

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A. M. OULHADJ - Bouira  
Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées  
Département de Génie des Procédés

# Mémoire

Présenté par

**BENRAMOUL Zakaria**



Pour l'obtention du diplôme de

## MASTER

Filière : Génie des Procédés

**Spécialité : Génie Chimique**

**Procédés de régénération des huiles lubrifiantes usagées**

La date de dépôt : 15/12/2020

Devant le jury composé de :

M <sup>me</sup> GUENDOUZ	MCB	Université 20 Aout 1955-Skikda	Encadreur
M <sup>me</sup> HALEM	MCB	UAMO- Bouira	Co-Encadrante
M <sup>r</sup> ABDERRAHIM	MCB	UAMO- Bouira	Examineur
M <sup>r</sup> SAHNONE	MAB	UAMO-Bouira	Examineur

## **Remerciements**

*En préambule à ce mémoire, qui est un aboutissement à de longues et fastidieuses années d'études universitaire, je remercie **ALLAH** le tout puissant de m'avoir aidé et fourni le courage nécessaire, qui m'ont permis de surmonter les difficultés durant ce parcours universitaire.*

*De nombreuses personnes ont contribué scientifiquement intellectuellement  
Ou techniquement à la réduction de ce mémoire.*

*Aussi, je remercie mes encadrants Mme **GUENDOZ Samira**, Mme **HALEM Zohra** qui ont dirigé ce travail, pour leurs soutiens, leurs disponibilités tout au long de la réalisation de ce mémoire, leurs qualités humaines et pour le temps qu'ils ont bien voulu consacrer et leurs orientations vers le chemin de la recherche scientifique.*

*Enfin, je remercie l'ensemble des employés et des chimistes et techniciens de et tout travailleur de laboratoire d'analyses des huiles ;Mme **Amel**, et laboratoire central de SIDER El Hadjar pour les conseils et l'information qu'ils ont pu me prodiguer au cours de mon stage.*

*Je tiens à remercier vivement les **membres de jury** d'avoir accepté d'évaluer ce travail et pour toutes leurs remarques et suggestions.*

*Je remercie également :*

- *L'ensemble des **enseignants** ayant contribué à ma bonne formation.*
- *Tous les **amis** et les **camarades** de la promotion 2019/2020 pour leur sympathie.*

*Enfin, je remercie ma **chère famille** qui par sa prière et ses encouragements, j'ai pu surmonter tous les obstacles.*



# *Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire à mes chers parents ;  
deux personnes exceptionnelles qui, par leur amour,  
leur dévouement, leur patience et leur soutien  
inconditionnel m'ont permis d'arriver là où je suis.*

*A mes chères sœurs Dallel, Asma et Kelthom.*

*Je la dédie, Pour tous ceux qui m'ont aidé et  
qui sont restés des nuits avec moi pendant  
mes luttes et mon travail sur mon Mémoire.*

*Aussi, à mes amies les plus proches  
Et à toute personne qui me connaisse.*

*Zakaria*



<b>ADEME</b>	:	Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie.
<b>ASTM</b>	:	American Society of Testing and Materials.
<b>BPC</b>	:	Biphényles polychlorés
<b>CEA</b>	:	Commissariat à l'énergie atomique
<b>CEI</b>	:	Communauté des États indépendants
<b>PAO</b>	:	Polyalphaoléfines
<b>NF</b>	:	Norme française
<b>PDA</b>	:	Propane Deasphalting
<b>TDA</b>	:	L'unité de déracinement thermique

***Chapitre II : La contamination des huiles usagées***

Figure II.1: Evolution de la collecte des huiles usagées en Algérie (1985-2006)..... 21  
Figure II.2: L'impact des huiles usagées sur l'environnement..... 25

***Chapitre III : Procédés de régénération des huiles  
lubrifiantes usagées***

Figure III.1: Schéma de procédé de purification par acide/argile ..... 31  
Figure III.2: Schéma de procédé de régénération des huiles lubrifiantes usagées par  
distillation sous vide..... 33  
Figure III.3 : Schéma de procédé asphaltage thermique ..... 35  
Figure III.4: Schéma de Procédé de distillation sous vide à courte trajectoire avec  
traitement en argile ..... 36  
Figure III.5: Schéma de procédé séparation par craquage ..... 38  
Figure III.6: Schéma de procédé de régénération par extraction..... 39

***Chapitre IV : Méthodes d'analyse des huiles lubrifiantes***

Figure IV.1: Test pH par papier pH. .... 45  
Figure IV.2: Mesure de Densité ..... 46  
Figure IV.3: Appareil de mesure de l'indice de couleur ..... 46  
Figure IV.4: Appareil de mesure de l'indice de réfraction..... 47  
Figure IV.5: Viscosimètre de type Ubbelhodd ASTM D445..... 49  
Figure IV.6: Appareillage de mesure de l'acidité. .... 50  
Figure IV.7: Appareil de mesure du facteur de dissipation..... 51  
Figure IV.8: Appareil de mesure de la tension de claquage..... 52  
Figure IV.9: Appareil de mesure de la teneur en eau..... 54  
Figure IV.10: Spectrométrie Infrarouge ..... 56

***Chapitre I: Généralités sur les lubrifiants***

Tableau I.1: Classification d'une huile minérale..... 8

***Chapitre II : La contamination des huiles usagées***

Tableau II.1 : Huiles générant des huiles usagées claires ..... 21  
Tableau II.2: Huiles générant des huiles usagées noires. .... 22  
Tableau II.3: Composés polluants des huiles usagées..... 26

**Introduction Générale ..... 2**

***Chapitre I: Généralités sur les lubrifiants***

**I.1. Introduction..... 5**

**I.2. Le lubrifiant et la lubrification ..... 5**

**I.3. Le rôle de la lubrification ..... 5**

**I.4. Composition des huiles de lubrification..... 6**

**I.4.1. Les huiles de base ..... 6**

**I.4.1.1. Les huiles minérales ..... 6**

**A) Origine des huiles minérale..... 6**

**C) Obtention des huiles de base ..... 8**

**I.4.1.2. Les huiles de synthèse..... 9**

**I.4.2. Les additifs..... 10**

**I.4.2.1. Additifs protégeant la surface ..... 10**

**I.4.2.2. Additifs améliorant l'huile ..... 11**

**I.4.2.3. Additifs protégeant l'huile ..... 12**

**➤ Additifs pour la protection du vieillissement ..... 12**

**I.5. Propriétés des huiles lubrifiantes ..... 12**

**I.5.1. Propriétés électriques ..... 12**

**❖ Permittivité ou la constante diélectrique ..... 12**

**❖ Conductivité et la résistivité..... 13**

**❖ Rigidité diélectrique..... 13**

**I.5.2. Propriétés physiques ..... 13**

**❖ Densité..... 13**

**❖ Aspect limpide..... 13**

---

❖ Viscosité .....	13
❖ Point d'éclair .....	14
<b>I.5.3. Propriétés chimiques.....</b>	<b>14</b>
❖ Indice de couleur .....	14
❖ Indice d'acidité.....	14
❖ Teneur en eau .....	14
❖ Indice de réfraction.....	15
<b>I.6. Conclusion .....</b>	<b>15</b>
<b>I.7. Références bibliographiques.....</b>	<b>15</b>

## *Chapitre II : La contamination des huiles usagées*

<b>II.1. Introduction .....</b>	<b>19</b>
<b>II.2. Définition des huiles usées .....</b>	<b>19</b>
<b>II.3. Les huiles usagées en Algérie .....</b>	<b>19</b>
<b>II.3.1. Cadre réglementaire.....</b>	<b>19</b>
<b>II.3.2. Historique de la collecte .....</b>	<b>20</b>
<b>II.4. Les types des huiles usagées .....</b>	<b>21</b>
<b>II.4.1. Les huiles usagées claires .....</b>	<b>21</b>
<b>II.4.2. Les huiles usagées noires .....</b>	<b>21</b>
<b>II.5. La dégradation des huiles lubrifiantes .....</b>	<b>22</b>
<b>II.5.1. Phénomène d'oxydation .....</b>	<b>22</b>
<b>II.5.2. Phénomène de rouille et de corrosion .....</b>	<b>23</b>
<b>II.6. Principaux contaminants et leurs origines.....</b>	<b>23</b>
<b>II.6.1. Biphényles polychlorés (BPC).....</b>	<b>23</b>
<b>II.6.2. Les halogènes .....</b>	<b>24</b>
<b>II.6.3. L'eau.....</b>	<b>24</b>
<b>II.7. Impacts des huiles moteurs usagées sur l'environnement et la santé.....</b>	<b>25</b>

II.7.1. Sur l'environnement .....	25
II.7.2. Sur la santé .....	25
II.8. Possibilité de récupération des huiles usagées .....	26
I.9. Références bibliographiques .....	27

***Chapitre III : Procédés de régénération des huiles  
lubrifiantes usagées***

III.1. Introduction .....	30
III.2. Procédés de régénération des huiles lubrifiantes .....	30
III.2.1. Procédé de régénération par traitement acide/ argile .....	30
III.2.2. Procédé de distillation sous vide .....	32
III.2.3. Procédé d'asphaltage thermique .....	33
III.2.4. Procédé de distillation sous vide à courte trajectoire avec traitement en argile.....	35
III.2.5. Procédé de séparation par craquage .....	37
III.3. Aspects économiques .....	39
III.4. Conclusion .....	41
III.5. Références bibliographiques.....	41

***Chapitre IV : Méthodes d'analyse des huiles lubrifiantes***

IV.1. Introduction.....	44
IV.2. Différents tests d'analyse des huiles .....	44
IV.2.1. Indice de pH.....	44
IV.2.2. Densité (ASTM - D1298, ISO 12185).....	45
IV.2.3. Aspect et couleur (ASTM D1500) .....	46
IV.2.4. Indice de réfraction .....	47

<b>IV.2.5. Viscosité (ASTM –D445 et NF T 60-100) .....</b>	<b>47</b>
<b>IV.2.6. Acidité (CEI 296).....</b>	<b>49</b>
<b>IV.2.7. Facteur de dissipation (Tan <math>\delta</math>) (CEI 247).....</b>	<b>50</b>
<b>IV.2.8. Tension de claquage .....</b>	<b>51</b>
<b>IV.2.9. Point d'éclair (ASTM D 93).....</b>	<b>52</b>
<b>IV.2.10. Point de feu (ASTM D 92) .....</b>	<b>53</b>
<b>IV.2.11. Point d'écoulement (ASTM 97).....</b>	<b>53</b>
<b>IV.2.12. Teneur en soufre (ASTM D 2622).....</b>	<b>53</b>
<b>IV.2.13. Teneur en eau (D 95).....</b>	<b>54</b>
<b>IV.2.14. Teneur en carbone Conradson (D 189) .....</b>	<b>54</b>
<b>IV.2.15. Métaux.....</b>	<b>55</b>
<b>IV.2.16. Spectrométrie Infrarouge .....</b>	<b>55</b>
<b>IV.3. Conclusion .....</b>	<b>56</b>
<b>IV.4. Références bibliographiques .....</b>	<b>56</b>
 <b><i>Conclusion Générale</i> .....</b>	<b>59</b>

***Introduction***

***générale***

### **1. Contexte de l'étude**

Les huiles industrielles extraites du pétrole sont utilisées pour la lubrification des surfaces métalliques mobiles, le refroidissement des moteurs qui chauffent par friction, l'inhibition de la corrosion et l'étanchéité. Elles peuvent être de nature paraffinique, naphthénique ou aromatique. Des huiles de synthèse peuvent également être utilisées ; elles sont produites par synthèse chimique et ne contiennent généralement pas de composés instables ou impuretés décelables dans les huiles minérales et qui peuvent nuire à une bonne lubrification [1].

Suite à une utilisation régulière et prolongée, les huiles se détériorent et perdent de leur performance lubrifiante. Elles s'oxydent en cours d'usage et subissent des changements dans leurs paramètres physico-chimiques (viscosité, point d'écoulement, point d'éclair, etc.) les rendant inefficaces à l'usage [2].

### **2. Problématiques et objectifs**

Dans la réglementation internationale actuelle, les huiles usagées sont classées comme déchets dangereux en raison de leurs éventuels effets sur la santé et sur l'environnement [3]. En 2005, environ 37,9 millions de tonnes d'huile de lubrification ont été utilisées dans le monde et l'augmentation de sa consommation était estimée à 1,2% par an [4].

La présence de nombreux éléments toxiques et les dommages environnementaux que ces huiles provoquent, Nous donne une idée sur l'importance de les traiter et les régénérer.

### **3. Organisation du manuscrit**

Dans ce contexte, notre étude a porté sur un recherche bibliographique sur les huiles usagées et de la régénération par des différentes méthodes industriels.

Ce travail est constitué de quatre (04) chapitres :

- Le premier chapitre présente une étude bibliographique et des généralités sur le lubrifiant, ou on a donné la composition et les propriétés de ces huiles.

- Le deuxième chapitre donne des généralités sur la contamination des huiles usagées, les types de cette contamination, nous donnent une vision sur les risques sur environnement et la santé.
  
- Le troisième chapitre donne quelques notions bibliographiques sur les procédés et les technologies traditionnelles et modernes utilisé dans la régénération des huiles lubrifiantes.
  
- Le quatrième chapitre donne quelques notions bibliographiques sur les matériels et méthodes utilisé pour les analyses des différents paramètres physico-chimiques des huiles et huiles usagées. On terminera à la fin par une conclusion générale.

#### **4. Références bibliographiques**

- [1] F. Bouzid et N. Khellaf , Régénération à l'acide sulfurique de l'huile de lubrification Repsol32 utilisée dans le compresseur de synthèse d'ammoniac (Fertial-Annaba) .Université Badji Mokhtar, Annaba. Revue des Energies Renouvelables Vol. 20 N°1 (2017) 169 – 177
- [2] F. Danane, A. Ahmia, A. Bakiri and N. Lalaoui, '*Experimental Regeneration Process of Used Motor Oils*', Revue des Energies Renouvelables Vol. 17, N°2, (2014) 345 - 351,.
- [3] S.AMRANI , Modélisation, simulation et optimisation des phénomènes de transferts de masse et de chaleur lors de la récupération des bases à partir d'un mélange de fluides (Les huiles usagées). Thèse Magister. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene , (2010).
- [4] BENOIT F , Etude du procédé de CO-Pyrolyse de déchet Plastiques et d'huiles usagées en vue de la production d'un combustible liquide alternatif. Bruxelles, université libre de Bruxelles (2016).

# *Chapitre I*

## *Généralités sur les lubrifiants*



### **I.1. Introduction**

L'industrie nécessite des dispositifs mécaniques de haute performance, pour améliorer la productivité et protéger les équipements dû la friction (frottement ou déformation) et l'usure des pièces, l'utilisation des lubrifiants est une nécessité.

