



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO  
FACULTE DES SCIENCES



-----  
DEPARTEMENT DE CHIMIE MINERALE  
ET DE CHIMIE PHYSIQUE

-----  
MEMOIRE POUR L'OBTENTION DU:  
DIPLOME D'ETUDES APPROFONDIES (D.E.A.)  
EN CHIMIE

-----  
Option : **CHIMIE PHYSIQUE**

Présenté par :

**RASOLOFONIAINA Rolland**

**CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE D'ECHANTILLONS  
D'HUILES LUBRIFIANTES NEUVES ET USAGEES-ESSAIS DE  
REGENERATION DES HUILES USAGEES**

Soutenu publiquement le 27 Juin 2008, devant la commission d'examen composée de :

**Président** : Madame RANDRIAMBOLA Lygie, Professeur Titulaire

**Examineur** : Monsieur RAKOTOARIMANGA Jeannot Victor, Professeur

**Rapporteur** : Monsieur RAFENOMANANTSOA Alphonse, Professeur Titulaire



UNIVERSITE D'ANTANANARIVO

FACULTE DES SCIENCES



-----  
DEPARTEMENT DE CHIMIE MINERALE  
ET DE CHIMIE PHYSIQUE

-----  
MEMOIRE POUR L'OBTENTION DU:  
DIPLOME D'ETUDES APPROFONDIES (D.E.A.)  
EN CHIMIE

-----  
Option : **CHIMIE PHYSIQUE**

Présenté par :

**RASOLOFONIAINA Rolland**

**CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE D'ECHANTILLONS  
D'HUILES LUBRIFIANTES NEUVES ET USAGEES-ESSAIS DE  
REGENERATION DES HUILES USAGEES**

Soutenu publiquement le 27 Juin 2008, devant la commission d'examen composée de :

**Président** : Madame RANDRIAMBOLA Lygie, Professeur Titulaire

**Examineur** : Monsieur RAKOTOARIMANGA Jeannot Victor, Professeur

**Rapporteur** : Monsieur RAFENOMANANTSOA Alphonse, Professeur Titulaire

## REMERCIEMENTS

*« Mettez en pratique la parole et ne vous bornez pas à l'écouter, en vous trompant vous – mêmes par de faux raisonnements ». Jacques 1 : 22.*

*Je remercie à Dieu tout puissant de m'avoir donné la force et le courage pour la réalisation de ce travail.*

*Ce travail a été effectuée au laboratoire de Chimie Physique des macromolécules sous la direction de Monsieur **RAFENOMANANTSOA Alphonse**, Professeur Titulaire, Chef de Département de Chimie Minérale et de Chimie Physique. Qu'il me soit permis de lui exprimer ma profonde gratitude pour les conseils, la formation scientifique et les encouragements que j'ai reçus tout au long de ce travail.*

*Je remercie Madame **RANDRIAMBOLA Lygie**, Professeur Titulaire, Responsable de la formation doctorale en Chimie Physique du Département, qui m'a autorisé à m'inscrire et à poursuivre mes études en troisième cycle et qui m'a aussi fait l'honneur de présider ce mémoire. Qu'il me soit permis de vous témoigner ici ma profonde gratitude.*

*Je remercie également Monsieur **RAKOTOARIMANGA Jeannot Victor**, Professeur à la Faculté des Sciences de l'Université d'Antananarivo, qui a bien voulu examiner ce travail et accepter de faire partie du Jury de ce mémoire.*

*Je tiens également à remercier :*

*Les Enseignants du département de Chimie Minérale et de Chimie Physique qui ont partagé leur connaissance durant ma formation.*

*Tout le personnel administratif et technique du Département pour leur aimable collaboration.*

*Mes plus vifs remerciements vont à Madame **RABETOKOTANY Monique**, Chef du Service du Laboratoire des eaux de la JIRAMA, de m'avoir autorisé à effectuer les différentes mesures et analyses au sein de son Laboratoire.*

*Je n'oublierai pas de remercier tous les membres du Laboratoire de Chimie Physique de Macromolécules pour la bonne ambiance et le soutien moral qu'ils m'ont apportés.*

*A tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à l'élaboration de ce mémoire, je leur suis très reconnaissant.*

*Enfin que mes parents, ma famille et mes amis trouvent ici l'assurance de ma haute reconnaissance très sincère pour le soutien moral, matériel et financier qu'ils n'ont cessé de m'accorder.*

# TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION.....	1
-------------------	---

## PREMIERE PARTIE : RAPPELS THEORIQUES

<b>Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>2</b>
I.1 DEFINITION DES LUBRIFIANTS .....	2
I.2 CONSTITUTION DES HUILES LUBRIFIANTES .....	2
I.2.1 Les huiles de base .....	2
I.2.1.1 Les huiles de base minérales.....	2
I.2.1.2 Obtention des huiles de base.....	3
I.2.1.3 Huile de synthèse .....	4
I.2.1.3.1 Obtention des huiles de synthèse .....	4
I.2.1.3.2 Propriétés des huiles synthétiques.....	4
I.2.2 Les additifs.....	5
I.2.2.1 Additifs protégeant la surface .....	5
I.2.2.2 Additifs améliorant l'huile .....	6
I.2.2.3 Additifs protégeant l'huile .....	6
I.3 CLASSIFICATION DES HUILES POUR MOTEUR.....	7
I.3.1 Classification S.A.E .....	7
I.3.1.1 Huiles monogrades.....	7
I.3.1.2 Huiles multigrades .....	7
I.3.2 Classification C.C.M.C .....	8
I.3.3 Classification A.P.I .....	8
I.4 ROLES DES HUILES LUBRIFIANTES.....	9
<b>Chapitre II : PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DES LUBRIFIANTS .....</b>	<b>10</b>
II.1 PROPRIETES PHYSIQUES DES LUBRIFIANTS .....	10
II.1.1 Viscosité .....	10
II.1.1.1 Définition .....	10
II.1.1.2 Equation de newton .....	10
II.1.1.3 Liquides newtoniens .....	11
II.1.1.4 Liquides non newtoniens .....	11
II.1.1.5 Unités de viscosité .....	11
II.1.1.6 Mesure de la viscosité.....	12
II.1.1.7 Variation de la viscosité avec la température .....	13
II.1.1.8 Indice de la viscosité.....	14
II.1.2 Densité .....	14
II.1.3 Indice de réfraction .....	15
II.1.4 Refractivity intercept .....	15
II.1.5 Facteur de caractérisation de Huang.....	15
II.1.6 Autres propriétés physiques des lubrifiants.....	16
II.1.6.1 La couleur .....	16
II.1.6.2 Pouvoir calorifique .....	16
II.2 PROPRIETES CHIMIQUES DES LUBRIFIANTS .....	17
II.2.1 Teneur en eau.....	17
II.2.2 Matières carbonneuses.....	17

II.2.3 Réserve d'alcalinité ou T.B.N (Total Basic Number) .....	17
II.2.4 Autres propriétés chimiques des lubrifiants .....	17
II.2.4.1 Point d'éclair .....	17
II.2.4.2 Point d'auto-inflammation.....	17
II.2.4.3 Point de trouble.....	18
II.2.4.4 Point d'écoulement ou « pour point» .....	18
II.2.4.5 Point d'aniline.....	18
<b>Chapitre III : CARACTERISATION DES HUILES EN SERVICE.....</b>	<b>19</b>
III-1 CARACTERISTIQUES DES HUILES .....	19
III.1.1 Caractéristiques d'identification .....	19
III.1.2 Caractéristiques moteurs .....	19
III.2 FACTEURS QUI INFLUENT LA DEGRADATION ET LES CONTAMINATIONS DES HUILES .....	19
III.2.1 Dégradation des huiles .....	19
III.2.2 Les contaminations des huiles.....	19
III.2.3 Composition et concentration des contaminants des huiles .....	21
III.3 PROCEDES D'ECHANTILLONNAGE DES HUILES .....	22
III.4 VALORISATION DES HUILES USAGEES .....	22
III.4.1 Valorisation énergétique.....	22
III.4.2 Régénération des huiles usagées .....	22

## **DEUXIEME PARTIE : TRAVAUX PERSONNELS**

<b>Chapitre IV : ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE D'HUILE NEUVE ET D'HUILES USAGEES-ETUDE COMPARATIVE .....</b>	<b>24</b>
IV.1 ORIGINE DES ECHANTILLONS .....	24
IV.2 ETUDE D'ECHANTILLON D'HUILE NEUVE .....	24
IV.2.1 Etude de la tendance chimique prépondérante de l'huile neuve .....	24
IV.2.2 Etude comparative des caractéristiques des huiles données par le fournisseur et des résultats expérimentaux .....	25
IV.2.3 Variation de la viscosité en fonction de la température .....	26
IV.3 ETUDE DES ECHANTILLONS D'HUILES USAGEES .....	29
IV.3.1 Paramètres utilisés pour l'analyse des échantillons .....	29
IV.3.2 Echantillon n° 2.....	30
IV.3.2.1 Description .....	30
IV.3.2.2 Mesure des paramètres caractéristiques des échantillons .....	30
IV.3.2.3 Interprétation relative à l'échantillon n° 2 .....	31
IV.3.2.3.1 Densité .....	31
IV.3.2.3.2 Teneur en eau .....	31
IV.3.2.3.3 Matières charbonneuses .....	31
IV.3.2.3.4 Réserve d'alcalinité ou T B N.....	32
IV.3.2.3.5 Indice de réfraction .....	32
IV.3.2.3.6 Indice de viscosité.....	32
IV.3.2.3.7 Viscosité.....	32
IV.3.3 Echantillon n°3.....	35
IV.3.3.1 Description .....	35
IV.3.3.2 Mesure des paramètres caractéristiques des échantillons .....	35
IV.3.3.3 Interprétation relative à l'échantillon n°3 .....	36
IV.3.3.3.1 Densité .....	36

IV.3.3.3.2 Teneur en eau .....	36
IV.3.3.3.3 Matières charbonneuses .....	36
IV.3.3.3.4 Réserve d'alcalinité.....	37
IV.3.3.3.5 Indice de réfraction .....	37
IV.3.3.3.6 Indice de viscosité.....	37
IV.3.3.3.7 Viscosité.....	37
IV.3.4 Echantillon n° 4.....	40
IV.3.4.1 Description .....	40
IV.3.4.2 Mesure des paramètres caractéristiques des échantillons .....	41
IV.3.4.3 Interprétations relative à l'échantillon n°4.....	41
IV.3.4.3.1 Densité .....	41
IV.3.4.3.2 Teneur en eau .....	42
IV.3.4.3.3 Matières charbonneuses .....	42
IV.3.4.3.4 Réserve d'alcalinité.....	42
IV.3.4.3.5 Indice de réfraction .....	42
IV.3.4.3.6 Indice de viscosité.....	42
IV.3.4.3.7 Viscosité.....	42
IV.4 ETUDE COMPARATIVE D'HUILE NEUVE ET DES HUILES USAGEES .....	45
IV.4.1 Densité .....	46
IV.4.2 Teneur en eau .....	46
IV.4.3 Matières charbonneuses .....	46
IV.4.4 Réserve d'alcalinité.....	47
IV.4.5 Viscosité.....	47
IV.4.6 Indice de viscosité.....	47
IV.4.7 Indice de réfraction .....	47
<b>Chapitre V: VALORISATION DES HUILES USAGEES .....</b>	<b>48</b>
V.1 ECHANTILLONS.....	48
V.2 PROCEDE DE TRAITEMENT A L'ACIDE SULFURIQUE DES HUILES .....	48
V.3 INFLUENCE DU RE RAFFINAGE A L'ACIDE SULFURIQUE.....	49
V.4 PARAMETRES A VERIFIER APRES TRAITEMENT DES HUILES.....	49
V.5 RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION .....	50
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>57, 58</b>

### TROISIEME PARTIE : PARTIE EXPERIMENTALE

<b>Chapitre VI : PARTIE EXPERIMENTALE .....</b>	<b>59</b>
VI.1 MESURE DE LA VISCOSITE .....	59
VI.2 MESURE DE LA DENSITE .....	60
VI.3 MESURE DE LA T B N.....	60
VII.4 MESURE DE LA TENEUR EN EAU .....	61
VII.5 DETERMINATION DES MATIERES CHARBONNEUSES .....	62
VII.6 MESURE DE L'INDICE DE REFRACTION .....	62
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>64, 65,66</b>
ANNEXE 1 .....	67
ANNEXE 2 .....	68
ANNEXE 3 .....	69

## INTRODUCTION

Dès l'antiquité, l'homme a utilisé des lubrifiants d'origine animale (constitués essentiellement d'esters résultant de la combinaison d'acide gras avec le glycérol), d'origine végétale (combinaison d'acide gras peu ou pas estérifiés) pour résoudre divers problèmes de frottement et de glissement.

Ce ne fut qu'en 1940 qu'on commença à utiliser le genre de lubrifiants utilisés de nos jours pour les moteurs Diesel et un quart de siècle plus tard pour les moteurs à essence.

Cependant, les lubrifiants jouent un rôle primordial non seulement pour le bon fonctionnement des moteurs mais aussi dans d'autres domaines comme les machines industrielles, agricoles, etc.

Il est important de connaître leur comportement vis-à-vis des différentes températures auxquelles ils sont soumis ainsi que la nature de leurs constituants.

En fonctionnement l'huile est polluée par le gasoil, par l'essence et les gaz de combustion qui contiennent entre autres des dérivés de plomb. Après usage, elle devient inutilisable.

Les déchets pétroliers tendent de plus en plus à être en quantité non négligeable, ils sont après utilisation, soit rejetés dans la nature, soit déversés dans les égouts et se terminent dans les fleuves ou rivières. Aujourd'hui, la conjoncture économique difficile nous incite de réduire le gaspillage de matières premières et d'énergie que représentent ces énormes quantités de déchets qu'il faut valoriser.

Néanmoins, cette détérioration du lubrifiant est un processus lent et la plus grande partie de la base hydrocarbonée de l'huile reste inaltérée. Elle peut être réutilisée à la confection de lubrifiants pour moteurs et de combustibles à condition d'être régénérée dans un état de pureté comparable à celui d'une huile lubrifiante neuve. Notre travail consiste à continuer les études déjà effectuées au sein du laboratoire de Chimie Physique des macromolécules en vue d'améliorer les caractéristiques physico-chimiques des huiles usagées [1].

Le présent mémoire comporte trois parties :

- La première partie traite particulièrement l'étude bibliographique des huiles lubrifiantes et de diverses propriétés physico-chimiques.
- La deuxième partie concerne les résultats obtenus au cours de l'expérience.
- La troisième partie est consacrée à la partie expérimentale.



PREMIERE PARTIE:  
RAPPELS THEORIQUES

# CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

## I.1 DEFINITION DES LUBRIFIANTS [2]

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

## I.2 CONSTITUTION DES HUILES LUBRIFIANTES

Les huiles lubrifiantes finies pour moteurs ont des compositions telles que 85% sont des huiles de base et 15% des additifs.

### I.2.1. Les huiles de base [3,4]

On distingue deux catégories d'huiles de base :

- Les huiles de base minérales
- Les huiles de base synthétiques

#### I.2.1.1. Les huiles de base minérales

Selon l'origine du lubrifiant, les bases minérales peuvent être classées en trois catégories [5] :

- 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.

- Les bases à structures naphthéniques, 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.

- Les bases à structures aromatiques : ce sont de 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.

### **I.2.1.2. 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 :

➤ **Distillation** : elle se divise en deux étapes :

- *Distillation atmosphérique*

C'est une opération permet d'obtenir différentes fractions (essences, gasoil, carburateur, pétrole lampant, etc) et un résidu qui contient la matière première pour la fabrication des huiles de graissage.

- *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 en 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'asphalte mélangé à du 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.

➤ **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 à 125 °C.

➤ **Déparaffinage**

C'est un procédé physique qui permet d'extraire les hydrocarbures paraffiniques par un solvant constitué d'un mélange de méthyl éthyl cétone et de toluène.

➤ **Hydrofinissage**

C'est le traitement de finition ayant pour but d'éliminer les impuretés (produits sulfurés, oxygénés, azotés) par l'acide sulfurique ou par terre 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.

### **I.2.1.3. Huiles de synthèse**

#### **I.2.1.3.1. 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.

#### **I.2.1.3.2. 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.

### **I.2.2. Les additifs [6]**

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

#### **I.2.2.1. Additifs protégeant la surface**

##### **➤ Additifs détergents**

Ils libèrent très largement les surfaces chaudes des dépôts (par exemple sur les pistons).

Les particules de poussière solide ayant une enveloppe microscopique, sont maintenues en suspension dans l'huile et ne peuvent guère se déposer de cette façon. Les dépôts souples sont nettoyés à nouveau par lavage. Grâce à leur alcalinité, ils peuvent neutraliser également des produits acides qui se forment du fait de la combustion du carburant.

Les produits utilisés sont des organo-sels de métaux alcalino-terreux (les sulfonates, les triphosphates et les phénates).

##### **➤ Additifs dispersants**

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 la formation de boue.

##### **➤ 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 exemple: cames / arbres à cames, segment de pistons / cylindre). 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 / antirouille**

Ces additifs protègent les parties métalliques nues, qui sont en contact avec des lubrifiants, de la corrosion et de la rouille. Des additifs polaires constituent des films protecteurs de type peau sur les surfaces du métal, et en supplément ils neutralisent les acides qui ont un effet corrosif.

➤ **Additifs modification du coefficient de frottement (Anglais : Friction Modifier)**

Ces additifs tensio-actifs réduisent le frottement sur les surfaces du métal lubrifiées par absorption.

**I.2.2.2. Additifs améliorant l'huile**

➤ **Additifs améliorant l'indice de viscosité**

Ce sont des polymères qui introduits 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.

Les produits généralement utilisés sont des polyméthacrylates, des polyacrylates et des polymères d'oléfine.

➤ **Additifs du point d'écoulement**

Ils permettent l'écoulement de l'huile même à basse température par retardement de la formation de cristaux de paraffine. Ces derniers qui se forment lors du refroidissement de l'huile sont enveloppés par l'additif et ne peuvent pas fusionner, ce qui fait que l'huile reste fluide plus longtemps.

**I.2.2.3. 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 déclenché 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**

Ces additifs empêchent la formation de mousse superficielle stable dans l'huile. Ils modifient la tension de surface, ce qui entraîne une destruction rapide de la mousse.

### I.3. CLASSIFICATION DES HUILES POUR MOTEUR

#### I.3.1. Classification S.A.E (Society of Automotive Engineers) [7]

##### I.3.1.1. Huiles monogrades

Ce type d'huile lubrifiante est identifié par un seul grade de viscosité. La Société des Ingénieurs d'Automobile (SAE : Society of Automotive Engineers), a établi une classification comprenant un certain nombre de grades

- La première pour les huiles dites d'hiver, notée par la lettre W (de winter en anglais). A titre d'exemple l'huile moteur SAE. 25W.
- La seconde pour les huiles dites d'été. Par exemple l'huile moteur SAE 40.

