



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'Analyse et Contrôle Qualité

TACQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Analyse des métaux présents dans des huiles lubrifiantes
par ICP-AES**

Présenté par :

◆ **DEHBI ALAOUI Najlae**

Encadré par :

- ◆ **Mr Mohammed SAFOUANE (Shell de Maroc)**
- ◆ **Pr Abdellatif BOUKIR (FST)**

Soutenu Le 17 Juin 2015 devant le jury composé de:

- **Pr CHAKROUN Saïd (FST FES)**
- **Pr ALILOU El Houssine (FST FES)**
- **Pr Abdellatif BOUKIR (FST FES)**

Stage effectué à Shell du Maroc

Année Universitaire 2014 / 2015

Remerciements

Ce rapport est bien le fruit d'un modeste effort, cela serait injuste de le présenter sans avoir rendu grâce aux gens avec lesquels il a été fait, ceux qui leur revient le droit : Merci à vous tous.

*Au terme de ce travail, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à tous le personnel de SHELL Vivo Energy au nom de son directeur général, **Mr. Mohammed RAIHANI** qui m'a accordé ce stage*

*Je ne laisse pas cette occasion passer, sans remercier tous les enseignants et les personnels de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès pour leur aide et leur précieux conseils et à leur tête **le Professeur Abdellatif BOUKIR** qui m'a soutenue durant ma période de stage comme encadrant, monsieur **ALILOU** et monsieur **CHEKROUN** professeurs à la FST de Fès pour avoir accepté de juger ce travail.*

*Ma gratitude s'adresse aussi à **Mr. MOHAMMED SAFOUANE** responsable laboratoire pour son encadrement et **Mr. Adil BOUZIANI** et **Mr. Mostafa ARKAOU**, pour leurs conseils et pour l'attention particulière qui m'a été octroyée.*

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ce stage.

Dédicaces

A mes chers parents

Je veux vous exprimer tout l'amour que j'ai pour vous, vous avez tout fait pour moi. Que dieu vous bénisse et fasse que je puisse tout faire pour vous.

Je dédie ce travail :

A ma sœur, pour son respect et son encouragement durant mes études et à qui je souhaite une grande réussite.

A toutes ma famille, A tous les amis

LISTE DES ABREVIATIONS

ASTM: American Society for Testing and Materials

DTC: Détecteur à Transfert de Charge

ICP-AES: Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy/Spectrometer
Plasma à Couplage Inductif – Spectrométrie/Spectromètre d'émission atomique
Spectrométrie d'Emission Atomique par Torche à Plasma

LD: Limite de Détection

LQ: Limite de Quantification

RSD: Relative Standard Deviation
Coefficient de variation

SBR: Signal to Background Ratio
Rapport Signal sur Bruit de fond

LISTE DES TABLEAUX

Tableau1: Différents métaux identifiés ainsi que leur longueur d'ondes λ et concentrations.....	p24
Tableau2: Détermination des concentrations d'Analyse par ICP des métaux contenus dans Additif LLCS1403	p26
Tableau3: Détermination des concentrations d'Analyse par ICP des métaux contenus dans L'EchantillonL1562	p26
Tableau4: Détermination des concentrations d'Analyse par ICP des métaux contenus dans l'échantillon HX7.....	p27
Tableau5: Détermination des teneurs des métaux par ICP de l'échantillon SPIRAX.....	p27

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Longueur d'onde.....	p12
Figure 2: Spectre de raies.....	p13
Figure 3: Transition d'énergie.....	p14
Figure 4: Principe de fonctionnement de l'appareil ICP.....	p15
Figure 5: Processus d'atomisation d'un échantillon liquide.....	p15
Figure 6: Schéma représentant le système d'introduction d'échantillon.....	p16
Figure 7: Schéma du système d'introduction d'échantillon.....	p17
Figure 8: Schéma d'une pompe péristaltique.....	p17
Figure9: Torche à plasma.....	p18
Figure10: Système optique.....	p19
Figure11: Droite d'étalonnage.....	p22
Figure 12 : Spectres du Blanc.....	p24
Figure 13: Spectres du standard.....	p25
Figure 14 : Spectres du Témoin.....	p25

SOMMAIRE

Introduction	9
---------------------------	---

Partie I :Aperçu Bibliographique sur l'ICP-AES

I-Principe de l'ICP	9
----------------------------------	---

1- Spectroscopie d'émission atomique	9
--------------------------------------------	---

1.1 Structure de l'atome.....	9
-------------------------------	---

1.2 Rayonnement électromagnétique.....	12
----------------------------------------	----

1.3 Emission atomique.....	14
----------------------------	----

1.4 Excitation des atomes.....	15
--------------------------------	----

II-Les composants de l'ICP	16
-----------------------------------------	-----------

1- Spectromètre ICP	16
---------------------------	----

1.1 Système d'introduction de l'échantillon.....	16
--------------------------------------------------	----

1.1.1 Fonctionnement d'une pompe.....	17
---------------------------------------	----

1.2 Système d'atomisation et d'excitation.....	18
------------------------------------------------	----

1.2.1. Plasma.....	18
--------------------	----

a)Plasma inductif	18
-------------------------	----

b) Plasma d'argon.....	18
------------------------	----

1.3. Système optique	19
----------------------------	----

1.4. Système de détection	20
---------------------------------	----

1.4.1. Traitement de signal.....	20
----------------------------------	----

2. Automatismes.....	20
----------------------	----

Partie II: Détermination des teneurs en métaux(Mg, Ca, P, Zn et Mo) dans les huiles de fabrication multigrade

I-Analyse réalisée par ICP.....	22
1. Mise en marche de l'ICP.....	23
2. Mode opératoire.....	23
3. Résultats	
3.1. Résultats du premier essai	24
3.1.1.Spectre des métaux obtenus	25
3.2. Résultats du deuxième essai.....	26
3.2.1. Additif LLCS 1403	26
3.2.2. Echantillon 1562	26
3.2.3.Analyse des huiles non conformes	27
3.2.3.1. Analyse de l' huile non conforme HX7	27
3.2.3.2. Analyse de l' huile non conforme SPIRAX	27

Conclusion

Références bibliographiques

Introduction

L'objectif de notre étude est la détermination des taux de métaux présents dans les huiles de fabrication (synthétiques) qui sont considérés non conformes de point de vue viscosité.

Ainsi, notre travail est subdivisé en **deux parties** :

- **La première** donne un aperçu général sur la spectroscopie d'émission atomique (ICP-AES) et le mode de fonctionnement de l'appareil ICP utilisé au cours de notre étude.
- **La seconde** concerne l'analyse par ICP de **5 types de métaux (Mg, Ca, P, Zn et Mo)** contenus dans **4 échantillons des huiles de fabrication**
- **multigrades** (synthétiques) utilisées comme lubrifiant des moteurs de voitures, camions... et dans les machines d'usinage (fraiseuse, tours,...).

Avant d'aborder l'analyse, nous nous sommes intéressés d'abord à la qualification de l'appareil ICP par la recherche de la linéarité, la justesse de la méthode et l'effet de matrice.