La lubrification est l'action d'assurer un film d'huile entre deux pièces en mouvement l'une par rapport à l'autre afin de réduire la résistance au glissement provoquant l'échauffement et l'usure des surfaces. Elle est donc régie par l'aptitude à vaincre toutes les contraintes qui l'opposent durant le fonctionnement requis du système lubrifié (charge, vitesse, température, irrégularité des surfaces, abrasion, etc.). Pour ce faire, le lubrifiant doit disposer de plusieurs propriétés le qualifiant à garantir un fonctionnement optimal du système lubrifié [1].

### **I.2. Le lubrifiant et la lubrification**

Les lubrifiants sont des produits complexes et multifonctions servant à adoucir le frottement de deux pièces mobiles en contact. Ils proviennent généralement de divers sources : minérale, animale, végétale et synthèse [2].

Nous pouvons distinguer différents types de lubrifiants : fluide, solide, pâteux (graisse) ou gazeux. Les huiles de lubrification sont utilisées dans les domaines suivants : l'automobile (il s'agit de huile moteur), l'aviation (turbines et pistons), la marine et l'industrie de façon générale (hydraulique, compresseurs, engrenages, turbines, systèmes de circulation et de réfrigération, etc.) [3].

### **I.3. Le rôle de la lubrification**

Le lubrifiant est essentiel pour chaque organe qui nécessite un graissage aussi bien pour une automobile, entretien d'un garagiste ou applications industrielles. Les fonctions principales d'un lubrifiant sont les suivantes :

- La diminution du frottement, cause principale de l'usure [4] ;
- Elle assure la propreté des parties internes, évacuant les impuretés imbrûlées, les poussières, etc.) dûes à la combustion [5].
- Elle assure l'équilibre thermique, évacuation de la chaleur produite par le frottement ou par une source extérieure [5] ;

- Protection contre la rouille et d'autres types de corrosion [5] ;
- Transmission de l'énergie : dans les circuits hydrauliques et les transmissions automatiques de véhicules [6] ;
- Diminuer l'usure des surfaces en contact ;
- Solubiliser les gaz [7] ;
- Protéger et assurer la durée de vie des mécanismes en mouvement [7].

Pour assurer ces fonctions, le lubrifiant doit avoir plusieurs propriétés telles que :

- Une aptitude à éliminer les contaminants ;
- La protection contre la corrosion et l'usure ;
- Une action dispersante et détergente ;
- Une aptitude de mise en route froid et chaud ;
- La réduction des frottements [7].

#### **I.4. Composition des huiles de lubrification**

Les lubrifiants sont élaborés par un mélange d'une huile de base minérale ou bien synthétique, et des additifs de performance, ajoutant chacun une propriété particulière afin d'améliorer le rôle de ces huiles [7,8].

##### **I.4.1. Les huiles de base**

On distingue deux catégories d'huiles de base les huiles de base minérales et les huiles de base synthétiques.

###### **I.4.1.1. Les huiles minérales**

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

**A) Origine des huiles minérale :** Les huiles peuvent appartenir aux diverses familles d'hydrocarbures et possèdent des propriétés fort différentes on cite les suivantes : [8]

- **Paraffiniques (Molécules à chaîne droite) :** Les bases à structures

Paraffiniques formées d'hydrocarbures saturés à chaîne droite. Ces bases présentent une grande stabilité à l'oxydation et possèdent un indice de viscosité élevé (de l'ordre de 100) ; elles sont par ailleurs peu agressives vis-à-vis des élastomères habituellement utilisés pour les joints d'étanchéité. Cependant le haut poids moléculaire, de certaines chaînes peut entraîner la cristallisation de l'huile dès la température ambiante [9].

- **Isoparaffiniques (Molécules à chaînes ramifiées) :** Elles résistent bien à l'oxydation, sont peu agressives pour les élastomères, se comportent mieux à froid que les précédentes, mais leur indice de viscosité est plus faible [10].
- **Naphténiques (Chaînes cycliques saturées) :** Les bases à structures naphténiques, formées d'hydrocarbures saturés, tout comme les paraffiniques, mais renferment en outre des hydrocarbures cycliques ou polycycliques. Ces bases sont moins stables à l'oxydation et présentent un indice de viscosité plus faible (de l'ordre de 50) ; elles sont par ailleurs relativement agressives vis-à-vis des élastomères [9].
- **Aromatiques (chaînes cycliques non saturées) :** Les bases à structures aromatiques sont des composés non saturés, ayant un ou plusieurs cycles aromatiques condensés ou non sur lesquels sont fixées une ou plusieurs chaînes latérales. Elles sont très oxydables, dotées d'un très mauvais indice de viscosité. Leur point d'aniline est très bas, et le pouvoir solvant est élevé mais ceci ne présente pas d'intérêt en raison des défauts majeurs signalés. Si leur densité est plus élevée et leur indice de viscosité très faible, leur importance dans les huiles finies est limitée. [9].

**B) Classification d'une huile minérale :** Pour classer les huiles minérale en basant sur les structures moléculaire ([Tableau I.1](#)).

Tableau I.1: Classification d'une huile minérale[11]

Structure	Fraction principale	Caractéristiques
A base de paraffine Chaîne rectilignes ou ramifiées	+ de 75% de paraffines	Densité < 900 kg/m <sup>3</sup> Indice de viscosité 93-105
A base de naphtène	+ de 70% de naphtènes	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

**C) Obtention des huiles de base :** Les huiles minérales sont obtenues par raffinage du pétrole brut. Pour obtenir l'huile de base à partir du pétrole brut, il faut exécuter les opérations suivantes : [11]

- **Distillation :** Elle se divise en deux étapes, distillation atmosphérique et distillation sous vide.

La distillation atmosphérique c'est une opération permet d'obtenir différentes fractions (essences, gasoil, carburacteur, pétrole lampant, etc.) et un résidu qui contient la matière première pour la fabrication des huiles de graissage. Et la distillation sous vide c'est la deuxième opération permet d'obtenir les bases huileuses.

- **Désasphaltage :** Il consiste à séparer les bases huileuses sous vide pour obtenir les huiles à haute viscosité d'une part et les asphaltes d'autre part. Ceux-ci sont de composés à structure complexe, contenant une quantité appréciable d'oxygène et de soufre. La séparation se fait par un procédé physique consistant une extraction par un solvant dans lequel la fraction huileuse est soluble. Le solvant utilisé dans la méthode ancienne est le propane liquide, mais actuellement, on utilise souvent un mélange liquide de propane et de butane. Les hydrocarbures non asphaltiques en solution dans le solvant sont entraînés vers le haut de la tour. L'asphaltemélangé au solvant est soutiré du fond de la colonne. L'huile issue de désasphaltage et les distillats sous vide contiennent des hydrocarbures cycliques, notamment des aromatiques dont les qualités de lubrification sont médiocres. Par conséquent, il est nécessaire d'éliminer ces genres d'hydrocarbures, c'est là qu'intervient le traitement au furfural [11].

- **Traitement au furfural** : C'est un procédé physique d'extraction sélective. Le solvant utilisé est le furfural, aldéhyde cyclique qui dissout préférentiellement les molécules possédant un ou plusieurs cycles benzéniques. On obtient un raffinat de nature paraffinique. L'opération se fait sous la pression atmosphérique à des températures d'environ 100 °C jusqu'à 125 °C [11].
- **Déparaffinage** : C'est un procédé physique qui permet d'extraire les hydrocarbures paraffiniques par un solvant constitué d'un mélange de méthyl éthylcétone et de toluène [11].
- **Hydrofinissage** : C'est le traitement de finition ayant pour but d'éliminer les impuretés (produits sulfurés, oxygénés, azotés) par l'acide sulfurique ou par argile activée ou de plus en plus par hydrogénation en présence d'un catalyseur. Le catalyseur est à base de cobalt et de molybdène déposé sur l'alumine [11].

### I.4.1.2. Les huiles de synthèse

Les huiles synthétiques ont pris naissance en Allemagne et leur fabrication s'est développée au cours de la deuxième guerre mondiale [12].

Ces bases sont des produits obtenus par réaction chimique de plusieurs composants [13]. Deux grandes familles de produits sont utilisées pour la formulation des lubrifiants, les esters et les hydrocarbures de synthèse, plus particulièrement les polyalphaoléfinés (PAO) fabriquées à partir d'éthylène. Ces huiles, obtenues par des procédés chimiques complexes sont plus chères mais elles offrent des performances supérieures, notamment en ce qui concerne l'indice de viscosité qui est plus élevé, une meilleure tenue thermique et une meilleure résistance à l'oxydation. Ces produits présentent d'excellentes propriétés physiques et une stabilité thermique exceptionnelle [13].

- A) **Obtention des huiles de synthèse** : Elles sont constituées à partir de bases synthétiques de diverses sortes. Parmi les principales familles de produits utilisés, on mentionnera :
- Les esters aliphatiques qui se caractérisent par un indice de viscosité élevé, une faible volatilité et d'excellentes propriétés lubrifiantes ;
  - Les esters phosphoriques utilisés souvent comme additifs anti-usure, qui présentent un indice de viscosité élevé et qui sont difficilement inflammables ;

- Les polypropylènes glycols qui se caractérisent par un indice de viscosité élevé, un point d'écoulement très bas et de bonnes propriétés anti-usure. Cependant, ils ont une stabilité thermique et une résistance à l'oxydation assez moyenne et certains ne sont pas miscibles aux bases minérales [13].

**B) Propriétés des huiles synthétiques :** Les huiles synthétiques possèdent parfois des propriétés plus intéressantes que celles des huiles minérales.

Pour les huiles synthétiques issues de la famille des esters, on peut noter une très bonne résistance à l'oxydation, une bonne résistance au feu.

- Les huiles à base d'esters possèdent la faculté d'être miscibles à n'importe quel autre lubrifiant.
- Pour les huiles synthétiques issues de la famille des polyglycols, on peut noter un bon pouvoir anti-usure, une non-toxicité de l'huile [13].

### I.4.2. Les additifs

Les exigences élevées imposées aux lubrifiants ne peuvent être satisfaites que par des huiles ou des graisses avec des additifs spéciaux. Des additifs sont ajoutés aux lubrifiants afin de modifier ou d'améliorer leurs propriétés naturelles et de leur conférer des propriétés qu'ils n'ont pas de façon naturelle.

Les principaux additifs sont décrits brièvement ci-dessous. Si l'on considère leur mode d'action, on peut classer ces additifs en trois groupes :

- Additifs protégeant la surface ;
- Additifs améliorant l'huile ;
- Additifs protégeant l'huile [13].

#### I.4.2.1. Additifs protégeant la surface

- **Additifs 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 [14]. Ils libèrent très largement les surfaces chaudes des dépôts (par exemple sur les pistons).
- **Additifs 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. Ils maintiennent en suspension dans l'huile des impuretés liquides et insolubles dans l'huile, qui se forment principalement pendant la phase d'échauffement dans le moteur. Les additifs empêchent l'agglutinement (agglomération) des particules de poussière et donc la formation de boue [11].

- **Additifs à haute pression et additifs pour la protection contre l'usure :** Ils réduisent le frottement et l'usure et protègent contre un contact métallique par une réaction chimique avec une adhésion sur la surface de métal, on constitue des surfaces de glissement qui empêchent le contact métal-métal.
- **Additifs anti-corrosion :** Ces produits ont pour rôle de ralentir et si possible de supprimer les phénomènes d'oxydation du lubrifiant, ils agissent de très différentes façons.
- **Additifs modification du coefficient de frottement :** Lorsque le lubrifiant fonctionne en régime hydrodynamique, le film d'huile est stable et il n'y a pas réellement de problème d'usure. Dans des conditions plus sévères, si les pièces se rapprochent et si le film se rompt, le frottement peut provoquer l'arrachement de métal. Les conditions extrêmes du réchauffement peuvent conduire à la soudure des pièces [15]. 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 [11].

#### **I.4.2.2. Additifs améliorant l'huile**

- **Additifs améliorant l'indice de viscosité :** Ce sont des polymères qui, introduisent à faible concentration dans une base lubrifiante entraînent une augmentation relative de la viscosité plus importante à haute qu'à basse température et qui, par conséquent augmentent l'indice de viscosité du lubrifiant sans modifier défavorablement les autres propriétés essentielles [16]. 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 [14]. n'ont guère d'effet à des basses températures, par contre, une la baisse de viscosité est plus faible en raison de leur effet épaississant à des haute températures [11].
- **Additifs du point d'écoulement :** Ils permettent l'écoulement de l'huile même à basses températures par retardement de la formation de cristaux de paraffine. Les

petits cristaux de paraffine qui se forment lors du refroidissement de l'huile sont enveloppés par l'additif et ne peuvent pas se fusionner, ce qui fait que l'huile reste fluide plus longtemps [11]. Ils agissent sans doute par absorption en diminuant la taille des cristaux de paraffine, ou en modifiant la forme cristalline qui évolue vers une structure en aiguilles et en réduisant l'adhésion entre les cristaux. Les produits utilisés appartiennent aux quatre familles suivantes : Alkyl aromatiques, les Posters, les Polyamides et les Polyléfines [17].

### I.4.2.3. Additifs protégeant l'huile

- **Additifs pour la protection du vieillissement :** Ces additifs sont appelés inhibiteurs d'oxydation dans le langage technique. Ils ralentissent le vieillissement de l'huile déclenchée par l'arrivée d'oxygène provenant de l'air à haute température et de métaux à effet catalytique. Ils détruisent les produits de vieillissement de l'huile (par exemple la boue) et mettent un terme aux réactions nuisibles.
- **Additifs anti-mousse**

Dans la plupart des applications, les lubrifiants sont agités, ce qui provoque la formation de bulles d'air et de mousse, un moussage excessif de l'huile entraîne des défauts de lubrification et une oxydation précoce [18]. Le rôle des additifs anti-mousses, est la réduction de la tension de surface et les bulles de lubrifiant éclatent lorsqu'elles atteignent la surface du bain d'huile [19].

## I.5. Propriétés des huiles lubrifiantes

Les huiles de lubrification possèdent des propriétés électriques, physiques et chimiques.

### I.5.1. Propriétés électriques

Les propriétés électriques des liquides en générale, dépendent de leur formulation (composition, constitution, etc.), et de leurs conditions d'utilisation au conditionnement (filtration, déshydratations, etc.). On cite la permittivité, la conductivité, et la rigidité diélectrique.

