

Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur  
Et de la recherche scientifique  
université de Ghardaia



incubateur université de Ghardaia  
Faculté des sciences et technologie  
Department de genie des precedes

Mémoire présenté en vue de l'obtention  
du diplôme de MASTER en génie chimique  
dans le cadre de la résolution  
Ministérielle 1275

Mémoire de fin d'études – startup/brevet

**Etude et amélioration de la qualité des huiles lubrifiantes usagées avec des nanomatériaux**

*La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées*

Smart-NM-Traitement

Présenté par :

➤ RAMDANI Ahlam

➤ Hiba Karima

Member de jury

Dr. LAKHDARI Abdelhakim	MCA	Université de Ghardaia	Président
Dr. TOUAITI Farid	MCA	Université de Ghardaia	Examineur
Dr. BENARIMA Zinelaabidin	MCA	Université de Ghardaia	Examineur
Dr. KHANE Yasmina	MCA	Université de Ghardaia	Encadreur
Dr. AOUF Mohamed	Doctorat	Université de Ghardaia	Co-encadreur

Année universitaire: 2022/2023



## Dédicaces



*Du profond de mon cœur, je dédie ce travail à tous ceux  
qui me sont chers,*

*Chère ma mère*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect,  
mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices  
que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien  
être.*

*Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que  
vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre  
bénédiction m'accompagne toujours. Que ce modeste travail  
soit l'exaucement de vos vœux tant formules, le fruit de  
vos innombrables sacrifices. Puisse Dieu, le Très Haut,  
vous accorder santé, bonheur et longue vie.*

*A mon **cher père** Dieu la bénisse et prolonge sa vie.*

*A ma belle-sœur **Sabrina** et vous mes frères **Khaled**,  
**Kamel**, **Laid**, qui m'avez toujours soutenu et encouragé  
durant ces années d'études.*

*A ma chère Grand-mère "**Draoui Fatima**" Dieu la bénisse  
et prolonge sa vie.*

*A ma chère amie **Fatima**, Pour sa aide et support dans  
les moments difficiles.*

*A toute ma famille « **Ramdani** », « **Dakdouk** »*

*A tous ceux que j'aime.*

**AHLAM**



## Dédicaces



*Mon cadeau de fin d'études.*

*C'est le début de celui à qui Dieu a confié prestige et dignité. À celui qui m'a appris à donner sans attendre. À celui dont je porte le nom avec fierté... mon **chère père***

*À celle sous les pieds de qui dorment mes premiers vœux. À celle qui m'a donné quelques-unes de ses qualités angéliques. À celle qui a hypothéqué sa vie pour ma joie et ma réussite. À la source de tendresse, ma **chère maman** Dieu la bénisse et prolonge sa vie.*

*À ceux qui me serrent fort. Au refuge et au soutien permanent. À ceux qui m'ont soutenu à chaque pas et ne se sont jamais lassés de tisser mon bonheur. Puissiez-vous toujours être mon soutien qui ne s'ennuie ni ne s'incline, mon cher frères **Hamza**,*

***Naser-Elddin***

*À tous ceux qui ont partagé le rêve avec moi et qui ont été à mes côtés dans tous les moments de ma fatigue, de ma tristesse et de mon sommeil avant ma joie, mes amis et compagnons de route, chacun en son nom*

*À ceux qui ont prié pour moi en paroles et en actes, et à ceux qui ont appelé à mon succès. À tous ceux qui m'ont envoyé un esprit d'espoir à une époque où j'étais sur le point d'abandonner*

*À toute ma famille « **Hiba** »*

*Merci du fond du cœur.*

**KARIMA**



# **REMERCIEMENTS**

*Nos vifs remerciements s'adressent tous particulièrement à Allah de nous avoir donné le courage et la volonté de poursuivre nos études.*

*Ce modeste travail est le fruit d'une collaboration de plusieurs personnes auxquelles*

*je tiens à remercier et rendre hommage.*

*Je voudrais remercier le président et les membres de jury d'avoir accepté de juger ce travail. Je remercie mon encadreur*

***Dr. KHANE Yasmina** qui nous a vivement encouragés, sans son soutien ce travail n'aurait pas abouti à terme.*

*Nos remerciements vont aussi à tous nos professeurs et toutes les personnes qui nous ont soutenus jusqu'au bout, et qui n'ont pas cessé de nous donner des conseils très importants enseigne de reconnaissance.*

**Abstract** –This study investigated a cost-effective and eco-friendly treatment of used lubricating oils which are a significant environmental hazard using alginate/CuO beads and photodégradation of textile dye using alginate/ZnO beads. ZnO-alginate beads were characterized using scanning electron microscopy, and X-ray diffraction to confirm the stability and immobilization of ZnO nanoparticles in the alginate beads. The photocatalytic activity of the ZnO-alginate and alginate/CuO beads was evaluated by their ability to degrade used lubricating oils and brilliant green under UV irradiation. The results demonstrated that the CuO/alginate beads exhibit excellent photocatalytic activity for used lubricating oil degradation. The photodegradation of dye by ZnO-alginate achieved a 70% degradation of used lubricating oils after half an hour of UV irradiation. The research findings indicate that nano-alginate beads are a promising material for the treatment and control of used lubricating oils and wastewater, which could be further explored for the treatment of other pollutants and offering an eco-friendly and cost-effective approach for environmental remediation.

**Keywords:** *alginate beads, Zinc oxide, copper oxide, lubricating oil, photodegradation.*

---

**Résumé :** Cette étude a examiné un traitement rentable et respectueux de l'environnement des huiles lubrifiantes usagées, qui constituent un danger environnemental important, en utilisant des billes d'alginate/CuO et la photodégradation des colorants textiles en utilisant des billes d'alginate/ZnO. Les billes d'alginate/ZnO ont été caractérisées à l'aide de la microscopie électronique à balayage et de la diffraction des rayons X pour confirmer la stabilité et l'immobilisation des nanoparticules de ZnO dans les perles d'alginate. L'activité photocatalytique des billes d'alginate/ZnO et d'alginate/CuO a été évaluée par leur capacité à dégrader les huiles lubrifiantes usagées et le vert brillant sous irradiation UV. Les résultats ont démontré que les perles d'alginate/CuO présentent une excellente activité photocatalytique pour la dégradation des huiles lubrifiantes usagées. La photodégradation des colorants par les billes d'alginate/ZnO a atteint une dégradation de 70 % des huiles lubrifiantes usagées après une demi-heure d'irradiation UV. Les résultats de la recherche indiquent que les billes de nano-alginate sont un matériau prometteur pour le traitement et le contrôle des huiles lubrifiantes usagées et des eaux usées, et pourraient être explorées plus avant pour le traitement d'autres polluants, offrant ainsi une approche respectueuse de l'environnement et rentable pour la remédiation environnementale.

**Mots-clés :** bille alginate, oxyde de zinc, oxyde de cuivre, huile lubrifiante, photodégradation.

**ملخص:** استكشفت هذه الدراسة علاجًا فعالاً من حيث التكلفة وصديقاً للبيئة لزيوت التشحيم المستخدمة التي تشكل خطراً بيئياً كبيراً باستخدام كريات الألجينات CuO / وتحلل الأصباغ النسيجية باستخدام كريات الألجينات ZnO. / تم توصيف كريات ZnO-alginate باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح وتفاشي الأشعة السينية لتأكيد استقرار وتشبث جسيمات ZnO في كريات الألجينات. تم تقييم النشاط الفوتوكاتاليتي لكريات ZnO-alginate و CuO / alginate بقدرتها على تحلل زيوت التشحيم المستخدمة وبرايانت الأخضر تحت تأثير الإشعاع فوق البنفسجي. أظهرت النتائج أن كريات CuO / alginate تمتلك نشاطاً فوتوكاتاليتياً ممتازاً لتحلل زيوت التشحيم المستخدمة. تحقق تحلل الأصباغ بواسطة ZnO-alginate تحللاً بنسبة 70٪ لزيوت التشحيم المستخدمة بعد نصف ساعة من التعرض للإشعاع فوق البنفسجي. تشير نتائج البحث إلى أن كريات الألجينات النانوية هي مادة واعدة لعلاج ومراقبة زيوت التشحيم المستخدمة ومياه الصرف الصحي ، والتي يمكن استكشافها بشكل أكبر لعلاج ملوثات أخرى وتقديم نهج صديق للبيئة وفعال من حيث التكلفة لتحسين البيئة.

**الكلمات الرئيسية:** كريات ، ألجينات ، أكسيد الزنك ، أكسيد النحاس ، زيت التشحيم ، تحلل بالضوء.

## Liste des tableaux

page

### Chapitre I : Génialité sur les huiles lubrifiantes et les nanoparticules

<b>Tableau I.1 :</b> Exemples de familles d'huiles de synthèses	6
<b>Tableau. I .2 :</b> Classification des huiles moteur	12
<b>Tableau I.3 :</b> Huiles générant des huiles usagées claires	15
<b>Tableau I.4 :</b> Huiles générant des huiles usagées noires	15
<b>Tableau I.5 :</b> Récapitule les contaminants qui présentent des risques pour la santé et L'environnement	20

### Chapitre II: Synthèse et caractérisation

<b>Tableau II.1 :</b> descriptif des produits chimiques et matériels utilisés	37
<b>Tableau II.2 :</b> Propriétés de vert Briante	55
<b>Tableau II.3:</b> conversion la concentration de mol/L à mg/L	56

### Chapitre III : Résultats et Discussion

<b>Tableau III.1:</b> Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta	67
<b>Tableau III.2 :</b> Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta	69
<b>Tableau III.3 :</b> Caractéristique d'huile neuve, traitée, et usagée SAE 15w40	77

## Liste des Figures

Page

### Chapitre I : Génialité sur les huiles lubrifiantes et les nanoparticules

<b>Figure I.1:</b> Un Schéma représentatif de différentes étapes pour la fabrication d'une huile de base minérale par l'extraction du pétrole	4
<b>Figure I.2 :</b> Principe de composition d'une huile	5
<b>Figure I.3 :</b> Part des additifs dans les différents types d'huiles	9
<b>Figure I.4 :</b> Gradient de la viscosité en fonction de la température pour les différents types d'huile Lubrifiantes	13
<b>Figure I.5 :</b> Caractéristiques d'un type d'huile lubrifiante	14
<b>Figure I.6 :</b> l'huile usée en Algérie	17
<b>Figure I.7 :</b> Les huiles motrices usagées dans un cas réel l'environnement	20
<b>Figure I.8 :</b> Schéma de Régénération (reraffinage)	23
<b>Figure I.9:</b> Dimension des nanomatériaux	25
<b>Figure I.10:</b> Classification des nano composites polymères selon le type de la nanocharge renforçante	27

### Chapitre II: Synthèse et caractérisation

<b>Figure II. 1 :</b> Organigramme descriptif de la méthodologie de travail	36
<b>Figure II. 2:</b> Géographie de la zone de prélèvement de plante de <i>Nerium Oleander</i>	40
<b>Figure II. 3 :</b> Préparation de l'extrait de plante frais	41
<b>Figure II.4 :</b> schéma descriptif de Biosynthèse des nanoparticules de ZnO	43
<b>Figure II.5:</b> Etape de préparation de produit NaOH	44
<b>Figure II.6:</b> Etape de préparation de produit Copper(II) nitrate	44
<b>Figure II.7 :</b> Schéma descriptif de synthèse chimique des nanoparticules de CuO	46
<b>Figure II.8 :</b> étape de préparation des Billes d'alginate de ZnONPs	48
<b>Figure II.9:</b> étape de préparation des Billes d'alginate de CuONPs	49
<b>FigureII.10:</b> traitement d'huile lubrifiante usagée pour obtenir une nouvelle huile Lubrifiante	51
<b>FigureII.11 :</b> Etape d'application ZnONPs sur l'huile	52
<b>FigureII.12 :</b> Etape d'application CuONPs sur l'huile	53
<b>Figure II.13 :</b> Etape d'application des billes ZnO sur l'huile	53
<b>Figure II.14 :</b> Etape d'application des billes CuO sur l'huile	54
<b>Figure II.15:</b> Solution mère et les solutions fille de VB	56
<b>Figure II.16:</b> Application des CuONPs, ZnONPs et les billes dans la photodégradation	58

<b>Figure II.17</b> : SVM Viscosimètre	60
<b>Figure II.18</b> : Illustration de la loi de Bragg	61
<b>Figure II.19</b> : photo de diffractomètre DRX	62
<b>Figure II.20</b> : Schéma de fonctionnement d'un MEB	64
<b>Figure II.21</b> :Appareille de MEB couplé à l'EDX	65

### **Chapitre III : Résultats et Discussion**

<b>Figure III.1:</b> (a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de ZnO synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta	67
<b>Figure III.2:</b> (a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de CuO synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta	69
<b>Figure III.3:</b> Diffraction des rayons X des nanoparticules de CuO	70
<b>Figure III.4:</b> Image au microscope électronique à balayage (MEB) des nanoparticules de CuO	71
<b>Fig. III.5:</b> Diffraction des rayons X des nanoparticules des billes de NPs-CuO	72
<b>Figure III.6</b> : Image au microscope électronique à balayage (MEB) des Billes de CUO	73
<b>Figure III.7</b> : Diffraction des rayons X des nanoparticules de ZnO	73
<b>Figure.III.8:</b> Image au microscope électronique à balayage (MEB) des nanoparticules de ZnO	74
<b>Figure III.9</b> : Diffraction des rayons X des nanoparticules des billes de NPs-ZnO	75
<b>Figure III.10</b> : Image au microscope électronique à balayage (MEB) des Billes de ZnO	76
<b>Figure III.11</b> : Apparence Les huiles lubrifiantes (neuve, traité, usagée)	78
<b>Figure III.12</b> : Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur son réfractomètre	79
<b>Figure III.13</b> : Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur sa point de flashe et point d'éclair	80
<b>Figure III.14:</b> Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur sa viscosité	81
<b>Figure III.15:</b> Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur sa densité	82
<b>Figure III.16</b> : Activité photodégradation	83

## Liste des abréviations

<b>Nerium</b>	plant
<b>Oleander</b>	
<b>ULO</b>	Lubrifiant usagée
<b>POA</b>	les procédés d'oxydation avancée
<b>ASTM</b>	American Society for Testing and Materials
<b>IV</b>	L'indice de viscosité
<b>ISO</b>	International Organisation for Standardization
<b>SAE</b>	Society of Automotive Engineers
<b>AGMA</b>	American Gear Manufacturers Association
<b>15W40</b>	W :Winter
<b>API</b>	American Petroleum Institute
<b>ACEA</b>	Association des constructeurs Européens d'Automobiles
<b>CCMC</b>	Comité des Constructeurs du Marché Commun
<b>NTC</b>	Negative Temperature Coefficient
<b>PCB</b>	polychlorobiphényle
<b>PTFE</b>	le poly tétra fluoro éthylène
<b>EDTA</b>	éthylène diamine tétra acétique
<b>TEM</b>	'La microscopie électronique à transmission
<b>SEM</b>	la microscopie électronique à balayage
<b>XRD</b>	La diffraction des rayons X
<b>IR</b>	infrarouge
<b>DLS</b>	La diffusion de lumière dynamique
<b>NPs</b>	la synthèse des nanoparticules l'oxyde
<b>VB</b>	Coloré Verte Brillant
<b>SVM</b>	est un type spécifique de viscosimètre développé par Anton Par
<b>MEB</b>	Microscope électronique à balayage

## Sommaire

Page

Dédicace	
Remerciements	
Abstract	
Résumé	
ملخص	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction général	1
<b><i>Première Partie: Recherche Bibliographique</i></b>	
<b><i>Chapitre I : Génialité sur les huiles lubrifiantes et les nanoparticules</i></b>	
<b>I.1.Généralité sur les huiles lubrifiantes</b>	3
<b>I.1.1.Introduction</b>	3
<b>I .1.2.Définition</b>	3
<b>I .1.3.Principe de raffinage des huiles lubrifiantes</b>	3
<b>I .1.4.Compositions des lubrifiants</b>	4
<b>I .1.4.1.Les huiles de base</b>	5
<b>I .1.4.1.1.Les huiles minérales</b>	5
<b>I.1.4.1.2.Les huiles semi-synthétiques</b>	6
<b>I.1.4.1.3.Les huiles de synthèse ou synthétiques</b>	6
<b>I .1.4.2.Les Additifs</b>	7
<b>I .1.5.Les Caractéristiques Générales Des Huiles Lubrifiantes</b>	9
<b>I .1.5.1.Viscosité (ASTM D445)</b>	9
<b>I .1.5.2 .Viscosité cinématique</b>	9
<b>I .1.5.3 .Indice de viscosité</b>	10
<b>I.1.5.4 .La densité (ASTM D1298)</b>	10
<b>I.1.5.5 .Point d'écoulement</b>	10
<b>I.1.5.6 .Point d'éclair (ASTM D93)</b>	10
<b>I.1.5.7 .Couleur (ASTM 1500)</b>	10
<b>I .1.6.Fonction des huiles de lubrification</b>	11
<b>I .1.7.Classification des huiles lubrifiantes</b>	11

<b>I.1.7.1.</b> Classification selon la viscosité	11
<b>I.1.7.1.1</b> .Classification ISO-VG	11
<b>I.1.7.1.2.</b> La classification SAE	12
<b>I.1.7.1.3.</b> Classification AGMA	13
<b>I.1.7.2</b> .La spécification (classification selon le service)	13
<b>I.2.</b> Les huiles lubrifiantes Usagées	14
<b>I.2.1</b> .Définition	14
<b>I.2.2.</b> Les types des huiles usagées	15
<b>I.2.2.1.</b> Les huiles usagées claires	15
<b>I.2.2 .2.</b> Les huiles usagées noires	15
<b>I.2.3</b> .Les huiles usagées en Algérie	16
<b>I.2.4.</b> La dégradation des huiles motrices	17
<b>I.2.4.1.</b> Phénomène d'oxydation	17
<b>I.2.4.2</b> .Phénomène de rouille et de corrosion	18
<b>I.2.5</b> .La contamination de l'huile motrice usagée	18
<b>I.2.6.</b> L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé	19
<b>I.2.7</b> .Recyclage	21
<b>I.2.8.</b> Principales techniques de traitement des huiles usagées	22
<b>I.2.9.</b> Les principales étapes à suivre lors de la récupération des huiles usagées	24
<b>I.2.10</b> .Traitement de l'huile usagée par des nanoparticules	24
<b>I.3.</b> Nanomatériaux	25
<b>I.3.1</b> .Définition	25
<b>I.4</b> .Nanocomposites	26
<b>I.4.1.</b> Nanocomposites à matrice céramique	26
<b>I.4.2</b> .Nanocomposites à matrice polymère	26
<b>I.5</b> .Nanoparticules /Polymère	27
<b>I.5.1.</b> Les Polymères	27
<b>I.5.1.1</b> .Définition	27
<b>I.5.1.2.</b> Les propriétés	27
<b>I.5.1.3</b> .Alginate	28
<b>1.</b> Composition et structure	29
<b>2.</b> Propriétés gélifiantes	29
<b>3.</b> Applications dans l'alimentation	29

4. Applications biomédicales et pharmaceutiques	29
5. Utilisations industrielles et techniques	29
I.5.2 .Nanoparticules inorganiques	30
I.5.2.1.Nanoparticules à base de métal	30
I.5.2.2.Nanoparticules à base d'oxydes métalliques	30
I.6. Les méthodes de synthèse (chimique physique et biologique)	31
I.6.1 .La méthode chimique	31
I.6.2.La méthode physique	31
I.6.3.La méthode biologique	31
I.6.4.Les méthodes de caractérisation	31
I.6.4.1.Le microscope électronique	32
I.6.4.2 .La diffraction des rayons X (XRD)	32
I.6.4.3.Le spectroscope infrarouge (IR)	32
I.6.4.4.La diffusion de lumière dynamique (DLS)	32
I.6.4.5.La spectroscopie de fluorescence	33
I.7. Application	

***Deuxième Partie: Partie pratique***

***Chapitre II : Synthèse et caractérisation***

II .1.Introduction	35
II.2. Objective du travail	35
II.3. Matériel utilisé	37
II.3.1. Matériels et produits chimiques	37
II.3.2. Matériel végétal	38
II.3.2.1. Présentation de la plante de <i>Nerium Oleander</i>	38
II.3.2.2. Position systématique de cette plante	38
II.3.2.3.La description de la plante	38
II.4. Récolte du Matériel végétale	40
II.5. Préparation de l'extrait des feuilles de <i>Nerium Oleander</i>	40
II.6. Biosynthèse des nanoparticules de ZnO	41
II.7. Synthèse Chimique des nanoparticules de CuO	43
II.8.Préparation des Billes d'alginat et des billes composites	46
II.9. Traitement d'huile lubrifiante usagée (15w40)	49
II.9.1.Les Application des ZnONPs et CuONPs sur L'huile Lubrifiant usagée	52

(15w40)	
<b>II.9.2.</b> Les Application des Billes D'alginat sur L'huile Lubrifiant usagée (15w40)	53
<b>II.10.</b> Etude de la photodégradation d'un colorant textile	54
<b>II.10.1.</b> Préparation de la solution Coloré Verte Brillant VB	54
<b>II.10.2.</b> protocole de la photodégradation du VB	57
<b>II.11.</b> Caractérisations des huiles Lubrifiantes (15w40)	59
<b>II.11.1.</b> Viscomètre	59
<b>II.11.1.1.</b> Définition de la viscosité	59
<b>II.11.1.2.</b> SVM Viscosimètre	59
<b>II.12.</b> Caractérisations des nanoparticules formées	60
<b>II.12.1.</b> Diffraction des rayons X(DRX)	60
<b>II.12.2.</b> Microscope électronique à balayage (MEB, SEM)	62
<b>II.12.3.</b> Diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta	65
<b><i>Chapitre III: Résultats et Discussion</i></b>	
<b>III.1.</b> Introduction	66
<b>III. 2.</b> Caractérisation des nanoparticules et Billes ZnO et des nanoparticules et Billes CuO	66
<b>III. 2.1.</b> Analyse de la diffusion dynamique de la lumière (DLS) et du potentiel zêta	66
<b>III.2.2.</b> Diffraction des Rayons X(DRX) des Nanoparticule CuO	70
<b>III.2.3.</b> Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) de des Nanoparticule CuO	71
<b>III.2.4.</b> Diffraction des Rayons X (DRX) des Billes CuO	71
<b>III. 2.5.</b> Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) des Billes CuO	72
<b>III.2.6.</b> Diffraction des Rayons X (DRX) des Nanoparticule ZnO	73
<b>III.2.7.</b> Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) des Nanoparticule ZnO	74
<b>III. 2.8.</b> Diffraction des Rayons X (DRX) billes ZnO	74
<b>III. 2.9.</b> Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) des Billes de NPs-ZnO	76
<b>III.2.10.</b> Caractérisation physico-chimiques d'huile lubrifiante (15w40)	76
<b>III. 3.</b> Résultats de photodégradation	83
Conclusion générale	88
Références bibliographiques	
Annexe	

## **Introduction Générale :**

Une grande quantité d'huile de lubrifiant usagée (ULO) est produite chaque année. L'ULO est l'un des problèmes majeurs de l'environnement en raison de sa teneur en métaux et d'autres contaminants dangereux. Par conséquent, il est nécessaire de développer des méthodes durables et éco-efficaces pour atténuer la pollution d'hydrocarbures dans les eaux de ruissellement, afin de produire de l'eau propre, un recyclage d'huile de lubrifiant usagée et un environnement durable [1]. À cet égard, plusieurs technologies ont été proposées, notamment l'adsorption, les systèmes biologiques, les membranes, l'oxydation catalytique par voie humide assistée par micro-ondes (oxydation hydrothermale) et les procédés d'oxydation avancée (POA)[2,3]. Malheureusement, certaines de ces technologies présentent de nombreux inconvénients, tels que la production de boues résiduelles, une faible efficacité, un taux de réaction et un contrôle des conditions opérationnelles limités à une température et un pH spécifiés pour le traitement. Dans ce cas, la technologie de photocatalyse a été envisagée. L'objectif de ce travail est d'étudier l'application de la technique de photodégradation pour recycler l'ULO et ainsi prolonger son cycle de vie. La photocatalyse a suscité un intérêt mondial en raison de son potentiel à utiliser l'énergie solaire non seulement pour résoudre les problèmes environnementaux, mais aussi pour fournir une énergie renouvelable et durable. [4]. Des matériaux actifs à la lumière avec de grandes surfaces sont nécessaires pour dégrader les colorants organiques [5] Plusieurs oxydes métalliques ou semi-conducteurs sont des photocatalyseurs actifs sous la lumière du soleil en raison de leur faible bande interdite [6].

Le but de cette recherche est d'obtenir une production de haute qualité d'huile lubrifiante à partir d'huile lubrifiante usagée grâce à sa réaffinage, réduisant ainsi la pollution environnementale causée par l'huile lubrifiante usagée. Ce processus rend donc essentiel que l'huile lubrifiante usagée soit réutilisée pour effectuer différentes fonctions telles que la lubrification des pièces mobiles des moteurs et des machines, la réduction des frottements, le transfert de chaleur, l'élimination des contaminants et des débris, ainsi que la transmission de puissance. Dans ce contexte, La dégradation photocatalytique des eaux usées et l'huile lubrifiante usagée a été réalisé sous rayonnement UV en utilisant des billes alginate à base d'oxyde de cuivre (CuO) et d'oxyde de Zinc (ZnO).

Ce mémoire est partagé en trois chapitres :

Le premier chapitre de cette étude est dédié à une revue de littérature sur les lubrifiants en général, ainsi que sur les possibilités de récupération des huiles usagées. Nous y présentons également plusieurs approches explorées dans des études antérieures pour la régénération de ces huiles usagées. En plus, ce chapitre est consacré pour présenter les nanomatériaux et leurs utilisations.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des méthodes nécessaires et les appareils expérimentaux utilisés dans ce travail pour réaliser les analyses qui consiste à évaluer quelques caractéristiques de l'huile telle que : la densité, la viscosité cinématique, le point éclair et le couleur et l'évaluation des propriétés des biosynthèse nanoparticules et leurs applications.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus dans l'laboratoire. On termine le mémoire avec une conclusion et des recommandations.

# **Premier Chapitre:**

## Recherche Bibliographique

---

## **I.1 Généralité sur les huiles lubrifiantes et les nanoparticules**

### **I.1.1 Introduction :**

Une huile est une matière grasse liquide à température ordinaire et insoluble dans l'eau d'origine animale ou minérale végétale ou synthétique. Ils peuvent appartenir à différentes familles d'hydrocarbures et présenter des propriétés très différentes des autres liquides[7].

Après un certain temps d'utilisation, Les huiles lubrifiantes commencent à se dégrader en raison d'une contamination par des substances polluantes[8].

### **I.1.2 Définition :**

Les huiles lubrifiantes sont des liquides visqueux utilisées pour assurer la lubrification des pièces mobiles des moteurs et des machines. Il s'agit de produits à base d'extraits pétroliers correctement raffinés, et pour automobiles sont fournies comme base, « huile minérale ou huile de synthèse », à laquelle divers additifs tels que des améliorants de viscosité, des dispersants, de l'anticorrosion, anti-usure, ...etc., sont ajoutés à des concentrations totales très différentes pour améliorer les propriétés et répondre aux exigences spécifiques d'utilisation des huiles finie produites[8].

### **I.1.3 Principe de raffinage des huiles lubrifiantes :**

Le pétrole brut est la matière première de base pour la fabrication de tous les lubrifiants, qu'ils soient à base d'huile minérale ou synthétique. La production de lubrifiants industriels nécessite plusieurs étapes de raffinage.

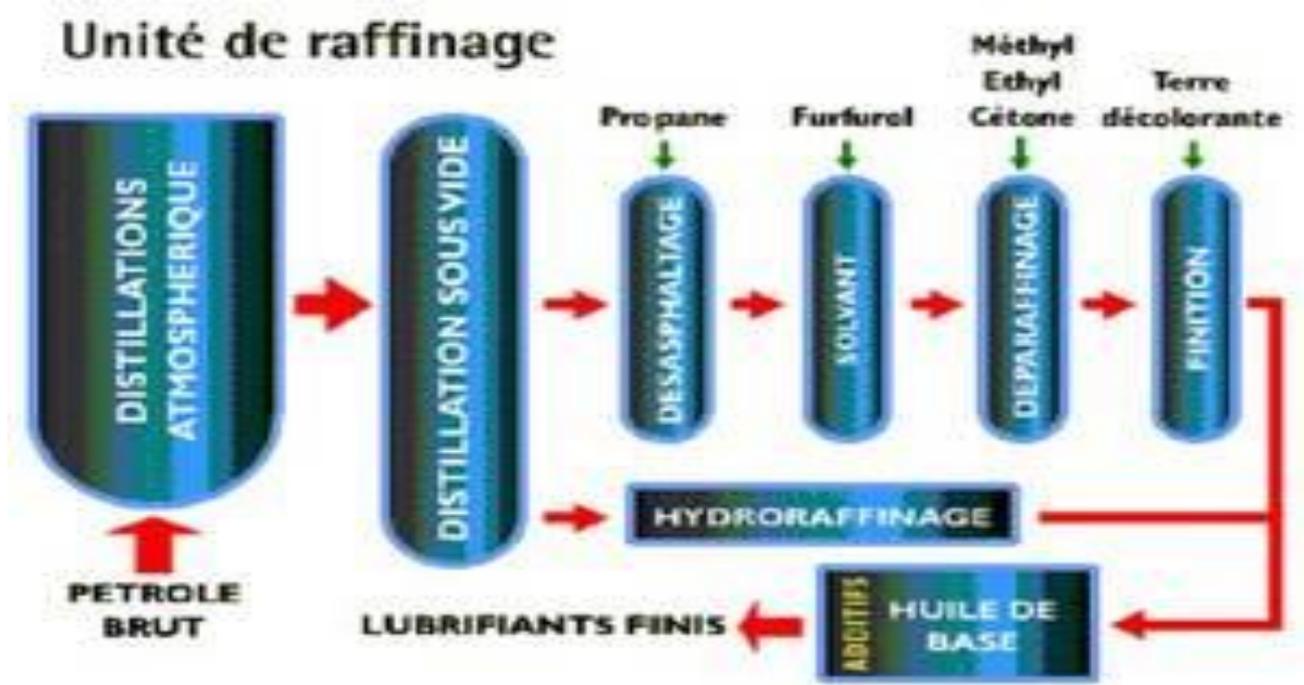
La première étape est la distillation atmosphérique du pétrole brut à une température d'environ 350°C. Cette étape produit un résidu atmosphérique contenant des produits lourds qui seront en partie utilisés pour la récupération des huiles lubrifiantes après une distillation sous vide. D'autres opérations de raffinage sont nécessaires pour séparer les différentes fractions de résidus.

Le craquage catalytique est le premier traitement thermique subi par le résidu, ce qui permet d'obtenir des molécules d'hydrocarbures à chaînes courtes et, par conséquent, des produits légers.

Le deuxième traitement des huiles consiste en une extraction partielle des structures aromatiques par solvataion.

Ensuite, les huiles subissent une troisième opération de raffinage, appelée déparaffinage par solvant.

Enfin, la dernière étape de traitement est l'hydrotraitement, qui permet d'éliminer environ 90% des contaminants, tels que l'azote, le soufre, les métaux et les hydrocarbures non saturés[9].

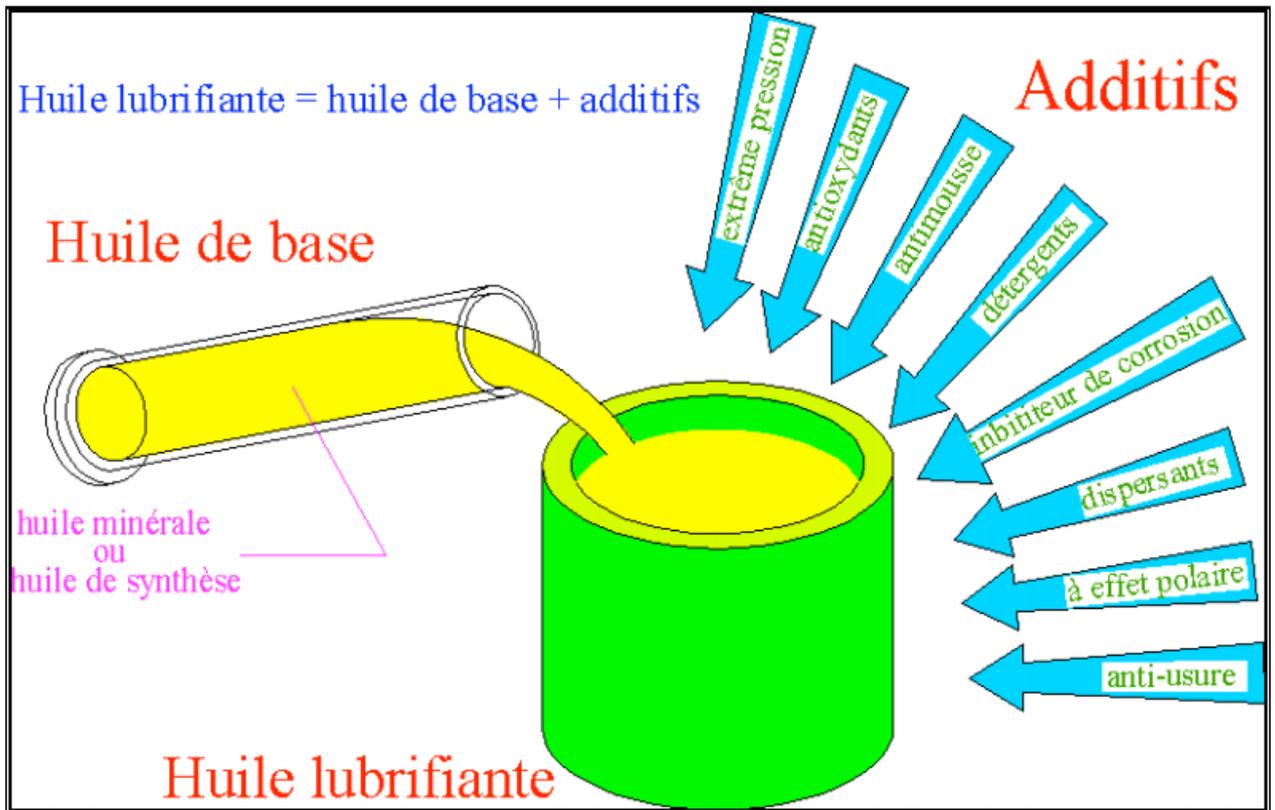


**Figure I.1 :** Un Schéma représentatif de différentes étapes pour la fabrication d'une huile de base minérale par l'extraction du pétrole[10]

#### I.1.4 Compositions des lubrifiants :

Les fluides lubrifiants sont fabriqués à partir d'huiles de base et de 5 à 20 % en masse de différents additifs en fonction des besoins pratiques [11].

