

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

10/80

UNIVERSITÉ D'ALGER

15X

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département Génie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES



Sujet : DISTILLATION ATMOSPHERIQUE du Pétrole Brut de  
HASSI-MESSAOUD. EVALUATION DE Fractions pétrolières par CP6 et IR.

Proposé par :

M<sup>r</sup> BELABBES

Etudié par :

M<sup>lle</sup> F. KSIRET

Promotion : Janvier 1980





DEDICACES

A mes parents ...

A tous mes amis...

A tous ceux qui me sont chers ...

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

MEMBRES DU JURY

PRESIDENT : Monsieur GUERMOUCHE Moulay Hassen  
Professeur à l'U.S.T.A.

EXAMINATEURS :

Messieurs :

TALE -BENDIAB Sid-Ahmed  
Maître-assistant à l'U.S.T.A.

CHITOUR Semch Eddine  
Professeur à l'E.N.P.A.

DELABLES Ramdane  
Maître-assistant à l'E.N.P.A.



---

---

REMERCIEMENTS

---

---

Mes remerciements les plus vifs s'adressent à Mr BELABDES qui m'a guidée tout au long de cette étude et à Mr CHITOUR pour tous les judicieux conseils qu'il m'a prodigués.

Je tiens à remercier Mr GUERMOUCHE qui a bien voulu assurer la présidence de ce jury ainsi que Mrs TALEB-BENDIAL et CHITOUR d'avoir accepté de juger ce travail.

Enfin, que tous les professeurs qui ont contribué à ma formation ainsi que TOUS ceux qui m'ont aidé, de près ou de loin, trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

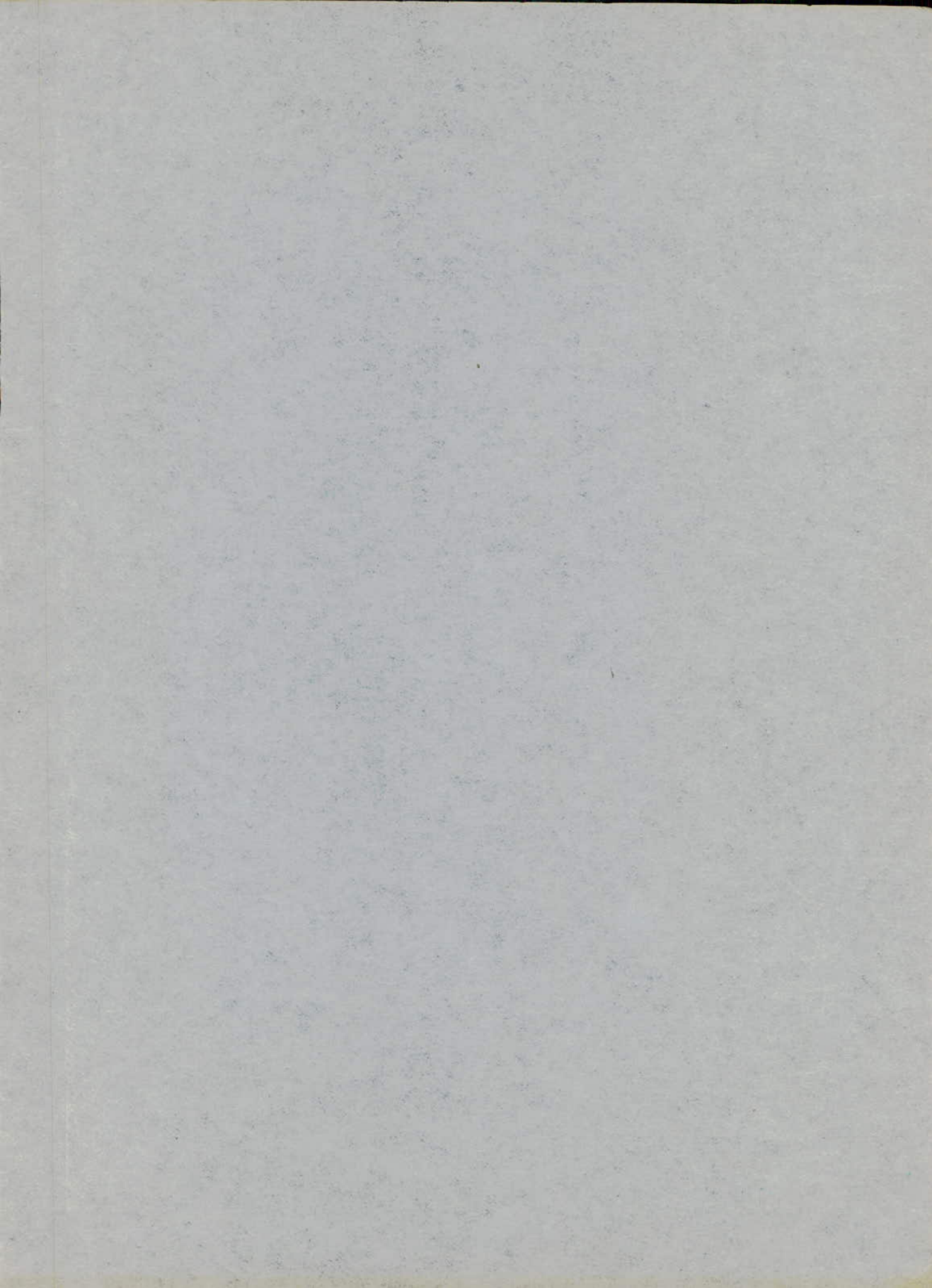
---

## I-/INTRODUCTION

Dans cette étude, nous avons tenté d'analyser le pétrole brut algérien de HASSI-MESSAOUD et d'évaluer la composition de ses fractions pétrolières.

Nous avons procédé à la distillation atmosphérique et à la mesure des grandeurs physiques caractéristiques. Nous avons ensuite essayé d'évaluer la composition des fractions issues de la distillation et les propriétés moyennes de ces dernières à l'aide de méthodes empiriques et physiques.

Dans ce sens, nous avons commencé par appliquer les méthodes empiriques ndm et ndPA, puis nous avons procédé à l'analyse chromatographique qualitative et quantitative ainsi qu'à l'analyse par la technique INFRA-ROUGE. Ceci nous a permis de comparer les résultats donnés par les différentes méthodes.





## II./ PREMIERE PARTIE :

### LA DISTILLATION

#### 1°/ THEORIE:

La distillation consiste à séparer les constituants d'un mélange en fonction de leur volatilité et ceci par la réalisation d'un contact entre deux (2) flux à contre courant :

- le liquide qui redescend
- la vapeur qui monte.

Généralement on suit la distillation ennotant la tempéature en tête de colonne en fonction de la quantité de distillat recueilli. Ceci nous donne une courbe de distillation ayant pour abscisse le pourcentage en volume et pour ordonnée, les températures des vapeurs en tête de colonne.

Pour un mélange donné, la courbe de distillation dépend de:

- l'appareillage utilisé
- du mode opératoire.

Dans cette étude nous parlerons de deux types de distillation:

- la distillation TBP
- la distillation ASTM.

#### a/-DISTILLATION T.B.P.:

C'est une distillation en discontinue qui permet la séparation des constituants d'un mélange en tête de colonne en fonction de leurs températures d'ébullition.

Lors d'une distillation T.B.P. parfaite d'un mélange binaire (constituants A et B, avec A plus volatil que B). La séparation se fait comme suit: Au sommet de la colonne la totalité du constituant A pur est recueillie à la température d'ébullition de A ( $t_a$ ). Puis brusquement, dès l'apparition de B, la température augmente très rapidement jusqu'à atteindre la température d'ébullition de B ( $t_b$ ) et restera constante jusqu'à disparition de B.

La courbe de distillation T.B.P. de ce mélange se résumera à deux paliers d'ordonnées respectives  $t_a$  et  $t_b$  (figure I). La selectivité est parfaite pour cette distillation car ce procédé permet de séparer les deux constituants A et B

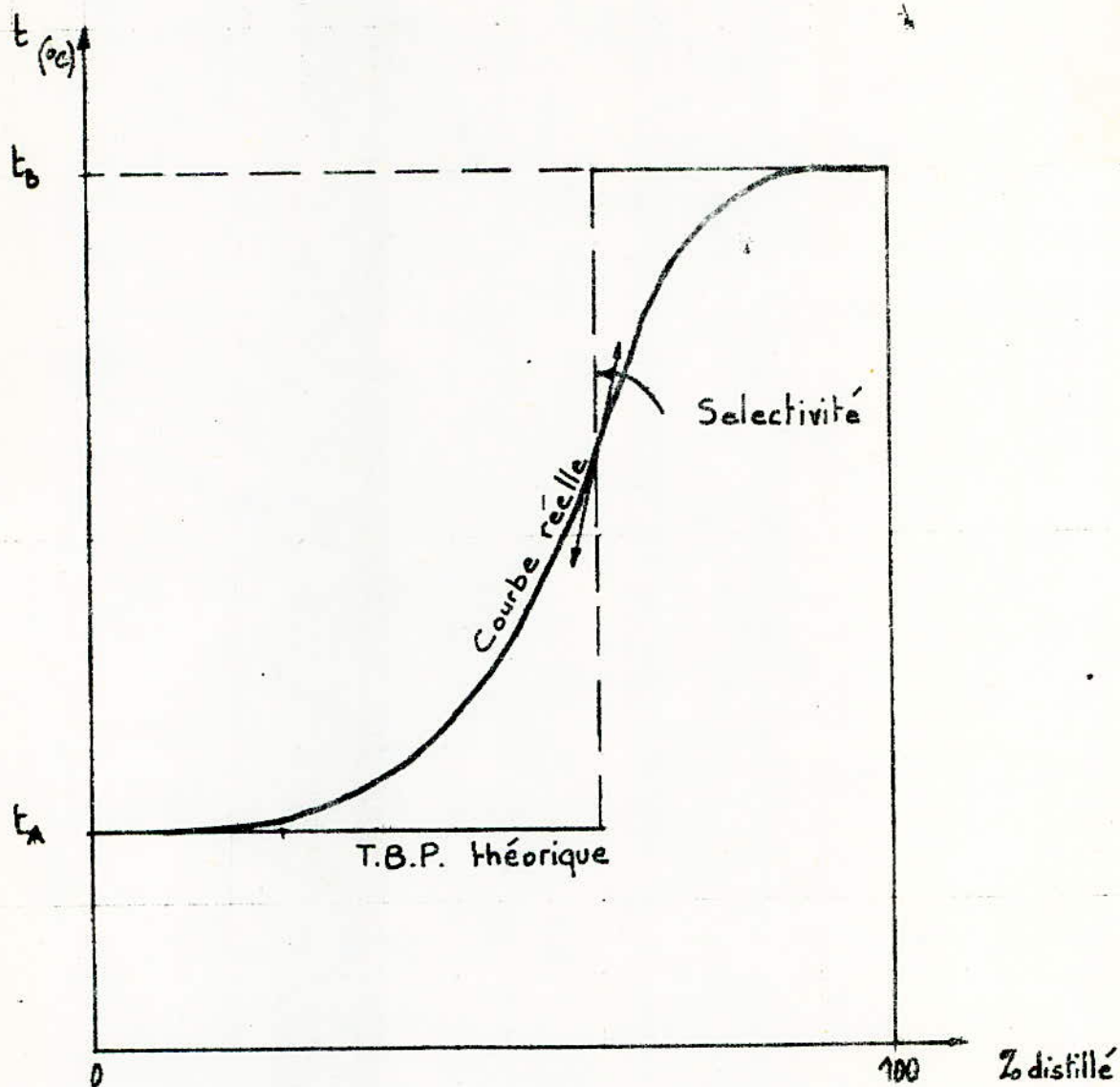
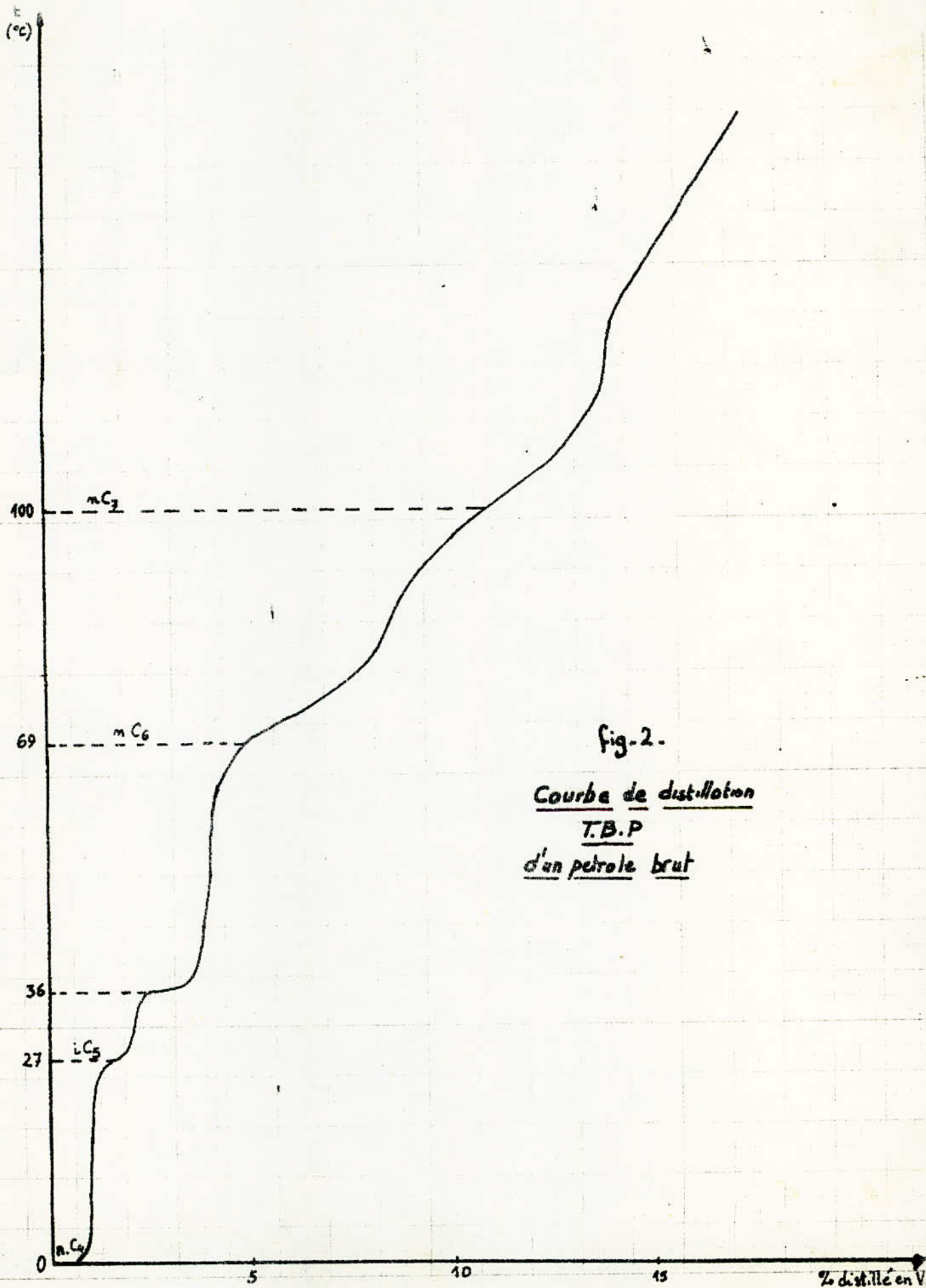


fig.1. Courbe de distillation T.B.P.  
d'un mélange binaire.





et d'en recueillir des quantités équivalentes à celles qui se trouvent dans le mélange initial. Pour cela, la courbe obtenue est appelée "courbe des points d'ébullition vrais" (T.B.P.C.: true boiling points curve).

