

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'enseignement supérieur et de recherche scientifique
UNIVERSITE de BLIDA 1
Faculté De Technologie
Département De Génie De Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de
MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité :
Génie Chimique

Intitulé De Mémoire

**Contribution à la mise en place d'une approche pour la
surveillance des huiles diathermique en service**

Présenté Par :

Aouinti Radja

Guettouche Nesrine

Encadré Par :

Mme. Nadji Lamia

Année Universitaire 2022/2023



Remerciement

Avant toute chose, nous souhaiterions remercier ALLAH le tout puissant qui nous a aidé et nous a donné la patience et le courage durant ces longues années d'étude et de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Nos vifs remerciements vont en premier lieu à notre chère encadreuse Mme *Lamia NADJI*. Qui s'est dévouée pour nous dispenser de tous conseils, de nous avoir fait bénéficier de ses connaissances et de son expérience pour la réalisation de ce mémoire, ainsi pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer.

Un remerciement particulier est adressé à toutes les personnes du centre de recherche et développement de département de gisement.

À nos familles et nos frères et sœurs qui par leurs prières et leurs encouragements, on a pu surmonter tous les obstacles.

Enfin, nous adressons notre profonde gratitude à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.





Dédicace



Je dédié ce travail

À l'homme de ma vie,

Mon exemple éternel, et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, à toi mon père.

À la lumière de mes jours,

La source de mes efforts, ma vie et mon bonheur, mon soutien moral, maman que j'adore.

Aux personnes dont j'ai bien aimé la présence dans ce jour, ma sœur Yasmine et pour mes frères Ismail et Issam.

A l'âme de ma grand-mère qui attendait toujours ce moment, qu'ALLAH lui pardonne et ait pitié de lui.

Nesrine

Dédicace

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

À ma vie, Ma très chère maman,

qui m'a tant aidé avec son soutien. Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études.

À mon bonheur, mon très cher père,

Aucune dédicace n'exprime l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien-être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

À mes frères Saado et Mohamed et ma sœur Amina,

Qui ont toujours été là pour moi. Je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité. Que Dieu vous préserve et vous procure la santé et une longue vie.

À mes chères amies,

Au nom de l'amitié qui nous réunit, et au nom de nos souvenirs inoubliables

Radjaa



ملخص:

يمكن هذا العمل في دراسة الزيت الحرارية TORADA TC32 المستعملة في منشأ معالجة الغاز لحقول قاسي الطويل على مستوى مركز البحث والتطوير المتواجد في ولاية بومرداس.

الهدف الرئيسي من دراستنا هو محاولة ايجاد حل لتدهور الزيت الحرارية، المحافظة على خصائصها لفترة اطول، الحفاظ على سلامة المنشآت وتقليل التكاليف.

مدة استهلاك الزيت الحرارية TORADA TC32 بشكل عام يصل إلى ثلاث سنوات او أكثر، ولكن بعد نتائج الخصائص، بتحليل الزيت الذي عندنا في وقت قصير جدا (عام واحد من استخدامه)، يمكن ان يتسبب هذا التدهور مشاكل في منشآت المصانع.

لمعالجة المشاكل المذكورة أعلاه، قد وجد أنه من الضروري زيادة الضغط إلى 12 أو 13 بار للوصول إلى درجة حرارة كافية وتجنب المخاطر.

الكلمة الأساسية: TORADA TC32، زيت حراري، تكسير حراري، تدهور.

Résumé

Ce travail consiste à étudier l'huile diathermique TORADA Tc 32 implantée à l'installation de traitement de gaz des champs de GASSI TOUIL au niveau de centre de recherche et développement à Boumerdès.

L'objectif principal de notre étude est d'essayer de trouver une solution au craquage thermique d'huile diathermique et de préserver ses propriétés plus longtemps, tout en préservant l'intégrité des installations et en minimisant le cout.

La durée de consommation d'huile diathermique TORADA Tc 32 est généralement de trois ans ou plus, mais après les résultats de caractérisations, l'huile que nous avons se dégrade en très peu temps (un an de son utilisation), cette détérioration de l'huile peut causer des problèmes aux niveaux des installations de l'usine.

Pour remédier les problèmes précédents, on a trouvé qu'il est nécessaire d'augmenter la pression jusqu'à 12 ou 13 bar pour atteindre la température suffisante et éviter les risques.

Mot clé : TORADA TC 32, huile diathermique, craquage thermique, dégradation.

Abstract:

The aim of this project is to study the TORADA Tc 32 diathermic oil used in the GASSI TOUIL gas treatment plant at the Boumerdès research and development center.

The main aim of our study is to find a solution to the thermal cracking of diathermic oil and preserve its properties for longer, while preserving plant integrity and minimizing costs.

The shelf life of TORADA Tc 32 diathermic oil is generally three years or more, but according to the results of characterizations, the oil we have degraded in a very short time (one year of its use), this deterioration of the oil can cause problems at the plant level.

To remedy the above problems, we found it necessary to increase the pressure to 12 or 13 bar to reach the right temperature and avoid the risks.

KEY WORDS: TORADA Tc 32, diathermic oil, the thermal cracking, degraded.

Sommaire

Remerciement

Dédicace

Résumé

Listes des figures

Listes des tableaux

Listes des abréviations et acronymes

Introduction générale..... 01

Partie 1 : études bibliographiques

Chapitre 1 : Présentation du lieu de stage

1.1. Présentation de l'entreprise SONATRACH..... 03

1.2. Présentation de la Division Technologie et Développement (DTD)..... 03

1.3. Direction Gisement..... 04

1.4. Organigramme de la direction Gisement..... 05

1.5. Département de caractérisation des produits pétrolier stabilisé CPPS..... 05

Chapitre 2 : Généralités

2.1. Généralités sur le pétrole..... 07

2.1.1. Introduction..... 07

2.1.2. Origine du pétrole..... 07

2.1.3. Raffinage de pétrole 07

2.2. Généralités sur les huiles diathermiques 09

2.2.1. Définition d'huile diathermique 09

2.2.2. Définition d'huile TORADA TC 32 10

2.2.3. L'utilisation des huiles diathermiques..... 10

2.2.4. Fabrication des huiles diathermiques 11

2.2.4.1. Les huiles de bases 11

2.2.4.2. Les additifs 12

2.2.5. Les types des huiles diathermiques 15

2.2.5.1. Huile de base minérale..... 15

2.2.5.2. Huile de base synthétique..... 16

2.2.6. Les huiles neuves..... 18

2.2.7. Les huiles en services..... 18

2.3. Caractéristiques des huiles diathermiques..... 19

2.3.1. Caractéristique massique 19

2.3.2. Caractéristique optique	19
2.3.3. Caractéristique thermique	20
2.3.3.1. Le point d'éclair et point de feu	20
2.3.3.2. Le point d'écoulement.....	20
2.3.4. Caractéristique rhéologique.....	20
2.3.4.1. Viscosité	20
2.3.4.2. Indice de viscosité	21
2.3.5. Caractéristique chimique	21
2.3.5.1. Indice d'acidité TAN et l'indice de basicité TB.....	21
2.3.5.2. Corrosion a la lame de cuivre	22
2.3.6. Les contaminant	22

Partie 2 : Étude expérimentale

Chapitre 3 : matériel et méthode

3.1. Introduction.....	24
3.2. Caractéristiques physico-chimiques.....	24
3.2.1. La masse volumique	24
3.2.2 La viscosité cinématique	25
3.2.3. Teneur en eau	26
3.2.4. L'indice d'acide total (TAN)	26
3.2.5. Point d'écoulement.....	27
3.2.6. Point d'éclair et point de feu	28
3.2.7. Couleur	28
3.2.8. Teneur en résidu de carbone	29
3.2.9. Point d'ébullition	30
3.2.10. Analyse chromatographie.....	30
3.2.10.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG).....	31
3.2.10.2. Spectrométrie de masse (SM).....	31

CHAPITRE 4 : Résultats et discussions

4.1. Introduction	32
4.2. Description de circuit de l'huile diathermique	32
4.3. Résultat d'analyse d'une huile TORADA TC 32	36
4.4. Étude des performances thermiques	42
4.5. La Méthode expérimentale de régénération	44

4.6. Pratique de conversion des températures équivalentes à l'atmosphère (AET) en températures de vapeur observée (ACT).....	48
4.7. Logiciel PILODIST Maxwell-Bonnell.....	52
Conclusion	55
Bibliographie	
Annexe	

Listes des figures

Figure.1.1. Organigramme de la direction Gisements.....	05
Figure.2.1. Schéma de base d'un circuit des huiles diathermiques.....	09
Figure.3.1. Échelle de couleur ASTM par pas de 0,5.....	29
Figure.4.1. Circuit de l'huile diathermique.....	35
Figure.4.2. Évolution de la viscosité cinématique a 40°C de l'huile diathermique en service (TORADA TC 32) en fonction de temps.....	37
Figure.4.3. Évolution du point d'éclair et de point feu de l'huile diathermique (TORADA TC32) en fonction de temps.....	38
Figure.4.4. Évolution du point d'ébullition de l'huile diathermique (TORADA TC32) en fonction de temps.....	39
Figure.4.5. Évolution du Teneur en résidu de carbone de l'huile diathermique (TORADA TC32) en fonction de temps.....	40
Figure.4.6. Analyse Chromatographique (GC-MS) des deux huiles (Neuve et en Service).....	41
Figure.4.7. Évolution de point d'ébullition en fonction de pourcentage d'huile neuve.....	45
Figure.4.8. Évolution de teneur en carbone en fonction de pourcentage d'huile neuve.....	46
Figure.4.9. Évolution de la viscosité cinématique a 20°C en pourcentage de l'huile neuve.....	46
Figure.4.10. Évolution de point d'éclair en fonction de pourcentage d'huile neuve.....	47
Figure.4.11 : Facteur de caractérisation Watson des fractions pétrolières.....	50
Figure.4.12. Calculateur Maxwell-Bonnell avec nouvelle fonctionnalité-Pilodist.....	53

Listes des tableaux

Tableau .2.1. Avantages et inconvénients des huiles minérales.....	16
Tableau .2.2. Avantages et inconvénients des huiles de synthèse.....	17
Tableau .4.1. Propriétés physico-chimiques de l'huile neuve et en service TORADA TC32.....	36
Tableau .4.2. Composition chimique de l'huile en service TORADA TC32.....	41
Tableau .4.3. Propriétés physico-chimiques des deux échantillons d'huile caloporteur.....	42
Tableau .4.4. Tableau récapitulatif des analyses des échantillons d'huiles en service étudiées avant et après traitement.....	44
Tableau .4.5. Résultats obtenus par logiciel PILODIST Maxwell-Bonnell pour l'huile TORADA TC 32.....	53

Introduction

INTRODUCTION GENERALE

Introduction Générale

Le pétrole a été découvert depuis l'Antiquité et provient de la décomposition de matières organiques végétales ou animales. Il se compose principalement de molécules contenant du carbone et de l'hydrogène. Ses utilisations sont diverses et étendues. Après le processus de raffinage, le pétrole est transformé en différents produits pétroliers distincts, tels que les carburants, les huiles minérales, les graisses et les bitumes, qui trouvent une multitude d'applications dans divers secteurs industriels [1].

Avant d'obtenir l'huile de base, le pétrole brut est passé par la distillation atmosphérique. Le résidu obtenu après cette dernière subit plusieurs procédés comme la distillation sous vide, le désasphaltage, l'extraction des aromatiques, le déparaffinage et les traitements de finitions.

Les huiles diathermiques sont formulées à partir d'huiles de base auxquelles des additifs sont ajoutés pour améliorer certaines de leurs propriétés, soit en les améliorant, soit en apportant d'autres propriétés qui manquent à l'huile de base.

L'huile caloporteur TORADA TC 32 est un produit de haute qualité fabriqué par la société Algérienne de raffinage du pétrole (NAFTEC) et commercialisé par la société nationale de commercialisation et de distribution des produits pétroliers (NAFTAL). Cette huile minérale est pure, thermiquement stable et peut être utilisée à des températures allant jusqu'à 350 °C. Elle est spécialement conçue pour offrir une durée de service prolongée et une excellente efficacité thermique dans diverses applications industrielles, tout en résistant à la dégradation due à l'air et aux températures élevées [2].

L'huile diathermique exposée à des fortes températures subit un craquage thermique, qui se traduit par le changement des propriétés physicochimiques. Cette détérioration peut causer des problèmes aux niveaux des installations de l'usine.

Notre travail est basé sur le suivi de ces huiles caloporteurs dans le circuit de l'huile chaude fermé sous l'objectif d'éviter sa dégradation, pour le suivi de la qualité de ces huiles plusieurs tests ont été réalisés pour savoir les paramètres et les raisons qui influent sur les caractéristiques essentielles de ces huiles (viscosité, masse volumique, couleur, point d'éclair, point d'ébullition ...).

INTRODUCTION GENERALE

Le travail est réparti en trois parties :

- Après une introduction générale, une première partie porte sur une présentation de centre de recherche et développement (CRD) Boumerdès et des généralités sur le pétrole et les huiles diathermiques (Définitions, les types de l'huile, leurs procédés de fabrication etc..).
- Une deuxième partie est consacrée à la présentation des différentes propriétés physico-chimiques du l'huile telle que (la densité, la viscosité cinématique, le point éclair, le point d'ébullition, etc..).
- La troisième partie, c'est une partie expérimentale qui consiste à l'analyse des résultats, l'interprétation et la discussion. Il s'agit notamment de caractériser un échantillon d'huile diathermique provenant d'une usine de traitement selon les standards de caractérisation utilisés au sein de l'entreprise SONATRACH.

Enfin, nous terminons par une conclusion dans laquelle les résultats trouvés sont récapitulés, et nous proposerons quelques perspectives utiles pour éventuelle suite à notre démarche.

Chapitre 1

Présentation du lieu de stage

1.1. Présentation de l'entreprise SONATRACH

Sonatrach est la compagnie nationale algérienne de recherche, d'exploitation, de transport par canalisation, de transformation et de commercialisation des hydrocarbures et de leurs dérivées. Elle a pour missions de valoriser de façon optimale les ressources nationales d'hydrocarbures et de créer des richesses au service du développement économique et social du pays.

Compagnie pétrolière intégrée, Sonatrach est un acteur majeur dans le domaine du pétrole et du gaz.

Elle est aujourd'hui la première compagnie d'hydrocarbures en Afrique et en Méditerranée.

Elle exerce ses activités dans quatre principaux domaines l'Amont, l'Aval, le Transport par Canalisation et la Commercialisation.

Elle est présente dans plusieurs projets avec différents partenaires en Afrique, en Amérique Latine et en Europe.

Depuis sa création, Sonatrach a réussi à acquérir une forte capacité d'intégrer les nouvelles technologies, à asseoir une présence prouvée et fiable sur les marchés internationaux des hydrocarbures liquides et gazeux et à capitaliser son expérience du partenariat avec les compagnies internationales de tailles et d'origines géographiques différentes.

1.2. Présentation de la Division Technologie et Développement (DTD) :

La Division Technologie et Développement « DTD » a été créée en 1973 à Dar El Beida sous le nom « le laboratoire central des hydrocarbures ». Elle a été ensuite installée à Boumerdes en 1975 et devient le centre de recherche et développement « CRD » est constitué un support scientifique et technique, des services d'exploitation et de production de Sonatrach ; ses missions se situent dans le cadre général de la recherche, de l'exploitation et de développement des gisements d'hydrocarbures et sont résumées comme suit :

- Développer et promouvoir la recherche avec la participation des entreprises concernées.
- Fournir des services d'analyse, d'expérimentation, la recherche et le développement des études liées à l'exploration, la production des hydrocarbures ainsi que le transfert de gaz naturel liquéfié.

- Fournir le support et l'évaluation scientifique pour la résolution des problèmes qui nécessitent des études et des analyses plus particulièrement pour les travaux et le suivi géologique.
- Intervention à tous les niveaux en commençant du forage jusqu'aux activités de l'aval pétrolier.

La division dispose 40 laboratoires, dont 30 à Boumerdes et le reste à Hassi Messaoud répartis dans les trois directions techniques fonctionnant en étroite collaboration :

- Direction GEOLOGIE
- Direction GISEMENT
- Direction ASSISTANCE AUX UNITES INDUSTRIELLES

1.3. Direction Gisement :

La Direction Gisements a pour mission de réaliser des études de caractérisation des roches réservoir et des fluides de gisements ou de forage et le contrôle de qualité des produits pétroliers et des huiles lubrifiantes ainsi que la caractérisation des pétroles et des condensats stabilisés produits au niveau des différents champs algériens.

Les paramètres obtenus permettent d'effectuer des modélisations afin de simuler le comportement du système roches-fluides en site et de mettre en œuvre des nouvelles techniques nécessaires à la stimulation, au développement et à l'exploitation rationnelle des gisements d'hydrocarbures.

La direction gisements est constituée par trois Départements :

- Département caractérisation des réservoirs
- Département études thermodynamiques
- Département Caractérisation des produits pétroliers stabilisés.

