

République Algérienne Démocratique Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة ابن خلدون - تيارت
Université Ibn Khaldoun – Tiaret



Faculté des Sciences de la Matière
كلية علوم المادة
Département de Chimie
قسم الكيمياء

Mémoire

Présenté par :

M^{elle}. BELABID Mokhtaria

Pour obtenir le diplôme de

Master

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des Matériaux

Thème:

*Recyclage des huiles usagées par une argile locale
activée*

Soutenu le : 26./06/2023

Devant le jury:

Mr. A. KADARI	Président (PROFESSEUR)	UNIV -Tiaret
Mme. H. MABRAK	Examineur (M.A.A)	UNIV -Tiaret
Mme. F. HATTAB	Co-encadreur (M.A.A)	UNIV -Tiaret
Mme. T. BOUMETHRED	Encadreur (M.C.B)	UNIV -Tiaret

Année Universitaire : 2022/2023



*Je tiens tout d'abord à remercier Allah le tout puissant et miséricordieux,
qui m'a donné la force et la patience pour accomplir ce Modeste travail.*

*En second lieu, je tiens à remercier notre encadreur Mme. T.BOUMETHRED, et Mme.
F. HATTAB pour leurs précieux Conseils et leurs aides durant toute la période du
travail.*

Mes vifs remerciements vont également à l'égard des membres du jury

Mr : A. KADARI, Mme : H. MABRAK.

*Pour l'intérêt qu'ils ont porté à ma recherche en acceptant d'examiner et d'évaluer
mon travail.*

*Mes remerciements vont aux membres de laboratoire de Recherche «Synthèse et
catalyse»*

Mr.: H.BELARBI

Mes remerciements vont aux Mr: A. LARBI

Mme: F.BABOU, Melle: N. SAHNOUNE, Mme: S.KOUADRIA

Ingénieurs du Laboratoire de graduation pour leurs aides

Enfin, je remercie toutes les Personnes

Qui ont participé de près ou de loin À la réalisation de ce travail



*Je remercie Allah de m'avoir donné le courage, la patience et pardessus
de tout la sante de mener à réaliser ce modeste travail*

Je dédie ce mémoire

À mes chers parents

À mes sœurs: «Newal, Fatima ».

À mes frères: « Dawed, radhwane, ahmed, Amar, Mohamed, Yossif ».

À toute la famille: « belabid ».

À mes chères amies et mes camarades: « S.Turkia, khaoula, Lamia, Imane, Amale, Fatima... ».

À toute la promotion « chimie des matériaux ».

À tous les professeurs qui m'ont enseigné.

Mokhtaria

Liste des figures

Figure.I.1	Représentations d'un tétraèdre (1) et d'un octaèdre (3), types de 'agencement de tétraèdres et octaèdres respectivement en couches tétraédrique(2) et octaédrique	03
Figure.I.2	Représentation des tétraèdres de silicium et leur agencement en couche tétraédrique.....	03
Figure.I.3	Représentation des octaèdres d'aluminium ou de magnésium et leur agencement en couche octaédrique04
Figure.I.4	Représentation schématique des minéraux interstratifiés selon la séquence d'empilement des couches tétraédriques et octaédriques on distingue des minéraux de type 1/1 (T-O), 2/1 (T-O-T) et 2/1/1 (T-O-T-O).....	06
Figure.I.5	Kaolin.	07
Figure.I.6	Représentation des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdre alumineux d'un minéral de type 1/1.....	08
Figure.I.7	Carte d'endroit de bentonite en Algérie.....	10
Figure.I.8	Structure cristallographique de la montmorillonite.....	11
Figure.I.9	Structure de la montmorillonite.....	12
Figure I.10	Structure multi-échelle de la montmorillonite.....	12
Figure.II.11	Principe de composition d'une huile	20
Figure.II.12	La tendance paraffinique des huiles minérales	20
Figure.II.13	La tendance isoparaffinique des huiles minérales	21
Figure.II.14	La tendance naphténique des huiles minérales	21
Figure.II.15	La tendance aromatique des huiles minérales.....	22
Figure.II.16	Rôle de l'huile dans la lubrification du moteur	25
Figure.II.17	Vidange d'une huile usagée très oxydée.....	26
Figure.II.18	L'impact des huiles usagées sur l'environnement	27
Figure.III.19	Les étapes de l'activation des argiles	30
Figure.III.20	Spectre IR de KN	31
Figure.III.21	Spectre IR de KN-H	31
Figure.III.22	Spectre IR de KN et KN-H	31
Figure.III.23	Spectre IR de MN.....	32
Figure.III.24	Spectre IR de MN-H	32
Figure.III.25	Spectre IR de MN et MN-H	33

Figure.III.26: Spectre DRX de MN	34
Figure.III.27: Spectre DRX de MN-H.....	34
Figure.III.28: Spectre DRX de MN et MN-H	34
Figure.III.29: Spectre DRX de KN.....	35
Figure.III.30: Spectre DRX de KN-H	35
Figure.III.31: Spectre DRX de KN et KN-H.....	35
Figure.III.32: Huiles de 5W40.....	36
Figure.III.33: Pycnomètre vide et le pycnomètre remplie par l'huile de moteur usagée	37
Figure.III.34: Réfractomètre d'Abbe.....	37
Figure.III.35: Viscosité	38
Figure.III.36: Filtration sous vide d'huile usagée de moteur	39
Figure.III.37: Agitation mécanique d'huile avec argile	39
Figure.III.38: Histogramme de la densité des huiles	40
Figure.III.39: Histogramme de l'indice de réfraction des huiles.....	41
Figure.III.40: Spectre d'IR des HU	41
Figure.III.41: Spectre d'IR de HK.....	41
Figure.III.42: Spectre d'IR des HM	42
Figure.III.43: Spectre d'IR des HU, HM et H.....	42
Figure.III.44: Spectre d'IR d'AKH	42
Figure.III.45: Spectre d'IR d'AMH.....	42

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Classification des minéraux argileux selon et de la proportion et de la composition des couches T et O.....	06
Tableau II.2 : Nomenclature des principales catégories d’huiles usagées selon la réglementation algérienne.....	17
Tableau II.3 : Huiles générant des huiles usagées claires.....	18
Tableau II.4 : Huiles générant des huiles usagées noires.....	19
Tableau III.5: Composition chimique élémentaire de la Kaolinite.....	29
Tableau III.6 Composition chimique de la montmorillonite de Maghnia compositions (%).....	29
Tableau III.7 Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR des matériaux obtenus.....	32
Tableau III.8 Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de montmorillonite brute et activée.....	33
Tableau III.9 Caractéristiques physico-chimiques de l’huile moteur 5W40.....	36
Tableau III.10 Les valeurs de densité des huiles.....	40
Tableau III.11 Les valeurs de l’indice de réfraction des huiles.....	40
Tableau III.12 Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de huiles usagée et les huiles usagée contact par l’argile MN, MN-H.....	42
Tableau III.13 Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de montmorillonite et kaolinite contacte par les huiles usagée.....	43

Liste d'abréviations

AMH	L'argile montmorillonite contacte par les huiles.
AKH	L'argile kaolinite contacte par les huiles.
CEC	La capacité d'échange cationique
DRX	Diffraction des rayons X
HK	Les huiles contacte par l'argile kaolinite.
HM	Les huiles contacte par l'argile montmorillonite.
HN	Les huiles neuves.
HU	Les huiles usagées.
HUH	Les huiles usagées d'heptane.
HUKH	Les huiles contacte par l'argile kaolinite.
HUMH	Les huiles contacte par l'argile montmorillonite.
IRTF	Infra rouge à transformée de Fourier.
MN	Montmorillonite naturelle.
MNH	Montmorillonite naturelle activée.
nm	Nanomètre
T ou Te	La couche tétraédrique
λ	Longueur d'onde du rayonnement utilisé (nm).
μm	Micromètre

TABLE DE MATIERES

Introduction générale.....	1
Chapitre I: Généralités sur les argiles	
I. Argile	2
I.1. Introduction	2
I.2. Définition.....	2
I.3. Origines géologiques	2
I.3.1. L'héritage.....	2
I.3.2. La transformation	2
I.3.3. La néoformation	2
I.4. Structure de minéraux argileux.....	2
I.4.1. Couche tétraédrique	3
I.4.2. Couche octaédrique	4
I.5. Types d'argiles	4
I.5.1. Argiles sédimentaires	4
I.5.2. Argiles résiduelles	4
I.6. Classification des minéraux argileux.....	4
I.6.1. Type de feuillet.....	4
I.6.1.1. Minéraux de type 1/1 (ou T-O).....	5
I.6.1.2. Minéraux de type 2/1 (ou T-O-T).....	5
I.6.1.3. Minéraux de type 2/1/1 (ou T-O-T-O)	5
I.6.1.4. Minéraux interstratifiés.....	5
I.7. Groupes des argiles.....	7
A. Argiles kaoliniques.....	7
A.1. Origine	7
A.2. Définition	7
A.3. Structure de la kaolinite	7
A.4. Propriétés des kaolins industriels.....	8
A.5. Propriétés physico-chimique du kaolin.....	9
B. Montmorillonite.....	10
B.1. Origine de la montmorillonite	10
B.2. Définition	11
B.3. Formule chimique de la montmorillonite.....	11
B.4. Structure de la montmorillonite.....	11
B.4.1. Structure multi-échelle	12
B.5. Propriétés de la montmorillonite	13
B.5.1. Capacité d'échange cationique.....	13
B.5.2. Surface spécifique	13
B.5.3. Densité de charge spécifique.....	14

B.5.4. Acidité	14
B.6. Propriétés de gonflement.....	14
B.7. Domaines d'application de la Montmorillonite	14
Chapitre II: Généralités sur les huiles usagées	
II.1. Introduction	16
II.2. Définition des huiles usées	16
II.4. Origine d'huiles usagées.....	17
II.5. Types des huiles usagées	18
II.5.1. Huiles usagées claires.....	18
II.5.2. Huiles usagées noires	18
II.6. Huiles moteur « huiles de lubrification »	19
II.6.1. Origines du lubrifiant	19
II.6.2. Composition des huiles de lubrification.....	19
A. Huiles de base	20
A.1 Huiles minérales.....	20
B. Additifs.....	22
II.7. Propriétés physico-chimiques des huiles de lubrification	23
II.8. Rôle de la lubrification	25
II.9. Dégradation des huiles moteurs.....	25
II.10. Contamination des huiles moteurs usagées	26
II.11. L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé.....	27
A. Sur l'environnement.....	27
A. Sur la santé.....	27
II.12. Possibilité de récupération des huiles usagées	28
Chapitre III: Protocole expérimentale et résultats	
III.1. Introduction	29
III.2. Matériaux	29
III.2.1. Argile	29
III.2.2. Composition chimique de kaolinite	29
III.2.3. Composition chimique de montmorillonite	29
III.3. Activation d'argile.....	29
III.4. Méthodes de caractérisation	31
III.4.1. Caractérisation par Infrarouge	31
III.4.2. Diffraction des rayons X.....	34
III.5 : Huile moteur 5W40.....	35
III.5.1 Caractérisation physico-chimique des huiles de moteur.....	36
III.6. Procédé de recyclage des huiles usagées par argile	38
III.6.1. Filtration.....	38
III.6.2. Traitement par l'heptane	39

III.6.3. Recyclage par argile.....	39
III.7. Résultats de caractérisation physico-chimique de l'huile de moteur	40
III.8. Résultats de Caractérisation spectroscopiques infrarouge	41
Conclusion générale	44
Références bibliographiques	45

Résumé

Introduction générale

Introduction générale

Les liens étroits existants entre la santé publique, la pollution et la qualité de l'environnement, ont favorisé la prise de conscience aigüe et généralisée des risques environnementaux et sanitaires causés par les entreprises industrielles [1].

La contamination de l'environnement par l'huile moteur usée est courante dans les pays en développement, ce qui pose divers risques pour la santé au travail [2].

Les huiles lubrifiantes sont indispensables pour assurer le bon fonctionnement moteur, elles sont constituées d'huile de base auxquels sont ajoutés d'additifs convenablement choisis. Au plan national, le marché algérien des lubrifiants est de l'ordre de 180.000 tonnes par an, se répartissant comme suit: 75% des huiles moteurs, 19% des huiles industrielles, 3% des graisses et 3% des huiles aviation et marine [3]. Le recyclage des huiles industrielles usagées demeure une activité inexploitée en Algérie, en l'absence d'unités spécialisées dans le traitement de ces déchets [4].

Les minéraux argileux, en l'occurrence la famille des kaolinites et montmorillonites, sont les matériaux les plus considérés en raison de leurs propriétés réputées d'adsorption et de rétention des polluants ainsi que de la possibilité de leur modification ou leur fonctionnalisation [5]. Le présent travail est un essai de recyclage de l'huile de moteur '5w-40' par deux types d'argiles tels que la Kaollinite et la Montmorillonite après leur activation.

- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique des argiles en général à savoir la structure, la classification, suivi d'une présentation de la kaollinite et la montmorillonite.
- Le deuxième chapitre consiste en des notions de base concernant les huiles usagées. Une description plus particulière a porté sur l'huile moteur.
- Le dernier chapitre est une étude expérimentale qui présente le recyclage des huiles usagées « l'huile de moteur » par deux types d'argile, la kaollinite et montmorillonite à titre de comparaison.
- La conclusion générale rassemble les résultats les plus significatifs obtenus dans ce travail



Partie bibliographique

Chapitre I : Généralités sur les argiles

I. Argile

I.1. Introduction

Les matériaux argileux ou plus simplement « ARGILES » sont ubiquistes à la surface de la terre. Du fait de leur mode de formation, ce sont en général des matériaux polyphasiques, composés à la fois de phases minérales et organiques [6].

L'argile n'est pas une substance unique mais il existe une très grande variété des roches argileuses parmi elles sont les kaolinites [7] et les montmorillonites qui nous intéressent dans ce chapitre.

I.2. Définition

Le terme argile trouve son origine dans le mot grec argilo dérivé d'Argos qui signifie blanc, puis sa traduction en latin : argilla. Cette nomination par les anciens est semble-t-il due à la couleur du matériau utilisé en céramique [8].

L'argile brute contient généralement des particules élémentaires dont le diamètre des grains est inférieur à 2 micromètres ($< 2 \mu\text{m}$) qui représente les individus cristallins (phase minérale pure) appelés minéraux argileux responsable de ses propriétés tel que le gonflement, la plasticité et les propriétés d'adsorption [9].

I.3. Origines géologiques

I.3.1. L'héritage

Le minéral argileux est directement issu de la roche mère sans modification de ses caractéristiques cristallographiques. C'est un minéral argileux primaire (micas et illite de plusieurs dizaines de microns ; chlorite tri octaédrique...) [10].

I.3.2. La transformation

Les conditions de surface entraînent une modification des caractéristiques cristallographiques du minéral argileux, néanmoins sa structure de base originelle reste conservée [10].

I.3.3. La néoformation

Les conditions de surface entraînent la dissolution des minéraux primaires contenus dans la roche mère (argileux et/ou non argileux). Les cations et anions issus de cette dissolution passent dans la solution du sol. Si les conditions de nucléation et de croissance d'un minéral argileux sont réunies, un nouveau minéral argileux est formé dans le sol.

Le minéral argileux est dans ce cas un minéral argileux secondaire néoformé (kaolinite des sols latéritiques, smectite des vertes sols en bas de topo séquence) [11].

