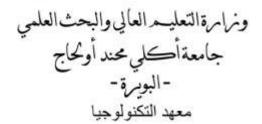
الجمه ورية الجنزائرية الديمقراطية الشعبية République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -Institut de Technologie





Département de Technologie chimique industrielle Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme de Licence professionnelle en :

Génie chimique

Thème:

Effet de l'améliorant de l'indice de viscosité des huiles finies industrielles

Réalisé par

M^{elle} DAHA Hanane

Encadré par

Membre de jury

- Examinateur : M^{me}BENHAMADA Malika......MCB/Institut de technologie Bouira
- Président de jury : M^r ABDELBAKI Nourrdinne.....Professeur/ Institut de technologie Bouira

Année Universitaire : 2021/2022

<u>Remerciements</u>

Tout d'abord, je remercie le BON DIEU le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail.

Je tiens à remercier vivement mon encadreur, M^{me} **DAIRI Nassima** pour son acceptation de me guider dans ce travail avec ses conseils, son efficacité et sa gentillesse.

Je remercie le membre de jury d'avoir examiner mon travail.

Mes remerciements vont particulièrement à M^r BELKARROUB Mourad, M^r BENADJAL Zoubir et M^{ell}e CHAKRANE Samia, qui m'ont facilité le bon déroulement de mon stage de fin d'étude.

J'adresse aussi mes remerciements les plus sincères à tous les membres du laboratoire des huiles et surtout M^{me} MESSAOUD Souad, et tout le personnel de raffinerie d'ARZEW.

Un merci spécial au **M^r LIMAM Abdekader** qui a fait l'effort de me trouver se stage.

<u>Dédicaces</u>

Je dédie ce modeste travail à :

Ma très chère mère « HBIBA » pour son sacrifice, son aide, ses conseils et sa patience.

Mes très chers parents pour tous ce qu'ils ont faits pour moi durant toutes mes années d'études, pour ses encouragements et ses orientations.

Ma grand mère « que Dieu la garde ».

Ma tante et mère « Aicha » que Dieu ait pitié d'elle, et qu'il l'accepte dans son vaste paradis

Mes très chers frères et sœurs qui je leurs souhaite la réussite

Mes Amis(es): Ouidjdene, Bouchra, Fatma, Somia, Aissa, Habib, Houssam, Noufel, Radwane et surtout ma chère amie Fatima pour son aide.

A toute mes collègues que j'ai rencontrés pendant ces trois années.

A tous les enseignants et travailleurs de l'Institut de Technologie.

Enfin, je dédie ardemment tous ce qui a contribué de prêt ou de loin directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.

<u>Résumé</u>

L'huile minérale est l'une des sous produits du pétrole brut, elle est obtenue à partir du résidu de la distillation atmosphérique en appliquant plusieurs procédés (distillation sous vide, désasphaltage, désaromatisation…). Ensuite, elle est améliorée par ajout d'un paquet d'additifs afin d'obtenir une huile lubrifiante qui répond à plusieurs fonctions importantes dans le moteur. L'objectif de notre étude consiste d'une part à décrire les déférentes étapes d'obtention d'une huile lubrifiante. D'autre part, caractériser quatre huiles ; comparer leurs propriétés, dans l'intérêt de contribuer à une meilleure connaissance de la qualité des huiles et voir l'effet de l'additif sur elles.

Mots clés: pétrole, raffinage, huile lubrifiante, additif, caractérisation physico-chimique.

<u>Abstract</u>

Mineral oil is one of the by-products of crude oil, it is obtained from the residue of atmospheric distillation by applying several processes (vacuum distillation, deasphaltization, desaromatization, etc.). Then, it is improved by adding a pack of additives to obtain a lubricating oil that meets several important functions in the engine. The purpose of our study is, on the one hand, to describe the various steps involved in obtaining a lubricating oil. On the other hand, characterize four oils; compare their properties, in the interest of contributing to a better knowledge of the quality of the oils and see the effect of the additive on them.

Keywords: petroleum, refining, lubricating oil, additive, physico-chemical characterization.

ملخص

الزيت المعدني هو أحد المنتجات الثانوية للنفط الخام، ويتم الحصول عليه من بقايا التقطير في الغلاف الجوي عن طريق تطبيق عدة عمليات (تقطير الفراغ، إزالة الأسفاتية، إزالة الغلاف الجوي، إلخ). بعد ذلك، يتم تحسينه عن طريق إضافة مجموعة من المواد المضافة للحصول على زيت تشحيم يلبي العديد من الوظائف المهمة في المحرك. الغرض من دراستنا، من ناحية، هو وصف الخطوات المختلفة التي ينطوي عليها الحصول على زيت التشحيم. من ناحية أخرى، توصف أربعة زيوت؛ مقارنة خصائصها، من أجل المساهمة في معرفة أفضل بنوعية الزيوت ورؤية تأثير المادة المضافة عليها

الكلمات الرئيسية: البترول والتكرير وزيوت التشحيم والمواد المضافة والتوصيف الفيزيائي الكيميائي

Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Capacité de production de la raffinerie.	14
Tableau II. 2: Formulation des huiles industrielles préparées	25
Tableau II. 3: Formulation de l'huile moteurs préparée	26
Tableau II. 4 : Procédure de température pour changer le bain	33
Tableau III. 1: Valeur de densité	35
Tableau III. 2: Viscosité à 40°C et 100°C	36
Tableau III. 3: Valeurs d'indice de viscosité	38
Tableau III. 4:Valeurs da basicité	39
Tableau III. 5: Valeurs de teneur en zinc	39
Tableau III. 6: Valeurs de CCS	40
Tableau III. 7: Valeurs de point d'éclair	41
Tableau III. 8: Point d'écoulement des huiles analysé	42

Liste des figures

Figure I. 1: Contact lubrifié	2
Figure I. 2: Ecoulement newtonien dans un film d'huile	8
Figure I. 3 : Différents modèles des tubes viscosimétriques	9
Figure II. 1: Complexe de la raffinerie par satellite	13
Figure II. 2: Plan de masse de la raffinerie d'ARZEW	15
Figure II. 3: Chaîne de fabrication des huiles de base	18
Figure II. 4: Distillation sous vide	19
Figure II. 5: Désasphaltage au propane	20
Figure II. 6: Extraction au furfural	21
Figure II. 7: Déparaffinage au MEC/Toluène	22
Figure II. 8: Hydrofinishing	23
Figure II. 9: Principe de composition d'une huile lubrifiante	23
Figure II. 10: Remplissage des huiles finies	25
Figure II. 11: Huiles industrielles préparées, (a): TISKA46; (b) TISKA HVI46	26
Figure II. 12: Densimètre	27
Figure II. 13: Viscosimètres utilisés ; (a) : à 40°C ; (b) : à100°C	28
Figure II. 14: Détermination de la teneur en zinc par titrage	30
Figure II. 15: Viscosimètre utilisé pour la viscosité apparente	31
Figure II. 16: Appareil de pour la mesure du point éclair	32
Figure II. 17: Appareil de mesure du point d'écoulement	33
Figure II. 18: Potentiographe	34
Figure III. 1: Viscosité cinématique des huiles industrielles	36
Figure III. 2: Viscosité cinématique des huiles moteurs	37
Figure III. 3: Indice de viscosité des huiles industrielles	38
	20
Figure III. 4 : Valeurs d'indice de viscosité des huiles moteurs	39

Liste des abréviations

A.C.E.A: Association des Constructeurs Européens d'Automobile

A.P.I: American Petroleum Institute

AGMA: American Gear Manufacturers Association

ASTM: American Society for Testing and Material

BRA : Résidu atmosphérique

BRI: Brut Réduit Importé

BTS: Base Teneur souffre.

CCMC: Comité des constructeurs d'automobile du marché commun.

CCS: Cold Cranking Simulator

Cp: Centipoise

Cst: Centistoks

DAO: Huile désasphaltée

DSV: Distillat Sous Vide

DTPZn: Dialkyldithiophosphate de Zinc

EDTA: Éthylène Diamine-Tétra Acétique

GPL : Gaz de pétrole liquéfié

HTS: Haute Teneur Soufre

ISO: International Organization for Standardization (Organisation internationale de

normalisation)

ISO-VG: International Organisation for Standardization- Viscosity Grade

IV: Indice de Viscosité

N.P.A.: National Petroleum Association

OCP: Copolymères d'oléfines

PMA: Polymétacrylates d'alkyles

RDC: Une colonne à disques rotatifs

RSV: Résidu Sous Vide

S.A.E: Society of Automotive Engineers

SI : Système International

SONATRACH : Société Nationale de Transport et de Traitement des Hydrocarbures

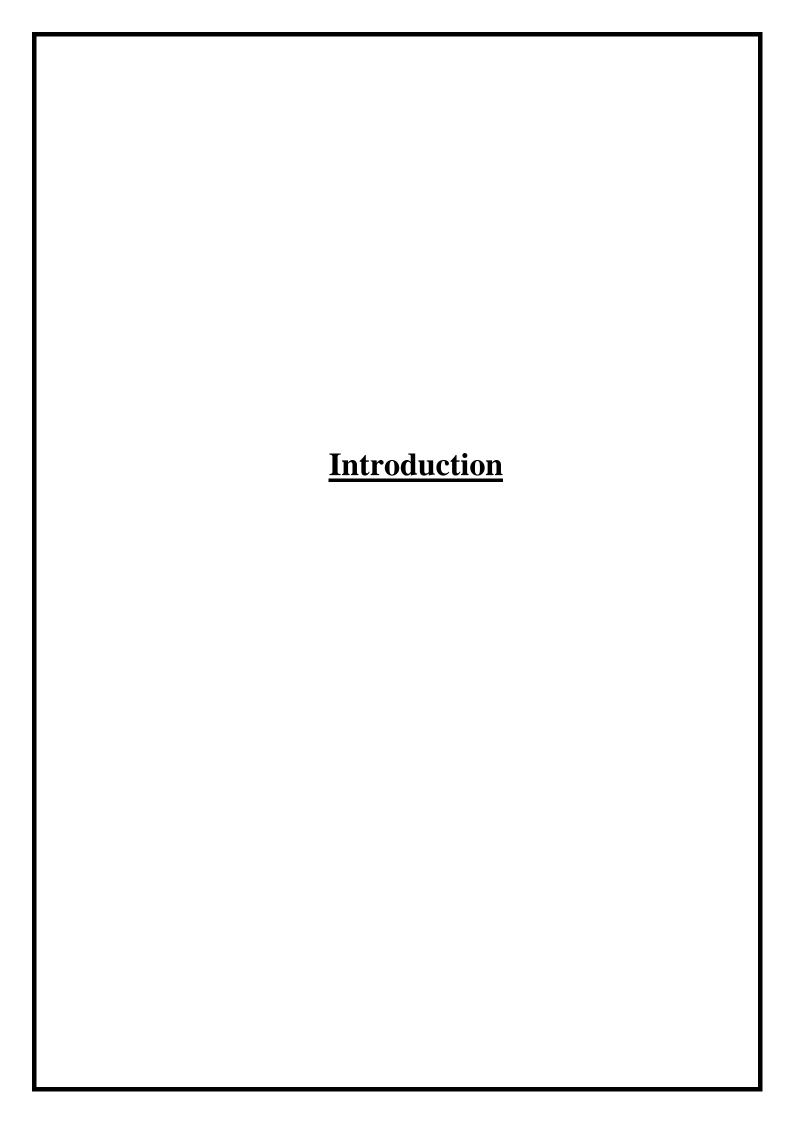
(Algeria)

TBN: Total Base Number

<u>Sommaire</u>

<u>Sommare</u>	
Remerciements	
<u>Dédicaces</u>	
<u>Liste des tableaux</u>	
<u>Liste des figures</u>	
<u>Liste des abréviations</u>	
Résumé Introduction	1
I.1. Lubrification	
I.3. Huiles lubrifiantes	3
I.3.1.Composition des huiles de lubrification	3
I .1.3.1. Huiles de base	3
I .1.3.2. Additifs	4
I .3.2. Propriétés caractéristiques de l'huile lubrifiante	7
I.3.3.Classification des huiles lubrifiantes	11
I.3.3.1. Classification selon la viscosité	11
I.3.3.2. Classification selon le niveau de performance	12
II.1. Présentation de la raffinerie	13
II.1.1. Historique	13
II.1.2. Situation géographique	13
II.1.3. Capacité de production	14
II.1.4. Principales zones.	14
II.2. Fabrication des huiles de base (zone 07)	17
II.2.1. Obtention des coupes distillats (Unité 21)	18
II.2.2. Elimination des asphaltes (Unité 22)	19
II.2.3. Elimination des aromatiques (Unité23)	20
II.2.4. Elimination des paraffines (Unité24)	21
II.2.5.Elimination des impuretés (Unité 25)	22