Pour obtenir la courbe de distillation, il est nécessaire d'extraire du distillat en tête de colonne. Ceci diminue la sélectivité de l'opération. Lorsque le taux de reflux est élevé, la sélectivité de la séparation est importante et tend vers sa valeur à reflux total. Elle diminue sensiblement quand le taux de reflux  $R$  est plus faible.

Sur la figure I nous avons représenté la courbe de distillation T.B.P. réelle en ( ) continu, et la courbe T.B.P. théorique (deux paliers). La courbe de distillation réelle sera d'autant plus proche de la courbe théorique que :

- le nombre de plateaux est grand et le taux de reflux élevé.
- la différence de volatilité entre les constituants du mélange est importante.
- la quantité de produits retenus dans la colonne (hold-up) est faible par rapport à la quantité distillée.

La sélectivité de la séparation peut être estimée à l'aide de la pente de la courbe au point d'inflexion. Quand la pente est élevée et se rapproche de celle de la courbe théorique, la sélectivité est très importante. Par contre, on obtient un mauvais fractionnement pour des valeurs faibles de la pente.

La distillation d'un mélange complexe comme le pétrole brut donnerait une courbe T.B.P. telle que : Au début de distillation apparaissent des paliers bien caractérisés correspondants aux hydrocarbures légers (de  $C_1$  jusqu'au  $C_7$ ), puis le nombre des hydrocarbures ayant le même point d'ébullition augmentant très rapidement, on obtient une courbe continue et régulière (figure II).

Les courbes réelles obtenues sont quelque peu différentes des courbes théoriques en raison de :

- l'appareillage n'a pas un nombre de plateaux infini, de plus, le taux de reflux  $R$  ne prend pas des valeurs élevées.
- les hydrocarbures constituant un pétrole brut ou une fraction pétrolière ont des natures chimiques différentes entraînant la formation d'azéotropes difficiles à séparer.

La courbe de distillation donne une image complète de la nature et de la répartition des hydrocarbures car chaque point de la courbe représente théoriquement un hydrocarbure pur. (B-5).



REMARQUE:

Les courbes de distillation T.B.P. présentent un grand intérêt: en effet, si nous connaissons les courbes T.B.P. DE deux fractions pétrolières, nous pouvons en déduire la courbe T.B.P. d'un mélange quelconque de ces deux fractions et, inversement, connaissant la courbe T.B.P. d'un mélange et celle du distillat, on peut déterminer par soustraction celle du résidu.

b/-DISTILLATION A.S.T. . . :

L'appareillage utilisé comporte un ballon de distillation ( 100 à 200 ml ) qui est chauffé à une vitesse déterminée. Les vapeurs sont condensées dans un tube en cuivre baignant dans un mélange eau + glace pilée, puis recueillies dans une éprouvette graduée. On note la température d'apparition de la première goutte de condensat: c'est le point initial de distillation. Ensuite, on relève la température régulièrement lorsque 5, 10, 20, . . . , 90 et 95% du produit sont distillés, et recueillis dans l'éprouvette.

La courbe de distillation A.S.T.M. obtenue, présente un maximum qui est le point final de distillation. La température décroît ensuite à cause du craquage thermique du produit restant dans le ballon. On recueille un distillat et un résidu de pourcentages en volumes respectifs "d" et "r". Le bilan volumétrique fait apparaître des pertes dont le pourcentage est noté "p".

$$p + d + r = 100$$

Les pertes correspondent aux fractions très légères qui se sont vaporisées (sans se condenser) en début de chauffage.

La courbe A.S.T.M. doit tenir compte des pertes et du résidu (figure -3-). Le tracé de la courbe s'effectuera en décalant les résultats obtenus vers la droite, d'une valeur égale aux pertes "p".

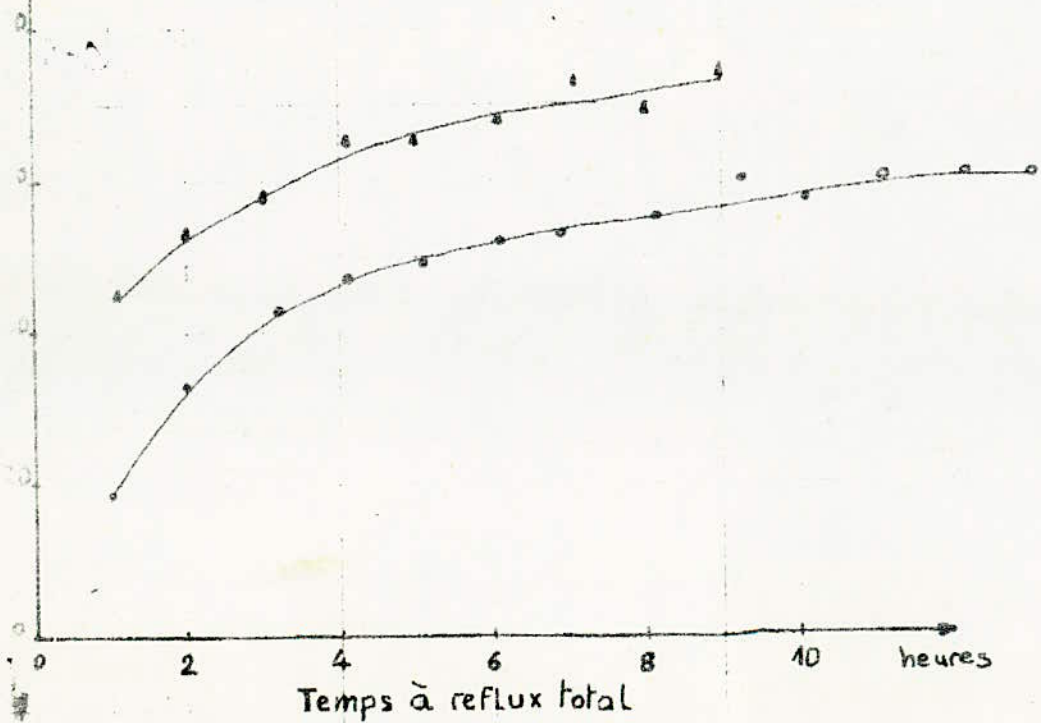
Par exemple, la température notée pour 20% de distillat recueilli, est en réalité, la température correspondant à 20% + p .

La distillation A.S.T.M. donne une séparation moins bonne que la T.B.P. car les températures relevées ne correspondent pas au passage de la vapeur pure au sommet du ballon. Néanmoins, elle donne une idée de la composition du mélange (B-6).

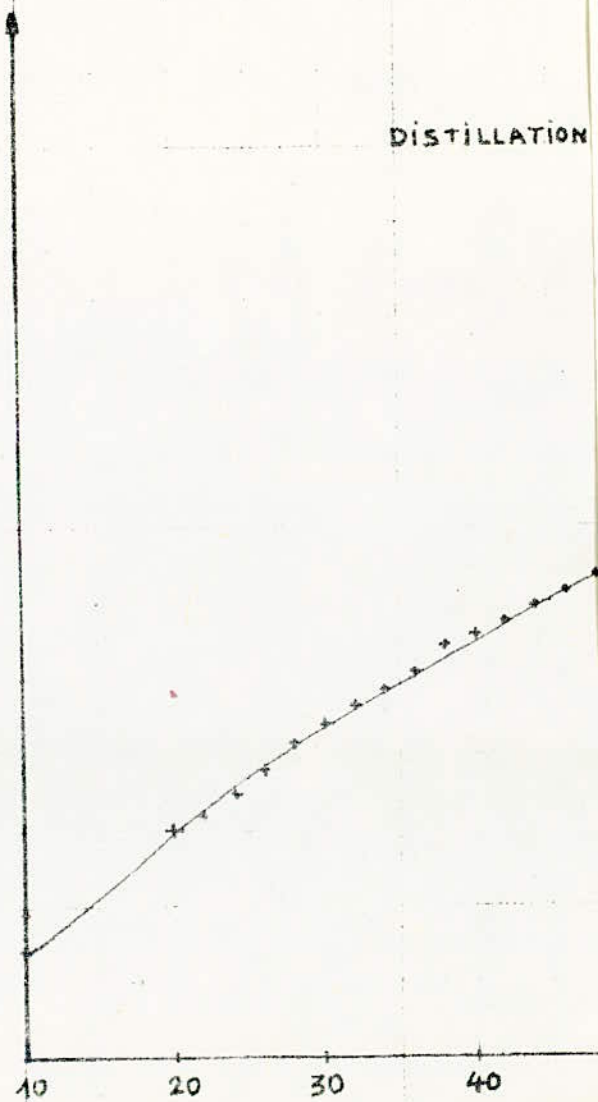
# EFFET DU PREENGORGEMENT SUR

## L'EFFICACITE

- o—o— sans préengorgement
- ▲—▲— avec préengorgement



# DISTILLATION





## 2°/ EXPERIENCE:

### a-/ ANALYSES PRELIMINAIRES:

Avant la distillation T.B.P., nous avons effectué une distillation A.S.T.M. et mesuré certaines grandeurs physiques du pétrole brut. Celui-ci a été préalablement dégazéifié. Les résultats sont les suivants:

- densité: 0,802 (à 20°C)
- point d'écoulement: -45°C
- viscosité: 1,47 csk (à 18°C)
- teneur en soufre: 0,25%

### DISTILLATION A.S.T.M.:

% V	PI	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30	32
T(°C)	48	81	86	92	98	105	110	115	119	123	129	131	135
% V	34	36	38	40	45	50	55	60	65	70	72	72,5	--
T(°C)	139	143	147	152	162	176	193	222	249	280	295	298	--

### b/ APPAREILLAGE:

L'appareil utilisé pour la distillation T.B.P. est du type PODBIELNIAK. Il se compose de:

- l'unité de distillation proprement dite.
- système de vide.
- appareils de mesures et de contrôle.

La description détaillée est donnée en annexe.

Les températures sont accessibles à l'aide de:

- un thermocouple fer-constantan pour les vapeurs de tête. (l'étalonnage de ce thermocouple est donné à la figure-4-).
- un thermomètre pour le bouilleur.

### c-/ CONDITIONS OPERATOIRES:

L'appareil ayant été mis en marche, nous avons réglé la chauffe au départ à 130V pour avoir le préengorgement. Une fois celui-ci atteint (au bout de 30 mns environ), nous avons ramené la chauffe à 45V. Le temps de mise en régime étant de 3 heures minimum, nous avons laissé l'équilibre s'établir durant 4 heures.

E  
(mV)

50

25

400

200

300

(°)



Le timer a alors été mis en marche. Le taux de reflux R a été réglé à 5. La température au bouilleur en début de distillation était de 120°C.

REMARQUE:

une étude sur la colonne utilisée a montré que le mouillage préalable du garnissage améliorerait considérablement l'efficacité de la colonne. Ceci est donné par la figure-5-.

L'amélioration de l'efficacité est due au fait que les chemins préférenciels sont éliminés. L'engorgement est obtenu en chauffant fortement au début, il se manifeste par une variation de pression élevée. L'engorgement ne doit pas durer longtemps car même en travaillant à reflux total, des vapeurs peuvent être entraînées et recueillies dans les receveurs. (B-7).

Nous avons ensuite chauffé progressivement et recueilli 49 fractions. L'intervalle de température d'ébullition de chaque fraction est de quatre (4) degrés celcius environ. Quand la température du bouilleur a atteint 315°C, nous avons arrêté la distillation. Des températures plus élevées auraient pu entraîner le craquage à pression atmosphérique ( nous nous sommes limités à une distillation atmosphérique; la distillation sous-vide n'était pas possible faute de prise de pression au bouilleur ). Le résidu atmosphérique a été considéré comme la cinquantième (50 ème) fraction.

3°/ RESULTATS:

Nous avons procédé pour les fractions obtenues, aux mesures de densité, d'indice de refraction ainsi que du point d'aniline (pour les fractions lourdes de 34 à 50 ).

Pour les premières fractions (1,2,3), les quantités recueillies étant très faibles et de plus très volatiles, aucune mesure de (de) densité, ni d'indice de refraction n'a pu être faite.

Le bilan volumétrique met en évidence une perte de produit importante d'environ 400 ml, ce qui représente 13,3% de la charge initiale. Ceci peut s'expliquer par les vapeurs entraînées lors du préengorgement ainsi que par des fuites au niveau de la prise de température du bouilleur.

Les résultats figurent dans les tableaux suivants (tableau I et II ).



