

UNIVERSITE D'ALGER

3/77

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

2EX

DEPARTEMENT GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE
FRACTIONS PETROLIERES
PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE
LIQUIDE ET PAR INFRA-ROUGE

Étudié par:
CHITOUR

Étudié par:
H. KADI

ANNEE 76-77

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE
FRACTIONS PETROLIERES
PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE
LIQUIDE ET PAR INFRA-ROUGE

(-1) la mémoire de mon père
à ma mère, à mon frère
à mes sœurs, à mon beau-frère
au Père J. V I A L L E T O N
- - - - -

(-1) la mémoire de mon père
à ma mère, à mon frère
à mes sœurs, à mon beau-frère
au Père J. V I A L L E T O N
- - - - -

LES REMERCIEMENTS A :

M^r YOUSFI : Maître de Conférences, Directeur de l'Institut
de Chimie à l'U.S.T.A.

(Président du Jury)

M^{lle} NEZZAL : Chargée de cours à l'E.N.P.A.

M^r RAHAL : Maître de Conférences à l'Université des
Sciences (U.S.T.A)

M^r CHITOUR : Maître de Conférences et Chef de Département
du Département Génie Chimique (E.N.P)

M^{lle} ALIA : Maître Assistante à l'E.N.P.

qui ont bien voulu examiner notre travail .

Que tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce projet trouvent ici ma profonde gratitude.

Je remercie M CHITOUR d'avoir bien voulu diriger ce travail. Mes remerciements vont également à Messieurs GUERMOUCHE et AMADEI dont les conseils m'ont été très précieux.

Janvier 1978

Ce travail a fait l'objet d'une communication avec la société

Chimique de France.

S O M M A I R E

=====

	<u>Page</u>
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I Chromatographie en phase liquide	2
I Généralités	9
II Manipulation	12
II 1. Détermination des conditions opératoires	27
II 2. Analyse des fractions	28
II 3. Identification	28
CHAPITRE II METHODE N.D.P.A	51
I, Distillation T . B . P	53
II Méthode n.d.p.a	54
II 1. Présentation de la méthode	54
II.2. Méthode de calcul et résultats	54
CHAPITRE III INFRA - ROUGE	57
I But	57
II Généralités	57
III Manipulation	58
III.1. Condition opératoire	58
III.2. Interpretation des spectres	59
III.3. Méthode de calcul des pourcentages	59
CHAPITRE IV . RECAPITULATION DES RESULTATS	772
CONCLUSION :	96

I N T R O D U C T I O N

Dans ce travail, nous nous sommes proposés d'analyser par différentes méthodes des fractions pétrolières issues du pétrole brut de Hassi-Messaoud. La coupe de pétrole que nous tentons de caractériser nous a été fournie par la raffinerie d'Alger avec l'intervalle de distillation suivant:

- Point initial = 90°C
- Point final = 209°C

Vue la complexité d'une telle coupe (le nombre de constituants y est considérable), un fractionnement s'est avéré nécessaire pour faciliter l'analyse. Le fractionnement a été réalisé à l'école polytechnique par distillation T B P dite " True Boiling Point " ou "vrai point d'ébullition".

Notre étude est basée sur trois méthodes différentes d'analyse que nous définirons en temps voulu. Ce sont :

- La chromatographie en phase liquide
- La méthode n . d . p . e
- L'infrarouge

Nous essaierons par ce faisceau de méthodes de tirer le plus de renseignements possibles sur la coupe et de voir si les résultats trouvés par une méthode concordent avec ceux de l'autre. Nous verrons, par la même occasion, si la chromatographie en phase liquide donne satisfaction pour la séparation d'hydrocarbures. On remarquera qu'au cours de l'analyse chromatographique, nous nous sommes intéressés uniquement aux aromatiques en raison de leur facilité de détection par ultra - violet .

CHAPITRE I

CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

I GENERALITES :

La chromatographie est un procédé de fractionnement comparable à la distillation, mais les échanges ont lieu entre phase mobile et fixe au lieu de se produire entre deux phases mobiles .

La chromatographie en phase liquide (C.P.L) sur colonne est la méthode chromatographique la plus ancienne. Son essor actuel est essentiellement dû à la réalisation de colonne très efficace à des vitesses d'élu-tion comparables à celles de la chromatographie en phase gazeuse .

Dans cette première partie, nous essaierons de rappeler briève-ment les principaux types de chromatographie en phase liquide et d'exposer les principales relations nécessaires à une meilleure compréhension des phénomènes en chromatographie d'élu-tion .

I -1 - COEFFICIENT DE PARTAGE DU SOLUTE :

Dans toutes méthodes chromatographique, les séparations résultent du partage des solutés à analyser entre deux phases-la phase stationnaire et la phase mobile- la distribution du soluté est caractérisée par une constante d'é-quilibre K donnée par la relation suivante :

$$K = \frac{X_s}{X_m}$$

X_s = concentration du soluté dans la phase stationnaire

X_m = " " " " la phase mobile

Ce coefficient appelé " coefficient de partage " traduit l'affinité du soluté pour la phase stationnaire utilisée .

... / ...

I - 2 - TYPES DE CHROMATOGRAPHIE :

Quatre mécanismes différents peuvent expliquer les phénomènes de distributions, donc de rétention on a :

- Adsorption des solutés sur une phase stationnaire adsorbante
- "Dissolution" des solutés dans une phase stationnaire "liquide"
- Fixation des solutés sur des sites ioniques de la phase stationnaire
- Filtration (perméation) des solutés selon leur grosseur sur une phase stationnaire poreuse .

A partir de ces mécanismes, on définit les types de chromatographie liquide .

* CHROMATOGRAPHIE D'ADSORPTION LIQUIDE/SOLIDE

La séparation liquide / solide est obtenue par un liquide en phase mobile et une phase stationnaire solide qui adsorbe réversiblement les solutés .

Dans ce cas, l'adsorption sur la phase stationnaire résulte le plus souvent d'interactions dipolaires — dipolaires entre les groupements fonctionnels des substances chromatographiées et les sites actifs de l'adsorbant .

Cette technique est utilisée quand les composés à séparer sont des isomères de position ou de polarités différentes. Elle s'applique mal à la séparation des solutés peu polaires.

* CHROMATOGRAPHIE DE PARTAGE LIQUIDE-LIQUIDE

Dans ce type de chromatographie, le partage des solutés est basé sur la différence de solubilité entre la phase mobile et la phase stationnaire constituée sur un support solide recouvert d'une liquide non miscible avec le solvant de la phase mobile .

... / ...

Ici, on distingue la chromatographie de partage en "phase normale" et la chromatographie de partage en "phase inversée". Cette distinction repose sur la différence de polarité entre les deux phases.

Le premier cas est le plus utilisé. La phase stationnaire est polaire, la phase mobile est non ou très peu polaire.

En chromatographie en phase inversée, la phase stationnaire est non polaire et la phase mobile est polaire.

Cette technique est utilisée pour la séparation de substances appartenant à une même famille homologue et également d'une manière générale à des substances hydrophiles.

* CHROMATOGRAPHIE D'ECHANGE D'IONS -

La séparation par échange d'ions se fait entre un liquide en phase mobile (généralement de l'eau ou de l'alcool) et une phase stationnaire qui doit contenir des ions échangeables.

Cette technique s'applique surtout pour la séparation des sels de produits organiques.

* CHROMATOGRAPHIE PAR PERMEATION SUR GEL

Cette méthode permet la séparation des molécules du soluté d'après leur taille qui conditionnera leur pénétration dans les pores du support.

Ainsi les solutés de masse moléculaire élevée seront élués en premier alors que ceux dont les masses moléculaire sont plus faibles séjourneront plus longtemps dans la colonne.

Cette technique est surtout utilisée pour l'analyse d'échantillons contenant des polymères.

REMARQUE : Ces quatre types de chromatographie sont les plus fréquemment rencontrés mais il n'est pas possible de dire qu'une séparation repose uniquement sur l'un de ces mécanismes (adsorption, partage, ...) car dans la majorité des cas au moins deux d'entre eux interviennent simultanément.

I - 3 - BUT

Nous utilisons la chromatographie en phase liquide pour détecter le nombre d'aromatiques présents dans chaque fraction, en essayant toutefois de les identifier avec les constituants purs dont nous disposons .

I - 4 - PERFORMANCE

L'appareil utilisé est un " WATERS ASSOCIATES ". Il comprend une colonne, deux pompes, un injecteur, deux détecteurs (ultraviolet et réfractive index) reliés à un enregistreur .

L'échantillon à analyser est injecté à l'aide d'une seringue puis il est entraîné par le solvant aspiré par la pompe à travers la colonne .

Au cours d'une manipulation, on peut jouer sur plusieurs paramètres pour déterminer les meilleures conditions de travail, les principales variantes sont:

- La colonne
- le solvant
- la concentration du solvant
- le débit
- la quantité injectée
- la sensibilité ou l'atténuation suivant le type d'enregistrement avec lequel on travaille -

Le débit de solvant peut varier de 0,1 à 9,9 ml/mn, la pression peut aller jusqu'à 3000 Psi. Il faut néanmoins éviter de travailler avec un débit élevé. De telles conditions engendrent une augmentation de la pression qui, à son tour, peut avoir des répercussions sur la sélectivité de la colonne .

... / ...

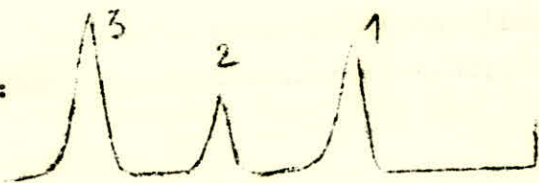
I - 5 METHODE DE TRAVAIL:

Dans un premier temps, nous nous proposons d'injecter les fractions une à une pour essayer de déterminer le nombre de constituants qu'elles peuvent contenir .

L'identification de ces constituants est très délicate . Dans un premier temps, un recensement de tous les hydrocarbures susceptibles d'appartenir à une fraction donnée doit être fait . Par la suite on procède à l'injection des étalons purs et à la comparaison de leurs temps de rétention avec ceux des pics de la fraction à laquelle théoriquement ils appartiennent . Un temps de rétention identique, dans les mêmes conditions opératoires, prouve l'existence d'un tel constituant .

Une seconde identification peut être faite en ajoutant à la fraction l'hydrocarbure soupçonné. Si l'étalon figure dans la coupe, on remarque que les spectres de la fraction et du mélange fraction-étalon présentent les mêmes pics, avec des temps de rétention identiques. Ces pics gardent les mêmes hauteurs dans les deux chromatogrammes. Seule croît la hauteur du pic correspondant à l'étalon dans le spectre mélange fraction - étalon .

Spectre de la fraction :



Spectre du mélange :



Les pics (1 et 1'), (2 et 2'), (3 et 3') ont les mêmes temps de rétention . La hauteur du pic 2' est supérieure à celle de 2 . Ceci est dû à l'augmentation de concentration apportée par l'étalon .

I.6 THEORIE DES PLATEAUX

Comme en distillation, on peut dire que la colonne en chromatographie contient un nombre important de plateaux sur lesquels la phase mobile échange avec la phase stationnaire les produits à séparer .

Les pics ont en général une forme très proche d'une courbe de gauss d'écart type σ . L'efficacité d'une colonne est mesurée par le nombre de plateaux théoriques .

$$n = \left(\frac{t_r}{\sigma} \right)^2 = 16 \frac{(t_r)^2}{W} = 5,54 \frac{(t_r)^2}{\Delta t_r}$$

- W : largeur du pic à la base entre les tangentes à la courbe
- t_r : temps de retention
- Δt_r : largeur du pic à mi-hauteur
- σ : demi-largeur du pic entre les points d'intersection de celui-ci avec les tangentes d'inflexion

En général $W = 4\sigma$ (voir figure 1)

Si L est la longueur de la colonne, on définit la hauteur équivalente à un plateau théorique .

$$H E P T = \frac{L}{n}$$

Cette grandeur permet la comparaison de colonnes de différentes longueurs et elle constitue le meilleur indice de l'efficacité de la colonne .

I.7 FACTEURS DE RESOLUTION

Pour apprecier les performances d'une colonne, on introduit le concept de resolution qui represente l'aptitude d'une colonne à separer deux solutés determinés. Le facteur de resolution R_s est donné par la relation suivante :

$$R_s = \frac{2(t_{rB} - t_{rA})}{W_A + W_B} \quad (\text{ Voir Figure 3)}$$

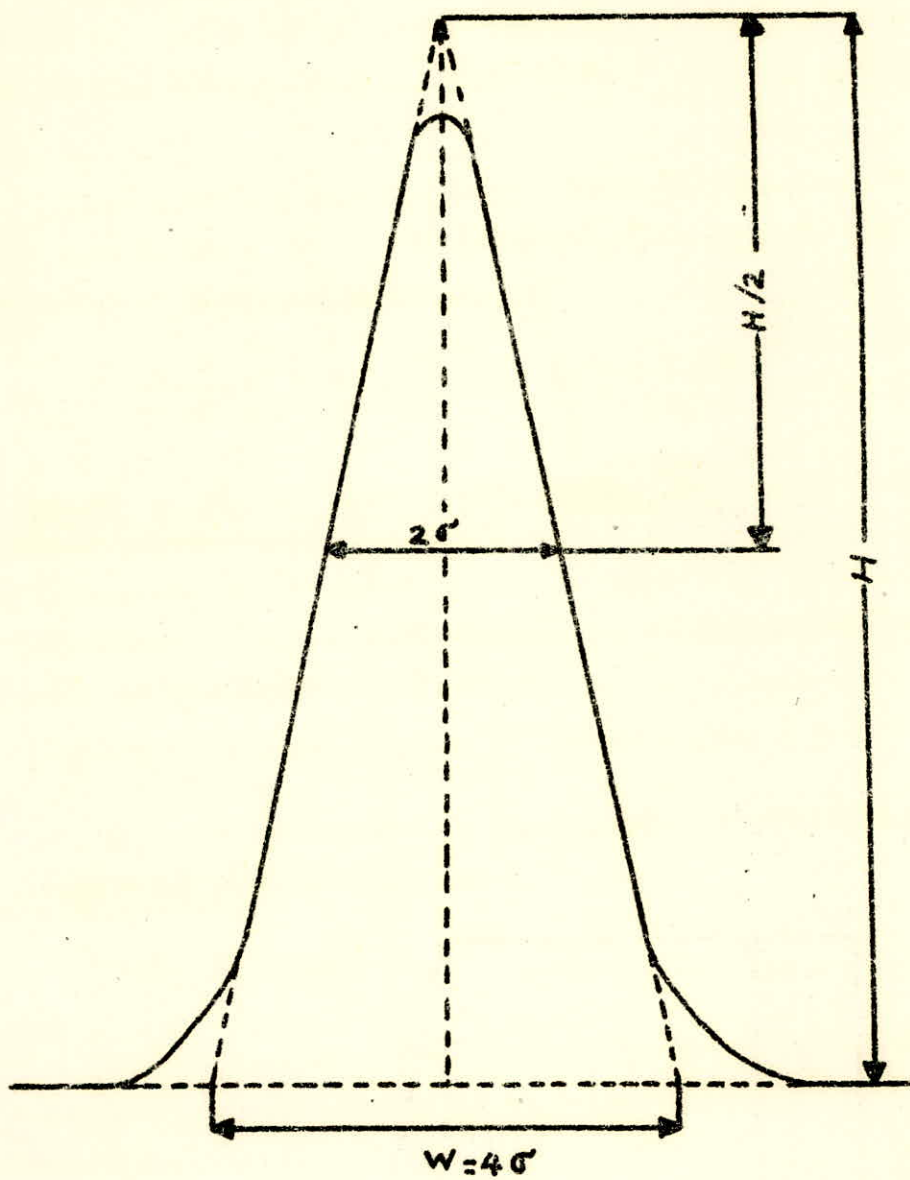


figure 1

Pour deux solutés incomplètement séparés, il est très difficile d'avoir W et Δt_R . On ne peut pas donc connaître avec précision le degré de résolution. Pour mesurer de très faibles séparations, on utilise le facteur de chitour (fig. 2)

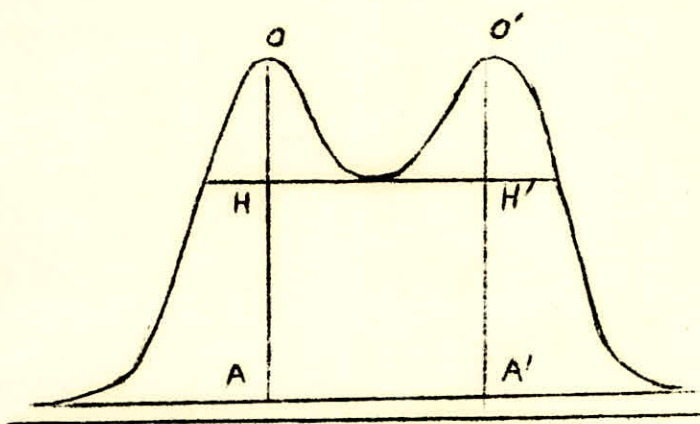


fig 2

$$R_C = \frac{OH + O'H'}{OA + O'A'}$$

$$0 \leq R_C \leq 1$$

II. MANIPULATION

sont

La coupe de pétrole dont issues nos fractions par T.B.P, a un intervalle de distillation compris entre 90°C et 209°C . Le point initial de cette coupe correspond au point d'ébullition du 2-Méthylhexane, son point final au 4- Méthylindène.

Cette coupe pétrolière fournie à l'école par la raffinerie d'Alger est issue du pétrole brut de Hassi - Messaoud. Les caractéristiques initiales principales c'est-à-dire son indice de réfraction sa densité, son pourcentage en aromatiques et autres ... ne sont pas à notre disposition : La coupe avec laquelle nous travaillons a été fractionnée lors d'une précédente étude .

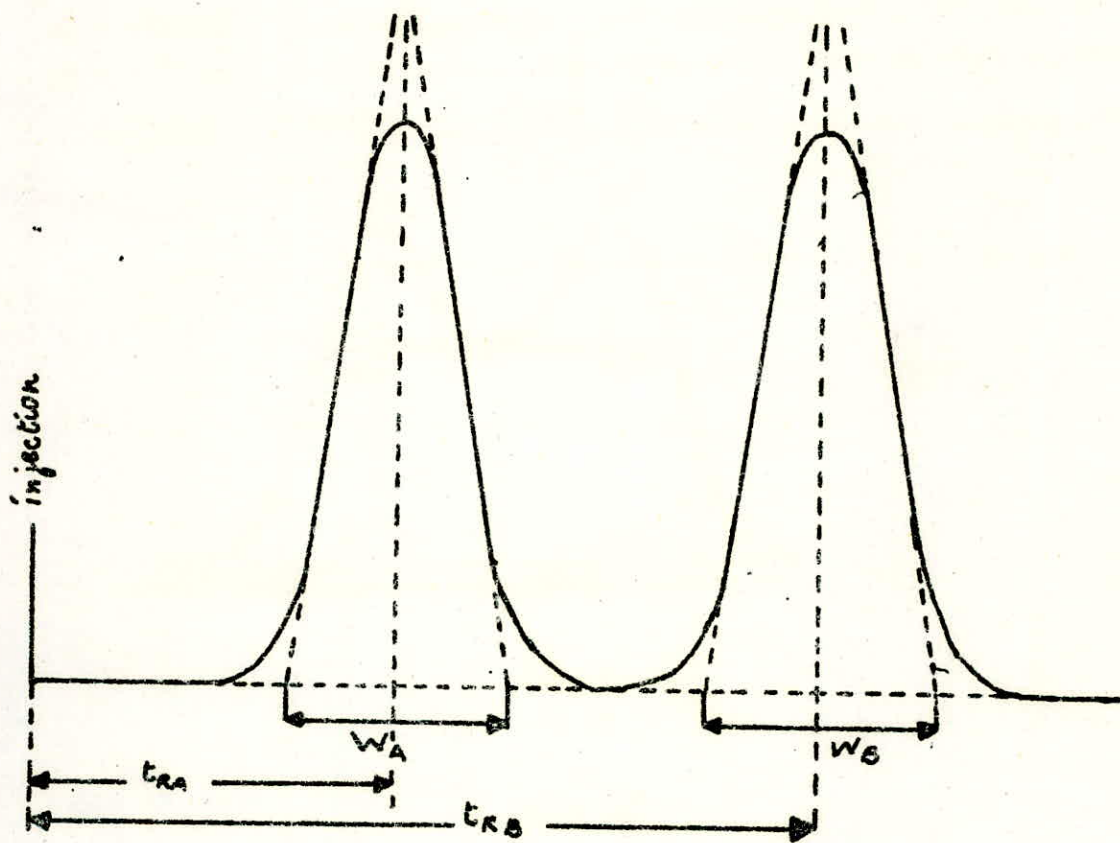


figure 3

Résultats de la distillation de la coupe pétrolière

PI = 90°C

PF = 209°C

N° de la fraction	Pt final	N° de la fraction	Point final
01	99	13	175
02	103,5	14	178
03	115	15	182
04	123,5	16	184,5
05	131	17	188
06	137	18	191
07	145,5	19	197,5
08	151	20	200,5
09	157,5	21	202
10	164,5	22	205
11	169	23	209
12	172	--	--

T A B L E A U N° 1
= = = = = = = = = =

II. 1 DETERMINATION DES CONDITIONS OPERATOIRES OPTIMALES

Avant de commencer à injecter les fractions pétrolières, nous avons essayé de déterminer les meilleures conditions de travail. Cette optimisation est fonction des paramètres suivants :

- La colonne
- Le solvant
- Le débit de solvant
- La quantité injectée
- La sensibilité .
- La concentration du solvant

II . 1 . 1) LA COLONNE .

La colonne que nous allons utiliser est une colonne en micro bondapak C 18. Ce choix est dû à plusieurs références (dont une de WATERS) qui ont cité une telle colonne pour la séparation d'aromatiques .

La micro bondapak C 18 est une phase liée, constituée de micro particules, conçue pour les séparations analytiques difficiles. Cette phase combine une grande efficacité (séparation bien résolues et rapidement) et une grande capacité. Les colonnes preremplies en micro bondapak C 18 sont garanties pour un nombre minimum de 9000 plateaux au mètre .