Ensuite, nous avons traité des solutions contenant des additifs des huiles tout en procédant par comparaison aux standards et aux blancs dont les concentrations sont bien connues ; et ce dans le but de déterminer les teneurs en métaux et de les confronter aux normes **ASTM**.

Partie I :

Aperçu Bibliographique sur l'ICP-AES

I. PRINCIPE DE L'ICP

1-Spectroscopie d'émission atomique

Le dosage des métaux par la méthode inductif couplé plasma ICP est basé sur la spectroscopie d'émission atomique. Il serait utile de connaître le principe de l'émission atomique pour pouvoir comprendre le fonctionnement de l'ICP. C'est pour cela, un rappel bibliographique serait utile.

1. structure de l'atome

Les atomes sont constitués de trois types de particules fondamentales :

-**Les protons**, chargés positivement (de charge $+e$), sont au nombre de **Z (numéro atomique)**.

-**Les neutrons**, électriquement neutres, sont au nombre de **N**.

Proton et neutron constituent le noyau de l'atome, où est concentrée la majeure partie de la masse.

- Enfin, **les électrons**, chargés négativement (charge $-e$), également au nombre de **Z**.

Ils sont répartis autour du noyau, dans un espace très grand par rapport aux dimensions de ce dernier.

Un atome est électriquement neutre. Il peut cependant perdre un ou plusieurs électrons au cours de la réaction chimique et devient alors un ion.

- **Le nucléide**, est l'ensemble de protons et de neutrons représentant environ trois cents nucléides naturels dans l'univers.

Un atome X est ainsi :

A est le nombre de masse de l'atome qui est égal à $Z+N$.

A chaque valeur de Z correspond un élément chimique qui possède un symbole et une masse atomique relative.

Il existe cent trois éléments chimiques dont quatre-vingt-douze naturels, les autres ayant été préparés artificiellement (ils sont dits transuraniens, au-delà de l'uranium $Z=92$).

2. Rayonnement électromagnétique

Le rayonnement électromagnétique est défini comme étant une onde, caractérisée par trois grandeurs :

-vitesse de propagation $c = 2,998.10^{10}$ (cm/sec)(dans le vide)

- fréquence, nombre de vibration par unité de temps (en Hertz (Hz); 1Hz = une vibration par seconde).

- longueur d'onde λ distance parcourue par une vibration (en mètres).

Les trois grandeurs sont liées par la relation suivante: $c = \lambda \times \nu$

Une onde électromagnétique est une onde qui se propage dans le vide sans support matériel.

Le rayonnement électromagnétique comprend différents domaines :

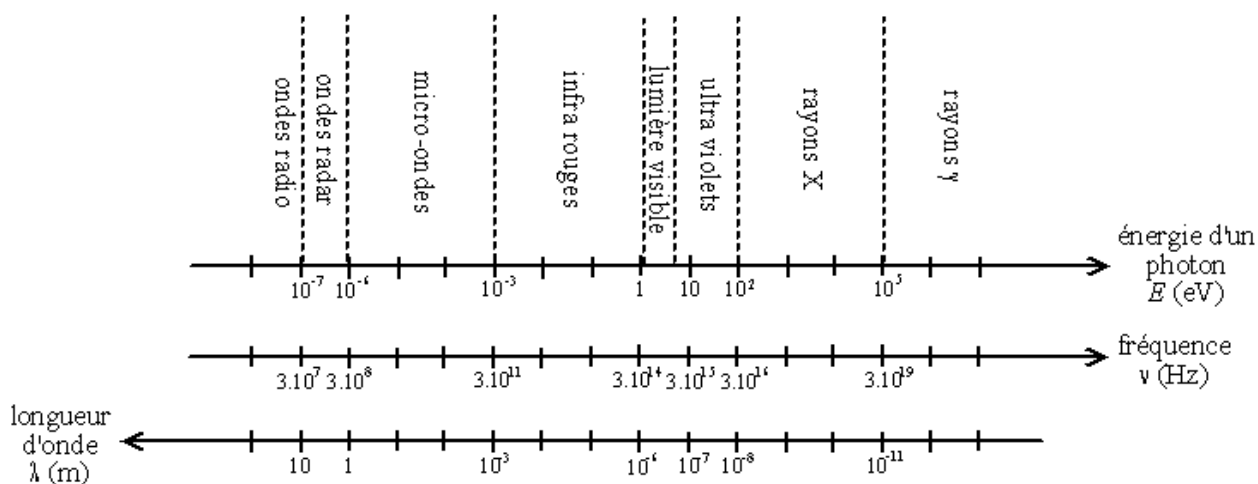


Figure 1 : longueur d'onde λ (m)

Celui-ci est constitué de particules invisibles, appelées photons .ceux –ci sont un flux de particules représentant chacun un quantum d'énergie.

Un quantum $E = h \cdot \lambda$, avec $h =$ constante de Planck $= 6.626.10^{-34}$ j.s

- Comme la matière, l'énergie est discontinue, c'est à dire quantifiée.

Un spectre atomique est donc un spectre de raies, que l'on peut représenter en montrant l'intensité en fonction de la fréquence (ou de la longueur d'onde).

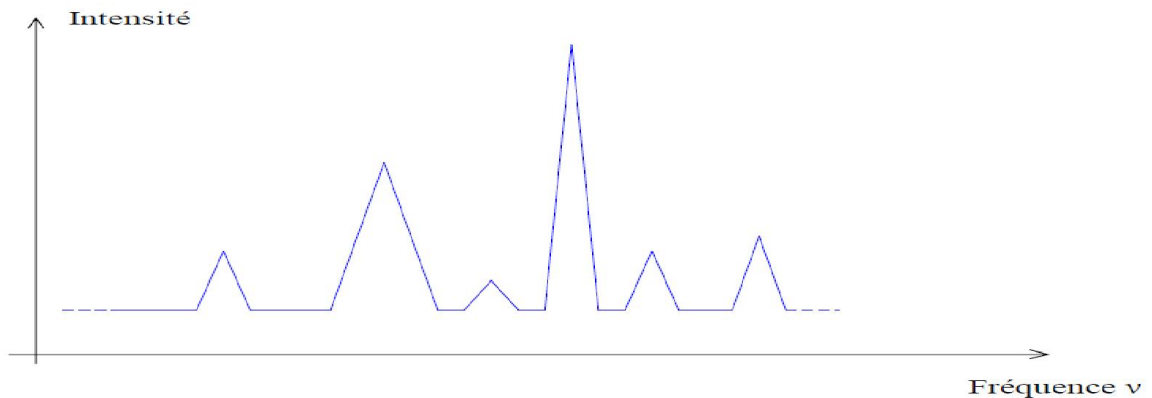


Figure 2 : Spectre de raies montrant l'intensité en fonction de la fréquence.

- En absence de toute excitation extérieure, les électrons occupent spontanément le niveau d'énergie le plus bas possible : l'atome et dans son **état fondamental**.