II.4. Préparation des huiles finies industrielles et moteurs	25
II.4.1. Préparation des huiles industrielles (TISKA46 et TISKAHVI46)	25
II.4.2. Préparation des huiles moteurs (CHELIA TD15W40 et CHELIA TD20W40)	26
II.4.3. Méthodes d'analyses	27
II.4.3.1. Densité (Norme ASTM-D4052)	27
II.4.3.2. Viscosité cinématique (Norme ASTM-D445)	27
II.4.3.3. Indice de viscosité (Normes D 2270)	28
II.4.3.4. Teneur en zinc (Norme LZA AAE3)	29
II.4.3.5. Viscosité apparente CCS (Norme ASTM D5293)	30
II.4.3.6. Point d'éclair (Norme ASTM-D 92)	31
II.4.3.7. Point d'écoulement (Norme ASTM-D 97-17B)	32
II.4.3.8. Basicité totale (TBN)	33
III.1. Résultats physiques et chimiques	35
III.1.1. Densité	35
III.1.2.Viscosité cinématique	35
III.1.3. Indice de viscosité (IV)	37
III.1.4. Basicité (TBN)	39
III.1.5. Teneur en Zinc	39
III.1.6. CCS (démarrage à froid)	40
III.1.7. Point d'éclair (PI)	41
III.1.8. Point d'écoulement (PE)	42
Conclusion	43



Introduction

La découverte du pétrole date de la plus haute antiquité, il est issu de la décomposition de matières organiques végétales ou animales. Elles sont construites avec un ensemble de molécules principalement à base de carbone et d'hydrogène. Son utilisation est large et variée. Le pétrole est raffiné, transformé en plusieurs produits pétroliers distincts tells que les carburants, les huiles minérales, les graisses et les bitumes.

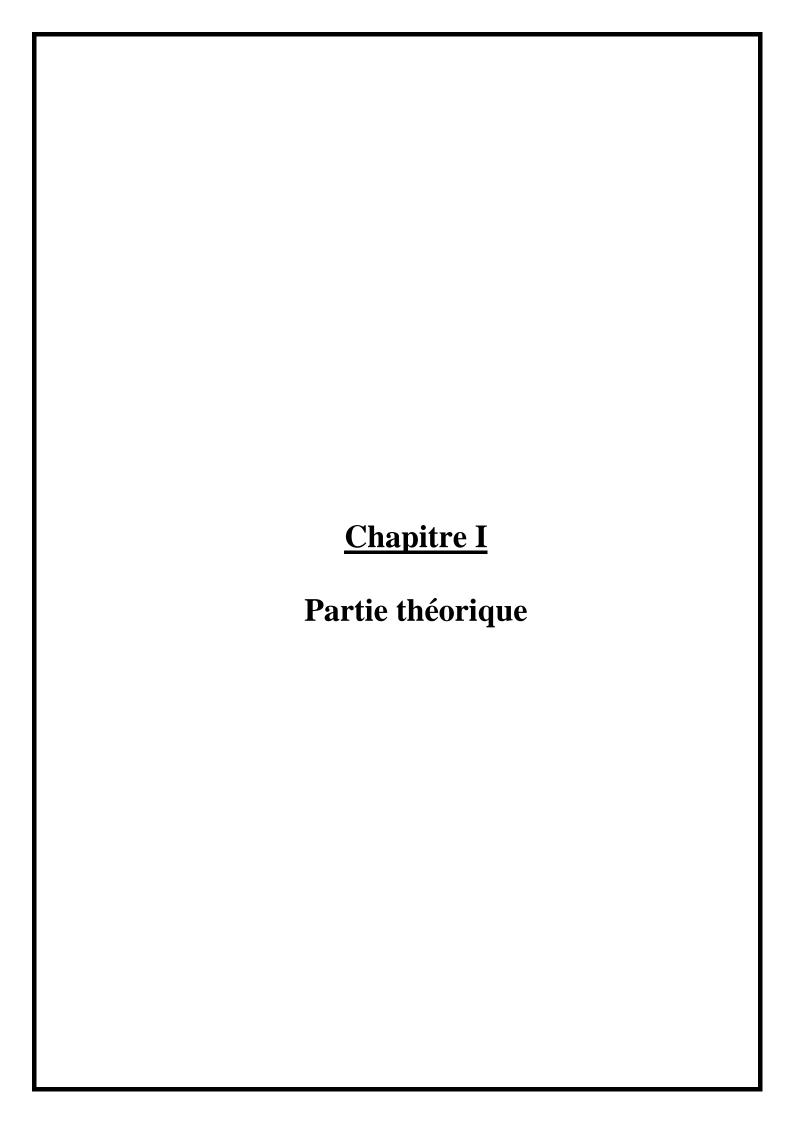
Avant d'obtenir l'huile de base, le pétrole brut est passé par la distillation atmosphérique. Le résidu obtenu après cette dernière subi plusieurs procédés comme la distillation sous vide, le désasphaltage, l'extraction des aromatiques, le déparaffinage et les traitements de finitions. L'huile de lubrification est formulée d'une huile de base, a laquelle est ajouté des additifs pour améliorer certaines de ses propriétés, soit en les renforçant, soit en apportant d'autres propriétés dont l'huile de base est dépourvue.

Assurer une bonne lubrification du moteur repose sur la réalisation d'un mécanisme hydraulique de lubrification bien adéquat et sur la formulation d'une huile disposant de plusieurs propriétés physico-chimiques. A cet effet, plusieurs études tribologiques, chimiques voire hydrauliques se sont intéressées vivement à ce sujet [1].

L'objectif de notre étude consiste d'une part à décrire les déférentes étapes de la fabrication des huiles de base et la production des huiles finies commercialisé. D'autre part, caractériser quatre huiles, deux huiles industrielles TISKA 46 et TISKA HVI46, et les deux autres sont des huiles moteurs CHELIA TD15W40 et CHELIA TD20W40 ; comparer leurs propriétés, dans l'intérêt de contribuer à une meilleure connaissance de la qualité des huiles commerciales et l'effet de améliorant de l'indice de viscosité.

Le présent mémoire est divisé en trois chapitres :

- Le premier chapitre a fait l'objet d'une étude bibliographique sur les huiles lubrifiantes (obtention, propriétés, amélioration, classification...).
- Le deuxième chapitre est relatif à la description des différentes unités de la production et la fabrication des huiles finies de Raffinerie d'ARZEW, et aussi à la présentation du protocole expérimental suivi pour la caractérisation physico-chimique des huiles préparé.
- Le dernier chapitre décrit l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions.



I.1. Lubrification

Le frottement est une caractéristique permettant d'évaluer la sévérité du chargement dans un contact. Ainsi, la lubrification qui consiste à maintenir un film de lubrifiant entre les corps en contact (dentures d'engrenages par exemple) est un moyen efficace pour réduire le frottement et ses conséquences. La présence du lubrifiant dans le contact entre les profils conjugués joue le rôle de film séparateur, c'est le troisième corps, (figure I.1) [2].

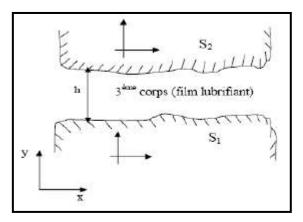


Figure I. 1: Contact lubrifié

Un lubrifiant est un produit qui interposé entre les surfaces d'un mécanisme, en facilite le fonctionnement.

Les lubrifiants peuvent être de produits :

- Gazeux (air);
- Liquides telles que les huiles ;
- Semi-liquide ou semi-solide (graisse);
- Solides (graphite, etc.).

I.2. Rôle des lubrifiants

Les lubrifiants ont plusieurs fonctions principales :

- 1. Réduire les frottements dans les machines et par conséquent économise l'énergie, l'énergie de frottement étant intégralement dissipée en chaleur. La réduction du coefficient du frottement entraine la diminution des températures de fonctionnement des mécanismes.
- 2. Combattre l'usure des surfaces frottantes sous toutes ses formes et les protéger contre la corrosion et la rouille.
- 3. Refroidir les machines en évacuant la chaleur produite dans le contact.
- 4. Contribuer à l'étanchéité aux gaz, aux liquides et aux contaminants solides.
- **5.** Garder propre les surfaces et les circuits en évacuant les produits indésirables (poussières, débris d'usure, ...).

- **6.** Transmettre l'énergie dans les systèmes hydrauliques.
- 7. Absorber les chocs et réduire le bruit.
- 8. Contrôler l'oxydation pour prévenir des changements de viscosité [3].

I.3. Huiles lubrifiantes

I.3.1.Composition des huiles de lubrification

Les huiles de lubrification sont constituées de plusieurs huiles de base et d'un certain pourcentage d'additifs. Ces additifs sont convenablement ajoutés pour améliorer les propriétés naturelles des huiles et leurs conférer des qualités de lubrification. Les huiles de base les plus utilisées sont d'origine minérale extraite du pétrole ou d'origine synthétique [4].

I .1.3.1. Huiles de base

A- Huile à base minérale

Les huiles minérales d'origine pétrolière sont extraites de coupes provenant de la distillation du pétrole brut, ces coupes que l'on nome « distillats », subissent des opérations de raffinage dont la complexité dépend à la fois de l'origine du brut utilisé et de la qualité recherchée pour les produits ; elles couvrent actuellement l'essentiel des besoins les plus courants (plus de 90% du marché) [5]. Dans les huiles minérales, on peut distinguer trois grandes tendances chimiques de caractères spécifiques particuliers ce sont :

• Tendance paraffinique

Les paraffines (Alcanes) C_nH_{2n+2} sont des hydrocarbures saturés linéaires ou ramifiés (isoparaffines). Les paraffines à chaine droite de poids moléculaire élevé augmentent la température de congélation des huiles et doivent être retirées par déparaffinage. Cette famille des huiles riches en hydrocarbures paraffiniques est caractérisée par une bonne stabilité à l'oxydation, une variation relativement faible de la viscosité en fonction de la température, une faible densité et une faible volatilité pour une viscosité donnée [6].

• Tendance naphténique

Les naphtalènes (cycloalcanes) C_nH_{2n} sont des hydrocarbures saturés cycliques et souvent ramifiés. Cette famille des huiles riches en hydrocarbures naphténiques est caractérisée par une stabilité à l'oxydation, une densité relativement élevée, un pouvoir

de solvant relativement élevé et de très grandes caractéristiques d'écoulement aux basses températures [6].

• Tendance aromatique

Les aromatiques sont des structures insaturés cycliques, très dense généralement, leurs indices de viscosités sont très bas ou même négatifs. Sont facilement oxydables et provoquent la formation des asphaltiques accompagnés de dérivés corrosifs, il est nécessaire de les éliminés au maximum par raffinage pour obtenir des bases lubrifiants de bonne qualité [6].

B- Huile synthétique

Les huiles synthétique sont produites par des réactions telles que l'alkylation, la polymérisation et l'estérification, elles incluent des hydrocarbonés synthétiques (alkyl aromatique et polyester), des esters organiques (esters d'acide dicarboxylique, esters de polyol et polyester) et divers autres produits organiques (ester de polyphatepolyalkylène glycol).

A l'origine, les bases synthétiques ont été développées pour remplir le manque temporaire d'huile minérale naturelle sur les marchés internationaux et résoudre des problèmes de lubrification particulièrement difficiles, on peut citer comme exemples les fluides de haute stabilité thermique, les fluides difficilement inflammables et les lubrifiants pour l'aviation [7].

I.1.3.2. Additifs

Les additifs de lubrification sont des substances que l'on ajoute à l'huile dans le but d'améliorer ses propriétés naturelles et lui en conférer de nouvelles. Convenablement ajoutés à une huile de base, Les additifs sont très nombreux et de toutes sortes, chacun ayant une fonction bien définie. Certains servent à atteindre le niveau de performance voulu pour un lubrifiant et d'autres servent à corriger un défaut ou améliorer les propriétés rhéologiques de l'huile.