##### I.3.1.2. Huiles multigrades

Les huiles multigrades sont des huiles particulières qui répondent à la fois un grade SAE dit d'hiver et à un grade SAE dit d'été. Exemple SAE 45W 40.

Le premier grade 45W indique la viscosité à froid, le second 40 désigne la viscosité à chaud.

Grade SAE	Viscosité maximale cPo en fonction de la température (°C)		Température maximale de pompabilité (°C)	Viscosité cinématique à 100 °C en (cSt)		
	Min	Max		Min	Max	
H I V E R	0W	3 250	-30	-35	3,8	
	5W	3 500	-25	-30	3,8	
	10W	3 500	-20	-25	4,1	
	15W	3 500	-15	-20	5,6	
	20W	4 500	-10	-15	5,6	
	25W	6 000	-5	-10	9,3	
E T E	20	-	-	-	5,6	9,3
	30	-	-	-	9,3	12,5
	40	-	-	-	12,5	16,3
	50	-	-	-	16,3	21,9
	60	-	-	-	21,9	26,1

**Tableau I.1 :** Grades de viscosité SAE des huiles moteur

**I.3.2. Classification C.C.M.C (Comité des Constructeurs d'Automobile du Marché Commun) [8]**

La norme C.C.M.C se caractérise:

**En essence :** par la lettre G suivie d'un chiffre qui détermine le niveau de performance en fonction de l'évolution des moteurs.

**En diesel :** par la lettre PD (ou D) mais pour les huiles diesel professionnel uniquement suivies d'un chiffre qui détermine le niveau de performance en fonction de l'évolution des moteurs.

G : Gazoline

PD : Passenger Diesel

D : Diesel

Moteur à essence	Moteur diesel
G4 a remplacé G2 et G3 depuis Janvier 1990	PD1 créée en 1984 pour moteurs diesel avec ou sans turbo
G5 elle est plus sévère dans tous les domaines	PD2 en vigueur depuis 1989. Huiles de hautes performances adaptées aux moteurs diesel européens récents, avec ou sans turbo

**Tableau I.2 :** Normes de performance européennes.

**I.3.3. Classification A.P.I (American Petroleum Institute) [9]**

Les catégories de performances ou classification des huiles pour moteurs à essence et moteurs diesel sont définies par l'Institut Américain du Pétrole (American Petroleum Institute: A.P.I). La norme A.P.I se caractérise :

**En essence :** par la lettre S suivie d'une seconde lettre qui détermine le niveau de performance en fonction de l'évolution des moteurs.

**En diesel:** par la lettre C suivie d'une seconde lettre qui détermine le niveau de performance en fonction de l'évolution des moteurs.

S : Service

C : Commercial

Moteurs à essence	Moteur diesel
SA Huile minérale pure	CA Modèles postérieurs en 1940 Ligh duty
SB Modèles postérieurs à 1930	CB Modèles antérieurs à 1961 Moderate
SC Modèles de 1964 à 1967	Duty
SD Modèles de 1968 à 1971	CC Modèles postérieurs à 1961 ligh duty
SE Modèles de 1972 à 1979	CD Modèles postérieurs à 1955 Moderate
Sf Modèles de 1980 à 1988	Duty
SG Modèles à partir de 1989	CD 1988 hight performance moteurs
CRCL 38/SEQ IID, IIIE, VE, CAT 1H-2	Modernes à turbo
SH>SG + Essais sous assurance Qualité1983	CAT IG 62 + CUMMIS NTC
	400 + MACIC T6 , T7 + CRCL L38
	CF > CE, avec CATIG -2 remplacé par
	CATIK et NTC 400 plus sévère.

**Tableau I.3 :** Normes de performance américaine

#### **I.4. ROLES DES HUILES LUBRIFIANTES [10]**

Pour la bonne marche d'un moteur, l'huile lubrifiante remplit de nombreuses fonctions:

- Elle assure la protection des surfaces internes du moteur contre la corrosion due à l'eau, aux poussières et aux acides qui se forment notamment lors de la combustion.
- Elle assure la propreté des parties internes du moteur évacuant les impuretés imbrûlées, les poussières, etc) dues à la combustion.
- Elle assure l'équilibre thermique du moteur.
- Elle contribue à l'étanchéité de l'ensemble cylindre / piston pour parfaire la compression et améliorer rendement du moteur.

## CHAPITRE II : PROPRIETES PHYSICO - CHIMIQUES DES LUBRIFIANTS

Les propriétés physico - chimiques des lubrifiants varient suivant la qualité du pétrole brut et les conditions de raffinage. On peut diviser en deux ces propriétés : les propriétés physiques et les propriétés chimiques.

### II.1. PROPRIETES PHYSIQUES DES LUBRIFIANTS

#### II.1.1. La viscosité [11,12]

##### II.1.1.1. Définition

La viscosité est la résistance d'un liquide à l'écoulement uniforme et sans turbulence, résultant de la résistance qu'opposent les molécules à une force tendant à les déplacer par glissement de son sein.

##### II.1.1.2. Equation de Newton [13]

L'équation de Newton relie la vitesse de déformation dans un liquide à la contrainte de cisaillement qui la provoque dans un écoulement. Il se crée un frottement entre les lames de liquide glissant les unes sur les autres. Une lame de liquide ayant atteint une vitesse constante est soumise à l'action de deux forces égales et opposées :

- une force d'entraînement  $\vec{F}$  correspondant à la force extérieure appliquée et mesurée par la contrainte de cisaillement.
- Une force de freinage  $\vec{f}$  provenant des couches inférieures moins rapides.

Le coefficient de la viscosité dynamique  $\eta$  est défini comme le facteur de proportionnalité entre la tension tangentielle  $\frac{F}{S}$  et le gradient de vitesse  $\frac{dv}{dy}$  :

$$\eta = \frac{F}{S} \frac{dy}{dv} \quad (1)$$

F : force de frottement interne

S : surface de contact de deux couches voisines

$\eta$  : La viscosité dynamique du liquide

dv : différence de vitesse de deux couches de contact.

dy : distance entre ces couches suivant la normale par rapport au sens de l'écoulement.

$\frac{dv}{dy}$  gradient de vitesse (c'est l'accroissement de vitesse par unité de longueur)

La relation (1) caractérise les liquides « newtoniens ». Le coefficient de viscosité cinématique d'un liquide est le rapport du coefficient de viscosité dynamique de ce liquide à sa masse volumique.

$$\nu = \frac{\eta}{d} \quad (2)$$

où :  $d$  : sa masse volumique

### **II.1.1.3. Liquides newtoniens:**

Un liquide est dit « newtonien » lorsque le coefficient de viscosité est indépendant du gradient de vitesse.

### **II.1.1.4. Liquide non newtonien**

Dans le cas des liquides «non newtoniens », le coefficient de viscosité dépend du gradient de vitesse. Si le gradient de vitesse est très élevé, on peut alors avoir une viscosité effective inférieure à la viscosité normale mesurée à faible gradient.

### **II.1.1.5. Unités de viscosité [14]**

Dans le système international (SI), ces unités sont :

- le poiseuille (Pl) : unité de viscosité dynamique
- le mètre carré par seconde ( $m^2/s$ ) : unité de viscosité cinématique. En pratique, on utilise surtout le  $mm^2/s$ .

Dans le système CGS :

- l'unité de viscosité dynamique est le poise (Po) ; on emploie généralement le centipoise (cPo)
- l'unité de viscosité cinématique est le Stokes (St) ; On utilise plus fréquemment le centistokes (cSt).

Avec les relations :  $1\text{Po}=10^{-1}\text{ Pa}\cdot\text{s}$   
 $1\text{St}=10^{-4}\text{m}^2/\text{s}$   
 $1\text{cSt}=1\text{mm}^2/\text{s}$

### II.1.1.6. Mesure de la viscosité [15]

Pour mesurer la viscosité d'un liquide, on emploie les viscosimètres absolus et les viscosimètres empiriques.

Citons parmi les principaux types de viscosimètres admis par la norme ceux de Ubbelohde, Cannon-Fenske, Fitz Simons, Zeitsfuchs et Pinkevitch.

Souvent, on se contente d'utiliser des viscosimètres empiriques dont le principe consiste à mesurer le temps d'écoulement d'un volume donné de fluide à travers un ajustage. Chaque appareil est étalonné en unité particulière correspondant au temps d'écoulement.

La détermination de la viscosité cinématique est effectuée par mesure du temps d'écoulement d'huiles entre deux traits repères d'un tube capillaire calibré. La valeur en centistokes de la viscosité est  $\nu = C.t$ .

Où C est la constante de calibrage du tube

- Le viscosimètre Saybolt Universal utilisé pour les produits fluides donne directement le temps en Secondes Saybolt Universal ou SSU<sub>100</sub> si la mesure de la viscosité est effectuée à 100 °F. Pour les produits visqueux, l'appareil comporte un orifice plus large et donne la viscosité en Secondes Saybolt Furol ou SSF<sub>210</sub> si l'essai a lieu à 210 °F.

- Les viscosimètres ENGLER et REDWOOD sont également basés sur le même principe et donnent la mesure de la viscosité en degré Engler et en secondes Redwood Standard.

Il est évident qu'il existe des correspondances entre ces divers types d'unités de viscosité.

Le «Bureau of Standards» préconise la formule de conversion suivante pour les S.S.U.

$$\text{Viscosité cinématique} = \frac{\nu}{d} = 0,219t - \frac{149,7}{t} \quad (3)$$

Il existe d'autres systèmes de mesure : viscosimètres de couette, à disque ou à cônes, etc.

### III.1.1.7. Variation de la viscosité avec la température

#### ➤ Fonction de Walther

Différentes expressions ont été employées pour représenter les courbes de variation de viscosité des huiles en fonction de la température. Nous allons utiliser l'équation de Walther et Mc Coull qui a donné naissance à l'abaque ASTM.

$$W = \log \log (v+a) = -m \log T + n \quad (4)$$

Avec  $v$  : viscosité cinématique.

$T$  : température en K.

$a$  : coefficient dépendant de la viscosité cinématique de l'huile.

$m, n$  : constantes caractéristiques de l'huile étudiée.

$W$  : fonction de Walther.

La constante  $a$  ajoutée à la viscosité cinématique a pour valeur :

0,6 pour toutes les huiles de viscosités supérieures à 1,5 cSt.

0,65 entre 1 et 1,5 cSt

0,70 entre 0,7 et 1 cSt

0,75 entre 0,4 et 0,7 cSt

#### ➤ L'abaque A.S.T.M

L'abaque est construit à partir de l'équation de Walther. Cet abaque permet, à partir de la mesure à deux températures, de connaître la viscosité de l'huile à toutes températures par extrapolation ou interpolation. La relation (4) ci-dessus montre que si l'on porte en abscisse le logarithme de température et en ordonnée le  $\log \log(v+a)$ , la courbe de variation de la viscosité avec la température devient une droite dans un intervalle de températures relativement étendu qui dépend de la structure de l'huile.

A partir de l'abaque ASTM, certaines propriétés des huiles peuvent être caractérisées. En particulier, la faible ou la forte variation de la viscosité avec la température est caractérisée par la pente de la droite représentant l'huile considérée. On peut en déduire aussi l'indice de viscosité de Dean et Davis.

### II.1.1.8. Indice de viscosité

De divers indices de viscosité qui ont été proposés jusqu'à ce jour seul celui de DEAN et DAVIS est d'usage universel, bien qu'il fasse encore l'objet de critiques. Cet indice permet de comparer une huile donnée à deux huiles - étalons :

- La famille H (High) a par définition un indice de viscosité 100, qui correspond à des huiles paraffiniques provenant d'un pétrole brut de Pensylvanie, ayant une faible variation de viscosité avec la température.
- La famille L (Low) a par définition un indice 0, qui correspond à des huiles naphthéniques provenant d'un pétrole brut de Golf de Mexique, dont la viscosité varie beaucoup avec la température.

L'indice de viscosité est donné par la relation:

$$VI=100 \cdot \frac{L - U}{L - H} \quad (5)$$

Avec L : viscosité cinématique à 40 °C de l'huile étalon d'indice 0.

U : viscosité cinématique à 40 °C de l'huile étudiée.

H : viscosité cinématique à 40 °C de l'huile étalon d'indice 100.

Les viscosités à 40 °C et à 100 °C de deux familles de référence, de même que la valeur de  $D = L - H$ , sont, pour les huiles de viscosités inférieures à 70 mm<sup>2</sup>/s à 100 °C, données par des tables dans la norme NFT 60 - 136.

### II.1.2. Densité [16]

La densité est le rapport du poids d'un certain volume d'échantillon au poids du même volume d'eau. Généralement, la mesure s'effectue à 20°C pour l'échantillon à étudier et à 4°C pour l'eau.

$$d_4^{20} = \frac{\text{poids d'un volume de produit à } 20^\circ\text{C}}{\text{poids du même volume d'eau à } 4^\circ\text{C}} \quad (6)$$

Dans les pays anglo-saxons, le terme « density » correspond à la masse volumique, tandis que le « specific gravity » sert à désigner la densité notée  $d_4^{20}$ . Cette dernière est utilisée pour deux températures standard identiques, soit 60°F (15,6°C), et a pour symbole sp gr 60°F/60°F.

### II.1.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est le changement de direction d'un rayon lumineux à travers un milieu.

Par définition, l'indice de réfraction est le rapport de la vitesse de la lumière  $c$  dans le vide par la vitesse  $v$  dans un milieu considéré.

$$n = \frac{c}{v} \quad (7)$$

$c$  : vitesse de la lumière dans le vide

$v$  : vitesse dans un milieu considéré

La connaissance de l'indice de réfraction permet de classer les hydrocarbures présents dans des huiles lubrifiantes. Comme la densité, l'indice de réfraction varie aussi avec la structure chimique. Ils vont dans le sens  $n_{\text{paraffinique}} < n_{\text{naphténique}} < n_{\text{aromatique}}$

L'indice de réfraction dépend de la longueur d'onde  $\lambda$  de la lumière utilisée et aussi de la température. Le plus souvent, on opère à 20°C et avec la raie D du sodium.

$$n(\lambda) = A + B(\lambda) \quad (8)$$

Où  $A$ ,  $B$  sont des constantes dépendant du milieu. Les lubrifiants ont un indice de réfraction compris entre 1,470 à 1,550. Il est d'autant plus élevé que la masse moléculaire moyenne et la densité de l'huile sont élevées. La mesure de l'indice de réfraction peut se faire avec différents appareillages. Parmi ces appareillages, on peut choisir le réfractomètre d'ABBE, qui est basé sur l'angle limite de réfraction.

Le réfractomètre de type d'ABBE, doit permettre la mesure d'indice de réfraction compris entre 1,300 et 1,700.

### II.1.4. «Refractivity Intercept» (R.I) [17, 18]

Le « Refractivity Intercept» est inventé par KURTZ et WARD. Il est défini par la relation suivante:

$$RI = n - \frac{d}{2} \quad (9)$$

Où  $n$  : indice de réfraction

$d$  : densité de la fraction pétrolière

Le «Refractivity Intercept» est un paramètre qui permet de séparer les différents groupes d'hydrocarbures : paraffiniques, naphthéniques et aromatiques.

### **II.1.5. Facteur de caractérisation de Huang (I) [19.20]**

Le facteur de caractérisation de Huang dépend de l'indice de réfraction  $n$  suivant l'expression :

$$I = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \quad (10)$$

Ce facteur est très important pour la prédiction de la nature chimique des fractions pétrolières.

### **II.1.6. Autres propriétés physiques des lubrifiants**

Il existe d'autres propriétés physiques pour caractériser les huiles lubrifiantes telles que:

#### **II.1.6.1. La couleur [21]**

Avec les huiles de pétrole, la couleur par transparence va de pair avec le degré de pureté ou de raffinage : huile noire, rouge, pâle, blanche.

La couleur par réflexion peut donner une présomption d'origine, si aucun colorant n'a été utilisé : reflet bleuâtre avec les huiles asphaltiques et naphthéniques, reflet verdâtre avec les huiles paraffiniques.

Au cours de leur utilisation, les huiles s'altèrent et deviennent de plus en plus foncées. C'est le cas des huiles dans le moteur Diesel.

#### **II.1.6.2. Pouvoir calorifique [22]**

Du point de vue énergétique, les lubrifiants peuvent être caractérisés par leur pouvoir calorifique. Le pouvoir calorifique est la quantité de chaleur dégagée par la combustion d'une unité de masse, s'il s'agit d'un solide ou d'un liquide ou d'une unité de volume s'il s'agit d'un gaz.

La quantité d'énergie produite par la combustion est exprimée en kilojoules (kJ). Il existe deux mesures possibles de ce pouvoir calorifique selon l'état de l'eau présente lors de la combustion :

- le pouvoir calorifique supérieur (PCS) : c'est l'énergie résultant de la

combustion à laquelle on ajoute l'énergie que la vapeur d'eau restitue à son environnement en se condensant.

– Le pouvoir calorifique inférieur (PCI) est l'énergie résultant de la combustion sans tenir compte de l'énergie consacrée à la vaporisation d'eau.

## **II.2. PROPRIETES CHIMIQUES DES LUBRIFIANTS [23]**

### **II.2.1. Teneur en eau**

La teneur en eau représente le pourcentage en volume de l'eau contenue dans l'échantillon d'huile à analyser.

### **II.2.2. Matières carbonneuses**

C'est le pourcentage en matières carbonneuses contenues dans l'huile usagée. Elles se présentent sous forme de suspensions dans les huiles usagées.

### **II.2.3- Réserve d'alcalinité ou TBN (Total Basic Number)**

Elle représente la quantité d'acide (exprimée en milligrammes de potasse) nécessaire pour neutraliser tous les constituants à caractère basique présents dans un gramme de matières à analyser. La mesure est réalisée suivant la norme A.S.T.M. D 974.58T. Le résultat est exprimé en mg de KOH par gramme de l'échantillon.

### **II.2.4. Autres propriétés chimiques des lubrifiants [24,25]**

Il existe encore d'autres propriétés chimiques pour caractériser les huiles lubrifiantes telles que :

#### **II.2.4.1. Point d'éclair**

Le point d'éclair est la température minimale à laquelle il faut porter la prise d'essai pour que les vapeurs émises s'allument spontanément en présence d'une flamme dans des conditions normalisées.