Si un électron (donc un atome) absorbe un rayonnement électromagnétique, son énergie augmente de $h \cdot \lambda$. Cette **absorption** d'un photon permet à l'atome de passer d'un niveau d'énergie E_m à un niveau d'énergie supérieur E_n .

A l'inverse, un atome peut passer d'un niveau supérieur E_n , à un niveau inférieur E_m en perdant un photon. Il y a alors **émission** d'énergie électromagnétique $E = h \cdot \lambda$.

Cet échange d'énergie entre matière et rayonnement s'écrit : $\Delta E = E_n - E_m = h\nu$

- La fréquence ν prend de valeurs discrètes l'énergie de l'électron ne peut donc prendre que certaines valeurs : on dit qu'elle est **quantifiée**. Ces valeurs déterminées sont les **niveaux d'énergie**, représentant à la fois l'énergie de l'électron et celle de l'atome

On appelle transitions, les changements d'énergie d'un électron par saut discontinu d'un niveau d'énergie existant (permis) à un autre. Les règles de sélection de la mécanique quantique donnent les transitions électroniques permises.

Une quantité d'énergie Q est transférée à un atome par collision avec une autre particule, donnent lieu à une excitation de cet atome : un électron d'une couche externe de l'atome est éjecté sur un niveau d'énergie supérieure. Suite à cette excitation, l'électron retourne en une ou plusieurs étapes à son niveau d'énergie d'origine.

Nous constatons donc que l'émission d'un rayonnement électromagnétique nécessite qu'il y ait eu excitation préalable de l'atome. Cela permet à l'électron d'atteindre un niveau d'énergie supérieur, d'où il pourra "redescendre" en émettant un photon $h\lambda$.

3. Emission atomique

C'est sur cette perte d'énergie qui est basée l'émission atomique, et on mesure ainsi l'énergie perdue par l'atome.

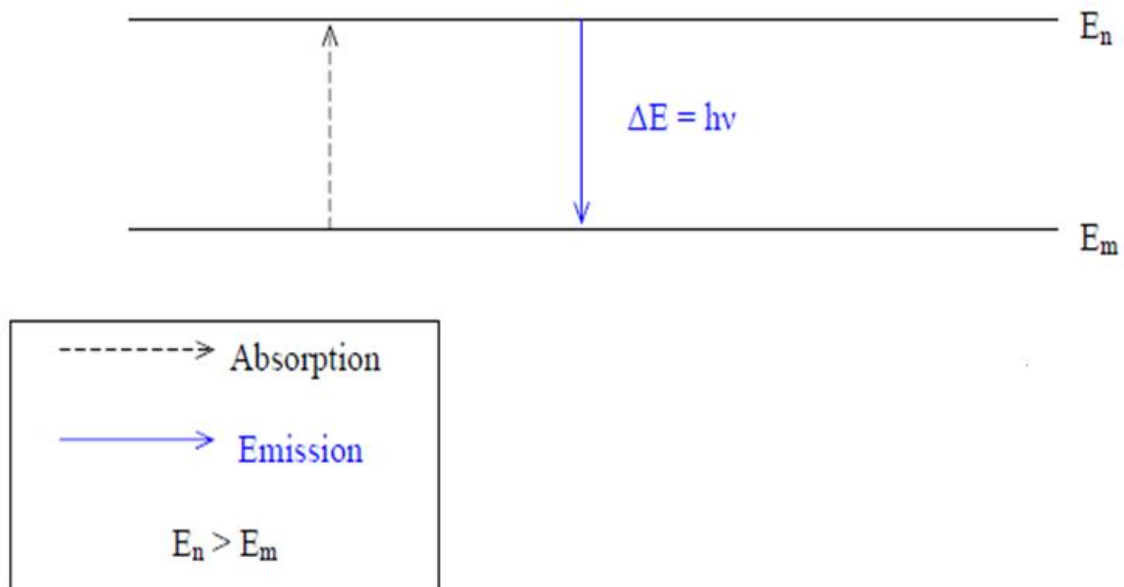


Figure 3 : Transition d'énergie

Spectrométrie d'émission atomique ICP(InducedCoupledPlasma) :

La spectrométrie d'émission fonctionne sur le même principe que la spectrométrie d'absorption, mais cette fois-ci l'échantillon joue le rôle de source de lumière. En effet, en excitant thermiquement la solution par plasma, les atomes émettent des photons et on peut obtenir le spectre de raies des atomes présents dans l'échantillon.

Cette méthode est beaucoup plus qualitative car à partir des spectres détectés, on peut voir quels éléments constituent l'échantillon (à condition d'avoir une température suffisamment élevée pour exciter tous les atomes), et évaluer leur quantité grâce à l'intensité des raies.

De plus contrairement à l'absorption une seule manipulation est nécessaire pour obtenir tous les constituants de l'échantillon et leur concentration.

Schéma-principe

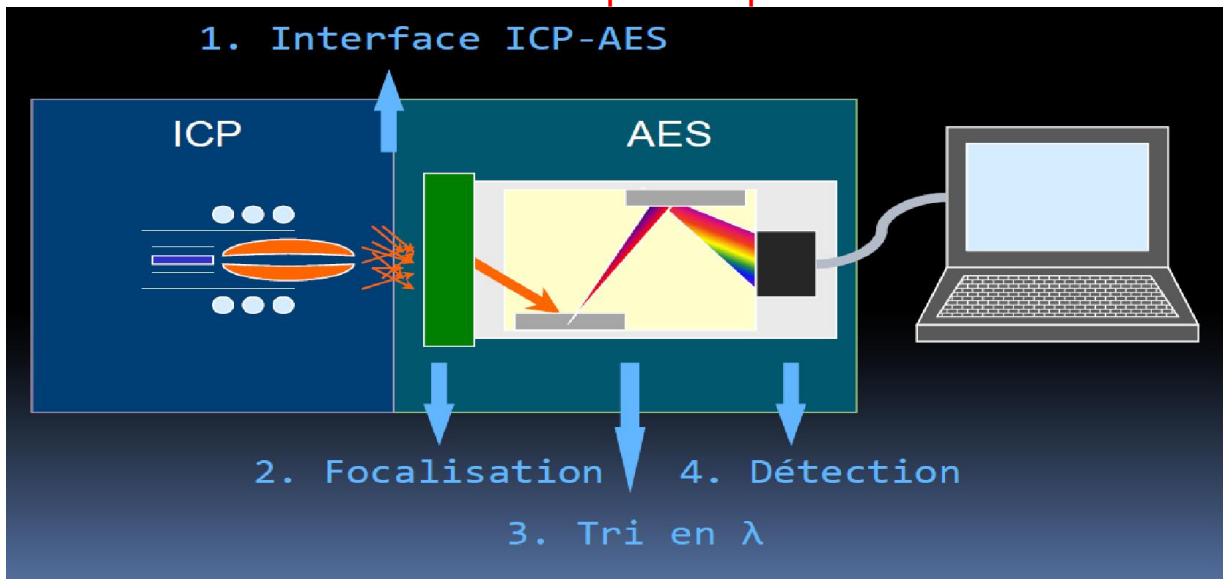


Figure 4 : Principe de l'appareil ICP-AES

4. Excitation des atomes :

PRINCIPE :

La méthode consiste à ioniser l'échantillon en l'injectant dans un plasma d'argon, ou parfois d'hélium, c'est-à-dire que les atomes de la matière à analyser sont transformés en ions par une sorte de flamme extrêmement chaude : jusqu'à 8 000 K, mais en général autour de 6 000 K pour les applications géochimiques. Certains appareils sont cependant dotés d'une option dite « à plasma froid », qui chauffent à plusieurs centaines de K tout de même, permettant l'analyse de molécules organiques qui seraient autrement détruites.