Le schéma présenté dans la Figure 1 illustre le principe de composition d'un lubrifiant



**Figure I.2 :**Principe de composition d'une huile[12]

#### **I .1.4.1 Les huiles de base :**

Les huiles de base lubrifiantes sont des hydrocarbures à longue chaîne raffinés à partir de pétrole brut (huiles minérales), à forte ébullition, à haute viscosité et à poids moléculaire plus élevé, ou ils peuvent être synthétisés, qui constituent la base de l'huile de graissage finie Les lubrifiants sont fabriqués à partir de ces huiles de base en mélangeant deux ou plusieurs huiles de base pour obtenir la viscosité souhaitée[13].

##### **I .1.4.1.1 Les huiles minérales:**

Le mot "minéral" signifiait à l'origine relatif aux mines, et si un pétrole est bien pensé comme une sorte de mine de petit calibre, alors le nom est très approprié. Huiles minérales signifient généralement huiles obtenues à partir de pétrole.

Les huiles minérales utilisées pour la lubrification n'étaient à l'origine que les fractions obtenues par distillation de pétrole ayant une viscosité appropriée pour la lubrification. Ils étaient en fait à peu près les mêmes que les mazouts lourds. Les composés chimiques qui

composent les huiles minérales sont principalement des hydrocarbures, qui ne contiennent que d'hydrogène et du carbone[14].

#### **I.1.4.1.2 Les huiles semi-synthétiques :**

Ces huiles sont obtenues en mélangeant des huiles minérales et des huiles de synthèse, généralement dans des proportions de 70 à 80% d'huile minérale et de 20 à 30% d'huile de synthèse.

#### **I.1.4.1.3 Les huiles de synthèse ou synthétiques :**

Ces huiles sont produites par voie chimique, ce qui permet de fabriquer des molécules de base spécifiques afin de créer l'huile de base souhaitée, avec des propriétés physiques et chimiques prédéterminées. Ensuite, des additifs sont ajoutés pour répondre aux exigences spécifiques du service souhaité. Ces huiles offrent des performances élevées, notamment pour des objectifs et des conditions de service difficiles. Elles présentent les avantages suivants :

- Indice de viscosité plus élevé
- Meilleure tenue thermique.
- Meilleure résistance à l'oxydation

**Tableau I.1 :**Exemples de familles d'huiles de synthèses[15]

<b>Exemples des familles d'huiles de synthèse</b>	
<b>Polyglycols</b>	Bonnes propriétés lubrifiantes, haut indice de viscosité : 150 à 200m <sup>2</sup> /s, faible volatilité, bonne stabilité thermique, incompatible avec les huiles minérales.
<b>Esters</b>	Faible volatilité, bonnes propriétés lubrifiantes à froid, bonne tenue thermique, bonne propriété solvant et bonne résistance au cisaillement.
<b>Hydrocarbures synthétiques</b>	Comportement à froid performant, indice de viscosité élevé. Selon la longueur de la chaîne, bonne propriété thermique.

<b>Silicone</b>	Inerte chimiquement, grande résistance à la chaleur et à l'oxydation, hydrophobe (qui n'absorbe pas de l'eau), indice de viscosité élevé, bonne propriété à froid, incompatibilité chimique avec de nombreux additifs.
-----------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

#### **I.1.4.2 Les Additifs :**

Des additifs sont ajoutés aux huiles lubrifiantes pour conférer des propriétés spécifiques à l'huile finie. Les huiles provenant du raffinage par des méthodes conventionnelles ne sont pas entièrement satisfaisantes pour une utilisation comme lubrifiants. Par conséquent, les lubrifiants sont hautement raffinés et leurs propriétés sont améliorées par l'ajout de produits chimiques. Les additifs, à une concentration de 12 à 15 % en poids, Ils peuvent représenter 20% du volume et 60% du coût de l'huile. Jouent un rôle considérable dans l'obtention de la haute qualité de l'huile finie[16].

Les additifs chimiques sont utilisés dans les huiles lubrifiantes pour améliorer certaines caractéristiques spécifiques. Ils renforcent les propriétés de l'huile de base existante ou ajoutent des propriétés supplémentaires qui ne sont pas naturellement présentes[17].

Les additifs généralement utilisés sont :

**a/Les détergents :** ont le rôle d'empêcher l'accumulation de dépôts et de vernis sur les surfaces chaudes. Ils ont également la capacité de neutraliser les contaminants acides. Les détergents les plus couramment utilisés sont des composés d'organo-sels de calcium ou de magnésium [17].

**b/Les antioxydants :** permettent d'améliorer la résistance à l'oxydation des huiles et leur durée de vie [18].

**c/Les dispersants :** sont des additifs utilisés pour prévenir la formation de dépôts (boues) dans les parties froides du moteur et l'agglomération d'impuretés solides qui se forment pendant son fonctionnement. Du point de vue chimique, les dispersants sont des produits organiques qui comprennent une tête polaire et une chaîne lipophile. Parmi les types courants de dispersants, on trouve les alcénylsuccinimides et les esters succiniques[18].

**d/Les anticorrosions :** Permettent de limiter la corrosion des matériaux par les agents acides provenant de la combustion en formant un film protecteur de passivation sur les surfaces[18].

**e/Abaissement du point d'écoulement :**permettent de réduire le point de température à partir duquel l'huile peut couler en perturbant le processus de cristallisation des paraffines présentes dans l'huile de base. Cela garantit une meilleure fluidité de l'huile à des températures basses, assurant ainsi son bon fonctionnement même dans des conditions de froid intense[18].

**f/Additifs Anti-mousse :**Les agents anti-mousse sont des additifs solubles dans l'huile à base de silicone à très haut poids moléculaire. Leur rôle est d'empêcher la formation de bulles d'air à la surface de l'huile lubrifiante, ce qui peut entraîner des problèmes de mousse indésirable[19].

**g/Les additifs à action tribologique :**sont incorporés pour assurer la performance des surfaces et prolonger la durée de vie des moteurs. Ils présentent des propriétés qui peuvent être soit anti-usure, soit réductrices de frottement [17].

**h/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[20].

**i/Les extrêmes pressions et protecteurs contre l'usure :**Lorsque le lubrifiant est utilisé dans des conditions hydrodynamiques normales, le film d'huile reste stable et il n'y a généralement pas de problème d'usure. Cependant, dans des conditions plus exigeantes où les pièces se rapprochent et où le film d'huile se rompt, le frottement peut entraîner une détérioration du métal [21].

Les protecteurs contre l'usure ont pour fonction de minimiser le frottement et l'usure entre les composants métalliques du moteur. Ils agissent en formant une fine couche d'additifs qui sépare les surfaces métalliques. Les additifs extrême-pression, quant à eux, contiennent des molécules organo-soufrées et organochlorées. Ces additifs provoquent une réaction superficielle qui empêche le contact direct entre les métaux, réduisant ainsi l'usure et le frottement métal-métal[22].

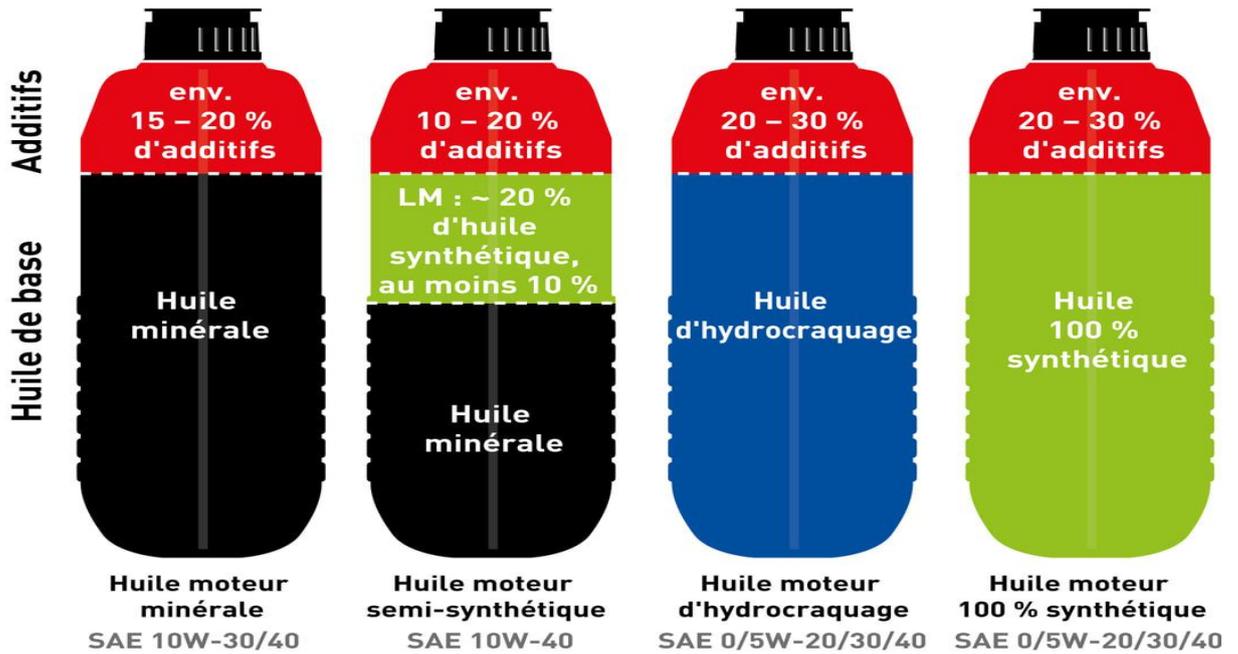


Figure I.3 :Part des additifs dans les différents types d'huiles[9]

### I.1.5 Les Caractéristiques Générales Des Huiles Lubrifiantes :

Tous les lubrifiants sont caractérisés par certaines propriétés, qui sont spécifiques à ces fluides. En sites parmi ces propriétés :

#### I.1.5.1 Viscosité (ASTM D445)

La viscosité est la caractéristique la plus importante d'un fluide. Elle est définie comme la résistance au cisaillement d'un fluide lorsque des forces de cisaillement sont appliquées entre les différentes couches du fluide. La viscosité est fortement influencée par la température et joue un rôle crucial dans les pertes par frottement et l'épaisseur des films d'huile. Elle mesure la capacité d'un fluide à s'écouler. Certains additifs sont utilisés pour améliorer la viscosité des lubrifiants à des températures élevées [23].

#### I.1.5.2 Viscosité cinématique :

Dans plusieurs formules, le rapport entre la viscosité dynamique  $\mu$  (ou  $\eta$ ) et la masse volumique  $\rho$  de fluide. Il s'agit de la viscosité cinématique (V). Considéré :  $V = \mu/\rho$ . Elle s'exprime en  $m^2/s$ , système cgs : le Stoke (St) ;  $1 m^2/s = 10^6 cSt$ [24].

### **I.1.5.3 Indice de viscosité**

L'indice de viscosité (IV) est un paramètre numérique qui reflète la variation de la viscosité d'une huile en fonction de la température et permet d'évaluer sa stabilité à la chaleur et au froid. Un IV de 100 indique une faible variation de la viscosité, tandis qu'un IV de 0 indique une grande variation ou une sensibilité élevée à la température. En pratique, l'IV est déterminé à partir de mesures de viscosité cinématique effectuées à des températures de 40°C et 100°C, soit en utilisant des tables ASTM, soit à l'aide de programmes spécifiques sur calculatrice ou ordinateur[23].

### **I.1.5.4 La densité (ASTM D1298)**

La densité d'une substance est le rapport entre sa masse volumique et celle d'un corps de référence, dans des conditions spécifiées pour les deux corps. En règle générale, l'eau est utilisée comme corps de référence pour les liquides, tandis que l'air est utilisé comme corps de référence pour les gaz[23].

### **I.1.5.5 Point d'écoulement**

Le point d'écoulement est la température la plus basse à laquelle l'huile coule encore lorsqu'elle est refroidie sans agitation, dans des conditions normalisées[23].

### **I.1.5.6 Point d'éclair (ASTM D93)**

Le point d'éclair indique la facilité avec laquelle l'huile de graissage peut s'enflammer et brûler. Le point d'éclair de l'huile de graissage est la température la plus basse où elle s'évaporerait suffisamment de fluide ou de vapeur pour former une concentration combustible de gaz avec de l'air qui peut s'enflammer spontanément par une flamme spécifiée [25].

### **I.1.5.7 Couleur (ASTM 1500)**

La couleur des huiles moteur n'est pas artificielle, elle évolue progressivement pendant son utilisation dans le moteur. Plus précisément, elle devient rapidement plus sombre en raison des résidus de combustion métallique. La coloration noire de l'huile moteur en service est un indicateur de son altération et peut également signaler la présence d'eau [26].

### **I .1.6.Fonction des huiles de lubrification :**

Les huiles motrices jouent un rôle essentiel dans le fonctionnement des moteurs et offrent des performances remarquables. Voici quelques-unes de leurs fonctions principales[27] :

- Réduction des frottements : L'huile réduit les frictions, ce qui améliore le rendement du moteur et réduit la consommation de carburant.
- Protection contre l'usure et la corrosion : L'huile protège les organes mécaniques en minimisant l'usure et en prévenant la corrosion, assurant ainsi la longévité et l'efficacité du moteur.
- Évacuation des impuretés : L'huile élimine les impuretés en les filtrant à travers le filtre à huile et lors des vidanges régulières, maintenant ainsi la propreté des pièces du moteur.
- Renforcement de l'étanchéité : L'huile contribue à une meilleure étanchéité, assurant ainsi un taux de compression optimal et une puissance moteur maximale.
- Dissipation de la chaleur : L'huile aide à évacuer la chaleur, prévenant ainsi toute déformation des pièces du moteur

### **I .1.7.Classification des huiles lubrifiantes :**

Les huiles sont classées selon deux types, afin d'indiquer un certain produit:

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

#### **I .1.7.1Classification selon la viscosité**

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

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

##### **I .1.7.1.1 Classification ISO-VG :**

Le grade ISO est utilisé comme référence pour déterminer la viscosité des huiles industrielles, ce qui permet de caractériser leur consistance. La norme ISO-VG (International Organization for Standardization - Viscosity Grade) définit 18 classes de viscosité. Chaque classe

représente la viscosité de l'huile à 40°C. Plus le chiffre associé est élevé, plus la viscosité de l'huile est importante [9].

#### I .1.7.1.2 La classification SAE :

La classification internationale couramment utilisée pour les huiles moteur et les huiles de transmission est celle de la SAE américaine (Society of Automotive Engineers), qui est basée sur la viscosité [28].

La viscosité d'une huile moteur est indiquée par deux grades, un grade à froid et un grade à chaud. Le grade à froid est représenté par la lettre W (Winter) et reflète la viscosité dynamique à basse température, c'est-à-dire la capacité de l'huile à démarrer le moteur et à amorcer la pompe à huile. Les valeurs courantes pour le grade à froid sont 0W, 5W, 10W, 15W, où un chiffre plus bas indique une meilleure fluidité à basse température.

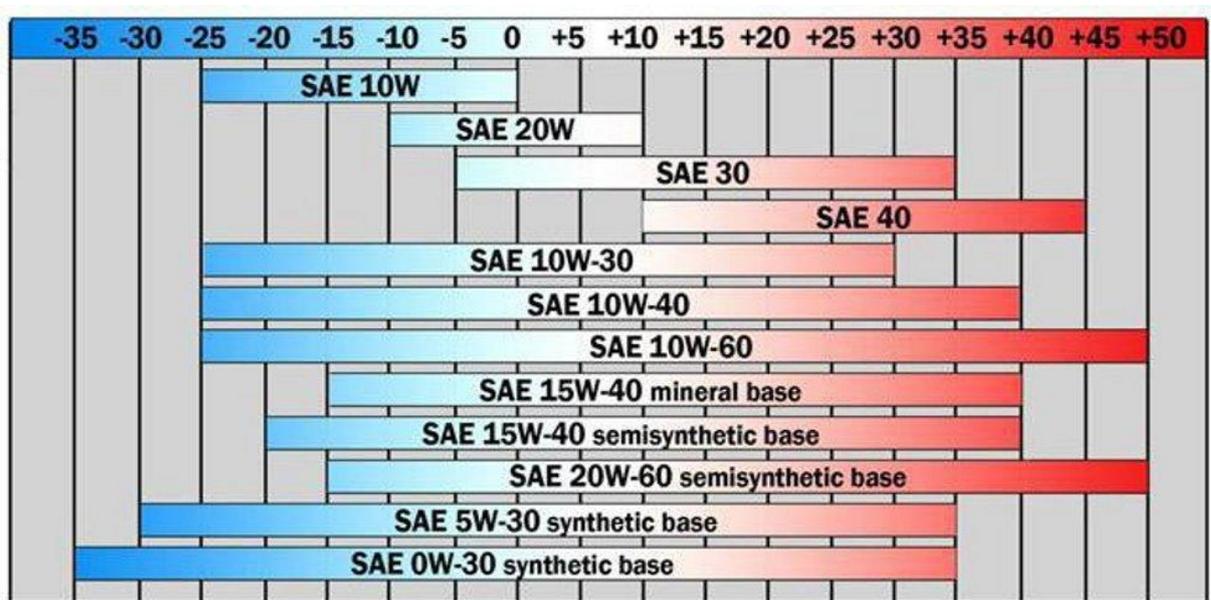
Le grade à chaud indique la viscosité cinématique à une température élevée (100°C) et est représenté par des chiffres tels que 20, 30, 40, 50, 60. Un chiffre plus élevé indique une viscosité plus élevée à haute température, ce qui se traduit par une meilleure résistance de l'huile[29].

Les huiles qui satisfont aux limites de viscosité pour un seul grade à froid ou à chaud sont appelées mono grades (par exemple, SAE 10W, SAE 40, SAE 30), tandis que celles qui respectent à la fois les limites de viscosité pour un grade à froid et un grade à chaud sont appelées multigrades (par exemple, 5W40, 10W30, 20W40 [30].

**Tableau. I .2 :**Classification des huiles moteur[30]

Grades SAE	Viscosité (cp) à la température (°C)	Température (°C) limite de pompabilité	Viscosité (cst) à 100°C
	ASTM D 2602	ASTM D 3829	ASTM D 445
	Maxi	Maxi	Min
<b>0 W</b>	3250 à -30	-35	3.8
<b>5W</b>	3500 à -25	-30	3.8
<b>10W</b>	3500 à -20	-25	4.1
<b>15W</b>	3500 à -15	-20	5.6

20W	4500 à -10	-15	5.6
25W	6000 à -5	-10	9.3
20			5.6
30			9.3
40			12.5
50			16.3
60			21.9



**Figure I.4 :** Gradient de la viscosité en fonction de la température pour les différents types d'huile lubrifiantes[31]

### I .1.7.1.3 Classification AGMA :

AGMA (American Gear Manufacturers Association) définit 9 gammes de viscosité pour les huiles d'engrenages industrielles [28].

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

Le niveau de performance des huiles est généralement indiqué par un chiffre ou une lettre, et plus cet indicateur est élevé, plus l'huile est performante. Pour garantir des normes de qualité, diverses organisations telles que l'API (American Petroleum Institute), l'armée américaine (MIL), et des grands constructeurs tels que l'ACEA (Association des constructeurs Européens

d'Automobiles), qui a remplacé le CCMC (Comité des Constructeurs du Marché Commun), ont établi des spécifications basées sur les exigences de performance des huiles moteur. Chacune de ces spécifications est un ensemble de tests effectués en laboratoire, spécialement conçus pour évaluer les propriétés des lubrifiants examinés [30].

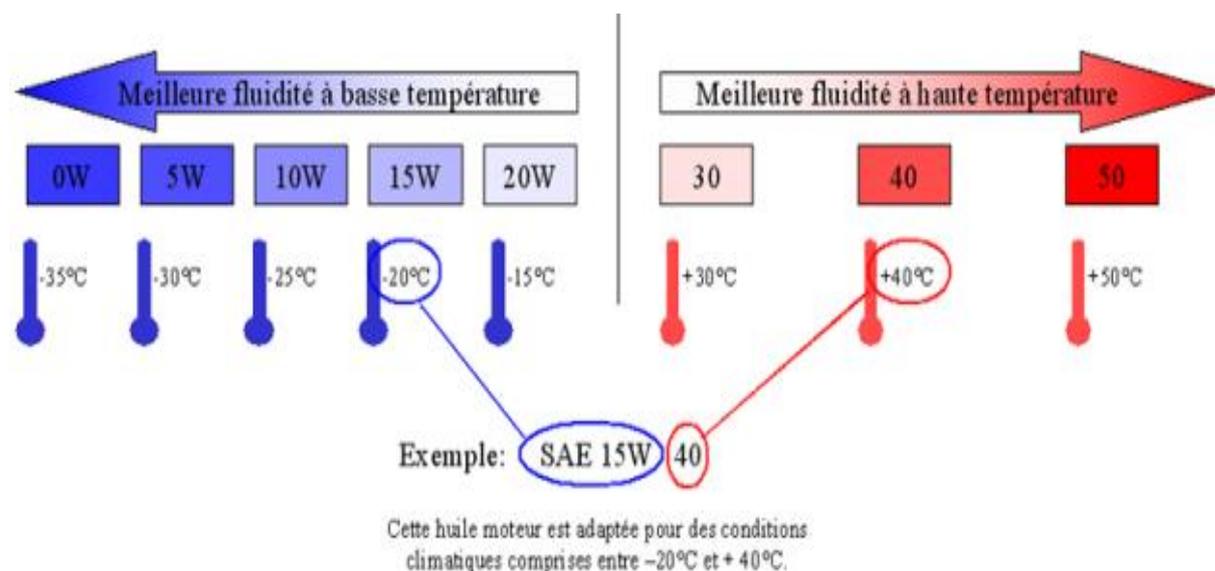


Figure I.5 :Caractéristiques d'un type d'huile lubrifiante[32]

## I.2. Les huiles lubrifiantes Usagées

### I.2.1 Définition :

Les huiles usées désignent de manière générale toutes les huiles qui ont été utilisées dans un processus de transformation et qui doivent être éliminées en raison de la perte de leurs propriétés physico-chimiques de base[33].

Les "huiles usagées" sont considérées comme des déchets dangereux et ne doivent pas être confondues avec d'autres types d'huiles usagées, telles que les huiles solubles usagées et les fluides aqueux d'usage, les huiles de friture d'origine végétale ou les mélanges eaux-hydrocarbures. Les circuits de collecte et d'élimination pour ces différents types d'huiles sont distincts les uns des autres[34].

**I.2.2 Les types des huiles usagées :** Les huiles motrices usagées sont des huiles qui ont été contaminées et dont les propriétés ont été altérées suite à leur utilisation

On cite deux types des huiles usagées :

**I.2.2.1 Les huiles usagées claires**

Sont les huiles industrielle, elles sont peu détériorées, donc facile à valoriser sous forme de matière ou récupéré sous forme d'une huile de base[35].

**Tableau I.3 :** Huiles générant des huiles usagées claires[36]

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

**I.2.2 .2 Les huiles usagées noires**

Ces huiles sont principalement issues de la lubrification des véhicules automobiles et représentent une part importante des huiles usagées. Elles sont obtenues à partir d'un mélange de résidus lourds. Le traitement de ces huiles usagées est plus complexe en raison de leur forte dégradation et de la présence de contaminants. Les huiles noires peuvent être récupérées par des prestataires spécialisés dans des installations dédiées, soit pour produire de l'huile de base destinée à la lubrification des moteurs, soit pour être incinérées dans des cimenteries et autres procédés[35].

**Tableau I.4 :** Huiles générant des huiles usagées noires[36]

Origine	Spécificité
Automobile	

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

### I.2.3 Les huiles usagées en Algérie :

En Algérie, les huiles usagées sont définies comme des huiles minérales ou synthétiques qui, après utilisation, ne conviennent plus à leur application d'origine. On distingue deux types d'huiles usagées :

- Les huiles noires, qui incluent les huiles moteur (essence et gasoil) ainsi que les huiles industrielles (huiles de trempe, de laminage, de tréfilage)
  - Les huiles claires, provenant des transformateurs, des circuits hydrauliques et des turbines.
- ✚ Sur le marché national, la quantité d'huiles usagées s'élève à environ 150 000 tonnes par an, réparties comme suit : 75% d'huiles moteur, 19% d'huiles industrielles (provenant d'ateliers et d'entreprises industrielles), 3% de graisses et paraffines, et 3% d'huiles pour l'aviation et la marine.

- Plusieurs activités sont susceptibles de produire des huiles usagées en Algérie, notamment les garages, les concessionnaires, les stations de vidange et les stations-service, les transports (routiers, fluviaux, aériens, ferroviaires), les usines, les ateliers et les entreprises industrielles, ainsi que les entreprises traitant les déchets contenant des huiles usagées, tels que la démolition automobile, le traitement des filtres à huiles et des emballages souillés par des huiles, parmi d'autres.

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, qui peut être traduit par une pollution de l'eau, du sol et de l'atmosphère : Un (01) litre d'huile usagée peut contaminer 1 million de litres d'eau; Particulièrement, les huiles de vidange contiennent de nombreux éléments toxiques tels que les métaux lourds (plomb, cadmium[37]).



**Figure I.6 :** l'huile usée en Algérie[37].

## **I.2.4 La dégradation des huiles motrices :**

### **I.2.4.1 Phénomène d'oxydation :**

Pendant la phase de compression, une quantité de gaz comprimé s'échappe à travers les passages entre les segments et les chemises du moteur, se retrouvant ainsi dans le carter où se trouve l'huile de lubrification. Ce gaz contient environ 20% d'oxygène (O<sub>2</sub>), ce qui entraîne une oxydation progressive de l'huile au fil du temps. De plus, la présence de particules métalliques agissant comme des catalyseurs accélère ce processus d'oxydation. Non

seulement les particules métalliques et l'oxygène contribuent à l'oxydation de l'huile, mais les gaz d'échappement (EGR) jouent également un rôle. Les gaz d'échappement produisent une quantité significative de suie dans la chambre de combustion, qui se condense avec le temps et s'accumule, entraînant ainsi l'oxydation des composants métalliques. Tous ces facteurs contribuent à la dégradation de l'huile de lubrification du moteur[38].

On peut observer l'oxydation de l'huile du moteur se caractérise par :

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

#### **I.2.4.2 Phénomène de rouille et de corrosion :**

La rouille et la corrosion sont deux processus qui entraînent une augmentation de l'usure. La corrosion affecte principalement les métaux non ferreux, causée par l'attaque de l'acide organique issu de l'oxydation des huiles ou du carburant. La rouille, quant à elle, concerne les métaux ferreux et est causée par l'humidité résultant de l'interaction entre l'eau et l'oxygène de l'air. Lorsque les huiles lubrifiantes sont contaminées, elles favorisent la formation de rouille et la dégradation de certaines particules métalliques. Ces phénomènes contribuent à l'usure des composants[38].

#### **I.2.5 La contamination des huiles moteurs usagées :**

La dégradation de l'huile est facilement observable par un changement de couleur, où elle devient progressivement noire au fil de son utilisation. Cette dégradation de l'huile est causée par des contaminants, à la fois liquides et solides, indésirables. Ces contaminants peuvent entraîner une détérioration des composants du système de lubrification, que ce soit pour le moteur lui-même ou pour l'huile lubrifiante. La contamination se présente principalement sous deux formes[39].

❖ **Contamination liquide :**

- L'eau, l'un des contaminants les plus fréquents dans l'huile, peut causer des dommages considérables. Lorsqu'elle se retrouve dans l'huile, une augmentation de température peut entraîner son oxydation, ce qui peut altérer la viscosité et favoriser la corrosion des surfaces métalliques. De plus, l'eau peut provoquer la condensation à l'intérieur du moteur lorsqu'il fait froid.
- La dilution sévère, qui entraîne une baisse de la concentration des additifs et de leur efficacité, provoque une diminution de la viscosité à mesure que la distance parcourue augmente.

❖ **Contamination solide :**

- Les particules d'usures qui forment à cause des frottements des éléments mobiles.
- L'étanchéité insuffisante.
- Lors de l'ouverture du réservoir pendant la vidange ou lors de la vérification du niveau d'huile, des particules de poussière atmosphérique peuvent pénétrer..
- Les résidus de combustion ont un effet néfaste sur l'usure des composants, tout comme l'influence des suies.

### **I.2.6 L'impact des huiles moteur usagées sur l'environnement et la santé :**

Une grande quantité de lubrifiants utilisés dans le secteur de l'exploitation forestière peut se disperser dans l'environnement, entraînant ainsi une pollution des sols, des eaux de ruissellement et des nappes phréatiques[40].

Les huiles usagées représentent un risque potentiel pour la santé humaine et l'environnement en raison de leurs impacts possibles. Ces risques incluent :

- La contamination de l'eau potable, même à de faibles concentrations (1 ppm).
- La destruction des ressources alimentaires et des habitats naturels.
- Les effets cancérigènes, génotoxiques et fœtotoxiques.
- Les impacts sur les systèmes immunitaire et reproducteur.

- Les dommages potentiels aux reins, au foie, au cœur, aux poumons et au système nerveux.



**Figure I.7 :** Les huiles moteur usagées dans un cas réel l'environnement[41]

Le tableau ci-dessous récapitule les contaminants qui présentent des risques pour la santé et l'environnement.

**Tableau I.5 :** Récapitule les contaminants qui présentent des risques pour la santé et l'environnement [42]

Contamination	Source	Impact
<b>Métal</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Frottement et usure des pièces mobiles</li> <li>• Additifs d'huile lubrifiante</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Usure mécanique du moteur</li> <li>• Polluants sous forme de métaux lourds toxiques</li> </ul>
<b>Hydrocarbures aromatiques polycycliques</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Combustion incomplète</li> <li>• Intervalle long entre les vidanges</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Toxicité</li> </ul>
<b>Biphényles polychlorés</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Additif pour huile de transformateur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Toxicité</li> </ul>
<b>Chlore</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Contamination de solvants chlorés</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Corrosion</li> <li>• Génération de dioxines</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"><li>• Additifs d'huile lubrifiante</li></ul>	générées lors de la combustion
<b>Soufre</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Fuite du moteur à essence</li><li>• Additifs d'huile lubrifiante</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Génération d'oxydes de soufre lors de la combustion</li><li>• Corrosion</li></ul>

### I.2.7 Recyclage :

Les huiles usagées deviennent impropres à leur utilisation d'origine en raison de la présence d'impuretés ou de la perte de leurs propriétés initiales. Il est important de ne pas les jeter. Grâce à l'utilisation d'une machine de récupération des huiles usagées, les huiles usées peuvent être nettoyées, raffinées et recyclées de manière répétée, permettant ainsi la production d'une huile de lubrification propre et dépourvue d'impuretés. Les machines de recyclage des huiles usagées permettent de récupérer les huiles usées et de les transformer en une huile de base de couleur jaune, qui peut être utilisée dans les moteurs et d'autres machines[43].

Selon l'Agence de protection de l'environnement des États-Unis, le recyclage consiste à transformer des substances utilisées afin qu'elles puissent être réutilisées. Le recyclage de l'huile de moteur usagée implique des mécanismes et des processus visant à éliminer les impuretés de l'huile usagée et à la ramener à son état initial. Lorsqu'une huile moteur est utilisée et qu'elle ne remplit plus sa fonction d'additif, elle devient foncée en raison de l'accumulation de carbone provenant de l'usure.

L'acide présent dans l'huile moteur maintient normalement sa couleur, mais dans l'huile usagée, cet acide est affaibli en raison de la neutralisation d'une base. Les méthodes physiques les plus couramment utilisées pour recycler l'huile de moteur incluent l'affinage, la centrifugation, la filtration, la distillation et le lavage à l'eau, qui permettent d'éliminer les acides solubles dans l'eau.

Lors du recyclage, des additifs peuvent être incorporés dans l'huile de moteur recyclée, parfois en la mélangeant avec de l'huile neuve. Les processus de recyclage comprennent différentes étapes de purification visant à traiter l'huile de moteur usagée afin de la rendre réutilisable[44].

### **I.2.8 Principales techniques de traitement des huiles usagées :**

Il existe principalement deux méthodes de traitement des huiles usagées, comme illustré dans la figure. L'une de ces méthodes consiste à convertir les huiles usagées en un matériau pouvant servir de base pour la production de nouveaux lubrifiants. Ce processus est appelé régénération ou re-raffinage. Selon les directives de l'Union européenne en matière de gestion des déchets (directive européenne sur les déchets 2008/98/CE, article 4.1), la régénération est considérée comme l'approche préférentielle en termes de respect de l'environnement, des émissions atmosphériques et de la santé.

Une autre méthode de traitement des huiles usagées consiste à les utiliser comme combustible pour la récupération d'énergie. Cependant, pour se conformer aux réglementations européennes et aux normes internationales, un traitement strict est nécessaire pour éliminer les polluants tels que les composés organiques, les chlorures et les métaux lourds. Ces substances doivent être traitées dans des installations de récupération d'énergie agréées. Il est également possible d'incinérer les huiles usagées dans de grandes installations industrielles ou des cimenteries, à condition que la température de combustion atteigne au moins 850 °C avec un temps de séjour d'au moins 2 secondes. Cela garantit une destruction adéquate des polluants et minimise les impacts néfastes sur l'environnement[45].

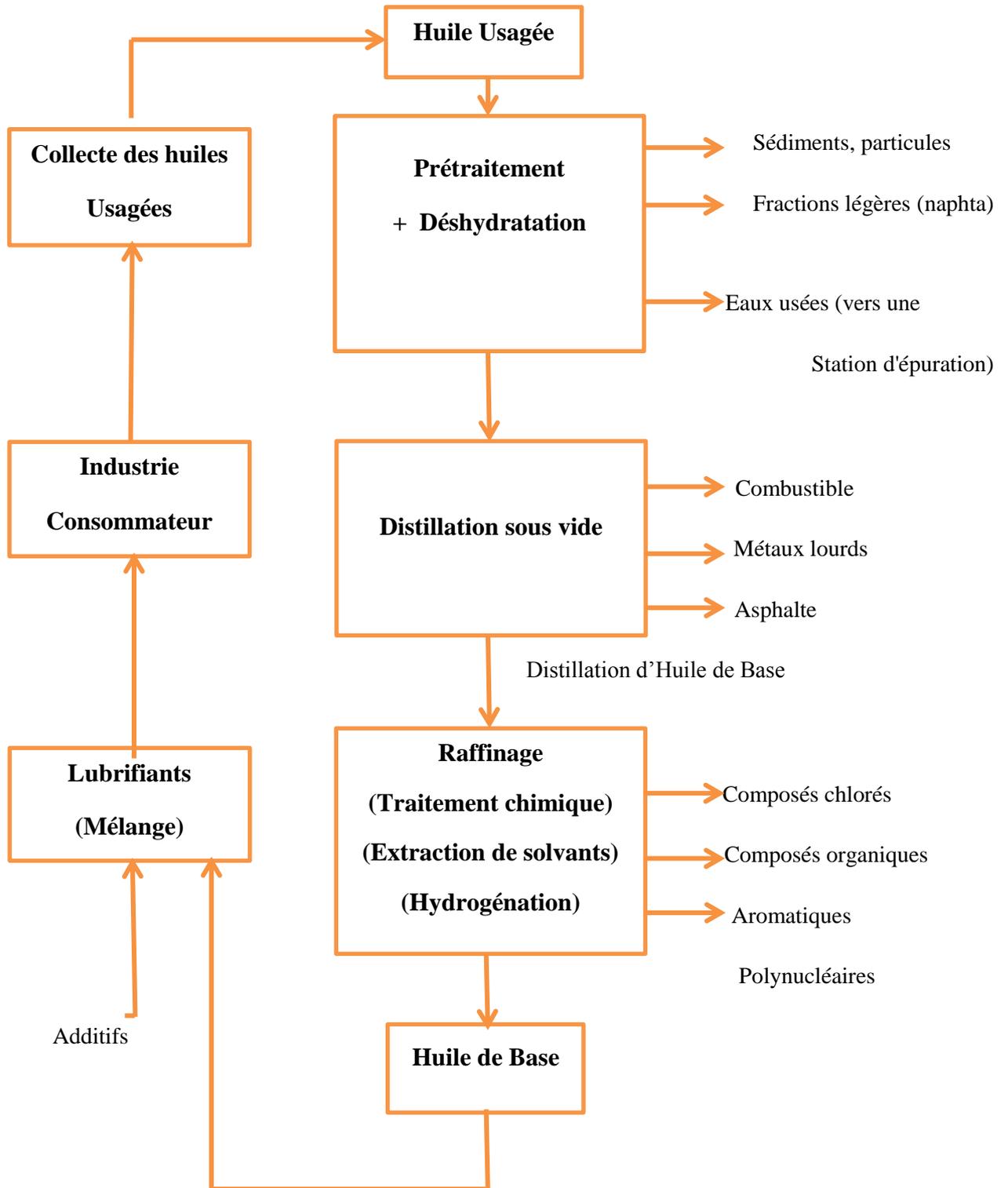


Figure I.8 : Schéma de Régénération (reraffinage) [45]

### **I.2.9 Les principales étapes à suivre lors de la récupération des huiles usagées**

Les huiles usagées noires ou claires peuvent être récupérées et valorisées selon trois systèmes différents [46].