#### **II.2.4.2. Point d'auto - inflammation**

Le point d'auto - inflammation est la température à laquelle la coupe pétrolière est susceptible de s'enflammer spontanément en présence de l'air mais en absence de combustion. La température d'auto - inflammation peut être abaissée en augmentant la pression.

#### **II.2.4.3. Point de trouble**

Le point de trouble d'une coupe ou d'un produit est la température à laquelle, la coupe ou le produit présente des particules solides (cristaux de paraffine).

#### **II.2.4.4. Point d'écoulement ou « pour point »**

Le point d'écoulement est la température la plus basse à laquelle le fluide s'écoule lorsqu'il est refroidi dans des conditions requises. Il est aussi un indicateur de capacité d'une huile ou d'un distillat à s'écouler à une température de fonctionnement à froid.

#### **II.2.4.5. Point d'aniline**

C'est la température la plus basse à laquelle des volumes égaux d'aniline et du produit considéré sont complètement miscibles, la rupture de miscibilité se manifestant par l'apparition d'un trouble net.

Le point d'aniline est une caractéristique liée au caractère aromatique des lubrifiants qui est d'autant plus prononcé que la miscibilité de l'aniline et du lubrifiant a lieu à une température plus basse.

## **CHAPITRE III: CARACTERISATION DES HUILES EN SERVICE**

### **III.1. CARACTERISTIQUES DES HUILES [26]**

Les huiles lubrifiantes possèdent deux caractéristiques : les caractéristiques d'identification, les caractéristiques moteurs.

#### **III.1.1. Caractéristiques d'identification**

Pour identifier la classe d'huile neuve, les caractéristiques à considérer sont les suivantes : la viscosité, la densité, l'indice de réfraction, la refractivity intercept, la TBN.

#### **III.1.2. Caractéristiques moteurs**

Ce sont les caractéristiques de l'huile dont l'examen de l'évolution des valeurs permet de juger le comportement de l'huile. Il s'agit de la teneur en eau, des matières charbonneuses, la dilution gazole.

### **III.2. FACTEURS QUI INFLUENT LA DEGRADATION**

#### **ET LES CONTAMINATIONS DES HUILES [27]**

##### **III.2.1. Dégradation des huiles**

Les huiles vont se dégrader à cause de l'oxydation sous l'effet de la température et l'oxygène de l'air favorisée par la présence de catalyseurs : particule de fer, de cuivre, d'aluminium, etc. Une fois le processus de l'oxydation initié, une réaction à la chaîne va avoir lieu et va détruire certaines caractéristiques de l'huile.

Par suite de la dégradation des huiles, plusieurs effets peuvent se présenter telles que:

- l'altération des caractéristiques physiques des lubrifiants.
- la formation de boues, vernis et de dépôts susceptibles de bloquer le passage de l'huile dans sa canalisation de distribution.
- risques de corrosion.

##### **III.2.2. Les contaminations des huiles**

Les principales contaminations des huiles sont :

- des impuretés et des poussières de l'atmosphère ; elles s'introduisent dans les moteurs en fonctionnement par la jauge d'huile, les joints de collecteur d'admission non étanches, l'huile et le carburant (en cas de souillure avant usage par manque de précaution en cours de manipulation et stockage).

- de l'eau qui provient de la condensation à l'intérieur des moteurs par suite de fonctionnement à température insuffisante, dans le cas d'atmosphère chargée d'humidité, de

fuite aux joints de culasse, aux joints de chemises humides, de blocs cylindres (ces fuites sont parfois très faibles et difficiles à détecter).

- des divers abrasifs qui comprennent :
  - les poussières et copeaux métalliques provenant d'opérations d'usinage
  - les produits utilisés pour le sablage des bougies,
  - les produits de rodage des soupapes, utilisés sous forme de pâtes ou de suspensions solides,
  - le sable de fonderie qui a pu rester dans les pièces depuis la coulée,
  - les particules employées pour les grenailages, après démoulage des pièces de fonderie.
- du carbone : il résulte du passage des produits de combustion du carburant dans l'huile de carter. Cette pollution peut atteindre des valeurs très importantes, surtout dans le cas de moteurs diesel fonctionnant, en surcharge avec filtre à air encrassé, avec des injecteurs et des pompes d'injection déréglées ou usées, etc.
- des sels de plomb : ils proviennent de la combustion des essences éthyles.
- des carburants et combustibles introduits dans l'huile par l'effet de la dilution.
- des produits divers : peinture ou revêtements internes des moteurs, débris des chiffons de nettoyage, pâte à joint, produits chimiques de nettoyage, etc.

Ils existent d'autres groupes de contaminants issus des produits d'usure des moteurs tels que:

- le fer, en provenance des pièces en fonte et en acier
- le cuivre, l'étain et du plomb, résultant plus communément de l'usure des coussinets et des paliers ;
- le chrome, dans le cas d'utilisation de segments et de portées chromés, ou d'eau de refroidissement additionnée de bichromate de soude, de l'aluminium, dû à l'usure des pistons ;
- d'autres métaux divers.

La contamination des huiles peut modifier certaines propriétés :

- ✓ les particules solides non miscibles aux lubrifiants qui risquent de provoquer de l'usure (par abrasion).
- ✓ les contaminants solubles (solvants organiques et hydrocarbures) et non solubles tel que l'eau altère les propriétés physiques de l'huile.

### III.2.3. Composition et concentration des contaminants des huiles usagées [28, 29]

La composition et la concentration des produits de contamination dans les huiles usagées varient avec les types des moteurs (à essence ou diesel), le dessin des moteurs, les conditions d'utilisation, les règles d'entretien préventif, la présence ou non de filtres à huile, à air et de carburants, la nature des huiles et des carburants utilisés, la fréquence des vidanges.

Les huiles moteurs à la sortie des carters contiennent un certain nombre de polluants:

- des suies, des résines,
- des métaux lourds,
- du chlore provenant de certains additifs de lubrification,
- des acides organiques provenant de l'oxydation partielle de l'huile,
- des composés aromatiques parmi lesquels des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP),
- des phénols, des phtalates.

Les huiles industrielles sont très dégradées et leur contamination se rapproche de celle l'huile moteur. Par exemple, les huiles des trempes se chargent pendant leur utilisation de goudrons et de résines. Les huiles industrielles claires usagées sont peu contaminées. En effet, l'eau et les particules sont en général responsables de l'usure de lubrifiant.

D'après de nombreuses analyses, effectuées au cours de la surveillance du graissage de moteur en service, les teneurs en contaminants solides et liquides d'huiles usagées de moteurs à essence et diesel des types automobiles évoluent dans les limites indiquées dans le tableau III.1.

	<b>Moteurs diesel</b>	<b>Moteurs à essence</b>
Carbone (% en poids)	1 à 5	0,5 à 0,2
Abrasifs	0,05 à 0,20	0,05 à 0,20
Composés de plomb	Néant	0,05 à 0,20
Eau (% en volume)	0,2 à 0,5	0,2 à 0,5
Produits d'altération	Traces à 0,5	Traces à 0,5
Carburant ou combustible	De 1 à 5	De 1 à plus de 10

**Tableau III.1 :** Teneurs en contaminants solides et liquides d'huiles usagées de moteur à essence et diesel

### **III.3. PROCÉDES D'ÉCHANTILLONNAGE DES HUILES [30]**

Les huiles usagées doivent être stockées dans des conditions normalisées NF M.07 - 001, ASTM D 4057, ASTM D 4177. Ces normes décrivent un ensemble de méthodes de prélèvement et donnent des recommandations pour pouvoir obtenir des échantillons représentatifs.

Pour pouvoir stocker l'échantillon, il faut respecter les recommandations suivantes :

- il faut utiliser un flacon propre et sec.
- l'échantillon doit être prélevé au même point d'échantillonnage ;
- le prélèvement doit être effectué avant un appoint d'huile neuve ;
- il faut mentionner la quantité, la période (nombre d'heures de fonctionnement pour tout appoint d'huile neuve) ;
- le prélèvement est effectué lorsque le moteur est chaud ;
- l'huile doit être homogène.

### **III.4. VALORISATION DES HUILES USAGÉES [31]**

#### **III.4.1. Valorisation énergétique**

La recherche de possibilités d'utilisation des déchets en combustibles de substitution connaît actuellement un très grand développement. Les huiles usagées peuvent être utilisées comme source d'énergie ou de combustible. Par ailleurs, bien que son pouvoir calorifique puisse être estimé à environ 90 % de celui du fuel lourd, l'huile usagée peut être considérée comme un combustible intéressant. D'une manière générale, le pouvoir calorifique inférieur d'un fuel lourd est estimé à 41 850 kJ/kg et le pouvoir calorifique inférieur d'une huile usagée est de l'ordre de 37 665 kJ/kg.

#### **III.4.2. Régénération des huiles usagées**

La connaissance des déficits concernant les différentes propriétés de l'huile usagée nous a permis de procéder à des expériences de valorisation par la méthode de re-raffinage. Dans notre expérience, nous avons utilisé la méthode de raffinage à l'acide sulfurique pour améliorer les propriétés physico-chimiques de ces huiles. Ce traitement a pour but d'éliminer les sédiments insolubles, les débris de métaux, les oxydes métalliques, les composés solubles indésirables dans l'huile (produits d'oxydation, additifs divers, produits aromatiques sulfonables, etc).

**DEUXIEME PARTIE:**  
**TRAVAUX PERSONNELS**

## CHAPITRE IV : ETUDE PHYSICO- CHIMIQUE D’HUILE NEUVE ET D’HUILES USAGEES – ETUDE COMPARATIVE

### IV.1. ORIGINE DES ECHANTILLONS

Nous avons étudié un type d’huile moteur monograde, Energol BP IC HFX 404 (SAE40) qui est fourni gracieusement par la JIRAMA d’Ambohimambola.

Les échantillons d’huiles usagées ont été prélevés dans un moteur portant le numéro 1308 en deux endroits différents : l’un à la sortie moteur et l’autre à la caisse journalière.

Ces échantillons sont notés de la façon suivante :

	Huile neuve	Huile usagée à la caisse journalière			Huile usagée à la sortie moteur		
Echantillon	1A	2A	3A	4A	2B	3B	4B
Numéro du groupe		1308	1308	1308	1308	1308	1308

Il est à noter que la quantité de chaque échantillon prélevé est d’environ 1,50 l.

Les analyses sont faites sur les échantillons sus-cités selon les normes AFNOR ou ASTM.

### IV.2. ETUDE D’ECHANTILLON D’HUILE NEUVE

#### IV.2.1 Etude de la tendance chimique prépondérante de l’huile neuve.

Les valeurs des différents paramètres tels que la densité, l’indice de réfraction, le refractivity intercept (RI) et le facteur de caractérisation de Huang (I) sont données dans le tableau IV-1 suivant :

Echantillon	Indice de réfraction	Densité	RI	I
1A	1,490	0,912	1,034	0,289

**Tableau IV.1 :** Différents paramètres caractéristiques de l’échantillon d’huile neuve.

Le tableau IV-2 résume les caractéristiques considérées comme référence aromatique, paraffinique et naphénique selon la littérature [32,33]

Type d’hydrocarbure	Paraffinique	Naphténique	Aromatique
RI	1,048-1,050	1,030-1,046	1,070-1,105
I	0,267-0,273	0,278-0,308	0,298-0,362

**Tableau IV.2 :** Caractéristiques des différents types d’huiles.

Lors de l'analyse effectuée, la valeur du «refractivity Intercept » RI est de 1,034 alors que pour le facteur de caractérisation de Huang I, nous avons trouvé de 0,289. En comparant les valeurs obtenues au tableau IV-1 avec celles du tableau IV-2, nous pouvons dire que notre échantillon est de nature naphénique.

#### **IV.2.2 Etude comparative des caractéristiques des huiles données par le fournisseur et des résultats expérimentaux :**

Le tableau IV-3 suivant présente quatre colonnes :

- La première désigne les paramètres déterminés au cours de l'expérience.
- Les deuxième et troisième colonnes donnent la référence de valeurs moyennes données par le fournisseur et celles obtenues antérieurement [1].
- La dernière colonne indique les résultats d'analyses lors de l'expérience.

Il est à noter que l'échantillon d'huile 1A' est de même grade que celui de 1A.

Paramètres	Référence de valeur moyenne	Echantillon 1A'	Echantillon 1A
Viscosité à 100°F en cSt	165	119	130
Viscosité à 210°F en cSt	14,60	13,30	12
Indice de viscosité	93	117	94
TBN en mg de KOH/g	40,80	38,00	40,29
Teneur en eau	0,00	0,02	0,01

**Tableau IV.3 :** Caractéristiques de l'Energol BP IC HFX 404 données par le fournisseur et celles obtenus expérimentalement.

En considérant les valeurs de la viscosité cinématique, le fournisseur donne les valeurs suivantes : 14,60 cSt à 210 °F et 165 cSt à 100 °F alors que lors de notre essai nous avons obtenu 12 cSt à 210 °F et 130 cSt à 100 °F.

Nous avons remarqué que les valeurs de la viscosité trouvées expérimentalement sont inférieures à celles données par le fournisseur, mais assez semblables à celles trouvées dans d'autres essais [1].

Les indices de viscosité pour l'échantillon 1A et 1A' sont respectivement 94 et 117. Ils sont supérieurs aux valeurs proposées par le fournisseur. Dans le cas où la viscosité reste faible malgré un indice de viscosité élevé, nous pouvons dire que le lubrifiant a subi un cisaillement des additifs d'indice de viscosité [34].

Les TBN des échantillons 1A et de 1A' sont presque les mêmes, elles sont légèrement inférieures à celle de l'huile de référence. Ceci s'explique par le fait qu'il y a formation d'acides, due au phénomène d'oxydation du lubrifiant même pendant le stockage. Ces acides réagissent avec les bases existant dans l'huile et entraînent un abaissement de la réserve d'alcalinité.

En considérant la teneur en eau de deux échantillons, on constate que ceux-ci contiennent de l'eau à l'état neuf. Nous pouvons estimer que ce phénomène est dû aux conditions de stockage.

#### IV.2.3. Variation de la viscosité en fonction de la température

Le tableau IV.4 présente quatre colonnes :

- La première colonne donne les différentes températures utilisées au cours de l'expérience.
- Les deuxième et troisième colonnes indiquent respectivement la référence des valeurs moyennes proposées par le fournisseur et quelques résultats d'analyses obtenues [1]
- La dernière colonne montre les résultats obtenus lors de notre étude.

Température en (°C)	Référence de valeurs moyennes	Echantillons 1A'	Echantillons 1A
40	150	115	112
50	-	68,50	68
60	-	44,50	46
70	-	32,50	28
80	-	22,50	21,50
90	15	17,0	16

**Tableau IV-.4 :** Température et viscosité cinématiques correspondantes

En étudiant la viscosité cinématique donnée par le fournisseur, nous notons que, les viscosités à 40°C et 90°C sont respectivement 150 cSt et 15 cSt. Lors de notre expérience, les valeurs à 40 °C et 90 °C sont 112 cSt et 16 cSt. Nous pouvons constater que les valeurs trouvées lors de l'expérience sont légèrement inférieures à celles données par le fournisseur à 40 °C. Tandis que la valeur trouvée à 90 °C est presque voisine de celle donnée par le fournisseur. Par rapport à l'échantillon 1A', elles sont toutes voisines à 40 °C, comme à 90 °C.

Au cours de l'expérience, nous avons remarqué que la viscosité diminue lorsque la température augmente. Entre 40 °C et 90 °C, l'écart de viscosité est de l'ordre de 90 cSt, il est assez élevé. Nous pouvons dire que la nature chimique des molécules a une influence sur la viscosité. C'est ainsi que les huiles naphéniques ont une viscosité qui varie beaucoup plus avec la température. [30]

Nous avons essayé de représenter la fonction de Walther en nous basant sur les valeurs dressées dans les tableaux IV.5 et IV.6 suivants:

Echantillon 1A

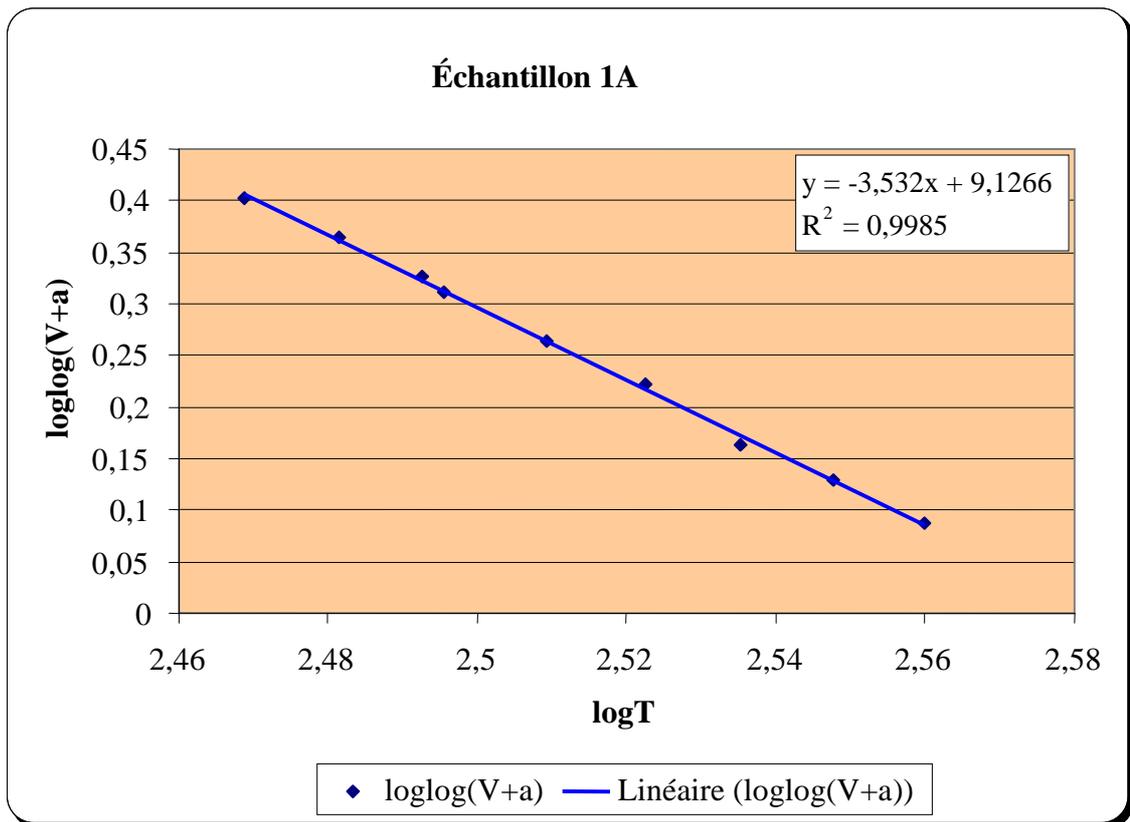
T (°C)	T (K)	logT	V(cSt)	log log(V+a)
40	313	2,4955443	112	0,31207965
50	323	2,5092025	68	0,26394934
60	333	2,5224442	46	0,22229652
70	343	2,5352941	28	0,16327054
80	353	2,5477747	21,50	0,12852601
90	363	2,5599066	16	0,0766858