TABLEAU I

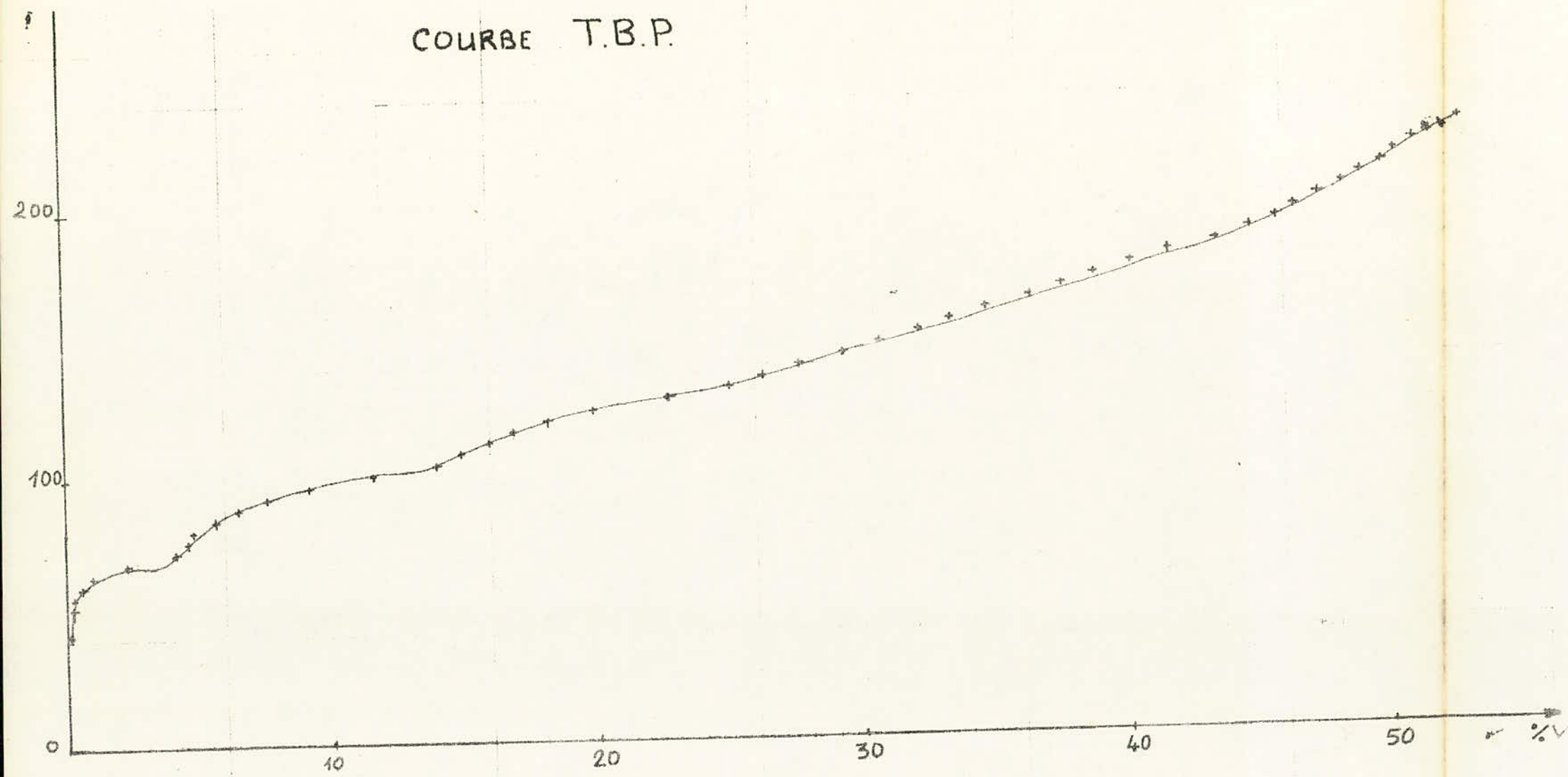
n° de Fraction	Z <sub>m</sub> Volume, en cm <sup>3</sup>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	d (20°C)	T (°C)
1	0,10	—	—	43
2	0,18	—	—	52
3	0,30	—	—	56
4	0,58	1,371	0,662	60
5	1,03	1,374	0,667	64
6	2,33	1,382	0,682	68
7	4,08	1,389	0,697	72
8	4,57	1,391	0,701	76
9	4,75	1,393	0,702	80
10	5,63	1,394	0,704	84
11	6,55	1,396	0,707	88
12	7,75	1,396	0,708	92
13	9,20	1,397	0,710	96
14	11,63	1,400	0,711	100
15	14,00	1,405	0,725	104
16	14,95	1,409	0,730	108
17	15,93	1,408	0,731	112
18	16,88	1,408	0,733	116
19	18,18	1,410	0,735	120
20	19,95	1,412	0,736	124
21	22,73	1,412	0,737	128
22	24,95	1,415	0,739	132
23	26,26	1,417	0,747	136
24	27,57	1,421	0,757	140
25	29,30	1,424	0,759	144



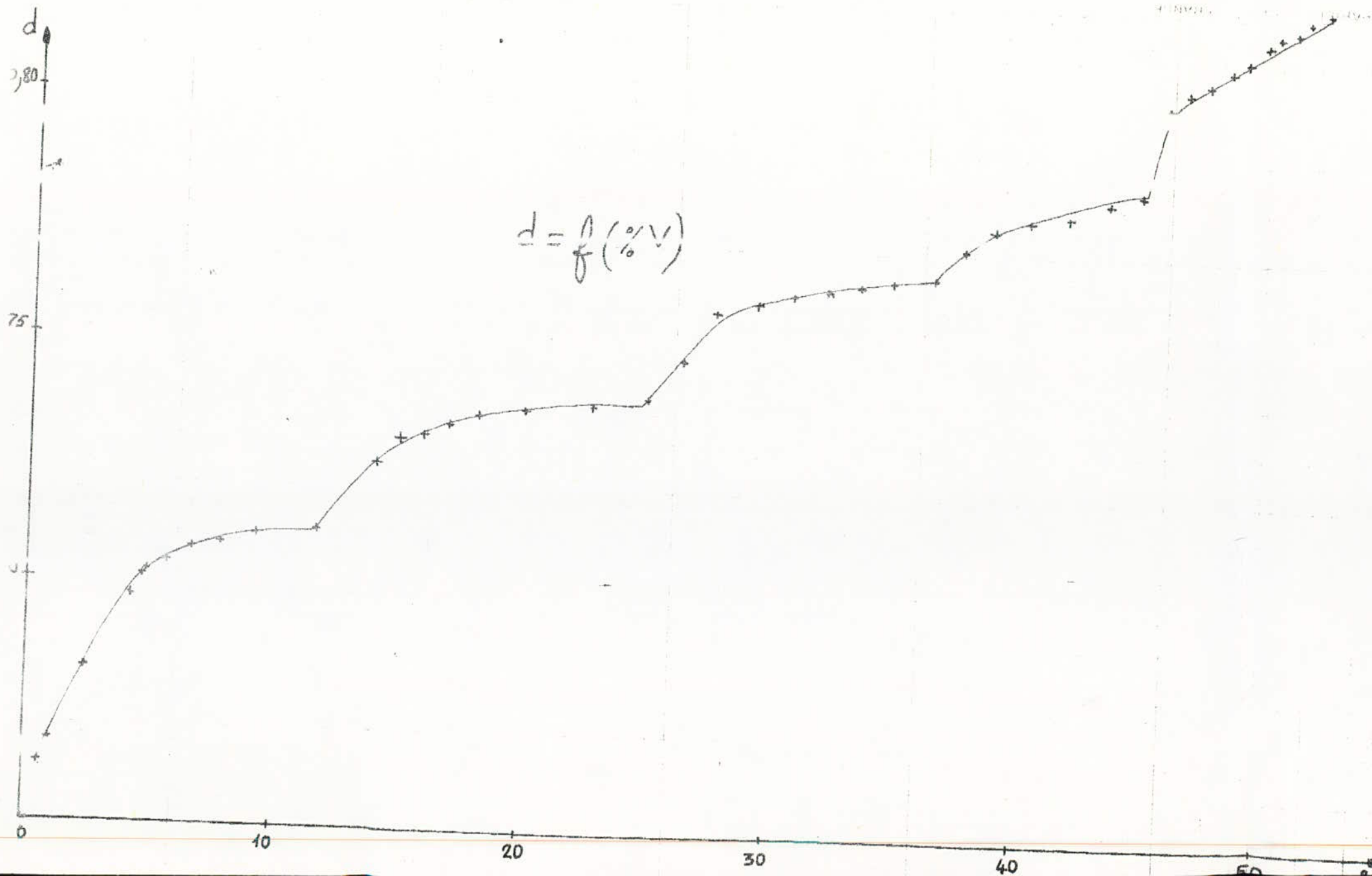
TABLEAU II

N <sup>o</sup> de fraction	% Volume cumulé	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	d (à 20°C)	T (°C)	PA (°C)
26	30,67	1,423	0,761	148	—
27	32,07	1,424	0,762	152	—
28	33,42	1,424	0,763	156	—
29	34,72	1,425	0,764	160	—
30	36,37	1,427	0,765	164	—
31	37,60	1,429	0,771	168	—
32	38,78	1,433	0,775	172	—
33	40,22	1,434	0,777	176	—
34	41,82	1,435	0,778	180	55
35	43,48	1,434	0,781	184	59
36	44,78	1,434	0,783	188	60
37	45,68	1,441	0,801	192	62
38	46,57	1,442	0,804	196	62
39	47,40	1,443	0,806	200	63
40	48,28	1,445	0,809	204	64
41	49,03	1,446	0,811	208	62
42	49,78	1,447	0,814	212	58
43	50,32	1,448	0,816	216	59
44	51,02	1,449	0,817	220	59
45	51,55	1,451	0,819	224	60
46	52,12	1,452	0,821	228	64
47	52,63	1,452	0,822	232	65
48	53,15	1,453	0,823	236	66
49	53,68	1,457	0,824	240	65
50	86,68	1,419	0,887	364	—

COURBE T.B.P.

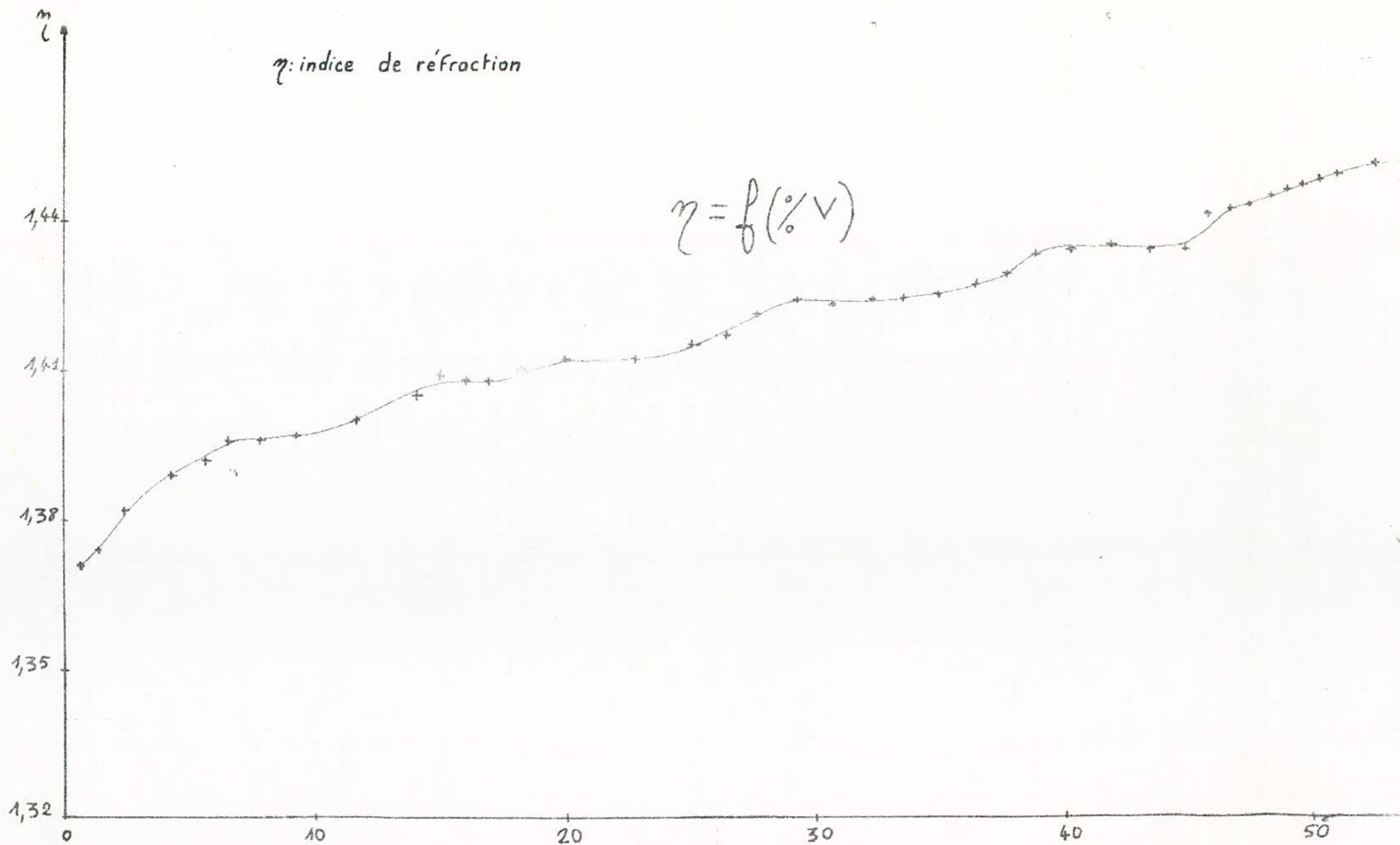






$\eta$ : indice de réfraction

$$\eta = f(\%v)$$



L'étude des températures d'ébullition et des densités nous a conduit à proposer le découpage suivant:

ESSENCE LEGERE	ESSENCE LOURDE	KEROSENE	RESIDU ATMOSPHERIQUE
11,6	40,2	53,7	

COUPE	%VOLUME	T(°C)	d
ESSENCE LEGERE	11,6	43 à 100	0,701
ESSENCE LOURDE	28,6	100 à 180	0,750
KEROSENE	13,5	180 à 240	0,802
RESIDU ATMOSPHERIQUE	33,0	364	0,887



### III./ DEUXIEME PARTIE :

#### METHODES D'EVALUATION DE LA COMPOSITION DES FRACTIONS PETROLIERES

Une première évaluation de la composition des fractions pétrolières a été faite à l'aide de relations empiriques donnant la masse moléculaire ainsi que la composition des fractions obtenues lors de la distillation.

Une deuxième évaluation, ou du moins une approche de cette dernière fut obtenue par des méthodes physiques d'analyses:

- la chromatographie en phase gazeuse qui reste un outil irremplaçable pour l'étude qualitative et quantitative des hydrocarbures
- la technique Infra-Rouge qui peut donner des informations sur la structure d'un composé.

Il est intéressant de voir la combinaison de plusieurs méthodes pour une étude complète du pétrole brut .Nous avons retenu un exemple qui est schématisé à la figure-6- (B-8).

#### A/METHODES EMPIRIQUES BASEES SUR LA CONNAISSANCE DE GRANDEURS PHYSIQUES:

Certaines caractéristiques sont directement liées à la structure moléculaire telles que: la densité, l'indice de réfraction, le point d'aniline...

La connaissance de quelques caractéristiques donnent une idée assez valable de la nature chimique moyenne d'une coupe pétrolière. De même on a cherché à combiner dans une relation deux ou plusieurs caractéristiques physiques.

#### 1°) Facteurs de Caractérisation Kuop :

Une relation mathématique reliant la specific gravity à la température d'ébullition, donne des courbes se superposant sur celles des différentes familles des hydrocarbures.

