empêchent la formation des bulles liquide-air, qui se forment à la surface d'huile lubrifiante [4- 6].

### **I.1.4 Caractérisation physico-chimique des huiles lubrifiantes pour moteur Diesel.**

- **La densité :**

La densité est le rapport entre la masse volumique du produit à une température donnée, et la masse volumique du corps de référence qui est en générale celle de l'eau, à une température standard [8].

- **La masse molaire :**

La masse molaire est définie comme un rapport entre la masse est la quantité de matière, elle se mesure en Kg/mole [8].

- **La viscosité :**

La viscosité est la caractéristique la plus importante d'un fluide, elle est définie comme le rapport de la force de cisaillement et l'épaisseur des films d'huile. La viscosité se caractérise par la résistance du fluide à l'écoulement aux fortes températures. On rajoute des additifs pour l'améliorer, et prolonger la durée de vie de notre fluide [8].

- **Indice de viscosité :**

C'est le nombre conventionnel, qui traduit l'importance de la variation de la viscosité d'un lubrifiant issu du pétrole brut, en fonction de la température, dont il permet de juger la tenue à chaud et à froid d'un lubrifiant [8].

- **Indice de réfraction :**

C'est un nombre (n) sans dimension, qui permet d'identifier un produit ou une espèce chimique, et de contrôler leurs puretés, et déterminer leurs fractions molaires. Sa définition repose sur le résultat du rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide qui dépende de la longueur d'onde et de la température, avec la vitesse de la lumière du milieu transparent considéré [8].

- **Point éclair et point de feu :**

C'est la température minimale, à laquelle les vapeurs libérées par l'huile moteur explosent, lors de la présence d'une flamme. Celle-ci s'éteint aussitôt dans des conditions normalisées [8].

- **Point d'écoulement :**

Le point écoulement est la température à laquelle l'huile se solidifie en formant des cristaux en paraffine, qui s'accumulent. Au point d'écoulement, l'huile perd la caractérisation d'écoulement. Ce dernier est très important pour l'usage des huiles moteur à basse température [8].

- **Tension de Vapeur Reid :**

C'est le rapport entre le volume du gaz et celui de l'huile, d'où la pression d'un carburant est développée par la vapeur à une température donnée et des conditions bien définies [8].

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

C'est le nombre de milligramme de potasse, nécessaire pour neutraliser les acides contenus dans 1 gramme d'huile. L'apparition de l'acidité dans une huile moteur, ne peut provenir que lors de l'oxydation, et pour cela son augmentation indique une oxydation due à la température ou à la contamination [8].

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

C'est le nombre de milligramme de potasse stœchiométrique, équivalent à la quantité d'acidité d'une huile, renfermant des additifs alcalins. L'indice de basicité a pour but de neutraliser les acides formés dans des gaz de combustion, ou par oxydation. Il est inversement proportionnel à l'indice de basicité [8].

- **Teneur en eau :**

C'est la quantité d'eau contenant dans une huile moteur lors de son service, et elle augmente en fonction de son usage. L'eau c'est un très mauvais lubrifiant en milieu métallique, il provient des fuites, de vapeurs émises par l'huile lors de hautes températures, et autres. L'eau cause beaucoup d'inconvénients pour la lubrification du moteur, tel que le vieillissement prématuré de l'huile, la formation d'émulsion, la corrosion de pièces métalliques et la perte de pouvoir visqueux [8].

- **Onctuosité :**

Propriété d'un corps lubrifiant étendu en film mince, des surfaces métalliques lubrifiées, elle se caractérise par la continuité et la solidité de ce film. On l'améliore par des additifs de base [8].

- **La couleur :**

La couleur des huiles moteur n'est pas artificielle. Elle change progressivement au cours de son service dans le moteur. En particulier, elle noircit rapidement à cause des résidus de combustion métallique. La couleur noire d'une huile moteur mis en service est un moyen d'apprécier son altération, et nous permet d'indiquer la présence de l'eau [8].

### I.1.5 Les huiles lubrifiantes usagées

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

On cite deux types des huiles usagées :

#### I.1.5.1 Les huiles claires

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

**Tableau I-2 :** Huiles générant des huiles usagées claires [9].

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

#### I.1.5.2 Les huiles usagées noires

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

**Tableau I-3 : Huiles générant des huiles usagées noires [9].**

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

### I.1.6 Fonctionnement des huiles lubrifiantes moteur automobile

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

Les huiles moteur selon des normes spécifiques, doivent posséder les propriétés suivantes [7] :

- Réduire les frottements par interposition de l'huile adaptée entre les pièces en mouvement, pour éviter l'échauffement et le grippage.
- Evacuer les particules métalliques en suspension.
- Diminuer la chaleur des organes du moteur pour les refroidir.
- L'étanchéité qui est le résultat de l'interdiction de passage des fuites de carburant et des gaz d'échappement entre le vide cylindre-segment et cylindre-piston.
- Empêcher la formation de rouille pour éviter la formation des dépôts.

### I.1.7 Classifications et spécifications des huiles moteurs automobiles

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

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

### I.1.7.1 La classification SAE

Cette classification d'usage universel est basée sur des critères de viscosité :

Les grades d'huile **HIVER (W)**, de l'abréviation anglaise WINTER caractérisés par deux viscosités à basse température qui simulent l'une l'aptitude de l'huile à favoriser le démarrage à froid, l'autre sa pompabilité à froid.

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

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

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

### I.1.7.2 La spécification (classification selon le service)

Ce niveau est indiqué par un chiffre ou par une lettre, plus cet indicateur est élevé, plus l'huile est performante.

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

## I.2 Le moteur diesel à quatre temps

### I.2.1 Fonctionnement d'un moteur diesel à quatre temps

Le travail d'un moteur diesel, est de transformer l'énergie thermique en énergie mécanique. Pour cela on l'appelle une machine thermique. Le moteur diesel fonctionne selon un cycle à quatre temps suivant le schéma ci-dessous :

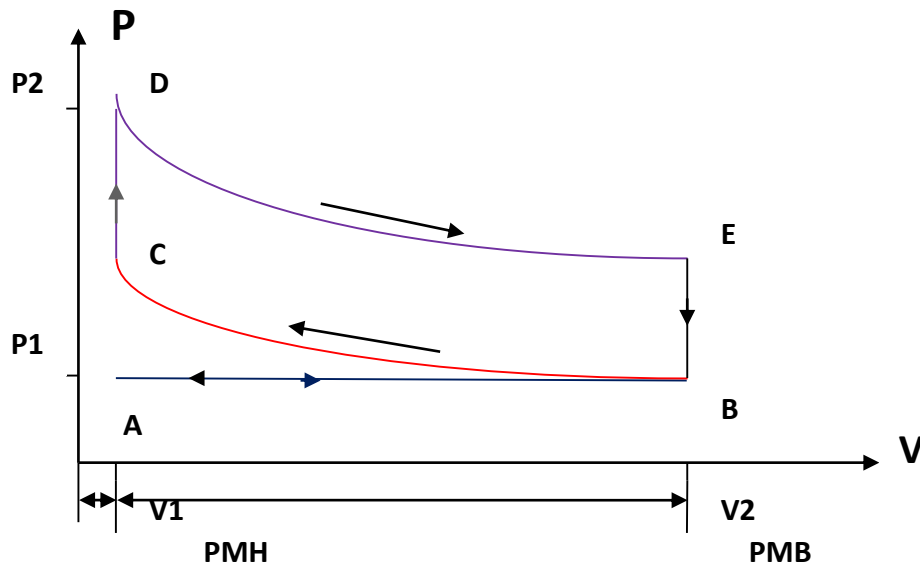


Figure I-2 : Cycle thermodynamique du fonctionnement d'un moteur diesel.

#### ✓ Admission : A B

Le piston descend vers le (PMB), la soupape d'admission s'ouvre ce qui permet aux gaz et l'huile de pénétrer à l'intérieur du cylindre et il se remplit, donc le volume augmente [10].

#### ✓ Compression : B C

Les soupapes d'admission étant fermées, le piston remonte vers le (PMH), et comprime le mélange gazeux, en provoquant un échauffement, d'où le volume se réduit et la pression augmente [10].

#### ✓ Explosion et détente : C D / D E

Une injection du combustible sous forte pression, qui s'enflamme spontanément au contact de l'air, en remarquant l'élévation forte pour la pression. Ensuite le volume augmente, et la pression diminue, ce qui provoque une détente des gaz et la poussée du piston vers le (PMB) [10].

#### ✓ Echappement : E B / B A

La soupape d'échappement s'ouvre, et le piston en remontant, la pression se stabilise, l'évacuation des gaz brûlés vers la tubulure d'échappement, et à cet instant la soupape d'échappement se ferme, et celle d'admission s'ouvre, et un nouveau cycle recommence [10].



## I.2.2 Le circuit de lubrification dans un moteur diesel

Le circuit de lubrification a pour but de ne pas faire circuler l'huile sous pression dans le moteur pour lubrifier les différents éléments en mouvement, la filtration de l'huile pour éliminer les impuretés, et la refroidir pour la maintenir à une température idéale.

Le circuit de lubrification fonctionne dès la mise en route du moteur, la pompe à l'huile aspire l'huile dans le carter, l'huile est refoulé vers le filtre, enfin est acheminée vers tous les points de circuit à lubrifié, avant de retomber dans le carter [11].

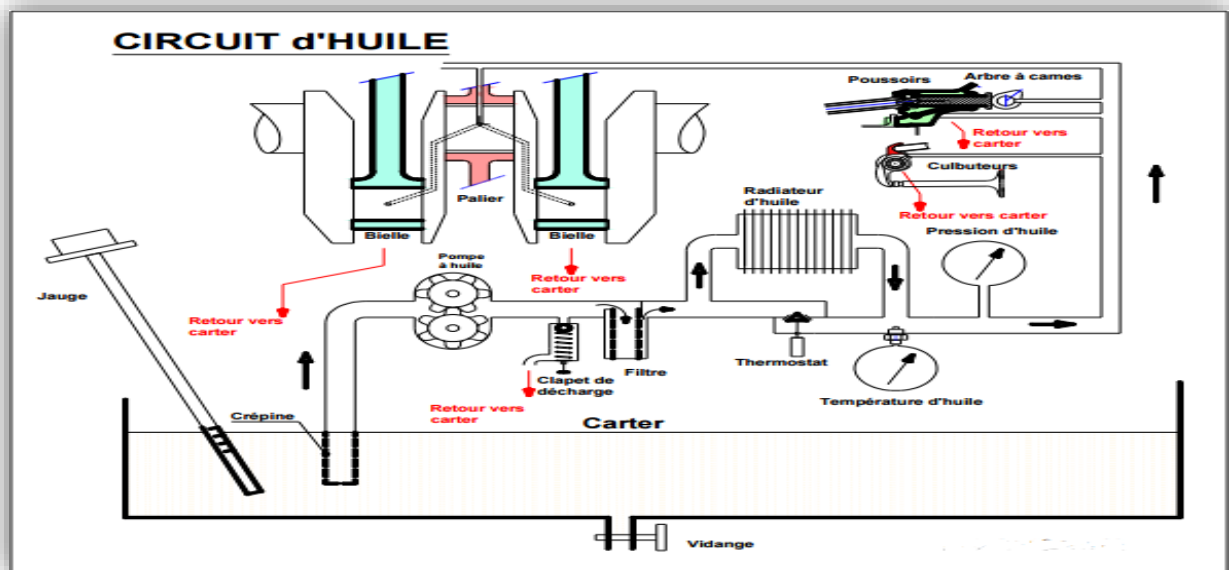


Figure I-3 : Schéma de circuit de lubrification d'un moteur diesel [11].