La formulation d'un lubrifiant se compose généralement de deux éléments fondamentaux : un mélange de bases (minérales et/ou synthétiques), auxquelles on rajoute une quantité d'additifs de 5 jusqu'à plus de 20 % en masse .Voici les rôles de certains de ces additifs [8].

Additifs anti-usure

En général, ces additifs sont élaborés à base de soufre, de phosphore, de zinc et d'oxygène. Ils offrent à l'huile l'aptitude à protéger les surfaces métalliques contre les détériorations d'origine adhésive, corrosive et abrasive.

Ces additifs agissent par la formation d'un film sacrificatoire pendant la lubrification remplaçant ainsi le contact métal-métal par un contact chimique-chimique [1].

Additifs extrême-pression

Ces composés sont à base de soufre, de phosphore et/ou de chlore... [9]. Ils rendent l'huile apte à protéger les surfaces contre l'usure adhésive dans des conditions de fonctionnement très sévères de point de vue tribologique. Ces conditions se manifestent par de très fortes températures de contact et de très hautes pressions suite à de fortes charges associées à de grandes vitesses de glissement et à des chocs de charge [10].

L'activité des additifs extrême-pression se déclenche sous l'effet de l'énergie thermique de frottement. Et ce, par décomposition chimique qui libère des éléments actifs tels que le soufre ou le chlore qui attaquent le métal au niveau des aspérités [9].

• Additifs détergents

Les additifs détergents sont essentiels dans la fabrication des huiles de lubrification. Ils sont à base de calcium ou de magnésium, ils assurent un bon état de propreté des pièces par le nettoyage du moteur des dépôts indésirables formés par les impuretés et les résidus de la combustion souvent incomplète [9]. Ces dépôts plus ou moins épais prennent place sur plusieurs parties du moteur notamment dans les gorges des pistons [11].

• Additifs dispersants

Les additifs dispersants contiennent souvent de l'azote et parfois du bore. Ils sont destinés à maintenir en fine suspension les impuretés (particules de carbone, poussières, microparticules métalliques) qui viennent souiller l'huile au cours de son utilisation en les véhiculant vers le dispositif de filtration. Ils jouent un rôle très important dans la maintenance de l'état de l'huile de lubrification [12]. Les particules métalliques abrasives résultant de l'usure des pièces mobiles du moteur ont toujours tendance à se déposer au carter. Les additifs dispersants ont pour rôle d'évacuer ces particules lors de l'opération de vidange en les gardant suspendues dans l'huile [8].

• Additifs améliorant l'indice de viscosité

Les additifs améliorant l'indice de viscosité sont des polymères hydrocarbonés pouvant contenir de l'oxygène et parfois de l'azote, Il s'agit le plus souvent des polymétacrylates d'alkyles(PMA) de masses molaires élevées et des copolymères d'oléfines (OCP)

Ils ont pour rôle de diminuer la variation de la viscosité de l'huile en fonction de la température afin de lui conserver sa qualité lubrifiante initiale [13].

Additifs antimousses

Les additifs anti-mousses sont souvent à base de silicium et ont pour rôle de réduire le moussage et la formation de bulles d'air causés par l'agitation du lubrifiant. Ils diminuent la tension de surface du fluide lubrifiant et facilitent la séparation des bulles de la phase liquide pour éviter l'oxydation précoce du lubrifiant et les défauts de lubrification [14]. Ils permettent de corriger la tendance au moussage du lubrifiant (à cause des dispersants et détergents). Ce produit est présent dans le lubrifiant au niveau de quelques ppm. Ils sont souvent à base de silicones de très hautes masses molaires, insolubles dans l'huile. Ils agissent en s'intercalant à l'interface liquide/air et préviennent du fait de leur faible tension de surface la formation de mousse stable par coalescence rapide des bulles d'air [10].

• Additifs antirouille

Les additifs antirouille sont des composés chimiques pouvant contenir du calcium, du magnésium, du phosphore et de l'azote. Ils ont pour rôle d'empêcher la formation de la rouille sur les surfaces des différentes pièces du moteur [15].

Les antirouilles protègent contre la corrosion humide. Ce rôle est aussi assuré par les détergents et dispersants, en particulier les sulfonâtes de calcium et/ou de magnésium [10].

Additifs antioxydants

Les additifs antioxydants servent à s'opposer au phénomène d'oxydation. Nous distinguons deux classes :

- ➤ Antioxydants primaires, généralement des amines, des sulfides ou des phénols, bloquent les réactions radicalaires.
- Antioxydants secondaires à base de zinc et de phosphore tel que le DTPZn ont pour rôle de décomposer les produits dérivés des réactions d'oxydation [14]. Ils résistent à l'oxydation des huiles et allongent la durée de vie du lubrifiant. Ils agissent sous plusieurs formes selon leurs structures chimiques. Par exemple les composés phénoliques, phénates, amines aromatiques, sont des inhibiteurs radicalaires qui agissent sur l'amorçage de l'oxydation ; tandis que les dialkyldithiophosphates de zinc (DTPZn) sont des destructeurs d'hydroperoxydes qui ralentissent la propagation de la réaction d'oxydation [10].

Additifs anticorrosifs

Ceux-ci forment un film protecteur de passivation contre la corrosion acide provenant des gaz de combustion. Ce rôle est aussi assuré par les détergents et dispersants [13].

• Abaisseurs de point d'écoulement

Le point d'écoulement est la température minimale pour laquelle l'huile coule encore. Les abaisseurs de point d'écoulement, comme par exemple les polymétacrylates (PMA) de faibles masses moléculaires, servent à perturber le processus de cristallisation des paraffines contenues dans les huiles de base. On a donc une meilleure fluidité du lubrifiant à basse température [13].

• Réducteurs de frottements

Ils réduisent le coefficient de frottement grâce à des composés polaires qui s'adsorbent sur les surfaces métalliques pour former un film anti-frottement à faible résistance au cisaillement. Les produits les plus actifs sont les dialkyldithiophosphates de zinc (DTPZn), les dialkyldithiocarbamates de molybdyle, ainsi que les triborates de potassium [16].

I .3.2. Propriétés caractéristiques de l'huile lubrifiante

Un lubrifiant destiné pour une application bien déterminée doit présenter des propriétés bien définies pour cet emploi. Ces propriétés sont indiquées dans un cahier des charges, une norme ou une spécification. Certaines sont reprises, sous forme résumée, dans les fiches techniques destinées aux utilisateurs [17].

1. Couleur

La couleur d'une huile de base est d'autant plus claire qu'elle est mieux raffinée. Pour les huiles de pétrole, elle varie généralement du blanc pur au rouge foncé en passant par le jaune citron et le jaune orange, on l'évalue par comparaison avec des verres étalons numérotés en colorations N.P.A (National Petroleum Association). La présence d'additifs assombris pratiquement toujours les huiles de base [3].

2. Masse volumique

La masse volumique d'un liquide à une température donnée est la masse de l'unité de volume. Pour les produits pétroliers, elle est mesurée à 15 °C et exprimée en kg/m³ ou encore en kg/dm³ ou g/cm³ [3].

3. Densité

La densité d'une substance est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps de référence. Elle se mesure à 15 °C par rapport à l'eau à 4 °C. Les valeurs courantes pour les huiles de pétrole s'étalent entre 0,85 et 0,95, et dépendent de l'origine des produits. Certains lubrifiants synthétiques ont des densités bien plus élevées, jusqu'à 1,5 [3].

4. Viscosité

De toutes les propriétés des huiles, la viscosité est certainement la plus importante. Elle détermine les pertes en frottement, la capacité de charge et l'épaisseur du film d'huile. Selon la norme NF T60.100 de novembre 1959, la viscosité d'un liquide est la propriété de ce liquide, résultant de la résistance qu'opposent ses molécules à une force tenant à les déplacer par glissement dans son sein. Ainsi la viscosité d'un fluide est la résistance opposée par ce fluide à tout glissement interne de ses molécules les unes sur les autres. Autrefois, la viscosité s'appelait coefficient de frottement interne [7].

- Viscosité dynamique

La viscosité dynamique ou absolue est la viscosité qui intervient dans les calculs d'épaisseur de film d'huile. Elle est déduite de la loi de Newton régissant l'écoulement laminaire d'un fluide visqueux entre une surface S mobile animée d'une vitesse u et une surface fixe distante de la surface mobile d'une distance h' égale à l'épaisseur du film d'huile. Le déplacement relatif des deux surfaces nécessite un effort F destiné à vaincre la résistance tangentielle au frottement visqueux du fluide (**figure I.2**).

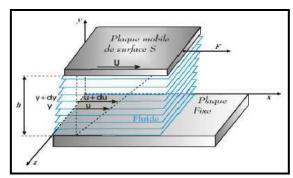


Figure I. 2: Ecoulement newtonien dans un film d'huile

Pour la majorité des liquides visqueux, comme les huiles de base minérales et la plupart des huiles de synthèse, le rapport (F/S) est proportionnel au rapport du/dh' (liquides newtoniens), le facteur de proportionnalité η étant le coefficient de viscosité dynamique ou simplement la viscosité dynamique [18].

On a:

$$\frac{\mathbf{F}}{\mathbf{S}} = \mathbf{\eta} \frac{\mathbf{d}\mathbf{u}}{\mathbf{d}\mathbf{h}} \tag{I.1}$$

L'unité de viscosité dynamique dans le système international (SI) est le Pascal.Seconde (Pa.s).

Viscosité cinématique

La viscosité donnée dans les fiches techniques des lubrifiants est la viscosité cinématique v. Elle est déduite de la mesure du temps d'écoulement d'un certain volume d'huile dans un tube capillaire, conformément à la loi de poiseuille [17].

Il existe une relation entre les deux viscosités cinématique et dynamique :

$$v = \frac{\eta}{\rho} = kt \tag{I.2}$$

Avec:

 ρ : masse volumique (kg/m³);

η: viscosité dynamique (Pa .s);

k: constante du tube ;

t: temps d'écoulement de l'huile (s).

La viscosité cinématique est exprimée en mm²/s ou en Stokes « St » (1St =1cm²/s) [18].

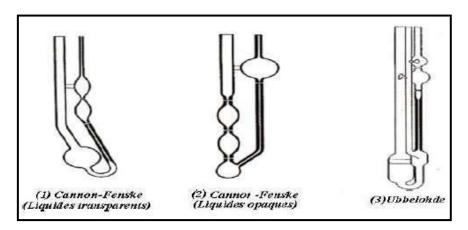


Figure I. 3 : Différents modèles des tubes viscosimétriques

5. Indice de viscosité

L'indice de viscosité traduit la variation de la viscosité en fonction de la température. Plus l'indice de viscosité est grand, moins la viscosité varie [19]. Il est déterminé soit a partir des mesures des viscosités cinématiques effectuées respectivement à 40°C et à 100°C et en utilisant l'abaque de Groff, soit en utilisant un programme de calcul spécifique [20].

6. Point d'écoulement

Le point d'écoulement est la température la plus basse à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie, sans agitation et dans des conditions normalisées. Il est exprimé en degrés Celsius, il est considéré comme caractéristique principale pour le choix des huiles de base [4].

7. Point d'éclair ou point de feu

A partir d'une certaine température, les constituants volatils de l'huile peuvent bruler au contact d'une flamme, c'est le point éclair. Si on chauffe davantage, il arrive un moment ou la combustion devient permanente, c'est le point de feu. Ces deux températures sont très variables avec les paramètres locaux et en particulier avec la présence d'eau en suspension dans l'huile [3].

8. Indice d'acidité

L'indice d'acidité est le nombre de milligramme de potasse nécessaire à la neutralisation des acides contenus dans un gramme d'huile (mg KOH/ g d'huile) [21].

9. Indice de basicité

L'indice de basicité est le nombre de milligrammes de potasse stoechiométriquement équivalent à la quantité d'acide nécessaire pour la neutralisation des constituants basiques contenus dans un gramme d'huile [21].

10. Teneur en eau

On peut définir la teneur en eau comme la quantité d'eau contenue dans un produit, exprimée en pourcentage du poids ou de volume de ce produit. L'eau est l'un des principaux ennemis des lubrifiants [22].

I.3.3.Classification des huiles lubrifiantes

Il existe principalement deux types de classification pour les huiles, qui sont différents mais également complémentaires.

I.3.3.1. Classification selon la viscosité

Il existe dans le monde trois organismes qui s'occupent de classer les huiles selon leur viscosité :

- L'ISO (International Organisation for Standardization);
- La SAE (Society of Automotive Engineers);
- L'AGMA (American Gear Manufacturers Association).