1.4. Organigramme de la direction Gisement :

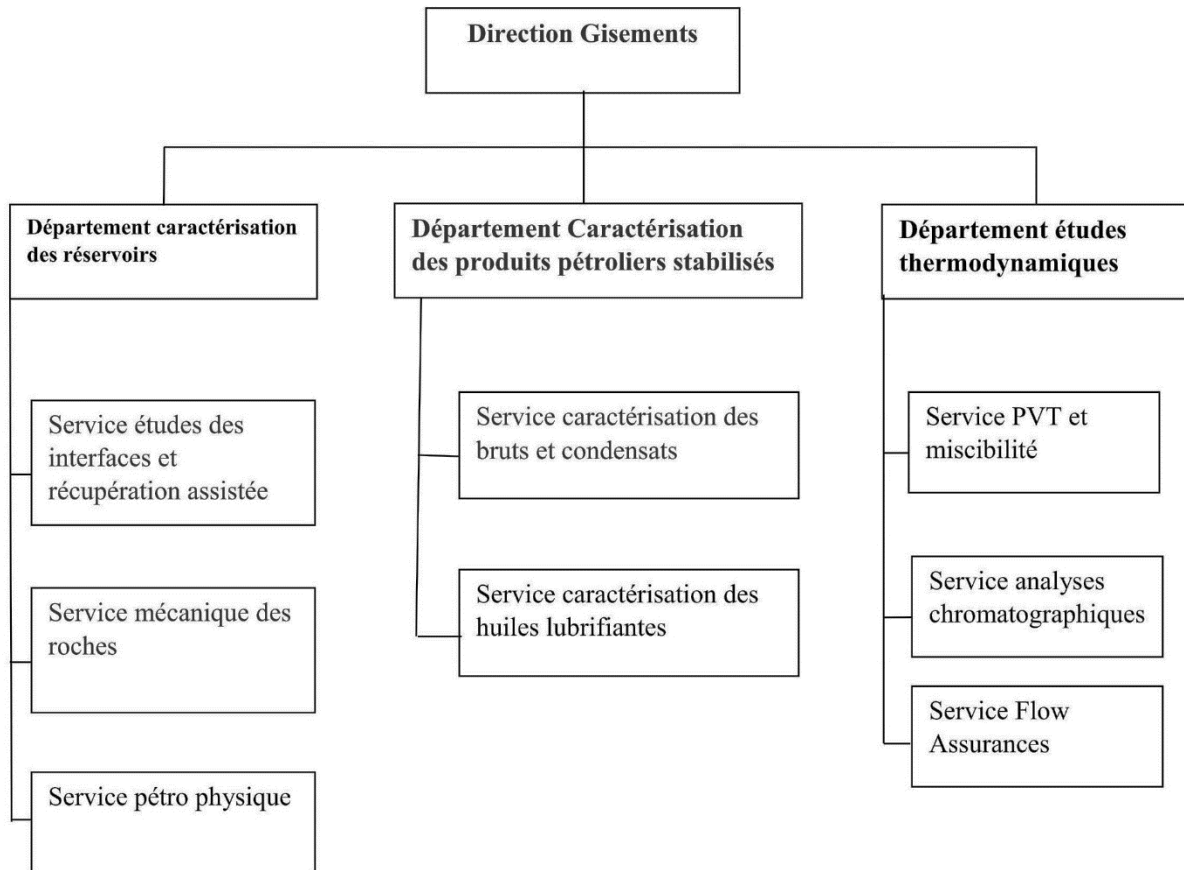


Figure. 1 .1 : Organigramme de la direction Gisements

1.5. Département caractérisation des produits pétrolier stabilisé CPPS

➤ Service caractérisation des bruts et condensats :

Ce service a pour missions de réaliser des études de mise en œuvre des effluents liquides (Brut et condensât) ainsi que la détermination des différentes propriétés physico-chimiques des coupes pétrolières issues des distillations normalisées (TBP et ASTM). Cela est effectué grâce aux essais pétroliers normalisés pour la détermination de la densité, viscosité cinématique, indice de réfraction, indice d'acide, point d'écoulement, point de trouble, point de congélation, point d'éclair, teneur en soufre, teneur en eau par extraction, sur les différentes fractions pétrolières ainsi que les carburants commerciaux.

➤ **Service Caractérisation des Huiles Lubrifiantes** :

Ce service a pour missions le contrôle de la qualité et la conformité des différentes huiles minérales lubrifiantes utilisées dans l'industrie pétrolière et gazière. Cela est effectué en déterminant les différentes propriétés physico-chimiques ainsi que les analyses spécifiques à chaque utilisation d'une huile. (Huiles isolantes pour les transformateurs électriques, huile de lubrification des machines tournantes et huiles caloporteurs.

Chapitre 2

Généralités

2.1. Généralité sur le pétrole :

2.1.1. Introduction :

Le pétrole est un fluide constitué principalement d'hydrocarbures, il contient également des composés organiques soufrés, oxygénés et azotés. On le rencontre dans les bassins sédimentaires où il occupe les vides de roches poreuses appelées réservoirs. Les gisements de pétrole correspondent à une accumulation dans une zone où le réservoir présente des caractéristiques favorables et constitue un piège : la fuite du pétrole –moins dense que l'eau- est rendue impossible vers le haut par la présence d'une couverture imperméable (argiles, sels) et latéralement par une géométrie favorable (dôme anticlinal, biseau de sables dans les argiles) [3].

2.1.2. Origine du pétrole :

Le pétrole a pour origine organique, en effet la décomposition des substances des êtres animaux ou végétaux vivants à la surface du globe et particulièrement en milieu aquatique à travers des milliers d'années se transforme en pétrole. La matière organique ainsi produite se dépose au fond des mers et des lacs et est incorporée aux sédiments. À mesure que ceux-ci sont enfouis, les constituants organiques se transforment principalement sous l'action de la température en hydrocarbures dont une partie vient progressivement se concentrer dans les pièges des réservoirs poreux. Si la composition élémentaire globale des pétroles est relativement fixe, la structure chimique de leurs constituants varie plus largement, ce qui entraîne une grande diversité des propriétés physiques (densité, viscosité...) ainsi que des teneurs très variables dans les différents types de produits obtenus par raffinage. En particulier, la présence de soufre en certains pétroles pose des problèmes de corrosion et de pollution atmosphérique tant au stade du raffinage qu'à celui de l'utilisation industrielle ou domestique de leurs dérivés [3].

2.1.3. Le raffinage du pétrole :

Le raffinage du pétrole débute par la distillation, ou fractionnement, du pétrole brut en vue de le séparer en différents groupes d'hydrocarbures. Les produits obtenus dépendent directement des caractéristiques du brut traité. On transforme ensuite la plupart de ces produits de distillation en produits plus facilement utilisables, en modifiant leurs structures physique et moléculaire par craquage, reformage et par d'autres procédés de conversion, puis on soumet les produits obtenus à divers procédés de traitement et de séparation tels que l'extraction, l'hydrocraquage et l'adoucisement pour aboutir aux produits finis [4].

➤ Procédés de fractionnement

Les procédés de fractionnement permettent de séparer un mélange pétrolier en fractions plus simples ou plus étroites. Dans le raffinage, les principaux procédés de séparation sont la distillation atmosphérique du pétrole brut et la distillation sous vide du résidu atmosphérique.

❖ Distillation du pétrole :

A la raffinerie, le pétrole est chauffé à une température élevée, puis fractionné en différentes coupes pétrolières par distillation. La distillation sépare le pétrole en diverses fractions, en fonction de leurs différents points d'ébullition.

La distillation est un procédé physique de séparation des hydrocarbures en fonction de leur température d'ébullition croissante et elle ne forme pas de nouvelles liaisons chimiques, mais fractionne seulement le pétrole en produits distincts, dont les quantités respectives varient sensiblement selon le type de brut traité. C'est la production liée, un phénomène caractéristique de la fabrication des produits pétroliers [4].

A. La distillation atmosphérique :

Dans les tours de distillation atmosphérique, le pétrole brut dessalé est préchauffé en utilisant la chaleur recyclée provenant des procédés. Cette charge est ensuite acheminée vers un réchauffeur à chauffage direct, puis vers le bas d'une colonne de distillation verticale, à des pressions légèrement supérieures à la pression atmosphérique et à des températures allant de 343 °C à 371 °C, pour éviter tout craquage thermique indésirable qui se produirait à des températures plus élevées. Les fractions légères (à bas point d'ébullition) se diffusent dans la partie supérieure de la tour, d'où elles sont soutirées en continu et acheminées vers d'autres unités en vue de subir un traitement plus poussé avant d'être mélangées et distribuées [4].

B. La distillation sous vide :

La distillation sous-vide du résidu atmosphérique est une opération complémentaire de la distillation primaire, permettant d'extraire du résidu atmosphérique des coupes distillats lourds, qui subiront des transformations ultérieures ou serviront comme bases d'huiles. Le résidu sous-vide contenant la majeure partie des impuretés du brut (métaux, sels, sédiments, soufre, azote, asphaltènes, carbone Conradson...) est utilisé dans la fabrication des bitumes, la production des fuels lourds ou comme charge pour d'autres procédés de transformation [5].

2.2. Généralités sur les huiles diathermiques

2.2.1. Définition de l'huile diathermique :

L'huile thermique est un fluide caloporteur utilisé par les industries pour transférer l'énergie thermique nécessaire aux processus de production. Il est dérivé du pétrole et consiste en un mélange d'hydrocarbures minéraux ou synthétiques résistant à des températures élevées.

Il reste liquide à la pression atmosphérique jusqu'à 350°C. Ses propriétés de stabilité thermique en font un produit idéal pour les processus où un chauffage uniforme est nécessaire.

L'huile diathermique doit atteindre une température de 250°C à l'intérieur de la chaudière, qui est généralement alimentée en méthane, puis circule dans le réseau de distribution à travers des tuyaux et atteint les terminaux en cédant sa chaleur. À l'aide de pompes de circulation, le fluide retourne à la chaudière avec une température plus basse en passant par des tuyaux de retour, différents des tuyaux d'aller. Le schéma de base de circuit des huiles diathermiques est présenté sur la ci-dessous Figure 2 [6].

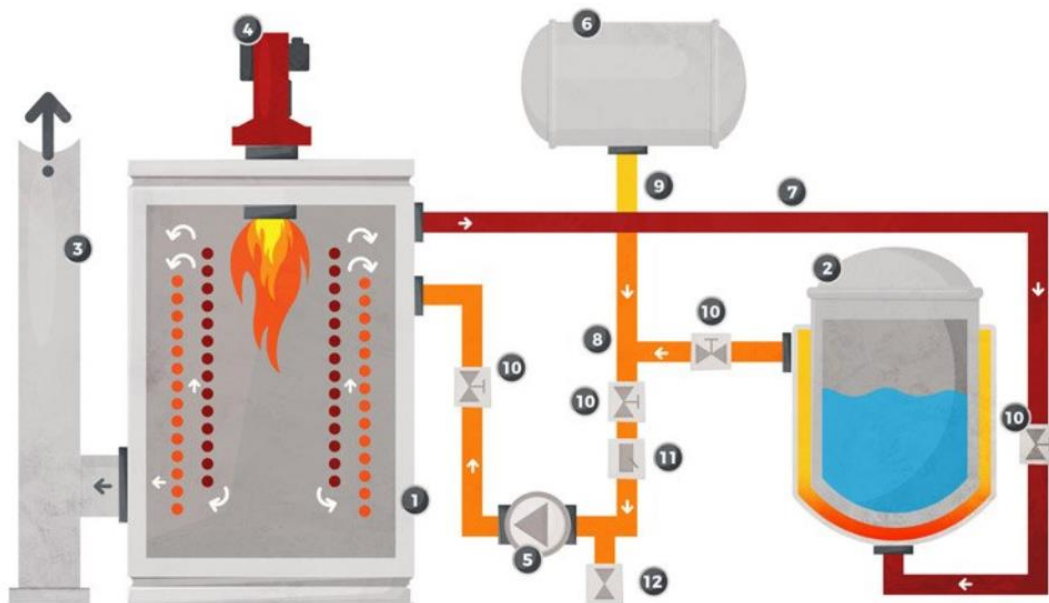


Figure.2.1. Schéma de base d'un circuit des huiles diathermiques [7]

- | | |
|------------------------------------|--|
| <u>1</u> : Chaudière | <u>5</u> : Pompe de recirculation |
| <u>2</u> : Consommateur de chaleur | <u>6</u> : Vase d'expansion |
| <u>3</u> : Cheminée | <u>7</u> <u>8</u> <u>9</u> : Tuyaux |
| <u>4</u> : Brûleur | <u>10</u> <u>11</u> <u>12</u> : Vannes |

2.2.2 Définition d'huile TORADA TC 32 :

Est une huile minérale pure, spécialement raffinée qui 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 visqueuse sont :

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

TORADA TC 32 est utilisée dans les dispositifs de transfert de chaleur par circulation ou la température maximale de l'huile ne dépasse pas 320°C dans les systèmes clos. Elle est recommandée aussi pour rinçage des carters et canalisations [8].

2.2.3 L'utilisation des huiles diathermiques :

L'huile diathermique a des applications dans divers secteurs industriels. Les blanchisseries, par exemple, ont besoin d'un évaporateur, un dispositif comportant un serpentín de tubes immergés dans l'eau qui évapore l'échange de chaleur avec l'huile thermique à 200°C.

Il est également utilisé dans les hôpitaux pour les processus de stérilisation.

L'huile diathermique est également utilisée pour le chauffage et le refroidissement des équipements de traitement dans les industries pharmaceutique, chimique et pétrochimique.

Dans l'industrie textile, il est souvent utilisé pour fournir de la chaleur aux serpentins d'eau chaude/froide et aux échangeurs de chaleur ; dans l'industrie sidérurgique, il est utilisé pour chauffer les bains chauds pour le traitement de l'acier, les réservoirs de stockage des fluides, les cylindres de laminage, les moules, etc.

Enfin, les industries du verre, du plastique et du papier utilisent également ce fluide pour leurs processus industriels [6].

2.2.4. Fabrication des huiles diathermiques

2.2.4.1 Les huiles de bases

L'huile de base dont il est question est l'huile d'origine pétrolière, appelé habituellement huile minérale. Cette huile est obtenue par distillation du pétrole brut purifié par raffinage. Pour obtenir l'huile de base à partir du pétrole brut, il faut exécuter une série de six opérations de raffinage. Les deux premières opérations sont la distillation atmosphérique et la distillation sous vide. Des distillats et des résidus sous vide sont retirés de ces deux premières opérations. Ensuite quatre autres opérations suivent à savoir le désasphaltage, le traitement au furfural, le déparaffinage et l'hydrofinissage [9].

a) -Le désasphaltage

Il consiste à séparer les résidus sous vide en huile de haute viscosité d'une part et en asphaltes d'autre part. Les asphaltes sont des composés hydrocarbonés, de structure très complexe, contenant une quantité appréciable d'oxygène et de soufre. La séparation se fait par un procédé physique consistant en une extraction par un solvant dans lequel la fraction huileuse est soluble. Le solvant utilisé dans la méthode ancienne est le propane liquide. Actuellement, on a recours à un mélange liquide de propane et de butane. Le résidu et le solvant cheminent dans une tour de contact garnie d'anneaux Raschig ou de disques rotatifs. Les hydrocarbures non asphaltiques en solution dans le solvant sont entraînés vers le haut de la tour. L'asphalte mélangé à du solvant est soutiré du fond de colonne. Le solvant est séparé de l'huile désasphaltée et de l'asphalte par distillation, il est recyclé après condensation.

L'huile issue de désasphaltage et les distillats sous vide contiennent des hydrocarbures cycliques, notamment des aromatiques, dont les qualités de lubrification sont médiocres, principalement pour l'emploi à des températures variables. Par conséquent, il est nécessaire d'éliminer ces genres d'hydrocarbures, c'est là qu'intervient le traitement au furfural [9].

b) -Le traitement au furfural

Ce raffinage s'opère par un procédé physique d'extraction sélective.

Le solvant utilisé est le furfural, aldéhyde cyclique qui dissout préférentiellement les molécules possédant un ou plusieurs cycles benzéniques. L'huile brute et le solvant traversent un tour d'extraction. En tête, on obtient un raffinat de nature paraffinique entraînant du furfural, l'extrait, contenant les composants indésirables en solution dans le solvant, est soutiré du bas de la tour. L'opération se fait sous la pression atmosphérique à des températures d'environ 100° C(Base) et 125°C (Tête).

Le raffinat est débarrassé du furfural entraîné par rectification à la vapeur.

L'extrait est d'abord fractionné : on en retire ainsi la plus grande partie du solvant, puis il est débarrassé du restant par injection de vapeur d'eau.

Le raffinat présente encore une température de congélation trop élevée, certains sont même pâteux à la température ambiante, ce défaut étant dû à la présence de paraffine constituée par des hydrocarbures solides à une température déjà élevée d'où l'opération de déparaffinage [9].

c)- Le déparaffinage

C'est encore un procédé physique qui permet d'extraire la paraffine par le solvant.

En effet, ce dernier dissout l'huile et, par refroidissement, précipite la paraffine.

Le solvant utilisé est le mélange de méthyl-éthyl-cétone et de toluène. L'huile à traiter et le solvant circulent dans des serpentins à enveloppe extérieure dans laquelle passe un fluide frigorifique. Les tubes des serpentins sont munis d'arbres portant des raclettes en tournant, elles décollent la paraffine qui se dépose sur les parois.

Ces appareils sont des congélateurs. À la sortie des congélateurs, la température du mélange d'huile de paraffine solide est d'environ 25°C ; il est filtré en continu des batteries de grands filtres à tambours rotatifs. L'huile s'écoule à l'intérieur du tambour maintenu en dépression, alors que la paraffine se dépose sur la toile qu'il recouvre. Un arrosage de solvant froid lave le dépôt qui est ensuite détaché de la toile par des raclettes. Le solvant est séparé par détente et rectification [9].

d)- L'hydrofinissage

L'hydrofinissage est le traitement de finition ayant pour but d'éliminer les impuretés (produits sulfurés, oxygénés, azotés) que les traitements antérieurs n'avaient pas arrêtés ou qui sont nées au cours des opérations ultérieures. Ce procédé consiste à faire passer l'huile, accompagnée d'un courant d'hydrogène, à travers un lit de catalyseur. Le catalyseur est à base de cobalt et de molybdène déposé sur alumine.

2.2.4.2. Les additifs

Les huiles de base ont des propriétés naturelles plus ou moins développées. Le raffinage ou les traitements qu'elles subissent, ont pour but de les améliorer.

Cependant, l'ensemble de ces propriétés naturelles est souvent insuffisant ou mal équilibré pour l'élaboration de lubrifiants finis.

On est alors amené à adjoindre aux huiles de base des produits de natures chimiques différentes qui ont pour but d'améliorer certaines des propriétés déjà existantes ou d'octroyer des propriétés nouvelles. La fraction d'additifs peut être entre 10 et 30% de poids [10].

Les principaux additifs sont présentés en détail dans la partie suivante :

a. Additifs antioxydants :

Ces additifs sont indispensables dès que la température dépasse 50-60°C en continu en présence d'air, la vitesse d'oxydation double tous les 10°C. La durée de vie d'une huile est principalement limitée par cette oxydation au contact de l'air.

En service l'oxydation se traduit par :

Une augmentation de la viscosité,

La formation de composés corrosifs,

La formation de dépôts insolubles : Résidus carbonés/verniss,

Une couleur brun rougeâtre et une odeur piquante [10]

Ces produits ont pour rôle de ralentir et si possible de supprimer les phénomènes d'oxydation du lubrifiant. Ils agissent de trois façons différentes :

Par blocage du processus de destruction en captant les radicaux libres des chaînes moléculaires.

Ces produits sont généralement des phénols et des amines ;

Par destruction des peroxydes qui se forment lors des phénomènes de détérioration. Ces composés sont des dithiophosphates et des dithiocarbamates :

Par désactivation des ions métalliques et par formation d'un film protecteur sur les surfaces afin d'éliminer l'action catalytique des métaux. Ces additifs sont des phénols et des phénates [11].

b. Additifs détergent :

Les détergents sont des substances actives de nettoyage (tensioactives) présentes dans l'huile, qui préviennent la formation de dépôts ou les éliminent du moteur. S'ils ont été épuisés par ex. à la suite d'intervalles de vidange excessifs, il y a un risque de formation accrue de dépôts. Ce phénomène augmente considérablement l'usure dans le moteur et risque d'endommager le moteur [12].