Les éléments principaux qui aident à la lubrification du moteur diesel sont :

- Le carter son rôle est de la réservation de l'huile de lubrification.
- La pompe à huile qui aspire l'huile dans le carter et assure la lubrification sous pression de l'huile.
- L'échangeur (radiateur), son rôle est d'évacuer la chaleur accumulée par l'huile, qui aussi évacuée par le liquide de refroidissement.
- Le filtre à huile ou crépine qui retiennent les particules métalliques dues à l'usure normal du moteur.

## I.3 La dégradation des huiles moteurs

### I.3.1 Phénomène d'oxydation:

L'oxydation est lorsqu'une quantité de gaz mis-sous pression, lors de la phase de compression, s'échappe par des passages entre les segments et les chemises, pour se trouver

dans le carter qui contient de l'huile de lubrification, avec une haute température. Ce gaz contient environ 20% d'O<sub>2</sub>, ce qui résulte une oxydation de l'huile qui évolue avec le temps, et la présence des particules métalliques, qui se comportent comme des catalyseurs qui accélèrent ce phénomène d'oxydation.

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

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

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

### I.3.2 Phénomène de rouille et de corrosion

La rouille et la corrosion sont deux phénomènes qui conduisent à une élévation de l'usure, ce phénomène provoque la corrosion des métaux non ferreux, par l'attaque de l'acide organique provenant de l'oxydation des huiles ou du carburant. D'où la rouille des métaux ferreux est par l'humidité qui est le résultat de l'action conjuguée de l'eau et l'oxygène de l'air. La formation de la rouille, ainsi que la destruction de certaines particules métalliques dues à la contamination des huiles lubrifiantes, et elle provoque leur dégradation [6].

### I.3.3 La contamination des huiles moteurs usagées

La contamination de l'huile est remarquable avec l'œil à partir du changement de couleur qui est la conséquence de la dégradation de l'huile, qui devient noirâtre au cours de son service. Les contaminants sont des produits liquides et solides non désirés qui peuvent conduire à la dégradation et détérioration des éléments du mécanisme de lubrification, soit pour le moteur ou pour l'huile lubrifiante. La contamination se manifeste essentiellement sous deux formes [12] :

✓ **Contamination liquide :**

- La plus souvent constaté est l'eau, d'où elle est la plus destructrice pouvons-nous trouver dans l'huile, elle est attaquée par une augmentation de température. L'eau peut provoquer l'oxydation, et diminuer la viscosité, et la corrosion des surfaces métalliques. Et comme elle peut même prévenir une condensation à l'intérieur du moteur à basse température.

- La dilution sévère qui baisse la concentration des additifs et leurs efficacités, et de leurs tours provoquent la diminution de la viscosité en fonction de la distance parcourus.

✓ **Contamination solide :**

- Les contaminants provenant des frottements des éléments mobiles en formants des particules d'usures.

- L'étanchéité insuffisante.

- Poussières atmosphériques lors de l'ouverture du réservoir pendant la vidange ou contrôler le niveau de l'huile.

- Les résidus de combustion qui provoquent l'usure, et l'influence des suies.

#### **I.4 L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé**

Les huiles moteurs usagées sont dangereuse pour l'environnement pour plusieurs raison [13] :

- Elles sont peu biodégradables.

- Elles ont une densité plus faible que l'eau : 1L d'huile usagée peut couvrir une surface importante d'eau et réduire l'oxygénation de la faune et de la flore du milieu.

- L'impact lié à leur dégradation qui provient de la combustion de l'huile dans de mauvaises conditions est important : formation d'hydrocarbures polycycliques aromatiques (HAP) dont le pouvoir cancérigène a été démontré; formation de gaz chlorhydrique acide, dû au chlore, sans neutralisation des fumées, de PCB ou de dioxine.

- Pollution des terres, des fleuves et des océans due à une faible biodégradabilité.

- En contact avec l'eau, production d'une pellicule empêchant la circulation de l'oxygène.

**Tableau I-4:** Composés polluants des huiles usagées [14].

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

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

- Ne pas mélanger les huiles avec autres produits non huileux comme l'eau.

- Conservation des huiles dans des installations étanches, jusqu'à leur ramassage ou reraffinage.
- Remettre les huiles usagées aux ramasseurs, en vue de les mettre directement à la disposition des éliminateurs ayant un agrément délivré par l'autorité administrative.

## II. Possibilité de récupération des huiles usagées

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

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

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

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

### II.1. Les divers systèmes de récupération des huiles usagées

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

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

### II.2. Les principales étapes à suivre lors de la récupération des huiles usagées

Les processus de récupération des huiles usagées sont basés sur les étapes suivantes [14] :

- Distillation sous vide : pour séparer les différentes fractions des résidus lourds.

- Ultrafiltration : l'huile est soumise à des différentes opérations de filtration et sédimentation, pour but d'éliminer les particules solides.
- Ré-addition : ajouter une quantité d'additifs afin d'améliorer les performances et caractéristiques de l'huile.

### II.3. Processus de récupération de l'huile usagée par distillation sous-vide

Voici à présent, une description d'un processus pour la récupération des huiles usagées existant.

Ce processus est appelé VAXON, il est pratiqué dans une usine de traitement CATOR située à Alcover (Tarragone). Ce processus a été spécialement conçu pour la régénération des huiles usées de tout type d'automobilisme et industrielle. Pour les récupérer sous forme d'une huile de base prête à prendre le rôle d'un lubrifiant. L'utilisation des évaporateurs cycloniques, des séparateurs à vide, doté d'un système de circulation de l'huile et de chauffe spécialement destiné à cet emploi, lui permet d'être plus compatible.

Voici les principales étapes du processus :

#### 1- Distillation fractionnée sous vide

Lors cette distillation on réalise la séparation de tous les composants indésirables des huiles usagées. Cette distillation travaille dans quatre étapes de distillation, dans des conditions de température et de vide différentes.

✓ **La première distillation** : cette étapes travaille à 200 °C et 0.5 bars de pression ; dans cette étapes on élimine de l'eau et les hydrocarbures légères.

✓ **La deuxième distillation** : l'huile qui n'a pas été distillée dans la première étape, il va passer dans cette étape qui travaille à une température de 280 °C et à une pression de 75 mbars, afin d'éliminé du gas-oil léger et les huiles de type spindle.

✓ **La troisième distillation** : le traitement des produits qui n'ont pas été distillés lors de l'étape précédente, elle s'effectue à une température de 310 °C, et une pression basse de c5 mbars. Pour obtenir des huiles de base équivalente à celles connues sur le marché, sous le nom SN100 et SN 150 qui signifie que ce sont des solvants neutre de nature paraffiniques.

✓ **La quatrième distillation** : consiste à éliminer des produits de nature bitumineux, elle s'effectue à une température de 350 °C, et une pression entre 5 et 10 mbars. Dans cette distillation on aura des huiles de base équivalente aux SN150 ET SN330.

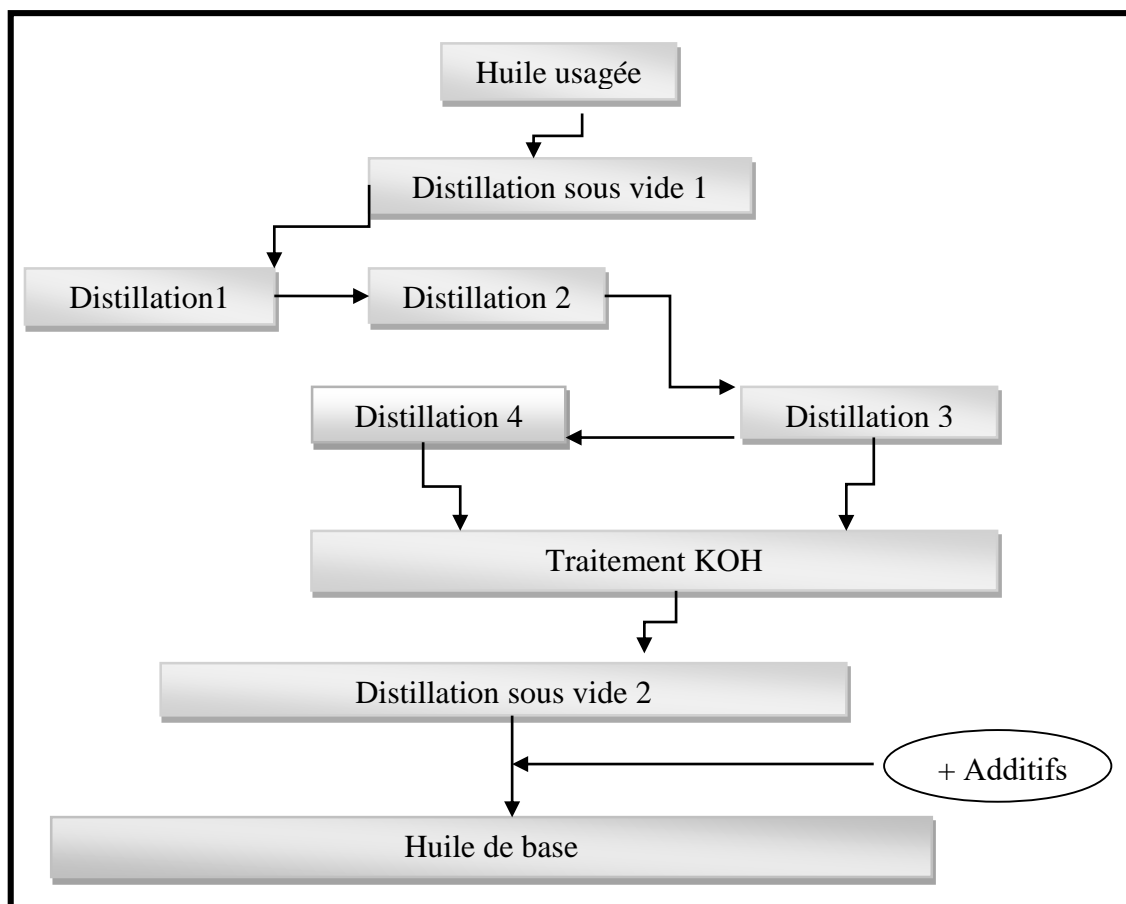
#### 2- Traitement chimique

Les différents produits obtenus dans la troisième et les quatrième distillations précédentes, sont libre de toute impureté et métaux.

Ils passent dans un réacteur à température, avec une solution d'hydroxyde potassique afin de nettoyer l'huile une nouvelle fois, par la suite on sépare les eux potassiques et on sèche l'huile

### 3- Distillation sous vide :

L'huile séchée est soumise à une dernière distillation à 340 °C, et à un vide de 10 mbars, cette distillation permet d'obtenir une huile de base de quantité qui sera minimum égale à celle des huiles de premier raffinage. A condition, l'huile obtenue est dopée avec une quantité d'additifs afin qu'elle soit plus performante au travaille désiré qui est la lubrification.



