



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
People's Democratic republic of Algeria
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministry of Higher Education and Scientific Research
جامعة عبد الحميد بن باديس - مستغانم
Abdelhamid Ibn Badis University - Mostaganem
كلية العلوم والتكنولوجيا
Faculty of Sciences and Technology
قسم هندسة الطرائق
Process Engineering Department of



Department of Process Engineering

The Date

Ref :...../U.M/F.S.T/2023

قسم هندسة الطرائق

التاريخ :

رقم :..... / ج.م.ك.ع.ت//2023

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES DEMASTER ACADEMIQUE

Filière : Génie des procédés

Option: Génie Chimique

Thème

Extraction des aromatiques à partir des huiles de base et récupération du
furfural

Présenté par

1- MALLEM TADJ EDDINE

2- MALLEM LAKEHAL NASR-ELLAH

Soutenu le 19/06/ 2023 devant le jury composé de :

Président :	Dr. Sabria Terkhi	MCA	Université de Mostaganem
Examineur :	Dr. Karima Menad	MCA	Université de Mostaganem
Rapporteur :	Dr. Merzouk Saidj	MCA	Université de Mostaganem

Année Universitaire 2022/2023

Remerciement et dédicace

Remerciement

Nous souhaitons exprimer notre gratitude à Dieu pour la santé, la force et la sagesse qu'il nous a accordées tout au long de ce parcours académique.

Un grand merci également à notre encadrant Dr. M. Saidj, dont les conseils, les encouragements et le soutien constant ont été essentiels tout au long de notre PFE. Sa disponibilité et son expertise nous ont permis d'approfondir nos connaissances et de relever les défis rencontrés avec confiance.

Nous tenons également à remercier chaleureusement le jury de soutenance, en particulier Dr. S. Terkhi et Dr. K. Menad, pour leur temps, leur expertise et leurs précieux commentaires lors de l'évaluation de notre travail. Leurs observations constructives ont grandement contribué à l'amélioration de notre projet.

Nos remerciements vont également à tous les enseignants, les membres du personnel universitaire, nos amis et notre famille qui nous ont soutenus tout au long de cette période. Leurs encouragements, leur motivation et leur soutien indéfectible ont été une source d'inspiration et de détermination.

Nous sommes honorés d'avoir pu bénéficier de vos connaissances, de votre expertise et de votre soutien tout au long de ce parcours académique et professionnel.

Nos plus sincères remerciements

Remerciement et dédicace

Dédicace

On dédie ce PFE à nos parents, qui nous ont toujours soutenus et encouragés dans la poursuite de nos études. Leur amour, leurs sacrifices et leur soutien inconditionnel ont été essentiels pour atteindre ce moment important de nos vies. Nous leur sommes profondément reconnaissants pour tout ce qu'ils ont fait et continuent de faire pour nous.

En tant que frères, nous sommes fiers de travailler ensemble sur ce projet. Notre collaboration, notre complémentarité et notre soutien mutuel ont été les clés de notre réussite.

On souhaite dédier une mention spéciale à nos frères Mohamed Chérif, Youcef Fatima et Anes et mes chères amies Nessrine et Rania. Leur soutien inconditionnel, leur amitié sincère et leurs encouragements constants ont été d'une valeur inestimable tout au long de mon parcours académique

Je dédie ce travail à la mémoire de ma chère grand-mère, que Dieu ait son âme. Sa présence bienveillante et ses encouragements constants resteront à jamais gravés dans nos cœurs et ont été une source d'inspiration tout au long de nos études. Allah yar7mek

MIMA

Table des matières

Liste des figures.....	I
Liste des tableaux	II
Listes des abréviations.....	III
Liste des instruments	III
Résumé... ..	V
Introduction générale.....	1

Chapitre I. Fabrication des huiles et l'influence des aromatiques

Introduction	3
I.1 Classification des lubrifiants	5
I.1.1 Lubrifiants solides	5
I.1.2 Lubrifiants semi-solides ou plastiques	5
I.1.3 Lubrifiants liquides.....	6
I.1.4 Les lubrifiants industriels	6
I.2 Les spécifications API.....	6
I.3 La classification SAE.....	7
I.4 Fabrications des huiles de lubrifiants dans la raffinerie d'Arzew	7
I.4.1 L'unité de distillation sous vide (unité 100).....	8
I.4.2 Désasphaltage au propane (unité 200).....	10
I.4.3 Extraction des aromatique (unité 300)	11
I.4.4 Le procédé de déparaffinage au solvant (U400)	12
I.4.5 Hydrofinishing (U500).....	14
I.5 Influence des aromatiques sur les huiles	15
I.5.1 Définition des aromatiques.....	15
I.5.2 Les source des aromatiques.....	15
I.5.3 Impact des aromatiques sur les huiles	15
I.5.4 Normes environnementales et réglementations.....	16