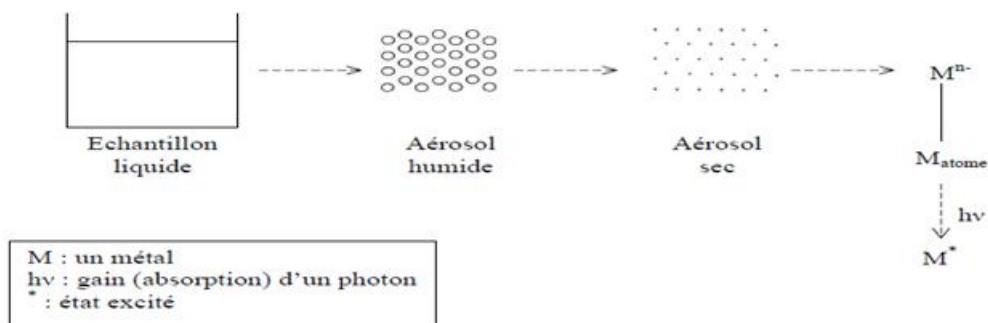


Figure 5 : Processus d'atomisation d'un échantillon liquide

II. Composant de l'ICP

1. Spectromètre ICP-AES

Le spectromètre utilisé au laboratoire est de type Perkin Elmer :

Un spectromètre ICP (inductive coupled plasma) peut être divisé en quatre parties :

- système d'introduction de l'échantillon ;
- système d'atomisation et d'excitation ;
- système optique ;
- système de détection.

1-1. Système d'introduction d'échantillon

Une étape de préparation de l'échantillon est nécessaire en amont d'une analyse en ICP-AES.

Cette étape est décrite dans l'annexe.

Le système d'introduction de l'échantillon est constitué d'une pompe péristaltique, d'un nébuliseur et d'une chambre de nébulisation (figure 6).

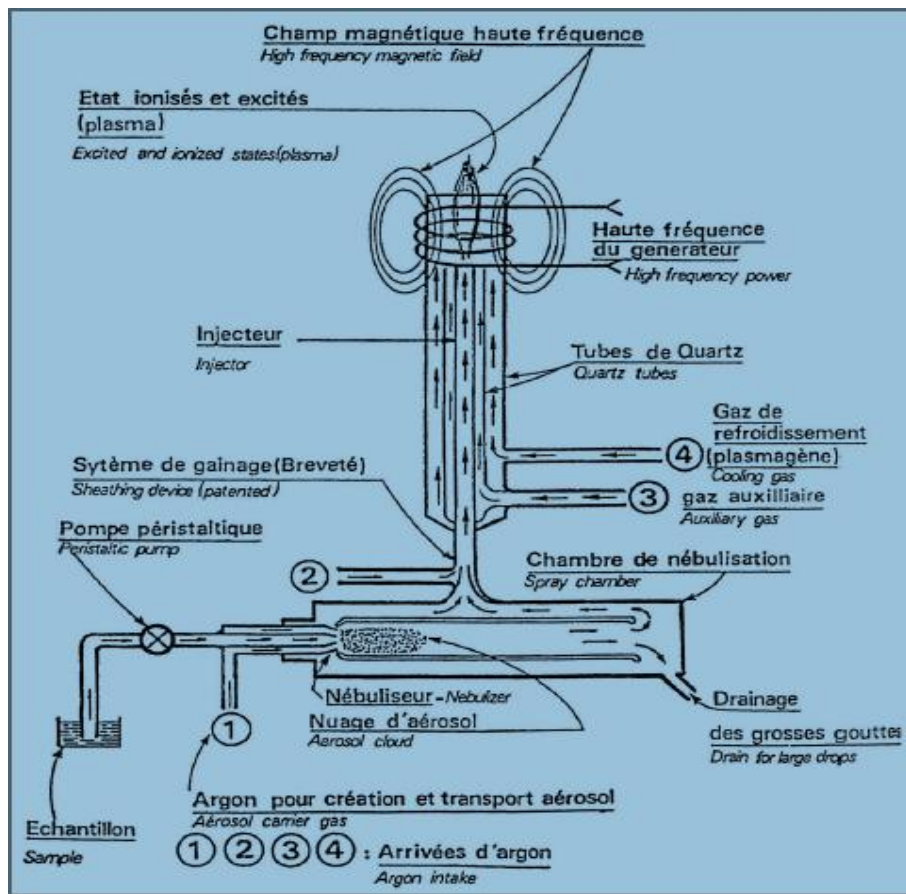


Figure 6: Schéma représentant le système d'introduction de l'échantillon

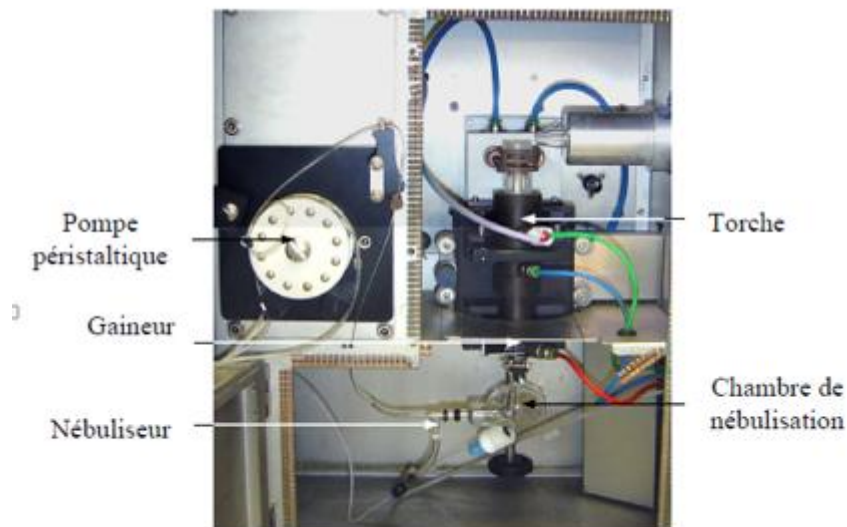


Figure 7 : Schéma du système d'introduction d'échantillon

1-1-1. Fonctionnement d'une pompe péristaltique

Tout d'abord, un volume d'échantillon est prélevé à l'aide d'une sonde. Ce volume d'échantillon est ensuite entraîné vers une pompe péristaltique (voir schéma 5) afin de permettre un entraînement de l'échantillon dans le système d'introduction à un débit constant. La caractéristique principale des pompes de ce type est l'affranchissement de la viscosité des solutions. Cette pompe peut utiliser deux ou trois

voies. La première voie permet le transfert de l'échantillon. La deuxième voie sert à retirer l'excès de liquide dans la chambre de nébulisation. La troisième voie peut servir à insérer un étalon interne.