- ❖ **Permittivité ou la constante diélectrique :** La permittivité d'une huile lubrifiante pure est surtout due aux phénomènes de polarisation électrique et atomique. C'est une caractéristique électrique liée à la formation du liquide. La permittivité absolue s'exprime en farads par mètre. Elle définit la possibilité, sous l'action du champ électrique, de libérer des charges. La

permittivité est une caractéristique intrinsèque d'un produit .Elle dépend essentiellement de la structure chimique et caractérise la polarité de la molécule [20].

- ❖ **Conductivité et la résistivité :** Un liquide, pour être isolant électrique, doit conduire le moins possible l'électricité lorsqu'une tension lui est appliquée. Sa conductivité doit être la plus faible possible. Cette dernière est due à la présence de charges libres positives et négatives (des ions) en quantités égales. Sous l'effet d'un champ électrique, ces ions se déplacent provoquant ainsi un courant de conduction. La résistivité est une propriété fortement dépendante du conditionnement. Ainsi, la résistivité d'une huile est influencée par la présence de substances étrangères considérées comme impuretés (poussières, particules, gaz et humidité), qui même en quantité aussi faible que quelques ppm (mg /l) ont une influence sur les valeurs mesurées. [20,21].
- ❖ **Rigidité diélectrique :** La rigidité diélectrique d'une huile est la valeur maximale du champ électrique que l'on peut lui appliquer sans décharge. Dans l'industrie, elle est maximisée conventionnellement par la tension efficace nécessaire dans des conditions normalisées [22].

### **I.5.2. Propriétés physiques**

Les propriétés physiques des huiles isolantes ont une importance dans le traitement et la surveillance des transformateurs de grande puissance, comme les autres propriétés.

- ❖ **Densité :** Dans les climats froids, il est important de spécifier la densité de l'huile pour éviter la création de glace flottant à basse température. Ce phénomène peut se produire en présence de l'eau libre dans les transformateurs hors tension.
- ❖ **Aspect limpide :** C'est un critère de qualité qui permet de détecter la présence de corps étrangers en suspension dans l'huile : poussières, humidité, fibres, etc. Ce n'est pas une propriété intrinsèque de l'huile mais un contrôle visuel effectué sur l'huile pour évacuer son degré de pollution physique [23]. Un bon état visuel de l'huile, signifie un aspect limpide.
- ❖ **Viscosité :** La viscosité d'une huile est un paramètre important pour le refroidissement. Il n'est jamais avantageux d'utiliser des huiles à viscosité

élevée, car lorsque la viscosité est élevée, les capacités de refroidissement sont performantes. C'est les températures de fondement les plus élevées et les pertes importantes qui provoquent une détérioration plus rapide de l'huile. La viscosité et sa variation avec la température sont des paramètres de première importance pour le transfert thermique. En effet, plus le liquide est visqueux, plus il est difficile de le faire circuler dans l'appareil, pour refroidir les parties actives chaudes [20].

- ❖ **Point d'éclair :** Le point d'éclair est la plus basse température de l'huile pour laquelle, les vapeurs émises par celle-ci, à l'approche d'une flamme, provoquent un flash sans que la combustion ne continue. Cette propriété renseigne sur la présence de certains hydrocarbures gazeux dissous dans l'huile suite à un défaut électrique ou thermique [23,24].

### **I.5.3. Propriétés chimiques**

L'étude des caractéristiques chimiques d'un lubrifiant, est très importante car d'une part, elle permet de connaître les composantes réelles qui constituent ce dernier et d'autre part, elle nous renseigne sur l'état d'évolution de ce liquide et son aptitude à remplir ses fonctions principales, à savoir l'isolation électrique et l'évacuation de la chaleur.

- ❖ **Indice de couleur :** La couleur est une propriété intrinsèque d'huile neuve. Elle a une relation avec les hydrocarbures qui constituent l'huile. Elle permet d'apprécier la qualité des huiles neuves et constitue un moyen efficace pour surveiller l'acidité des huiles en service. Elle renseigne également sur le vieillissement d'huile puisque celle-ci devient plus foncée avec l'âge [25].
- ❖ **Indice d'acidité :** L'acidité représente les dérivés acides formés au cours du vieillissement de l'huile. Sa détermination procure le moyen le plus direct pour apprécier et suivre l'altération de l'huile, ainsi que de décider du moment où elle doit être mise hors service. Cette dernière est exprimée par le nombre de mg de KOH normale (la masse de KOH) nécessaires pour neutraliser un gramme d'huile. L'acidité d'une huile neuve est très faible en service. Elle est de l'ordre de 0.02 à 0.03 mg KOH /g d'huile en service selon la norme CEA 296 [26].
- ❖ **Teneur en eau :** La présence d'eau dans une huile est indésirable et considérée comme un polluant potentiel qu'il faut éliminer et éviter. Les inconvénients de

la présence de l'eau dans l'huile de transformateur est multiple, il joue le rôle de catalyseur dans le processus d'oxydation de l'huile en service. Et il influe défavorablement sur certaines caractéristiques comme la rigidité, les pertes diélectriques et la résistivité.

- ❖ **Indice de réfraction :** On appelle réfraction, le changement de direction que subit un rayon lumineux en passant d'un milieu optique donné à un autre. Ce changement est dû à une modification de la vitesse de propagation à partir du point, appelé point d'incidence, où le rayon lumineux incident frappe l'interface. La détermination de l'indice de réfraction peut permettre de déterminer la composition d'un mélange 'fraction molaire ou bien d'identifier la nature de l'huile (naphténique ou paraffinique) [27].

## **I.6. Conclusion**

Les huiles industrielles extraites du pétrole sont utilisées pour la lubrification des surfaces métalliques mobiles, le refroidissement des moteurs qui chauffent par friction, l'inhibition de la corrosion et l'étanchéité. Elles peuvent être de nature paraffinique, naphténique ou aromatique. Des huiles de synthèse peuvent également être utilisées ; elles sont produites par synthèse chimique et ne contiennent généralement pas de composés instables ou impuretés décelables dans les huiles minérales et qui peuvent nuire à une bonne lubrification.

Les huiles lubrifiantes à base d'hydrocarbures extraits du pétrole sont soigneusement raffinés, auxquels on ajoute des adjuvants (détergent, anti mousse, antioxydant, émulsifiant, etc.) leur permettant d'atteindre les spécifications d'emploi des huiles finies [28,29].

## **I.7. Références bibliographiques**

- [1] NEJJAR K, « Etude de la Réactivité Thermique d'une Huile de Lubrification des Moteurs Diesel ». Thèse de doctorat. Faculté des Sciences, 4 Avenue Ibn Batouta. B.P. 1014 RP, Rabat – Maroc ; (2011).
- [2] K.VAN NEES, H.A WESTEN – Aspect of constitution. Elsevier, New York, (1951).
- [3] BENOIT F, Etude du procédé de CO-Pyrolyse de déchet Plastiques et d'huiles usagées en vue de la production d'un combustible liquide alternatif. Bruxelles, université libre de Bruxelles (2016).

- [4] RAMI M., « Etude de l'évolution des caractéristiques des plaquettes de coupe en tournage à sec. Mise en place de critères d'aide à la décision du changement de plaquette. Application au cas de l'ébauche de turbines de pompage ». Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse, Paul Sabatier, France, (2011).
- [5] SCHILLING. A – Les huiles pour moteur et le graissage des moteurs, Edition Technip, (1962).
- [6] CHAUVEAU V., « Le pouvoir lubrifiant des Nanotubes de Carbone ». Thèse de doctorat, l'école centrale de Lyon, France, (2010).
- [7] J. DENIS, J. BRIANT, J-C. HIPEAUX. Physico-Chimie des lubrifiants : analyses et essais. Paris : Edition Technip, (1997).
- [8] WILEY-VCH. Vfsely, lubricants and lubrication. (1963).
- [9] COURVOISIER. A et DU PARQUET. J – Bases et additifs pour lubrifiants, frottement, usure et lubrification dans l'industrie C-23, C-42 journées, 28 et 29 Septembre, (1972).
- [10] COURVOISIER P. Bases et additifs pour lubrifiants, Frottement usure et lubrification dans l'industrie (1978).
- [11] CASTROL. ABC du graissage-Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants. Switzerland : HC-(2006).
- [12] FAHIMA, M. B. synthèse d'un additif antioxydant à base d'alkylphénol aminé pour les huiles lubrifiantes algériennes. Mémoire de magistère .Boumerdes : université M'hamed bougara de boumerdes. (2011).
- [13] THUO MANG, W. D. lubricants and lubrication. (2007).
- [14] BORN .M, lubrifications et fluides pour l'automobile. Paris : Technip. (1998).
- [15] CANSELIER. Energie et formulation. France : 13, Edition EDP Sciences. (2005).
- [16] Georges. Frottement, usure et lubrification. Edition Eyrolles, collection Sciences et technique de l'ingénieur. (2000).
- [17] PIRRO.D., A. W. Lubrication fundamentals. Virginia. (2001).
- [18] SILLON. La lubrification pour automobiles. Société Français des chimistes l'actualité chimique. (2003).
- [19] BENSSAADA, F. La Maintenance Industrielle. Office des Publications Universitaires (2002).
- [20] ZMIRLI M, DOUSSAS F., « Etude de propriété des mélanges d'huile pour transformateur de puissance ». Mémoire d'ingénieur d'état en électrochimie, USTHB, Alger (2009).

- [21] BELKACEM L, KIMRI L., « Mise en œuvre d'un procédé aux sels pour la régénération des huiles minérales isolantes » Mémoire d'ingénieur d'état en génie des procédés, Université des Science et technologies Houari Boumediene, Alger, (2005).
- [22] MAMERI M., « contribution à la caractéristique physique – chimique et électrique d'une huile isolant de transformateur neuve et usagé ». Mémoire d'ingénieur, Ecole national polytechnique, Alger, (1997).
- [23] AZZEDIN N., « caractérisation des matériaux diélectrique application à l'huile minérales isolantes ». Thèse de doctorat, USTHB , (2009) .
- [24] MOKHNACHE L., « Application des réseaux de neurones dans le diagnostic et la prédiction des isolations de haute tension ». Thèse de doctorat d'étude, Département d'Electrotechnique, Ecole National Polytechnique d'Alger, (2004).
- [25] LEBID M., « les huiles minérales isolantes ». Société des travaux de maintenance industrielle, (2000).
- [26] La Norme CEI 296 ., « Mesure d'acidité ».(1997).
- [27] AZZIZI M, DAHMANI F., « Etude de la régénération des huiles de transformateur ». Mémoire d'ingénieur d'état en électrochimique, Université Dr. Yahia Fares ; Médéa, (2011).
- [28] Y.P MERAI, 'Re-refining of Used Lubricating Oil', International Journal of Scientific & Engineering Research, Vol. 6, N°3, pp. 329 - 332, (2015).
- [29] F. MOHELLEBI, A. BOUCHEKHOU, N. HARBI, R. HADJOU DJ et C.E. CHITOUR, 'Etude de la Purification d'huiles Usagées de Type Moteur au Moyen d'une Argile Montmorillonitique', Oil & Gas Science and Technology, IFP, Vol. 54, 3, pp. 403 - 418, (1999).

# *Chapitre II*

## *La contamination des huiles usagées*



**II.1. Introduction**

Dans la réglementation internationale actuelle, les huiles usagées sont classées comme déchets dangereux en raison de leurs éventuels effets sur la santé et sur l'environnement [1]. En 2005, environ 37,9 millions de tonnes d'huile de lubrification ont été utilisées dans le monde et l'augmentation de sa consommation était estimée à 1,2% par an [2]. Les huiles usagées ne sont pas biodégradables. Leur rejet dans la nature est strictement interdit. Elles peuvent engendrer une détérioration importante du milieu naturel, qui peut être traduit par une pollution de l'eau, du sol et de l'atmosphère : Un (01) litre d'huile usagée peut contaminer 1 million de litres d'eau [3], la présence de nombreux éléments toxiques tels que les métaux lourds (plomb, cadmium, etc.), tous ces polluants, nous donnent une vision sur les dommages environnementaux que ces huiles provoquent et l'importance de les traiter.

**II.2. Définition des huiles usées**

La lubrification des machines industrielles et des véhicules ou engins à moteur thermique nécessite des lubrifiants élaborés. Lors de leur utilisation, une partie de lubrifiant est consommée, une autre partie peut être récupérée et collectée [1]. Qui, après utilisation, devient contaminée, elle ne peut continuer à remplir sa tâche convenablement [4]. D'une manière générale, toutes huiles ayant servi dans un processus de transformation et destinée à l'abandon du fait de la perte de ses propriétés physico- chimiques de base sont désignées par le terme « huiles usées » [5]. Les huiles usées industrielles provenant des : [5].

- ❖ Huiles lubrifiantes pour moteur, turbines ou engrenage ;
- ❖ Huiles hydrauliques comprenant des fluides de transmission ;
- ❖ Huiles pour le travail des métaux (huiles de coupes et d'usinage) ;
- ❖ Liquides isolants pour les transformateurs [6].

**II.3. Les huiles usagées en Algérie****II.3.1. Cadre réglementaire**

Pour se prémunir d'une telle situation, les pouvoirs publics ont pris conscience de la gravité et la toxicité de ce déchet, ce qui les a conduit à charger NAFTAL pour la mise en place d'un circuit de récupération des huiles usagées par la

Circulaire ministérielle n° 436 du 21 mai 1984, en sa qualité d'opérateur unique dans la distribution du lubrifiant.

**Décret exécutif n° 93-162 du 10/07/1993 fixant les conditions et les modalités de récupération et de traitement des huiles usagées.**

**Décret exécutif n° 93-161 du 10/07/1993 réglementant le développement des huiles et des lubrifiants dans le milieu naturel.**

**Décret exécutif n° 04-88 de la 22/03/2004 portant réglementation de l'activité de traitement et de régénération des huiles usagées.**

Pour mener à bien cette mission, NAFTAL a mis en œuvre un schéma de collecte à travers tout le réseau de vente. Elle a mobilisée pour cette activité plus de 35 camions citerne (actuellement réduit à 20 camions à leur état de vétusté), trois centres terminaux d'une capacité globale de 10 000 m<sup>3</sup> au niveau de dépôts portiers d'Alger, d'Oran et d'Annaba. L'activité de récupération des huiles usagées fonctionne avec 32 agents dont 02 au niveau du siège [7].

### **II.3.2. Historique de la collecte**

Depuis le lancement de l'opération de la collecte en 1985, les quantités moyennes collectées ont été de 10000 tonnes annuellement avec l'existence de périodes où la collecte a atteint son maximum avec des quantités dépassant 17000 tonnes entre 1988 à 1991.

Actuellement, les tonnages collectés sont de l'ordre de 7000 tonnes ce qui représente 09 % du volume de vente de NAFTAL et seulement 5 % des quantités de lubrifiant écoulées sur le territoire Algérien.