A- Classification ISO-VG

Le grade ISO fait référence pour déterminer la viscosité des huiles industrielles, il permet de caractériser la consistance de l'huile. Dans cette ISO-VG (International Organisation for Standardization – Viscosity Grade), 18 classes de viscosité sont définies. Chaque classe représente la viscosité à 40°C. Plus le chiffre est élevé, plus la viscosité de l'huile est importante [20].

B- Classification SAE

La classification internationale adaptée pour les huiles pour moteurs et les huiles pour transmissions est celle de la SAE américaine (Society of Automotive Engineers), basée sur la viscosité [23].

La viscosité d'une huile moteur s'exprime par deux grades, un grade à froid et un grade à chaud. Le grade à froid se situe devant la lettre W (Winter), il traduit la viscosité dynamique à froid : la capacité à démarrer le moteur et à amorcer la pompe à huile : 0W, 5W, 10W, 15w. Plus le chiffre est faible, plus l'huile est fluide à basse température.

Le grade à chaud traduit la viscosité cinématique à chaud (100°C) : 20, 30, 40, 50, 60. Plus ce chiffre est élevé, plus la viscosité de l'huile sera importante aux hautes températures, et donc aura une meilleure tenue [24].

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

C- Classification AGMA

AGMA « American Gear Manufacturers Association » s'occupe des huiles de boites d'engrenages industrielles. Elle définit 9 gammes de viscosité [23].

I.3.3.2. Classification selon le niveau de performance

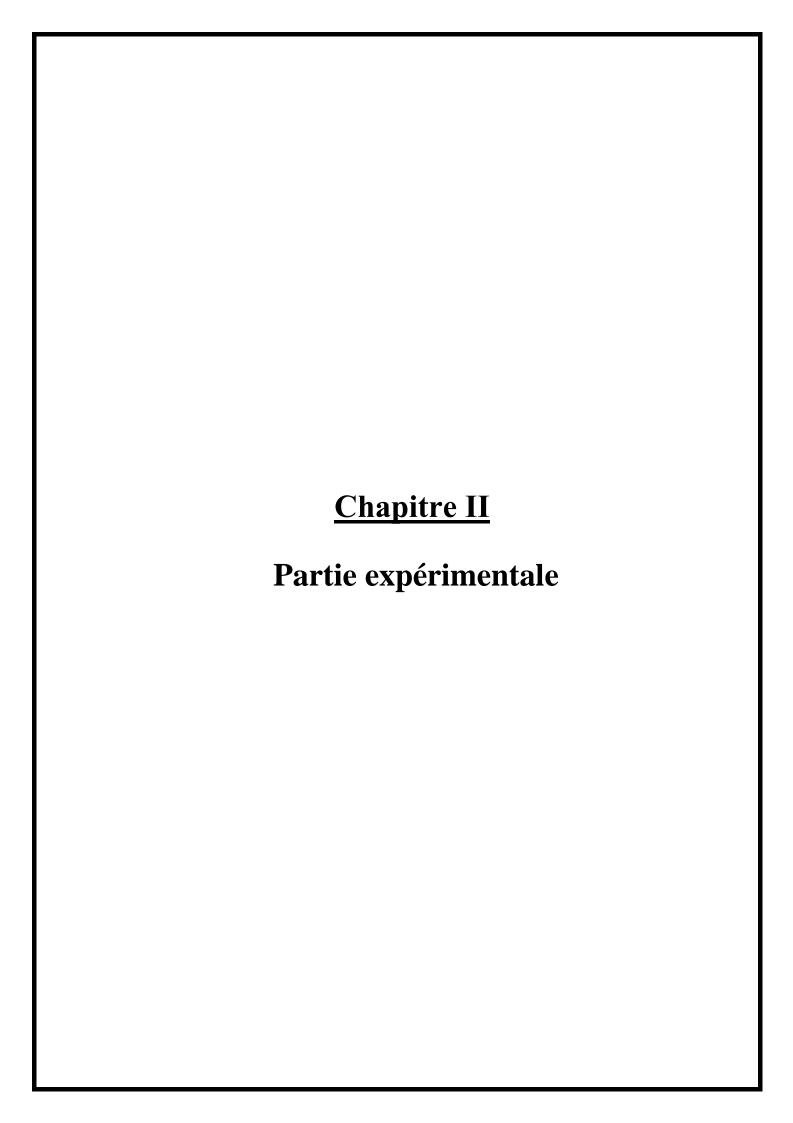
La classification qui se réfère seulement à la viscosité, ne donne pas une réponse définitive au niveau qualitatif. Des grandes organisations ont rédigé des spécifications, en fonction des prestations, qui sont exigées des huiles [24].

A- Norme ACEA

L'ACEA (Association des Constructeurs Européens) propose ses propres classifications pour les véhicules européens dont les moteurs ont souvent des performances et donc des exigences spécifiques plus élevées que les moteurs américains. Elle a été créée en 1991 en remplacement de la classification C.C.M.C (Comité des constructeurs d'automobile du marché commun) [19].

B- Norme API

L'API (l'American Petroleum Institute) est une association commerciale Américaine pour l'industrie du pétrole et du gaz naturel. Pour les huiles à moteur, le service API s'indique avec deux lettres, la première indique le type de carburant utilisé dans le moteur (S =Essence et C =Diesel), la deuxième indique la performance. Plus la lettre est élevée dans l'alphabet, plus la performance est importante [24].



II.1. Présentation de la raffinerie

II.1.1. Historique

La raffinerie de pétrole d'Arzew est l'une des unités les plus productives qui participent au développement du pays, étant donné que le traitement et la transformation locale des richesses de notre sous sol sont beaucoup plus rentables en comparaison à leur exportation à l'état brut.

La raffinerie a été réalisée dans le cadre du premier cadre du plan quinquennal 1970 - 1975, la construction du complexe a été confiée à la société japonaise (Japon Gasoline Corporation) et la pose de la première pierre a eu lieu le 19 Juin 1970. Le démarrage des unités a été lancé à partir du mois de Juillet 1972 pour les utilités et en Mars 1973 pour l'ensemble des autres unités [25].

II.1.2. Situation géographique

La raffinerie d'Arzew est située dans la zone industrielle sur le plateau d'El Mahgoun à deux kilomètres de la ville d'Arzew et environ 40 kilomètres de la ville d'Oran. Elle occupe 170 hectares et se situe au voisinage du port d'Arzew on permettant les enlèvements par bateaux des produits finis [25].



Figure II. 1: Complexe de la raffinerie par satellite

II.1.3. Capacité de production

La raffinerie traite 2,5 millions de tonnes par an de pétrole brut saharien et 280.000 tonnes de pétrole réduit importé destiné à la fabrication des bitumes, pour une capacité annuelle de production de différents produits [25].

Tableau I. 1 : Capacité de production de la raffinerie

Produits	Tonne/an
Gazole	115 1171
Fuel BTS	711 120
Naphta	351 391
Essence normale	229 289
Essence super	213 540
Bitume routier	184 144
Huile de base	143 460
Huile finie	140 431
Butane	86 163
Kérosène	83 589
Fuel HTS	59 205
Propane	27 747
Bitume oxydé	21 153
Graisse	2 413
Paraffine	246

Afin d'augmenter la capacité de production de lubrifiants, une nouvelle extension de ces installations fût réalisée en 1982 pour une production de 120.000 tonnes / an de lubrifiants assurant aussi la couverture du marché national.

II.1.4. Principales zones

Le complexe RA1Z est constitué de plusieurs zones ayant des activités spécifiques.



Figure II. 2: Plan de masse de la raffinerie d'ARZEW

• Zone 3 : Utilités

Cette zone assure la production et la distribution de :

- La vapeur d'eau;
- L'eau distillée;
- L'électricité;
- L'air comprimé;
- L'eau de refroidissement nécessaire au fonctionnement des équipements industriels.

• Zone 4: Production des Carburants

Cette zone comporte trois unités :

- Unité 11 : Topping ou distillation atmosphérique ;
- Unité 12 : Reforming catalytique ;
- Unité 13 : Gaz plant ou séparation des gaz de pétrole liquéfiés.

• Zone 6: Production des huiles finies, des graisses et des paraffine

- Unité 51 : Fabrication et remplissage des huiles finies ;
- Unité 52 : Production et conditionnement des graisses ;

- Unité 53 : Traitement de la paraffine ;
- Unité 54 : Moulage de la paraffine.
- Zone 7: Production des huiles de base (lubrifiants I)

Elle comporte 5 unités :

- Unité 21 : Distillation sous vide ;
- Unité 22 : Désasphaltage au propane ;
- Unité 23 : Extraction au furfural ;
- Unité 24 : Déparaffinage des huiles et déshuilage des paraffines ;
- Unité 25 : Hydrofinishing.

• Zone 10: Production des bitumes routiers et oxydés

Elle se subdivise en 2 unités :

- Unité 14 : Flash ou sous vide pour la production de bitume routier ;
- Unité 15 : Fabrication de bitume oxydé.

• Autres zones :

- Zone 5 : Lubrifiant II : Analogue à la zone 7 ;
- Zone 19 : Analogue à la zone 3 ;
- Unité 3000 : Analogue à la zone 6 ;
- Zone 8 : Stockage intermédiaire des huiles de base ;
- Zone 11, 12, 13 : Stockage du pétrole brut ;
- Zone 20 : Stockage des produits chimiques ;
- Zone 26 : Stockage G.P.L (Sphères) ;
- Zone 28 : Stockage des carburants ;
- Zone 29 : Stockage du brut réduit importe (BRI) ;
- Zone 30 : Stockage et expédition des produits finis.

• Laboratoire de contrôle

Durant toutes les étapes de raffinage au niveau des différentes unités, les produits semi-finis et finis sont soumis selon un programme bien défini à un contrôle de qualité rigoureux au niveau du laboratoire. Avant tout transfert ou expédition de produit fini, un certificat de qualité attestant la conformité de ce produit aux spécifications est établi.

Le laboratoire contrôle aussi la qualité des eaux, les rejets et procède aux analyses des différents échantillons spéciaux.

• Service prévention

Il assure les travaux de maintenance, les animations (photos et conseils sensibilisant sur les lieus de travail), l'hygiène de l'unité, et les statistiques des accidents de travail (en utilisant l'arbre des causes).

• Service intervention

Il assure l'entretien des équipements de lutte contre l'incendie (fixe et mobile), la formation du groupe d'intervention de réserve(GIR), la gestion des produits extincteurs, les travaux de maintenance, l'exécution du planning de sauvetage journalier et du programme d'exercices des plans d'attaques contre les incendies [25].

II.2. Fabrication des huiles de base (zone 07)

Les installations de fabrication des huiles regroupent un ensemble de cinq unités distinctes, complémentaires et disposées enchaîne, ayant chacune un procédé de traitement spécifique. Le schéma présenté voir **figure II.3** ci-après décrit la chaîne classique du raffinage des huiles de base et explique l'objectif recherché à travers le procédé de chaque unité.

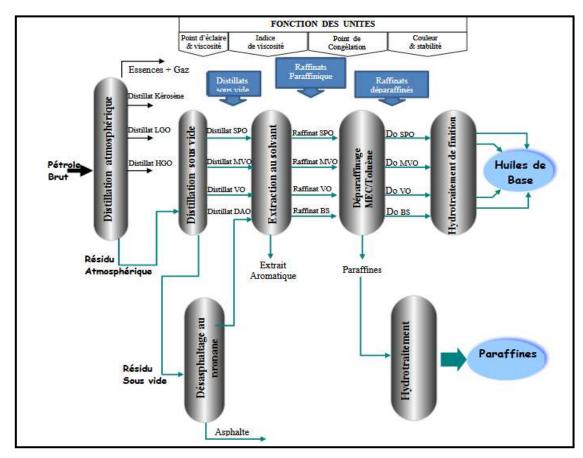


Figure II. 3: Chaîne de fabrication des huiles de base

II.2.1. Obtention des coupes distillats (Unité 21)

L'unité de distillation sous vide a été conçue pour obtenir diverses coupes (distillats) et un résidu sous vide (RSV) partir du brut réduit atmosphérique (BRA) ; qui sont considérés comme matière de base pour la production des huiles lubrifiantes de haute qualité.