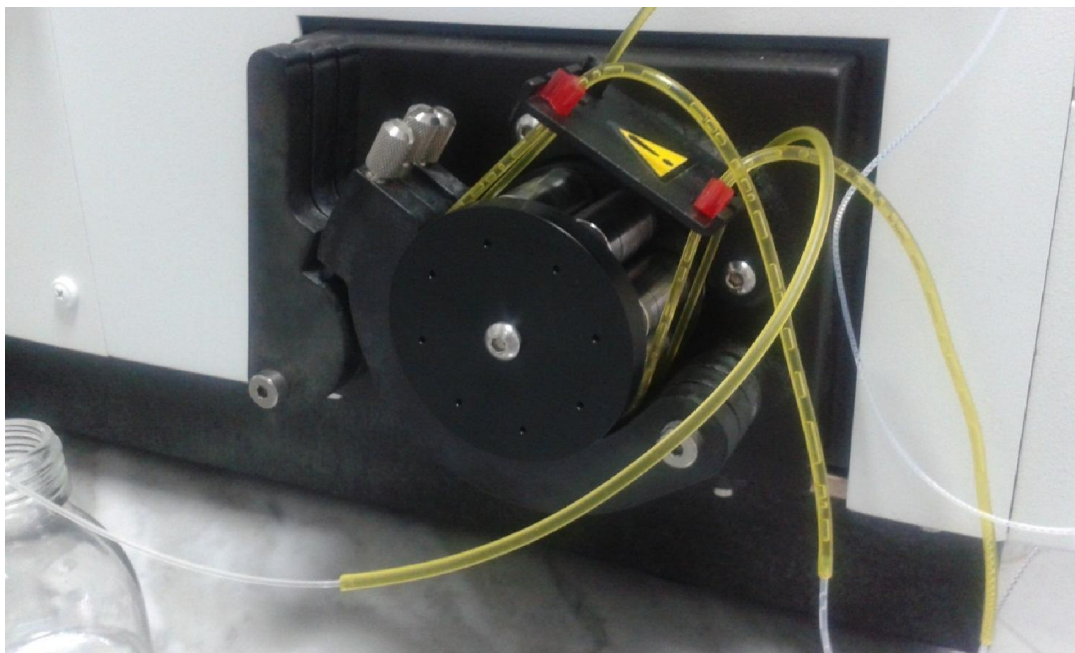


Figure8 : Schéma d'une pompe péristaltique à deux voies

1-2. Système d'atomisation et d'excitation

1-2-1. Plasma :

Les sources de plasma présentent plusieurs avantages, comparées à la méthode de la flamme ou à la méthode électrothermique : c'est une technique multiélément et à large portée. Les sources du plasma courant (DCP) offrent une méthode de manipulation des échantillons liquides et gazeux beaucoup plus facile. Des spectres relatifs à des douzaines d'éléments peuvent être enregistrés en même temps, ce qui est important lorsque l'échantillon est très petit. Les sources de plasma permettent également la détermination de non-métaux comme le chlore, le brome, l'iode et le soufre.

a) Plasma inductif :

Un plasma inductif peut être généré en dirigeant l'énergie d'un générateur haute fréquence vers un gaz approprié, habituellement l'argon ICP. L'hélium et l'azote sont aussi utilisés comme gaz plasma. Il est important que le gaz plasma soit pur, car des contaminants dans le gaz pourraient éteindre la torche.

b) Plasma d'argon :

Un plasma d'argon est ainsi constitué d'atomes d'argon, d'ions argon Ar^+ et d'électrons. L'inconvénient de l'argon est que celui-ci a une mauvaise conductibilité thermique, il est donc nécessaire d'avoir une bonne optimisation des paramètres pour permettre d'avoir des conditions très proches entre les mesures des différents échantillons, en particulier au niveau de la température.

ICP: Principe = Torche à plasma

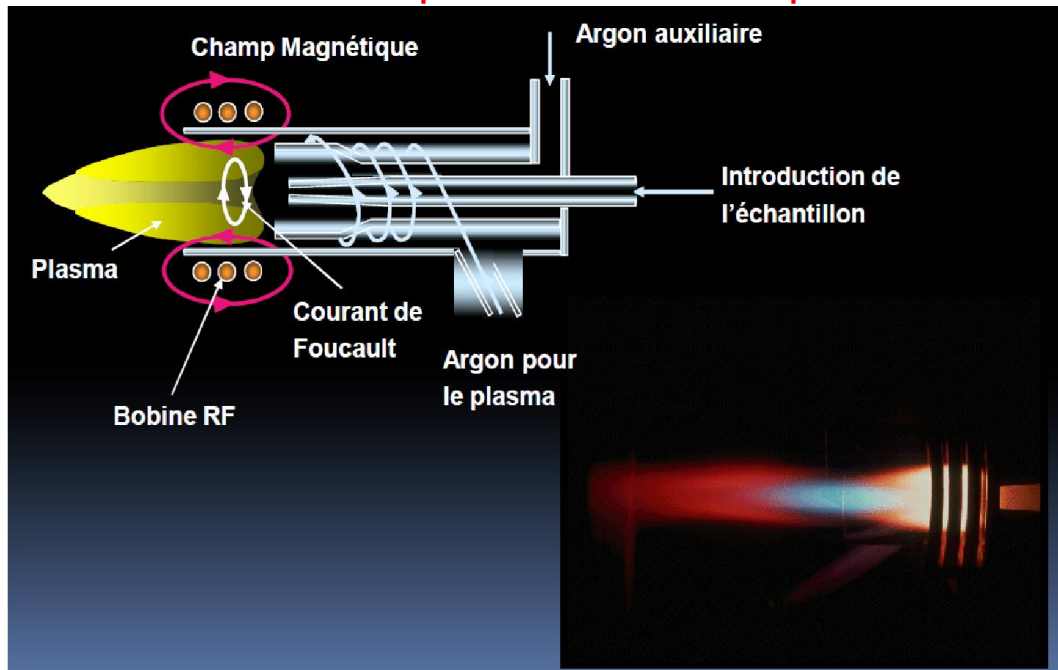


Figure 9 : Torche à plasma

1-3. Système optique

Le rôle du système optique est de séparer les photons en fonction de leur longueur d'onde. Ceci est réalisé à partir d'un système dispersif. On dénombre actuellement deux types de systèmes dispersifs : le prisme et le réseau de diffraction. Le réseau de diffraction est une surface optique permettant la dispersion de la lumière via une série de traits gravés. Le système optique le plus utilisé en ICP-AES est la dispersion croisée qui appartient à la catégorie des réseaux de diffraction.

Le système de dispersion croisée est composé d'un réseau, d'un prisme en fluorure de calcium.

(CaF₂) et d'un miroir. La combinaison du réseau et du prisme permet l'étalement du spectre en deux dimensions. L'image est par la suite focalisée par le miroir et renvoyée sur le détecteur.