Taille des particules : 10 microns
Dimension des colonnes: 40 mm DI X 30 cm.
n° de la référence : 27324 .

Cette colonne^{est} apolaire. Elle doit donc être utilisée avec un solvant polaire . On^{est} donc obligé de travailler en phase inverse .

... / ...

II. 1.2) LE SOLVANT

Nous utiliserons comme solvant le mélange acétonitrile-eau cité par une référence de " WATERS " .

II. 1.3) QUANTITE INJECTEE ET SENSIBILITE

La quantité injectée et la sensibilité sont étroitement liées . Toutes les deux ont un effet sur la grandeur du pic. Ces deux paramètres ne pas être fixés de façon arbitraire car ils dépendent de la concentration de la fraction injectée .

Pendant la détermination des conditions opératoires optimales , la quantité injectée est de (5 microlitre) et la sensibilité est égale à 1 pour des raisons de commodité .

II. 1.4) CONCENTRATION ET DEBIT DU SOLVANT .

Pour déterminer la concentration et le débit du solvant, nous nous proposons de travailler avec différentes concentrations, et, pour chaque concentration, on fait varier le débit. La meilleure résolution donne les meilleures conditions opératoires. Les concentrations acétonitrile-eau utilisées sont de 40/60 , 50/50 et de 60/40 . Pour chaque concentration, on fait varier le débit de 2 à 6 ml / mn .

II. 1 5) FRACTION DE TRAVAIL

Comment choisir la fraction avec laquelle il faut travailler. En faisant les hypothèses ci-dessous, notre choix s'est fixé sur la fraction n° 7 (P.I = 137°C, P.F = 145,5°C)

1) Cette fraction est située à peu près au milieu de la coupe initiale: elle doit avoir les propriétés moyennes de cette dernière .

2) Les aromatiques qu'elle contient théoriquement sont à notre disposition. Ce sont les 3 xylènes et le styrène, on pourra donc faire une coupe simulée .

N.B: La vitesse de déroulement du papier n'a pas d'influence . Elle est de 1 cm / mn .

.../...

II. 1;6 - RESULTATS

Les résultats de cette optimisation sont, consignés dans les tableaux (2), (3) et (4). A partir de ces tableaux, nous avons tracé les graphes suivants :

- TEMPS DE RETENTION - DEBIT

La courbe $t_R = f(Q)$ est une fonction décroissante pour chaque concentration en solvant. Les trois temps de rétention différents correspondent aux pics décelés dans la coupe utilisée .

t_R : Temps de rétention

Q : Débit

Voir figure (4) , (5) et (6)

- RESOLUTION - DEBIT

La résolution est une fonction décroissante du débit. Dans les graphes tracés, nous avons utilisé le facteur de séparation R_s de CHITOUR .

Donc, pour avoir une bonne résolution, il faut travailler avec un faible débit .

Voir Figure (7) , (8) et (9)

- PRESSION - DEBIT

La pression est une fonction linéaire croissante du débit . Comme une forte pression est néfaste pour la colonne, il faut éviter d'utiliser de forts débits . Voir Figure (10)

- COURBE DE VAN DEEMER

L'efficacité d'une colonne est mesurée par le nombre de plateaux théoriques $n = 5,54 \left(\frac{t_R}{\Delta t_R} \right)^2$

Δt_R : Largeur du pic à mi-hauteur, la hauteur équivalente à un plateau théorique est donné par la relation :

$$HEPT = \frac{L}{N}$$

L : Longueur de la colonne .

ACETONITRILE - EAU (40/60)

débit(ml/mn)	t_R (sec)	R_C	R_S	Pression(Psi)
2	1) 1128 2) 1017 3) 696	0,85 1	1,14 4,46	1250
3	1) 732 2) 657 3) 438	0,75 1	1,02 4,17	2000
4	1) 552 2) 501 3) 336	0,72 1	* 3,44	2750
5	1) 444 2) 399 3) 267	0,64 1	* 3,67	3500
6	1) 336 2) 330 3) 222	0,65 1	* 3,6	4250

TABLEAU N°2
=====

* Difficile à déterminer -

ACETONITRILE - EAU (50 / 50)

débit (ml/min)	t _r (sec)	R _c	R _s	Pression(Psi)
2	585	0,82	1,1	1250
	534		1,21	
	399	1	4,10	
3	375	0,69	-	2000
	348		1	
	261			
4	279	0,69	-	2750
	258		1	
	195			
5	219	0,65	-	3500
	204		1	
	137			
6	177	0,60	-	4250
	165		1	
	126			

TABLEAU N° 3

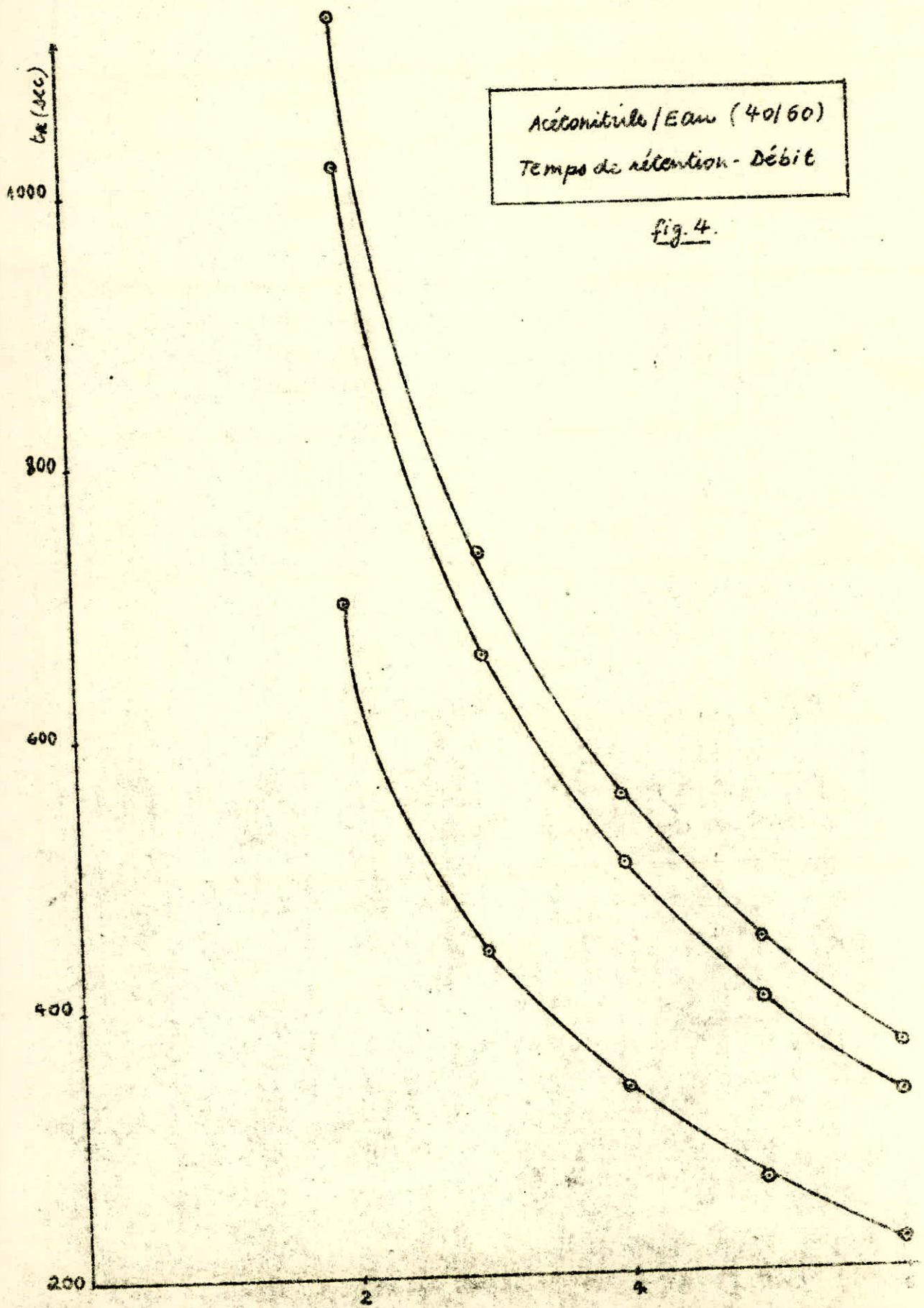
=====

ACETONITRILE - EAU (60-40)

debit(ml/mn)	t _R (sec)	R _C	R _S	Pression(Psi)
2	294	0,49 1	- 1,68	1250
	279			
	231			
3	196	0,45 1	- 2	2000
	186			
	153			
4	147	0,36 1	- 2,29	2750
	141			
	117			
5	114	0,34 0,97	- 2	3500
	108			
	90			
6	96	0 0,98	0	4250
	96			
	75			

TABLEAU N° 4

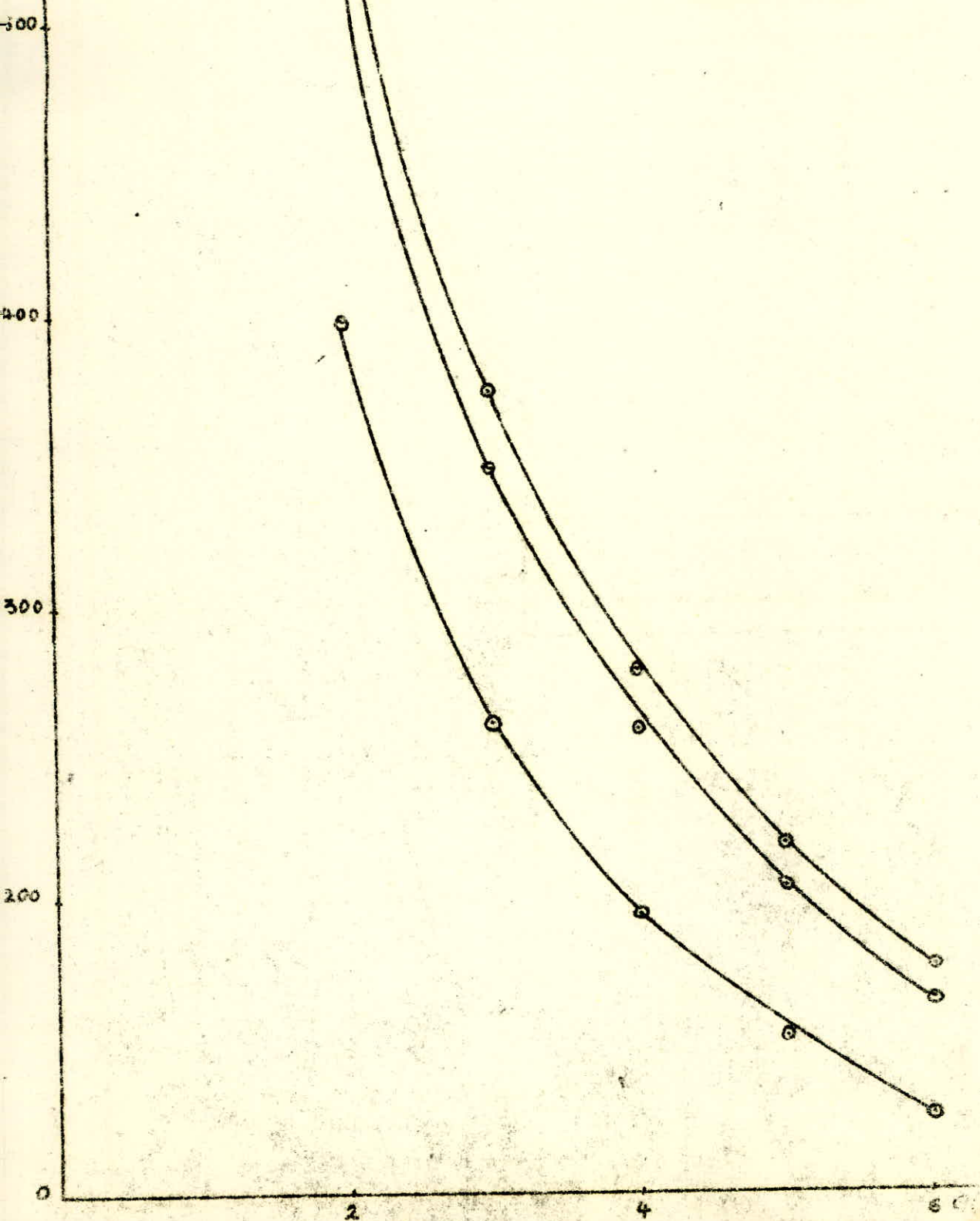
=====

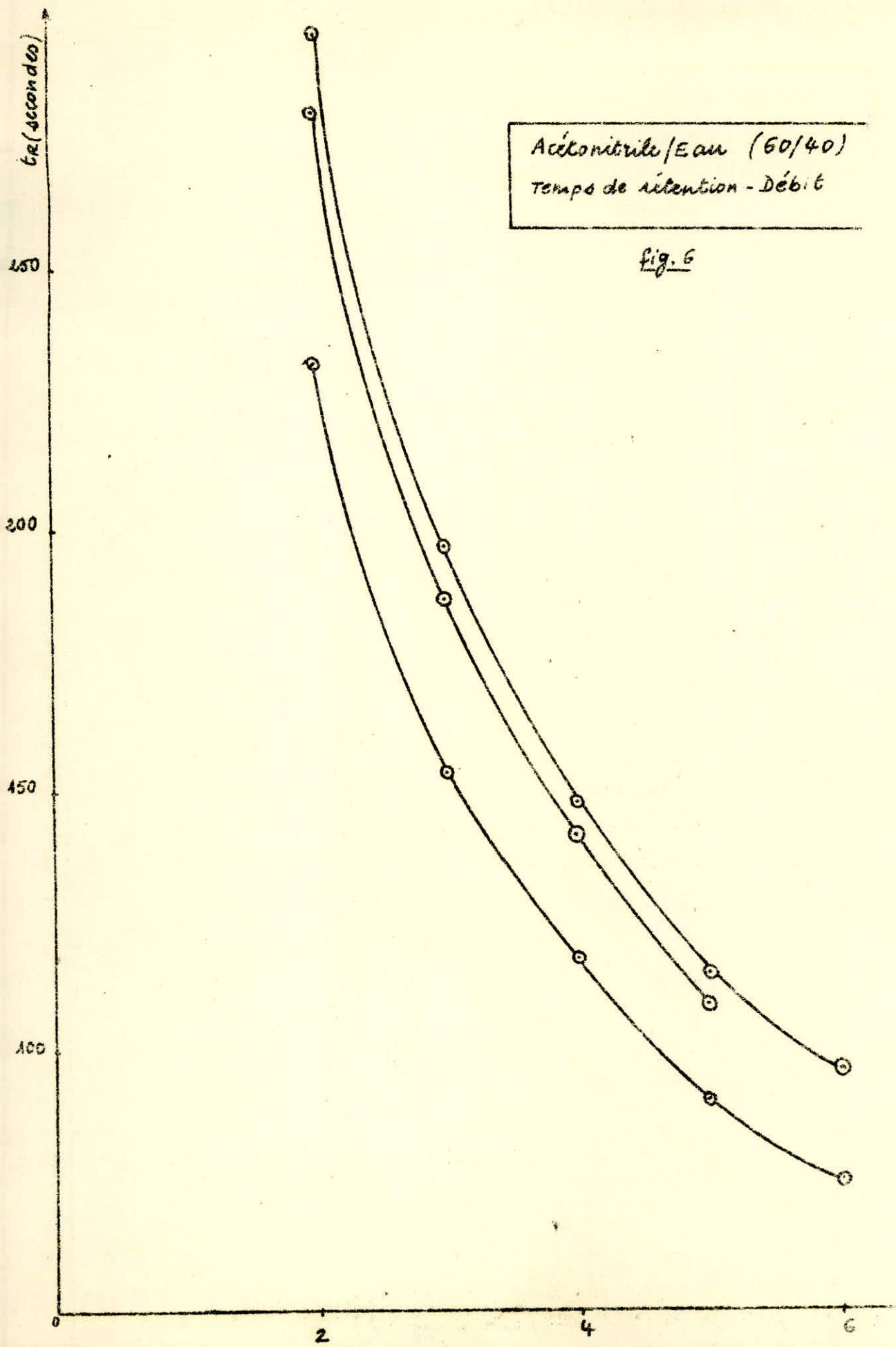


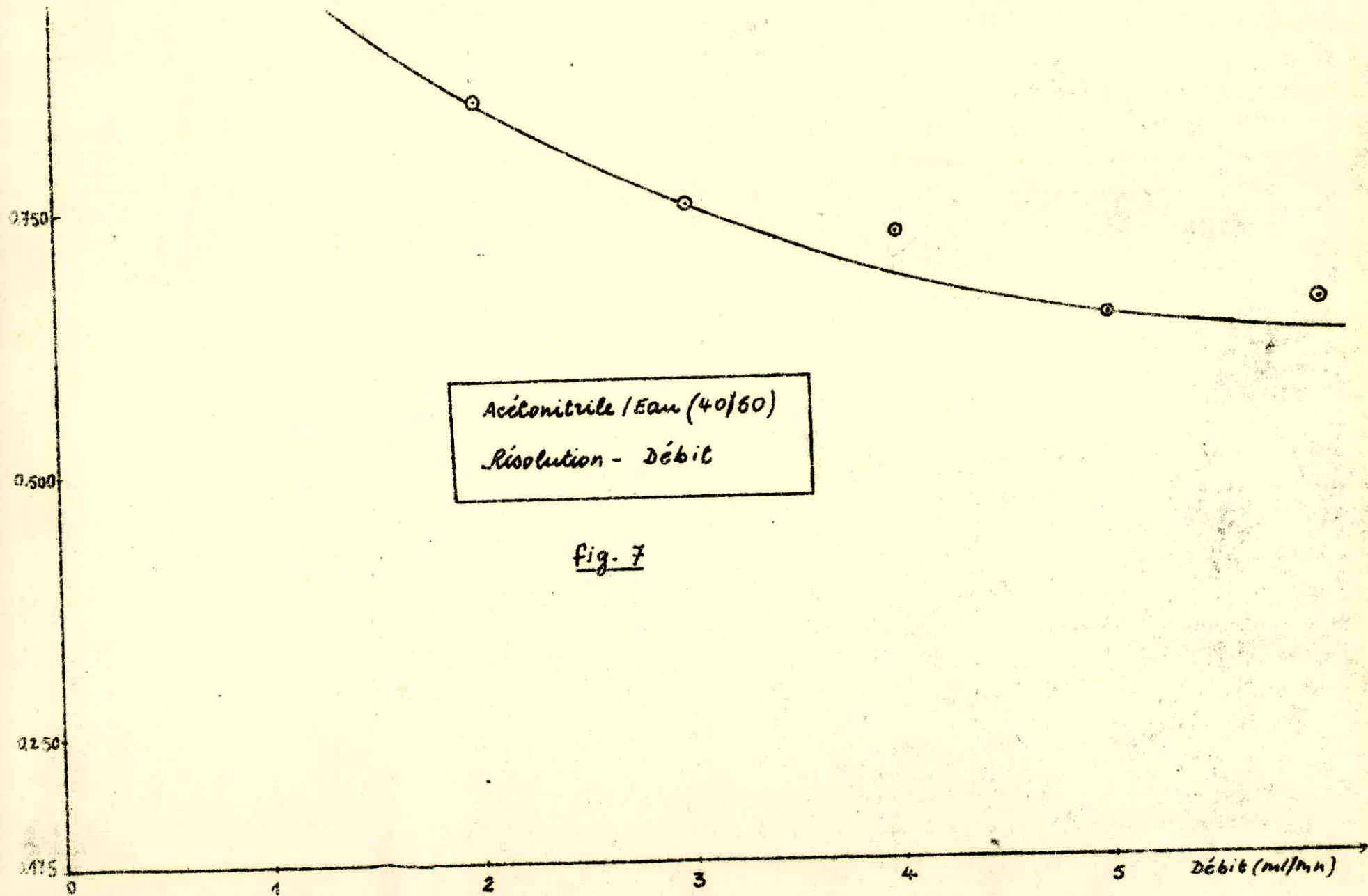
Ca (secondes)

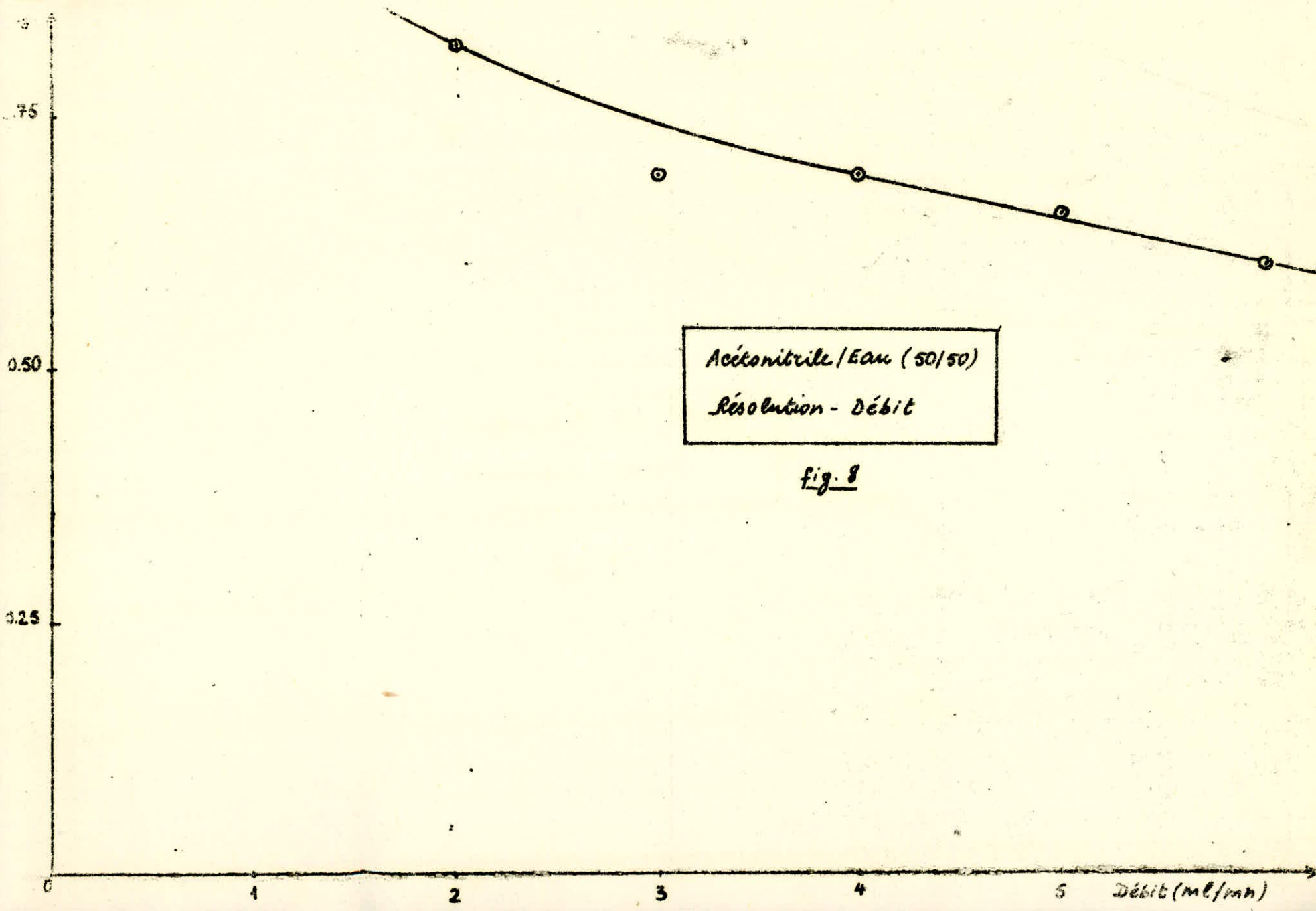
Acétonitrile/Eau (50/50)
Temps de rétention - Débit

Fig 5







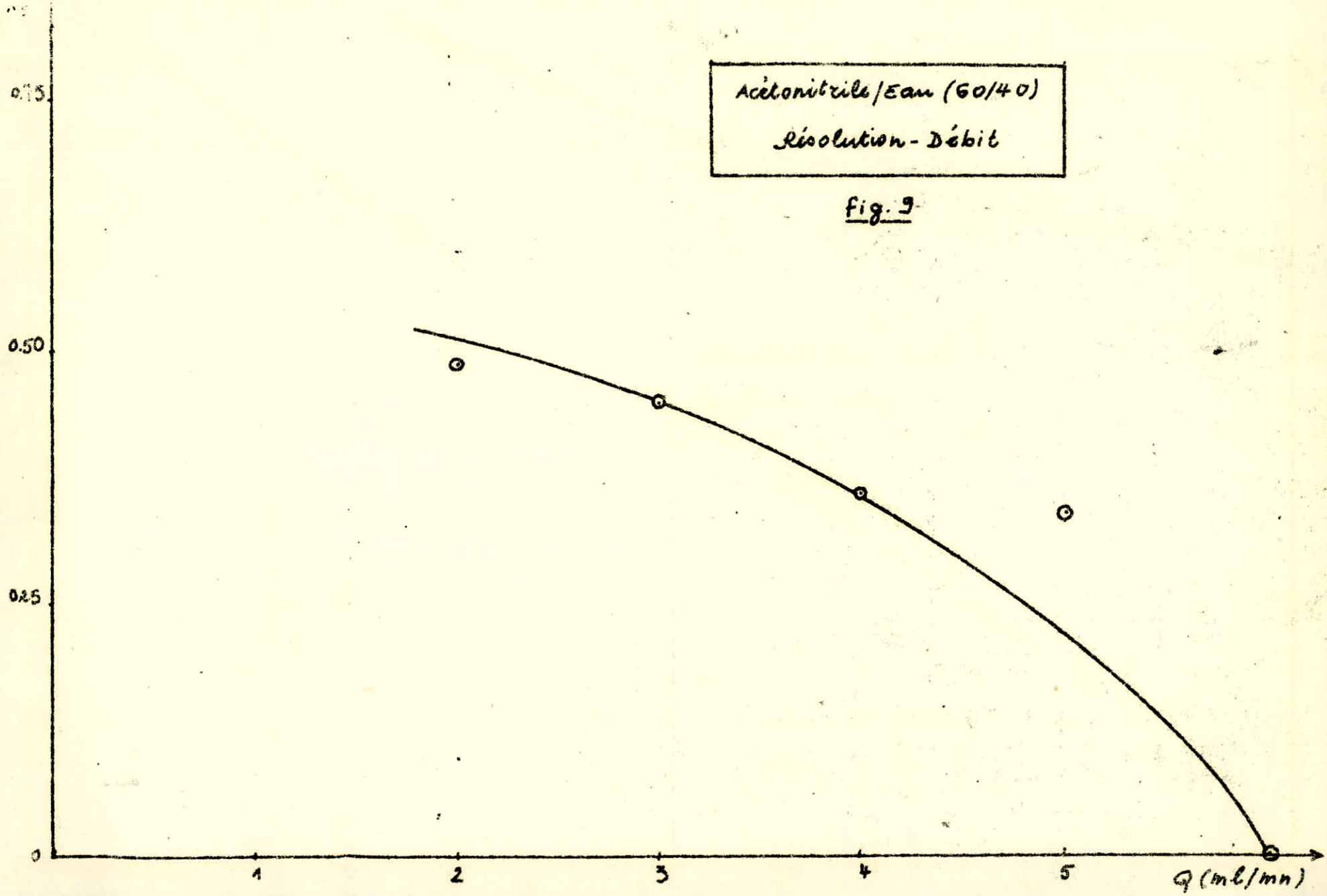


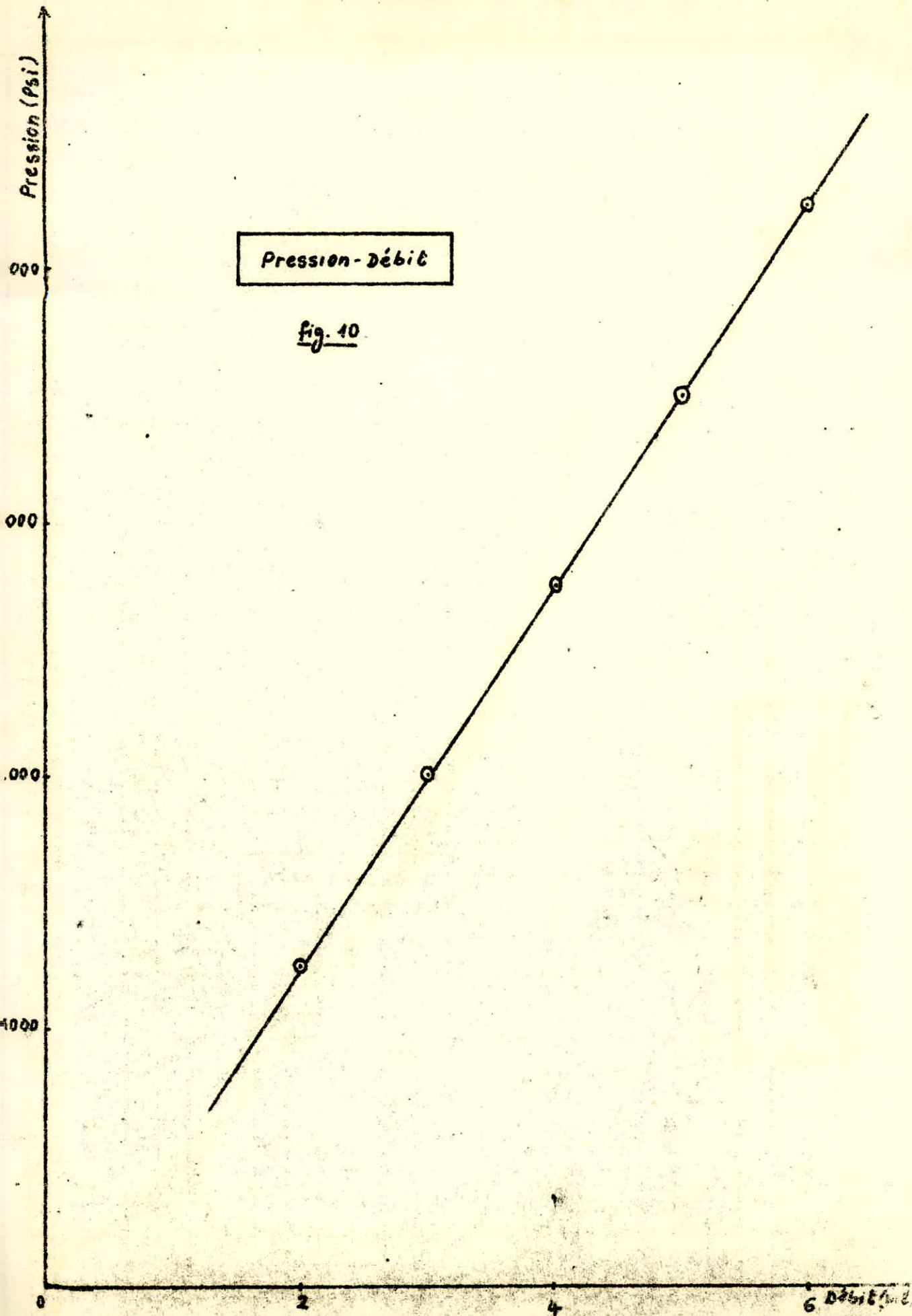
Acétonitrile / Eau (50/50)
Résolution - Débit

fig. 8

Acétonitrile/Eau (60/40)
Résolution - Débit

Fig. 9



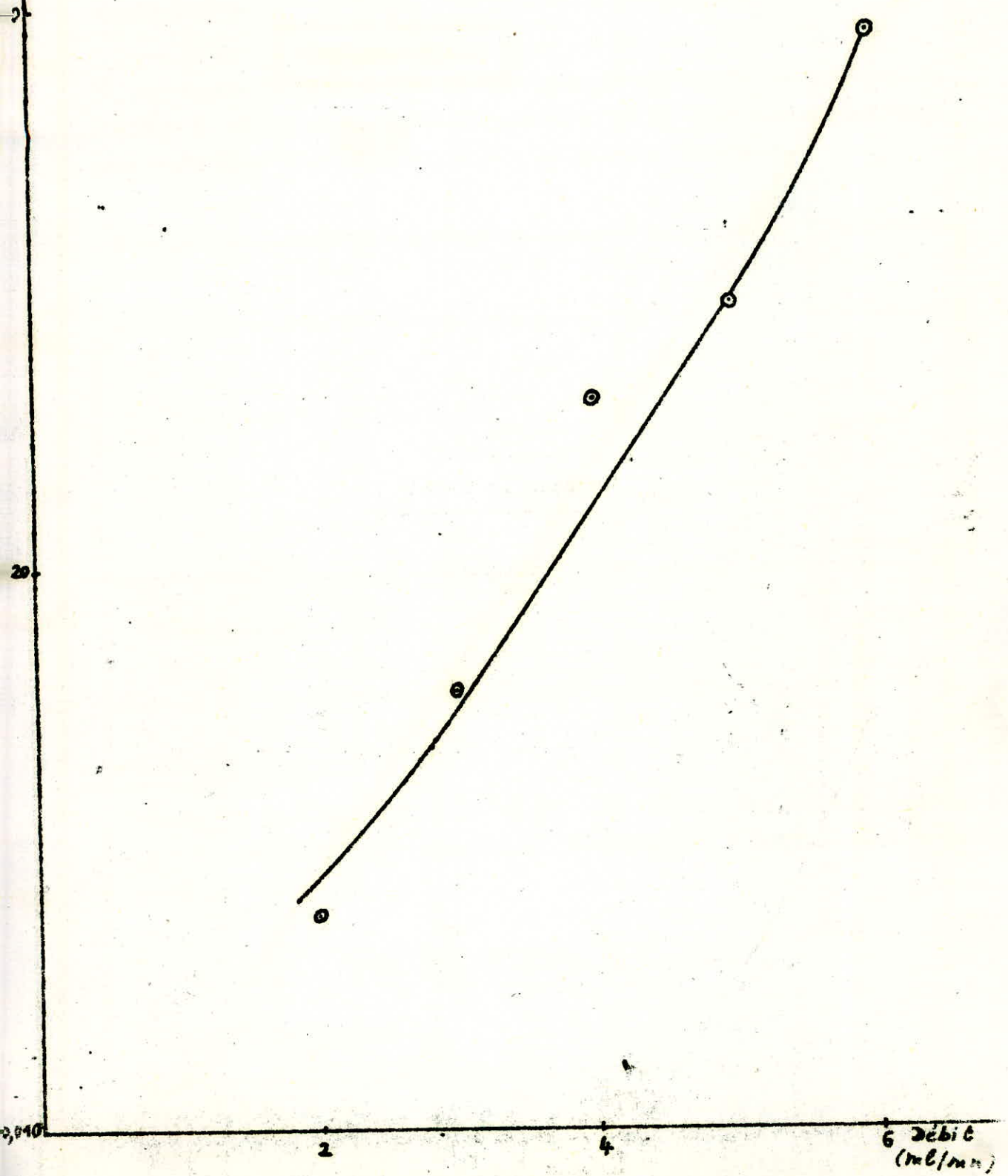


Pression-Débit

fig. 40

$$H.E.P.T = f(\text{Débit})$$

Fig 1.1.



La théorie des plateaux ne tient pas compte des phénomènes dynamiques qui régissent les échanges entre les phases stationnaire et mobile. La théorie de Van Deemter est une théorie cinétique de la propagation .

Plus la HEPT est faible, plus la colonne est efficace .

Pour tracer la courbe de Van Deemter pour les différents débits, il faut calculer la HEPT . Le graphe n° 11 représente la HEPT du pic le plus haut de la fraction n° 7 dans les conditions opératoires optimales .

débit	t_r (cm)	t_r (cm)	n	HEPT
2	18,8	0,95	2170	0,0138
3	12,2	0,70	1683	0,0178
4	9,2	0,60	1303	0,0230
5	7,4	0,50	1214	0,0247
6	6,1	0,40	1018	0,0295

T A B L E A U N° 5

La courbe HEPT = f(débit) est donnée par la figure 11 . Sur le graphe, le minimum en HEPT ne figure pas. Il correspond à un débit inférieur à 2 ml/mn .

C O N C L U S I O N :

D'après les tableaux de (2) , (3) et (4) , on remarque que la meilleure résolution est obtenue pour une concentration de (40/60) en acétonitrile-eau et pour un débit de 2 ml/mn .

C O N D I T I O N S O P T I M A L E S D E T R A V A I L

Colonne : Micro Bondapak C₁₈

Solvant : Acétonitrile-eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Détecteur : UV 254 mm

REMARQUE

Avant de passer à l'analyse chromatographique proprement dite, il est important de signaler qu'une pression élevée est néfaste pour la sélectivité de la colonne.

Quand la pression est suffisamment grande (quand la pression limite est atteinte), il n'est plus possible d'utiliser la colonne car la pompe se désarmorce.

Comme la pression est une fonction du débit, on a pensé que cette anomalie est uniquement due aux forts débits avec lesquels on a travaillé lors de la détermination des conditions opératoires optimales.

Le phénomène le plus vraisemblable qui a dû se produire, c'est un phénomène de tassement à l'intérieur de la colonne, qui serait responsable de cette augmentation de pression. Expérimentalement, nous ne devons pas dépasser un certain débit (trois à quatre millilitres par minute), si nous voulons éviter la détérioration irréversible de la colonne.

III ANALYSE DES FRACTIONS

Bien que nous ayons fixé tous les paramètres, l'analyse des fractions n'est pas faite à pression constante mais à débit constant

.../...

Cette analyse devait non seulement nous permettre de connaître le nombre d'aromatiques présents dans la fraction, mais de voir aussi si certains constituants se retrouvent dans des fractions différentes ; Nous constatons, par exemple, en comparant les temps de rétention t_R , que les fractions 7,8 et 9 ont deux hydrocarbures en commun. Ce raisonnement n'est valable que sous une pression constante, ou un débit constant .

Le pourcentage en poids de chaque aromatique est déterminé par la méthode des aires; nous ne pouvons pas considérer la hauteur car les pics ne sont pas fins. L'aire peut être évaluée par :

- L'intégrateur
- Le planimètre
- La méthode des triangles .

Nous avons utilisé la méthode des triangles .

Ces pourcentages sont déterminés en considérant que l'ensemble des aromatiques fait cent pour cent .

Les tableaux : 5 - 6 - 7 - 8 - 9 - 10 - 11 - 12 et 13 . donnent les temps de rétention, les pourcentages et les facteurs de séparation des pics pour chaque fraction .

A titre d'indication, nous donnons les spectres de certaines fractions avec les hydrocarbures susceptibles d'y exister. Nous remarquons que si on ne s'intéresse qu'aux aromatiques, il existe beaucoup d'hydrocarbures potentiels .

IV . IDENTIFICATION :

Les seuls constituants reconnus sont le benzène, le toluène et le paraxylène. Ils sont donnés par le tableau suivant :

... / ...

N° de la fraction	H.C Reconnus
1	Benzène-Toluène
2	Benzène-Toluène
3	Toluène
7	Paraxylène
8	Paraxylène
9	Paraxylène

Par ailleurs, nous avons pu constater que certains aromatiques ne figure^{nt} pas dans notre coupe. Ce sont les étalons injectés suivants :

- le phénylacétylène
- l'Étylbenzène
- Le styrene
- Le cumène
- Le n-propylbenzène
- Le mésitylène

REMARQUE :

Les conditions opératoires que nous avons déterminées ne sont valable que pour les quinze premières fractions. Pour les autres, un changement de la concentration de solvant s'impose pour avoir une meilleur résolution et un temps de rétention moins lent.

Un mélange acétonitrile-eau (60/40) donne une résolution et un temps de rétention appréciable . Le débit est toujours de 2 ml/mn.

N.B: Les figures (12)à (21) donnent quelques exemples de spectres enregistrés .

P = 1500 Psi Débit = 2 ml/mn

n° de la fraction	tr (sec)	%	Rs	Rc
7	675	2,5		
	1008	28,3	3,96	1
	1128	69,2	1,03	0,78
8	1008	32		
	1128	68	1,18	0,80
9	1008	14,4		
	1128	31,6	1,14	0,72
	1422	1;7	*	1
	1476	10	*	0,60
	1554	31,1	*	0,34
	1614	11,2	*	0,21

T A B L E A U N° 5

* L'EVALUATION DE Rs EST TRES DIFFICILE

Débit = 2 ml/ mn

P = 1750 Psi

N° de la fraction	t_F (sec)	%	R_S	R_C
10	996	7,2	2,26	0,84
	1098	12,1		
	1506	2,4	*	1
	1596	4,9	*	0,69
	1686	32,4	*	0,66
	1830	31,5	*	0,49
	1896	9,5	*	0,37
11	996	3,2	*	0,62
	1098	6,6	*	0,29
	1506	7,4	*	0,70
	1596	2,4	*	0,28
	1686	45	*	0,16
	1830	35,4		
12	996	2,8	1,06	1
	1098	2,5	3,4	1
	1506	18,1	1,18	0,80
	1686	53,1	* *	0,49
	1830	23,5		

T A B L E A U N° 6

Débit = 2 ml / mn

P = 1900 Psi

N° de la fraction	t _R (sec)	%	R _S	R _C
13	1524	17,7	1,19	0,79
	1716	46,2		*
	1842	15,4	*	1
	2880	12,4	*	0,78
	3210	8,3		
14	1560	22	1,19	0,80
	1752	40,5		*
	1902	11	*	1
	2970	20,3	*	0,78
	3390	6,2		
15	1620	15,1	1,14	0,80
	1818	23,5		*
	1962	6	*	1
	3120	34,6	*	0,65
	3540	20,8		

T A B L E A U N° 7

Débit = 2 ml / mn

P = 1900 Psi

N° de la fraction	t _r (sec)	%	R _s	R _c
4	684	97	6	1
	1122	3		
5	684	58,8	5,30	1
	1008	1,7		
	1122	39,5		
6	684	7	4,1	1
	1008	9		
	1122	84		

TABLEAU N° 8

P = 2750 Psi

N° de la fraction	t _r (sec)	%	R _s	R _c
1	450	69,3	6,13	1
	726	30,7		
2	450	9,4	6,13	1
	726	90,6		
3	726	100		

TABLEAU N° 9

ACETONITRILE / EAU (60 / 40)

DEBIT = 2ml / mm

P = 3500 Psi .

N° de la fraction	t _r (sec)	%	R _s	R _c
16	396	6,5		
	420	10,4	*	0,39
	468	3,7	*	0,40
	486	4,4	*	0,09
	498	3,7	*	0,02
	546	31,7	*	0,65
	582	39,6	*	0,21
17	318	0,6		
	390	4,6	2,4	1
	414	9,4	*	0,57
	456	2,5	*	0,59
	498	8,0	*	0,27
	546	33,4	*	0,77
	582	28,6	*	0,45
	678	3,0	*	0,61
	720	4,0	*	0,2
	750	2,2	*	0,13
	780	3,7	*	0,06

T A B L E A U N° 10

ACETONITRILE - EAU (60/40)

DEBIT = 2ml / mm

P = 3500 Psi

N° de la fraction	t _r (sec)	%	R _s	R _c	
18	318	1,6	2,67	1	
	390	3,5		*	0,61
	414	5,8		*	0,70
	462	3,3		*	0,43
	504	7,6		*	0,78
	546	36,8		*	0,56
	588	21,4		*	0,60
	684	4,1		*	0,24
	726	5,4		*	0,11
	750	4,0		*	0,08
	792	6,5		*	
	19	318		4,7	2,89
396		2,0	*	0,5	
420		2,6	*	0,70	
468		2,5	*	0,55	
510		7,4	*	0,76	
552		35,2	*	0,54	
600		21,7	*	0,45	
690		4,5	*	0,17	
732		5,5	*	0,05	
762		4,8	*	0,05	
804		9,1	*		

ACETONITRILE-EAU (60/40)

DEBIT = 2 ml / mm

P = 3500 Psi

N° de la fraction	t _r (sec)	%	R _s	R _c
20	324	18	2,89	0,96
	402	1,2	*	0,61
	426	1,1	*	0,89
	474	2,1	*	0,68
	510	9	*	0,77
	558	21,4	*	0,61
	606	20,4	*	0,48
	696	6	*	0,16
	744	5,7	*	0,06
	780	7	*	0,10
	816	8,1		
21	336	24	2,46	0,88
	414	0,7	*	0,5
	438	0,5	*	0,86
	486	3,7	*	0,70
	528	12	*	0,66
	564	28,8	*	0,85
	708	5,8	*	0,08
	750	4,2	*	0,15
	792	11,7	*	0,15
	828	5,3	*	0,11
	858	5,5		

ACETONITRILE -EAU (60/40)

DEBIT = 2 ml / mm

P = 3500 Psi

N° de la fraction	t _r (sec)	%	R _S	R _C
22	330	32,4	2,73 * * * * * * * *	0,97
	486	1,5		0,62
	528	6,1		0,42
	564	19,0		0,37
	648	8,6		0,21
	732	9,0		0,12
	798	8,7		0,07
	822	4,3		0,02
	864	10,4		
23	330	38,6	3,57 * * * * * *	0,98
	480	2,4		0,77
	528	7,7		0,49
	564	10,4		0,54
	660	7,1		0,40
	738	9,6		0,30
	804	13,1		0,23
	870	11,7		

T A B L E A U N° 13

FRACTION N° 1

	COMPOSE	P ^t D'EBULLITION
PARAFFINES	2 - Methyl hexane	90 . 049
	3 - Methyl hexane	91 . 847
	3 - Ethyl pentane	93 . 473
	2 - 2 - 4 Triméthyl pentane	99 . 238
NAPHTENES	1 - trans - 2 DiMe cyclo pentane	91 . 866
	1 - cris 3 - DiMe cyclo pentane	90 . 770
	1 - trans - 3 DiMe cyclo pentane	91 . 722

FRACTION N° 3

	COMPOSE	P ^t D'EBULLITION
PARAFFINES	2 - 2 DiMe hexane	106 . 842
	2 - 4 DiMe hexane	109 . 432
	2 - 5 DiMe hexane	109 . 106
	2,2,3,3 Tetra Mebutane	106 . 47
	2,3,3 TriMe pentane	114 . 765
	2,3,4 TriMe pentane	113 . 472
NAPHTENES	1,1,2 Tri Mecyclo pentane	113 . 734
	1,1,3 Tri Mecyclo pentane	104 . 895
	1, Trans - 2,Cis - 4 TriMecyclo pentane	109 . 293
	1-Trans-2,Cis-3 TriMecyclo pentane	110 . 41
AROMATIQUES	TOLUENE	110 . 629

FRACTION n° 2

	Composé	Pt d'ébullition
	2.2.4 Trimépentane	99.238
	1-cis-2-Dimé cyclopentane	99.532
	Ethylcyclopentane	103.467

FRACTION n° 4

	Composé	Pt d'ébullition
PARAFFINES	2-Methylheptane	117.653
	4-Methylheptane	117.715
	3-Ethylhexane	118.541
	3-Methylheptane	118.932
	2,3 Dimé hexane	115.612
	2-Méthyl-3-Et pentane	115.655
	3-4 Di Me hexane	117.737
	3-Me-3-Ethyl pentane	118.266
NAPHTENES	1-Me-1-Et cyclopentane	121.529
	1-Me-trans-2-Et cyclopentane	121.2
	1-Me-cis-3-Et cyclopentane	121.1
	1-Me-trans-3-Et cyclopentane	121.1
	1,cis-2,cis-3 Trimé cyclopentane	123.0
	1,cis-2,trans-3 Trimé cyclopentane	117.5
	1,cis-2,trans-4 Trimé cyclopentane	116.737
	1,1,3,3 Tétra. Me cyclopentane	118.05
	1,1,cis-3,trans-4 Tétra Me cyclopentane	121.62
	1,1-Di Mé cyclohexane	119.550
	1,cis-3, Di Mé cyclohexane	120.095
	1,trans-4 Di Mé cyclohexane	119.358

F R A C T I O N N ° 5

	C O M P O S E	P ^t D'EBULLITION
P A R A F F I N E S	n octane	125 .675
	2,2,4 TriMe hexane	126 .550
	2,2,5 TriMe hexane	124 .093
	2,2,3 TriMe hexane	130 .660
N A P H T H E N E S	n Propylcyclo pentane	130 .961
	I Sopropyl cyclo pentane	126 .429
	1-Me-Cis-2-Etcyclo pentane	128 .061
	1,1,Cis-2,Cis-4 Tétra Mecyclo pentane	130
	1,1,Cis-2,Trans-3 " "	130
	1,1,Cis-2,Trans-4 " "	130
	1,1,Cis-2-Cis-4 Tétra Mecyclo pentane	130 .15
	1,Trans-2,Cis-3,Trans 4 " "	127 .24
	1,Cis-2,DiMecyclo hexane	129 .739
	1,Trans-3,DiMecyclo hexane	124 .459
	1,Cis-4, DiMecyclo hexane	124 ;330
A R O M A T I Q U E S	P H E N Y L A C E T Y L E N E	129 .48

FRACTION N° 6

	S O M P O S E	P ^t D'EBULLITION
P A R A F I N E S	2,2 DiMeheptane	132 , 70
	2,5 DiMeheptane	136 , 0
	2,6 DiMeheptane	135 , 22
	3,3 DiMeheptane	137 , 02
	3,5 DiMeheptane	136 , 0
	4,4 DiMeheptane	135 , 2
	2 - Me - 4 - Etihexane	133 , 88
	2,2,3 - TriMe hexane	133 , 61
	2,2,5 - TriMe hexane	131 , 35
	2,2 - DiMe - 3 - Et pentane	133 , 84
2,4 - DiMe - 3 - Et pentane	136 , 70	
2,2,3,4 - TétraMe pentane	133 , 029	
N A P H T E N E S	n Propylcyclo pentane	130 , 961
	1,1 - DiMe - Et cyclo pentane	134
	1, trans - 3 - DiMe - 1 - Et cyclo pentane	136
	1, cis - 3 - DiMe - trans - 2 - Et cyclo pentane	137
	1, cis - 3 - DiMe - trans - 4 - Et cyclo pentane	137
	1, trans-3, DiMe - cis - 4 - Et cyclo pentane	137
	1,1,2;2 TétraMe cyclo pentane	133
	1, cis- 2, trans-3, cis-4 TétraMe cyclo pentane	133 , 87
1, trans- 2, trans- 3, cis- 4 TétraMe cyclo pentane	134 , 54	

Fraction n° 7

	Composé	P ^e d'ébullition
P A R A F F I N E S	Tert-Butylcyclopentane	144.87
	1-Me-trans-2-isopropylcyclopentane	141
	1-Me-cis-3 isopropylcyclopentane	142
	1-Me-trans-3 isopropylcyclopentane	142
	1,1-DiMe-2-Etcyclopentane	138
	1,trans-2-DiMe-1-Etcyclopentane	144
	1,cis-2-DiMe-1-Etcyclopentane	144
	1,cis-2-DiMe-trans-3-Etcyclopentane	143
	1,trans-2-DiMe-cis-3-Etcyclopentane	138
	1,trans-2-DiMe-trans-3-Etcyclopentane	145
	1,trans-2-DiMe-cis-4-Etcyclopentane	140
	1,trans-3-DiMe-cis-3-Etcyclopentane	144
	1,cis-3-DiMe-cis-4-Etcyclopentane	145
	1,trans-3-DiMe-trans-4-Etcyclopentane	145
	1,1,cis-2,cis-3 tétramécyclopentane	138
	1,2,2,cis-3 tétramécyclopentane	138
	1,2,2,trans-3 tétramécyclopentane	138
	1,cis-2,cis-3,trans-4,tétramécyclopentane	140.73
	1,cis-2,trans-3,trans-4 tétramécyclopentane	142.96
	1,1,2-Trimécyclohexane	145.2
1,trans-2,cis-3 Trimécyclohexane	144	
1,trans-2,cis-4 Trimécyclohexane	144.67	
1,trans-2,trans-4 trimécyclohexane	141.24	
1,cis-3,cis-5 Trimécyclohexane	138.43	
1,cis-3,trans-5 Trimécyclohexane	141.24	
N A P H T E N E S	2-Me octane	143.28
	3-Me octane	144.23
	3-Et heptane	143
	4-Et heptane	141.2
	2,3-DiMe heptane	140.5
	3,3-DiMe heptane	137.02
	3,4-DiMe heptane	140.6
	3-Me-4-Et hexane	140.4
	2,3,3-TriMe hexane	137.69
	2,3,4-TriMe hexane.	139.06
	3,3,4-TriMe hexane	140.48
	2,3-DiMe-3-Et hexane	144.7
	2,2,3,3-TetraMe pentane	140.292
	2,3,3,4-TetraMe pentane	141.567
A R O M A T I Q U E S	O. xylène	144.429
	m. xylène	139.118
	p. xylène	138.360
	styrène	145.16

FRACTION n° 8

	Composé	Pt° ébullition
PARAFFINES	n Nonane	150.748
	3,3-DiEt pentane	146.186
	2,2,4 TriMe heptane	148.3
	2,2,5 TriMe heptane	150.8
	2,2,6 TriMe heptane	148.95
	2,4,4 TriMe heptane	151
	2,4,6 TriMe heptane	147.6
	2,2-DiMe-4-Et hexane	147
NAPHTÈNES	Isobutyl cyclopentane	147.97
	1-Me-1-n-propyl cyclopentane	146
	1-Me-trans-2-n propyl cyclopentane	146.39
	1-Me-cis-3-n propyl cyclopentane	148
	1-Me-trans-3-n-propyl cyclopentane	148
	1-Me-1-isopropyl cyclopentane	148
	1-Me-cis-2-isopropyl cyclopentane	148
	1-1 DiEt cyclopentane	150.5
	1-trans-2 DiEt cyclopentane	147.55
	1-cis-3-DiEt cyclopentane	150
	1,trans-3-DiEt cyclopentane	150
	1, cis-2-DiMe-cis-4-Et cyclopentane	147
	1, cis-2-DiMe-trans-4-Et cyclopentane	147
	1, cis-2, cis-3, cis-4, Tétra Me cyclopentane	147.32
	1, Me cis-3-Et cyclohexane	148.467
	1, Me trans-3-Et cyclohexane	151.08
	1, Me trans-4-Et cyclohexane	149.84
	1, cis-2, trans-3, Tri Me cyclohexane	151.18
	1, cis-2, trans-4, Tri Me cyclohexane	146.67
	Cyclooctane	151.46

F R A C T I O N N° 17

	C O M P O S E	P ^t D'EBULLITION
NAPHT	Trans - Décahydronaphtalène	187 ; 310
AROMATIQUES	1-Me-2-Propyl benzéne	184 . 97
	1,3-DiMe-4-Et benzéne	188 . 24
	1,4-DiMe-2-Et benzéne	186 . 87
	2-Me-1-Phényl-1-Propéne	187 . 95
	1-Me-3-Iso propényl benzéne	185
	1-Me-4-Iso propényl benzéne	186
	1-Et-2-Et hényl benzéne	187 . 3

F R A C T I O N N° 18

	C O M P O S E	P ^t D'EBULLITION
AROMATIQUES	1,2-DiMe-4-Et benzéne	189 . 52
	1,3-DiMe-2-Et benzéne	190 . 05
	1,3-DiMe-4-Et benzéne	188 . 24
	1-Me-2,3- dihydroindène	190 . 6
	2-Me-2,3- dihydroindène	191 . 4
	Cis-1-Phényl-1- Buténe	189
	1-Et-3- Et hényl benzéne	190 . 0

Fig 13

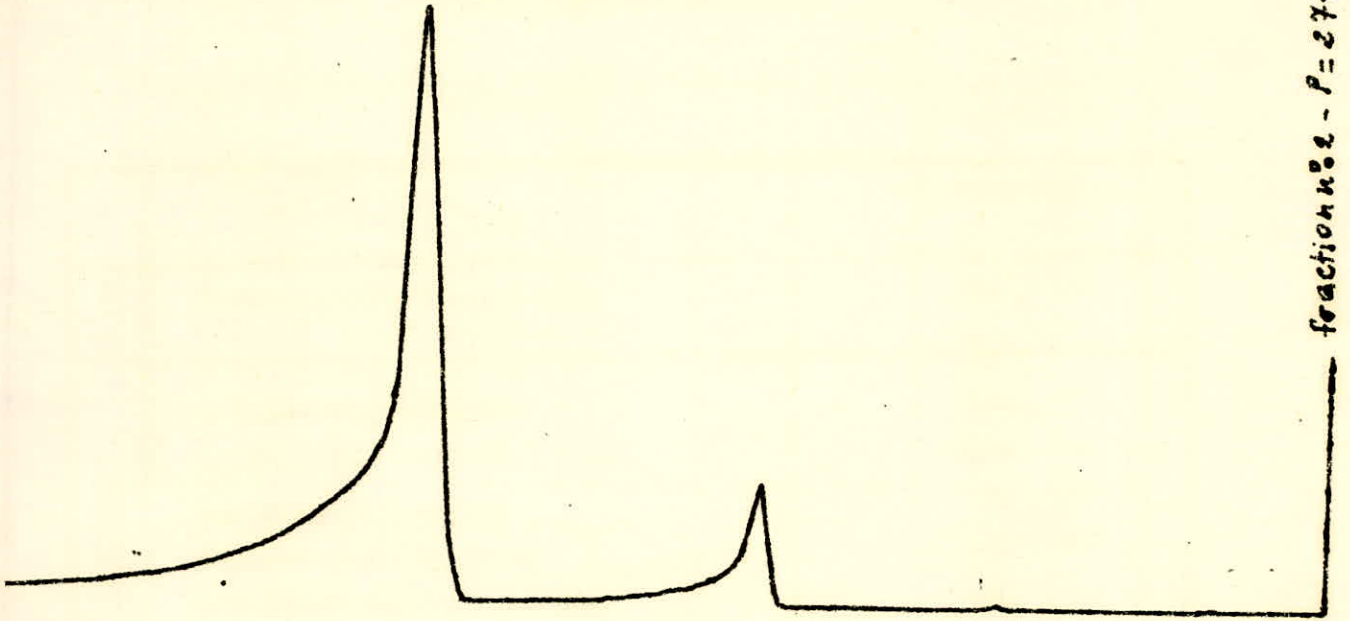
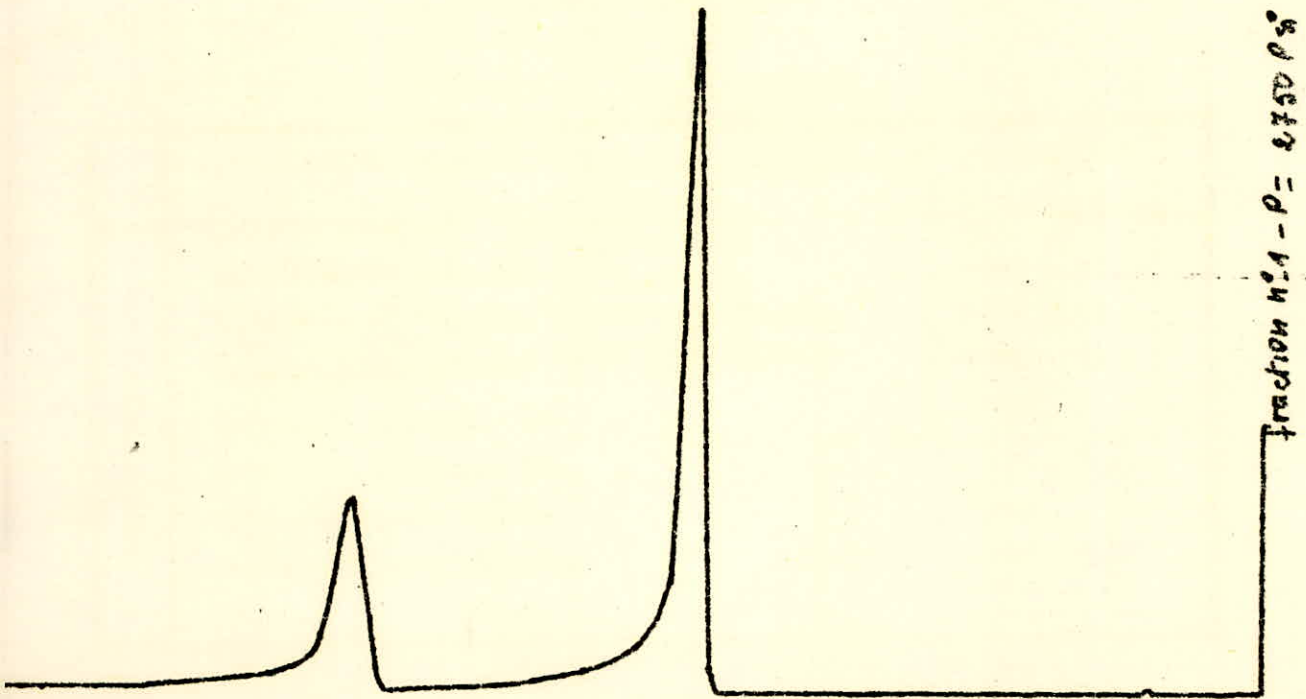


Fig 12



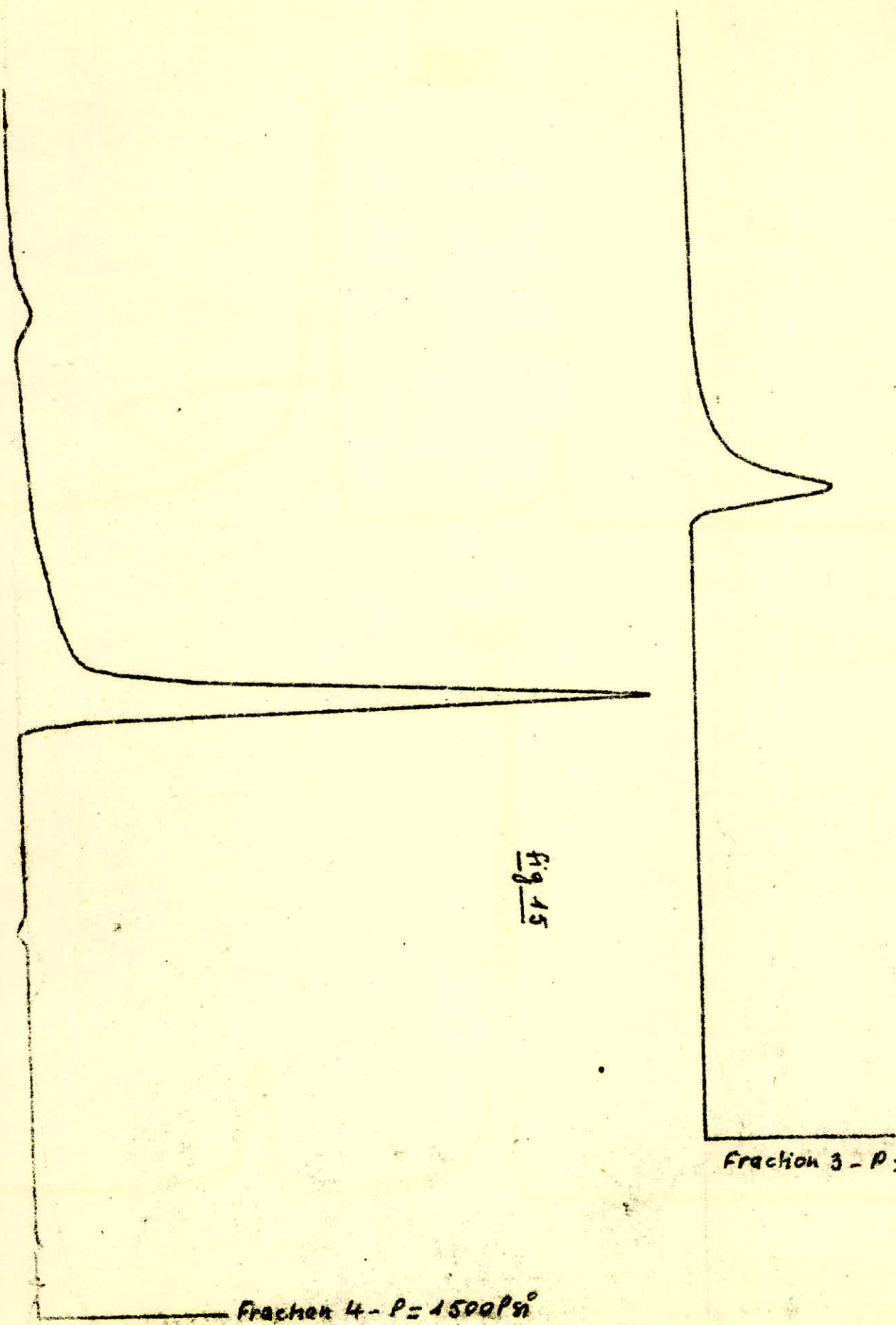


Fig 14

Fig 15

Fraction 3 - P = 275

Fraction 4 - P = 1500 P₉₀

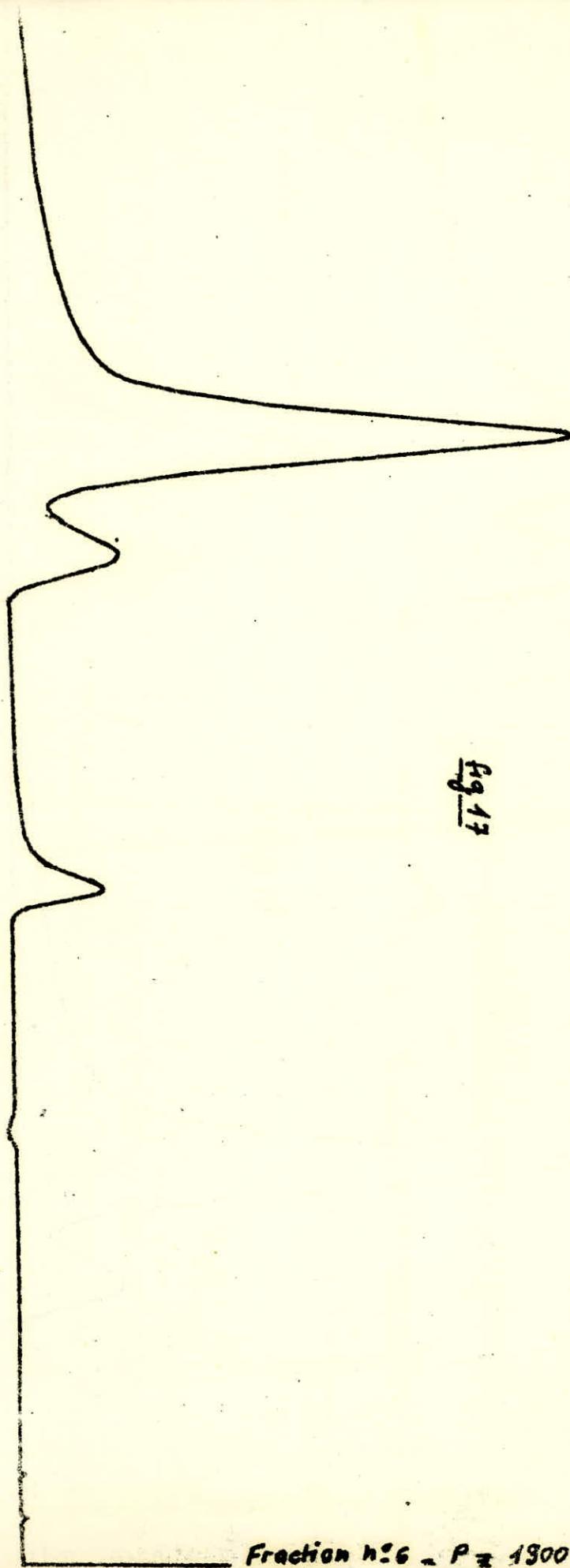


Fig 13

Fraction n° 6 - P = 1900 Pa

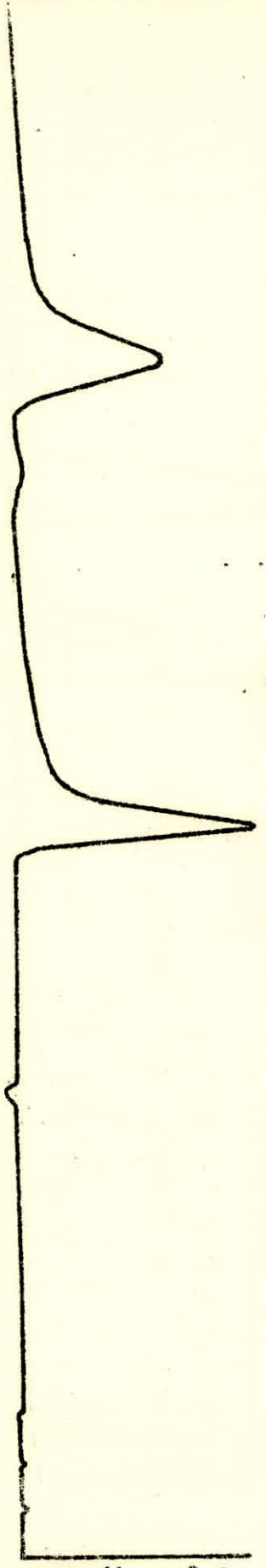


Fig 15

Fraction n° 5
P = 1900 Pa

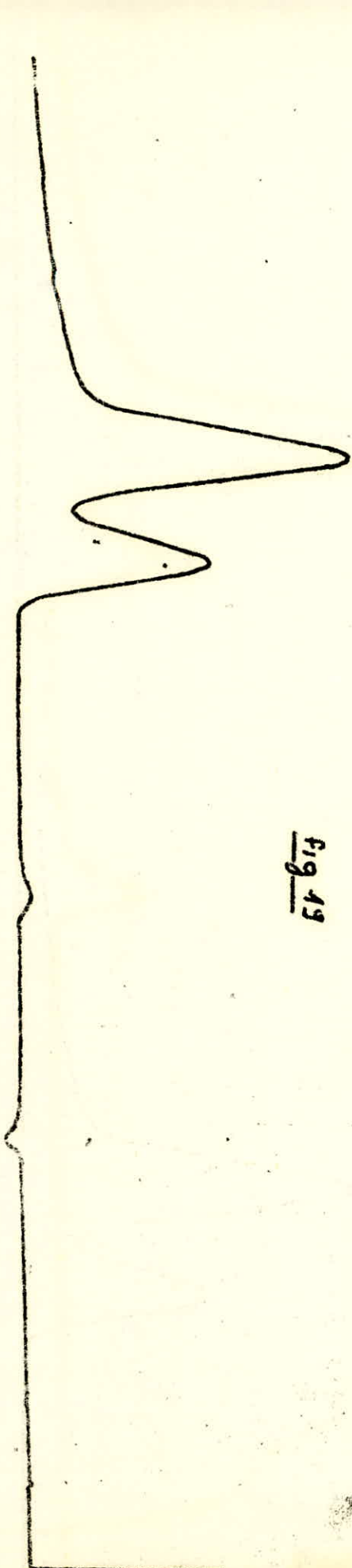


Fig 13

fraction 8 - P = 1300 psi

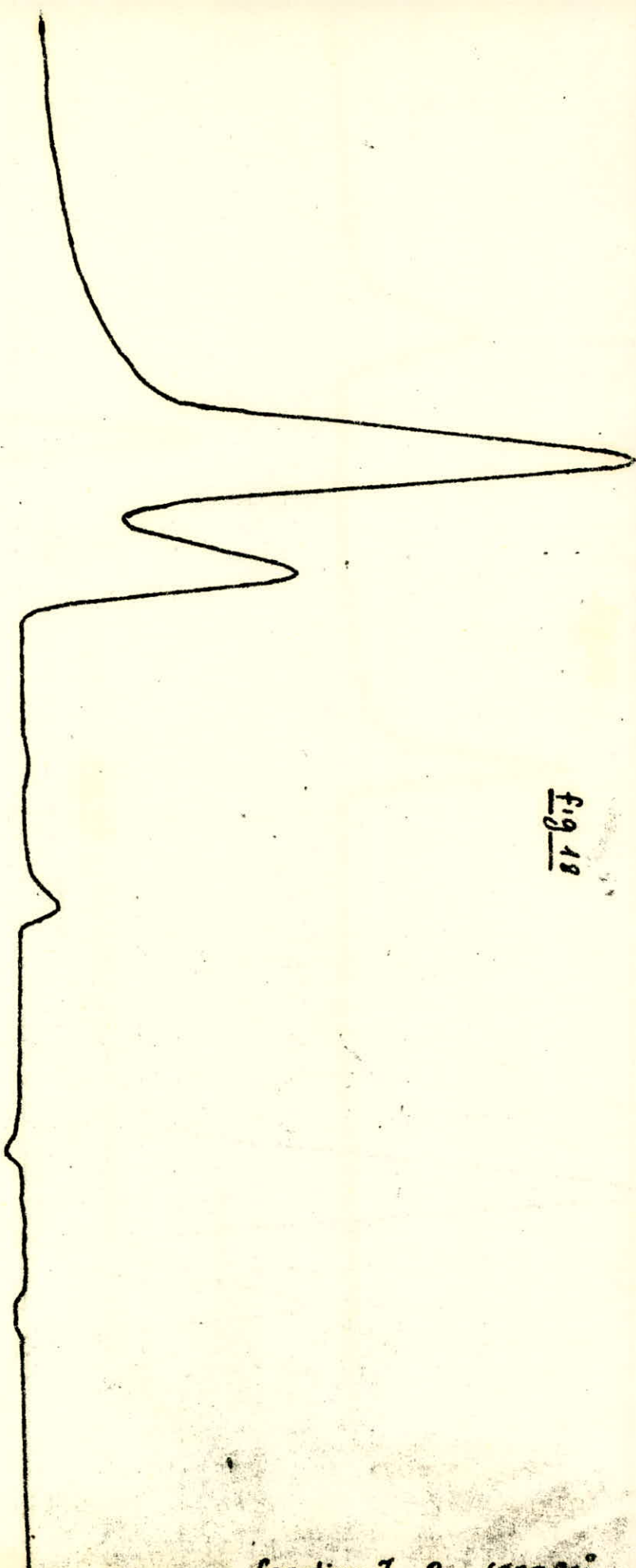
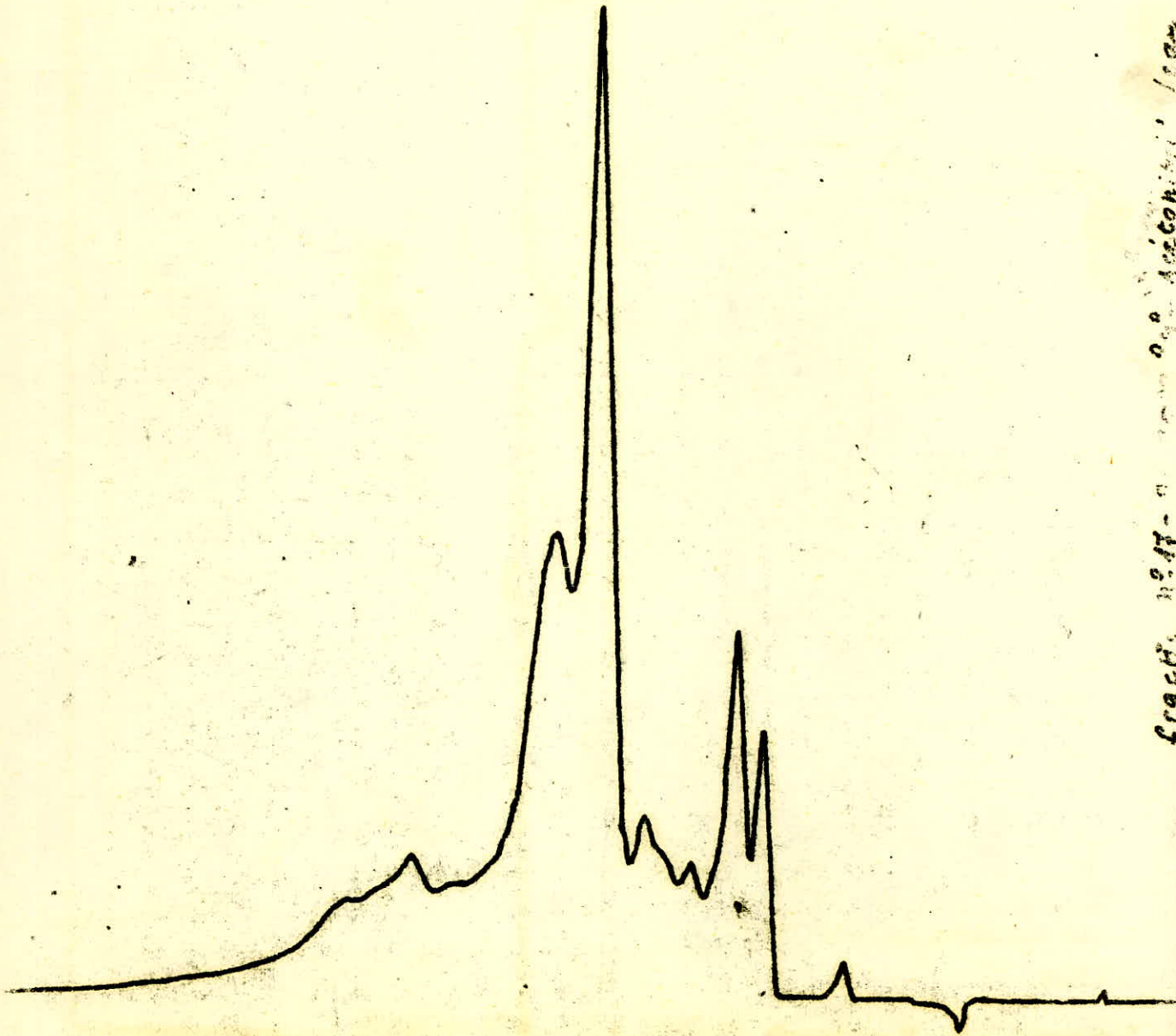


Fig 18

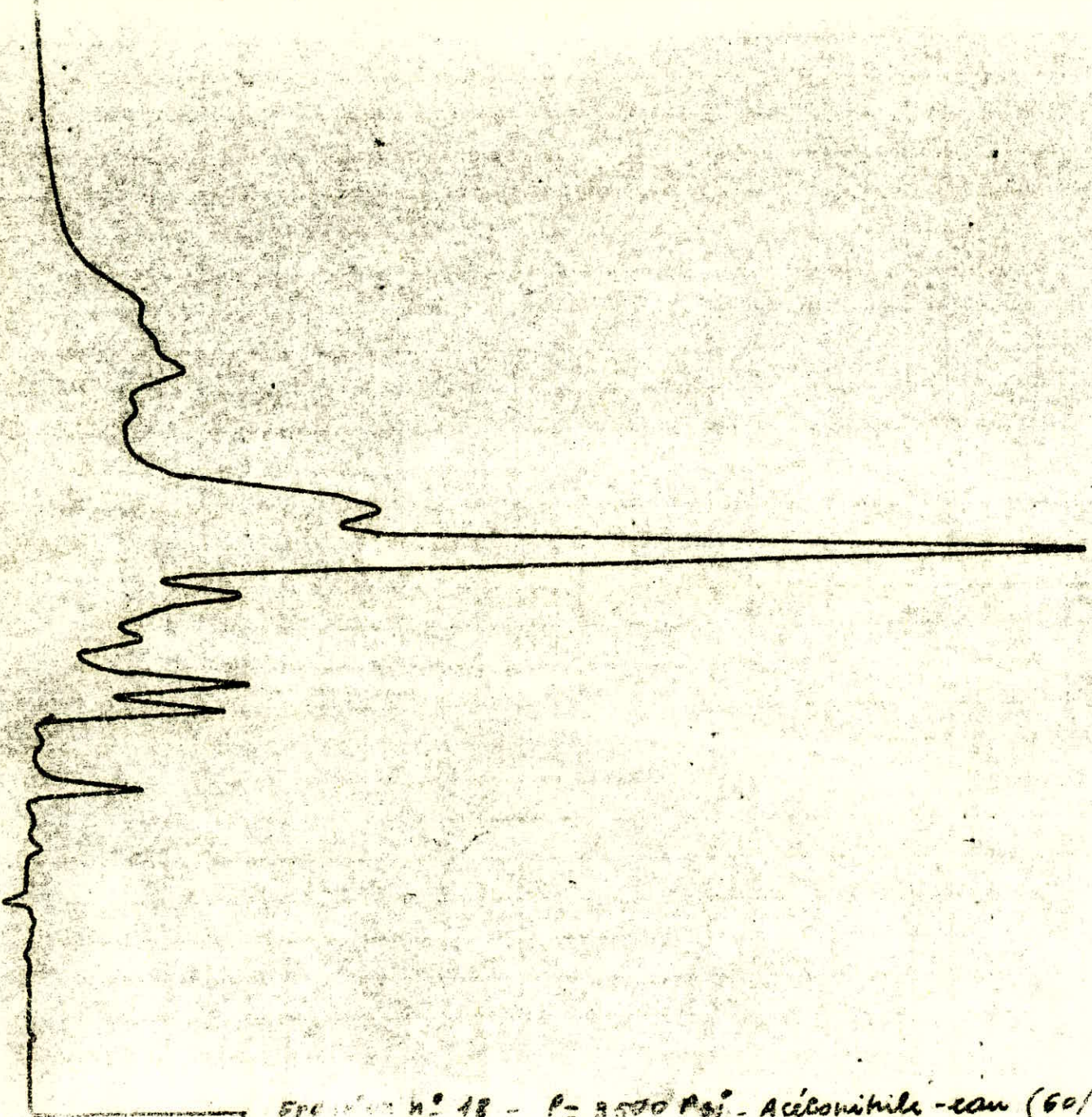
fraction 7 - P = 1500 psi

fig 20



fract. n° 17-0 ... 0.2 Acetonitril / Hex (50/50)

Fig 24



Exemple n° 18 - $P = 3500 \text{ Psi}$ - Acélonitrile - can (60/100)

CHAPITRE II

METHODE N.D.P.A

I DISTILLATION T.B.P.

Avant de présenter la méthode n.d.p.a proprement dite, nous avons jugé utile de donner un bref aperçu sur la distillation T.B.P qui est finalement la base essentielle de notre travail .

I.1 DEFINITION ET PRINCIPE DE LA T.B.P

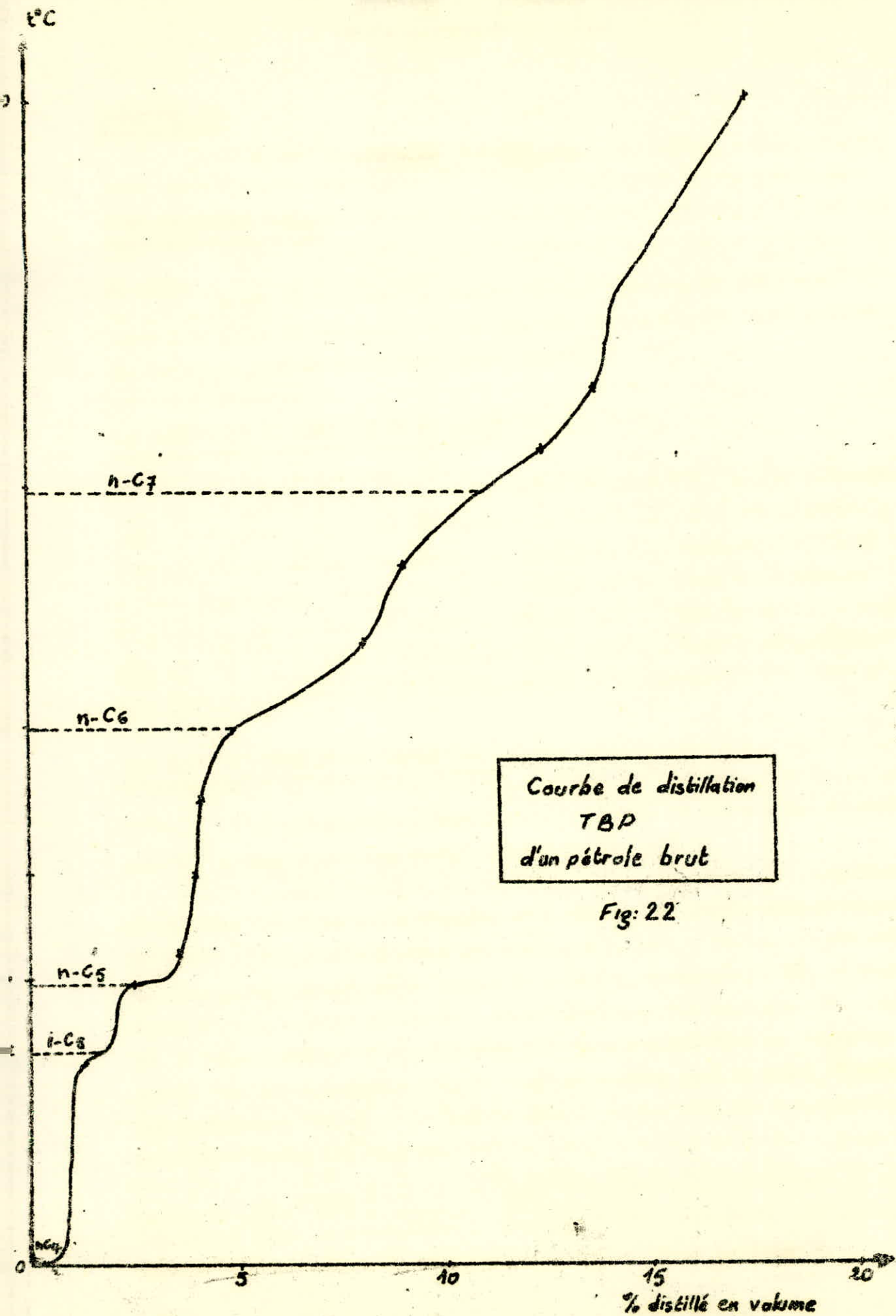
La distillation T.B.P nous permet de séparer les divers hydrocarbures de la coupe pétrolière en fonction de leur température d'ébullition . A cet effet, on utilise une colonne de distillation en discontinue . Cette colonne à garnissage doit équivaloir à environ dix plateaux théoriques et fonctionner avec un taux de reflux de l'ordre de 5 . L'utilisation de valeurs plus élevées par le nombre de plateaux et le taux de reflux n'améliorerait pas d'une manière sensible la selectivité de la séparation .

I.2 INTERPRETATION D'UNE COURBE T.B.P

La distillation permet d'obtenir en tête de colonne les constituants purs de la coupe ayant même température d'ébullition .

A partir d'un échantillon d'une coupe pétrolière, on recueillera en tête des fractions assez étroites et on notera les températures initiale et finale de passage de chacune des fractions, soient t_i et t_f . Les premiers renseignements permettront de tracer la courbe de distillation TBP. Et chaque point de cette courbe représentera théoriquement un hydrocarbure. Cela veut dire que si nous arrêtons la distillation à la température $T^\circ\text{C}$, nous pourrions recueillir tous les hydrocarbures de la coupe pétrolière dont le point d'ébullition est inférieur à $T^\circ\text{C}$; il restera alors dans le ballon tous les hydrocarbures ayant un point d'ébullition supérieur à $T^\circ\text{C}$.

La courbe TBP croit du point d'ébullition du constituant le plus volatile à celui du constituant le plus lourd. Elle représente soit une succession de paliers nettement caractérisés, soit une allure continue .



Courbe de distillation
TBP
d'un pétrole brut

Fig: 22

Si on mesure les densités des fractions recueillies, chacune d'elles peut alors être représentée sur le diagramme du facteur de caractérisation Kuop en utilisant la température moyenne d'ébullition $0,5 (t_i + t_f)$ qui est justifiée puisque l'intervalle de distillation de ces fractions est très étroit et qu'on en peut rendre aussi faible que l'on veut en augmentant le nombre de ces fractions .

II. METHODE N.D.P.A

II. 1 . PRESENTATION DE LA METHODE

Comme les naphthéniques ont les propriétés intermédiaires entre les aromatiques et les paraffiniques, l'analyse laisse donc un doute lorsqu'on a affaire au cas particulier d'un mélange ne contenant que des paraffines et des aromatiques . Pour lever cette indétermination, on a cherché à combiner dans une relation deux ou plusieurs caractéristiques physiques. En admettant trois grandes familles (paraffiniques, naphthéniques, et aromatiques) il suffirait donc théoriquement de trois paramètres judicieusement choisis pour lever l'indétermination .