Sachant que le gisement des huiles usagées représente 70 % des volumes vendus, il en ressort que le gisement Algérien des huiles usagées est évalué à 98000 tonnes dont seulement 7000 tonnes sont récupérés par NAFTAL et le reste, soit près de 91000, tonnes sont déversés dans la nature [7].

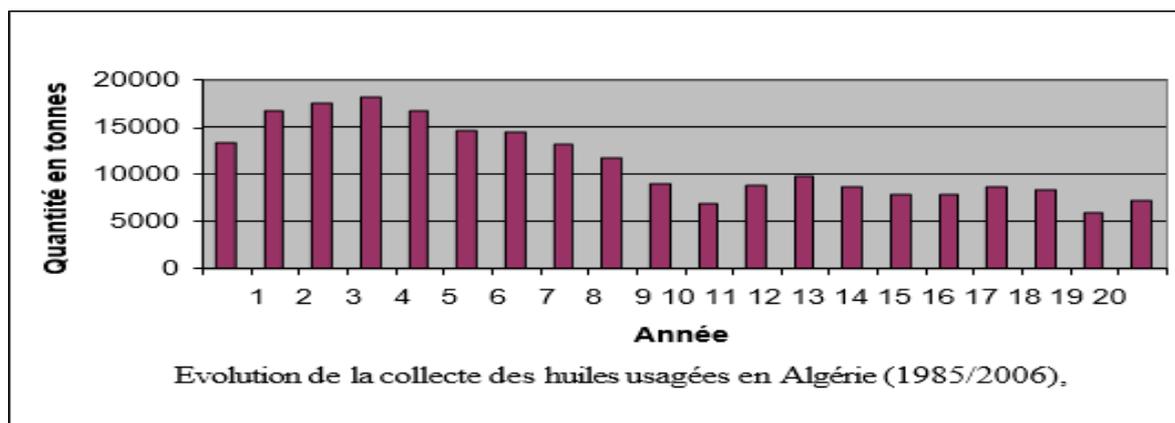


Figure II.1 : Evolution de la collecte des huiles usagées en Algérie (1985-2006). [7].

## II.4. Les types des huiles usagées

### II.4.1. Les huiles usagées claires

D'origine industrielle et légèrement détériorées à l'usage [4], Elles sont peu contaminées et chargées en général d'eau et de particules [5]. Les huiles claires provenant des transformateurs, des circuits hydrauliques et des turbines [3].

Les catégories de lubrifiants générant des huiles usagées claires retenues jusqu'à présent par l'ADEME sont :

Tableau II.1 : Huiles générant des huiles usagées claires [4]

Origine	Spécificité
Industrielle	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Huiles pour mouvements ;</li> <li>• Huiles pour turbines ;</li> <li>• Huiles pour transmissions hydrauliques ;</li> <li>• Huiles isolantes pour transformateurs ;</li> <li>• Huiles non solubles pour le travail des métaux</li> </ul>
Industrielle/automobile	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Huiles pour amortisseurs</li> </ul>

### II.4.2. 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 [8]. Qui comprennent les huiles moteurs (essence et gasoil) [3], et certaines huiles industrielles (huiles de trempe, de laminage, de tréfilage et autres huiles entières d'usinage des métaux). Ces huiles sont fortement dégradées et contaminées [5].

Les catégories de lubrifiants générant des huiles usagées noires retenues jusqu'à présent par l'ADEME sont :

**Tableau II.2 : Huiles générant des huiles usagées noires [4]**

Origine	Spécificité
Automobile	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Toutes huiles finies pour moteurs essences y compris les huiles dites mixtes</li> <li>• Huiles pour moteurs Diesel dites « Tourisme »</li> <li>• Huiles multi fonctionnelles</li> <li>• Huiles pour transmissions automatiques</li> <li>• Huiles pour engrenages automobiles</li> </ul>
Industrie	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tous fluides caloporteurs</li> <li>• Huiles pour le traitement thermique</li> <li>• Huiles pour compresseurs frigorifiques</li> <li>• Huiles pour compresseurs d'aires, à gaz, etc.</li> <li>• Huiles pour engrenages industriels.</li> </ul>
Aviation	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Huiles pour moteurs d'avions</li> </ul>

**II.5. La dégradation des huiles lubrifiantes**

**II.5.1. Phénomène d'oxydation**

L'oxydation est un phénomène au cours duquel 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'Oxygène, 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 forme d'une quantité importante de suie dans la chambre de combustion, qui se condense et avec le temps de croître 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 [9]. L'oxydation de l'huile du moteur se caractérise par :

- L'épaississement.
- Le noircissement de l'huile et son odeur âcre.
- L'élévation de l'acidité.
- La formation de dépôts et de boues.

### **II.5.2. 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 ferreuse, 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 [9].

## **II.6. Principaux contaminants et leurs origines**

Après l'utilisation de l'huile, lorsque celle-ci est considérée comme de l'huile usée, ses principaux contaminants sont les suivants :

### **II.6.1. Biphényles polychlorés (BPC)**

Sont des composés synthétiques formés de deux noyaux « benzéniques » et dont les dix atomes d'hydrogène peuvent être substitués par autant d'atomes de chlore. Ils sont caractérisés par une grande stabilité thermique, chimique et biologique. Les

biphényles polychlorés sont peu solubles dans l'eau, mais hautement solubles dans les graisses, les huiles et les liquides non polaires.

Les BPC étaient utilisés comme plastifiants, dans les fluides hydrauliques, les lubrifiants et les composés de scellement. Selon les règlements sur les matières dangereuses, la concentration maximale en BPC dans une huile usée utilisée à des fins énergétiques, dans des chaudières ou fours industriels ne doit pas excéder à 50 mg/kg et 3 mg/kg pour tout autre installation [10].

### **II.6.2. Les halogènes**

Les halogènes et le soufre sont parmi les contaminants ciblés par les règlements sur les matières dangereuses, car en brûlant les produits pétroliers, il y a dégagement d'acides (HCl ou HBr) et d'oxydes de soufre. Ces derniers, lorsqu'ils sont oxydés, risquent de former de l'acide sulfurique.

Selon les règlements sur les matières dangereuses, la concentration maximale en halogènes totaux dans les huiles usées utilisées à des fins énergétiques dans les équipements de combustion dont la puissance est supérieure à 10 MW ne doit pas excéder à 1500 mg/kg et la concentration maximale dans les autres équipements de combustion ne doit pas excéder à 1 000 mg/kg.

Également, les règlements interdisent d'utiliser à des fins énergétiques les huiles usées dont la teneur en soufre excède 1,5 % (masse/masse) en poids ou une matière dangereuse résiduelle autre que des huiles usées dont la teneur en soufre excède 2,0 % (masse/masse) en poids [11].

### **II.6.3. L'eau**

L'eau doit théoriquement être absente de l'huile usagée. L'eau favorise l'oxydation et la corrosion et peut générer des risques d'émulsion. Sa présence peut signifier :

- ❖ L'existence d'un phénomène de condensation qui peut être de à un prélèvement réalisé à froid, ou sur un moteur ayant subi un arrêt prolongé.
- ❖ Il est à relever que dans le cas d'une infiltration de liquide de refroidissement, il y a évaporation de l'eau due à la température de fonctionnement [12].

## **II.7. Impacts des huiles moteurs usagées sur l'environnement et la santé**

### **II.7.1. Sur l'environnement**

D'une manière générale, les huiles usagées sont peu biodégradables. Elles ont une densité plus faible que l'eau. C'est pourquoi un (01) litre d'huile usagée peut couvrir une surface importante d'eau et réduire l'oxygénation de la faune et de la flore du milieu. Les conséquences d'un rejet direct de l'huile usagée dans le milieu naturel sont donc évidentes. Par ailleurs, bien que son pouvoir calorifique puisse être estimé à environ 90 % du fuel lourd et fasse donc de l'huile un combustible intéressant. L'impact lié à sa combustion dans de mauvaises conditions peut également être important, pollution des terres, des fleuves et des océans due à une faible biodégradabilité, en contact avec l'eau, production d'une pellicule empêchant la circulation de l'oxygène, la combustion non contrôlée peut entraîner l'émission dans l'atmosphère de gaz contenant du chlore, du plomb, et d'autres éléments toxiques [4].



*Figure II.2 : L'impact des huiles usagées sur l'environnement [4].*

### **II.7.2. Sur la santé**

L'exposition aux huiles usagées ou leur manipulation peuvent entraîner des allergies, des anémies, des bronchites, des cancers, des dermatoses, des convulsions, l'asthme, des emphysèmes, des diarrhées, des céphalées, et des troubles respiratoires [4]. Irritations du tissu respiratoire dues à la présence de gaz renfermant des aldéhydes, des cétones, des composés aromatiques, etc., la présence d'éléments chimiques tel que (Cl), (NO<sub>2</sub>), (H<sub>2</sub>S), (Sb), (Cr), (Ni), (Cd) et (Cu), affectent les voies respiratoires

supérieures et les tissus pulmonaires, Production d'effets asphyxiants empêchant le transport d'oxygène, dû à la présence de monoxyde de carbone, de solvants halogénés, d'hydrogène sulfuré, etc. Effets cancérogènes sur la prostate et les poumons, dû à la présence de métaux comme le plomb, le cadmium, le manganèse, etc [4].

**Tableau II.3 : Composés polluants des huiles usagées [14]**

<b>Polluants</b>	<b>Exemples</b>	<b>Source</b>
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

**II.8. 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 :

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

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

- Le cout de l'opération ; avoir un faible taux de dispense sur les machines et les solvants chimiques utilisées.
- Avoir un bon rendement.
- Le procédé ne doit pas avoir beaucoup d'inconvénients, surtout sur l'environnement [14].

### **I.9. Références bibliographiques**

[1] S.AMRANI, Modélisation, simulation et optimisation des phénomènes de transferts de masse et de chaleur lors de la récupération des bases à partir d'un mélange de fluides (Les huiles usagées). Mémoire de Magister. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, (2010).

[2] BENOIT, Etude du procédé de CO-Pyrolyse de déchet Plastiques et d'huiles usagées en vue de la production d'un combustible liquide alternatif. Bruxelles, université libre de Bruxelles (2016).

[3] MATE, Vaste Programme de Dépollution Industrielle dans le secteur des ciments. Centre National des Technologies de Production plus propre. (2010).

[4] BOUKHERROUBA, S. étude, caractérisation et mise au point d'un combustible Innovant à base des huiles de vidange. Boumerdes : Université M'hamed Bougara de Boumerdes. (2011).

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

[6] REDFEM, P. e. Data on Hazardous Wastes, Rubber Wastes and Oil Wastes in Canada-1983 : Final and Appendices reports, préparé pour la Division de Gestion des Déchets. Canada : Environnement Canada. (1984).

[7] NAFTAL, secteur de développement et recherche, rapport annuelle, (2007).

[8] AUDIBERT, F. Les huiles usagées : raffinage et valorisation énergétique. (2003).

[9] BORN .M, Lubrifications et fluides pour l'automobile. Paris. (1998).

- [10] ADEME. Recyclage et valorisation énergétique des huiles usagées. (2000).
- [11] EDULJEE, C. Control of PCDD and PCDF Emissions from Waste Combustors. Chlorinated Organic Micropollutants (eds. Hester R.E and Harrison R.M) Royal Society of Chemistry, Cambridge. (1996).
- [12] ZEVENHOVEN, K. Control of pollution in flue gases and fuel gases. (2001).
- [13] BANI. Caractérisation et gestion durable des huiles usagées minérales de la ville d'Abidjan Mémoire de DESS. Université d'Abobo-Adjamé. (2003).
- [14] CHOLLET. Le moteur. Paris : Spes lausanne-Dundo. (1974).

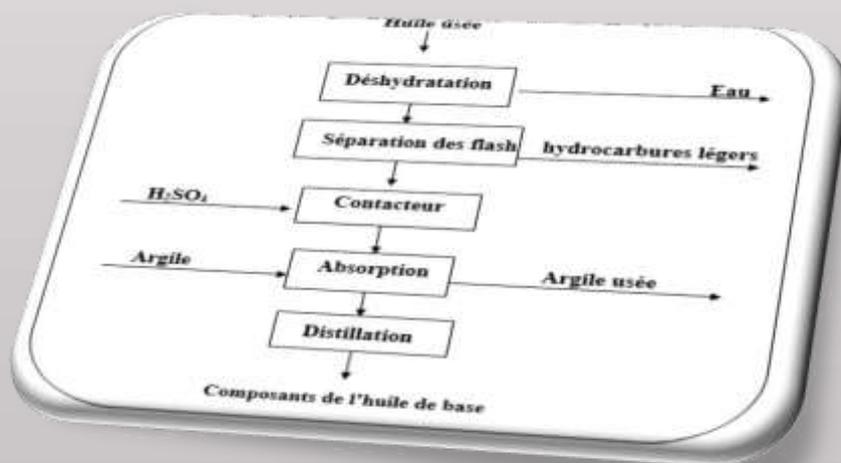
# *Chapitre III*

## *Procédés de*

### *régénération des*

#### *huiles lubrifiantes*

##### *usagées*



### **III.1. Introduction**

Avec l'augmentation de la variété des huiles usées ces dernières années, les procédés traditionnels de traitement des huiles sont basés sur des technologies acide/terres, directement ou après une certaine forme de séparation et de raffinement. Selon la hiérarchie de gestion des déchets, la première option consiste à conserver les propriétés originales de l'huile, ce qui permet une réutilisation directe. D'autres options pourraient inclure la récupération de sa valeur de chauffage et / ou l'utilisation dans d'autres applications de niveau inférieur. Certains types d'huiles usées, particulièrement les lubrifiants, peuvent être retraités, ce qui permet leur réutilisation directe [1.2]. Dans ce chapitre, on présente quelques procédés de régénération des huiles lubrifiantes.

### **III.2. Procédés de régénération des huiles lubrifiantes**

#### **III.2.1. Procédé de régénération par traitement acide/ argile**

Les technologies acide/terres sont basées sur le traitement du substrat avec l'acide sulfurique afin d'éliminer les éléments polluants et sur un traitement postérieur avec des terres pour la neutralisation du produit obtenu. Ainsi, le traitement avec des terres permet d'obtenir la couleur et l'odeur désirée [1.2].

L'huile usée est prétraitée (pré-flash ou distillation sous vide) pour la séparation de l'eau et des hydrocarbures légers. L'huile déshydratée contient de lourds composants indésirables, tels que des composés contenant du soufre, du nitrogène et du phosphore, qui peuvent être détruits par traitement de la fraction huileuse avec de l'acide sulfurique (10-15% en poids de l'huile usée) [3].