I.4. Structure de minéraux argileux

Les différents minéraux argileux se caractérisent principalement par une structure en feuillets dans la plus part des cas, d'où leur appellation de phyllosilicates. Ces feuillets sont constitués de deux couches: la couche tétraédrique (noté T ou Te) et la couche

octaédrique (noté O ou Oc), dont les sommets sont occupés par les ions d'oxygènes et d'hydroxyles (O^{-2} , OH^{-}) (Figure I.1). Ces ions chargés négativement ont tendance à se repousser et forment une charpente où peut être logée des cations qui assurent la stabilité électrostatique de l'ensemble de la structure.

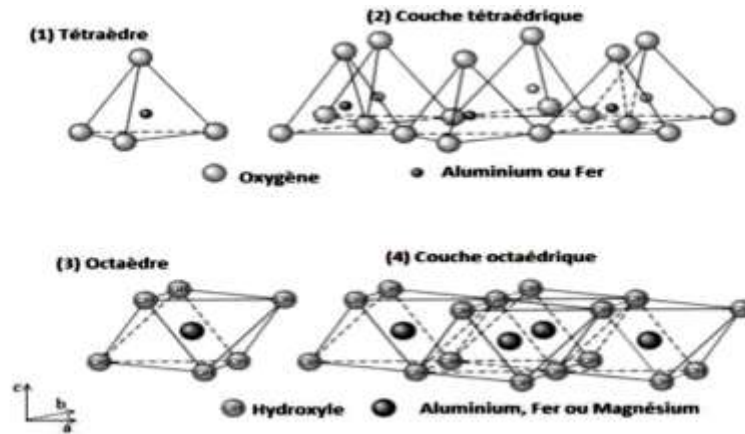


Figure.I.1: Représentations d'un tétraèdre (1) et d'un octaèdre (3), types de l'agencement de tétraèdres et octaèdres respectivement en couches tétraédrique (2) et octaédrique (4) [12].

La représentation structurale des minéraux argileux peut être schématisée comme une unité qui associe un feuillet et un espace interfoliaire. Généralement le feuillet est formé par deux types de couches [13] :

I.4.1. Couche tétraédrique

Elle est formée par des tétraèdres composés de quatre oxygènes et d'un cation central Si^{+4} (SiO_4^{-4} , dominant) et/ou Al^{+3} (AlO_4^{-5} , fréquent) et/ou Fe^{3+} (FeO_4^{-5} , occasionnel).

Les tétraèdres sont liés par la mise en commun de trois sommets sur quatre (oxygène basaux, le quatrième étant l'oxygène apical) [13]. Grâce au partage d'atomes d'oxygène, les tétraèdres sont liés l'un à l'autre pour former une maille hexagonale et forment une couche composée de 6 tétraèdres [14]. Figure I.2.

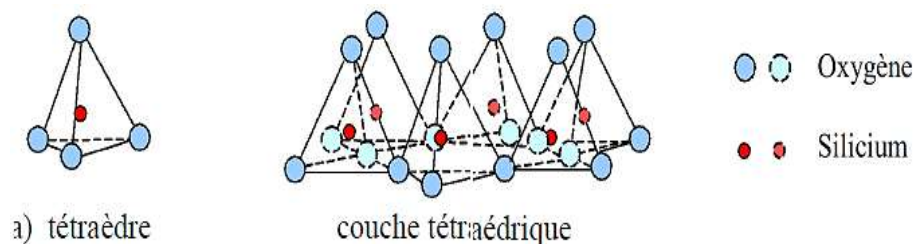


Figure.I.2: Représentation des tétraèdres de silicium et leur agencement en couche tétraédrique [15].

I.4.2. Couche octaédrique

La couche octaédrique est formée par un atome centrale A, souvent l'aluminium, entouré par des atomes d'oxygène et des groupements hydroxyles (figure I.3.).

Chaque octaédrique est connecté aux autres octaèdres voisins en partageant uniquement les arrêts entre eux. L'épaisseur de cette couche octaédrique est de 5,05 Å [16].

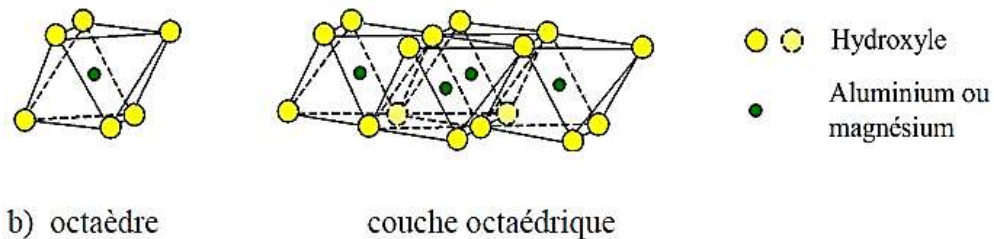


Figure.I.3: Représentation des octaèdres d'aluminium ou de magnésium et leur agencement en couche octaédrique [15].

I.5. Types d'argiles

En géologie on distingue les argiles sédimentaires et les argiles résiduelles [17].

I.5.1. Argiles sédimentaires

Proviennent des boues qui se sont déposées dans des bassins marins, ou plus rarement lacustres. Elles peuvent être associées à des gypses, du sel, du calcaire, etc.... L'argile issue de la sédimentation après avoir été transportée loin de son lieu d'origine est dite secondaire.

Elle est plus fine et renferme souvent des minéraux (fer, manganèse...) ou autre matière organique qui en change la couleur [18].

I.5.2. Argiles résiduelles

Formées sans déplacement par la décomposition de certaines roches et en particulier chargée de gaz carbonique [18].

I.6. Classification des minéraux argileux

La classification des minéraux argileux est généralement basée sur les deux critères suivants [19] :

- ✓ Type de feuillet.
- ✓ charge globale du feuillet.

I.6.1. Type de feuillet

Selon l'épaisseur du feuillet ou sa constitution, on distingue trois familles principales des argiles [19].

I.6.1.1. Minéraux de type 1/1 (ou T-O)

Le feuillet est constitué d'une couche octaédrique et d'une couche tétraédrique, l'équidistance caractéristique est d'environ 7 Å, à ce type correspond le groupe de la kaolinite [20].

I.6.1.2. Minéraux de type 2/1 (ou T-O-T)

Le feuillet est constitué d'une couche d'octaèdres encadrée par deux couches tétraédriques avec la seconde couche tétraédrique étant renversée par rapport à la première, ces trois couches sont liées entre elles par des atomes d'oxygène. L'équidistance caractéristique varie de 9,4 à 15 Å selon le contenu de l'interfeuillet.

A ce type correspondent les groupes du talc, des smectites, des illites, des vermiculites et celui des micas, ces argiles peuvent se trouver dans trois situations différentes [20] :

- ✓ Pas de substitution isomorphe.
- ✓ Des substitutions octaédriques.
- ✓ Des substitutions tétraédriques.

I.6.1.3. Minéraux de type 2/1/1 (ou T-O-T-O)

Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T-O-T et de couche octaédrique inter foliaire, cette couche neutralise les charges portées par les feuillets T-O-T.

L'équidistance caractéristique est alors d'environ 14 Å, à ce type correspond le groupe du chlorite [20].

I.6.1.4. Minéraux interstratifiés

L'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultent du mélange régulier ou Irrégulier d'argiles. La valeur de la charge permanente du feuillet a servi de critère pour établir une classification des phyllosilicates [21].

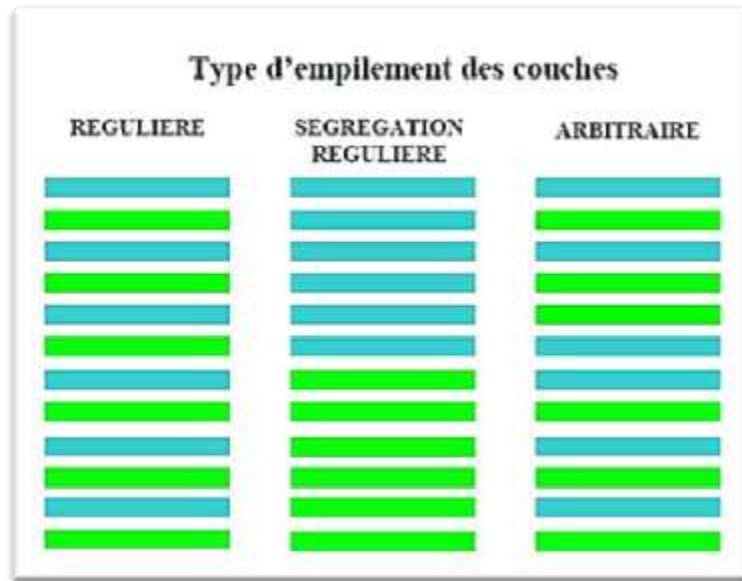


Figure.I.4 : Représentation schématique des minéraux interstratifiés

Selon la séquence d’empilement des couches tétraédriques et octaédriques on distingue des minéraux de type 1/1 (T-O), 2/1 (T-O-T) et 2/1/1 (T-O-T-O) [21].

TableauI.1: Classification des minéraux argileux selon la proportion et la composition des couches T et O [22].

Type d'argile	Formule structurale	Charge à compenser	Groupe	Famille
1 / 1	$M_{2-3} Si_2 O_5 (OH)_4$	0	Kaolinite-serpentine	D'octaédrique
				Tri octaédrique
2 / 1	$M_{2-3} Si_4 O_{10} (OH)_2$	0	Pyrophyllite-tak	Dioctaédrique
				Trioctaédrique
		0,25-0,6	Smictite	Dioctaédrique
				Trioctaédrique
		0,6-0,09	Vermiculite	Dioctaédrique
				Trioctaédrique
		1	Mica	Dioctaédrique
		2	Mica cassant	Trioctaédrique
Dioctaédrique				
		Trioctaédrique		
2 / 1 / 1	$M_{2-3} Si_4 O_{10} (OH)_2-M-(OH)_{2-3}$	Variable	Chlorite	

I.7. Groupes des argiles

A. Argiles kaoliniques

A.1. Origine

Le terme kaolin, d'origine chinoise, vient de "Kaoling", nom d'une colline située à proximité de Yaochao-Fu dans la province de Kiangsi, où cette matière blanche et plastique a été exploitée à partir de 210 avant Jésus-Christ [23].

A.2. Définition

Le kaolin est une roche composée essentiellement de Kaolinite, résultant de la décomposition des grains et feldspaths par hydrolyse sous un climat chaud et humide ou par une action hydrothermale[24].

La kaolinite est une argile TO dioctaédrique qui est constitué d'un empilement régulier de feuillets composés d'une couche tétraédrique siliceuse en alternance avec une couche octaédrique alumineuse. On la trouve soit sous forme hydratée ou non. Elle a pour formule $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ [25].



Figure.I.5: Kaolin.

A.3. Structure de la kaolinite

C'est le minéral le plus abondant de la famille des phyllosilicates 1/1 souvent associée à d'autres minéraux. La présence de quartz est quasi systématique, provenant des processus géologiques de formation des argiles. Pour les mêmes raisons, on rencontre souvent des impuretés sous forme d'oxydes, de micas et / ou de feldspaths [26] Figure(I.6).

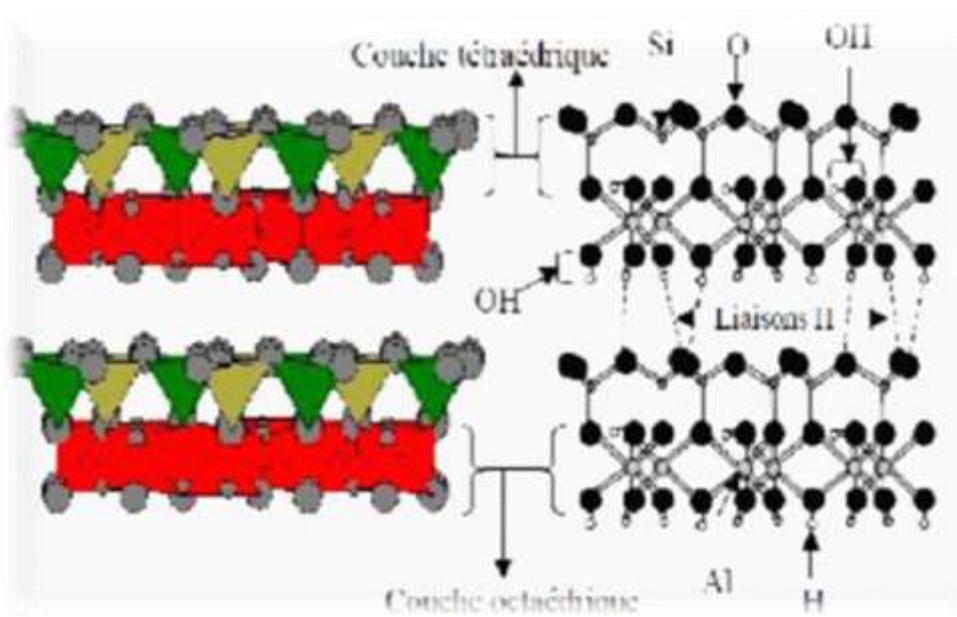


Figure.I.6: Représentation des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdre alumineux d'un minéral de type 1/1[27].

A.4. Propriétés des kaolins industriels

Les utilisations du kaolin sont régies par plusieurs facteurs comprenant la composition minéralogique et les propriétés physiques et chimiques de l'ensemble, celles-ci étant déterminées par les conditions géologiques dans lesquelles le kaolin a été formé. Les caractéristiques importantes concernant les applications des minéraux argileux sont les suivantes:

La nature et les dimensions des particules, leurs formes, la cristallinité, la chimie globale et celle de la surface des cristaux, la surface spécifique, la charge de la surface et de la bordure et d'autres propriétés qui en découlent, spécifiques aux applications particulières, telles que la viscosité, la plasticité, la résistance mécanique en vert, la résistance mécanique d'échantillon séché, l'absorption et l'adsorption, l'abrasivité et le pH [28].

• Couleur

Le kaolin a habituellement une couleur blanche ou proche du blanc. Cependant la plupart du temps, le kaolin est associé à une quantité mineure de minéraux auxiliaires contenant des éléments de transition tels que le fer et le titane dans des oxydes, hydroxydes, oxy-hydroxydes, sulfures et carbonates, on parle alors de fer libre. Le fer peut être présent dans le réseau de la kaolinite, on parle alors de fer structural.

La couleur donnée au kaolin blanc par le couple fer-titane compromet son application dans des industries de la peinture et du papier. Une connaissance de l'état du fer et du titane est très important et pour choisir la méthode de traitement.

Le broyage peut changer les propriétés optiques du kaolin [29-30].

•Forme et taille

Les cristaux de kaolinite sont plats en forme de minces feuillets d'environ $2\mu\text{m}$ d'épaisseur et quelques microns de diamètre, pseudo-hexagonaux, quelques fois en forme de livres ou de piliers vermiculés.

Différentes mesures peuvent être utilisées. Le paramètre utilisé pour quantifier la morphologie d'un kaolin a varié au fil du temps : en 1980 ils'agissait de l'épaisseur des cristaux, mais dès 1990 l'aspect ratio (rapport du diamètre à l'épaisseur) est devenu plus important [28].

La distribution granulométrique des particules joue un rôle important sur la viscosité des kaolins en suspension. Aujourd'hui, le rapport de d_{75}/d_{25} est utilisé comme caractère industriel de la morphologie des kaolins traités [28,31].