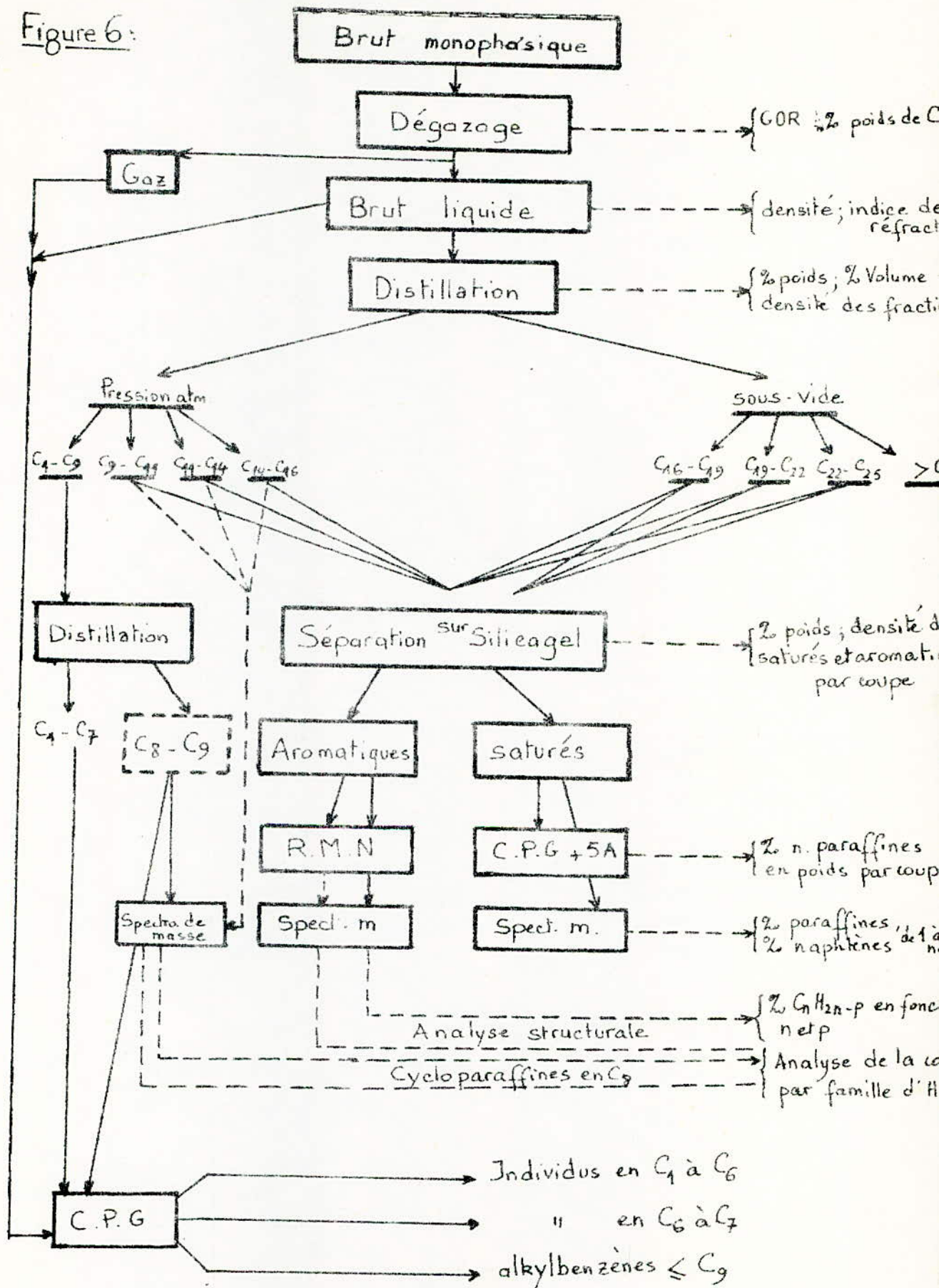
$$\text{Kuop} = \frac{3, \sqrt{T(^{\circ}\text{R})}}{\text{Sp.Gr. } 60/60} \quad \text{où T est exprimé en degrés Rankine}$$

Pour les liquides, on peut confondre la specific gravity 60/60 avec la densité à 15 ou 20°C.

La nature chimique peut être déterminée par la valeur de son Kuop:

- K=13 : hydrocarbures paraffiniques normaux et iso.
- K=12 : hydrocarbures mixtes.

Figure 6:





-K=11 : hydrocarbures naphténiques ou aromatiques légèrement substitués.

-K=10 : hydrocarbures aromatiques purs.

## 2°) Masse Moléculaire:

Différentes relations permettent de calculer la masse moléculaire; nous en retiendrons deux :

### a) formule de ROBERT:

C'est une relation linéaire entre l'indice de réfraction ( $n_D^{20}$ ), la densité ( $d_4^{20}$ ) et le point d'aniline (P.A.) /

$$M = 1705,45 n_D^{20} + 792,93 d_4^{20} + 4,553 PA - 3287$$

### b) formule de HERSCH:

Elle relie la température d'ébullition et l'indice de réfraction seulement:

$$\log_{10} M = 0,01978 T(^{\circ}C) + 1,9394 + \log_{10} (2,1500 - n_D^{20})$$

### 3°) a) méthode ndm :

Les relations de la méthode utilisent 3 grandeurs physiques: l'indice de réfraction, la densité et la masse moléculaire. Elles permettent de calculer les pourcentages de carbone aromatique, naphténique et paraffinique ainsi que le nombre de cycles. La méthode ndm donne une précision de 1,5% pour les pourcentages en carbone quand la masse moléculaire est supérieure à 200.

### b) méthode ndPA:

La connaissance de l'indice de réfraction, de la densité et du point d'aniline permet d'obtenir les pourcentages d'aromatiques, de naphténiques et de paraffiniques à l'aide de deux relations.

NOTA: les relations des méthodes ndm et ndPA sont données en annexe.

### 4°) calculs et résultats:

Les valeurs obtenues pour le Kuop et la masse moléculaire sont regroupées dans les tableaux III et IV.



TABLEAU III

N <sup>o</sup> de fraction	$K_{uop} (lu)$	$K_{uop} (cal)$	M.M. (lu.)	M.M. (cal)
1	—	—	—	—
2	—	—	—	—
3	—	—	—	—
4	12,76	12,74	86,0	89,0
5	12,74	12,69	88,0	90,0
6	12,48	12,46	89,0	91,0
7	12,25	12,24	88,5	92,0
8	12,20	12,22	90,5	93,0
9	12,22	12,25	94,0	95,0
10	12,25	12,26	96,0	96,0
11	12,25	12,25	97,5	98,0
12	12,26	12,28	99,0	100,0
13	12,30	12,29	102,0	101,0
14	12,30	12,32	105,0	103,0
15	12,11	12,12	106,0	104,0
16	12,08	12,08	108,0	106,0
17	12,10	12,11	110,0	107,5
18	12,10	12,12	111,5	109,5
19	12,15	12,12	114,0	111,0
20	12,17	12,15	116,0	113,0
21	12,20	12,17	119,0	115,0
22	12,19	12,18	121,0	117,0
23	12,10	12,09	122,0	118,5
24	11,95	11,97	124,0	120,0
25	11,95	11,97	127,0	122,0



TABLEAU. IX

n° de fraction	Kuop (lu)	Kuop (cal)	M.M (lue)	M.M. (cal)
26	12,00	11,98	130,0	124
27	12,02	12,00	131,0	126
28	12,03	12,03	134,0	128,5
29	12,06	12,05	136,0	131
30	12,08	12,07	139,0	133
31	12,02	12,01	140,5	135
32	12,00	11,98	142,0	136,5
33	12,01	11,99	145,0	139
34	12,04	12,01	147,0	141
35	12,00	12,00	149,5	144
36	12,00	12,00	152,0	147
37	11,80	11,77	152,5	148
38	11,77	11,76	155,0	150
39	11,77	11,76	157,0	153
40	11,77	11,75	159,5	155
41	11,75	11,75	162,0	158
42	11,74	11,74	165,0	161
43	11,74	11,75	167,0	163
44	11,75	11,76	169,0	166
45	11,79	11,77	173,0	169
46	11,76	11,77	176,5	171,5
47	11,77	11,79	178,0	175
48	11,80	11,80	181,0	178
49	11,81	11,82	184,0	180
50	11,80	11,80	295,0	301



-Kuop : nous avons comparé les résultats donnés par la formule et ceux donnés par l'abaque (diagramme Kuop ).Les valeurs sont très proches et souvent coïncident.La tendance des premières coupes est paraffino-naphténique alors que celle des dernières coupes est aromatique.Pour le premier cas K est égal à 12 environ; dans le second cas, K est de l'ordre de 11.

-Masse Moléculaire : de même que pour le Kuop, nous avons comparé les résultats obtenus par calcul et par l'abaque.Le calcul a été fait à partir de la formule de HERSCH.

Pour les premières coupes, les valeurs lues et calculées sont assez voisines, la différence devient plus importante pour les fractions les plus lourdes.

Remarque: les résultats obtenus par la formule de ROBERT n'ont pas été donnés car ils s'écartent trop des valeurs lues; Exemple:

-Valeur lue : 147

-Valeur calculée : 27

Ceci est dû à des valeurs trop faibles du point d'aniline.

- methode ndm et ndPA : Les résultats des deux méthodes figurent dans les tableaux suivants: tableaux V et VI pour la méthode ndm  
tableaux VII pour la méthode ndPA.

Les valeurs du nombre de cycles n'ont pas été rapportées du fait qu'elles sont trop faibles.

La comparaison des résultats des deux méthodes montre une augmentation de la teneur en aromatiques et la diminution du pourcentage en paraffines lorsque les coupes deviennent de plus en plus lourdes; ceci appuie les informations données par le Kuop.

B- / METHODES D'ANALYSES PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE ET PAR INFRA-ROUGE:

1°) Analyse Par CPG :

La chromatographie permet la séparation des constituants d'un mélange. Elle est comparable à la distillation; des travaux ont d'ailleurs été effectués concernant la simulation de la T.B.P. par chromatographie(B-9).

a) principe:

Les échanges de matière ont lieu entre deux phases distinctes dont l'une



TABLÉAU V

n° de fraction	% C <sub>A</sub>	% C <sub>N</sub>	% C <sub>p</sub>
1	—	—	—
2	—	—	—
3	—	—	—
4	-4,68	—	83,74
5	-4,77	—	83,37
6	-1,73	—	75,67
7	0,08	35,02	64,90
8	0,52	34,53	35,05
9	1,70	27,25	71,05
10	1,21	26,70	72,09
11	2,03	25,19	74,78
12	0,76	26,24	73,00
13	0,84	24,31	74,85
14	3,37	29,90	66,73
15	2,03	28,13	69,84
16	4,14	24,89	70,87
17	1,85	28,42	69,73
18	0,06	31,79	68,15
19	1,35	28,13	70,52
20	3,34	22,41	74,25
21	1,90	23,01	75,09
22	5,22	16,71	78,07
23	3,00	26,43	70,57
24	1,84	34,25	63,91
25	4,90	27,30	67,80

TABLEAU VI

n <sup>o</sup> de fraction	Z C <sub>A</sub>	Z C <sub>N</sub>	Z C <sub>P</sub>
26	1,15	33,58	65,27
27	2,61	31,36	66,03
28	1,32	32,28	66,40
29	1,95	30,34	67,71
30	4,07	24,82	71,11
31	2,47	30,93	66,60
32	6,21	25,81	67,98
33	6,08	25,70	68,22
34	6,74	23,90	69,36
35	2,64	32,69	64,67
36	0,83	36,22	62,95
37	1,16	50,35	48,49
38	0,44	52,68	46,88
39	0,48	53,06	46,46
40	1,47	52,17	46,36
41	1,46	52,31	46,23
42	0,72	54,59	44,69
43	0,80	55,04	44,16
44	1,55	53,40	45,05
45	3,07	50,14	46,79
46	2,99	50,29	46,72
47	2,15	52,07	45,78
48	2,84	50,31	46,85
49	8,55	38,55	52,90
50	8,79	39,87	51,34



TABLEAU VII

n° de fraction	% C <sub>A</sub>	% C <sub>N</sub>	% C <sub>P</sub>
34	13,94	32,75	53,31
35	10,23	34,99	54,78
36	8,98	36,21	54,81
37	7,15	39,80	53,05
38	6,78	40,34	52,88
39	6,57	39,99	53,44
40	6,92	38,90	54,18
41	7,65	39,93	52,42
42	8,54	42,73	48,73
43	8,32	42,37	49,31
44	8,89	41,64	49,47
45	9,71	39,71	50,58
46	8,55	37,97	53,48
47	7,76	38,35	53,89
48	8,02	37,15	54,83
49	12,02	32,16	51,82
50	—	—	—



est stationnaire et à grande surface, et l'autre mobile.

La C.G.L. (chromatographie gaz-liquide) est la plus employée des méthodes de chromatographie en phase gazeuse. Les substances à séparer se partagent entre la phase stationnaire liquide et la phase mobile gazeuse.

-définition du coefficient de partage:

Le soluté se partage entre le solvant mobile et le solvant fixe retenu dans les interstices d'un solide inerte. On définit le coefficient de partage comme suit:

$$K = \frac{q_1}{c_2} = \frac{\text{masse de vapeur de soluté par unité de volume de PF}}{\text{ " " " " " " " " " " " PM}}$$

où PF désigne la phase fixe et PM, la phase mobile.

Le débit de gaz vecteur (en général He, N<sub>2</sub>, ...) étant constant, on injecte l'échantillon. Celui-ci est vaporisé dans la chambre à injection, puis entraîné à travers la colonne par le gaz vecteur. Les substances se trouvant dans l'échantillon sont retenues plus ou moins longtemps selon la nature des forces auxquelles elles sont soumises. À la sortie de la colonne, un détecteur permet de déceler les substances qui apparaissent dans l'ordre de leur mobilité croissante.

Un schéma de principe d'un chromatographe est donné à la figure-7-.

#### b) grandeurs de rétention :

Un soluté introduit en tête de colonne parcourt celle-ci à une certaine vitesse qui dépend de la vitesse du gaz vecteur. Après un certain temps, le soluté sort de la colonne idéalement selon une courbe de GAUSS.

On définit un temps de rétention comme étant le rapport du volume de rétention par la vitesse d'écoulement du gaz vecteur. Le volume de rétention est la quantité de gaz vecteur qui est passée dans la colonne depuis l'entrée du soluté jusqu'à sa sortie.

La distance du sommet d'un pic au point d'injection est appelée distance de rétention.

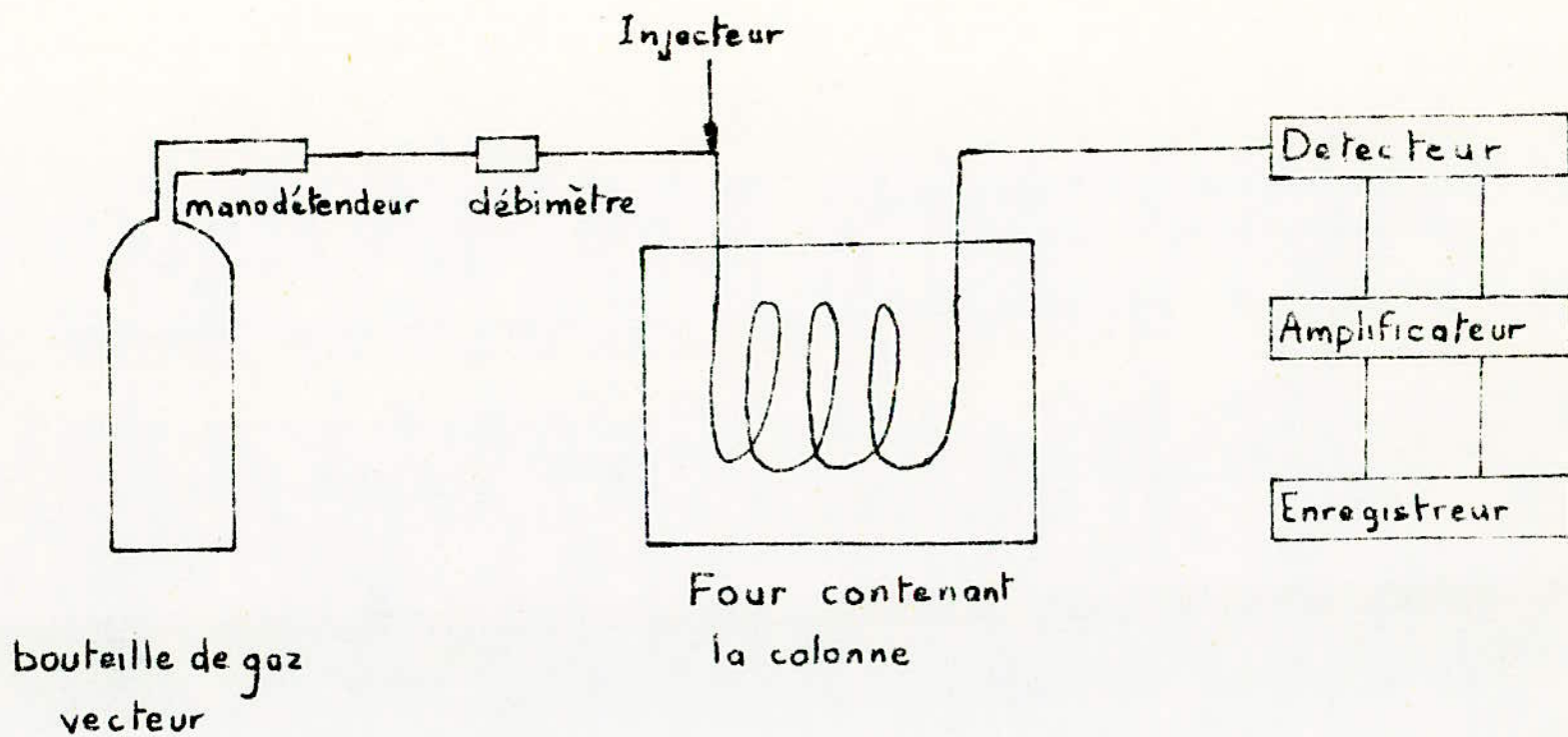
Les grandeurs de rétention réduites sont mesurées relativement au pic de l'air. Un chromatogramme type est représenté à la figure -8-.