**Figure III-3:** Schéma de processus de récupération des huiles usées [14].

#### Avantage de ce processus

➤ C'est un procédé respectueux pour l'environnement car tous les composés des huiles usées non désirés sont séparés réutilisés par exemple [14] :

- L'eau et les hydrocarbures légers sont plus tard utilisés comme combustible pour l'usine elle-même.
- Les eaux issues de la plante d'épuration d'eaux résiduelles peuvent être utilisées dans les services généraux de la raffinerie ainsi que dans les circuits de réfrigération

- Le gas-oil et les huiles de spindle sont envoyés dans des réservoirs de stockage adaptés.
  - Les composés bitumineux sont placés dans des réservoirs adaptés pour les valoriser sous forme de combustible.
  - Tous genres de gaz issus de ce procédé soit des pompes à vide ou des réservoirs de stockage reçoivent une valorisation énergétique.
- Du point économique le coût de l'opération n'est pas très élevé.
- Le rendement est meilleur que cette usine a une capacité de traitement de 30 000 Tm/an. Et elle peut atteindre jusqu'à 42 500 Tm/an.

# Chapitre II

Traitement des caractéristiques

physico-chimiques de l'huile moteur usagée



L'objectif de ce chapitre est de présenter les méthodes d'analyse des caractéristiques physico-chimiques d'une huile moteur usagée pour obtenir les informations sur l'état de l'huile moteur afin de s'assurer qu'elle est toujours performante et qu'elle assure son rôle de lubrification dans un moteur au cours de son service.

### **Matière utilisée :**

La matière utilisée est une huile mono-grade CHIFFA SAE 40 adaptées à la lubrification des moteurs diesel non suralimentés: moteurs de poids lourds, des véhicules utilitaires, services modéré.

Le départ des prélèvements de l'huile moteur est fait avec une huile vierge jusqu'à après avoir roulé 3000 km, avec des prélèvements intermédiaires. Cette huile moteur est fournie par les stations de vidange, et la prise des prélèvements est faite sur un bus de transport de marque ISSUZU.

Les mesures de quelques caractéristiques comme la viscosité et le point écoulement ont été faites au niveau du laboratoire d'analyse de NAFTAL.

On présente une fiche technique des caractéristiques moyennes de l'huile étudié SAE 40, dans le tableau suivant (II-1), mesuré au sein de laboratoire d'analyse de NAFTAL, qui nous permettra de les comparer avec nos résultats.

**Tableau II.1 :** Caractéristiques moyennes de l'huile CHIFA SAE 40.

NORME		CHIFFA 40
Grade SAE		SAE 40
Viscosité à 100°C en cSt	D445	12.5 – 16.3
Indice de viscosité	D2270	93 – 100
Point d'éclair en °C	D92	>240
Point d'écoulement en °C	D97	-9
TBN mg KOH/G	D2896	>4.5

➤ Les spécifications de l'huile SAE 40 :

- API CC
- MIL – L – 2104 B<sup>+</sup>
- CCMC D1

### III.1 Méthodes d'analyse et appareillages

#### III.1.1 Méthodes conventionnelles

##### III.1.1.1 La densité

✓ **Principe :**

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

✓ **Appareillages :**

- Pycnomètres
- Une balance
- Un bain thermostat
- Thermomètre



**Figure II.1.1** pycnomètre.

✓ **Les conditions opératoires :**

$$T_{\text{eau}} = 4^{\circ}\text{C}, T_{\text{HM}} = 20^{\circ}\text{C}$$

✓ **Le mode opératoire :**

- Peser le pycnomètre vide ( $m_0$ ), ensuite le remplir avec de l'eau distillée prise à 4°C.
- Placer le pycnomètre rempli d'eau dans le bain thermostat pendant au moins 15 min. à une température donnée (20°C).
- Retire le pycnomètre du bain.
- l'essuyer avec du papier absorbant et le peser à nouveau remplis avec de l'eau ( $m_1$ ).

- Remplir le pycnomètre vidé et séché de l'huile à tester, puis le plonger dans le bain à la même température que l'essai précédent (20°C), attendre 15min.

- Finalement, peser le pycnomètre avec l'huile ( $m_2$ ).

Le calcul de la densité se fait comme suit :

$$D_4^{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

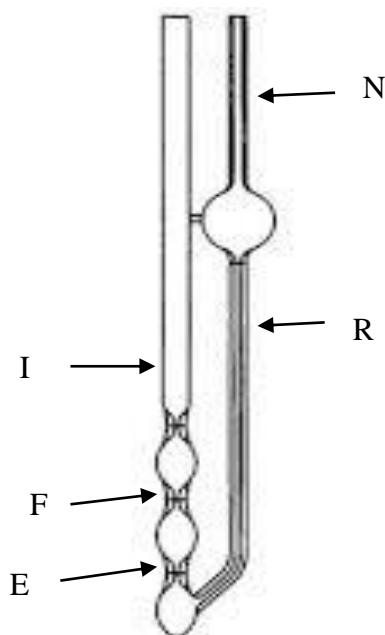
### III.1.1.2 La viscosité

#### ✓ Principe :

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

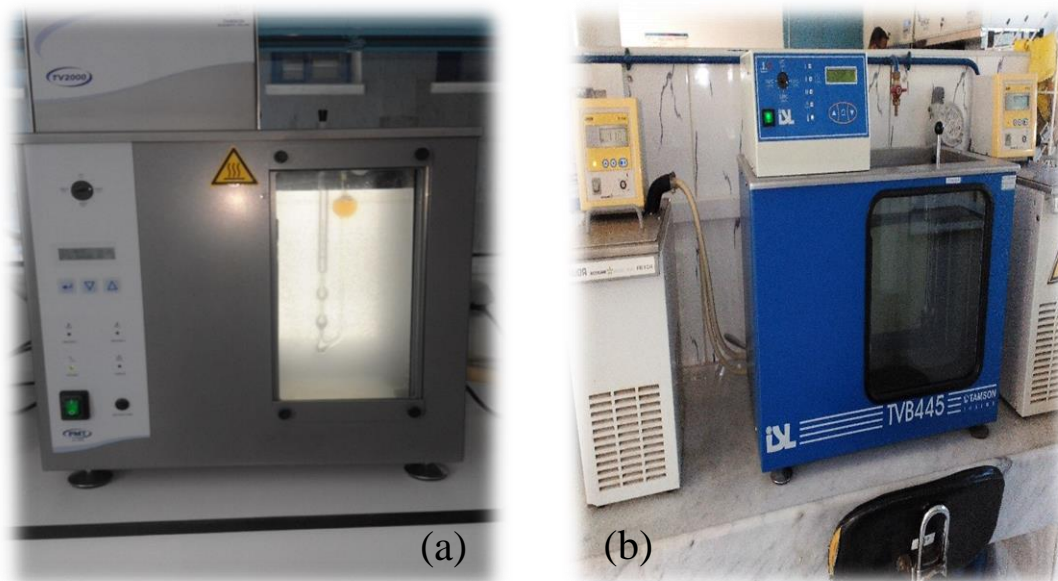
#### ✓ Appareillages :

- viscosimètre Cannon-Fenske présenté dans la figure (II-1-3) suivante, à tube ascendant pour liquides opaques (2 boules), série 300 constante 0.25 Viscosité minimum 50 cSt, viscosité maximum 200 cSt, selon ASTM D445-IP71, avec certificat d'étalonnage.



**Figure II.1.2 :** Viscosimètre à capillaire Cannon-Fenske

- bain viscosimétrique rempli d'eau, pour une viscosité à 40 °C de modèle PMT TV2000 comme le représente la figure (II.1.3 .a).
- bain viscosimétrique rempli de l'huile de silicone pour une viscosité à 100°C de modèle ISL TVB445 comme la représente la figure (II.1.3.b).



**Figure II.1.3.** Bain viscosimétrique à 40°C (a) bain viscosimétrique à 100°C (b).

✓ **Mode opératoire :**

- Mettre en place le viscosimètre à l'aide du support adapté, obturer le tube « N » avec un bouchon.

- Attendre que le liquide contenu dans le viscosimètre atteigne la température de mesure. Un temps de 20 minutes est généralement suffisant.

- Enlever le bouchon obturant le tube « N » et laisser le liquide s'écouler librement à travers le capillaire « R ».

- A l'aide d'un chronomètre mesurer en secondes le temps mis par le ménisque pour passer de la marque « E » à la marque « F », et avec un autre chronomètre de la marque « F » à la marque « I ».

Calcule de la viscosité cinématique en utilisant le coefficient d'étalonnage de chaque bulbe comme suite :

$$\mu = C_1 \times t_1 + C_2 \times t_2$$

D'où :  $C_1$  et  $C_2$  : sont les coefficients d'étalonnage des bulbes 1 et 2 respectivement.

### III.1.1.3 Indice de viscosité

✓ **Le Principe :**

Le but de l'indice de viscosité est la caractérisation de la qualité d'une huile moteur vierge ou usagée, à avoir une viscosité plus ou moins stable en fonction de la température.

✓ **Méthode de mesure :**

L'indice de viscosité de l'huile étudiée a été déterminé suivant la norme ASTM D 2270 à l'aide de la table ASTM (abaque de Groff) représentée sur la figure (II-1-4). Cette table fixe directement l'indice de viscosité en croisant des valeurs de viscosité cinématique à 40°C et à 100°C.

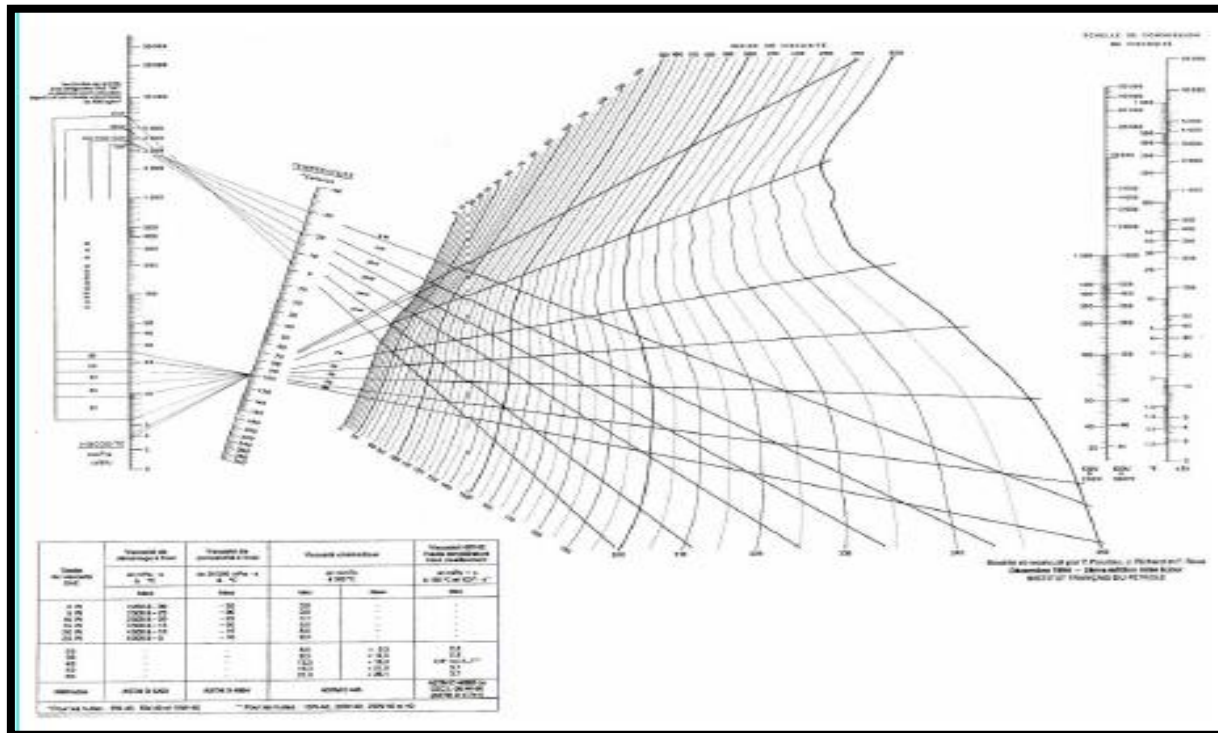


Figure II.1.4. Abaque de Groff.