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

Les huiles usagées peuvent être récupérées en suivant les étapes suivantes :

- Distillation sous vide : Cette étape consiste à séparer les différentes fractions des résidus lourds
- Ultrafiltration : L'huile est soumise à des opérations de filtration et de sédimentation pour éliminer les particules solides indésirables.
- Ré-addition : Une quantité appropriée d'additifs est ajoutée à l'huile pour améliorer ses performances et ses caractéristiques.

### **I.2.10 Traitement de l'huile usagée par des nanoparticules :**

Les nanotechnologies jouent un rôle important dans les huiles lubrifiantes, notamment dans la préparation des additifs, mais leur application dans le traitement des huiles usagées reste peu répandue. Cependant, plusieurs études récentes ont montré un potentiel prometteur de la nanotechnologie dans ce domaine [47].

Ont ainsi démontré que les nanotubes de carbone (NTC) peuvent être utilisés comme adsorbants pour étudier les caractéristiques d'adsorption de certains ions métalliques divalents tels que le cuivre, le cobalt, le cadmium, le zinc, le manganèse et le plomb. De plus, les nanoparticules peuvent être utilisées pour la dégradation catalytique de contaminants environnementaux tels que les PCB, les colorants azoïques, les aliphatiques halogénés et les nitro-aromatiques [48].

Dans certains types de lubrifiants, une couleur est ajoutée pour identifier le produit. La suppression de cette couleur devient alors une étape importante dans le processus de traitement des huiles usagées. Une technique prometteuse de décoloration est la réaction photocatalytique. Zhang et al. ont ainsi rapporté que les nanofibres de TiO<sub>2</sub>/SnO<sub>2</sub> hétérostructurées présentaient un taux de dégradation beaucoup plus élevé du bleu de méthylène, de la rhodamine B et du 4-chlorophénol dans le test photocatalytique. De même, Song et al. ont découvert que les C-dots/WO<sub>3</sub> possédaient une capacité photocatalytique plus forte et une excellente recyclabilité pour l'élimination photocatalytique de la rhodamine B [49].

### I.3. Nanomatériaux

#### I.3.1 Définition :

Les nanotechnologies sont un domaine scientifique qui se concentre sur la conception et la production d'objets ou de structures extrêmement petits, à une échelle de 100 nanomètres (100 millièmes de millimètre) ou moins. Les nanomatériaux font partie des principaux produits des nanotechnologies, tels que les particules, les tubes, les tiges ou les fibres ayant des dimensions nanométriques.

Les nanomatériaux sont de plus en plus utilisés dans différents domaines tels que la santé, l'électronique, les cosmétiques, les textiles, les technologies de l'information et la protection de l'environnement avec l'avancement de la nanotechnologie[50].

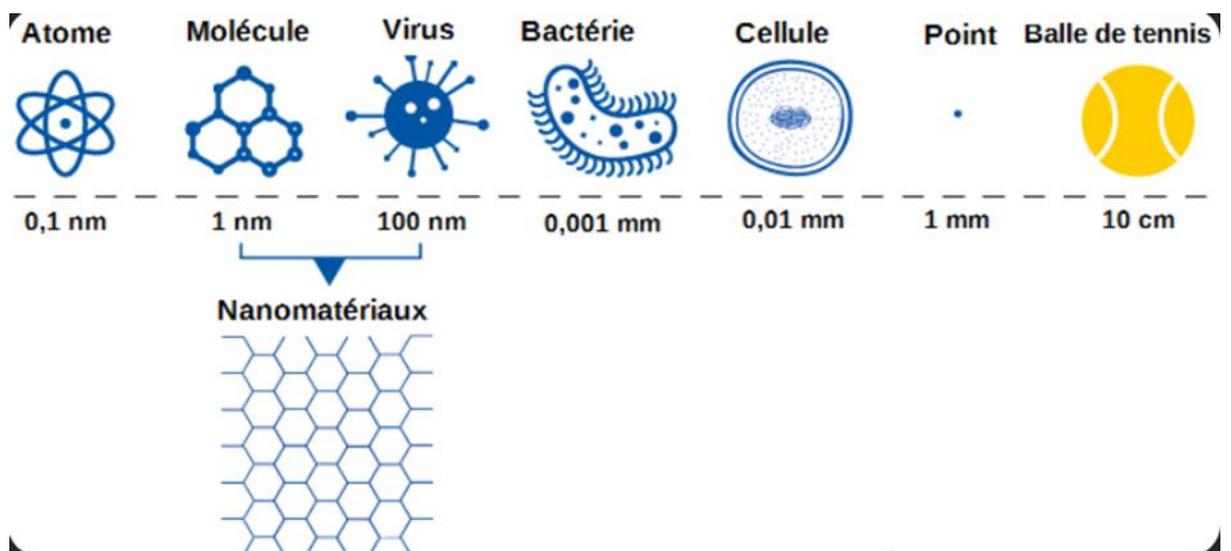


Figure I.9: Dimension des nanomatériaux[51]

## **I.4 Nanocomposites :**

Les matériaux composites sont constitués d'une matrice contenant des inclusions (de taille micron) qui sont beaucoup plus grandes que les atomes, mais suffisamment petites pour que les matériaux soient homogènes à une échelle macroscopique [52].

Les nanocomposites sont également composés d'une matrice et de charges, mais ce qui les distingue des matériaux composites classiques, c'est qu'au moins l'une des charges a une dimension inférieure à 100 nm, ce qu'on appelle la nanocharge. Cette nanocharge peut être unidimensionnelle (comme les nanotubes et les fibres de carbone), bidimensionnelle (comme les argiles en feuillets et les nanofeuillets de graphène) ou tridimensionnelle (comme les nanosphères).

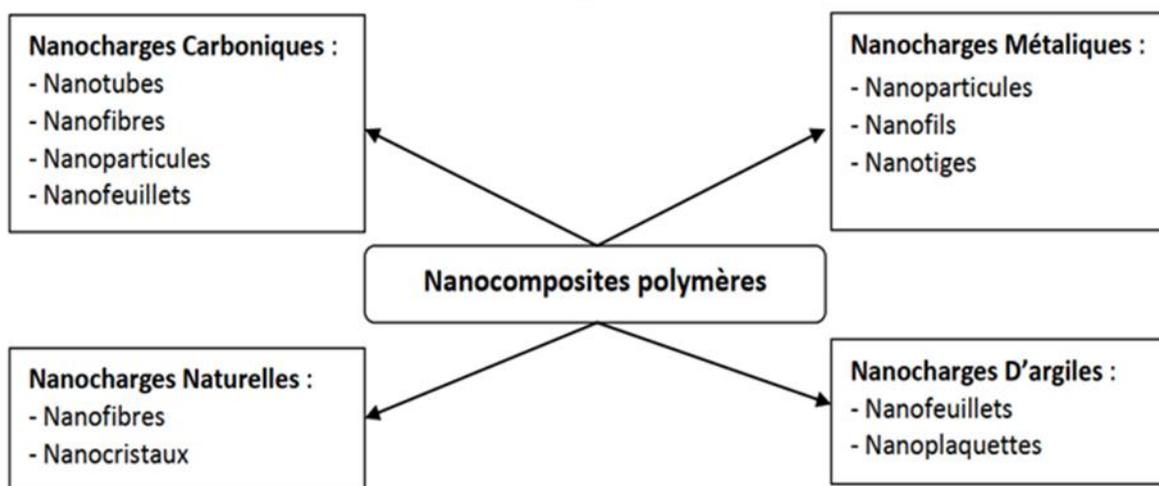
Les nanoparticules présentent une surface d'échange beaucoup plus importante que les particules de taille microscopique pour un poids donné.

Cela confère aux nanocomposites de meilleures propriétés par rapport aux composites classiques, notamment une meilleure répartition des contraintes à l'intérieur de la matrice. Cependant, il est important de noter que l'ajout de charges microscopiques dans une matrice peut améliorer certaines propriétés au détriment d'autres propriétés. Les nanocomposites peuvent être classés en deux grandes catégories en fonction de la nature de leur matrice :

### **I.4.1 Nanocomposites à matrice céramique**

La fabrication de ces matériaux se réalise par frittage d'oxydes et d'autres matériaux inorganiques. Ce processus implique la compression des différents composants à haute pression, parfois accompagnée de températures élevées[53].

### **I.4.2 Nanocomposites à matrice polymère**



**Figure I.10:**Classification des nano composites polymères selon le type de la nanocharge renforçante[53]

La deuxième grande famille de nanocomposites concerne les matériaux à matrices polymères. Les nanocomposites à matrice polymère peuvent être classés en quatre sous-familles en fonction du type de nanocharge incorporée dans la matrice.

## I.5 Nanoparticules /Polymère

### I.5.1 Les Polymères

#### I.5.1.1 Définition :

Les polymères sont des macromolécules formées par la répétition de monomères, qui sont les petites molécules de queue qui ont la capacité de plus d'entre eux parmi les liaisons covalentes. Les polymères sont caractérisés par leur poids moléculaire élevé et leur capacité à former des structures moléculaires complexes. Ils peuvent être synthétisés de manière naturelle, comme les protéines et les acides nucléiques, ou artificielle, dans le cadre de monomères synthétiques[54].

#### I.5.1.2 Les propriétés :

Les propriétés des polymères varient en fonction de leur structure et de leur composition chimique. Les polymères peuvent être [54]:

**Rigidité** : Certains polymères, comme le polyéthylène de haute densité, ne sont pas rigides et ont une résistance à la traction. D'autres, comme le polypropylène, sont plus souples.

**Résistance à l'usure** : Les polymères ont souvent une résistance élevée à l'usure.

**Résistance chimique** : Les polymères peuvent résister à un grand nombre de produits chimiques, qui sont utilisés pour les revêtements, les tuyaux et les réserves de stockage.

**Isolation thermique et électrique** : Les polymères sont souvent de bons isolants thermiques et électriques, ce qui les rend utiles pour les applications électriques et électroniques, telles que les câbles et les connecteurs.

**Transparence** : Certains polymères, comme le polycarbonate, sont transparents, ce qui les rend utiles pour les applications optiques, telles que les verres de lunettes, les écrans d'ordinateur et les lentilles de caméra.

**Élasticité** : Certains polymères, tels que le caoutchouc naturel et le polyuréthane, ont une élasticité élevée et peuvent être étirés ou comprimés de manière répétée sans se rompre.

**Imperméabilité** : Certains polymères, comme le polytétrafluoroéthylène (PTFE), sont imperméables aux liquides et aux gaz, qui sont utilisés pour les membranes et revêtements de protection.

Ces propriétés font des polymères des matériaux très utiles pour une grande variété d'applications dans de nombreux domaines, tels que l'industrie automobile, l'électronique, l'emballage et la construction.

### **I.5.1.3 Alginate :**

L'alginate est un polysaccharide naturel dérivé des parois cellulaires d'algues brunes ou de varech. Il est largement utilisé dans diverses industries en raison de ses propriétés uniques et de sa polyvalence. Voici quelques aspects clés de l'alginate :

**1. Composition et structure :** L'alginate est composé de longues chaînes d'unités répétitives de deux types de molécules de sucre : l'acide D-mannuronique (M) et l'acide L-guluronique (G). Le rapport entre les unités M et G détermine les propriétés physiques et chimiques de l'alginate. Les chaînes d'alginate peuvent former des gels ou rester solubles en fonction de leur composition et de la présence de cations divalents tels que le calcium[55].

**2. Propriétés gélifiantes :** L'alginate a la capacité de former des gels lorsqu'il est combiné avec des cations divalents, en particulier des ions calcium. Ce processus de gélification se produit par liaison des cations aux unités G de la chaîne d'alginate, ce qui entraîne la réticulation des chaînes polymères et la formation d'un réseau de gel tridimensionnel. Le processus de gélification est réversible et le gel peut être décomposé par des agents chélatants tels que l'acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA)[56].

**3. Applications dans l'alimentation :** L'alginate est couramment utilisé dans l'industrie alimentaire en tant qu'épaississant, stabilisant et agent gélifiant. On le trouve dans une variété de produits tels que les desserts, les sauces, les vinaigrettes et les crèmes glacées. Les gels d'alginate sont également utilisés pour encapsuler des arômes, des huiles et d'autres ingrédients, permettant une libération contrôlée et une meilleure stabilité.

**4. Applications biomédicales et pharmaceutiques :** L'alginate a été largement étudié et utilisé dans les applications biomédicales et pharmaceutiques[57]. Il est biocompatible, biodégradable et présente une faible toxicité, ce qui le rend adapté aux systèmes de libération de médicaments, aux pansements pour les plaies et aux échafaudages pour l'ingénierie tissulaire. Les hydrogels d'alginate peuvent être formés par réticulation avec des ions calcium pour fournir une matrice tridimensionnelle pour l'encapsulation et la croissance cellulaire.

**5. Utilisations industrielles et techniques :** L'alginate trouve des applications au-delà des secteurs alimentaire et biomédical. Il est utilisé dans divers processus industriels, tels que l'impression textile, la fabrication de papier et le traitement de l'eau. L'alginate peut agir en tant qu'agent épaississant dans les pâtes d'impression et en tant que floculant dans le traitement de l'eau pour aider à éliminer les impuretés.

En résumé, l'alginate est un polymère naturel polyvalent avec une large gamme d'applications dans différentes industries, grâce à ses propriétés gélifiantes, sa biocompatibilité[58].

## **I.5.2 Nanoparticules inorganiques**

Les nanoparticules sont généralement définies comme étant plus petites que 100 nanomètres dans au moins une de leurs dimensions [59].

Les nanoparticules inorganiques désignent des particules qui ne sont pas composées de carbone. Les nanoparticules constituées de métaux et d'oxydes métalliques sont généralement classées dans la catégorie des nanoparticules inorganiques.

### **I.5.2.1 Nanoparticules à base de métal :**

Les nanoparticules à base de métal sont des particules de taille nanométrique synthétisées à partir de métaux, soit par des méthodes destructives, soit par des méthodes constructives. Presque tous les métaux peuvent être synthétisés sous forme de nanoparticules. Parmi les métaux couramment utilisés pour la synthèse des nanoparticules, on retrouve l'aluminium (Al), le cadmium (Cd), le cobalt (Co), le cuivre (Cu), l'or (Au), le fer (Fe), le plomb (Pb), l'argent (Ag) et le zinc (Zn)[60].

Les nanoparticules ont des propriétés uniques, comme leur taille très petite (de 10 à 100 nm), leur surface avec un rapport surface/volume élevé, la taille des pores, la charge et la densité de charge de surface. Elles peuvent avoir des structures cristallines ou amorphes, des formes sphériques ou cylindriques, et elles peuvent également présenter différentes couleurs. Les nanoparticules sont réactives et sensibles à des facteurs environnementaux tels que l'air, l'humidité, la chaleur et la lumière du soleil [61].

### **I.5.2.2 Nanoparticules à base d'oxydes métalliques :**

Les nanoparticules d'oxyde métallique sont des particules très petites, généralement d'une taille comprises entre 1 et 100 nanomètres, composées d'oxydes métalliques tels que le  $\text{TiO}_2$ , le  $\text{ZnO}$ , le  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , le  $\text{CuO}$  et l' $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La synthèse de nanoparticules d'oxydes métalliques est principalement due à leur réactivité et efficacité accrues[62]. Ces nanoparticules ont des propriétés particulières par rapport aux nanoparticules métalliques[63].

Ces nanoparticules ne sont pas utilisées dans une grande variété d'applications, tous catalyseurs en médecine, en passant par l'électronique, les cosmétiques et la production d'énergie[64].

La synthèse des nanoparticules d'oxyde métallique peut être réalisée par diverses méthodes telles que la précipitation, la pyrolyse, le sol-gel, la méthode hydrothermale, la synthèse

assistée par micro-ondes, la co-précipitation et la synthèse par voie humide. Les nanoparticules d'oxyde métallique présentent des propriétés uniques telles que leur grande surface spécifique, leur forte réactivité et leur capacité à absorber le lumineaire [65].

## **I.6. Les méthodes de synthèse (chimique physique et biologique)**

**I.6.1 La méthode chimique :**est l'une des méthodes les plus courantes pour synthétiser des nanoparticules. Elle implique la synthèse de nanoparticules à partir de réactions chimiques. Les réactifs utilisés dans cette méthode sont généralement des précurseurs métalliques qui sont réduits ou oxydés pour former des nanoparticules. Cette méthode est souvent utilisée pour synthétiser des nanoparticules métalliques comme l'or, l'argent et le cuivre.

Le processus de synthèse de nanoparticules chimiques peut être effectué de différentes manières, y compris la méthode de réduction chimique, la méthode de précipitation, la méthode d'émulsion et la méthode de co-précipitation[66].

**I.6.2 La méthode physique :** Cette méthode implique la production de nanoparticules à partir de processus physiques tels que l'évaporation ou la condensation, des techniques comme la pulvérisation cathodique, l'ablation laser et la décomposition thermique [67].

**I.6.3 La méthode biologique :** Dans la méthode chimique, les nanomatériaux sont fabriqués à l'aide de produits chimiques toxiques, qui peuvent être dangereux pour la santé publique et l'environnement.

D'autre part, la bio-méthode de fabrication de nanomatériaux utilise des organismes vivants, tels que des bactéries, des champignons et des plantes, pour générer des nanoparticules. Cette méthode est plus respectueuse de l'environnement et moins dangereuse pour la santé, car les organismes sont capables de générer des nanomatériaux à l'aide d'enzymes et de processus biologiques naturels[68].

### **I.6.4 Les méthodes de caractérisation :**

Il existe de nombreuses méthodes de caractérisation des nanoparticules de polymères, notant :

#### **I.6.4.1 Le microscope électronique :**

La microscopie électronique est une technique de caractérisation des nanoparticules de polymère qui permet de visualiser la taille, la morphologie et la distribution des nanoparticules. La microscopie électronique à transmission (TEM) est souvent utilisée pour observer les nanoparticules individuelles tandis que la microscopie électronique à balayage (SEM) peut être utilisée pour examiner des échantillons plus épais. Cette technique permet également de caractériser la structure cristalline des nanoparticules[63].

#### **I.6.4.2 La diffraction des rayons X (XRD) :**

La diffraction des rayons X (XRD) est une technique qui permet de déterminer la cristallinité des nanoparticules de polymère et leur structure cristalline. Cette technique est basée sur l'interaction des rayons X avec les atomes des nanoparticules. Les résultats de cette technique fournissent des informations sur la structure cristalline des nanoparticules et leur taille [63].

#### **I.6.4.3 Le spectroscope infrarouge (IR):**

La spectroscopie infrarouge (IR) est une technique qui permet d'identifier les groupes fonctionnels présents dans les nanoparticules de polymère et de caractériser leur structure chimique. Cette technique est basée sur l'absorption de la lumière infrarouge par les liaisons chimiques des nanoparticules. Les résultats de cette technique fournissent des informations sur la composition chimique des nanoparticules et leur structure [69].

#### **I.6.4.4 La diffusion de lumière dynamique (DLS) :**

Est une technique qui mesure la taille hydrodynamique des nanoparticules et peut être utilisée pour déterminer leur taille moyenne et leur distribution de taille. Cette technique est basée sur la diffusion de la lumière par les nanoparticules en suspension dans un liquide. Les résultats de cette technique fournissent des informations sur la taille des nanoparticules et leur distribution de taille[70].

#### **I.6.4.5 La spectroscopie de fluorescence :**

La spectroscopie de fluorescence est une technique qui est souvent utilisée pour caractériser les nanoparticules qui ont des propriétés fluorescentes. Cette technique est basée sur l'émission de lumière par les nanoparticules lorsqu'elles sont excitées par une source de lumière. Les résultats de cette technique fournissent des informations sur les propriétés optiques des nanoparticules [71].

### **I .7. Application**

Les nanoparticules de polymère ont de nombreuses applications dans des domaines tels que :

- 1) **Médecine:** Les nanoparticules de polymère ont été largement utilisées dans le domaine de la médecine en raison de leur capacité à traverser les barrières biologiques et à cibler spécifiquement les cellules cancéreuses ou les tissus infectés [72].
- 2) **Électronique:** Les nanoparticules de polymère peuvent être utilisées pour créer des dispositifs électroniques plus petits et plus efficaces [73].
- 3) **Optique :** Les nanoparticules de polymère peuvent être utilisées pour fabriquer des nano composites optiques.
- 4) **Matériaux composites :** Les nanoparticules de polymère peuvent être incorporées dans des matériaux composites pour améliorer leurs propriétés mécaniques, thermiques et électriques.
- 5) **Alimentation :** Les nanoparticules de polymère peuvent être utilisées comme additifs alimentaires pour améliorer la texture, la couleur et la stabilité des aliments.
- 6) **Environnement :** Les nanoparticules de polymère peuvent être utilisées pour la détection et la dégradation des contaminants environnementaux, ainsi que pour la purification de l'eau et de l'air[73].

---

# **Chapitre II:**

## **Partie pratique**

---

## Chapitre II: Partie pratique

### II .1 Introduction :

Ce chapitre comprend une description des équipements, des produits chimiques et végétaux utilisés, ainsi que des techniques expérimentales. La partie expérimentale a été réalisée dans des laboratoires différents : le laboratoire pédagogique de chimie 2 de la faculté des Sciences et Technologies de l'Université de Ghardaïa (Algérie) et le laboratoire de RHM2 à Hassi Massaoud, CRAPC Ouargla, CRAPC Laghouat.

### II.2. Objectif du travail:

L'objectif recherché à travers ce travail est la synthèse des nanoparticules l'oxyde de zinc (ZnO NPs), à l'aide de l'extrait de plante de *Nerium Oleander* ou (*Apocynaceae*) par méthode écologique et la synthèse chimique l'oxyde de cuivre (II) (CuO NPs). Nous détaillerons le procédé de synthèse biologique en milieu aqueuse d'extrait et l'utilisation des ces nanoparticule par suivie les étapes suivant:

- ❖ La collecte et préparation de l'extrait de plante de *Nerium Oleander*
- ❖ La biosynthèse des NPs-ZnO en utilisant l'extrait de plante comme agent réducteur et synthèse chimique de NPs-CuO par la méthode sol gel.
- ❖ Formation des billes alginates chargé avec es nanoparticules
- ❖ Caractérisation des NPs-ZnO et NPs-CuO synthétisé et les Billes avec différents techniques d'analyse (DRX, SEM, IR, Zetasizer)
- ❖ Utilisation de NPs-ZnO et NPs-CuO comme agent photocatalutique pour traiter les huiles lubrifiants usagée et l'eau pollue.
- ❖ Caractérisation d'huile lubrifiante (15w40). (Viscosimètre, Rancimat, Densimètre)
- ❖ Et en fin, déterminations l'application de ces nanomatériaux dans les secteurs industriels pour traitement les huiles lubrifiantes et les eaux usagées.

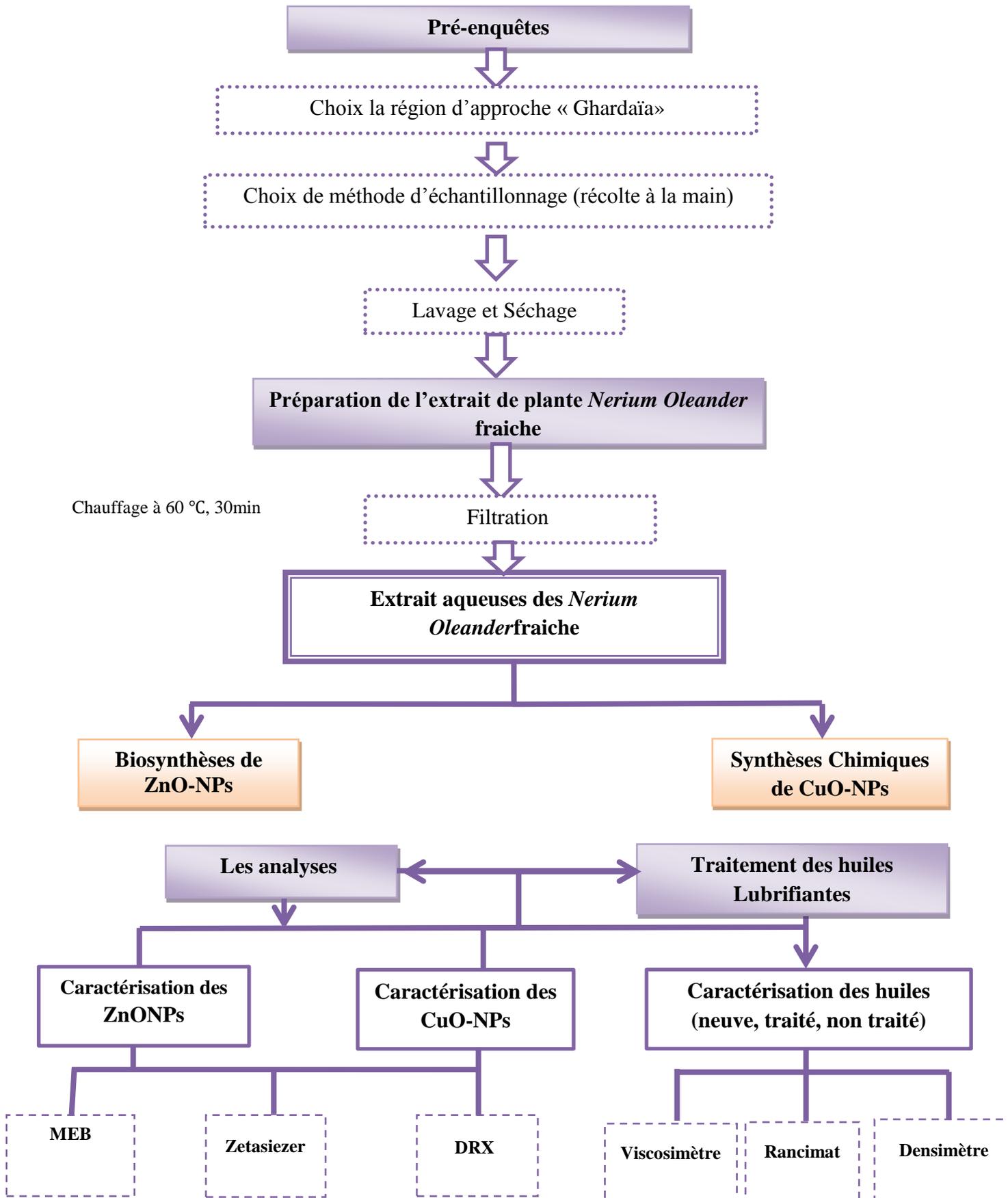


Figure II. 1 : Organigramme descriptif de la méthodologie de travail.

## II.3. Matériel utilisé :

### II.3.1. Matériels et produits chimiques :

Le tableau suivant regroupe tous les produits chimiques et matériels utilisés dans notre étude.

**Tableau II.1** : descriptif des produits chimiques et matériels utilisés.

Produits	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>L'eau distillée</b></li> <li>• <b>Zinc acetate dihydrate</b> <b>Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> • 2H<sub>2</sub>O</b> M=219.50g/mol, Densité 1.74 g/ml à 20 °C, Solubilité dans l'eau 434,78 g/l à 20 °C, Point de fusion 237,00 °C, Pourcentage de pureté 98%)</li> <li>• <b>Hydroxyde de sodium NaOH</b> M=39,997 g/mol, Masse volumique 2,13 g.cm<sup>-3</sup>, Point de fusion 318,4°C, Point d'ébullition 1390°C, Solubilité dans l'eau à 0°C : 42 g/100 g d'eau à 100°C : 347 g/100 g d'eau.</li> <li>• <b>Alginate de Sodium (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>NaO<sub>6</sub>) :</b> Masse molaire : 198,105 g/mol.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Nitrate de cuivre (Copper(II) nitrate) Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub></b> M=187,56 g/mol, Masse volumique : 3,05 g/cm<sup>3</sup>, Point de fusion 114,5 °C, Point d'ébullition 170 °C, soluble dans l'eau.</li> <li>• <b>Éthanol C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O</b> M= 46,07 g/mol, Masse volumique 789 kg/m<sup>3</sup>, Point d'ébullition 78,37 °C, Point de fusion -114,1 °C,</li> <li>• <b>Butanol</b> C<sub>2</sub>nH<sub>4</sub>n+2O<sub>n</sub>+1 (M=44,052 6 ± 0,002 2 g/mol; C 54,53 %, H 9,15 %, O 36,32 %, Solubilité dans l'eau, Indice de réfraction 1,458-1,461, pH : 4.5-7.5</li> </ul>
Matériels et verreries Les photos	
➤ Four à moufle	➤ Balance analytique
➤ Etuve	➤ pH mètre (AD 130)
➤ Centrifuge	➤ Chauffe-ballon avec agitation

➤ Sonde à ultrasons	➤ UV- visible (UVILIINE 9400C)
➤ Thermomètre	➤ Chambre noire

### II.3.2. Matériel végétal:

Le matériel végétal utilisé dans cette recherche c'est la plante de *Nerium Oleander*

#### II.3.2.1. Présentation de la plante de *Nerium Oleander* :

*Nerium Oleander* ou laurier-rose (appelé localement Défla, nom anglais : Rose-bay, laurier-rose commun, appartenant à la famille des Apocynacées. Il pousse dans les pays autour du bassin méditerranéen Dans les zones humides situées le long des cours d'eau. Jusqu'à 2000 m et se trouvent dans de nombreuses régions du monde, comprenant un climat méditerranéen ou subtropical. On le trouve principalement sur les alluvions et les terrains rocheux, le long des wadis au nord du Sahara et dans les montagnes de Tassili et de Hoggar et il est fréquemment cultivé comme plante ornementale pour former des haies dans les parcs et les jardins [74].

#### II.3.2.2. Position systématique de cette plante :

<b>Royaume</b>	<b>Plantae</b>
<b>Division</b>	Angiospermes
<b>Classe</b>	Magnoliopsida
<b>Sous-classe</b>	Astéridés
<b>Ordre</b>	Gentianales
<b>Famille</b>	Apocynacées
<b>Genre</b>	<i>Nerium</i> L.
<b>Espèce</b>	<i>laurier rose</i> L.

#### II.3.2.3. La description de la plante :

*Nerium oleander* L. est un petit arbre à feuilles persistantes de 2 à 5 m de hauteur, est une plante tolérante à la sécheresse. Les feuilles sont longues de 5 à 20 cm, acuminées ou aiguës, courtement pétiolées, étroit, avec un limbe vert foncé coriaceus. Les fleurs sont produites en grappe terminale d'environ 5 cm de diamètre avec cinq pétales et différentes couleurs varient

du lilas, saumon, carmin, rose foncé au rose pâle, violet, cuivre, abricot, orange, blanc et jaune. Le fruit est constitué d'un follicule étroit de 7,5 à 17,5 cm de long et s'ouvre pour se disperser graines pelucheuses. Cette plante peut être propagée par graines et montre une grande variabilité dans les semis populations[75].

**a- Composition chimique de *Nerium Oleander* :**

Le criblage photochimique impliquait des tests chimiques standardisés pour évaluer la présence de plusieurs constituants actifs de l'extrait de *N. oleander* comme les flavonoïdes, les alcaloïdes, les saponines, les tanins, les terpénoïdes, les composés phénoliques, les stéroïdes, les glycosides cardiaques et les glucides [76].

**b-Utilisation de *Nerium Oleander* :**

Il est utilisé pour les écrans, les haies le long des autoroutes, la plantation le long des plages. Il est capable de former attrayant petits arbres en ne laissant que quelques tiges. Dans les régions du Nord, il peut être cultivé comme plante d'intérieur ou de patio. En plus de tout cela, la plante s'est révélée antibactérienne, antimicrobienne, anti-inflammatoire, antinociceptive et antitumorale activité [75].

## II.4. Récolte du Matériel végétale:

La plante de *Nerium Oleander* a été récoltée facilement et sans aucun obstacle, et cela est dû à sa présence et son abondance dans tous les endroits et sur toutes les routes dans la région de Ghardaïa au sud-est d'Algérie. Nous avons pris l'échantillon de la ville de Guerrara.

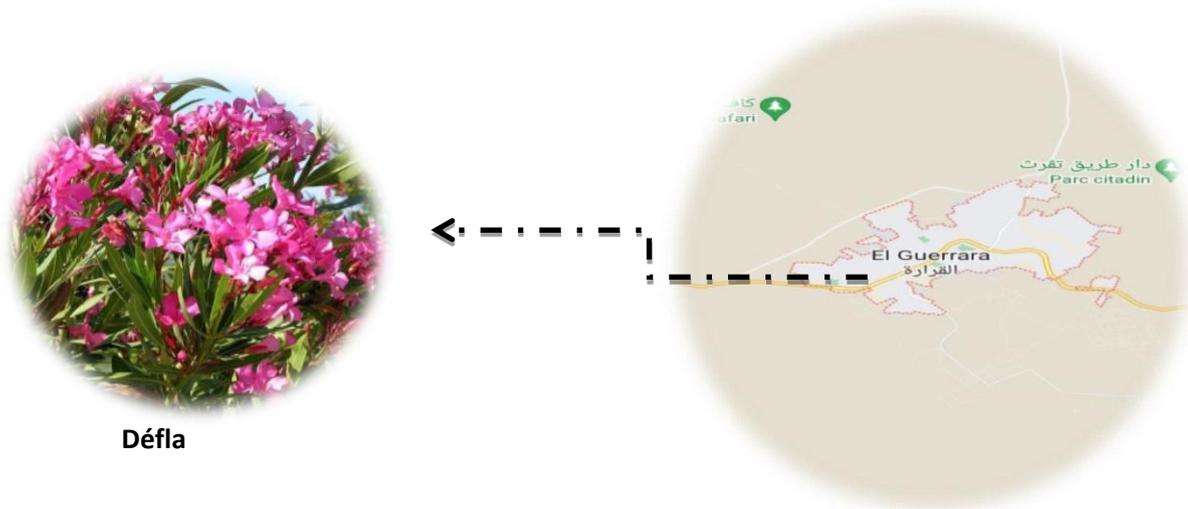


Figure II. 2: Géographie de la zone de prélèvement de plante de *Nerium Oleander*[77]

## II.5. Préparation de l'extrait des feuilles de *Nerium Oleander* :

Lavage :Lavage des plants par l'eau distillée ont été lavés plusieurs fois pour éliminer les impuretés et poussières.