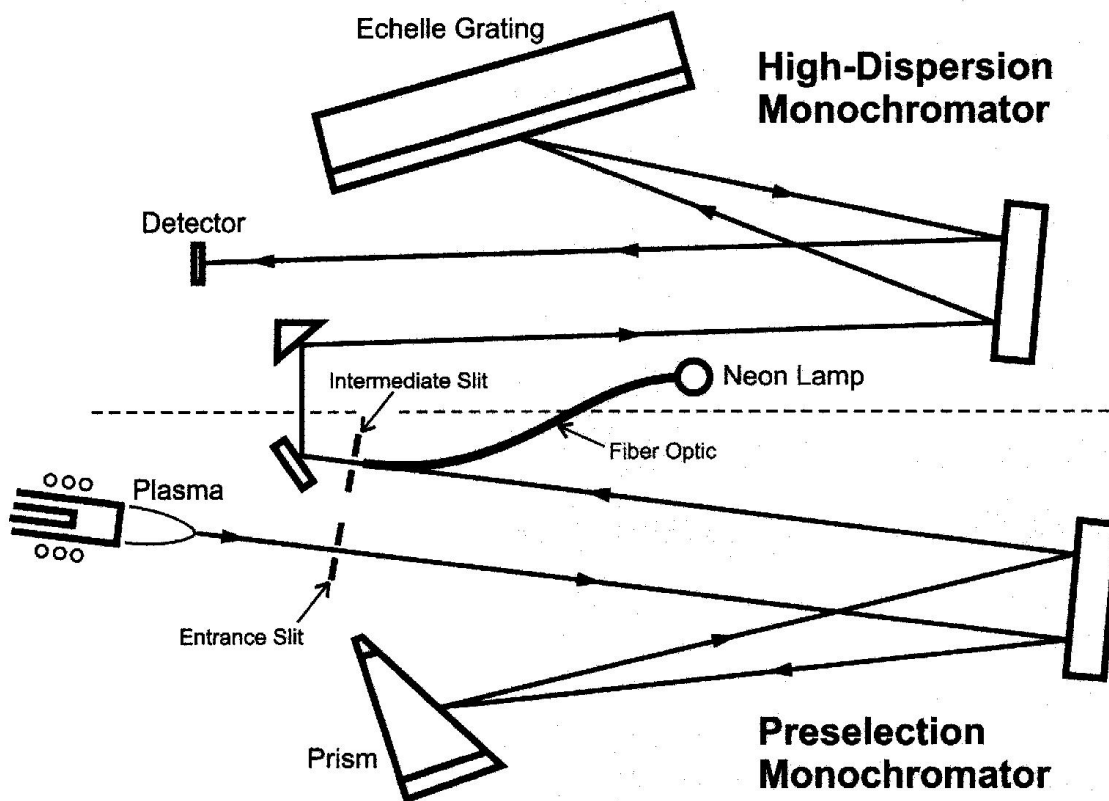


Figure10 : Système optique

1-4. Système de détection

1-4-1. Traitement de signal

Une fois la lumière diffractée, elle est transformée pour une indication claire sur l'analyse. La lumière est convertie en courants par des photomultiplicateurs, le courant est ensuite transformé en tension, puis en fréquence par une carte du «Spectralink»:c'est un ensemble de cartes électroniques qui servent d'interface entre le spectromètre et l'informatique. L'ordinateur calcule ensuite la concentration en élément considéré grâce à une droite d'étalonnage préalablement établie et le logiciel fournit les résultats.

2- Automatismes

Il y a différents automatismes qui permettent d'assurer:

- Le démarrage et l'arrêt du plasma ;
- La programmation et le contrôle des gaz (gaz plasmagène, de gainage et auxiliaire) ;
- Le contrôle de débit et de la pression de nébulisation ;

- La programmation et le contrôle de la pompe péristaltique ;
- Le contrôle de l'ensemble des sécurités.

Ces automatismes comprennent :

- Une pompe double canaux ;
- Un régulateur de pression ;
- Un ensemble électronique ;
- Un écran de contrôle sur ordinateur.

Partie II

Détermination des teneurs en métaux (Mg, Ca, P, Zn et Mo) dans les huiles de fabrication multigrade

II. Analyses réalisées par ICP

Les analyses réalisées sont possible grâce à la capacité d'émission de photons caractéristique qu'ont les atomes ayant été introduits dans le plasma. Cette propriété permet d'effectuer une analyse qualitative.

L'analyse qualitative, quant à elle, est basée sur le nombre de photons caractéristiques émis, qui est proportionnel au nombre d'atomes de l'élément considéré. On peut déduire la concentration de la solution en élément considéré en traçant une droite d'étalonnage, qui est linéaire dans une gamme de concentration importante dans le cas de l'émission atomique.

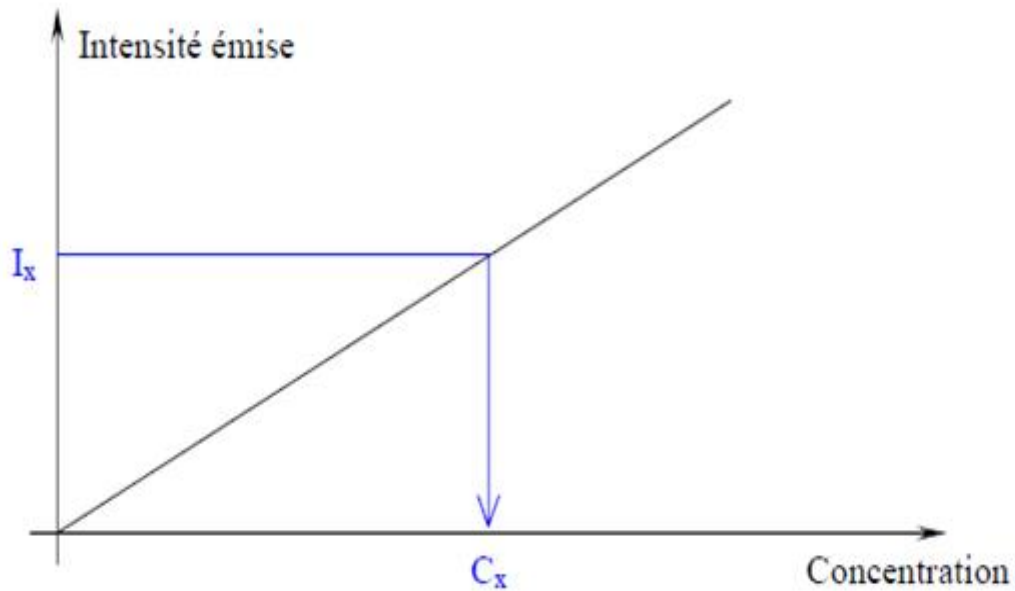


Figure 11 : Droite d'étalonnage

1. Mise en marche de l'ICP :

Avant de commencer une analyse, il faut mettre en marche l'appareil. Pour cela, il faut

- 1-mettre en marche la hotte (qui permet d'évacuer la chaleur produite par le plasma),
 - 2-placer les tuyaux de la pompe péristaltique dans leur emplacement,
 - 3-ouvrir la vanne d'argon, mettre en route le refroidisseur,
 - 4-allumer l'ordinateur et lancer le logiciel. Là, on accède à la commande pour allumer le plasma.
- Après l'avoir allumé, on attend environ une demi-heure qu'il soit stabilisé.

