



Faculté de Technologie  
Département Génie des Procédés

## *Mémoire de Master*

En vue de l'obtention du diplôme de MASTER

*Filière : Génie des procédés*

*Spécialité : Génie Chimique*

## THEME

La contribution à la mise en place d'une approche pour la surveillance des huiles diathermiques en service

**Présenté par :**

- Saoudi Hayet
- Sahraoui Aya

Soutenu le : 25/06/2023

**Encadrer par :** Mohammedi.Chahinez

**Devant le jury :**

Membres du jury	Qualité	Etablissement
Messaoud Hachemi	Présidente	Univ. Boumerdes
Mme Bandou	Examinatrice	Univ. Boumerdes
Aissat Fetta	Promotrice	Univ. Boumerdes

Promotion: 2022/2023

## Remerciements

Je remercie Dieu le tout puissant pour la force qu'il m'a donné pour mener à terme ce modeste travail.

Je tiens à remercier très sincèrement, Madame F. AISSAT, mon encadreur de mémoire, Professeur à l'université des sciences et de la technologie M'hamed bougara-boumerdes, pour son aide précieux, pour ses remarques pertinentes et surtout pour le temps qu'elle m'a accordé et ceci malgré ses nombreuses charges.

Je tiens à remercier, Monsieur HAMOUCHE AKSAS, chef de Département de génie des procédés de la faculté de technologie M'hamed bougara-boumerdes.

Je tiens beaucoup à remercier madame CH. MOHAMMEDI, ingénieur d'analyse au sein de la division technologie et développement, CRD, Boumerdes, notre co-encadreur pour ses orientations, conseil et sa méthodologie qui m'a permis d'accomplir ce travail.

Je remercie sincèrement tous les membres du jury, d'avoir accepté de lire et de juger ce Mémoire.

Je tiens à remercier, Monsieur directeur de la division Gisement, pour la confiance qu'il m'a accordé dès mon arrivée dans la division. Ses encouragements constants, ses conseils m'ont été d'une aide précieuse.

Je tiens à remercier, Madame K. BOUFADENE, chef de Département de la division Caractérisation des produits pétroliers stabilisés, Direction Gisement/DTD Boumerdes.

Je remercie, vont à tous le personnel du laboratoire de Département Caractérisation des Produits Pétroliers Stabilisés, pour leur aides et orientation durant mon stage.

Mes derniers remerciements, à tous les professeurs du génie des procédés pour leur dévouement et leur assistance tout au long de nos études universitaires.

Un grand merci à tous.

# *Dédicaces*



Je tiens tout d'abord à remercier le bon « dieu » de m'avoir aidé à Réaliser ce modeste travail que je dédie :

A Ma chère mère FADILA, et mon cher père ALI, Nulle dédicace ne peut exprimer mes sincères sentiments envers mes chers parents que j'aime de tout mon cœur, qui font tous les jours preuve d'une patience illimitée, une aide précieuse et un Encouragement continu.

A Mes chers frères MOHAMMED AYMEN et ABEDE RAHMAN et BADER EDDINE et CHAMS EDDINE qui m'ont soutenu, encouragé et aidé tout au long de mes études.

A Mon soutien moral et source de joie et de bonheur, mon fiancé « MARWANE » pour l'encouragement et l'aide qu'il m'a toujours accordé.

A Toute ma famille « SAHRAOUI », et la famille de BOUROUROU, source d'espoir et de motivation.

A Mon cher binôme « SAOUDI HAYET » et à toute sa famille.

A Mes meilleures amies SARAH LOUBNA AMEL YASMINE AMEL LAMIA CHERIFA MARIEM avec qui j'ai passé des moments formidables je vous aime toutes.

Et A toutes personnes qui m'a aidé, encouragé et soutenu durant la réalisation de ce mémoire.

Je vous remercie tous.

 SAHRAOUI Aya

## Dédicace

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire que je dédie :

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir ; à toi mon père

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; maman que j'adore.

A mes chères sœurs

HALIMA et ses enfants, ISRAA, ABEDE RAHMAN et AYOUB.

KHADIDJA et ses filles SOUNDIOUS, MARIA et ALAA.

Mes frères AMINE et SOUHIAB

Je dédie ce travail dont le grand plaisir leurs revient en premier lieu pour leurs conseils, aides, et encouragements

A mon fiancé BILAL pour son encouragement et Son soutien.

Et à toute la famille de SAOUDI et DOUKHAL

A mon meilleur binôme SAHRAOUI AYA et sa famille

A mes meilleures amies WIAM, MERIEM, SARAH, LOUBNA, AMEL, IMANE, ZAINAB, LAMIA, CHERIFA avec qui j'ai passé des moments formidables je vous aime toutes.

Et a toutes personne qui m'a aidé, encouragé et soutenu durant la réalisation de ce mémoire.

Je vous remercie tous.

**SAOUDI HAYET**

# SOMMAIRE

	Page
Remerciement	I
Dédicace	II
Sommaire	III
Liste des tableaux	IV
Liste des figures	V
Liste des abréviations	VI
Introduction générale	1
<b>Chapitre I : Les fluides caloporteurs</b>	
Introduction	3
I.1 Définition d'un fluide caloporteur	3
I.2 Le rôle d'un fluide caloporteur	3
I.3 Critères de choix des fluides caloporteurs	4
I.3.1 Critères liés au domaine d'utilisation du fluide	4
I.3.2 Critères liés à l'exploitation de l'installation	5
I.3.3 Critères technico-économiques liés	5
I.3.4 Critères énergétiques	6
I.4 Propriétés des fluides caloporteurs et leurs principales applications	6
I.4.1 Gaz	6
I.4.1.1 Principaux gaz caloporteurs, propriétés physico-chimiques	6
I.4.1.2 Principales applications des gaz comme fluides caloporteurs	7
I.4.2 Eau	8
I.4.2.1 Principales propriétés physico-chimiques	8
I.4.2.2 Principales applications de l'eau sous forme liquide	8
I.4.2.3 Principales applications de l'eau sous forme vapeur saturée	8
I.4.3 Sels fondus	9
I.4.3.1 Principaux Sels fondus, propriétés physico-chimiques	9
I.4.3.2 Principales applications des sels fondus comme fluides caloporteurs	9
I.4.4 Métaux liquides	9
I.4.4.1 Propriétés physico-chimiques	9
I.4.4.2 Principales applications des applications des métaux liquides comme fluides caloporteurs	10
I.4.5 Fluides organiques	10
I.4.5.1 Les huiles synthétiques	10
I.4.5.2 Fluides halogénés	11
I.4.5.3 Huiles minérales	11
I.4.5.1 Domaine d'application et choix d'un fluide organique	12
I.5 Fluides caloporteurs dans l'industrie pétrolière en Algérie	14
I.6 Avantages d'un fluide caloporteur	14
Conclusion	14
<b>Chapitre II : Procédés de fabrication des huiles de bases</b>	
Introduction	15

II.1 Définition des huiles de base	15
II.2 Le procédé de fabrication des huiles de bas	15
II.2.1 Unité de distillation sous vide du BRA	15
II.2.2 Unité désalphatage du RSV par le propane	15
II.2.3 Extraction des hydrocarbures aromatiques	16
II.2.4 Unité déparaffinage au MEC-Toluène	16
II.2.5 Traitement de finition	16
II.3 Composition des huiles de base	17
II.4 Les additifs	18
A. Les anti-oxydants	18
B. Les détergents	18
C. Les dispersants	18
D. Les anti-usures	19
E. Les anti-rouilles	19
F. Les additifs anti-corrosifs	19
G. Les améliorants d'indice de viscosité (AVI)	19
H. Les abaisseurs de point d'écoulement	19
I. Les anti-mousses	19
J. Les réducteurs de frottements	19
<b>Chapitre III : Les huiles diathermiques</b>	
Introduction	21
III.1 Définition d'une huile diathermique	21
III.2 Origine des huiles diathermiques	21
III.2.1 Huiles d'origine naturelle	21
III.2.2 Huiles d'origine minérales	21
III.2.3 Huiles d'origine synthétique	22
III.3 Les huiles neuves et les huiles en service	23

III.3.1 Huiles neuves	23
III.3.2 Huile en services	23
III.3.3 Types d'huiles usagées	23
III.4 Altération des huiles	24
III.4.1 Oxydation	24
III.4.1.1 Mécanismes d'oxydation	24
III.4.2 Contamination	25
III.5 Le rôle des huiles diathermique	26
III.5.1 Introduction	26
III.5.2 Avantages de l'huile diathermique dans le secteur industriel	26
III.5.3 Avantages de mode d'exploitation de l'huile thermique dans les installations industrielles	27
III.5.4 Domaines d'application de l'huile thermique	27
III.6 Le craquage thermique	28
III.6.1 Le but de craquage thermique	28
III.6.2 Les propriétés d'un craquage thermique	29
<b>Chapitre IV : Les caractéristiques des huiles diathermiques</b>	
Introduction	30
IV.1. Propriétés massique	30
IV.1.1. Masse volumique	30
IV.2. Propriétés rhéologiques	31
IV.2.1. Généralité	31
IV.2.2. Viscosité :	31
IV.2.3. Indice de viscosité	31
IV.2.4. Effet de la température sur la viscosité des huiles	32
IV.3. Propriétés optiques	32
IV.3.1. Généralité	32
IV.3.2. la couleur	32
IV.4. Propriétés thermiques	33
IV.4.1. Généralités	33
IV.4.2. le point d'éclairer	33
IV.4.3. Le point de feu	34

IV.4.4. point d'écoulement	34
distillation sous vide	34
IV.5. Propriétés chimiques	35
IV.5.1. Acide totale number	35
IV.5.2. Teneur en eau	35
IV.5.3. Teneur en résidu de carbone	35
IV.5.4. la chromatographie	36
IV.6. Huile TORADA TC 32	36
IV.6.1 Définition	36
IV.6.2 Utilisation de TORADA TC32	36
IV.6.3 Propriétés physico-chimiques de TORADA TC 32	37
<b>Chapitre V : Partie expérimentale</b>	
Introduction	38
Problématique du sujet	38
V.1 Site de provenance de l'huile TORADA TC 32 (GASSI TOUIL)	38
V.1.1 Contrôle du système d'huile chaude	38
V.1.2 Démarrage du système d'huile chaude	39
V.1.2.1 Préparation des réchauffeurs	39
V.1.2.2 Circulation de l'huile chaude	39
V.1.2.3 Chauffage de l'huile	40
V.2 Matériels et Matériaux utilisés	43
V.3 Protocole expérimentale	46
V.3.1 Détermination des caractéristiques physico - chimiques de l'huile neuve	46
V.3.2 Analyses de l'huile TORADA TC 32 en service	47
V.3.2.1 Récapitulatif des échantillons utilisés	47
V.3.3 Les principes et les modes opératoires	48

V. 3.3.1 La masse volumique	48
V. 3.3.2 Viscosité cinématique	48
V. 3.3.3 Indice de viscosité	49
V. 3.3.4 Teneur en eau par Karl Fischer	49
V. 3.3.5 Le point d'éclair	50
V. 3.3.6 Acide total number	50
V. 3.3.7 La couleur	52
V. 3.3.8 Le point d'écoulement	52
V. 3.3.9 Teneur en résidu de carbone	53
V. 3.3.10 La distillation sous vide	53
V.3.3.11 La Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS)	54
V.3.4 les différents résultats d'analyses de l'huile en service	54
V.4 Solutions d'amélioration des caractéristiques physico-chimiques de l'huile TORADA TC 32	56
Introduction	56
VI .4.1 Huile en service TORADA TC 32 à différents mélanges	56
VI.4.1.1 Les mélanges des constituants	56
VI.5 Augmentation de la pression de service selon le logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel-Calculatore )	56
VI.5.1 Principe du logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel- Calculatore )	57
<b>Chapitre VI : Résultats et discussions</b>	
Introduction	58
VI .1 Détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile neuve	58
VI .2 les différents résultats d'analyses concernant les caractéristiques de l'huile TORADA TC 32	58
VI.3 Solutions d'amélioration des caractéristiques physico-chimiques de l'huile TORADA TC 32	66
VI.3.1 Différents mélanges concernant les caractéristiques l'huile TORADA TC 32	66
VI.4 Augmentation de la pression de service selon le logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel-Calculatore ) .	71
Conclusion générale	72

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Nom</b>	<b>Page</b>
Tableau I.1 : Principaux critères de choix des fluides organiques	12
Tableau V.2 : Propriétés et caractéristiques de TORADA TC 32	45
Tableau V.3 : Produits chimiques utiliser pour TAN	46
Tableau V.4 : Produits chimiques utiliser pour la Turner en eau Karl Fisher	46
Tableau V.5 : Analyse physico_ chimique de l'huile TORADA TC 32 Neuve	47
Tableau V.6 : Récapitulatif des échantillons utiliser	47
Tableau V.7 : les différents résultats d'analyses concernant les caractéristiques de l'huile TORADA TC 32	55
Tableau VI.8 : hydrocarbures présents uniquement dans l'huile en service TORADA TC 32	65
Tableau VI.9 : Les différents mélanges des constituants	56
Tableau VI.10 : les différents résultats d'analyses des mélanges concernant les caractéristiques de l'huile TORADA TC 32	66

## LISTE DES FIGURES

<b>Nom</b>	<b>Page</b>
Figure V.1 : chargement et circulation de l'huile caloporteur (TARADA TC32)	42
Figure V.2 : densimètre	43
Figure V.3 : viscosimètre	43
Figure V.4 : Appareil de mesure le point d'éclair	43
Figure V.5 : Appareil de mesure le point d'écoulement	43
Figure V.6 : Appareil de mesure la couleur ASTM	44
Figure V.7 : Appareil de mesure le total acide number	44
Figure V.8 : Appareil de mesure le point initiale d'ébullition	44
Figure V.9 : Appareil de mesure la teneur en eau	44
Figure V.10 : Appareil de mesure la teneur en résidu de carbone	44
Figure V.11 : Appareil de mesure la Chromatographie	44
Figure V.12 : Le tube	48
Figure V.13 : Balance	49
Figure V.14 : La vase	50
Figure V.15 : solvant de titrage (solution A)	51
Figure VI.16 : Logiciel PILODIST / Maxwell-Bonnel-Calculatore	57
Figure VI.17 : Histogramme représentant les évolutions de la masse volumique à 20°C de l'huile en service en fonction de temps	59
Figure VI.18 : Histogramme représentant les évolutions de la masse volumique à 15°C de l'huile en service en fonction de temps	59
Figure VI .19 : Histogramme représentant les évolutions de la viscosité à 40°C de l'huile en service en fonction de temps	60
Figure VI .20 : Histogramme représentant les évolutions de la viscosité à 100°C de l'huile en service en fonction de temps	60
Figure VI .21 : Histogramme représentant les évolutions de la Teneur en eau de l'huile en service en fonction de temps	61
Figure VI .22 : Histogramme représentant les évolutions de point d'éclair de l'huile en service en fonction de temps	61
Figure VI .23 : Histogramme représentant les évolutions de point de feu de l'huile en service en fonction de temps	62
Figure VI .24 : Histogramme représentant les évolutions de l'acide total number de l'huile en service en fonction de temps	62
Figure VI .25 : Histogramme représentant les évolutions de la couleur ASTM de l'huile en service en fonction de temps	63
Figure VI .26 : Histogramme représentant les évolutions du point d'écoulement de l'huile en service en fonction de temps	63
Figure VI .27 : Histogramme représentant les évolutions de la Teneur en résidu de carbone de l'huile en service en fonction de temps	64

Figure VI .28 : Histogramme représentant les évolutions du Point initial d'ébullition de l'huile en service en fonction de temps	64
Figure VI .29 : Courbe représentant les évolutions du chromatogramme de l'huile neuve et en service en fonction de temps	65
Figure VI.30 : Variation de La viscosité cinématique à 40°C en fonction des mélanges	67
Figure VI.31 : Variation de La viscosité cinématique à 100°C en fonction des mélanges	67
Figure VI.32 : Variation de La masse volumique à 15°C en fonction des mélanges	68
Figure VI.33 : Variation de La masse volumique à 20°C en fonction des mélanges	68
Figure VI.34 : Variation du Point de feu en fonction des mélanges	69
Figure VI.35 : Variation du point d'éclair à vase ouvert en fonction des mélanges	69
Figure VI.36 : Variation du Point initial d'ébullition en fonction des mélanges	70
Figure VI.37 : Variation du Teneur en résidu de carbone en fonction des mélanges	70

## LISTE DES ABREVIATION

ASTM	American Society for Testing and Materials
TAN	Total Acid Number
HS	Huile en service
HN	Huile neuve
M1	Mélange N°1
M2	Mélange N°2
M3	Mélange N°3
M4	Mélange N°4
M21	Mars-2021
M22	Mars-2022
M23	Mars-2023
Sept-22	Septembre-2022

## Introduction générale

L'Algérie est un producteur d'huiles thermiques. Le fabricant et développeur d'huiles essentielles en Algérie est NAFTEC à Arzew. Il a la capacité de produire, en huiles essentielles environ 9 000 tonnes par an en 2016

L'huile diathermique est un fluide caloporteur, un liquide visqueux provenant de l'industrie du raffinage du pétrole brut, très utilisé dans les systèmes de régulation de température, en raison de sa température d'ébullition élevée aux conditions de pression atmosphérique, entre 400 °C et 500 °C, et de son bas point de congélation, lorsque l'huile du système est fraîche et propre, le processus de production bénéficie de performances optimales.

Cependant, même dans les meilleures conditions, l'huile a tendance à être contaminée. Parmi les contaminants figurent le soufre, la poussière et l'eau qui altèrent les propriétés de l'huile (performance et durée de vie) entraînant une détérioration des équipements, des pertes de production et des dommages coûteux.

L'huile de base dans laquelle les additifs ont été mélangés est un produit dont les propriétés physiques et chimiques doivent être préservées au maximum. Ces propriétés sont principalement la viscosité, le point de déversement, la densité, la couleur ...

Le but de cette étude est de déterminer, les méthodes utilisées pour l'analyse de l'huile en service et d'expliquer les causes de la contamination et le craquage thermique. Pour parvenir, une série d'analyses ont été menées au sein du Centre R&D de SONATRACH

- Le mémoire s'articule autour des chapitres suivants :

Le premier chapitre est consacré aux fluides caloporteurs

Le deuxième chapitre est réservé aux procédés de fabrication des huiles de bases, à la composition des huiles de base et les substances chimiques qui améliorent les caractéristiques et performances des huiles de base (Les additifs).

Le troisième chapitre est consacré aux généralités sur les huiles diathermiques, démarrage du système d'huile chaude et Le craquage thermique.

Le quatrième chapitre en globe les caractéristiques des huiles diathermiques

Les deux derniers chapitres traitent du protocole expérimentale et des résultats et discussions.

Nous terminons notre mémoire par une conclusion générale liée aux principaux résultats de cette étude ainsi que des perspectives.

## Introduction

Les fluides caloporteurs les plus courants sont la vapeur et l'eau, et si la température est supérieure au point de congélation de l'eau (0°C) et inférieure à environ 175°C, le choix se porte généralement entre ces deux fluides. D'autre part, si la température d'application est inférieure au point de congélation de l'eau ou supérieure à environ 175°C, il est nécessaire, ou au moins souhaitable, de considérer d'autres fluides.

Pour une température inférieure au point de congélation de l'eau, les fluides caloporteurs les plus courants sont l'air, les réfrigérants tels que les hydrocarbures halogénés, l'ammoniac, les saumures et/ou les solutions de glycol et d'eau.

Lorsque la température augmente au-dessus de 175°C, la pression de vapeur de l'eau augmente rapidement et les problèmes de résistance structurelle pour l'équipement de traitement deviennent de plus en plus graves. Ainsi, avec les systèmes à haute température, il devient de plus en plus important de considérer les fluides avec des pressions de vapeur inférieures à l'eau. C'est une raison pour laquelle **l'huile diathermique** est nécessaire.

Dans ce chapitre, nous limiterons exclusivement à la description des fluides caloporteurs Définition, Le rôle, Critères de choix, Propriétés et leurs principales applications et Conclusion [1]

## I.1 Définition d'un fluide caloporteur

Les processus de production nécessitent le chauffage d'un produit à des températures exigées par le procédé, pour ce la, deux modes de Les processus de production nécessitent le chauffage d'un produit chauffage peuvent être identifiés :

Le produit est chauffé directement par des gaz de combustion, par des résistances électriques, ou chauffage par rayonnement (brûleurs).

Le produit est chauffé indirectement, dans ce cas la chaleur soit obtenue par combustion soit dans une chaudière ou des fours (boucles de chauffage), le fluide circulant dans la circuit ou la boucle peut alors jouer plusieurs rôles. Lorsque ce fluide effectue un, simple transport de chaleur, on le dit **fluide caloporteur**. [1]

## I.2 Le rôle d'un fluide caloporteur

Est d'assurer le transport de la chaleur d'une source thermique à un puits thermique, tout en respectant un certain nombre de contraintes :

– **contraintes techniques** telles que la réduction des pertes thermiques ou une faible consommation d'énergie de transport du fluide. Elles sont condition\_nées par les propriétés

Thermodynamiques et thermo-physiques telles que la masse volumique, la capacité thermique ou chaleur latente pour les fluides à changement de phase, la viscosité dynamique.

– **contraintes de sécurité et environnementales** (en particulier, effet sur la couche d'ozone et contribution à l'effet de serre) et qui prennent une place déterminante dans le choix des fluides. Elles sont conditionnées par des réglementations en constante évolution qui intègrent les critères traditionnels de toxicité, d'inflammabilité, de sécurité pour les personnes et les produits, d'explosivité mais également d'impact sur la couche d'ozone et surtout de contribution à l'effet de serre .

– **contraintes économiques** le coût du fluide lui-même, la structure et le coût du réseau de distribution de chaleur, la taille des auxiliaires de pompage, de compression ou de ventilation sont directement déterminés par les propriétés thermodynamiques des fluides. Les échangeurs de chaleur intégrés à ce réseau (notamment aux sources et puits de chaleur) sont partiellement dimensionnés par les propriétés « calovectrices » des fluides telles que la conductivité de ces fluides.

Selon leurs applications, les fluides caloporteurs peuvent être des gaz (azote, hélium...), de l'eau, des fluides organiques, des sels fondus ou des métaux liquides. Les développements actuels portent sur des fluides, dits nanofluides, dans lesquels sont introduites des nanoparticules qui présentent l'avantage d'accroître de façon significative la conductivité thermique du fluide. Ces développements restent limités au niveau pré industriel mais peuvent constituer à terme une évolution importante de la technologie des fluides thermiques. [2]

### I.3 Critères de choix des fluides caloporteurs [3]

#### I.3.1 Critères liés au domaine d'utilisation du fluide

Le premier critère de choix d'un fluide caloporteurs est basé sur le domaine de température d'utilisation, c'est-à-dire les valeurs minimale et maximale d'utilisation

**La valeur minimale d'utilisation** est la température de congélation. Elle représente évidemment une limite à ne pas dépasser. Dans de nombreux cas pratiques, on préfère utiliser le seuil de pompabilité, lorsque celui-ci est connu : c'est la température au-dessous de laquelle il est impossible d'utiliser une pompe centrifuge.

**La valeur maximale d'utilisation** est conditionnée par deux paramètres distincts :

la pression maximale de fonctionnement du circuit

Contenant le fluide qui détermine la température de saturation maximale admissible. Un fluide présentant une basse pression de saturation permet d'éviter des constructions coûteuses et de limiter les contraintes réglementaires associées aux dispositifs sous pression. Les données qui

sont généralement fournies par les fabricants de fluides sont la température de saturation à la pression atmosphérique et, parfois, la courbe de saturation pression-température .

## Le seuil de température de décomposition

Qui est un facteur essentiel pour certains fluides comme les fluides organiques dont la stabilité thermique est limitée. Cette connaissance est nécessaire pour limiter les risques d'encrassement des parois d'échangeur, augmenter la durée de vie du fluide et enfin limiter les risques d'incendie liés à la formation de produits plus volatils.

### **I.3.2 Critères liés à l'exploitation de l'installation**

Ces critères correspondent aux limitations liées à l'utilisation et à l'exploitation, ces limitations sont de différents ordres.