Séchage :Après, les feuilles fraiche de *N. Oleander* ont été séché à l'air libre à température ambiante, pour réduire la teneur en humidité des plants.

Découpage :Nous coupons la plante en petits morceaux pour faciliter le travail et pour pouvoir la mettre dans la bécher.

Préparation de l'extrait: L'extrait a été préparé en mettant 20 g des feuilles dans un bécher en verre de 500 ml contenu 200 ml d'eau distillée. Le mélange a été agité pendant 15 min à température 60°C, avec un couvercle placé sur le bécher pour préserver les composés

volatiles. L'extrait était filtré avec un papier filtre et conservé dans une bouteille hermétique à 4 °C.



**Figure II. 3 :** Préparation de l'extrait de plante frais.

## II.6. Biosynthèse des nanoparticules de ZnO :

Le processus de préparation du nano de ZnO passe par les étapes suivantes :

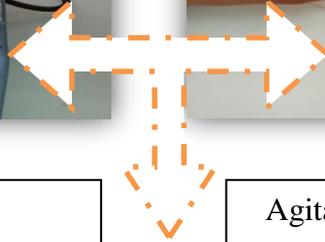
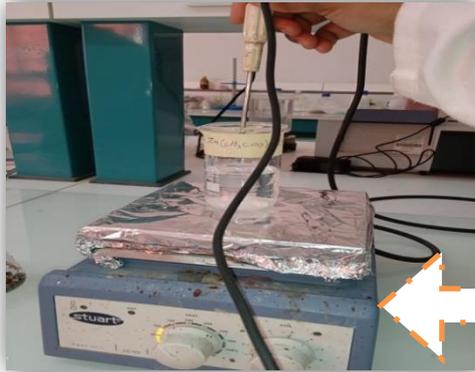
Les nanoparticules de ZnO ont été biosynthétisées en suivant la méthode décrite par Muthuvel et al [78]. avec quelque modification. En bref, elles ont été préparées en agitant 2 g d'acétate de zinc dans 50 mL d'eau déionisée pendant 30 minutes à 85 °C. On prépare une solution de NaOH avec l'eau distillée. Les deux solutions ont ensuite été vigoureusement agitées ensemble. Les 15 mL d'extrait de feuilles ont été mélangés goutte à goutte avec la solution pendant ce processus d'agitation. Après avoir été agité continuellement pendant 2 heures à l'aide d'un agitateur magnétique, un précipité blanc a été obtenu. Pour éliminer les impuretés, le précipité a été filtré et lavé à plusieurs reprises avec de l'eau distillée, puis avec de l'éthanol. Après séchage du précipité à 400 °C pendant 4 heures, la poudre de ZnO obtenue a été soumise à une caractérisation ultérieure .

On peut résumer le protocole de méthode de synthèse de NPsZnO par ce schéma :

Chapitre II : Partie pratique

Solution de Zinc acétate dihydrate

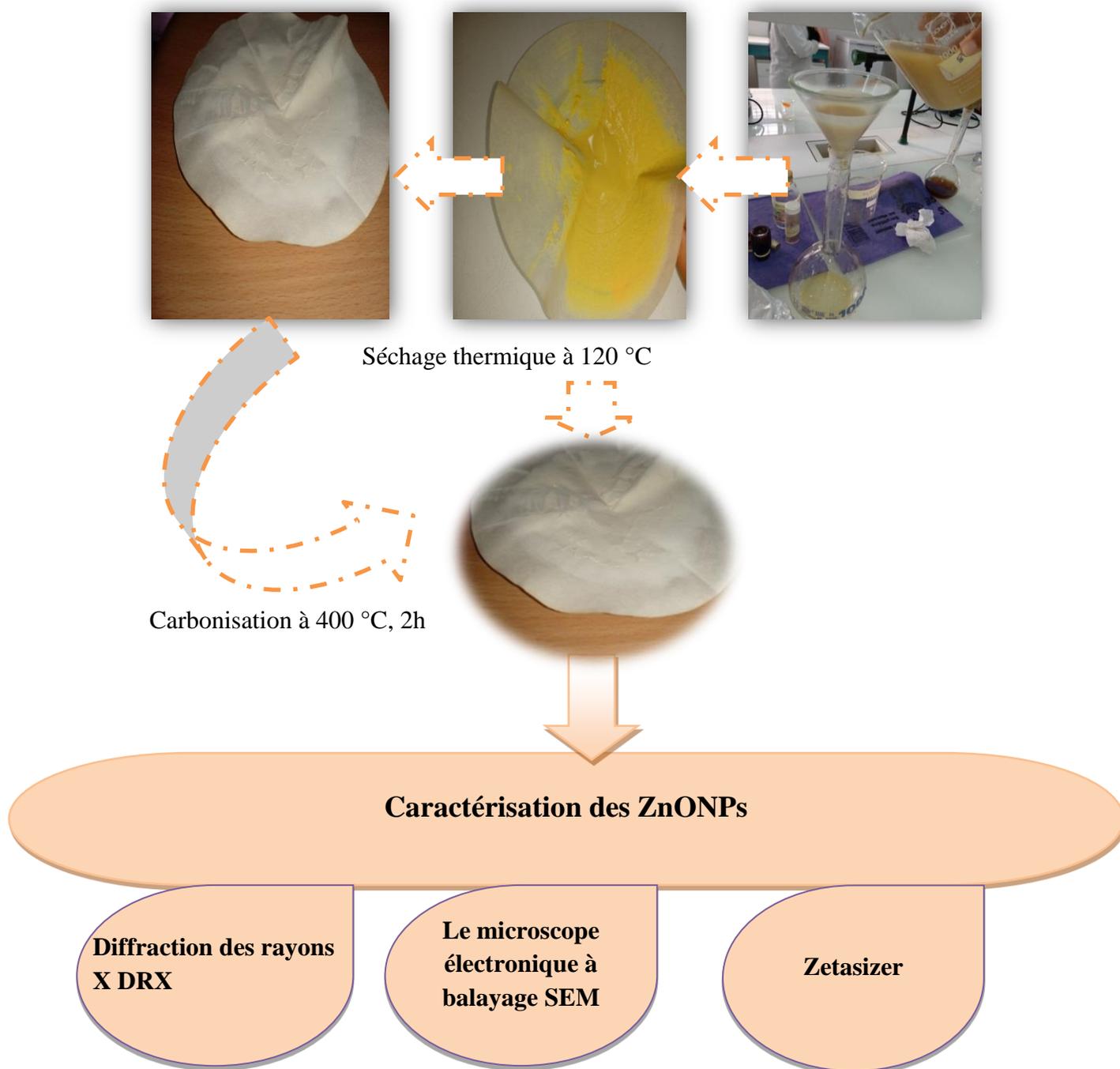
Extraits aqueux de plante Nerium Oleander



Titration avec NaOH

Agitation chauffage 35°C ,1h





**Figure II.4 :** schéma descriptif de Biosynthèse des nanoparticules de ZnO

## II.7. Synthèse Chimique des nanoparticules de CuO :

Les CuO-NPs ont été élaborées en utilisant la méthode sol-gel [79]. Dans une synthèse distincte, 0,1 M de nitrate de cuivre a été préparé dans 100 ml d'eau déionisée et agité en permanence jusqu'à obtention d'une solution bleue homogène. Ensuite, 0,2 M de NaOH ont été ajoutés à la solution et agités à 80 °C pendant 2 heures jusqu'à obtention d'un précipité

noir, qui a ensuite été refroidi à température ambiante. Une grande quantité de précipité noir a été obtenue. Après précipitation, le précipité a été filtré puis lavé avec un excès de méthanol pour éliminer le matériau de départ. Enfin, la poudre a été séchée dans un four à air chaud à 400 °C pendant 4 heures, en vue d'une caractérisation ultérieure[80].

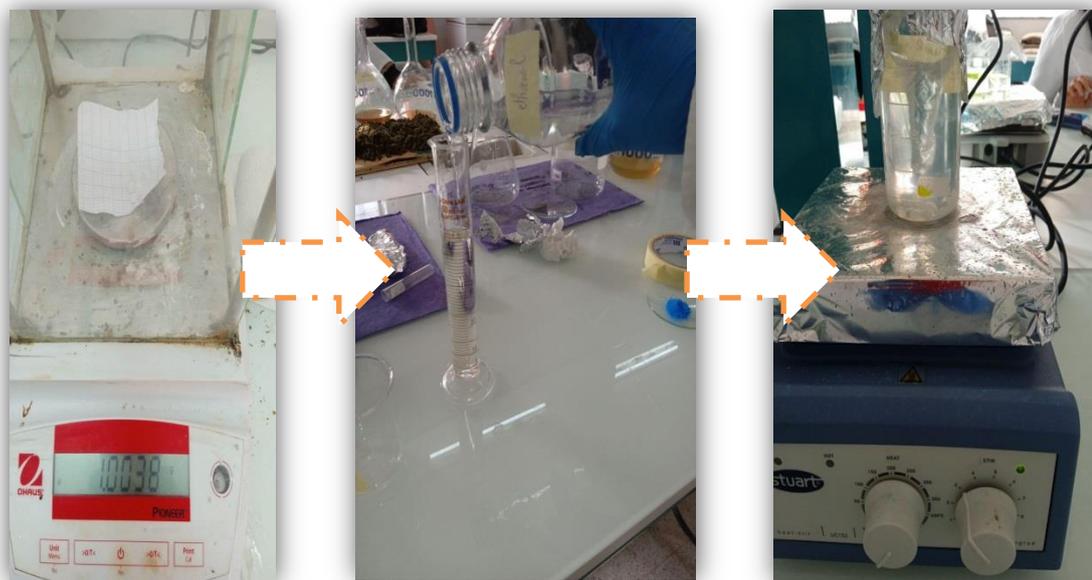
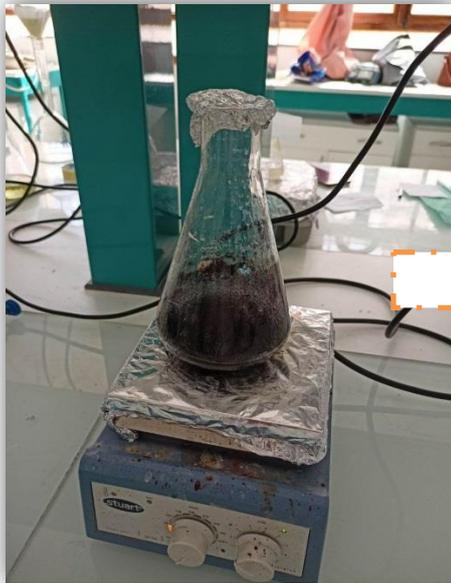


Figure II.5: Etape de préparation de produit NaOH



Figure II.6: Etape de préparation de produit Copper(II) nitrate

On peut résumer le protocole de méthode sol-gel de NPsCuO par ce schéma :



**Agitation**



**Filtration**

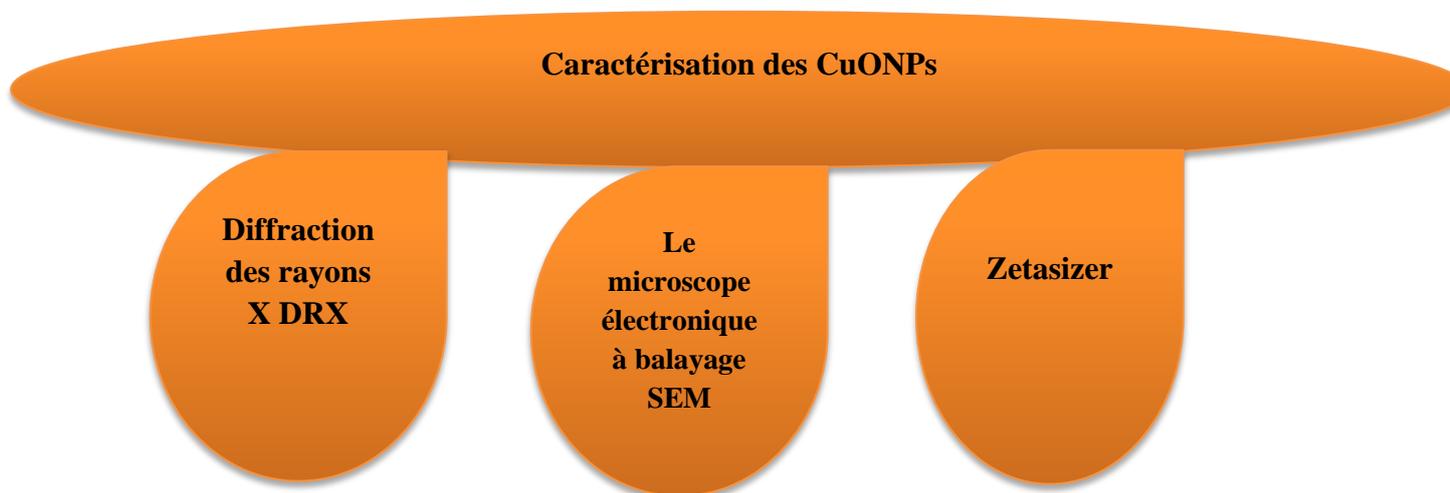


**Séchage**





CuONPs



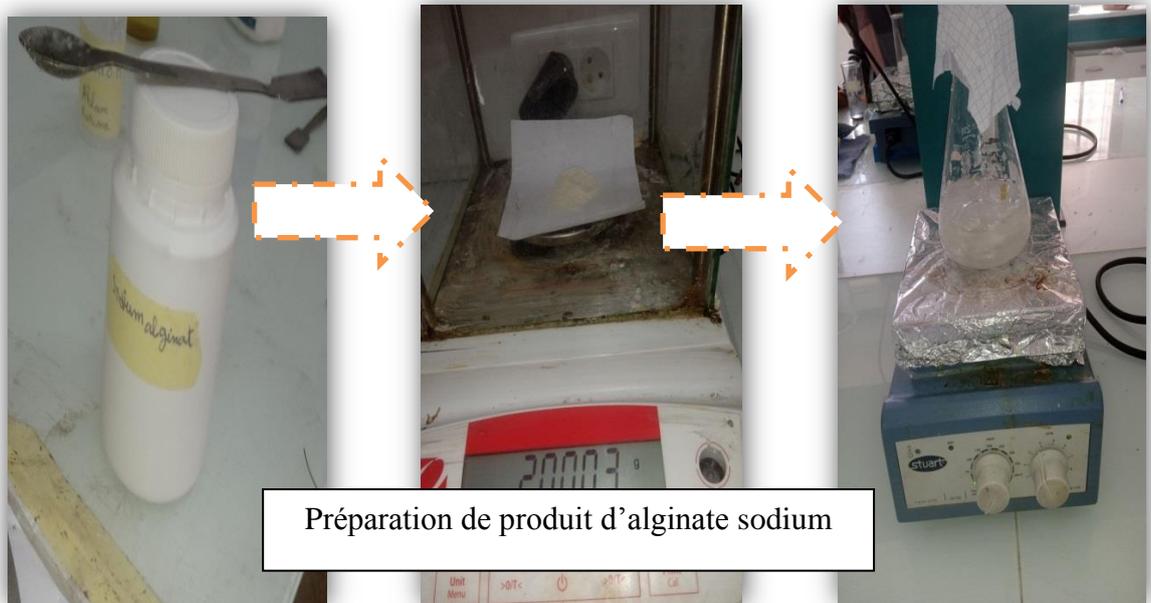
**Figure II.7 :** Schéma descriptif de synthèse chimique des nanoparticules de CuO

### **II.8.Préparation des Billes d’alginate et des billes composites:**

- Les billes d'alginate sont préparés comme suit: Pour préparer les billes, on commence par ajouter de l'alginate de sodium à raison de 100 ml d'eau distillée. Ensuite, on agite le mélange jusqu'à ce que l'alginate soit complètement dissous. Après l'agitation, on fait tomber goutte à goutte la solution d'alginate de sodium dans 100 ml d'une solution de chlorure de calcium à 4%, tout en maintenant une agitation magnétique. Une fois les billes formées, elles sont lavées plusieurs fois à l'eau distillée, puis séchées à l'air libre.

## Chapitre II : Partie pratique

➤ Pour la préparation des billes mixtes alginate-nano, (5% m/v) de nano ajouté lentement dans la solution d'alginate, cette suspension est agitée, pour une bonne dispersion des particules dans la suspension, ensuite, le même protocole suivi pour la réticulation dans le bain de  $\text{CaCl}_2$  4%, les billes sont préparés à température ambiante, ce protocole est représenté dans la figure II.8.





**Figure II.8** : étape de préparation des Billes d'alginate de ZnONPs

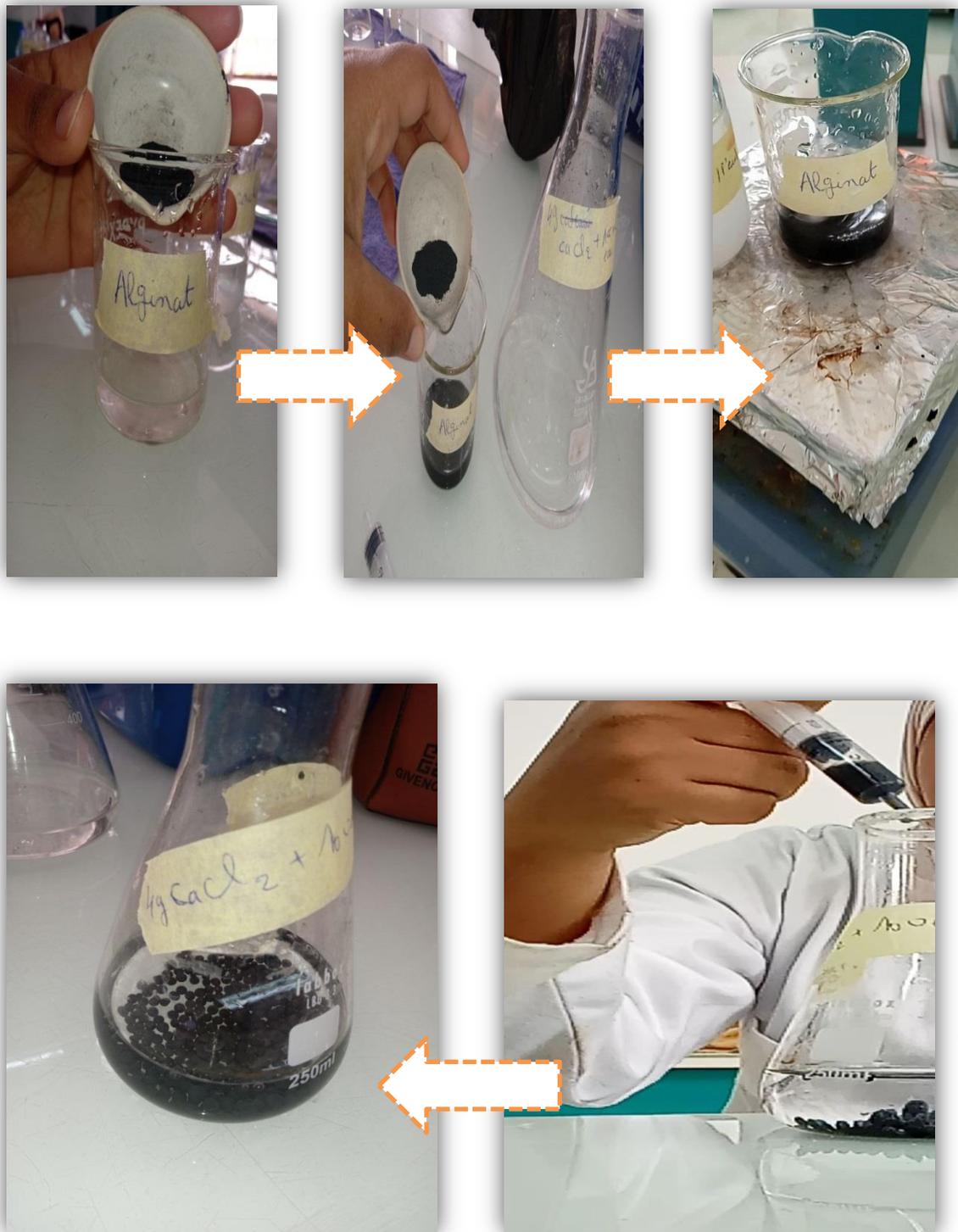


Figure II.9: étape de préparation des Billes d'alginate de CuONPs

### II.9. Traitement d'huile lubrifiante usagée (15w40) :

15 mL d'huile lubrifiante usagée ont été placés dans un bécher en verre de 250 mL. Ensuite, 45 mL de solution de n-butanol ont été ajoutés pour dissoudre l'huile usagée, ainsi que 2 g de

KOH. Ensuite, prendre 45 mL de solution de n-butanol et les mélanger avec l'huile, en remuant uniformément. Le KOH est incorporé progressivement dans le mélange d'huile usagée et de n-butanol afin d'éviter la formation de sel et pour neutralisé le milieu. Une fois que tout est mélangé, on agite uniformément pendant 1 heure à une température de 60 °C en utilisant l'agitateur magnétique.. Ensuite, on filtre par un entonnoir Büchner et une pompe à vide. En fin, on effectue un processus d'évaporation pour éliminer le n-butanol du mélange. traitement des déchets d'huile lubrifiante pour obtenir une nouvelle huile lubrifiante peut être visualisé dans la Figure II.10[81].

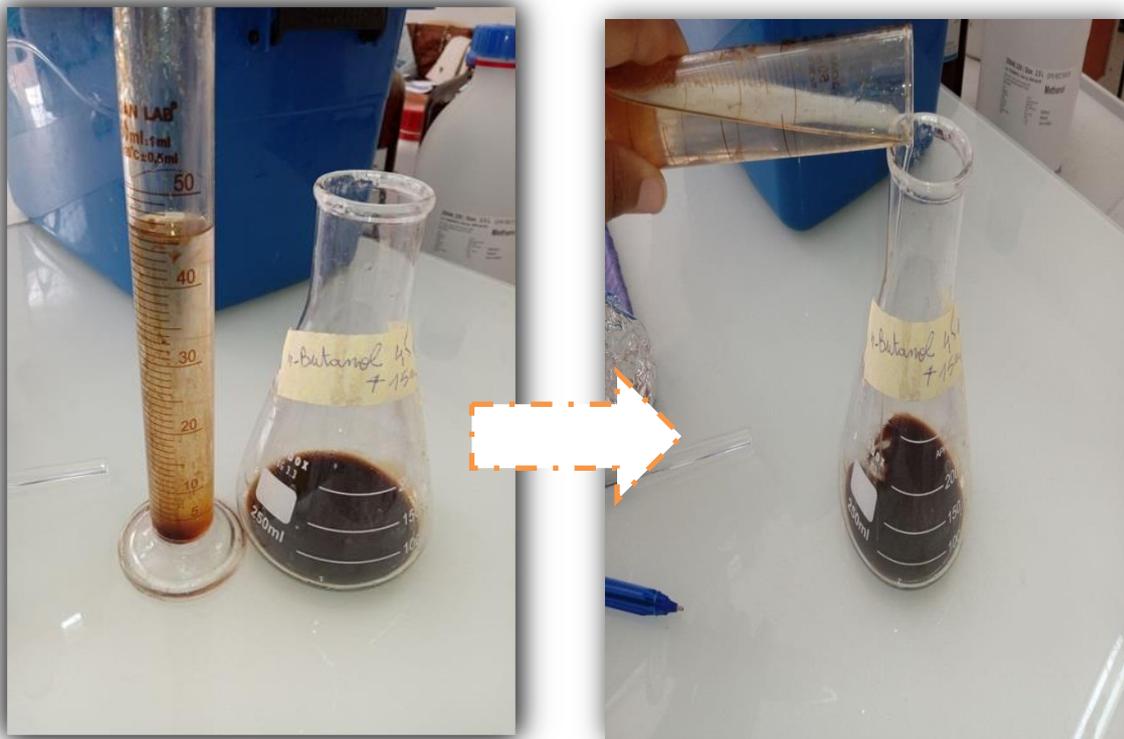




Figure II.10: traitement d'huile lubrifiante usagée pour obtenir une nouvelle huile

Lubrifiante

### II.9.1. Les Application des ZnONPs et CuONPs sur L'huile Lubrifiant usagée (15w40) :

Une petite quantité de ZnONPs est ajoutée à une quantité d'huile après avoir séparé évaporé le butanol. L'échantillon est ensuite laissé sur un agitateur magnétique sous un source de (lumière ultraviolette (UV) ou Lumière du soleil) pendant une journée complète. À la fin de cette période, nous remarquons que l'huile a changé de couleur, passant du noir au marron clair, Après comme le montrent les photos suivantes. Ensuite, on filtre à l'aide d'un entonnoir Büchner et d'une pompe à vide. Ce processus de filtration est répété plusieurs fois jusqu'à ce que la suspension solide soit complètement éliminée. Ensuite, on effectue un processus de centrifugation pour récupérer les nano poudres pour obtenir une nouvelle huile lubrifiante peut être visualisé dans la Figure II.11.

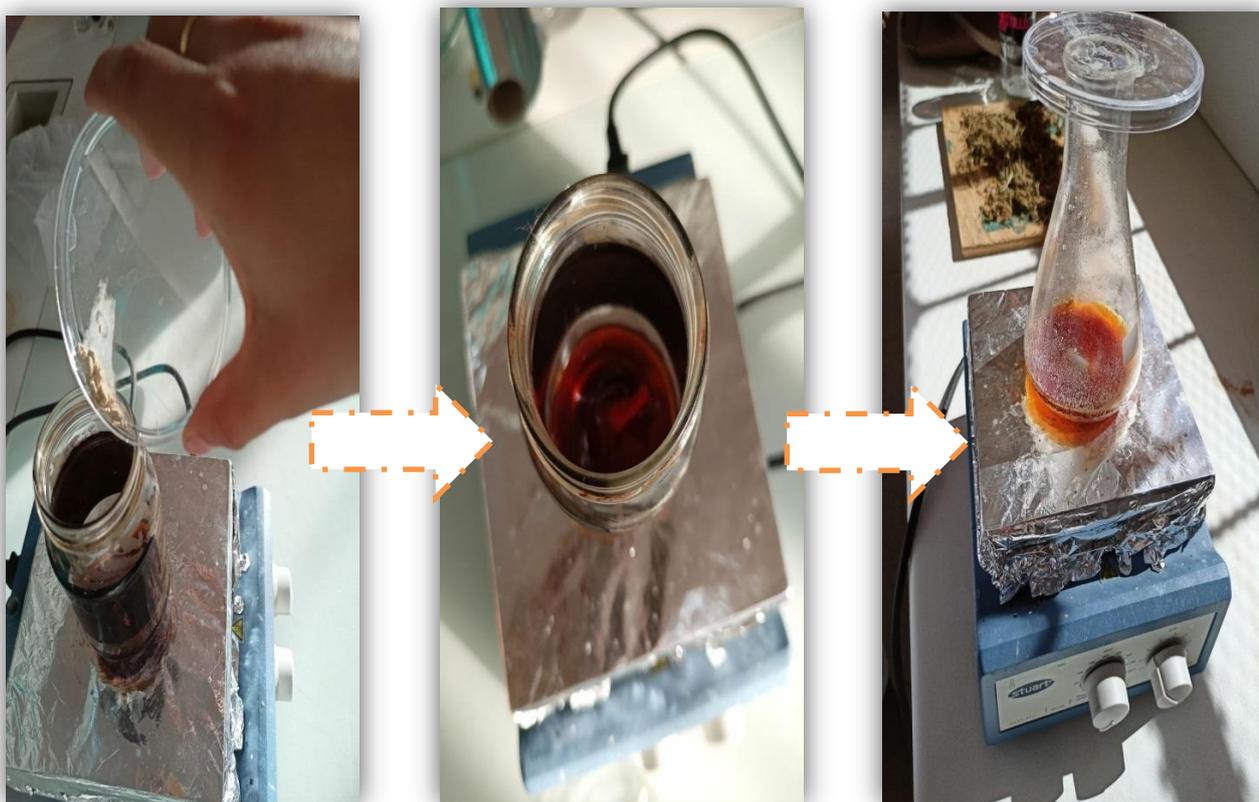


Figure II.11 : Etape d'application ZnONPs sur l'huile

Même méthode nous ajoutons CuONPs, les billes composites ZnONPs, les billes composites CuONPs et les billes composites magnétiques au lieu de ZnONPs, Comme le montrent les photos suivantes.



Figure II.12 : Etape d'application CuONPs sur l'huile

### II.9.2. Les Applications des Billes D'alginate sur L'huile Lubrifiant usagée (15w40) :

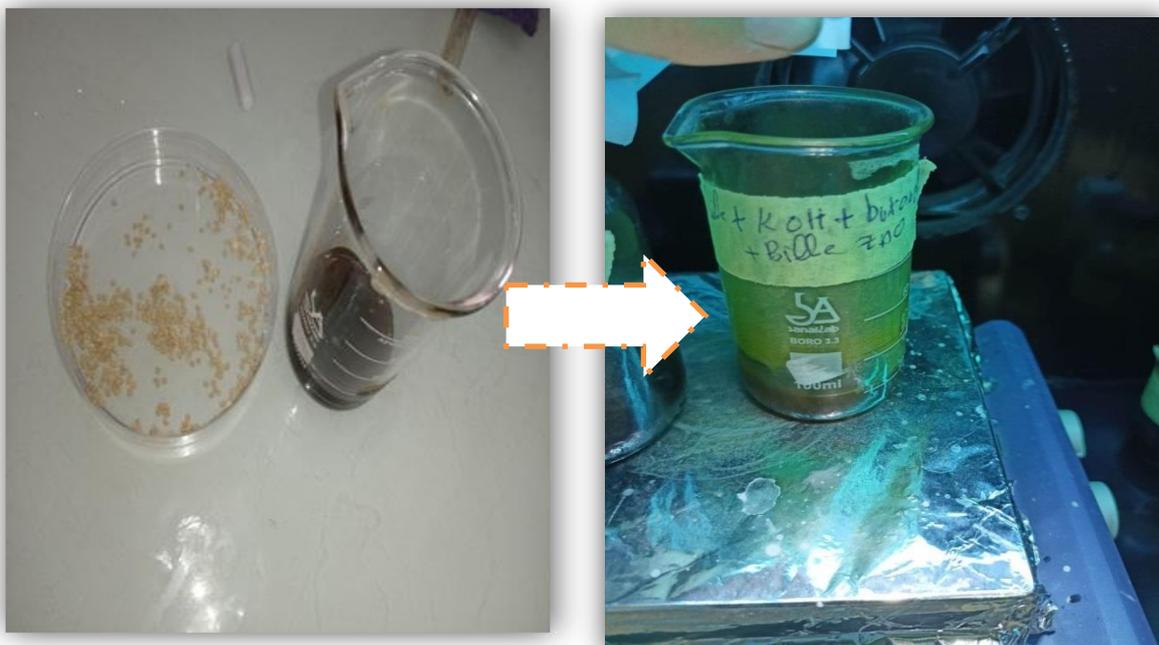


Figure II.13 : Etape d'application des billes ZnO sur l'huile



Figure II.14 : Etape d'application des billes CuO sur l'huile

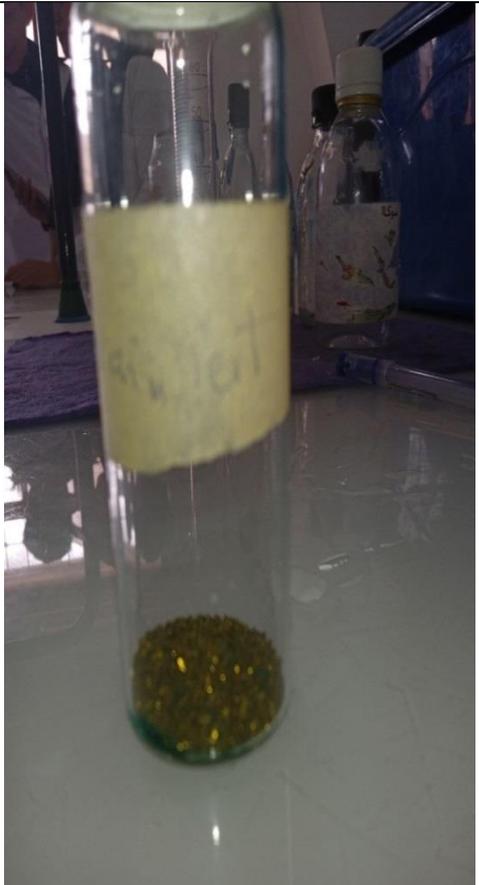
## II.10. Etude de la photodégradation d'un colorant textile

### II.10.1. Préparation de la solution Coloré Vert Brillant VB:

Nous sommes intéressés à la photodégradation d'une colorante cationique Verte Brillant VB par la poudre brute et activé des feuilles Nerium Oleander.

Le vert brillant, également connu sous le nom de (vert losange B ou vert aniline), a été sélectionné comme colorant modèle dans cette étude. Il appartient à la classe chimique des triphénylméthanes et est classé comme un colorant cationique ou basique.

Tableau II.2 : Propriétés de vert Briante

<b>Colorant</b>	<b>Verte Brillant VB</b>	
<b>Structure chimique</b>		
<b>Formule chimique</b>	$C_{27}H_{34}N_2O_4S$	
<b>Masse molaire (g/mol)</b>	482,63	
<b>Longueur d'onde maximale <math>\lambda_{max}</math> (nm)</b>	['625nm, 428nm']	
<b>Charge</b>	(+)*	
<b>Solubilité dans l'eau</b>	Oui	

Pour l'élaboration de solutions aqueuses, les colorants ont été utilisés tel qu'il a été fourni sans aucune purification préalable. Les solutions sont préparées en dissolvant des quantités appropriées du colorant dans de l'eau distillé pour la préparation de la solution mère.

Pour déterminer la concentration de la solution préparée, nous utilisons la formule de dilution suivante :  $C_1 V_1 = C_2 V_2$ .