### III.1.1.4 Point écoulement

#### ✓ Principe :

L'objectif de la mesure repose sur la détermination de la plus basse température à laquelle l'huile moteur conserve une fluidité suffisante et s'arrête de s'écouler. Il se mesure selon la norme (ASTM D97 et ASTM D2500).

#### ✓ Appareillages :

- Tubes à essai.
- Thermomètres.
- Bain réfrigérant.

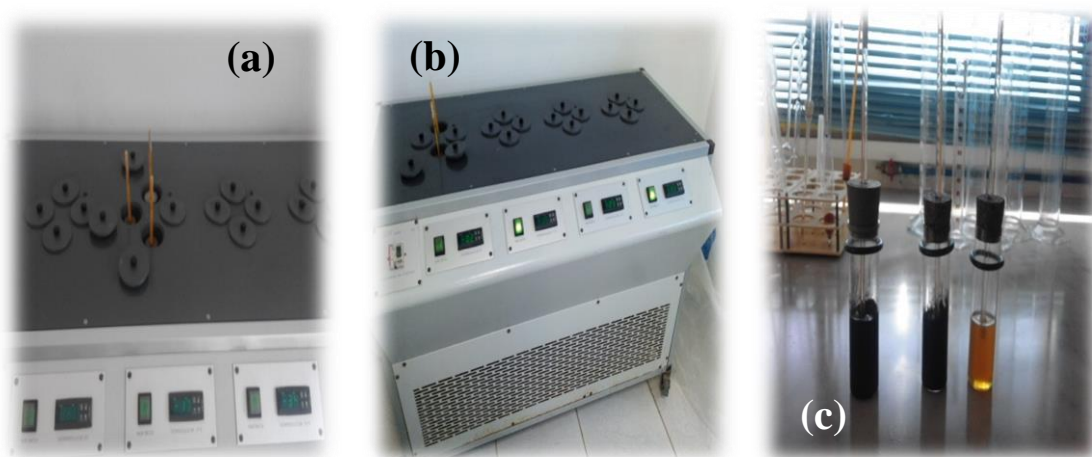


Figure II.5. Réfrigérant (a) et (b) tube à essai (c)

✓ **Conditions opératoires :**

H= 67.6 %.

T=23.8 °C.

✓ **Mode opératoire :**

- Mettre le bain réfrigérant en marche jusqu'à la stabilité des températures des 4 compartiments (0, -17, -34, -51°C).
- Remplir le tube à essai avec l'huile à analyser jusqu'au trait de remplissage, le renfermer avec un bouchon contenant un thermomètre, puis on le réchauffe jusqu'à T= 50 °C
- Enlever les tubes à essais et attendre jusqu'à ce que les températures de ces derniers descendent à T= 30 °C, puis les placer dans le premier compartiment (0°C).
- Les refroidir progressivement avec les bains réfrigérants de plus en plus froids.
- Dès que le liquide contenu dans le tube d'essai ne s'écoule plus, lorsque celui-ci est incliné; maintenir le tube horizontal pendant 5 secondes, et si la surface du liquide ne se déforme pas ; On note la température indiquée par le thermomètre en ajoutant 3°C à la température observé, et le résultat comme étant: le point d'écoulement.

### III.1.2 Méthodes spectroscopiques

#### III.1.2.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

✓ **Principe :**

Cette technique est utilisée pour l'étude des caractérisations des structures chimiques des molécules d'une solution. C'est une méthode physique d'analyse qualitative et quantitative fondée sur l'absorption des photons transmis par des radiations très peu énergétiques permettant de modifier l'énergie de vibration de molécules.

A travers cette technique on va suivre la dégradation des molécules d'une huile moteur en fonction de consommation de kilométrage.

✓ **Appareillages :**

- Le dispositif avec lequel les spectres d'absorption infrarouge ont été obtenus.
- Un spectromètre à transformée de Fourier de type *SHIMADZU* équipé d'un détecteur *DTGM*.
- Seringues.
- Pastilles en Kbr.



**Figure II.1.6.** Spectromètre à Transformé de Fourier.

✓ **Conditions opératoires :**

- N'ombre de scan (nombre de balayage) : 40 scans.
- Résolution de  $4 \text{ cm}^{-1}$ .
- La gamme de fréquence d'onde : de  $400$  à  $4000 \text{ cm}^{-1}$ .
- Mesuré en mode Transmittance (en %)

✓ **Mode opératoire :**

- étaler soigneusement à l'aide d'une seringue, une goutte de l'huile moteur sur une pastille préparée avec 100 mg de Kbr.
- Introduire la pastille dans le compartiment d'échantillonnage du spectromètre infrarouge.

### III.1.2.2 Spectrophotométrie d'absorption UV-Visible

✓ **Principe :**

La spectroscopie UV-Visible absorbe des radiations, cette énergie absorbée par la molécule va permettre l'excitation des électrons d'une liaison chimique d'un niveau électronique à un autre niveau électronique d'énergie supérieure.

Dans le l'UV-Visible, la couleur de la solution dépend des longueurs d'ondes absorbées, et une solution colorée présente un spectre non-nul.

✓ **Appareillages :**

- Lamelles en verre.
- Seringues.
- Appareille UV-Visible de type *SHIMADZU*.



**Figure II.1.7.** Appareille UV-Visible Spectro-Scan 50

✓ **Conditions opératoire :**

- La gamme de fréquence d'onde : de 200 à 800  $\text{cm}^{-1}$ .
- Mesuré en mode absorbance.

✓ **Mode opératoire :**

- Etaler soigneusement une goutte de l'huile entre deux lamelles en verre.
- Introduire une lame vierge dans le premier compartiment pour avoir le spectre de référence.



- Introduire les lamelles dans les compartiments d'échantillonnages du spectromètre UV-Visible.
- Obtention des spectres sur l'écran.

### III.1.3 Analyse Thermogravimétrique (ATG)

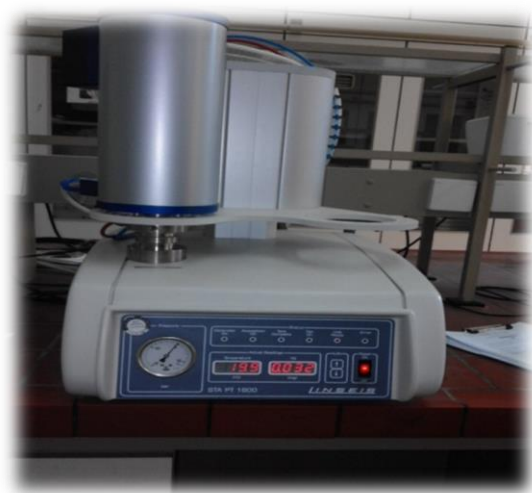
#### ✓ Principe :

La chromatographie est une méthode de mesure de la perte de masse en fonction de la température afin de séparer les constituants d'un mélange même très complexe pour connaître le pourcentage massique des constituants non volatiles (inorganiques).

On utilise un appareil qui se nomme un chromatographe qui nous donne un diagramme obtenu par chromatographie est appelé chromatogramme. Ce diagramme qui est sous forme d'un graphique il traduit la variation de la masse du soluté en sortie de colonne en fonction de la température.

#### ✓ Appareillages :

Chromatogramme de type STA PT 1600 de marque LINSEIS.



**Figure II.1.8.** Dispositif d'analyse thermogravimétrique.

# Résultats et Discussion

## III.2 Résultats et discussions

Ce chapitre, vise à présenter les résultats expérimentaux des analyses faites sur quelques caractéristiques physico-chimiques de l'huile moteur SAE 40 neuve et usagée, afin de suivre son fonctionnement ainsi que sa dégradation dans un moteur diesel, en fonction des kilométrages parcourus entre un intervalle de l'huile vierge jusqu'à la vidange

### III.2.1 Analyses conventionnelles

#### III.2.1.1 La densité

La figure (II.2.1) représente l'allure de l'évolution de la densité d'huile en fonction du nombre de kilométrage consommé. D'après les résultats obtenus, on remarque que la densité de l'huile moteur diminue au cours de l'utilisation ; d'après la littérature [17, 19] cela dû à une contamination de l'huile en raison d'une dilution du carburant et/ou de l'eau provenance à partir de la combustion du carburant dans le moteur.