• Capacité d'échange cationique

La capacité d'échange de cation (CEC) est définie par le nombre de charges échangeables par une masse donnée d'argile. Elle s'exprime en milléquivalent par 100g d'argile. Cette caractéristique est fonction de la nature de l'argile (type d'argile), de ses caractéristiques cristallographiques, de ses cations et du pH du milieu. Pour une kaolinite idéale la valeur de la CEC à un pH donné va dépendre uniquement du degré de dissociation des différents sites amphotères situés sur les faces latérales. Cette propriété est importante dans le comportement rhéologique des suspensions [28, 31].

• Dureté

La kaolinite est tendre avec une dureté entre 1 et 2 (de ~ 1.5) sur l'échelle de Mohs qui signifie que les kaolins relativement purs ne sont pas abrasifs. Cette propriété est très importante dans beaucoup d'applications industrielles. Puis que le kaolin est plus tendre que presque tous les matériaux avec lesquels il entre en contact, l'usure et l'abrasion de l'équipement sont minimal. La présence de quartz résiduel dans un kaolin industriel modifie bien évidemment ce paramètre [32].

A.5. Propriétés physico-chimique du kaolin

- Un minéral non gonflant.
- faiblement biréfringente, l'indice de réfraction moyen est de 1.56.
- les cristaux élémentaires se présentent sous forme de plaquettes hexagonales.

- pH neutres ou basiques.
- chimiquement inerte dans un domaine relativement large de pH (4 à 9).
- blancheur élevée.
- bon pouvoir couvrant (utilisation comme pigment).
- doux et non abrasif.
- plastique, réfractaire.
- faiblement conducteur à la fois de chaleur et d'électricité [33].

B. Montmorillonite

B.1. Origine de la montmorillonite

La montmorillonite a été découverte en 1847 par Damour et Sevetat dans les montagnes de Montmorillon près de Vienne en France.

La bentonite est due à l'altération et la transformation hydrothermale de cendres des tufs volcaniques riches en verre entraînant la formation des minéraux argileux, qui font partie principalement du groupe des smectites. Les roches ainsi formées portent le nom de bentonite, d'après le gisement situé près de Fort Benton (Wyoming, Etats Unis).

En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'Oranie (ouest algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Bouhrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes [34]. Figure(I.7).

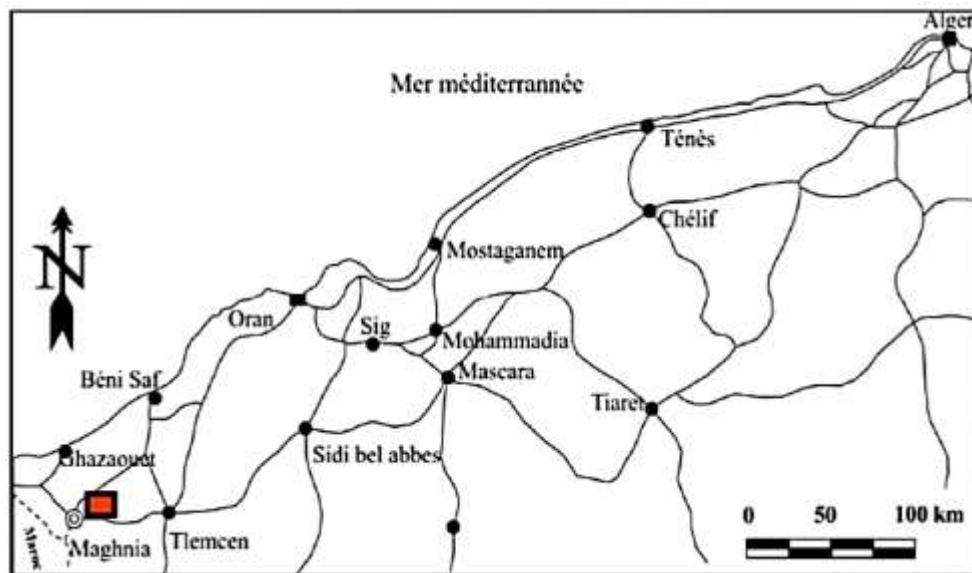


Figure.I.7: Carte d'endroit de bentonite en Algérie.

B.2. Définition

La montmorillonite, décrite pour la première fois par Mauduyt (1847), dans la localité de Montmorillon (dans la vienne en France) [35], fait partie de la classe des phyllo silicates.

Les feuillets sont composés essentiellement d’atomes de silicium, Oxygène, aluminium et magnésium.

Les substitutions peuvent se produire aléatoirement dans les feuillets par remplacement des atomes d’aluminiums par des atomes de charge inférieure. De ce fait, un déficit de charge du feuillet apparaît.

Les montmorillonites sont des smectites d’octaédriques dont les substitutions iso morphiques sont localisées principalement en couche octaédrique et minoritairement en couche tétraédrique.

Ces substitutions créent un déficit de charges positives compensé par l'addition d'une couche cationique (K⁺, Na⁺, Ca²⁺, Mg²⁺ ...) en position inter foliaire. Figure (I.8).

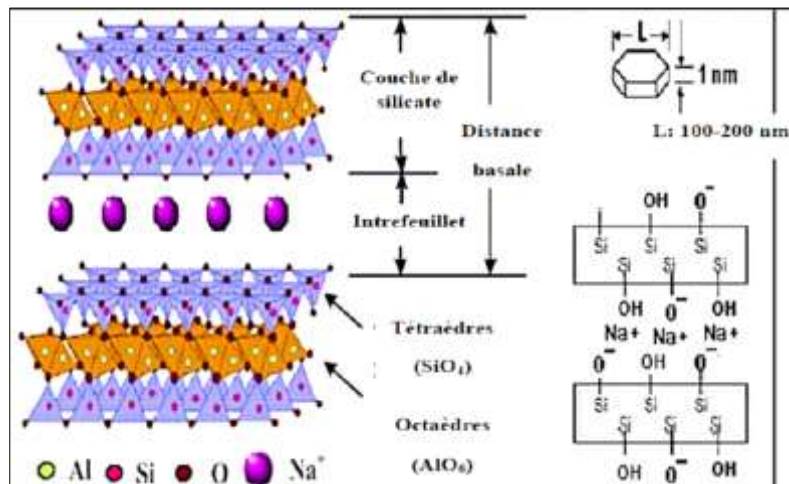
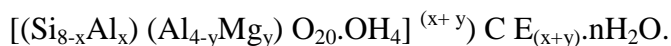


Figure.I.8 : Structure cristallographique de la montmorillonite [36-37].

B.3. Formule chimique de la montmorillonite

La formule idéalisée d’une maille unitaire de la montmorillonite peut s’écrire.



$[(Si_{8-x}Al_x) (Al_{4-y}Mg_y) O_{20}.OH_4]$: Macro-anion qui compose le feuillet.

Y/8 : Proportion de Si substituée par Al tétraédrique.

X/4 : Proportion d’Al dans la couche octaédrique substitué par Mg.

CE(x, y) : Cations échangeables dans l’espace inter-foliaire [38].

B.4. Structure de la montmorillonite

Plusieurs études ont été faites sur la structure de la montmorillonite [39]. Ont proposé un modèle constitué par une couche octaédrique de Al, Fe, Mg, Ni, présente dans tous les minéraux argileux entre deux couches d'acides siliciques hydratés (couche tétraédrique

ou feuillet Silice-oxygène) (Figure II.6). La montmorillonite appartient à la famille des smectites dont les cations compensateurs inter foliaires sont toujours hydratés et facilement échangeables. La CEC (capacité d'échange cationique) est de l'ordre de 80 à 100 méq/100 g [40].

L'équidistance est de 12 à 15 Å pour une smectite séchée à l'air. La montmorillonite répond à la formule générale : $(M_{2-y} nH_2O) (Al_{2-y} Mg_y) Si_4 O_{10} (OH)_2$

La Maghnite, qui fait l'objet de travail de cette thèse, est de type montmorillonite [41-42].

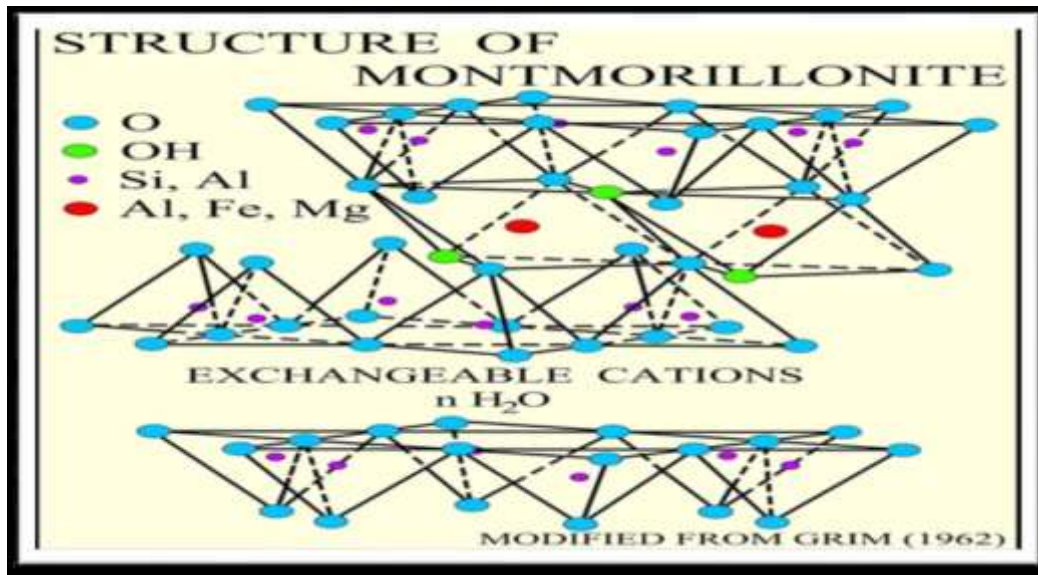


Figure.I.9 : Structure de la montmorillonite [43].

B.4.1. Structure multi-échelle

Les montmorillonites ont particularité de présenter différents niveaux d'organisation selon l'échelle d'observation.

Ces différentes unités structurales sont représentées schématiquement sur (la figure II.10).

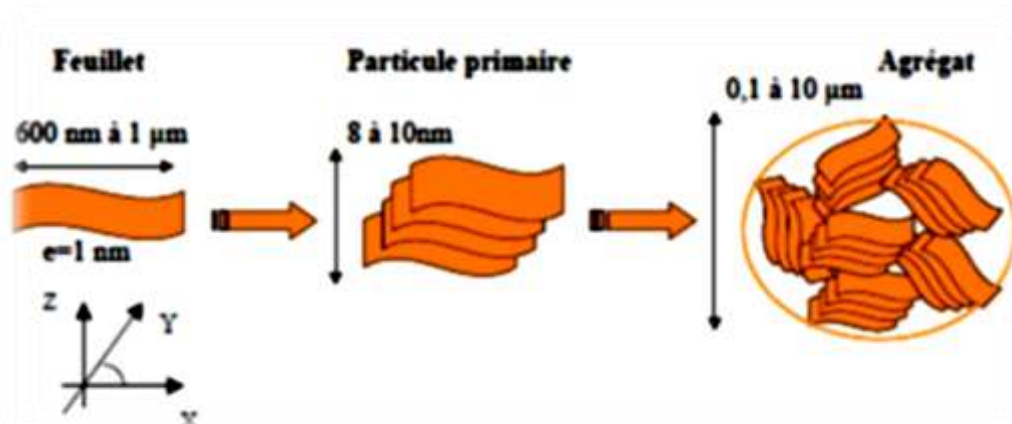


Figure I.10 : Structure multi-échelle de la montmorillonite [42].

▀ Le feuillet

C'est la répétition horizontal de la demi-maille dans les directions x et y. Il est assimilable à un disque ou à une plaquette, possédant des dimensions latérales de l'ordre du micron, et faisant à peu près un nanomètre d'épaisseur. Ces plaquettes sont considérées comme souples et relativement déformables.

La montmorillonite possède environ 0,3 à 0,4 électron par maille. Les cations compensateurs à la surface des feuillets de montmorillonite sont généralement des ions calcium ou sodium [46].

▀ Particule primaire

Elle est constituée de 5 à 10 feuillets empilés, maintenus par les forces électrostatiques attractives entre les ions compensateurs et les feuillets. Elle fait généralement 8 à 10 nanomètres d'épaisseur. La taille des particules est à peu près constante, c'est-à-dire que lorsqu'une montmorillonite est gonflée, l'espace interfoliaire est augmenté et il y a moins de feuillets dans une particule [46].

▀ L'agrégat

L'agrégat est un groupement des particules primaires orientées dans toutes les directions ; sa taille est d'environ (0,1 à 10 μ m) [44].

B.5. Propriétés de la montmorillonite

B.5.1. Capacité d'échange cationique

La capacité d'échange cationique d'une argile résulte de la substitution iso-morphique des atomes d'aluminium de la couche octaédrique par des atomes de Mg²⁺ et Fe³⁺ et de la substitution de Si⁴⁺ par Al³⁺ dans la couche tétraédrique induisant un déficit en charge du feuillet qui est compensé par la présence des cations compensateurs [45]. Les liaisons entre les feuillets sont faibles et encore plus avec la présence des molécules d'eau, ce qui permet aux cations compensateurs interfoliaires ou superficiels de s'échanger avec les cations des solutions mises en contact avec l'argile, ces cations sont appelés « cations échangeables » [46].

B.5.2. Surface spécifique

La montmorillonite possède une surface spécifique élevée (700-800 m².g⁻¹), et également un facteur de forme (longueur/épaisseur) qui varie de 200 à 1000.

Ce sont ces deux principales propriétés qui rendent leur utilisation dans la réalisation des composites. Les méthodes de détermination de la surface spécifique des phyllosilicates les plus couramment utilisées reposent sur l'introduction progressive d'un réactif

dans une suspension aqueuse jusqu'à saturation. Le volume introduit à la saturation est lié à la surface spécifique du phyllosilicate [47-48].

B.5.3. Densité de charge spécifique

Parmi les caractéristiques les plus intéressantes, nous avons la densité de charge spécifique qui est égale au rapport entre la capacité d'échange cationique (CEC) et la surface spécifique de la particule argileuse. L'augmentation de la densité de charge spécifique réduit le gonflement ou la pression de gonflement des matériaux argileux [49].

B.5.4. Acidité

Une source importante d'acidité dans les argiles est la génération de protons à partir de l'ionisation des molécules d'eau coordonnées à des actions échangeables.

Cela se produit en raison de l'espace inter-lamellaire. Le proton ainsi généré se fixe à un atome d'oxygène de la surface. L'acidité est donc cruciale, elle dépend de la nature et de la concentration des cations échangeables. Certains de ces cations peuvent être des protons ou des cations de polarisation (ex. Al^{3+}) qui donnent lieu à une forte acidité de bronsted [50].

B.6. Propriétés de gonflement

Le gonflement consiste en une séparation des feuillets jusqu'à une distance interfoliaire d'équilibre sous une pression donnée. Cette distance peut atteindre 100Å pour certaines montmorillonites sodiques sous pression atmosphérique. Les propriétés de gonflement des montmorillonites sont dues au caractère hydrophile de toute sa surface, en raison de la présence de cations hydratés dans les galeries interfoliaires. Cependant, cette condition n'est pas suffisante car ces propriétés de gonflement vont être gouvernées par le type et le nombre de cations inorganiques présents dans les galeries [51].

B.7. Domaines d'application de la Montmorillonite

Du fait des propriétés présentées par la montmorillonite citées plus haut, elles connaissent un champ d'applications très variés :

■ Dans l'industrie pétrolière, notamment dans le domaine de la catalyse [52]:

La montmorillonite traitée par acide est utilisée dans nombreux réactions tels que la dimérisation des acides gras insaturés en acides dicarboxyliques et l'alkylation des phénols.