Ils assurent un bon état de propreté des pièces. Ces additifs ont un pH basique ou neutre pour éviter la formation des dépôts thermiques sur les surfaces et 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 [13].

c. Additif abaissant le point d'écoulement (PPD) :

Le point d'écoulement est la température la plus basse à laquelle l'huile coule encore. Les abaisseurs de point d'écoulement, tel que les polymétacrylates (PMA) de faibles masses moléculaires, sont utilisés pour perturber le processus de cristallisation des paraffines contenues dans les huiles de base. On a donc une meilleure fluidité du lubrifiant à basse température [14].

d. Améliorant d'indice de viscosité (AVI) :

Les AVI sont des polymères macromoléculaires (concentration de macromolécules) conçus de manière à influencer les fluctuations de viscosité liées à la température d'une huile. Le polymère se rétracte à basse température. La résistance que le polymère oppose à un corps pénétrant s'en trouve affaiblie et la fluctuation de la viscosité de l'huile de base est équilibrée. Plus l'indice de viscosité d'une huile est élevé, plus la viscosité reste stable dans une large plage de température [12,13].

e. Additifs anti-mousses :

La majeure partie des problèmes de moussage sont dus à une mauvaise conception du circuit. Le moussage conduit à un débordement des bacs et à un risque de mauvaise lubrification (apport d'air au lieu d'huile). Les additifs anti-mousses évitent la formation de mousse.

Ils agissent en cassant les bulles de mousse grâce à leur faible tension de surface. Il s'agit principalement de silicones et de copolymères organiques, utilisés en très faible quantité (quelques dizaines de ppm). Les silicones ont un effet négatif sur la désaération de l'huile.

Les quantités doivent être ajustées, car un surdosage en additif peut conduire à l'effet inverse, c'est à dire à une augmentation du moussage. L'additif utilisé à faible concentration est le polymère à base de silicone [10].

f. Additifs antirouille :

Leur rôle est de protéger et d'empêcher la corrosion des métaux ferreux (acier et fonte) par l'action combinée de l'eau et de l'oxygène de l'air et éventuellement d'une atmosphère saline par conséquent, d'éviter la formation de rouille.

Le mécanisme d'action des additifs antirouille est essentiellement une action filmogène. Les additifs, qui sont des composés polaires, s'adsorbent sur les surfaces pour former une barrière

imperméable à l'eau. Le groupement polaire est fixé physiquement sur la surface et la chaîne hydrocarbonée est orientée vers l'huile. La surface qui était hydrophile devient alors hydrophobe elle est « passivée » [15].

g. Additifs dispersants :

Les dispersant sont des produits entièrement organiques avec une tête polaires et une Chaînes lipophile. Ils sont utilisés pour suspendre les impuretés solides (suie, poussière, métaux d'usure) qui se forment dans l'huile pendant le 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 alkényl succinimides, les esters succiniques [13].

h. Les additifs antis usure :

Les additifs antis usure sont plus stables thermiquement, moins labiles, non corrosifs vis-à-vis des métaux cuivreux et généralement de structure organophosphorée ou thio phosphorée.

Leur objectif est de réduire les frottements et l'usure pour prévenir l'arrachage de matières et le grippage. Une réaction chimique entre l'additif et la surface métallique à protéger, forme un film inorganique facilement cisailable qui empêche les contacts métal contre métal et l'usure. Nous trouvons les esters phosphoriques, les dithiophosphates, les produits soufrés (esters gras, terpènes sulfurés) et les savons métalliques (Pb, Cu, Zn) [16].

2.2.5. Type des huiles diathermique

2.2.5.1. Huile de base minérale

Les huiles minérales sont le type d'huile de base le plus simple et le plus ancien. L'huile brute déjà décrite sert de produit de départ direct pour la conception. L'huile brute est chauffée dans un haut-fourneau et décomposée (distillée). Ensuite, les composants indésirables et nuisibles sont retirés du distillat par le biais du processus de raffinage ou de déparaffinage. L'hydrofinishing alimente ensuite le raffinat en hydrogène, qui referme les chaînes de molécules, augmentant considérablement la stabilité au vieillissement.

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, les huiles brutes aromatiques et les huiles naphténiques.

- Les huiles paraffiniques : sont des hydrocarbures saturés linéaire ou ramifiés caractérisés par une très bonne stabilité à l'oxydation et un indice de viscosité élevé, de l'ordre de 100. Ces huiles de base sont les plus produites dans le monde.
- Les huiles naphténiques : sont des hydrocarbures saturés cycliques et souvent ramifiés. Elles sont moins stables à l'oxydation que les précédents avec des indices de viscosité faibles (0-60) [17].

Les huiles minérales commerciales sont généralement à caractère naphténiqne : 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 et sont bon marché. En contrepartie, leur tension de vapeur, leur point de feu et leur stabilité thermique limitent leur utilisation au-dessous de 300 °C [18].

➤ Avantages et inconvénients des huiles minérales

Les avantages et inconvénients des huiles minérales sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 2.1 : avantages et inconvénients des huiles minérales [10].

Avantages	Inconvénients
- Elle présente un coût inférieur aux huiles synthétiques	-Elle occasionne des vidanges plus fréquentes que les huiles synthétiques -Elle supporte moins bien les températures extrêmes.

2.2.5.2. Huile de base synthétique

Ce sont des huiles obtenues par voie chimique, dans ce cas, on fabrique la molécule de base dont on a besoin, afin de créer le produit désiré qui est l'huile de base, dont les propriétés physiques et chimiques sont prédéterminées, On rajoute ensuite une quantité d'additifs

nécessaires pour répondre au service voulu. Ces huiles ont des performances élevées, en particulier pour des objectifs et des conditions de service difficiles.

Ces huiles elles offrent des performances supérieures :

1. indice de viscosité plus élevé.
2. meilleure tenue thermique.
3. meilleure résistance à l'oxydation [19]

On utilise les huiles de bases synthétiques chaque fois que les exigences d'une application dépassent les possibilités d'une huile minérale même après additivation. Les huiles de synthèse, si elles trouvent généralement leur origine dans le pétrole, sont issues de réactions chimiques (polymérisation, estérification, alkylation, etc..) et non des processus de Distillation et de Raffinage. La plus grande partie des huiles de base synthétiques, même si elles existent depuis des dizaines d'années, ne pénètrent que lentement le marché du fait de leur couts de fabrication élevés [10].

Ces fluides sont répartis essentiellement en deux groupes :

- Les hydrocarbures aromatiques.
- Les huiles silicones

➤ **Avantages et inconvénients des huiles de synthèse**

Tableau 2 .2 : avantages et inconvénients des huiles de synthèse

<u>Avantages</u>	<u>Inconvénients</u>
<ul style="list-style-type: none"> • 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. 	<ul style="list-style-type: none"> • Résistance à l'hydrolyse réduite • Protection contre la corrosion • Compatibilité avec les matériaux (Joints, peintures, métaux) • Miscibilité variable (entre elles et avec les huiles minérales) • Dissolution des additifs • Prix élevés

2.2.6. Huile neuve

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 100°C (Vérification des propriétés d'écoulement du lubrifiant et son éventuelle dilution par du carburant).

Additivation :

–Calcium, Magnésium, Ditiophosphate de Zinc (additifs anti-usures)...etc

–Améliorants d'indice de viscosité à base de polymères.

–Anti-mousses.

– Présence d'additifs à base de soufre.

- Réserve alcaline (mesure TBN).
- Point 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 [20].

2.2.7. 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.

Les huiles usagées conduisent à trois formes de résidus :

- L'huile usagées elle-même.
- Le filtre à l'huile, contenant un résidu d'huile usages et des dépôts agglutinés.
- Le contenant dans lequel l'huile a été mise en marche et le restant d'huile vierge demeuré au fond du contenant [21].

Les types des huiles usées :

- Les huiles noires : regroupant certaines huiles industrielles (huile de trempe, de laminage, de tréfilage...) et les huiles moteurs qui proviennent principalement de la lubrification automobile et qui ont subi des traitements thermiques et mécaniques sévères qui les ont fortement chargées de métaux, résidu de combustion, etc.
- Les huiles claires : d'origine industrielle, elles proviennent des transformateurs, des circuits hydrauliques des turbines et sont légèrement détériorées à l'usage, ces huiles sont en général peu contaminées donc facilement récupérables par une simple contamination.

2.3. Caractéristiques des huiles diathermiques

2.3.1. Caractéristique massique

➤ La masse volumique :

La masse volumique correspond au coefficient de proportionnalité reliant la masse et le volume d'un corps donc c'est le quotient de la masse d'un corps par son volume, elle s'exprime en Kg/m^3 pour les produits pétroliers [22].

2.3.2. Caractéristique optique :

➤ Couleur

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 diffusée ou au spectre d'émission. Il en sera de même pour l'émission en fluorescence générée par une excitation dans l'ultraviolet. [23].

2.3.3. Caractéristique thermique**2.3.3.1. Le point d'éclair et point de feu****a) Le point éclair :**

Le point d'éclair indique la température minimale à laquelle il faut porter l'huile pour que les vapeurs émises s'enflamment spontanément en présence d'une flamme dans des conditions normalisées.

Le point d'éclair ne renseigne que sur les constituants les plus légers. Le point d'éclair des huiles lubrifiantes est généralement compris entre 80 et 280°C [23].

Cette valeur caractérise la volatilité de l'huile et donne une indication sur la température maximale d'utilisation de l'huile. Une baisse de point éclair peut mettre en évidence une dégradation par cracking, ou une pollution par un solvant ou des gaz solubles.

b) Le point de flamme (ou point de feu) :

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 de cinq secondes, lorsque la flamme est retirée.

Le point d'inflammation des huiles est généralement compris entre 150 et 320°C. Cette température est supérieure de quelques degrés au point d'éclair [23].

2.3.3.2 Le point d'écoulement

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

2.3.4. Caractéristique rhéologique**2.3.4.1. Viscosité**

La viscosité est définie comme le rapport de la force de cisaillement agissant sur une unité de surface au gradient de vitesse qui existe entre les différentes couches du fluide. La viscosité dépend fortement de la température. Elle détermine en effet l'essentiel des pertes par frottement et l'épaisseur des films d'huile. La viscosité caractérise la résistance d'un fluide à l'écoulement [22].

L'ajout de certains additifs permet d'améliorer la viscosité des lubrifiants sous haute température.

Pour la plupart des huiles industrielles, on utilise la viscosité cinématique, qui est déterminée par la mesure du temps d'écoulement d'un certain volume d'huile dans un tube capillaire. C'est la viscosité signalée sur les fiches techniques des lubrifiants. Elle est exprimée en mm^2/s ou en Stokes « St » ($1\text{St} = 1\text{cm}^2/\text{s}$) [24].

Les mesures sont généralement effectuées aux températures 40 et 100 °C.

2.3.4.2. Indice de viscosité

Il s'agit d'un nombre qui est le résultat d'un calcul faisant intervenir la viscosité à 40 °C et celle à 100 °C.

L'indice de viscosité d'une huile caractérise sa qualité à avoir une viscosité plus ou moins stable en fonction de la température [26].

Plus l'indice de viscosité est élevé et moins la viscosité de l'huile varie quand la température varie.

2.3.5. Caractéristique chimique

2.3.5.1. Indice d'acidité TAN et l'indice de basicité TBN

Les huiles neuves et usagées peuvent contenir des constituants basiques ou acides qui sont présents sous forme d'additifs ou de produits de dégradation formés pendant le service, tels que des produits d'oxydation. La quantité relative de ces matériaux peut être déterminée par titrage avec des acides ou des bases [22].

a. L'indice d'acide TAN (Total acid number):

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser les acides contenus dans un gramme d'huile.

Les huiles formulées peuvent présenter, au départ, un indice d'acide non négligeable. Celui-ci est dû à la présence de certains additifs et ne présente aucun danger.

Dans tous les cas, l'augmentation de l'indice d'acide permet de suivre le degré d'altération des huiles en service, car les produits d'oxydation des huiles ont un caractère acide [22].

b. L'indice de basicité TBN (Total base number) :

L'indice de base est le nombre de milligrammes de potasse stoechiométriquement équivalent à la quantité d'acide nécessaire pour neutraliser les constituants basiques contenus dans un gramme d'huile [23].

2.3.5.2. Corrosion a la lame de cuivre

Dans le domaine de la lubrification, on a coutume de distinguer la corrosion par l'humidité des métaux ferreux (formation de rouille) de la corrosion par attaque acide des métaux non ferreux, en particulier des métaux cuivreux. De bonnes propriétés anti-rouille sont recherchées pour la plupart des applications. Pour les métaux cuivreux, l'essai le plus largement utilisé est l'essai de corrosion dit à la lame de cuivre. Pour certaines applications spécifiques, des tests mettant en œuvre d'autres métaux (molybdène, argent, etc.) servent à étudier les risques de corrosion éventuels des huiles lubrifiantes, notamment lorsqu'elles sont contaminées par de l'eau [22].

2.3.6. Les contaminant

a. Teneur en eau

La présence d'eau dans une huile de lubrification constitue une anomalie et ne peut résulter que d'une pollution. Le dosage de la teneur en eau séparée, selon la norme ASTM D95 ou l'humidité d'une huile neuve, est nécessaire pour vérifier l'état d'un produit provenant d'une fourniture ancienne, ou contenu dans un emballage stocké dans des conditions anormales. Pour un lubrifiant usagé, la recherche de la teneur en eau peut apporter des indications utiles :

- Sur l'état de l'huile (inadaptées, usées,...) ;
- Sur l'état de la machine (mauvaise conception, fuite) ;
- Sur l'agression de l'environnement (pollution extérieure). Une teneur en eau très élevée est un sérieux signal d'alerte avant une prochaine défaillance du mécanisme concerné [25].

b. Teneur en eau et sédiment

Les huiles thermiques des fois contiennent, en très petites quantités, de l'eau, des sédiments le reste trouvé comme très cristaux fins.

Ces matériaux peuvent endommager les équipements par corrosion, érosion, dépôts colmatage, etc. La teneur en eau des pétroles bruts est déterminée par une méthode normalisée par dilution soit par centrifugation. L'échantillon à analyser est dilué avec du xylène, ensuite il est centrifugé seules apparaîtront, outre l'eau, les impuretés insolubles, coke, sable et rouille. Pour des teneurs en eau et sédiments comprises entre 0,5 et 1,5%, la reproductibilité est de 0,4 [25].

c. Teneur en carbone

Une huile de base portée à une température élevée en atmosphère confinée, pendant un temps assez long, se décompose thermiquement en laissant un résidu de coke plus ou moins abondant et friable.

Le pourcentage de carbone transformé en coke, est une caractéristique intéressante principalement les huiles compresseurs et les fluides caloporteurs mais qui sert aussi à qualifier les huiles de base [25].

d. Teneur en métaux

La détermination de la teneur en métaux d'usure contenus dans les lubrifiants en service permet de contrôler soit l'état de pollution de l'huile en vue d'une vidange éventuelle, soit l'usure du mécanisme. Les principaux métaux dosés sont le fer, l'aluminium, le cuivre, le plomb, l'étain, le nickel, le chrome, le molybdène, le zinc, le magnésium, le titane, l'antimoine, l'indium et l'argent, selon la norme ASTM D6595.

Le dosage d'éléments tels que le silicium, le sodium, le bore, etc., permet, par comparaison avec leurs teneurs dans les huiles neuves, de détecter une éventuelle pollution extérieure : le silicium indique l'introduction de poussières atmosphériques [25].

e. Teneur en soufre

La quantité de soufre dans divers pétroles bruts varie considérablement (entre 0,5 % et 5 %). Il est toujours présent à des concentrations plus élevées dans les fractions les plus lourdes (carburants, résidus), où interviennent des structures chimiques très complexes.

La teneur en soufre est déterminée par analyse aux rayons X des produits pétroliers, et il existe trois plages (0-0,3 %), (0,3-1 %) et (1-5 %) [25].

f. Le point d'ébullition

Le point d'ébullition d'une fraction pétrolière désignée par T_b , est la température à laquelle elle commence à bouillir et passer de l'état liquide à l'état de vapeur sous pression atmosphériques (Wauquier 1998). En d'autres termes pour une fraction pétrolière, la température d'ébullition c'est la température à laquelle la pression de vapeur égale à la pression atmosphérique. Il est utilisé pour la détermination des autres paramètres ou propriétés physique tels que la volatilité, le poids moléculaire, le facteur acentrique (ω), les propriétés critiques, et l'indice de réfraction (η) [27].

CHAPITRE 3
Matériels et méthodes

3.1. Introduction :

Dans cette partie, on présente les modes opératoires des essais qui ont été effectués sur les huiles diathermiques du département CPPS (Division laboratoire de BOUMERDES).

Plusieurs mesures physico-chimiques ont été effectués comme : la masse volumique, la viscosité, l'indice de viscosité, et le point éclair, teneur en carboneetc.

3.2. Caractéristiques physico-chimiques :

Le mode opératoire des différents essais effectués sur les huiles neuves et les huiles en service est détaillé ci-dessous :

3.2.1. La masse volumique :

La masse volumique des huiles est déterminée à 20 °C, selon la norme ASTM D4052-18a, au moyen de densimètre. À cette température, la masse volumique des huiles est comprise autour de 0,9 Kg/dm³, quel que soit la nature de l'huile. La masse volumique diminue assez sensiblement lorsque la température augmente [22].

a. Principe :

Elle est mesurée à l'aide d'un densitomètre électronique à tube en U. Il repose sur le maintien en oscillation d'un tube en verre borosilicaté en forme de U (environ 1 ml de volume), qui produit une mesure de fréquence proportionnelle à la densité du liquide ou du gaz injecté.

b. Méthode d'essais :

Lorsque le densimètre est prêt : la température se stabilise à 20°C et l'écran d'affichage indique 0,0012 g/cm³, on procède selon la norme ASTM D4052 comme suit :

- On allume l'éclairage de la cellule.
- On injecte l'échantillon à l'aide d'une seringue dans la cellule de mesure (dans le trou d'injection) jusqu'à ce qu'elle soit complètement remplie en évitant les bulles d'air dans la cellule car la présence de celle-ci fausse la mesure
- On éteint l'éclairage, car la chaleur irradiée par l'éclairage affecte la température de la cellule.
- Une fois l'équilibre atteint, la valeur de la masse volumique à 20°C en g/cm³ est enregistrée sur l'écran numérique.

- Entre chaque essai, la cellule est lavée avec du solvant de rinçage (essence SRA) pour éliminer toute trace de l'ancien échantillon, puis sécher avec l'acétone, les traces d'eau ou d'humidité sont aspirées par une pompe envers le silicagel (gel de silice) placé à l'entrée de la cellule jusqu'à la stabilisation de l'écran d'affichage à 0.0012 g/cm^3
- Et pour convertir la masse volumique de 20°C à 15°C en utilisant la table de conversion 53D conformément à l'ASTM D1250-80.

3.2.2 La viscosité cinématique :

La mesure de viscosité cinématique est effectuée à l'aide d'un viscosimètre capillaire, suivant la norme ASTM D445, à 40°C et 100°C .

a. Principe

La viscosité cinématique consiste à mesurer le temps nécessaire à un volume de liquide pour s'écouler par gravité à travers un viscosimètre capillaire en verre calibré, la mesure peut se faire à toute température à laquelle le liquide est Newtonien.