2. Mode opératoire :

Nous avons préparé les solutions suivantes :

(Blanc –Standard –Additif [LLCS]-Echantillon(L1562))

Blanc : 2.5g huile de base →on complète jusqu'à 50 ml par (White spirit)

Standard : 1g standard + 1.5 g Huile de Base→on complète jusqu'à 50 ml par (white spirit)

Additif(LLCS) : 0.25g+ 2.25g Huile de BASE →on complète jusqu'à 50ml par (white spirit)

Echantillon(L1562) : on a dilué après la préparation de notre solution

L1562 10,0039g + H.B (500) 100.0210 g

Pour préparer notre solution d'après l'échantillon :

0.2d'échantillon → 2.5 Huile de Base → 50 ml (white spirit)

- Après la préparation des solutions et la mise en marche de l'appareil :

Le nébuliseur est allumé, alors on commence par l'injection des solutions après l'insertion de leur ID et leur valeur en ppm (concentration),

Nous avons commencé par le BLANC –Standard –Additif(LLCS) puis l'échantillon (L1562),

Mais on rince à chaque fois les tuyaux par la solution white spirit avant de passer à l'analyse de la solution qui suit, pour éliminer les traces et éviter chaque contamination,

A l'injection de chaque solution on connaît la concentration des métaux présents et le pic de chaque métal, On a choisi la longueur d'onde qui présente la plus grande intensité ce qui permet d'avoir la limite de détection la plus basse,

Il faut que le pic présente moins d'interférences avec les éléments présents dans notre matrice d'échantillon.

3.1. Résultats du premier essai:

Tableau 1 : Les différents métaux identifiés ainsi que leur longueur d'ondes λ et concentrations.

Éléments	Ba	B	Cu	Mg	Mo	P	Zn	Ca
λ (nm)	223,5	249,7	324,8	285,2	281,6	214,9	213,9	422,7

Concentration (ppm)	0,047	0,049	0,055	0,051	0,0050	0,048	0,049	0,059
---------------------	-------	-------	-------	-------	--------	-------	-------	-------

3.1.1. Spectres des métaux obtenus :

Les métaux suivants (Ba, B, Cu, Mg, Mo, P, Zn et Ca), ont été identifiés et sont illustrés par leurs spectres suivants.

-Spectres caractéristiques du Blanc :

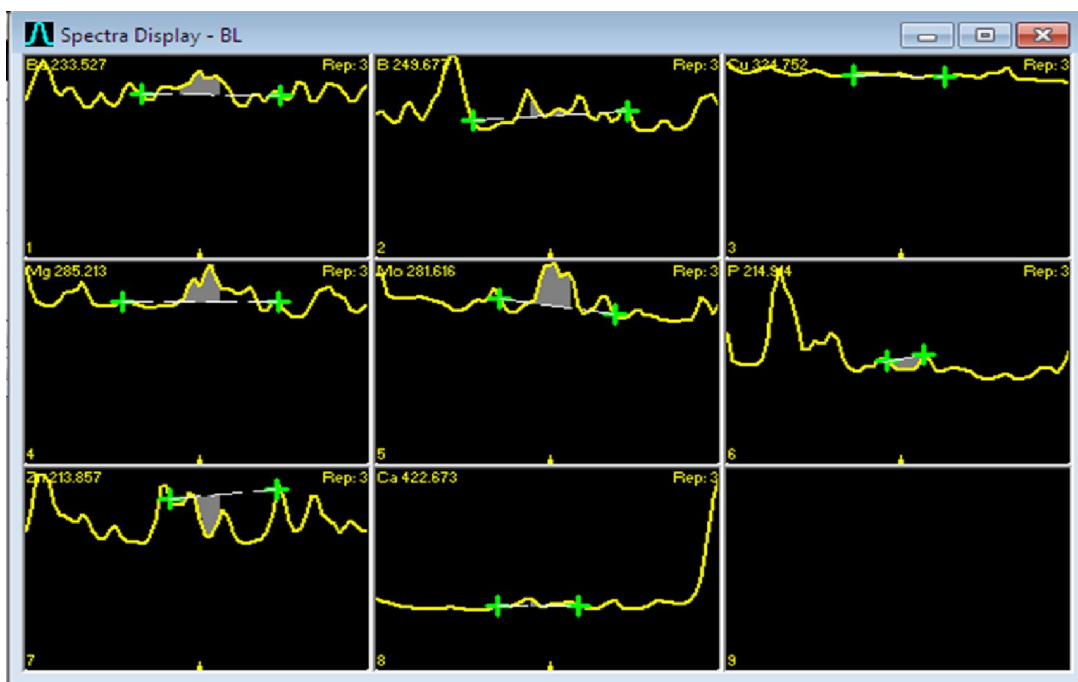


Figure 12 : Spectres du Blanc

- Spectres caractéristiques du standard :

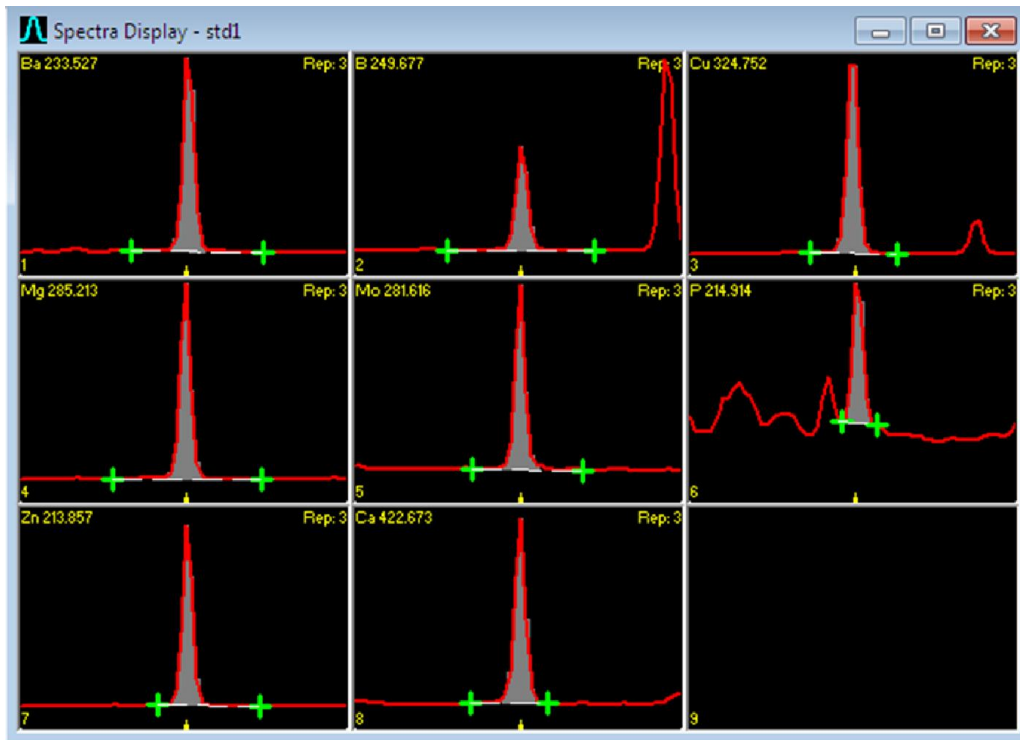


Figure 13 : Spectres du standard

Spectres caractéristiques du **Témoin** :