Table des matières

I.5.5 Les émissions polluantes des huiles riches en aromatiques	16
---	----

Chapitre II. Extraction liquide – liquide et le choix du solvant

Introduction	17
II.1 Extraction liquide-liquide dans les laboratoires.....	17
II.1.1 Solvant	18
II.1.2 Exemple de l'extraction dans les laboratoires.....	18
II.1.3 Dispositif de dispersion avec un seul orifice	19
II.1.4 Lavage des phases.....	19
II.2 L'extraction liquide-liquide industriellement.....	19
II.2.1 Terminologies.....	20
II.2.2 Les différentes familles de solvants	21
II.2.3 Les étapes d'extraction liquide-liquide.....	21
II.2.4 Domaines d'application de l'extraction liquide-liquide.....	22
II.2.5 Economie des procédés d'extraction liquide-liquide	22
II.2.6 Avantage, inconvénient et solution	22
II.3 Le choix du solvant.....	23
II.3.1 Facteur caractérisant la séparation	23

Chapitre III. Colonne d'extraction des aromatiques par le furfural U300

Introduction	26
III.1 Le choix du solvant.....	26
III.1.1 Comparaison entre trois solvant extractive.....	27
III.2 Le choix du furfural.....	27
III.2.1 Introduction au furfural.....	27
III.2.2 Propriété chimique du furfural.....	28
III.2.3 Propriété Physique du Furfural.....	28
III.3 Le choix de l'extracteur.....	29
III.4 Les phénomènes à L'intérieur de la colonne	30
III.5 Analyse approfondie de l'unité de traitement de l'extraction au furfural (Unité 300)	31
III.5.1 Description de l'unité	31

Table des matières

III.5.2 Traitement de la charge.....	31
III.5.3 Section récupération du raffinat.....	32
III.5.4 Section récupération de l'extrait.....	35
III.5.5 Section de récupération de solvant	37
III.6 Consommation de furfural.....	37
III.6.1 Cause.....	37
III.6.2 Solution.....	37
Conclusion de la première partie	38

Partie pratique

Chapitre IV : Calcul de l'extracteur C302 et évaluation des paramètres de performance de l'unité

Introduction	39
--------------------	----

Partie A. Calcul de l'extracteur C302 RDC

IV.A.1 Calcul de l'extracteur	41
IV.A.1.1 Débit volumique.....	41
IV.A.1.2 Bilan de matière	41
IV.A.1.3 Détermination de la densité.....	42
IV.A.1.4 Calcul des débits massiques à la température d'entrée et sortie de la colonne	42
IV.A.2 Bilan matière de la colonne RDC	44
IV.A.3 Calcul le dimensionnement de la colonne RDC	45
IV.A.3.1 Donnée de base	45
IV.A.3.2 Calcul la hauteur de la colonne	45
IV.A.3.3 Calcul la section de la colonne.....	45
IV.A.3.4 Détermination de la vitesse des phases	45

Partie B. Evolution des paramètres de performance de l'unité

Introduction	47
IV.B.1 Gradient de température	47
IV.B.2 Détermination de taux de solvant.....	48
IV.B.3 Variation de la densité du raffinat BS en fonction du temps	50

Table des matières

IV.B.4 La variation viscosité en fonction de temps	51
IV.B.5 L'indice de viscosité	52
IV.B.6 Mesure l'indice de réfraction	53
IV.B.7 Calcul de rendement de la colonne	54

Partie C. Récupération du furfural

IV.C.1 Récupération du solvant dans l'extrait et de raffinat mixte.....	59
a. Cas désigne	59
b. Cas réel	60
IV.C.2 Comparaison entre le cas désigne et le cas réel	60
IV.C.3 Consommation du furfural	60
a. Cas design	61
b. Cas réel	61
IV.C.4 Perte du furfural en raffinat et extrait.....	62
IV.C.5 Perte par oxydation de l'aire	64
IV.C.6 Perte par décomposition thermique.....	65
IV.C.7 Optimisation des pertes de furfural	65
a. Désaération de la charge	66
b. L'acidité du furfural dans l'unité	66
c. Elimination de l'eau.....	66
d. Diminution de la température des parois dans les fours	66
Conclusion	66