La viscosité cinématique (valeur mesurée) est le produit du temps (en seconde) d'écoulement mesuré entre deux repères et la constante d'étalonnage du viscosimètre.

b. Mode opératoire

- L'échantillon doit être homogène et dépourvu de sédiments, dans le cas où il y a des sédiments, il faut filtrer l'échantillon.
- Remplir l'échantillon dans les creusets en cuivre jusqu'au repère circulaire : 30ml
- Placer les creusets remplis dans les tiroirs de l'équipement.
- Allumer le PC, et ouvrir le logiciel.
- Programmer la mesure à l'aide du bouton « nouveau » et identifier la position de chaque échantillon dans le tiroir et le numéro du tiroir.
- Placer le viscosimètre adéquat pour la viscosité à mesurer ($200\text{s} < \text{temps d'écoulement} < 12\text{min}$).
- Programmer les capillaires et le nettoyage.
- Après 13 min de stabilisation, la mesure commence.
- Les résultats sont stockés dans une base de données.

3.2.3. Teneur en eau :

Cette propriété a été déterminée par titrage coulométrique KARL FISHER selon la norme ASTM D6304.

a. Principe

Cette méthode largement utilisée pour son excellente sensibilité et précision dans la détermination des faibles teneurs en eau de l'ordre ppm (limite de détection : 5 ug d'eau pour 5g d'échantillon (1 ppm)).

Lorsque l'échantillon est introduit dans la cellule de titrage, l'eau présente réagit avec les réactifs de Karl Fischer générant de l'acide iodhydrique (HI).

Le courant électrique appliqué induit une réaction électrochimique, appelée coulométrie à l'anode. La quantité d'électricité nécessaire pour convertir tout l'HI en iode est proportionnelle à la quantité d'eau présente dans l'échantillon. En mesurant le courant électrique total utilisé pour la réaction de coulométrie, on peut déterminer la quantité d'eau dans l'échantillon, car chaque mole d'eau réagit avec une mole d'iode.

b. Mode opératoire :

- On prépare 60 ml d'hydranal et 20 mL de chloroforme (pour permettre une meilleure solubilité de l'échantillon dans l'hydranal).
- À l'aide d'une seringue prendre de 3mL de l'échantillon ou 0,5mL si l'échantillon est trouble.
- Peser l'échantillon après avoir taré la seringue, une fois le poids de l'échantillon déterminé il est injecté dans l'appareil.
- Après le titrage l'appareil demande le poids de l'échantillon, on l'introduit, il calcule la teneur en eau en ppm et en % poids.

3.2.4. L'indice d'acide total (TAN) :

Cette propriété a été déterminée par titrage potentiométrique selon la norme ASTM D664.

L'indice d'acide total (Total Acid Number, TAN) est la quantité de KOH, exprimée en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme d'échantillon, nécessaire pour titrer un échantillon dans un solvant spécifié jusqu'au point d'équivalence (EP) qui se caractérise par un point d'inflexion dans la courbe de titrage.

Mode opératoire :

- 20g de l'échantillon d'huile sont dissous dans 75 mL de solvant (20 g dans le cas où le TAN est faible, dans le cas où le TAN est élevé, il faut diminuer la prise d'essai).
- Le solvant est préparé à partir de 500 mL de toluène, de 495 mL propan-2-ol et de 5mL d'eau ultra pur.
- L'huile et le solvant sont titrés par l'hydroxyde de potassium 0,1 N à l'aide d'une électrode combinée.
- Les lectures des compteurs sont tracées automatiquement par rapport aux volumes respectifs de la solution de titrage et les points d'équivalence ne sont pris qu'aux inflexions bien définies de la courbe résultante.
- Le TAN se calcule par la formule suivante (en mg KOH/g) :

$$TAN = \frac{(V1 - V0) \times 56.1}{m}$$

V0 : Volume en ml de KOH nécessaire pour titrer le solvant de titrage.

V1 : Volume en ml de KOH nécessaire pour titrer la prise d'essai avec le solvant de titrage.

NKOH : Normalité de la solution de KOH.

m : masse en gramme de la prise d'essai.

56,1 : équivalent gramme de KOH.

3.2.5. Point d'écoulement

La détermination de cette propriété est basée sur la norme **ASTM D97**

a. Principe

Le principe de cette méthode est de déterminer la température à laquelle l'échantillon se solidifie après refroidissement dans des conditions normalisées.

b. Mode opératoire

- Remplir le tube à essais à l'échantillon jusqu'au trait,
- Placer le tube à essais dans le premier compartiment (bain à 0°C) de l'appareil de refroidissement et commencer à examiner le tube pour un abaissement de la température chaque 3°C, si l'échantillon coule à -6°C le tube à essais est placé dans le deuxième compartiment (bain à -17°C), s'il coule à -12°C le tube à essais est placé dans le troisième compartiment (bain à -34°C), s'il coule à -24°C le tube à essais est placé dans le quatrième compartiment (bain à -50°C).

- Dès que l'échantillon ne coule plus en inclinant le tube à 45° pendant 15 s, le point de congélation est atteint, et le point d'écoulement est égal le point de congélation -3°C .

3.2.6. Point d'éclair et point de feu :

La détermination de cette propriété est basée sur la norme ASTM D92 par la Méthode Cleveland en vase ouvert.

a. Principe :

L'échantillon est placé dans le vase d'un appareil automatique en vase ouverte et chauffée avec une augmentation constante de la température chaque 2°C, une flamme est présentée devant la vase.

b. Méthode d'essais :

- Remplir le vase d'échantillons jusqu'à le trait marquée sur la paroi à l'intérieur du vase.
- On place le vase dans le compartiment.
- On choisit le programme et on fait enter les paramètres et la température présumée.
- Après vérification, le test démarre, le chauffage mis en marche.
- Lorsque la vapeur dégagée par l'échantillon est enflammée par la flamme, l'appareil affiche la température du point d'éclair et après quelques degrés il affiche le point de feu en °C.

3.2.7. Couleur

Cette propriété a été déterminée selon la norme **ASTM D1500**

a. Principe

La détermination de la couleur s'effectue en comparant par transparence les échantillons avec des verres étalons colores en présence d'une source de lumière spécifiée.

b. Mode opératoire

- Remplir le tube à essais jusqu'aux trois quarts et le placer dans le compartiment central du colorimètre.
- Placer le tube à essais remplie d'eau dans l'autre compartiment.
- Quand la couleur d'un verre étalon est identique à celle de l'échantillon, noter l'indice de couleur.

- Quand la couleur de l'échantillon est comprise entre deux couleurs successives, la couleur du disque la plus foncée est prise en ajoutant la lettre L à la valeur (Lowerthan).
- Noter l'indice de couleur correspondant.

Selon les indices, les verres standards ont des indices qui varient de 0,5 clair jusqu'à 8 foncé avec un pas de 0,5.

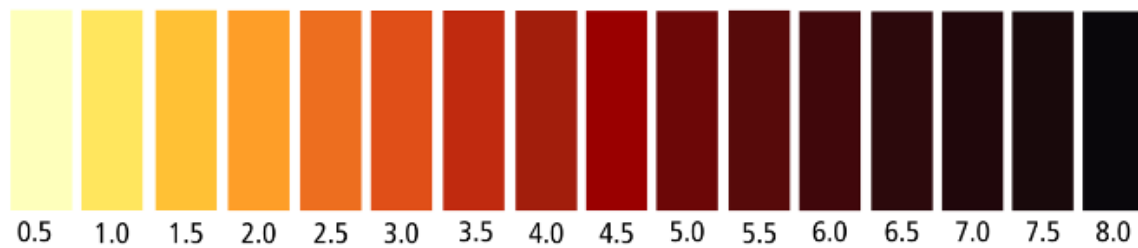


Figure 3.1 : Échelle de couleur ASTM par pas de 0,5.

3.2.8. Teneur en résidu de carbone :

Cette propriété a été déterminée selon la norme ASTM D4530-15.

a. Principe

L'essai décrit une méthode de détermination de quantité de carbone dans les produits pétroliers.

b. Mode opératoire

- Peser le flacon vide.
- Prendre 1.5 g \pm 0.5g de l'huile, puis peser à nouveau le flacon + l'échantillon.
- Allumer l'appareil.
- Il faut 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 flacons contenant les prises d'essais dans le four. Lancer l'essai selon le programme 1 et chauffer jusqu'à 500 °C pendant 2 heures.
- À la fin de test, on attend que la température du four descend en dessous de 250°C, retirez le porte-tube et le placez dans un dessiccateur pour refroidir à température ambiante.
- On pèse le nouveau poids pour déterminer le % en carbone.

3.2.9. Point d'ébullition :

Cette propriété a été déterminée selon la norme ASTM D1160.

a. Principe

Le système de distillation sous vide D1160 contrôle automatiquement la majorité des fonctions.

Il est idéal pour les laboratoires dont le nombre d'échantillons est restreint.

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

b. 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 200 mL d'huile à une température de 70 °C.
- Mesurer la densité à 20 °C puis convertir à 70 °C.
$$D_4^{70} = d_4^{20} - \alpha (70-20)$$
$$\alpha = 0.001828 - 0.00132 d_4^{20}$$
- À partir de la masse volumique, déterminer le poids équivalent à un volume de 200 mL d'échantillon à la température de 70 °C.
- Mettre cette quantité dans le ballon pour la distillation.
- Dans l'écran d'affichage, introduire la pression et la température de tête.
- Une fois le programme est créé, procéder à l'essai.
- Les volumes distillés sont affichés sur l'écran d'ordinateur.
- Une fois l'essai terminé, attendre la dépressurisation indiquée par une alarme.
- Lancer l'impression des résultats.

3.2.10. Analyse chromatographie :

- a. Définition :** La chromatographie est avant tout un outil extrêmement puissant pour séparer différences espèces ioniques ou moléculaires d'un mélange complexe, mais elle est aussi utilisée pour identifier et quantifier les espèces isolées.
- b. Principe :** Toutes les méthodes chromatographiques sont basées sur un seul et même principe général : Pour séparer les constituants d'un mélange, on s'appuie sur le fait que chaque espèce a une affinité différente des autres d'une part, pour une phase stationnaire, qui peut être un solide ou un liquide greffé sur un support solide, d'autre part, pour une phase mobile qui est soit gazeuse (chromatographie en phase gazeuse) soit liquide (chromatographie liquide). Chaque espèce se partage ainsi de façon singulière entre deux phases, l'une stationnaire et l'autre mobile, la séparation des

différentes espèces étant réalisées dans un processus d'échange dynamique et continu [28]. Dans notre étude nous nous sommes intéressés par la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse.

3.2.10.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG) : La phase mobile est un gaz se déplaçant soit dans les colonnes remplies de la phase fixe, soit dans des tubes capillaires dont le matériau constitutif (acier ou verre) joue le rôle de support revêtu d'une couche de phase fixe. Cette technique est utilisée pour l'analyse de formulations d'huile ainsi que pour le dosage du glycol contenu dans les huiles moteur usagées et pour celui des dilutions d'essence (méthode ASTM D 3525) ou de gazole (méthode ASTM D 3524) dans les huiles moteur en service [25].

Les molécules sont séparées dans le temps car elles migrent dans la colonne avec des vitesses différentes. Chaque molécule est caractérisée par un temps appelé le temps de rétention, qui correspond au temps écoulé entre l'injection de l'échantillon et l'instant de son arrivée au détecteur [29].

3.2.10.2. Spectrométrie de masse (SM) : La spectrométrie de masse est une technique d'analyse physicochimique permettant de détecter, d'identifier, et de quantifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse. Son principe réside dans la séparation en phase gazeuse de molécules chargées (ions) en fonction de leur rapport masse /charge (m/z).

De plus la spectrométrie de masse permet de caractériser la structure chimique des molécules en les fragmentant [30].

Les spectromètres de masse sont tous constitués d'au moins cinq éléments :

1. Le système d'introduction de l'analyte.
2. La source est l'endroit où sont produits les ions gazeux.
3. L'analyseur est la partie du spectromètre de masse qui permet la séparation des ions.
4. Les détecteurs servent, comme leur nom l'indique, à détecter les ions mais également à les dénombrer.
5. Système de traitement des données est un ordinateur de type PC fonctionnant sous Windows [29].

CHAPITRE 4
Résultats et discussions

4.1. Introduction :

Dans le cadre du thème du mémoire, la partie expérimentale sera consacrée à l'expérimentation de la méthode de régénération locale d'huile diathermique usagée et de trouver une technologie de valorisation de sous-produits de traitement des huiles usagées. Donc nos objectifs au cours de l'étude expérimentale sont :

- 1°) La caractérisation d'huile usagée.
- 2°) Expérimentation de processus de traitement de régénération adoptée des huiles usagées : étude de paramètres opératoires, de performances, et caractérisations de produits obtenus.
- 3°) Interprétation des résultats expérimentaux obtenus par le traitement de régénération expérimenté.
- 4°) Proposition des solutions.

4.2. Description de circuit de l'huile diathermique :

➤ Principaux équipements

- 1) 480-PA-41-101A/B : Pompe de circulation d'huile chaude
- 2) 480-VJ-41-101 : Filtre d'huile chaude
- 3) 480-VL-41-101 : Cylindre d'expansion d'huile chaude
- 4) 480-PG-41-101 : Pompe de transfert d'huile chaude
- 5) 480-PA-41-102 : Pompe de vidange d'huile chaude
- 6) 480-VL-41-102 : Ballon de vidange d'huile chaude
- 7) 480-GW-41-101A/B : Récupération de la chaleur perdue
- 8) 480-FA-41-101 : Réchauffeur d'huile

Le système d'huile chaude consiste en une boucle fermée de circulation de l'huile chaude, le schéma de la figure IV.1 détaille ce circuit.

L'huile chaude est pompée à partir de la cuve d'expansion d'huile chaude (480-VL-41-101) en passant par les réchauffeurs d'huile utilisant la chaleur perdue (480-GW-41-101A/B) et le réchauffeur d'huile à gaz (480-FA-41-101), puis elle circule à travers les échangeurs de chaleur suivants afin de servir de milieu chauffant :

1. Réchauffeur de gaz récupération G11-GA-24-101A/B/C
2. Rebouilleur du déséthaniser. G11-GA-32-204
3. Rebouilleur du Stabiliseur. G11-GA-32-204
4. Rebouilleur du débutaniseur. P10-GA-21-104
5. Surchauffeur de gaz combustible BP. 410-GA-45-101
6. Ballon tampon du réseau de torches froid et sec. 810-VD-43-101
7. Ballon tampon du réseau Commun de torche. 850-VD-43-101

Après le transfert de chaleur à travers les échangeurs de chaleur susmentionnés, l'huile chaude retourne au cylindre d'expansion d'huile chaude (480-VL-41-101). Un inertage à l'azote est prévu dans le cylindre d'expansion d'huile chaude afin de maintenir une pression positive.

Sur l'échappement de la turbine à gaz, les récupérateurs de chaleur perdue (480-GW-41-101A/B) ne sont pas en mesure de fournir toute la chaleur normale du procédé requise ; dès lors, le réchauffeur d'huile (480-FA-41-101) fournit la chaleur supplémentaire. Pour maintenir la température de l'alimentation d'huile chaude à 290 C, l'huile doit d'abord être chauffée dans le système de récupération de chaleur perdue et la chaleur manquante sera fournie par le réchauffeur d'huile.

Deux pompes de circulation d'huile chaude (480-PA-41-101A/B) sont prévues pour faire circuler l'huile chaude dans le système. L'une des pompes est en service, l'autre est en remplacement. Un filtre d'huile chaude (480-VJ-41-101) est situé en aval des pompes pour filtrer environ 10% de l'huile pompée

Des vannes de régulation du débit sont prévues sur les conduites de refoulement de la pompe de circulation de l'huile chaude vers le réchauffeur d'huile utilisant la chaleur perdue afin de réguler le débit. Il existe également une ligne de dérivation des réchauffeurs d'huile utilisant la chaleur perdue équipée d'une vanne de régulation du débit.

Pour avoir un système de régulation de l'huile chaude plus simple, aucune boucle de la consommation d'énergie n'est prévue.

L'huile chaude peut être effectuée à l'aide d'un réservoir de l'huile chaude, ou bouille en utilisant les pompes de transfert d'huile chaude. Le réservoir de stockage d'huile chaude est soumis à un inertage à l'azote pour maintenir une pression positive.

Une pompe de transfert d'huile chaude (480-PG-41-101) est prévue à titre d'appoint du réservoir de stockage vers le cylindre d'expansion d'huile chaude. Un système indépendant de vidange est prévu pour chaque utilisateur d'huile chaude ou zone équipée d'un générateur. Le réseau fermé de vidange est connecté au ballon de vidange d'huile chaude (480-VL-41-102) pour récupérer tout drain d'huile chaude provenant d'un utilisateur. Le ballon de vidange d'huile chaude est soumis à un inertage à l'azote pour maintenir une pression positive. Une pompe de vidange d'huile chaude (480-PA-41-102) est prévue pour diriger l'huile chaude provenant du ballon de vidange soit vers le réservoir de stockage ou vers le cylindre d'expansion d'huile chaude.