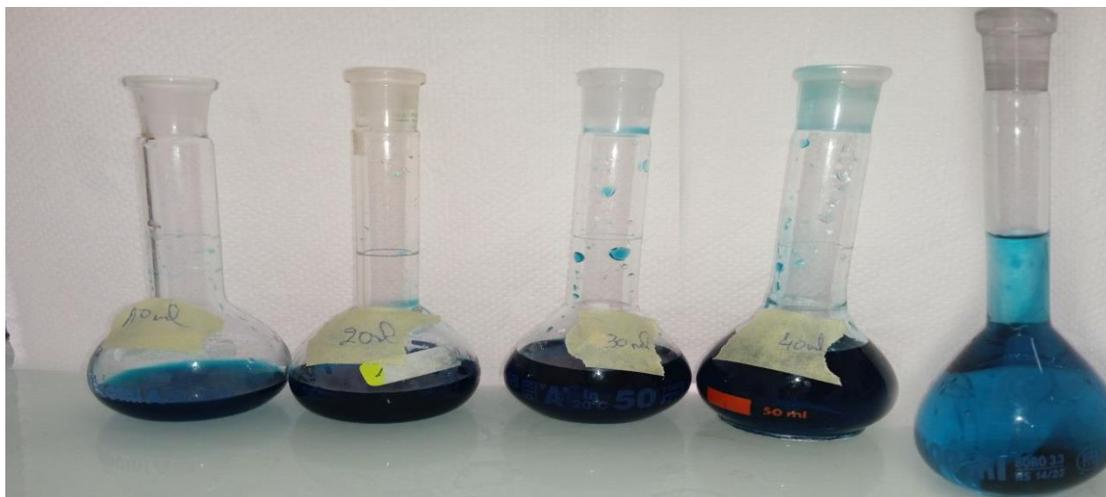
$C_1$  : représente la concentration de la solution mère en mg/L.

$V_1$  : est le volume de la solution mère prélevé, exprimé en litres.

$C_2$  : correspond à la concentration de la solution fille en mg/L.

$V_2$  : est le volume de la solution mère fille, également exprimé en litres.

Dans notre cas, à partir d'une concentration de 100 mg/L, nous avons utilisé 4 flacons à des concentrations différentes de  $V_B$ , comme indiqué dans la figure suivante.



**Figure II.15:** Solution mère et les solutions fille de VB

**Tableau II.3:** conversion la concentration de mol/L à mg/L.

	C1	C2	C3	C4
C mg/L	200	400	600	800

### II.10.2. protocole de la photodégradation du VB :

Les tests de photo dégradation ont été réalisés à différents temps de contact dans un intervalle de 1-60 min (toutes les demi-heures jusqu'à l'atteint de l'équilibre), la valeur initiale du pH, la température, le volume de la solution colorant est maintenu constant (température ambiante 20°C, pH=6.8, V=50 ml), avec une agitation continu sous irradiation UV. Les échantillons prélevés sont centrifugés à 4000 rpm pendant 10 min. Les mesures d'absorbance ont été réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde d'absorption maximale pour le VB ( $\lambda = 625$  nm). La concentration résiduelle est calculée en utilisant la courbe d'étalonnage. Le rendement d'élimination (R%) est déterminé en utilisant la relation suivante :

$$R\% = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100$$

Avec

R : Le taux élimination (%)

$C_0$  : Concentration initiale en colorant à  $t = 0$  en (mg/L)

$C_t$  : Concentration du soluté à l'instant  $t$  (mg/L).



**Figure II.16:** Application des CuONPs, ZnONPs et les billes dans la photodégradation

## **II.11.Caractérisations des huiles Lubrifiantes (15w40) :**

### **II.11.1.Viscomètre**

#### **II.11.1.1.Définition de la viscosité :**

La viscosité est une caractéristique physique des fluides qui mesure leur résistance à l'écoulement. Elle représente la friction interne entre les différentes couches de fluide lorsque celui-ci est soumis à une contrainte ou à une force de cisaillement. En d'autres termes, la viscosité indique la facilité ou la difficulté avec laquelle un fluide peut se déplacer.

Il existe deux principaux types de viscosité :

1. Viscosité dynamique (ou viscosité absolue) : Elle mesure la résistance au cisaillement d'un fluide lorsque les couches de fluide se déplacent les unes par rapport aux autres. Elle est généralement mesurée en unités telles que les pascal-secondes (Pa·s) ou le poise (P).
2. Viscosité cinématique : Elle est définie comme la viscosité dynamique divisée par la densité du fluide. Elle est souvent utilisée pour comparer la viscosité de différents fluides, en particulier lorsque la densité varie. Les unités courantes de la viscosité cinématique sont le mètre carré par seconde ( $m^2/s$ ) ou le centistoke (cSt).

#### **II.11.1.2.SVM Viscosimètre :**

Le "SVM Viscosimètre" est un type spécifique de viscosimètre développé par Anton Par, une entreprise spécialisée dans les instruments scientifiques et de laboratoire. SVM signifie "Stabinger ViscosimètreMeasurement", faisant référence à la méthode de mesure de la viscosité utilisée par cet appareil.

Le SVM Viscosimètre utilise le principe de la méthode Stabinger pour mesurer la viscosité des liquides, y compris les huiles. La méthode Stabinger est une technique qui utilise à la fois la mesure de la densité et de la viscosité pour obtenir des résultats précis. Elle est basée sur la détermination du temps d'écoulement d'un liquide à travers un capillaire à une température donnée. Le SVM

Viscosimètre mesure à la fois la densité et la viscosité en utilisant une cellule de mesure spéciale [82]. Cet instrument est fréquemment employé dans l'industrie pétrolière, l'industrie

chimique et divers autres secteurs nécessitant une mesure précise de la viscosité des liquides. Il est réputé pour sa fiabilité, sa précision et sa convivialité



Figure II.17 : SVM Viscosimètre

## II.12. Caractérisations des nanoparticules formées :

### II.12.1. Diffraction des rayons X(DRX) :

Diffraction des rayons X (DRX) est une méthode largement employée pour déterminer la structure cristalline des matériaux. Elle exploite le phénomène de diffraction des rayons X lorsqu'ils interagissent avec un échantillon cristallin. Pour réaliser cette technique, un diffractomètre est utilisé, un appareil spécialement conçu pour mesurer les angles et les intensités des rayons X diffractés par l'échantillon. En analysant les intensités des rayons X diffractés à différentes positions angulaires, on peut obtenir des informations précieuses sur la structure cristalline du matériau étudié.

Les données de diffraction des rayons X sont communément représentées sous forme de diffractogrammes, qui mettent en évidence des pics d'intensité à des angles particuliers. Ces pics sont associés aux distances entre les atomes dans la structure cristalline. Grâce à l'utilisation de modèles mathématiques et de techniques d'analyse avancées, il est possible de déterminer la structure cristalline, y compris les positions atomiques précises et les distances entre les atomes. Cette approche permet une caractérisation approfondie des matériaux et joue

un rôle essentiel dans divers domaines tels que la recherche en chimie, la science des matériaux et la cristallographie. [83]

➤ **Principe:**

Le principe fondamental de la diffraction des rayons X (DRX) est basé sur la nature ondulatoire des rayons X lors de leur interaction avec un échantillon cristallin.

Lorsque les rayons X frappent un cristal, ils sont diffractés par les atomes qui le composent. Selon la disposition périodique des atomes dans le cristal, les rayons X diffractés vont interagir de manière constructive ou destructive.

L'équation de Bragg est utilisée pour décrire le phénomène de diffraction des rayons X. Elle établit une relation entre l'angle de diffraction ( $\theta$ ), la longueur d'onde des rayons X ( $\lambda$ ) et la distance interplanaire ( $d$ ) entre les plans atomiques du cristal:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta)$$

Dans cette équation,  $n$  est un nombre entier correspondant à l'ordre de diffraction,  $\lambda$  représente la longueur d'onde des rayons X,  $d$  désigne la distance interplanaire, et  $\theta$  représente l'angle de diffraction [84].

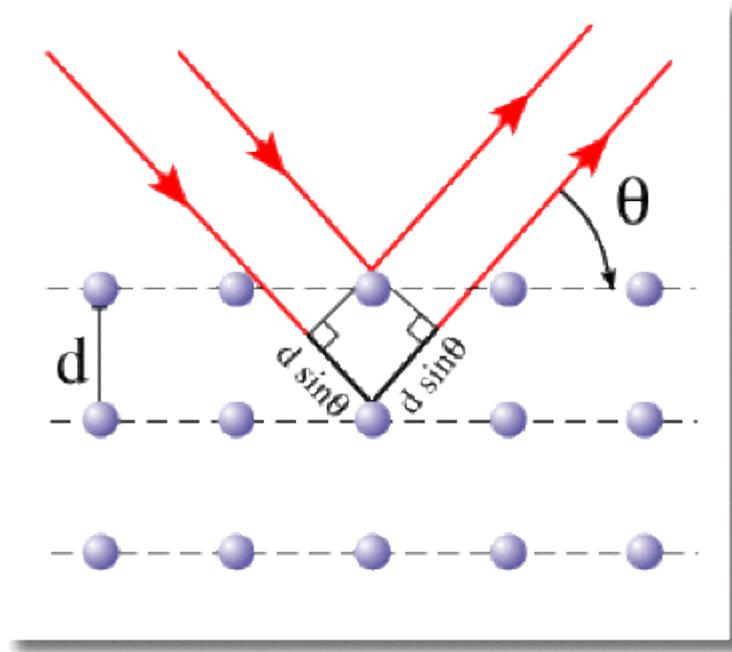


Figure II.18 : Illustration de la loi de Bragg

**Appareillage:**

Nous utilisons un diffractomètre pour l'analyse des échantillons et la marque est "PANalytical EMPYREAN " L'instrument équipé du détecteur à scintillation LYNXEYE et d'un rayonnement Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$ ) Les échantillons ont été exposés à une tension de 30 kV et un courant de 10 mA. Ils ont été positionnés dans un porte-échantillon et scannés sur une plage angulaire allant de 25 à 40°.



**Figure II.19 :** photo de diffractomètre DRX

### **II.12.2. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) :**

Le microscope électronique à balayage (MEB), également connu sous le nom de microscope électronique à balayage (SEM), est un instrument largement utilisé dans le domaine de la recherche scientifique pour l'examen d'échantillons à une échelle microscopique. Contrairement aux microscopes optiques conventionnels qui utilisent la lumière pour produire des images, le MEB utilise un faisceau d'électrons pour générer des images à haute résolution des échantillons. Cette technologie permet d'obtenir des informations détaillées sur la structure et la composition des échantillons, ce qui en fait un outil puissant pour l'observation et l'analyse microscopique.

#### **➤ Principe:**

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet l'observation détaillée d'une portion de la surface d'un échantillon en utilisant un faisceau électronique de quelques nanomètres de diamètre. Son objectif principal est d'analyser la morphologie et la taille des particules présentes dans l'échantillon. Grâce à sa haute résolution et sa capacité à produire des images en trois dimensions, le MEB est utilisé dans de nombreux domaines de recherche pour l'étude

des matériaux, des nanotechnologies, de la biologie cellulaire, et d'autres domaines où une analyse précise de la structure et de la topographie des échantillons est essentielle.

La MEB offre des niveaux de grossissement bien supérieurs à ceux obtenus avec la microscopie optique visible, allant de 35 à 100 000. De plus, elle présente une profondeur de champ importante, ce qui permet l'observation d'échantillons présentant des surfaces rugueuses.

Le microscope électronique à balayage (MEB) fonctionne en irradiant l'échantillon avec un faisceau d'électrons focalisé dont l'énergie est généralement comprise entre 5 et 20 kiloélectronvolts (keV). Les électrons qui sont émis par l'échantillon suite à cette interaction sont ensuite détectés.

Dans un MEB, le faisceau est focalisé de manière à obtenir une sonde d'un diamètre compris entre 1 et 0,1 micromètre. Cette sonde balaye une surface carrée de l'échantillon, Le niveau de grossissement dans un microscope électronique à balayage est déterminé par le rapport entre la taille de l'image affichée par le microscope et la taille de la zone balayée de l'échantillon.

La capacité de résolution du MEB est déterminée par la taille de la sonde (faisceau) utilisée et la taille du volume d'interaction, qui varie en fonction du signal utilisé. Lorsque les électrons primaires émis par le canon à électrons interagissent avec la surface de l'échantillon dans un microscope électronique à balayage, certains d'entre eux sont diffusés de manière élastique, créant des électrons rétrodiffusés. D'autres électrons transfèrent leur énergie cinétique aux atomes de l'échantillon, provoquant leur ionisation et l'émission d'électrons secondaires. Ces électrons secondaires ont une énergie relativement faible, généralement quelques dizaines d'électronvolts (eV), et proviennent principalement des couches superficielles de l'échantillon. Lorsque les atomes ionisés se désexcitent, cela peut entraîner l'émission de photons X (émission secondaire) ou d'électrons Auger [85].

Les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires émis par l'échantillon sont collectés de manière sélective par des détecteurs qui envoient un signal à un écran cathodique. Le taux d'électrons atteignant le détecteur dépend de la morphologie de la surface (Figure II.20), ce qui permet d'obtenir des informations topographiques sur l'échantillon.

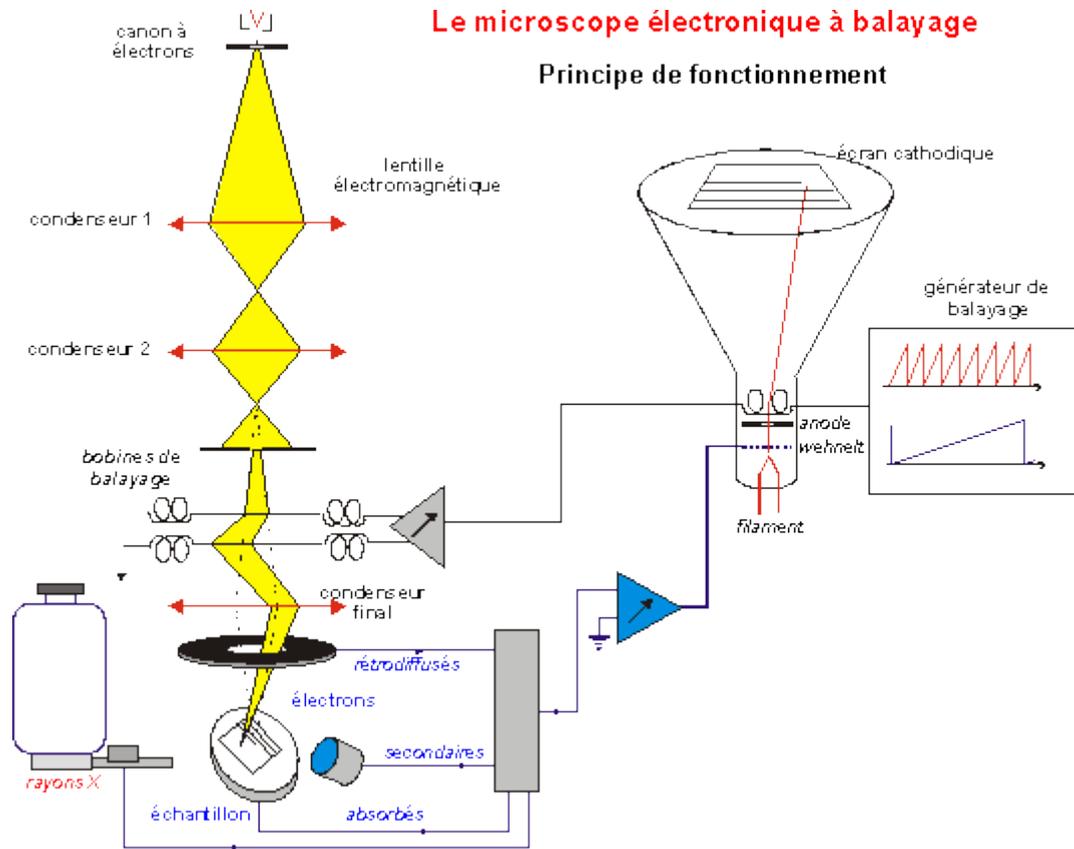


Figure II.20: Schéma de fonctionnement d'un MEB

**Appareillage:**

Nous utilisons le microscope électronique à balayage en champ proche (MEB) avec une tension d'accélération de 30 kV (FigII.21) pour analyser nos échantillons. Cela nous permet

de déterminer la morphologie et la taille des nanoparticules obtenues.



**Figure II.21:**Appareille de MEB couplé à l'EDX

### **II.12.3. Diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta :**

Les nanoparticules ont été examinées pour leur taille et leur charge de surface à l'aide d'un analyseur de taille de particules (Malvern, Royaume-Uni) par DLS et potentiel zêta.

Les mesures de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et du potentiel zêta ont été réalisées à l'aide du Malvern ZetaSizer (ZS 90, États-Unis). Les mesures ont été effectuées en utilisant un spectromètre Bruker Tensor.

---

## **Chapitre III**

# **Résultats et Discussion**

---

### III.1. Introduction

Ce chapitre est entièrement dédié à la présentation des résultats des diverses analyses (viscosimètre, densité, point d'éclair, couleur) qui ont été réalisées sur l'huile lubrifiante neuve, usagée et traitée, et des résultats d'une biosynthèse respectueuse de l'environnement de nanoparticules d'oxyde de zinc utilisant des extraits de la plante Nerium Oleander comme bioréducteurs, ainsi que des résultats de synthèse chimique de nitrate de cuivre.

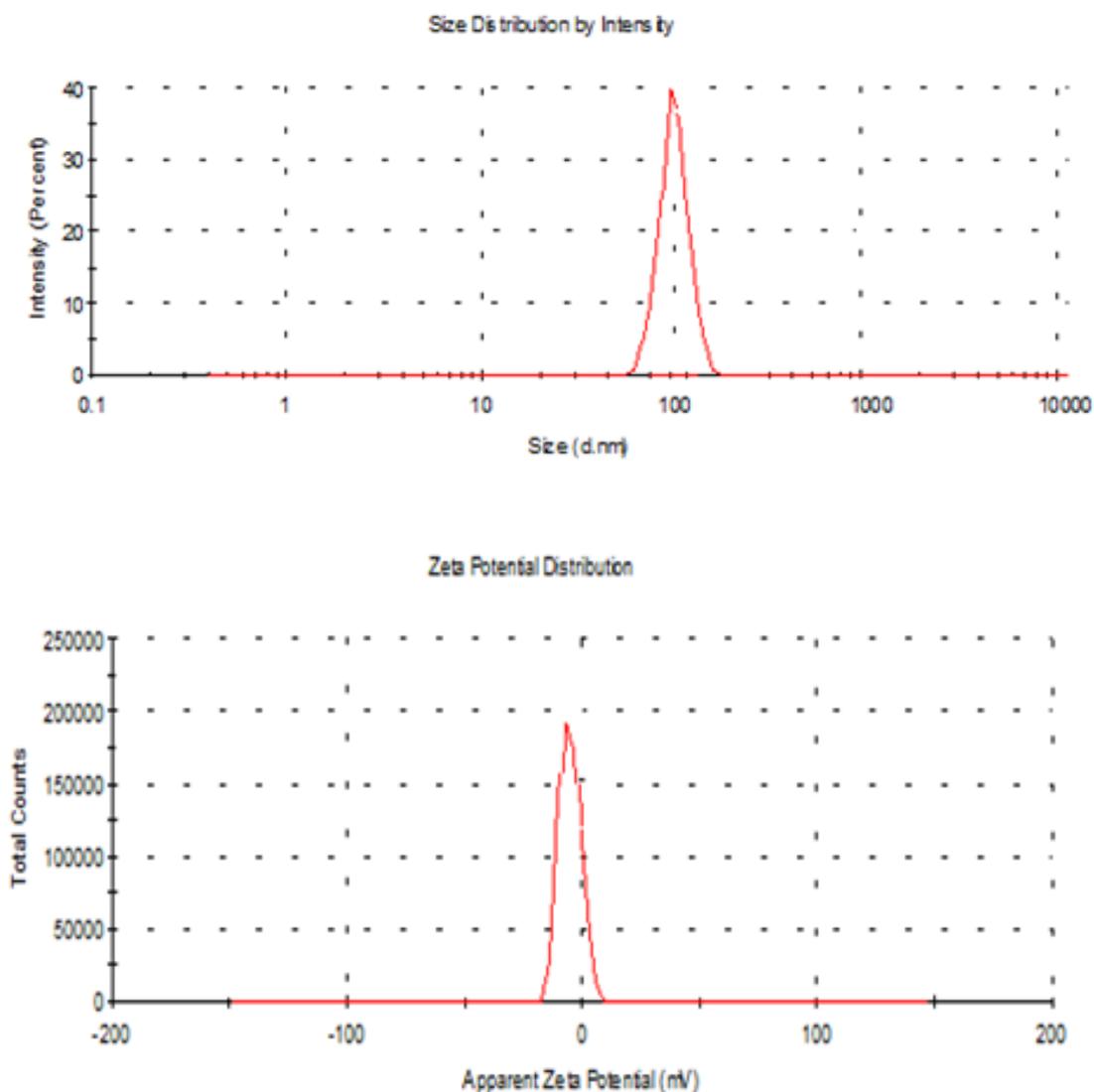
Les NPs de oxyde de zinc et les NPs de nitrate de cuivre préparés ont été caractérisés en utilisant la Diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta. La Diffraction des rayons X et Le microscope électronique à balayage (MEB, SEM), Énergie dispersive des rayons-X (EDX).

### III. 2. Caractérisation des nanoparticules et Billes ZnO et des nanoparticules et Billes CuO :

#### III. 2.1. Analyse de la diffusion dynamique de la lumière (DLS) et du potentiel zêta :

##### ZnO :

Les diamètres hydrodynamiques, les potentiels zêtas des nanoparticules de ZnO synthétisées ont été déterminés par analyse DLS et Zêta seize. L'histogramme de distribution de taille de la DLS a montré que les diamètres hydrodynamiques moyens des nanoparticules de ZnO mesuraient 115nm (Figure III.1 a). Les nanoparticules de ZnO ont montré des potentiels zêta de -6.89 mV (Figure III.1 b). Il est connu qu'une faible charge négative provoque l'agrégation des nanoparticules par répulsion électrostatique et diminue la stabilité des particules [86].



**Figure III.1:** (a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de ZnO synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta.

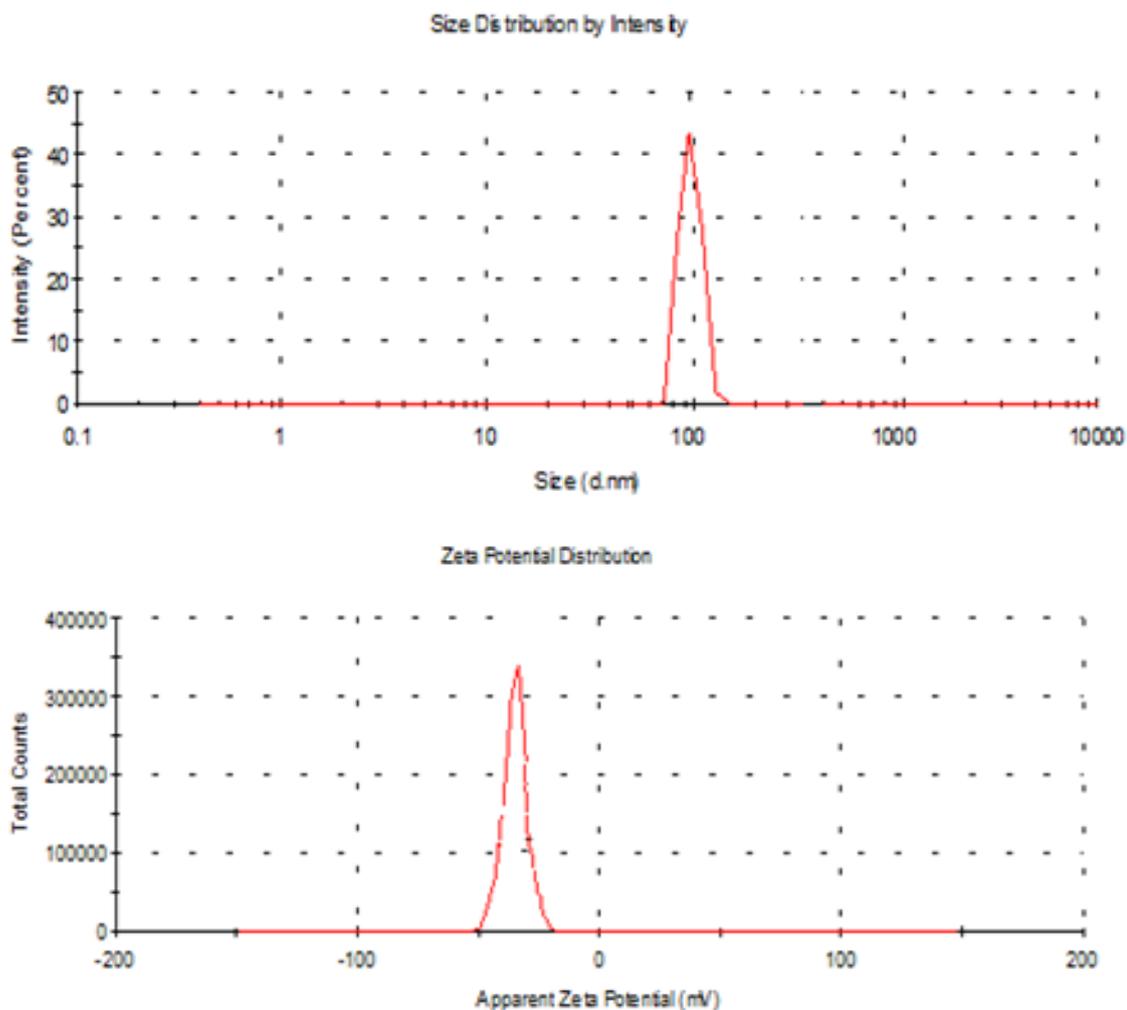
**Tableau III.1:** Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta

T	Size	Z-Average	PdI	ZP	Mob	Cond
°C	d.nm	d.nm		mV	$\mu\text{mcm/Vs}$	mS/cm
25	98.50	115	1			
25				-6,89	-0,5528	0,449

**CuO :**

Le potentiel zêta et la distribution de taille des particules des CuO-NPs (10 mL) synthétisées chimiquement sont étudiés par la technique de diffusion dynamique de la lumière (DLS), qui permet de déterminer le rayon hydrodynamique en considérant chaque particule comme une sphère distincte en mouvement brownien [87]. L'analyse DLS permet de déterminer l'épaisseur des nanoparticules métalliques. On observe une plage fine de distribution des tailles de particules, avec une taille moyenne calculée de 126 nm pour les CuO-NPs, comme présenté dans la figure III.2 (a)

Les valeurs de potentiel zêta (ZP) exposent des détails concernant la charge de la surface et la stabilité des échantillons. La figure III.2 (b) montre que la valeur moyenne de ZP pour les nanoparticules de CuO est de -33,8 mV. En effet, des valeurs de ZP supérieures à +30 eV ou inférieures à -30 eV indiquent une forte charge, ce qui provoque une répulsion entre les particules pour prévenir leur coalescence et leur agrégation [88]. Les nanoparticules de CuO présentent une bonne stabilité, ce qui est clair avec la valeur de ZP de -33,8 mV. La valeur négative élevée du ZP confirme que les particules de revêtement présentes à la surface des nanoparticules de CuO sont composées de groupes chargés négativement et contribuent à la stabilité modérée des nanoparticules.



**Figure III.2:** (a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de CuO synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta.

**Tableau III.2 :** Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta

T	Size	Z-Average	PdI	ZP	Mob	Cond
°C	d.nm	d.nm		mV	μmcm/Vs	mS/cm
25	97.4	126	1			
25				-33,8	-2,711	3,1

### III.2.2. Diffraction des Rayons X (DRX) des Nanoparticule CuO :

L'objectif c'est la vérification que la poudre résultante est formée par les nanoparticules d'oxyde de zinc. Les expériences de diffraction des rayons X fournissent une liste de pics (ou raies) de diffraction, chaque pic correspond à une famille de plans réticulaire d'indice (hkl). L'identification de la phase et de ses paramètres de maille est ensuite réalisée par comparaison avec les bases de données répertoriées sur les fichiers J.C.P.D. La caractérisation DRX a été faite en utilisant un diffractomètre où un rayonnement X provenant de l'émission  $K\alpha$  du cuivre, de longueur d'onde  $\lambda=1.5405 \text{ \AA}$

La diffractogrammes des échantillons de CuO synthétisés par méthode chimique (figures III.3) a confirmé la présence de la phase monoclinique des nanoparticules de CuO. Les pics de diffraction à des angles  $2\theta$  spécifiques ont été observés  $35,25^\circ$ ,  $38,91^\circ$ ,  $47,50^\circ$ ,  $48,92^\circ$ ,  $61,67^\circ$  et  $66,5^\circ$ . Ces angles correspondent aux plans (002), (111), (200), (202), (220) et (113) respectivement, qui correspondent aux plans cristallins spécifiques de cette phase. L'intensité et les positions des pics de diffraction observés dans le diagramme XRD sont en bon accord avec les valeurs rapportées et trouvées dans le dossier #05-661 du JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards). La phase monoclinique de CuO est caractérisée par les paramètres de maille suivants (numéro de carte JCPDS 45-0937) :  $a = 4.8535 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.358 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.17 \text{ \AA}$  et  $\beta = 98.55^\circ$ . Cet accord indique que les nanoparticules de CuO synthétisées possèdent une structure cristalline bien définie et présentent un comportement de diffraction caractéristique compatible avec la phase monoclinique de CuO.

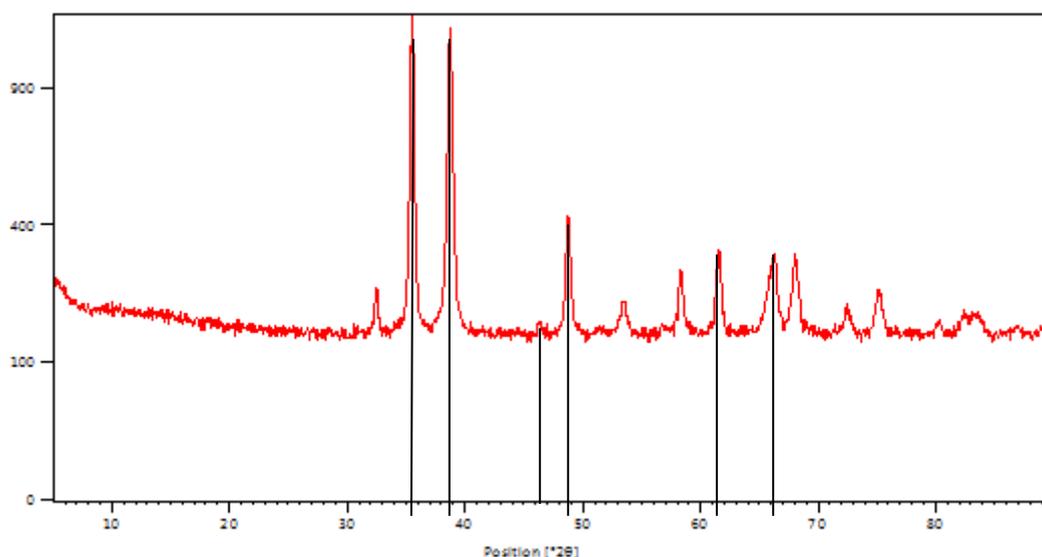
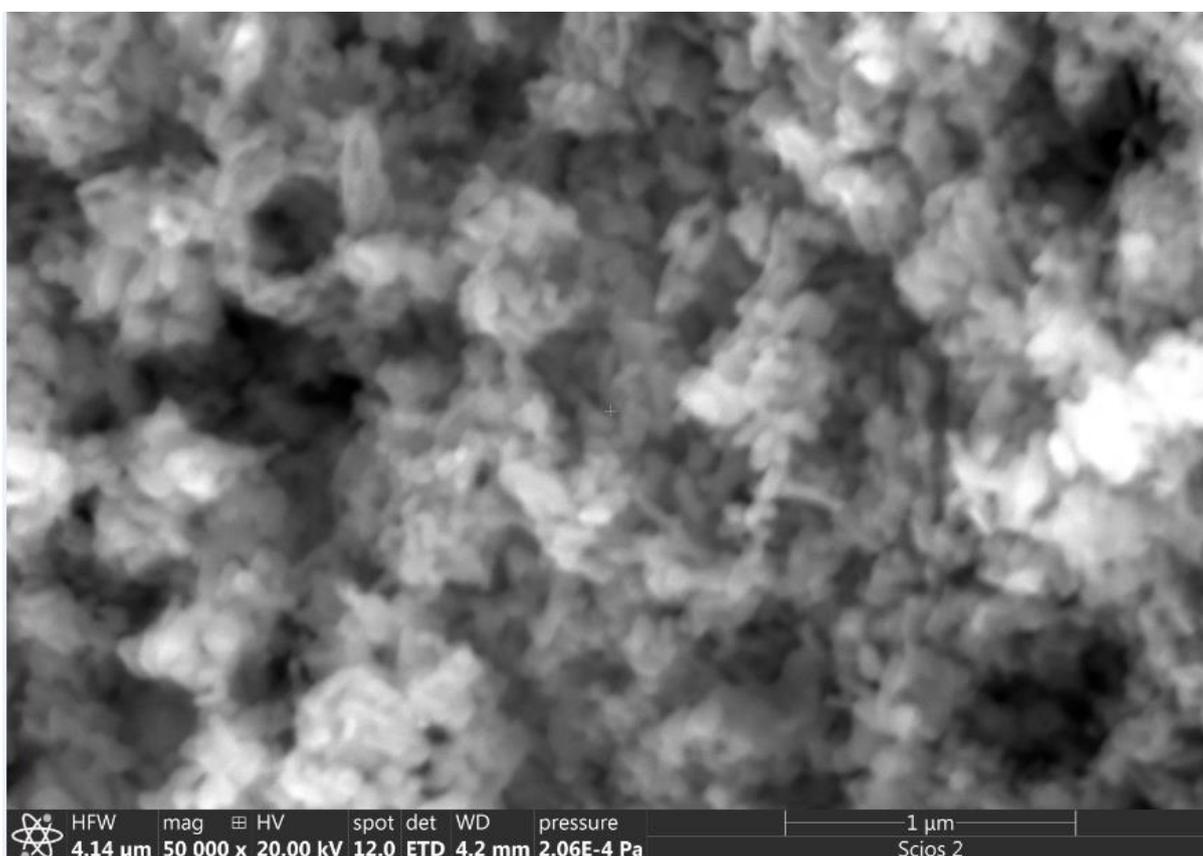


Figure III.3: Diffraction des rayons X des nanoparticules de CuO

Les résultats obtenus sont cohérents avec les résultats présentés dans le travail de Bentardjallah et Hattabi[89].