Description du procédé

Distillation de 395°C, pénètre la charge chauffée à la température de service est tangentiellement dans la zone de flash de la colonne sous vide où elle est séparée en deux phases vapeur et liquide. La phrase vapeur ascendante est fractionnée en quatre coupes latérales au contact de deux reflux circulants, tandis que le liquide descendant dissout quelques fractions légères est strippé avec de la vapeur surchauffe injectée au fond de la colonne.

Ces fractions légères seront récupérées dans les coupes latérales en distillats.

La condensation des produits est assurée par l'injection de la quantité de reflux nécessaire pour satisfaire le bilan enthalpique de la colonne [25].

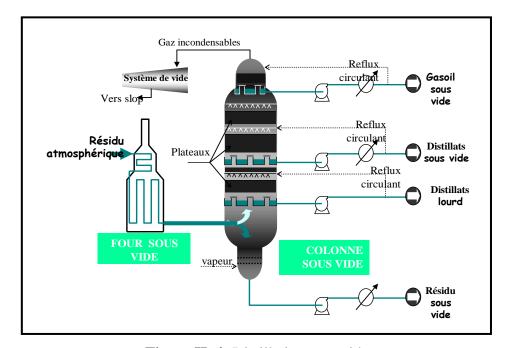


Figure II. 4: Distillation sous vide

II.2.2. Elimination des asphaltes (Unité 22)

La séparation l'huile / Asphalte sous l'action du solvant présente une analogie complète avec le fractionnement dans une colonne de distillation sous vide qui a pour but d'extraire l'asphalte et l'obtention d'un produit principal, l'huile désasphaltée ou DAO.

Description du procédé

Dans ce procédé le contact à contre courant entre le résidu sous vide et le propane liquide se fait dans un contacteur à disques rotatifs (RDC).

L'huile contenant l'asphalte, les résines et les aromatiques est fractionnée en deux parties : mélange de DAO / solvant et Asphalte / solvant, le propane dissous l'huile et précipite l'asphalte.

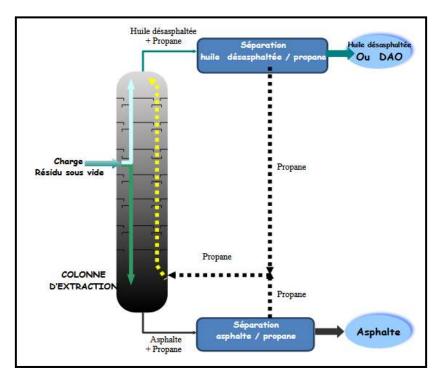


Figure II. 5: Désasphaltage au propane

II.2.3. Elimination des aromatiques (Unité23)

Ce procédé est basé sur la propriété de certains solvants à dissoudre les aromatiques ; le furfural a été choisi dans cette unité d'extraction vu ses avantages à séparer les :

- Aromatiques des hydrocarbures contenus dans les distillats de l'unité 21.
- L'huile désasphaltée de l'unité 22 pour améliorer l'indice de viscosité (VI).

o Description du procédé

Vu la propriété d'oxydation du furfural en présence d'air atmosphérique ou l'air dissous dans la charge , un désaérateur est prévu pour éliminer les gaz .

L'huile reprise au fond du désaérateur est envoyée dans la tour d'extraction (RDC) à contre courant, le furfural de densité supérieure à celle de l'huile est injecté au sommet de RDC. Il rencontre en descendant le courant d'huile dont il dissout une partie.

On obtient ainsi deux phases séparées :

- Une phase qu'on appelle " raffinat " : riche en huile de nature paraffinique à haut indice de viscosité.
- Une phase qu'on appelle " extrait " : riche en furfural, contenant les composés aromatiques [25].

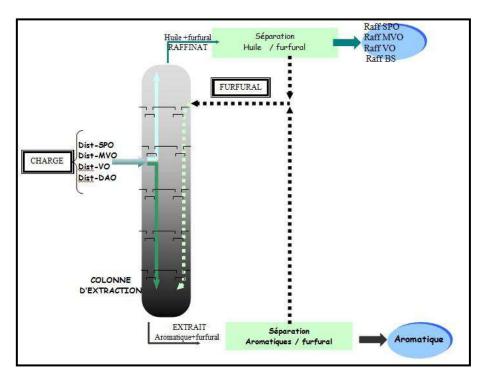


Figure II. 6: Extraction au furfural

II.2.4. Elimination des paraffines (Unité24)

Cette technique a été perfectionnée par l'addition d'un solvant idéal, qui doit dissoudre complètement l'huile et n'a aucun pouvoir solvant vis à vis de la paraffine

Dans la pratique on utilise les deux solvants suivants :

- Le toluène : C'est un excellent solvant de l'huile, mais il a également un bon pouvoir solvant pour la paraffine.
- Le Méthyle Ethyle Cétone (MEC) c'est un anti solvant, qui dissout moins bien les huiles, mais il précipite très bien la paraffine

En mélangeant ces deux catégories de solvants dans des proportions convenables (généralement 50 % * 50 %), on obtient le solvant idéal.

Description du procédé

L'amélioration des propriétés à froid des huiles de base va être obtenue en provoquant avec l'aide du solvant MEC / Toluène, la précipitation des molécules indésirables. Cette précipitation a lieu dans la section de cristallisation qui a pour fonction de procéder au mélange huile / solvant et le refroidir à la température de filtration.

Le mélange est alors distribué dans une batterie de filtres rotatifs disposés en parallèle. La phase liquide est récupérée dans le ballon de filtrat. La phase cristalline est récupérée dans le ballon de paraffine, après on récupérer le solvant dans chacune des deux phases [25].

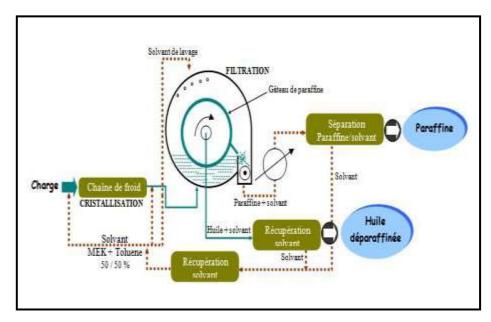


Figure II. 7: Déparaffinage au MEC/Toluène

II.2.5.Elimination des impuretés (Unité 25)

Il reste à stabiliser les huiles qui ont été extraites ; en éliminant les éléments altérables à la chaleur et à l'air qu'elles peuvent encore contenir.

L'hydrogénation des huiles en présence du catalyseur cobalt - molybdène est connue comme étant un excellent traitement finisseur des huiles déjà traitées par solvant.

Les réactions d'hydrofinissage sont essentiellement caractérisées par la rupture des liaisons :

$$C - S$$
, $C - O$ et $C - N$.

Elles conduisent à la formation d'hydrocarbures et à l'élimination du soufre, de l'azote et d'oxygène sous forme de complexes tels que H_2S , NH, et H_2O .

o Description du procédé

Le traitement consiste essentiellement à faire passer le mélange d'huile lubrifiante et gaz riche en hydrogène à travers un four pour élever sa température de traitement, puis à travers le lit catalytique dans le réacteur. L'huile et le gaz quittant le réacteur sont séparés par détente en deux étages.

Le gaz provenant de deux étages est dirigé vers le réseau gaz de la raffinerie, tandis que l'huile provenant du second étage est débarrassée de ses produits légers dans un stripper qui reçoit une injection de vapeur ; ensuite séchée dans une tour sous vide. On obtient par la suite des huiles stables, de meilleure couleur et de bon indice de viscosité [25].

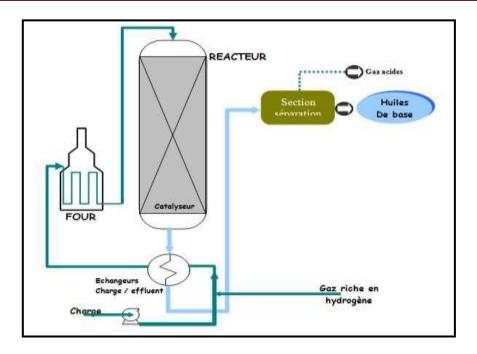


Figure II. 8: Hydrofinishing

II.3. Définition des huiles finies

Ce produit complexe est élaboré par un mélange d'une huile de base minérale et des additifs de performance, ajoutant chacun une propriété particulière afin d'améliorer le rôle de ces huiles. Les lubrifiants sont souvent constitués d'huile de base et des additifs.

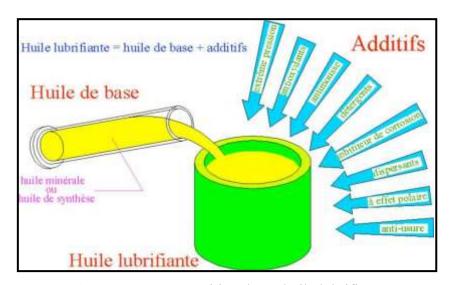


Figure II. 9: Composition d'une huile lubrifiante

La zone 6 est composée de trois unités de fabrication de produits finis

- Unité 51 : mélange des huiles ;
- Unité 52 : fabrication des graisses ;
- Unité 53/54 : traitement et mélange de la paraffine- (unité à l'arrêt-).

- Unite 51 : Mélange des huiles

Cette unité se compose de deux systèmes de mélange

A. Système de mélange en discontinu

- Ils servent pour la fabrication des huiles ;
- Les huiles de base sont chargées dans des bacs de mélange en passant par les débitmètres. Elles sont aspirées par des pompes à partir des bacs huiles de base - T801 à 807-;
- Une partie de la quantité totale est envoyée dans des récipients de pré mélange, elle est réchauffée, agitée avec la quantité d'additif à injectée, ensuite elle est transférée dans le ballon de stockage et de mélange;
- Si le produit est conforme on délivre un ordre de remplissage pour le conditionnement avec certificat de qualité dans le cas contraire on procède à la correction.

Pour cette dernière ; deux cas se posent:

- 1. Une sous- additivation nécessite un appoint d'additif;
- 2. Une sur- additivation nécessite un appoint de huiles de base.

B. Système de mélange en continue

- Chaque module de la mélangeuse est connecté a des manifolds via des flexibles.
- Chaque manifold découle une d'huile de bases (VO-MVO-SPINDLE-BS).
- D'autres manifolds découles des additifs qui sont stocké dans bacs de pré mélanges.
- Le principe est le suivant: Au démarrage d'une recette de mélange, les huiles et additifs qui sont utilisés pour la conception de ce type de grade d'huile est aspirés via des pompes avec la température adéquate. Ces huiles sont injecté dans les modules de la mélangeuse tous en même temps

Ces différents huiles et aditifs sont ensuite mélangé via un mixeur au niveau de la mélangeuse, qui seront ensuite transfère vers des bacs de stockage a travers des pompes boosters (30 000-40 000 kg/h) (35t-40t). Pendant le mélange une jauge manuelle se trouve après le mixeur qui sert pour prendre des échantillons. Cet échantillon est analysé et après obtention des résultats correspondants aux normes on procédera à la commercialisation de ce produit finie.

VISCOPLEXE

Avantage de cette mélangeuse:

- Gains de temps pour vendre le produit finis (un grade d'huile prend 3h à 4h pour être commercialisé au lieu de 24h).
- Précision des résultats (la correction avec l'ILB est presque nul).
- Réduction du travail pénible pour les opérateurs (Dépotage additif se fait de façon automatique [25].



Figure II. 10 : Remplissage des huiles finies

II.4. Préparation des huiles finies industrielles et moteurs

II.4.1. Préparation des huiles industrielles (TISKA46 et TISKAHVI46)

La préparation des huiles industrielles est réalisée en mélangeant les huiles de bases avec les différents additifs. Les mélanges ont été agités pendant 15 min à une température de 60°C. Les quantités des huiles de bases et des additifs utilisées lors de ces préparations sont regroupées dans le **tableau II.2.**

	TISK	XA 46	TISKA HVI46		
Composants	Pourcentage	Poids	Pourcentage	Poids	
	(%)	(g)	(%)	(g)	
MVO	68	340	85,44	427,2	
vo	31,34	156,7	9,3	46,5	
OLOA26008A	0,66	3,3	0,66	3,3	
OLOA19803	/	/	0,2	1	

Tableau II. 2: Formulation des huiles industrielles préparées

4,4

22

L'image suivante montre deux échantillons des huiles industrielles préparées.