ISS: 03/01/06 - 6.550
 DOC. No: F-600-0700-102
 Sheet 31 of 48

(Attachment 1-4 Chargement & circulation à froid huile caloporteuse)
 Attachment-1.4_Hot Oil Loading & Cold Circulation

SONATRACH Gassi Touil Project
 DOC. TITLE: Initial Start-up Procedure
 OWNER'S DOC. No.: 346Z-000-AP-AD-0000102

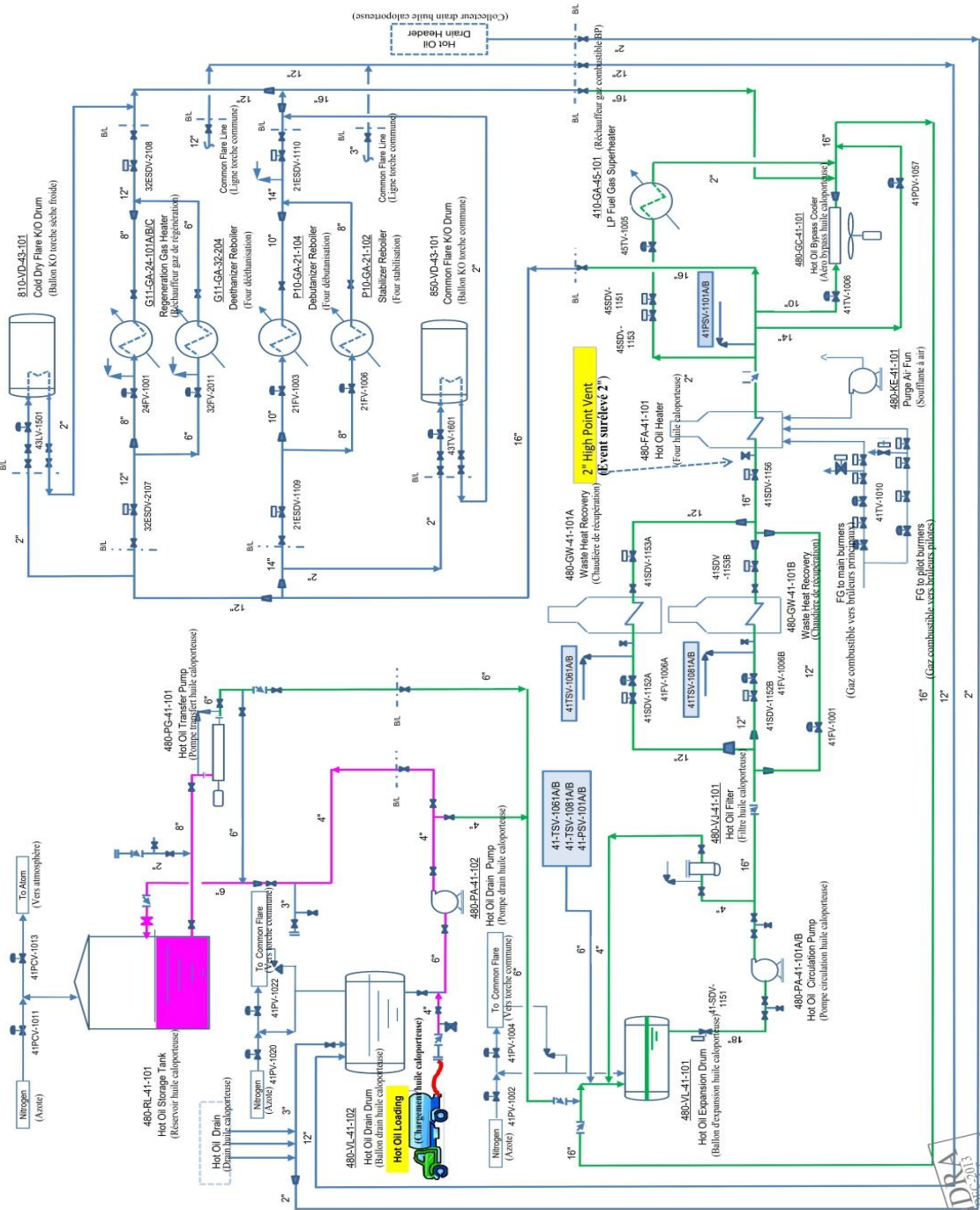


Fig.4.1 : circuit de l'huile diathermique.

4.3. Résultat d'analyse d'une huile TORADA TC 32

Pour déterminer le niveau de la contamination et de la dégradation des huiles en service, il est indispensable de procéder à la caractérisation des propriétés physico-chimiques de l'huile neuve et de l'huile en service. Des essais normalisés ont été effectués sur l'huile TORADA TC 32, les résultats de caractérisations sont regroupés dans le tableau 4.1

Tableau 4.1 : propriétés physico-chimiques de l'huile neuve et en service TORADA TC32

Point de prélèvement :	Unité de Traitement de Gaz				Huile Neuve	
Date d'échantillonnage	Mars 2023	Sept. 2022	Mars 2022	Mars 2021	Mars 2020	
Caractéristiques physicochimiques						
Masse volumique à 20°C	g/cm ³	0.8589	0.8592	0.8624	0.8640	0.8599
Masse volumique à 15°C	g/cm ³	0.8620	0.8623	0.8681	0.8671	0.8630
Viscosité cinématique à 40°C	cSt	16.53	17.35	22.95	28.28	32.55
Viscosité cinématique à 100°C	cSt	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
Teneurs en contaminants						
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

D'après les résultats présentés dans le tableau (4.1), on remarque une chute de la viscosité cinématique à 40°C de 32.55 cSt d'huile neuve prise en 2020 jusqu'à 16.53 cSt pour l'huile en service prise en 2023, une diminution significative de point d'éclair, point de Feu et du point d'ébullition initial. Une augmentation de la teneur en résidu de carbone en fonction du temps est remarquée, les résultats indiquent que l'huile TORADA tc32 a subi une dégradation ce que suggère la présence d'hydrocarbures légers, suite à :

- La présence d'hydrocarbures légers provoque une dilution de l'huile.

- Ou un craquage thermique, dû à l'exposition de l'huile à de fortes températures.

➤ **Viscosité cinématique a 40°C :**

La viscosité est une propriété essentielle intervenant dans les problèmes d'écoulement des lubrifiants. Elle est liée aux difficultés que rencontrent les particules de fluides dans leur libre déplacement les unes par rapport aux autres, les résultats de la variation de la viscosité cinématique en fonction de temps sont présentés sur la Figure.4.2.

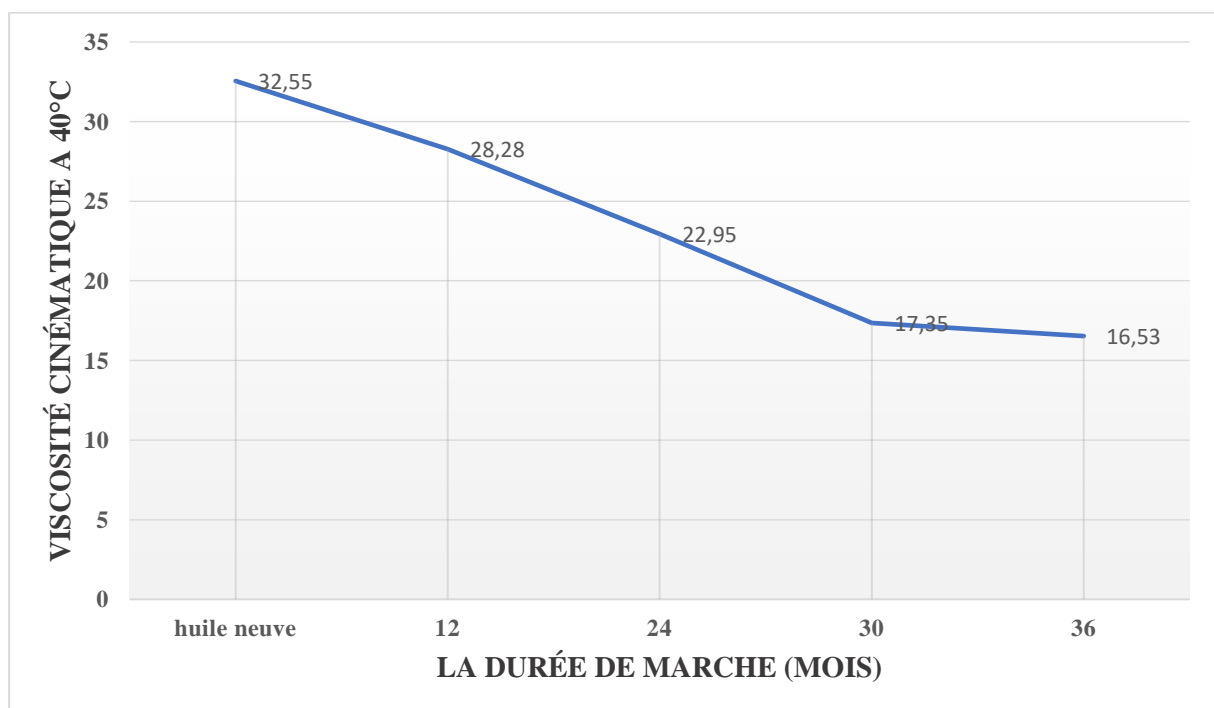


Figure.4.2. Évolution de la viscosité cinématique a 40°C de l'huile diathermique en service (TORADA TC 32) en fonction de temps.

Dans ce graphe on suit l'évolution de la viscosité d'une huile en service à 40 en fonction de la durée de marche (mois).

Les résultats obtenus montrent clairement que l'huile neuve est plus visqueuse en comparaison à l'huile en service et ce depuis [mars 2021 jusqu'à mars 2023]. Les valeurs obtenues sont de l'ordre de 32.55 ; 28.28 ; 22.95 ; 17.35 ; 16.53 cSt.

On constate une diminution de la viscosité cinématique de l'huile usagée. Cette diminution de la viscosité peut être causée par un craquage thermique des molécules provoquant la rupture du film ce qui va entraîner des usures anormales de la machine. La viscosité diminue aussi suite

au cisaillement des additifs polymériques. Le résultat de l'essai de viscosité montre que l'huile usagée a perdue plus de sa viscosité en raison de vieillissement de l'huile.

➤ **Point d'éclair et Point de feu :**

Les résultats de la variation du point d'éclair et du point de feu en fonction de temps (la durée de marche) sont illustrés sur la Figure.4.3.

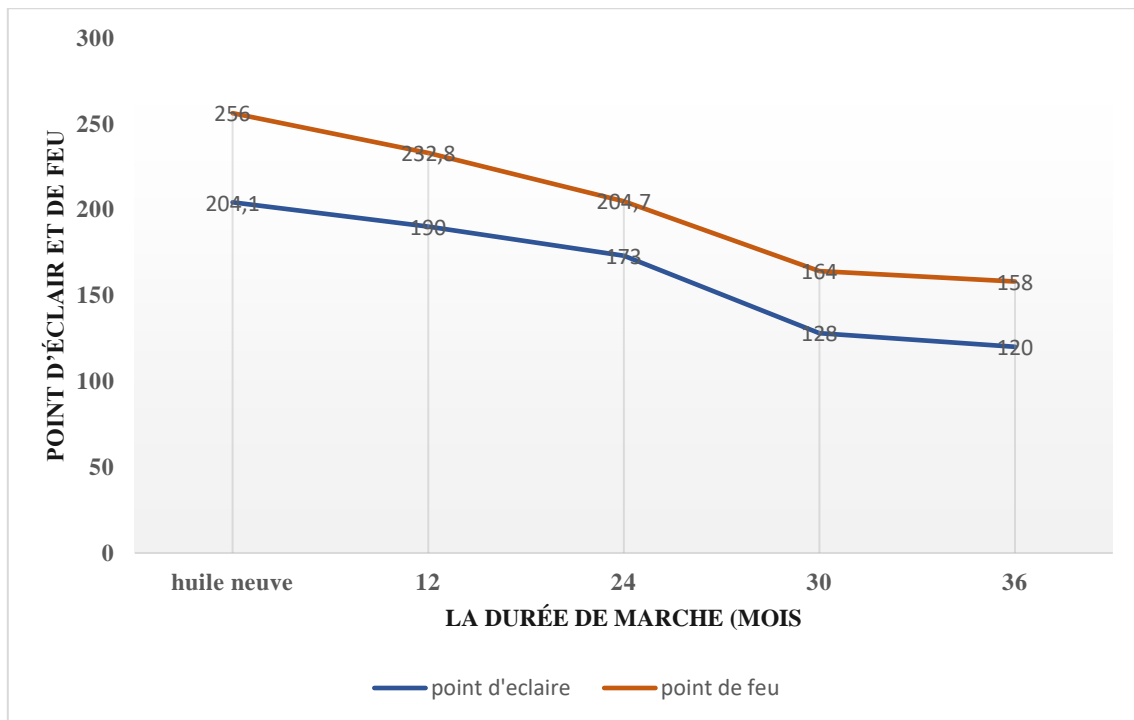


Figure .4.3. Évolution du point d'éclair et de point feu de l'huile diathermique (TORADA TC32) en fonction de temps

Dans ce graphe on suit l'évolution du point d'éclair et de point feu d'une huile en service (TORADA TC32 en fonction de la durée de marche (mois)).

Une diminution significative de point d'éclair et de point de feu de l'huile en service est remarqué du mars 2021 jusqu'à mars 2023, La diminution de la valeur du point d'éclair de l'huile usagée pourrait être le résultat de la présence des fractions légères d'huiles [31]. Après avoir subi la combustion et l'oxydation à haute température du moteur à combustion, l'huile se décompose en composants, qui comprennent des fractions légères.

➤ Point d'ébullition :

Les résultats de l'évolution du point d'ébullition en fonction de temps (la durée de marche) sont illustrés sur la Figure.4.4

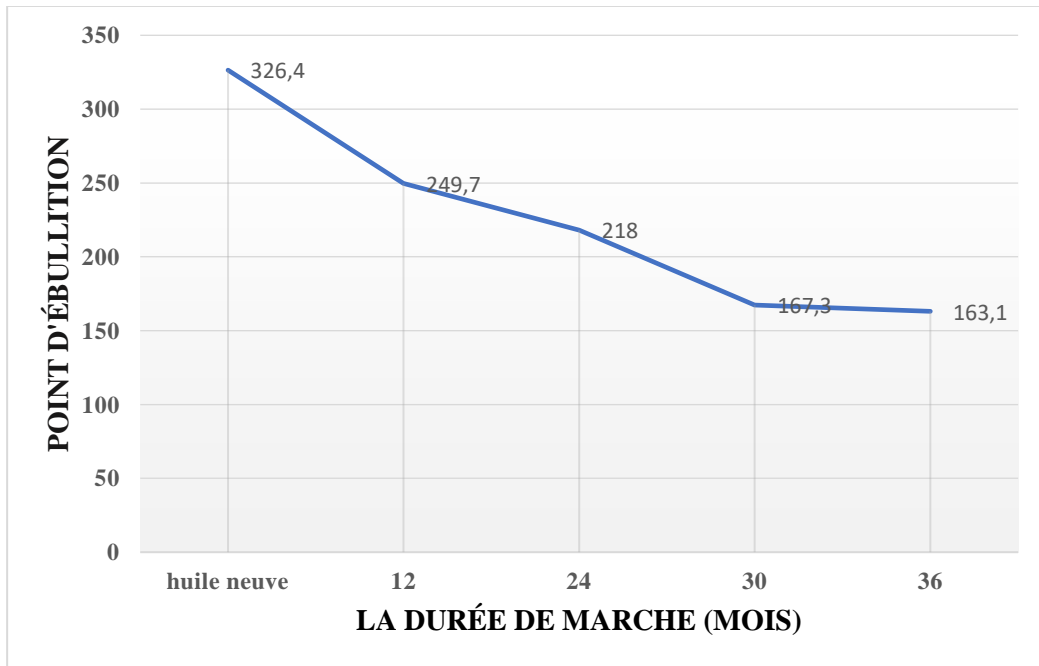


Fig.4.4 : Évolution du point d'ébullition de l'huile diathermique (TORADA TC32) en fonction de temps

Dans ce graphe on suit l'évolution du point d'ébullition d'une huile en service (TORADATC32) en fonction de la durée de marche (mois).

Il y a eu une diminution du point d'ébullition initial de l'huile en service de mars 2020 à mars 2023, la température chute de 326.4°C jusqu'à 163.1°C. Ce sont des valeurs déraisonnables pour une huile diathermique en trois ans, ce qui nous fait supposer qu'il y a une dégradation de l'huile.

➤ Teneur en résidu de carbone :

Les résultats de l'évolution de la teneur en résidu de carbone en fonction de temps (la durée de marche) sont illustrés sur la Figure.4.5.

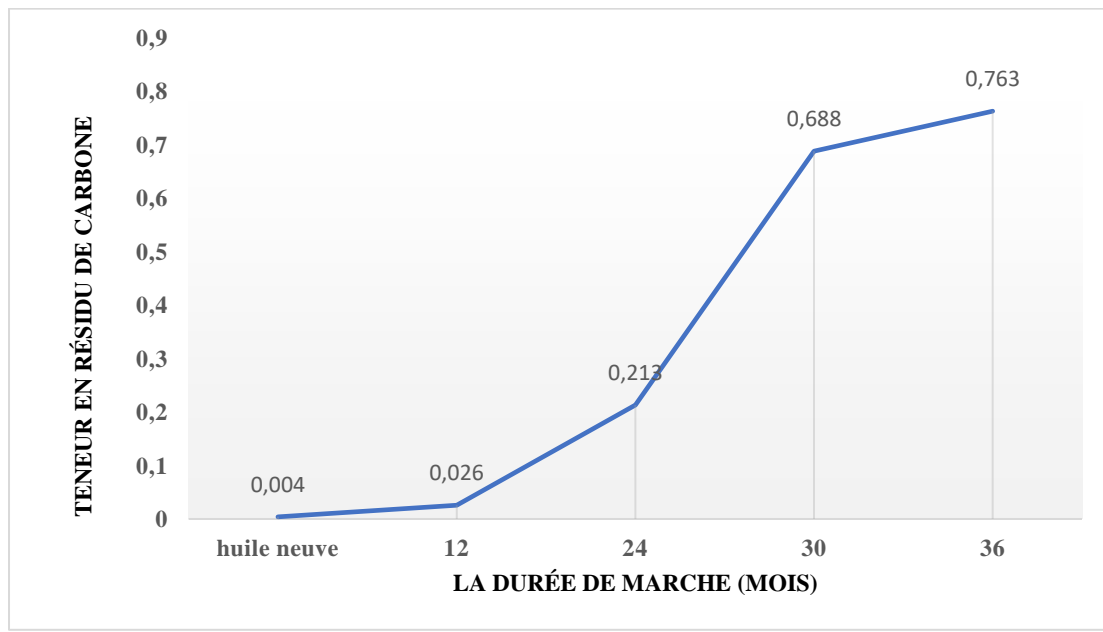


Figure.4.5 : Évolution du Teneur en résidu de carbone de l'huile diathermique (TORADA TC32) en fonction de temps

Dans ce graphe on suit l'évolution de la teneur en résidu de carbone (%poids) d'une huile en service (TORADA TC32) en fonction de la durée de marche (mois).

On remarque que la teneur en carbone dans l'huile neuve était très faible et négligeable par rapport à la teneur de l'huile en service, qui a considérablement augmenté en raison de la présence de résidus d'usure métalliques, impliquant un effet de craquage.

Dans l'objectif de confirmer s'il y a une dégradation par craquage catalytique à haute température, 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" pour connaître la composition d'huile en service et identifier l'apparition des nouveaux produits.