**Tableau IV.5 :** Valeurs utilisées pour la représentation de la fonction de Walther

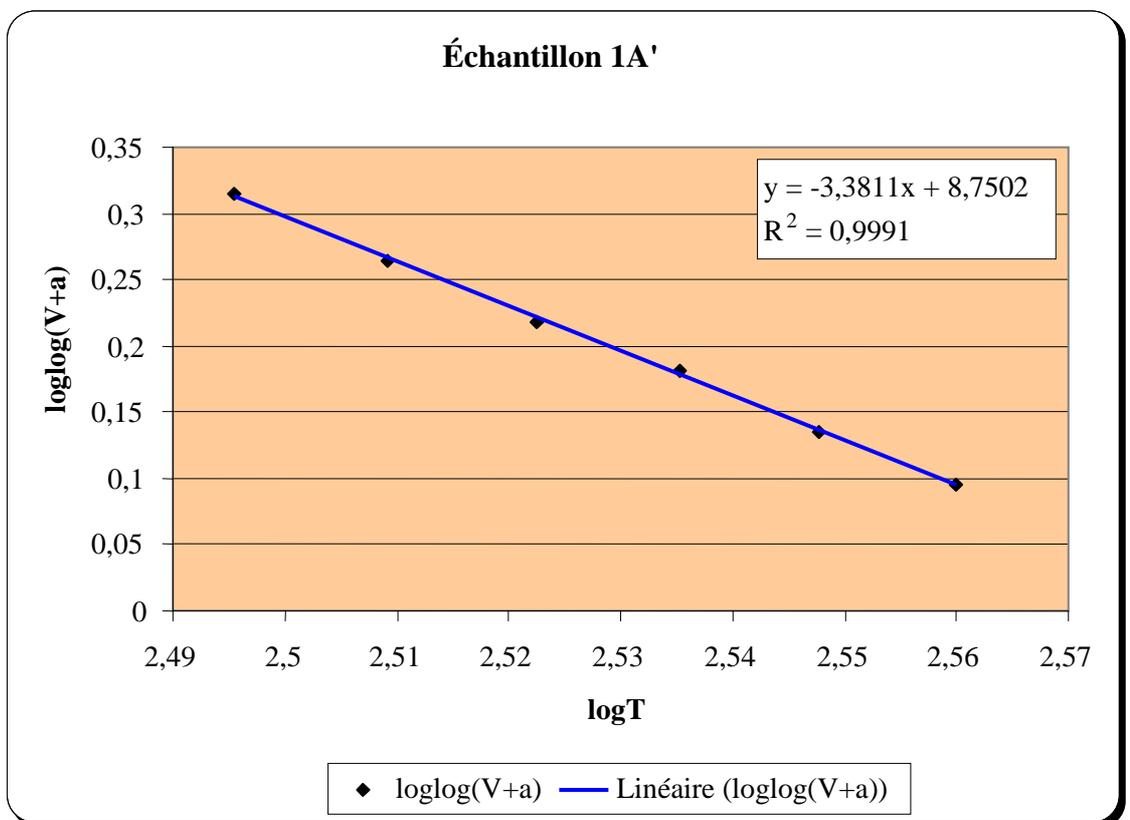
Echantillon 1A'

T (°C)	T (K)	logT	V(cSt)	log log(V+a)
40	313	2,4955443	115	0,3144904
50	323	2,5092025	68,50	0,2646946
60	333	2,5224442	44,50	0,2185819
70	343	2,5352941	32,50	0,1817944
80	353	2,5477747	22,50	0,1346908
90	363	2,5599066	17	0,0953481

**Tableau IV.6 :** Valeurs utilisées pour la représentation de la fonction de Walther



**Figure IV.1** : Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 1A



**Figure IV.2** : Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 1A'

Les différentes valeurs obtenues ci-dessus permettent de tracer la courbe de fonction de Walther et Mc Coull d'équation :

$$W = \log \log (v+a) = -m \log T + n$$

En se rappelant que  $Y = \log \log(v+a)$ ,  $x$  représente  $\log T$ ,  $m$  et  $n$  sont des constantes caractéristiques des huiles étudiées.

La courbe de tendance obtenue à partir de différentes valeurs de  $\log \log(v+a)$  en fonction de  $\log T$  et le coefficient de corrélation peuvent être résumés dans le tableau IV-7

Echantillon	Equation de la courbe de tendance	$R^2$
1A	$Y = -3,532x+9,1266$	0,9985
1A'	$Y = -3,3811x+8,7502$	0,9991

**Tableau IV.7 :** Equations de la courbe de tendance et coefficients de corrélation correspondants

En considérant l'équation de la courbe de tendance et le coefficient  $R^2$  voisin de l'unité, la courbe effective représentant la fonction est :

$$W = \log \log(v+a) = -3,3811x + 8,7502$$

D'après ce résultats, on trouve comme valeur de  $m = -3,3811$ , qui peut définir l'indice de pente de l'huile et la constante caractéristique est  $n = 8,7502$ . La variation de la viscosité de cette huile en fonction de la température est caractérisée par ces coefficients. En considérant maintenant les valeurs de coefficients  $m$  et  $n$ , pour ces deux huiles de même type, les valeurs de ces constantes sont voisines. Dans chaque cas, on obtient une droite, et les échantillons sont des liquides newtoniens.

### IV.3. ETUDE DES ECHANTILLONS D'HUILES USAGEES

#### IV.3.1. Paramètres utilisés pour l'analyse des échantillons.

Parmi les paramètres caractéristiques des huiles, on peut citer entre autres :

- la viscosité,
- l'indice de viscosité,
- la densité,
- la réserve d'alcalinité,
- la teneur en eau,
- les matières charbonneuses,
- L'indice de réfraction.

#### IV.3.2. Echantillon n°2

##### IV.3.2. 1. Description

Les échantillons n°2 sont de l'huile usagée de l'échantillon n°1 après quelques heures de fonctionnement. Les échantillons 2A et 2B correspondent respectivement aux huiles prélevées à la caisse journalière et à la sortie moteur.

Le tableau IV.8 ci-après donne les informations fournies par la JIRAMA.

Centrale thermique	AMBOHIMANAMBOLA
Echantillons n°2	HUILES USAGEES
Marque	Energol BP IC HFX 404
Grade	SAE 40
Nom du groupe	PIELSTICK
Numéro du groupe	1308
Heure huile	16217,04
Date de prélèvement	13/03/07
Date d'analyse	20/03/07

**Tableau IV.8 :** Informations sur l'échantillon n°2, données par la JIRAMA.

##### IV.3.2.2. Mesure des paramètres caractéristiques des échantillons

Les tableaux IV.9 et IV.10 donnent les paramètres caractéristiques des échantillons 1A, 2A et 2B.

Paramètres	Echantillon		
	1A	2A	2B
Densité (kg/m <sup>3</sup> )	0,912	0,918	0,918
Teneur en eau (% en volume)	0,01	0,04	0,05
Matières carbonneuses (% en masse)	0,00	0,60	0,65
Réserve d'alcalinité (mg de KOH/g)	40,80	38,63	38,34
Indice de viscosité	94	97,46	98,16
Indice de réfraction	1,4900	1,4935	1,4925

**Tableau IV.9 :** Paramètres caractéristiques des huiles

Température (°C)	Viscosité (cSt)		
	1A	2A	2B
40	112	132	134
50	68	78	89
60	46	50	52
70	28	32	38
80	21,50	23	23
90	16	16	16,7

**Tableau IV.10.** Différentes températures et viscosités cinématiques correspondantes

### **IV.3.2. 3. Interprétation relative à l'échantillon n°2**

#### **IV.3.2.3.1. Densité**

Les valeurs obtenues au cours de l'expérience de l'échantillon 1A (huile neuve) et de l'échantillon n°2 sont respectivement 0,912 et 0,918. On constate que les huiles usagées ont une densité supérieure à celle de l'huile neuve. Cette augmentation est due à la présence d'impuretés comme l'eau dans l'huile lors de son utilisation.

#### **IV.3.2.3.2. Teneur en eau**

Au fur et à mesure du fonctionnement de l'huile, la teneur en eau augmente. Ceci constitue une anomalie d'autant plus indésirable car l'eau, même en faible quantité, peut causer de graves dégâts dans un lubrifiant moteur. Son existence dans l'huile provient par : la condensation des vapeurs d'eau à basse température de fonctionnement ou la fuite du circuit de refroidissement. Les valeurs trouvées sont inférieures à la limite admise qui est de 0,2% en volume.

#### **IV.3.2.3.3. Matières carbonneuses**

Les matières carbonneuses trouvées expérimentalement ont une valeur moyenne de 0,62% en masse. Elles se forment à température très élevée et sous forte pression. Le carbone qui est l'élément majoritaire dans le combustible est brûlé en donnant naissance à des matières carbonneuses. Celles-ci augmentent la viscosité de l'huile. Notons qu'une teneur élevée est un signe de mauvaise carburation ou mauvaise injection ou d'un défaut d'étanchéité de segmentation : c'est une caractéristique essentielle pour une huile moteur car elle peut dénoter un mauvais fonctionnement du moteur.

Les valeurs trouvées sont inférieures à la limite d'utilisation de l'huile qui est de 3% en masse.

#### **IV.3.2.3.4 Réserve d'alcalinité ou TBN**

Les valeurs de la TBN pour les échantillons n°1 et n°2 sont respectivement de 40,80 et de 38,34 mg de KOH/g. En tenant compte de l'heure huile (16217,04), il est normal que cette valeur diminue ; les additifs à caractère basique dans l'huile sont consommés par l'élément acide provenant de la transformation de soufre dans le gazole. Il y a donc diminution de ce valeur.

#### **IV.3.2.3.5 Indice de réfraction**

Les valeurs de l'indice de réfraction d'huile neuve et d'huiles usagées sont respectivement 1,4900 et 1,4930. Elles augmentent de l'état neuf à l'état usagé. Cette augmentation est due à la présence d'impuretés comme les matières charbonneuses dans l'huile.

#### **IV.3.2.3.6 Indice de viscosité**

L'indice de viscosité de l'huile à l'état neuf différent de celui de l'état usagé s'explique par l'influence d'une dilution par le carburant imbrûlé. Ce phénomène réduit l'efficacité de l'huile et affecte ses caractéristiques.

#### **IV.3.2.3.7 Viscosité**

L'examen des résultats du tableau IV-10 montre que la viscosité de l'huile usagée varie plus rapidement que celle de l'huile neuve.

En comparant les valeurs de la viscosité cinématique de l'échantillon 1A (huile neuve) et celles des échantillons d'huile usagée correspondante, nous avons remarqué que la viscosité des échantillons d'huile usagée est légèrement supérieure à celle d'huile neuve. A titre d'exemple, elle est de 112 cSt à 40 °C pour l'huile neuve et de 132 cSt pour l'huile usagée tandis qu'à 90 °C, les viscosités sont presque les mêmes.

En effet, l'écart de viscosité est assez grand entre les deux températures 40 °C et 90°C .Nous pouvons dire qu'en service, les additifs d'indice de viscosité peuvent s'altérer. En outre la présence d'impuretés favorise aussi cette augmentation de la viscosité.

Afin de pouvoir représenter la fonction de Walther, les propriétés rhéologiques sont résumées dans les tableaux IV.11 et IV.12 suivants :

Echantillon 2A

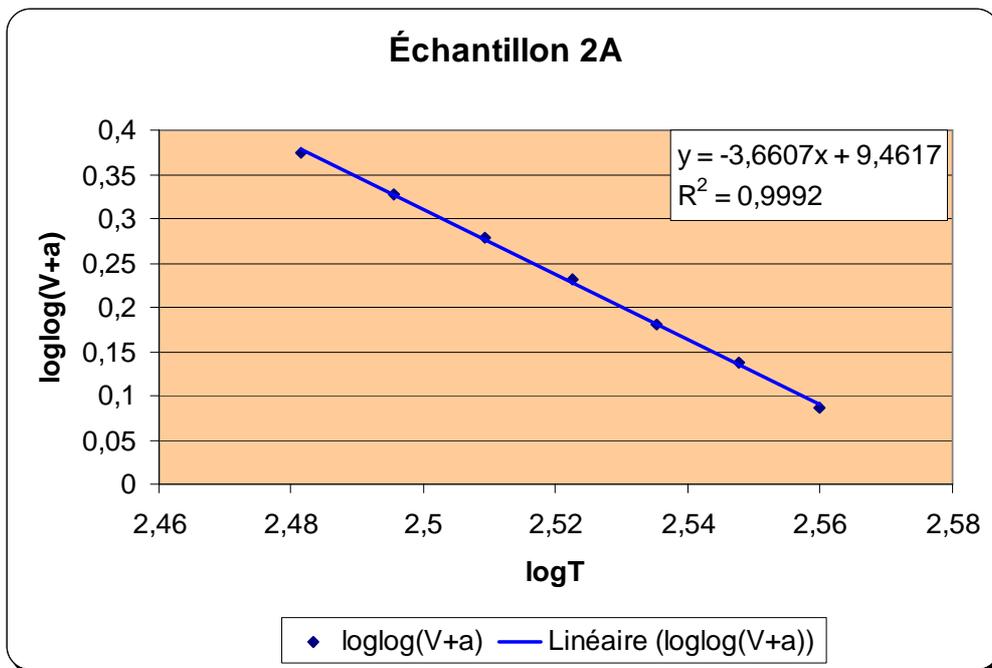
T (°C)	T (K)	logT	V(cSt)	log log(V+a)
40	313	2,49554434	132	0,32685666
50	323	2,50920252	78	0,27770604
60	333	2,52244423	50	0,23150795
70	343	2,53529412	32	0,17990138
80	353	2,54777471	23	0,13764227
90	363	2,5599066	16	0,08639831

**Tableau IV.11** : Différentes valeurs de l'échantillon 2A

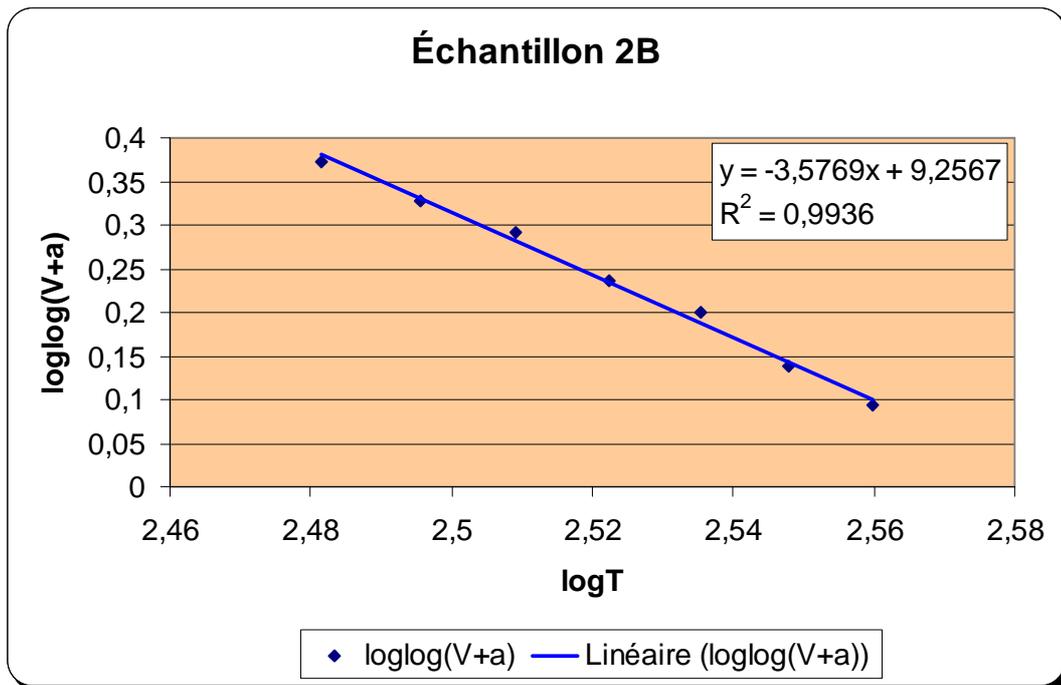
Echantillon 2B

T (°C)	T (K)	logT	V(cSt)	log log(V+a)
40	313	2,49554434	134	0,32818485
50	323	2,50920252	89	0,29054834
60	333	2,52244423	52	0,23577727
70	343	2,53529412	38	0,20046397
80	353	2,54777471	23	0,13764227
90	363	2,5599066	16,70	0,092736882

**Tableau IV.12** : Différentes valeurs de l'échantillon 2B



**Figure IV.3** : Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 2A



**Figure IV.4 : Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 2B**

Les résultats, obtenus lors de deux essais effectués sur des échantillons sont consignés au tableau IV.13

Echantillon	Equation de la courbe de tendance	Coefficient de corrélation $R^2$
2A	$Y = -3,6607x + 9,4617$	0,9992
2B	$Y = -3,5769x + 9,2567$	0,9936

**Tableau IV.13 : Equations de la courbe tendance et coefficients de corrélation  $R^2$**

Les coefficients de corrélation montrent que les valeurs trouvées sont voisines de l'unité mais la plus proche de l'unité est celle de la première courbe. Ceci explique le caractère linéaire que présentent les points que nous avons trouvés lors de notre expérience. D'après les équations de la courbe de ces deux échantillons, on peut en déduire que la valeur moyenne de l'indice de pente est  $m = -3,6188$  et que la constante caractéristique est  $n = 9,3592$ . La variation de la viscosité en fonction de la température est caractérisée par ces coefficients.

### IV.3.3. Echantillon n°3

#### IV.3.3.1 Description

L'échantillon n°3 est du même type que l'échantillon n°2, la différence se situe au niveau de l'heure huile et de la date de prélèvement. Les échantillons 3A et 3B correspondent à des huiles prélevées à la caisse journalière et à la sortie moteur. Nous avons résumé dans le tableau ci-après les renseignements qui les concernent.

Centrale thermique	AMBOHIMAMBOLA
Echantillon n°3	HUILES USAGEES
Marque	Energol BP IC HFX 404
Grade	SAE 40
Nom du groupe	PIELSTICK
Numéro du groupe	1308
Heure huile	17307,64
Date de prélèvement	15/06/07
Date d'analyse	18/06/07

**Tableau IV.14 :** Informations données par la JIRAMA

#### IV.3.3.2. Mesure des paramètres caractéristiques des échantillons

Les tableaux IV.15 et IV.16 donnent les paramètres caractéristiques des échantillons 1A, 3A et 3B.