Conclusion générale

Recommandation	68
----------------------	----

Bibliographie

Références bibliographiques :.....	59
Annexes..	59

Liste des figures

Figure I. 1: Chaîne de fabrication des huiles du lubrifiant.	8
Figure I. 2 : Schéma de séparation au niveau de la distillation sous vide	10
Figure I. 3 : Schéma simplifié du désasphaltage au propane	11
Figure I. 4 : Schéma simplifié d'extraction des aromatiques.....	12
Figure I. 5: Schéma simplifié du déparaffinage.....	13
Figure I. 6: Filtres rotatifs	14
Figure I. 7: Schéma simplifié de l'hydrofinishing.....	14
Figure I. 8 : Les aromatiques les plus présent dans les huiles.	15
Figure II. 1 : Le montage d'un procédé d'extraction	18
Figure II. 2: Dispositif de dispersion	19
Figure II. 3: Schéma d'une colonne d'extraction	20
Figure III. 1 : Schéma simplifié d'un disque rotatif	30
Figure III. 2: Section récupération du raffinat.....	34
Figure III. 3: Circuit de récupération de l'extrait	36
Figure IV. 1 : Schéma de construction d'une colonne RDC de l'intérieur	40
Figure IV. 2 : Les températures de fond et de sommet de RDC	48
Figure IV. 3 : Evolution de taux de solvant en fonction de temps.....	49
Figure IV. 4 : Comparaison entre le cas réel de raffinat BS et de la charge DAO.....	51
Figure IV. 5 : Evolutions de la viscosité à 100 °C en fonction de temps.....	52
Figure IV. 6 : Evolution de viscosité en fonctionne de la température	53
Figure IV. 7 : Indice de réfraction en fonction de temps	54
Figure IV. 8 : Rendement de raffinat en fonction de temps	55
Figure IV. 9 : Teneur du furfural dans l'extrait.....	63
Figure IV. 10 : Teneur de furfural dans le raffinat	63
Figure IV. 11 : L'acidité dans la colonne C306.....	65

Liste des tableaux

Tableau I. 1: Indice de viscosité des familles d'hydrocarbures	4
Tableau I. 2 : Indice de viscosité des familles d'hydrocarbures	5
Tableau I. 3: Classification des huiles de base selon API/ATIEL.....	7
Tableau I. 4: Production de l'unité 100 par jour	9
Tableau II. 1 : Application de l'Extraction Liquide-Liquide	20
Tableau III. 1 Comparaison entre trois solvant	27
Tableau IV.A.1 : Les débits volumiques d'entrée et sorti de RDC.....	41
Tableau IV.A.2 : Densité calculé pour chaque constituant à la température corresponds	42
Tableau IV.A.3 : Débit massique calculé pour chaque constituant	42
Tableau IV.A.4 : Bilan de matière de RDC	44
Tableau IV.A.5 : Les dimensionnes de la colonne RDC	46
Tableau IV.B.1 : Les températures de tête et de fond de la colonne RDC.....	47
Tableau IV.B.2 : Taux de solvant de BS dans les cas réel et design.....	49
Tableau IV.B 3 : La densité de la raffinat BS et la charge DAO	50
Tableau IV.B.4 : La viscosité de raffinat BS	51
Tableau IV.B.5 : L'indice de réfraction de raffinat BS	53
Tableau IV.B.6 : Récapitule le rendement de raffinat dans l'extracteur	55
Tableau IV.C.1 : Récupération de solvant pour chaque colonne (cas désigne).....	59
Tableau IV.C.2 : Récupération de solvant pour chaque colonne (cas réel).....	60
Tableau IV.C.3 : Solvant récupéré dans chaque grade	60
Tableau IV.C.4 : Consommation du solvant pour le SAE30 et le BS (cas design)	61
Tableau IV.C.5 : Les variations de la teneur en furfural dans le raffinat et l'extrait.....	62
Tableau IV.C.6 : L'acidité en (mg KOH/ml) dans la colonne C306.....	64