Les montmorillonites échangées par les cations sont aussi des catalyseurs efficaces, nous donnons par exemple : les montmorillonites échangées par Al et Cr sont utilisées dans des réactions de lactonisation, nous notant aussi les montmorillonites échangées par le Fe et le Co qui servent à la protonation de plusieurs espèces organiques.

La Bentonite sodique échangé en par des cations avec une densité de charge élevée tels que : Al, Cu, Fe et Cr, sont des catalyseurs efficaces et sélectifs pour la production de l'acétate éthylique à partir de l'éthylène et l'acide acétique.

- Dans le forage comme un fluide de forage.
- Dans le domaine de la dépollution, la Bentonite connaît un vaste champ d'application visant soit la dégradation des composés organiques polluants soit leur transformation en des produits.

Chapitre II : Généralités sur Les huiles usagées

II.1. Introduction

Les huiles usagées sont des huiles de source industrielle ou non industrielle qui sont devenues impropres à être utilisées pour leurs fonctions premières en raison de la présence d'impuretés ou de la perte de leurs propriétés d'origine [55]. Les huiles usagées ne sont pas biodégradables, elles sont classées dans la catégorie des déchets spéciaux dangereux. Leur rejet dans la nature est strictement interdit. Elles peuvent engendrer une détérioration importante du milieu naturel [56].

En Algérie, la problématique des huiles usagées se pose sérieusement, pour la protection de l'environnement. Cette matière avec ses deux catégories, "les huiles claires qui proviennent des transformateurs, des circuits hydrauliques et des turbines peu contaminées et chargées en général d'eau et de particules" [57]. Et la deuxième catégorie représente "les huiles noires comprennent certaines huiles industrielles (huiles de trempe, de laminage...) et les huiles moteurs qui nous intéressent beaucoup plus dans notre travail, sont fortement contaminées et elles représentent un grand danger sur la nature.

II.2. Définition des huiles usées

Une huile usagée est une huile qui après utilisation devient contaminée elle ne peut continuer à remplir sa tâche convenablement du fait de la perte de ses propriétés physico-chimiques.

On distingue deux catégories : Les huiles usées domestiques qui sont des huiles alimentaires d'origine végétale ayant servi dans la friction.

Et des huiles usées industrielles [58], provenant des:

- Huiles lubrifiantes pour moteur, turbines ou engrenage.
- Huiles hydrauliques comprenant des fluides de transmission.
- Huiles pour le travail des métaux (huiles de coupes et d'usinage).
- Liquides isolants pour les transformateurs [60].

Les huiles de seconde catégorie sont désignées par « huiles usagées » selon la législation béninoise en la matière, le Décret « N° 2003- 330 du 27 août 2003 » portant gestion des huiles usagées en Algérie et définies comme : « Toutes huiles, issues du raffinage du pétrole brut ou synthétique, destinées à la lubrification ou à autres fins, et qui sont devenues impropres à leur usage original en raison de la présence d'impuretés ou de la perte de leurs propriétés initiales [56].

II.3. Huiles usagées en Algérie

Au plan national, le marché est de l'ordre de 150.000 tonnes par an, se répartissant comme suit:

- Huiles moteurs 75%.
- Huiles industrielles (ateliers, entreprises industrielles) 19%.
- Graisses et paraffines 3%.
- Huiles aviation et marine 3% [61].

Tableau II.2: Nomenclature des principales catégories d’huiles usagées selon la réglementation algérienne [56].

Désignation/fonction	Observation
Huiles pour moteurs ou compresseurs et huiles de base moteurs	Véhicules, bateaux
Huiles utilisées comme matière première Pour la fabrication d’additifs pour lubrifiants	Surtout synthétiques
Huiles de graissage	Visqueuses
Huiles pour engrenage sous carter	Réduction des frottements
Huiles pour mouvement	Anticorrosive
Huiles noire appelée « mazout de graissage »	Peu visqueuse
Vaseline et huiles de vaseline	/
Huiles isolantes	Diélectrique
Huiles de trempe	Métallurgie
Huiles de turbines	Surtout pour lubrification et refroidissement

II.4. Origine d’huiles usagées

Plusieurs activités sont susceptibles de produire des huiles usagées. On peut citer notamment:

- Les garages, concessionnaires, stations de vidange, stations de service.
- Les transports (routiers, fluviaux, aériens, ferroviaires).
- Les usines, ateliers, entreprises industrielles.
- Les entreprises traitant des déchets contenant des huiles usagées (cas de la démolition automobile, du traitement de filtres à huiles, d’emballages souillés par des huiles,...) [58].

II.5. Types des huiles usagées

II.5.1. Huiles usagées claires

Sont les huiles industrielles, elles sont peu détériorées, Elles sont peu contaminées et chargées en général d'eau et de particules [59].

Tableau II.3 : Huiles générant des huiles usagées claires [60].

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

II.5.2. Huiles usagées noires

Sont les huiles qui proviennent généralement de la lubrification automobile, elles sont obtenues par un mélange des résidus lourds [56]. Qui comprennent les huiles moteurs (essence et gasoil) [58], et certaines huiles industrielles [61]. Le traitement de ces huiles noires est plus difficile et complexe, à cause de leur forte dégradation et la présence de contaminants [62].

Tableau II.4 : Huiles générant des huiles usagées noires [63].

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

II.6. Huiles moteur « huiles de lubrification »

Les huiles de lubrification sont formulées d'une huile de bases minérales issues d'un pétrole brut après traitement, dopée d'un paquet d'additifs convenablement choisis pour que le lubrifiant puisse assurer sa fonction requise malgré les contraintes [64].

Les huiles de lubrification sont utilisées dans les domaines suivants : l'automobile (il s'agit de huile moteur), l'aviation (turbines et pistons), la marine et l'industrie (hydraulique, compresseurs, engrenages, turbines, systèmes de circulation et de réfrigération) [65].

II.6.1. Origines du lubrifiant

Les premiers lubrifiants utilisés par l'homme furent, exclusivement, des huiles d'origine animale ou végétale. Actuellement, sont des huiles minérales dérivées du pétrole qui constituent la majeure partie des huiles lubrifiantes [66].

II.6.2. Composition des huiles de lubrification

Une huile de lubrification est une huile automobile, industrielle ou pour aviation ayant les propriétés demandées pour une utilisation donnée, Elles sont constituées d'une huile de base minérale ou synthétique, et d'un groupe d'additifs ajoutant chacun une propriété particulière afin d'améliorer le rôle de ces huiles [67].



Figure.II.11: Principe de composition d'une huile [68].

A. Huiles de base

A.1 Huiles minérales

Sont des hydrocarbures de diverses familles et d'une petite quantité d'impuretés résiduelles oxygénées, azotées et soufrées, issus presque exclusivement de la distillation du pétrole. On les nomme "les distillats ". Elles vont subir des opérations de raffinage.

Les huiles peuvent appartenir aux diverses familles d'hydrocarbures et possèdent des propriétés différentes [69].

– Paraffiniques (Molécules à chaîne droite)

Elles sont stables vis-à-vis de l'oxydation, peu agressives pour les élastomères, dotées d'un bon indice de viscosité. Mais certains constituants cristallisent dès la température ordinaire [70].

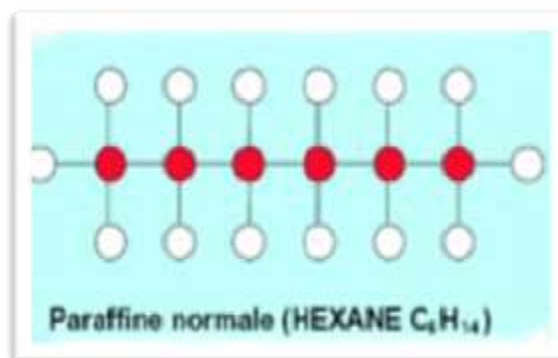


Figure.II.12: Tendance paraffinique des huiles minérales [72].

– **Isoparaffiniques (Molécules à chaînes ramifiées)**

Elles résistent bien à l'oxydation, sont peu agressives pour les élastomères, se comportent mieux à froid que les précédentes, mais leur indice de viscosité est plus faible [71].

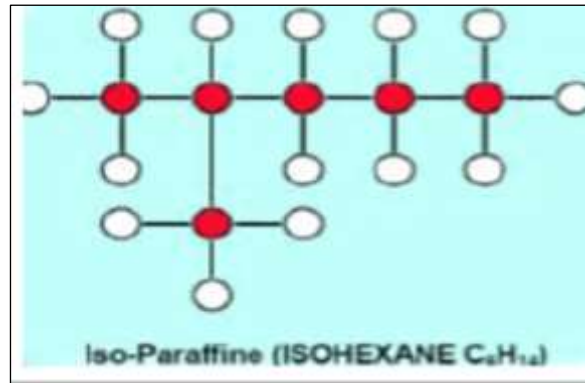


Figure.II.13: Tendance isoparaffinique des huiles minérales [72].

– **Naphténiques (Chaînes cycliques saturées)**

Elles sont moins stables vis-à-vis de l'oxydation, plus agressives pour les élastomères, mais possèdent de très bonnes caractéristiques d'écoulement aux basses températures malgré un indice de viscosité plus faible [71].

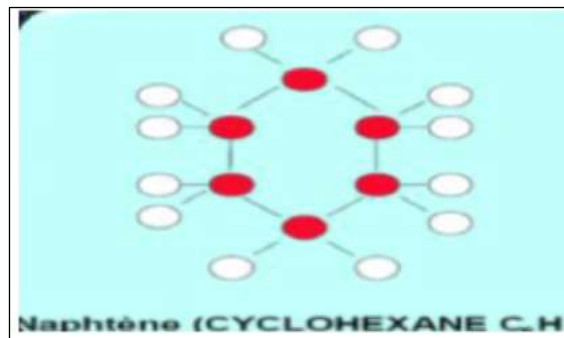


Figure.II.14: Tendance naphténique des huiles minérales [72].

– **Aromatiques (chaînes cycliques non saturées)**

Sont très oxydables, dotés d'un très mauvais indice de viscosité. Leur comportement est catastrophique en lubrification et ils sont éliminés dès le raffinage. Classification d'une huile minérale sur la base des structures moléculaire [71].

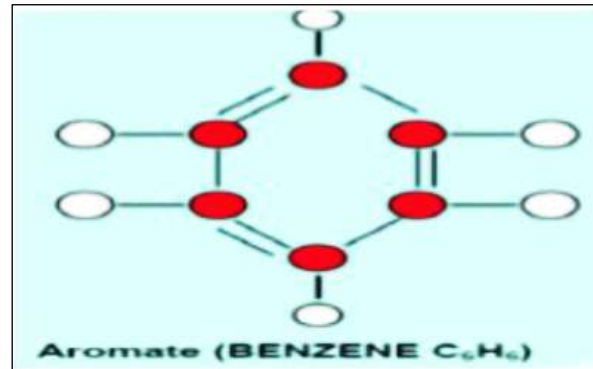


Figure.II.15: Tendance aromatique des huiles minérales [72].

B. Additifs

Sont très nombreux ; ils présentent environ 25% de la masse totale de l'huile utilisée, chacun ayant une fonction bien définie. Les additifs peuvent stimuler les propriétés existantes des huiles lubrifiantes [73].

Antioxydants

Pour prévenir la formation de vernis, de boue et de corrosion, on ajoute des composés organiques contenant du soufre, du phosphore ou de l'azote. On y incorpore souvent des métaux, comme l'étain, le zinc ou le baryum [74].

– Détergents

Les détergents sont des additifs qui possèdent des propriétés nettoyant vis-à-vis d'une surface solide mouillée, et de maintenir le circuit de distribution. Elles se caractérisent par un pH basique ou neutre pour prévenir de la formation des dépôts. Grâce à leur alcalinité, ils peuvent neutraliser également des produits acides, qui se forment du fait de la combustion de l'huile [75].

– Dispersants

Les dispersants sont des adjuvants, qui ont les propriétés de maintenir en suspension des particules solides dans l'huile, Ils évitent ainsi le risque de dépôt dans les parties froides du moteur [76-75].

– Antirouilles et anti-corrosions

Les antirouilles et anti-corrosions sont des additifs qui protègent les parties métalliques, ils retardent l'apparition de la rouille qui provient de la corrosion humide. Ils évitent l'altération d'un matériau provenant des gaz de combustion contre la corrosion [75].

– Améliorants de l'indice de viscosité

Les améliorants de l'indice de viscosité qui ont pour rôle d'améliorer la diminution de la viscosité de l'huile lors de l'élévation de température dans le moteur [75].

– Abaisseurs du point d'écoulement

Ils permettent l'écoulement de l'huile même à basses températures par retardement de la formation de cristaux de paraffine. Les petits cristaux de paraffine qui se forment lors du refroidissement de l'huile sont enveloppés par l'additif et ne peuvent pas se fusionner, ce qui fait que l'huile reste fluide plus longtemps [77]. Ils agissent sans doute par absorption en diminuant la taille des cristaux de paraffine. Les produits utilisés appartiennent aux quatre familles suivantes: alkyl aromatiques, les polyesters, les Polyamides et les Polyoléfines [78].

– Antis mousses

Dans la plupart des applications, les lubrifiants sont agités, ce qui provoque la formation de bulles d'air et de mousse, un moussage excessif de l'huile entraîne des défauts de lubrification et une oxydation précoce [79]. Le rôle des additifs anti-mousses, est la réduction la tension de surface.

II.7. Propriétés physico-chimiques des huiles de lubrification**– Densité**

La densité d'une substance est le rapport entre sa masse volumique et la masse volumique d'un corps pris comme référence, dans des conditions qui doivent être spécifiées pour les deux corps. En général, pour les liquides, le corps de référence utilisé est l'eau [80].

– Masse molaire

La masse molaire est définie comme un rapport entre la masse est la quantité de matière, elle se mesure en Kg/mole [81].

– Viscosité

La viscosité est la caractéristique la plus importante d'un fluide, elle est définie comme le rapport de la force de cisaillement et l'épaisseur des films d'huile. La viscosité se caractérise par la résistance du fluide à l'écoulement aux fortes températures. On rajoute des additifs pour l'améliorer, et prolonger la durée de vie de notre fluide [81].

– Indice de viscosité

L'indice de viscosité (I V) est un nombre conventionnel qui traduit l'importance de la variation de la viscosité avec la température et permet de juger la tenue à chaud et à froid des huiles. Un I V de 100 indique une très faible variation de la viscosité, un I V de 0 une très grande variation ou une grande sensibilité à la température. De manière pratique, on détermine l' I V à partir des mesures de viscosités cinématiques effectuées respectivement

à 40 et à 100 °C, soit en utilisant des tables ASTM, soit en utilisant un programme de spécifique sur calculette ou sur micro-ordinateur [82].

– **Indice de réfraction**

L'indice de réfraction d'un milieu transparent est une grandeur sans dimension, il est défini par le rapport entre la vitesse de propagation de la lumière dans le vide, et la vitesse de la lumière dans ce milieu. Il dépend de la longueur d'onde du rayon, de la lumière et de la température [83].

– **Point d'éclair**

Le point d'inflammabilité est la plus basse température à laquelle les vapeurs en air brûleront momentanément si mis à feu par la flamme ou l'étincelle. Cette propriété est intéressante particulièrement dans les régions à climat froid, une diminution de point d'inflammabilité indique la contamination par dilution d'huiles de graissage avec du carburant non brûlé. L'augmentation du point d'inflammabilité indique l'évaporation des composants légers de l'huile [84].