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse nous a permis d'obtenir les chromatogrammes suivants :

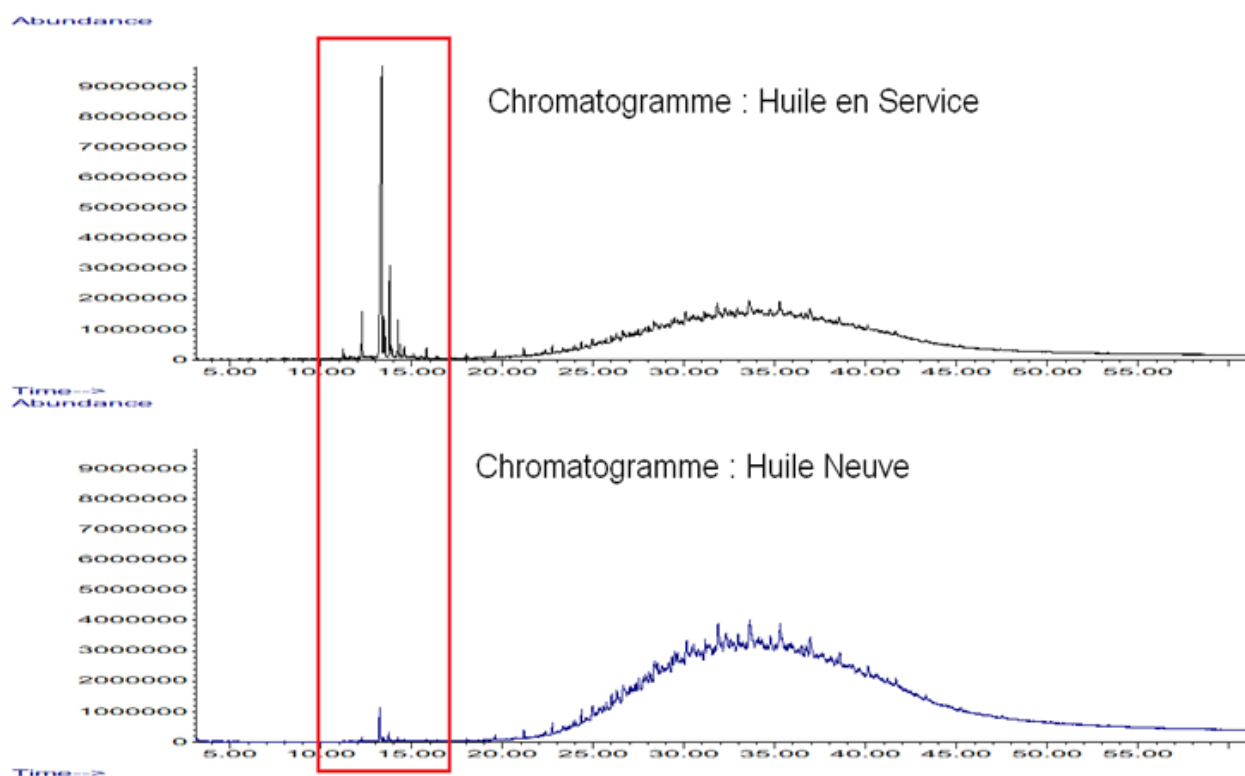


Figure.4.6 : Analyse Chromatographique (GC-MS) des deux huiles (Neuve et en Service)

L'examen de ces chromatogrammes montrent que ces deux huiles renferment des composés de même nature, on peut remarquer que l'allure de la charge reste la même, on a eu l'apparition des nouvelles molécules, qui ont été mis en évidence sur ces hydrocarbures légers d'origine inconnue dans l'huile en service, Ces derniers sont probablement responsables de la dégradation des propriétés physico chimiques de l'huile en service. Ces hydrocarbures sont présents uniquement dans l'huile en service et ils sont décrits sur le tableau ci-dessous.

Tableau 4.2 : composition chimique de l'huile en service TORADA TC32

Nom de la molécule	Formule chimique	Concentration
Diphenylmethane	C ₁₃ H ₁₂	5.677%
Benzene, 1,1-ethylidenebis	C ₁₄ H ₁₄	76.884%
5-Methyl-2-phenyl-2-hexenal	C ₁₃ H ₁₆ O	3.86%
Bibenzyl	C ₁₄ H ₁₄	13.91%
4a,5-Dimethyl-3-(prop-1-en-2-yl)-1,2,3,4,4a,5,6,7-octahydronaphthalen-1-ol	C ₁₅ H ₂₄ O	4.91%

Donc d'après les résultats de la chromatographie en phase gazeuse qui nous montre la présence des nouvelles molécules et le résultat de la teneur en carbone qui a commencé à augmenter graduellement on suggère que l'huile a subi un craquage thermique qui vient de l'oxydation.

- Afin de comprendre la température à laquelle l'huile se dégrade, on a prélevé deux échantillons de cette huile caloporteur, les chauffés à $T=270^{\circ}\text{C}$ et $T=290^{\circ}\text{C}$ pendant deux heures, puis on a procédé à une analyse physico-chimique présentée dans le tableau ci-dessous :

Tableau 4.3 : propriétés physico-chimiques des deux échantillons d'huile caloporteur

	Huile neuve	T (270°C)	T (290°C)
Masse volumique à 20°C	0.8599	0.8606	0.8638
Masse volumique à 15°C	0.8630	0.8637	0.8669
Viscosité cinématique à 40°C	32.55	33.047	35.16
Viscosité cinématique à 100°C	5.396	5.450	5.651
Indice de viscosité	98.53	98.7	97.96
Point d'éclair	204.1	228	222
Point de feu	256	258	256
Couleur ASTM	L1.0	L6.5	>8
L'indice d'acidité TAN	0.01	0.25	0.72

Selon notre analyse, les caractéristiques physiques (la masse volumique à 15°C et 20°C) sont identiques pour l'huile neuve.

Il n'y a pas un grand changement dans la viscosité à 40°C et 100°C, indice de viscosité et indice d'acidité les valeurs à $T=270^{\circ}\text{C}$ sont faiblement inférieures à celles à $T=290^{\circ}\text{C}$, et plus proches de celles de l'huile neuve. Après les résultats des analyses, on peut en conclure que l'huile ne se dégrade pas après deux heures de son utilisation.

4.4. Calcule des flux thermiques :

Calcul thermique de l'huile dans le four :

Le four utilisé dans le complexe est un four thermique avec température de sortie de 290 °C. Il comprend une zone de radiation et une zone de convection.

Cette partie consiste à calculer la quantité de chaleur absorbée.

Propriétés physiques moyennes de l'huile **TORADA TC 32** aux conditions de service :

- Masse volumique, $\rho = 782,5 \text{ Kg/m}^3$
- Chaleur spécifique, $C_p = 2,38 \text{ kJ/kg } ^\circ\text{C} = 0,569 \text{ kcal/kg.}^\circ\text{C}$
- Viscosité dynamique, $\mu = 2,395$
- Conductivité thermique, $k = 0,140 \text{ W/m. } k = 0,1206 \text{ kcal /h.m.}^\circ\text{C}$

Calcul le flux ou la quantité de chaleur absorbée par l'huile :

La quantité de chaleur absorbée par l'huile est :

$$Q = m * C_p * (T_s - T_e) \dots \dots \dots (1)$$

$$Q = \rho * V * C_p * (T_s - T_e) \dots \dots \dots (2)$$

m : débit massique (kg/h)

V : débit volumique de l'huile, (m³/h)

ρ : masse volumique de l'huile (kg/m³)

T_s et T_e : températures de sortie et d'entrée de l'huile

Dans notre cas, on prend les températures d'entrée et de sortie du four en cas d'été et d'hiver (case summer 1 & case winter 1) voir l'annexe B.

Cas d'été

$$T_e = 269.4 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$T_s = 290 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$m = 672500 \text{ kg/h}$$

$$A.N: Q = m * 0.569 * (T_s - T_e)$$

$$Q = 672500 \times 0,569 \times (290-269.4)$$

$$Q = 7.8 * 10^6 \text{ Kcal/h}$$

Cas d'hiver

$$T_e = 261.1 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$T_s = 290 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$m = 672500 \text{ kg/h}$$

$$A.N: Q = m * 0.569 * (T_s - T_e)$$

$$Q = 672500 \times 0,569 \times (290-261.1)$$

$$Q = 11.05 * 10^6 \text{ Kcal/h}$$

4.5. La méthode expérimentale de régénération :

Après notre analyse des différents types de processus, on a opté à la technologie basée sur la technique des mélanges de l'huile neuve avec huile en service.

La méthode des mélanges consiste à ajouter l'huile neuve à l'huile en service en variant le pourcentage volumique d'huile neuve de 20% jusqu'à 60%, on a réalisé quatre essais :

- 1ere essai :** 80% de l'huile en service + 20% de l'huile neuve
- 2eme essai :** 60% de l'huile en service + 40% de l'huile neuve
- 3eme essai :** 50% de l'huile en service + 50% de l'huile neuve
- 4eme essai :** 40% de l'huile en service + 60% de l'huile neuve

Les analyses des produits sont faites après les opérations expérimentales de régénération. Elles sont faites suivant des méthodes normalisées (AFNOR ou ASTM). Les résultats sont présentés par le tableau récapitulatif des analyses des échantillons d'huiles en service étudiées avant et après traitement.

Tableau 4.4 : Tableau récapitulatif des analyses des échantillons d'huiles en service étudiées avant et après traitement

Mélange	HS	1ere essai	2eme essai	3eme essai	4eme essai	HN
Masse volumique à 20°C (g/cm ³)	0.8589	0.8593	0.8594	0.8583	0.8588	0.8599
Point d'éclair °C	120	136	166	182	156	204.1
Point de feu °C	158	176	202	216	218	256
Teneur en carbone	0.763	0.54	0.41	0.33	0.263	0.004
Point d'ébullition °C	163.1	169.1	173.2	209.4	191.9	326.4
Viscosité à 40°C (mm ² /s)	16.53	19.58	22	22.35	24.65	32.55
Viscosité à 100°C (mm ² /s)	3.669	4.053	4.306	4.476	4.624	5.396

La méthodologie adoptée consiste à comparer les valeurs des caractéristiques de l'huile obtenue après régénération et de l'huile diathermique neuve et en service.

Interprétation des résultats :

➤ **Point d'ébullition :**

Les résultats de point d'ébullition des différents mélanges en commençant de 0% jusqu'à 100% d'huile neuve sont présentés dans l'histogramme suivant :

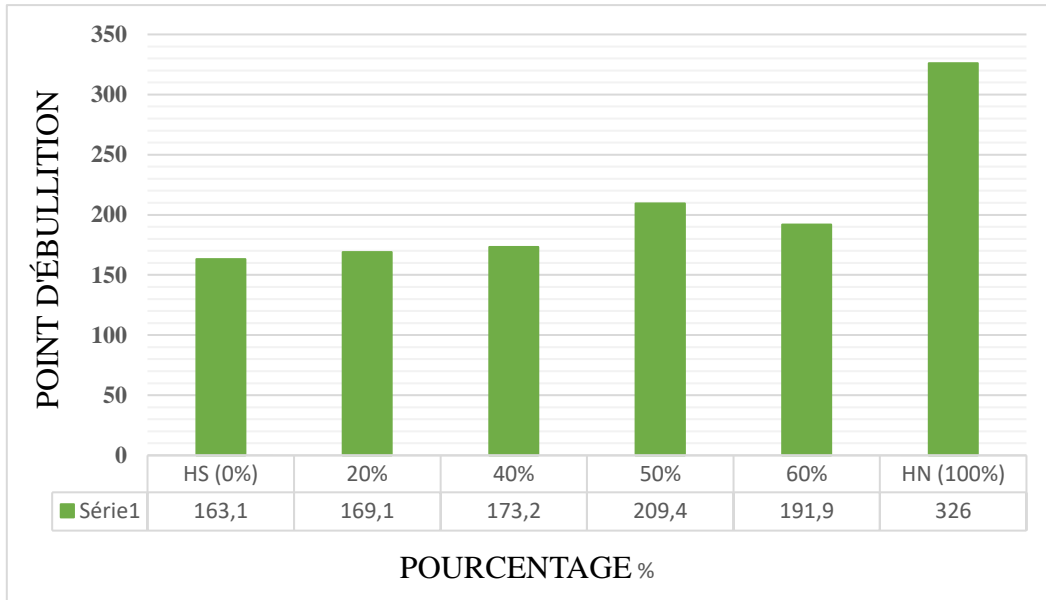


Figure.4.7 : Évolution de point d'ébullition en fonction de pourcentage d'huile neuve

Dans cet histogramme on compare les points d'ébullitions des quatre mélanges, on ne voit pas une bonne amélioration par rapport à l'huile neuve et à l'huile en service, d'où on constate que le troisième mélange avec une température d'ébullition de 209.4°C a une meilleure amélioration que l'huile en service qui a une température de 163.1°C, et il est proche de l'huile neuve qui a une température de 326°C.

➤ **Teneur en carbone :**

Les résultats de la teneur en carbone des différents mélanges en commençant de 0% jusqu'à 100% d'huile neuve sont présentés dans l'histogramme suivant :

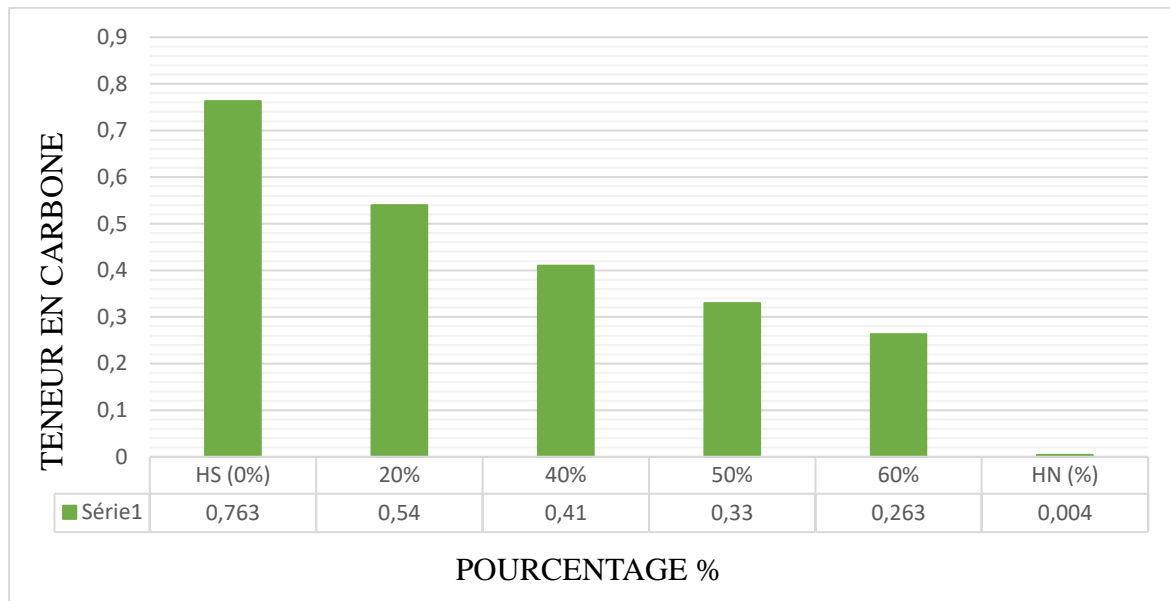


Figure.4.8 : Évolution de teneur en carbone en fonction de pourcentage d’huile neuve

Cet histogramme compare la teneur en carbone de quatre mélanges.

Il n’y a pas d’amélioration significative par rapport à l’huile neuve, mais il y a une amélioration par rapport à l’huile en service, et nous pouvons voir que le quatrième mélange avec un pourcentage de 60% a une meilleure diminution de la teneur en carbone (0.263%) par rapport à l’huile en service (0.763%).

➤ **Viscosité cinématique**

Les résultats de la viscosité cinématique des différents mélanges en commençant de 0% jusqu’à 100% d’huile neuve sont présentés dans l’histogramme suivant :

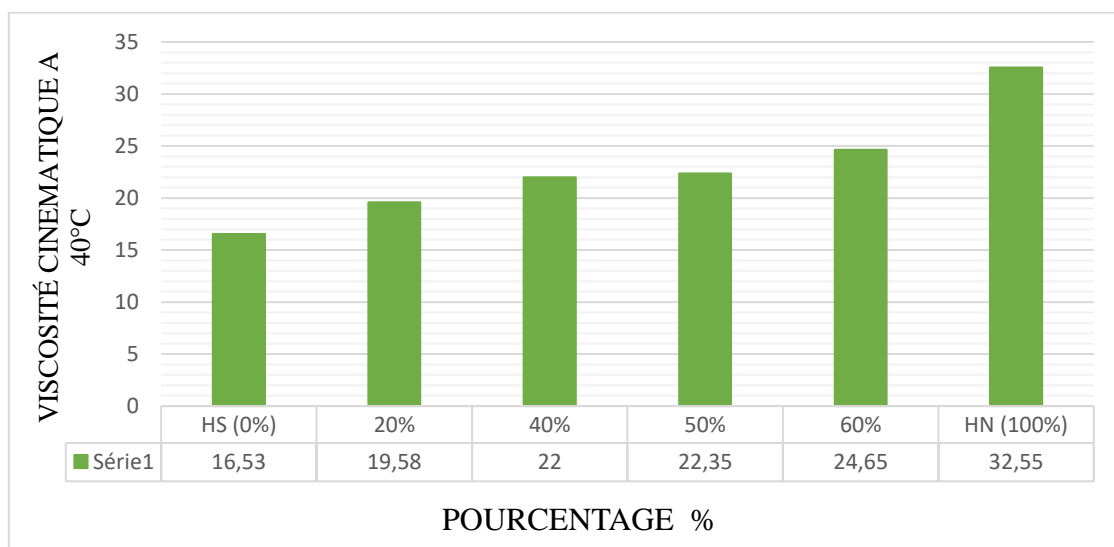


Figure.4.9 : Évolution de la viscosité cinématique a 20°C en pourcentage de l’huile neuve

Celan l’histogramme de la viscosité cinématique à 40°C de quatre mélanges, on remarqu’il n’y a pas une grande amélioration par rapport à l’huile neuve, mais il y a une amélioration par rapport à l’huile en service, nous pouvons voir que le quatrième mélange ‘‘24.65’’ a une meilleure amélioration que l’huile en service ‘‘16.53’’. Elle n’a pas atteint les normes de la cohérence qui est entre 28,8 et 35,2 pour cette huile diathermique.