Paramètres	Echantillon		
	1A	3A	3B
Densité (kg/m <sup>3</sup> )	0,912	0,921	0,922
Teneur en eau (% en volume)	0,02	0,05	0,06
Matières charbonneuses (% en masse)	0,00	0,65	0,67
Réserve d'alcalinité (mg de KOH/g)	40,29	39,35	38,41
Indice de viscosité	94	95,20	94,88
Indice de réfraction	1,4900	1,4940	1,4945

**Tableau IV.15 :** Paramètres caractéristiques des huiles

Température (°C)	Echantillon		
	1A	3A	3B
40	112	134	138
50	68	81	78
60	46	51	53
70	28	37	35
80	21,50	23	22,50
90	16	17,30	17,30

**Tableau IV.16 :** Différentes températures et viscosités cinématiques correspondantes.

### **IV.3.3.2 Interprétation relative à l'échantillon n°3**

#### **IV.3.3.2.1 Densité**

En considérant la densité, on trouve 0,912 pour l'huile neuve et 0,921 pour l'huile usagée. Nous pouvons dire que l'huile à l'état neuf est moins dense que l'huile usagée. Cette différence est due à la présence d'impuretés dans l'huile usagée.

#### **IV.3.3.2.2. Teneur en eau**

Lors de l'expérience, la teneur en eau est aux alentours de 0,06% en volume. Elle se forme par condensation des produits de combustion ou une fuite du circuit de refroidissement. Notons que l'augmentation de la teneur en eau entraîne le dépôt de laques, résidus de contaminations, le colmatage des filtres, la formation d'acides corrosifs, la formation de rouille et aussi une augmentation de la viscosité des huiles.

#### **IV. 3.3.2.3. Matières carbonneuses**

Après fonctionnement des huiles, les matières carbonneuses sont de l'ordre de 0,66% en masse. Par rapport aux deux échantillons précédents, elles augmentent aussi en fonction de l'heure huile. Cette augmentation de la teneur en matières carbonneuses est due à l'échauffement du moteur, qui entraîne la combustion directe du lubrifiant à haute température et pression.

#### **IV. 3.3.2.4. Réserve d'alcalinité**

L'analyse expérimentale permet de trouver une valeur de la TBN inférieure à celle de l'huile neuve, elle diminue encore. L'explication de cette baisse de la réserve d'alcalinité est la même que celle que nous avons évoquée pour les échantillons 2A et 2B, c'est à dire les additifs à caractère basique dans l'huile sont consommés par l'élément acide provenant de la transformation de soufre dans le gazole..

#### **IV.3.3.2.5. Indice de réfraction**

Après 17307,64 heures de fonctionnement des huiles, nous avons trouvé une valeur moyenne de l'indice de réfraction de l'ordre de 1,4943. Nous avons remarqué que cette valeur est assez élevée par rapport à celle de deux échantillons précédents .Elle est due à la présence d'impuretés comme les matières charbonneuses.

#### **IV.3.3.2.6. Indice de viscosité**

L'indice de viscosité a pour valeur moyenne de 95. En comparant avec celle de l'huile neuve, il augmente. Cette augmentation de valeur est encore due à l'augmentation des teneurs en eau et des matières charbonneuses.

#### **IV.3.3.2.7. Viscosité**

En considérant la viscosité cinématique de l'huile neuve et de l'huile usagée, les valeurs trouvées pour l'huile neuve sont de 112 cSt à 40 °C et 15 cSt à 90 °C. Dans le cas de l'huile usagée, elle est de l'ordre de 134 cSt à 40 °C et 17,30 cSt à 90 °C.

En comparant ces deux échantillons, nous avons remarqué que la viscosité à 40 °C pour l'huile usagée est légèrement supérieure à celle d'huile neuve. L'écart entre ces deux valeurs est de 22 cSt.

A la température 90 °C, les valeurs sont presque voisines. Nous pouvons dire que la viscosité est élevée quand la température est faible, tandis qu'à forte température, la viscosité est faible.

Pour déterminer la fonction de Walther, les différentes valeurs des échantillons 3A et 3B sont résumées dans les tableaux IV.17 et IV.18

Echantillon 3A

T (°C)	T (K)	logT	V (cst)	log log(V +a)
40	313	2,49554434	134	0,32818485
50	323	2,50920252	81	0,2814175
60	333	2,5224423	51	0,23366854
70	343	2,53529412	37	0,19733235
80	353	2,54777471	21,50	0,12852601
90	363	2,55990663	17,30	0,09790013

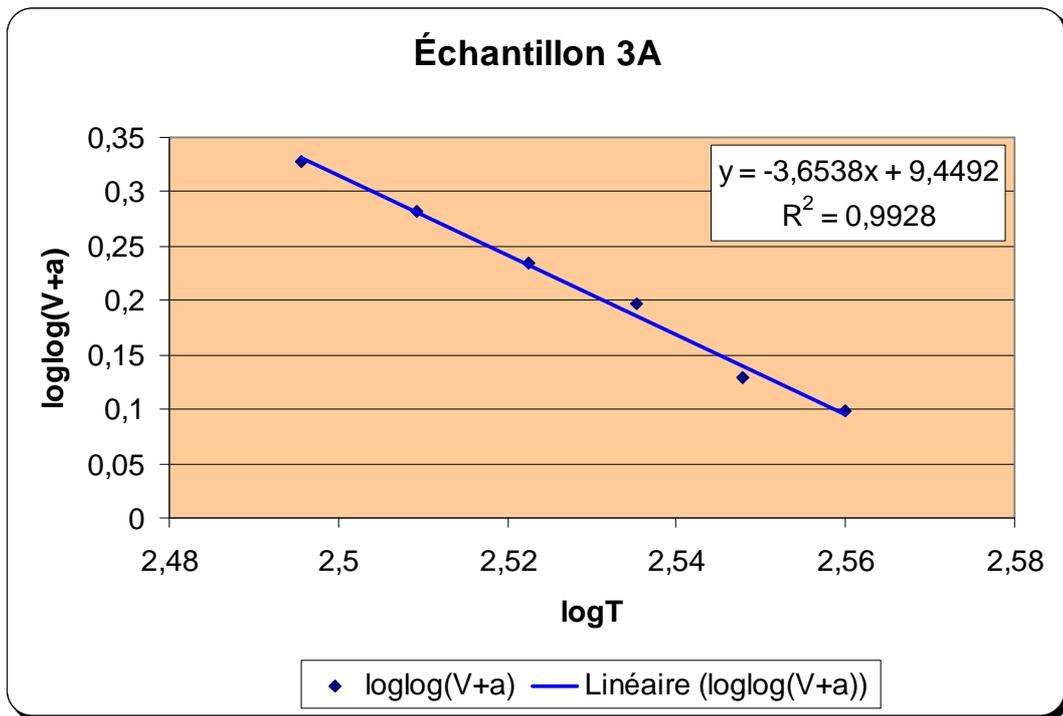
**Tableau IV.17 :** Différentes valeurs de l'échantillon 3A

Echantillon 3B

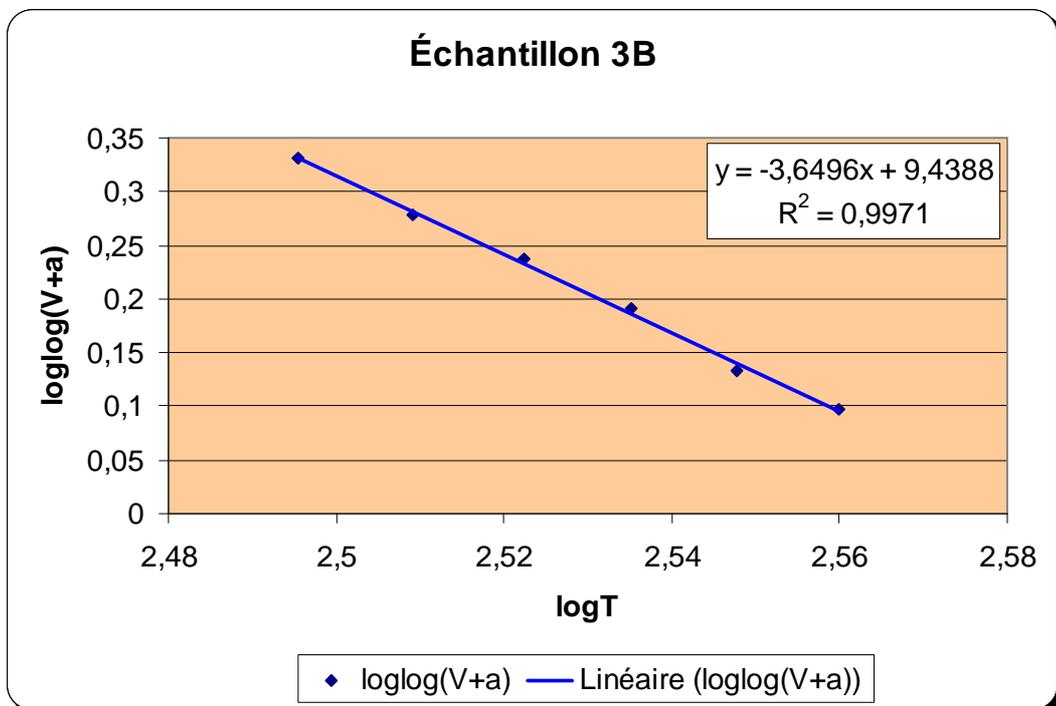
T (°C)	T (K)	logT	V (cst)	log log(V+a)
40	313	2,49554434	138	0,33077146
50	323	2,50920252	78	0,27770604
60	333	2,5224423	53	0,23783638
70	343	2,53529412	35	0,19073778
80	353	2,54777471	22,30	0,13348637
90	363	2,55990663	17,30	0,09790013

**Tableau IV.18 :** Différentes valeurs de l'échantillon 3B.

D'après les différentes valeurs, nous avons pu tracer les courbes correspondantes de la fonction de Walther.(Figure IV.5 et IV.6)



**Figure IV.5** : Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 3A



**Figure IV.6** : Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 3B

Les équations de ces courbes et les coefficients de corrélation sont donnés au tableau

Echantillon	Equation de la courbe de tendance	Coefficient de corrélation R <sup>2</sup>
3A	Y=-3,6538x+9,4492	0,9928
3B	Y=-3,6496x+9,4388	0,9971

**Tableau IV.19 :** Equations de la courbe de tendance et coefficients de corrélation

D'après ces valeurs, nous pouvons dire que la courbe obtenue est une droite puisque les coefficients de corrélation sont voisins de l'unité. A partir des équations de la courbe, nous pouvons déduire que la valeur moyenne de l'indice de pente est  $m = -3,6517$  et la constante caractéristique de l'huile est  $n = 9,4440$ .

En considérant maintenant les valeurs de  $m$  et  $n$ , pour les huiles prélevées dans deux endroits différents mais les mêmes heures de fonctionnement, ces valeurs de ces coefficients sont voisines.

#### IV.3.4 Echantillon n°4

##### IV.3.4.1 Description

L'échantillon n°4 est du même type que ceux précédemment, mais la différence est toujours au niveau de l'heure huile et la date de prélèvement. Les échantillons 4A et 4B correspondent respectivement aux huiles prélevées à la caisse journalière et à la sortie moteur.

Le tableau IV.20 nous résume les caractéristiques de l'échantillon données par le fournisseur.

Centrale thermique	AMBOHIMANAMBOLA
Echantillon n°4	HUILES USAGEES
Marque	Energol BP IC HFX 404
Grade	SAE 40
Nom du groupe	PIELSTICK
Numéro du groupe	1308
Heure huile	17508,5
Date de prélèvement	04/07/07
Date d'analyse	06/07/07

**Tableau IV.20 :** Caractéristiques données par la JIRAMA

#### IV.3.4.2. Mesure des paramètres caractéristiques des échantillons.

Les tableaux IV.21 et IV.22 résument les paramètres caractéristiques des échantillons 1A, 4A, et 4B

Paramètres	Echantillon		
	1A	4A	4B
Densité (kg/m <sup>3</sup> )	0,912	0,920	0,920
Teneur en eau (% en volume)	0,02	0,07	0,08
Matières charbonneuses (% en masse)	0,00	0,67	0,68
Réserve d'alcalinité (mg de KOH/g)	40,29	39,31	38,77
Indice de viscosité	94	100	101
Indice de réfraction	1,4900	1,4950	1,4955

**Tableau IV.21 :** Paramètres caractéristiques des huiles

Température (°C)	Echantillon		
	1A	4A	4B
40	112	128	134
50	68	78	77
60	46	50	51
70	28	37	34
80	21,50	21,50	22,30
90	16	16,70	16

**Tableau IV.22 :** Différentes températures et viscosités cinématiques correspondantes

#### IV.3.4.3. Interprétation relative à l'échantillon n°4

##### IV.3.4.3.1. Densité

La densité de l'huile neuve est 0,912 et celle de l'huile usagée 0,920. Cette augmentation de la valeur provient non seulement de la présence d'eau, mais aussi par l'existence des impuretés provenant du fonctionnement de l'huile, due au frottement mécanique du moteur et à la température très élevée.

#### **IV.3.4.3.2 Teneur en eau**

L'analyse expérimentale permet de trouver une teneur en eau aux alentours de 0,07% en volume. En comparant maintenant cette valeur à celles des échantillons n°2 et n°3 précédents, on constate aussi une augmentation. Cette hausse de la valeur se traduit par l'augmentation de l'heure huile de ces échantillons. Donc nous pouvons dire que la teneur en eau évolue en fonction de l'heure du fonctionnement de l'huile.

#### **IV.3.4.3.3. Matières carbonneuses**

Les matières carbonneuses trouvées lors de l'expérience sont l'ordre de 0,68% en masse. En comparant avec les échantillons n°2 et n°3 précédents, cette valeur augmente encore. Comme la teneur en eau, les matières carbonneuses évoluent aussi en fonction de l'heure huile.

#### **IV.3.4.3.4. Réserve d'alcalinité**

La réserve d'alcalinité trouvée a pour valeur moyenne de 39mg de KOH/g. En comparant avec celle de l'huile neuve, elle diminue. Cette diminution est due à l'oxydation de l'huile, entraînant la formation de produits acides. Ces derniers vont agir sur la réserve d'alcalinité dans le lubrifiant, d'où diminution de la TBN.

#### **IV.3.4.3.5 Indice de réfraction**

Après 17508 heures de fonctionnement des huiles, l'indice de réfraction a une valeur moyenne de 1,4952. En tenant compte de l'heure huile et du taux de matières carbonneuses, l'indice de réfraction augmente aussi.

#### **IV.3.4.3.6. Indice de viscosité**

L'indice de viscosité obtenu expérimentalement est aux alentours de 100. En comparant avec celles des échantillons n°2 et n°3 précédents, il augmente. Cette augmentation de valeur est due à l'altération des additifs d'indice de viscosité contenus dans l'huile.

#### **IV.3.4.3.7 Viscosité**

En étudiant la viscosité cinématique, on trouve 112 cSt à 40 °C et 15 cSt à 90 °C pour l'huile neuve. Pour l'huile usagée correspondante, on obtient 128 cSt à 40 °C et 16,70 cSt à 90°C. On constate une légère augmentation de 16 cSt à 40°C, tandis qu'à 90 °C, les valeurs restent les mêmes.

Au cours de l'expérience, nous avons constaté que la viscosité diminue lorsque la température augmente. Ceci est dû au fait que la dilatation des liquides éloigne les molécules les uns des autres, diminuant ainsi le frottement interne et les échanges de quantité de mouvement. [30]

D'après les différentes valeurs trouvées précédemment, nous pouvons dresser les tableaux de valeurs suivants (tableaux IV.23 et IV.24).

Echantillon 4A

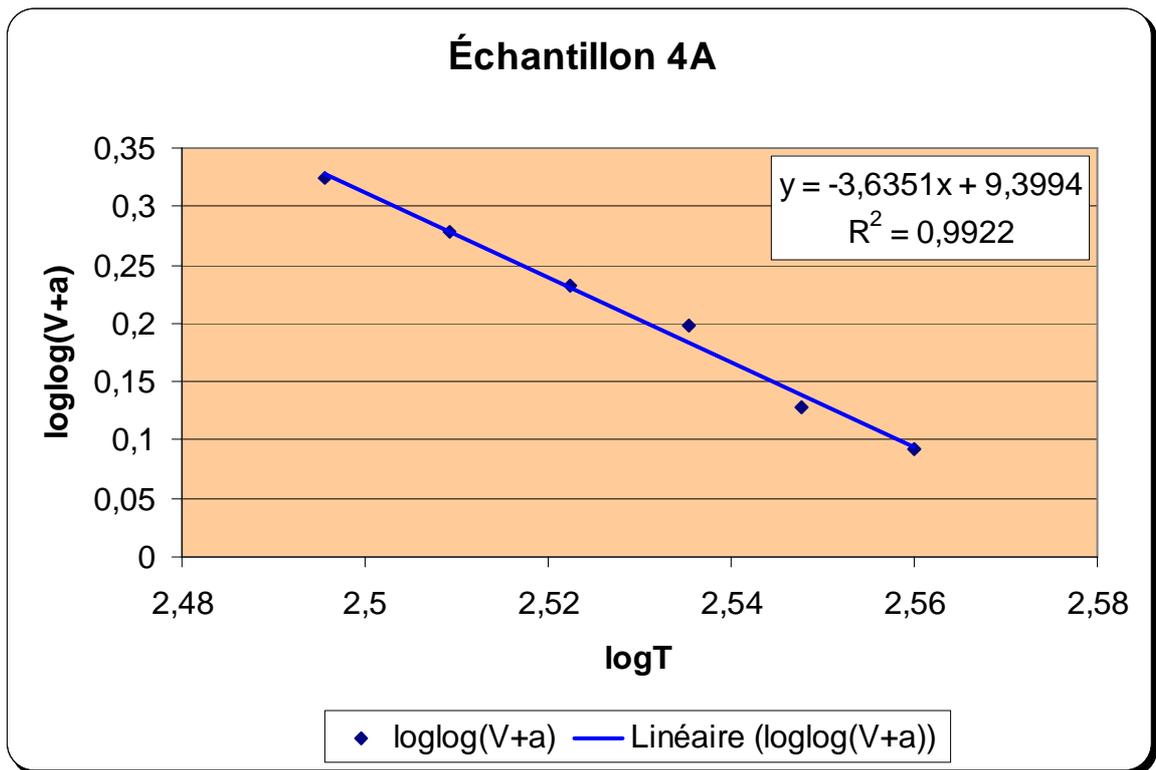
T (°C)	T (K)	logT	V(cSt)	log log(V+a)
40	313	2,49554434	128	0,3241262
50	323	2,50920252	78	0,27770604
60	333	2,52244423	50	0,23150795
70	343	2,53529412	37	0,19733235
80	353	2,54777471	21,50	0,12852601
90	363	2,5599066	16,70	0,09273682