#### c) analyse qualitative :

L'identification d'un hydrocarbure peut se faire par deux méthodes:

- la méthode des indices de KOVATZ:

elle permet l'identification d'un hydrocarbure élué entre 2 alcanes normaux pris comme référence. L'indice de KOVATZ ( I )



Appareil de chromatographie en phase gazeuse

- Figure 7 -

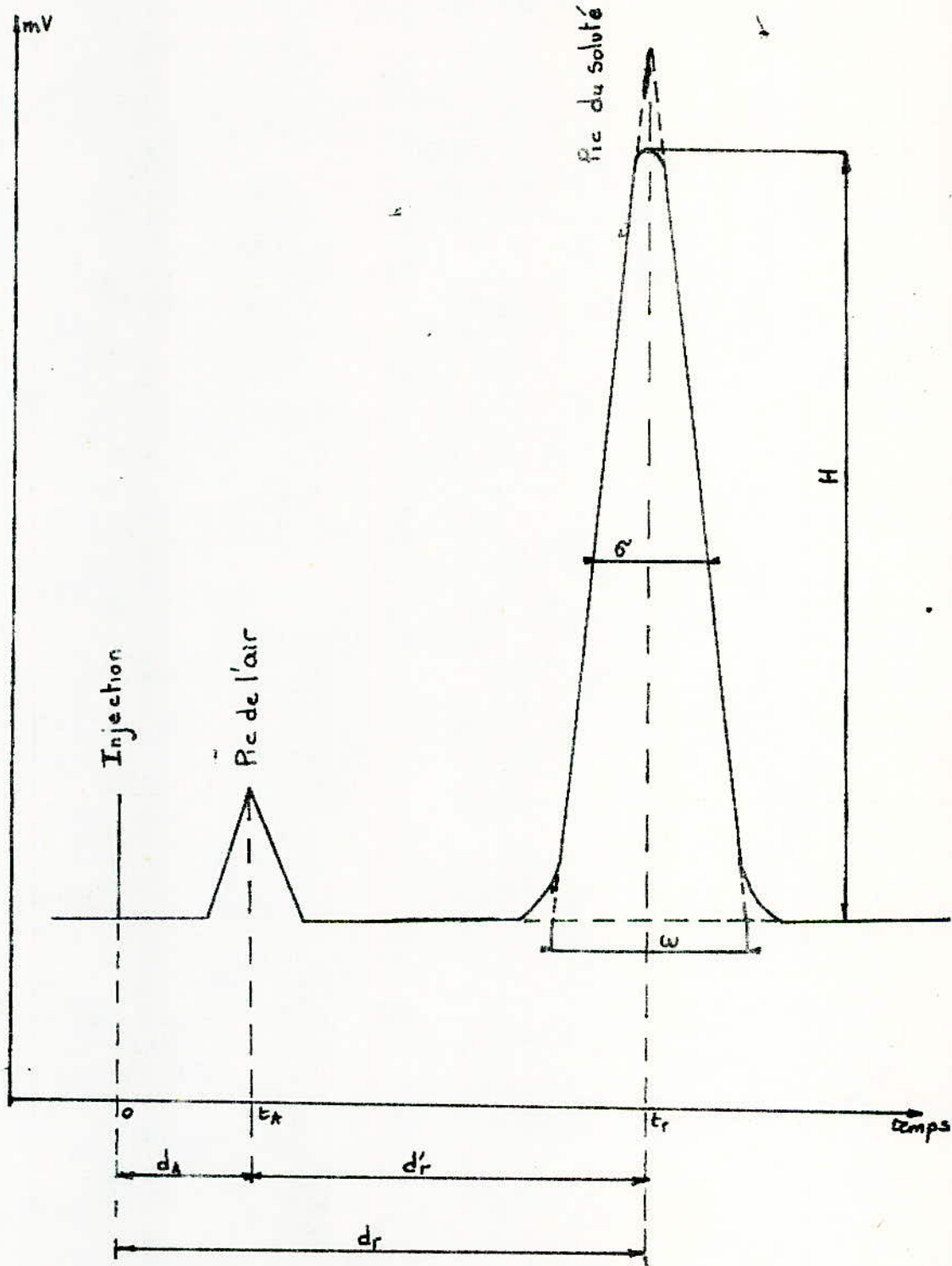


fig. - Schéma d'un Chromatogramme-type.



d'un composé "i" élué entre deux alcanes normaux d'atomes de carbone Z et Z + n, est donné par la formule :

$$I = 100Z + 100 \frac{\log(d'_r)_i - \log(d'_r)_Z}{\log(d'_r)_{Z+n} - \log(d'_r)_Z}$$

L'indice de KOVATZ pour un n-alcane de Z atomes de carbone est égal à 100 Z. Le logarithme décimal de la distance de rétention des n-paraffines est une fonction linéaire du nombre d'atomes de carbone. La méthode consiste à porter le logarithme de la distance de rétention réduite en fonction de I d'une part et I en fonction des températures d'ébullition d'autre part.

-la méthode de l'étalon interne:

Elle consiste à injecter un hydrocarbure de référence pur que l'on soupçonne dans la fraction étudiée. L'exhaltation d'un pic du chromatogramme confirme l'existence de cet hydrocarbure dans la fraction.

Nous avons utilisé les deux méthodes de la manière suivante:

soit un pic que l'on veut identifier; on mesure sa distance de rétention. La courbe  $\log(d'_r)$  en fonction de I permet de déterminer l'indice de KOVATZ correspondant. On reporte la valeur trouvée dans la deuxième courbe ( $I=f(\theta)$ ), et on en déduit une température que l'on appelle température d'ébullition de KOVATZ. En se référant à des tables, on peut donner un nom à ce pic. Si l'on dispose de l'étalon correspondant, son injection avec la fraction étudiée permet de confirmer, dans certains cas, la présence de cet hydrocarbure.

d) analyse quantitative :

Elle est basée sur le fait que l'aire du pic obtenu est proportionnelle à la concentration du soluté.

$$m = K \cdot A$$

où "m" est la masse de soluté ayant traversé le détecteur

"A" est l'aire du pic

"K" est un facteur de proportionnalité propre du détecteur vis à vis du constituant et de la sensibilité de l'enregistreur.

Les concentrations des différents constituants d'une fraction permettent d'en déduire les propriétés moyennes ( $d$ , N.M.,  $T_{eb}$ ).

## 2°) Technique Infra-Rouge :

Les molécules qui absorbent en Infra-Rouge ( $\lambda$  de  $2,5 \mu$  à  $15 \mu$ ) modifient leur énergie de vibration. Une molécule très simple peut donner un spectre I.R. très complexe. Pour cela, la similitude pic à pic sera la meilleure preuve pour l'identification.

### Interprétation des spectres:

La persistance de certaines bandes permet de tirer des informations sur la structure de la substance étudiée. Pour étudier un spectre I.R., on se réfère généralement à des tables caractéristiques de certains groupements. Les deux régions du spectre les plus importantes pour un examen préliminaire sont:

- la région au-delà de  $1300 \text{ cm}^{-1}$
- la région comprise entre  $650$  et  $900 \text{ cm}^{-1}$ .

Toute conclusion obtenue par le repérage d'une bande doit être confirmée par l'examen d'une autre région du spectre. (B-10).

## 3°) Autres Méthodes:

Des informations complémentaires peuvent être apportées par d'autres méthodes physiques d'analyses notamment la spectrométrie de masse et la résonance magnétique nucléaire.

### a) spectrométrie de masse:

Les molécules de la substance à étudier sont bombardées par un faisceau d'électrons produisant un ou plusieurs ions positifs caractéristiques de cette substance. Cet ion (ou ces ions) est extrait du courant gazeux au moyen d'une électrode d'accélération chargée négativement. La séparation se fait selon le rapport  $m/e$ .

Les spectres de masse donnent la mesure des intensités des fragments ioniques et des masses moléculaires réelles. Les corps lourds du brut recouvrant la gamme des masses moléculaires de 200 à 700 ne peuvent être analysés qu'en spectrographie de masse. (B-11).

### b) résonance magnétique nucléaire:

Les molécules sont formées d'atomes constitués d'un noyau et d'électrons gravitant autour de celui-ci. Les noyaux peuvent être le siège d'un magnétisme



lorsqu'ils possèdent un spin non nul. L'absorption d'énergie du noyau, lors du passage d'un état inférieur à un état supérieur par excitation, est détecté par R.M.N..

Les techniques développées sont intéressantes pour deux points:

- elles fournissent une valeur directe et précise de l'aromaticité ou du pourcentage de carbone aromatique
- elles donnent une série de paramètres qui permettent de caractériser des fractions pétrolières complexes. (B-10).

### C-/ETUDE EXPERIMENTALE :

#### 1°)Par C.P.G.:

##### a)considérations générales:

Il est nécessaire de donner les caractéristiques de l'appareillage ainsi que les conditions de travail:

-appareillage: C'est un chromatographe de type HELWETT-PACKARD 5720 A muni d'un détecteur à catharomètre.

La phase stationnaire est du tricrésylphosphate (5%) déposé sur Chromosorb W traité au D.M.C.S..

Les dimensions de la colonne sont: longueur - 2,44 m  
diamètre - 3 mm

Le gaz vecteur utilisé est l'hélium.

-conditions opératoires générales: température de l'injecteur : 200°C  
température du détecteur : 300°C  
intensité du courant de filament : 200mA

-recherche des conditions optimales de travail: pour chaque fraction étudiée nous avons essayé d'obtenir la meilleure séparation en faisant varier soit la température de la colonne, soit le débit du gaz vecteur, soit les deux à la fois.

##### b)analyse qualitative:

Les premières fractions (1,2,3,4,5) entrées faibles quantités et très volatiles n'ont pu être analysées. De plus nous nous sommes limités à l'étude des fractions 6;12;17 et 20 (figures-9,10 et 11; tableaux-VIII, IX et X) ce qui nous a permis de



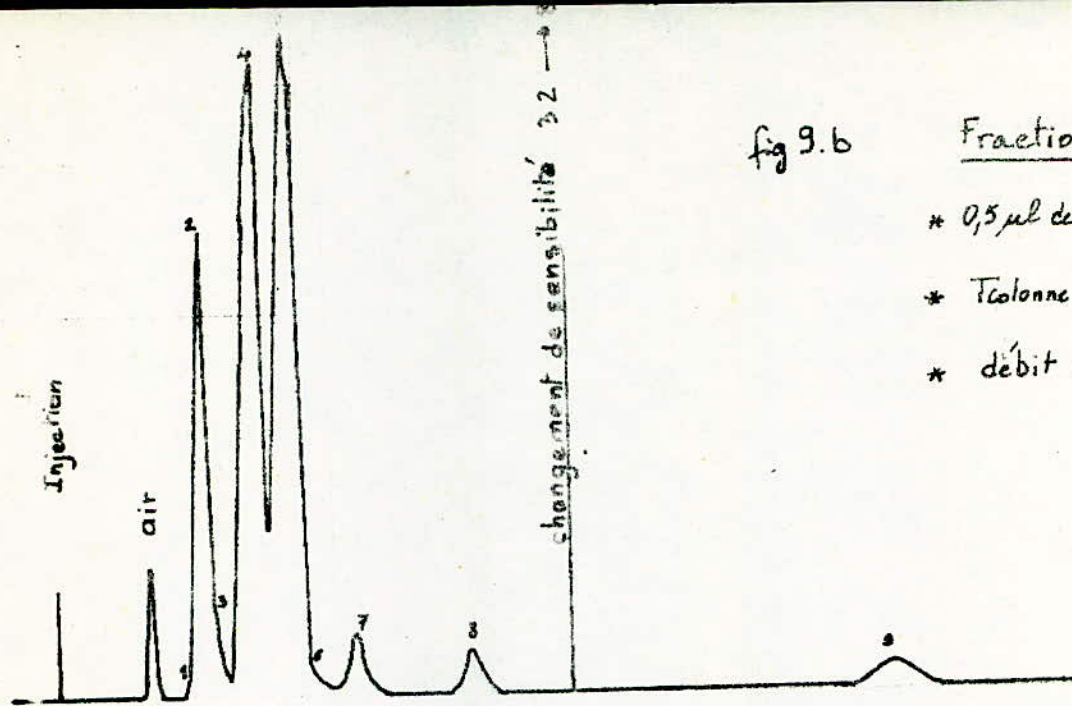


fig 9.b

Fraction 12

- \* 0,5  $\mu$ l de Fraction + 9,5  $\mu$ l d'air
- \* Température = 60°C
- \* débit = 0,32 ml/s