– **Point d'écoulement**

Le point d'écoulement est la température à laquelle l'huile se solidifie en formant des cristaux en paraffine, qui s'accumulent. Au point d'écoulement, l'huile perd la caractérisation d'écoulement. Ce dernier est très important pour l'usage des huiles moteur à basse température [84].

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

C'est le nombre de milligramme de potasse, nécessaire pour neutraliser les acides contenus dans 1 gramme d'huile. L'apparition de l'acidité dans une huile moteur, ne peut provenir que lors de l'oxydation, et pour cela son augmentation indique une oxydation due à la température ou à la contamination [81].

– **Indice de basicité ou dosage de basicité totale (TBN)**

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

Il est inversement proportionnel à l'indice de basicité [81].

– **Teneur en eau**

On peut définir la teneur en eau comme la quantité d'eau contenue dans un produit, exprimée en pourcentage du poids ou de volume de ce produit. L'eau est l'un des principaux ennemis des lubrifiants [85].

– Couleur

La coloration anormalement sombre dans une huile lubrifiante est une indication de la présence d'oléfine. Ceux-ci sont indésirables dans les huiles lubrifiantes. Comme ils sont thermiquement instables. Cette couleur change progressivement au cours de son service dans le moteur. En particulier, elle noircit rapidement à cause des résidus de combustion métallique [86].

II.8. Rôle de la lubrification

La lubrification est un procédé essentiel permettant de réduire les frottements entre deux pièces ce qui ralentit l'usure des équipements, donc elle répond à plusieurs besoins des équipes de maintenances industrielles, citons à titre d'exemple :

- ✓ Protection contre la rouille et d'autres types de corrosion.
- ✓ Protection contre la corrosion.
- ✓ Transmission de l'énergie: dans les circuits hydrauliques et les transmissions automatiques de véhicules [87].
- ✓ Protéger et assurer la durée de vie des mécanismes en mouvement [87].
- ✓ Réduire les pertes par frottement.
- ✓ Combattre l'usure des surfaces frottantes sous toutes ses formes.
- ✓ Garder propres les surfaces et les circuits.
- ✓ Absorber les chocs, réduire le bruit [88].



Figure.II.16: Rôle de l'huile dans la lubrification du moteur.

II.9. Dégradation des huiles moteurs

• Phénomène d'oxydation

L'oxydation est lorsqu'une quantité de gaz mis-sous pression, lors de la phase de compression, s'échappe par des passages entre les segments et les chemises, pour se trouver dans le carter qui contient de l'huile de lubrification, avec une haute

température. Ce gaz contient environ 20% d'O₂, ce qui résulte une oxydation de l'huile qui évolue avec le temps, et la présence des particules métalliques, qui se comportent comme des catalyseurs qui accélèrent ce phénomène d'oxydation.



Figure.II.17: Vidange d'une huile usagée très oxydée [89].

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

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

► **Phénomène de rouille et de corrosion**

La rouille et la corrosion sont deux phénomènes qui conduisent à une élévation de l'usure, ce phénomène provoque la corrosion des métaux non ferreux, par l'attaque de l'acide organique provenant de l'oxydation des huiles ou du carburant. La formation de la rouille, ainsi que la destruction de certaines particules métalliques dues à la contamination des huiles lubrifiantes en provoquant leur dégradation [75].

II.10. Contamination des huiles moteurs usagées

La contamination de l'huile est remarquable avec l'oeil à partir du changement de couleur qui est la conséquence de la dégradation de l'huile, qui devient noirâtre au cours de son service. Les contaminants sont des produits liquides et solides non désirés qui peuvent conduire à la dégradation et détérioration des éléments du mécanisme de lubrification, soit pour le moteur ou pour l'huile lubrifiante. La contamination se manifeste essentiellement sous deux formes [90].

► **Contamination liquide**

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

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

■ Contamination solide

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

– L'étanchéité insuffisante.

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

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

II.11. L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé

A. Sur l'environnement

D'une manière générale, les huiles usagées sont peu biodégradables. Elles ont une densité plus faible que l'eau. Les conséquences d'un rejet direct de l'huile usagée dans le milieu naturel sont donc évidentes. Par ailleurs, bien que son pouvoir calorifique puisse être estimé à environ 90 % du fuel lourd et fasse donc de l'huile un combustible intéressant, l'impact lié à sa combustion dans de mauvaises conditions peut également être important, pollution des terres, des fleuves et des océans due à une faible biodégradabilité, en contact avec l'eau, production d'une pellicule empêchant la circulation de l'oxygène, la combustion non-contrôlée peut entraîner l'émission dans l'atmosphère de gaz contenant du chlore, du plomb, et d'autres éléments, aux effets correspondants [62].



Figure.II.18: Impact des huiles usagées sur l'environnement.

A. Sur la santé

L'exposition aux huiles usagées ou leur manipulation peuvent provoquer, l'asthme, des emphysèmes, des diarrhées, des céphalées, des troubles respiratoires [91] Irritations du tissu respiratoire dues à la présence de gaz renfermant des aldéhydes, des cétones,

des composés aromatiques, ...etc. La présence d'éléments chimiques tel que (Cl), (NO₂), (H₂S), (Sb), (Cr), (Ni), (Cd) et (Cu), affectent les voies respiratoires supérieures et les tissus pulmonaires, Production d'effets asphyxiants empêchant le transport d'oxygène, dû à la présence de monoxyde de carbone, de solvants halogénés, d'hydrogène sulfuré, etc. Effets cancérigènes sur la prostate et les poumons, dû à la présence de métaux comme le plomb, le cadmium, le manganèse ...etc [62].

II.12. Possibilité de récupération des huiles usagées

Les huiles lubrifiantes usagées sont des produits pétroliers visqueux, au cours de l'utilisation ces huiles se dégradent après un certain temps, par l'influence des différents types de contaminants. Ces huiles nécessitent une gestion appropriée pour en faire un produit à valeur ajoutée, qui est pour objectif [92] :

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

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

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



Partie expérimentale

Chapitre III

Protocole expérimentale et résultats

III.1.Introduction

Ce présent chapitre consiste à étudier la méthode de recyclage d'une huile moteur usagée par deux types d'argiles tels que la Kaolinite et la Montmorillonite à l'état activée ainsi que les résultats de caractérisation de l'huile moteur et les deux matériaux utilisés avant et après leur contact avec l'huile usagée.

III.2.Matériaux

III.2.1.Argile

Notre choix s'est porté sur deux types d'argile : la montmorillonite de Maghnia et la kaolinite de Rahouia.

III.2.2.Composition chimique de kaolinite

Les pourcentages massiques des oxydes des éléments entrant dans la constitution de cette argile sont regroupés dans le Tableau III.5.

Tableau III.5 : Composition chimique élémentaire de la Kaolinite [93].

Éléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	So ₃	k ₂ O	Na ₂ O	PF
%	44.23	10.75	4.31	16.58	2.68	0.24	0.24	1.75	0.46

III.2.3.Composition chimique de montmorillonite

Les pourcentages massiques des oxydes des éléments entrant dans la constitution de cette argile sont regroupés dans le tableau III.6.

Tableau III.6: Composition chimique de la montmorillonite de Maghnia compositions (%) [94].

composés	SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO ₃	MgO	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Na ₂ O	As	PAF
% massique	62.4	17.33	1.2	3.56	0.8	0.81	0.2	0.33	0.05	13

III.3. Activation d'argile

– Protocole expérimentale

Le protocole d'activation Pour d'argile se réalise de la manière suivante; on met 10 g d'argile broyée dans un ballon de 100 ml puis on ajoute 100ml d'une solution d'acide sulfurique de concentration 0.25M, le mélange soumis sous agitation pendent 3h à température (T = 70°C) suivi d'une centrifugation (3000 tr/min), ensuite on récupère l'argile activée.

On fait un rinçage (lavage) 3 fois avec l'eau distillée pour éliminer les traces d'acide sulfurique jusqu'à la disparition des traces de sulfates SO_4 (Test au BaCl_2). Le précipité argileux est récupéré par centrifugation puis séché dans l'étuve à 105°C pendant 4h.

L'argile activée est ensuite broyée et tamisée, elle est référenciée par MN-H. On utilise le même mode opératoire avec le KN et à la fin on récupère argile activée référenciée par KN-H.

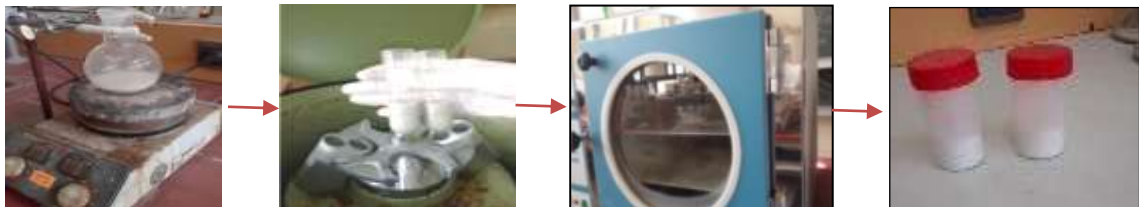
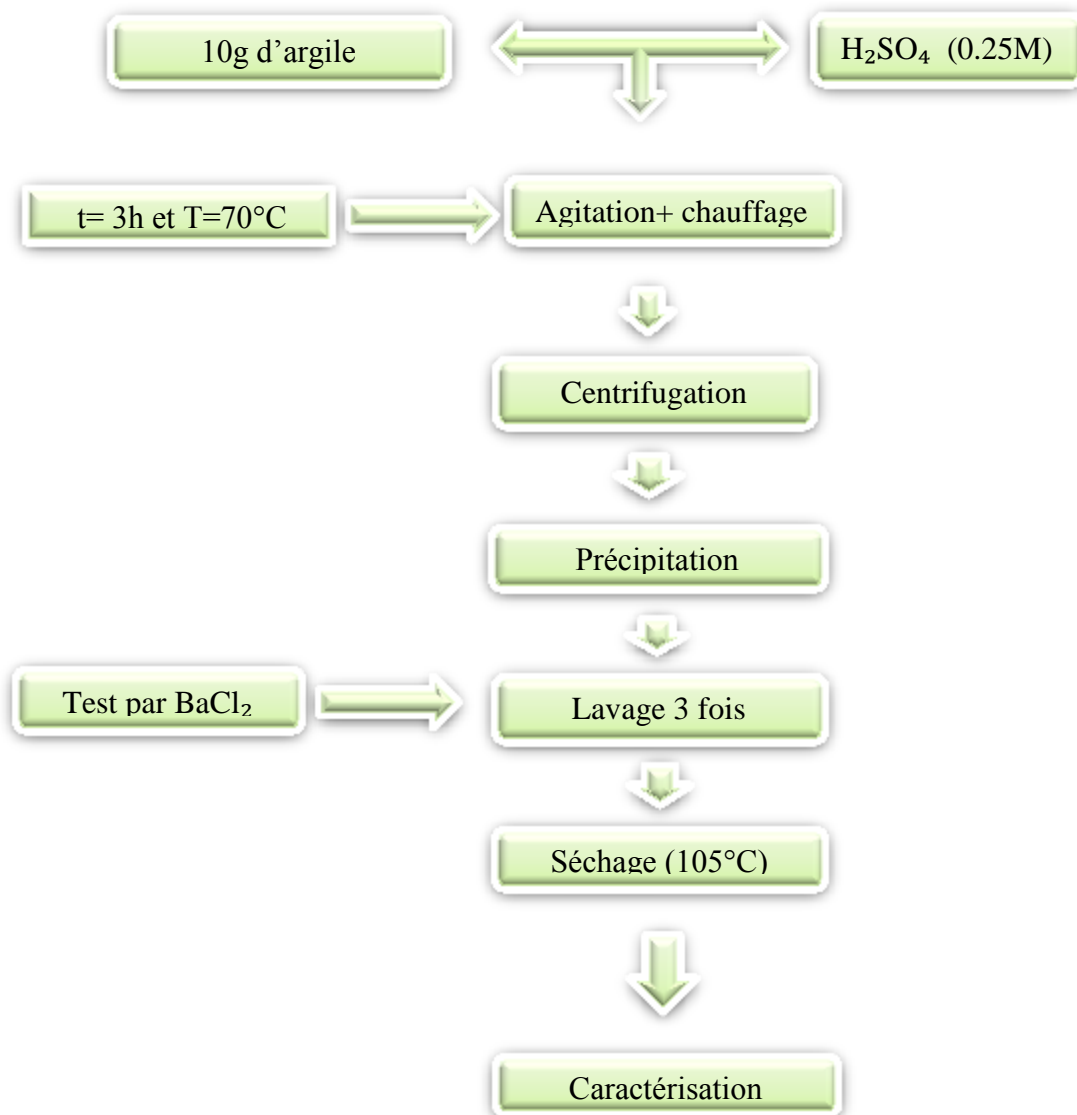


Figure.III.19: Les étapes de l'activation des argiles.

L'organigramme suivant regroupe les différentes étapes de l'activation de l'argile par l'acide sulfurique.



III.4. Méthodes de caractérisation

Nos échantillons ont été caractérisés par deux méthodes tels que : Infrarouge (IR) et diffraction aux rayons X (DRX).

III.4.1. Caractérisation par Infrarouge

La caractérisation a été réalisée au niveau de laboratoire de Génie-physique par l'appareil FTIR-8400 de SHIMADZ.

III.4.1.1. Spectre IR de kaolinite brute et activé

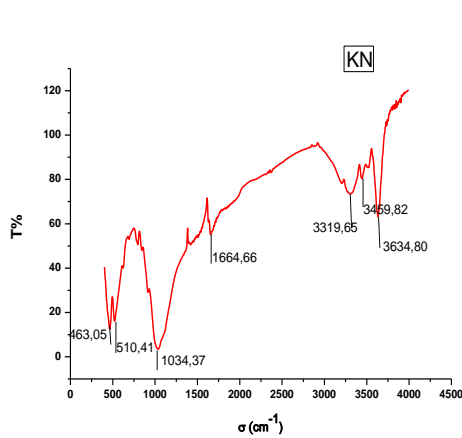


Figure.III.20: Spectre IR de KN.

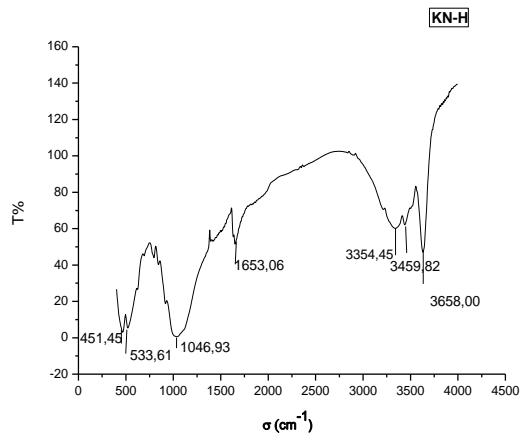


Figure.III.21: Spectre IR de KN-H.