La boue acide séparée contient des produits de destruction des composés indésirables, comme les métaux lourds, etc. L'huile, après traitement acide, doit être neutralisée. Dans l'étape suivante, l'huile, après neutralisation, est filtrée à travers de l'argile pour améliorer la couleur et séparer les résidus. L'huile filtrée est distillée pour produire des huiles de base avec diverses caractéristiques et gaz-huile [3].

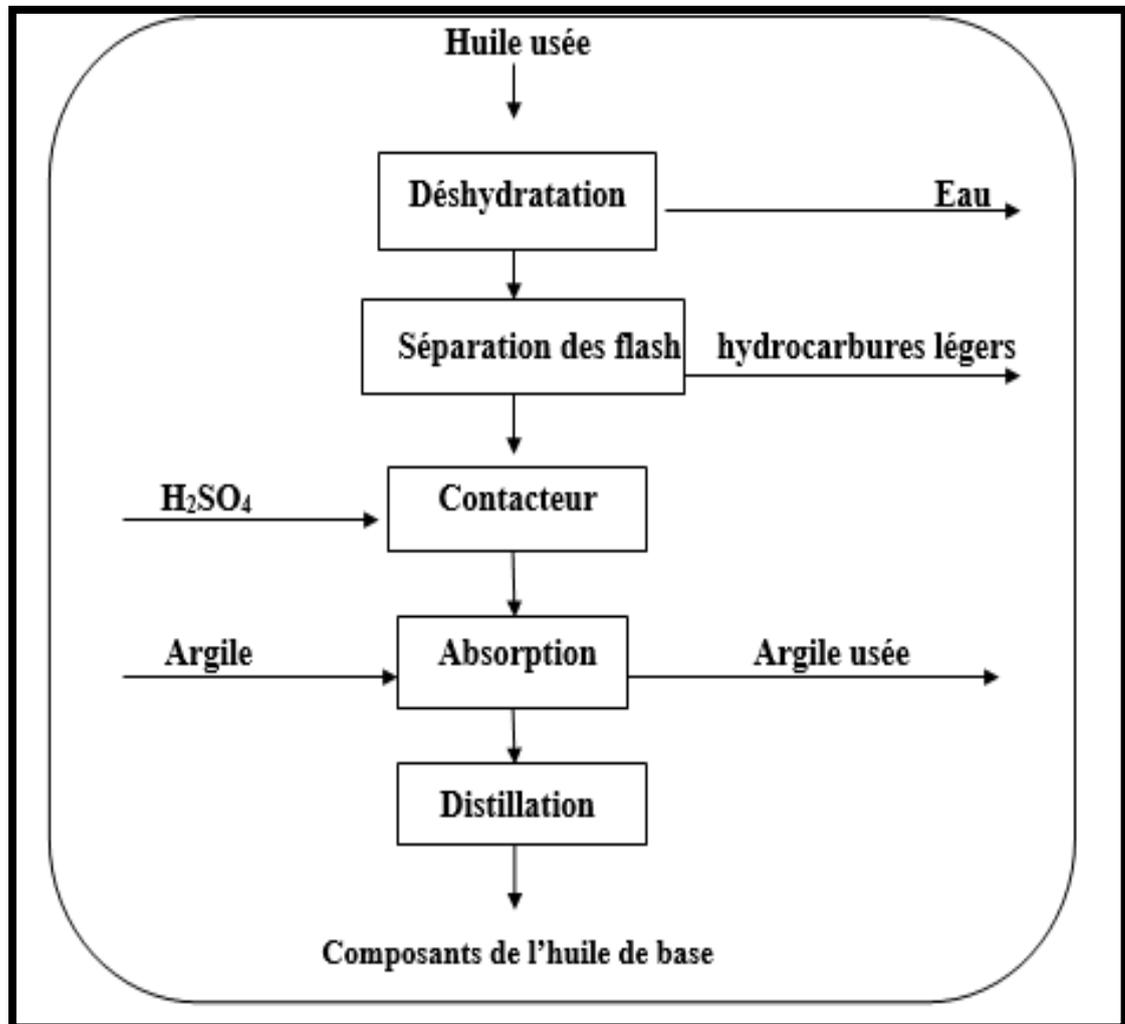
Les Caractéristiques principales de ce procédé sont les suivants :

- Coût en capital relativement faible ;
- Processus relativement simple ;

Mais malgré ces caractéristiques ce procédé présente les limites suivantes :

## Chapitre III : Procédés de régénération des huiles lubrifiantes usagées

- Très faible qualité du produit
- Très dangereux pour l'environnement : les sous-produits d'argile usés et deboues acides nécessitent une désactivation difficile et coûteuse.
- Procédé ne peut pas traiter de grandes quantités d'huile usée [3].



*Figure III.1 : Schéma de procédé de purification par acide/argile [3].*

Pour améliorer les problèmes générés par le traitement des terres acides, en appliquant le **Procédé Meinken**, Cette technologie n'est plus utilisée de nos jours pour des raisons économiques, mais également Cette technologie implique également des problèmes de corrosion interne et de rejet. Certaines raffineries appliquent actuellement la technologie Meinken modifiée. Ce qui leur permet, grâce à l'inclusion de techniques de distillation en pellicule fine et de contact, de réduire la quantité d'acide sulfurique à près de 3%, et celle des terres à près de 3,5%. Certaines d'entre

elles appliquent également l'hydrogénation.

Les principaux avantages de ce procédé sont les suivants :

1. faibles coûts d'investissement et d'entretien,
2. possibilité de traiter des huiles usées de très basse qualité, flexibilité et facilité de manipulation de l'huile [3].

### **III.2.2. Procédé de distillation sous vide**

Ce procédé est applicable industriellement dans plusieurs pays développés comme l'Etat Unis et le Japon. L'huile usée est prétraitée chimiquement pour éviter les précipitations de contaminants qui peuvent causer la corrosion et l'encrassement de l'équipement.

L'huile usée prétraitée est la première fois distillée pour la séparation de l'eau et des hydrocarbures légers. L'eau est traitée et envoyée à l'installation de traitement des eaux usées. Les hydrocarbures légers sont utilisés à l'usine comme combustible ou vendus comme produit.

L'huile libre d'eau est à vide poussé sous vide dans un évaporateur à film mince pour la séparation du carburant diesel, qui peut être utilisé à l'usine ou vendu comme combustible ; Des matériaux lourds (tels que des résidus, des métaux, des produits de dégradation des additifs, etc.) sont transmis à un flux de flux d'asphalte lourd.

Le distillat est hydropurifié à haute température et pression en présence de lit catalytique (Ce procédé élimine l'azote, le soufre, le chlore, et les composants organiques oxygénés). Le catalyseur d'hydropurification utilisé est éliminé hors site [3].

Parmi les caractéristiques principales de ce procédé, on cite :

- Bonne qualité du produit.
- Accepte l'huile usée de différentes sources: fluide de transmission, huile d'engrenage, graisse, huile hydraulique, huile de travail des métaux et huile moteur.
- Production mécanique sous vide [3].

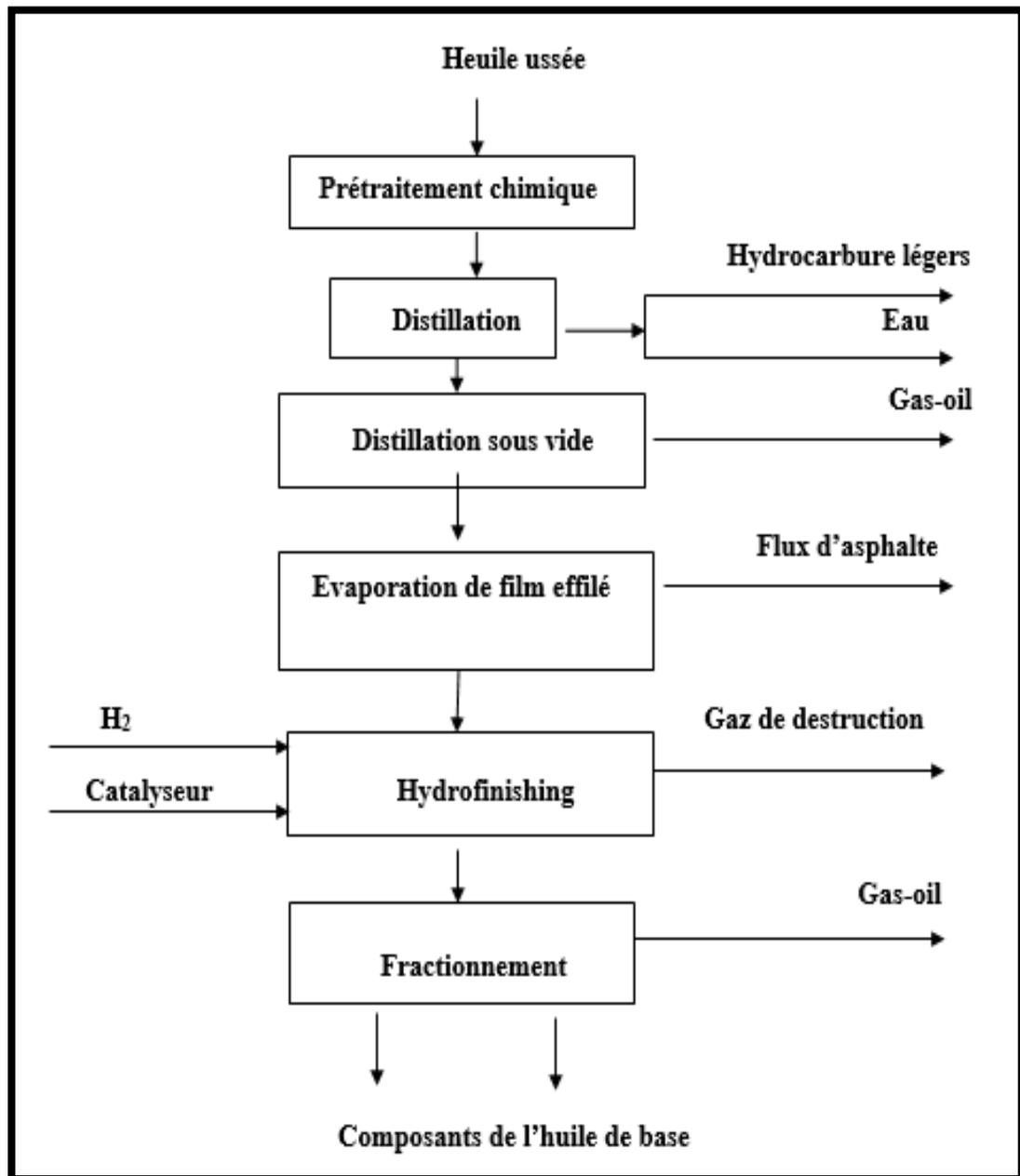


Figure III.2: Schéma de procédé de régénération des huiles lubrifiantes usagées par distillation sous vide [3].

### III.2.3. Procédé d'asphaltage thermique

L'huile usée filtrée provenant des réservoirs de stockage est préchauffée et mélangée avec des additifs pour la réduction de l'encrassement. Chauffé à une température de 140 °C, le mélange est envoyé à une colonne de préflash. Retiré du haut de la colonne de séparation, le mélange d'eau et d'hydrocarbures légers est ensuite condensé avec la séparation des composants [3].

## Chapitre III : *Procédés de régénération des huiles lubrifiantes usagées*

---

L'huile déshydratée provenant de l'unité preflash est envoyée à l'unité de déracinement thermique (TDA), où l'huile est séparée des substances, ce qui peut provoquer l'encrassement, dans un réservoir intermédiaire ; L'huile chauffée à 350 ° C est fractionnée dans la colonne de distillation TDA sous vide (15 Torr) avec séparation de la fraction diesel du haut de la colonne et de la fraction d'asphalte - du fond. Dans le même temps, l'huile est fractionnée en trois différentes coupes de lubrifiant avec différentes qualités de viscosité. Les coupures sont décapées dans la colonne de décapage et refroidies. Pour l'amélioration de la qualité du produit, les coupes d'huile après le TDA sont terminées par contact avec l'hydrogène sur le catalyseur qui permet l'élimination des métaux et des métalloïdes, des acides organiques, des composés contenant du soufre et de l'azote, et l'amélioration de la stabilité thermique et de la couleur de l'huile. Selon les paramètres de fonctionnement de l'hydrofinition, la qualité finale de l'huile de base peut être améliorée jusqu'à la réalisation du contenu en soufre et des composés saturés [3].

En option, pour augmenter le rendement des fractions d'huile de base, on peut ajouter une autre unité de déasphaltage au propane (PDA) du résidu asphaltique lourd provenant de TDA. Dans le processus, 80% des stocks lumineux sont récupérés, ce qui permet d'augmenter le rendement en huile de base de 72 à 79%. Dans le procédé, le fond du TDA est mélangé au propane et envoyé à l'extracteur, où le stock lumineux est séparé du résidu asphaltique. Le propane est éliminé des fractions et recyclé dans le processus. Le stock lumineux est mélangé avec des coupes d'huile de TDA et hydrotraitées. Les caractéristiques principales citées pour ce procédé :

- Bas de TDA et / ou PDA utilisé comme extenseur d'asphalte et dans des membranes bitumineuses
- Catalyseur d'hydrotraitement utilisé - régénéré et réutilisé dans le processus