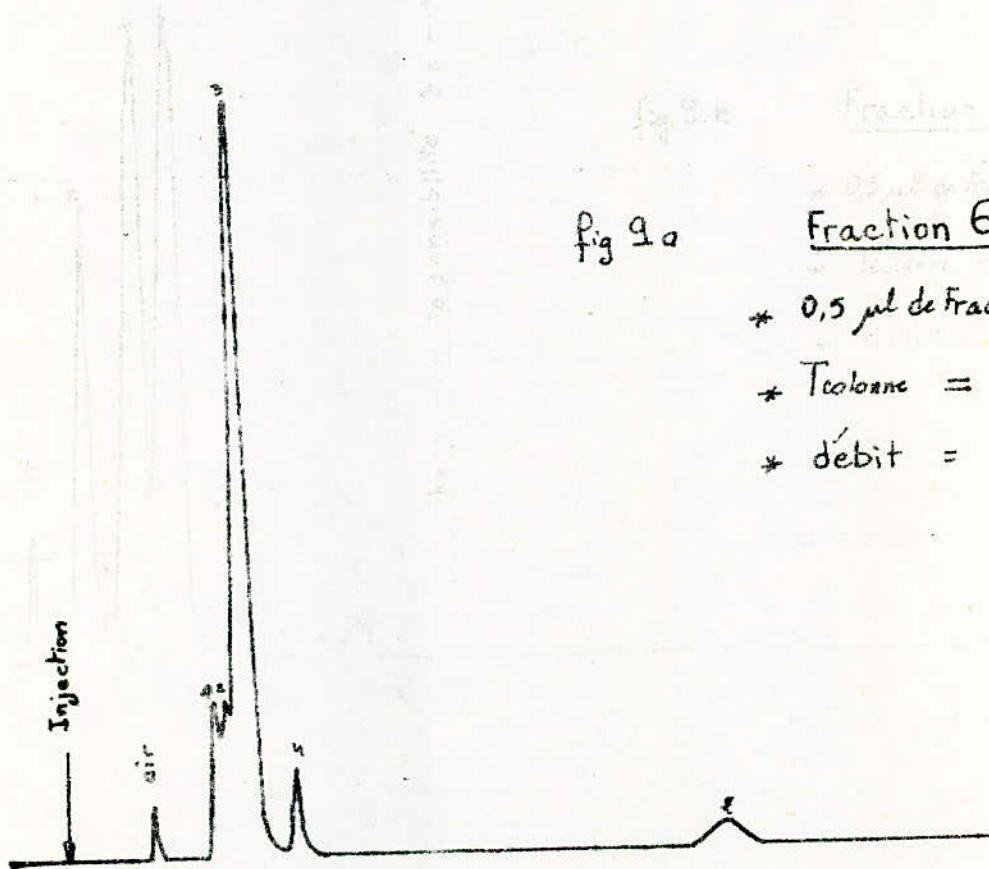


fig 9.a

Fraction 6

- \* 0,5  $\mu$ l de Fraction + 9,5  $\mu$ l d'air
- \* Température = 40°C
- \* débit = 0,32 ml/s

Fraction 17:

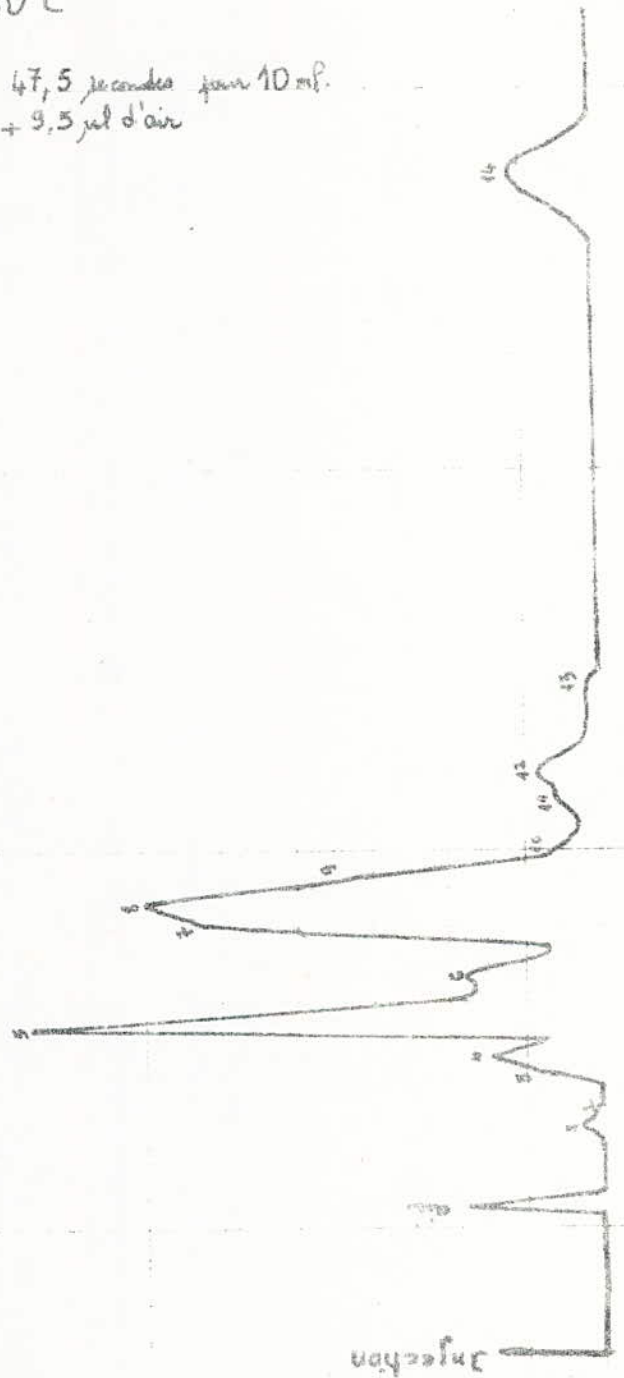
Tcolonne : 60°C

Debit du

gaz vecteur : 47,5 secondes pour 10 ml.

0,5 ml de F<sub>47</sub> + 9,5 ml d'air

figure : 10



( 32 )



fig 11.a Fraction 14:

\* T colonne : 60°C

\* débit : 0,29 ml/s

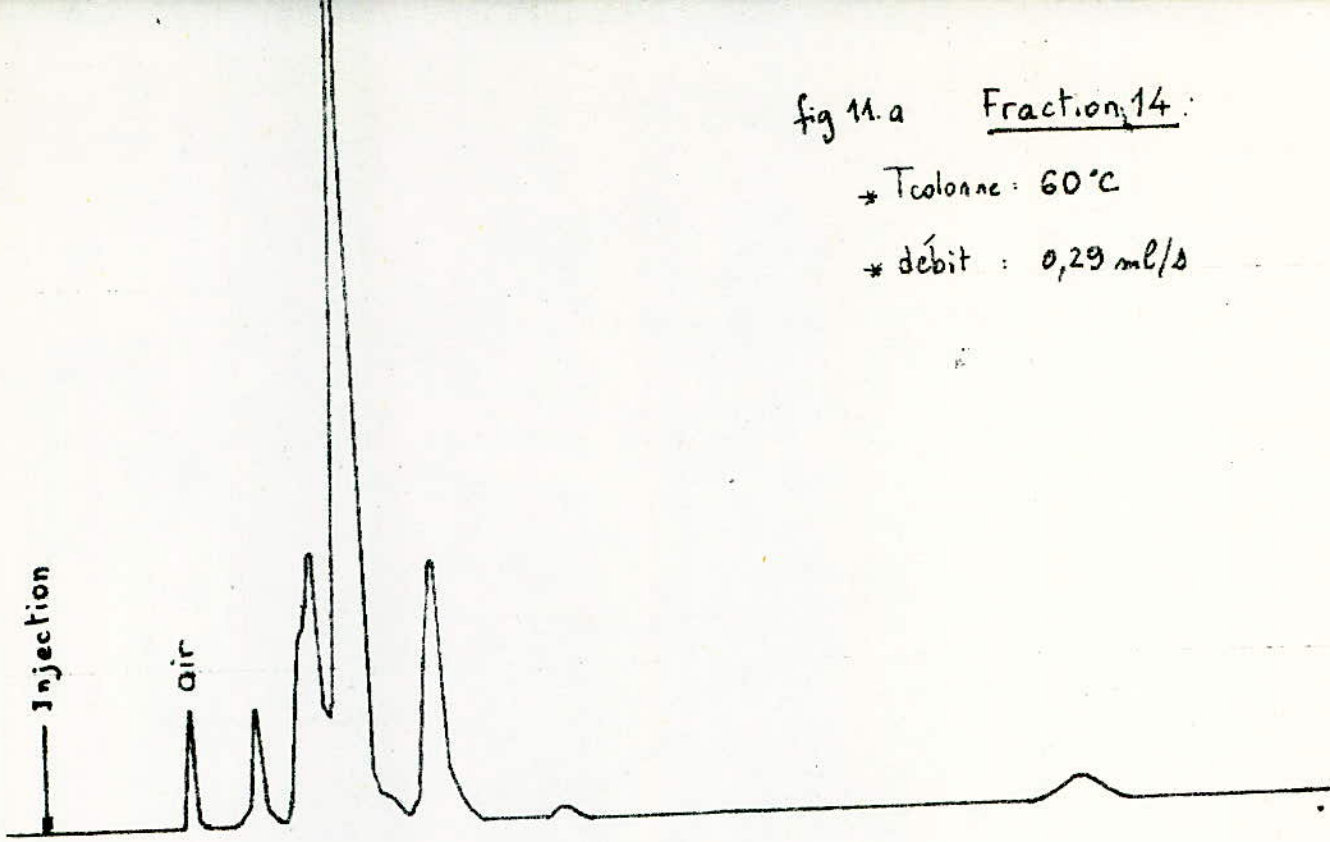


fig 11.b

Fraction 20:

\* T colonne : 70°C

\* débit : 0,21 ml/s

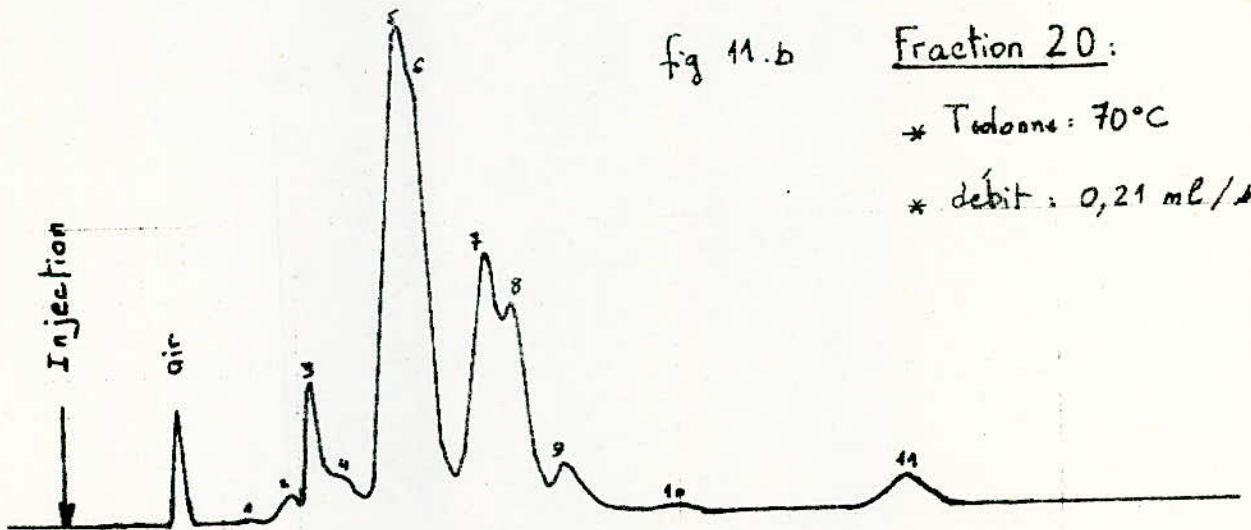


Figure 11

TABLEAU : FRACTION 6

VIII

$T_c = 40^\circ\text{C}$

Debit = 0,32 ml/sec

Pic No	d <sub>R</sub> (mm)	log d <sub>R</sub>	I	θ (°)	CORPS SOUPÇONNÉS	CONFIRMATION
1	8,5	0,93	566	58,5	2.3 Dimethyl. Butane. 2. Methyl. pentane	2. Methyl pentane
2	10,0	1,00	582	62,7	3. Methyl pentane	3. Methyl pentane
3	12,5	1,10	603	69,8	n. Hexane	n. Hexane
4	19,0	1,28	682	81,2	2.4 Dimethyl. pentane 2.2.3 trimethyl butane cyclohexane	2.2.3. trimethyl Butane
5	75,5	1,89	772	119,0		Benzène



TABLEAU X : FRACTION 12.

$T_c = 60^\circ C$

Debit = 0,32 ml/xc.

PIC N°	$d'_R$ (mm)	$\log d'_R$	I	$\theta$ (°)	CORPS SOUS-SONNÉS	CONFIRMATION
1	5,7	0,76	570	61,5	2. Methyl pentane 3. Methyl pentane	3. Methyl pentane
2	7,7	0,89	603	70,0	n. Hexane. methyl cyclopentane	n. Hexane
3	9,3	0,97	628	78,0	2.2 methyl pentane. 2.4 methyl pentane. 2.2.3 trimethyl butane cyclohexane.	2,4 Dimethyl- -pentane
4	13,3	1,12	670	90,0	2 methyl hexane 1 cis 3 Dimethyl cyclopentane 2.3 Dimethyl cyclopentane 1.1 Dimethyl cyclopentane	2 methyl- -hexane
5	14,8	1,17	684	93,0	3. Methyl. hexane. 1. trans 3 Dimethyl cyclopentane 1. cis 2. Dimethyl cyclopentane propyl cyclobutane. 3. ethyl pentane	3 methyl- -hexane
6	18,0	1,25	706	101,0	Methyl. cyclohexane 1. cis 2 Dimethyl cyclopentane n. Heptane.	n. Heptane
7	27,5	1,44	757	115,0	2.3.4 trimethyl pentane 2.3 Dimethyl hexane. 3. Ethyl. 2 methyl pentane 2.3.3 Trimethyl pentane.	2.3.4 trimethyl -pentane
8	42,8	1,63	804	127,5	2.2.4 trimethyl hexane n. Octane. Benzène	Benzène
9	99,5	2,00	915	155,0	toluène	Toluène

TABLEAU X

## FRACTION 17

T<sub>c</sub> = 60°C

Débit: 0,21 ml/s

PIC <sub>N°</sub>	d <sub>i</sub> (mm)	ogd <sub>R</sub>	I	θ(°)	Corps soupçonnés	Confirmation
1	11	1,04	600	68,74	n. Hexane	n. Hexane
2	12	1,08	610	74,0	2.2 méthyl 2.4 diméthyl pentane	2.4 diméthyl- pentane
3	18	1,255	663	88,5	2-Méthyl-héxane	2-Méthyl-héxane
4	20	1,30	675	91,5	3-Méthyl-héxane	3-Méthyl-héxane
5	25	1,40	700	98,43	n-Heptane	n-Heptane
6	30	1,48	728	107,0	2.2. Diméthyl héxane 2.2.3.3 Tétraméthyl- butane 2.2.3. Triméthyl-pentane	—
7	38	1,58	758	115,5	2.5 Diméthyl-héxane 2.4. Diméthyl-héxane	2.3.4 Triméthyl- -pentane
8	41	1,61	765	117,5	2.3-Diméthyl hexane 3. Ethyl 2 méthyl pentane 2.3.3 Triméthyl pentane 2.3.4 " " "	—
9	44	1,64	774	120,0	1 cis. 2 trans 3 Triméthyl- -cyclopentane 1 cis. 2 trans 4 Triméthylcyclo- pentane	—
10	47	1,67	783		3. Me Heptane. 3 Ethylhexane 3.4 Diméthyl hexane 3. Ethyl. 2 Méthyl pentane	—
11	53,5	1,73	800		2-2-4-4 tétraméthyl-pentane	
12	57,5	1,76	808		n-Octane	n-Octane
13	67,5	1,83	829		Benzène	Benzène
14	137,5	2,14	920		2.2.3 Triméthyl hexane 3. Ethyl. 2.2 Diméthyl pentane 2.2. Diméthyl heptane.	—
					Toluène	Toluène



récupérer tous les hydrocarbures constituant les fractions de 6 à 20 ( )  
L'identification a été obtenue par combinaison de la méthode de l'étalon interne et celle des indices de KOVATZ.