Tenue des performances dans le temps de l'installation : l'absence d'agressivité des fluides vis-à-vis des matériaux courants, limite les risques de corrosion des équipements et d'encrassement des surfaces d'échange.

Les risques d'incendie sont caractérisés par le point d'éclair ou le point d'inflammabilité et par le point de feu ou de température de combustion, ces risques peuvent présenter pour les huiles synthétiques de types aromatiques.

Les risques d'explosion sont caractérisés par les limites inférieures et supérieures

Les risques toxiques.

### **I.3.3 Critères technico-économiques liés**

à l'installation recevant les fluides caloporteurs Les coûts associés à l'installation recevant les fluides caloporteurs sont de deux types :

- **les coûts d'investissement**

Dans le cas d'un circuit recevant un fluide caloporteur, les principaux organes du circuit sont le dispositif de chauffe (électrique, à combustion, par exemple), les pompes ou ventilateurs, l'échangeur qui permet de transférer la chaleur au produit, les éléments de tuyauterie (canalisation, vannes, clapets...).

Dans le cas d'un circuit recevant un fluide frigopporteur, nous retrouvons la quasi-totalité des éléments précédents à l'exception du dispositif de chauffe qui est remplacé par un groupe de réfrigération, lequel comprend un évaporateur (en contact avec le fluide frigopporteur), un condenseur, un compresseur et un détendeur ;

- **les coûts d'exploitation**

Ceux-ci sont essentiellement liés aux dépenses énergétiques de l'installation mais également, à moindre titre, au coût du fluide caloporteur et frigopporteur qui peut être soit régulièrement retraité (ajustement de pH, injection d'inhibiteur de corrosion...), soit vidangé et renouvelé ou complété. L'emploi de frigopporteurs bi-phasiques (CO<sub>2</sub> ou coulis) permet de limiter la surconsommation électrique par rapport à un système direct grâce à la réduction du débit de

pompage et la quasisuppression de l'écart de température sur le frigoporteur. Le gain est supérieur à 10 %.

### I.3.4 Critères énergétiques

Comme nous l'avons signalé précédemment, évaluer la dépense énergétique d'un dispositif utilisant un fluide caloporteur est un exercice délicat car cette dépense doit intégrer le terme direct (puissance de pompage pour un circuit de chauffe). Nous privilégierons un critère de type coefficient de performance « C », qui s'exprime par le rapport entre la puissance thermique fournie au produit ( $P_r$ ) et la puissance de pompage ( $P_p$ ) nécessaire à la circulation de fluide caloporteur dans l'échangeur fluide/produit et cela à même vitesse de circulation du fluide, même écart de température entre le fluide caloporteur et géométrie d'échangeur inchangée :

$$C = P_r / P_p$$

Si le coefficient de transfert entre le produit et l'échangeur ( $h_p$ ) est très supérieur au coefficient de transfert entre le caloporteur et l'échangeur ( $h_{fc}$ ) et que les résistances thermiques soit négligeables, alors le coefficient C se ramène à :

$$C = h_{fc} \cdot TLM \cdot A_{\text{éch}} / P_p$$

La puissance de pompage «  $P_p$  » est égale au produit du débit volumique du fluide et de la perte de pression

## I.4 Propriétés des fluides caloporteurs et leurs principales applications [2]

Les principaux fluides caloporteurs sont les gaz sous forme d'azote, d'hélium, d'air, de dioxyde de carbone et de vapeur d'eau caractérisé par un médiocre pouvoir calovecteur et caloporteur : toutefois, leur grande disponibilité pour certains et leurs applications à très haute température pour d'autres en font des fluides couramment utilisés dans les procédés industriels.

Pour des procédés industriels fonctionnant jusqu'à des températures de 350°C, Les fluides organiques sous forme d'huile minérale ou synthétique peuvent trouver de larges applications. Les fluides halogénés de type PFC ou HFE trouvent des usages où leur rigidité diélectrique et leur volatilité s'appliquent à des procédés de refroidissement ou de production en électronique. Les usages à plus haute température imposent des fluides caloporteurs de type sels fondus voire métaux liquides dont la mise en œuvre reste délicate malgré des propriétés physiques particulièrement favorables.

### I.4.1 Gaz

#### I.4.1.1 Principaux gaz caloporteurs, propriétés physico-chimiques

L'azote, l'air, l'hélium, le dioxyde de carbone et la vapeur d'eau surchauffée sont les principaux gaz caloporteurs. Ce sont, à l'exception de l'air, des composés simples. Par

ailleurs, les gaz de combustion, lorsqu'ils sont transportés hors de la chaudière pour y céder leur chaleur sensible ou latente, jouent le rôle de fluide caloporteur contenant une forte proportion d'azote.

Les principaux gaz caloporteurs sont ininflammables, non dangereux pour la santé en concentration modérée, à faible impact environnemental et stables sur un grand domaine de température et de pression.

- **L'hélium**

par sa masse molaire très faible, présente une masse volumique très différente des autres gaz caloporteurs ( $0.18 \text{ kg/m}^3$ ). Il possède une grande capacité thermique massique ( $5 \text{ J/kg.K}$ ) soit environ six fois celle de l'air.

- **Le dioxyde de carbone**

par opposition à l'hélium, est très dense ( $2 \text{ kg/m}^3$ ) il permet d'offrir une bonne capacité thermique volumique ( $1500 \text{ J/m}^3 \cdot \text{K}$ ). À basse température son usage est limité par sa température de point triple qui se situe à  $-78,9^\circ\text{C}$  à la pression atmosphérique.

- **L'air**

Par sa disponibilité, est le caloporteur le plus fréquemment utilisé malgré des caractéristiques thermique médiocres ( $C_p=1 \text{ J/kg.K}$ ) et ( $\gamma=0.024 \text{ W/m.K}$ ).

- **L'azote**

Est le constituant principale de l'air. De ce fait, sa disponibilité est importante et ses propriétés sont voisines de celles de l'air. Son emploi se justifie pour des applications thermiques où le fluide ne doit pas être oxydant

- **La vapeur d'eau surchauffée (ou vapeur sèche)**

Est obtenue par élévation de la température de l'eau de plusieurs dizaines de degrés au-dessus de la température de saturation. Elle présente une grande disponibilité mais, par contre peut s'utiliser lorsque le fluide ne doit pas être oxydant. Ce fluide (ve) reste de mise en œuvre plus complexe que l'air de par de risque de condensation sur les parois qu'il engendre et de la corrosion.

### I.4.1.2 Principales applications des gaz comme fluide caloporteurs

L'usage de l'air comme fluide caloporteur se trouve dans les domaines du séchage et du chauffage dans une gamme de température très large ( $0$  à  $1000^\circ\text{C}$ ) : il constitue sans conteste le gaz caloporteur le plus courant.

L'azote s'utilise évidemment dans la cryogénie mais aussi dans les dispositifs de chauffage sous atmosphère neutre dans une gamme de température également très large.

L'hélium et le  $\text{CO}_2$  trouvent des applications dans certains réacteurs nucléaires (exemple de

réacteur graphite gaz).

**La vapeur d'eau surchauffée** a des principaux dans le domaine du séchage de produits alimentaires, la stérilisation et les procédés de stripping.

## I.4.2 Eau

L'eau peut se présenter, comme fluide caloporteur, sous ses deux phases : liquide et vapeur. Sous forme liquide, compte tenu de ses propriétés, l'eau constitue un excellent caloporteur que nous utiliserons comme fluide de référence dans les comparaisons. Son usage à l'état pur, est limité à des températures supérieures à 0,01 °C et inférieure à 300 °C, compte tenu des pressions importantes de saturation et des coûts induits pour l'installation que ces températures élevées engendrent. L'eau naturelle doit être soigneusement filtrée et purifiée pour une utilisation industrielle.

### I.4.2.1 Principales propriétés physico-chimiques

Parmi les caractéristiques thermodynamiques remarquables de l'eau, citons un point de triple à 0.01 °C et un point critique très élevé  $T_c = 374.15$  °C et  $P_c = 21.76$  Mpa. En phase liquide l'eau présente une forte conductivité thermique (supérieure à 0.6 w/m.k), une faible viscosité (0.001 pas à 20 °C) et une capacité thermique massique supérieure à celle de tous les fluides caloporteurs (4200 j/kg.k), mais il y a des inconvénients :

**L'encrassement particulaire** peut être largement réduit par une filtration appropriée.

**L'entartrage** carbonaté ( $CaCO_3$ ), sulfaté ( $CaSO_4$ ) incrustant et dur ou siliceux ( $SiO_2$ ,  $SiO_3Ca$ ,  $SiO_3Mg$ ,...).

**La corrosion** résulte principalement de l'attaque de l'acier par l'oxygène et le gaz carbonique dissous.

### I.4.2.2 Principales applications de l'eau sous forme liquide

Suivant le niveau de température, l'eau liquide a des applications diverses :

- L'eau chaude de 25 à 100 °C et à une pression proche de la pression atmosphérique est

Utilisée pour le chauffage dans l'habitat et l'agroalimentaire.

- Pour les applications à températures supérieures à 100°C, l'eau est dite surchauffée : elle est utilisée sous pression et son emploi nécessite une tenue des circuits à la pression dépendante de la température maximale du fluide. Les principaux usages sont, pour des températures supérieures à 300 °C, un usage également important concerne les réseaux urbains de chauffage.

### I.4.2.3 Principales applications de l'eau sous forme vapeur saturée

La vapeur d'eau saturée permet de transférer la chaleur sous forme de chaleur latente, pour limiter le diamètre des tuyauteries, il est préférable d'augmenter la pression de vapeur.

## I.4.3 Sels fondus

### I.4.3.1 Principaux Sels fondus, propriétés physico-chimiques

Les sels fondus les plus courants sont formés de nitrite de sodium ( $\text{NaNO}_2$ ), de nitrate de sodium ( $\text{NaNO}_3$ ) et de nitrate de potassium ( $\text{KNO}_3$ ). Leurs principaux avantages sont de pouvoir fonctionner à la pression atmosphérique pour des températures comprises entre 150 et 550 °C. Pris séparément, ces sels ne sont liquides qu'au-dessus de 300 °C, mais on peut réaliser des eutectiques qui présentent des points de fusion sensiblement plus bas.

- **Les propriétés physiques**

De ces sels en font de bons caloporteurs du point de vue performances énergétiques. Pour le HTS1, la masse volumique élevée (200 Kg/m<sup>3</sup> à 150°C et 1650 Kg/m<sup>3</sup> à 600 °C) combinée avec une capacité thermique de 1560 j/Kg.K, et un pouvoir caloporteur largement supérieur à ceux des fluides organiques et 25% inférieur à celui de l'eau. La conductivité thermique de 0,3 w/m.s et une viscosité comprise entre  $2,5 \cdot 10^{-6}$  m<sup>2</sup>/s à 150 °C et  $0,8 \cdot 10^{-6}$  m<sup>2</sup>/s à 500°C.

Par ailleurs, ces fluides ne présentent pas de caractère toxiques ni d'inflammabilité.

### I.4.3.2 Principales applications des sels fondus comme fluides caloporteurs

Les applications des sels fondus sont très spécifiques, elles concernent des applications à haute température comme le stockage thermique dans les centrales solaires.

## I.4.4 Métaux liquides

L'intérêt des métaux liquides comme fluides caloporteurs est lié à leur bonnes caractéristiques de transfert thermique et aux hautes températures permises par ces fluides.

Les métaux liquides actuellement utilisés comme fluides caloporteurs sont : le mercure (Hg), le sodium (Na), les alliages sodium-potassium (Na-k), le lithium(Li), le plomb (Pb) et les alliages plomb-bismuth (Pb-Bi).

### I.4.4.1 Propriétés physico-chimiques

Leur domaine d'application est compris entre 200 et 700 °C et leur stabilité thermique est parfaite puisque ce sont des corps simple.

La faible capacité thermique massique de l'ordre de 1000 j/kg.k malgré des masses volumiques élevées génère un pouvoir caloporteur moyen inférieur de 20 à 50 % de celle de l'eau.

Grâce à une très bonne conductivité thermique (de l'ordre de 10 à 100 w/m.k), les métaux liquides présente un pouvoir calovecteur exceptionnel.

Toutefois, du fait de viscosité élevées, leur coefficient de performance énergétique « puissance thermique transférée / puissance de pompage) reste inférieure à celui de l'eau.

Les métaux liquides présentent tous des risques d'incendie, le lithium, le sodium, l'alliage sodium-potassium s'enflamment spontanément à l'air et présentent donc des risques d'incendie.

### I.4.4.2 Principales applications des applications des métaux liquides comme fluides caloporteurs

L'utilisation de métaux liquides dans l'industrie est très limitée et reste associée à de très hauts niveaux de température. L'application la plus connue concerne l'utilisation de sodium et du plomb dans les réacteurs nucléaires à neutrons rapides et, pour les métaux tels que le potassium et le lithium, dans des caloducs pour les applications aéronautiques.

### I.4.5 Fluides organiques

Les fluides caloporteurs organiques peuvent être subdivisés en trois catégories :

**Les huiles minérales** ou les hydrocarbures d'origine pétrolière

**Les huiles synthétiques** comprenant principalement les aromatiques et les silicones

**Les fluides halogénés** de type (perfluorocarbure), (perfluoropolyéther) ou, plus récemment, (hydrofluoroéther).

#### I.4.5.1 Les huiles synthétiques

Ces fluides sont répartis essentiellement en deux groupes :

-Les hydrocarbures aromatiques (alkylbenzène et polyphényles hydrogénés).

-Les huiles silicones.

**Les hydrocarbures aromatiques** présentent une stabilité thermique élevée, jusqu'à des températures proches de 400 °C, liée à la forte énergie de cohésion du groupement phényle. Ce type de fluide permet de couvrir un large domaine d'applications compris entre -50°C et 400°C. On peut distinguer deux catégories de produits :

- Les fluides dont la température d'ébullition est inférieure à la température maximale d'utilisation nécessitent une pressurisation des circuits à haute température. S'ils permettent d'atteindre des températures élevées (supérieure à 400°C), certains d'entre eux ont un seuil de pompabilité supérieure à la température ambiante nécessitant des dispositifs de mise hors gel des installations.
- Les fluides dont la température d'ébullition est supérieure à la température d'utilisation et pour les quelles la pressurisation des circuits est inutile (alkyle benzène, Poly phényles). Pour ces fluides, le point d'éclair varie entre 100 et 200 °C suivant la composition. De ce point de vue, ces fluides présentent plus de risques d'incendie que les huiles minérales.

Quant à la toxicité, les fluides aromatiques sont plus agressifs que les huiles minérales tant

par ingestion que par le contact avec la peau.

**Les huiles silicones** utilisées comme fluides caloporteurs sont, pour la plupart, des huiles polyméthylsioxanes linéaires. Les huiles silicones présentent plusieurs intérêts :

- Elles couvrent de plus grands domaines de température que les huiles minérales ou aromatiques. Ainsi, une huile polydiméthylsiloxane peut être utilisée de -40 à 400 °C.
- Contrairement aux huiles minérales, la variation de la viscosité des huiles silicones avec la température est faible.

Vis-à-vis des risques d'incendie, le point d'éclair et le point de feu varient fortement avec la masse moléculaire moyenne (certains produits présentent un point d'éclair proche de 30 °C, d'autre dépassent 200 °C. toutefois, au dessus de 300 °C) la plupart des huiles silicones commencent à se décomposer en formant des produits volatils plus inflammables, on recommande généralement d'utiliser ces fluides jusqu'à 400 °C en prévoyant des procédures de ventilation périodique.

### I.4.5.2 Fluides halogénés

Les besoins de l'industrie électrique pour des fluides thermiques inertes, stable, à faible tension superficielle et à constante diélectrique très élevée pour les procédés de production mais, également, pour le refroidissement des composants dissipateurs de chaleur ont amené au développement et à l'utilisation de fluides halogénés de divers types.

- Les CFC (chlorofluorocarbures) et HCFC (hydrochlorofluorocarbures).
- Les fluides PFC (perfluorocarbures).
- Les fluides dits HFE (hydrooréthers).

Le mode d'utilisation des fluides halogénés étant généralement l'évaporation à la pression ambiante pour assurer le refroidissement de l'élément dissipateur de chaleur, les températures limite d'utilisation de ces fluides sont :

- pour la température maximale, la température d'ébullition à la pression atmosphérique. Suivant les molécules retenues, cette température évolue entre valeur proche de 30 °C. Pour des usage de pression, les températures maximales sont imposées par la stabilité chimiques (120 à 150 °C suivant les fluides)
- pour la température minimale, la température de seuil de pompabilité qui évolue entre -101 °C et -60 °C.

### I.4.5.3 Huiles minérales

Les huiles minérales extraites des différentes régions du globe ont des compositions très variées. Elles peuvent être classées d'après leurs constituants principaux : on distingue en effet :

- **des huiles brutes paraffiniques** (chaînes carbonées saturées, linéaires ou ramifiées) ;
- **les huiles brutes aromatiques** (avec noyaux benzéniques) ;
- **les huiles naphténiques** (de formule  $C_nH_{2n}$ , telles que les cyclopentanes ou cyclohexanes).

En réalité, les molécules des huiles minérales sont une combinaison des trois familles précédentes. Dans ce cas, on ne peut parler que d'hydrocarbures, pour lesquels le caractère paraffinique, naphténiq ou aromatique est prépondérant.

Les huiles minérales commerciales sont généralement à caractère naphténiq : une répartition moléculaire étroite, obtenue par distillation, permet d'ajuster au mieux les propriétés physiques suivant l'utilisation. Le point d'éclair des huiles minérales varie entre 200 et 270°C. Ces fluides ne sont pratiquement pas toxiques mais non alimentaires et sont bon marché. En contrepartie, leur pression de vapeur, leur point de feu et leur stabilité thermique limitent leur utilisation au-dessous de 300°C.

### I.4.5.1 Domaine d'application et choix d'un fluide organique

Par leur large domaine d'utilisation, les fluides organiques trouvent des nombreuses applications (plasturgie, centrales électriques, génie chimique, refroidissement d'équipements électrotechniques....etc.). La plupart des installations thermiques fonctionnent en circuit fermé pour éviter le vieillissement par oxydation ou les émissions de vapeurs susceptibles d'être inflammable ou d'avoir un impact environnemental néfaste.

Il est clair que le choix d'un fluide pour une application donnée est le résultat d'un compromis entre de nombreux critères dont l'importance est variable suivant les marchés visés.

- **Dans le tableau suivant, nous rappelons les principales propriétés des fluides organiques :**

Tableau I.1 : Principaux critères de choix des fluides organiques

Critère de sélection	Huile minérale	Huile synthétique		Fluide de synthèse halogéné (PFC, CFC, HCFC et HFE).
		Huile aromatique	Huile Silicone	
Stabilité	< 330 °C	<430 °C	<400 °C	<200°C

thermique				
Point éclair (°C)	200 à 280	100 à 200	40 à 256	inflammable
Domaine et état normal d'utilisation	-20/300 °C	-50/400 °C liquide	-60/400 °C liquide	-80/200 °C liquide liquide/ vapeur
Domaine industriel d'application	<ul style="list-style-type: none"> <li>- chauffage indirect de liquide ou de polymères.</li> <li>- traçage de tuyauteries.</li> <li>- système énergétique.</li> <li>-récupération d'énergie.</li> <li>-séchage et chauffage de matériaux</li> </ul>			
Pouvoir caloporteur (ρCp).	Pouvoir caloporteur dégradé par rapport à l'eau (2fois moindre, en moyenne).			
Toxicité	Faible	Eviter l'inhalation et le contact avec la peau	Faible	Faible
Inflammabilité	Faible	Faible à moyenne	Moyenne à élevée	Aucune
Effets environnementaux	Risque de rejet ou fuite accidentelle à l'égout ou dans les soles.			
Solubilité de l'eau	Faible	Faible	Très faible	Très faible

## I.5 Fluides caloporteurs dans l'industrie pétrolière en Algérie [1]

A son tour, l'industrie pétrolière et Gazière en Algérie, au cours de la dernière décennie a connu le système de chauffage indirect par l'utilisation des fluides caloporteurs, les processus de production actuels requièrent en effet un maximum de fiabilité et une utilisation optimale des installations, et ce le cas de complexe de traitement et de recyclage du gaz « Hamra » dont un système d'huile chaude est utilisé comme moyen de chauffage, ce système fournit de la chaleur à l'unité de traitement par une huile dite huile diathermique , ou de même pour la raffinerie d' ARZEW,TFT et (complexe de traitement et de recyclage de gaz naturel) on utilise comme agent de chauffage une huile minérale pure dite «TORADA TC32 », on utilise aussi le gasoil comme fluide caloporteur au niveau de l'unité de fractionnement de condensat "UFC" Hassi messaoud.

## I.6 Avantages d'un fluide caloporteur [2]

- La stabilité thermique
- Le point d'éclair élevé
- La très grande durée de vie, très faible formation de dépôts dans les circuits
- La très grande résistance au cracking
- La faible viscosité qui permet une mise en circulation rapide lors des démarrages

## Conclusion [2]

En sus des usages traditionnels des fluides caloporteurs qui sont excessivement variés, l'appel à des circuits de transfert de chaleur impliquant l'usage de fluides caloporteurs se développe de par l'intérêt accru pour la valorisation des rejets thermiques des processus industriels et de par le développement de micro réseaux de chauffage urbain.

Les principaux critères de sélection sont bien entendu basés sur les températures d'usage de ces fluides mais également sur les performances énergétiques du processus de transport de chaleur.

Le choix du caloporteur adapté à un usage est le résultat d'une analyse multicritère qui intègre ces contraintes de température et d'efficacité énergétique mais également les obligations en termes de respect de l'environnement.

Les développements futurs s'orientent vers l'usage de nano fluides à caractéristiques thermiques améliorées dans la mesure où les conditions économiques de diffusion de ces solutions innovantes seront réalisées [2]

### Introduction [5]

Le raffinage du pétrole consiste à utiliser les caractéristiques physiques de chacun des composants contenus dans le mélange tels que la température d'ébullition pour les séparer et extraire des fractions primaires. En effet chaque hydrocarbure pur possède des caractéristiques chimiques et physiques spécifiques. Cette opération est appelée la distillation «atmosphérique» car elle se fait à la pression ambiante donnant lieu à plusieurs coupes pétrolières; les soutirages latéraux :

Essence, kérosène, gasoil léger, gasoil moyen, gasoil lourd, enfin le résidu atmosphérique (BRA) qui se trouve au fond de la colonne [6]

### II.1 Définition des huiles de base [7]

Une huile est une fraction pétrolière lourde et visqueuse à haut point d'ébullition ( $>350^{\circ}\text{C}$ ). Elle est constituée d'un mélange d'hydrocarbures appartenant aux séries paraffiniques, naphthéniques, aromatiques et contenant de faibles proportions de soufre, d'azote et d'oxygène.

### II.2 Le procédé de fabrication des huiles de bases

Le procédé de fabrication des huiles de base comporte cinq unités qui sont les suivantes :

#### II.2.1 Unité de distillation sous vide [5]

La distillation est dite « sous vide » car elle se fait à une pression nulle. Son but est de fractionner le «résidu atmosphérique» issu du fond de la colonne de distillation atmosphérique en coupes de distillats destinées à alimenter des unités de conversion afin de produire des produits des huiles de bases. Par distillation sous vide, le résidu atmosphérique est fractionné en coupes étroites qui correspondent aux trois grades d'huiles les plus légères.

Les distillats obtenus sont :

- Spindle oil, ou huile légère (SPO)
- SAE 10 ou huile mi-visqueuse (MVO)
- SAE 30 ou huile visqueuse (VO)
- Résidu sous vide (RSV) qui est un résidu noir recueilli dans le fond de la colonne qui présente une charge pour la fabrication d'une huile lubrifiante très visqueuse

#### II.2.2 Unité désalphaltage par le propane [5]

Le désalphaltage au propane est l'obtention d'huiles lourdes de la catégorie Bright Stock (BS) débarrassées des matériaux asphaltés et résineux qui nuisent à leur stabilité thermique et donnent une mauvaise couleur.

- **Principe:**

Réalisée dans une colonne d'extraction à disques rotatifs, cette opération est conduite à contre-courant d'un flux de résidu sous vide (R.S.V) et d'un flux de propane.

La phase huileuse, souvent appelé "D.A.O" soluble dans le propane, est séparée d'un mélange de résines asphaltées qui décante au fond de la colonne

### **II.2.3 Extraction des hydrocarbures aromatiques [6]**

Le but de ce procédé est permet d'améliorer la stabilité à l'oxydation la couleur [3] et l'indice de viscosité en se débarrassant des composés instables à l'oxygène et l'élimination des produits aromatiques indésirables qui altèrent certaines propriétés. Cette élimination est réalisée par l'emploi de divers solvants sélectifs doués de pouvoir solvant différent à l'égard des différentes familles hydrocarbures.

On distingue deux phases dont la première est un extrait riche en aromatiques et la deuxième est le raffinat riche en paraffinique (huile épurée). Le furfural est un aldéhyde hétérocyclique qui est le plus utilisé pour effectuer la séparation de ces groupes de constituants.

### **II.2.4 Unité déparaffinage au MEC-Toluène [5]**

Il a pour but d'éliminer les cristaux de paraffine ayant tendance à provoquer le figeage des bases huileuse à basse température.

Le déparaffinage est une opération réalisée grâce à un mélange de solvants (mélange méthyl éthyl cétone et de toluène) qui a pour but de solubiliser l'huile de base en facilitant la cristallisation à froid des paraffines, ces dernières sont retenues dans un filtre rotatif pour donner :

- Une huile pauvre en paraffine à bas point d'écoulement recherché.
- Une paraffine riche en huile qui, une fois déshuilée, sert comme sous-produit

### **Les solvants utilisés sont**

- Le MEC/Toluène ( mélange méthyl éthyle cétone et toluène )
- Méthyl isobuthyl cétone
- Trichloro ethylène , Dichloro méthane

### **II.2.5 Traitement de finition [6]**

le traitement consiste à faire passer l'huile et l'hydrogène injectés à travers un lit catalytique sous des conditions modérées de température et de pression, la réaction de décoloration et d'amélioration de la résistance à l'oxydation prend place dans le but de :

- Stabiliser la couleur due à l'élimination des insaturés, du soufre et de l'azote.
- Assurer la résistance à l'oxydation aux températures élevées aussi il permet
- d'atténuer l'odeur.
- Éliminer les traces d'humidité (H<sub>2</sub>O) et minimiser la teneur en impureté.

### II.3 Composition des huiles de base [9]

Les huiles de base peuvent être réparties en trois grandes tendances chimiques :

- **La tendance paraffinique**

Ce sont des hydrocarbures saturés non cycliques à chaîne droite ou ramifiée. Les plus intéressants pour la fabrication des huiles lubrifiantes sont les paraffines ramifiées. On les trouve en quantité importante dans les huiles lubrifiantes. Les paraffines à chaîne droite de poids moléculaire élevé, elles doivent être éliminées.

- **Les caractéristiques des huiles de base à tendance paraffinique sont**

- Faible densité à viscosité donnée (0.88 à 0.89 pour les huiles moteurs) ;
- Haut indice de viscosité (de l'ordre de 100 pour les huiles moteurs).
- Faible volatilité à viscosité donnée ;
- Faible pouvoir solvant (cette huile se sépare facilement des produits d'altération d'où des risques d'accumulation de dépôts).

- **La tendance naphthénique**

Ce sont des hydrocarbures saturés cycliques ou polycycliques. Les plus intéressants pour la fabrication d'huile lubrifiante sont ceux ayant seulement quelques cycles par molécule avec de longues chaînes paraffiniques.

Plus ces chaînes sont courtes plus la tendance naphthénique est prononcée, elle se caractérise comme suit :

- Densité élevée à viscosité donnée (plus de 0.9 pour les huiles moteur) ;
- Bas indice de viscosité (de l'ordre de 40 à 60) ;
- Une plus grande volatilité à viscosité donnée,
- Un pouvoir solvant élevé. C'est pourquoi on mélange ce type d'huile avec les huiles paraffiniques ;
- Un point d'écoulement naturellement bas.

- **La tendance aromatique**

Ce sont des hydrocarbures non saturés à un ou plusieurs cycles (condensés ou non) avec une ou plusieurs chaînes latérales. Ces fractions se caractérisent comme suit :

- Densité très élevée ;
- Indice de viscosité très faible ;
- Forte volatilité ;
- Formation des produits résineux et asphaltiques par oxydation du fait de leurs défauts les produits à tendance aromatique doivent être éliminés.

### II.4 Les additifs [8]

Substances chimiques de composition organique ou inorganique qui améliorent les caractéristiques et performances des huiles de base pour des usages de lubrification et de graissage.

Les additifs sont très nombreux et de toutes sortes, chacun ayant une fonction bien définie. Certains servent à atteindre le niveau de performance voulu pour un lubrifiant et d'autres servent à corriger un défaut ou améliorer les propriétés rhéologiques de l'huile. Dans la formulation, les additifs peuvent composer jusqu'à 25% de la masse totale du lubrifiant.

- **Voici les rôles de certains de ces additifs**

#### A. Les anti-oxydants

Ils résistent à l'oxydation des huiles et allongent la durée de vie du lubrifiant. Ils agissent sous plusieurs formes selon leurs structures chimiques. Par exemple les composés phénoliques, phénates, amines aromatiques, sont des inhibiteurs radicalaires qui agissent sur l'amorçage de l'oxydation ; tandis que les dialkyldithiophosphates de zinc (DTPZn) sont des destructeurs d'hydroperoxydes qui ralentissent la propagation de la réaction d'oxydation.

#### B. Les détergents

Ils assurent un bon état de propreté des pièces. Ces additifs possèdent un pH basique ou neutre pour prévenir de la formation des dépôts à chaud sur les surfaces et pour maintenir la propreté des circuits de distribution. Ce sont des sels organo-solubles alcalino-terreux de la famille des carbonates, sulfonates, les phénates, salicylates de calcium et/ou de magnésium.

#### C. Les dispersants

Les dispersants sont des produits entièrement organiques qui comportent une tête polaire et une chaîne lipophile. Ils servent à mettre en suspension dans l'huile des impuretés solides (suies, poussières, métaux d'usure) formées au cours du fonctionnement des moteurs.

Ces composés agissent en empêchant les résidus solides de s'agglomérer et évitent ainsi le risque

de dépôts (boues) dans les parties froides du moteur. On peut citer comme exemple les alkénylsuccinimides, les esters succiniques.

### **D. Les anti-usures**

Les dialkyldithiophosphates de zinc (DTPZn) sont aussi utilisés comme anti-usures. Ces produits agissent en formant un film protecteur autolubrifiant sur les surfaces en contact.

### **E. Les anti-rouilles**

Les anti-rouilles protègent contre la corrosion humide. Ce rôle est aussi assuré par les détergents et dispersants, en particulier les sulfonates de calcium et/ou de magnésium.

### **F. Les additifs anti-corrosifs**

Ceux-ci forment un film protecteur de passivation contre la corrosion acide provenant des gaz de combustion. Ce rôle est aussi assuré par les détergents et dispersants.

### **G. Les améliorants d'indice de viscosité (AVI)**

Les AVI épaississent le lubrifiant quand la température augmente, cela remédie partiellement à la chute de viscosité enregistrée à chaud sans trop perturber le comportement rhéologique à basse température. Il s'agit le plus souvent des polyméthacrylates d'alkyles (PMA) de masses molaires élevées et des copolymères d'oléfines (OCP).

### **H. Les abaisseurs de point d'écoulement**

Le point d'écoulement est la température minimale pour laquelle l'huile coule encore.

Les abaisseurs de point d'écoulement, comme par exemple les polyméthacrylates (PMA) de faibles masses moléculaires, servent à perturber le processus de cristallisation des paraffines contenues dans les huiles de base. On a donc une meilleure fluidité du lubrifiant à basse température.

### **I. Les anti-mousses**

Ils permettent de corriger la tendance au moussage du lubrifiant (à cause des dispersants et détergents). Ce produit est présent dans le lubrifiant au niveau de quelques ppm.

Ils sont souvent à base de silicones de très hautes masses molaires, insolubles dans l'huile. Ils agissent en s'intercalant à l'interface liquide/air et préviennent du fait de leur faible tension de surface la formation de mousse stable par coalescence rapide des bulles d'air.

### **J. Les réducteurs de frottements**

Ils réduisent le coefficient de frottement grâce à des composés polaires qui s'adsorbent sur les

surfaces métalliques pour former un film anti-frottement à faible résistance au cisaillement. Les produits les plus actifs sont les dialkyldithiophosphates de zinc (DTPZn), les dialkyldithiocarbamates de molybdyle, ainsi que les triborates de potassium.

### Introduction

L'utilisation des huiles diathermiques dans le domaine du transport de chaleur est un axe de recherche très intéressant permettant le développement de la qualité des composantes mécaniques.

Un fluide caloporteur est un fluide chargé de transporter la chaleur entre deux ou plusieurs sources de température, ces huiles sont peu corrosives et possèdent une excellente résistance à la chaleur et permettent de protéger les équipements (Les réacteurs, les chaudières...) et de conserver leur performances initiales. [10]

### III.1 Définition d'une huile diathermique

L'huile diathermique est un fluide caloporteur très utilisé dans les systèmes de régulation de température, en raison de sa température d'ébullition élevée aux conditions de pression atmosphérique, entre 400 °C et 500 °C, et de son bas point de congélation.

Ces propriétés confèrent à l'huile diathermique une excellente stabilité thermique, ce qui en fait un substitut parfait de l'eau et de la vapeur dans les systèmes de transfert de chaleur et de thermorégulation, pour des applications impliquant des températures dans une large gamme, entre -115 °C et jusqu'à 400 °C, la plupart du temps sans pression. Équipements. Je voudrais suggérer les produits de Therminol by Eastman, dans le choix d'une huile diathermique, en raison des excellentes performances offertes et également en fournissant d'autres types de fluides de transfert thermique permettant de gérer de larges variations de température avec de très faibles variations de viscosité.

La technique de chauffage des solides, des liquides ou des gaz dans les systèmes industriels est de type indirect. Cette technique comprend l'utilisation d'un fluide thermique (huile de transfert thermique) qui prend la chaleur dans une source chaude (générateur de chaleur) et la transfère à l'endroit voulu. Malgré des coûts élevés et des procédés complexes, le système de chauffage indirect présente plusieurs avantages. Par exemple, un contrôle de la température plus précis, une uniformité et la capacité de servir davantage d'utilisateurs depuis une seule source de chaleur. De plus, la sécurité est optimale car les utilisateurs ne sont pas en contact direct avec la source de chaleur. [11]

### III.2 Origine des huiles diathermiques : [10]

#### III.2.1 Huiles d'origine naturelles

Les huiles végétales sont des huiles biodégradables, essentiellement constituées d'acide gras, leur utilisation connaît actuellement un regain d'intérêt pour la préparation de certains lubrifiants biodégradables.

#### III.2.2 Huiles d'origine minérales

C'est-à-dire extraites du pétrole brut auquel on lui fait subir des opérations successives de raffinage (distillation, distillation sous vide, désalphatage, déparaffinage). Le produit obtenu contient un grand nombre d'hydrocarbures de structures et de masses molaires différentes et d'impuretés résiduelles oxygénées, azotées. Selon que le pétrole brut appartient aux hydrocarbures paraffiniques ou naphthéniques, les huiles de base sont dites à tendance paraffinique ou à tendance naphthénique.

- **Paraffines**

Les hydrocarbures paraffiniques sont des hydrocarbures saturés linéaires (n-paraffines) ou ramifiés (isoparaffines).

### A.1 Paraffinique (molécules à chaîne linéaire saturée)

elles sont stables à l'oxydation, elles possèdent un bon indice de viscosité (variation de viscosité relativement faible avec la température), mais certains constituants cristallisent dès la température ordinaire.

### A.2 Isoparaffiniques

(molécules à chaînes ramifiées) : elles résistent bien à l'oxydation, se comportent mieux à froid que les précédentes, mais leur indice de viscosité est plus faible, elles ont un indice de viscosité voisin de 145.

- **Naphténiques**

Ce sont des hydrocarbures saturés cycliques ou polycycliques. Ils sont moins stables à l'oxydation, mais possèdent de très bonnes caractéristiques d'écoulement aux basses températures malgré un indice de viscosité plus faible de l'ordre de 40 à 60.

- **Aromatiques**

Elles sont composées d'hydrocarbures non saturés contenant un ou plusieurs noyaux aromatiques sur lesquels sont fixées des chaînes latérales.

Elles s'oxydent facilement, elles possèdent un très mauvais indice de viscosité de 50. elles lubrifient mal les machines, c'est pourquoi, elles sont éliminées dès l'opération de raffinage.

### III.2.3 Huiles d'origine synthétiques

C'est-à-dire obtenues par synthèse chimique (polymérisation, estérification, alkylation, etc.) à partir de composants provenant de la pétrochimie. Elles ne nécessitent pas d'additifs pour améliorer leur fluidité, si bien qu'elles vieillissent moins vite et peuvent être utilisées deux fois plus longtemps que les huiles minérales.

#### ➤ **Les avantages des huiles synthétiques**

- Stabilité thermique
- Stabilité à l'oxydation
- Meilleur comportement Viscosité/ température
- Meilleur écoulement à basse température
- Évaporation réduite à température élevée
- Plage de température de service plus étendue
- Inflammabilité réduite
- Impact environnemental réduit

### III.3 Les huiles neuves et les huiles en service [10]

L'utilisation des huiles diathermiques pour tout système de transfert de chaleur dans le cas de transformateurs, de radiateurs, de chaudières...etc. Cependant, dans les cas de ces huiles dites à usage perdu, elles sont entièrement consommées pendant leur utilisation.

#### III.3.1 Huiles neuves

Les huiles neuves sont des mélanges d'une huile de base (minérale ou synthétique) et des additifs (15-25%).

Plusieurs indicateurs et mesures peuvent être étudiés et vérifiés lors d'une analyse d'huile neuve

- Pollution éventuelle par de l'eau ou des particules solides
- Viscosité à 40°C et à 100°C
- Additifs Calcium, Magnésium, Ditiophosphate de Zinc (additifs anti-usures) ;
- Améliorants d'indice de viscosité à base de polymères ; Anti-mousses
- Réserve alcaline (mesure TBN)
- Point d'éclair
- Nature de l'épaississant de la graisse
- Consistance

L'intérêt des analyses pour l'huile neuves est de vérifier la conformité du produit par rapport aux données de la fiche technique, de constituer une base de référence qui servira à l'interprétation des résultats de l'analyse des huiles en service et de vérifier l'adéquation du produit par rapport à l'application.

#### III.3.2 Huile en services

Une huile usagée est une huile qui, après utilisation, devient contaminée. Ses propriétés altérées, elle ne peut continuer à remplir sa tâche convenablement, c'est un produit polluant dangereux, généralement causé par son utilisation en tant qu'une huile dans les installations industrielles.

#### III.3.3 Types d'huiles usagées

- **Huiles noires**

Ces huiles comprennent les huiles moteurs et certaines huiles industrielles (huile de trempe, de laminage et autres huiles entières d'usinage des métaux) ; ces huiles sont fortement dégradées et contaminées.

- **Huiles claires**

Ces huiles proviennent des transformateurs, des circuits hydrauliques et des turbines. Elles sont peu contaminées et chargées en général d'eau et de particules.

## III.4 Altération des huiles

Durant l'usage, la composition des huiles change en raison de certains facteurs provoquant leur vieillissement.

### III.4.1 Oxydation

Une huile comme tout produit organique vieillit par oxydation. Sous l'action conjuguée de l'air et de la température, les molécules d'hydrocarbures s'oxydent, en se transformant en une série de produits oxygénés plus au moins polymérisés et à fonction acide, alcool, aldehyde, cétone, ester. Ces réactions sont considérées comme l'un des principaux facteurs de la dégradation de l'huile.

Si l'huile n'est pas stable à l'oxydation, des boues et de l'acidité se forme.

L'oxydation des huiles diathermiques conduit à une série de modifications chimiques ou physiques qui peuvent être résumées :

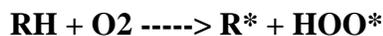
- Noircissement de l'huile (odeur âcre)
- Augmentation de la viscosité
- Augmentation de l'acidité de l'huile (corrosion et usure des surfaces métalliques)

#### III.4.1.1 Mécanismes d'oxydation

Les mécanismes mis en jeu lors de l'oxydation sont très complexes, les différentes phases de l'oxydation non catalysée d'un hydrocarbure à des températures n'excédant pas 120°C en continu sont les suivantes.

- **Amorçage :**

En période d'induction durant laquelle se forme les premiers radicaux libres selon un processus très lent nécessitant une énergie d'activation importante



Tel que : RH une molécule d'hydrocarbure, R\* et HOO\* sont des radicaux libres résultant de l'attaque de cet hydrocarbure par l'oxygène de l'air.

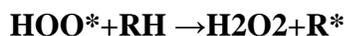
Les radicaux libres qui assurent le transfert des chaînes proviennent initialement de la coupure d'une liaison carbone-hydrogène avec naissance de deux fragments d'un électron non apparié.

- **Propagation de la réaction en chaîne :**

La première réaction, très rapide et ayant besoin d'une très grande énergie d'activation conduit à la formation d'un radical peroxy



Avec une molécule d'hydrocarbure, le radical HOO\* donne naissance à de l'eau oxygénée H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et à un radical R\* :



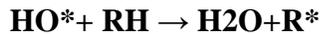
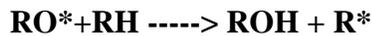
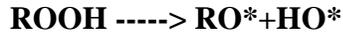
Ces radicaux R\* réagissent en transformant n molécules hydrocarbure en n molécules

d'hydroperoxyde.

n étant la longueur de la chaîne, elle est d'autant plus grande que la durée de l'oxydation est longue.

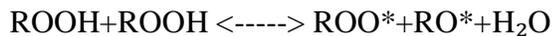
- **Branchement des chaînes :**

Au cours de cette étape l'hydroperoxyde ROOH, élément initiateur, subit une scission de la liaison O-O avec formation de deux radicaux libres, un radical alcoyle primaire RO\* et un radical hydroxyle HO\*, qui réagissent aussi avec des hydrocarbures pour former, un alcool ROH et, de l'eau, plus un radical R\* dans les deux cas :



Ces radicaux R\* induisent de nouvelles réactions en chaînes qui ont pour effet d'accélérer encore l'oxydation, d'où le caractère auto-catalytique de l'oxydation.

Lorsque les radicaux alcoyles sont secondaires ou tertiaires, les produits formés sont des aldéhydes ou des cétones. De plus, à un stade avancé d'oxydation, deux hydroperoxydes peuvent réagir entre eux, selon un processus réversible, pour former de nouveaux radicaux libres ROO\* et RO\* selon le schéma simplifié :



- **Terminaison de la réaction radicalaire en chaîne**

Il se forme des acides par attaque des aldéhydes par les radicaux R\*. Il se forme d'abord des peracides

### III.4.2 Contamination

La contamination des huiles peut entraîner une perturbation importante des performances des organes de guidage et de support des machines tournantes, en augmentant notamment la puissance dissipée ainsi que la température de fonctionnement. Dans les cas les plus sévères, ce problème de pollution peut conduire à une usure prématurée voire une défaillance des paliers et butées. Plusieurs types de polluants peuvent être à l'origine de la dégradation des conditions de transfert de chaleur. On distingue par exemple, les pollutions par particules solides comme les poussières et les particules d'usure ou de rouille.

- **Contamination gazeuse**

Elle est principalement due au dégazage des essences et des aromates présents dans l'huile hydraulique. La conséquence est la destruction des pompes ou des moteurs hydrauliques par le phénomène de cavitation.

- **Contamination thermique**

Une température trop élevée provoque la rupture du film d'huile. Les surfaces sont en contact direct.

- Les conséquences de la présence d'eau dans une huile Les conséquences vont être diverses

et variées, certaines peuvent être irréparables:

- Altération de la viscosité: diminution de l'épaisseur du film et risque de contact entre les pièces en mouvement;
- Épuisement des additifs : certains sont ainsi rendus insolubles;
- Cavitation par entrainement de bulles d'air;
- Oxydation des métaux et corrosion interne
- Une concentration en eau de 500 ppm favorise le développement de certaines bactéries qui vont se nourrir en rejetant des déchets acides.

### III.5 Le rôle des huiles diathermique

#### III.5.1 Introduction [12]

Dans le cas d'une demande en haute température de fonctionnement, les systèmes à huile diathermique sont conseillés par rapport aux systèmes à vapeur et à eau surchauffée, permettant à l'installation de fonctionner à des températures allant jusqu'à 350°C.

Les autres caractéristiques importantes des installations à huile diathermique sont la garantie d'un maintien constant des températures demandées et la sécurité (fluide non inflammable et à faible risque d'explosion).

Pour ces raisons, l'huile diathermique est très utilisée par exemple dans l'univers pétrochimique.

#### III.5.2 Avantages de l'huile diathermique dans le secteur industriel [13]

L'huile thermique est un moyen caloporteur très versatile. Elle tient une place importante dans le secteur industriel. Ses caractéristiques techniques sont les suivantes :

- Système non pressurisé
- Absence de corrosion
- Conception à basse pression
- Longue vie des appareils
- Températures mixtes
- Travaux de génie civil simples
- Grande inertie thermique
- Hautes températures à des pressions atmosphériques minimales

- Réduction des émissions de CO<sub>2</sub> et NO<sub>x</sub>.

### III.5.3 Avantages de mode d'exploitation de l'huile thermique dans les installations industrielles [13]

L'huile thermique a une large variété d'applications dans le secteur industriel. Elle présente les avantages suivants :

- Exploitation simple et sûre
- Faible coût de maintenance
- Bas point de congélation
- Pas de pertes de chaleur par purges
- Mise en marche et arrêt rapide
- Sans coûts de rejet
- Pas de traitement chimique, d'eau, de maintenance, de lignes de condensats et de purges de vapeur
- Pas de problèmes de corrosion.

### III.5.4 Domaines d'application de l'huile thermique [13]

Les huiles thermiques sont couramment utilisées dans le secteur industriel, notamment dans les industries où les températures élevées sont exigées. Voici des exemples d'industries qui utilisent les huiles thermiques :

- Industrie textile
- Blanchisseries
- Industrie du bois
- Industrie alimentaire
- Production de gaz et de pétrole
- Applications marines
- Industrie du caoutchouc et du plastique
- Matériaux de construction

- Usinage de métaux, papier et carton.

Il est possible de trouver d'autres applications de l'huile thermique parmi les secteurs mentionnés :

**Tours de distillation** : l'huile thermique est utilisée pour les installations chimiques et pétrochimiques ;

**Réacteurs** : selon les processus endothermiques, l'huile thermique est un bon moyen caloporteur. Grâce à sa capacité de travail à température élevée, il est possible de l'utiliser dans des sous-secteurs tels que la chimie fine, la chimie de base, les résines et les peintures

**Réchauffement de réservoirs** : cette huile permet de stocker et de manipuler correctement des produits (fuel lourd, cires et bitume) ;

**Presses** : dans des secteurs comme le plastique, le caoutchouc, le bois ou le panneau, le pressage du matériau doit se faire à température élevée. Il est nécessaire d'utiliser un fluide efficace dans ces conditions tel que l'huile thermique.

Pour conclure, une huile thermique assure le transfert de la chaleur d'un point à un autre. Il est possible de l'utiliser aussi bien dans l'industrie (centrales thermiques et laverie industrielle) que pour certains chauffages électriques et capteurs solaires thermiques. Il convient de choisir l'huile thermique la mieux adaptée à vos équipements.

### III.6 Le craquage thermique [25]

Le terme craquage s'applique à la décomposition des constituants d'hydrocarbures qui est induit par des températures élevées (inférieure à 350°C, inférieure à 662°F), par les quelles, les constituants qui ont une masse moléculaire élevées (et une température d'ébullition supérieure à de l'essence) sont convertis en produits de faible masse moléculaire. Les réactions de craquage concernent la rupture de la liaison carbone-carbone et sont thermodynamiquement favorisées par la température élevées

#### III.6.1 Le but de craquage thermique [25]

- valorisé un produit
- faire disparaître (converti) un produit lourd en produit légère
- créer des produits rares sur le marché EX : production de l'oléfine légère pour la pétrochimie
- amélioré les qualités d'un produit : augmenté NO et réduire la viscosité d'un feule lourd

On distingue le craquage thermique effectué sous la seule influence de la chaleur du craquage catalytique dans lequel un catalyseur rend plus aisée et plus sélective la pyrolyse des hydrocarbures

### III.6.2 Les propriétés d'un craquage thermique [25]

- Aucun catalyseur
- Une température plus élevée qu'au craquage catalytique (7 à 70 bars )
- Mécanismes libres de réaction radicalaire
- Efficacité thermique modérée
- Pas de régénération de catalyseur
- Rendements modéré d'essence et d'autres distillats
- Le rendement dépend de la charge
- Sélectivité faible à modérée de produit
- Production d'alcane mais le rendement dépend de la charge
- Indice d'octane bas
- Quelques alcanes ont des branchements
- Rendement faible à modéré d'oléfines en C4
- Rendement faible à modéré des composés aromatiques

**Introduction [15]**

Les caractéristiques à contrôler dépendent de l'utilisation du lubrifiant et du type diagnostic recherché

Analyse d'échantillons pour déterminer l'état de l'huile et de la machine n'est pas un concept nouveau, mais un équipement d'analyse moderne, rapide et informatisé a rendu l'échantillonnage de routine régulier économiquement viable. D'où le recours à l'analyse est devenu un aspect important et largement reconnu de la surveillance de l'état. Dans le cadre d'un programme d'entretien planifié.

Des tests réguliers des lubrifiants lors de leur utilisation en service fournissent de précieuses informations sur l'adéquation de l'huile pour un service continu. Il est donc nécessaire que les tests essentiels soient effectués rapidement pour fournir un maximum d'informations en un minimum de temps. Pour déterminer ces exigences, une certaine gamme de tests de routine est effectuée sur chaque échantillon d'huile usagée. L'aspect le plus important de l'analyse des échantillons est l'interprétation des résultats.

La quantification de paramètres isolés isolément peut être trompeuse mais peut être aussi dangereuse car le véritable état de l'huile en service ne sera pas établie à moins que l'«image» totale de l'analyse ne soit connue. Échantillonnage régulier pour produire une tendance fournit une image plus précise et réaliste.

**IV.1. Propriétés massique****IV.1.1. Masse volumique : (Selon la norme ASTM D4052-18 )**

La masse volumique est une caractéristique intrinsèque d'un produit. Elle dépend de la composition chimique.

Elle se définit comme le rapport d'une masse  $m$  de liquide à son volume  $V$  :

$$\rho = m / V$$

La masse volumique diminue quand la température augmente.

La masse volumique d'une huile est déterminée à 20°C. [16]

La masse volumique d'un liquide à une température donnée est la masse de l'unité de volume, elle était autrefois désignée masse spécifique. Pour les produits pétroliers, elle est mesurée à 15 °C et est exprimée en kg/m<sup>3</sup> ou encore en kg/dm<sup>3</sup> ou g/cm<sup>3</sup>. [17]

## **IV.2. Propriétés rhéologiques**

### **IV.2.1. Généralité [18]**

Les propriétés rhéologiques des lubrifiants jouent un rôle essentiel dans les fonctions qui leur sont assignées : la réduction du frottement, des pertes d'énergie mécanique dans les machines, de l'usure et de la corrosion, mais aussi l'évacuation de la chaleur et des impuretés, et l'accroissement de l'étanchéité entre pièces en mouvement. C'est pour toutes ces raisons qu'il est important de connaître et de pouvoir mesurer et contrôler les propriétés rhéologiques avec précision.

### **IV.2.2. Viscosité (selon la norme ASTM D445) [19]**

La viscosité cinématique est communément appelée « viscosité » et est déterminée en mesurant le temps nécessaire à un fluide pour s'écouler dans un capillaire défini à une température définie. La viscosité Décrit la résistance à l'écoulement d'un fluide . En pratique, ce paramètre est aussi mesuré à 40°C et de nombreux laboratoires d'analyse d'huiles usagées rapportent la mesure de viscosité à 40°C, 100°C ou les deux.

La modification de la viscosité de l'huile pendant le fonctionnement est principalement influencée par la contamination de l'huile (insolubles, carburant, Suie, particules et eau) et l'oxydation.

### **IV.2.3. Indice de viscosité [20]**

Afin de mieux évaluer la relation entre la viscosité et la température, Dean et Davis (1929) ont développé un système arbitraire de comparaison appelée << indice de viscosité >>. Plus cet indice est élevé, moins est le changement de la viscosité.

L'indice de viscosité est un nombre conventionnel qui traduit l'importance de la variation de la viscosité avec la température. Pour calculer cet indice on considère deux gammes d'huiles, l'une paraffinique à faible variation de viscosité, à laquelle on affecte l'indice 100, l'autre naphténique à forte variation, avec par définition l'indice 0.

Ces deux gammes correspondaient à l'époque aux produits à caractéristiques extrêmes parmi les distillats pétroliers connus et provenaient respectivement de Pennsylvanie et du Texas.

Soit une huile à étudier dont la viscosité est U à 40 °C et V à 100 °C. Dans chaque série de référence il existe une huile de viscosité V à 100 °C. Celle d'indice 100 a une viscosité H à 40°C et celle d'indice 0 une viscosité L à cette température. L'indice de viscosité est donné par :

$$L - U / V = 100 . L-H$$

#### **IV.2.4. Effet de la température sur la viscosité des huiles [18]**

Pour les liquides en général, la viscosité des huiles minérale diminue lorsque la température augmente. Ceci est dû au fait que la dilatation des liquides éloigné les molécules les unes des autres, diminuant ainsi le frottement interne et les échanges de quantité de mouvement.

On constate d'autres part que la nature chimique des molécules influence la viscosité. C'est ainsi que les huiles naphthéniques ont une viscosité qui varie davantage avec la température que les huiles paraffiniques.

### **IV.3. Propriétés optiques**

#### **IV.3.1. Généralité [18]**

L'étude des propriétés optiques des lubrifiants, telles que l'indice de réfraction ou la couleur, nécessite généralement des techniques faciles à mettre en œuvre et permet de caractériser l'huile rapidement. Ces qualités en font des moyens d'étude privilégiés.

Les techniques spectroscopiques, que l'on peut inclure dans les propriétés optiques, sont capitales dans l'étude des lubrifiants, mais nécessitent un appareillage particulièrement onéreux.

#### **IV.3.2. la couleur (selon la norme ASTM D1500)**

C'est par transparence, que l'on évalue la couleur d'une huile, en la comparant à celle des verres étalons. Cette caractéristique est valable surtout sur les huiles industrielles, elle dénote la dégradation de l'huile contrairement aux huiles moteurs. Les additifs incorporés donnent dès le départ une coloration très foncée à l'huile. [17]

Pour la couleur d'une huile, il faut distinguer la couleur par transparence du reflet: deux huiles peuvent avoir la même couleur par transparence mais des reflets différents. La couleur par transparence correspond aux radiations lumineuses non absorbées et donc au spectre d'absorption. Quant au reflet, il correspond à la lumière diffuse ou au spectre d'émission. Il en sera de même pour l'émission en fluorescence générée par une excitation dans l'ultraviolet. [18]

#### **IV.4. Propriétés thermiques**

##### **IV.4.1. Généralités [18]**

La détermination des caractéristiques thermiques d'une huile bien définie, comme certaines huiles de synthèse, dont le comportement est en fait assimilable à celui d'un corps pur, est aisée. En revanche elle l'est nettement moins pour des huiles constituées de mélanges complexes d'hydrocarbures; pour celles-ci, le passage de l'état solide à l'état liquide se fait soit progressivement en passant par des états de moins en moins visqueux, comme c'est le cas des huiles naphthéniques, soit par fusion progressive des cristaux ou des réseaux cristallins comme c'est le cas des huiles à tendance paraffinique. Ces deux types d'huile feront l'objet d'un traitement séparé.

##### **IV.4.2. le point d'éclair (selon la norme ASTM D92) [21]**

Le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle la vapeur au-dessus de l'échantillon d'huile s'enflamme momentanément ou clignote lorsqu'une source d'inflammation passe dessus. Le point d'éclair (généralement 225 degrés C ou 440 degrés F pour les huiles minérales) est une indication des risques de sécurité d'un lubrifiant en ce qui concerne le feu et l'explosion.

Selon l'ASTM, qui a normalisé le test pour la première fois en 1924, le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle une source d'inflammation provoque l'inflammation des vapeurs de l'échantillon dans des conditions spécifiées. L'huile est dite « flashée » lorsqu'une flamme apparaît et se propage instantanément sur toute la surface.

**IV.4.3. Le point de feu (selon la norme ASTM D92) [18]**

Le point de feu est défini par la température minimale à laquelle l'huile s'enflamme en présence d'une flamme et continue à brûler pendant un temps d'au moins cinq secondes, lorsque la flamme est retirée.

Les spécifications n'imposent pas de valeur limite pour le point de feu qui se situe 30°C environ au-dessus du point d'éclair pour les huiles minérales. L'appareillage utilisé est identique (vase ouvert). L'huile d'essai est chauffée avec une rampe de température de 5 à 6°C/min et la flamme d'une veilleuse est présentée à sa surface tous les 2°C durant une seconde. La répétabilité et la reproductibilité sont respectivement de 8°C et de 14°C.

**IV.4.4. point d'écoulement (selon la norme ASTM D97-11)**

Le point d'écoulement est également un paramètre important dans le choix d'un liquide destiné à évacuer les calories. [22]

C'est la plus basse température à laquelle le produit est susceptible de couler encore. Généralement, le point d'écoulement se situe à 3°C au-dessus du point de congélation. L'intérêt de ces deux points est de définir une limite de température pour le pompage de notre produit et de donner une idée de sa teneur en paraffines.

Suffisamment refroidies, toutes les huiles minérales s'épaississent jusqu'à prendre l'apparence de solides plus ou moins rigides. [23]

**IV.4.5. distillation sous vide (selon la norme ASTM D1160)**

Étant donné que les fluides thermiques sont constitués de différents composants et additifs, chacun ayant son propre point d'ébullition, le liquide s'évapore sur une plage de températures appelée plage d'ébullition. [21]

Plus cette plage est élevée, plus la dégradation est importante.

Point initial : Température relevée au moment où la première goutte de distillat tombe de l'extrémité du tube condenseur.

Point final : Température maximale relevée au cours de l'essai de distillation.

Point sec : Température relevée au moment de la vaporisation de la dernière goutte de liquide au fond de ballon de distillation. [8]

**IV.5. Propriétés chimiques****IV.5.1. Acide totale number (selon la norme ASTM D664) [21]**

Cela mesure la quantité d'acide présente dans le liquide à partir de la masse (en milligrammes) d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser un gramme de l'échantillon; cela indique la quantité d'oxydation qui s'est produite. Plus l'indice d'acide est élevé, plus l'oxydation aura eu lieu.

Lorsque le fluide thermique réagit avec l'oxygène (oxydation), des acides organiques sont produits. Cela se produit parce que l'équipement n'est pas parfaitement étanche, ce qui permet l'entrée d'air (principalement) et d'eau.

**IV.5.2. Teneur en eau : (selon la norme ASTM D6304) [19]**

La teneur en eau de l'huile usée est généralement mesurée par titrage Karl-Fischer ou par spectroscopie infrarouge plutôt que par la méthode de distillation plus communément référencée. L'eau peut provenir de diverses sources et peut entraîner une contamination de l'huile par l'eau douce ou l'eau de mer. L'eau contenue dans l'huile de lubrification est un polluant et est potentiellement nocive pour le moteur, même en faible quantité.

Malheureusement, les traces d'eau dans l'huile de lubrification usagée sont généralement inévitables - elles peuvent résulter de fuites internes (chemise d'eau, refroidisseurs), accumulation de condensation ou, par l'utilisation d'un réglage incorrect séparateur.

**IV.5.3. Teneur en résidu de carbone (selon la norme ASTM D4530-15)[21]**

Cela indique la tendance du fluide à former des dépôts de carbone lorsqu'il est soumis à des températures élevées.

Les valeurs d'analyse trouvées proviennent de résidus du produit dans des conditions de test standardisées, qui évaluent leur quantité et leur apparence pour juger du degré de raffinage et de la nature de l'huile.

Évidemment, plus la valeur est élevée, plus la dégradation est importante.

**IV.5.4. la chromatographie : (selon la norme ASTM D4530\_15) [24]**

La chromatographie, méthode d'analyse physico-chimique, sépare les constituants d'un mélange (les solutés) par entraînement au moyen d'une phase mobile (liquide ou gaz) le long d'une phase stationnaire (solide ou liquide fixé), grâce à la répartition sélective des solutés entre ces deux phases. Chaque soluté est donc soumis à une force de rétention exercée par la phase stationnaire et une force de mobilité due à la phase mobile.

Phase stationnaire : phase fixe soit sur la surface intérieure d'une colonne soit sur une surface plane.

Phase mobile : phase qui se déplace à travers la phase stationnaire, en entraînant les analytes. La phase mobile ne doit pas interagir avec la phase stationnaire, mais uniquement avec les analytes.

**IV.6. Huile TORADA TC 32****IV.6.1 Définition**

L'huile caloporteur TORADA TC 32 est une huile minérale de qualité supérieure fabriquée par la société Algérienne de raffinage du pétrole « NAFTEC », commercialisé par la société nationale de commercialisation et de distribution des produits pétroliers « NAFTAL », elle est pure, thermiquement stable, fonctionnant à des températures pouvant atteindre 350 °C. Elle est spécialement formulée pour offrir une longue durée de service et une excellente efficacité thermique dans une variété d'applications industrielles tout en résistant à la dégradation causée par l'air et les températures.

**IV.6.2 Utilisation de TORADA TC32**

L'huile TORADA TC 32 est utilisée essentiellement dans :

- Le chauffage des locaux domestiques et industriels.
- La production de vapeur et d'eau chaude.
- Le conditionnement de l'air.
- Le maintien en température des bacs de stockage.
- Le chauffage par échange de température.
- Le chauffage de bains thermiques, autoclaves, réacteurs, fours, moules, tunnels de séchage,
- presses.
- Les procédés de fabrication (cimenteries, papeteries, industries du bois, etc.).

**IV.6.3 Propriétés physico-chimiques de TORADA TC 32**

L'huile caloporteuse TORADA TC32 possède une stabilité exceptionnelle à l'oxydation et une très grande résistance à la dégradation thermique du fait de sa fluidité, l'huile TORADA TC 32 présente d'excellentes caractéristiques thermodynamiques, les principaux avantages obtenus par l'emploi de cette qualité par rapport à des huiles plus visqueuses sont:

- Meilleure résistance au craquage
- Régime turbulent atteint beaucoup plus rapidement
- Plus faible énergie nécessaire à sa circulation dans les circuits

A été conçue pour les systèmes de chauffage fermé, en phase liquide, non-pressurisés fonctionnant à des températures pouvant atteindre 350°C. Les systèmes ouverts (ceux dans lesquels l'huile continue dans le réservoir d'expansion et exposée à l'air) sont habituellement des applications plus sévères et ils mettent une plus grande tension sur l'huile que les systèmes fermés. Pour obtenir une efficacité maximale des systèmes, tous les liquides caloporteurs doivent être utilisés dans des conditions d'écoulement turbulent, diminuant les températures pelliculaires et réduisant la tension thermique sur le liquide. Le tableau illustre les principales caractéristiques physicochimiques de cette huile. (tableau V.2)

## Introduction

L'huile caloporteur TORADA TC 32 est une huile minérale de qualité supérieure fabriquée par la société Algérienne de raffinage du pétrole « NAFTEC », commercialisé par la société nationale de commercialisation et de distribution des produits pétroliers « NAFTAL », elle est pure, thermiquement stable, fonctionnant à des températures pouvant atteindre 350 °C. Elle est spécialement formulée pour offrir une longue durée de service et une excellente efficacité thermique dans une variété d'applications industrielles tout en résistant à la dégradation causée par l'air et les températures.

## Problématique du sujet

La durée de vie de l'huile diathermique (TORADA TC 32) est de 3 ans, Lors de son utilisation au niveau de (Gassi touil), cette huile usagée (en service) ne dépasse pas une année de travail pour que cette qualité commence à se dégrader, cela est du probablement au craquage thermique, sa contamination et son oxydation; Nous avons entamé des analyses physico-chimiques ( masse volumique, viscosité cinématique, point d'éclair, point de feu, point d'écoulement, point initiale d'ébullition, teneur en eau, teneur en résidu de carbone, total acide number et la couleur ASTM ), afin de vérifier la conformité on la nom conformité de cette huile usagé et de trouver une solution à cette problématique.

## V.1 Site de provenance de l'huile TORADA TC 32 (GASSI TOUIL)

### V.1.1 Contrôle du système d'huile chaude [14]

Un système à circulation d'huile chaude a été choisi pour le projet Gassi Touil de SONATRACH. Il existe cinq utilisateurs d'huile chaude, le rebouilleur du déséthaniseur (G11-GA-32-204), le réchauffeur du gaz de récupération (G11-GA-24-101A/B/C), le rebouilleur du stabilisateur (P10-GA-21-102), le rebouilleur du débutaniseur (P10-GA-21-104) et le surchauffeur de gaz combustible BP (410-GA-45-101). L'huile chaude est également utilisée comme milieu chauffant pour les ballons tampon de torches. Le débit est régulé par la demande du côté procédé de chaque échangeur. L'alimentation primaire de chaleur est assurée par la récupération de chaleur perdue (480-GW-41-101A/B) où l'huile est chauffée par le gaz d'échappement de la turbine à gaz. Dans la mesure où la chaleur fournie par le système de récupération de la chaleur perdue n'est pas suffisante pour couvrir toute la demande des échangeurs susmentionnés, l'équilibre sera atteint par l'allumage du réchauffeur d'huile (480-FA-41-101) dont la régulation est assurée par le régulateur de température (41-TIC-1010). La température normale de l'huile chaude est de 290degC. En cas de charge réduite ou d'arrêt partiel de l'usine, le fonctionnement du réchauffeur d'huile sera réduit ou interrompu, et/ou la capacité en excès sera refroidie par le refroidisseur bypass d'huile chaude (480-GC-41-101) afin de maintenir la température de retour de l'huile chaude. La vitesse de circulation totale est maintenue à 672,5 tonnes/h avec une régulation assurée par le 41-FIC-1001, à l'exception de la vitesse de circulation vers le filtre d'huile chaude (480-VJ-41-101), qui s'établit à 5% de la vitesse totale de circulation

## V.1.2 Démarrage du système d'huile chaude

Avant le démarrage, le système doit être séché à l'aide d'azote ou d'air.

### V.1.2.1 Préparation des réchauffeurs

Le réfractaire des réchauffeurs d'huile utilisant la chaleur perdue (480-GW-41-101A/B) et du réchauffeur d'huile à gaz (480-FA-41-101) doit être soumis à l'opération de séchage appropriée avant le démarrage.

Il est courant que le réfractaire absorbe de l'humidité pendant les dernières étapes de fabrication en usine, pendant que l'unité est en transit vers le chantier, et avant le premier passage des produits de combustion en amont dans l'unité. Dès lors, toute l'humidité résiduelle et absorbée doit être éliminée après l'installation du matériau réfractaire mais avant les opérations de démarrage. L'humidité piégée risque sinon de se transformer en vapeur, entraînant des fissures et pouvant éventuellement séparer de grands morceaux du réfractaire du métal

### V.1.2.2 Circulation de l'huile chaude

- Les équipements et la tuyauterie doivent être remplis de l'huile servant de milieu chauffant.
- Effectuer un inertage à l'azote dans le cylindre d'expansion d'huile chaude (480-VL-41-101)
- Commencer le transfert de l'huile du réservoir de stockage (480-RL-41-101) vers le cylindre d'expansion. Le niveau à l'intérieur du cylindre doit se situer autour de 50-60% ce qui correspond à 51-63% sur l'affichage du régulateur LIC-1001.
- Vérifier que toutes les boucles de commande du système d'huile chaude sont en état de marche.
- S'assurer que les vannes de sectionnement à l'entrée et en sortie de chaque vanne de régulation des utilisateurs d'huile chaude sont ouvertes tandis que les vannes de dérivation qui leur sont associées sont fermées. Chaque régulateur doit être en mode manuel, et chaque vanne de régulation doit être fermée sur chaque utilisateur d'huile chaude.
- Avec le régulateur de chaque utilisateur d'huile chaude en mode manuel, entrouvrir successivement la vanne de régulation de chaque utilisateur d'huile chaude afin de permettre à l'huile de circuler lentement dans le système.
- Démarrer une pompe de circulation d'huile chaude (480-PA-41-101A/B). Elle doit être démarrée à bas débit afin d'éviter de surcharger les moteurs de la pompe. Cela résulte de la forte viscosité de l'huile chaude ambiante.

- Contrôler le niveau de liquide à l'intérieur du cylindre d'expansion d'huile chaude.
- Faire circuler l'huile chaude dans tout le système pour éliminer les poches d'air et pour s'assurer que l'ensemble du système est plein.
- Ouvrir les événements aux points hauts pour éliminer les poches d'air.
- Lorsque tout le système est rempli d'huile chaude, le niveau du cylindre d'expansion doit se situer à 20% ce qui correspond à 15% sur l'affichage du contrôleur LIC-1001.
- L'huile chaude doit passer à travers le filtre d'huile (480-VJ-41-101), afin de nettoyer le liquide. Il convient dès lors de faire re-circuler l'huile chaude pendant au moins 24 heures, en nettoyant le filtre autant de fois que nécessaire.
- Avant de chauffer l'huile, vérifier que l'huile chaude circule sans entrave dans l'ensemble du système
- Un refroidisseur bypass d'huile chaude (480-GC-41-101) est prévu afin de maintenir le retour d'huile chaude vers le cylindre d'expansion, lorsqu'elle contourne les utilisateurs. Une vanne de régulation de la température (41-TV-1006) est prévue en amont du refroidisseur afin d'ajuster le débit de dérivation d'huile chaude vers le refroidisseur.
- Une vanne de régulation du débit (41-FV-1001) est installée sur la conduite de dérivation d'huile chaude partant du réchauffeur d'huile à gaz vers les utilisateurs afin de renvoyer l'excédent d'huile chaude vers le cylindre d'expansion.

### V.1.2.3 Chauffage de l'huile

La procédure suivante sert de consigne pour chauffer le système d'huile chaude jusqu'à la température de service appropriée. Les documents fournis par le fabricant doivent être respectés pour démarrer ces équipements :

- Le réchauffeur d'huile à gaz (480-FA-41-101) doit être alimenté en gaz en ouvrant toutes les vannes de sectionnement sur les conduites d'alimentation du gaz combustible.
- Activer la séquence de démarrage du réchauffeur sur le panneau de commande local.
- Lorsque le réchauffeur est en service, la température du collecteur d'alimentation
- d'huile chaude devra être contrôlée manuellement et augmentée progressivement à l'aide de la vanne de régulation de l'alimentation du gaz combustible (41-TV-1010).

Cette opération doit être effectuée très lentement, afin d'éviter les chocs thermiques sur les tubes du réchauffeur. Les recommandations du fabricant du réchauffeur d'huile relatives au

gradient de température (°C/heure) doivent être respectées. Une opération de chauffage lente permet également à l'humidité piégée dans le système de s'échapper sous forme de vapeur.

- Pendant que la température de l'huile chaude augmente, l'eau contenue dans l'huile chaude commencera à s'évaporer et devra être évacuée par inertage à l'azote.
- Vérifier la température du système d'huile chaude en comparant avec l'indicateur associé sur les collecteurs d'alimentation de chaque réchauffeur d'huile chaude.

Il convient de noter que le système de gaz combustible doit d'abord être démarré pour que le réchauffeur d'huile à gaz soit alimenté en gaz combustible

Le rendement thermique du réchauffeur d'huile à gaz n'est pas suffisant pour couvrir tous les besoins en chaleur d'un train du procédé (rebouilleur du déséthaniseur, rebouilleur du débutaniseur, rebouilleur du stabilisateur, réchauffeur de gaz combustible et réchauffeurs du ballon tampon du réseau de torches) lorsque toute l'usine fonctionne normalement. Dès lors, la séquence suivante doit être respectée pour le fonctionnement du système d'huile chaude :

- Fournir la chaleur requise en augmentant lentement la température de l'huile chaude à l'aide du réchauffeur d'huile à gaz (480-FA-41-101)
- Commencer la circulation de l'huile dans les utilisateurs si nécessaire. Les utilisateurs ne peuvent atteindre les températures normales de service si seul le réchauffeur d'huile à gaz fonctionne.
- Lorsque la turbine à gaz commence à fonctionner, le réchauffeur d'huile utilisant la chaleur perdue (480-GW-41-101A/B) peut être démarré en faisant d'abord passer un faible débit de gaz d'échappement et en augmentant le débit à l'aide du régulateur de température associé (41-TIC-1010). Lorsque le réchauffeur d'huile utilisant la chaleur perdue a atteint sa pleine capacité, tous les besoins en chaleur peuvent être couverts.
- Fournir la chaleur requise en augmentant lentement la température de l'huile chaude à l'aide du réchauffeur d'huile à gaz (480-FA-41-101).
- Il convient de s'assurer que tous les éléments du système de vidange d'huile chaude sont prêts, y compris la pompe de vidange, ainsi que toutes les boucles de commande prévues dans le système.

L'huile chaude à température maximale doit être passée dans les rebouilleurs lorsque le niveau du côté calandre est approprié



## V.2 Matériels et Matériaux utilisés

### V.2.1 Matériels

- Anton paar (Appareil de mesure la masse volumique)
- Herzog by PAC (Appareil de mesure la viscosité cinématique)
- OptiFlash Cleveland (Appareil de mesure le point d'éclair)
- Freezing point (Appareil mesure le point découlement)
- Lovibond (Appareil de mesure la couleur ASTM)
- Metrohm (Appareil de mesure le total acide number )
- B/R INSTRUMENT CORPORATION (Appareil de mesure le point initiale d'ébullition)
- METTLER TOLEDO (Appareil de mesure la teneur en eau)
- NORMALAB (Appareil de mesure la teneur en résidu de carbone)
- Agilent Technologies 5977 MSD (Appareil de mesure la Chromatographie)



Figure V.2 : densimètre



Figure.3 : viscosimètre



Figure V.4 : Appareil de mesure le point d'éclair



Figure V.5 : Appareil mesure le point découlement



Figure.6 : Appareil de mesure la couleur ASTM

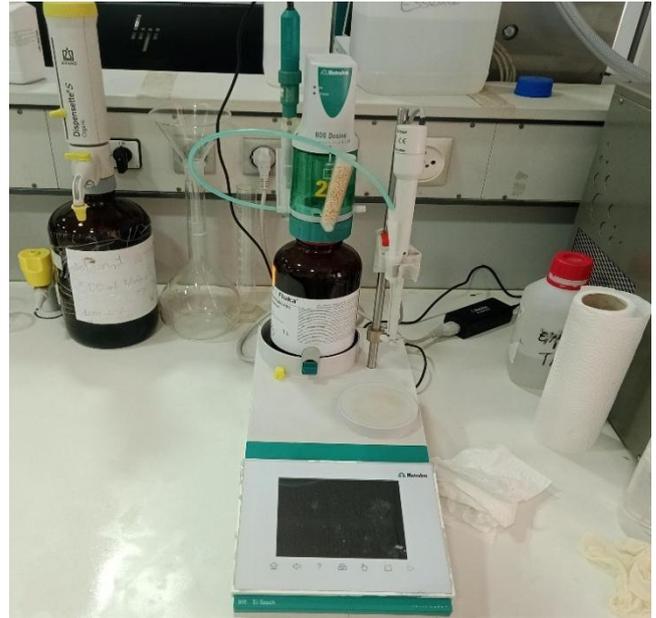


Figure.7 : Appareil de mesure le total acide number



Figure V.8 : Appareil de mesure le point initiale d'ébullition



Figure V.9 : Appareil de mesure la teneur en eau



Figure V.10 : Appareil de mesure la teneur en résidu  
de carbone



Figure V.11 : Appareil de mesure la Chromatographie

## V.2.2 Matériaux

### V.2.2.1 Huile diathermique (TORADA TC 32)

#### Propriétés et caractéristiques de TORADA TC 32

Le tableau ci-dessous (Tableau V.2) résume les Propriétés et caractéristiques de TORADA TC 32

Essais	Norme ASTM	Unité	Valeurs		
			Min	max	Typique
Densité à 15°C	D 4052	-	0.8610		
Viscosité à 40°C	D 445	cST	28.8	35.2	32
Viscosité à 100 °C	D 445	cSt	5.30		
Indice de viscosité	D2270	-	93	-	-
Point d'éclair VO	D 92	°C	200	-	-
Point d'écoulement	D 97	°C	-	-9	-
CHALEUR SPECIFIQUE	à 0°C	Kcal/Kg°C			0.434
	à 20°C				0.451
	à 320°C				0.712

Tableau V.2 : Propriétés et caractéristiques de TORADA TC 32

### V.2.2.2 Produits chimiques utilisés pour le calcul de l'acidité (Total acide number) la méthode titrage potentiométrique : TAN

Le tableau ci-dessous résume les Produits chimiques utilisé pour Total acide number et les utilisations.

Tableau V.3 : Produits chimiques utiliser pour TAN

Produits chimiques	Utilisation
Toluène	Préparation solvant de titrage
Paraponal-2	Préparation solvant de titrage
Ethanol	Nettoyage del'électrode, burette, l'agitateur.
Lithium chloride (Li Cl)	Solution d'électrode
KOH (Hydroxydedepotassium)	Solution de titrage

### V.2.2.3 Produits chimiques utiliser pour la Turner en eau Karl Fisher

Tableau V.4 : Produits chimiques utiliser pour la Turner en eau Karl Fisher

Produits chimiques	Utilisation
Hydranal	Solution titrage Karl Fisher
Chloroforme	Solution titrage Karl Fisher

## V.3 Protocole expérimentale

### V.3.1 Détermination des caractéristiques physico - chimiques de l'huile neuve

Les résultats de l'analyse physico-chimique de l'huile diathermique TORADA TC 32 neuve sont donnés dans le tableau V.5, on va comparer les résultats obtenus par rapport à la norme de spécifications de l'huile TORADA TC 32.

Tableau V.5 : Analyse physico\_ chimique de l'huile TORADA TC 32 Neuve

			Spécifications de l'huile			Huile Neuve TORADA TC 32
Essais	Norme ASTM	Unité	Valeurs			Date de prélèvement
			Min	max	Typique	Mars2020
Viscosité à 40°C	D 445	cST	28.8	35.2	32	32.55
Viscosité à 100 °C	D 445	cSt	5.30			5.396
Point d'éclair à vase ouvert	D 92	°C	200	-	-	204.1
Point d'écoulement	D 97	°C	-	-9	-	-9

V.3.2 Analyses de l'huile TORADA TC 32 en service

V.3.2.1 Récapitulatif des échantillons utilisés

Tableau V.6 : Récapitulatif des échantillons utilisés

HN	HS	M20	M21	S22	M23
Huile neuve	Huile service	en Mars 2020	Mars 2021	Septembre 2022	Mars 2023

### V.3.3 Les principes et les modes opératoires

#### V. 3.3.1 La masse volumique (Selon la norme ASTM D 4052-18)

➤ **Principe**

Il repose sur la mesure de la fréquence d'un tube en U oscillant, contenant le produit à analyser à une température bien précise.

➤ **Mode opératoire**

Laver le tube avec l'essence puis allumer la pompe pour introduire l'air :

- ✓ Attendre que l'appareil se stabilise et affiche la masse volumique de l'air qui est égale à  $0,0012\text{g/cm}^3$  à  $20^\circ\text{C}$ .
- ✓ Arrêter la pompe puis remplir le tube avec l'échantillon en évitant les bulles d'air.



Figure V.12 : Le tube

- ✓ Attendre que l'appareil se stabilise à nouveau, puis lire la masse volumique de l'échantillon à  $20^\circ\text{C}$ .
- ✓ Convertir la valeur de la masse volumique à  $15^\circ\text{C}$  avec les tables de conversion.

#### V. 3.3.2 Viscosité cinématique (Selon la norme ASTM D445)

➤ **Principe**

Le but de cette manipulation est la détermination de temps nécessaire pour qu'un volume de produit s'écoule, dans des conditions normalisées. La viscosité de l'huile diathermique se mesure à  $40^\circ\text{C}$  et à  $100^\circ\text{C}$ .

➤ **Condition ambiante à respecter**

- Température ambiante de  $15^\circ\text{C}$  et  $25^\circ\text{C}$ .
- Pression atmosphérique
- Le taux d'humidité ne doit pas dépasser 80% à une température supérieure à  $35^\circ\text{C}$

## ➤ Mode opératoire

- Allumer le PC, et ouvrir le logiciel
- Programmer la mesure à l'aide du bouton «<< nouveau >>»,
- Programmer les capillaires et le nettoyage.
- Après 13 min de stabilisation, la mesure commence.
- Les résultats sont stockés dans une base de données.

### V. 3.3.3 Indice de viscosité

#### ➤ Principe

Le but de l'indice de viscosité est la caractérisation du pouvoir lubrifiant d'une huile diathermique neuve ou usagée, à avoir une viscosité plus ou moins stable en fonction de la température.

### V. 3.3.4 Teneur en eau par Karl Fischer (selon la norme ASTM D6304)

#### ➤ Principe

Le principe de cette méthode consiste à déterminer la quantité d'eau contenue dans les huiles en ppm (volume).

La détermination de la quantité d'eau se fait par neutralisation de l'eau présente par  $I_2$ .

L'eau présente dans l'échantillon réagit par oxydo-réduction avec le  $I_2$  présent dans notre solvant de titrage, et en connaissant la normalité de  $I_2$ . L'appareil tire automatiquement la quantité d'eau.

#### ➤ Mode opératoire

- On prend une quantité de notre échantillon à analyser avec une seringue pour tirer la masse de l'échantillon injectée ;
- On pèse la seringue pleine (seringue+ échantillon) ;

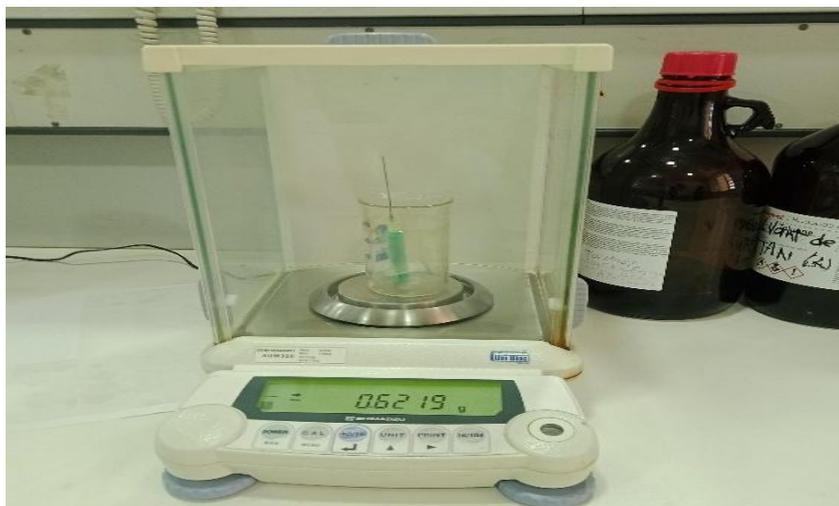


Figure V.13 : Balance

- On injecte l'échantillon dans l'appareil puis on pèse une autre fois la seringue pour tirer la masse de l'échantillon injectée ;
- On introduit cette valeur dans l'appareil à travers l'écran digital ;
- On attend que le résultat s'affiche automatiquement.

### V. 3.3.5 Le point d'éclair (selon la norme ASTM D92)

#### ➤ Principe

La prise d'essai est placée dans le vase d'un appareil automatique, en vase ouvert et chauffée avec une augmentation constante de la température et sous agitation permanente, une flamme est présentée devant une ouverture dans le couvercle du vase tout en interrompant simultanément l'agitation, l'analyse s'arrête dès l'apparition d'un « flash » c'est-à-dire l'inflammation des vapeurs provenant de l'échantillon.

#### ➤ Mode opératoire

- On Remplie le vase avec l'échantillon jusqu'au repère indiqué sur la paroi interne du vase, on place le couvercle.



Figure V.14 : La vase

- On place le vase dans son compartiment, on place les 2 thermomètres à l'endroit indiqué.
- On choisit le programme et on fait entrer les paramètres ainsi que la température Présumée.
- Après validation, l'essai démarre. L'agitation et le chauffage sont mis en marche Lorsque les vapeurs émises par l'échantillon s'enflamment sous l'effet d'une flamme.
- L'appareil affiche en °C la température du point d'éclair.

### V. 3.3.6 Acide total number (selon la norme ASTM D664)

#### ➤ Principe

La solution obtenue est titrée avec une solution d'hydroxyde de Potassium (KOH) alcoolique en présence d'un indicateur coloré (P-naphtolbenzéine) jusqu'à ce que la couleur de l'échantillon vire vers la couleur verte.

L'unité de l'acide total number est (en mg KOH/g).

➤ **Mode opératoire****1. Pour le solvant de titrage (solution A) Mélange de**

- 500 ml toluène.
- 495 ml propanol
- 5ml d'eau distillé

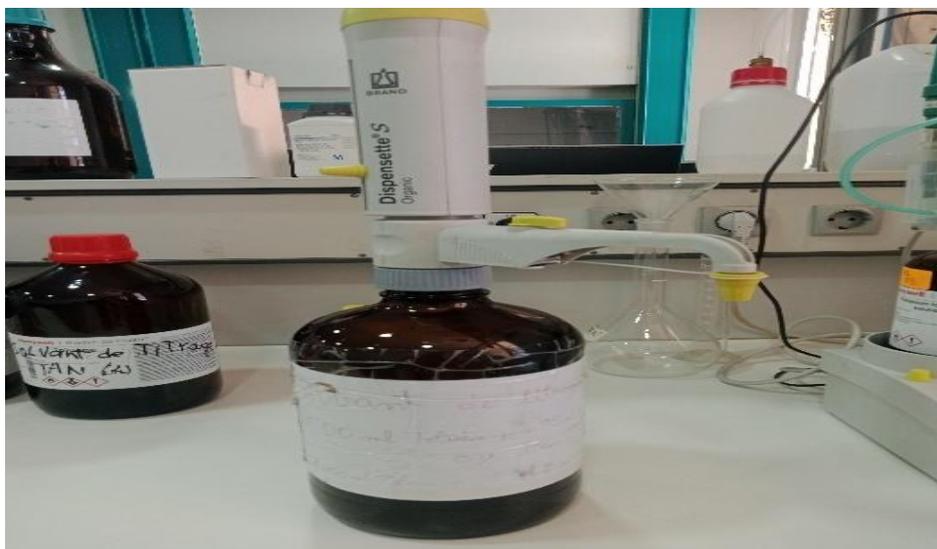


Figure V.15 : solvant de titrage (solution A)

**2. Solution KOH dans l'alcool isopropylique 0.1N (solution B)**

- ✓ Ajouter 6g de KOH à 1L propanol-2
- ✓ Faire bouillir à reflux 10 à 15 min en agitation fréquemment pour éviter la formation d'une croûte solide au fond du ballon, utile à l'anhydride carbonique durant la filtration ;
- ✓ Cette opération a pour but d'éliminer les carbonates insolubles dans la solution ;
- ✓ Conserver la solution dans l'obscurité ;
- ✓ La masse de la prise d'essai est déterminée par double pesée ;
- ✓ Prendre 2g de l'échantillon légèrement coloré (ou 0,2 g pour les échantillons de couleur foncée) dans un erlenmeyer ;
- ✓ Ajouter 100mL du solvant (50mL toluène, 49,5mL alcool isopropylique et 0,5mL eau distillée) ;
- ✓ Ajouter 6 gouttes de l'indicateur coloré (p-naphtholbenzein) ;
- ✓ Commencer le titrage goutte à goutte avec une solution de KOH dans l'alcool isopropylique à 0,1N (Préalablement étalonné avec une solution aqueuse de Hydrogénophthalate de potassium en présence de la phénolphthaléine) jusqu'au virage de la couleur de l'orange au vert.

**Remarque**

Le volume de KOH nécessaire pour le titrage de la solution de la prise d'essai est corrigé par soustraction du volume de KOH nécessaire pour le titrage de 100mL de solvant.

### V. 3.3.7 La couleur (selon la norme ASTM D1500)

#### ➤ Principe

La détermination de couleur s'effectue en comparant la couleur de l'échantillon avec celles des verres étalons colorés en présence d'une source de lumière spécifiée.

#### ➤ Mode opératoire

- ✓ Remplir une éprouvette de la prise d'essai et placer la dans le compartiment central du calorimètre.
- ✓ Placer l'éprouvette remplie d'eau distillée dans l'autre compartiment ;
- ✓ Quand la couleur d'un verre étalon devient identique à celle de l'échantillon, noter L'indice du verre ;
- ✓ Quand elles deviennent compris entre celle de l'échantillon, prendre la valeur plus foncée sou l'appellation L valeur, c'est-à-dire que l'indice de la couleur ASTM est légèrement plus petit que celui a été lu ;
- ✓ Noter l'indice de couleur correspondant ;
- ✓ Selon les indices, les verres standards ont des indices qui vraiment de 0.5 clair jusqu'à 8 foncé.

### V. 3.3.8 Le point d'écoulement (selon la norme ASTM D97-11)

#### ➤ Principe

Le principe de cette méthode est de déterminer la température à laquelle l'échantillon se solidifie après refroidissement dans des conditions normalisées. Le point d'écoulement est défini comme étant le point de congélation en ajoutant à cette valeur 3°C. Le point d'écoulement est un nombre multiple de 3.

#### ➤ Mode opératoire

- ✓ On chauffe l'échantillon avant de le refroidir progressivement dans des bains réfrigérants de plus en plus froids.
- ✓ On verse le produit à analyser dans le tube à essai jusqu'au trait jauge. On renferme le tube avec un bouchon muni d'un thermomètre maintenu verticalement Et bien centré à la naissance capillaire du thermomètre. On place le tube à essai dans le bain réfrigérant (rempli d'éthanol) de manière que son Niveau dépasse au plus de 25 mm le niveau du milieu réfrigérant, et on examine le Tube à essai après abaissement de la température 3°C.
- ✓ On commence les mesures à une température de préférence multiple de 3°C et supérieure à 15°C et on met le tube à essai dans e premier compartiment de 0°C.
- ✓ Si le liquide ne cesse pas de couler quand la température atteint 9°C on place le tube Dans le compartiment de 17°C.
- ✓ Si le liquide ne cesse pas de couler quand la température atteint -6°C on place le tube dans le compartiment de -34°C et si on n'a pas encore atteint le point de congélation à La température de -24°C, on le place dans le dernier compartiment de -51°C.

- ✓ Le point d'écoulement s'obtient en ajoutant 3°C à cette température.

### V. 3.3.9 Teneur en résidu de carbone (selon la norme ASTM D4530-15)

#### ➤ Principe

Une prise d'essai de l'échantillon est pesée puis placée dans un tube en verre (vial) et est chauffée à 500°C sous atmosphère inerte « azote » dans les conditions opératoires.

#### ➤ Mode opératoire

- ✓ Passer les vials propres et noter la masse 0.1 mg près,
- ✓ Verser un prise d'essai au fond d'un vial taré, en veillant à ce qu'elle ne touche pas les parois, peser à nouveau à 0.1 mg près dans le port tubes et repérer la position de chaque échantillon,
- ✓ Allumer l'appareil,
- ✓ S'assurer que la température initiale du four est inférieure à 100°C,
- ✓ Vérifier la pression d'azote « sortie bouteille », le grand débit et le petit débit,
- ✓ Placer le porte tubes chargé des vials contenant les prises d'essais,
- ✓ Lancer l'essai selon le programme 1,
- ✓ A la fin de test, on attend que la température du four soit au dessous de 250°C pour retirer la porte, tube, mettre le porte, tube dans le dessiccateur et laisser refroidir à température ambiante,
- ✓ Après refroidissement, peser les vials à 0.1 mg près et noter les résultats.

### V. 3.3.10 La distillation sous vide (selon la norme ASTM D1160)

#### ➤ Principe

Le but de distillation c'est la détermination de Point initial d'ébullition de l'huile.

#### ➤ Mode opératoire

Nous utilisons les étapes suivantes :

- ✓ Lubrifier les joints sphériques de l'appareil de distillation. Il faut s'assurer que toutes les surfaces des joints sont propres avant de graisser ;
- ✓ Effectuer un lavage au toluène de la colonne ;
- ✓ Remplir le ballon Bicol avec 200ml d'huile usagée ;
- ✓ Placer la sonde pour pouvoir mesurer la température dans le ballon Bicol ;
- ✓ Relier la tête du ballon avec le joint inférieur de la tête de colonne de distillation ;
- ✓ Placer l'éprouvette de réception des distillats ;
- ✓ Placer le manteau de chauffage sur le ballon de distillation ;
- ✓ Démarrer la pompe à vide ;
- ✓ Choisir le programme de distillation convenable et démarrer la distillation.

### V.3.3.11 La Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS)

#### ➤ Principe

Elle consiste à faire migrer les constituants à séparer sur une phase stationnaire immobile, à l'aide d'une phase mobile, liquide ou gazeuse, de nature différente.

#### ➤ Mode opératoire

Afin de quantifier les composés chimiques dominants dans les huiles pyrolytiques produites, un chromatographe en phase gazeuse (GC) de type Perkin Elmer Clarus 680 couplé avec un spectromètre de masse (MS) type Perkin Elmer Clarus 600 Set et un détecteur d'ionisation de flamme (FID) a été utilisé.

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse permet de séparer, détecter et identifier les composés d'un échantillon en fonction de leur rapport masse sur charge. Un échantillon de 1  $\mu\text{L}$  avec un split de 40 est introduit tout d'abord en tête de la colonne dans l'injecteur par une micro seringue.

Une colonne de type Agilent SLB-5MS de 30 m de longueur, 0,25 mm de diamètre intérieur et de 0,25 mm d'épaisseur du film a été utilisée avec un débit d'hélium de 1 mL/min afin de séparer les molécules constituant l'échantillon à analyser.

Le programme de température de la colonne GC comprend un palier isotherme de 10 min à 40 °C, d'une rampe jusqu'à 170 °C sous 3°C/min, d'une rampe jusqu'à 340 °C sous 10°C/min et d'un palier isotherme de 6 min à 340 °C.

### V.3.4 les différents résultats d'analyses de l'huile en service

Le tableau ci-dessous résume les différents résultats d'analyses concernant les caractéristiques de l'huile TORADA TC 32, aussi bien pour l'huile neuve que pour l'huile en service durant les années (Mars 2021, Mars 2022, Septembre 2022, Mars 2023)

Tableau V.7 : les différents résultats d'analyses concernant les caractéristiques de l'huile TORADA TC 32

Point de prélèvement	Unité de Traitement de Gaz				HN
Date d'échantillonnage	M23	SEP22	M22	M21	M20
<b>Caractéristiques physicochimiques</b>					
Masse volumique à 20° g/cm <sup>3</sup>	0.8589	0.8592	0.8624	0.8640	0.8599
Masse volumique à 15°C g/cm <sup>3</sup>	0.8620	0.8623	0.8681	0.8671	0.8630
Viscosité cinématique à 40°C	16.53	17.35	22.95	28.28	32.55
Viscosité cinématique à 100°C	3.669	3.793	4.492	5.011	5.396
Point d'éclair à vase ouvert °C	120.0	128	173	190	204.1
Point de Feu °C	158.0	164	204.7	232.8	256.0
Point d'écoulement °C	-12	-12	-9	-9	-9
Couleur ASTM échelle	L8.0	7.5	L5.5	L3.5	L1.0
Total Acid Number(TAN) (mgKOH/g)	0.03	0.04	0.03	0.02	0.01
Point initial d'ébullition °C	163.1	167.3	218.0	249.7	326.4
<b>Teneurs en contaminants</b>					
Teneur en eau ppm	30.2	39.1	35.7	29.7	17.8
Teneur en résidu de carbone %poids	0.763	0.688	0.213	0.026	0.004

Par ailleurs, les deux échantillons d'huiles (neuve et en service) ont été analysés par la technique de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse "GCMS".

## V.4 Solutions d'amélioration des caractéristiques physico-chimiques de l'huile TORADA TC 32

### 1ère solution

#### Introduction

La dégradation de l'huile de service TORADA TC 32, nous a amené à chercher des solutions afin d'améliorer ses caractéristiques physico-chimiques qui sont détériorés au cours du processus de fonctionnement.

#### VI .4.1 Huile en service TORADA TC 32 à différents mélanges

Suite à la dégradation de l'huile TORADA TC 32, nous avons entamés un travail de mélanges de plusieurs solutions sur cette huile pour améliorer ses caractéristiques physico-chimiques

##### VI.4.1.1 Les mélanges des constituants

On décrit dans le tableau ci-dessous

Tableau VI.9 : Les différents mélanges des constituants

Les mélanges	mélange 1(M1)	mélange 2 (M2)	mélange 3 (M3)	mélange 4 (M4)
Les constituants	80% H S	60% H S	50% H S	40% H S
	+	+	+	+
	20% H N	40% H N	50% H N	60% H N

#### VI.5 Augmentation de ma pression de service selon le logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel-Calculatore ) (2ème solution)

Nous avons maintenant entamé une autre solution pour notre problématique, puisque la première n'a pas donnée de résultats.

On va augmenter la pression pour améliorer la température d'ébullition : passer de la température  $T=163,1^{\circ}\text{C}$  à  $T=290^{\circ}\text{C}$

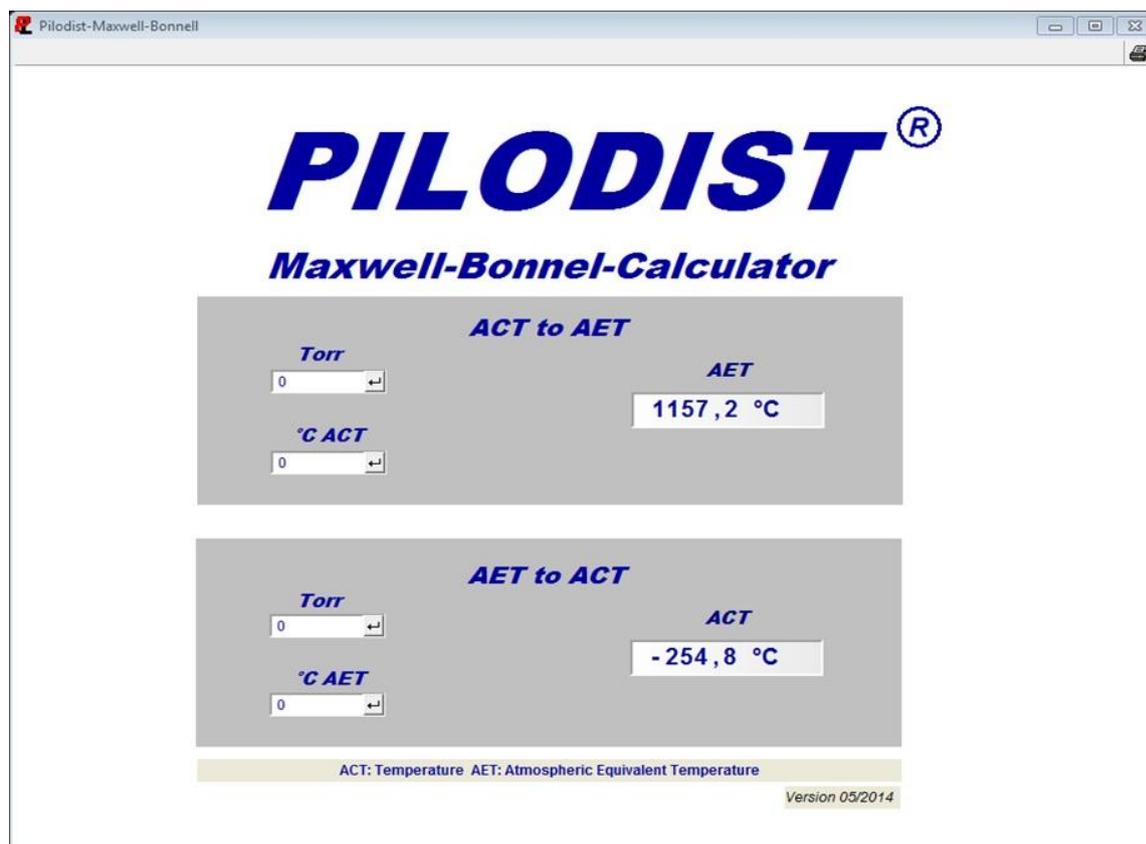


Figure VI.16 : Logiciel PILODIST / Maxwell-Bonnel-Calculatore

### VI.5.1 Principe du logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel- Calculatore )

Veillez utiliser notre calculateur Maxwell-Bonnel pour convertir les températures réelles (ACT) en températures atmosphériques équivalentes (AET) et pour déterminer la pression nécessaire dans le système afin que l'AET corresponde à l'ACT.

Le calculateur Maxwell-Bonnel détermine la température équivalente atmosphérique (AET) à partir de la température de vapeur observée (ACT) dans le système de distillation sous vide. Le calculateur est également capable de déterminer la température de vapeur observée (ACT) dans le cas où la température équivalente atmosphérique (AET) et la pression sont connues.

**Introduction**

Nous allons vous présenter dans ce chapitre, les résultats et discussions de toute la partie expérimentale que nous avons effectuée.

**VI.1 Détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile neuve**

Il en ressort du tableau V.5 que l'huile TORADA TC 32 possède une viscosité cinématique de 32,55°C, mesurée à température de 40°C qui reste dans les normes de spécification de l'huile qui est de (28,8 - 35,2°C). Quant au point d'écoulement, la valeur obtenue est de -9°C qui est égal à la valeur recommandée par la norme (ASTM D97-11) qui est de -9°C

D'après ces résultats et ces commentaires, on peut dire que cette huile n'a pas subi de dégradation majeure et sa qualité n'est pas affecté (pouvoir lubrifiant, viscosité, Point d'éclair et le point d'écoulement sont dans les normes).

**VI.2 les différents résultats d'analyses concernant les caractéristiques de l'huile TORADA TC 32**

La diminution et l'augmentation significative :

- la masse volumique à 20°C, masse volumique à 15°C
- viscosité cinématique à 40°C, Viscosité cinématique à 100°C
- Teneur en eau
- Le point d'éclair
- Acide total number
- Le point d'écoulement
- Teneur en résidu de carbone
- Point initial d'ébullition
- Et le changement couleur de l'huile TORADA TC 32.

Donnés dans les (Figure VI.16 , Figure VI.17 , Figure VI .18 , Figure VI .19 , Figure VI .20 , Figure VI .21, Figure VI .22 , Figure VI .23, Figure VI .24, Figure VI .25, Figure VI .26, Figure VI .27). Indiquent la présence d'hydrocarbures légers, suite à :

- Une contamination de l'huile par des 8 hydrocarbures légers (dilution) .
- Ou un craquage thermique, dû à l'exposition de l'huile à de fortes températures.
- Le changement de couleur de l'huile (qui devient plus foncé), signe de l'oxydation de cette huile.

VI.2.1 La masse volumique à 20°C

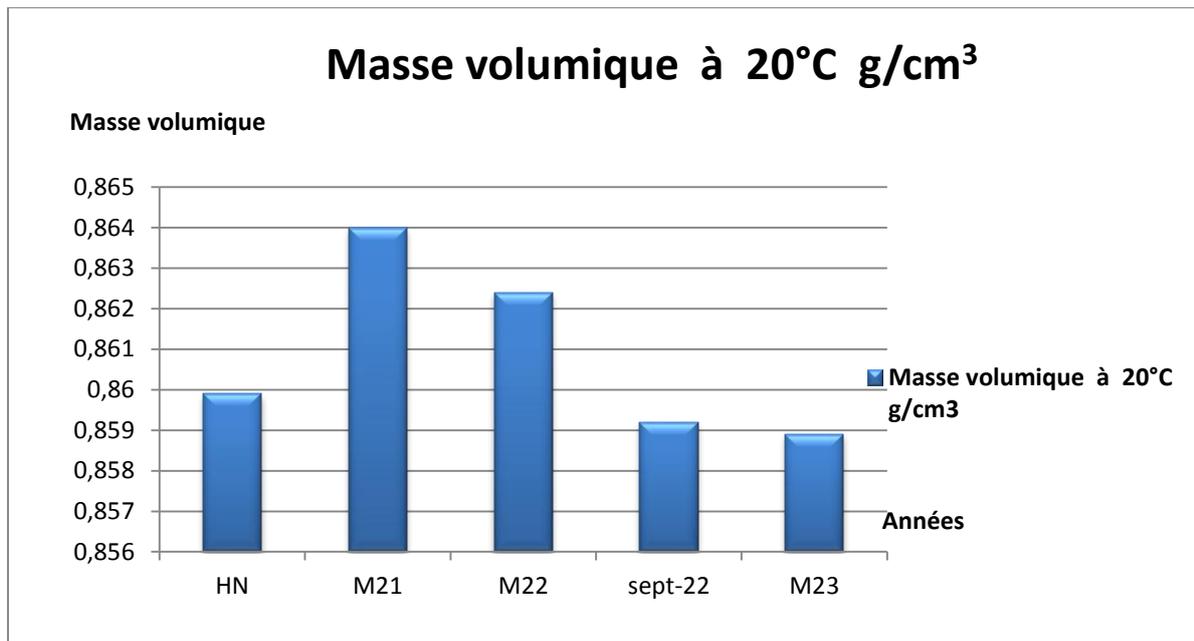


Figure VI.17 : Histogramme représentant les évolutions de la masse volumique à 20°C de l'huile en service en fonction du temps

VI.2.2 La masse volumique à 15°C

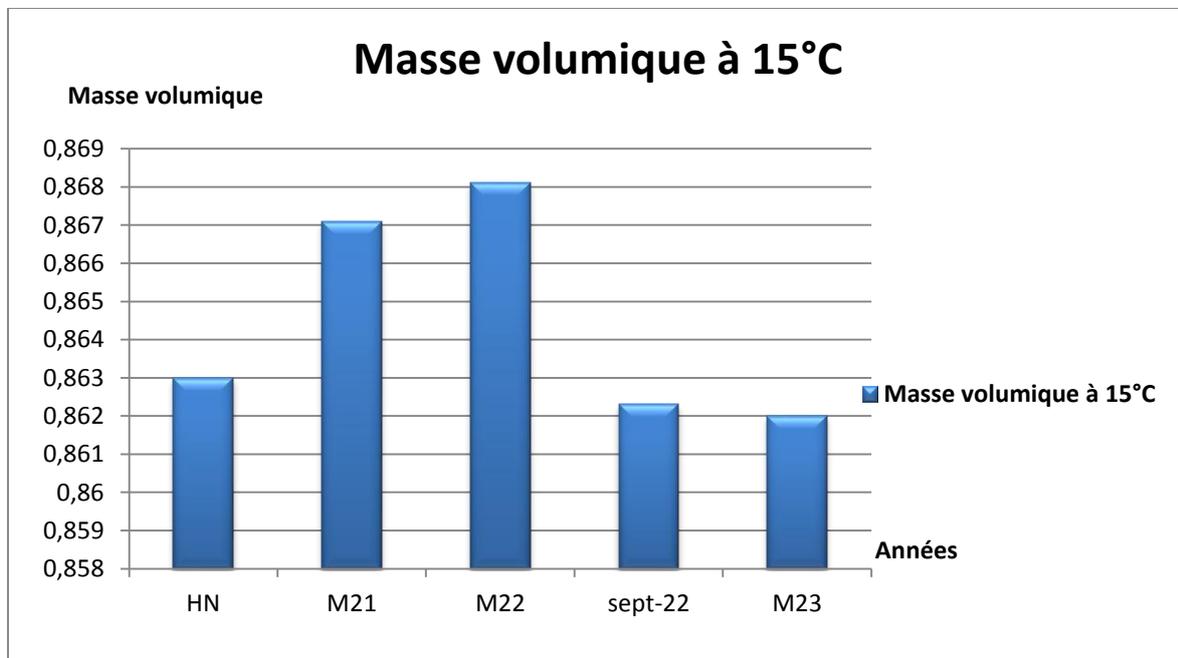


Figure VI.18 : Histogramme représentant les évolutions de la masse volumique à 15°C de l'huile en service en fonction du temps

VI.2.3 La Viscosité cinématique à 40°C

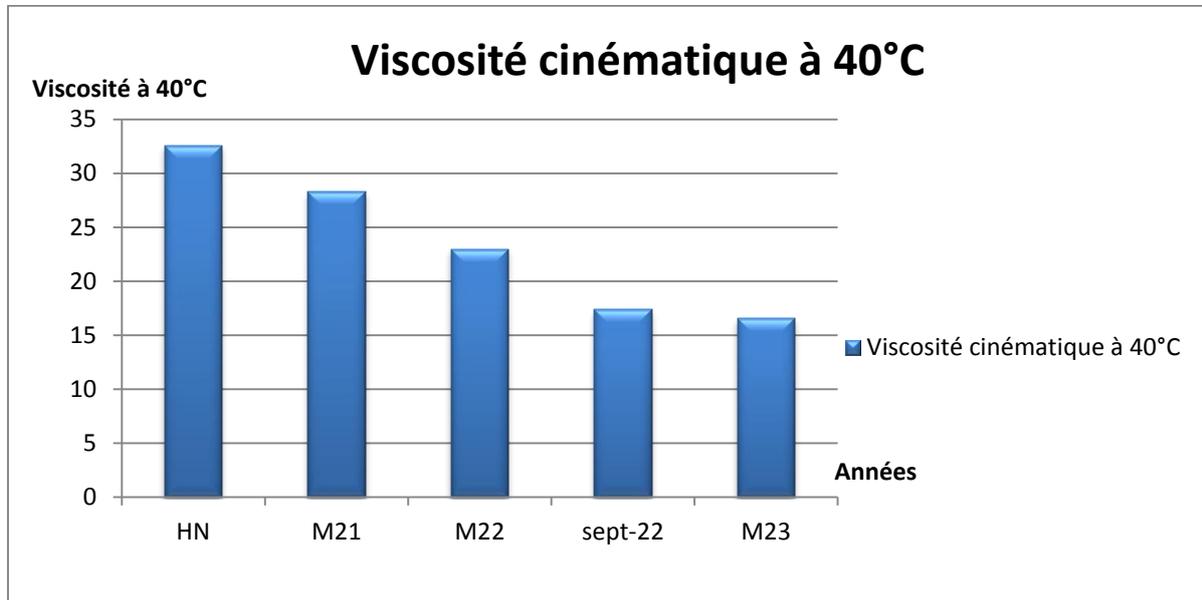


Figure VI .19 : Histogramme représentant les évolutions de la viscosité à 40°C de l’huile en service en fonction de temps

VI.2.4 La Viscosité cinématique à 100°C

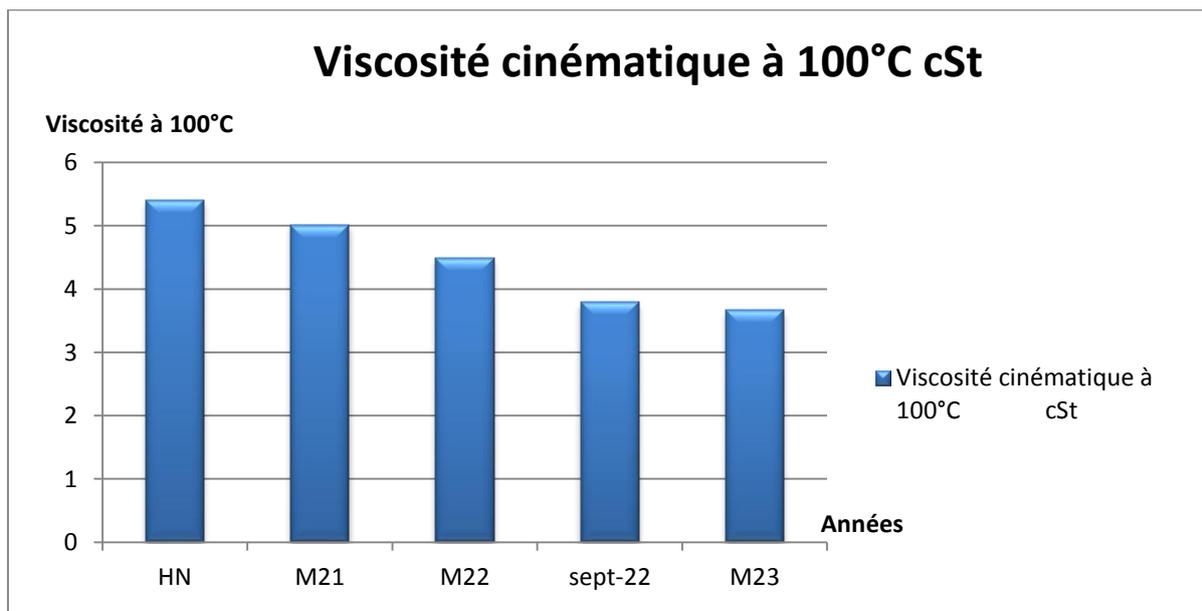


Figure VI .20 : Histogramme représentant les évolutions de la viscosité à 100°C de l’huile en service en fonction de temps

VI.2.5 Teneur en eau

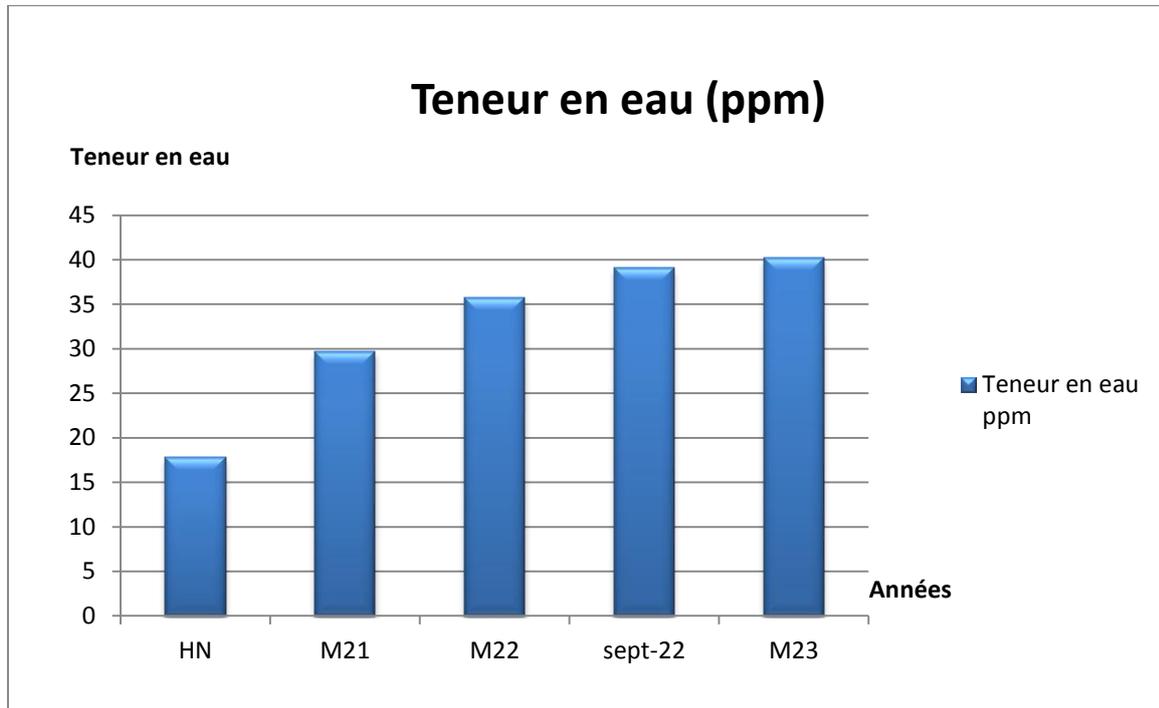


Figure VI .21 : Histogramme représentant les évolutions de la Teneur en eau de l’huile en service en fonction de temps

VI.2.6 Le point d’éclair

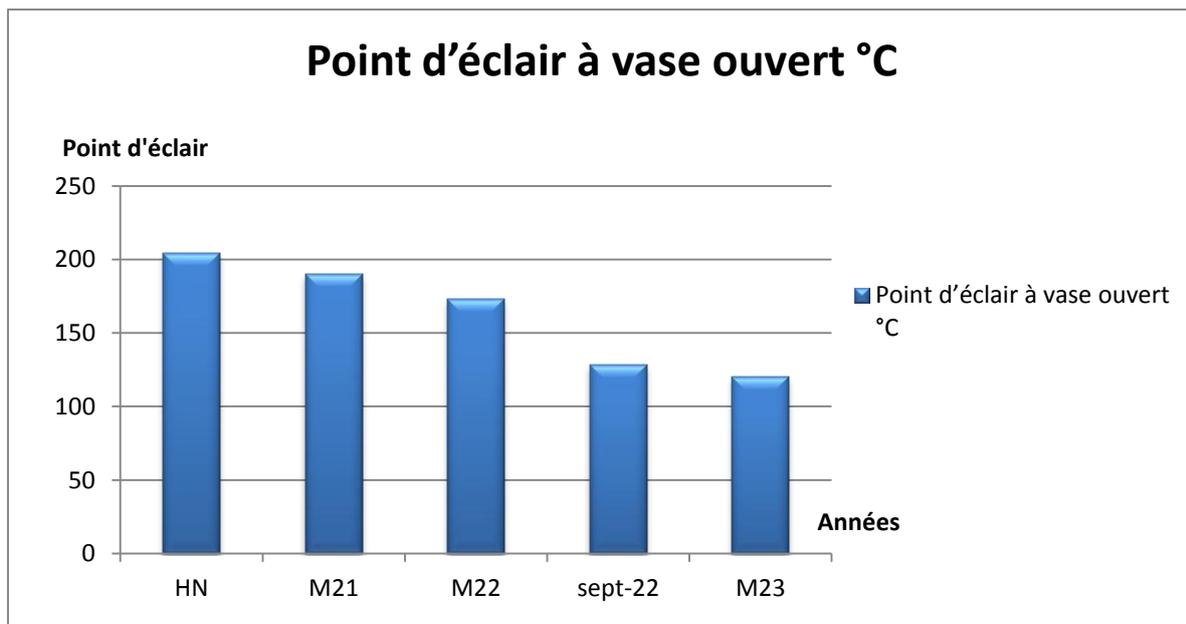


Figure VI .22 : Histogramme représentant les évolutions de point d’éclair de l’huile en service en fonction de temps