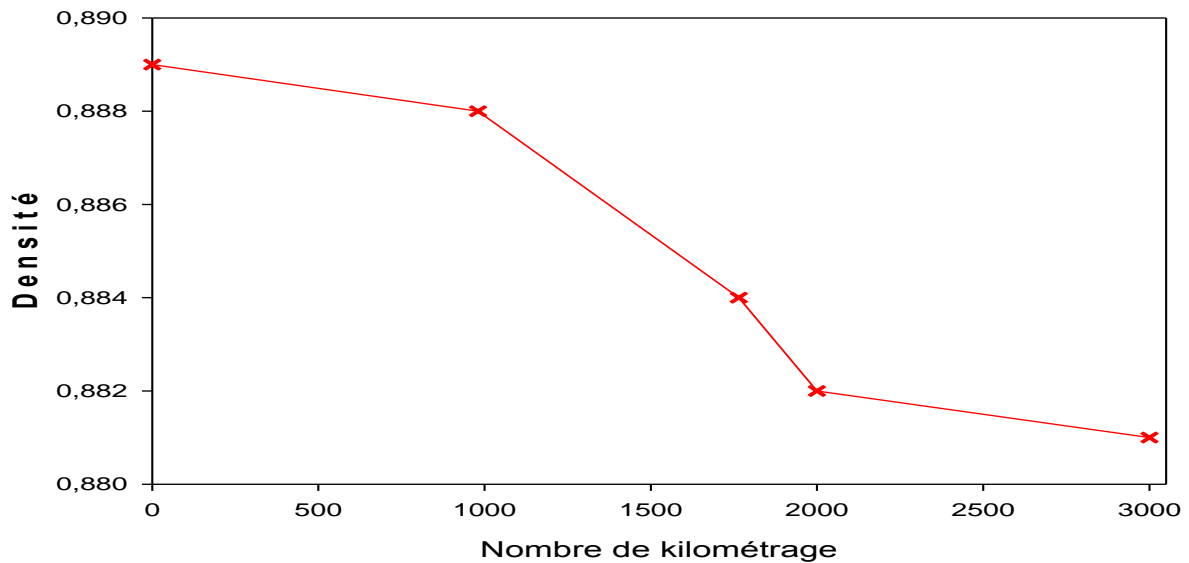
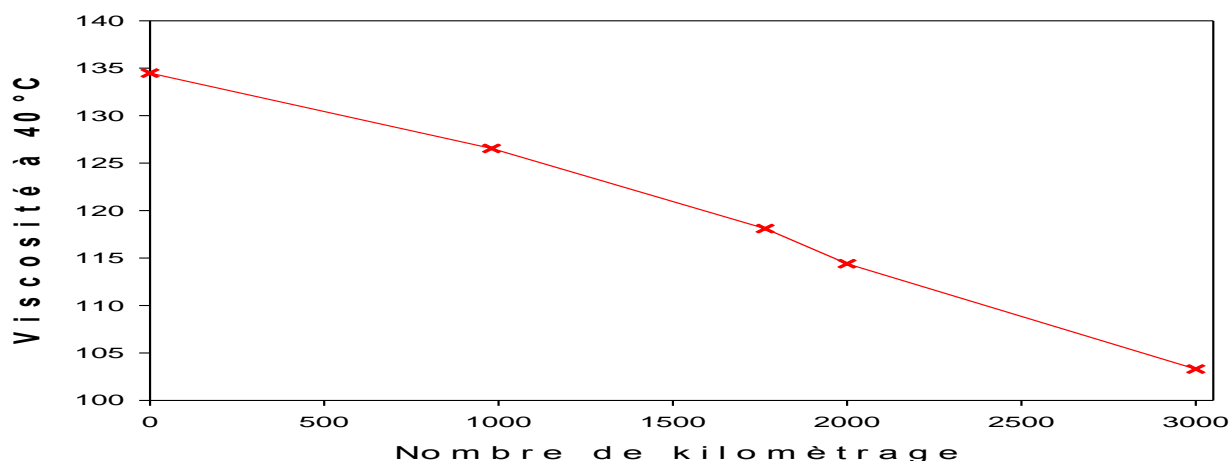


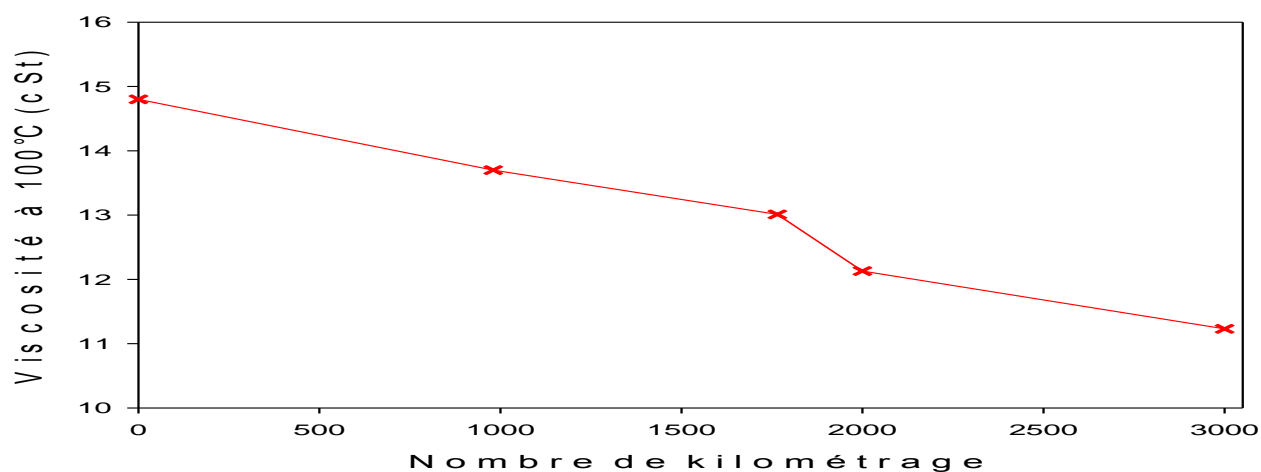
Figure II.2.1. Evolution de la densité de l'huile moteur en fonction du nombre de kilomètre.

#### III.2.1.2 La viscosité

Les deux figures ci-dessus (II.2.(2/3)) représentent l'évolution de la viscosité de l'huile moteur mesuré à 40°C et à 100°C ; d'après les résultats obtenus on remarque une diminution de la viscosité en fonction de la distance consommée, et cela et d'après la littérature [17, 19] est dû à une dilution par carburant (essence, gazole), comme peut aussi prévenir par un cisaillement mécanique ou thermo oxydant qui diminue le pouvoir épaississant des additifs polymères améliorant l'indice de viscosité.



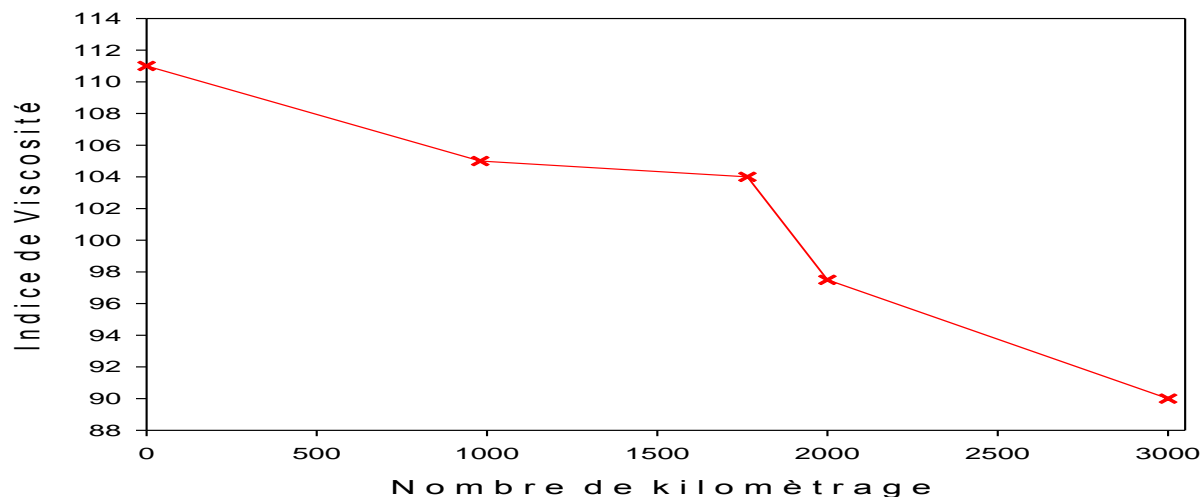
**Figure II.2.2.** Evolution de la viscosité de l'huile moteur à 40°C en fonction de nombre du kilomètre.



**Figure II.2.3.** Evolution de la viscosité de l'huile moteur à 100°C en fonction du nombre de kilomètre.

### III.2.1.3 Indice de Viscosité

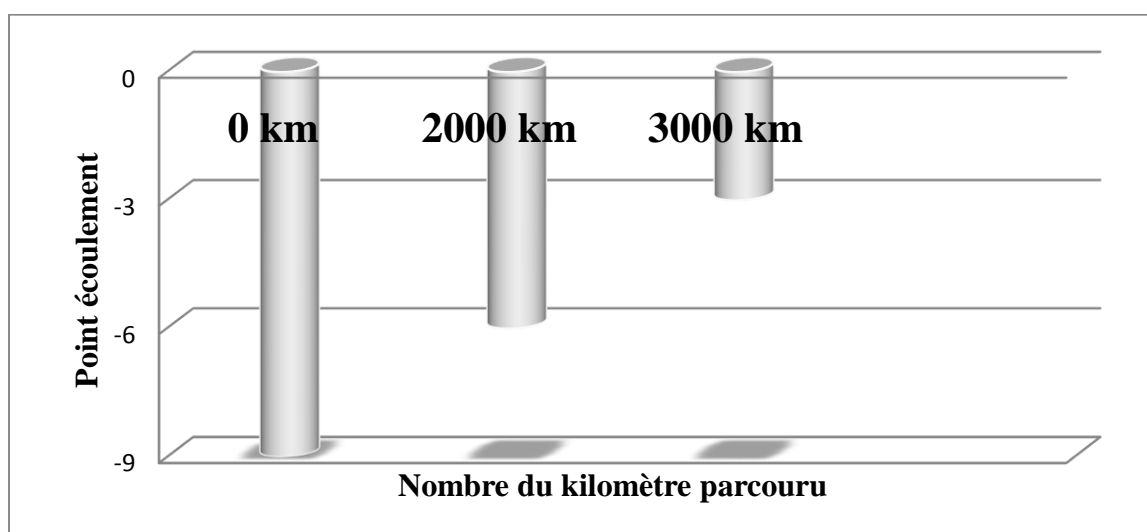
La figure (II.2.4) représente l'évolution de l'indice de viscosité de l'huile moteur ; on remarque que cet indice a baissé en consommant les kilométrages, et d'après la littérature [17, 19], cela signifie qu'il y avait une dégradation du polymère qui améliore l'indice de viscosité, par cisaillement, ou par des coupures thermiques, ou bien thermo oxydant. En sachant que l'huile devient très sensible au gradient de température.



**Figure II.2.4.** Evolution de la l'Indice de Viscosité de l'huile moteur en fonction du nombre de kilomètre.

#### III.2.1.4 Point écoulement

La figure (II.2.5) représentent l'évolution de point écoulement en fonction du nombre de distance consommé ; à partir des résultats obtenus ; on constate que pour les huiles usagées la température de solidification, et la formation des premiers cristaux est plus basse que celle de l'huile vierge, donc une diminution de température, et d'après la littérature [17, 19] cela signifie, que la teneur en paraffine est diminuée, plus une absence des paraffines à chaînes linéaires droites