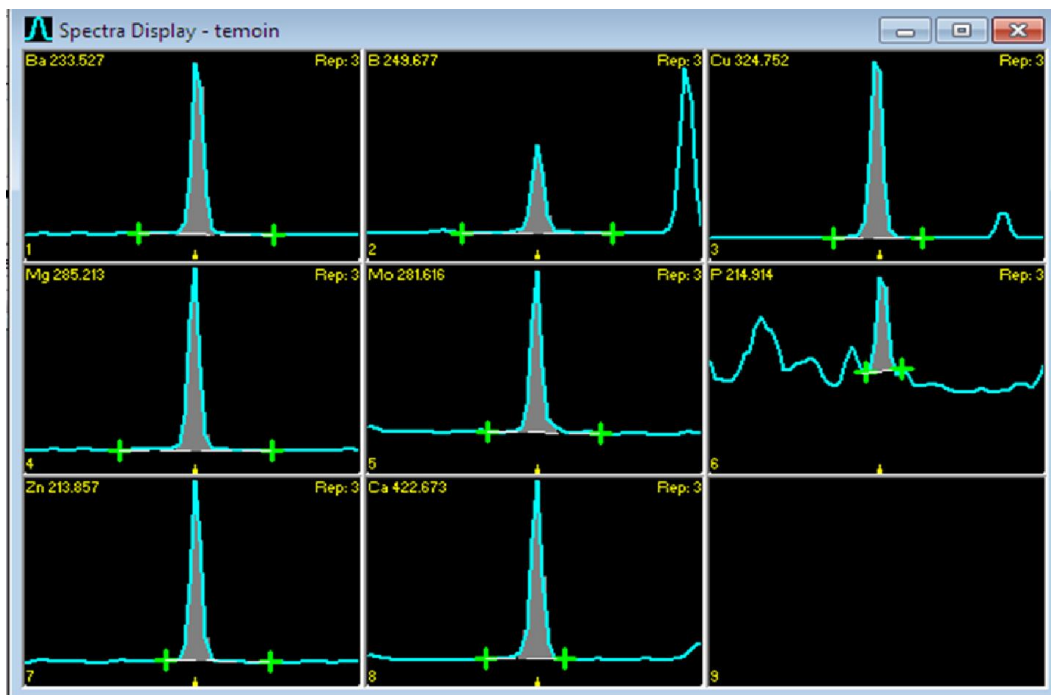


Figure 14 : Spectres du Témoin

3.2. Résultats du deuxième essai:

3.2.1- AdditifLLCS-1403 :

Après analyse par ICP et à partir des spectres obtenus, nous avons déterminé les concentrations en métaux (Ca, P et Zn) contenus dans l'additif **LLCS-1403**. Les résultats trouvés sont consignés dans le tableau 2 suivant.

Tableau 2 : Détermination des concentrations d'Analyse par ICP des métaux contenus dans **Additif LLCS-1403** :

Métaux	Norme (ppm)	Résultats obtenus par ICP (ppm)
Ca	0,3472	0,3597
P	0,1143	0,1139
Zn	0,1405	0,1356

3.2.2- Echantillon L1562 :

Les résultats trouvés sont regroupés dans le tableau 3 suivant.

Tableau 3 : Détermination des concentrations d'Analyse par ICP des métaux contenus dans **L'Echantillon L1562** :

Métaux	Normes (ppm)	Résultats obtenus par ICP (ppm)
Mg (magnésium)	0.1395	0,1378
P (phosphore)	0.0984	0,0986
Zn (zinc)	0.1094	0,1076

3.2.3- Analyse des huiles non conformes (HX7 et SPIRAX):

3.2.3.1-Analyse des huiles non conformes HX7:

Nous avons analysé les huiles de base (HX7 et SPIRAX) non conformes par ICP-AES pour savoir si le taux des métaux correspond aux valeurs normales afin de réaliser les corrections nécessaires. Nous avons préparé deux solutions selon le même protocole expérimental décrit précédemment (page 23).

Les teneurs en métaux (Ca, Zn, Mg et P) contenues dans l'échantillon HX7 sont représentées dans le tableau 4 suivant.

Tableau 4: Détermination des concentrations d'Analyse par ICP des métaux contenus dans l'échantillon HX7 :

Métaux	Normes (ppm)	Résultats obtenus par ICP du HX7 (ppm)
Ca	0.286	0.3180
Zn	0.096	0.0855
Mg	-	0.0016
P	-	0.00765

Les métaux (Zn, Mg et P) sont conformes aux normes, contrairement au Ca (0.3180 ppm) qui est non conforme et dépasse la norme fixée à la valeur de 0.286 ppm.

3.2.3.2- Analyse des huiles non conformes SPIRAX:

La détermination des concentrations des métaux (Ca, Zn et P) contenus dans l'échantillon SPIRAX sont consignés dans le tableau 5 suivant.

Tableau 5: Détermination des teneurs des métaux par ICP de l'échantillon SPIRAX :

Métaux	Normes (ppm)	Résultats obtenus par ICP du SPIRAX(ppm)
Ca	0.315	0.2513
Zn	0.101	0.0702
P	0.086	0.0606

Les métaux (Ca, Zn et P) sont conformes aux normes

Conclusion

L'analyse par ICP nous a été d'un grand secours pour la détermination des teneurs des métaux (Ca, Mg, Zn, P et Mo) contenus dans 2 échantillons (HX7, SPIRAX) des huiles de fabrication non conformes.

Après étalonnage de l'appareil les résultats trouvés ont été confrontés aux normes ASTM.

Il en découle que les métaux suivants (Zn, P, Mg) sont conformes aux normes, à l'exception du métal Ca qui dépasse les normes de (0.286 ppm) présentant la valeur de (0.318 ppm).

Nous avons aussi procédé par des actions correctives permettant d'obtenir des résultats fiables.

Et enfin, ce stage m'a permis de me familiariser avec le milieu industriel, d'avoir l'esprit du groupe et d'approfondir mes connaissances acquises au cours de mon cursus universitaire.

Références bibliographiques

[1] : SHELL [En ligne] disponible sur : www.shell.com.

[2] : Vivo Energy [En ligne] disponible sur : www.vivoenergy.com.

[3] : **Wikipédia**, disponible sur :
http://fr.wikipedia.org/wiki/Spectrométrie_par_torche_à_plasma.