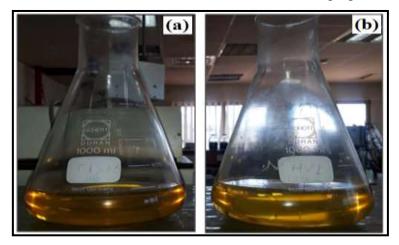


Figure II. 11: Huiles industrielles préparées, (a): TISKA46; (b) TISKA HVI46

II.4.2. Préparation des huiles moteurs (CHELIA TD15W40 et CHELIA TD20W40)

Premièrement, une quantité de PARATONE8900 est dissoute dans une quantité de l'huile de base MVO, le mélange est maintenu sous agitation pendant 10 h à 200°C.

Après solubilisation complète de PARATONE8900, l'huile de base VO et les autres additifs ont été ajoutés au mélange précédent. Le **tableau II.3** récapitule les concentrations utilisées en huile de base et en additifs.

Tableau II. 3: Formulation de l'huile moteur préparée

	CHELIA	TD15W40	CHELIA '	TD20W40
Composants	Pourcentage	Poids	Pourcentage	Poids
•	(%)	(g)	(%)	(g)
MVO	78,75	393,73	17,6	88
vo	8,75	43,75	70,4	352
OLOA59762	11,2	56	11.2	56
OLOA19803	0,3	1,5	0,3	1,5
PARATONE8900	1	5	0,5	2,5

II.4.3. Méthodes d'analyses

Les deux huiles préparées ont été analysées par différentes techniques :

II.4.3.1. Densité (Norme ASTM-D4052)

Une petite fraction (normalement inférieure à 1 mL) de l'échantillon d'essai est introduite dans une cellule pour échantillon à température contrôlée. La fréquence d'oscillation est notée et la masse volumique de l'échantillon d'essai est calculée en se servant des constantes de la cellule préalablement déterminées par mesure des fréquences d'oscillation quand la cellule est remplie de fluides d'étalonnage de masse volumique connue.

Mode opératoire

- Rincer la cellule à laide d'un solvant 2 ou 3 fois ;
- Appuyer sur le ventilateur affiché sur l'écran du Densimètre jusqu'a ce que la densité atteint une valeur prés de 0,0012 ou de 0,0013 (densité de l'air);
- Une fois la cellule est nettoyée, injecter l'échantillon et surveiller en même temps sa circulation sur l'écran pour éviter le bulle d'air;
- Appuyer sue la touche « **Démarrer** » ;
- Une fois l'analyse est terminée, le résultat est affiché sur l'écran [26].



Figure II. 12: Densimètre

II.4.3.2. <u>Viscosité cinématique</u> (Norme ASTM-D445)

La détermination de la viscosité cinématique est faite à deux températures ; 40 °C et 100 °C.

La méthode couvre la détermination de la viscosité cinématique des produits pétroliers liquides transparents et opaques par la mesure du temps d'écoulement du liquide à travers le capillaire d'un viscosimètre calibre.

Mode opératoire

- Maintenir le bain du viscosimètre à la température du test, appliquer la correction si nécessaire à toutes les lectures du thermomètre :
 - o S'assurer de la correction du thermomètre :
 - Choisir un viscosimètre calibré sec et propre dans les rangs de la viscosité recherchée. Le temps d'écoulement, à travers le capillaire, du produit ne doit pas être inférieur à 200 secondes.
- Placer le viscosimètre avec le produit dans le bain, le maintenir à peu près 30 minutes de façon à prendre la température du bain;
- Utiliser une pompe ou trempe à eau pour aspirer l'échantillon à la bulle du viscosimètre ou au niveau de la mesure [26].

Le calcul de la viscosité est réalisé par la formule suivante :

$$\mathbf{V} = \mathbf{C} \times \mathbf{t} \tag{II.1}$$

Avec:

V : Viscosité cinématique en Centistokes (cSt);

C: Constante Capillaire;

t: temps d'écoulement en secondes (s).



Figure II. 13: Viscosimètres utilisés; (a): à 40°C; (b): à100°C

II.4.3.3. Indice de viscosité (Normes D 2270)

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

L'indice de viscosité est déterminé à partir des mesures des viscosités cinématiques effectuées respectivement à 40°C et à 100°C et en utilisant un programme de calcul spécifique (ASTM D2270 / Viscosity Index (VI) from 40°C and 100°C) [26].

II.4.3.4. Teneur en zinc (Norme LZA AAE3)

Cette méthode est destinée à la détermination du zinc par titrage direct avec EDTA à pH = 5,5 en présence d'un indicateur le méthyle bleu.

Mode opératoire

- Peser environ 1g d'huile;
- Solubiliser l'huile par l'ajout de 10 mL de toluène ;
- Procéder à une dilution par 50 mL d'alcool propane ;
- Ajouter 10 mL de solution tampon pH = 5,5, puis 2 mL d'acide acétique glacial et en fin 3 à
 5 gouttes un indicateur le méthyle bleu;
- Chauffer à 60 °C au environ ;
- Titrer avec l'EDTA jusqu'au changement de la couleur de la solution, du bleu au jaune.

La détermination de la teneur en Zinc est réalisée par la formule ci dessous:

$$Zn (\%) = \frac{V_{(EDTA)} \times M \ 2 \times 6,54}{W}$$
 (II.2)

Avec:

Zn (%): Teneur en zinc Pds;

V_{EDTA}: Volume de la solution d'EDTA en mL;

M₂: Molarité de la solution d'EDTA;

W : Masse de l'échantillon en gramme (g) [26]



Figure II. 14: Détermination de la teneur en zinc par titrage

II.4.3.5. Viscosité apparente CCS (Norme ASTM D5293)

La détermination de la viscosité apparente des huiles moteurs à des températures comprises entre -35 °C et -5 °C, des contraintes de cisaillement de 50 000 et 100 000 Pa, des taux de cisaillement d'environ 104 à 105 s⁻¹ et des viscosités de 500 à 25 000 mPas , Cette gamme dépend du type d'appareils et de logiciel utilisé. Les résultats se réfèrent aux caractéristiques des huiles moteurs au démarrage à froid.

Mode opératoire

- Pour la CCS semi automatisée, mettre 55 mL au minimum d'échantillon dans un récipient adapté .Insérer le tube échantillonneur dans le récipient. Faire attention à ce que le tube échantillonneur ne touche pas au fond du récipient, de façon à éviter d'aspirer d'éventuels dépôts;
- Identifier l'échantillon sur l'ordinateur ;
- Démarrer l'essai en utilisant le programme informatique ;
- L'échantillon suivant déplacera automatiquement l'échantillon précédent dans la cellule viscosimétrique sans utilisation de solvant. La régulation de température et la marche du moteur sont contrôlées automatiquement par l'ordinateur [26]



Figure II. 15: Viscosimètre utilisé pour la viscosité apparente

II.4.3.6. Point d'éclair (Norme ASTM-D 92)

Le produit à analyser contenu dans le vase ouvert est chauffé à l'abri des courants d'air, progressivement et sans interruption, d'une manière telle que sa température s'élève de 5C° à 6°C par minute au moment où l'inflammation des vapeurs se produit sous l'influence d'une flamme de veilleuse.

Mode opératoire

- Placer le vase dans son logement, suspendre ou maintenir le thermomètre en position verticale par un dispositif convenable, l'extrémité inférieure du réservoir étant à 6 mm ou 7 mm du fond du vase et à égale distance du centre et de la partie intérieure du vase faisant face à l'opérateur.
- Garnir le vase avec l'huile à essayer, de manière que le haut du ménisque atteigne exactement, à la température ambiante, le niveau de la ligne de remplissage. On peut utiliser une jauge à pointe pour réaliser cette opération.
- Utiliser une veilleuse donnant une flamme d'environ 4 mm de diamètre en sa ·partie la plus large.
- Présenter la flamme en 2°C en commençant à une température multiple de 2°C, suivant une verticale ou suivant une circonférence de 150 mm de rayon au moins, passant par le centre du vase. Au moment où l'on présente la flamme, son extrémité doit se trouver à la hauteur du bord du vase. Le temps d'exposition des vapeurs à la flamme est d'environ une seconde [26].

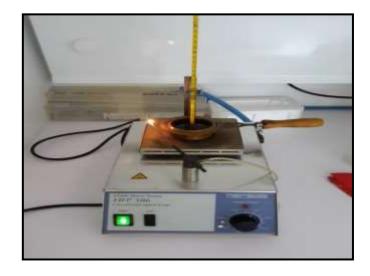


Figure II. 16: Appareil de mesure du point éclair

II.4.3.7. Point d'écoulement (Norme ASTM-D 97-17B)

L'échantillon préalablement chauffé est refroidi à une vitesse déterminée, et ses caractéristiques d'écoulement sont observées à des intervalles de 3°C. La température la plus basse à laquelle il coule encore est notée, elle correspond au point d'écoulement, lequel est exprimé sous forme d'un nombre entier, positif ou négatif ou nul, multiple de trois.

Mode opératoire

- Verser l'échantillon dans le tube à essai, jusqu'au trait de jauge.
- Fermer le tube à essai avec son bouchon équipé du thermomètre approprié choisi, d'après le point d'écoulement estimé de l'échantillon. Ajuster les positions du bouchon et du thermomètre pour que le bouchon ferme hermétiquement, que le thermomètre et le tube à essai soient coaxiaux, et que la naissance du capillaire du thermomètre se trouve à 3 mm en dessous de la surface de l'échantillon.
- Mettre alors le tube à essai dans le bain à 0 °C
- Placer successivement le tube à essai dans des bains de températures de plus en plus basses comme précisé dans la procédure.

Tableau II. 4 : Procédure de température pour changer le bain

Temperature du tube (°C)	9	-6	-24	-48
Température du bain suivant (°C)	-18	-33	-51	-69

- Chaque fois que la température indiquée par le thermomètre est un multiple de 3 °C en dessous de la dernière température observée, sortir avec précaution le tube à essai du bain et l'incliner juste assez pour se rendre compte s'il y a encore un mouvement de l'échantillon dans le tube
- Continuer l'essai de la même manière jusqu'à atteindre une température pour laquelle l'échantillon contenu dans le tube à essai ne présente plus aucun mouvement lorsque ce tube est maintenu horizontalement pendant 5 s. Noter la température correspondante.
- Ajouter 3°C à la température notée et reporter le résultat comme étant le point d'écoulement [26]



Figure II. 17: Appareil de mesure du point d'écoulement

II.4.3.8. Basicité totale (TBN)

L'échantillon est dissous dans un mélange d'acide acétique glacial et de chlorobenzène, puis titré par de l'acide per chlorhydrique dilué dans l'acide acétique glacial en utilisant une électrode de verre et une électrode de référence au calomel. Le point d'inflexion de la courbe de titration correspond au point de neutralisation. Le TBN s'exprime en mg KOH/g.