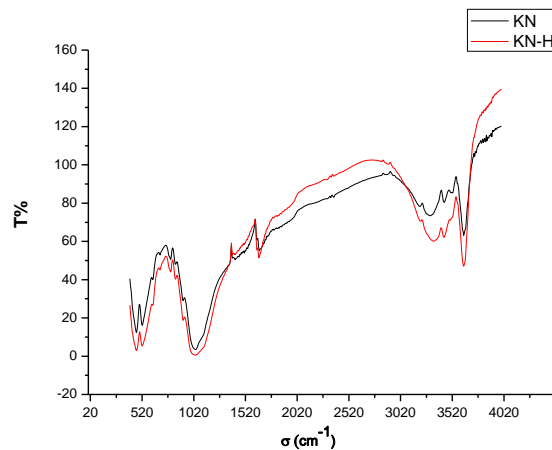


Figure.III.22: Spectre IR de KN et KN-H.

– Interprétation du spectre IR de KN, KN-H

Tableau III.7: Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR des matériaux obtenus.

Bande d'absorption (cm-1)		Nature
KN	KN-H	
3634.80	3658.00	Vibration d'élongation du groupement OH de l'eau de constitution
3469.82	3459.82	Vibration d'élongation du groupement OH de l'eau de adsorbé
1664.66	1653.06	Vibration de déformation des groupements OH des molécules d'eau adsorbées entre les feuillets
1034.37	1046.06	Vibration d'élongation des liaisons Si-O
610.41	533.61	Vibration d'élongation du groupement Si-O-Al
463.05	451.45	Vibration de d'élongation du groupement Si-O-Mg

III.4.1.2. Spectre IR de montmorillonite brute et activé

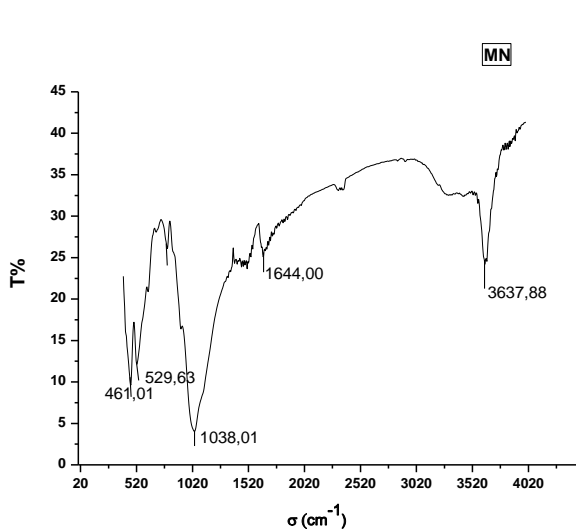


Figure.III.23: Spectre IR de MN.

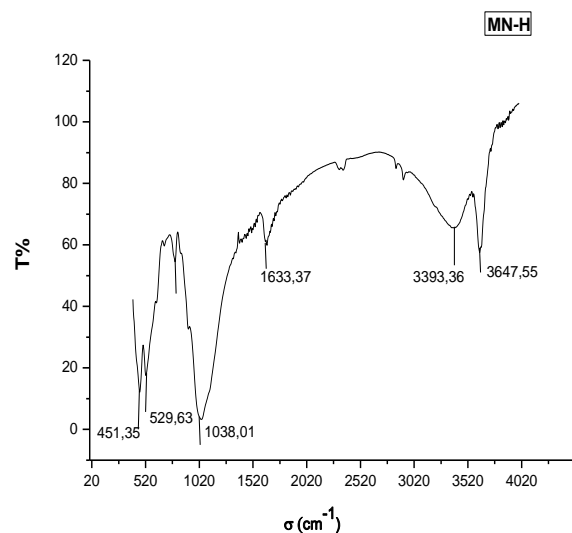


Figure.III.24: Spectre IR de MN-H.

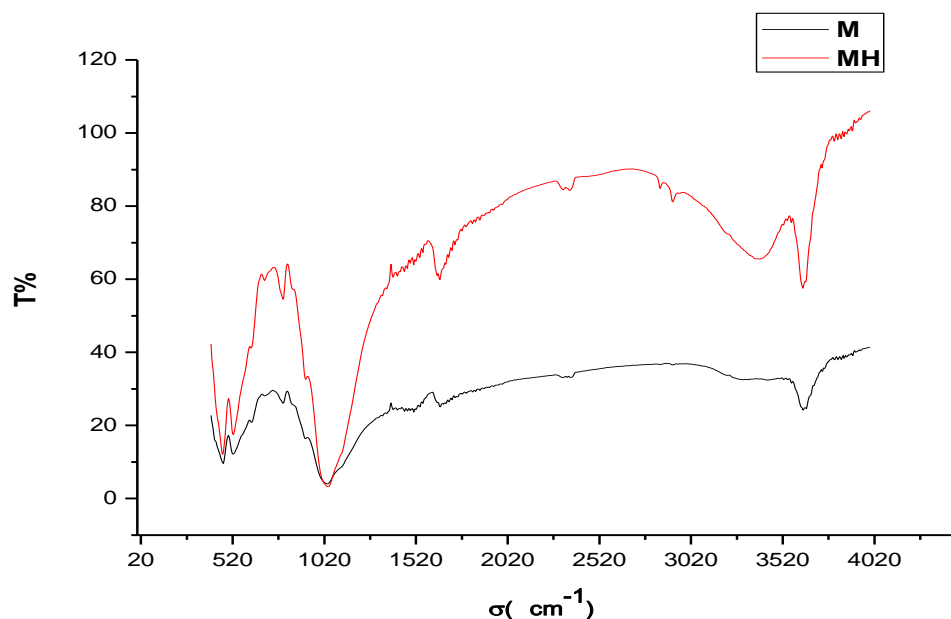


Figure.III.25: Spectre IR de MN et MN-H.

Tableau III.8: Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de Montmorillonite brute et activée.

Bande d'absorption (cm ⁻¹)		Nature
MN	MN-H	
3637.88	3647.55	Vibration d'élongation du groupement OH de l'eau de constitution
/	3393.36	Vibration d'élongation du groupement OH de l'eau de adsorbé
1644.00	1633.37	Vibration de déformation des groupements OH des molécules d'eau adsorbées entre les feuillets
1038.01	1038.01	Vibration d'élongation des liaisons Si-O.
529.63	529.63	Vibration d'élongation du groupement Si-O-Al
461.01	451.35	Vibration de d'élongation du groupement Si-O-Mg

III.4.2. Diffraction des rayons X

Les analyses par diffractomètre des rayons X (DRX) ont eu pour objet de déterminer les minéraux argileux et minéraux associés. Les diffractogrammes des échantillons analysés ont été réalisés au niveau de laboratoire de recherche « Synthèse et Catalyse » à l'aide d'un diffractomètre Philips X'Pert PROM MPD (Multipurpose Diffractomètre) Cu Ka rayonnement ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$).

III.4.2.1. Spectre DRX de la Montmorillonite

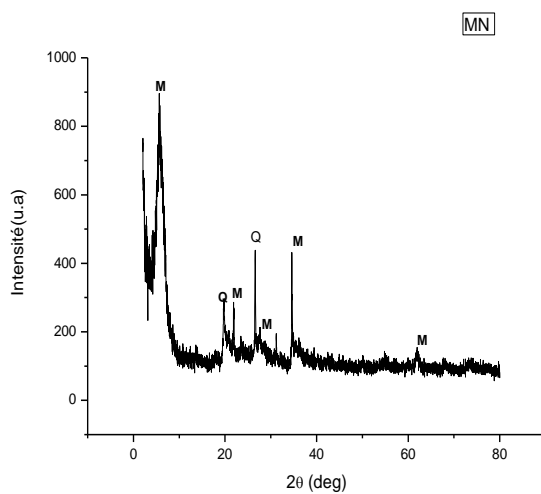


Figure.III.26: Spectre DRX de MN.

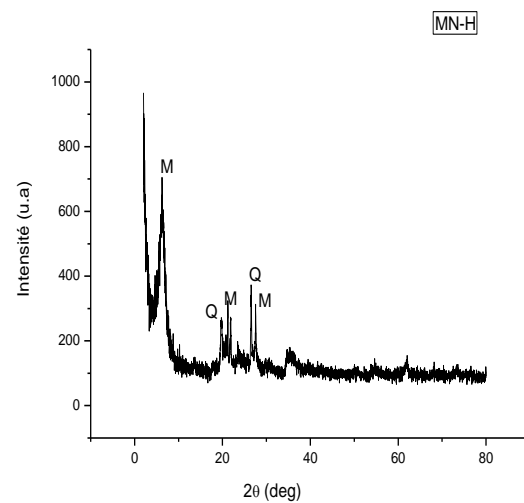


Figure.III.27: Spectre DRX de MN-H.

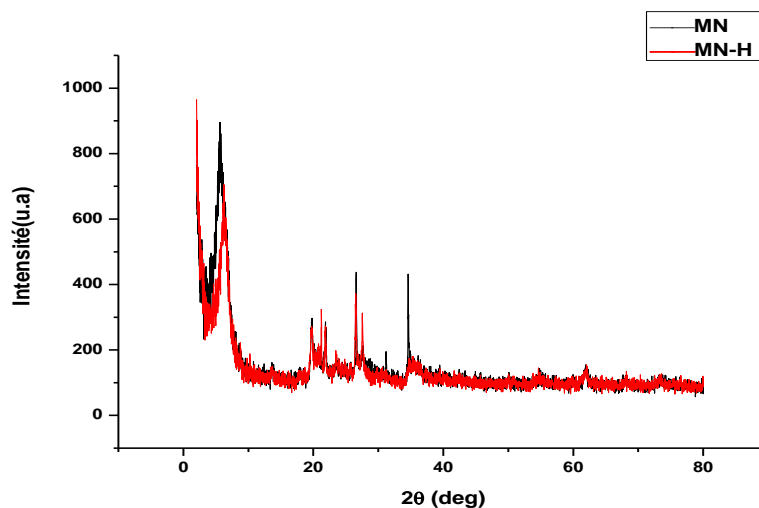


Figure.III.28: Spectre DRX de MN et MN-H.

III.4.2.2. Spectre DRX de kaolinite

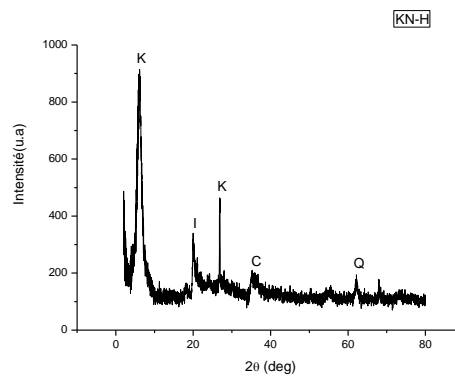
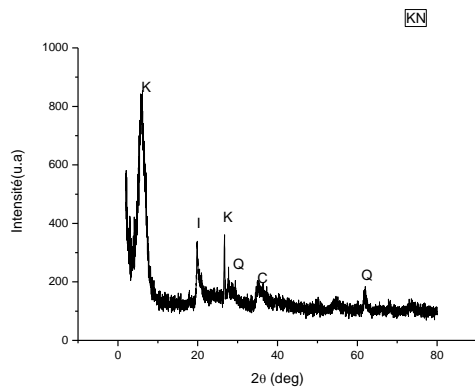


Figure.III.29: Spectre DRX de KN.

Figure.III.30: Spectre DRX de KN-H.

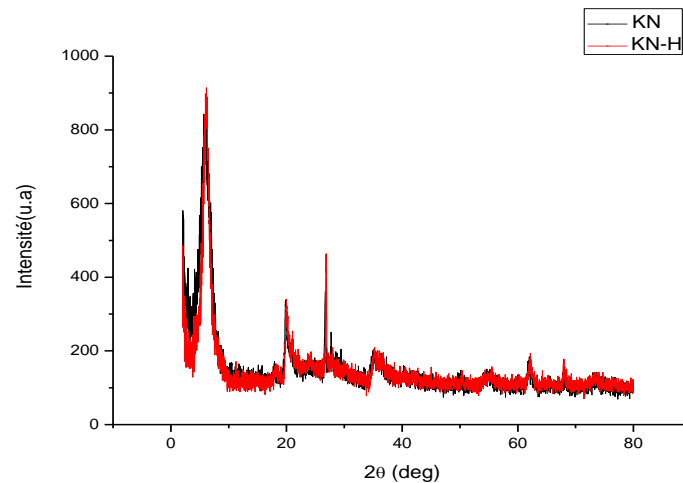


Figure.III.31: Spectre DRX de KN et KN-H.

– Interprétions des spectres DRX

D'après les spectres de diffraction des rayons X de MN, MN-H et K, KN-H présentés dans les figures (29,30) on remarque la présence de tous les pics caractéristiques de la montmorillonite et de la Kaolinite il est presque identique à celui donné dans la littérature, pour les matériaux activée on remarque la disparition de quelques pics de quartz cela peut traduire que l'activation a été bien réalisé.

Le protocole expérimental utilisé lors d'activation n'a pas affecté la structure de la montmorillonite.

III.5 : Huile moteur 5W40

L'huile moteur 5W40 est conçue pour les voitures sans filtre à particules. Elle rend les démarrages à froid faciles. Sa résistance à l'oxydation s'avère intéressante.

Le sigle 5W indique l'indice de viscosité hivernale. Il signifie également que le lubrifiant reste fluide, même à une température extrêmement basse. À froid, une huile 5W40 est donc plus fluide et plus performante que la version 10W40.

Notez que plus la valeur précédant la lettre W est faible, plus l'huile optimise les performances du moteur par temps froid.

Tableau III.9: Caractéristiques physico-chimiques de l'huile moteur 5W40.

Caractéristiques	Unités	5W-40
Densité à 15°C	Kg/m ³	852.6
Viscosité cinématique à 40°C	mm ² /s	85.11
Viscosité cinématique à 100°C	mm ² /s	14.05
Point d'écoulement	°C	-39
Point Eclair	°C	228



Figure.III.32: Huiles de 5W40.

III.5.1 Caractérisation physico-chimique des huiles de moteur

– Densité

La densité de l'huile usagée est mesurée par un pycnomètre selon les étapes suivantes :

- Peser le pycnomètre vide et noté (m_0),
- Remplir le pycnomètre de l'huile usagée de moteur
- Finalement, peser le pycnomètre rempli et noté (m_1).

Le calcul de la densité se fait comme suit :

$$D = \frac{m_1 - m_0}{V}$$

Avec V : volume de pycnomètre



Figure.III.33: Pycnomètre vide et le pycnomètre remplie par l'huile de moteur usagée.

– Indice de réfraction

L'indice de réfraction n d'un milieu transparent et homogène est le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide c sur la vitesse de la lumière dans le milieu étudié v .

L'indice de réfraction est une grandeur sans unité.

La mesure d'un indice de réfraction permet d'identifier un liquide et de contrôler sa pureté. La présence d'impuretés modifie la valeur de l'indice de réfraction [95].

Mode opératoire

- A l'aide d'une pipette on ajoute quelques gouttes d'huile dans le prisme de réfractomètre.
- On règle le cercle (réfraction view) de réfractomètre que ce cercle se compose de deux couleurs (deux demi-cercles noirs et blancs).
- On lit la valeur de l'indice de réfraction affichée sur l'écran de réfractomètre.



Figure.III.34: Réfractomètre d'Abbe.

– Viscosité

Le viscosimètre à rotation permet de déterminer la viscosité d'un liquide avec précision. Pour cela, l'appareil mesure la résistance mécanique d'un liquide qui agit en contre du mouvement de rotation d'un cylindre. Plus précisément, un cylindre ou disque (tige) est plongé dans le matériel à analyser et tourne à une vitesse donnée. L'appareil mesure la résistance de cette substance à cette rotation. La résistance qui en résulte est la mesure du flux de viscosité, dépendant de la vitesse et des caractéristiques de la tige ; l'appareil calcule le résultat et la lecture directe de la viscosité est reflétée en mPa-s (SI) [96].