**Tableau IV.23 :** Différentes valeurs de l'échantillon 4A

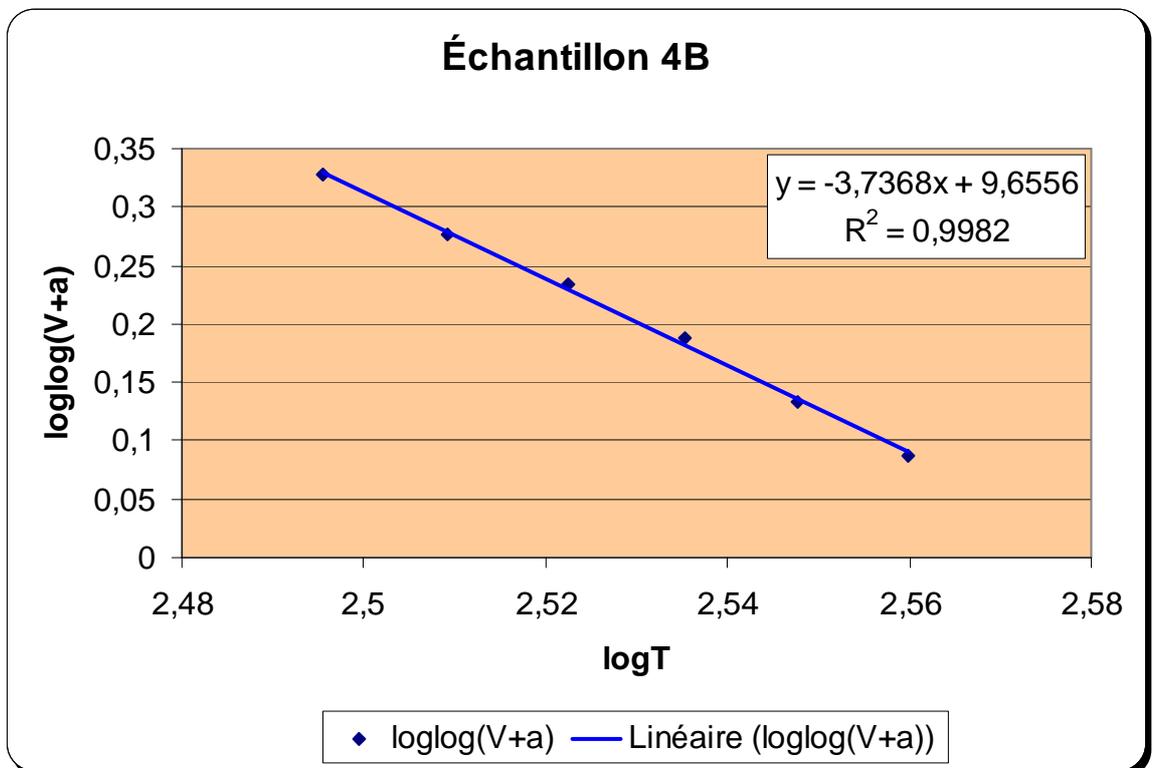
Echantillon 4B

T (°C)	T (K)	logT	V (cst)	log log(V+a)
40	313	2,49554434	134	0,32818485
50	323	2,50920252	77	0,27643003
60	333	2,5224423	51	0,23366854
70	343	2,53529412	34	0,18726009
80	353	2,54777471	22,30	0,13348637
90	363	2,55990663	16	0,08639831

**Tableau IV.24 :** Différentes valeurs de l'échantillon 4B



**Figure IV.7 :** Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 4A



**Figure IV.8 :** Courbe représentative de la fonction de Walther de l'échantillon 4B

On obtient les courbes représentées ci-dessus. A partir de celles-ci, nous avons essayé de représenter la courbe de tendance et d'obtenir la droite correspondante.

Echantillon	Equation de la courbe de tendance	Coefficient de corrélation R <sup>2</sup>
4A	Y= -3,6351x+ 9,3994	0,9922
4B	Y= -3,7368x + 9,6556	0,9982

**Tableau IV.25 :** Equations de la courbe de tendance et coefficients de corrélations R<sup>2</sup>

A partir de ces équations, on peut déduire une valeur moyenne de l'indice de pente est m= -3,6860 et la constante caractéristique est n= 9,5256.

#### IV.4. ETUDE COMPARATIVE D'HUILE NEUVE ET D'HUILES USAGEES

Après avoir étudié séparément les différents échantillons, nous pouvons donner les tableaux IV-26 et IV-27 qui résument les caractéristiques physico-chimiques de nos échantillons.

Température (°C)	Viscosité (cSt)						
	1A	2A	2B	3A	3B	4A	4B
40	112	132	134	134	138	128	134
50	68	78	89	81	78	78	77
60	46	50	52	51	53	50	51
70	28	32	38	37	35	37	34
80	21,50	23	23	23	22,30	21,50	22,30
90	16	16	16,70	17,30	17,30	16,70	16

**Tableau IV.26 :** Températures et viscosités cinématiques correspondantes

Température (°C)	Echantillon 1A	Echantillon 2A	Echantillon 2B	Echantillon 3A	Echantillon 3B	Echantillon 4A	Echantillon 4B
Densité (kg/m <sup>3</sup> )	0,912	0,918	0,918	0,921	0,922	0,920	0,920
Teneur en eau (% en volume)	0,02	0,04	0,05	0,05	0,06	0,07	0,08
Matières carbonneuses (% en masse)	0,00	0,60	0,65	0,65	0,67	0,67	0,68
TBN (mg de KOH/g)	40,80	38,63	38,34	39,35	38,41	39,31	38,77
Indice de viscosité	94	97,46	98,16	95,20	94,88	100	101
Indice de réfraction	1,4900	1,4935	1,4925	1,4940	1,4945	1,4950	1,4955
Heures huiles	0	16217,04	16217,04	17307,64	17307,64	17508,5	17508,5

**Tableau IV.27 : Différentes caractéristiques des huiles**

#### **IV.4.1. Densité**

L'examen du tableau IV-27 permet de dire que la densité des huiles usagées est supérieure à celle des huiles neuves. Cette différence de valeur est due à la présence d'impuretés comme l'eau et les matières carbonneuses lors de l'utilisation des huiles.

#### **IV.4.2. Teneur en eau**

En comparant la teneur en eau des échantillons d'huile neuve et d'huile usagée, nous assistons à une augmentation de la teneur en eau lorsque l'heure huile augmente. Son existence dans l'huile provient de la condensation des vapeurs d'eau ou de la fuite du liquide de refroidissement.

La présence d'eau dans le lubrifiant peut influencer sur la viscosité de l'huile en formant une émulsion, qui modifie les caractéristiques.

#### **IV.4.3. Matières carbonneuses**

Le pourcentage en masse de matières carbonneuses trouvé lors de l'expérience est compris entre 0,60 et 0,68%. Comme la teneur en eau, celle des matières carbonneuses dans l'huile augmente en fonction de la durée du fonctionnement des huiles.

#### **IV.4.4. Réserve d'alcalinité ou TBN**

La TBN varie de 38,34 à 39,35 mg de KOH/g. En comparant avec celle d'huile neuve, elle diminue du fait que le soufre apporté par le combustible réagit avec l'oxygène de l'air au moment de la combustion, pour former des gaz comme  $\text{SO}_2$  ou  $\text{SO}_3$ . Une partie de ceux-ci vient en contact avec la vapeur d'eau, produite aussi au moment de la combustion pour former des produits acides. Ces derniers sont neutralisés par les produits basiques contenus dans l'huile. Par conséquent la TBN diminue.

#### **IV.4.5. Viscosité**

Après usage, la viscosité des huiles varie de 128 à 138 cSt à la température 40 °C tandis qu'à 90 °C elle varie de 16 à 17,30 cSt. En comparant ces valeurs à celle d'huile neuve, on constate qu'elles augmentent. Cette augmentation de la viscosité est due à la présence de produits d'oxydation et de matières carbonneuses.

#### **IV.4.6 Indice de viscosité**

En cours d'usage, l'indice de viscosité varie de 94,38 à 101. Nous constatons une élévation de l'indice de viscosité des échantillons d'huiles usagées par rapport à celle d'huile neuve, conséquence d'une dilution par le carburant.

#### **IV.4.7. Indice de réfraction**

L'analyse nous a permis de trouver l'indice de réfraction compris entre 1,4925 à 1,4955. Nous avons constaté aussi une petite augmentation de valeur par rapport à celle de l'huile neuve, à cause d'impuretés comme les matières carbonneuses.

## CHAPITRE V : VALORISATION DES HUILES USAGEES

### V.1. ECHANTILLONS

Les échantillons d'huiles usagées pour être régénérés sont ceux que nous avons étudiés précédemment. Pour cela nous avons choisi la méthode de re-raffinage par de l'acide sulfurique.

Ces échantillons ont la même notation que des huiles usagées, en ajoutant les suffixes primes. Le tableau suivant donne les numéros des échantillons ainsi que les concentrations en  $H_2SO_4$  utilisées.

Echantillon	2A'	2B'	3A'	3B'	4A'	4B'
Concentration en $H_2SO_4$ (N)	1,5	1,5	2,5	2,5	3,5	3,5

### V.2. PROCEDE DE TRAITEMENT A L'ACIDE SULFURIQUE DES HUILES

Au cours du fonctionnement des moteurs, dans des installations industrielles et les véhicules, les lubrifiants sont soumis à des phénomènes de dégradation et usure qui évoluent dans le temps et peuvent les transformer en huiles polluées, qui peuvent être régénérées.

Cette expérience de re-raffinage a pour but d'éliminer les sédiments insolubles, les débris de métaux, les oxydes métalliques, les composés indésirables contenus dans l'huile.

Un essai de régénération consiste à mélanger environ 75ml d'huile usagée à 175 ml de solution d'acide sulfurique. On agite le mélange pendant une heure du temps. Après, on transvase le mélange dans une ampoule à décanter. Cette étape est suivie d'une décantation jusqu'à l'obtention de deux phases : phase huileuse et phase aqueuse.

Dans la phase inférieure (phase aqueuse), les différentes impuretés de l'huile se trouvent entraînées dans la solution acide. Cette phase est recueillie puis jetée.

La phase supérieure se divise en deux sous-couches. L'une en dessous est constituée par le goudron sulfurique, qui représente environ 20% en volume et l'autre contient l'huile régénérée (80% en volume).

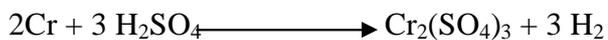
A la suite du traitement, les échantillons d'huiles contiennent encore de l'acide sulfurique excédentaire qu'il faut éliminer. Il est donc nécessaire de procéder par lavages successifs à l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'un pH neutre.

### IV.3. INFLUENCE DU RE-REFINAGE A L'ACIDE SULFURIQUE

On sait que les huiles moteurs usées contiennent des traces infimes de différents métaux, entrant dans la composition de différentes pièces du moteur (fer, cuivre, aluminium, chrome, plomb, etc).

Dans le mélange d'huile et d'acide, on a une réaction entre l'acide et les débris de métaux en suspension dans la solution, conduisant à la formation des produits pâteux à forte densité appelés goudrons sulfuriques qui se présentent sous forme de substance noire et visqueuse.

Les réactions sont traduites par les équations chimiques suivantes :



### V.4 PARAMETRES A VERIFIER APRES TRAITEMENT DES HUILES

Après traitement, l'étude des paramètres suivants s'avère nécessaire pour vérifier les différentes propriétés des huiles :

- Viscosité cinématique
- Indice de viscosité
- Densité
- Réserve d'alcalinité ou TBN
- Teneur en eau
- Matières carbonneuses

## V.5. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

Les résultats concernant les caractéristiques physico-chimiques des huiles régénérées sont résumés dans les tableaux V.1 et V.2

Paramètres	Echantillon					
	2A'	2B'	3A'	3B'	4A'	4B'
Densité	0,924	0,921	0,918	0,917	0,911	0,915
Teneur en eau(% en volume)	0,03	0,04	0,04	0,05	0,06	0,07
Matières charbonneuses (% en masse)	0,50	0,55	0,40	0,45	0,30	0,35
Réserve d'alcalinité (mg de KOH/g)	17,36	12,69	8,68	6,53	5,80	4,12
Indice de viscosité	106	114	85	78	92	70
Indice de réfraction	1,4940	1,4935	1,4925	1,4920	1,4915	1,4918

**Tableau V.1 :** Caractéristiques physico-chimiques des huiles régénérées

Température (°C)	Viscosité					
	2A'	2B'	3A'	3B'	4A'	4B'
40	156	198	152	150	134	138
50	92	122	94	85	80	76
60	58	72	58	57, 50	48	52
70	36, 50	51	37	33	31	32
80	25	33, 50	26	24	22	21
90	18,50	25	18,50	17	15,50	15

**Tableau V.2 :** Variation de la viscosité des huiles régénérées en fonction de la température

La fonction de Walther, l'équation de la courbe de tendance et les coefficients de corrélation  $R^2$  sont groupés aux tableaux V.3 et V.4

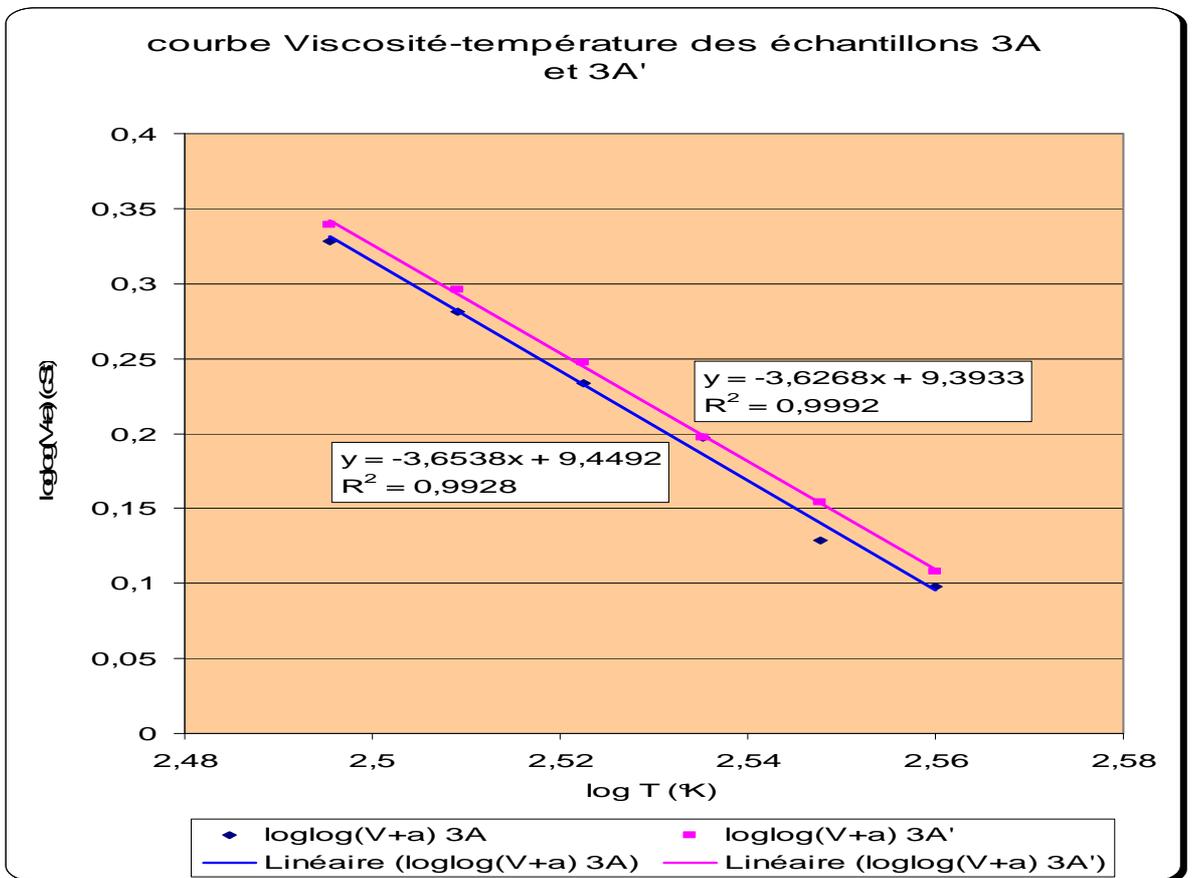
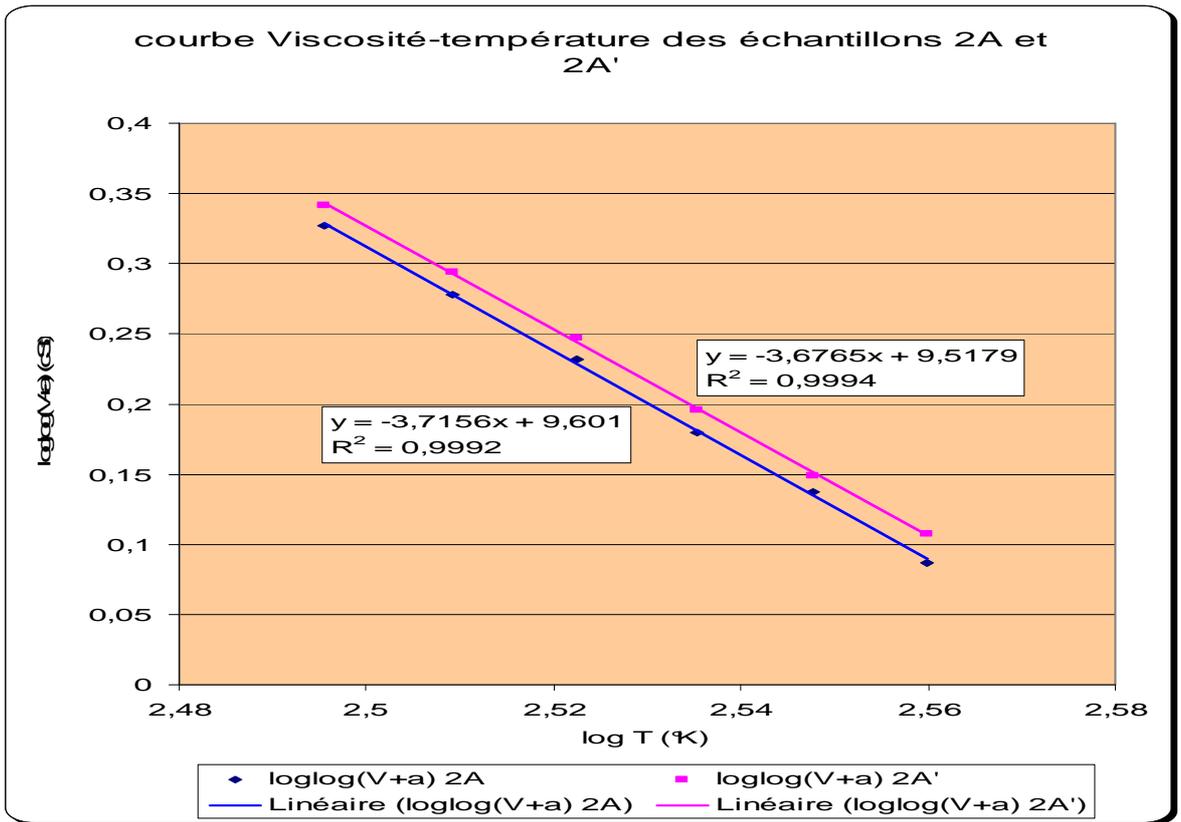
logT	log log(V+a)					
	2.4954434	0,34139332	0,3613461	0,33916404	0,3376771	0,32818485
2.50920252	0,29371846	0,3198325	0,29573601	0,28542653	0,28019923	0,27643003
2.52244423	0,24745711	0,26973258	0,24745711	0,2454307	0,22702144	0,23366854
2.53529412	0,19572643	0,23266854	0,197733235	0,18141878	0,17600065	0,18726009
2.54777471	0,14867667	0,15847257	0,15377879	0,13994556	0,13165344	0,13348637
2.55990663	0,10756044	0,14867667	0,10756044	0,09006359	0,08164461	0,08639831
Echantillon	2A'	2B'	3A'	3B'	4A'	4B'