Listes des abréviations

API	American Petroleum Institute (USA)
ASTM	American Society of Testing Materials (USA)
BRA	Brut Réduit Atmosphérique
BS	Bright stock
BTX	Benzène Toluène Xylène
DAO	Oil desasphalting
EPA	Environmental Protection Agency
HB3	Huile Brut lourd
HB4	Huile Brut plus lourd
ISO	International Standard Organisation
MVO	Medium vacuum gas oil
PAO	Poly-Alpha Oléfines
RDC	contacteur a disque rotatif
RSV	Résidu sous vide
SAE	Society of Automotive Engineers
SAE10	Medium viscous oil
SAE30	viscose oil
SPO	Spindle oil
VGO	Vacuum Gas Oil
VO	Viscos Oil
HP	Haut Pression
BP	Base pression

Liste des instruments

TIC	Régulateur Indicateur de Température
LRC	Régulateur Enregistreur de Niveau
LIC	Régulateur Indicateur de Niveau
TRC	Régulateur Enregistreur de Température
FRC	Régulateur Enregistreur de Débit
PRC	Régulateur Enregistreur de Pression
C	Colonne
E	Echangeur
D	Ballon de Décantation
TK	Réservoir

Résumé

Les huiles de lubrifiant ont une fonction primordiale dans le fonctionnement efficace des machines et moteurs, en minimisant l'usure et la friction entre les surfaces en mouvement. Il existe différents types d'huiles de lubrifiant, chacun avec des propriétés spécifiques telles que la viscosité, la résistance à la pression, la stabilité thermique et l'oxydation.

Toutefois, la présence d'aromatiques dans les huiles de lubrifiant peut entraîner des problèmes sanitaires et environnementaux. Ces composés sont des hydrocarbures qui contiennent des liaisons doubles qui peuvent se dégrader sous l'effet de la chaleur et de la pression, libérant des gaz dangereux.

Le processus de traitement des aromatiques consiste en l'extraction liquide-liquide de ces composés à partir des huiles de base, en utilisant des solvants tels que le furfural, afin de minimiser leur concentration. Cette étape est essentielle pour obtenir des lubrifiants de haute qualité, répondant aux exigences en matière de sécurité et d'environnement.

Une utilisation excessive de solvant peut entraîner des coûts considérables, tandis qu'une récupération inefficace peut générer des déchets et nuire à l'écosystème. Par conséquent, il est impératif d'optimiser la consommation de solvant et de mettre en œuvre des méthodes de récupération appropriées.

Mots clé : Extraction liquide- liquide, solvant, furfural, indice de viscosité, stabilité thermique, oxydation, consommation de solvant.

Abstract

Lubricating oils play a crucial role in the efficient operation of machines and engines, minimizing wear and friction between moving surfaces. There are various types of lubricating oils, each with specific properties such as viscosity, pressure resistance, thermal stability, and oxidation.

However, the presence of aromatics in lubricating oils can cause health and environmental problems. These compounds are hydrocarbons that contain double bonds that can degrade under heat and pressure, releasing hazardous gases.

The process of treating aromatics involves liquid-liquid extraction of these compounds from base oils, using solvents such as furfural, to minimize their concentration. This step is essential to obtain high-quality lubricants that meet safety and environmental requirements.

Excessive solvent usage can lead to significant costs, while inefficient recovery can generate waste and harm the ecosystem. Therefore, it is imperative to optimize solvent consumption and implement appropriate recovery methods.

Keywords: Liquid-liquid extraction, heat, pressure, solvent, furfural, viscosity index, thermal stability, oxidation.

ملخص

الزيوت التشحيمية لها دور حيوي في عمل الماكينات والمحركات، حيث تقلل الاحتكاك والتآكل بين الأسطح المتحركة. وتوجد أنواع مختلفة من الزيوت التشحيمية، كلٌ منها له خصائص محددة فيما يتعلق باللزوجة ومقاومة الضغط والاستقرار الحراري والأكسدة.

ولكن توجد مشكلة بالنسبة للمركبات العطرية الموجودة في الزيوت التشحيمية، والتي يمكن أن تسبب مشاكل صحية وبيئية. فالمركبات العطرية هي مركبات هيدروكربونية تحتوي على روابط مزدوجة والتي يمكن أن تتحلل تحت تأثير الحرارة والضغط، مما يؤدي إلى إطلاق غازات ضارة.

يتضمن علاج المركبات العطرية استخراجها من الزيوت الأساسية باستخدام مذيبات مثل الفيرفورال لتقليل تركيزها. إن هذه الخطوة أساسية للحصول على زيوت تشحيم عالية الجودة تلبّي متطلبات الأمان والبيئة.