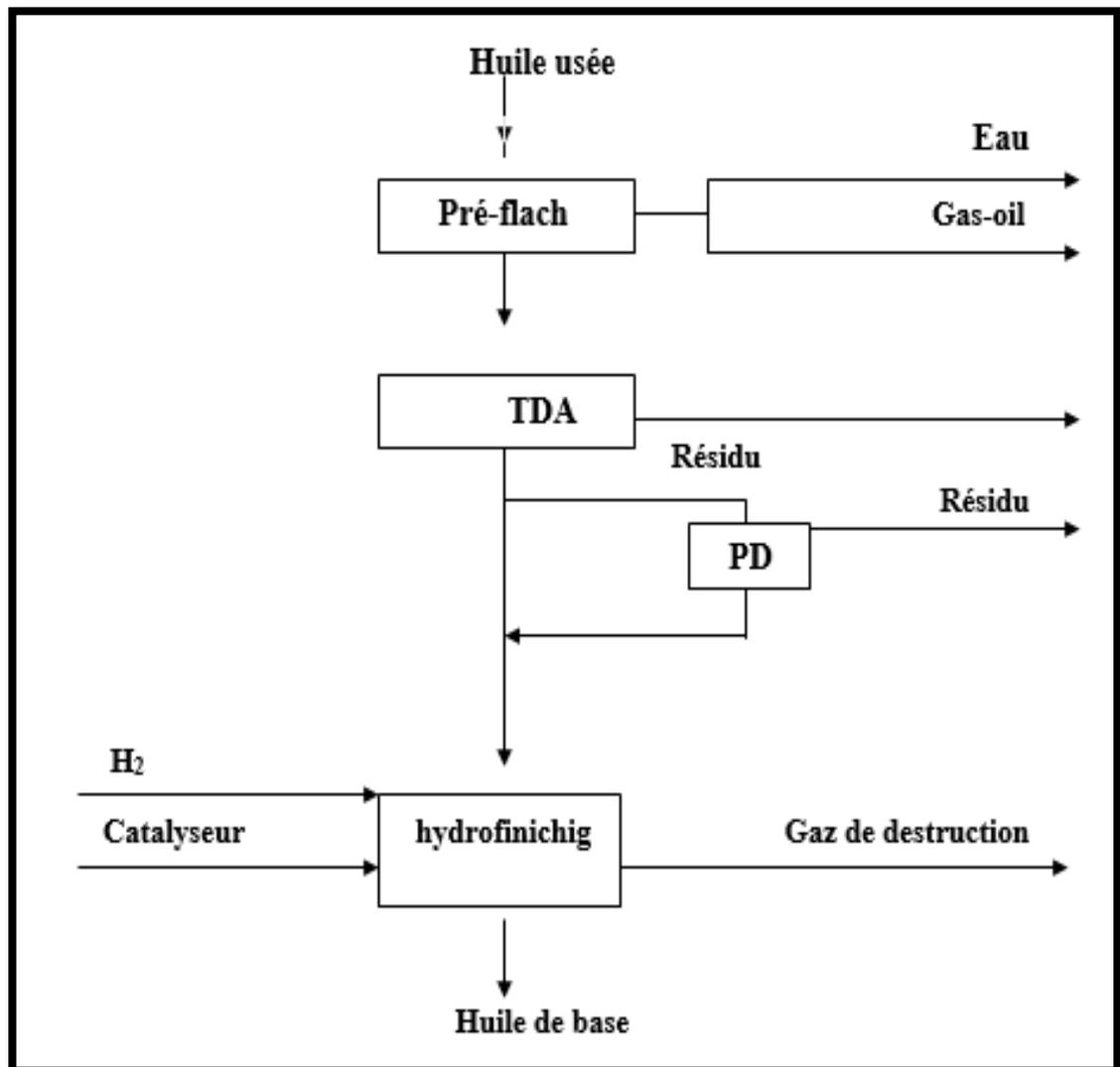


Figure III.3 : Schéma de procédé asphaltage thermique [3].

### III.2.4. Procédé de distillation sous vide à courte trajectoire avec traitement en argile

L'huile usée est prétraitée pour éliminer les boues de carbone par floculation à l'aide de deux polymères naturels et par séparation par centrifugation et filtration. L'huile prétraitée des étapes précédentes est passée à travers un TFE (thermal floculation) sous vide moyen et température pour le diesel, l'eau émulsionnée et la séparation des hydrocarbures légers. Après cette étape, la fraction d'huile plus légère est séparée par distillation moléculaire (distillation à vide court sous vide). Les résidus issus de ce procédé sont soumis à un vide poussé sous vide à une température supérieure à 350 ° C et à une pression de 0,13 Pa. L'huile distillée est traitée avec la

## Chapitre III : Procédés de régénération des huiles lubrifiantes usagées

Terre de Fuller pour éliminer les métaux et produire de l'huile de base avec la viscosité requise puis mélangée avec des additifs [3].

Ce procédé présente les caractéristiques principales suivantes :

- La technologie n'utilise pas d'acide ;
- Nécessité de la régénération ou de l'élimination du sorbant utilisé (argile).

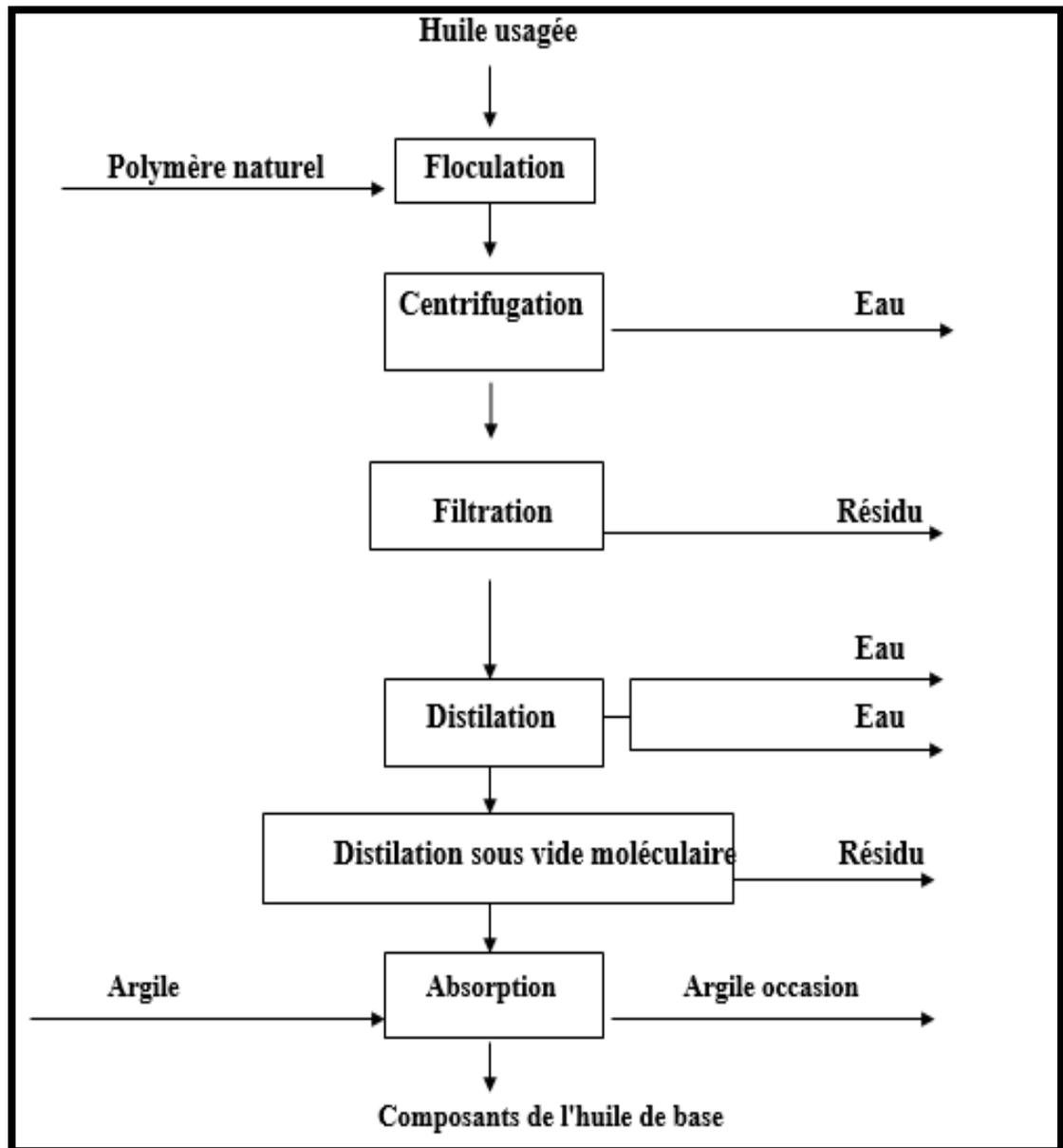


Figure III.4: Schéma de Procédé de distillation sous vide à courte trajectoire avec traitement en argile [3].

### III.2.5. Procédé de séparation par craquage

Ce procédé est basé sur la séparation des hydrocarbures de l'huile usée dans un lit à tourbillon chaud créé par des particules solides (sable chaud) dans un réacteur BLOWDEC (C'est réacteur dimensionné par licenciation / propriétaire du procédé).

Simultanément à la séparation, le processus de vis-débris d'hydrocarbures se produit. Le réacteur de procédé fonctionne selon le principe du mélange et du broyage intensif du mélange huile, eau et solides dans un «ventilateur-moulin» spécial, d'une manière qui entraîne une friction interne et des forces hydrodynamiques générant de la chaleur. Le matériau inorganique solide (c'est-à-dire le sable) forme un lit chaud fluidisé sur lequel des processus chimiques (craquage) et physiques ont lieu. La plupart des hydrocarbures lourds sont fissurés dans des composants plus légers et simultanément tous les composés organiques présents évaporent. Indépendamment de la composition de matière organique entrant dans le procédé, les produits du procédé sont: le gaz hydrocarboné et l'huile de base à faible teneur en hydrocarbures aromatiques et sous faible teneur en sulfite.

Ce procédé présente les limites suivantes :

- Problèmes techniques insuffisants pour l'évaluation ;
- Entretien: forte probabilité de corrosion mécanique en raison de l'utilisation d'un lit fluidisé de particules solides ;
- Le procédé donne un produit de faible qualité, ce qui nécessite un traitement final supplémentaire [3].

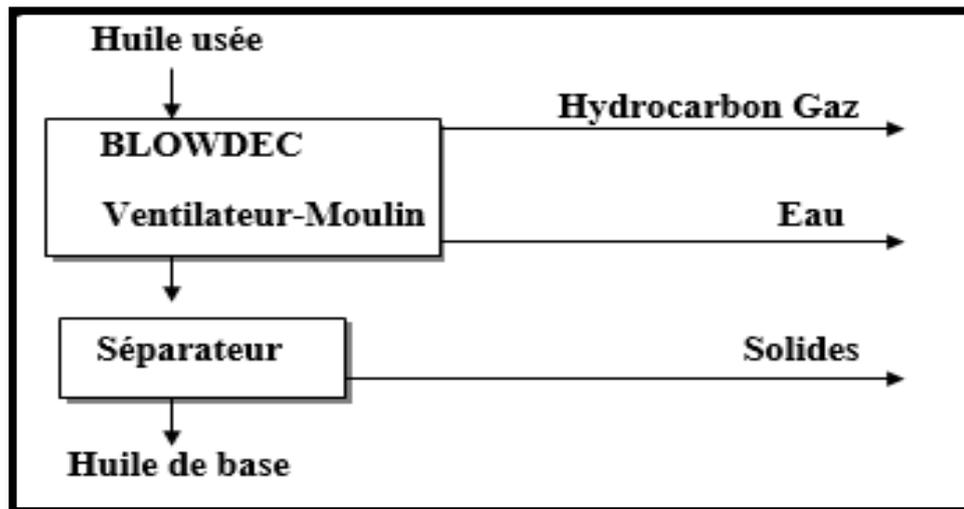


Figure III.5: Schéma de procédé de séparation par craquage [3].

### III.2.6. Procédé de régénération par extraction

L'huile usée est prétraitée avec une solution basique, contenant de l'hydroxyde d'ammonium et / ou de l'hydroxyde de potassium pour la neutralisation de composés indésirables. Prétraité de cette façon, l'huile est mélangée avec du propane, qui a une sélectivité élevée pour les hydrocarbures et rejette les métaux et les autres contaminants. Le mélange est ensuite envoyé au réservoir de mélange et d'extraction de solvants et soumis au procédé breveté Interline où la plupart des additifs, de l'eau et des solides sont séparés dans un résidu d'asphalte et un mélange propane / huile qui est ensuite pompé à travers une série d'échangeurs de chaleur pour la séparation du propane dans le séparateur de flash. Le propane est condensé à nouveau avec de l'eau de refroidissement et est renvoyé dans le récipient à solvants. L'absence d'huile de solvant est ensuite éliminée pour éliminer les hydrocarbures légers et le reste du propane. L'huile est ensuite distillée sous vide [3].

Dans ce processus, une seule huile de base non traitée est produite. Si nécessaire, le processus peut être amélioré en ajoutant une colonne de distillation ainsi que des étapes de finition comme le traitement de l'argile ou l'hydrofinition. Les Caractéristiques principales de ce procédé :

- Le système d'extraction de solvants fonctionne sans chaleur ni pression

## Chapitre III : Procédés de régénération des huiles lubrifiantes usagées

élevées ;

- Des coûts d'exploitation et d'investissement relativement bas ;
- Faible qualité de l'huile de base produite [3].

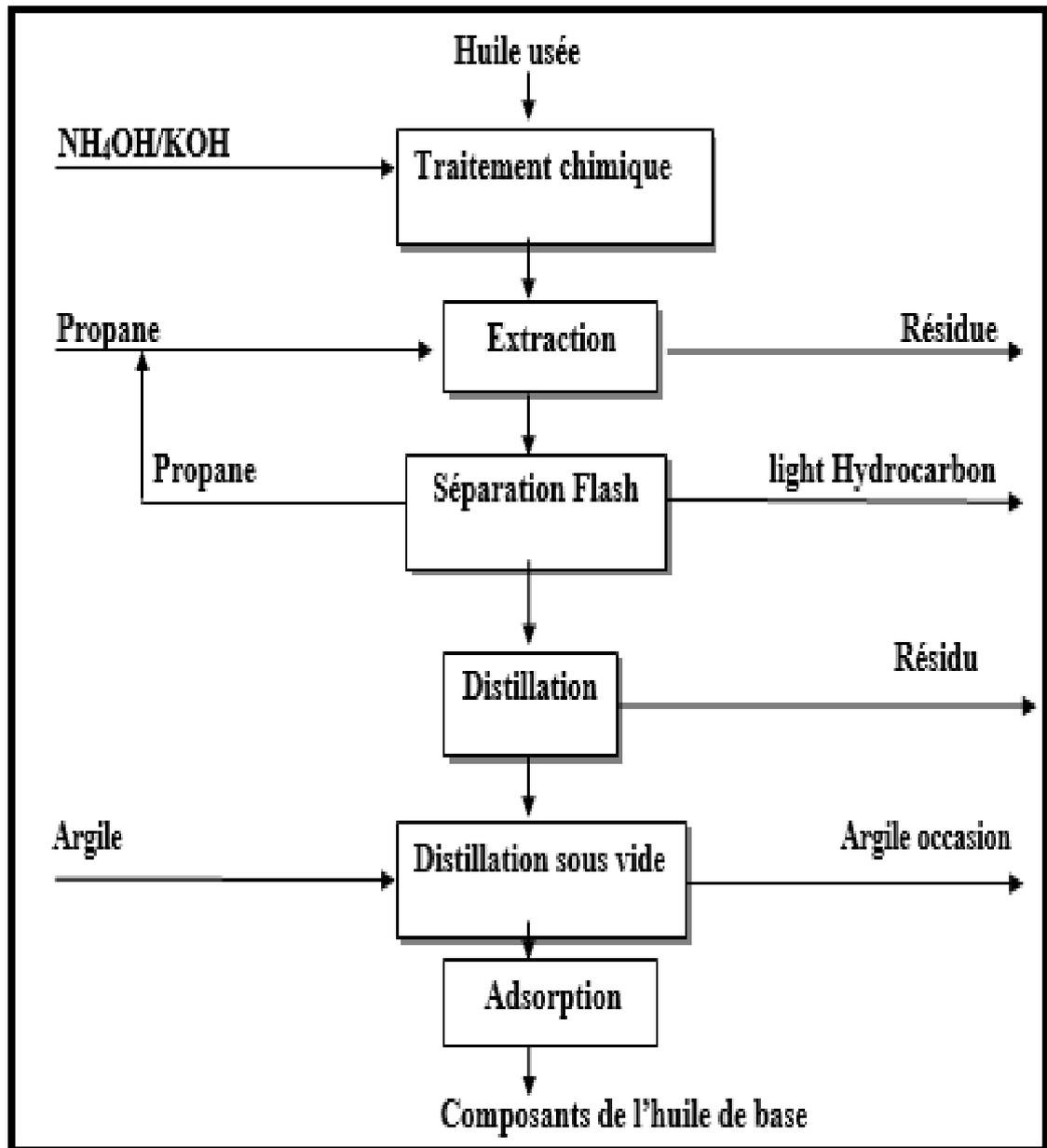


Figure III.6: Schéma de procédé de régénération par extraction [3].