**Figure II.2.5 :** Evolution du point écoulement de l'huile moteur en fonction du nombre de kilomètre.

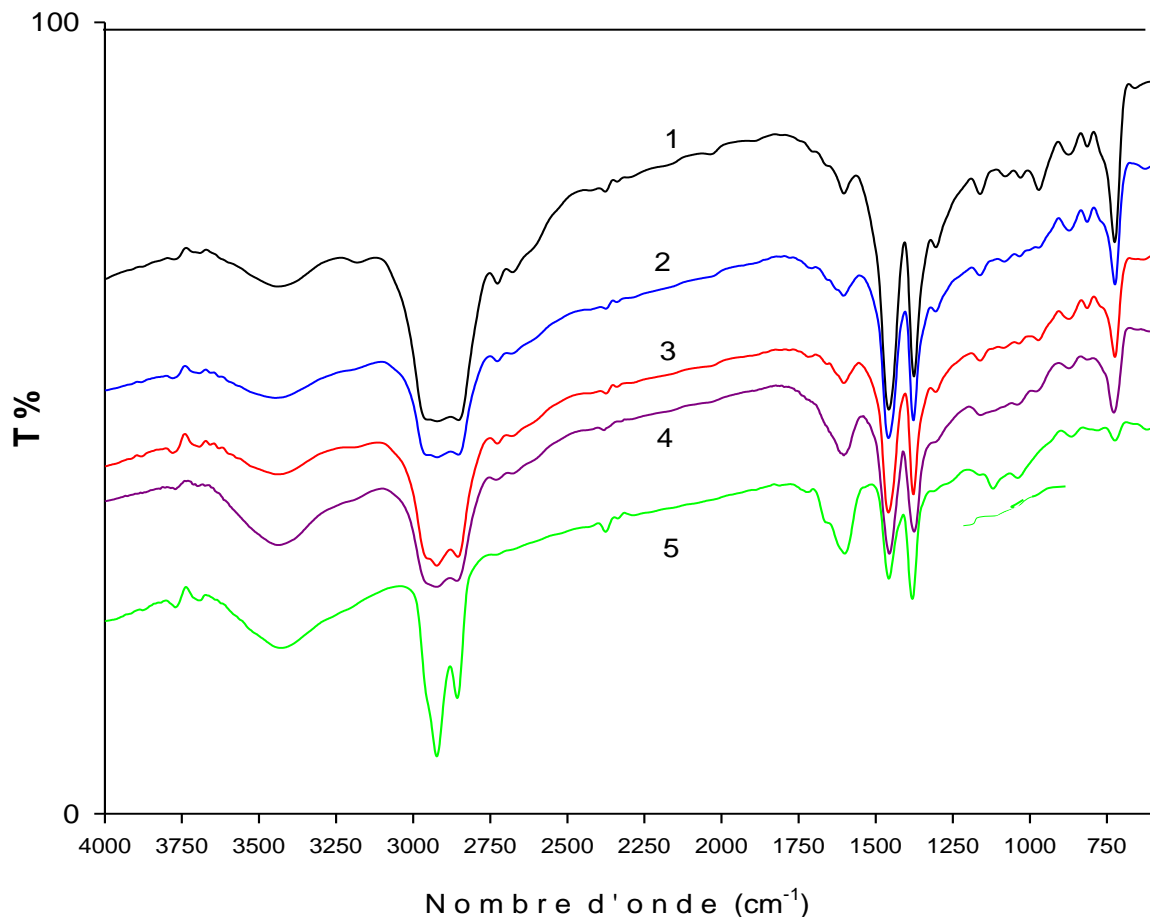
### III.2.2 Analyses spectroscopiques

#### III.2.2.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'analyse de l'huile neuve et usagée par spectroscopie IR, a permis d'obtenir les spectres présentés sur la figure II.2.6 de l'ordre de 1 à 5. L'attribution des bandes IR a été réalisée en prenant en compte les caractéristiques déjà connues dans la littérature [5, 15, 16] en se servant des tables de fréquence des vibrations de valence caractéristique en IR.

Les spectres sont en ordre suivant :

- 1 : pour l'huile moteur vierge.
- 2 : pour l'huile moteur usagée à 980 km.
- 3 : pour l'huile moteur usagée à 1765 km.
- 4 : pour l'huile moteur usagée à 2000 km.
- 5 : pour l'huile moteur usagée à 3000 km.

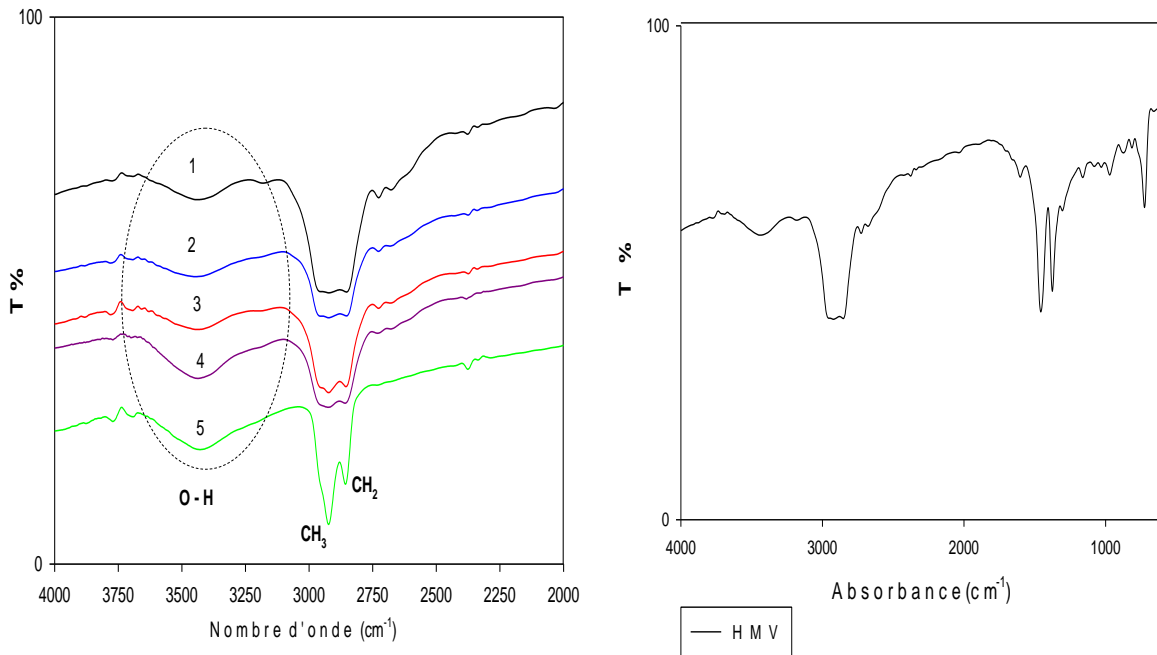


**Figure II.2.6:** Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur.

La figure (II.2.7) représente l'évolution des bandes d'absorptions caractéristiques d'une huile moteur vierge et au cours de son usage, dans le domaine des peroxydes de 4000-2000  $\text{cm}^{-1}$  Dont il est à remarquer :

De  $3248-3624\text{ cm}^{-1}$  une bande moyenne qui augmente avec l'augmentation du nombre de kilométrage, correspond aux vibrations d'élongations des liaisons O—H, qui sont attribuées aux hydroxyles libres, qui peuvent être de l'eau pure.

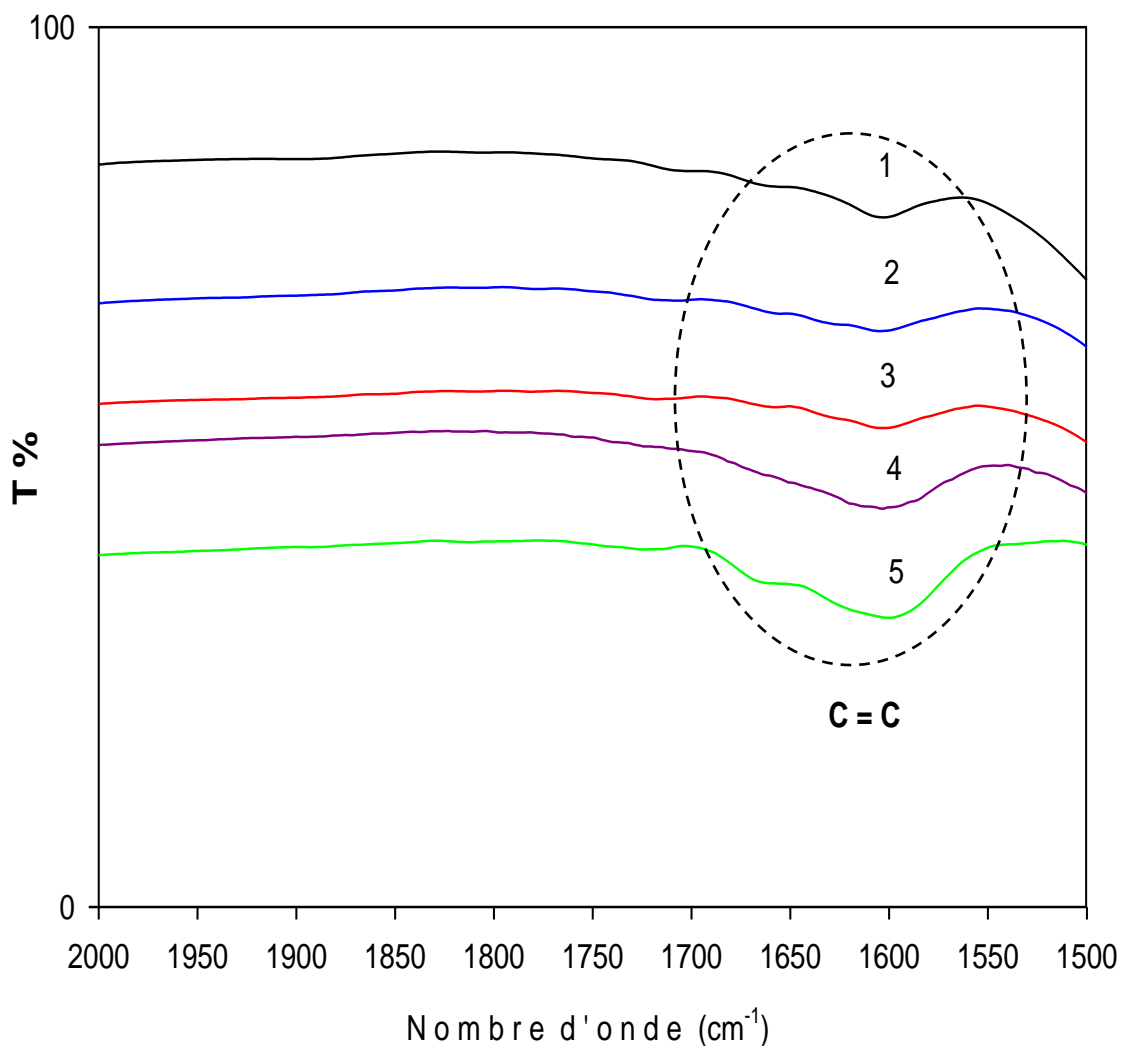
De  $2800-3074\text{ cm}^{-1}$  une forte bande de vibration d'élongation et de déformation dans le plan, des liaisons C—H du groupe méthylène, attribuées aux hydrocarbures d'additifs alkylés.



**Figure II.2.7.** Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur, dans le domaine  $4000-2000\text{ cm}^{-1}$  pour les composés de type ROOH.

La figure (II.2.8) représente l'évolution des bande d'absorption caractéristique d'une huile moteur au cours de son usage dans le domaine des carbonyles de  $2000-1500\text{ cm}^{-1}$ . Dont il est à remarquer :

Une bande d'absorption à  $1600\text{ cm}^{-1}$ , des vibrations d'élongation des doubles liaisons C=C attribuées aux carbones aromatiques.



**Figure II.2.8.** Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur, dans le domaine  $2000-1500\text{ cm}^{-1}$  pour les composés de types  $R=O$ .