➤ **Point d’éclair :**

Les résultats du point d’éclair des différents mélanges en commençant de 0% jusqu’à 100% d’huile neuve sont présentés dans l’histogramme suivant :

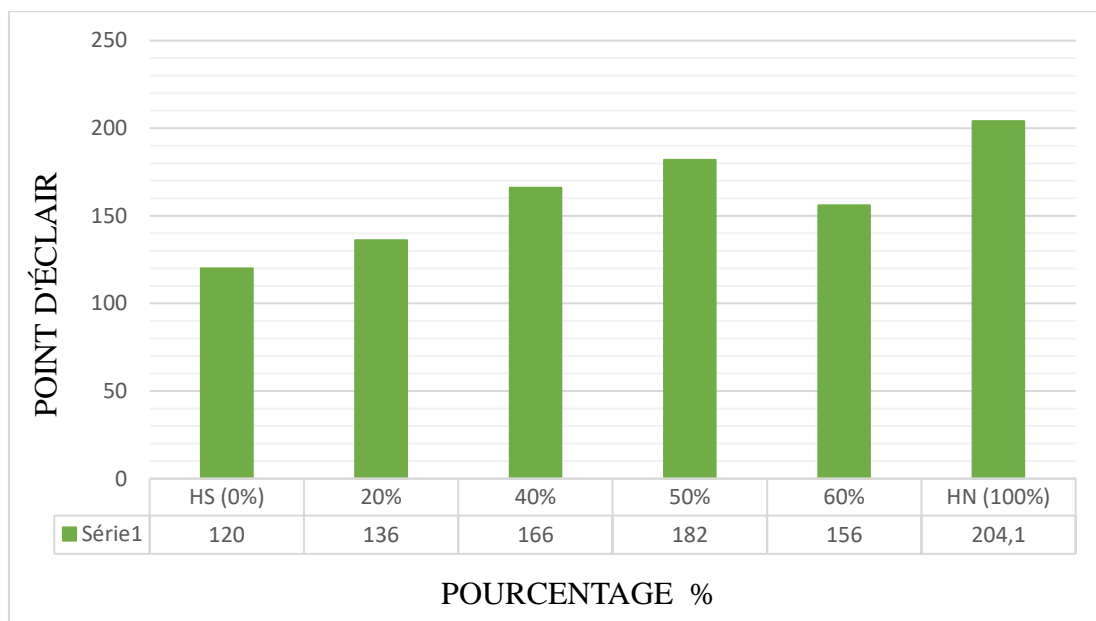


Figure.4.10 : Évolution de point d’éclair en fonction de pourcentage d’huile neuve

Dans cet histogramme on compare le point éclair des quatre mélanges d’où on constate que le point éclair du troisième mélange ‘‘182°C’’ a augmenté par rapport au point éclair de l’huile en service ‘‘120°C’’ et il est proche de la valeur de l’huile neuve ‘‘204,1°C’’.

Discussion :

D’après les résultats de cette comparaison, on constate qu’il y a une légère amélioration dans le troisième mélange du point d’éclair, point d’ébullition, teneur en carbone, à l’exception de la viscosité qu’on a pas pu la corriger dans les quatre mélanges. On l’a ignorée vue que ce n’est pas un paramètre vraiment critique pour juger l’état de l’huile, l’huile a une viscosité à

40°C et notre huile thermique se chauffe jusqu'à 280°C. Si c'est un lubrifiant l'huile on dit que la viscosité est importante.

Dans ce cas, nous ne pourrions pas utiliser cette méthode, nous trouverons donc une autre méthode, qui consiste à parler de la relation entre la température du point d'ébullition et la pression. Le but de cette méthode est d'ajuster la pression à la température appropriée, pour laquelle nous utiliserons la corrélation de Maxwell-Bonnell.

4.6. Pratique de conversion des températures équivalentes à l'atmosphère (AET) en températures de vapeur observées (ACT)

➤ **Champ d'application :**

Cette pratique concerne la conversion de la température de distillation réelle obtenue à une pression inférieure à la pression ambiante en température équivalente à l'atmosphère (AET) correspondant au point d'ébullition équivalent à la pression atmosphérique, soit 101,3 kPa (760 mm Hg), au moyen des équations dérivées de Maxwell et de Bonnell. (Corrélation de Maxwell et Bonnell (Maxwell et Bonnell, 1955 ; Maxwell et Bonnell,1957)

1. Convertir la température équivalente atmosphérique en température de vapeur observée à l'aide de l'équation A.1 :

$$Q = \frac{(Tb' / T) - 0.00051606Tb'}{748.1 - 0.3861Tb'} \dots\dots\dots(A.1)$$

A partir de l'équation A.1, on peut tirer la température :

$$T = \frac{Tb'}{Q(748.1 - 0.3861 * Tb') + 0.00051606 Tb'} \dots\dots\dots (A.2)$$

Où :

AET = température équivalente à l'atmosphère, K

T = température de la vapeur observée, K

Tb' : est le point d'ébullition normal corrigé à KW = 12 (K), KW est le facteur de caractérisation de Watson (UOP).

2. On peut calculer Q à l'aide de l'Eq A.3, de l'Eq A.4 ou l'Eq A.5 :

$$\log_{10}P^{vap} = \frac{3000.538Q - 6.761560}{43Q - 0.987672} \quad \text{pour } Q > 0.0022 \text{ (} P^{vap} < 2 \text{ torr)} \dots\dots\dots(A.3)$$

$$\log_{10}P^{vap} = \frac{2663.129Q - 5.994296}{95.76Q - 0.972546} \quad \text{pour } 0.0013 \leq Q \leq 0.0022 \text{ (} 2 \text{ torr} \leq P^{vap} \leq 760 \text{ torr} \dots\dots(A.4)$$

$$\log_{10}P^{vap} = \frac{2770.085Q - 6.412631}{36Q - 0.989679} \quad \text{pour } Q < 0.0013 \text{ (} P^{vap} > 760 \text{ torr)} \dots\dots\dots(A.5)$$

3. On calcule Tb' à l'aide de la formule suivante de l'Eq A.6 :

$$KW = \frac{\sqrt[3]{Tb' \text{ (}^\circ R)}}{ds} \dots\dots\dots(A.6)$$

Où :

ds : la densité relative à 15°C

- ❖ Pour déterminer la densité relative, on utilise l'abaque de facteur de caractérisation Watson des fractions pétrolières présentés dans la Fig.4.11 :

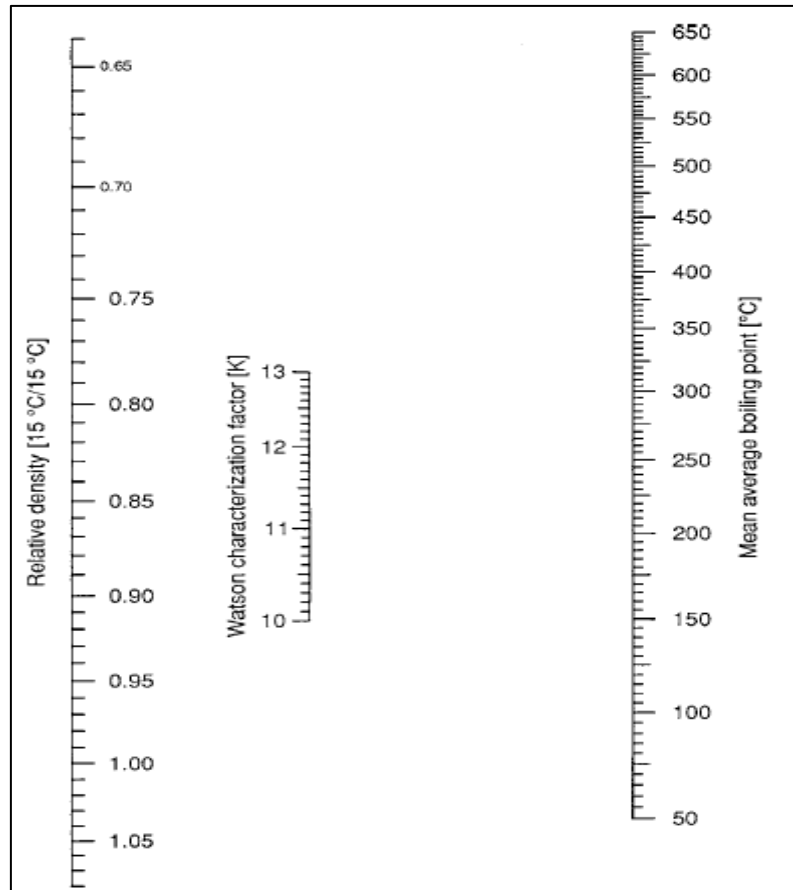


Fig.4.11 : Facteur de caractérisation Watson des fractions pétrolières

➤ **EXEMPLE DE CALCULS DE PRÉCISION**

❖ *Pour*

Température d'ébullition normale $T_b = 163.1^\circ\text{C}$

$T_b = 163.1 + 273.15 = 436.25 \text{ K}$

À $P^{\text{vap}} = 1 \text{ bar} = 760 \text{ torr}$

$$T = \frac{T_{b'}}{Q(748.1 - 0.3861 \cdot T_{b'}) + 0.00051606 \cdot T_{b'}}$$

$T_{b'}$??

On utilise la formule de l'Eq A.6 et avec $KW = 12$

$$KW = \frac{\sqrt[3]{T_{b'} (\text{°R})}}{d_s} \Rightarrow T_{b'} = (KW \cdot d_s)^3$$

Et $d_s = 0.77$ à partir de la projection selon la fig.4.11

Alors

$$Tb' = (12 * 0.77)^3 = 788.89 \text{ } ^\circ R = 438.27 \text{ K}$$

Où, $k = Tb/1,8$ est utilisé pour convertir l'unité du vrai point d'ébullition (T_b) de Rankin en Kelvin

Pour le Q ??

On a $P^{vap} = 760\text{torr}$ et ($2 \text{ torr} \leq P^{vap}=760 \leq 760 \text{ torr}$)

Donc en utilise l'Eq A.4

$$\log_{10}P^{vap} = \frac{2663.129Q - 5.994296}{95.76Q - 0.972546}$$

$$\Leftrightarrow Q = \frac{0.972546 \times \log P^{vap} - 5.994296}{\log P^{vap} \times 95.76 - 2663.129}$$

$$Q = 0.00133$$

Alor

$$T = \frac{438.27}{0.00133 \times (748.1 - 0.3861 \times 438.27) + 0.00051606 \times 438.27}$$

$$T = 439.99 \text{ K} = 166.4 \text{ } ^\circ C$$

❖ POUR

- **$P^{vap} = 10\text{bar} = 7600\text{torr}$**

$$T = \frac{Tb'}{Q(748.1 - 0.3861 * Tb') + 0.00051606 * Tb'}$$

$Tb' ??$

On utilise la formule de l'Eq A.6 et avec $KW=12$

$$KW = \frac{\sqrt[3]{Tb' \text{ (} ^\circ R \text{)}}}{ds} \Rightarrow Tb' = (KW * ds)^3$$

Et $ds = 0.77$ à partir de la projection selon la fig.4.11

Alors

$$Tb' = (12 * 0.77)^3 = 788.89 \text{ } ^\circ R = 438.27 \text{ K}$$

Pour le Q ??

On a $P^{vap} = 7600\text{torr}$ et ($P^{vap} > 760\text{torr}$)

Donc on utilise l'Eq A.5

$$\log_{10}P^{vap} = \frac{2770.085Q - 6.412631}{36Q - 0.989679}$$

$$\Leftrightarrow Q = \frac{0.989679 \times \log P^{vap} - 6.412631}{\log P^{vap} \times 36 - 2770.085}$$

$$Q = 0.000978$$

Alors

$$T = \frac{438.27}{0.000978 \times (748.1 - 0.3861 \times 438.27) + 0.00051606 \times 438.27}$$

$$T = 553.14 \text{ K} = 280 \text{ }^\circ\text{C}$$

On remarque qu'à chaque fois si on augmente la pression, la température augmente. La température à 10bar rentre dans les normes de température d'ébullition d'une huile diathermique, ces résultats ont été obtenus manuellement, mais il existe un logiciel PILODIST Maxwell-Bonnell permet qui convertit la température équivalente en atmosphère (AET) en température de vapeur observée (ACT) en introduisant la pression nécessaire.

4.7. Logiciel PILODIST Maxwell-Bonnell :

On utilise le calculateur Maxwell-Bonnell pour convertir les températures réelles (ACT) en températures équivalentes à l'atmosphère (AET) et pour déterminer la pression nécessaire dans le système pour que l'AET corresponde à l'ACT.

Le calculateur Maxwell-Bonnell détermine la température équivalente à l'atmosphère (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) lorsque la température équivalente à l'atmosphère (AET) et la pression sont connues.

Avec cette nouvelle fonction, le calculateur Maxwell-Bonnell dispose d'une détermination supplémentaire de la pression. En entrant une AET et une ACT, l'utilisateur peut maintenant déterminer la pression nécessaire dans le système pour que l'AET corresponde à l'ACT [32].

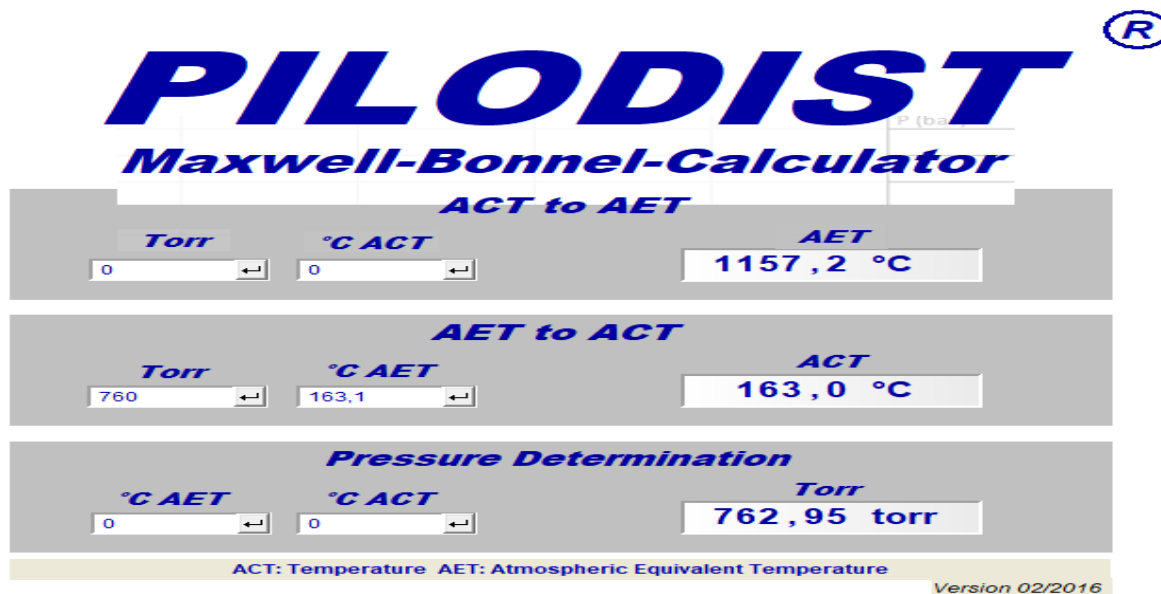


Figure.4.12 : Calculateur Maxwell-Bonnel avec nouvelle fonctionnalité - Pilodist

Grace à ce logiciel ou bien calculateur on a pu convertir automatiquement la température AET en température ACT, le tableau suivant résume les résultats obtenus par logiciel maxwell-Bonnel :

Tableau 4.5 : Résultats obtenus par logiciel PILODIST Maxwell-Bonnel pour l’huile TORADA TC 32

P (bar)	P (torr)	Température convertie
1	760	163
2	1520	192
3	2280	211,3
4	3040	226,1
5	3800	238,4
6	4560	248,9
7	5320	258,2
8	6080	266,6
9	6840	274,3
10	7600	281,4
11	8360	288
12	9120	294,1
13	9880	300
14	10640	305,4
15	11400	310,7
16	12160	315,7
17	12920	320,4
18	13680	325
19	14440	329,5
20	15200	333,7

À travers ce tableau, on remarque que plus on augmente la pression, la température convertie augmente et c'est ce que on veut atteindre.

De là, on voit que si la pression est à 10 bar jusqu'à 20bar, la température convertie commence à s'améliorer c'est la température d'huile requise.

Et à partir de là, on prend la température à 12 et 13 bar parce que c'est la température idéale et actuellement approuvée.

CONCLUSION

Conclusion générale

En conclusion, la dégradation de l'huile diathermique est un phénomène courant qui peut affecter les performances des systèmes de chauffage. Pour minimiser les risques de défaillance, il est important de surveiller régulièrement l'état de l'huile diathermique.

Notre étude porte sur le suivi de l'évolution des propriétés physiques de l'huile diathermique en service, en effectuant une série d'analyses physico-chimiques pour montrer le changement des spécifications de l'huile et ses caractéristiques après sa mise en service.

Le but ultime de cette recherche est d'obtenir des huiles douées de propriétés principales permettant une utilisation répétée.

Nous avons réalisé deux études qualitatives permettant d'éviter le phénomène de dégradation de l'huile.

Les résultats expérimentaux obtenus ont montré que :

- ✓ Il y a une légère amélioration de point d'éclair, point d'ébullition, teneur en carbone, dans le troisième mélange à l'exception de la viscosité qu'on n'a pas pu la corriger dans les quatre mélanges. Nous l'avons ignorée car ce n'est pas un paramètre vraiment critique pour juger l'état de l'huile. On peut conclure que l'étude des mélanges d'huiles en service avec des huiles neuves sont insuffisantes, car leurs propriétés ne s'améliorent pas.
- ✓ La dégradation de l'huile est réduite par la relation Maxwell-Bonell en augmentant la pression et ajustant la température dans le circuit. Cette méthode a été approuvée le mois dernier (mai 2023) au niveau de l'entreprise (Gassi touil), et ils l'appliquent à 12 et 13 bar.