### III.2.3. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) de des Nanoparticule CuO :

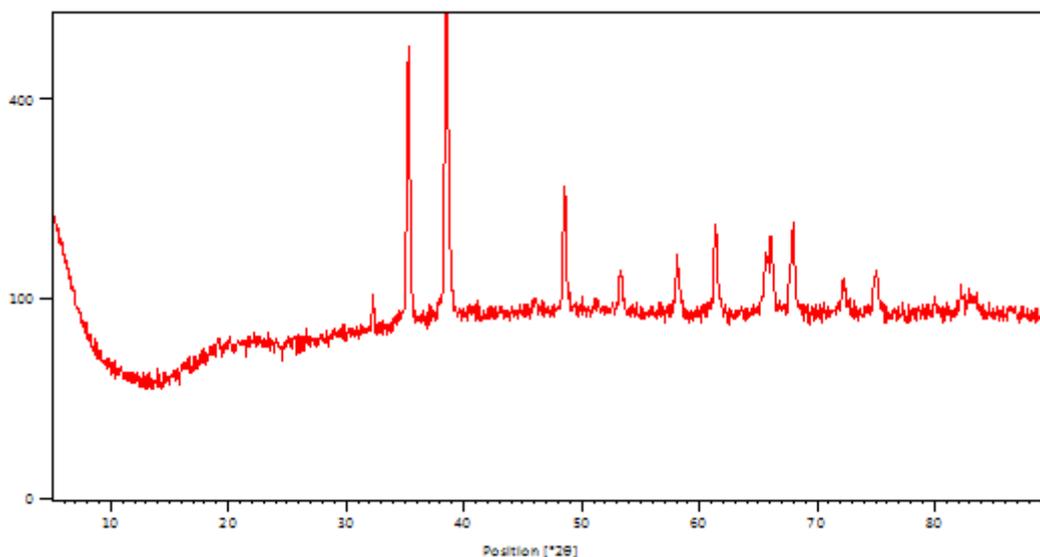
L'étude morphologique des nanoparticules (NP) de CuO synthétisées a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). La figure III.4 présente des images morphologiques des NP de CuO synthétisées, mettant en évidence leur agglomération sous forme d'amas sphériques dispersés. Ces observations confirment également que les particules sont de petite taille.



**Figure III.4:** Image au microscope électronique à balayage (MEB) des nanoparticules de CuO

### III.2.4. Diffraction des Rayons X (DRX) des Billes CuO :

Le modèle XRD des nanoparticules de cuivre préparées présentées sur la figure III.5 indique une phase unique avec une structure cristalline monoclinique.

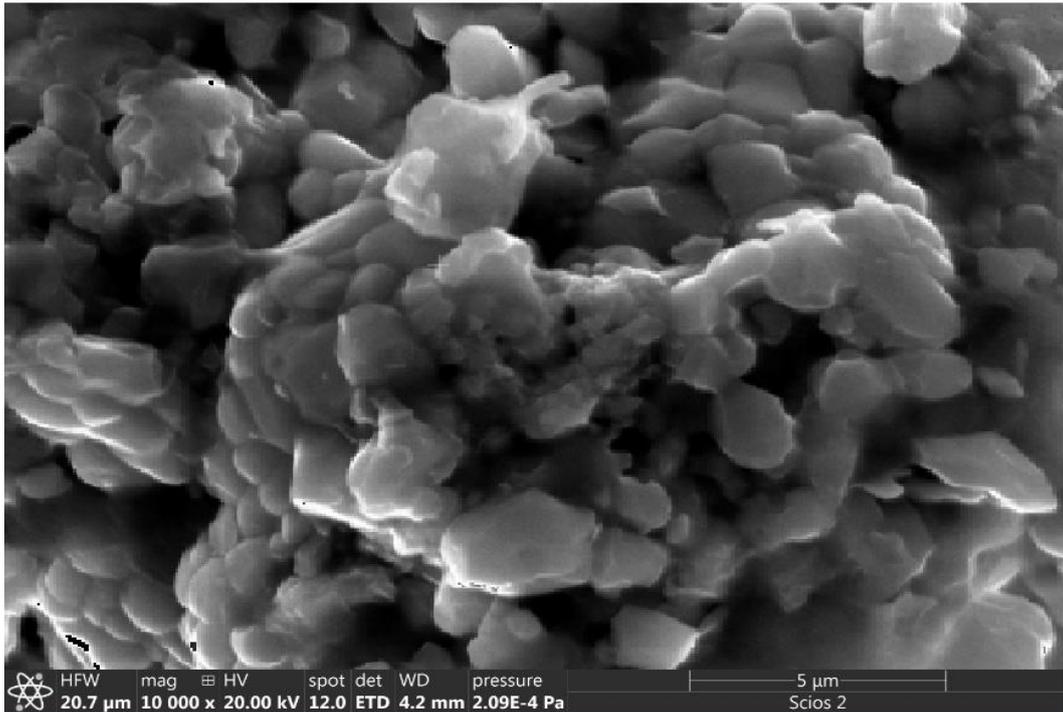


**Fig. III.5:** Diffraction des rayons X des nanoparticules des billes de NPs-CuO

### **III. 2.5. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) des Billes CuO :**

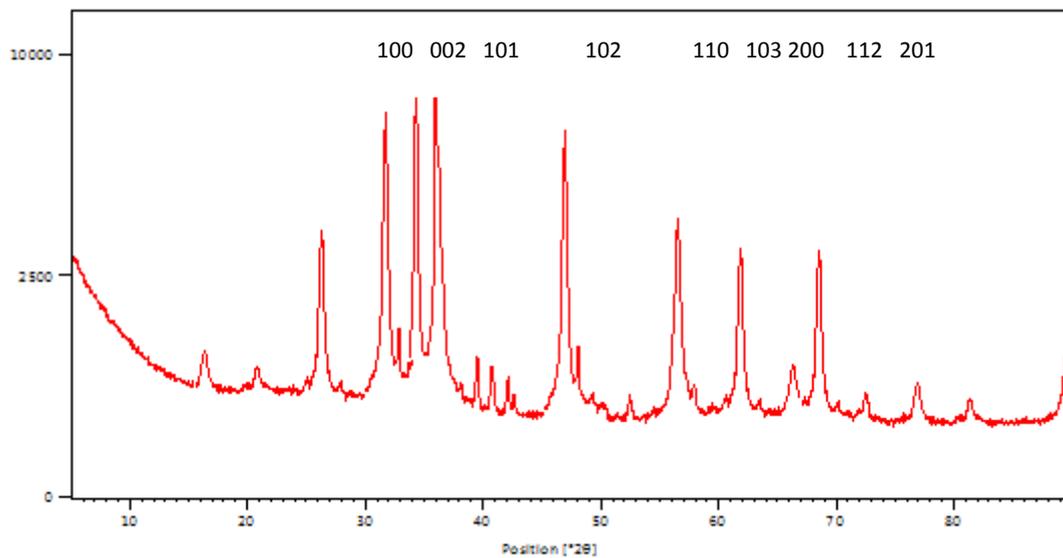
L'analyse d'image MEB de billes de CuO consiste à examiner la morphologie de surface, la distribution des particules et la texture générale de l'échantillon. Ce qui suit est une analyse générale de l'image MEB d'une sphère de CuO pour la Fig. III.6:

L'image MEB de la morphologie de surface de la sphère CuO à haute résolution montre un rugosité, la présence d'irrégularités et des fissures a été évaluées. La morphologie de surface peut fournir des informations sur le processus de fabrication et la qualité du grain de CuO.



**Figure III.6 :** Image au microscope électronique à balayage (MEB) des Billes de CUO

### III.2.6. Diffraction des Rayons X (DRX) des Nanoparticule ZnO :

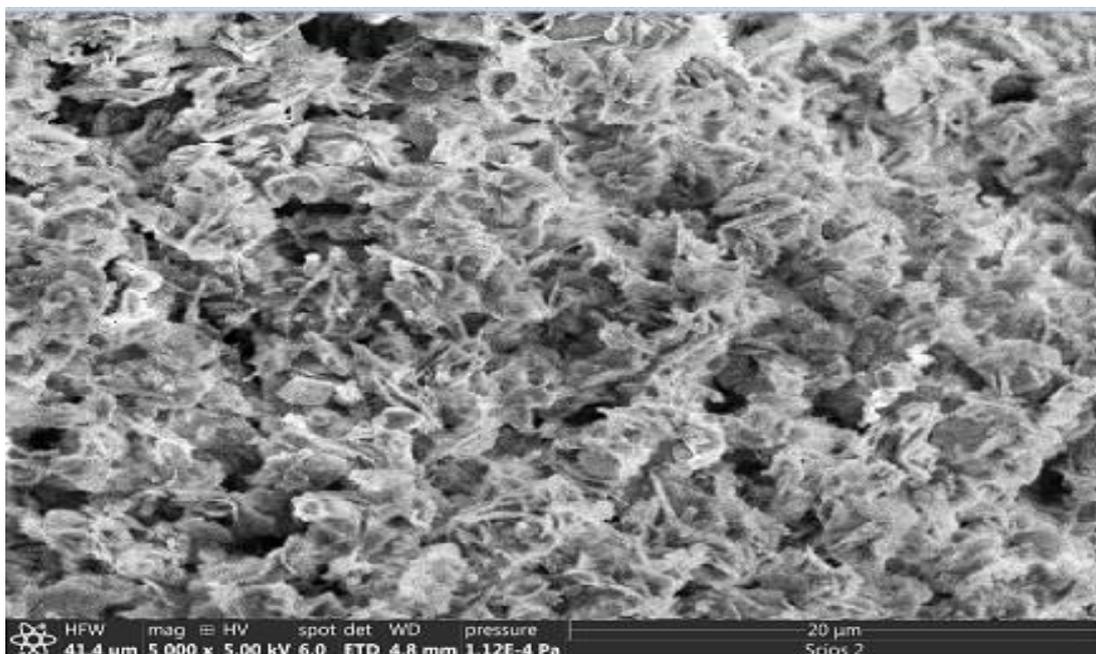


**Figure III.7 :** Diffraction des rayons X des nanoparticules de ZnO

La diffractogrammes des échantillons de CuO synthétisés par méthode chimique (figures III.7) a confirmé la présence des pics de diffraction à  $2\theta = 31.2^\circ, 34.2^\circ, 36^\circ, 48^\circ, 56.48^\circ, 61.90^\circ, 66.13^\circ, 68.37^\circ, 72.99^\circ$  sont attribués respectivement aux plans cristallins suivants: (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201) qui correspondent à ceux de ZnO de structure hexagonale wurtzite (JCPDS 36-1451). Tous les pics sont intenses, nets et fins, affirmant la bonne cristallinité des nanostructures élaborées.

### III.2.7. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) des Nanoparticule ZnO :

Les images microscopiques montrent les nanoparticules de ZnO à différents grossissements, révélant une distribution de tailles de particules dans la plage de 100 nm.

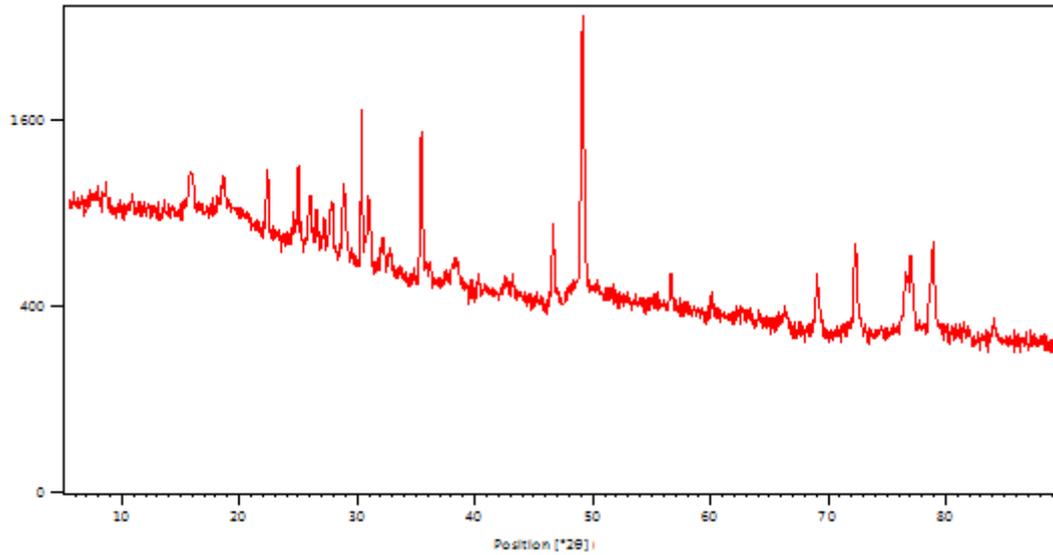


**Figure.III.8:** Image au microscope électronique à balayage (MEB) des nanoparticules de ZnO

### III. 2.8. Diffraction des Rayons X (DRX) billes ZnO :

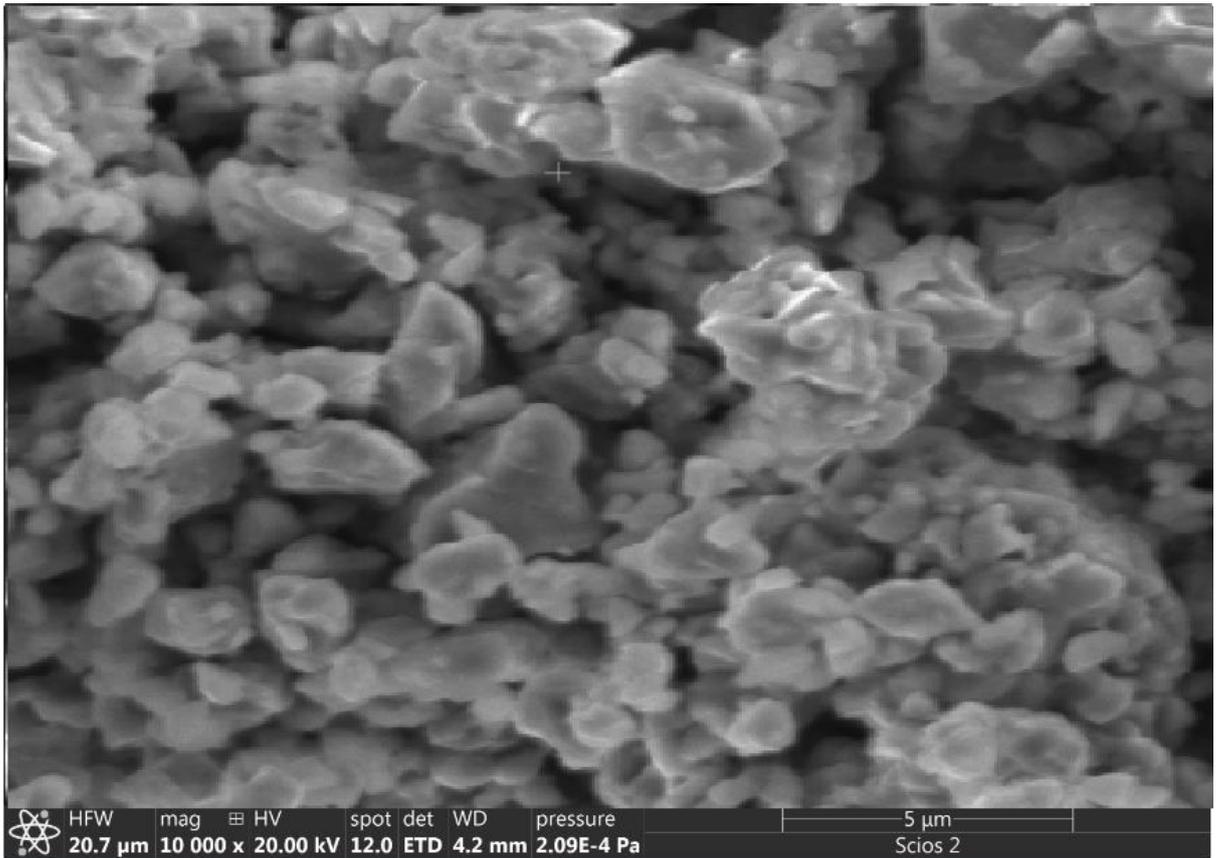
Les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) de la bille de NPs-ZnO sont présentés dans la Figure III.9. Les pics affaiblis de la poudre des billes peuvent être attribués à l'introduction d'alginate de calcium, tandis que les autres pics de diffraction correspondent au ZnO (JCPDS 36-1451).

Selon la littérature, la position du pic (002) pour le ZnO en Bille est généralement de  $2\theta$  égal à  $34.42^\circ$ . nous constatons un léger décalage du pic (002) par rapport à ceux enregistrés pour nos échantillons.



**Figure III.9 :** Diffraction des rayons X des nanoparticules des billes de NPs-ZnO

### III. 2.9. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) des Billes de NPs-ZnO :



**Figure III.10 :** Image au microscope électronique à balayage (MEB) des Billes de ZnO

Les images SEM de la surface des perles de ZnO-NPs sont représentées dans la Figure III.10. On peut observer sur les images la morphologie sphérique des perles avec une structure poreuse.

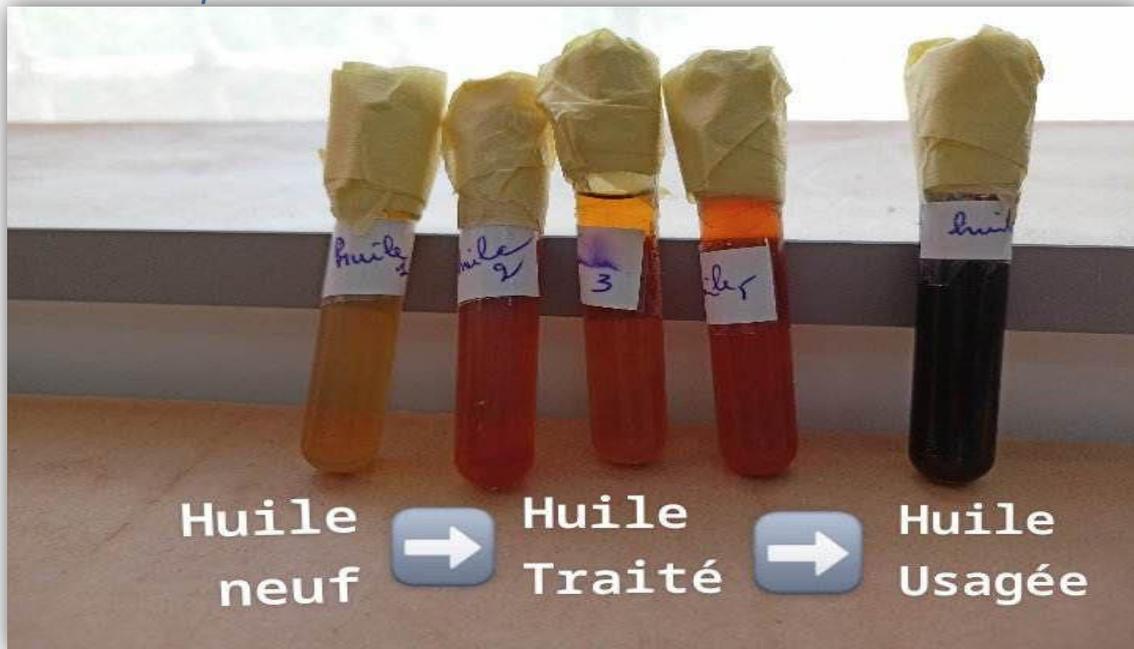
### III.2.10. Caractérisation physico-chimiques d'huile lubrifiante (15w40) :

Les résultats de la recherche qui étudie le recyclage de l'huile lubrifiante usagée et les compare à un échantillon d'huile lubrifiante neuve en utilisant nanoparticules CuO.

Le Tableau III.3 comprend également les résultats des divers tests de qualité (apparence, viscosités à 40 et 100°C, point d'éclair, masse volumique à 40 et 100°C, Couleur et Réfractomètre) réalisés sur les produits d'huile lubrifiante selon les méthodes ASTM.

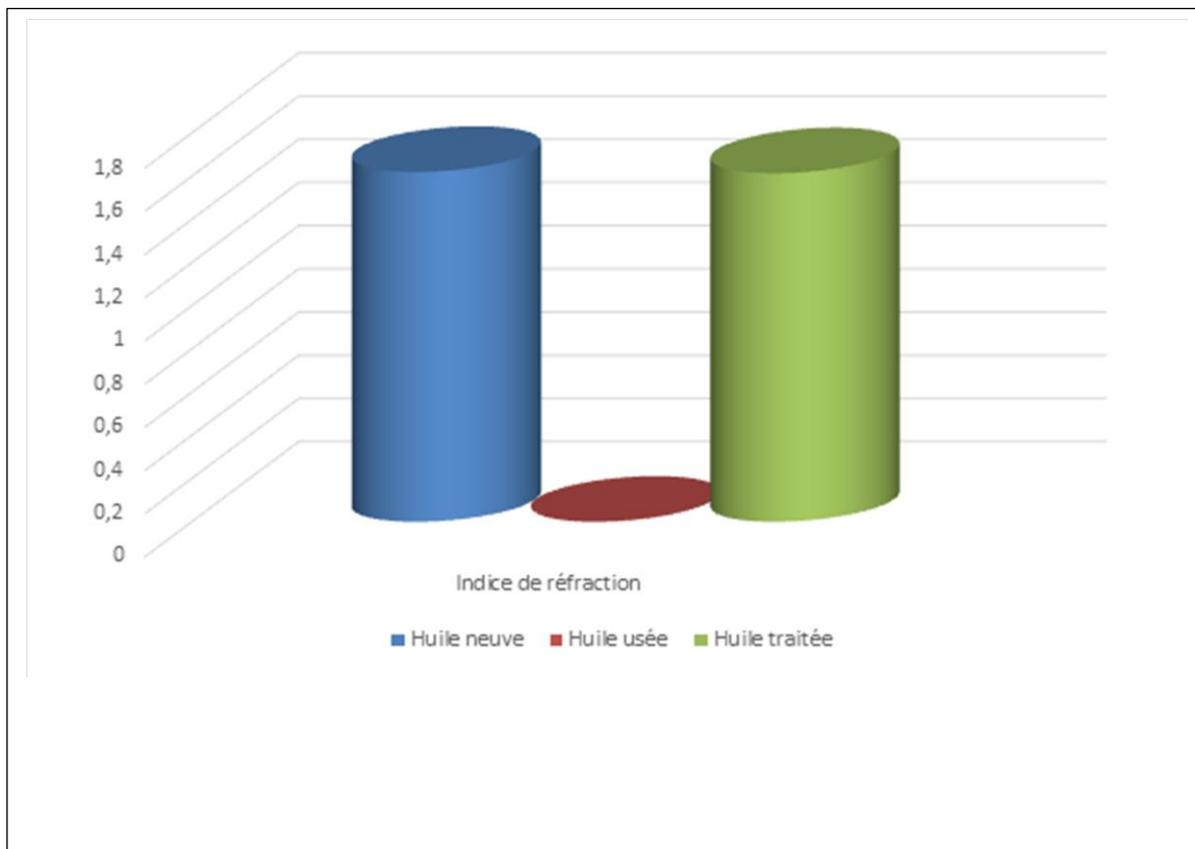
**Tableau III.3 :** Caractéristique d'huile neuve, traitée, et usagée SAE 15w40

Caractéristiques	Unité	Huile neuve	Huile usée	Huile traitée
<b>Apparence Visuelle</b>	-	Très clair	Sombre	clair
<b>Couleur</b>	-	3	<8	5
<b>Viscosité Cinématique à 40°C</b>	mm <sup>2</sup> /s	98.584	54.6	86.097
<b>Viscosité Cinématique à 100°C</b>	mm <sup>2</sup> /s	13.041	10.5	12.115
<b>Masse Volumique à 40°C</b>	g/Cm <sup>3</sup>	0.86494	-	0.85835
<b>Masse Volumique (API 15°C)</b>	g/Cm <sup>3</sup>	0.88240	-	0.87130
<b>Masse Volumique à 100°C</b>	g/Cm <sup>3</sup>	0.87869	-	0.81841
<b>Densité à 40°C (API 15°C)</b>	-	0.8833	0.8778	0.8750
<b>Densité à 100°C (API 15°C)</b>	-	0.9363	0.8735	0.913
<b>Point de flashe</b>	(°C)	224	176	208
<b>Point d'éclair</b>	(°C)	237	208	229
<b>Réfractomètre</b>	-	1.620	-	1.614



**Figure III.11 :** Apparence Les huiles lubrifiantes (neuve, traité, usagée)

**Apparence :** Les huiles lubrifiantes neuves, usagées et traitées indiquent des différences distinctes dans leur aspect visuel. Comme présente dans le tableau III.3 L'huile fraîche présente généralement une couleur claire et brillante, tandis que l'huile usée a tendance à devenir plus foncée, apparaissant souvent en noir. En revanche, l'huile traitée présente une teinte rougeâtre, quoique moins claire que l'huile neuve. Les mesures de couleur obtenues à l'aide du colorimètre peuvent servir d'indicateurs de l'état et de l'efficacité de l'huile lubrifiante. Alors que l'huile neuve possède des propriétés de lubrification optimales, Il est important de noter que la mesure de la couleur de l'huile traitée (5) se situe entre les valeurs de l'huile neuve (3) et usée (>8), indiquant un niveau modéré de dégradation et de contamination. L'aspect sombre de l'huile de lubrification usagée et de celles issues des procédés traités était dû à leur combustion et oxydation à haute température par le moteur thermique pendant très longtemps.



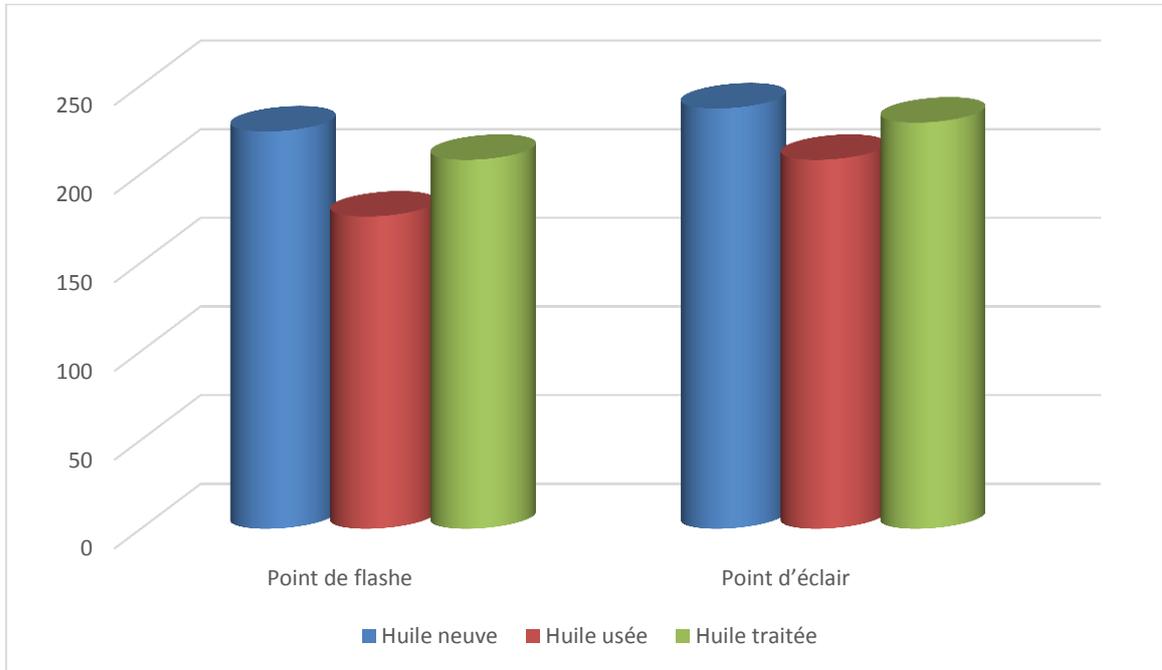
**Figure III.12 :** Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur son réfractomètre.

### L'indice de réfraction :

L'aspect clair et brillant de l'huile neuve est cohérent avec son indice de réfraction plus élevé de 1,620, indiquant un degré de transparence et de clarté relativement plus élevé. L'huile traitée, qui présentait une couleur rougeâtre et un indice de réfraction légèrement inférieur de 1,614, présentait un changement de couleur et de propriétés de réfraction par rapport à l'huile neuve. La présence de nanoparticules dans l'huile traitée pourrait influencer ses caractéristiques optiques, entraînant une teinte de couleur différente et une légère diminution de l'indice de réfraction.

Bien que l'huile traitée présentant un changement de couleur et un indice de réfraction légèrement inférieur par rapport à l'huile neuve, conserve toujours un certain niveau de transparence. D'autre part, la noirceur de l'huile usée indique un niveau d'opacité élevé et la

rend inadaptée à la mesure de l'indice de réfraction. Bien que la comparaison de l'indice de réfraction ne soit pas possible pour l'huile usée, la grande différence d'aspect visuel entre l'huile usée (noire) et l'huile traitée (rougeâtre) suggère des changements significatifs dans les propriétés optiques dus au traitement des nanoparticules [90].



**Figure III.13:** Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur sa point de flashe et point d'éclair.

#### **Point d'éclair :**

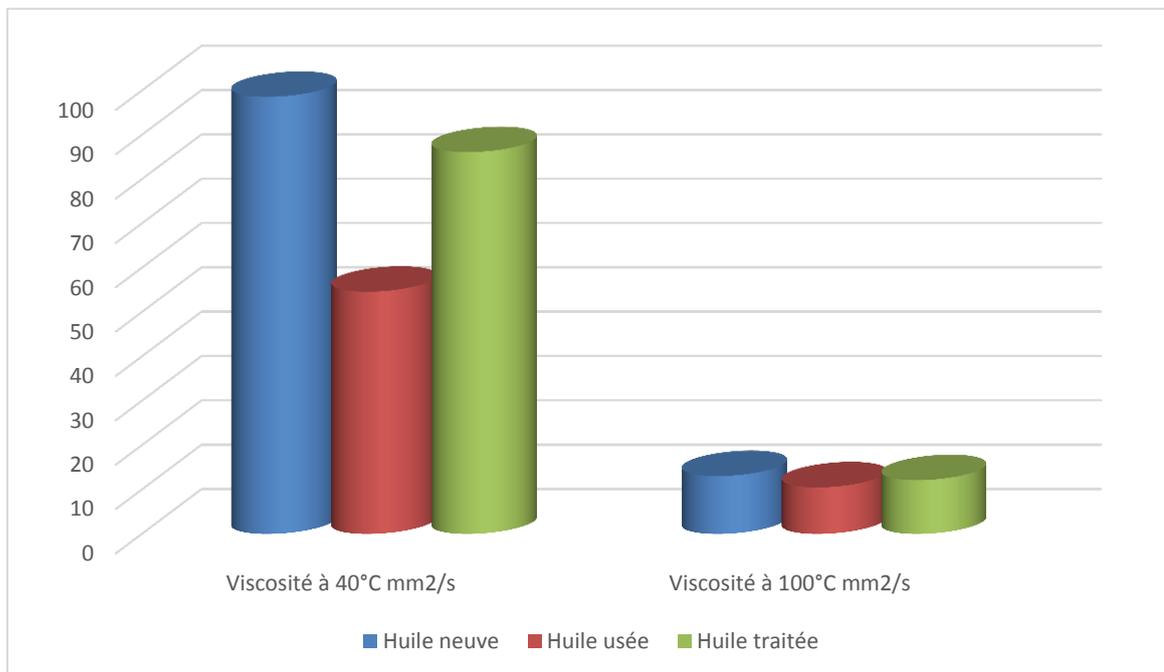
Les mesures de point d'éclair obtenues pour les huiles lubrifiantes neuves, usagées et traitées sont respectivement de 237, 208 et 229 °C. Le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle les vapeurs d'une substance peuvent s'enflammer lorsqu'elles sont exposées à une source d'inflammation. Il sert de paramètre important pour évaluer les caractéristiques d'inflammabilité et de sécurité d'une substance.

La valeur élevée du point d'éclair de 237 °C pour l'huile neuve indique qu'elle a une volatilité relativement faible et qu'elle est moins susceptible de s'enflammer à des températures plus basses.

En revanche, l'huile usée présente un point d'éclair inférieur de 208 °C qui est inférieure à la spécification minimale des huiles de lubrification SAE-40. Cette diminution du point d'éclair peut être attribuée à l'accumulation de contaminants et de sous-produits de dégradation lors de

l'utilisation de l'huile. Ces impuretés peuvent abaisser le point d'éclair en introduisant des composés volatils qui peuvent s'évaporer à des températures plus basses.

Fait intéressant, l'huile traitée présente une valeur de point d'éclair de 229 °C, qui se situe entre les valeurs des huiles neuves et usées. L'ajout de nanoparticules au lubrifiant peut avoir influencé le point d'éclair en modifiant la composition et la volatilité de l'huile. Lors du traitement, les composants volatils ont été dégradés à par les nanoparticules de l'huile de lubrification usée en augmentant le point d'éclair au-dessus de la spécification minimale de SAE-40 [90].



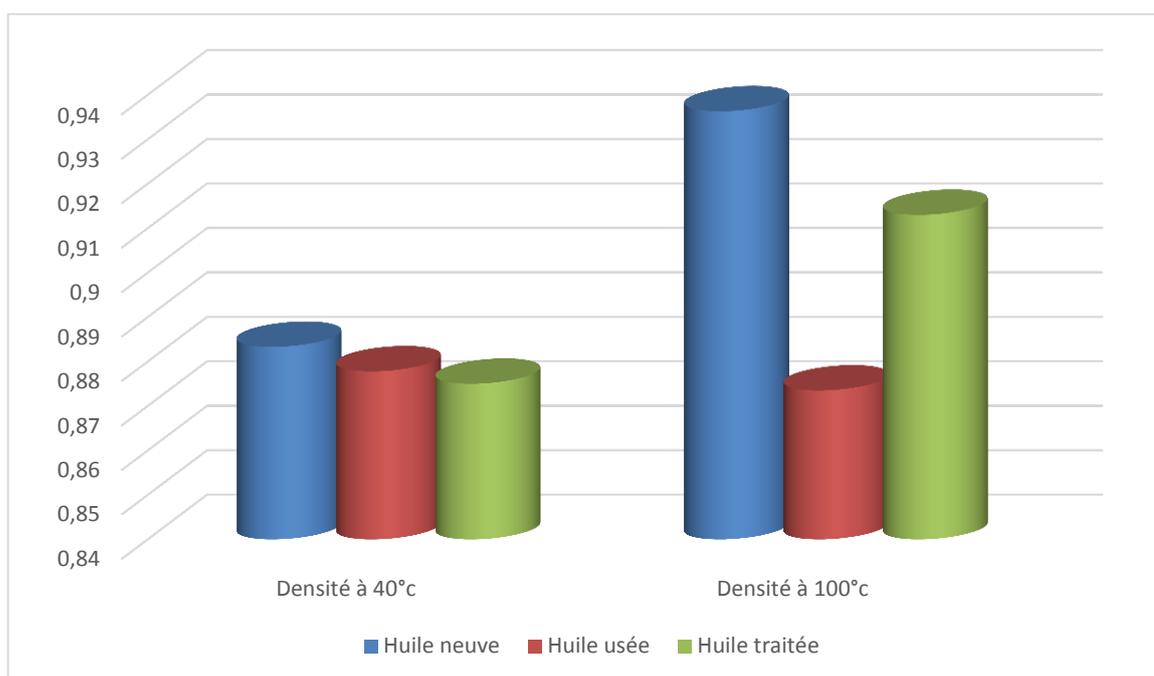
**Figure III.14:** Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur sa viscosité.