La mesure de la viscosité a été réalisée au niveau du hall technologique (laboratoire de mécanique) à l'aide d'un Viscosimètre RION VISCOTESTER VT-03.

L'expérience se fait comme suit :

Nous avons pris environ 450 ml d'huile moteur, nous le mettons dans le récipient du viscosimètre ensuite le rotor est trempé directement dans le récipient contenant l'huile. Ensuite, le viscosimètre est calibré et la valeur de viscosité est lue.



Figure.III.35: Viscosité.

III.6. Procédé de recyclage des huiles usagées par argile

III.6.1. Filtration

La filtration sous vide : fournit un moyen efficace d'éliminer les solides en suspension dans un liquide. Contrairement à la simple filtration gravimétrique, l'utilisation d'une pompe à vide crée une différence de pression pour faire passer le fluide à travers le filtre plus efficacement.

La pompe crée une dépression dans l'erlenmeyer. Le mélange à filtrer est alors aspiré au travers du papier filtre.

▀ Protocole expérimentale

- Placer l'entonnoir au-dessus du bécher.
- Mettre un filtre à l'intérieur de l'entonnoir.
- Installer la pompe et la raccorder à l'erlenmeyer.

- Insérer l'huile à filtrer dans l'entonnoir. lors du filtrage, appuyer doucement sur l'entonnoir avec la paume de la main, Une fois la filtration terminée, arrêter la pompe.
- Retirer ensuite l'entonnoir et récupérez l'huile.



Figure.III.36: Filtration sous vide d'huile usagée de moteur.

III.6.2. Traitement par l'heptane

▮ Protocole expérimentale

- mettre 50ml d'huile de moteur dans béccher
- Ajouter 50ml de l'heptane en agitant pendant 15 min
- Chauffer le mélange à 100°C jusqu'à l'évaporation totale de l'heptane.

III.6.3. Recyclage par argile

- Mettre 25ml huile usagée de moteur dans un béccher de 250 ml
- Ajouter 5g de kaolinite à l'état activée suivi d'une agitation mécanique pendant 1h
- Séparer l'huile et la Kaolinite par centrifugation.

Le même protocole a été réalisé en utilisant la montmorillonite (modifiée).



Figure.III.37: Agitation mécanique d'huile avec argile.

III.7. Résultats de caractérisation physico-chimique de l'huile de moteur

– Densité

Le tableau ci-dessous représente les résultats des caractéristiques physicochimiques de l'huile de moteur 15W40 obtenues à l'état neuve, usagée et après le contact avec l'argile Kaolinite et Montmorillonite.

Tableau III.10: Valeurs de densité des huiles.

Matériaux	HN	HU	HUH	HUKH	HUMH
Densité	0.86542	0.87191	0.87031	0.86914	0.86627

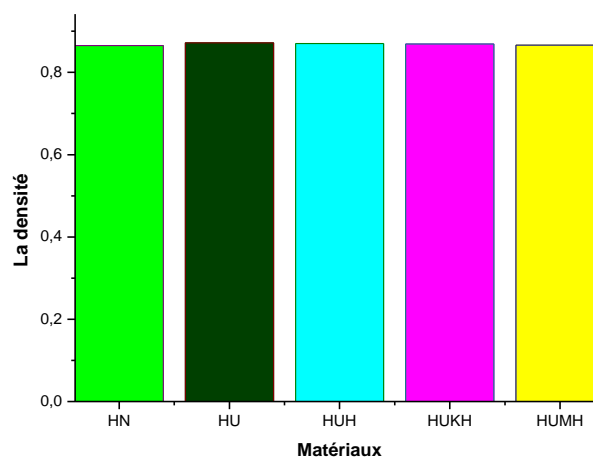


Figure.III.38: Histogramme de la densité des huiles.

– Interprétation

D'après Les résultats des analyses de densité d'huile, On peut remarquer que la densité de l'huile moteur usagée est élevée par rapport à l'huile neuve, et cela est dû à la présence de produits d'oxydation, de minéraux et de polluants. Alors que pour l'huile recyclée par l'argile, on remarque que la densité de l'huile traitée par la Montmorillonite diminue par rapport à l'huile usagée du fait de l'absorption des polluants par la montmorillonite et meilleure que celle remarquée par la Kaolinite.

– Indice de réfraction

Les résultats de l'indice de réfraction sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau III.11: Valeurs de l'indice de réfraction des huiles.

Matériaux	HN	HU	HUH	HUKH	HUMH
Indice de réfraction	1.470	1.475	1.473	1.473	1.472

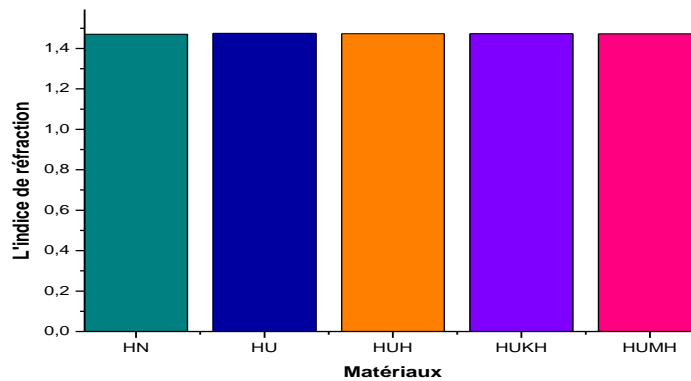


Figure.III.39: Histogramme de l'indice de réfraction des huiles.

– Interprétation

D'après les valeurs, l'indice de réfraction de l'huile neuve (1,470) est proche de celle d'huile recyclé par la montmorillonite (1,472), donc la montmorillonite donne le meilleur résultat par rapport à la kaolinite.

– Viscosité

Les valeurs de viscosité à température ambiante de l'huile neuve et usagée sont respectivement de (200 et 210 m.pa.s), nous constatons une diminution de la viscosité de l'huile usagée, par rapport à l'huile neuve et cela peut traduire par la contamination sous forme de boues de l'huile usagée ou la combustion d'huile moteur.

III.8. Résultats de Caractérisation spectroscopiques infrarouge

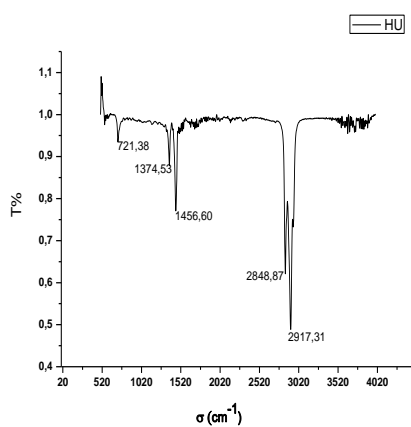


Figure.III.40: Spectre d'IR des HU.

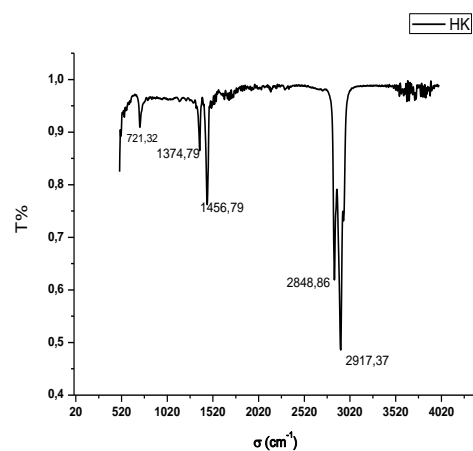


Figure.III.41: Spectre d'IR des HK.

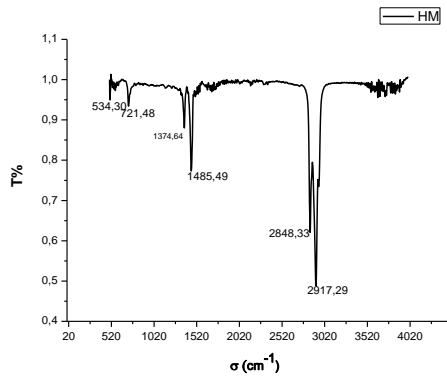


Figure.III.42: Spectre d'IR des HM.

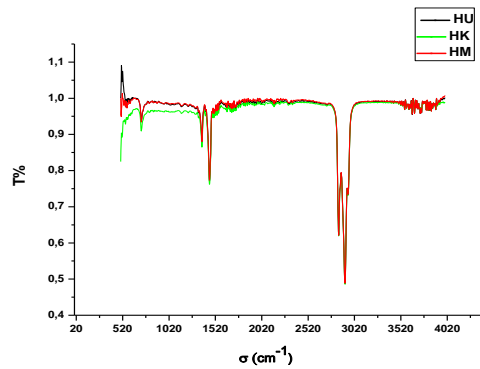


Figure.III.43: Spectre d'IR des HU, HM et HK.

Tableau III.12: Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de huiles usagée et les huiles usagée contact par l'argile MN, MN-H.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)			Attribution
HU	HM	HK	
721.38	721.48	721.32	C—H déformation
1374.53	1374.64	1374.79	C—H déformation
1456.60	1485.49	1456.79	C—H déformation
2848.87	2848.33	2848.86	C≡C
2917.31	2917.29	2197.37	C—H d'élongation

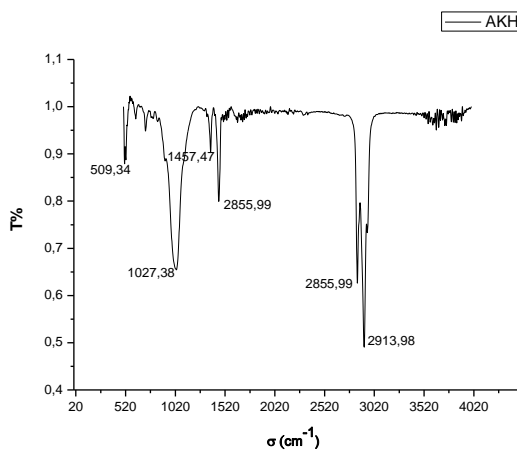


Figure.III.44: Spectre d'IR d'AKH.

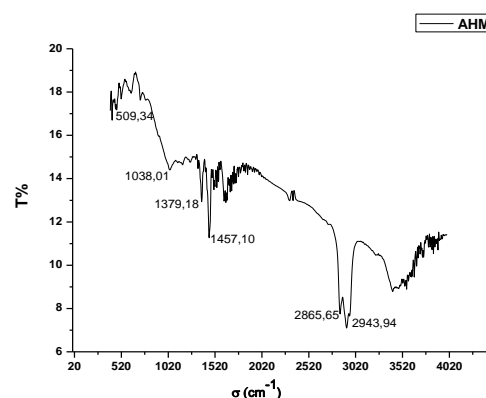


Figure.III.45: Spectre d'IR d'AMH.

Tableau III.13: Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de montmorillonite et kaolinite contacte par les huiles usagées.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)		Attribution
AKH	AMH	
2913.98	2943.94	C—H d'élongation
2855.99	2865.65	C—H d'élongation
1457.47	1457.10	C—H déformation
1369.52	1379.18	C—H déformation
1027.38	1038.01	Si—O
509.34	509.34	Si—O—Al

Conclusion générale

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une étude pratique des capacités de deux adsorbants dans Le recyclage des huiles moteur usagées. Notre choix s'est porté sur la kaolinite locale provient du gisement de Rahouia (Wilaya de Tiaret) et la montmorillonite de Maghnia à l'état activé qui sont référencées par KH et MH.

Dans un premier temps, nous avons fait l'activation de nos échantillons par l'acide sulfurique, les tests de traitement des huiles moteur ont été réalisés sur des suspensions de ces deux types argiles tels que Kaolinite et Montmorillonite à l'état activé.

La caractérisation physico-chimique des huiles usagées tels que la densité, l'indice de réfraction nous a permis de choisir la montmorillonite activée MH comme le meilleur matériau qui a donné des bons résultats si l'on compare avec le matériau KH.

L'infrarouge IR nous a montré la structure de l'huile moteur et ses différents composants.

DRX des matériaux étudiés, nous a permis d'aboutir aux conclusions suivantes :

- Nous remarquons la présence de tous les pics caractéristiques de la kaolinite et de la montmorillonite
- L'activation de la kaolinite et de la montmorillonite provoque une diminution de quelques pics de quartz cela peut traduire que l'activation a été bien réalisés.



Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1]. Dongo KR, Niamke B F, Adje AF, Britton BG H, Nama LA, Anoh K P, Adima AA, Atta K. 2013. Impacts des effluents liquides industriels sur l'environnement urbain d'Abidjan-Côte D'Ivoire. *Int. J. Biol. Chem. Sci.*, 7(1): 404-420. DOI: 10.4314/ijbcs.V7i1.36.
- [2]. Naré RWA, Sogli T, Sawadogo ITC, Erinle OK. 2019. Management of used engine oil in auto and motor repair garages in Ouagadougou, Burkina Faso. *Int. J. Adv. Res.*, 7(11): 652-658. DOI: 10.21474/IJAR01/10054.
- [3]. Bououdina, M. (2010). Les huiles usagées en Algérie (produire plus propre).
- [4]. Hidayat, IZZA. Thèse doctorat. Contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes. Université Kasdi Marbah d'OUARGLA : 10/01/2017.
- [5]. B.MEROUFEL-ZENASNI., « Adsorption des polluants organiques et inorganiques sur des substances naturelles : Kaolin, racine de Calotropis procera et noyaux de dattes. », Thèse de Doctorat, Ecole doctorale ressources procédés produits environnement, Laboratoire d'étude et de recherche sur le matériau bois, Université de Lorraine, 2015.
- [6]. « Grimr.E Clay mineralogy, Édité par R.R. Shrock (McGraw-Hill series in Geology, Londres), et référence » (1953).
- [7]. Removal of the Discoloring Contaminants of an East Georgia Kaolin Clay and its Dewatering, *turkish journal of engineering & environmental sciences*, 26 447- 453.
- [8]. BOUDCHICHA Mohamed Réda. Etude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de kaolin-dolomite. Université El-HadjLakhder –BATNA .P .3-4-5-8-9-10-12-13-14, (2010) .
- [9]. Benzid Nadia, Elaboration des matériaux organo-inorganiques à base de produits naturels et leurs applications dans des processus chimiques, Thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar – Annaba, 2019.
- [10]. Choufa.N, Epuration des eaux usées: l'élimination des micropolluants dans les eaux usées par un matériau argileux, thèse de magister, Université Mohammed Cherif Messaadia Souk Ahras, p.3, 2013.
- [11]. Hubert.F, Modélisation des diffractogrammes de minéraux argileux en assemblages complexes dans deux sols climat tempère. Implications minéralogique et pédologique. Université de Poitiers, 2008.
- [12]. S. Bendou., « Utilisation des argiles traitées pour la décoloration des bains de teinture. »Mémoire de magistère, Université M'Hamed Bougera Boumerdes, p32, 2009.