### III.3. Aspects économiques

Concernant la viabilité économique du secteur d'utilisation et de recyclage des huiles usagées, il faut faire la différence entre la collecte et le transport des huiles

## **Chapitre III : *Procédés de régénération des huiles lubrifiantes usagées***

---

et leurs possibles applications en fonction des diverses technologies.

Généralement, l'expérience montre que la collecte et le transport des huiles usagées est peu rentable au niveau économique.

Il faut garder à l'esprit que la production se caractérise par une importante dissémination et de faibles volumes à collecter. Afin d'obtenir une collecte et un transport efficaces, il faut mettre en place un système d'aides, de subventions ou de réduction d'impôts, de façon directe ou indirecte ; ces systèmes permettraient d'équilibrer les comptes d'exploitation des compagnies qui réalisent la collecte et le transport. En vue du traitement postérieur des huiles usagées, la séparation des huiles en fonction de leur qualité est importante; ce dernier facteur implique des frais ajoutés au système de collecte plus importants. En ce qui concerne la viabilité économique des usines de raffinage utilisant des technologies d'utilisation et de recyclage des huiles usagées, il faut tenir compte des aspects liés aux revenus de la vente des produits et aux frais entraînés par l'obtention de ces derniers.

Pour ce qui est des revenus de la vente des produits issus des usines de traitement, il faut dire que ceux-ci peuvent varier de manière significative en fonction de diverses conditions, par exemple en fonction du prix du pétrole.

Ainsi, par exemple, si le prix du pétrole brut est élevé, le prix de l'huile usagée peut également augmenter, en effet, les industries qui utilisent l'huile pour la production de chaleur sont prêtes à payer cette huile plus chère.

Cette augmentation des prix signifie que les industries de recyclage/ reraffinage de l'huile usagée doivent également payer plus cher pour l'application de cette huile comme matière première, ce qui entraîne une augmentation des coûts des matières premières.

Par ailleurs, et toujours dans le cas d'un prix du pétrole brut élevé, les huiles de base produites par le biais des technologies précédemment évoquées, peuvent voir leur valeur augmenter si les huiles de base de premier raffinage sont plus chères.

Le prix de vente des huiles usagées non-traitées et des huiles usagées traitées dépend des aspects suivants :

1. Demande des industries du ciment.
2. Demande des usines de reraffinage et autres traitements.
3. Qualité de l'huile collectée et demande pour chaque qualité.
4. Prix des autres combustibles [1].

### III.4. Conclusion

Avec l'augmentation de la variété des huiles usées ces dernières années, les procédés traditionnels de traitement des huiles, basés sur des technologies acide/terres, ne parviennent pas à produire des huiles de base aux qualités finales désirées. En outre, les inquiétudes liées aux questions environnementales rendent encore plus difficile l'obtention de processus adéquats.

Les technologies précédentes basées sur des processus utilisant de l'acide et des terres sont actuellement en voie de disparition en raison de problèmes environnementaux et économiques.

Au niveau économique, ces installations représentent un fort coût d'investissement. Au niveau environnemental, le problème est celui du traitement des terres acides générées au cours du processus.

Dans le but de résoudre ces problèmes, on a introduit des technologies utilisant des processus de distillation sous vide et d'hydrogénation.

Les processus basés sur la distillation sous vide et l'hydrogénation ont pour caractéristiques communes les méthodes suivantes :

1. Distillation d'huiles usagées préalablement déshydratées.
2. Hydrogénation des produits distillés. [4,5].

### III.5. Références bibliographiques

[1] EN ISO 660 Septembre 2009, Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.

[2] S.AMRANI , Modélisation, simulation et optimisation des phénomènes de transferts de masse et de chaleur lors de la récupération des bases à partir d'un mélange de fluides (Les huiles usagées). Thèse Magister. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene , (2010).

[3] FRANÇOIS AUDIBERT , Reraffinage et valorisation. Energétique, Livre (2002).

[4] GRUBER, W. *Evergreen Oils Newark Re-Refining (Running Small, but Making a Big Impact)*. Publication of Environmental Information Ltd. (1992).

### **Chapitre III : *Procédés de régénération des huiles lubrifiantes usagées***

---

[5] MOHELLEBI NEE IDDIR, FAROUDJA Analyse et régénération des huiles usagées / Thèse d'Etat : Génie Chimique : Alger, Ecole Nationale Polytechnique. (2001).

*Chapitre IV*

*Méthodes*

*d'analyse des huiles*

*lubrifiantes*



**IV.1. Introduction**

L'étude de la régénération de l'huile lubrifiante nécessite des techniques d'analyse adéquates susceptibles de caractériser, identifier et expliquer le phénomène en question. A cet effet, pour déterminer les propriétés de cette huile telle que la densité, le point d'éclair, le point d'écoulement, et la viscosité afin de présenter l'efficacité de la méthode de régénération choisie, par l'analyse d'huile avant et après l'utilisation et la régénération.

**IV.2. Différents tests d'analyse des huiles**

Une revue succincte de ces techniques est présentée ci-après. Pour chaque méthode d'analyse un point essentiel sur lequel on doit porter beaucoup d'attention. Il est difficile de donner des règles strictes valables dans tous les cas. Nous nous sommes contentés de respecter les règles suivantes :

- Récipient propre et sec.
- Quantité d'huile destinée à l'analyse suffisante (au moins 300 ml pour chaque échantillon).
- Toujours dans les mêmes conditions.

La quantité d'huile usagée récupérée d'un seul équipement (turbine par exemple) n'est pas suffisante pour le traitement, donc essayez de prélever l'huile de même qualité et de même période de fonctionnement pour obtenir une huile uniforme malgré c'est l'idéalité [1].

**IV.2.1. Indice de pH**

La détermination de la valeur du pH est faite par un pH-mètre, ou bien par un papier pH avec le changement de couleur, on peut la déterminer par une lecture directe [2].



*Figure IV.1: Test pH par papier pH .*

#### **IV.2.2. Densité (ASTM - D1298, ISO 12185)**

La mesure de la densité est faite au moyen d'un densimètre et d'une lecture simultanée de la température de l'échantillon. La valeur trouvée est ensuite corrigée à l'aide des tables, des formules ou des abaques, pour obtenir la valeur de la densité  $d_{15}$  (à la température de 15°C).

$$d_{15} = d_{\tau \text{ mes}} + a(T - 15) \text{ (IV.I)}$$

$d_{15}$  : La densité à 15 (°C.)

$d_{\tau \text{ mes}}$  : La densité à la température de mesure.

T : Température de mesure (°C.)

a : Coefficient correctif qui dépend de la densité de produit (g /mol. C°) [3].

C'est une caractéristique qui dépend de la constitution chimique de l'huile. Pour les huiles lubrifiantes à tendance naphthénique elle se situe entre 0.8 et 0.88 à 20°C. [3].



*Figure IV.2: Mesure de Densité.*

#### **IV.2.3. Aspect et couleur (ASTM D1500)**

La coloration d'une huile neuve est une indication de son degré de raffinage ; une variation de la couleur (l'indice de couleur élevé ou évoluant rapidement) peut indiquer un chargement dans l'origine de l'huile, c'est-à-dire une dégradation ou une contamination de l'huile.

L'indice de couleur est mesuré selon la norme ASTM D1500 [4]. L'appareil utilisé pour cette mesure est un spectrophotomètre.



*Figure IV.3: Appareil de mesure de l'indice de couleur.*

**IV.2.4. Indice de réfraction**

L'appareil utilisé pour cette mesure est un réfractomètre qui nous permet de déterminer la nature d'huile analysée : naphénique ou bien paraffinique, à l'aide de la réfraction de la lumière atmosphérique dans l'échantillon [2].



*Figure IV.4: Appareil de mesure de l'indice de réfraction.*

**IV.2.5. Viscosité (ASTM –D445 et NF T 60-100)**

La norme **NF T 60-100** propose une méthode de détermination de la viscosité cinématique des produits liquides opaques ou transparents ayant un comportement rhéologique idéal, qualifié de « newtonien ».

La viscosité cinématique est obtenue à partir de la mesure du temps d'écoulement du produit sous une charge reproductible et une température contrôlée dans un viscosimètre de diamètre calibré. Le produit s'écoule dans le viscosimètre sous l'effet de la pesanteur. La viscosité dynamique peut être mesurée en multipliant la viscosité cinématique du produit par sa masse volumique, déterminée avec une précision de  $0,001 \text{ g/m}^3$ .

La température d'essai est au choix de l'opérateur, mais la température du bain d'essai où est effectuée la mesure doit pouvoir être réglée avec une précision de  $\pm 0,01^\circ\text{C}$ . Le temps d'écoulement sera mesuré avec une précision de 0,2 s et la taille du viscosimètre sera choisie de sorte que le temps d'écoulement n'excède pas 200 s.

La viscosité cinématique  $\nu$  est calculée à partir de la relation suivante :

$$v = ct - \frac{B}{t} \quad (\text{IV.2})$$

Avec :

$v$  : Viscosité cinématique ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ),

$C$  : Constante du viscosimètre ( $\text{mm}^2/\text{s}^2$ ),

$B$  : Coefficient du viscosimètre ( $\text{mm}^2$ ),

$t$  : Durée du temps d'écoulement (s).

Le rapport  $B/t$  de la relation précédente est en fait un terme de correction «d'énergie cinétique», négligeable s'il est inférieur ou égal à 0,1% du terme  $Ct$ .

On utilise alors :

$$v = C.t \quad (\text{IV.3})$$

❖ **La méthode ASTM D 445** est techniquement équivalente à la méthode précédente, on peut cependant noter les nuances suivantes :

Elle autorise un choix plus vaste de viscosimètres (**Figure IV.5**) qui doivent cependant répondre aux instructions de la méthode ASTM D 446 ;

La viscosité cinématique est calculée à partir de la relation (IV.3), [1,2].

**1. Nettoyage** : Nettoyer le viscosimètre avec un solvant adapté, sécher en insufflant de l'air propre et sec.

**2. Remplissage** : Retourner le viscosimètre, immerger le tube (petite section) dans le liquide à mesurer et appliquer l'aspiration au tube (grande section) et amener l'échantillon jusqu'à remplir les deux bulbes.

**3. Mise en place** :

- Mettre en place le viscosimètre à l'aide d'un support adapté (position verticale  $\pm 1^\circ$  dans tous les sens). Attendre jusqu'à ce que l'échantillon atteigne la température de mesure (30 minutes généralement suffisante).

- Appliquer une aspiration afin que le liquide remonte dans le bulbe supérieur (légèrement au-dessus) puis laisser le liquide s'écouler librement à travers le capillaire.
- Chronométrer (à 1/10 s près) le temps d'écoulement du ménisque supérieur au ménisque inférieur.
- Effectuer une seconde mesure, calculer la moyenne [2].



*Figure IV.5: Viscosimètre de type Ubbelhodd ASTM D445.*

#### **IV.2.6. Acidité (CEI 296)**

L'acidité est déterminée par neutralisation chimique dite titrage acido-basique. Pour ce faire, nous utilisons le système composé d'un bécher contenant l'huile à analyser et une burette 10 ml contenant une solution de KOH suivant la norme CEI 296 [5].

L'acidité est exprimée en mg de KOH/g d'huile, c'est-à-dire le nombre de mg d'une solution de potasse alcoolique de normalité 0.1, nécessaire pour neutraliser un gramme d'huile à essayer. Elle se calcule par l'équation suivante :

$$IA = 0.1 M_1 V / m \quad (\text{IV.4})$$

**IA** : Indice d'acidité [mg KOH/g d'huile].

**0.1** : Normalité de la solution KOH [eq/l].

**M<sub>1</sub>** : Masse moléculaire de la solution KOH (56.1 g/moles)

**m** : Masse d'huile [g].

**V** : Volume en [ml] de KOH, nécessaire pour avoir la neutralisation.

La valeur de l'indice d'acidité ne doit pas dépasser 0.03 mg KOH/g (normalisée), sinon il faut passer par un traitement physico-chimique.



**Figure IV.6:** Appareillage de mesure de l'acidité.

#### **IV.2.7. Facteur de dissipation (Tan $\delta$ ) (CEI 247)**

Le facteur de perte diélectrique (Tan  $\delta$ ) est mesuré selon la norme CEI 247 [6]. Après la mesure de la capacité de la cellule à vide, celle-ci est remplie d'huile, puis chauffée jusqu'à 90°C, une tension de l'ordre de 2 KV est appliquée. Les données sont affichées et imprimées automatiquement [6].

La valeur du (Tan  $\delta$ ) doit être  $< 0.005$ . En cas de pertes diélectriques élevés, l'huile nécessite un traitement physique et chimique (régénération de l'huile) [6].



*Figure IV.7: Appareil de mesure du facteur de dissipation.*

#### **IV.2.8. Tension de claquage**

Pour mesurer la tension de claquage, nous utilisons un SPINTERMÈTRE) équipé d'une cellule pouvant contenir 250 ml d'huile avec un système d'électrodes sphériques de diamètre 12.5 mm et de ce selon la norme CEI 156 [7]. La tension maximale étant 100 KV (50 Hz) [7].

Le SPINTERMÈTRE est programmé pour un nombre d'essai (claquage) égale à 6 sur le même échantillon, avec un temps de repos de 2 minutes entre chaque essai. Ce temps est largement suffisant pour permettre à l'huile de se stabiliser. Ces essais sont réalisés à la température ambiante [7].