Enfin, on peut dire que le suivi de l'huile diathermique en service joue un rôle très important, il permet de :

- Détecter rapidement des anomalies et de l'usure des mécanismes.
- Donner la durée de vie de l'huile.
- Réduire le coût de la maintenance.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUE

Références bibliographiques :

- [1] Adjir. M., Benkezim. R., ‘’ RAFFINAGE DU PÉTROLE ET CARACTÉRISATION D’UN SOUS-PRODUIT « HUILE MOTEUR COMMERCIALE POUR VÉHICULES LOURDS DE TYPE DIESEL » ‘’. Mémoire de fin d’étude master. Facultés des sciences et technologies. Université A. MIRA – BEJAIA (2017).
- [2] Nefouci. M., Amar. M., ‘’ CALCULE DE SECTION DE L’HUILE CHAUDE’’. Mémoire de fin d’étude master. Facultés des sciences et technologies. Université Abdel Hamid Ibn Badis – Mostaganem (2021).
- [3] Cossé. R., « TECHNIQUES DE L’EXPLORATION PÉTROLIÈRE : LE GISEMENT ». Paris : édition Technip (1988) p.329
- [4] Richard. S., Kraus., « LE RAFFINAGE DU PÉTROLE ». Encyclopédie de sécurité et de santé au travail chapitre 78.
- [5] Jean-pierre WAUQUIER., « LE RAFFINAGE DU PÉTROLE : PÉTROLE BRUT, PRODUITS PÉTROLIERS, SCHÉMA DE FABRICATION TOME -1^{er} ÉDITION ». Paris : éditions Technip (1994) p.478
- [6] Une source d’énergie performante : « L’HUILE THERMIQUE ». Récupéré de GARIONI NAVAL (1954) [enligne]. <https://www.garioninaval.com/fr/approfondissements/lhuile-thermique-une-source-denergie-performante/>.
- [7] fiche technique, Pirobloc . « RÉCHAUFFEURS D’HUILE CHAUDE ET FLUIDES THERMIQUES : LE GUIDE COMPLET ».
- [8] fiche technique Sonatrach TORADA TC32 (octobre 2012).
- [9] Lemena. D., ‘’VALORISATION DES HUILES USAGÉES’’. Mémoire de fin d’études. Faculté des sciences et technologie. Université D’ANTANANARIVO. 2004.
- [10] Nachrist. L., « LES UTILITES LES LUBRIFIANTS MANUEL DE FORMATION COURS EXP-PR-UT130 Révision 0.1 ». Totalenergies (20/05/2007). https://www.academia.edu/40135397/LES_UTILITES_LES_LUBRIFIANTS_MANUEL_DE_FORMATION_COURS_EXP_PR_UT130_R%C3%A9vision_0_1
- [11] LES ADDITIFS. « LES HUILES LUBRIFIANTES – ADDITIFS OU DOPES.». [en ligne]. mai 2021. [<https://fluidsandlubricants.com/2021/05/29/les-huiles-lubrifiantes-6-additifs-ou-dopes/>].
- [12] les additifs., récupérer de « FAQ | LIQUI MOLY ». [En ligne]. [<https://www.liquimoly.com/fr/produits/faq.html>]

- [13] Diaby. M., « COMPREHENSION DES MECANISMES DE FORMATION DE DEPOTS EN FOND DE PREMIERE GORGE DE PISTON DE MOTEURS DIESEL ». Chemical Sciences. École Polytechnique X, 2009
- [14] Mazouzi. R., Khelidj. B., Karas.A., Kellaci. A., « RÉGÉNÉRATION DES HUILES LUBRIFIANTES USAGÉES PAR PROCESSUS DE TRAITEMENT À L'ACIDE ». Revue des Energie Renouvelables, vol. 17, N°4, p. 631-637, (2014).
- [15] AYL J., « LUBRIFIANTS : ADDITIFS À ACTION PHYSIQUE OU PHYSIOLOGIQUE ». Edition Techniques de l'ingénieur, 2002, B5344
- [16] Giraud. L., « MODELE PRÉDICTIF POUR LE DÉVELOPPEMENT D'UN SYSTÈME EMBARQUÉ DE VIDANGE DES LUBRIFIANTS POUR TRANSMISSION ». Thèse de doctorat université Québec. 2000.
- [17] AYL, Jean. « LUBRIFIANTS-CONSTITUTION-TECHNIQUE DE L'INGÉNIEUR-TRAITÉ GÉNIE MÉCANIQUE». Edition Techniques de l'ingénieur .BM5341.
- [18] Marvillet.C., « FLUIDES CALOPORTEURS : PROPRIÉTÉ ». Edition Techniques de l'ingénieur, juillet 2015. BE9571 v2
- [19] Bahache. M., Boukharouba. Y., « EFFET DU MILIEU AMBIANT SUR LA QUALITÉ DE LUBRIFICATION ET PROPOSITION DE MÉTHODES DE PRÉVENTION ». Mémoire e fin d'étude master 2. Faculté des sciences et technologie. université de msila 2017.
- [20] LES HUILES NEUVES. « ANALYSE HUILES NEUVES - LABORATOIRE IESPM – FRANCE », [en ligne], 2019, [<https://www.iespm.fr/analyse-huiles-neuves/>].
- [21] U. N. E. P. M. A. Plan, « GUIDE DE LA GESTION ÉCOLOGIQUEMENT RATIONNELLE DES HUILES USAGÉES EN MÉDITERRANÉE ». United Nations Environment Programme, 2015. <https://wedocs.unep.org/xmlui/handle/20.500.11822/7781>
- [22] Ayl. J.,« LUBRIFIANTS : PROPRIÉTÉS ET CARACTÉRISTIQUES ». Edition Techniques de l'ingénieur(1996). B5340.
- [23] Jacques. D, Jean. B, Jean. C., « PHYSICO-CHIMIE DES LUBRIFIANTS ». Édition Technip (1997)
- [24] Nejjar. K.,« ÉTUDE DE LA RÉACTIVITÉ THERMIQUE D'UNE HUILE DE LUBRIFICATION DES MOTEURS DIESEL». Thèse de doctorat de l'université des sciences MOHAMMED V – AGDAL, Rabat, 2011.
- [25] Ayl. J., Born. M., « LUBRIFIANTS ET FLUIDES POUR L'AUTOMOBILE ». Paris : Editions technip (1998)

[26] Benhabiles. N., Khelfa. A., « PERCOLATION DE L'HUILE USAGÉE MOTEUR SAE 20W50 SUR LE KIESELGUHR ». Mémoire de fin d'études. Faculté des sciences et technologie. École nationale polytechnique (2002).

[27] Belghit. C., « NOUVELLES CORRELATIONS POUR LA DETERMINATION DES PROPRIETES PHYSIQUES ET THERMODYNAMIQUES DES HYDROCARBURES ET DES FRACTIONS PETROLIERES ». Thèse de doctorat. Faculté des Sciences et de la Technologie. Université 8 Mai 1945 Guelma (2019).

[28] Ducauze. C., chimie analytique, Analyse chimique et chimométrie/concepts, démarche et méthode, Lavoisier Tec & Doc.

[29] Bouchennout. S., la spectrométrie de masse en couplage avec la chromatographie en phase gazeuse, Editions TEC&DOC, Lavoisier.

[30] La spectrométrie de masse : Une technique d'étude structurale des protéines. L2 Sciences.univamu. Fr cour 2013

[31] Rincón. J., Cañizares. P., García. M. T. (2005). « REGENERATION OF USED LUBRICANT OIL BY POLAR SOLVENT EXTRACTION ». Ind. Eng. Chem. Res. 2005, 44, 12, 4373–4379

[32] « Maxwell-Bonnell-Calculator with new feature - Pilodist », 11 mars 2017. <https://pilodist.de/news/maxwell-bonnell-calculator/> .

Abréviations et Acronymes

ASTM	American Society for Testing and Materials
AFNOR	Association Française de Normalisation
ACT	Température de la vapeur observée
AET	Températures équivalentes à l'atmosphère
Cst	Centi stock (Unité de viscosité des lubrifiants)
CG/MS	Chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de Masse
DTD	Direction de technologie et développement
PPM	Partie par million
TAN	Total Acid Number
TBN	Total Base Number
VI	Viscosité Index
P ^{vap}	Pression de vapeur saturé
HN	Huile neuve
HS	Huile en service
Teb	Température d'ébullition
Kuop	Facteur de caractérisation de Watson
TBP	True boiling point
D ₄ ²⁰	Densité a 20 degrés celsius
D ₄ ⁷⁰	Densité a 70 degré celsius

LES ANNEXS

Annex A

Les modes opératoire des expériences pour déterminer les caractéristiques physico-chimique des huiles diathermiques.

1. La masse volumique : (selon la norme ASTM D 4052)



Figure 1 : densimètre

2. La viscosité cinématique : (selon la norme ASTM D 445)

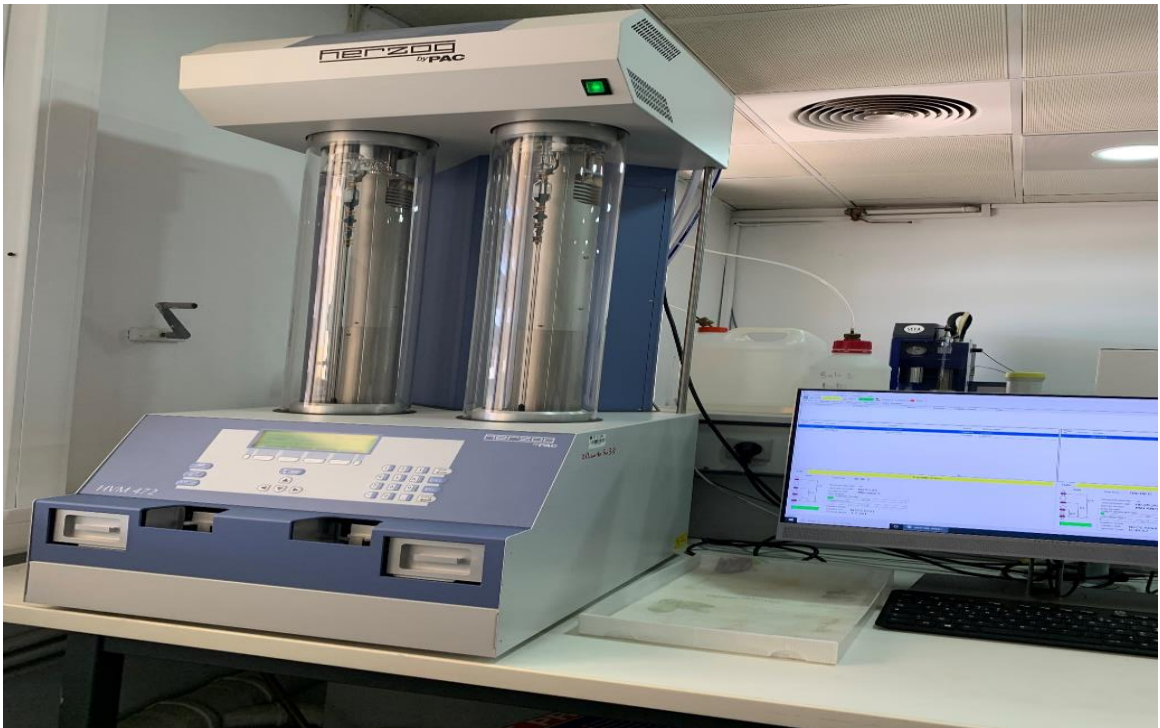


Figure 2 : viscosimètre capillaire

3. Teneur en eau : (selon la norme ASTM D 6304)



Figure 3 : la teneur en eau par KARL FISCHER

4. Point d'écoulement : (selon la norme ASTM D 97)



Figure 4 : point d'écoulement

5. L'indice d'acide total (TAN) : (selon la norme ASTM D 664)

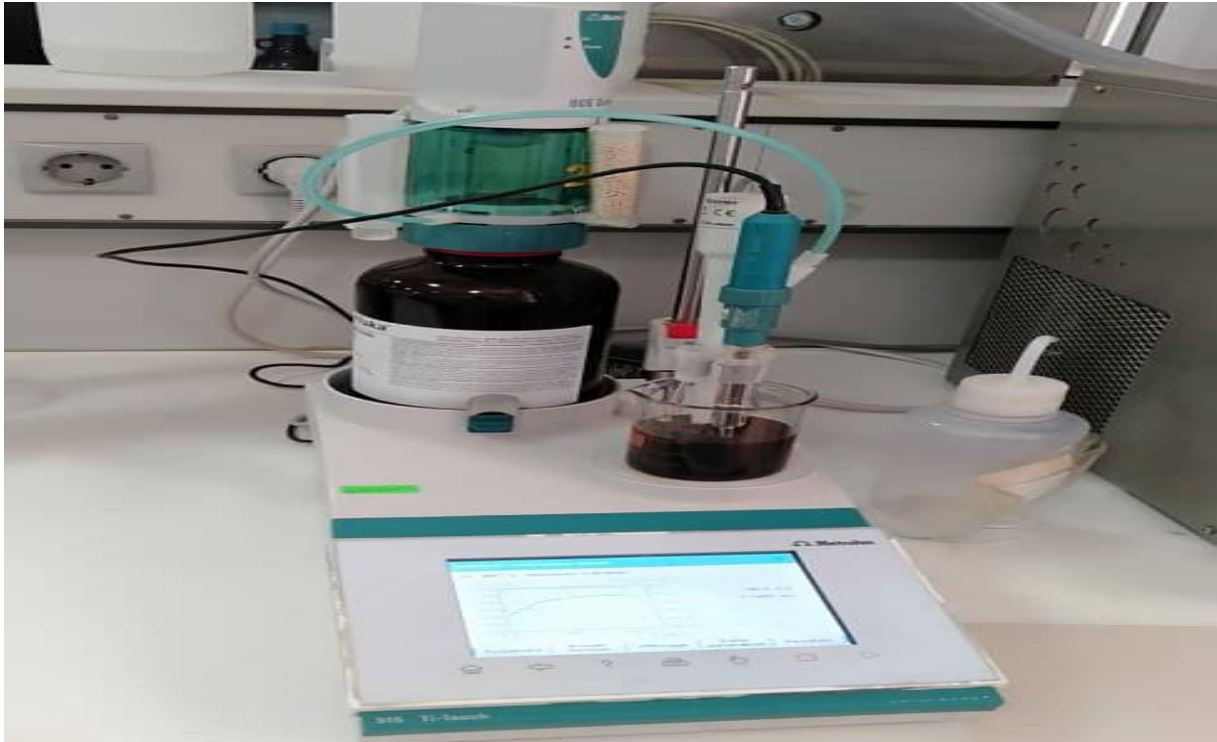


Figure 5 : indice d'acidité par titrage potentiométrique

6. Point d'ébullition : (selon la norme ASTM D1160)



Figure 6 : point d'ébullition

7. Point d'éclair et point de feu : (selon la norme ASTM D92)

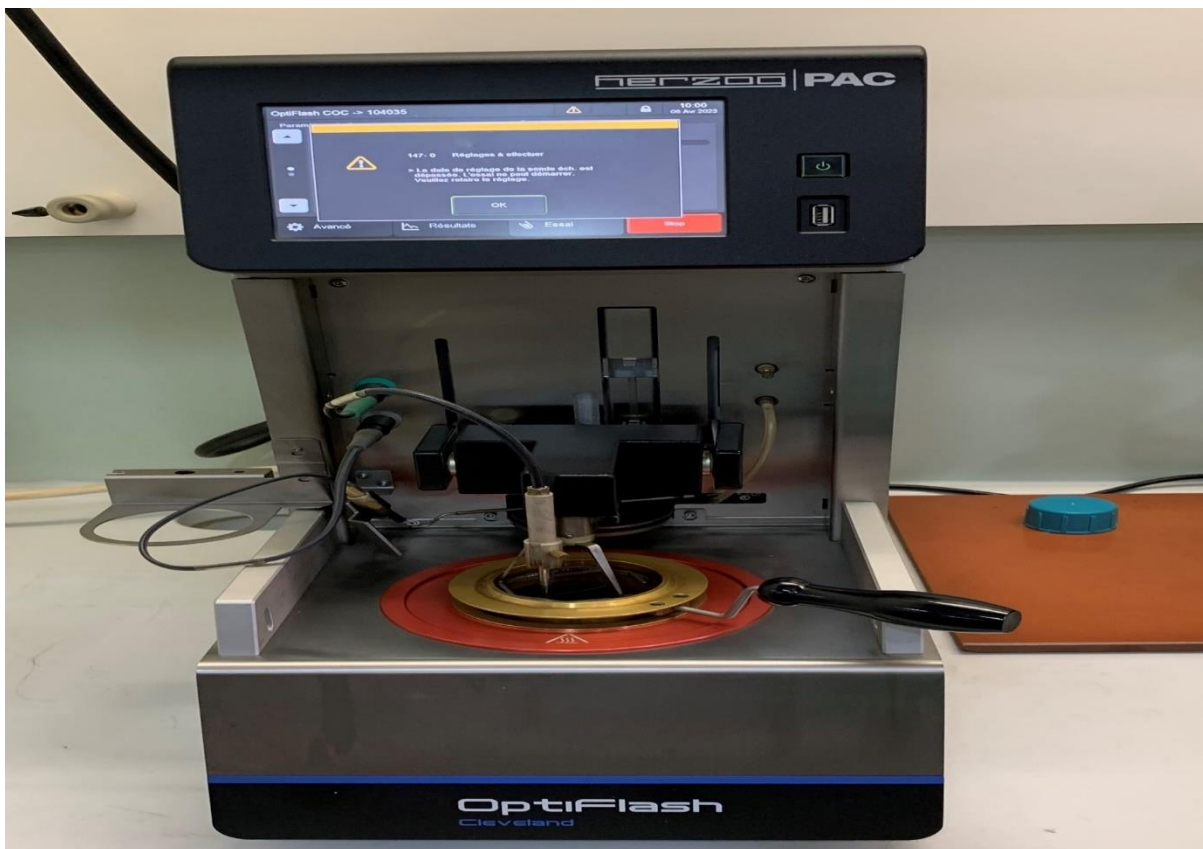


Figure 7 : point d'éclair et de feu par la méthode Cleveland en vase ouverte

8. Teneur en résidu de carbone : (selon la norme ASTM D 4530-15)

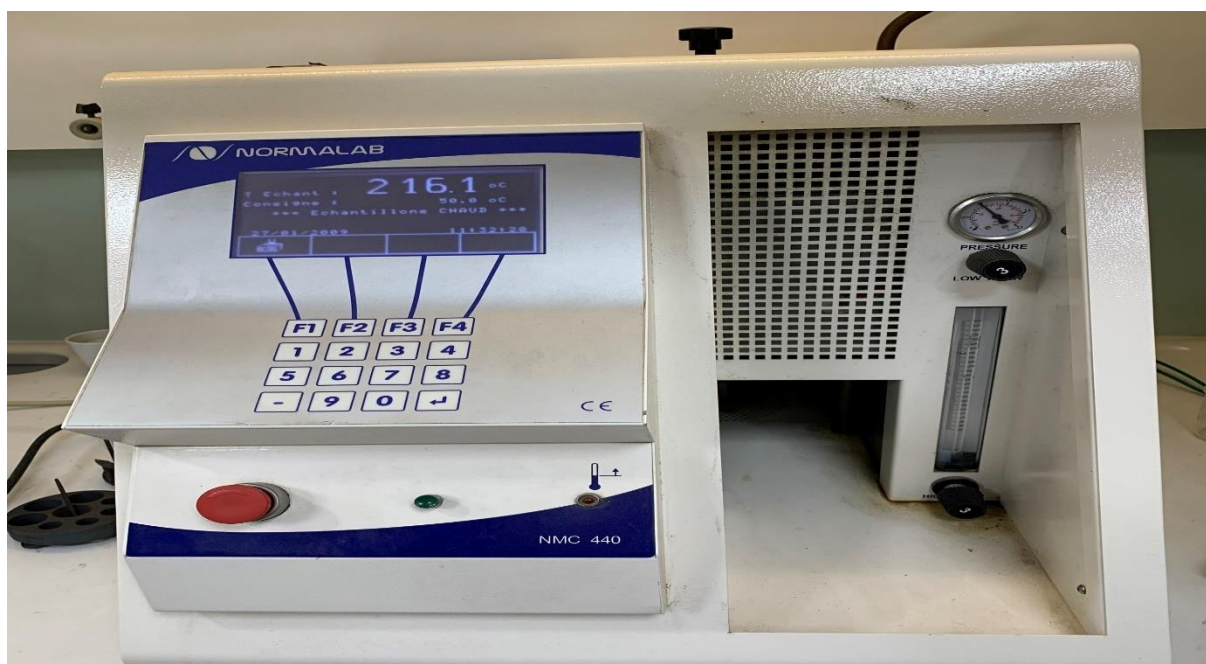


Figure 8 : Teneur en résidu de carbone

9. Couleur : (selon la norme ASTM D1500)



Figure 9 : couleur ASTM

10. Chromatographie en (CG et SM)



Figure 10 : Chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse
Chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse