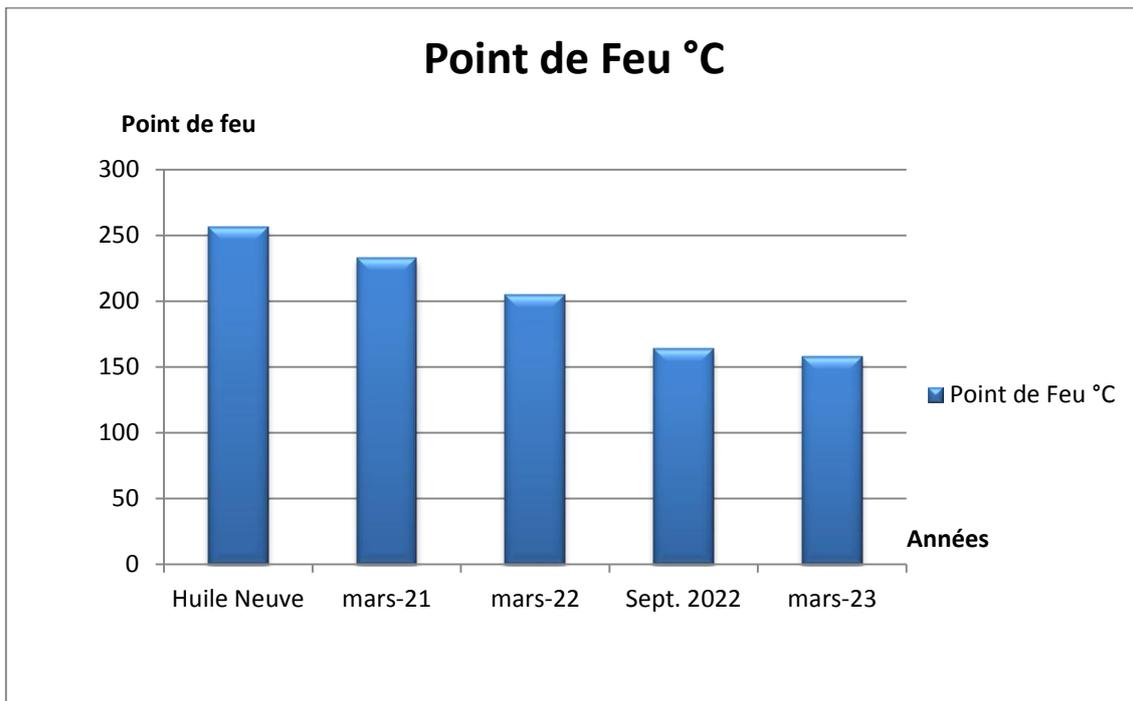


Figure VI .23 : Histogramme représentant les évolutions de point de feu de l’huile en service en fonction de temps

VI.2.7 Acide total number

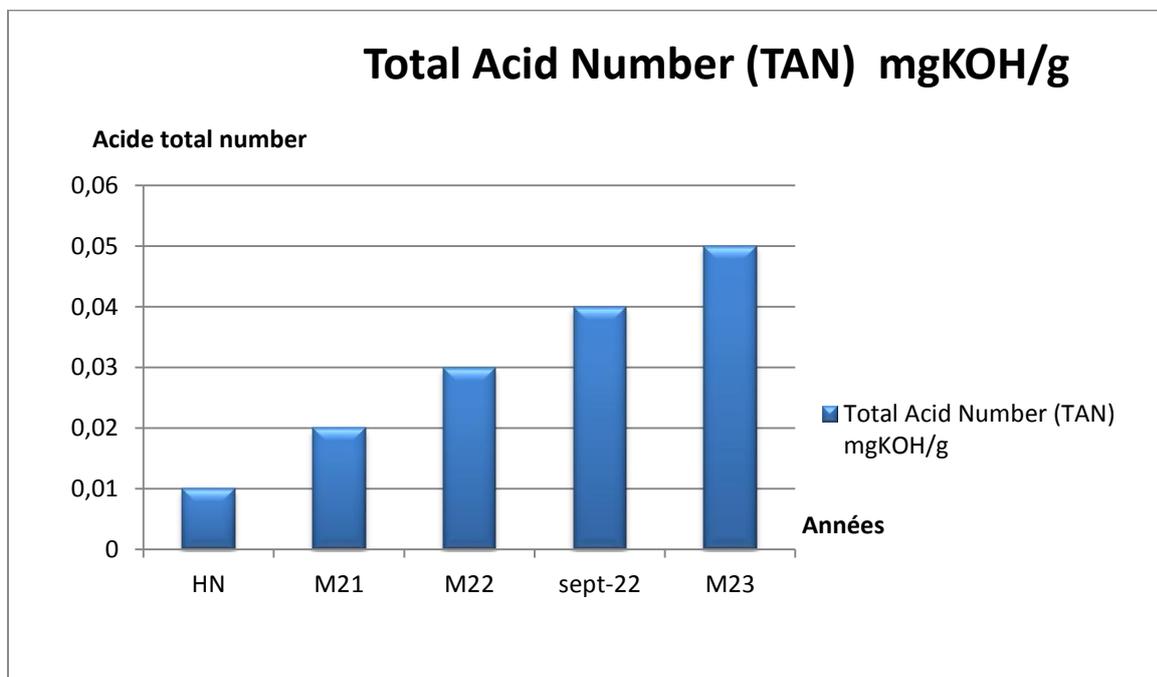


Figure VI .24 : Histogramme représentant les évolutions de l’acide total number de l’huile en service en fonction de temps

VI.2.8 La couleur ASTM

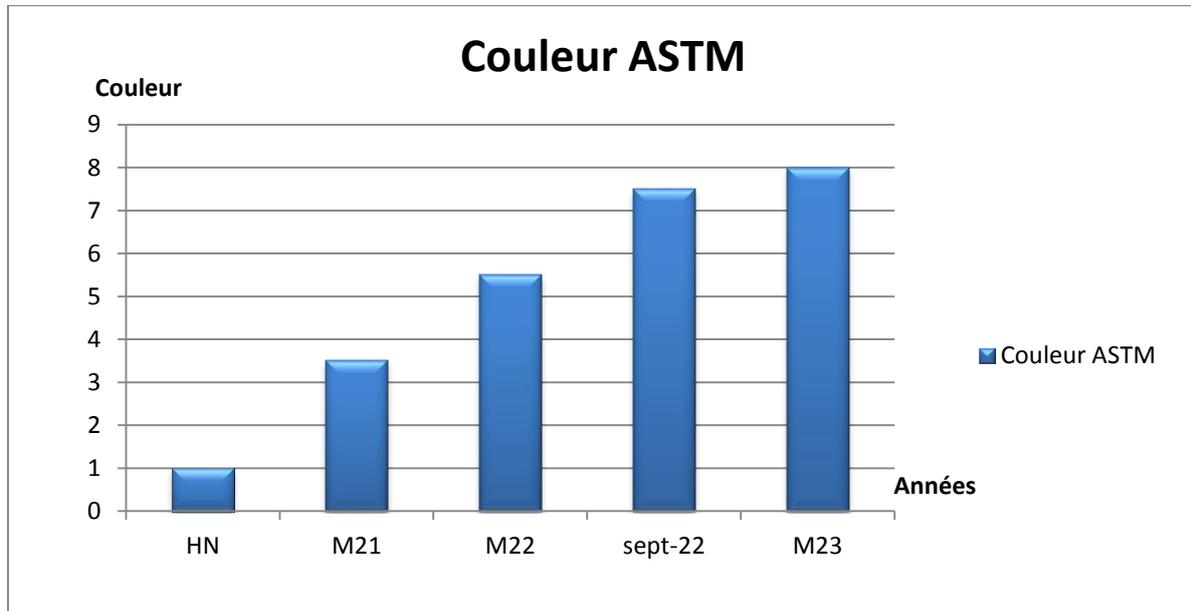


Figure VI .25 : Histogramme représentant les évolutions de la couleur ASTM de l’huile en service en fonction de temps

VI.2.9 Le point d’écoulement

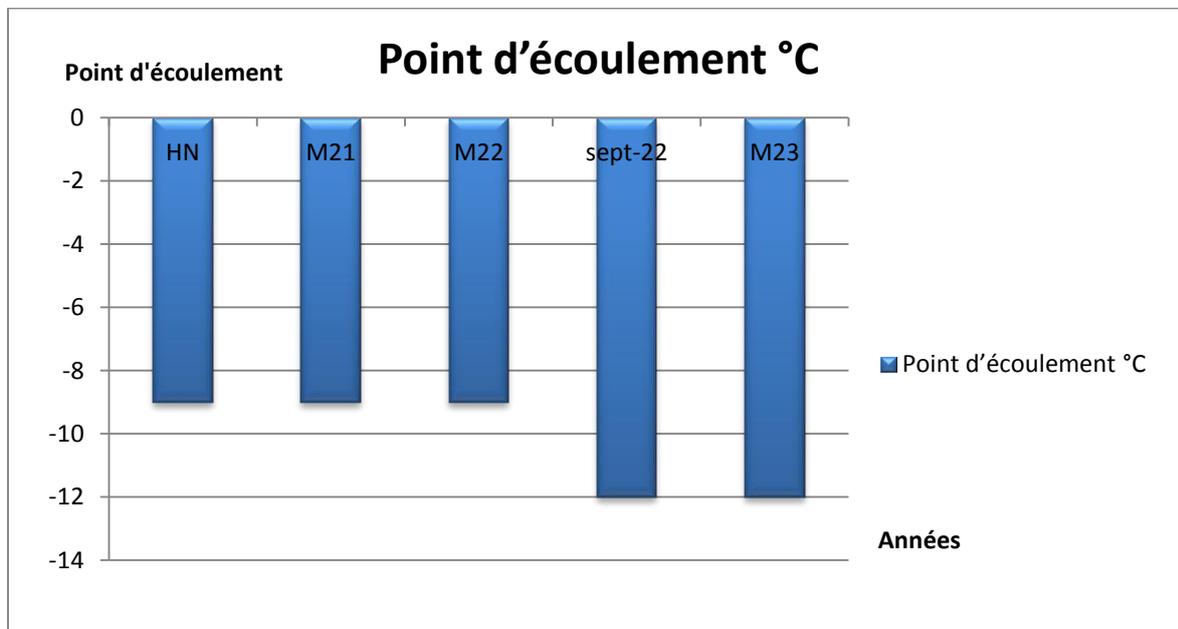


Figure VI .26 : Histogramme représentant les évolutions du point d’écoulement de l’huile en service en fonction de temps

VI.2.10 Teneur en résidu de carbone

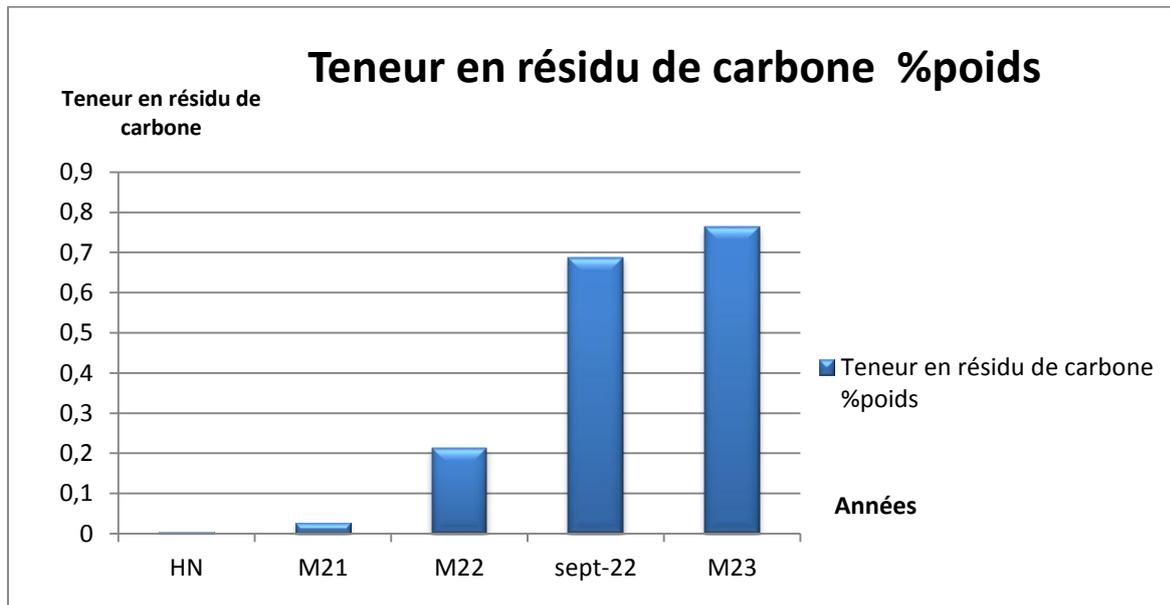


Figure VI .27 : Histogramme représentant les évolutions de la Teneur en résidu de carbone de l'huile en service en fonction de temps

VI.2.11 Point initial d'ébullition en °C

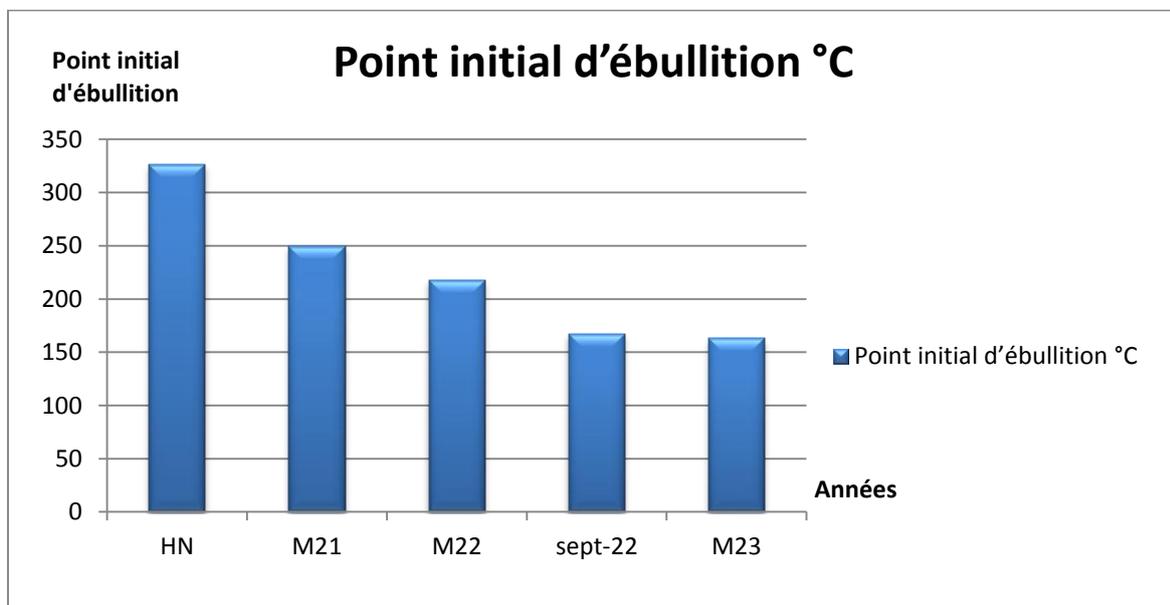


Figure VI .28 : Histogramme représentant les évolutions du Point initial d'ébullition de l'huile en service en fonction de temps

## VI.2.12 Etude chromatographique de l'huile en service TORADA TC 32

L'examen de ces chromatogrammes (Figure VI .27) montre que ces deux huiles, renferment des composés de même nature, la présence d'hydrocarbures légers d'origine inconnue dans l'huile en service, est également mise en évidence. Ces derniers sont probablement responsables de la dégradation des propriétés physico chimiques de l'huile en service.

Ces hydrocarbures présents uniquement dans l'huile en service sont décrits sur le tableau suivant :

Tableau VI.8 : hydrocarbures présents uniquement dans l'huile en service TORADA

Nom de la molécule	Formule chimique	Concentration
Diphenylmethane	C13H12	5.677%
Benzène, 1,1-ethylidenebis	C14H14	76.884%
5-Méthyle-2-phényle-2-hexenal	C13H16O	3.86%
Bibenzyl	C14H14	13.91%
4a,5-Dimethyl-3-(prop-1-en-2-yl)- 1,2,3,4,4a,5,6,7-octahydronaphthalen-1-ol	C15H24O	4.91%

Les chromatogrammes obtenus sont présentés sur la figure donnée ci-après :

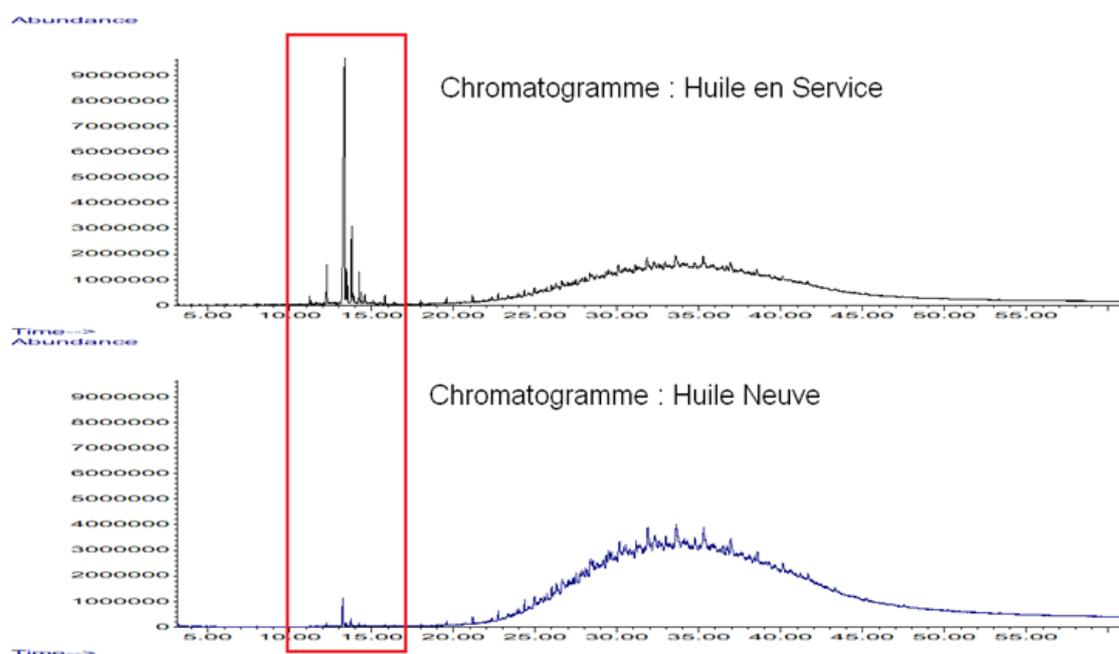


Figure VI .29 : Courbe représentant les évolutions du chromatogramme de l'huile neuve et en service en fonction du temps

### VI.3 Solutions d'amélioration des caractéristiques physico-chimiques de l'huile TORADA TC 32

#### VI.3.1 Différents mélanges concernant les caractéristiques l'huile TORADA TC 32

Les résultats de l'analyse physico-chimique de l'huile en service TORADA TC 32 avec les mélanges sont donnés dans le tableau VI.10

Tableau VI.10 : les différents résultats d'analyses des mélanges concernant les caractéristiques de l'huile TORADA TC 32

	M1	M2	M3	M4
Viscosité Cinématique à 40°C (cSt)	19,58	20,95	23,35	24,65
Viscosité Cinématique à 100°C (cSt)	4,053	4,306	4,476	4,624
Masse Volumique à 20°C (g/cm <sup>3</sup> )	0,8593	0,8594	0,8583	0,8588
Masse volumique à 15°C (g/cm <sup>3</sup> )	0,8624	0,8625	0,8614	0,8619
Indice de viscosité	104,81	112,32	102,27	102,40
Teneur en résidu de carbone(%poids)	0,54	0,41	0,33	0,263
Point initial d'ébullition (°C)	169,1	173,2	209,4	191,9
Point de feu (°C)	176	202	216	218
Point d'éclair (°C)	136	166	182	156

#### Interprétation des résultats

- Les mélanges effectués lors de nos expériences, à savoir l'étude comparative entre HN et HS M23 montre que cette dernière donne une nette dégradation de sa qualité
- La comparaison de la qualité de l'huile en service M23 avec les différentes combinaisons, à savoir (M1, M2, M3, M4) montre qu'il n'y a pas d'amélioration de l'huile en service (HS M23) en mars 2023, comparativement avec l'huile neuve (HN) voir les figures ci dessous (Figure VI.28, Figure VI.29, Figure VI.30, Figure VI.31, Figure VI.32, Figure VI.33, Figure VI.34, Figure VI.35)
- Ceci nous ramène à conclure, qu'il aurait été préférable de faire ces mélanges après une année de service de cette huile au lieu de la laisser en service à plus de deux années, ce qui détériore complètement ces caractéristique physico-chimiques

La viscosité cinématique à 40°C

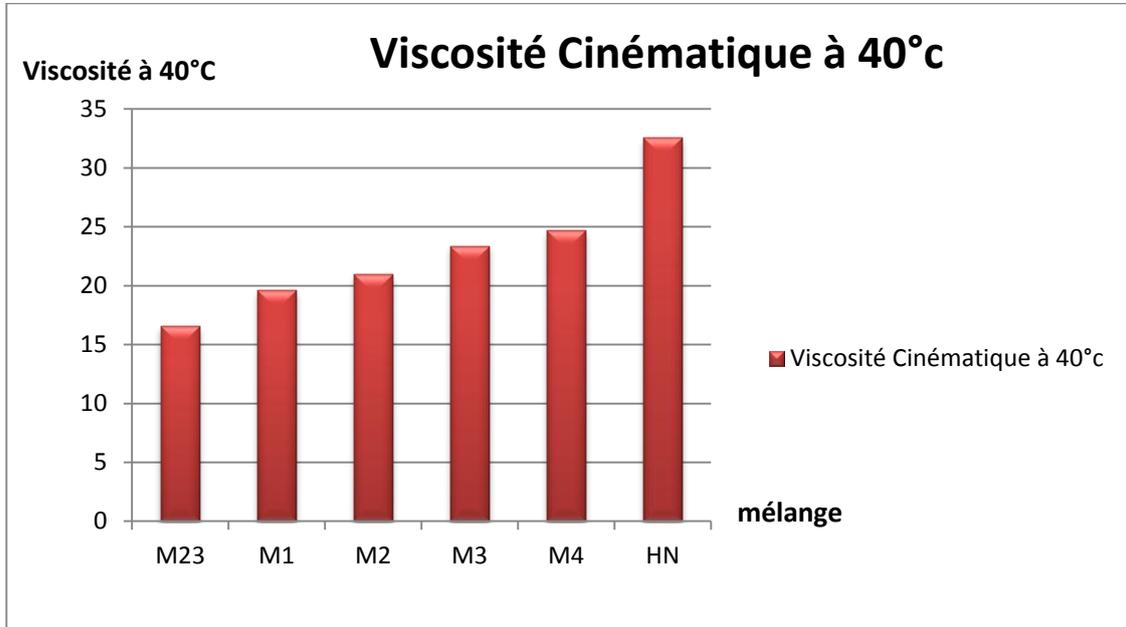


Figure VI.30 : Variation de La viscosité cinématique à 40°C en fonction des mélanges

La viscosité cinématique à 100°C

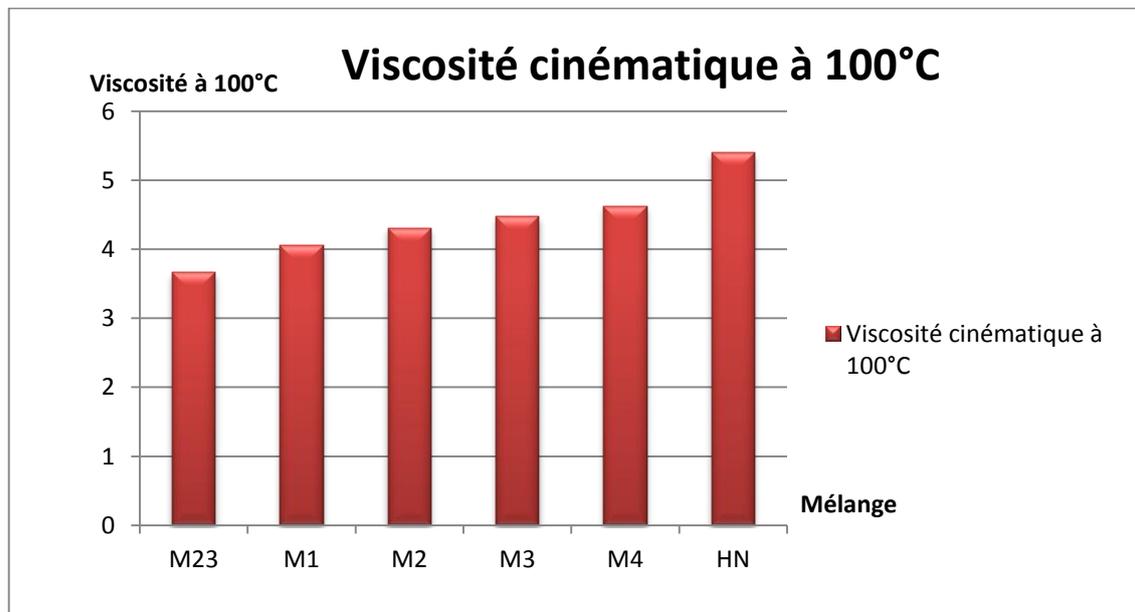


Figure VI.31 : Variation de La viscosité cinématique à 100°C en fonction des mélanges