CONCLUSION: pour les fractions 6 et 12 tous les hydrocarbures ont été identifiés. L'absence de certains étalons ne nous a pas cependant permis d'identifier quelques hydrocarbures de la fraction 17. Nous avons noté tous les hydrocarbures susceptibles de correspondre à la température trouvée.

REMARQUE: si nous considérons la fraction 6, au pic n°5 correspond une température de KOVATZ de 119°C. La température moyenne d'ébullition de la coupe étant de 68°C, nous avons alors soupçonné l'existence d'un aromatique qui aurait été retenu plus longtemps que les paraffines de même température d'ébullition. Nous avons alors pensé au benzène et nous l'avons injecté avec la fraction. Une exaltation du pic 5 a été remarquée. L'identification du toluène dans les fractions 12, 17, et 20 s'est faite de la même manière.

c) analyse quantitative:

Le but de cette analyse est d'obtenir les propriétés moyennes des fractions en tenant compte de la contribution des grandeurs physiques de chaque pic de cette fraction.

Nous avons étudié plus particulièrement les fractions 6 et 12 dont nous avons identifié les constituants. Les résultats sont donnés par les tableaux XII et XIII (les pourcentages donnés sont des pourcentages en poids).

d) interprétation des résultats:

Nous avons comparé les valeurs de densité, masse moléculaire et température d'ébullition obtenues par C.P.G. avec celles mesurées ou calculées auparavant.

-fraction 6: les valeurs des grandeurs caractéristiques de la fraction sont voisines. Les écarts sont donnés dans le tableau suivant:

ECARTS: -Température : 6,4%  
-Masse Moléculaire : 3,3%  
-Densité : inférieur à 2%

TABLEAU XIII

n: de Pic	$M_i$	$T_i$	$d_i$	$\sum x_i M_i$	$\sum x_i T_i$	$\sum x_i d_i$	$x_i$ (en poids)
1	86,18	63,28	0,65	177,53	130,35	1,34	2,06
2	86,17	68,74	0,66	1719,09	1371,36	13,17	19,95
3	100,00	80,50	0,65	237,00	190,78	1,54	2,37
4	100,00	90,05	0,66	1496,00	1347,15	9,87	14,96
5	100,00	91,95	0,66	2692,00	2475,29	17,77	26,92
6	100,00	98,43	0,68	2850,00	2805,26	19,38	28,50
7	114,00	113,47	0,71	361,40	359,70	2,25	3,17
8	78,11	80,50	0,88	135,90	140,05	1,53	1,74
9	92,00	110,00	0,86	20,40	35,20	0,27	0,32
valeurs moyennes	$M = 96,98$	$T_{eb} = 88,55$	$d = 0,67$				



TABLEAU XIII

$n^{\circ}$ du Pic	$x_i$ ( $\%P$ )	$M_i$	$T_{eb_i}$	$d_i$	$\sum x_i M_i$	$\sum x_i T_i$	$\sum x_i d_i$
1	8,5	86,18	60,27	0,65	732,53	512,29	5,525
2	9,0	86,18	63,28	0,67	775,62	613,82	6,030
3	71,1	86,17	68,74	0,66	6126,69	4887,40	46,926
4	7,1	100,00	80,87	0,67	710,00	574,18	4,792
5	4,3	78,11	80,10	0,88	335,87	344	3,784
valeurs moyennes	$M = 86,80$ $T_{eb} = 63,6^{\circ}C$ $d = 0,670$						

Fraction 6



Ceci permet de confirmer l'identification des pics.

-fraction 12: de même nous avons comparé les différentes valeurs de  $n$ ,  $d$ , et  $M$

/	MM	T	d
valeur par C.P.G.	86,80	63,63	0,67
valeur mesurée ou calculée auparavant	99,7	92	0,708

On remarque que les valeurs trouvées par C.P.G. sont beaucoup plus faibles que les valeurs déjà obtenues.

Une densité plus faible nous a conduit à supposer que l'on avait identifié une paraffine à la place d'un naphténiq. La contribution étant importante, nous avons alors remplacé le 3-méthylhexane (26,92%;  $d=0,66$ ) par le propylcyclobutane ( $d=0,744$ ). Les résultats obtenus sont les suivants:

COUPE 12:  $d=0,69$  -  $T=90,58$  -  $M=96,5$ .

Nous voyons que les valeurs se rapprochent plus des résultats trouvés par d'autres évaluations. Ceci confirme notre supposition

REMARQUE: Pour la fraction 20 nous n'avons pas donné les corps identifiés, car ils se retrouvent tous dans la fraction 17.

## 2°) Infra-Rouge:

Une étude partielle a été effectuée par la technique Infra-Rouge. Elle a consisté en une évaluation de la teneur en aromatiques des fractions pétrolières.

Nous avons d'abord effectué un étalonnage pour pouvoir mesurer le pourcentage en aromatiques. A cet effet, nous avons choisi un pic caractéristique pour lequel il n'y a pas d'interférences avec d'autres groupements. Ce pic est situé à une longueur d'onde (de  $680 \text{ cm}^{-1}$ ) de  $15 \mu$  environ.

Les résultats se trouvent au tableau XIV.

La fraction 14 contenant elle-même des aromatiques (benzene-toluène), nous avons alors corrigé l'étalonnage effectué en rajoutant la quantité contenue dans le pourcentage de fraction mélangée au benzene. Exemple:

figure 12

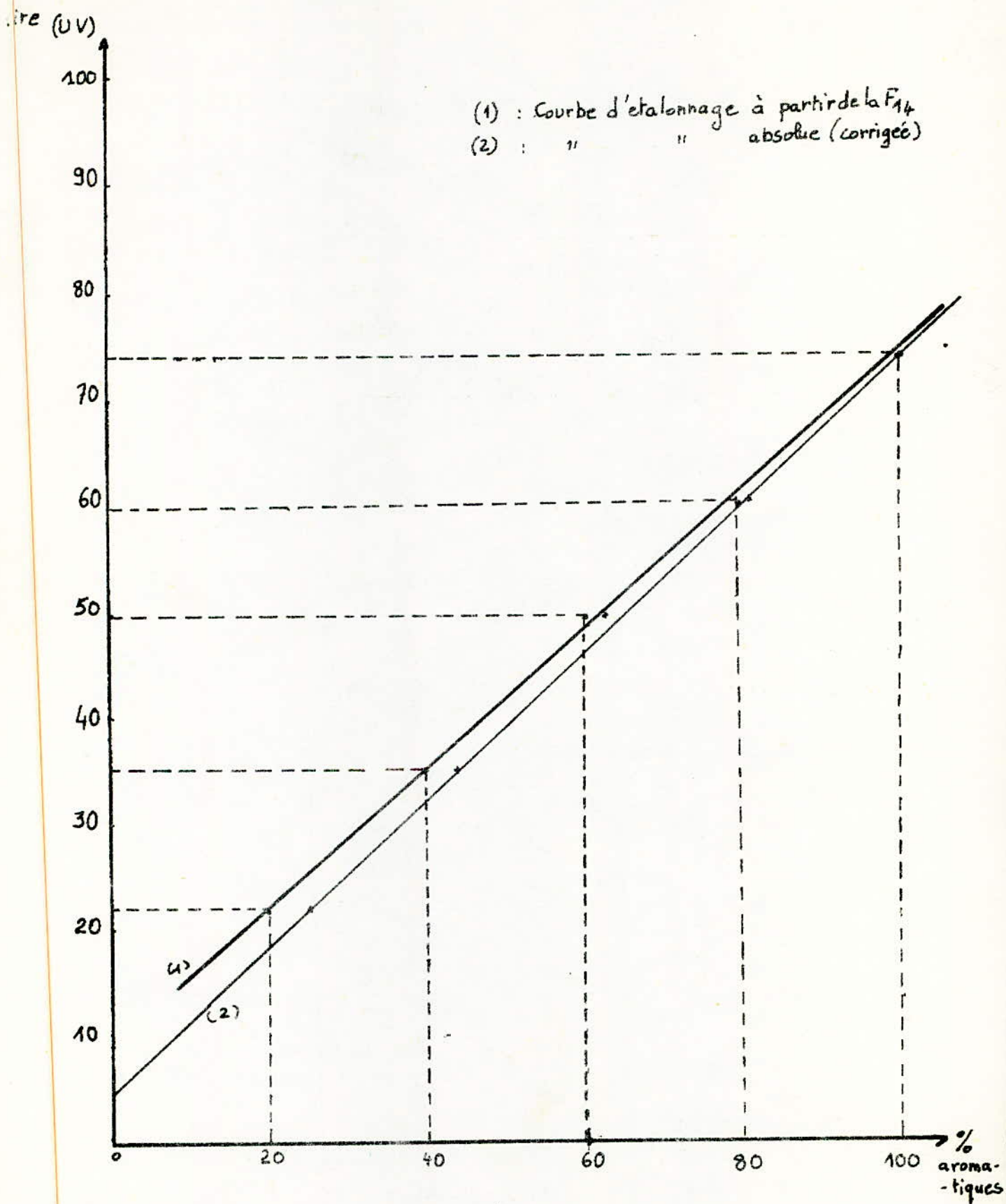


TABLEAU III :

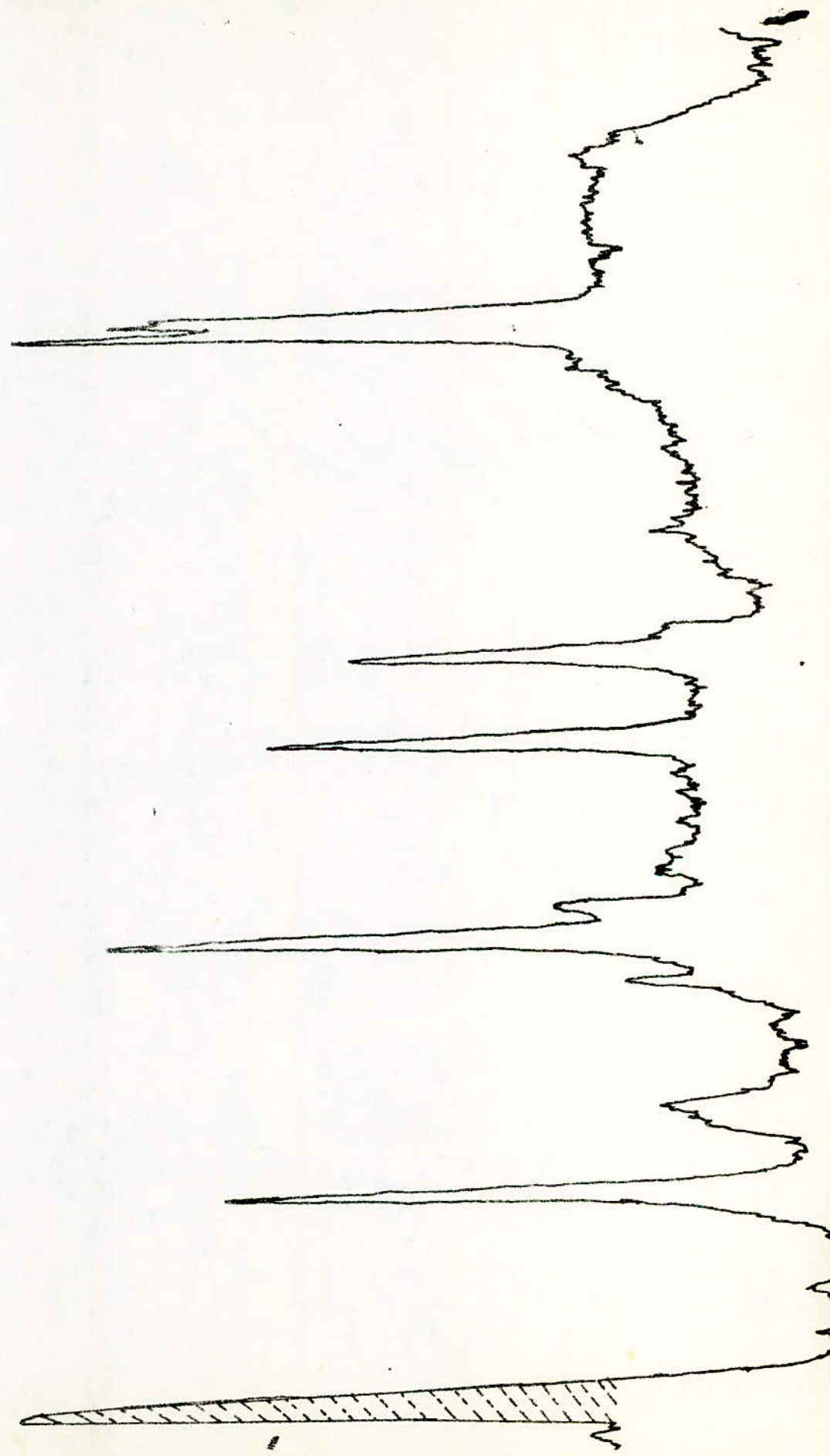
% Benzène	20	40	60	80	100
Aire du pic (U.V.)	22	35	50	60	74
% réel en aromatiques	24,8	43,6	62,4	81,2	—

TABLEAU IV :

no de Fraction	6	10	12
Aire du pic (U.V.)	4	5	4
% en Aromatiques	très faible	très faible	très faible



Tube 5  
Scale BZ



Soit un point de la courbe d'étalonnage initial - 60% d'aromatique, 50 U.V. (la mesure des aires a été faite à l'aide d'un planimètre. Les valeurs sont données en unités Vernier-UV-). La concentration d'aromatique de la fraction 14 contenu dans cet échantillon est égale à 40% de la concentration d'aromatique totale de la fraction. Nous avons mesuré la concentration en aromatiques de la fraction 14 par chromatographie - la valeur est de 6%-. De là nous avons déduit la valeur réelle de la concentration de l'échantillon qui est de 62,4%.

L'étalonnage nous a permis de déterminer la teneur en aromatiques de certaines fractions: 6 - 10 et 12, par la mesure de l'aire du pic à  $680 \text{ cm}^{-1}$ . Les résultats sont donnés par le tableau XV.

L'extrapolation de la droite nous a donné une teneur en aromatiques très faible ce qui confirme les résultats donnés par la méthode ndm.