La méthode n.d.p.a donne des résultats satisfaisants. Elle nécessite la connaissance de trois caractéristiques physiques, à savoir l'indice de réfraction, la densité et le point d'aniline .

- INDICE DE REFRACTION : n_{20}^D

Les mesures de l'indice de réfraction sont effectuées à 20°C à l'aide d'un réfractomètre du type Higler & Watts .

- DENSITE : d_{20}^4

Les mesures de densité sont effectuées par pycnométrie à 20°C

- POINT D'ANILINE : P.A

Le point d'aniline est la température la plus basse à laquelle des volumes égaux d'aniline et du produit à examiner sont complètement miscibles. La rupture de miscibilité se manifeste par l'apparition d'un trouble net .

Principe :

Des volumes égaux d'aniline et de produit à examiner sont placés dans un tube et mélangés mécaniquement . Le mélange est ensuite chauffé jusqu'à miscibilité totale, puis refroidi à vitesse définie.

Le point d'aniline est la température la plus basse à laquelle apparaît un trouble net .

II. 2 METHODE DE CALCUL ET RESULTATS

Pour déterminer les pourcentages d'atomes de carbone C_P , C_N et C_A présents dans les éléments paraffiniques, naphthéniques et aromatiques, nous utilisons les relations suivantes :

$$\% C_A = 1039,4 n - 470,4 d - 0,315 P.A - 1094,3$$

$$\% C_N = - 1573,3 n + 840,15 d - 0,4619 P.A + 1662,2$$

$$\% C_P = 100 - (\% C_A + \% C_N)$$

Connaissant les trois caractéristiques physiques, on peut connaître le poids moléculaire de chaque fraction soit graphiquement, soit en utilisant la formule de Robert .

$$M = 1705,45 n + 792,93 d + 4553 P.A - 3287$$

On peut utiliser la formule liant le point d'ébullition moyen et l'indice de refraction .

$$\text{Log}_{10} M = 0,001978 P.E^{\circ}C + 1,9394 + \text{Log}_{10} (2,1500 - n)$$

Les résultats sont consignés dans les tableaux (14) et (15)

N.B : Le poids moléculaire est déterminé graphiquement

Conclusion :

Toutes les fractions pétrolières sont à tendance paraffinique . Ceci se traduit dans nos résultats par un pourcentage élevé en paraffines et par un Kuop de l'ordre de 12.

Le pourcentage en aromatiques est environ de 16 % pour chaque fraction . Seules les fractions 3, 2 et 5 présentent un pourcentage inférieur à 10 % .

TABLEAU DES RESULTATS DE LA METHODE N.D.P.A

N° de la fraction	% Aromatiques	% Naphtènes	% Paraffines
1	9,5	26,4	64,1
2	6,5	34,8	58,7
3	11,9	35,5	52,6
4	11,4	30,2	58,4
5	9,9	25,6	64,5
6	14,6	20,1	65,3
7	16,2	28,1	55,7
8	10,2	32	57,8
9	13,7	28	58,3
10	16,6	28,1	55,3
11	17,6	28,3	54,1
12	17,2	26,2	56,6
13	17,6	27,4	55
14	17,4	26,5	56,1
15	16,5	27,7	55,8
16	16,9	27,2	55,9
17	16,3	27,6	56,1
18	16,1	27,1	56,8
19	16,4	25,8	57,8
20	16,9	25,6	57,5
21	16,4	28,8	54,8
22	17	27,4	55,6
23	17,5	27,5	55

T A B L E A U N° 14

N) de la fraction	t _{mav}	Kuop	P.M
1	94,5	12,4	102
2	101,25	12,2	103
3	109,25	12	106
4	119,25	12,3	115
5	127,25	12,4	120
6	134	12,3	122
7	141,25	12,1	125
8	148,25	12,2	131
9	154,25	12,2	133
10	161	12	136
11	166,75	12	140
12	170	12	142
13	173,5	12	144
14	176,5	12	145
15	180	12	146
16	183,25	12	149
17	186,25	12	151
18	189,50	12,1	153
19	194,25	12,1	156
20	199	12,1	160
21	201,25	12	161
22	203,5	12	162
23	207	12,1	165

T A B L E A U N° 15
= = = = = = = = = = = =

CHAPITRE III

INFRA-ROUGE

I . BUT :

Nous utiliserons l'infra-rouge pour déterminer les pourcentages d'atomes de carbone C_p , C_N et C_A présents dans les éléments paraffiniques, naphthéniques et aromatiques. Nous essaierons, par la suite, de comparer ces résultats avec ceux trouvés par la méthode n. d; p. a.

II GENERALITES :

Pour qu'une radiation de fréquence ν puisse être absorbée par une molécule, celle-ci doit posséder deux niveaux d'énergie séparés par $\Delta E = h \cdot \nu$ où h est la constante de Planck

L'énergie de transition ΔE est très petite par rapport aux valeurs habituellement rencontrées pour les énergies de liaison. Elle est au plus capable de créer ou d'amplifier des déplacements alternatifs dans la molécule car une molécule n'est pas un assemblage rigide d'atomes mais ressemble à un ensemble de boules (atomes) liées par des ressorts de forces variables (Les liaisons chimiques) .

On distingue deux sortes de vibration :

- 1) Vibration de valance
- 2) Vibration de déformation

A chaque groupe d'atomes susceptible d'entrer en vibration ou en rotation (selon une fréquence qui le caractérise) correspond une bande d'adsorption à une longueur d'onde déterminée .

Cette méthode Infra-rouge n'est pas vigoureusement applicable . Néanmoins, pour avoir une idée de la répartition de familles d'hydrocarbures et du comportement global d'une fraction pétrolière, il est légitime d'admettre que nous avons deux grandes familles en Infra-rouge : Les paraffines et les aromatiques . Donc cela revient à mesurer l'intensité de liaisons CH aliphatiques et de liaisons aromatiques pour déterminer leur concentration .

Nous verrons que les calculs concordent assez bien avec les valeurs trouvées par la méthode n;d.p.a.

III MANIPULATION :

Le spectrophotomètre dont nous disposons est un appareil PERKIN-ELMER. Les cellules utilisées sont en chlorure de sodium et ont une épaisseur de 0,027 mm .

III 1 . CONDITION OPERATOIRE :

Le spectre de la fraction pétrolière donne des pics appréciables vers 800 cm^{-1} (vibrations des aromatiques), mais ceux correspondant aux vibrations des paraffines sont trop "forts" (avant 3000 cm^{-1}). C'est pourquoi, nous avons fait un deuxième spectre en diluant la fraction au tiers dans le tétrachlorure de carbone uvasol . Nous constatons alors une nette amélioration dans cette dernière region, mais les pics caractérisant les aromatiques disparaissent car CCl_4 absorbe dans cette zone. Cette disparition est due à la forte concentration de CCl_4 dans la cellule de référence.

Les spectres des fractions "pure" et diluée se complètent : d'où la nécessité d'analyser deux fois chaque fraction dans des conditions différentes .

III 2. INTERPRETATION DES SPECTRES

Les spectres des divers fractions présentent à peu-près la même allure, des pics avant 3000 cm^{-1} , vers 1400 et 800 cm^{-1} . Les premiers pics correspondent aux vibrations des alcanes et des naphènes, les seconds aux harmoniques des premiers; les derniers aux vibrations des aromatiques .

III 3 . METHODE DE CALCUL DES POURCENTAGES

Dans ce cas, nous ne pouvons déterminer que les pourcentages des aromatiques et l'ensemble paraffines - naphènes . En considérant la hauteur du plus grand pic, nous trouvons des résultats très différents de ceux trouvés par la méthode n.d.p.a . Par contre, En faisant la sommation sur les hauteurs de pics, dans les régions paraffiniques et aromatiques, la précision est appréciable.

Nous donnons un exemple de calcul de pourcentages pour la fraction n° 4 (Voir figures 23 et 24)

Nous posons :

X = pourcentage des aromatiques
Y = " de l'ensemble paraffines et naphènes

Dans la figure 23, $\sum (1)$ représente la somme des hauteurs des pics des paraffines et naphènes, (2) la hauteur de la deuxième harmonique, $\sum (3)$ la somme des hauteurs des pics aromatiques .

Dans la figure 24, $\sum (1')$ représente la somme des hauteurs des pics des paraffines et naphènes, (2') la hauteur de la deuxième harmonique.

Connaissant les hauteurs des pics (1'), (2) et (2'), on pourra calculer celles des pics (1) dans la fraction "pure" en supposant que ces hauteurs varient dans le même sens .

$$\sum (1) = \frac{(2)}{(2')} \times \sum (1')$$

$$Y = \sum (1)$$

$$X = \sum (3)$$

$$\sum (1') = 49,0 \text{ cm}$$

$$(2) = 11,0 \text{ cm}$$

$$(2') = 4,9 \text{ cm}$$

$$\sum (3) = 14,7 \text{ cm}$$

Ces grandeurs sont mesurées à la règle .

$$\sum (1) = \frac{110}{49} \times 49,0 = 110,0 \text{ cm}$$

$$\frac{X}{Y} = \frac{1100}{147}$$

$$X + Y = 100$$

$$\underline{X = 11,8 \%}$$

Calcul de la precision :

Methode I R \longrightarrow X = 11,8

Methode n.d.p.a \longrightarrow X = 11,4

$$\text{Precision} = \frac{11,7 - 11,4}{11,4} \times 100 = 3 \%$$

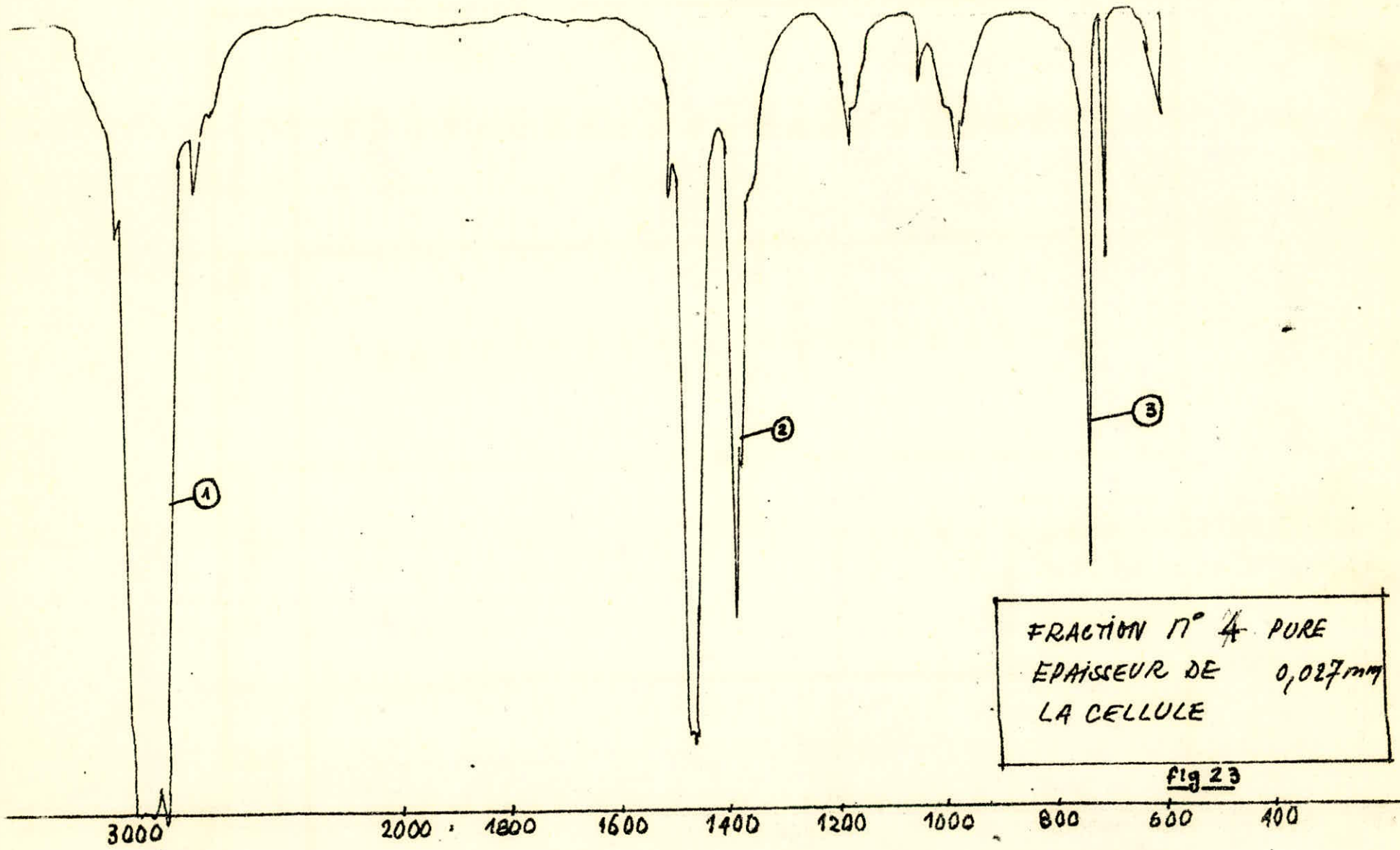
$$\underline{\text{precision} = 3 \%}$$

Remarque :

Les résultats trouvés par la méthode n.d.p.a concordent avec ceux trouvés par l'Infra-rouge. L'erreur est en moyenne de 5%, mais pour quelques fractions, les résultats sont erronés. Il s'agit notamment des fractions 2, 3, 6, 7 et 8 où la précision est respectivement de 26%, 20%, 18%, 19% et 28% .

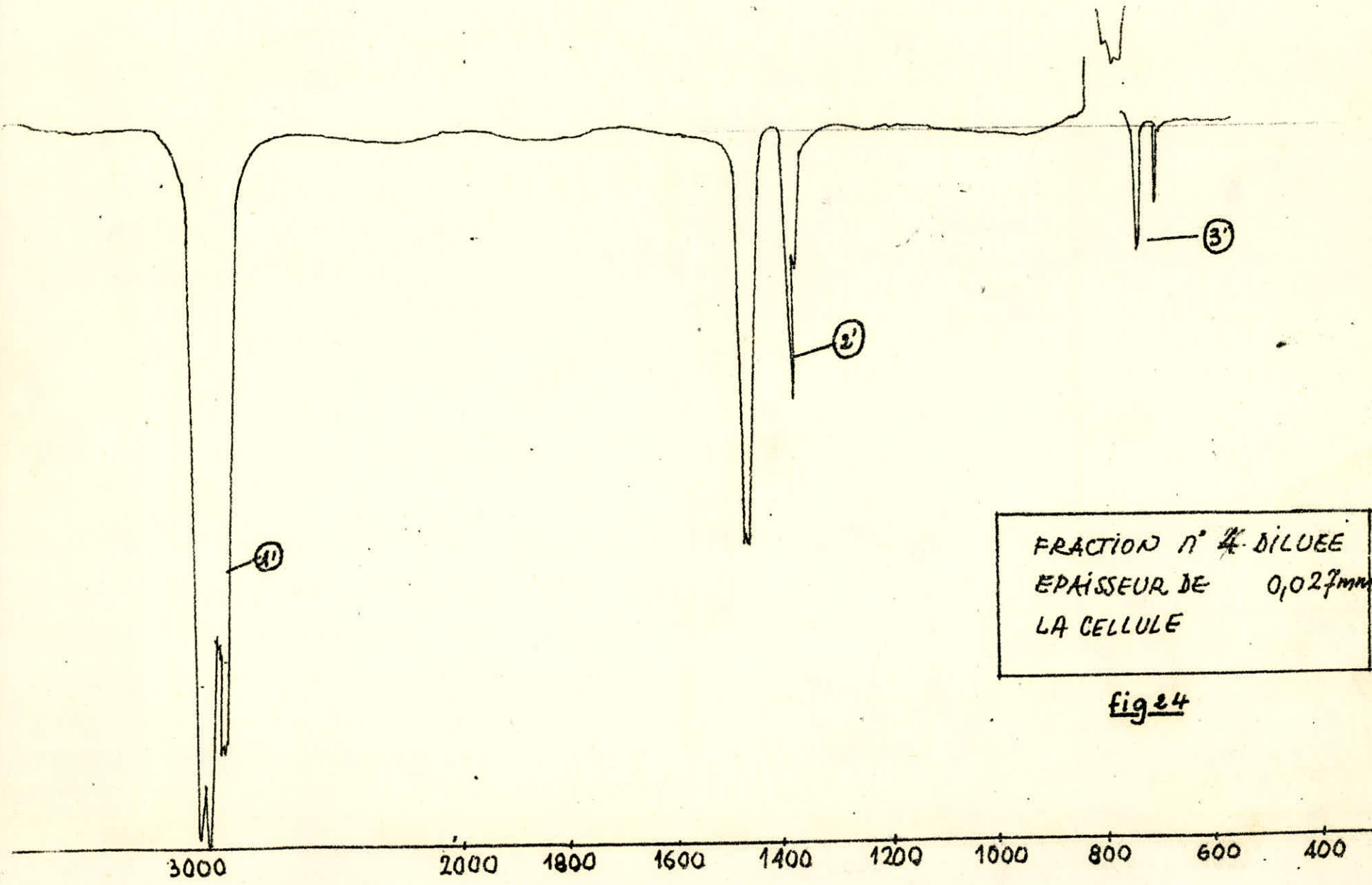
N° de la fraction	% Aromatiques	Precision (%)	% Paraff+Naph
1	9,8	3	90,2
2	8,2	26	91,8
3	14,3	20	83,6
4	11,8	3	88,3
5	11	11	89
6	17,2	17,5	81,3
7	19,3	19,1	78,9
8	13,1	28	84,3
9	15	8	85
10	16,4	1	83,6
11	18,1	3	81,9
12	18,1	5	81,9
13	17,3	2	82,7
14	17,6	1	82,4
15	18,1	10	81,9
16	16,5	2	83,5
17	17,1	5	82,9
18	15,2	6	84,8
19	15,1	8	84,9
20	15,6	8	84,4
21	15,6	5	84,4
22	14,6	14	85,4
23	16,5	6	83,5

T A B L E A U N° 16
 - - - - -



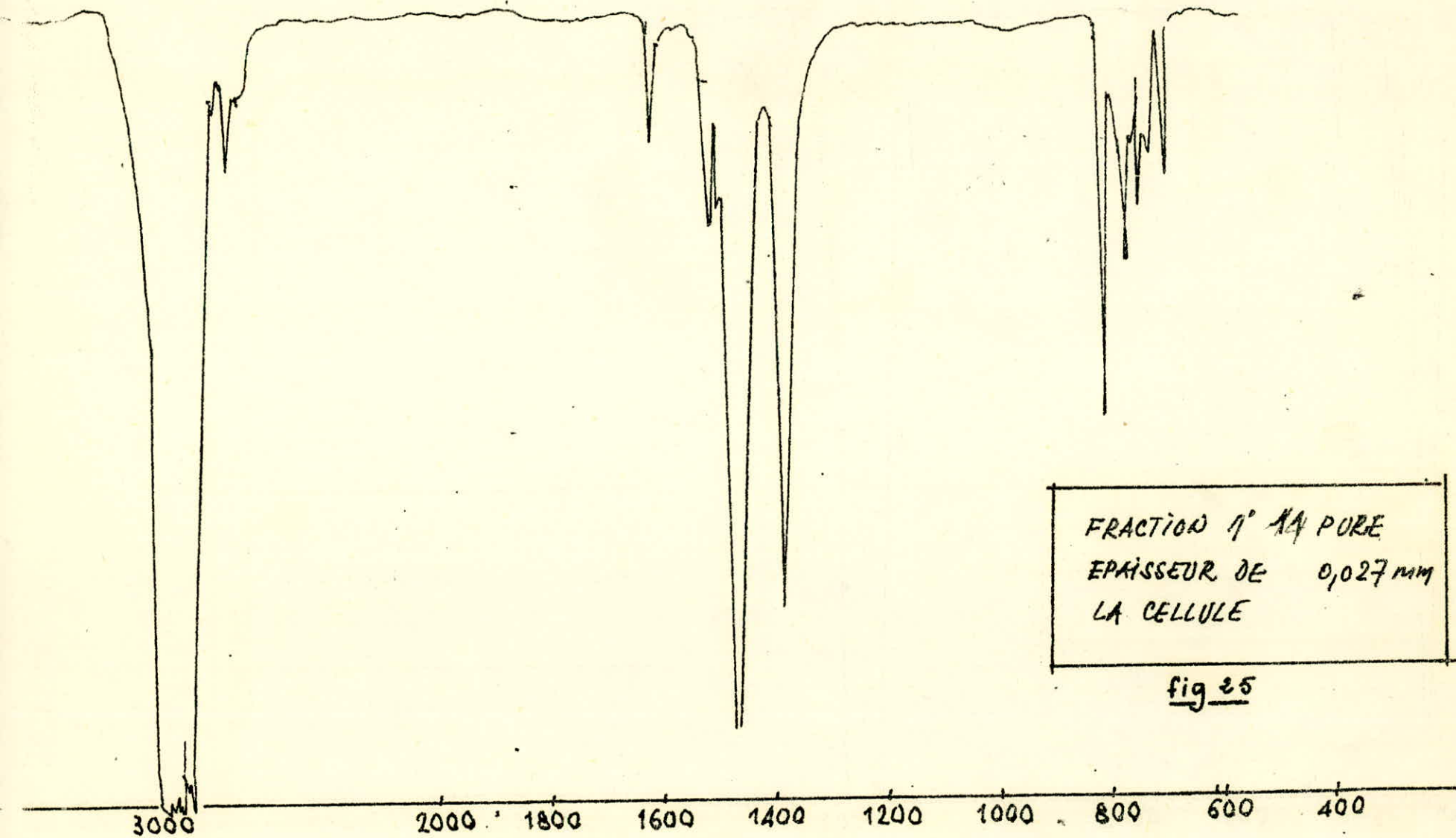
FRACTION N° 4 PURE
EPAISSEUR DE 0,027mm
LA CELLULE