Mode opératoire

- Peser environ 1g d'huile ;
- Dissoudre dans un mélange en volume d'acide acétique glacial (40mL) et deux volumes de chlorobenzène (80mL);
- Mettre le bêcher en place, plonger le couple d'électrodes, agiter 5 mn et régler la vitesse d'agitateur ;
- Le potentiographe est mis sous tension à l'aide de la touche rouge ;
- Amener le commutateur de la position stand bye à la position mesure ;
- Abaisser le traceur côté gauche pour TBN;
- Enclencher le titrage et l'enregistrement de la courbe en même temps ;
- L'agitation doit être constante pendant la mesure ;
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Calcul

$$TBN = \frac{(A-B) \times N \times M}{W}$$
 (II.3)

A: Volume totale (mL);

B: Volume totale de l'essai à blanc (mL);

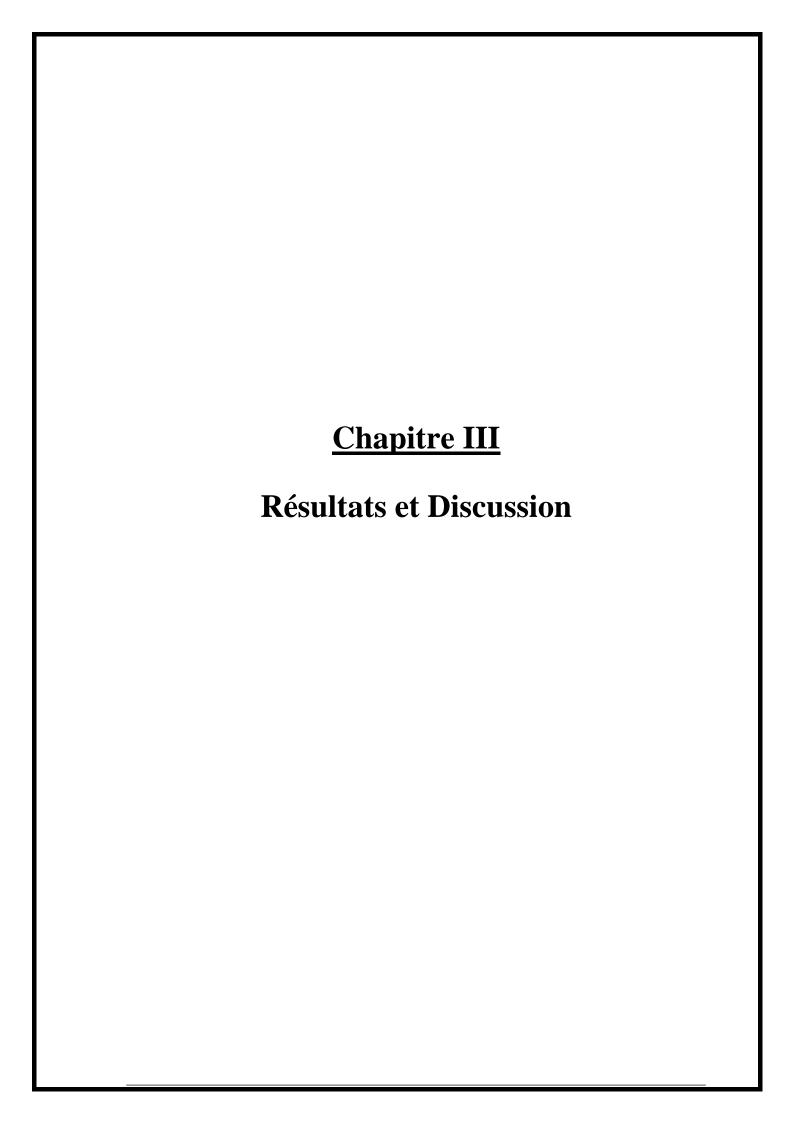
N: Normalité;

M: Masse moléculaires 56,1g/mol;

W: Poids de l'échantillon(g) [26].



Figure II. 18: Potentiographe



L'objectif principal de ce chapitre est de discuter les résultats des analyses physicochimiques des huiles industrielles (TISKA46 & TISKAHVI46) et les huiles moteurs (CHELIA TD15W40 & CHELIA TD20W40). La discussion sera basée sur la comparaison des résultats obtenus de chaque huiles aux normes et la comparaison entre les huiles pour voir l'effet de l'améliorant de l'indice de viscosité.

III.1. Résultats physiques et chimiques

III.1.1. Densité

Les résultats de mesure de densités obtenues sont présentés dans le tableau suivant

Tableau III. 1: Valeurs de densité

Huiles		Résultats	Limites		
		Resultats	Min	Max	
Huilag industriallag	TISKA46	0,8766			
Huiles industrielles	TISKAHVI46	0,8665	A IND	IQUER	
Huiles meteurs	CHELIA TD15W40	0,8799	MINDIQUER		
Huiles moteurs	CHELIA TD20W40	0,8834	1		

Les valeurs des densités des huiles varient dans un intervalle précis [0,85-0,95], la déférence de densité relie en premier lieux à l'origine du pétrole brute, la composition chimique de l'huile de base, les procédés de traitement appliqués sur ces huiles et les additifs ajoutés.

III.1.2. Viscosité cinématique

Les valeurs de la viscosité cinématique des huiles sont présentées dans le tableau suivant ;

Tableau III. 2: Viscosité à 40°C et 100°C

Huiles		A 40°c			A 100°c		
		Viscosité (cSt)	Min	Max	Viscosité (cSt)	Min	max
Huiles	TISKA46	45,05	41,4	50,6	6,615	A ind	iquer
industrielles	TISKAHVI46	50,29	41,4	50,6	8,524	A ind	iquer
Huiles	CHELIA TD15W40	95,93	A indi	iquer	12,98	12,5	16,3
moteurs	CHELIA TD20W40	137,69	137,69 A indiquer		14,41	12,5	16,3

Les figures ci-dessous (III.1) et (III.2) représente l'évolution de la viscosité cinématique des huiles industrielles et huiles moteurs en fonction de la température.

La viscosité cinématique des huiles diminuent avec l'augmentation de la température, cette diminution varie d'une huile a une autre, cela correspond à une augmentation de volume du liquide. Les molécules s'éloignant les unes des autres, les interactions intermoléculaires s'affaiblissent avec l'augmentation de la température. On peut donc s'attendre à une diminution de la viscosité avec une telle augmentation.

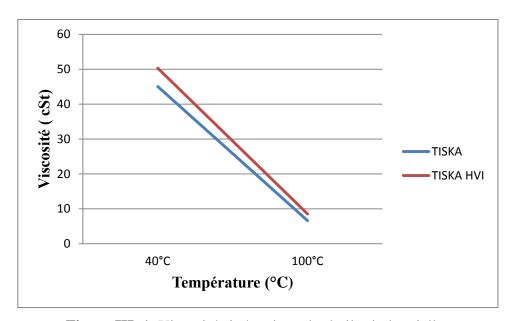


Figure III. 1: Viscosité cinématique des huiles industrielles

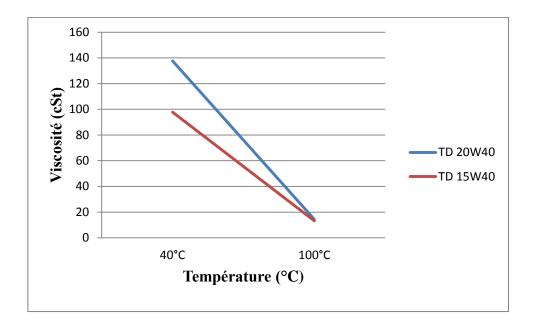


Figure III. 2: Viscosité cinématique des huiles moteurs

D'après les résultats obtenus on remarque que les valeurs de la viscosité cinématique à 40 et 100 °C des huiles sont dans les normes (on voir qu'il n'y a pas des limites de la viscosité à 40 °C pour les huiles moteurs parce que c'est une valeur non important juste mesuré pour calculer après l'indice de viscosité la même chose pour la viscosité à 100 °C pour les huiles industrielles).

D'après la figure (III.1) et les résultats de tableau en voir que les valeurs de la viscosité à 40 et 100 °C sont proche, il trouve juste une petite différence de 2 et 5 cSt.

On remarque dans la figure(III.2) la viscosité à 40°C de **CHELIA TD20W40** est supérieur de **CHELIA TD15W40** mais la viscosité à 100°C est plus proche.

III.1.3. Indice de viscosité (IV)

Pour juger la tenue à chaud et à froid des huiles. On représente dans le tableau (III.3) les valeurs de l'indice de viscosité (IV) des huiles préparé, qui caractérise la variation de la viscosité en fonction de la température.

Limites Huiles VI Min Max TISKA46 97 A indiquer **Huiles industrielles** TISKAHVI46 146 140 CHELIA TD15W40 133 95 **Huiles moteurs** CHELIA TD20W40 103 95

Tableau III. 3: Valeurs d'indice de viscosité

D'après les résultats obtenus, les valeurs de l'indice de viscosité des huiles sont en norme et des bons résultats.

Les valeurs des indices de viscosité des huiles industrielles sont montrées graphiquement par le diagramme suivant :

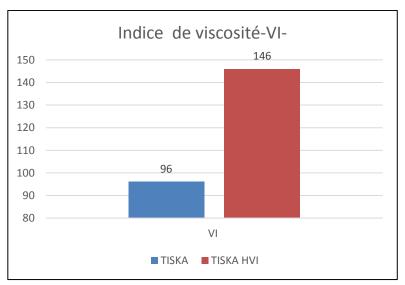


Figure III. 3: Indice de viscosité des huiles industrielles

On a une grande amélioration allant de **96(TISKA 46) à 146 (TISKA HVI46)**. Cette amélioration est dû à l'ajout de l'améliorant de VI **VISCOPLEXE 8-400**.

L'indice de viscosité de **CHELIA TD15W40** est supérieur à celui de **CHELIA TD20W40**, cette augmentation liée à la différence de pourcentage (0.5 % pour TD 20w40 VS 1% pour TD15W40) de l'améliorant de VI (PARATONE8900). Cette augmentation est présentée graphiquement par le diagramme suivant :

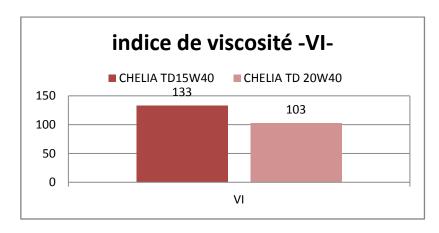


Figure III. 4 : Valeurs d'indice de viscosité des huiles moteurs

III.1.4. Basicité (TBN)

Les valeurs d'analyses obtenues sont présentées dans le tableau (III.4)

Les résultats sont biens et dans l'intervalle (9,18; 10,97) qui indiquées par la norme ASTM. Mais la quantité dans CHELIA TD20W40 est supérieure de CHELIA TD 15W40

Tableau III. 4: Valeurs da basicité

		TBN	Lin	nites
I	Huiles	(mg _{KOH} /g)	Min	Max
Huiles moteurs	CHELIA TD15W40	9 ,76	9,184	10,976
	CHELIA TD20W40	10,38	9,184	10,976

III.1.5. Teneur en Zinc

Les valeurs mesurées sont présentées sont dans le tableau ci-dessous

Tableau III. 5: Valeurs de teneur en zinc

Huiles		Résultats	Limites		
		(%.pds)	Min	Max	
Huiles industrielles	TISKA46	0.031	0,025	0,030	
	TISKAHVI46	0.036	0,0248	0,0302	
Huiles moteurs	CHELIA TD15W40	0.120	0,109	0,134	
	CHELIA TD20W40	0,123	0,109	0,134	

D'après les résultats du tableau, les valeurs de la teneur en zinc sont des quantités tolérables et elles sont dans la norme (LZA AAE3) juste on remarque que les valeurs des huiles industrielles sont un peu plus correspondant en norme ce qui indiquant une sur- additivation. Cette analyse est importante pour savoir que l'huile est conforme ou non et comment en corriger.

III.1.6. CCS (démarrage à froid)

Viscosité dynamique de démarrage à froid CCS est reflète l'usure de moteur au démarrage à froid.

D'après les résultats on aperçut une amélioration de CCS à -15 °C et à -20°C de la CHELIA TD 15W40 par apport à la CHELIA TD 20W40.

Cette amélioration est présentée graphiquement par le diagramme en dessous (figure III.5).

Tableau III. 6: Valeurs de CCS

		CCS à-15°C			CCS à -20°C		
Huiles		Résultats (cP)	Min	max	Résultats (cP)	Min	max
Huiles	CHELIA TD15W40	3033	/	/	5739	/	7000
moteurs	CHELIA TD20W40	9196	/	9500	21459		/

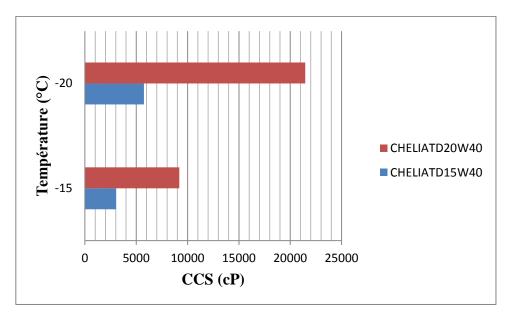


Figure III. 5: Valeurs de CCS

III.1.7. Point d'éclair (PI)

Les valeurs mesurées sont présentées sont dans le tableau ci-dessous

Tableau III. 7: Valeurs de point d'éclair

Huiles		PI (°C)	Limites		
		11(0)	Min	Max	
Huiles industrielles	TISKA46	226	210	/	
	TISKAHVI46	224	180	/	
Huiles moteurs	CHELIA TD15W40	222	220	/	
	CHELIA TD20W40	236	220	/	

Le point d'éclair est relié à la présence des composés naphténiques qui présentent l'inconvénient d'être plus volatiles, elles s'enflamment spontanément en présence d'une flamme.