La figure (II.2.9) représente l'évolution des bande d'absorption caractéristique d'une huile moteur au cours de son usage dans le domaine  $1500-500\text{ cm}^{-1}$ . Dont il est à remarquer :

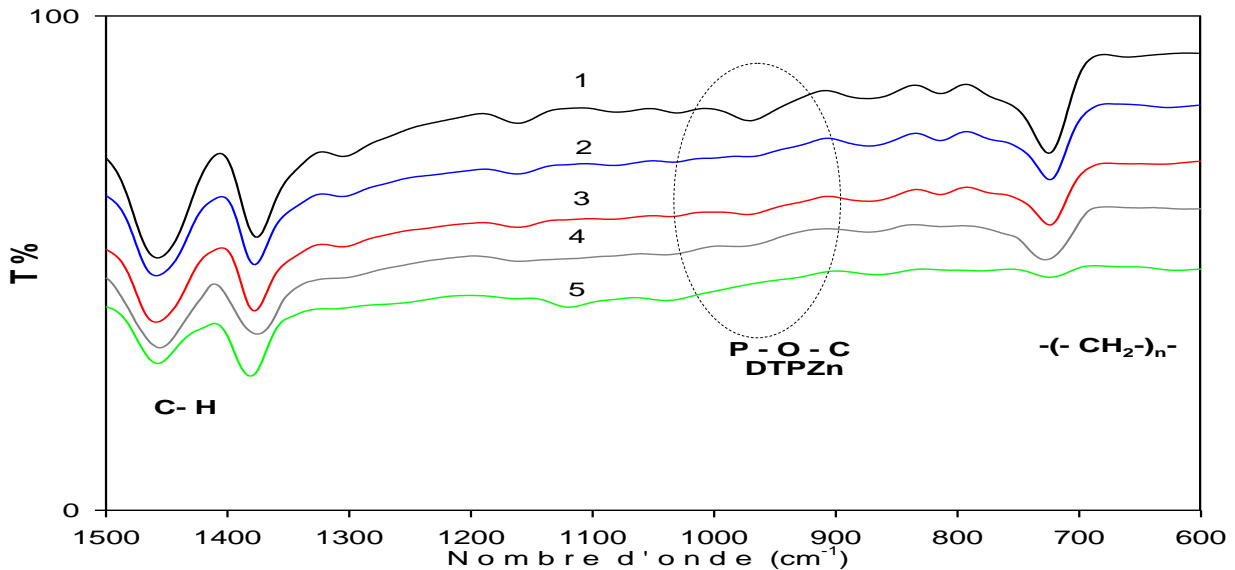
Une bande d'absorption à  $1448\text{ cm}^{-1}$ , des vibrations d'élongation et de déformation dans le plan des liaisons C—H du groupe méthylène, cette bande est attribuée aux hydrocarbures d'additifs alkylés.

Une bande d'absorption très peut intense apparaitre à  $1380\text{ cm}^{-1}$  pour l'huile vierge, et disparaître progressivement pour les huiles usagées, dû aux vibrations d'élongation et de déformation dans le plan, des liaisons C—H attribuées aux poly butène d'additifs de viscosité intermédiaire ; Ou du groupe méthylène d'additifs alkylés.



Une bande d'absorption très peu intense apparaît à  $956\text{ cm}^{-1}$  pour l'huile vierge, et disparaît progressivement pour les huiles usagées ; correspond aux liaisons P—O—C attribuées au DTPZn, d'additifs d'anti-usure.

Une diminution de la bande d'absorption à  $720\text{ cm}^{-1}$ , correspond aux vibrations de déformation hors du plan, des liaisons  $(-\text{CH}_2-)_n$ ,  $n > 4$  attribuées aux hydrocarbures paraffiniques.



**Figure II.2.9.** Comparaison des spectres IR de l'huile au cours de l'utilisation dans le moteur, dans le domaine  $1500\text{-}600\text{ cm}^{-1}$ , pour les composés de type R—O—R'.

### III.2.2.2 Spectrophotométrie d'absorption UV-Visible

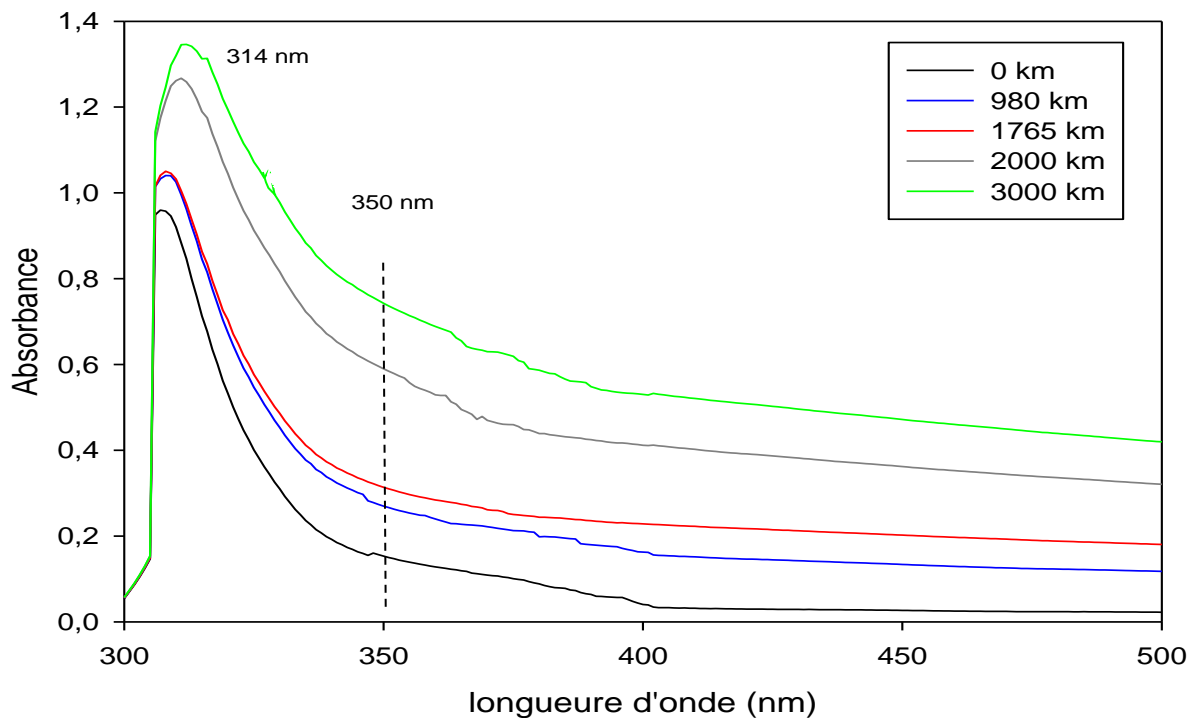
La figure II.2.10 représente les spectres UV d'une huile moteur neuve, et au cours de son usage. On constate d'après cette analyse une bande d'absorption autour de  $350\text{ nm}$ , attribuée à la transition électronique des doubles liaisons C=C des groupements carbonés aromatiques, l'intensité de cette bande augmente avec un effet hyperchrome, qui est le résultat d'un changement de couleur, d'où l'huile plus en plus devient plus sombre.

Calcul de l'indice de jaunissement (IJ), pour suivre l'évolution de la couleur de huile en fonction de nombre de kilométrage consommé tel que :

$$IJ = \Delta A_i = A_{\text{HMU}_i} - A_{\text{HMV}}$$

Le changement de couleur n'est pas remarqué que dans l'analyse UV, mais aussi à la mesure arbitraire de l'Indice de Jaunissement présenter dans la figure (II-2-11). Cet indice de

jaunissement augmente avec l'augmentation du nombre de kilomètres parcouru, donc on dit que la couleur dépend de l'indice de jaunissement. Et c'est ce que l'image prise lors de l'analyse UV pour les différents échantillons de l'huile moteur nous montre.



**Figure II.2.10.** Spectre UV-Visible de l'huile moteur.

**Tableau II.2.2.** Evolution de l'Indice de Jaunissement IJ.

Nombre de consommation en (km)	Indice de Jaunissement IJ				
	0	980	1765	2000	3000
<b>A</b>	<b>0.1532</b>	<b>0.2697</b>	<b>0.3137</b>	<b>0.5900</b>	<b>0.7426</b>
<b>I J</b>	<b>0</b>	<b>0.1165</b>	<b>0.1605</b>	<b>0.4368</b>	<b>0.5894</b>



**Figure II.2.11.** Evolution de la couleur de l'huile

### III.2.3 Analyse Thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique présentée dans la figure II.2.12 est utilisée de (25 °C à 600 °C), sous l'azote.

Les masses de l'échantillon est de :

- $m_0 = 13,5532$  mg masse initiale de l'huile.
- $m_i =$  masse de l'échantillon à la température T.

Les figures suivantes représentent le pourcentage de la perte de masse de l'huile moteur observée au cours de son utilisation, à l'aide d'une analyse ATG et une DTG, en fonction de la température pour une huile moteur.

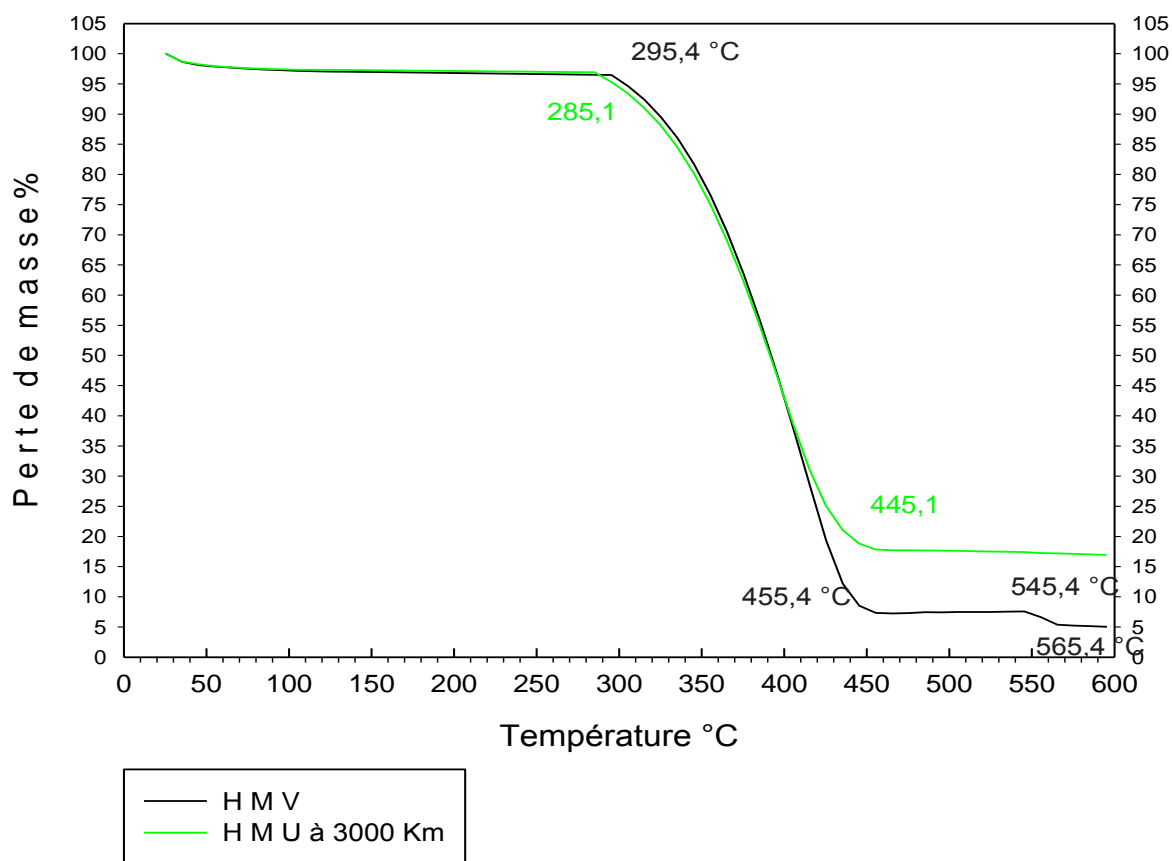


Figure II.2.12. Thermogramme d'ATG de l'huile vierge et l'huile moteur usagée.