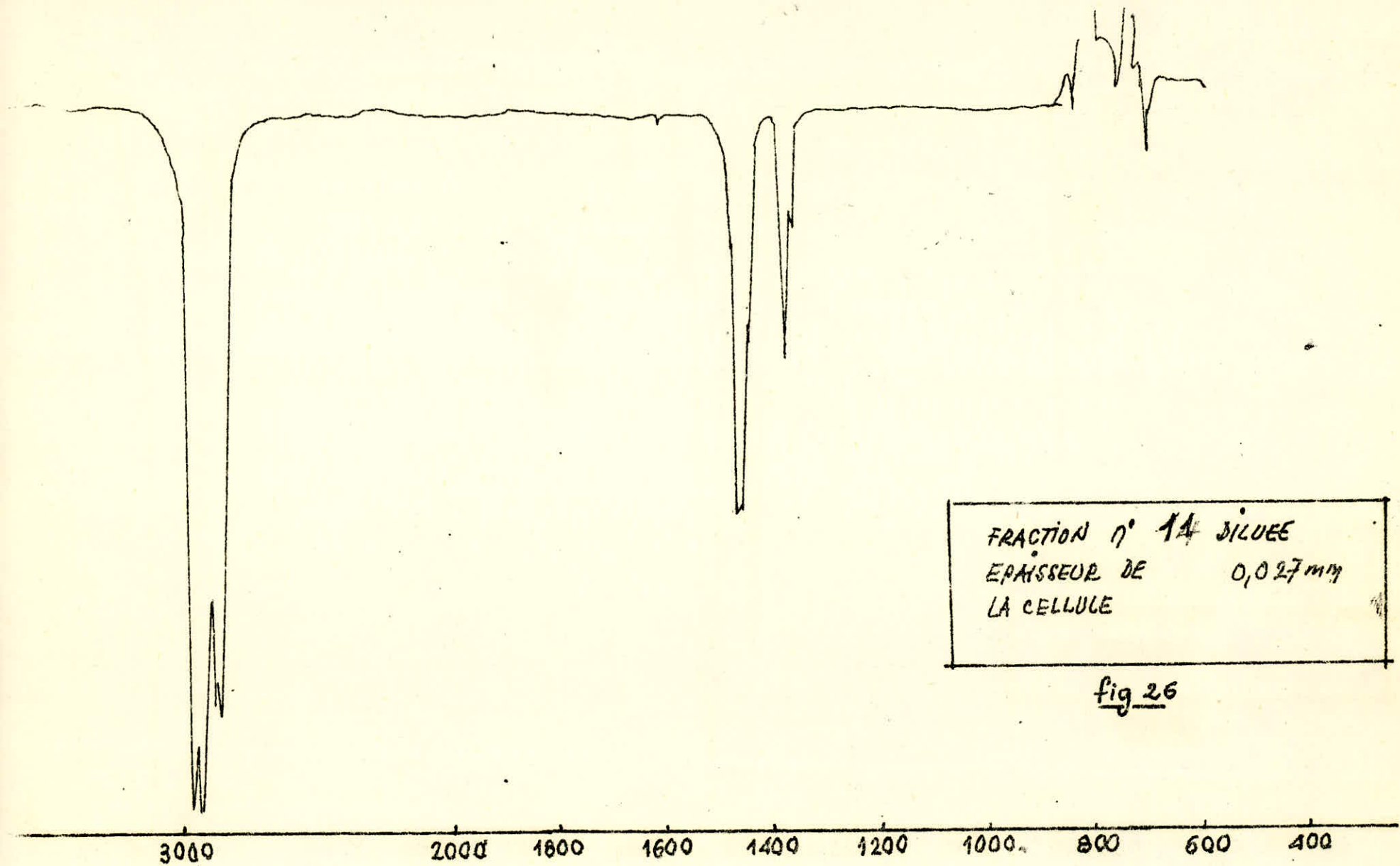
fig 23

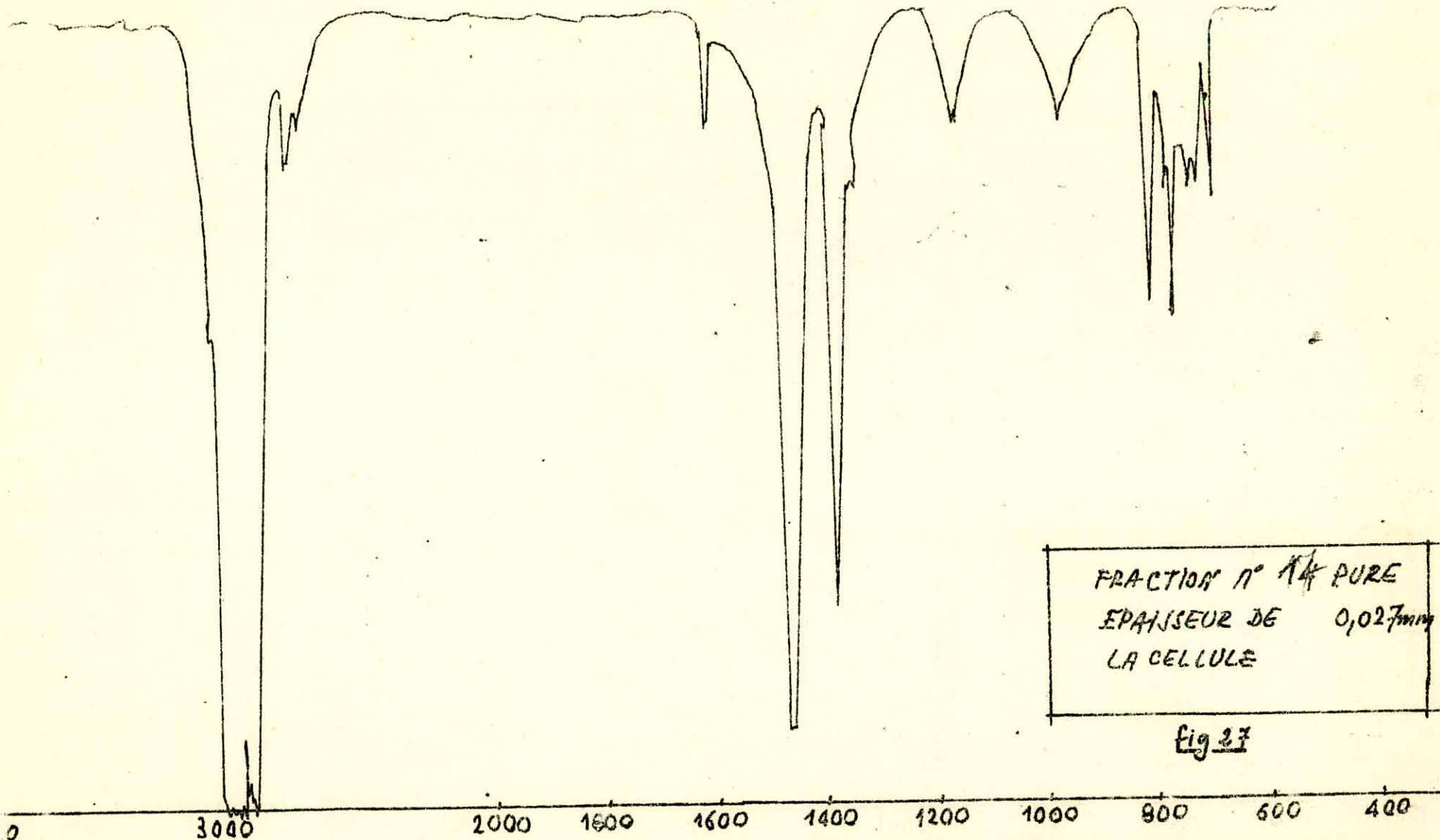


FRACTION n° 4. DILUEE
EPAISSEUR DE 0,027mm
LA CELLULE

fig 24

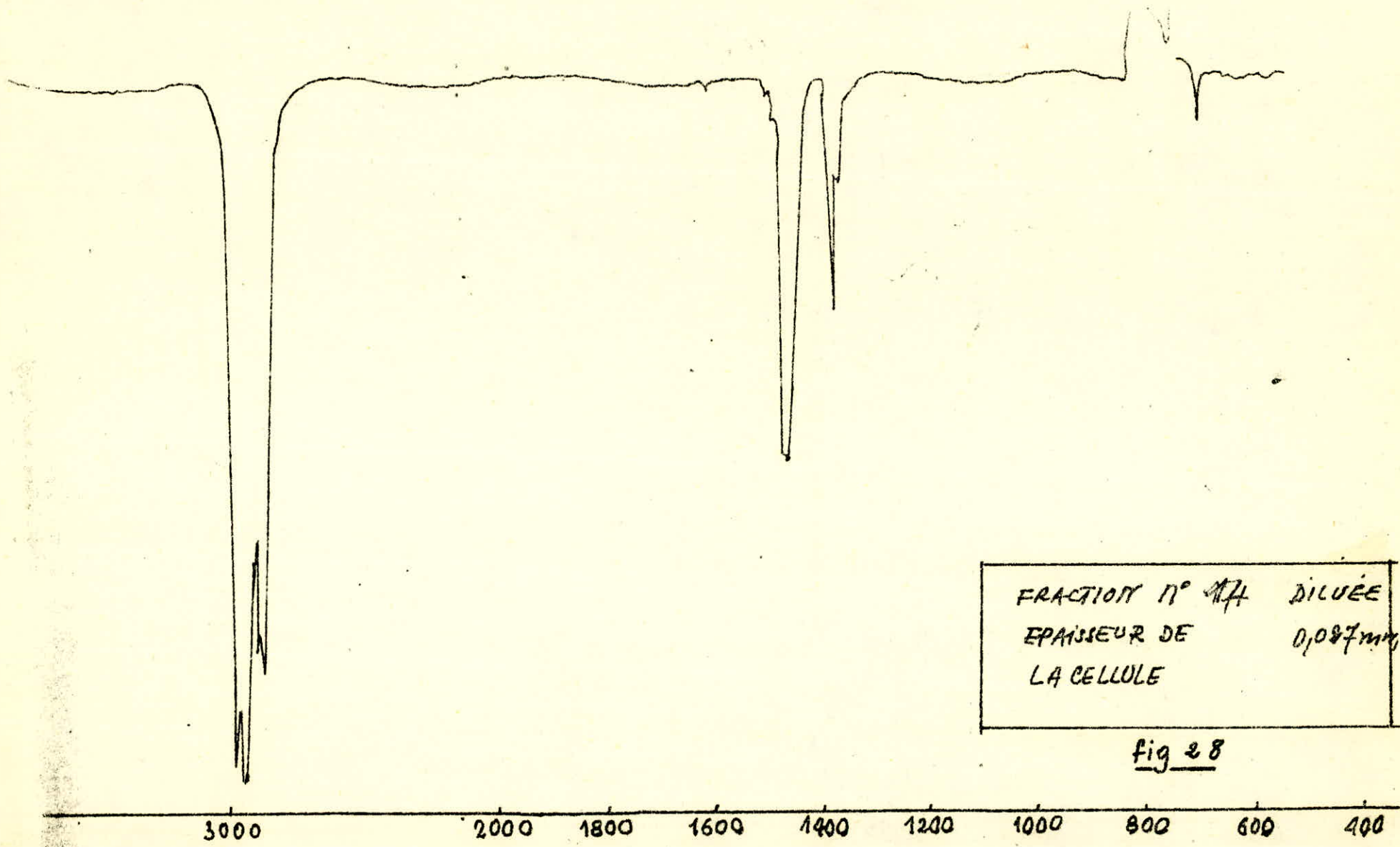






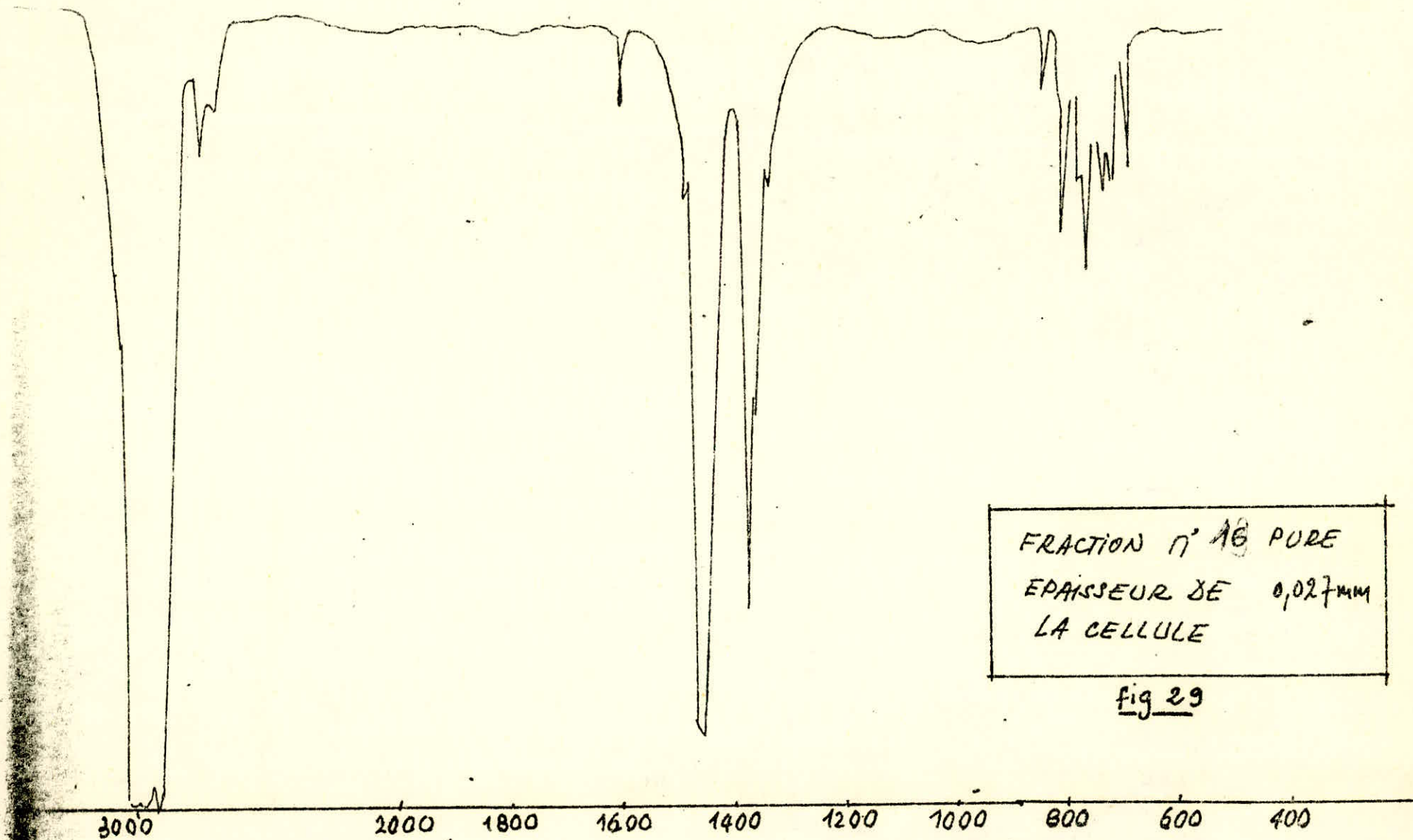
FRACTION N° 14 PURE
EPAISSEUR DE 0,027mm
LA CELLULE

Fig 27



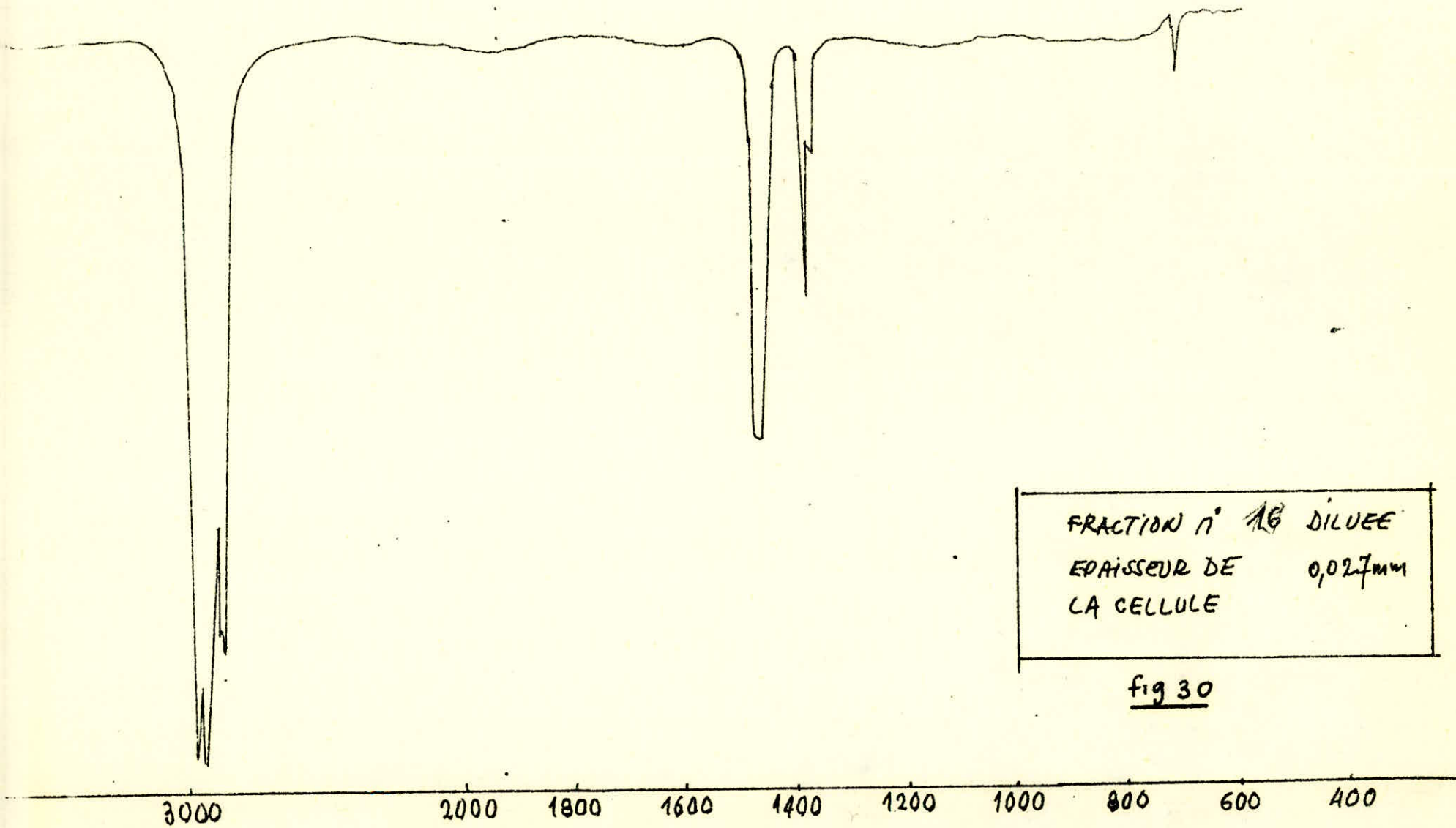
FRACTION N° 114 DILUÉE
ÉPAISSEUR DE 0,087 mm
LA CELLULE