La masse volumique à 15°C

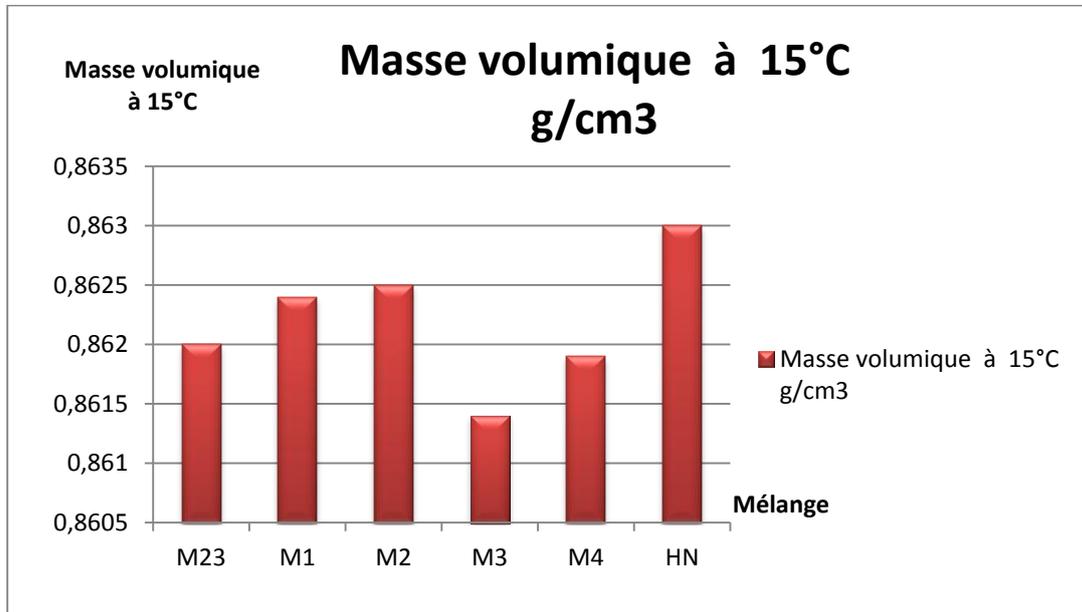


Figure VI.32 : Variation de La masse volumique à 15°C en fonction des mélanges

La masse volumique à 20°C

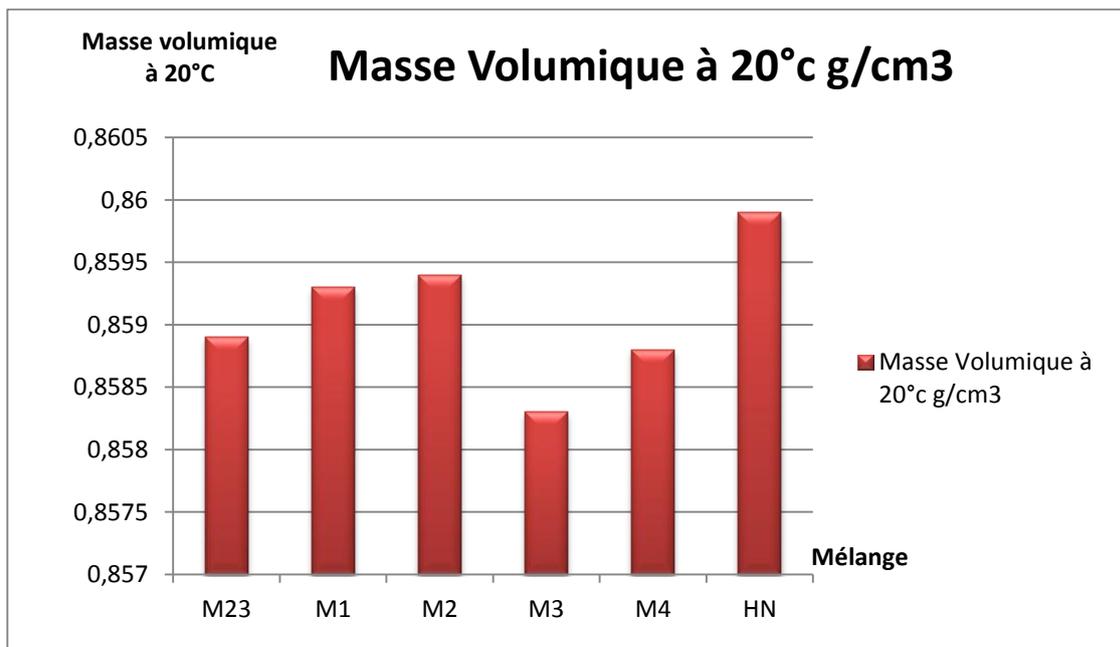


Figure VI.33 : Variation de La masse volumique à 20°C en fonction des mélanges

Point de feu en (°C)

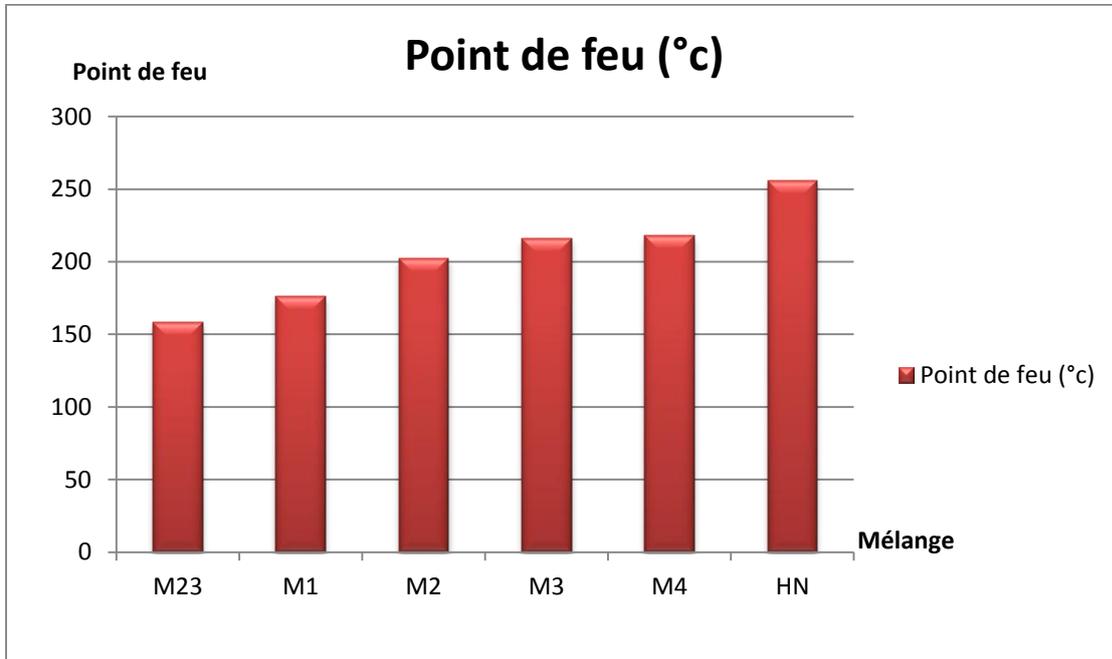


Figure VI.34 : Variation du Point de feu en fonction des mélanges

Point d'éclair à vase ouvert en (°C)

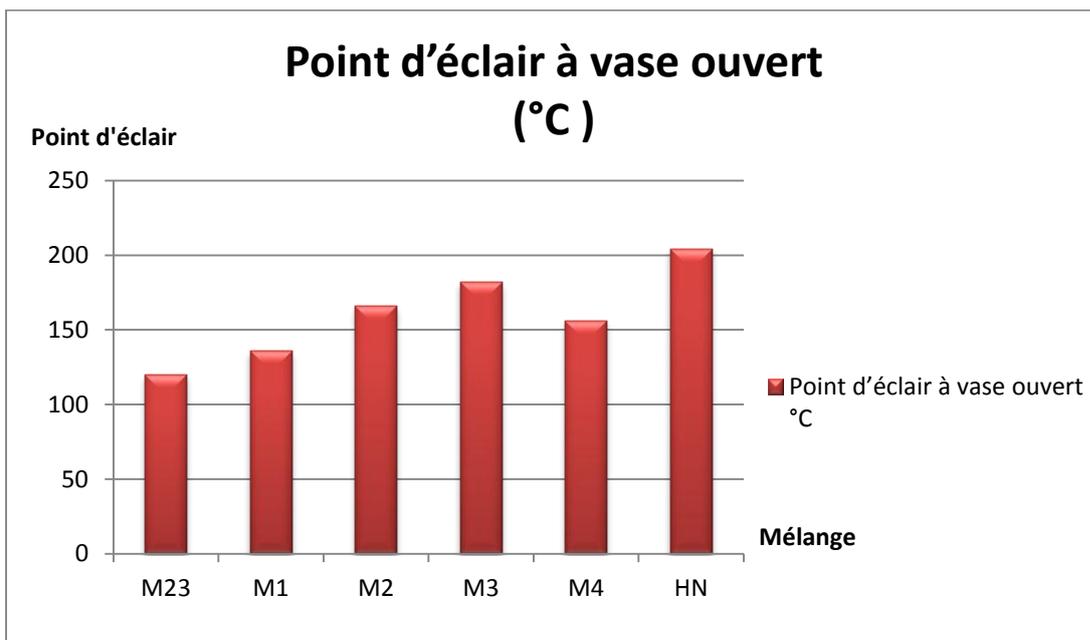


Figure VI.35 : Variation du point d'éclair à vase ouvert en fonction des mélanges

Point initial d'ébullition en (°C)

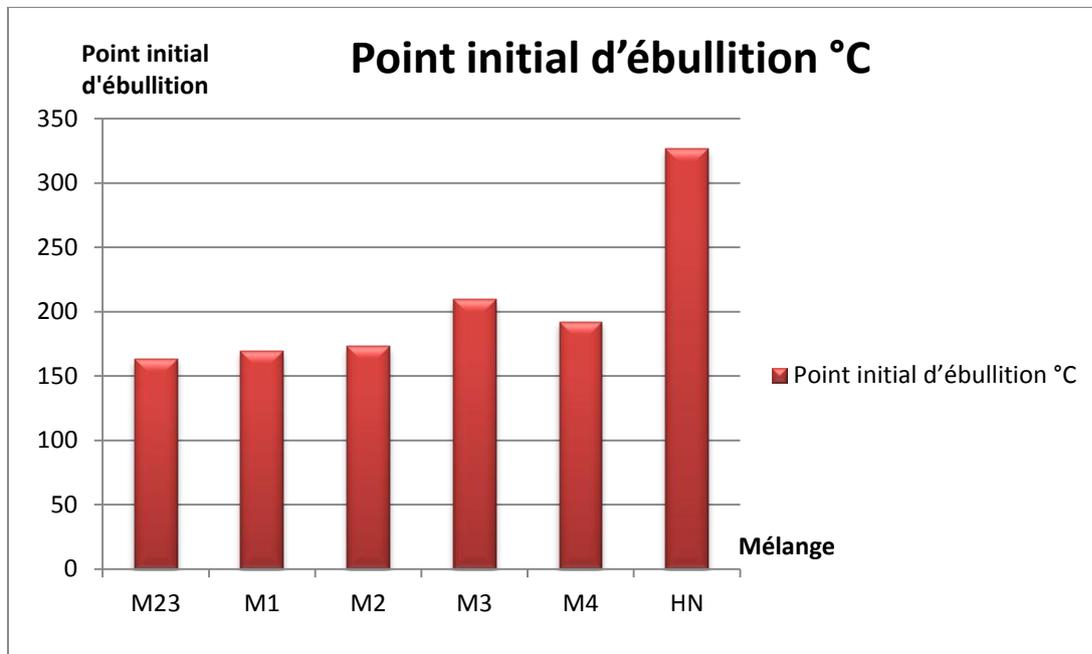


Figure VI.36 : Variation du Point initial d'ébullition en fonction des mélanges

Teneur en résidu de carbone

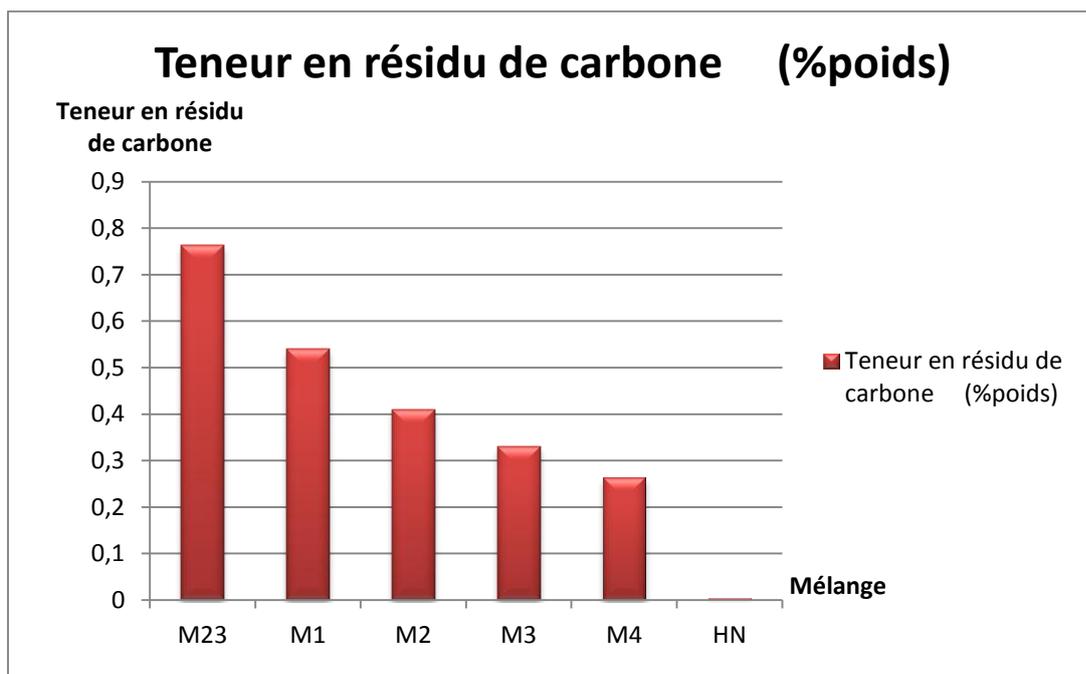


Figure VI.37 : Variation du Teneur en résidu de carbone en fonction des mélanges

2<sup>ème</sup> solution**VI.4 Augmentation de la pression de service selon le logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel-Calculatore ) .**

- Le but de ce travail est d'augmenter la température de fonctionnement et cela en augmentant la pression de service qui est induite à partir du logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel- Calculatore )
- Les résultats du logiciel (PILODIST / Maxwell-Bonnel- Calculatore ) sont donnés dans le tableau (VI.11)

Tableau VI.11 augmentation de pression en fonction de la température

<b>P (bar)</b>		<b>P (torr)</b>	<b>Température convertie</b>
1	760	760	163,1
2	760	1520	192
3	760	2280	211,3
4	760	3040	226 ,1
5	760	3800	238 ,4
6	760	4560	248 ,9
7	760	5320	258 ,2
8	760	6080	266 ,6
9	760	6840	274 ,3
10	760	7600	281,4
11	760	8360	288
<b>12</b>	<b>760</b>	<b>9120</b>	<b>294,1</b>
13	760	9880	300
14	760	10640	305,4
15	760	11400	310,7
16	760	12160	315,7
17	760	12920	320,4
18	760	13680	325
19	760	14400	329,5
20	760	15200	333,7

- **Interprétation des résultats**

Etant donné que la température de travail de l'huile TORADA TC32 et de 294,1 °C le logiciel nous a donne une pression P= 12 bar à cette température.

- **Remarque**

La deuxième solution de notre travail à été prise au niveau de l'entreprise qui est appliqué aujourd'hui.

## Conclusion général

Afin de comprendre le phénomène de décomposition oxydative et de contamination de l'huile thermique en service, nous nous sommes attachés, à travers ce travail, à suivre les transformations subies par l'huile soumise à des conditions thermiques élevées. L'huile a été soumise à une série d'analyses physico-chimiques pour montrer l'évolution des spécifications et des propriétés de l'huile après exploitation.

Les résultats obtenus montrent que notre échantillonnage était adéquat. La caractérisation des différents échantillons nous a permis de suivre l'évolution des propriétés physiques et chimiques de l'huile usagée lors de sa circulation dans les chaudières. Ainsi, nous avons constaté que l'huile commence à perdre sa stabilité thermique, sa qualité anti-acide et ses propriétés rhéologiques une fois qu'elle a été utilisée.

De plus, l'huile diathermique TORADA TC 32, on constate qu'elle contient une grande quantité de minéraux et que certaines de ses propriétés se dégradent de manière importante, ce qui est directement lié au phénomène de pollution.

Nous avons mené une étude qualitative pour comparer l'huile neuve avec l'huile en service afin de confirmer les résultats.

- Les résultats expérimentaux obtenus ont montré ce qui suit :

Les huiles diathermiques se dégradent avec le temps à cause :

D'une contamination de l'huile par les huit hydrocarbures légers (dilution).

A une oxydation ou craquage thermique, dû à l'exposition de l'huile à de fortes températures.

- Pour mener à bien ce travail, nous recommandons ce qui suit :

Nous avons élaboré deux solutions

- La première solution : effectuée différents mélanges avec TORADA TC 32 en services, ce qui n'a pas donner bonne solution à cause du nombre d'année de service de l'huile.
- deuxième solution : en utilisant le logiciel ( IPILODIST / Maxwell-Bonnel-Calculatore ) qui nous a donné la nouvelle pression de travail à  $T = 290^{\circ}\text{C}$ .

Cette solution est adaptée actuellement au niveau de l'entreprise (Gassi touil).

## Recommandations

- Pour éviter ce phénomène d'oxydation, il est important de stabiliser les températures d'huile aux points les plus chauds des circuits.
- Ou bien changer complètement l'huile en huile synthétique.

## Bibliographie

- [1] Technique d'ingénieur : génie des procédés chimique, caloporteurs.
- [2] Christophe MARVILLET, fluide caloporteur propriétés, cet article est issu de : énergies Thermique pour l'industrie, Réf : BE 9571V2, 10 juillet 2015 techniques de l'ingénieur.
- [3] Fluides caloporteurs et frigoporteurs-définios. Critères de choix, Christophe MARVILLET, BE 9570 V2, cet article est issu de : énergie Thermique pour l'industrie, 10 octobre 2015, date de dernière validation 24 février 2020.
- [5] mémoire, Recyclage et valorisation des huiles de vidange, étude bibliographie, sifi Mohammed Bachir, Darfour Omar, Bellut Mohammed, université Echahid hamma Lakhdar Eloued, 23/09/2021.
- [6] Manuel Opératoire de zone 05 Raffinerie 2006.
- [7] mémoire, étude du rendement de déparaffinage au niveau du complexe raffinerie, Ghenim nourelhouda Asmaa, Benguenab Houda, université Abdelhamid Ibn Badis de Mostaganem, 20/07/2022.
- [8] Production des huiles de base, Raffinage des huiles de base, Mr. M. A. CHEMRAK, université de tissemsilt, 2016/2017.
- [9] Foster wheeler française. RBC 6267, D. S. V. Avril 1981.
- [10] mémoire, Rôle et Qualité des huiles diathermiques, Malya Kerbila, université des sciences et technologie Houari Boumediene.
- [11] technique de l'ingénieur.
- [12] <http://www.unicalg.lt/fr/catalogue produits/ industrie-vapeur-369/1570/huile-diathermique>.
- [13] <https://principe.com/blog /utilisation de l'huile thermique dans le secteur industriel/>.
- [14] article, Interpretation -of-test-Result—T est-parametres, Aguide to the interpretation of used oil analysis results.

[15] thèse étude des huiles et des mélanges A base d'huile minérale pour transformateurs de puissance Recherche d'un mélange optimale, Christophe Ierrier, 12/04/2005, l'école central de Lyon.

[16] J. Ayel, M. Born, (1998), " lubrifiants et fluides pour l'automobile " édition technip.

[17] livre physico-chimiques des lubrifiants, analyses et essais, Jacques Denis, Jean Briant, Jean-claude Hipeapux, 1997, éditions technip.

[18] CIMAC, used engine oil Analysis-user Interpretation Guide, this document has been elaborated by the CIMAC Working groupe ' Marine lubricants ' in May 2011.

[19] mémoire la régénération des huiles industrielles usées, chaouche Lydia, Nouara Rahma, université de M'hamed Bougara-boumerdes, 2015/2016.

[20] article PiroBloc Réchauffeurs D'huiles chaude et fluides thermiques : le Guide complet,©2022-pirobloc, SA.

[21] P. J. VUARCHEX, " huiles et liquides isolants ", technique de l'ingénieur, volume DAB, Traité D230, Juin 1995.

[22] chapitre 2 : généralité sur les lubrifiants, Lubrification, huile de coupe, graissage, M. Chorfi Sofiane, UEM5 : productique, industrialisation, ISTA Constantin, le 14 /12 /2020.

[23] Technique d'analyse de laboratoire, Dr SEMMAME, université Frères mentouri Constantin 1, la chromatographie.

[24] projet Gassi touil ( installations de traitement de gaz des champs de Gassi touil ) / contrat N0. ENC 09346Z/ MANUEL D'EXPLOITATION, TATION POUR LE CPF ( unités du procédé ).

[25] thèse, craquage thermique de mélanges d'hydrocarbures à haute pressions, STEPHANE KRESSMAN, l'école nationale supérieure du pétrole et des moteurs, soutenance le 20 novembre 1991.

## Résumé

L'huile diathermique TORADA TC 32 est une huile très utilisée au niveau de la base pétrolière Gassitouil lors de la production des gaz, puisqu'elle sert comme fluide caloporteur lors du transfert de chaleur et son coût est très élevé puisqu'elle est importée.

La durée de vie de l'huile diathermique (TORADA TC 32) est de 3 ans, Lors de son utilisation au niveau de (Gassitouil), cette huile usagée (en service) ne dépasse pas une année de travail, pour que cette qualité commence à se dégrader, cela est du probablement au craquage thermique, sa contamination et son oxydation.

Pour éviter l'achat de cette huile très chère et importée, nous avons entamé un travail de recherche afin d'apporter des solutions pour augmenter sa durée de vie et sa qualité lorsque celle-ci est en service.

## Summary

TORADA TC 32 diathermicoils an oil widely used at the Gassitouil oil base during gas production, since it serves as a heat transfer fluid during heat transfer and its cost is very high since it is imported.

The lifespan of diathermic oil (TORADA TC 32) is 3 years, When used at (Gassitouil), this used oil (in service) does not exceed one year of work, so that this quality begins to degrade, this is probably due to thermal cracking, contamination and oxidation.

To avoid the purchase of this very expensive and imported oil, we have started research to provide solutions to increase its lifespan and its quality when it is in service.

## ملخص

TORADA TC 32 زيت حراري يستخدم على نطاق واسع في قاعدة زيت Gassi touil أثناء إنتاج الغاز، لأنه يعمل بمثابة مائع لنقل الحرارة أثناء نقل الحرارة وتكلفته عالية جدًا منذ استيراده.

العمر الافتراضي للزيت الحراري (TORADA TC 32) هو 3 سنوات، عند استخدامه في (Gassi touil)، لا يتجاوز هذا الزيت المستخدم (في الخدمة) سنة واحدة من العمل، بحيث تبدأ هذه الجودة في التدهور، وربما يرجع ذلك إلى التكسير الحراري والتلوث والأكسدة.

لتجنب شراء هذا الزيت الغالي الثمن والمستورد، بدأنا البحث لتوفير حلول لزيادة عمره الافتراضي وجودته عندما يكون في الخدمة.