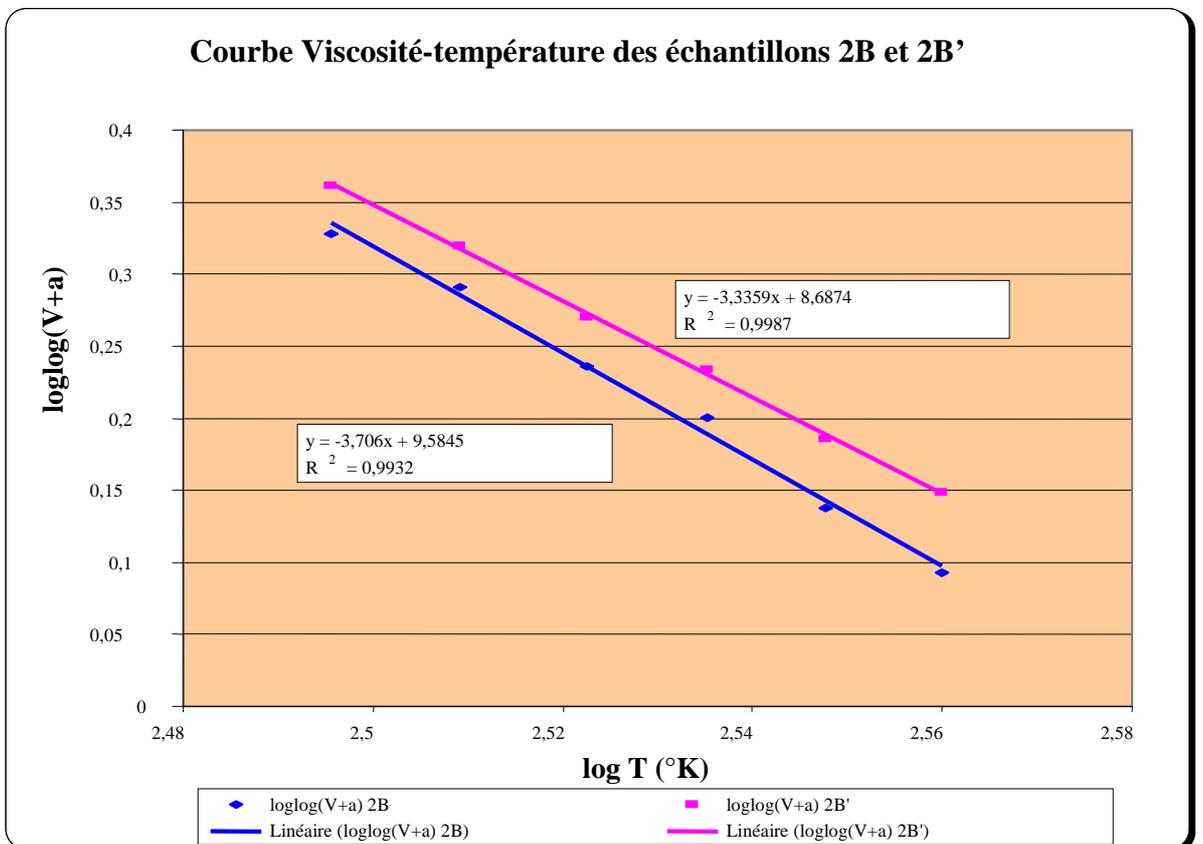
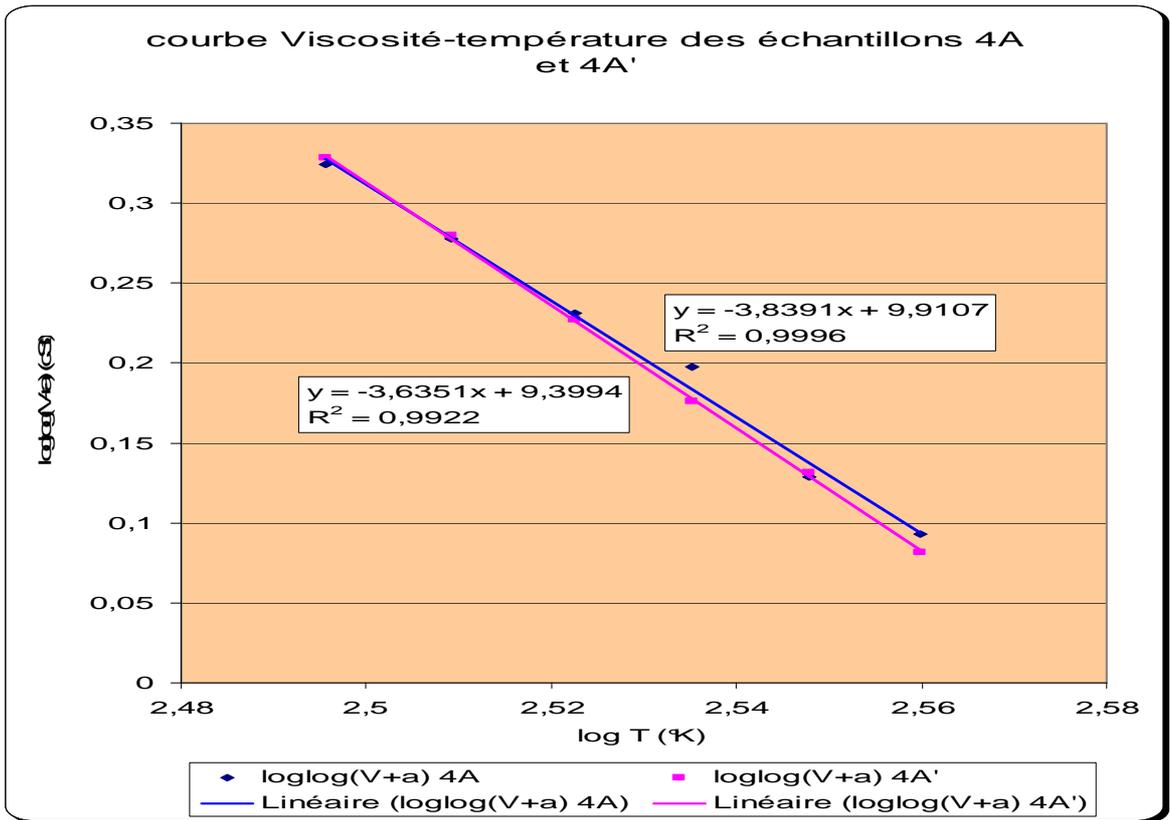
**Tableau V.3 :** Différentes valeurs de logT et log log( V+a) des échantillons d'huiles régénérées

Echantillon	Equation de la courbe de tendance	Coefficient de corrélation $R^2$
2A	$Y = -3,6607x + 9,4617$	0,9992
2A'	$Y = -3,6765x + 9,5179$	0,9994
2B	$Y = -3,5769x + 9,2567$	0,9936
2B'	$Y = -3,3359x + 8,6874$	0,9987
3A	$Y = -3,6538x + 9,4492$	0,9928
3A'	$Y = -3,6268x + 9,3933$	0,9992
3B	$Y = -3,6496x + 9,4388$	0,9971
3B'	$Y = -3,8586x + 9,9692$	0,9982
4A	$Y = -3,6351x + 9,3994$	0,9922
4A'	$Y = -3,3839x + 9,9107$	0,9996
4B	$Y = -3,7368x + 9,6556$	0,9982
4B'	$Y = -3,9399x + 10,165$	0,9973

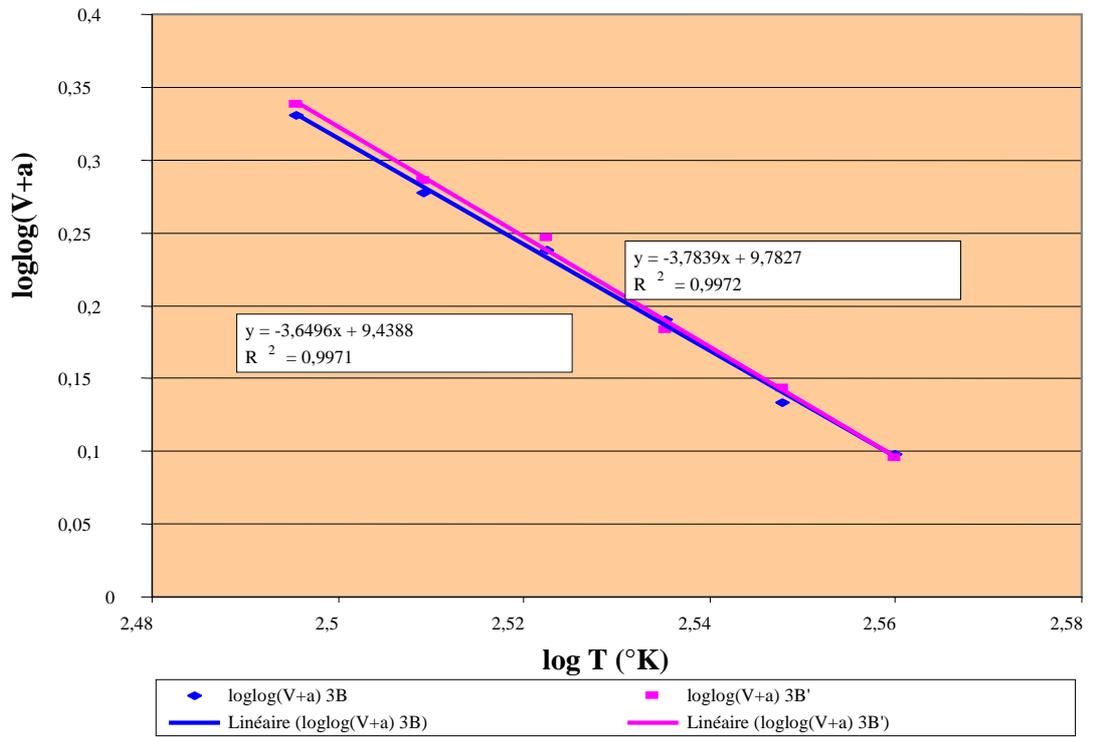
**Tableau V.4 :** Equations de la courbe de tendance et coefficients de corrélation des huiles régénérées

Les différentes courbes de la fonction de Walther sont représentées ci- dessous :

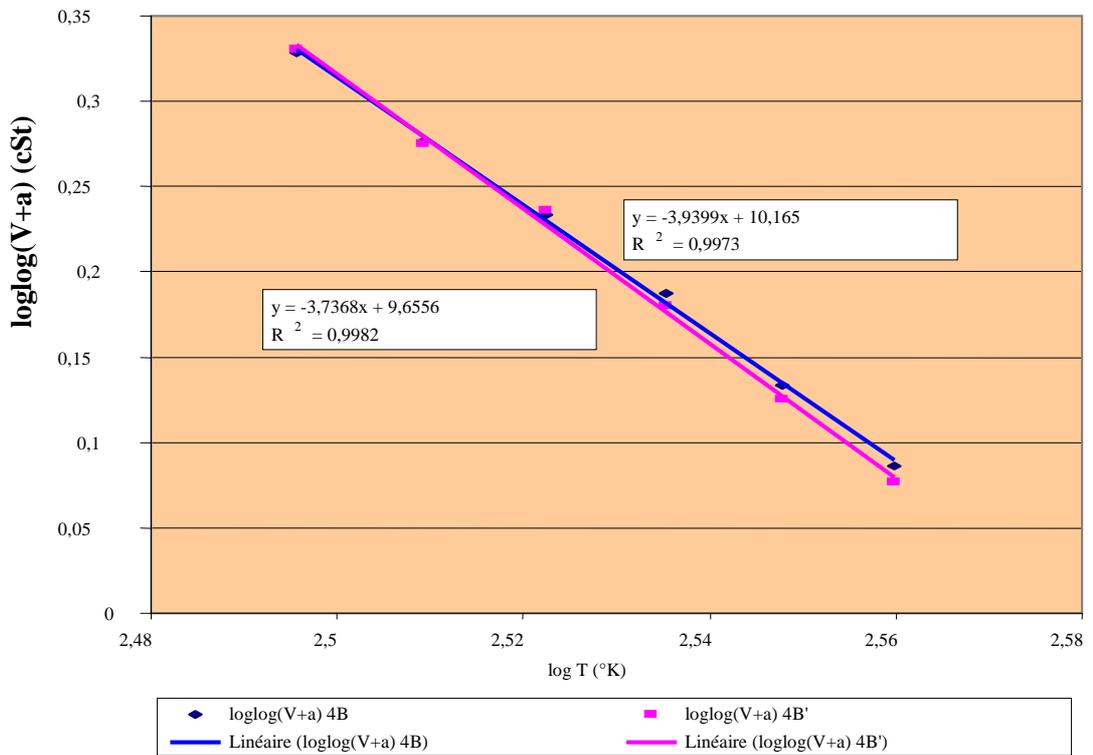




**Courbe Viscosité-température des échantillons 3B et 3B'**



**Courbe Viscosité-température des échantillons 4B et 4B'**



L'examen de ces résultats permet de dégager les constatations suivantes :

➤ La densité varie de 0,911 à 0,924. Nous avons remarqué que la densité diminue lorsqu'on traite avec des acides plus concentrés. Cette diminution est due à la diminution du taux en matières charbonneuses contenues dans l'huile après traitement.

➤ La teneur en eau varie de 0,03 à 0,07% en volume. Nous avons constaté qu'elle augmente. Cette augmentation est due à la présence d'eau, après les lavages successifs des huiles. Pour améliorer ces valeurs, il faut procéder au séchage en utilisant du sulfate de sodium anhydre.

➤ Les matières charbonneuses varient de 0,30 à 0,50% en masse. Nous avons obtenu des valeurs un peu plus faibles. Le taux de matières charbonneuses contenu dans l'huile diminue lorsque nous traitons avec des acides plus concentrés. Pour éliminer les fractions restantes, il faut traiter ces échantillons avec de la terre décolorante. Ceci permet en particulier d'éclaircir la coloration de l'huile régénérée.

➤ La réserve d'alcalinité est comprise entre 4,12 et 17,36mg de KOH/g. Si l'huile est traitée avec une solution d'acide plus concentrée, la valeur tend à diminuer. En comparant maintenant ces valeurs par rapport à celles des huiles non régénérées, nous avons trouvé des valeurs un peu plus faibles. Pour améliorer ces valeurs, il faut procéder à une régénération à la soude ou au carbonate de chaux.

➤ L'indice de viscosité est de 70 à 114. Une diminution d'indice de viscosité pour d'autres échantillons signifie que la variation de la viscosité due aux variations de la température sera relativement importante. L'augmentation d'indice de viscosité se traduit par une légère augmentation de viscosité entre la température 40 °C et 90 °C.

➤ L'indice de réfraction a des valeurs comprises entre 1,4915 et 1,4940. Cette valeur s'améliore lors qu'on traite avec des solutions d'acide plus concentrées. Mais comme pour les matières charbonneuses il faut procéder à un traitement à la terre décolorante, après avoir traité par l'acide pour obtenir un bon résultat.

➤ La viscosité varie de 134 à 198 cSt à la température 40 °C et 15 à 18,50 cSt à la température 90 °C. Après traitement à l'acide, nous avons remarqué que la viscosité augmente entre la température 40°C et 90°C, sauf pour les deux derniers échantillons. L'augmentation de la viscosité s'explique par la formation d'insolubles comme le goudron sulfurique. Pour éliminer ce dernier, il faut encore procéder à une neutralisation à la soude.

L'examen du tableau V-1 nous permet d'avancer que l'obtention d'un bon résultat dépend beaucoup de la concentration d'acide utilisée. Pour la concentration 3,5N nous avons obtenu

des valeurs proches de celles de l'huile neuve pour certaines caractéristiques physico-chimiques. Nous pouvons encore apporter une amélioration aux qualités de notre échantillon, en utilisant d'autres méthodes telles que la terre décolorante qui permet de diminuer les valeurs de matières charbonneuses et d'indice de réfraction et le traitement par la soude qui a pour but d'améliorer la réserve d'alcalinité.

## CONCLUSION GENERALE

A travers ces expériences, nous avons pu voir l'importance et la complexité des études des lubrifiants. Certes, des difficultés ont été rencontrées, mais nous pouvons dégager les constatations suivantes :

- En nous servant des diverses caractéristiques physico- chimiques comme la densité, la viscosité, la réserve d'alcalinité, la teneur en eau, les matières charbonneuses et l'indice de réfraction, nous avons pu prévoir la nature chimique des lubrifiants.
- La détermination de « Réfractivity Intercept » et le facteur de caractérisation de Huang permettent de dire que notre échantillon est de nature naphthénique.
- L'étude comparative de caractéristiques d'huile de référence et des huiles neuves permet de définir les conditions de stockage afin d'éviter l'absorption de l'eau et la formation de produit acide par oxydation.
- Après fonctionnement des huiles lubrifiantes, les caractéristiques sont modifiées à cause des effets de différents contaminants (eau, carburant, produits d'oxydation, matières charbonneuses, produits d'usures des moteurs) et la destruction des additifs.
- Le résultat tiré de l'étude comparative de l'huile neuve et des huiles usagées nous a permis d'affirmer que : la densité, la teneur en eau, les matières charbonneuses, la viscosité et l'indice de réfraction des huiles usagées sont supérieurs à ceux de l'huile neuve.
- A propos de cette méthode de traitement à l'acide des échantillons, l'obtention des bons résultats dépend la concentration d'acide utilisée. La concentration optimale en acide est de 3,5 N.
- L'utilisation d'autres procédés de traitement comme l'emploi de la terre décolorante, la soude ou carbonate de chaux permet d'améliorer certaines caractéristiques physico-chimiques comme les matières charbonneuses, l'indice de réfraction et la réserve d'alcalinité.