La valeur de la tension de claquage est la moyenne de 6 essais, cette dernière doit être supérieure à 70 KV (normalisée), si non l'huile analysée a besoin d'un traitement physique [7].



*Figure IV.8: Appareil de mesure de la tension de claquage.*

#### IV.2.9. Point d'éclair (ASTM D 93)

Il est défini par la température minimale à laquelle il faut porter l'huile pour que les vapeurs émises s'enflamment spontanément en présence d'une flamme dans des conditions normalisées. Contrairement à la courbe de distillation, le point d'éclair ne renseigne que sur les constituants les plus légers. Le point d'éclair des huiles lubrifiantes est généralement compris entre 80 et 280°C [2].

##### ❖ Méthodes de mesure

**La norme ASTM D 93** propose une méthode de détermination du point d'éclair à l'aide de l'appareil Cleveland dit en vase ouvert. Cette méthode concerne les produits pétroliers dont le point d'éclair, déterminé selon cette méthode, est supérieur ou égal à 80°C.

La méthode consiste à chauffer l'huile d'abord contenue dans le vase ouvert rapidement (15°C/min). Puis à l'approche du point d'éclair, le chauffage se fera à la vitesse de 5 à 6°C/min, afin de limiter les phénomènes d'inertie thermique. La température la plus basse à laquelle la présence d'une flamme présentée à la surface de l'huile durant une seconde à chaque augmentation de deux degrés de l'échantillon, provoque l'inflammation des vapeurs émises, est considérée comme le point d'éclair [2].

**IV.2.10. Point de feu (ASTM D 92)**

Le point de feu est défini par la température minimale à laquelle l'huile s'enflamme en présence d'une flamme et continue à brûler pendant un temps d'au moins cinq secondes, lorsque la flamme est retirée. Les spécifications n'imposent pas de valeur limite pour le point de feu qui se situe à 30°C environ au-dessus du point d'éclair pour les huiles minérales.

Le point de feu est également déterminé par la méthode décrite dans la norme NF T 60-118. L'appareillage utilisé est identique (vase ouvert). L'huile d'essai est chauffée avec une rampe de température de 5 à 6°C/min et la flamme d'une veilleuse est présentée à sa surface tous les 2°C durant une seconde. La répétabilité et la reproductibilité sont respectivement de 8°C et de 14°C [2].

**IV.2.11. Point d'écoulement (ASTM 97)**

Le point d'écoulement est la température la plus basse à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie sans agitation, dans des conditions normalisées. L'huile, introduite dans un tube spécial, est refroidie à l'aide de bains maintenus à des températures proches de 0, (-15) et (-35) °C, voire inférieure si nécessaire. Le tube à essai est examiné visuellement à chaque abaissement de 3°C.

Les spécifications intersyndicales indiquent un point d'écoulement maximal de -9°C pour les huiles paraffiniques. Pour l'utilisation pratique des huiles dans les moteurs, cette température doit être abaissée à (-25) ou (-30) °C par l'incorporation d'additifs, qui retardent l'évolution des microcristaux [2].

**IV.2.12. Teneur en soufre (ASTM D 2622)**

Cette méthode d'essai est applicable pour l'analyse du carburant diesel, kérosène, l'autre huile de distillat, naphta, huile résiduelle, l'huile hydraulique, et le pétrole brut.

L'échantillon avec des niveaux plus élevés de soufre peut être analysé avec la dilution appropriée. Les matériaux volatils, peuvent ne pas rencontrer les limites indiquées de précision de cette méthode d'essai en raison de la perte sélective de matériaux légers pendant l'analyse. Quand la composition élémentaire (à l'exclusion du soufre) des échantillons diffère de manière significative des normes, les erreurs dans l'analyse peuvent se produire [2].

**IV.2.13. Teneur en eau (D 95)**

L'échantillon est chauffé au reflux avec dissolvant (xylène) non-miscible avec l'eau, dans un système de distillation. Après la condensation, l'eau s'arrange dans la section graduée du piège, et le xylène retourne au distillateur [2].

Le teneur en eau est la quantité d'eau (en ppm) dissoute dans l'huile isolante et elle est mesurée par un appareil numérique, celui-ci est branché à un tube contenant une solution chimique. On injecte un volume d'huile dans ce tube d'essai et on introduit comme donnée, le volume d'huile injecté. Après quelques instants, l'appareil affiche la teneur en eau en ppm (en poids et en volume) après spécification de la densité de l'huile [8].



*Figure IV.9: Appareil de mesure de la teneur en eau.*

**IV.2.14. Teneur en carbone Conradson (D 189)**

Une quantité pesée de l'échantillon est placée dans un creuset et soumise pendant une période fixe au chauffage. À la fin de la période de chauffage indiquée, le creuset d'essai contenant le résidu carboné est refroidi dans un dessiccateur et pesé. Le résidu restant est calculé comme pourcentage de l'échantillon original, et rapporté en tant que résidu de carbone de Conradson [2].

**IV.2.15. Métaux**

En plus des métaux qui existent naturellement dans le pétrole brut, certains métaux sont ajoutés comme additifs aux huiles de graissage. Ces additifs en métal agissent en tant que détergents, antioxydants, etc.

Certains de ces additifs contiennent un ou plusieurs de ces métaux : bore, baryum, calcium, cuivre, magnésium, molybdène, phosphore, zinc, etc. plusieurs autres métaux peuvent venir de l'état actuel de l'usage du moteur en plus de ceux des additifs.

Par conséquent, il est important d'avoir des méthodes d'essais qui peuvent déterminer les métaux contenus dans les huiles usagées.

Quelques méthodes spécifiques d'essai sont décrites pour la détermination des métaux spécifiques, telles que les techniques spectroscopiques atomiques, la spectrométrie atomique et la spectroscopie de la fluorescence de rayon X. Elles sont populaires et largement utilisées [2].

**❖ Principe de la méthode ASTM 6595**

Le SPECROIL était utilisé pour la détermination de la teneur en métaux en trace (métaux d'additivation et d'usure). En suivant la norme **ASTM 6595**, il fournit une analyse rapide et précise des lubrifiants et des carburants.

Dans l'opération typique, un petit échantillon d'huile ou de carburant (approximativement 2 ml) est présent pour l'analyse par l'intermédiaire d'une électrode tournante de disque de graphite. Un arc électrique créé dans l'espace entre l'électrode de disque et une contre-électrode de tige volatilise complètement l'échantillon, créant un plasma qui émet la lumière caractéristique des éléments dans l'échantillon. L'opération est extrêmement simple et les prises d'analyse durent approximativement 30 secondes [2].

**IV.2.16. Spectrométrie Infrarouge**

La Spectroscopie Infrarouge est une méthode d'analyse chimique qui est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau à analyser. Elle permet, par la détection de vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des molécules présentes dans le matériau.

Le principe d'analyse est le suivant : Lorsqu'un rayonnement lumineux de longueur d'onde donnée frappe une molécule du matériau à analyser, il lui communique une certaine quantité d'énergie. Si elle est voisine de l'énergie de vibration de cette molécule, elle sera absorbée par cette dernière et on enregistrera une diminution de l'intensité lumineuse réfléchie ou transmise, les longueurs d'onde qui correspondent au domaine d'énergie de vibration des molécules [8].



*Figure IV.10: Spectrométrie Infrarouge.*

### **IV.3. Conclusion**

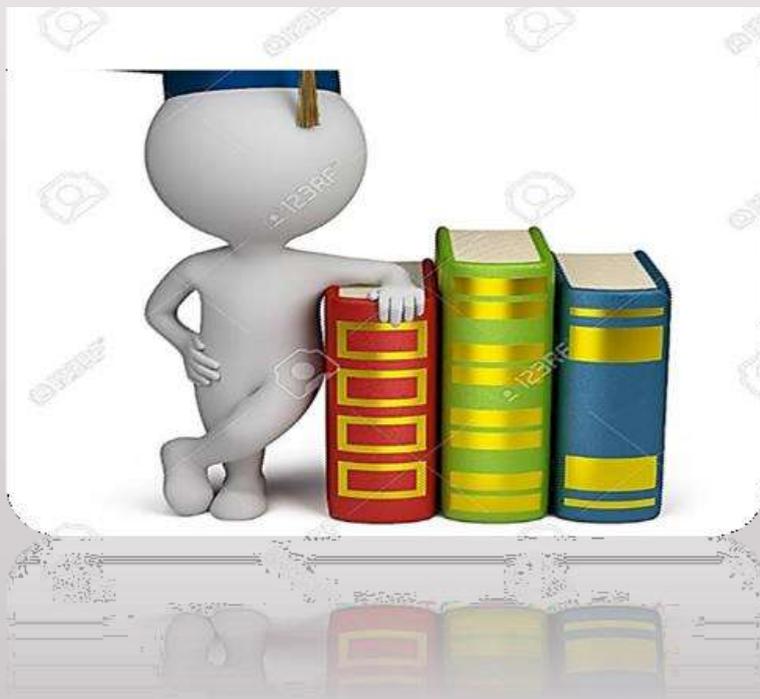
Dans ce chapitre, nous avons présenté les matériels, les différentes méthodes et dispositifs expérimentaux utilisés dans les investigations d'analyses des huiles neuves, usagées et régénérées. Les différents paramètres mesurés effectués tout au long de la recherche sont toujours liés aux normes, mentionnées dans les références.

### **IV.4. Références bibliographiques**

- [1] J. DENIS ; « Physico-Chimie des Lubrifiants : Analyse et Essais », Edition TECHNIP, Paris, (1997)
- [2] R. A. KISHORE NADKARNI, Guide to ASTM test methods for the analysis of petroleum products and lubricants, (2000)
- [3] Farmer.V .C., « The Infrared spector of Minerals: Mineralogical Society, Monograph 4, London ». (1974).
- [4] La Norme ASTM D 1500, Équivalent à NFT 60 – 104 et NFT ISO 2049 produits pétroliers « détermination de la couleur », (1998).
- [5] La Norme CEI 296, « Mesure d'acidité ». (1997).

- [6] La Norme CEI 247 ; « Mesure du facteur de dissipation », (1978).
- [7] La Norme CEI 156. « Mesure de la tension de claquage », (1995).
- [8] La Norme CEI 60814. « Détermination de la teneur en eau », (1997).
- [9] La Norme CEI 247 ; « Mesure du facteur de dissipation », (1978).

# ***Conclusion générale***



Les huiles lubrifiantes sont des liquides visqueux utilisées pour la lubrification des parties mobiles des moteurs et des machines. Ce sont des produits pétroliers qui se décomposent après une période d'utilisation, par contamination par des éléments polluants, tels que les métaux lourds, les huiles usées peuvent contaminer l'eau et le sol et poser un risque élevé pour la santé humaine. Le traitement des huiles usagées a un intérêt dans l'élimination de la pollution de l'environnement, préservation des réserves de pétrole brut et réduit la consommation d'huiles vierges.

Pour éliminer l'impact et l'influence de ces huiles, on a effectué cette étude pour chercher et trouver des moyens qui rendent ces huiles usagées possibles à être récupérables et utilisables à nouveau pour la lubrification, et cela donne une durée de vie plus longue à ces huiles lubrifiantes.

La régénération des huiles usagées après une collecte organisée, permet de donner l'énergie et des produits (bases) qui entrent dans la fabrication des lubrifiants neufs.

Avec l'augmentation de la variété des huiles usées ces dernières années, les procédés traditionnels de traitement des huiles, basés sur des technologies acide/terres, ne parviennent pas à produire des huiles de base aux qualités finales désirées. En outre, les inquiétudes liées aux questions environnementales rendent encore plus difficile l'obtention de processus adéquats.

Les technologies précédentes basées sur des processus utilisant de l'acide et des terres sont actuellement en voie de disparition en raison de problèmes environnementaux et économiques.

La déshydratation des huiles usagées est portée sur le procédé de pervaporation comme une technique des plus utilisées pour deux raisons : une économie d'énergie et une protection de l'environnement.

Les petites expériences qu'on a effectué pendant les stages pratiques aux niveaux des industries et des laboratoires des entreprise nationales comme laboratoires des analyses des huiles a SIDER EL HADJAR , laboratoire L'Algériennes Des Eaux et SONATRACH pendant mes études universitaires et la réalisation de cette recherches scientifique sur les huiles usagées nous donnent une vision a l'importance

## *Conclusion Générale*

---

de ses huiles aux niveaux industrielles, les risques quand ils sont contaminés et l'importance de les traiter et les régénérer avec les meilleures méthodes et technologies disponibles au niveau national et international.

---

## ملخص

إستعادة النفايات الخاضعة للرقابة تجدد الطاقة وتحمي البيئة والأشخاص من التلوث. تعتبر الزيوت المستعملة نفايات قابلة للاسترداد حيث يتيح تجديد هذه الزيوت أيضاً إمكانية إعطاء قواعد تجعل من الممكن تصنيع مادة تشحيم جديدة. يتم إعطاء مواصفات الزيوت المستعملة من خلال سلسلة من التحاليل التي تهدف إلى معرفة خصائصها الفيزيوكيميائية وكذلك الملوثات المختلفة. وبالتالي، فإن الهدف من هذه الدراسة هو تقديم نظرة عامة ببيولوجرافية عن تجديد زيوت التشحيم بطرق مختلفة.

**الكلمات المفتاحية:** زيت تشحيم ، زيوت مستعملة ، تجديد ، بيئة.

## Résumé

La récupération contrôlée des déchets permet de régénérer l'énergie et de protéger l'environnement et l'homme contre la pollution. Les huiles usagées sont considérées comme un déchet valorisable où la régénération de ces huiles permet aussi de donner des bases qui vont permettre de fabriquer un lubrifiant neuf. La caractérisation des huiles usagées se fait par une série d'analyses pour but d'avoir ses propriétés physico-chimiques et aussi les différents contaminants. Ainsi, l'objectif de cette étude est de présenter un aperçu bibliographique sur la régénération des huiles lubrifiantes par des différentes méthodes et les différentes analyses à effectuer pour contrôler la qualité de ces huiles.

**Mots Clés:** Huile lubrifiante, Huiles usagées, Régénération, Environnement.

## Abstract

Controlled waste recovery regenerates energy and protects the environment and people from pollution. Used oils are considered as recoverable waste where the regeneration of these oils also makes it possible to give bases which will make it possible to manufacture a new lubricant. The characterization of used oils is done by a series of analyzes aimed at having its physicochemical properties and also the various contaminants. Thus, the objective of this study is to present a bibliographical overview on the regeneration of lubricating oils by different methods and quality analyzes.

**Keywords:** Lubricating oil, Used oils, Regeneration, Environment.

---