Références bibliographiques

- [13]. Hubert.F, Modélisation des diffractogrammes de minéraux argileux en assemblages complexes dans deux sols climat tempère. Implications minéralogique et pédologique. Université de Poitiers, 2008.
- [14]. Brahim khalilbenazzouz ; étude par dynamique moléculaire des propriétés mécaniques et thermodynamiques de l'argile de type kaolinite, thèse de doctorat de l'université lille1, 2010.
- [15]. M. Gautier, Interactions entre argile ammoniée et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets. Cas de molécules à courtes chaînes, 2008.
- [16]. Bentahar, Y., Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines: application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse, 2016.
- [17]. Dictionnaire encyclopédique quillet. Édition 1981.
- [18]. Djeflal.L, élimination par adsorption sur l'argile locale, des ions métalliques contenus dans les eaux de rejet industriel de la région d'Annaba, Thèse de magister, Université badji-mokhtar –annaba, 2008.
- [19]. Caillere S, Henin S, Rautureau M: Minéralogie des argiles: 1. Structures et propriétés physico-chimiques. 2. Classification et nomenclatures, Masson, Paris, 1982.
- [20]. DERAFA Garmia « Synthèse et caractérisation de montmorillonite modifiée : Application à l'adsorption des colorants cationiques », UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF-1- (2014).
- [21]. Drouin, S., Rôle des argiles dans la préservation et la fossilisation de la Matière Organique pétrologène, 2007.
- [22]. DROUIN Sylvain. Rôle des argiles dans la préservation et la fossilisation de la matière Organique pétrologène. Université D'ORLEANS. p .24-25-26, 2007.
- [23]. N.S.SORO, « Influence des ions fer sur les transformations thermiques de la kaolinite ». Thèse de doctorat de l'université de Limoges, 12/06/(2003).
- [24]. Bouzidi, N., Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson, 2012.
- [25]. Abdessemed, A., étude de l'élimination de l "éthyle violet par adsorption sur la kaolinite et le charbon actif et par des méthodes photochimiques en milieu aqueux, mémoire de magister. Université MENTOURI-CONSTANTINE, 2009.
- [26]. DERAFA Garm0ia « Synthèse et caractérisation de montmorillonite modifiée : Application à l'adsorption des colorants cationiques », UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF-1- (2014).
- [27]. R. Beer, M. Baumann, A. Kielbassa. « Pocket Atlas of Endodontic: staining the cavity with methylene blue. Thieme» (2006).

Références bibliographiques

- [28]. M.KONESHLOO. «Caractérisation, estimation et valorisation de gisements d'argiles kaoliniques du bassin des charentes».Thèse de doctorat de l'école des mines de Paris, 16/11/(2007).
- [29]. D.LIMADESOUSA.Etude pétrologique et cristalochimique du kaolin de la Rivière Capim pour implications industrielles».Thèse de doctorat, RP2E, Institut National Polytechnique de Lorraine, Ecole Nationale Supérieure de Géologie de Nancy. (2005).
- [30]. S.CHANDRASEKHAR,S. RAMASWAMY.(2006),«Iron minerals and their influence on the optical properties of two Indian kaolins».Applied Clay Science,Vol.33,N°.3-4, pp.269-277 .August(2006).
- [31]. H.BAUCHE, S. BENMAMMAR «Essais de flottation du kaolin de Tamazert, dans le but de l'élimination des impuretés oxydes Fe_2O_3 , MnO et Cr_2O_3 ».Mémoire de fin d'étude de l'université de Béjaia, (2004/2005).
- [32]. H.C.HELGESON, R.M.GARRELS, and F.T.MACKENZIE, «Evaluation of irreversible reaction in geochemical processes involving mineral and aqueous solutions: I. Applications Geochim.Cosmochim».Acta, 33,455-481(1969).
- [33]. Soualmi, K., H. Semghouni, and T. Ikhlef, Etudes des propriétés des géopolymères élaborés à partir des kaolins de TAMAZERT, Université de Bejaia 2015.
- [34]. Bergya.F, Organisation des molécules polaires par la montmorillonite, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Boumerdes, 1978.
- [35]. Marshall.C.E, layer lattices and the base-exchange clays, Zeitschrift für Kristallographie, 91, 433-449, 1935.
- [36]. Mohanty.A, in: Proc. Pira Int. Conf. Miami, FL, February, p. 22–24, 2005.
- [37]. Kato.M, Usuki.A, in: T.J.Pinnavaia, G.W.Beall (Eds), Polymer–Clay Nanocomposites, John Wiley & Sons Ltd, New York, p. 97, 2000.
- [38]. M. Boutehala, Thèse de magister, Université de Sétif, Alger, (1992).
- [39]. EDELMAN, C. H., and FAVEJEE, J. C. L., "On the Crystal structure of montmorillonite and hallo site. Krist,'102, pp417-431,1940.
- [40]. MAKHLOUFIA, M., thèse de magister, université d'Oran ,1999.
- [41]. FATOME, E., Formulations de nano composites hautes performances pour revêtements coilcoating, optimisation des interactions nano charges matrice, thèse de doctorat, université de LYON, 2007.
- [42]. KHALED, B., intercalation du liquide ionique dans les argiles, mémoire de magister, université de CONSTANTINE, 2010.
- [43]. SAMIRA, B., mémoire de magistère : Utilisation des argiles traitées pour la décoloration des bains de teinture, Boumer des : Université M'Hamed Bou gara, P 82,2009.

Références bibliographiques

- [44]. Stéphaniesorieul, Etude des effets d'irradiation dans les montmorillonites. application au stockage des déchets radioactifs, thèse de doctorat, Université de paris vi, 2003.
- [45]. A. Ruellan, J. Deletang, Les phénomènes d'échange de cations et d'anions dans les sols, Orstorm, Paris (1997).
- [46]. J. Mering, gonflement, dispersion et hydratation des argiles, Ints-Nations, de I.B.5.2.La surface spécifique recherche chimiques appliquée, France, bull. Gr. Fr. Argiles, 14 (1978) 115.
- [47]. M. TRIAKI. Influence du taux d'argile sur la stabilité thermique et le comportement des mélanges polyéthylène haute densité /polystyrène. Mémoire de Magister. Boumerdes : Université M'hamed Bougara, 2012, 97 p.
- [48]. R. K. GUPTA, S. N. BHATTACHARYA. Polymer-clay Nanocomposites: Current status and challenges. Indian chemical engineer copyright, 2008, Vol. 50, n° 3, pp. 242–267.
- [49]. Marshall.C.E, layer lattices and the base-exchange clays, Zeitschriftfürkrist allographie, 91, 433-449, 1935.
- [50]. Mohanty.A, in: Proc. Pira Int. Conf. Miami, FL, February, p. 22–24, 2005.
- [51]. SAMIRA, B., mémoire de magistère : Utilisation des argiles traitées pour la décoloration des bains de teinture, Boumer des : Université M'Hamed Bou gara, P 82,2009.
- [52]. H.H. Murray, « APPLIED CLAY MINERALOGY: Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays», chapter 6, Elsevier. Edition 2007.
- [53]. Y.H. Shen, Water Research, 36 (2002) 1107.
- [54]. J. Ojiang, C. Cooper, S. Ouki., Chemosphère, 47 (2002) 711.
- [55]. F .AUDIBERT, les huiles usagées réaffinage et valorisation énergétique, ditions Technip, 2003.
- [56]. MATE. (2010). Vaste Programme de Dépollution Industrielle dans le secteur des ciments. Centre National des Technologies de Production plus propre.
- [57]. Idir Ait Meziane, Une problématique qu'il faut prendre aux sérieux, Collecte et traitement des huiles usagées en Algérie, Publié dans Le Maghreb, 2006.
- [58]. Mehrez. B, D. A. (2017). Management de la collect des déchets dangereux. Cas des huiles usées des véicules. Tlemcen : Universite Aboubekr Belkaid de Tlemcen.
- [59]. Redfem, P. e. (1984). Data on Hazardous Wastes, Rubber Wastes and Oil Wastes in canada-1983: Final and Appendices reports, préparé pour la Division daGestion des Déchets. Canada: Environnement canada.

Références bibliographiques

- [60]. A. Derouiche, B. Mehrez, Management de la collecte des déchets dangereux. Cas des huiles usées des véhicules, Mémoire de master, Université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen (2017).
- [61]. A Shabira, K. Chaoui projet porfair (Tempos) - Université Badji Mokhtar Annaba Algérie - Cette étude de cas a été réalisée dans le cadre du projet profire du programme tempus de l'Union Européenne.
- [62]. Boukherrouba, s. (2011). Étude, caractérisation et mise au point d'un combustible innovant à base des huiles de vidange. Boumerdes: université M'hamed Bougara de Boumerdes.
- [63]. Audibert, F. (2003). Les huiles usagées: rerafinage et valorisation énergétique.
- [64]. ADEME, (Agence De l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie). Recyclage et valorisation énergétiques des huiles usagées, Atouts et faiblesses. Paris 2000.
- [65]. Audibert, F. (2003). Les huiles usagées: rerafinage et valorisation énergétique.
- [66]. Hidayat, IZZA. Thèse doctorat. contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes. Université Kasdi Marbah d'OUARGLA : 10/01/2017.
- [67]. Benoit. (2016). Etude du procédé de CO-Pyrolyse de déchet Plastiques et d'huiles usagées en vue de la production d'un combustible liquide alternatif. Bruxelles: université libre de Bruxelles.
- [68]. Groupe permanent d'étude des marchés de produits divers de l'industrie chimique et parachimique, France .Lubrifiants et produits connexes pour l'automobile. Guide pratique à l'attention des acheteurs publics de lubrifiants et de produits connexes pour véhicule terrestre à moteur thermiques: Collection marchés publics, Edition 2000
- [69]. S.Ouaret ; S.Chelagha ; Caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération ; mémoire de master; 2017.
- [70]. Rounds, F. (1978). Base oil effects on fatigue life for additive blends as measure on 4-ball fatigue machine.
- [71]. Courvoisier, P. (1978). Bases et additifs pour lubrifiants, Frottement usure et lubrification dans l'industrie.
- [72]. M.Touati ; A. Fethiza ; 2019 Traitement des Huiles Moteurs Usées par le Phénomène d'Adsorption avec les Pétioles du Palmier dattier (KERNAF) ; mémoire de master ; 2019.
- [73]. Mahoney C.L., B. E. (1962). Polyphenyl Ethers. In Synthetic Lubricants.
- [74]. HAIDER, S. (2011), Optimisation des concentrations des additifs des huiles lubrifiantes Algériennes (pour moteur à essence), mémoire de Magister, université de BOUMERDES.
- [75]. Born .M, et al (1998). Lubrifications et fluides pour l'automobile. Paris: Technip.

Références bibliographiques

- [76]. Ministère de l'économie des finances et de l'industrie,. Lubrifiant et produits connexes pour l'automobile : Direction des affaires juridiques, 2000.
- [77]. Castrol. (2006). ABC du graissage-Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants. Switzerland:HC-.
- [78]. Sillon. (2003). Les lubrification pour automobiles. Société Français des chimistes l'actualitéchimique.
- [79]. NEJJAR, K. (2011), Etude de la réactivité thermique d'une huile de lubrification des moteurs diesel, thèse de Doctorat, université de Rabat-Maroc.
- [80]. J. DENIS, J. BRIANT, J-C. HIPEAUX. Physico-Chimie des lubrifiants: analyses et essais. Paris : Edition Technip, 1997.
- [81]. R. Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kellaci 'Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide ' Revue des Energie Renouvelables Vol. 17 N°4 (2014) 631 – 637.
- [82]. HAFSI, M., SADALLAH, L. (2013), l'effet du tensio-actif sur la teneur en paraffine, naphène et aromatique lors de l'extraction des aromatiques des huiles lubrifiantes par le phénol, mémoire Master académique, université de OUARGLA.
- [83]. J. AYEL, M.BORN, Lubrifiants et fluides pour l'automobile, ditions Technip, 1998.
- [84]. OUARET, S., CHELAGHA, S. (2017), Caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération, mémoire de Master, université de Bejaïa.
- [85]. WAUQUIER, J. (1994), Le raffinage du pétrole, Technip.
- [86]. Z Babhi ; K Mamouni. Etude de la possibilité du régénération des huiles moteur usagées par processus de traitement a l'acide ; Mémoire de Master ; 03/07/2019.
- [87]. N. H. Vahatraina ' recuperation des huiles de base et valorisation des sous-produits à partir de regeneration des huiles usagees« moteur » ' universite d'antananarivo ecole superieure polytechnique departement genie chimique 2008.
- [88]. N. H. Vahatraina ' recuperation des huiles de base et valorisation des sous-produits à partir de regeneration des huiles usagees« moteur » ' universite d'antananarivo ecole superieure polytechnique departement genie chimique 2008.
- [89]. CHAUVEAU, V. (2010), Le pouvoir lubrifiant des nanotubes de carbone, thèse de Doctorat, Ecole centrale de LYON.
- [90]. J.L.Ligier. Lubrification des paliers moteurs. Paris : Technip, 1997.
- [91]. Bani. (2003). Caractérisation et gestion durable des huiles usagées minérales de la ville d'Abidjan Mémoire de DESS. Université d'Abobo-Adjamé.
- [92]. Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP). Possibilités de recyclage et d'utilisation des huiles usées. 2000.

Références bibliographiques

[93]. Hadj Benhebal. Messaoud Chaib., Etude de la Fixation des Micropolluants Métalliques (Pb²⁺, Cd²⁺) sur une Argile Locale, J. Soc. Ouest-Afr. Chim. 025 ; 63 - 70. (2008).

[94]. BELBACHIR Ihssan, Modification de la Bentonite de Maghnia et Applications dans l'adsorption de colorants textiles et de métaux lourds ; thèse de doctorat ; Université de Tlemcen, 2018.

[95].https://spcl.acmontpellier.fr/moodle/pluginfile.php/3367/mod_resource/content/8/Fiche%20in.

[96]. Ministère de l'économie des finances et de l'industrie. Lubrifiant et produits connexes pour l'automobile : Direction des affaires juridiques, 2000.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier les capacités de différents adsorbants dans le recyclage de l'huile de moteur usagée .Notre choix s'est porté sur deux types d'argiles tels que la montmorillonite et la Kaolinite. Les deux matériaux sont activés par l'acide sulfurique, une comparaison de leur efficacité adsorbante et une optimisation des conditions ont été faites par la suite. L'étude comparative des propriétés physico-chimiques de l'huile moteur tels la densité et l'indice de réfraction ,nous a permis de choisir le meilleur matériau qui est la Montmorillonite activée MN-H.

Les méthodes de caractérisations des matériaux sont la DRX, la spectroscopie IR.

Mots clés : argile, Kaolinite, Montmorillonite, huile usagée.

Abstract

The objective of this work is to study the capacities of different adsorbents in the recycling of used motor oil. Our choice fell on two types of clays such as montmorillonite and Kaolinite. Both materials are activated by sulfuric acid, a comparison of their adsorbent efficiency and an optimization of the conditions were made afterwards. The comparative study of the physico-chemical properties of motor oil such as density and refractive index, allowed us to choose the best material which is activated Montmorillonite MN-H.

Material characterization methods are XRD, IR spectroscopy.

Keywords: clay, Kaolinite, Montmorillonite, used oil.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة قدرات الممتزات المختلفة في إعادة تدوير زيوت المحركات المستعملة، وقد اخترنا نوعين من الطين مثل المونتموريلونيت والكاولين. يتم تنشيط كلتا المادتين بواسطة حامض الكبريتيك، وتم إجراء مقارنة بين كفاءات الامتزاز وظروف التحسين بعد ذلك. سمحت لنا الدراسة المقارنة للخصائص الفيزيائية والكيميائية لزيوت المحرك مثل الكثافة ومعامل الانكسار باختيار أفضل المونتموريلونيت المنشط

.MN-H

طرق توصيف المواد هي الأشعة السينية، التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء.

الكلمات المفتاحية: الطين ، الكاولين ، المونتموريلونيت، الزيت المستعمل.