---

## CONCLUSION

Notre étude a été consacrée à l'évaluation du pétrole brut algérien de HASSI-MESSAOUD. Les différentes méthodes d'analyses permettent de tirer les conclusions suivantes :

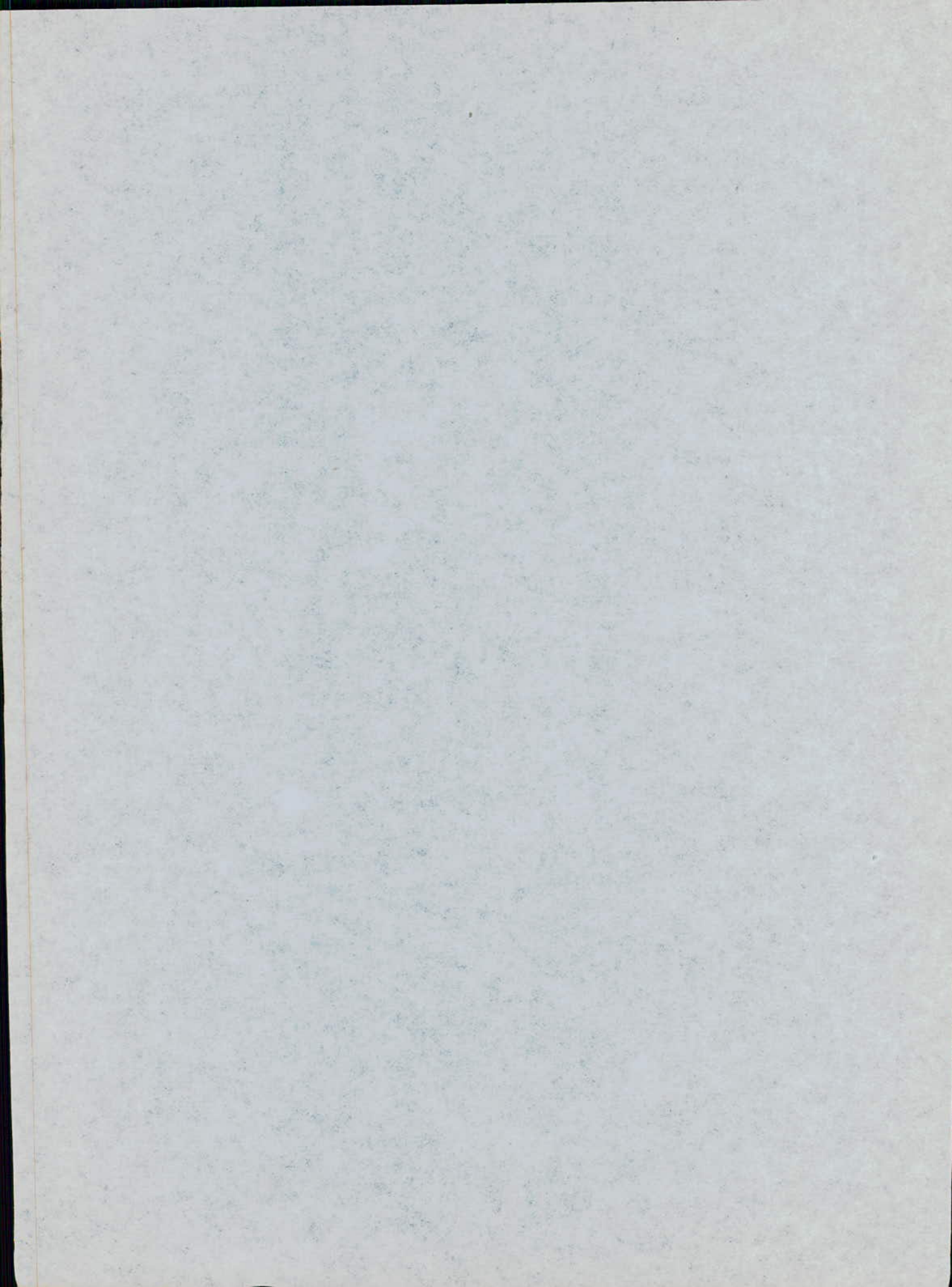
- le pétrole brut évalué est de faible densité.
- les premières fractions sont à tendance paraffino-naphténique  
les dernières fractions sont à tendance aromatique.
- les propriétés globales des fractions, déterminées à partir des diverses évaluations effectuées, sont assez voisines.

Néanmoins, le travail réalisé n'est qu'une approche de l'analyse totale de ce pétrole. Des moyens plus élaborés permettraient une étude plus approfondie entre autres :

- l'utilisation d'une colonne capillaire augmenterait l'efficacité de séparation des hydrocarbures.
- L'analyse qualitative avec deux colonnes de polarité différente donnerait une identification plus sûre.
- Un détecteur à ionisation de flamme est plus performant que celui utilisé ( catharomètre ).

Enfin, un couplage chromatographie-spectrométrie de masse serait à souhaiter pour ce genre d'étude.





## DESCRIPTION DE L'APPAREIL PODBIELNIAK

L'appareil de distillation PODBIELNIAK est composé de l'unité de distillation du système de vide et d'appareils de contrôle et de mesures. Il existe deux types de tensions d'alimentation:

- 220 V POUR LA POMPE
- 115 V POUR L'APPAREIL

### I/-UNITE DE DISTILLATION

Cette unité comprend les éléments suivants:

- le bouilleur avec sa jaquette de chauffage
- la colonne garnie
- le condenseur de tête
- les receveurs

#### 1°) Le Bouilleur:

C'est un ballon en verre de capacité "5 litres". Il est muni d'un doigt de gant pour prise de température. Il est chauffé par une jaquette alimentée sous une tension de 115V. Le ballon repose sur un support métallique dont la hauteur est ajustable par une manivelle.

#### 2°) La Colonne Garnie:

Elle a un diamètre intérieur de 38mm et une longueur de 914mm. L'isolation thermique est assurée par une jaquette argentée dans laquelle régnent le vide; le vide réduit considérablement les pertes calorifiques par conduction et les réflecteurs les pertes calorifiques par rayonnement. Le garnissage est du type HELIPAK.

#### 3°) Le Condenseur de Tête:

Il est constitué par un serpentin dans lequel circulent les vapeurs qui sont condensées par l'eau du robinet circulant autour du serpentin. Un thermocouple est placé en tête de colonne et sert à prendre la température des vapeurs à cet endroit.



#### 4°) Le Piège à Vapeur:

Il sert à condenser les vapeurs des légers (propanes et butanes) que l'eau n'a pu condenser plus bas. Le réfrigérant utilisé est de la carboglace.

#### 5°) Les Receveurs:

Il existe deux receveurs de distillat gradués de 0 à 100 ml. Un robinet à double voie permet de changer le receveur.

Pour l'opération à pression réduite, il y a un robinet à trois voies qui permet d'isoler le receveur dont on veut recueillir le distillat sans influencer le vide régnant à l'intérieur de la colonne.

### II/-SYSTEME DE VIDE:

Il comprend une pompe à vide, une jauge de MAC LEOD et un système de régulation.

#### 1°) La Pompe à Vide:

C'est une pompe rotative à double étage de marque "VACTOR SCIENTIFIC". Ses caractéristiques sont les suivantes:

- pompe 600 tr/mn
- température opératoire 65°C
- moteur: puissance 1/3 CV; 1725 tr/mn; 240V; 50 hz
- vide garanti: 0,1 micron Hg
- déplacement d'air: 75 litres/mn

L'huile utilisée est une huile spéciale de "VACTOR PUMP OIL VACUUM".

#### 2°) La Jauge De MAC LEOD:

La jauge de MAC LEOD est un appareil simple conçu pour la mesure du vide poussé, fondé sur la loi de MARIOTTE. Son principe est de comprimer dans une chambre un volume connu exempt de vapeur d'eau ou autres vapeurs, et de déterminer sa pression absolue par la mesure de la différence de hauteur de deux colonnes de mercure. Pour éviter tout calcul, les jauges sont directement graduées en mm de mercure. Son seul inconvénient est de donner des mesures discontinues.



### 3°) Le système De Régulation Du Vide:

La régulation du vide se fait comme suit:

- on tourne le robinet troué pour égaliser la pression dans les 2 bras du manomètre différentiel
- on met les robinets à triple voie sur les positions COLUMN-VACUUM et RECEIVERS-VACUUM
- on met en marche la pompe à vide
- on ouvre la vanne à solénoïde PUMP RATE

Lorsque le vide désiré est obtenu (le vide est mesuré par le manomètre différentiel ou, pour une mesure plus précise, par la jauge de MAC LEOD lorsqu'il est inférieur à 100 mm d'Hg), on ferme la valve à solénoïde et on met le système en position automatique.

- on isole le bras gauche du manomètre différentiel à l'aide du robinet troué. On fixe ainsi la pression de référence.
- lorsque la pression augmente dans la colonne (à cause des fuites), le mercure dans le bras gauche du manomètre fait contact avec la sonde et la valve à solénoïde s'ouvre. Elle se referme lorsque la pression diminue et par voie de conséquence le contact mercure-sonde se rompt.
- la pression ainsi établie est une valeur moyenne tournant autour d'une valeur absolue déterminée au début par l'ajustement du mercure dans les bras du manomètre.

### III) CONTROLE DU CHAUFFAGE:

Le contrôle du chauffage est basé sur la mesure de la perte de charge dans la colonne. Celle-ci est mesurée à l'aide d'un manomètre différentiel à mercure. En marche "automatique" le voltage est fixé par un auto-transformateur de contrôle et un auto-transformateur auxiliaire. Le premier auto-transformateur est gradué de 0 à 140 Volts; le second de 0 à 100%.

EXEMPLE: en marche automatique:

auto-transformateur de contrôle: 100 V

auto-transformateur auxiliaire : 80

...le voltage du chauffage est :  $100 \times 80\% = 80 \text{ V}$

Après avoir calibré le voltage du chauffage en fonction de la perte de charge, on ajuste le niveau du mercure dans le manomètre différentiel de telle façon que la dénivellation correspondra à la perte de charge opératoire.

On met le chauffage en position automatique, et l'auto-transformateur de control suffisamment haut pour maintenir une vitesse des vapeurs (qui est proportionnelle à la perte de charge) légèrement plus grande que celle requise. On met l'auto-transformateur auxiliaire à environ 80 ce qui correspond à une réduction de 20% du voltage de chauffage quand le mercure touche la sonde se trouvant dans le bras gauche du manomètre différentiel.

#### IV) CONTROLE DU TAUX DE REFLUX:

Le taux de reflux est réglé par deux timers électroniques. L'un fixe le temps de reflux et est gradué de 0 à 280 s, l'autre fixe le temps de recette et est gradué de 0 à 35 s. Le taux de reflux est obtenu en divisant le temps de reflux par le temps de recette.

Pour mettre la colonne à reflux total il faut couper les timers.

#### V) MESURE DE LA TEMPERATURE:

La mesure de la température du bouilleur et celle en tête de colonne est faite à l'aide de thermocouples Fer-constantan. La lecture se fait sur un potentiomètre gradué en mV ou en °C

---



METHODE n.d.M			
n et d mesurés à 20°C		n et d mesurés à 70°C	
$V = 2,51(n - 1,4750) - (d - 0,8510)$		$V = 2,42(n - 1,4600) - (d - 0,8280)$	
$W = (d - 0,8510) - 1,11(n - 1,4750)$		$W = (d - 0,8280) - 1,11(n - 1,4600)$	
$V_{>0}$	$\%C_A = 430V + 3660/M$	$V_{>0}$	$\%C_A = 410V + 3660/M$
	$R_A = 0,44 + 0,055M \cdot V$		$R_A = 0,41 + 0,055M \cdot V$
$V_{<0}$	$\%C_A = 670V + 3660/M$	$V_{<0}$	$\%C_A = 720V + 3660/M$
	$R_A = 0,44 + 0,080M \cdot V$		$R_A = 0,41 + 0,080M \cdot V$
$W_{>0}$	$\%C_R = 820W - 35 + 10.000/M$	$W_{>0}$	$\%C_R = 775W - 35 + 11500/M$
	$R_T = 1,33 + 0,146(W - 0,0055)$		$R_T = 1,55 + 0,0146(W - 0,0055)$
$W_{<0}$	$\%C_R = 1440W - 35 + 10600/M$	$W_{<0}$	$\%C_R = 1440W - 35 + 12100/M$
	$R_T = 1,33 + 0,180M(W - 0,0055)$		$R_T = 1,55 + 0,180M(W - 0,0055)$
$\%C_N = \%C_R - \%C_A$		$R_N = R_T - R_A$	
$\%C_P = 100 - \%C_R$			

METHODE n.d. PA
n et d mesurés à 20°C
$\%C_A = 1039,4n - 470,4d - 0,315PA - 1094,3$
$\%C_N = -1573,3n + 840,15d - 0,4619PA + 1662,2$
$\%C_P = 100 - (\%C_A + \%C_N)$



## BIBLIOGRAPHIE

- (1)-"contribution à la détermination de coupes pétrolières pouvant servir de base à l'élaboration d'un détergent"  
Proposé par S.E. CHITOUR, et étudié par A. BENSAFI (1976/1977)
- (2)-"analyse par chromatographie en phase gazeuse d'une série de fractions pétrolières"  
Proposé par S.E. CHITOUR, et étudié par D. LABGAA (1977/1978)
- (3)-"contribution à l'étude des fractions pétrolières par chromatographie en phase liquide et par Infra-Rouge"  
Proposé par S.E. CHITOUR, et étudié par H. KADI (1977/1978)
- (4)-"analyse des fractions pétrolières par chromatographie en phase gazeuse par Infra-Rouge et par R.M.N."  
Proposé par S.E. CHITOUR, et étudié par MESEBOUA (1977/1978)
- (5)-"la distillation dans l'industrie du pétrole" par P. WUTHIER  
(Editions TECHNIP)
- (6)-"le pétrole: Raffinage et génie chimique" Tome I. par P. WUTHIER  
(Editions TECHNIP)
- (7)-"étude de l'efficacité de colonnes à plateaux et à garnissage"  
Proposé par JOULIA, et étudié par K.E. BOUHIDEL ET M. ZERDAOUI (1976/77)
- (8)-"analyse détaillée d'un brut par chromatographie en phase gazeuse, spectrométrie de masse et résonance magnétique nucléaire. Application aux problèmes géochimiques" par R. BOULET, N. GUICHARD-LOUDET, P. HENRION, M. POULET, N. RENAULT et J. ROUCACHE de l'IFP; A. CORNU et J. ULRICH du CENG.  
(Revue de l'Institut Français du Pétrole)
- (9)-"correlation of simulated true boiling point curves by gas liquid chromatography and 15 plate distillation data ( ASTM method D 2892-73 ) on crude oils" par N.G. Mc TAGGART, P. GLAYSHER ET A.F. HARDING .  
(ASTM special technical publication-Symposium of DALLAS 6/12/73).
- (10)"spectrometric identification of organic compounds"  
par SILVERSTEIN et BASSLER.
- (11)"mise au point d'une technique analytique permettant la mesure en ligne de la distribution des masses moléculaires d'une coupe pétrolière"  
par NEFF Bernard (ELF-BRAP).

TABLE DES MATIERES

I- Introduction - - - - - p. 1

II-1ère partie : distillation :

    1°) aspects théoriques - - - - - p. 2

    2°) expérience - - - - - p. 7

    3°) résultats - - - - - p. 9

III-2ème partie: méthodes d'évaluation de la composition  
des fractions pétrolières :

    A-9) méthodes empiriques -

        1°) facteur de caractérisation-Kuop- - - - - p. 1

        2°) masse moléculaire - - - - - p. 1

        3°) méthodes ndm et ndPA - - - - - p. 1

        4°) calculs et résultats - - - - - p. 1

    B-) méthodes d'évaluation par CPG et par IR :

        1°) par CPG - - - - - p. 2

        2°) par Infra-Rouge - - - - - p. 2

        3°) autres méthodes - - - - - p. 2

    C-) étude expérimentale :

        1°) par CPG - - - - - p. 3

        2°) par Infra-Rouge - - - - - p. 4

Conclusion-

Annexe -

Biographie -