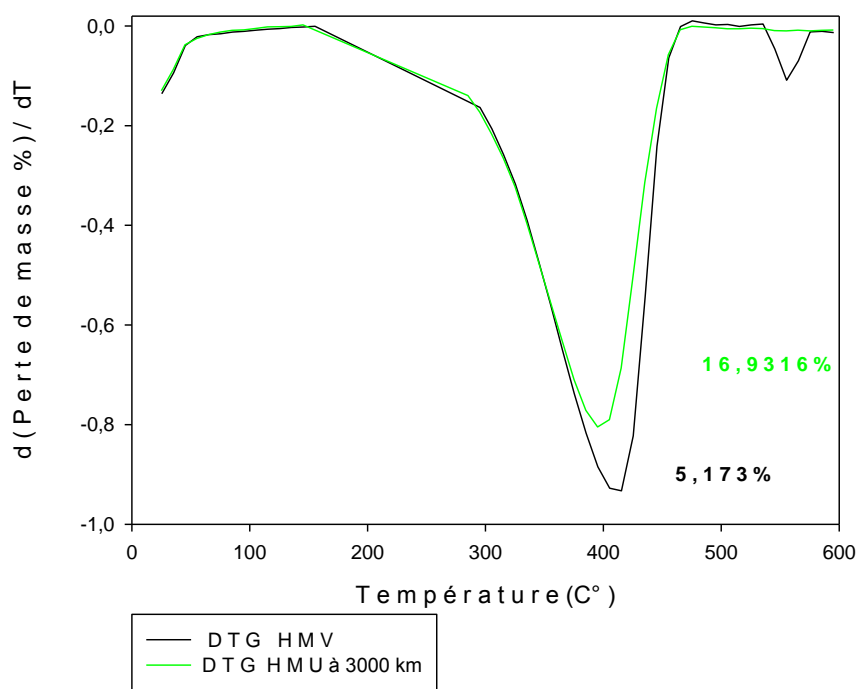


Figure II.2.13. Thermogramme DTG pour l'huile neuve et l'huile usagée.

Dans un large domaine de température, l'huile neuve et usagée selon les graphes obtenus, se décomposent en trois étapes, qui correspondent chacune à une perte de masse en thermogravimétrie [18]. D'où :

Etape1 : de 25,4°C  $\longrightarrow$  295,4 °C, une faible perte de masse jusqu'à 5%, qui est due à la vaporisation des matières organiques les plus légères.

Etape2 : de 295.4 °C  $\longrightarrow$  455.4 °C, une forte chute de perte de masse des macromolécules résultantes de la destruction de la chaîne principale de l'huile.

Après la destruction de la chaîne principale on remarque une stabilisation du thermogramme jusqu'à 545.4 °C.

Etape3 : de 545.4 °C  $\longrightarrow$  565.4 °C, une légère perte de masse résultante d'une décomposition des macromolécules les plus lourdes, que celles de la chaîne principale. Et remarquons nous à nouveau une stabilisation du thermogramme qui signifie une polycondensation des macromolécules, d'où la température élevée ne peut plus influencer sur la décomposition des macromolécules restantes, car ce sont des composés inorganiques (métalliques), qui donne naissance à un résidu avec une masse de (%  $Pm_f = 5,173$  mg).

Pour l'huile usagée; il a le même fonctionnement avec l'huile vierge, avec un écart dans les deux premières étapes, d'environ 10°C entre les températures de décomposition. En éliminant la troisième étape, ensuite il subit à une stabilisation à partir de 445.1°C, qui donne aussi une naissance à un résidu des composés inorganiques, avec une masse de (%  $Pm_f = 16,9316$  mg).

L'apparition des pics qui représentent des transformations endothermiques d'une décomposition thermique pour les deux huiles, neuve et usagée, d'où pour l'huile vierge, le premier pic qui est très important apparut à partir d'une  $T = 415.4$  °C, et de même pour l'huile usagée à  $T = 395.1.1$  °C pour l'huile utilisée. Et un autre petit pic à 555.4 °C pour l'huile vierge qui représente une thermo oxydation (certains contenants d'O<sub>2</sub>).

Représentation sous forme d'un tableau puis un graphe, les différentes températures pour suivre l'évolution des pertes de masse au cours de la décomposition des macromolécules de l'huile moteur vierge et usagée.

**Tableau II.2.3.** Différentes températures de décomposition pour différentes pertes de masse de l'huile.

<b>Perte de masse en %</b>	<b>T<sub>5%</sub></b>	<b>T<sub>10%</sub></b>	<b>T<sub>50%</sub></b>	<b>T<sub>dV Max1</sub></b>	<b>T<sub>dV Max2</sub></b>
<b>Température (°C) pour HMD</b>	<b>304.4</b>	<b>324.4</b>	<b>392.4</b>	<b>455.4</b>	<b>465.4</b>
<b>Température (°C) HMD à 3000 km</b>	<b>297.1</b>	<b>319.1</b>	<b>392.1</b>	<b>445.1</b>	<b>/</b>

Le tableau II.2.3 regroupe les différentes températures du début jusqu'à la fin de la décomposition thermique de l'huile moteur en fonction du nombre de kilomètres. On remarque d'après ce dernier que les températures de décomposition augmentent avec l'augmentation de la perte de masse. Et cela indique une dégradation des composés inorganiques de l'huile.

# Conclusion

## Conclusion

Les huiles lubrifiantes ont le rôle de réduire les frottements entre les pièces en mouvement. Cette étude nous a permis de connaître et de découvrir les vraies conséquences du noircissement et de dégradation de l'huile moteur, et aussi nous a permis que les lubrifiants sont de très loin les plus utilisés, aussi bien dans les applications automobiles qu'industrielles. Ce sont des mélanges d'hydrocarbures ayant subi de nombreuses opérations de raffinage avant d'être utilisée.

Cette étude a été portée sur la surveillance d'une huile moteur au cours de son service en premier lieu, le principe de cette partie consiste à analyser plusieurs prélèvements de notre échantillon de l'huile vierge jusqu'à une vidange avec des prélèvements intermédiaires.

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

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

Les méthodes spectroscopiques nous ont montré que la structure de l'huile moteur est très complexe surtout avec l'ajout des additifs, et nous indique sur les composants dégradés par la spectrométrie IRTF et le changement de couleur par la spectrophotométrie UV-Visible, pour confirmer la contamination de notre huile avec des particules étrangères solides comme des métaux, on a réalisé une analyse thermogravimétrique, qui a décomposé les macromolécules de notre huile, mais on a eu un résidu qui est quand même important par rapport à la masse portée lors de l'analyse surtout pour l'huile dégradée à 3000 Km. Et cela signifie que l'huile est contaminée et ce qui provoque une dégradation.

Ces huiles moteurs qui noircissent sous plusieurs effets restent toujours un problème lors de leur rejet. Elles sont considérées comme un déchet très dangereux pour l'environnement et la santé humaine.

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



## Références

- [1]. Extrait du portail Algérien des ENERGIES RENOUVLABLES. Le recyclage des huiles industrielles usagées : Une activité inexploitée en Algérie. Mai 2015.
- [2]. Hidaya, IZZA. Tthèse doctorat. contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes. Université Kasdi Marbah de OUARGLA :10/01/2017.
- [3]. Lubrifiants et produits connexes pour l'automobile. Guide pratique à l'attention des acheteurs publics de lubrifiants et de produits connexes pour véhicule terrestre à moteur thermiques: Collection marchés publics, Edition 2000.
- [4]. Ministère de l'économie des finances et de l'industrie., Lubrifiant et produits connexes pour l'automobile : Direction des affaires juridiques, 2000.
- [5]. F. Audibert. Les huiles usagées : reraffinage et valorisation énergétique. Paris : Technip, 2003.
- [6]. M.Born J.Ayel. lubrifications et fluides pour l'automobile. Paris : Technip, 1998.
- [7]. CASTROL. ABC du graissage-Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants. switzerland :HC-04/2006.
- [8]. J. DENIS, J. BRIANT, J-C. HIPEAUX. Physico-Chimie des lubrifiants: analyses et essais. Paris : Edition Technip, 1997.
- [9]. ADEME, (Agence De l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie). Recyclage et valorisation energitiques des huiles usagées, Atouts et faiblesses. Paris 2000.
- [10]. H.M. Chollet. Le moteur. Spes Lausanne-Dunod Paris : Sixième Edition, , 1974. P20
- [11]. Circuit d'huile moteur.doc, 2015, P1.
- [12]. J.L.Ligier. Lubrification des palier moteur. Paris : Technip, 1997.
- [13]. Ademe, (Agence De l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie). Etude du comportement des détenteurs et des conditions de stockage des huiles de moteur usagées dans

les DOM-COM ( Département d'Outre Mer-Collectivités d'Outre Mer) . République Française , 2013.

[14]. Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP). Possibilités de recyclage et d'utilisation des huiles usées. 2000.

[15.]. Table de fréquence des vibrations de valence caractéristiques en IR.

[16].M.DIABY. Compréhension des mécanismes de formation de dépôts en fond première gorge de piston de moteur diesel. Thèse, Docteur de l'école polytechnique.2009

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

[18]. Kh. NEJJAR. Etude de la réactivité thermique d'une huile de lubrification des moteurs Diesel. Thèse de Doctorat. 2011.

[19].O. SEGHIR. L'effet du tensio-actif sur les caractéristiques des huiles lubrifiantes obtenues par extraction des aromatiques par le phénol. Thèse Master Académique 2012/2013.

## Résumé

Les huiles lubrifiantes contiennent différents composés d'hydrocarbures, elles sont dopées par un paquet d'additifs pour bien améliorer leurs travaux dans différents domaines.

Les huiles lubrifiantes de types moteur deviennent noires au cours de son utilisation, et cela revient à leur dégradation à cause de plusieurs phénomènes, comme l'oxydation, la contamination, ainsi que la corrosion et d'autres.

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

L'objectif principal de cette étude est d'analyser les caractéristiques physico-chimiques: densité, viscosité, indice de viscosité, point d'écoulement ainsi que les analyses spectroscopiques et thermiques pour voir les composants principaux de cette huile moteur vierge et lors de son service.

Les résultats obtenus ont montré bien, que cette huile moteur se dégrade rapidement, et aussi remarquable avec le changement de la couleur qui devient plus en plus noire, ces tests aussi montrent que cette huile contient des contaminants solides qui peuvent être la cause de l'endommagement du moteur.

**Mots clés :** huile lubrifiante, moteur, caractérisation physique chimique, dégradation, récupération.