Notre prochain travail consiste à :

- Améliorer les résultats obtenus en procédant à une neutralisation à la soude ou au carbonate de chaux et un traitement à la terre décolorante
- Utiliser d'autres méthodes telles que:
  - ❖ la régénération utilisant le charbon activé chimiquement,
  - ❖ la purification par percolation qui nécessite l'utilisation, de la bentonite activée thermiquement comme argile purifiante.

- ❖ la chromatographie : HPLC qui nous permettra de séparer les fractions aromatique, paraffinique et naphénique.
- ❖ la spectroscopie RMN et la spectrométrie de masse qui conduiront à la connaissance des paramètres structuraux moyens à des structures moléculaires moyennes des fractions ainsi séparées.

**TROISIEME PARTIE:**  
**PARTIE**  
**EXPERIMENTALE**

## CHAPITRE VI : PARTIE EXPERIMENTALE

### VI.1. MESURE DE LA VISCOSITE

Dans notre expérience, nous avons utilisé le viscosimètre à écoulement GESERCO, qui permet de mesurer la viscosité des liquides tels que les huiles lubrifiantes, les combustibles, l'eau de la température ambiante jusqu'à 90 °C.

#### Appareillage :

- Coupe chauffante GESERCO avec orifice calibré
- Trois embouts avec orifices calibrés interchangeables de diamètres : 2,5 , 3 et 4mm
- Quatre tiges d'obturation des orifices calibrés
- Thermomètre digital
- Deux béchers de 50 cm<sup>3</sup>
- Chronomètre
- Abaque de conversion du temps d'écoulement en secondes en viscosité centistokes (cSt)

#### Mode opératoire :

A la température de mesure, on choisit l'orifice calibré de telle sorte que le temps d'écoulement de 50 cm<sup>3</sup> soit supérieur à 20 secondes.

On ferme la coupe avec la tige d'obturation correspondant au diamètre de l'orifice utilisé, on met le thermomètre digital en place.

On verse l'huile dont on veut mesurer la viscosité jusqu'au niveau entre les deux traits gravés en haut de la coupe chauffante à un volume environ 90cm<sup>3</sup>

On branche le chauffage de la coupe 220V.

On met le bécher en place au-dessous du trou de l'embout de la coupe pour recueillir l'huile lorsque la température est atteinte.

On lit avec le maximum de précision la température  $T = T_1 \pm 0,1^\circ\text{C}$ .

On libère le trou d'écoulement et on déclanche le chronomètre au même moment.

On arrête le chronomètre lorsque l'huile atteint le trait 50 cm<sup>3</sup> dans le bécher.

On convertit le temps d'écoulement exprimé en secondes en unités de viscosité cSt grâce à l'abaque Geserco correspondant au diamètre de l'orifice utilisé.

## VI.2. MESURE DE LA DENSITE

Nous avons utilisé la norme NFT 66-007.

Cette norme propose une mesure basée sur l'utilisation d'un pycnomètre. La méthode de pycnomètre permet d'obtenir la densité d'un liquide avec précision.

### Appareillage :

Il comprend :

- Un pycnomètre
- Une balance électronique
- Un thermomètre
- Du papier Joseph

### Mode opératoire :

On pèse le pycnomètre vide, sec et propre. On note  $P_0$  la valeur ainsi trouvée.

On remplit ce pycnomètre avec de l'eau distillée à 4 °C et on pèse à nouveau le tout, on note  $P_1$  la nouvelle valeur trouvée.

Après on nettoie et on sèche le pycnomètre et on remplit avec l'huile à analyser à la température de 20 °C. La valeur obtenue est notée  $P_2$ .

La densité de l'huile est donnée par la relation suivante :

$$d_4^{20} = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0}$$

## VI.3. MESURE DE LA TBN

La mesure de la TBN est réalisée suivant la norme ASTM D 2896.

### Appareillage :

- Agitateur magnétique
- Bécher de 50 cm<sup>3</sup>
- Burette graduée
- Epruvette graduée
- Baguette de verre

### Réactifs utilisés :

- Acide perchlorique (TBN<sub>3</sub>) de coefficient K = 6,6

- Indicateur coloré (TBN<sub>2</sub>) : acétique – benzène alphanaphtol benzoïque

**Mode opératoire :**

On pèse le bécher vide, sec et propre.

On met deux ou trois gouttes d'huile dans ce bécher à l'aide d'une baguette en verre.

On pèse à nouveau le bécher avec l'huile à tester.

On remplit la burette avec la solution de TBN<sub>3</sub>.

On met 10 cm<sup>3</sup> d'indicateur coloré (TBN<sub>2</sub>) dans le bécher contenant de l'huile.

On verse goutte à goutte dans le bécher la solution de TBN<sub>3</sub> jusqu'à l'obtention d'une couleur verte qui traduit la fin de la réaction.

On prélève le volume V de l'acide perchlorite (TBN<sub>3</sub>) nécessaire au virage de couleur.

La valeur du TBN est donnée par la relation suivante :

$$X = \frac{K \cdot V}{m}$$

où K = coefficient caractéristique du TBN<sub>3</sub> égale à 6,6

V = volume du TBN<sub>3</sub> au cours du dosage

m = masse de l'échantillon à analyser

**VI.4. MESURE DE LA TENEUR EN EAU**

La mesure de la teneur en eau est effectuée suivant la norme NFT 60-113.

**Appareillage :**

- Ballon de 500 cm<sup>3</sup>
- Quelques billes de verre
- Eprouvette graduée 100 cm<sup>3</sup>
- Tube de recette gradué

**Réactifs :**

- Xylène

**Mode opératoire :**

- On met dans le ballon de 500cm<sup>3</sup>
  - o Quelques billes de verre
  - o 50 cm<sup>3</sup> d'huile à analyser (à mesurer par éprouvette 50 cm<sup>3</sup>, quantité 55cm<sup>3</sup>)
  - o 50 cm<sup>3</sup> de xylène
- On agite l'ensemble
- On fait l'installation du bloc distillateur

- Après 1 h 30 mn d'entraînement, on prélève le volume d'eau V entraîné par le xylène dans la partie conique graduée du tube de recette
- On déduit le résultat :  $y=2V$

On a pris le rapport 50/50 pour préserver le xylène et on recyclera le xylène par des moyens appropriés d'où le coefficient 2

## **VI.5. DETERMINATION DES MATIERES CHARBONNEUSES**

### **Appareillages :**

- disque comparateur
- deux tubes carrés de 10 ml
- baguette en verre
- bouteille graduée

### **Réactif :**

Xylène

### **Mode opératoire :**

On verse 25 ml de xylène dans la bouteille graduée.

On immerge la baguette jusqu'au trait dans l'huile usagée, on retire la baguette rapidement et on laisse couler la première goutte dans le contenu de la bouteille.

On agite tout et on verse 10 ml dans l'un des tubes.

On verse dans l'autre tube du xylène pur et on ajoute quelques gouttes d'huiles neuves pour que les contenus des deux tubes soient comparables.

On met les deux tubes dans le disque comparateur, l'un qui contient d'huile neuve se trouve à gauche.

On porte le tout à la lumière et on tourne le disque jusqu'à l'obtention d'une coloration voisine.

On lit la valeur trouvée sur le disque.

## **VI.6. MESURE DE L'INDICE DE REFRACTION**

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un réfractomètre de type d'Abbe sous la raie D du sodium. Pour les huiles lubrifiantes, nous avons utilisé la norme ASTM D-1747.

**Appareillage :**

- réfractomètre d'Abbe
- éthanol
- coton

**Mode opératoire :**

On verse quelques gouttes d'huiles sur la plaque de verre du réfractomètre. On ferme rapidement avec la plaque mobile pour éviter la moindre évaporation qui faussera pratiquement le résultat. L'éthanol et le coton sont utilisés pour le nettoyage rigoureux des plaques de verre du réfractomètre avant et après chaque mesure.

En pratique, le réfractomètre est utilisé en lumière blanche et on vérifie que le volet de la fenêtre d'entrée de la lumière est bien révélé.

On oriente bien la source lumineuse extérieure vers la fenêtre d'entrée. Si le temps n'est pas trop couvert, la lumière ambiante peut être suffisante. On orientera alors simplement le réfractomètre vers la fenêtre.

En tournant le grand bouton, on amène la zone sombre inférieure vers le milieu du champ. On fait disparaître la frange colorée qui sépare la zone sombre de la zone claire en faisant tourner le bouton de compensation, de telle sorte que la ligne limite paraisse nette et incolore.

En agissant de nouveau sur le grand bouton, on amène la ligne limite de pénombre exactement au point de croisement des deux fils de réticule.

L'indice est sur le trait vertical qui se place au milieu des échelles, dans la partie inférieure du champ.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] RAZAFINDRAVAO Sébastienne – Contribution à l'étude physico-chimique d'échantillons d'huiles neuves et d'huiles usagées- Essais de valorisation des huiles usagées, Mémoire de DEA en Chimie, option Chimie Physique, Faculté des Sciences, Université d'Antananarivo, (2007).
- [2] K.VAN NEES, H.A WESTEN – Aspect of constitution. Elsevier, New York, (1951).
- [3] LEMENA Donatien – Valorisation des huiles usagées, Mémoire d'ingénieur en Génie Chimique, Ecole Supérieure Polytechnique, Université d'Antananarivo, (2005).
- [4] RABENAHY Paul Gérard – Contribution à l'étude physico-chimique de quelques échantillons de lubrifiants utilisés à Madagascar. Etude théologique et détermination des paramètres structuraux par RMN  $^1\text{H}$  et  $^{13}\text{C}$ , Thèse de doctorat de 3<sup>ème</sup> cycle de chimie, Faculté des sciences, Université d'Antananarivo, (2002).
- [5] 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.
- [6] SCHILLING. A – Les huiles pour moteurs et le graissage des moteurs, Edition Technip, (1975).
- [7] Elf lubrifiants industriels, les lubrifiants et la maintenance, (1975).
- [8] <http://www.elf.com> (2006)
- [9] RICHARD. J, ROUX.F – Lubrifiant, Technique de l'ingénieur, 1978, B 590-3 à B 591-17.
- [10] SCHILLING. A – Les huiles pour moteur et le graissage des moteurs, Edition Technip, (1962).
- [11] J. BRIANT – Application des viscosimètres à capillaire à l'étude des viscosités des fluides newtoniens avec forts taux de cisaillement. In rhéologie des fluides hétérogènes (1989). C.R du 21<sup>ème</sup> colloque, 5-35, 5-43, Strasbourg, (1986).

[12] J. D FERRY – Experimental technic for rheological measurement on viscoelastic bodies In: Rheology. Theory and applications II (F.R Eirich, ed). Academic Press, New York, (1958).

[13] GW SCOTT BLAIR – Elementary Rheology. Academic press, London and New York, (1969).

[14] <http://www.gouv.fr>

[15] <http://www.petro.canada.com>, pages 29, 49, 180.

[16] RAMAHERISON. H – Etude physico-chimique des carburéacteurs produits à Madagascar, Mémoire de DEA en chimie, option chimie physique, Faculté des Sciences, Université d'Antananarivo, (2005).

[17] S.S KURTZ, R.K KING, S SWEELY – Hydrocarbon composition and viscosity gravity constant of rubber processing oils, IEC, **48**, 2232-2234, (1956).

[18] S.S KURTZ Jr, W.KING, J.STOUT, M.E PETERKIN, Anal Chem, **30**, 1225 (1958).

[19] P.K HUANG, T.E DAUBERT – Ind. Eng, Chem, Process, Div, **13**, 359 (1974).

[20] P.K HUANG, Ph. D – Thesis, Departement of Chemical Engineering, The Pennsylvania State University, University park, Pa, (1997).

[21] <http://www.Wikibooks.org> (2006).

[22] S.R JAIN et R. SUNDARA RAJAN – New methods of calculating Calorific values from elemental compositions of fossil fuels, **60**, 1079, (1981).

[23] Xavier NORMAND – Leçons sommaires sur l'industrie du raffinage du pétrole, Tome1, Revue IFP, (1963).

[24] F. NOEL – Thermal analysis of lubricating oils, Thermochemica, Acta, **4**, 377 – 392, (1972).

[25] J. GROFF – ABC du graissage, Edition Technip Paris, (1961).

**[26]** Méthodes rapides d'analyses des huiles usagées, Publication IFP, collection colloques et Séminaires, Association française des techniciens du pétrole et Société des ingénieurs de l'automobile, Edition Technip, Paris, (1971).

**[27]** VERLINDEN. A – Contrôle des lubrifiants en service, Alpha Maintenance Systems, Etat généraux des lubrifiants, Louvain-la neuve, Bruxelles, (1993).

**[28]** La récupération et recyclage des huiles usagées. Agences nationale pour la récupération et l'élimination des déchets.

**[29]** BERNELIN. R – Dosage photométrique des matières charbonneuses dans les huiles ayant travaillé sur moteur diesel, Revue IFP, Mars (1958).

**[30]** DENIS. J, BRIAN. J, HIPEAUX J. C – Physico-chimie des lubrifiants, analyses et Essai, Edition Technip, Paris, (1978).

**[31]** AUDIBERT. F – Procédés de régénération des lubrifiants usagés, Edition Technip, Paris, (1978).

**[32]** M.R RIAZI, T.E DAUBERT – Ind, Eng. Chem, Process. Des. Dev. **19**, 289-294,(1980).

**[33]** M.R RIAZI, Ph D – Thesis, Department of Chemical Engineering, The Pennsylvania State University Park, Pa, (1979).

**[34]** Les lubrifiants et la maintenance industrielle, Réalisation. Concept et Maquettisme Elf Lubrifiants industriels et Documentation Technique Lubrifiants Edition Images et Formes, (1990), pages 22-25, 27, 119-122, 124-125.

## **ANNEXE 1**

### Abréviation et noms des organismes classifiant les lubrifiants

**API:** American Petroleum Institute

**AFNOR:** Association Française de Normalisation

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

**ISO :** International Organisation for Standardisation

**SAE:** society automotive engineering

**N F:** Norme Française

## ANNEXE 2

Additifs améliorant l'indice de viscosité :

- Les polyméthacrylates et polyacrylates
- Les polymères d'oléfine

Additifs détergents et dispersants :

- Sulfonates
- Thiophosphates
- Phénates
- Succinimides

Additifs à haute pression et additifs pour la protection contre l'usure (additifs anti-usure et extrême pression) :

- Esters phosphoriques et les dithiophosphates
- Esters gras soufrés
- Esters gras chlorés, paraffines chlorées et acides gras chlorés
- Dérivés phosphore soufre

Additifs anti-corrosion et anti-rouille :

- Naphténates, sels d'amines et acides gras.
- Savons d'amines, acide, naphénate de plomb.

Additifs de point d'écoulement :

- Alkyl aromatique
- Polyester –polyamide

Additifs pour la protection contre le vieillissement (anti-oxydant) :

- Phénols et amines
- Dithiophosphates et dithiocarbonates

Additifs anti-mousses :

- Diméthylpolysiloxane

Additifs modificateurs du coefficient de frottement :

- Amide
- Corps gras naturel ou synthétique
- Dithiophosphates

## ANNEXE 3

### Préparation des réactifs

#### Préparation du TBN<sub>2</sub>

- Verser dans une fiole d'un litre dans l'ordre suivant : 250 cm<sup>3</sup> d'acide acétique, 750 cm<sup>3</sup> de benzène et 0,1 g d' $\alpha$ - Naphtalbenzène
- Ramener à un litre par l'acide acétique

#### Préparation du TBN<sub>3</sub>

- Verser dans une fiole d'un litre 10 cm<sup>3</sup> d'acide perchlorique, 500 cm<sup>3</sup> d'acide acétique, 4 cm<sup>3</sup> d'anhydride acétique
- Ramener à un litre par l'acide acétique

Nom : RASOLOFONIAINA  
Prénom : Rolland  
Adresse : Bloc C A porte 127B Ambohipo-Tanà (101)  
E- mail : ras\_naina@yahoo.fr  
Téléphone : 032 45 532 05

**Titre : CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE D'ECHANTILLONS  
D'HUILES LUBRIFIANTES NEUVES ET USAGEES-ESSAIS DE REGENERATION  
DES HUILES USAGEES**

-----

**Mots clés** : Lubrifiant, Caractéristiques physico-chimiques, régénération.

**RESUME**

Le présent travail concerne l'étude physico-chimique d'échantillons d'huile neuve et d'huiles usagées et les essais de régénération des échantillons d'huiles usagées par traitement à l'acide sulfurique.

L'analyse des paramètres physico-chimiques comprenant la détermination du refractivity intercept et du facteur de caractérisation de Huang permet de dire que l'huile neuve est de nature naphthénique. Il a été aussi constaté que le stockage a une légère influence sur ces caractéristiques.

L'étude comparative d'huile neuve et d'huiles usagées permet de voir que : la densité, la viscosité et l'indice de réfraction augmentent à cause de la présence de matières charbonneuses, alors que la réserve d'alcalinité diminue.

Le traitement à l'acide sulfurique des huiles conduit à des caractéristiques proches de celles de l'huile neuve pour une concentration optimale de 3,5 N.

-----

**Keywords** : Lubricant, physico-chemical characteristics, regeneration

**ABSTRACT**

This work concerns the physico- chemical study of new oil and worn oil samples and the test of regeneration worn oil samples by treatment through sulfuric acid.

The analysis of the physico-chemical parameters including the determination of the refractivity intercept and factor of characterization of Huang permits to say that new oil is of naphthenic nature. It was also noted that the storage has a light influence on these characteristics.

The comparative study of new oil and worn oil permit to see that the density, the viscosity and the refraction index increase because of the presence of carbonaceous matters, whereas the reserve of alkalinity decreases.

The treatment with sulfuric acid of worn oils leads to the characteristics close to those of new oil for an optimal concentration of 3,5 N.

-----

**Encadreur**: Monsieur RAFENOMANANTSOA Alphonse Professeur titulaire