**viscosité à 40 °C :**

Les mesures de viscosité cinématiques à 40 °C pour les huiles lubrifiantes neuves, usagées et traitée à l'aide de la méthode ASTM-D 0092 sont respectivement de 98,584 mm²/s, 54,6 mm²/s et 86,097 mm²/s, comme présenté dans le tableau III.3 et la figure III.14. La viscosité cinématiques est une mesure de la résistance d'un fluide à écoulement, avec des valeurs plus élevées indiquant des caractéristiques d'écoulement plus épaisses ou plus résistantes. Les valeurs de viscosité obtenues fournissent des informations précieuses sur les caractéristiques d'écoulement des huiles lubrifiantes. La viscosité plus élevée de l'huile neuve

suggère de bonnes propriétés de lubrification, tandis que la viscosité plus faible de l'huile usée peut indiquer une efficacité de lubrification réduite en raison de la contamination. La mesure de la viscosité de l'huile traitée se situe entre ces deux extrêmes, mettant en évidence l'influence potentielle des nanoparticules sur le comportement d'écoulement de l'huile.

**Viscosité à 100 °C :** Le résultat de la viscosité cinématique à 100°C montre qu'il y a une diminution de la viscosité de l'huile de lubrification à mesure que la température augmente. Le résultat indique également que l'huile de lubrification usagée a la plus faible viscosité par rapport aux huiles de lubrification traitée et neuve. Cela peut être dû à la contamination d'un composant très volatil (huile légère) présent dans l'huile. Après traitement, les composants volatils ont été dégradés de l'huile usée et ont par conséquent augmenté la viscosité des huiles lubrifiantes, comme indiqué dans le tableau III.3. Le tracé des viscosités cinématiques de chacune des huiles lubrifiantes (Fig. III.14) révèle qu'elles se situent toutes dans la limite de spécification minimales et maximales requises pour les huiles de lubrification.



**Figure III.15:** Effets du traitement de l'huile de lubrification usagée sur sa densité.

**Densité :** Les mesures de densité sont importantes pour évaluer la qualité et la composition des huiles lubrifiantes. Les changements de densité peuvent indiquer les niveaux de

contamination, la dilatation thermique et l'impact des additifs ou des nanoparticules sur les propriétés de l'huile.

Les mesures de densité à 40 °C (API 15 °C) pour les huiles lubrifiantes neuves, usagées et traitées sont respectivement de 0,8833, 0,8778 et 0,8750. De plus, les mesures de densité à 100 °C (API 15 °C) sont respectivement de 0,9363, 0,8735 et 0,913. (Tableau III.3 et figure III 15) L'huile neuve a généralement une densité plus élevée en raison de sa composition pure, avec moins d'impuretés et de contaminants. Lorsque l'huile lubrifiante est utilisée, des contaminants tels que des particules, des résidus de carburant et des sous-produits d'oxydation peuvent s'accumuler, entraînant des changements dans la densité de l'huile. L'ajout de nanoparticules au lubrifiant peut avoir contribué à ce changement de densité, à 100 °C (API 15 °C) l'huile traitée présente une densité de 0,913, se situant entre les densités des huiles neuves et usagées. Cela suggère que l'ajout de nanoparticules peut avoir influencé la dilatation thermique de l'huile à température élevée.

### III. 3.Résultats de photodégradation :

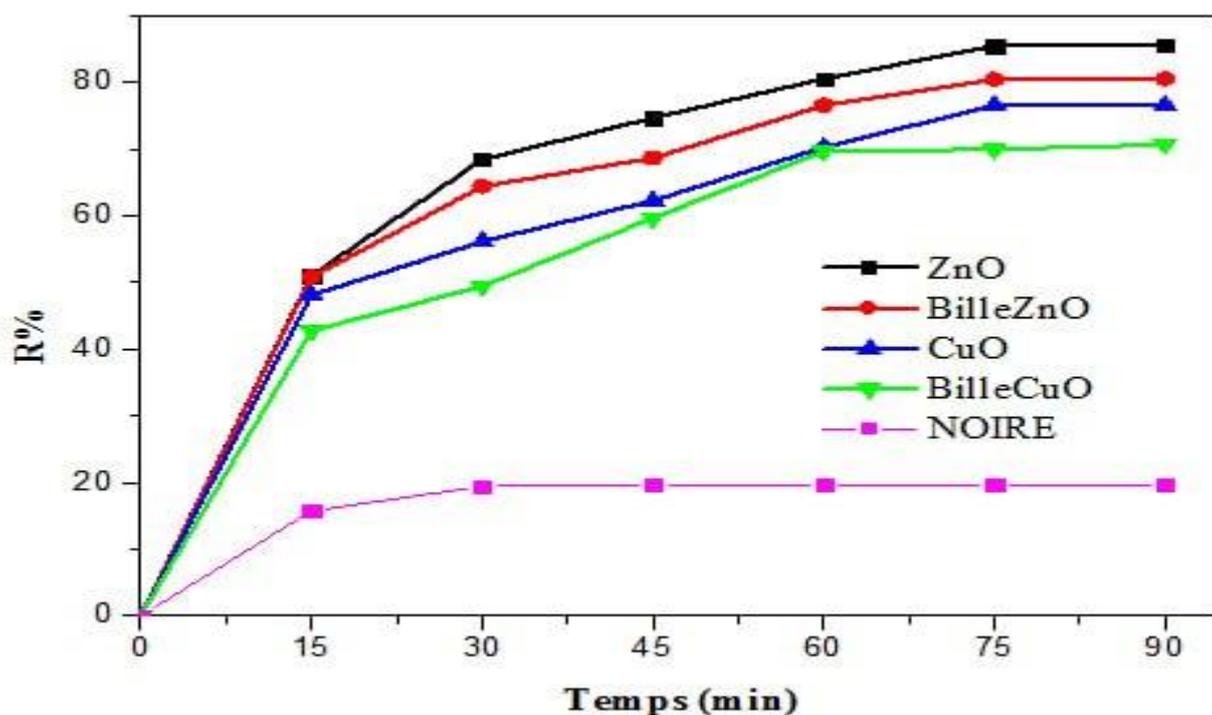


Figure III.16 : Activité photodégradation de Verte Brillant

Le diagramme suivant représente l'activité de photocatalytique pour les différents matériaux préparés (CuO, ZnO et leurs billes) pour dégrader le Verte Brillant, mesurée en fonction du temps, pour chaque élément. L'axe vertical représente l'efficacité de la photodégradation, tandis que l'axe horizontal représente la durée nécessaire pour chaque élément.

Le nano ZnO présente le plus haut niveau d'efficacité dans la dégradation de colorant vert brillant sous l'effet de la lumière, ce qui en fait le réactif le plus réactif. Cela peut être attribué à ses propriétés qui favorisent la génération de peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ), un activateur des réactions de dégradation photochimique.

Tout d'abord, le nano ZnO possède une grande surface spécifique en raison de sa petite taille, ce qui lui confère une plus grande capacité d'adsorption des composés organiques cibles. Cette adsorption facilite le contact entre les composés organiques et les sites actifs du nano ZnO, augmentant ainsi les chances de réaction.

De plus, le nano ZnO présente une large bande interdite et une structure de bande électronique favorable, ce qui lui permet d'absorber efficacement la lumière visible et les ultraviolets proches. Lorsque le nano ZnO est exposé à la lumière, les électrons sont excités de la bande de valence à la bande de conduction, créant ainsi des paires électron-trou [91].

Ces paires électron-trou sont impliquées dans la génération de peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) par réduction de l'eau et de l'oxygène dissous dans le milieu réactionnel. Le peroxyde d'hydrogène joue un rôle crucial en tant qu'activateur des réactions de dégradation photochimique, en réagissant avec les composés organiques adsorbés sur la surface du nano ZnO et en facilitant leur dégradation.

De plus, la stabilité et la réactivité du nano ZnO sont également des facteurs importants pour son efficacité dans la dégradation des composés organiques. En raison de sa structure cristalline et de ses propriétés de surface spécifiques, le nano ZnO présente une excellente stabilité chimique et une résistance à la corrosion. Cela lui permet de maintenir ses propriétés catalytiques pendant de longues périodes d'exposition à la lumière.

En ce qui concerne les **billes de ZnO**, elles sont légèrement moins efficaces que le nano ZnO. Cela peut être dû à la plus grande taille des particules de zinc, ce qui peut affecter la surface réactive et la surface disponible pour les réactions de dégradation.

La taille des particules est un facteur important dans les réactions catalytiques. Les nanomatériaux, tels que le nano ZnO, possèdent une taille réduite qui leur confère une grande

surface spécifique. Cette plus grande surface offre davantage de sites actifs pour les réactions chimiques, favorisant ainsi les réactions de dégradation [92].

En revanche, les billes de ZnO ont une taille plus importante, ce qui réduit leur surface spécifique en comparaison avec le nano ZnO. Cette réduction de la surface réactive limite le nombre de sites disponibles pour les réactions de dégradation, ce qui peut entraîner une diminution de l'efficacité globale du matériau.

De plus, la plus grande taille des billes de ZnO peut également entraîner une diffusion plus lente des composés organiques à travers la structure des billes. Cela peut limiter l'accès des composés organiques aux sites actifs à la surface des billes, réduisant ainsi les possibilités de réaction et ralentissant la dégradation des composés organiques.

Cependant, il convient de noter que les billes de ZnO peuvent encore présenter une certaine activité catalytique et être utilisées dans des applications de dégradation des composés organiques, bien que leur efficacité puisse être légèrement inférieure à celle du nano ZnO. L'efficacité de tout matériau dépendra également des conditions expérimentales, de la concentration des composés organiques, du pH et d'autres paramètres.

En conclusion, la légère diminution de l'efficacité des billes de ZnO par rapport au nano ZnO dans la dégradation des composés organiques peut être attribuée à leur plus grande taille, qui limite la surface réactive et l'accès des composés organiques aux sites actifs. Cependant, les billes de ZnO peuvent toujours être utilisées dans certaines applications de dégradation, en tenant compte de leurs caractéristiques spécifiques et de leurs performances par rapport aux autres alternatives disponibles [91].

Le nano CuO est moins efficace que les éléments précédents, mais il possède néanmoins la capacité de dégrader les composés organiques sous l'effet de la lumière.

le nano CuO possède une grande surface spécifique et une taille de particule réduite, ce qui lui confère une réactivité accrue. Ces caractéristiques favorisent l'interaction entre le matériau et les composés organiques, facilitant ainsi leur dégradation.

Il convient également de souligner que le nano CuO présente des avantages en termes de coût et de disponibilité par rapport à certains autres éléments utilisés dans des applications similaires. Cela peut le rendre attrayant dans certaines situations, en particulier lorsqu'il est utilisé à grande échelle ou dans des applications où les performances supérieures d'autres matériaux ne sont pas nécessaires [93].

En conclusion, bien que le nano CuO puisse être considéré comme moins efficace que certains éléments précédents dans certaines applications, il possède néanmoins la capacité de dégrader les composés organiques sous l'effet de la lumière en raison de ses propriétés photocatalytiques. Sa réactivité, sa surface spécifique élevée et son coût avantageux peuvent en faire un choix viable dans certaines situations.

Les billes de CuO sont moins efficaces que les éléments précédents, mais leur efficacité est très proche de celle du nano CuO.

Tout d'abord, il est important de noter que les billes de CuO et les nano CuO partagent la même composition chimique, à savoir l'oxyde de cuivre (CuO). Cependant, ils diffèrent en termes de structure et de taille de particules. Les nano CuO ont une taille de particules extrêmement réduite, généralement inférieure à 100 nanomètres, ce qui leur confère des propriétés uniques en raison de leur grande surface spécifique. Les billes de CuO, en revanche, ont une taille de particules plus importante, généralement supérieure à 1 micromètre [93].

Il est courant de constater que les nanoparticules présentent souvent des performances améliorées par rapport à leurs homologues à plus grande échelle, en raison de leur surface spécifique accrue et de leurs propriétés physiques et chimiques différentes. Cela signifie que les nano CuO peuvent avoir une efficacité légèrement supérieure à celle des billes de CuO[93]. Cependant, vous affirmez que l'efficacité des billes de CuO est très proche de celle des nano CuO. Cela peut être soutenu par plusieurs facteurs. Premièrement, bien que les nano CuO aient une surface spécifique plus grande, les billes de CuO peuvent encore avoir une surface suffisamment importante pour permettre une réactivité élevée. De plus, les billes de CuO peuvent présenter une distribution plus uniforme dans certains systèmes ou applications, ce qui peut compenser leur taille de particules plus importante en termes d'efficacité.

En conclusion, bien que les billes de CuO puissent être légèrement moins efficaces que les nano CuO en raison de leur taille de particules plus importante, leur efficacité reste très proche. Les billes de CuO peuvent présenter des avantages en termes de stabilité, de distribution uniforme et de coût, ce qui les rend attrayantes pour certaines applications.

Le niveau le plus élevé d'efficacité dans le processus de dégradation photochimique est dû à plusieurs facteurs tels que la taille des particules et la surface réactive. En général, on peut dire que le nano ZnO et le nano CuO ont des propriétés électriques et structurales qui les

rendent plus capables d'activer les réactions photochimiques et de dégrader les composés organiques. Cependant, le nano ZnO nécessite plusieurs méthodes de récupération telles que la centrifugation, les filtres nanométriques, etc.

En ce qui concerne les billes de ZnO et les billes de CuO, ils peuvent être facilement récupérés en ajoutant une propriété magnétique pour faciliter la récupération, ce qui donnerait des billes magnétiques [93].

## **Conclusion générale :**

Cette étude a rapporté avec succès une approche biologique sans précédent et respectueuse de l'environnement pour la synthèse de nanoparticules de ZnO, en utilisant un extrait aqueux des feuilles de *Nerium Oleander*. Les composants biologiques présents dans les feuilles ont été utilisés comme agents stabilisants et réducteurs. Des nanoparticules d'oxyde de cuivre monométallique (CuONPs) ont été synthétisées par réduction chimique du sel de nitrate de cuivre. Le matériau nanométrique synthétisé a été utilisé pour former des billes alginate qui a été démontré efficacement une activité catalytique sous l'éclairage solaire pour dégrader le colorants VB traitement d'huile lubrifiant usagée. Cette recherche a démontré que l'huile lubrifiante usagée peut être recyclée à l'aide d'échantillons des billes CuONPs et il a été démontré que la méthode utilisée a éliminé les contaminants volatils de l'huile lubrifiante usagée et ont rendu l'huile d'une qualité essentiellement équivalente à celle des huiles neuves. D'après les résultats obtenus, la méthode de photodégradation a été plus efficace pour le recyclage d'huiles.

Ces résultats prometteurs offrent un nouveau moyen aux chercheurs de produire des photocatalyseurs rentables et respectueux de l'environnement pour éliminer efficacement les colorants de l'eau et pour le recyclage d'huiles usagées.

---

## Références bibliographies :

- [1]UN. Sustainable Development Goals Report 2018. *United Nations Dep. Econ. Soc. Aff.* (2018).
- [2] Munirasu, S., Haija, M. A. & Banat, F. Use of membrane technology for oil field and refinery produced water treatment - A review. *Process Safety and Environmental Protection*, 10.1016/j.psep.2016.01.010 (2016).
- [3]Abreu Domingos, R. & da Fonseca, F. V. Evaluation of adsorbent and ion exchange resins for removal of organic matter from petroleum refinery wastewaters aiming to increase water reuse. *J. Environ. Manage.* 10.1016/j.jenvman.2018.03.022 (2018).
- [4]Wang, Z., Li, C. & Domen, K. Recent developments in heterogeneous photocatalysts for solar-driven overall water splitting. *Chemical Society Reviews*, 10.1039/c8cs00542 (2019).
- [5]Feng, S.; Li, F. Photocatalytic dyes degradation on suspended and cement paste immobilized TiO<sub>2</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> under simulated solar light. *J. Environ. Chem. Eng.* **2021**, 9, 105488.
- [6]adav, P.; Dwivedi, P.K.; Tonda, S.; Boukherroub, R.; Shelke, M.V. Metal and non-metal doped metal oxides and sulfides. In *Green Photocatalysts*; Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 2020; pp. 89–132.
- [7]SIAD Mohamed, ZOUBIDI El-HadjEl-Bachir. Étude comparative du compactage du Tuf à différents taux d'ajout d'eau et d'ajout de l'huile de moteur usée dans les chaussées à Ouargla. Mémoire de Master. Université Kasdi Merbah Ouargla. 2021/ 2022.
- [8]Mr. ADJIR Mohand Said, Mr. BENKEZIM Rachid. Raffinage du pétrole et caractérisation d'un sous-produit « huile moteur commerciale pour véhicules lourds de type diesel ». Mémoire de Master. Université A. MIRA – BEJAIA. 2017-2018.
- [9]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.

---

[10]ANFA, Sélectionner sa huile motrice.

Innovauto.org.02septembre2010.<https://www.innovauto.org/outils-et-equipements/selectionner-son-huile-moteur>

[11]Ichiro Minami. MolecularScience of Lubricant Additives .Appl. Sci. 7 (5), 445 2017; doi:10.3390/app7050445.

[12]Guide Pour L'analyse de L'existant Technique., partie 6 la fonction technique de base lubrification.

[13]Michele,Schirru. (s.d.). Development of an Ultrasonic Sensing Technique to Measure Lubricant Viscosity in Engine Journal Bearing In-Situ. Springer Theses .Recognizing Outstanding Ph.D. Research.page23.

[14]A. R. LANSDOWN. (s.d.). LUBRICATION A Practical Guide to Lubricant Selection. PERGAMON PRESS.page26-28.

[15] lubrificationgraisage-systemes-mécaniques/.28Mai2019<https://www.technologuepro.com/cours-genie-mecanique/cours-20>

[16] ROKHSANA M. ISMAIL, ARWA SALEM SHAIEA . EVALUATION OF THE LUBRICATING AND RE-CYCLING OILS PRODUCED IN YEMEN. JOURNAL OF INTERNATIONAL ACADEMIC RESEARCH FOR MULTIDISCIPLINARY Impact Factor 5.419, ISSN: 2320-5083, Volume 8, Issue 1, 2020.

[17]CHAUVEAU, V. Le pouvoir lubrifiant des nanotubes de carbone, thèse de Doctorat, Ecole centrale de LYON (2010).

[18]Amal Hriouech. Étude de surfaces texturées pour chemise moteur : physico-chimie des tribofilms et lois de frottement associées.THÈSE DE DOCTORAT .l'École Centrale de Lyon. 15 novembre 2021.

[19]OUARET Samira, CHELAGHA Soraya. Caractérisation physico chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération.diplôme de MASTER. Université A. MIRA – BEJAIA. 2016-2017.

---

[20]Kebbache Namira, Attia Roumaissa. Les huiles usagées : Caractérisation et contribution à la valorisation. Mémoire de Master. UNIVERSITE MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI – BORDJ BOUARRERIDJ. juin 2022.

[21]Canselier. Energie et formulation. France: 13, Edition EDP Sciences.

[22]CASTROL. ABC du graissage-Structure, Utilisation et propriétés des lubrifiants. (2005)Switzerland : HC-04/2006.

[23]R.Mazouzi, B. Khelidj, A. Karas et A. Kelani. Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide. Revue des Energie Renouvelables Vol. 17 N°4 (2014) 631 – 637

[24]Daniel H. Introduction à la viscosité dynamique et cinématique. (2010). [http://www.danielhuilier.fr/Enseignement/Notes\\_Cours/Viscosite/Introduction\\_Viscosite.pdf](http://www.danielhuilier.fr/Enseignement/Notes_Cours/Viscosite/Introduction_Viscosite.pdf)

[25]Udonne, J. D., V. E. Efeovbokhan, A. A. Ayoola, and D. E. Babatunde. Recycling Used Lubricating Oil Using Untreated, Activated and Calcined Clay Methods. Journal of Engineering and Applied Sciences 11 (6):1396–401, 2016.

[26] J. DENIS, J. BRIANT, J-C.HIPEAUX. Physico-Chimie des lubrifiants: analyses et essais. Paris : Edition Technip, 1997.

[27]HAFSI, M., SADALLAH, 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. (2013).

[28]IZZA, H. Contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes. Thèse de Doctorat.Université d'OUARGLA. (2017).

[29]PALLAS, J. Guide pratique d'entretien et de réparation des moteurs Diesel, Loisirs Nautiques. (1992).

[30]GIRAUD, L. Modèle prédictif pour le développement d'un système embarqué de vidange des lubrifiants pour transmission, thèse de Doctorat, université de QUEBEC. (2000).

[31]AIDE TCHNIQUE AUTO, Choisir l'huile moteur : Comprendre les normes et la viscosité.<https://www.aidetechniqueauto.fr/normes-viscosite-huiles-moteur-413.html>. 21/12/2019.

---

[32]Hydraulique : De la mécanique des fluides à la transmission de Puissance.

[https://www.unilim.fr/pages\\_perso/thierry.cortier/Hydraulique\\_cours/co/Hydraulique\\_De\\_la\\_mecanique\\_des\\_fluides\\_a\\_la\\_transmission\\_de\\_Puissance\\_79.html](https://www.unilim.fr/pages_perso/thierry.cortier/Hydraulique_cours/co/Hydraulique_De_la_mecanique_des_fluides_a_la_transmission_de_Puissance_79.html)

[33] MEHREZ. B, d. A. Management de la Collect des déchets dangereux. Cas des huiles usées des véicules. Tlemcen : université Aboubekr belkaid de Tlemcen. (2017).

[34]Coop de France Alpes Méditerranée «Les huiles et lubrifiants usages».

[35]F. Audibert. Les huiles usagées : reraffinage et valorisation énergétique. Paris : Technip, 2003.

[36]Boukherrouba, s. Étude, caractérisation et mise au point d'un combstible Innovant à base des huiles de vidange. Boumerdes: université M'hamedBougara de Boumerdes. (2011).

[37]Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement "Centre National des Technologies de Production plus Propre", «Vaste Programme de Dépollution Industrielle dans le secteur des ciments ». (Décembre 2010).

[38]M.BornJ.Ayel. Lubrifications et fluides pour l'automobile. Paris : Technip, 1998.

[39]J.L.Ligier. Lubrification des palier moteur. Paris : Technip, 1997.

[40]Cecutti, Marie-Christine Impact des lubrifiants sur l'environnement. Une alternative : les biolubrifiants. (2005) Rendez-vous Techniques de l'ONF, Hiver (7). 23-27. ISSN 1763-6442.

[41]PROE / Gestion des huiles usagées - Brochure de synthèse, MRA Consulting Group, 13 avril 2022.

[42]Département de l'énergie et de la protection de l'environnement. CT.gov. 28 février 2020

<https://portal.ct.gov/DEEP/Coastal-Resources/Coastal-Nonpoint/Urban-SourcesManagement-Measures>.

[43]Durrani H.A., Panhwar M.I. and Kazi R.A., Re-Refining of waste lubricating oil by solvent extraction, Mehran University Research Journal of Eng. & Tech., 30(2), 237-246, (2011).

---

[44]Ogbeide S.O., an Investigation to the Recycling Of Spent Engine Oil, Journal of Engineering Science and Technology Review, 3(1), 32-35 (2010).

[45]Medpartnership, Guide de la Gestion Écologiquement Rationnelle des Huiles Usagées en Méditerranée, United Nations Environment Programme Coordinating Unit for the Mediterranean Action Plan Barcelona Convention Secretariat.file:///C:/Users/user47/Downloads/medpartnership\_2015\_usedoil\_fre%20(12).pdf (2015).

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

[47]Widodo, S., Ariono, D., Khoiruddin, K., Hakim, A. N., & Wenten, I. G. Recent advances in waste lube oils processing technologies. In Environmental Progress & Sustainable Energy (Vol. 37, Issue 6, p. 1867-1881). Wiley. <https://doi.org/10.1002/ep.13011>, (2018).

[48]Prachi, P.G., Madathil, D., & Nair, A.B. Nanotechnology in waste water treatment: a review, International Journal of Chem Tech Research, 5, 2303–2308, (2013).

[49]Zhao, X., Lv, L., Pan, B., Zhang, W., Zhang, S., & Zhang, Q. Polymer-supported nanocomposites for environmental application: a review, Chemical Engineering Journal, 170, 381–394,(2011).

[50]« Évaluation des risques des produits issus des nanotechnologies », rapport publié en 2009 par le CSRSSEN (Comité scientifique des risques sanitaires émergents et nouveaux) de la Commission européenne.

[51]Agence européenne des produits chimiques, 2016.<https://www.notreenvironnement.gouv.fr/themes/sante/les-produits-chimiques-ressources/article/les-nanomatériaux>.

[52] A.I.P.G. CIARLET, R.V. KOHN and M.H WRIGHT “Theory of composites”C.U. Press, 2004.

[53] F.D. BRIAN CANTOR and I. STONE “Metal and Ceramic matrix composites”Institute of physics publishing 2004.

- 
- [54]Cowie, Polymères : chimie et physique des matériaux modernes (3e éd.). Presse CRC. JMG (2008).
- [55]Jean, B. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales (4e éd.). Lavoisier. (2009).
- [56]Kerdudo, A. Optimisation de la conservation des cosmétiques: impact de la formulation, recherche de nouveaux conservateurs naturels, encapsulation (Doctoral dissertation, Nice). (2014).
- [57] Laouana, N. E. H., Dikes, N. E. H., Djellit, Z., & Khennouf, T. E.. Exopolysacchari des microbiens: diversités et applications alimentaires et médicales (Doctoral dissertation, Université de jijel). (2021).
- [58]Merakchi, A. Utilisation des biopolymères modifiés d'origines végétale et animale dans le traitement des eaux (Doctoral dissertation, Université Mouloud MAMMARI Tizi-Ouzou). (2019).
- [59] Didier Noël, Les nanomatériaux et leurs applications pour l'énergie électrique, Tec et Doc, Édition : Mélanie Kucharczyk, Lavoisier, Paris, ISBN : 978-2-7430-1504-6, ISSN : 1773-5300,2014.
- [60] Wang, J., Wang, S., Xia, Y., & Chen, Q. Recent advances in the synthesis and application of ceramic nanoparticles. *Nanomaterials*, 9(6), 848. (p. 849), (2019).
- [61] Sankar, R., & Rajeshwari, A. Nanoparticles – A review. *Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 7(6), 51-55, (2015).
- [62] Hu, M., Li, Y., Jiang, W., Liu, Z., & Wang, J. Facile synthesis of superparamagnetic Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles dispersed in mesoporous silica nanoparticles for biomedical applications. *Journal of Nanoparticle Research*, 16(4), 2333, (2014).
- [63] Noh, M. S., & Shim, K. B. Synthesis and applications of metal oxide nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, 2017, 1-16. (p. 2), (2017).
- [64] Zhang, Y., & Chen, Y. Synthesis and applications of metal oxide nanoparticles. In *Metal Oxide Nanostructures and Their Applications* (pp. 1-22). Springer, (2018).

- 
- [65] Abramova, A. Elaboration par chimie douce, mise en forme et propriétés électriques de conducteurs ioniques nanostructurés (Doctoral dissertation, Le Mans). (2014).
- [66] Dadi, R. Synthèse de nanoparticules d'oxydes métalliques et leur activité antibactérienne (Doctoral dissertation, Université Paris-Nord-Paris XIII). (2019).
- [67] GUERRAM, A. Synthèse verte et caractérisation des nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait des feuilles de Phoenix dactylifera L et leur applications (Doctoral dissertation, Faculté des Sciences et de la technologie). (2022).
- [68] Zohra, B. F., Brahim Samira, F. R., & Khouloud, R. La synthèse biologique de nanoparticules et criblage de leurs activités antibactériennes. (2022).
- [69] Ullah, S., Zia, K. M., Zuber, M., & Mujahid, M. Recent advances in characterization of nanoparticles by Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy. *Arabian Journal of Chemistry*, 9(3), 317-323, (2016).
- [70] Mainard, M., & Jacob, D. Comprendre. La mesure de taille de nanoparticules par diffusion dynamique de la lumière. *Photoniques*, (83), 40-44, (2016).
- [71] Grégoire, A. Étude de l'exaltation de fluorescence dans des assemblages linéaires de nanoparticules plasmoniques/Alexandre Grégoire. (2020).
- [72] Gao, H., et al. "Livraison intracellulaire d'une enzyme imperméable à la membrane sous forme active à l'aide de nanoparticules d'or fonctionnalisées." *Journal de l'American Chemical Society* 127.50 (2005) : 16336-16337
- [73] Yang, Y., et al. Transistors à couches minces polymères hautes performances fabriqués par impression directe par gravité. *Matériaux avancés* 17.20 (2005) : 2528-2532
- [74] Ratiba Zaid, Ramon Canela-Garayoa, Nancy Milena Ortega Chacón, Fazia Mouhouche. Phytochemical analyses and toxicity of Nerium oleander (Apocynaceae) leaf extracts against *Chaitophorus leucomelas* Koch, 1854 (Homoptera: Aphididae). *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* 21(2022) 310-317
- [75] Sankar Narayan Sinha and Karabi Biswas. 2016. A concise review on Nerium oleander L. - An important medicinal plant. *Tropical Plant Research* 3(2): 408-412]

---

[76]M. Khalil ,Faleh Z, Alqahtany. Comparative Studies of the Synthesis and Physical Characterization of ZnO Nanoparticles Using Nerium oleander Flower Extract and Chemical Methods. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials* <https://doi.org/10.1007/s10904-020-01494-w>, 2020

[77](Google map, 2023).

[78]Muthuvel A, Jothibas M, Manoharan C Effect of chemically synthesis compared to biosynthesized ZnONPs using Solanumnigrum leaf extract and their photocatalytic, antibacterial and in-vitro antioxidant activity, *Nanotechnol Environ Eng* (2) (2020):103705

[79]Dorner L, Cancellieri C, Rheingans B, Walter M, Kagi R, Schmutz P, Kovalenko MV, Jeurgens LPH Cost-effective sol-gel synthesis of porous CuO nanoparticle aggregates with tunable specific surface area. *Sci Rep* 9:1 Dorner L, Cancellieri C, Rheingans B, Walter M, Kagi R, Schmutz P, Kovalenko MV, Jeurgens LPH Cost-effective sol-gel synthesis of porous CuO nanoparticle aggregates with tunable specific surface area. *SciRep* 9(2019):1

[80]Muthuvel, A., Jothibas, M. & Manoharan, C. Synthesis of copper oxide nanoparticles by chemical and biogenic methods: photocatalytic degradation and in vitro antioxidant activity. *Nanotechnol. Environ. Eng.* 5, 14 (2020). <https://doi.org/10.1007/s41204-020-00078-w>

[81]Riyanto, B Ramadhan , D Wiyanti. Treatment of Waste Lubricating Oil by Chemical and Adsorption Process Using Butanol and Kaolin. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 349 (2018) 012054 doi:10.1088/1757-899X/349/1/012054

[82]référence interne SVM 2001 / 3001 / 3001 COLD PROPERTIES / 4001

[83] Cullity, B. D., & Stock, S. R. (2001). *Elements of X-ray diffraction* (3rd Ed.). Prentice Hall. - Jenkins, R., & Snyder, R. L. (1996). *Introduction to X-ray powder diffractometry*. John Wiley & Sons.

[84] Abrahams, B. F., Craven, P. E., & Levy, H. A. (3rd edition). *Principle of X-ray Diffraction*. In *International Tables for Crystallography, Volume B: Reciprocal Space* (pp. 14-34). International Union of Crystallography

[85] K. Ahlem, « Synthèse écologique des nanoparticules des oxydes de cuivre et application photocatalytique. », Université des Frères Mentouri, CONSTANTINE, 2018.

- 
- [86] Danaei, M.; Dehghankhold, M.; Ataei, S.; HasanzadehDavarani, F.; Javanmard, R.; Dokhani, A.; Khorasani, S.; Mozafari, M.R. Impact of Particle Size and Polydispersity Index on the Clinical Applications of LipidicNanocarrierSystems. *Pharmaceutics* 2018, 10, 57.
- [87] Muthuvel A, Adavallan K, Balamurugan K, Krishnakumar N Biosynthesis of gold nanoparticlesusingSolanumnigrumleafextract and screening their free radical scavenging and antibacterial properties. *BiomedPrevNutr* 4(2014):325–332
- [88] Senthilkumar N, Nandhakumar E, Priya P, Soni D, Vimalan M, VethaPotheher I Synthesis of ZnO nanoparticles usingleafextract of *Tectona grandis* (L.) and their anti-bacterial, anti-arthritic, anti-oxidant and in vitro cytotoxicity activities. *New J Chem* 41(2017):10347–10356
- [89] Bentardjallah Dalila et Hattabi Khedidja “Mémoire de Master-Elaboration des particules d’oxyde de cuivre CuO et caractérisation-2019 /2020 p56-57
- [90] J.D. Udonne, V.E. Efeovbokhan, A.A. Ayoola, D.E. Babatunde, Ajalo Ifeoluwa and I.J. Ajalo. Recycling Used Lubricating Oil Using Untreated, Activated and Calcined Clay Methods. *Journal of Engineering and Applied Sciences* 11 (6): 1396-1401, 2016
- [91] Haddad, K., Akedi, M., &Laksaci, H. La Biosynthèse De L'Oxyde De Zinc ÀPartir Un Plant Saharien Et L'Application ÀLa Dégradation D'Un Polluant Organique (Doctoral dissertation, UNIVERSITE AHMED DRAIA-ADRAR). (2021).
- [92] Mezni, A. Synthèse et caractérisation de nanoparticules métalliques vers la nanomédecine (Doctoral dissertation, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier). (2013).
- [93] Mehadjebi, S., &Chaieb, A. La synthèse des nano poudres de Cu O avec la méthode précipitation Sol-Gel en utilisant le précurseurCuSO4 et l'étude de leurs propriétés structurales et optiques. (2017).