D'après les résultats obtenus on remarque que les valeurs en norme et une convergence dans les valeurs du point d'éclair des quatre huiles dû à une présence de composé naphténique de même volatilité pour les quatre huiles.

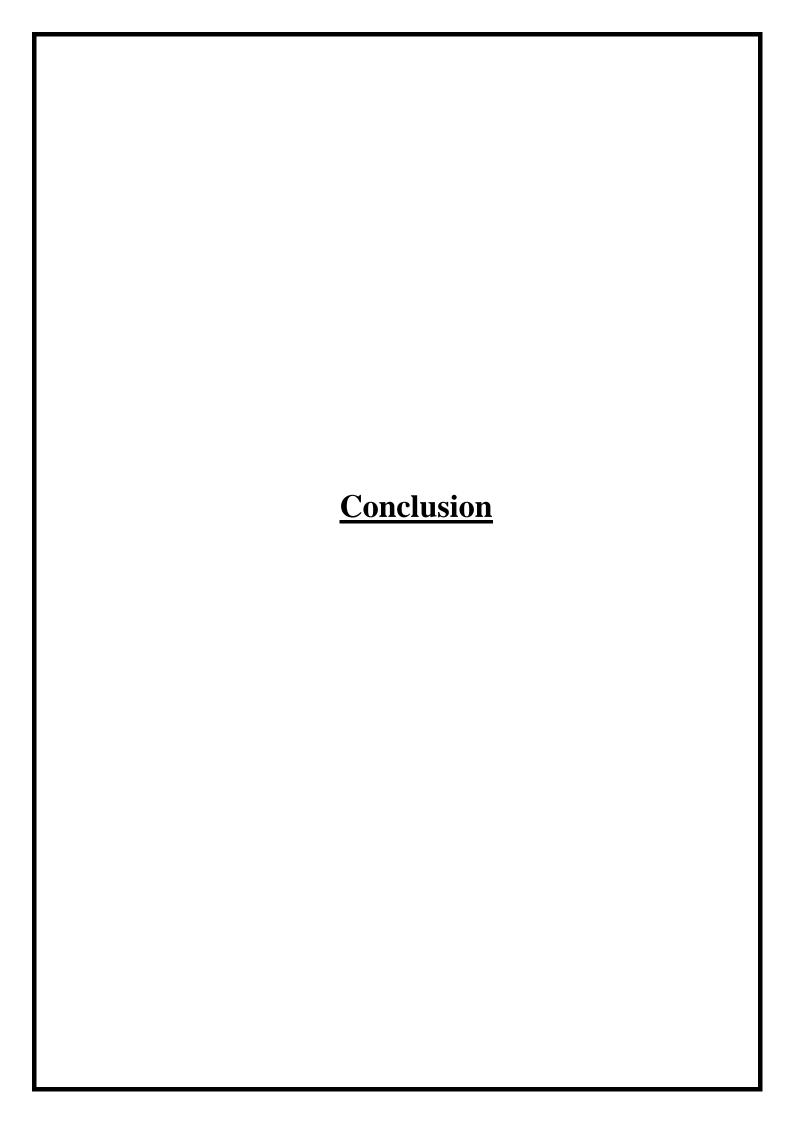
III.1.8. Point d'écoulement (PE)

Les valeurs d'analyses obtenues sont présentées dans le tableau III.8.

Tableau III. 8: Point d'écoulement des huiles analysé

Huiles		DE (°C)	Limites		
		PE (°C)	Min	Max	
Huiles industrielles	TISKA46	-6	/	-9	
	TISKAHVI46	-21	-9	/	
Huiles moteurs	CHELIA TD15W40	-24	-15	/	
	CHELIA TD20W40	-21	-12	/	

Le point d'écoulement est relie aux quantités de paraffines présentent dans chaque huile, d'après les résultats présentés dans le tableau (III.8) on constate que TISKA46 s'arrête de s'écouler à des températures peu basses (-6°C) par rapport à les trois autres huiles qui leurs point d'écoulement est proche.



Conclusion

L'objectif de notre étude consiste d'une part à décrire les déférentes étapes de la fabrication des huiles de base et la production des huiles finies commercialisé. D'autre part, caractériser quatre huiles, deux huiles industrielles TISKA 46 et TISKA HVI46, et les deux autres sont des huiles moteurs CHELIA TD15W40 et CHELIA TD20W40 ; comparer leurs propriétés, dans l'intérêt de contribuer à une meilleure connaissance de la qualité des huiles commerciales et l'effet de améliorant de l'indice de viscosité. Au terme de ce travail, nous avons obtenu les principaux résultats suivant :

Pour les huiles industrielles

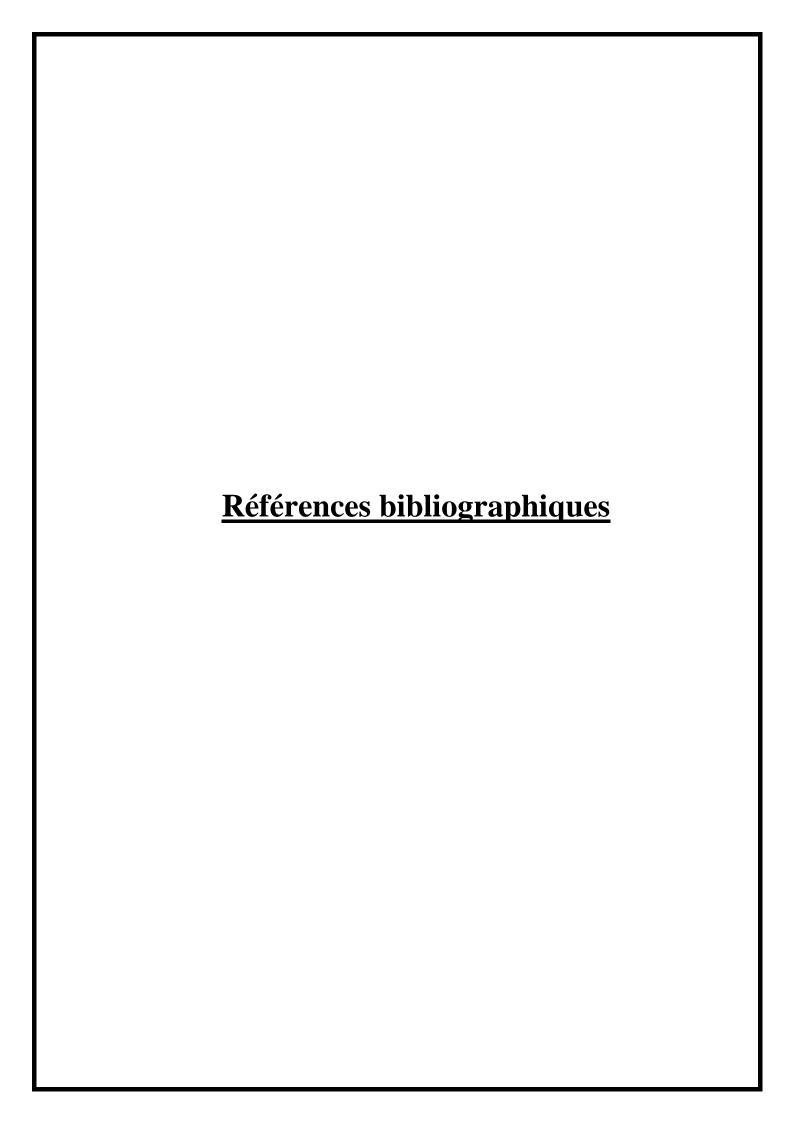
Une bonne tenue de viscosité cinématique vis a vis le changement de température, amélioré une plage de température plus etroite de fonctionnement de notre lubrifiant. Pour les huiles industrielles très large plage de température d'emploi grâce à l'ajout de l'améliorant de VII ce qui nous donne les avantages suivants :

- Huile finies Hautement multigrade;
- Viscosité stable malgré de grands écarts de température
- Conservent leur fluidité malgré des froids extrêmes
- Réduction des frais d'entretien des machines

Pour les huiles moteurs

Pour les huiles moteurs en outre les avantages cités auparavant

- Un meilleur démarrage à froid.
- Minimise le maximum les frottements des pièces métalliques en mouvement pendant le démarrage à froid.
- Assure une lubrification rapide du moteur pendant les démarrages à froid en Hiver
- Une très grande plage de température de fonctionnement .
- Avec des % pourcenetage différend de VII; on peut aller d'une garde à l'autre de 20w à 15w



Références bibliographiques

- [1]: Mr. ADJIR Mohand Said Mr. BENKEZIM Rachid, Raffinage du pétrole et caractérisation d'un sous-produit « huile moteur commerciale pour véhicules lourds de type diesel », mémoire de Master, Université A. MIRA BEJAIA, **2018**.
- [2]: M. R. Sari, Effets des polluants solides des lubrifiants sur les surfaces des roues dentées. Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar- Annaba, 2008.
- [3]: L. Laib, Etude de la stabilité à l'oxydation des huiles lubrifiantes algériennes (pour moteurs à essence). Mémoire de magister, Université de Boumerdes, 2010.
- [4]: Kh. Nejjar, Etude de la réactivité thermique d'une huile de lubrification des moteurs Diesel. Thèse de doctorat, Université Mohammed V- Agdal-Maroc, **2011.**
- [5]: LIGIER, J. Lubrification des paliers moteurs, Technip, 1997.
- [6]: CHITOR, S. (1983), Raffinage du pétrole : tome1, Office des publications universitaires.
- [7]: Y. Benlalli, Modélisation numérique du comportement dynamique d'un film d'huile dans un roulement à billes. Thèse de doctorat, Université d'Annaba, 2008.
- [8]: J. AYEL, Lubrifiants : Additifs à action chimique, Edition Techniques de l'ingénieur, **2001**, B5343.
- [9]: J. Frêne, Lubrification hydrodynamique, Editions Eyrolles, (1990).
- [10]: Moussa Diaby. Compréhension des mécanismes de formation de dépôts en fond de première gorge de piston de moteurs Diesel. Chemical Sciences. Ecole Polytechnique X, 2009. English.
- [11]: J. S. Kim, B. S. Min, D. S. Lee, D. Y. Oh, J. K. Choi. The characteristics of carbon deposit trop ring groove of gasoline and diesel engine. SAE Technical Paper Series, SAE 980526 (1998).
- [12]: Kim C, Passut c, Zang D. Relationships among oil composition combustion generated soot and diesel engine valve train wear. SAE 922199 (1992).
- [13]: J. Weissmann. Carburants et combustibles pour moteurs à combustion interne. Edition Technip. (1970) 557-579.
- [14]: LA LUBRIFICATION, QUAMIS, L.P.E.E (2003).
- [15]: Castrol, ABC du graissage Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants. HC04(2006).
- [16]: J. AYEL, Lubrifiants: Additifs à action physique ou physiologique, Edition Techniques de l'ingénieur, 2002, B5344.

- [17]: V. Stepina et V. Vesely, "Lubricants and special fluids". Tribology series, 23, Czecho Slovakia, 1992.
- [18]: KRIKA WAFA, Suivi et diagnostic précoce des avaries des pièces machines basés sur l'analyse des huiles, thèse de doctorat, Université 20 Août 1955-Skikda, 2019.
- [19]: NEJJAR, K, Etude de la réactivité thermique d'une huile de lubrification des moteurs diesel, thèse de Doctorat, université de Rabat-Maroc, 2011.
- [20]: Groupe permanent d'étude des marchés de produits divers de l'industrie chimique et para-chimique (GPEM/ CP). (2000), Lubrifiant et produit connexes pour l'automobile, Collection Marchés publics.
- [21]: DENIS, J., BRIANT, J., HIPEAUX, J. (1997), Physico-chimie des lubrifiants : analyses et essais, Technip.
- [22]: OUARET, S., CHELAGHA, S., Caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération, mémoire de Master, université de Bejaïa, 2017.
- [23]: IZZA, H., Contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes, thèse de Doctorat, université de OUARGLA, 2017.
- [24]: ZEGHOUATI Narimene, BEDHOUCHE Widad, Caractérisation d'une huile moteur de type SAE 15W40 et étude de sa dégradation, mémoire de Master, Université A. MIRA BEJAIA, 2018.
- [25]: Document de la raffinerie d'ARZEW.
- [26]: Manuelle de mode opératoire de laboratoire des lubrifiants, raffinerie d'ARZEW.