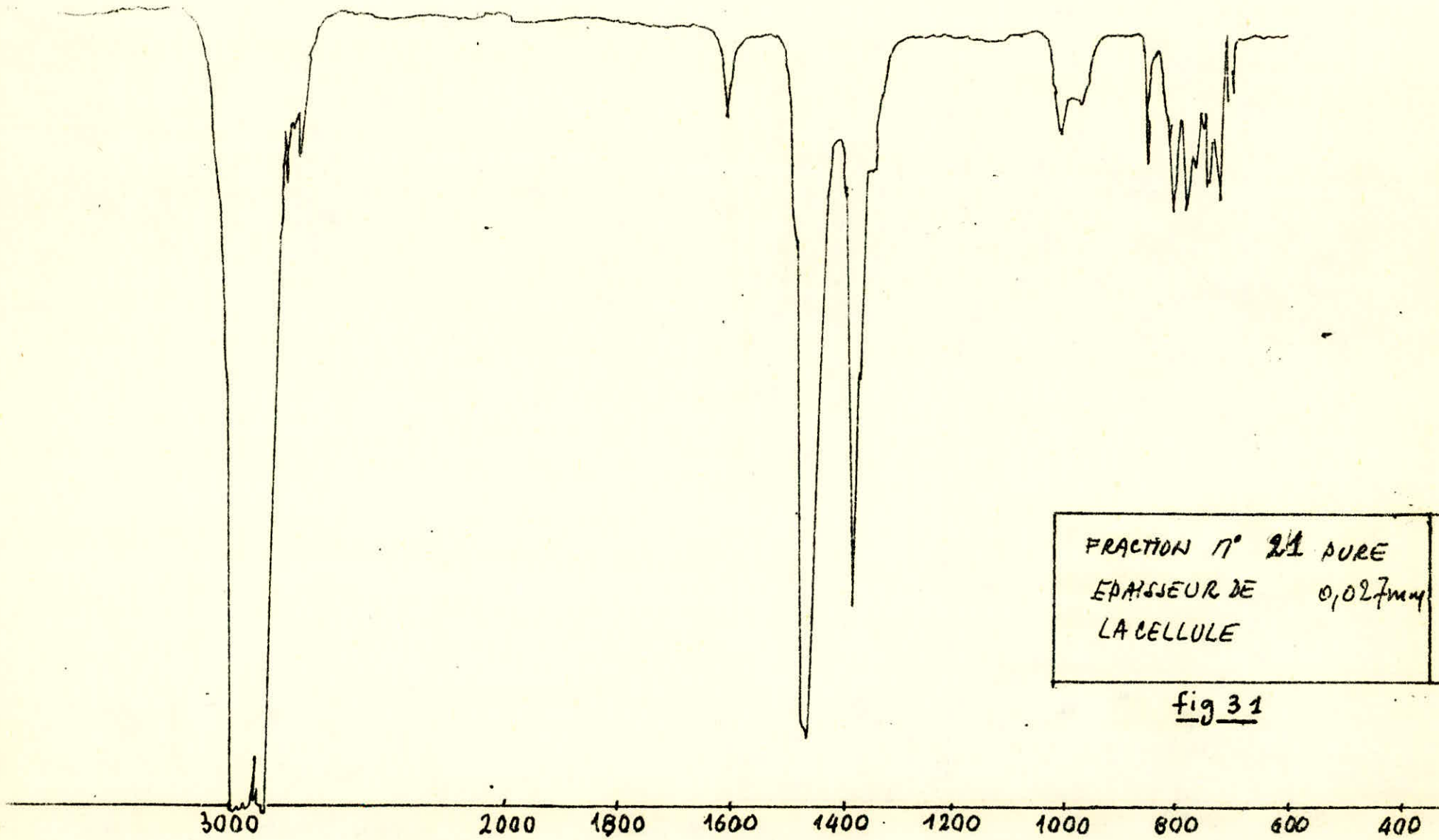
fig 28



FRACTION n° 16 PURE
EPAISSEUR DE 0,027mm
LA CELLULE

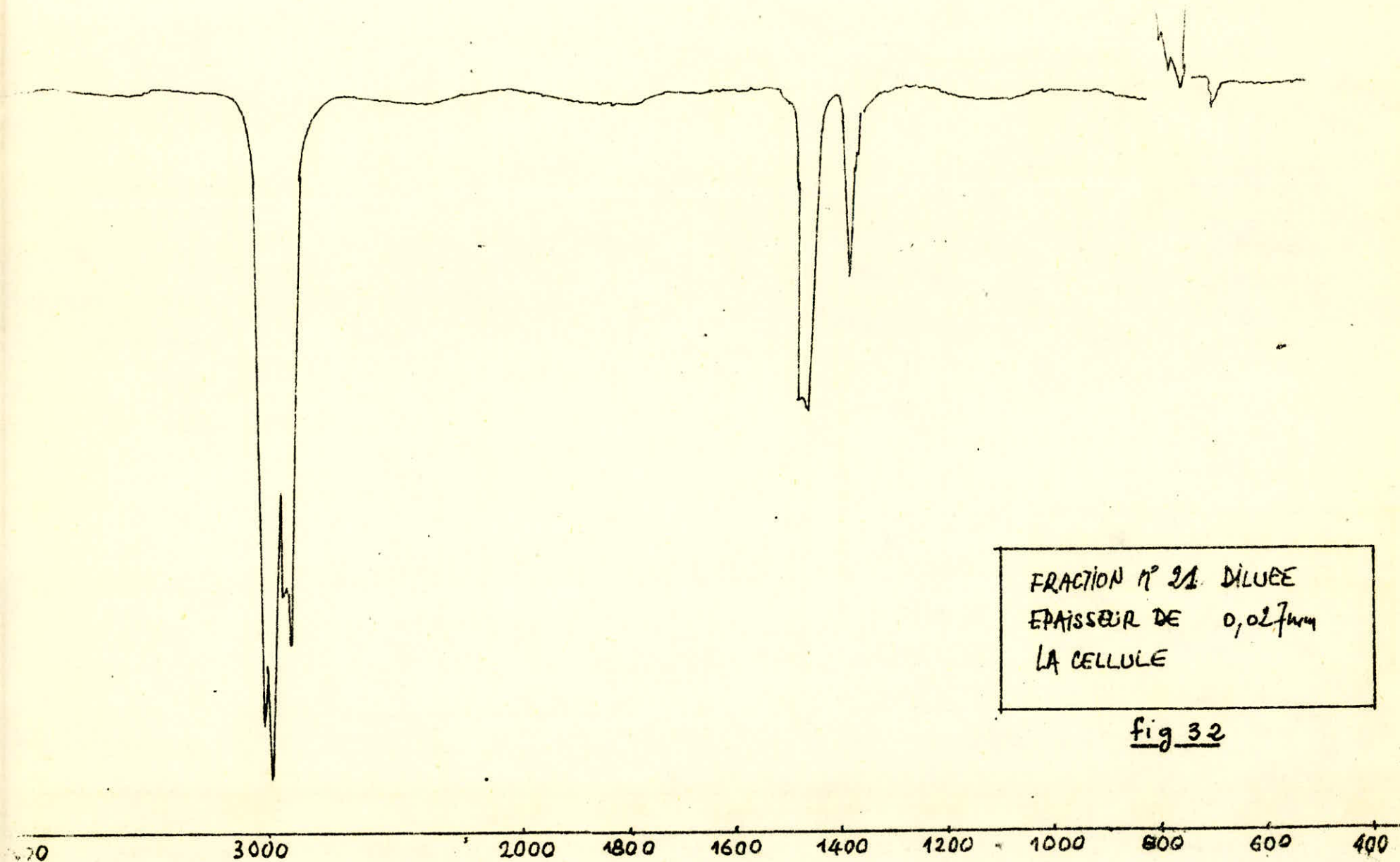
fig 29





FRACTION N° 21 PURE
EPAISSEUR DE 0,027mm
LA CELLULE

fig 31



CHAPITRE IV

RECAPITULATION DES RESULTATS

Dans les pages qui suivent, nous donnons les dossiers des fractions pétrolières avec lesquelles nous avons travaillé. Chaque dossier contient tous les renseignements que nous avons pu recueillir sur chaque fraction.

F R A C T I O N N° 1

P I = 90°C

P F = 99°C

Méthode n.d.p.a

n^D = 1,3976

d^4 = 0,7024

PA = 58,6°C

Kuop = 12,4

PM = 102 g

%CA = 9,5

%CN = 26,4

%Cp = 64,1

Infra - Rouge

% CA = 9,8

Pression = 3 %

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression: 2750 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
450	69,3	6,13	1
726	30,7		

Hydrocarbures identifiés : Benzène et Toluène

Nombre d'aromatiques décelés : 2

F R A C T I O N N° 2

P I = 99°C

P F = 103,5°C

Méthode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4018$

PM = 103 g

$d_{20}^4 = 0,7193$

%CA = 6,5

PA = 56,8°C

%CN = 34,8

Kuop = 12,2

%Cp = 58,7

Infra - Rouge

% CA = 8,2

Pression = 26%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 2750 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
450	9,4	6,13	1
726	90,6		

Hydrocarbures identifiés : Benzène et Toluène

Nombre d'aromatiques décelés : 2

FRACTION N° 3
=====

PI = 103,5°C

PF = 115°C

Méthode n.d.p.a

$N_{20}^D = 1,4109$	PM = 106 g
$d_{20}^4 = 0,7330$	%CA = 11,9
PA = 49,2°C	%CN = 35,5
Kuop = 12	%Cp = 52,6

Infra - Rouge

% CA = 14,3
Pression : 20%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)
Débit : 2 ml / mn
Pression : 2750 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_D
726	/	/	100

Hydrocarbure identifié : Toluène

Nombre d'aromatiques décelés : 1

F R A C T I O N N° 4

P I = 115°C
P F = 123,5°C

Méthode n.d.p.a

N ₂₀ ^D = 1,4087	PM = 115 g
d ₂₀ ⁴ = 0,7355	%CA = 11,4
PA = 54,6°C	%CN = 30,2
Kuop = 12,3	%Cp = 58,4

Infra - Rouge

%CA = 11,8
Pression = 3%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)
Débit : 2 ml / mn
Pression : 1900 Psi

t _R (sec)	%	R _s	R _c
690	97	6	1
1122	3		

Nombre d'aromatiques décelés / 2 .

F R A C T I O N N°5
=====

P I = 123,5°C

P F = 131°C

Méthode n.d.p.a

$N_{20}^D = 1,4090$

PM = 120 g

$d_{20}^4 = 0,7245$

%CA = 9,9

PA = 61,8°C

%CN = 25,6

Kuop = 12,4

%Cp = 64,5

Infra - Rouge

%CA = 11

Pression = 11%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 1900 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
690	58,8	5,3	1
1008	1,7	1,52	1
1122	39,5		

Nombre d'aromatiques décelés : 3

FRACTION N°6
=====

PI = 131°C

PF = 137°C

Méthode n.d.p.a

n_{20}^D	= 1,4435	PM	= 122 g
d_{20}^4	= 0,7409	%CA	= 14,6
PA	= 53,8°C	%CN	= 20,1
Kuop	= 12,3	%Cp	= 65,3

Infra - Rouge

% CA = 17,2
Pression = 18%

Chrom atographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)
Debit : 2 ml / mn
Pression : 1900 Psi

t_R (sec)	R_B	R_C	%c
690			7
1008	4,1	1	9
1122	1,12	0,88	84

Nombre d'aromatiques décelés : 3

F R A C T I O N N°7

P I = 137°C

P F = 145,5°C

Methode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4240$

PM = 125 g

$d_{20}^4 = 0,7506$

%CA = 16,2

PA = 52,6°C

%CN = 28,1

Kuop = 12,1

%Cp = 55,7

Infra - Rouge

% CA = 19,3

Pression = 19%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)

Débit : 2 ML / mn

Pression : 1500 Psi

t_R (sec)	%	R_S	R_C
675	2,5		
1008	28,3	3,96	1,00
1128	69,2	1,03	0,78

Hydrocarbure identifié : Paraxylène

Nombre d'aromatiques décelés : 3

F R A C T I O N N°8

=====

P I = 145,5°C

P F = 151°C

Methode n.d.p.a

n_{20}^D	= 1,4189	PM	= 131 g
d_{20}^4	= 0,7485	%CA	= 10,20
PA	= 57,8°C	%CN	= 32,00
Kuop	= 12,2	%Cp	= 57,80

Infra - Rouge

%CA = 13,1

Pression = 28%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile/eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 1500 Psi

t_R (sec)	%	R_S	R_C
1008	32	1,18	0,80
1128	68		

Hydrocarbure identifié : paraxylène

Nombre d'aromatiques : 2

- 81 -

FRACTION N°9

PI = 151°C
 PF = 157,5°C

Methode n.d.p.a

n ₂₀ ^D = 1,4252	PM = 133 g
d ₂₀ ⁴ = 0,7553	%CA = 13,7
PA = 57,4°C	%CN = 28,0
Kuop = 12,2	%CP = 58,3

Infra - Rouge

%CA = 15,0
 Pression = 9 %

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (40/60)
 Débit : 2 ml / mn
 Pression : 1500 Psi

t _R (sec)	%	R _s	R _c
1008	14,4	1,14	0,27
1128	31,6	∞	1,00
1422	1,7	∞	0,60
1476	10	∞	0,34
1554	31,1	∞	0,21
1614	11,2		

Hydrocarbure identifié : Paraxylène
 Nombre d'aromatiques décelés : 6

F R A C T I O N N°10
=====

PI = 157,5°C
PF = 164,5°C

Methode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4311$

PM = 136 g

$d_{20}^4 = 0,7646$

%CA = 16,6

PA = 53,9°C

%CN = 28,1

Kuop = 12,0

%Cp = 55,3

Infra - Rouge

%CA = 16,4

%Pression = 1%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 1750 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
996	7,2	2,26	0,84
1098	12,1	x	1,00
1506	2,4	x	0,69
1596	4,9	x	0,66
1686	32,4	x	0,49
1830	31,5	x	0,37
1896	9,5		

Nombre d'aromatiques décelés : 7

F R A C T I O N N°11

P I = 164,5°C

P F = 169°C

Méthode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4343$

PM = 140 g

$d_{20}^4 = 0,7701$

%CA = 17,6

PA = 52,7°C

%CN = 28,3

Kuop = 12

% Cp = 54,1

Infra-Rouge

% CA = 18,1

Pression = 3%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression: 1750 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
996	3,2	*	0,62
1098	6,6	*	0,29
1506	7,4	*	0,70
1596	2,4	*	0,28
1686	45,0	*	0,16
1830	35,4		

Nombre d'aromatiques decélés : 6

F R A C T I O N N°12

P I = 169°C

P F = 172°C

Méthode n.d.p.a

n_{20}^D = 1,4350

d_{20}^4 = 0,7706

PA = 55,7°C

Kuop = 12

PM = 142 g

% CA = 17,2

% CN = 26,2

% Cp = 56,6

Infra - Rouge

% CA = 18,1

Pression = 5%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 1750 Psi

t_R (sec)	%	R_S	R_C
996	2,8	1,06	1,00
1098	2,5	3,40	1,00
1506	18,1	1,18	0,80
1686	53,1	*	0,49
1830	23,5		

Nombre d'aromatiques décelés : 5

FRACTION N° 13

PI = 172°C

PF = 175°C

Méthode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4357$

PM = 144 g

$d_{20}^4 = 0,7724$

% CA = 17,6

PA = 54°C

% CN = 27,4

Kuop = 12

% Cp = 55

Infra - Rouge

% CA = 17,3

Pression = 2 %

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (40/60)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 1900 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
1524	17,7	1,19	0,79
1716	46,2	*	0,53
1842	15,4	*	1,00
2880	12,4	*	0,78
3210	8,3		

Nombre d'aromatiques décelés : 5

F R A C T I O N N° 14

P I = 175°C

P F = 178°C

Methode n.d.p.a

n_{20}^D	= 1,4368	PM	= 145 g
d_{20}^4	= 0,7742	%CA	= 17,4
PA	= 55,6°C	%CN	= 26,5
Kuop	= 12	%Cp	= 56,1

Infra - Rouge

% CA = 17,6
Pression = 1%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile - eau (40/60)
Débit : 2 ml / mn
Pression : 1900 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
1560	22,0	1,19	0,80
1752	40,5	x	0,50
1902	11,0	x	1,00
2970	20,3	x	0,78
3390	6,2		

Nombre d'aromatiques décelés : 5

FRACTION N° 15
 =====

PI = 178°C

PF = 182°C

Méthode n.d.p.a

n_{20}^D = 1,4380	PM = 146 g
d_{20}^4 = 0,7784	%CA = 16,5
PA = 56,3°C	%CN = 27,7
Kuop = 12	%Op = 55,8

Infra - Rouge

% CA = 18,1
 Pression : 10%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile - eau (40/60)
 Débit : 2 ml / mn
 Pression : 1900 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
1620	15,1	1,14	0,80
1818	23,5	x	0,56
1962	6,0	x	1,00
3120	34,6	x	0,65
3540	20,8		

Nombre d'aromatiques décelés : 5

F R A C T I O N N°16
=====

PI = 182°C

PF = 184,5°C

Méthode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4391$

PM = 149 g

$d_{20}^4 = 0,7798$

%CA = 16,9

PA = 56,4°C

%CN = 27,2

Kuop = 12

%Cp = 55,9

Infra - Rouge

% CA = 16,5

Pression = 2 %

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile - eau (60/40)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 3500 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
396	6,5	*	0,39
420	10,4	*	0,40
468	3,7	*	0,10
486	4,4	*	0,02
498	3,7	*	0,65
546	31,7	*	0,21
582	39,6		

Nombre d'aromatiques décelés : 7

F R A C T I O N N° 17
=====

PI = 184,5°C

PF = 188°C

Méthode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4399$

PM = 151 g

$d_{20}^4 = 0,7823$

%CA = 16,3

PA = 57,2°C

%CN = 27,6

Kuop = 12

%Cp = 56,1

Infra - Rouge

% CA = 17,1

Pression = 5%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (60/40)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 3500 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
318	0,6		
390	4,6	2,40	1,00
414	9,4	-	0,57
456	2,5	-	0,59
498	8,0	-	0,27
546	33,4	-	0,77
582	28,6	-	0,45
678	3,0	-	0,61
720	3,9	-	0,20
750	2,2	-	0,13
780	3,8	-	0,06

Nombre d'aromatiques décelés = 11

F R A C T I O N N° 18
=====

P I = 188°C

P F = 191°C

Methode n.d.p.a

n ₂₀ ^D = 1,4400	PM = 153 g
d ₂₀ ⁴ = 0,7824	%CA = 16,1
PA = 58,2°C	%CN = 27,1
Kuop = 12,1	%Cp = 56,8

Infra - Rouge

%CA = 15,2
Pression = 6%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (60/40)
Débit : 2 ml / mn
Pression : 3500 Psi

t _R (sec)	%	R _S	R _C
318	1,6	2,67	1,00
390	3,5	*	0,61
414	6,0	*	0,70
462	3,3	*	0,43
504	7,6	*	0,78
546	36,7	*	0,56
588	21,4	*	0,61
684	4,1	*	0,24
726	5,4	*	0,11
750	4,0	*	0,08
792	6,5	*	

Nombre d'aromatiques décelés : 11

F R A C T I O N N° 19

P I = 191 °C

P F = 197,5 °C

Infra - Rouge

n_{20}^D = 1,4407	PM = 156 g
d_{20}^4 = 0,7827	%CA = 16,4
PA = 59,1 °C	%CN = 25,8
Kuop = 12,1	%Cp = 57,8

Infra - Rouge

% CA = 15,1
 Pression = 8%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (60 / 40)
 Débit : 2 ml / mn
 Pression : 3500 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
318	4,7	2,89	0,95
396	2,0	⌘	0,50
420	2,6	⌘	0,70
468	2,5	⌘	0,55
510	7,4	⌘	0,76
552	35,2	⌘	0,54
600	21,7	⌘	0,45
690	4,5	⌘	0,17
732	5,5	⌘	0,05
762	4,8	⌘	0,05
804	9,1	⌘	

Nombre d'aromatiques décelés = 11

F R A C T I O N N° 20

=====

PI = 197,5°C

PF = 200,5°C

Méthode n.d.p.a

n ₂₀ ^D = 1,4415	PM = 160 g
d ₂₀ ⁴ = 0,8737	%CA = 16,9
PA = 58,6°C	%CN = 25,6
Kuop = 12,1	%Cp = 57,5

Infra - Rouge

% CA = 15,6

Pression = 8%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile-eau (60/40)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 3500 Psi

t _R (sec)	%	R _S	R _C
324	18,0	2,89	0,96
402	1,2	*	0,61
426	1,1	*	0,99
474	2,1	*	0,68
510	9,0	*	0,77
558	21,4	*	0,61
606	20,4	*	0,48
696	6,0	*	0,16
744	5,7	*	0,06
780	7,0	*	0,10
816	8,1	*	0,10

Nombre d'aromatiques décelés = 11

F R A C T I O N N° 21

P I = 200,5°C

P F = 202 °C

Méthode n.d.p.a

n_{20}^D = 1,4430	PM = 161 g
d_{20}^4 = 0,7880	%CA = 16,4
PA = 58,8 °C	%CN = 28,8
Kuop = 12	%Cp = 54,8

Infra - Rouge

% CA = 15,6
 Pression = 5%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile - eau (60/40)
 Débit : 2 ml / mn
 Pression : 3500 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
336	24,0		0,88
414	0,7	2,46	0,50
438	0,5	⌘	0,86
486	3,7	⌘	0,70
528	12,0	⌘	0,66
564	28,8	⌘	0,85
708	5,8	⌘	0,08
750	4,2	⌘	0,15
792	11,7	⌘	0,15
828	5,3	⌘	0,11
858	5,5	⌘	

Nombre d'aromatiques décelés = 11

F R A C T I O N N° 22

P I = 202 °C

P F = 205 °C

Méthode n.d.p.a

n_{20}^D = 1,4448	PM = 162 g
d_{20}^4 = 0,7914	%CA = 17,0
PA = 57,6°C	%CN = 27,4
Kuop = 12	%Cp = 55,6

Infra - Rouge

% CA = 14,6
 Pression = 14%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile - eau (60/40)
 Débit : 2 ml / mn
 Pression : 3500 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
330	32,4	2,73	0,97
486	1,5	x	0,62
528	6,1	x	0,42
564	19,0	x	0,37
648	8,6	x	0,21
732	9,0	x	0,12
798	8,7	x	0,07
822	4,3	x	0,02
864	10,4		

Nombre d'aromatiques décelés = 9

F R A C T I O N N°23

P I = 205°C

P F = 209°C

Méthode n.d.p.a

$n_{20}^D = 1,4464$

$d_{20}^4 = 0,7943$

PA = 57,1°C

Kuop = 12,1

PM = 165 g

%CA = 17,5

%CN = 27,5

%Cp = 55

Infra - Rouge

% CA = 16,5

Pression = 6%

Chromatographie

Solvant : Acétonitrile - eau (60 / 40)

Débit : 2 ml / mn

Pression : 3500 Psi

t_R (sec)	%	R_s	R_c
330	38,0	3,57	0,98
480	2,4	*	0,77
528	7,7	*	0,49
564	10,4	*	0,54
660	7,1	*	0,40
738	9,6	*	0,30
804	13,1	*	0,23
870	11,7	*	

Nombre d'aromatiques décelés = 8

C O N C L U S I O N

Les trois méthodes d'analyse utilisées nous donne une idée globale sur les fractions pétrolières . La chromatographie en phase liquide nous permet de connaître le nombre d'aromatiques présents dans chaque fraction la méthode n.d.p.a les pourcentages des trois grandes familles d'hydrocarbures. Par comparaison avec les valeurs trouvés par cette méthode, nous considérons que l'infra - rouge donne des résultats assez valables .

L'étude que nous avons faite s'avère finalement incomplète. La chromatographie en phase liquide donne des résultats appréciables mais cette analyse n'est pas suffisante puisque nous nous sommes limités à la détection d'aromatique. Pour avoir une meilleure idée sur la composition de chaque fraction, il serait souhaitable de travailler avec les deux détecteurs c'est à dire avec l'ultra - violet et le réfractive Index .

Dans cette étude, nous avons utilisé deux concentrations différentes de solvant (Acétonitrile - eau (40/60) pour les premières fractions et Acétonitrile -eau(60/40) pour les dernières). L'utilisation d'un gradient donnerait vraisemblablement de meilleurs résultats .

Pour avoir une meilleure idée sur les performances de la chromatographie en phase liquide pour la séparation d'hydrocarbures, il serait utile de travailler en chromatographie en phase gazeuse pour faire une comparaison . De nos jours, la chromatographie en phase gazeuse est considérée comme l'une des meilleures méthodes de séparation des produits pétroliers .

BIBLIOGRAPHIE

-----oD\$Oo-----

- P . WUITHIER - Raffinage et Génie chimique Tome 1
- FC THYRION - Cours de méthodes Instrumentales d'analyse Chimique
E . N . P ALGER 1973
- Equipe de RECHERCHES - E R A - 474 - Stage de chromatographie liquide à
haute performance - LYON - FEVRIER 1976
- WATERS - Liquide chromatography - PARIS 1970
- J.R. DYER - Spectroscopie d'absorption - PARIS 1970