---

# **Annexe**

**CERTIFICATE**

*Of*

**PARTICIPATION**

**Ramdani Ahlem**

has participated in 2nd International Conference on Engineering, Natural and Social Sciences ICENSOS 2023  
on April 4 - 6, 2023 in Konya, Turkey

**PAPER TITLE**

*Treatment and control of used lubricating oils with alginate/ZnO  
beads*

**PRESENTATION TYPE**

*Oral*



**ICENSOS 2023 CONFERENCE CHAIRMAN  
Asst. Prof. Dr. Umut ÖZKAYA**

**CERTIFICATE**

*Of*

**PARTICIPATION**

**Hiba Karima**

has participated in 2nd International Conference on Engineering, Natural and Social Sciences ICENSOS 2023  
on April 4 - 6, 2023 in Konya, Turkey

**PAPER TITLE**

*Treatment and control of used lubricating oils with alginate/ZnO  
beads*

**PRESENTATION TYPE**

*Oral*



**ICENSOS 2023 CONFERENCE CHAIRMAN  
Asst. Prof. Dr. Umut ÖZKAYA**

République algérienne démocratique et populaire

Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche scientifique

Université de Ghardaïa

Faculté des Sciences et de la Technologie

### **Titre du projet:**

**La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.**

**Smrt-NM-Traitement**

**Projet visant à obtenir un certificat d'entreprise émergente conformément à la décision ministérielle 1275.**



Le nom commercial

**CLEAN-NEW**

Année Universitaire

2023 \_ 2022

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

## Fiche d'information

### L'équipe de projet

#### 1- équipe de supervision:

L'équipe de supervision	
<b>Encadreur :</b> Khane Yasmina	<b>Spécialité</b> Chimie analytique et environnement
<b>Co-Encadreur :</b> Aouf Mohammed	<b>Spécialité</b> Génie chimique

#### 2- L'équipe de travail

L'équipe de projet	Spécialité	Faculté
Hiba Karima	Génie des procédés	Faculté des Sciences et de la Technologie
Ramdani Ahlam	Génie des procédés	Faculté des Sciences et de la Technologie

**Table des matières:**

**Chapitre 1 : Introduction du projet**

**Chapitre 2 : Aspects innovants**

**Chapitre 3 : Analyse stratégique du marché**

**Chapitre 4 : Plan de production et d'organisation**

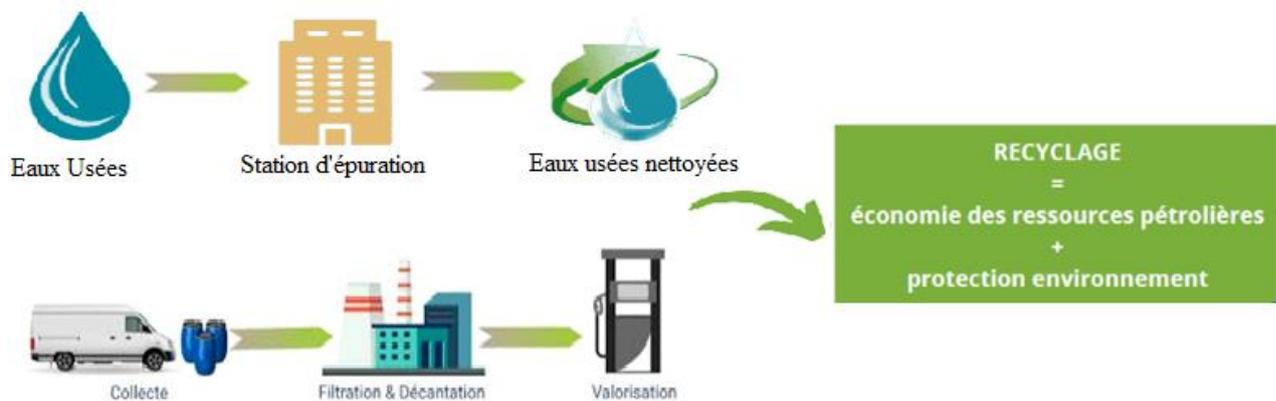
**Chapitre 5 : Plan financier**

**Chapitre 6 : Prototype expérimental initial**

## Chapitre 1 : Introduction du projet

### 1. Idée du projet (Solution proposée):

Nous sommes actifs dans le domaine du traitement des huiles usagées et des eaux polluées en utilisant la technologie des nanoparticules. Cela fait partie des industries chimiques modernes.



L'idée du projet est née de notre intérêt pour le problème de la pollution environnementale et du besoin urgent de développer des techniques efficaces pour purifier les huiles usagées et les eaux polluées. Après une étude, nous avons constaté que le volume du marché des huiles usagées atteint environ 150 000 tonnes par an. Après leur utilisation, l'élimination de ces huiles dans la nature entraîne une pollution des sols et des eaux, car elles ne se dégradent pas facilement. En effet, un litre d'huile usagée peut contaminer un million de litres d'eau. Nous avons donc effectué des recherches et étudié les techniques disponibles ainsi que les avancées de la nanotechnologie, et nous avons réalisé le potentiel des nanoparticules pour améliorer l'efficacité des processus de purification.

Nous avons mené de petites études expérimentales pour évaluer la capacité des nanoparticules à purifier les huiles usagées et les eaux polluées, et il s'est avéré que cette technologie aux propriétés efficaces améliore la qualité de ces liquides.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

Cela se fait en établissant une unité de production basée sur les dernières technologies disponibles dans le domaine, en utilisant des matières premières telles que (extraite de la plante *Nerium Oleander*), le ZnO (oxyde de zinc), nitrate de cuivre et l'alginate de sodium.

Nous choisirons une zone industrielle à proximité des entreprises qui génèrent des huiles usagées et des eaux polluées, telles que les compagnies pétrolières.

## 2. Valeurs proposées:

- ✚ La valeur ajoutée que le projet apportera :
- ✚ Les nanoparticules sont un produit d'application récent et innovant dans le domaine du traitement.
- ✚ La qualité et l'efficacité des nanoparticules dans l'élimination des problèmes de pollution des eaux et des huiles usagées.
- ✚ Notre produit est disponible pour les clients, et nous offrons des services de transport et de distribution, ainsi qu'un service de commande en ligne via Internet (réseaux sociaux, page officielle).
- ✚ Les nanoparticules peuvent être utilisées plusieurs fois.
- ✚ Le produit est facile à utiliser pour le client, car nous fournissons une fiche descriptive et un guide d'utilisation.

## 3. L'équipe de travail

L'équipe du projet est composée des membres suivants:

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

**Étudiant 01** : Ramdani Ahlam, spécialisation : Génie chimique. Son rôle comprend d'acquérir l'assurance qualité, la recherche et le développement afin de participer à des formations dans le domaine du marketing, à la Battlebots Challenge : un jeu virtuel sur les fondamentaux de l'apprentissage profond. Elle s'est également inscrite sur la plateforme (startup.dz) pour obtenir le label d'une entreprise émergente. Elle s'est familiarisée avec les procédures juridiques et administratives pour la création d'une entreprise émergente, ainsi qu'avec le design thinking, l'idéation et la réalisation de prototypes lors d'un atelier sur l'impression 3D. Elle a acquis des compétences en communication et en négociation, ainsi qu'une connaissance du modèle d'affaires BMC (Business Model Canvas) et des procédures de facturation formelles pour les projets. Elle a effectué un stage chez Sonatrach, la société nationale du pétrole et du gaz, la société nationale de distribution d'électricité et de gaz, effectué un stage chez Sonatrach pour la deuxième fois, ainsi que l'Algérienne des Eaux.

**Étudiant 02** : Hiba Karima, s'engage dans la gestion de projet, la recherche de marchés et le marketing. Pour acquérir ces compétences, elle a obtenu un diplôme technique en comptabilité. Elle a également suivi des formations dans le domaine du marketing et a participé à la Battlebots Challenge, un jeu virtuel sur les fondamentaux de l'apprentissage profond. Elle s'est inscrite sur la plateforme (startup.dz) afin d'obtenir le label d'une entreprise émergente et a acquis des connaissances en matière de procédures juridiques et administratives pour la création d'une entreprise émergente. Elle a également participé à un atelier sur la pensée conceptuelle, l'idéation et la réalisation de prototypes utilisant l'impression 3D. Elle a développé des compétences en communication et en négociation, ainsi qu'une connaissance du modèle d'affaires BMC (Business Model Canvas) et des procédures de facturation formelles pour les projets. En plus de son diplôme en pharmacie, elle possède une certification en

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

comptabilité technique. Elle a effectué plusieurs stages, notamment chez Sonatrach, Naftal (entreprise pétrolière) et l'Algérienne des Eaux, ainsi qu'un stage en pharmacie.

**Encadreurs:** Khane Yasmina, spécialité : doctorat chimie analytique et l'environnement. Son rôle est le suivi des procédés de synthèse chimique et d'amélioration de produit est d'apporter une expertise et un soutien technique aux membres de l'équipe. Elle aide à définir les méthodologies expérimentales, à concevoir les expériences et à analyser les résultats obtenus.

**Co-Encadreurs:** Aouf Mohammed, spécialité : doctorat Génie chimique, grâce à sa spécialité, il peut fournir des conseils techniques, des recommandations et des solutions aux problèmes rencontrés dans le projet, il est fourni un encadrement supplémentaire et une expertise spécifique dans le domaine.

#### 4. Les objectifs du projet

- ✓ Nous nous efforçons de devenir le leader du marché des nanoparticules dans le traitement des huiles usagées et des eaux polluées en Algérie au cours des années de production.
- ✓ Atteindre une part de marché suffisante pour répondre aux besoins des clients.
- ✓ Améliorer la qualité des huiles usagées : l'objectif principal est de convertir les huiles usagées polluées en huiles pures et réutilisables.
- ✓ Purification des eaux polluées : le projet vise à appliquer la technologie des nanoparticules pour la purification des eaux polluées.
- ✓ Protection de l'environnement : le projet contribue à protéger l'environnement des effets de la pollution résultant d'une élimination inappropriée des huiles usagées et des eaux polluées.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

✓ Le projet se concentre sur l'amélioration de la qualité de ces liquides, la protection de l'environnement et le développement d'une technologie innovante dans ce domaine.

### 5. Un calendrier pour la réalisation du projet:

7	6	5	4	3	2	1			
					✓	✓	Les études préliminaires comprennent la sélection de l'emplacement de l'unité de production et la préparation des documents requis.		1 2
				✓	✓		Demande d'approvisionnement à l'étranger		
			✓	✓	✓		Construction d'un siège de production.		3
		✓	✓	✓			Installation des équipements.		4
	✓						Acquisition des matières premières.		5
✓							Début de la production du premier produit.		6

## Chapitre 2 : les aspects innovants.

### 1. Nature des innovations :

a. Innovation radicale : La nature de l'innovation réside dans le développement radical des nanoparticules en ajoutant une substance magnétique qui facilite la récupération et le contrôle de ces particules.

b. Innovation sur le marché : Les particules d'alginate sont utilisées pour filtrer les eaux contaminées et les huiles usagées grâce à une nouvelle technologie appelée nanotechnologie. Cette technique présente une excellente efficacité dans la purification de ces liquides, ce qui signifie qu'elle utilise des particules extrêmement petites aux propriétés magnétiques qui peuvent contribuer grandement à la purification, réduisant ainsi les efforts et le temps nécessaires. De plus, ces particules sont réutilisables à plusieurs reprises et peuvent être régénérées en les collectant et en extrayant les contaminants saturés, puis en les réutilisant dans le processus. Cette idée contribuera au développement d'un nouveau produit innovant qui contribue à résoudre le problème de la pollution pétrolière et de la pollution de l'eau, tout en offrant des opportunités économiques pour l'utilisation de matières secondaires et leur transformation en un produit de valeur.

c. Le produit sera commercialisé en fournissant des informations détaillées sur ses avantages et son efficacité, ce qui peut être utilisé pour promouvoir et encourager les personnes à l'acquiescer.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

## 2. Domaines d'innovation

Les aspects innovants de notre projet sont les suivants :

- Première entreprise en Algérie à utiliser la technologie des nanoparticules dans le processus de production des billes nano/alginate.
- Vente des nanoparticules en tant que produit supplémentaire.
- Offrir un autre type de nanoparticules améliorée avec une nouvelle technologie, à savoir les billes nano magnétiques (Billes Magnétiques).
- Cibler un nouveau groupe de consommateurs.

## Chapitre 3 : Analyse stratégique du marché

### 1. Offre du secteur de marché

**Marché potentiel :** Toutes les catégories de la société qui s'intéressent au traitement des huiles usagées et des eaux polluées.

- **Marché cible :** Les entreprises industrielles impliquées dans la production d'huiles et les entreprises spécialisées dans le traitement des eaux.
- **Ciblage des entreprises industrielles** car elles sont responsables de l'élimination des huiles usagées et des eaux polluées dans la nature, ce qui entraîne une grave détérioration de l'environnement en tant que déchets dangereux contenant de nombreux éléments toxiques.
- **Possibilité de conclure des contrats d'achat** avec plusieurs institutions industrielles, y compris des compagnies pétrolières.

### 2. Mesures d'intensité de la concurrence

Les principaux concurrents sur le marché algérien produisent principalement des produits utilisant des substances chimiques hautement toxiques :

- Le nombre d'entreprises présentes sur le marché.
- Les entreprises de purification de l'eau.

➤ **Points forts :**

Ancienneté sur le marché, force et réputation de la marque.

➤ **Points faibles :**

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

Utilisation de matériaux moins performants (argile, charbon actif) qui absorbent les polluants sans les décomposer, entraînant une augmentation de la pollution dans l'environnement.

### **3. Les stratégies marketing**

- Nous nous appuyons sur une stratégie marketing basée sur des prix compétitifs en maîtrisant la réduction des coûts grâce à l'utilisation de technologies avancées.
- Un site web pour la distribution des produits et la gestion des commandes.
- Notre entreprise offre à ses clients un espace pour exprimer leurs préoccupations et les traiter dans les meilleurs délais, ce qui renforce la confiance des clients en notre entreprise et confère une crédibilité accrue à notre produit, car nous plaçons le client au-dessus de tout.

## Chapitre 4 : Plan de production et d'organisation

### 1. processus de production

Les principales étapes du processus de production sont les suivantes :

- **Préparation des matières premières** : Collecte et préparation des matières premières nécessaires pour la production de nanoparticules (ZnO, nitrate de cuivre, Nerium Oleander, Alginate de Sodium, NaOH, CaCl<sub>2</sub> (Chlorure de Calcium), Ethanol, Matière magnétique)
- **Préparation de la solution ou du milieu** : Mélange des matières premières avec un solvant approprié pour obtenir une solution homogène adaptée à l'utilisation des nanoparticules dans le traitement des eaux usées et des huiles usagées en ajustant la concentration des matériaux nano et d'autres produits chimiques utilisés dans le processus.
- **Formation des nanoparticules** : La solution est transformée en petites particules à l'aide de techniques telles que la précipitation chimique ou autres méthodes.
- **Séparation et purification des nanoparticules** : Les nanoparticules sont séparées des substances indésirables et purifiées pour obtenir des particules pures avec une taille et des propriétés spécifiques.
- **Séchage et façonnage des particules** : Le solvant est éliminé et les particules sont séchées, puis façonnées pour obtenir la forme finale souhaitée.
- **Mesure et analyse des particules** : Les particules sont mesurées et analysées pour déterminer leur taille, leur distribution et leurs propriétés physiques et chimiques à l'aide de techniques telles que la microscopie électronique et l'analyse spectrale.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

- **Conditionnement et emballage** : Les nanoparticules sont emballées dans des contenants appropriés et sécurisés pour préserver leur qualité et les protéger contre la contamination.
- **Stockage et distribution** : Les nanoparticules sont stockées dans des espaces de stockage appropriés et les opérations de distribution sont organisées pour assurer la livraison des produits en bon état et dans les délais impartis.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

Matières premières (*Nerium Oleander*, ZnO, CaCl<sub>2</sub>, nitrate de cuivre, NaOH, Alginate de Sodium, Matière magnétique, Ethanol)

Extraction de l'extrait avec l'ajoute de Matière Source (Copper(II), ZnO)

Nano

Billes d'alginate Nano

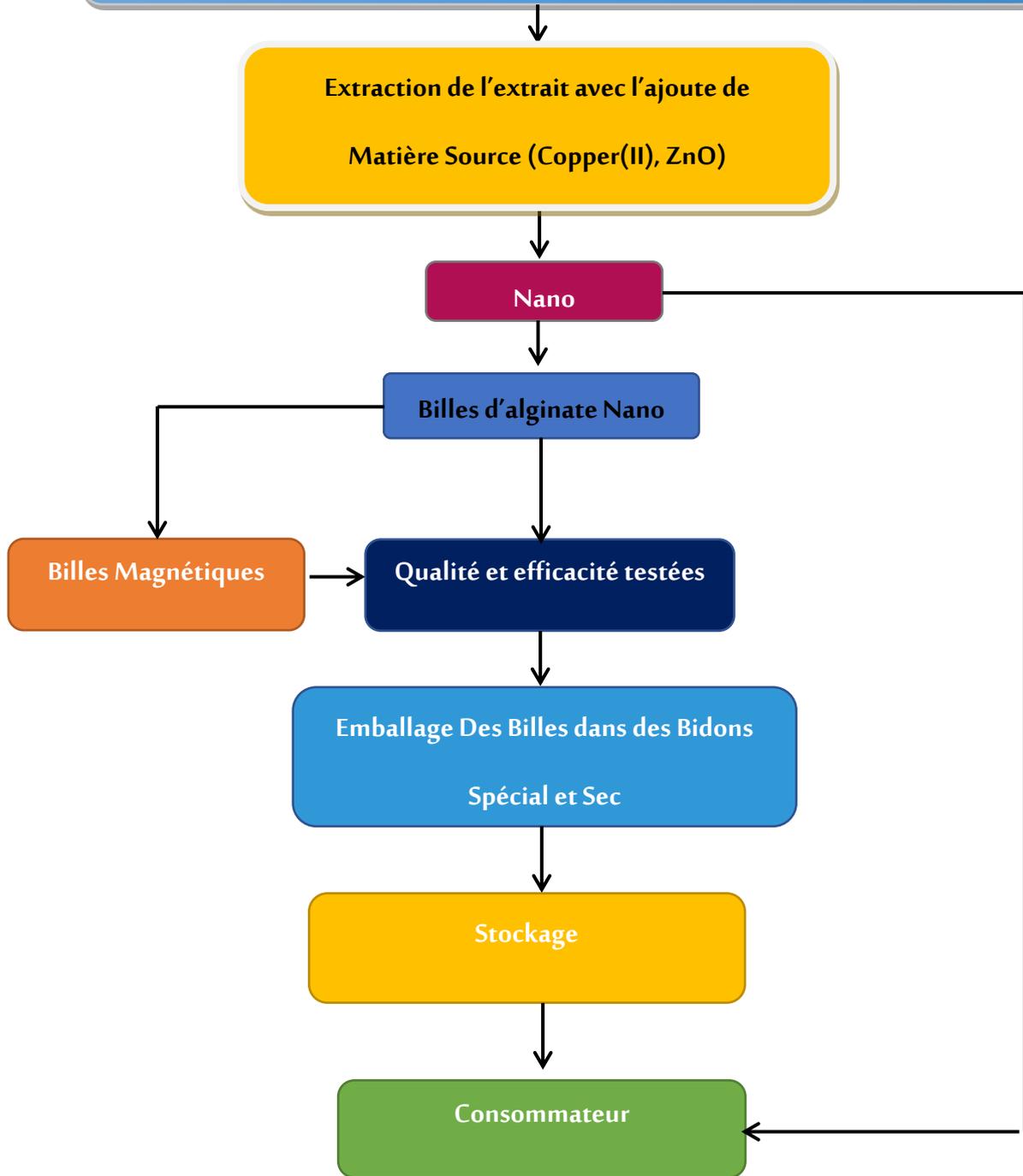
Billes Magnétiques

Qualité et efficacité testées

Emballage Des Billes dans des Bidons Spécial et Sec

Stockage

Consommateur



## 2. Approvisionnement:

Dans notre projet, l'approvisionnement se fait à travers plusieurs étapes et processus :

Contrat avec l'État pour fournir la plante "Dafla" qui ne pousse pas dans tous les endroits et régions du pays.

Processus d'achat et d'approvisionnement : Nous communiquons avec les fournisseurs (centres de vente de produits chimiques et d'équipements de laboratoire, fournisseurs d'équipements et de maintenance...) et concluons des contrats d'achat pour les matières premières nano requises. Les spécifications des matières requises et leur quantité doivent être définies pour garantir l'obtention du produit approprié.

La politique de paiement dépend des exigences de l'entreprise et peut être en espèces ou autre.

Le délai de livraison est précisément déterminé pour les matières premières requises (prix, quantité, délai, etc.) afin de faciliter la vente et garantir la continuité.

Stockage et gestion : Une fois les matières premières nano reçues, elles doivent être stockées de manière sûre et appropriée. Des conditions de stockage telles que la température et l'humidité appropriées doivent être fournies pour préserver la qualité des matériaux. La gestion des stocks consiste à vérifier les dates de péremption et à réorienter les matériaux si nécessaire.

Préparation des nanoparticules : Des équipements et des processus spécialisés sont utilisés pour préparer les nanoparticules utilisées dans le traitement des eaux usées et des huiles usagées. Ces processus peuvent inclure des techniques telles que la fragmentation et le broyage des particules en tailles nano, ainsi que la modification de la surface des particules pour améliorer leur efficacité et leur capacité à réagir avec les substances traitées.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

Application et tests : Après la préparation des nanoparticules, elles sont appliquées dans les processus de traitement des eaux usées et des huiles usagées. Le processus d'application dépend de la nature de la substance à traiter et de l'objectif du traitement. Les nanoparticules sont intégrées dans le système de traitement, que ce soit en les ajoutant directement à l'eau ou aux huiles usagées, ou en utilisant des dispositifs spéciaux pour éliminer les contaminants.

Après l'application, des tests sont effectués pour vérifier l'efficacité des nanoparticules dans le traitement des substances ciblées. Ces tests comprennent la mesure de la concentration des contaminants avant et après le traitement à l'aide de différentes techniques d'analyse. Les performances des nanoparticules sont également évaluées en termes de capacité à éliminer les contaminants et à améliorer la qualité de l'eau ou des huiles.

Enfin, il est essentiel de mettre en place un système durable pour la croissance du projet de production de nanoparticules pour le traitement des eaux usées et des huiles usagées. La gestion des stocks doit être soigneusement gérée et régulièrement mise à jour pour garantir la disponibilité des matériaux nécessaires en temps voulu. Il est également nécessaire d'évaluer et d'analyser la qualité des matériaux reçus des fournisseurs pour garantir leur conformité aux normes et aux spécifications requis

### 3. Main-d'œuvre:

Les travailleurs humains jouent un rôle crucial dans le projet de production de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées. Le projet nécessite une équipe qualifiée et formée capable d'effectuer différentes opérations, notamment :



Gestion et planification :

Définir les objectifs du projet et établir des plans pour les atteindre.

## La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

Organiser et planifier les opérations et les ressources.

Suivre l'avancement du projet et prendre les mesures nécessaires pour l'améliorer.

### Scientifiques et chercheurs :

Effectuer des études et des recherches pour améliorer et développer les nanoparticules utilisées.

Analyser les données et évaluer l'efficacité des matériaux et leur impact sur le traitement.

Développer de nouvelles techniques et proposer des solutions innovantes dans le domaine du traitement.

### Techniciens et ingénieurs :

Opérer les équipements et les appareils utilisés dans le processus de production.

Assurer la maintenance des équipements et effectuer les réparations nécessaires.

Surveiller les paramètres du processus tels que la température et la pression, et garantir un fonctionnement correct.

### Ouvriers qualifiés :

Préparer les matières premières et exécuter les opérations de préparation et de production.

Suivre les opérations et garantir la qualité et l'efficacité.

Respecter les procédures de sécurité et de prévention pendant le travail.

### Équipe qualité et contrôle qualité :

Effectuer des tests de qualité sur les produits et les matériaux utilisés.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

Surveiller les normes et les spécifications et garantir leur conformité.

Analyser les données et fournir des rapports sur la qualité des produits.

 Équipe sécurité et environnement :

Appliquer des mesures de sécurité et de prévention pour protéger les travailleurs.

Identifier les causes des accidents et fournir des rapports à leur sujet, ainsi que mettre en œuvre les améliorations nécessaires pour les éviter.

Fournir des recommandations pour améliorer les procédures de sécurité et de prévention.

Fournir des équipements de protection et des outils appropriés pour les travailleurs.

Inspecter et entretenir régulièrement les équipements de sécurité.

 Équipe marketing et ventes :

Analyser le marché et les besoins des clients dans le domaine du traitement des eaux et des huiles usagées.

Développer des stratégies de marketing et de promotion pour les nanoparticules.

Négocier et conclure des accords de vente avec les clients et les partenaires.

 Équipe support technique :

Fournir un support technique et des conseils aux clients pour l'utilisation et l'application des nanoparticules.

Résoudre les problèmes et répondre aux questions techniques.

Fournir une formation et des ateliers pratiques aux clients et aux partenaires.

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

 Équipe gestion des relations :

Construire et renforcer les relations avec les fournisseurs et les partenaires commerciaux.

Négocier les conditions des contrats et gérer les relations commerciales.

Suivre la satisfaction des clients et travailler à répondre à leurs besoins.

#### **4. Partenariats clés:**

Les principaux partenaires de notre projet incluent les fournisseurs de matières premières, les entreprises de produits chimiques, les entreprises de technologie et les laboratoires de recherche et développement dans le domaine de la nouvelle technologie nano, ainsi que les entreprises utilisées dans le domaine du raffinage.

Les organismes gouvernementaux et les institutions concernées : nous pourrions avoir besoin de coopérer et de communiquer avec les organismes gouvernementaux concernés par la purification et la préservation de l'environnement et des ressources en eau.

## Chapitre 5 : Plan financier

### 1. Les coûts et les charges:

a. **Les coûts du projet:** Les coûts du projet se répartissent comme suit :

❖ **Coût de production 5g de nano CuO et 25g des Billes d'alginate pendant 3 Jour dans**

**Laboratoire**

	Nombre	Prix(DZD)
Matières premières	-	119
Equipements de laboratoire	-	900
Electricité, eau	-	100
Coût du main-d'œuvre	2	6550
<b>Coût du bâtiment</b>	-	500
<b>Totale</b>	2	8169

❖ **Les revenus : Les nano, les billes d'alginate, les billes magnétiques**

Les revenus	Le prix	Quantité
Les billes d'alginate	850	1g
les billes magnétiques	1500	1g
Nanoparticule ZnO	3000	1g
Nanoparticule CuO	5500	1g
<b>Totale</b>	<b>10850</b>	<b>4g</b>

**b. Méthodes et sources de financement :**

- Prêt bilatéral : Nous envisageons de solliciter un prêt auprès d'une institution financière pour couvrir une partie des coûts du projet. Cela nous permettra de disposer des fonds nécessaires pour l'acquisition des équipements et des matières premières, ainsi que pour le démarrage des opérations.
- Prêt trilatéral : En plus du prêt bilatéral, nous explorons également la possibilité d'obtenir un prêt trilatéral, impliquant la participation d'un autre partenaire financier, pour renforcer davantage notre capacité financière et soutenir la croissance du projet.
- Accès à un partenariat avec un investisseur externe : Nous sommes ouverts à la possibilité de nouer un partenariat avec un investisseur externe qui partagerait notre vision et notre mission. Cela pourrait inclure un investissement en capital ou d'autres formes de collaboration financière.

**c. Méthode de récupération des fonds :**

- Vente des produits finis et semi-finis : Nous prévoyons de commercialiser nos produits finis ainsi que des produits semi-finis afin de générer des revenus.
- En offrant des produits de haute qualité, nous visons à attirer et fidéliser une clientèle solide, ce qui contribuera à la récupération de notre investissement initial et à la rentabilité continue de notre entreprise.

## Chapitre 5 : Le prototype expérimental

Le premier prototype expérimental est une version préliminaire du produit ou du service, qui sert de base pour le développement jusqu'à ce que le produit final soit officiellement commercialisé sur le marché. En général, l'utilisation de nanoparticules dans le traitement des eaux et des huiles usagées comprend plusieurs étapes essentielles. Cela commence par la conception des caractéristiques souhaitées des nanoparticules, suivie de leur préparation à l'aide de différentes techniques. Ces nanoparticules sont ensuite appliquées dans le processus de traitement des eaux et des huiles usagées, et leur performance est surveillée et évaluée par analyse et caractérisation. Si elles ne répondent pas aux normes requises, le processus est amélioré et développé pour atteindre un modèle final qui assure les performances souhaitées. Les nanoparticules utilisées dans le traitement des eaux et des huiles bénéficient de leur capacité d'absorption, d'échange et d'amélioration des processus de dépollution, mais elles font également face à des défis techniques et économiques. L'utilisation de nanoparticules représente un domaine prometteur pour améliorer la qualité des ressources naturelles et préserver l'environnement.



**Nano Particule CuO**



**Nano Particule ZnO**

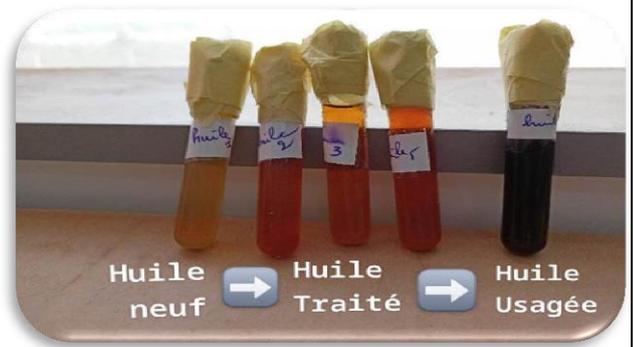
La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.



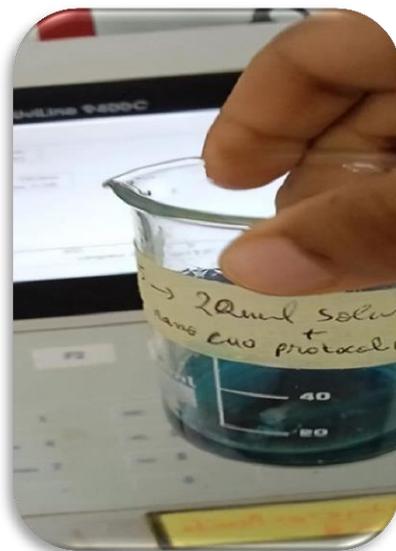
Billes D'alginat



Billes Magnétique



Traitement d'huile



Traitement de l'eau

## Attachment No. 04: Business Model Template

<b>Les partenariats clés :</b>	<b>Les activités principales :</b>	<b>Les valeurs proposées :</b>	<b>Relations avec les clients :</b>	<b>Segments de clientèle :</b>
<p>Distributeurs de matières premières.</p> <p>Laboratoires de sécurité sanitaire.</p> <p>Entreprise de maintenance des machines.</p> <p>Partenariat avec les fournisseurs pour assurer l'approvisionnement en matières premières.</p> <p>Collaboration avec des laboratoires d'analyse.</p>	<p>Achats de matières premières.</p> <p>Fabrication (traitement et transformation).</p> <p>Stockage.</p> <p>Distribution.</p> <p>Achat de matières premières, puis leur transformation dans les ateliers de fabrication, suivi du stockage et de la distribution du produit.</p>	<p>Résoudre les problèmes de pollution de l'eau et des huiles usagées.</p> <p>Utilisation du produit à plusieurs reprises.</p> <p>Capacité à améliorer la qualité de l'eau et à recycler les huiles usagées à des prix compétitifs.</p> <p>Mécanisme de recyclage des huiles usagées et élimination des problèmes de pollution, tout en améliorant la qualité de l'eau.</p>	<p>Support technique : répondre à toutes les questions, communication directe.</p> <p>Relations à long terme avec les clients principaux.</p> <p>Garantie.</p> <p>Sensibilisation : sensibilisation à travers des sorties sur le terrain et clarification de la gravité de la pollution et des huiles usagées sur l'environnement, en proposant une alternative telle que les billes d'alginate pour réduire les coûts et les amendes liés à la pollution environnementale.</p> <p>Évaluation : utilisation du produit et réception des commentaires via des enquêtes, un site web ou une page de médias sociaux dédiée au projet.</p> <p>Processus d'achat et de vente : clarification du processus d'achat, de vente et des points de vente.</p> <p>Livraison : clarification des modes de livraison du produit au client lors de l'achat.</p>	<p>Les consommateurs intéressés par la préservation de l'environnement.</p> <p>Les entreprises industrielles utilisant des huiles, y compris Sonatrach, les compagnies d'eau et tous les utilisateurs d'huiles usagées.</p>

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

<p><b>Les ressources principales :</b>  Machine de fabrication de particules nano, four, appareil à rayons ultraviolets.  Matières premières (Copper(2),alginate, ZnO).  Local de l'entreprise.  Techniciens.  Sources de financement.  Fournitures de laboratoire.</p>		<p><b>Les canaux :</b>  En ligne.  Publicités lors de conférences, salons internationaux.  Page officielle.  Lieu physique permanent.  Canaux de distribution avec les compagnies pétrolières, gazières et les organismes chargés du traitement de l'eau.  Canaux de marketing vers le public et les utilisateurs finaux (B2C, B2G, B2B).</p>	
<p><b>Les structures de coûts :</b>  Coûts d'achat des matières premières.  Coûts d'électricité, d'eau et de gaz.  Coûts du bâtiment.  Coûts des bureaux et des équipements.  Coûts des ateliers et des bureaux de stockage.  Coûts de maintenance et d'exploitation.  Coûts de nettoyage et de transport.  Coûts des analyses.</p>		<p><b>Les sources de revenus :</b>  Vente de matériaux manufacturés individuellement (Nano).  Le prix du produit est sujet à variation en premier lieu.  Vente du produit (Les Billes).</p>	

La fabrication de nanoparticules pour le traitement des eaux et des huiles usagées.

Salaires des employés.	
------------------------	--



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة غرداية  
حاضنة الاعمال الجامعية



رقم 56/الحاضنة/2023

**شهادة توطين / تحضين " مشروع مبتكر ضمن قرار 1275 "**

أنا الممضي اسفله، السيد: طويطي فريد، مسير حاضنة الأعمال الجامعية لجامعة غرداية. الكائن مقرها الاجتماعي بالقطب 3 بجامعة غرداية، غرداية 47000. أشهد أن الطالب /الطالبة التالية أسمائهم:

الاسم واللقب	تاريخ ومكان الازدياد	رقم تسجيل الطالب	الطور الدراسي	التخصص	الكلية
رمضاني أحلام	2000/04/28 القرارة	39084118	ماستر سنة ثانية	هندسة الطرائق	العلوم و التكنولوجيا
هيبه كريمة	1998/11/30 متليلي	39088561	ماستر سنة ثانية	هندسة الطرائق	العلوم و التكنولوجيا

تحت اشراف الأستاذ / الاساتذة التالية أسمائهم

الاسم واللقب	الرتبة	التخصص	الكلية
خان ياسمين	أستاذ محاضر أ	هندسة الطرائق	العلوم و التكنولوجيا
عوف محمد	أستاذ متعاقد	هندسة الطرائق	العلوم و التكنولوجيا

تم احتضانه على مستوى حاضنة الاعمال لجامعة غرداية خلال السنة الجامعية 2023/2022 بمشروع تحت اسم: صناعة حبيبات النانو لمعالجة المياه والزيت المستعملة (Smrr-NM-Traitement)

تمت هذه الشهادة بطلب من المعني للإدلاء بها في حدود ما يسمح به القانون.

حرر في جامعة غرداية، بتاريخ: 02/04/2023

مدير الحاضنة مسؤول حاضنة الأعمال  
♦ طويطي فريد ♦