الاستخدام المفرط للمذيب قد يؤدي إلى تكاليف كبيرة، في حين أن عملية استرداد غير فعالة يمكن أن تولد نفايات وتؤثر سلباً على النظام البيئي. ولذلك، من الضروري تحسين استهلاك المذيب وتنفيذ طرق مناسبة لاسترداده.

الكلمات الرئيسية: استخراج مذيبات، حرارة، ضغط، فيرفورال، مؤشر اللزوجة، الاستقرار الحراري، الأكسدة.

Introduction générale

Les huiles de base sont des produits essentiels dans l'industrie du pétrole en raison de leurs propriétés physiques et chimiques uniques, qui les rendent idéales pour une large gamme d'applications dans la production de lubrifiants, de fluides hydrauliques, de graisses et d'autres produits chimiques.

L'analyse des huiles de Pennsylvanie, qui conservaient si bien leur viscosité à haute température, montrait qu'elles contenaient beaucoup d'hydrocarbures à chaînes latérales paraffiniques associées à des noyaux naphthéniques, tandis que celles provenant de l'immense majorité des huiles des autres bruts contenaient en proportions très notables des hydrocarbures naphthéniques et aromatiques. La détermination de l'indice de viscosité des différentes classes d'hydrocarbures montre que les composés aromatiques sont de beaucoup les moins bons à ce point de vue [1].

Les composés aromatiques sont les plus sujets à la dégradation en formant des dépôts solides lorsqu'ils sont soumis à l'oxydation de l'air à des températures de fonctionnement dans le moteur. Cependant, l'industrie pétrolière a développé diverses méthodes de séparation des composés aromatiques à partir de coupes lubrifiantes ou de coupes pétrolières légères, notamment l'extraction liquide-liquide.

L'extraction liquide-liquide est une méthode de séparation qui exploite les différences de solubilité des composants d'une charge liquide homogène dans un solvant approprié partiellement miscible. L'ajout de ce solvant provoque la formation d'une seconde phase liquide, vers laquelle les composants les plus solubles sont transférés de manière sélective. Après la séparation des deux phases par décantation et l'élimination du solvant, on obtient deux phases dont les compositions dépendent des paramètres de l'extraction.

Le processus d'extraction des composés aromatiques à la raffinerie d'Arzew, qui implique le traitement des distillats huileux avec du furfural comme solvant, donne des résultats satisfaisants.

La considération de l'importance de l'utilisation du solvant en termes de coûts d'achat et de transport, ainsi que sa disponibilité sur le marché des pays producteurs, met en évidence l'importance de la section de récupération du solvant. En effet, pour garantir la rentabilité de cette unité, il est essentiel de maximiser la récupération du solvant non consommé. De plus, il convient de mentionner la consommation de furfural, un solvant largement utilisé dans le processus d'extraction des aromatiques à partir des huiles de base.

Introduction Générale

Dans notre sujet nous allons présenter en détail une description d'une unité de séparation d'un groupe d'hydrocarbures dont les produits sont très recherchés sur le marché. Ils représentent une importance primordiale dans l'industrie pétrochimique (les aromatiques) et dans les équipements industriels, automobiles et domestique (les huiles de base).

Pour mener à bien cette étude, on a structuré ce modeste mémoire en deux parties essentielles : partie théorique et partie pratique.

- Le premier chapitre de ce mémoire est consacré à la fabrication des huiles et à l'influence des aromatiques. Cette section du travail vise à expliquer les différentes techniques de fabrication d'huiles et à examiner les effets des aromatiques sur les propriétés physiques et chimiques des huiles de base.
- Le deuxième chapitre traite de l'extraction et du choix du solvant pour la fabrication d'huiles de lubrification. Cette partie du travail s'intéresse aux différentes techniques d'extraction d'huile, à leurs avantages et inconvénients respectifs, ainsi qu'aux critères permettant de sélectionner le solvant d'extraction le plus adapté.
- Le troisième chapitre est dédié à la présentation de l'unité 300, lieu de réalisation de notre recherche. Dans ce chapitre, nous allons fournir une description détaillée des équipements et instruments utilisés pour l'extraction des huiles, ainsi que des caractéristiques techniques de l'unité.
- Le dernier chapitre est dédié à la présentation des résultats de notre recherche, comprenant le calcul des dimensions et le bilan de matière de l'extracteur dans sa première partie. Dans la deuxième partie, nous examinons attentivement les paramètres de fonctionnement de cette unité, en mettant notamment l'accent sur la consommation de furfural en lien avec la problématique étudiée. Nous analysons ensuite ces résultats tout en les comparant aux données de la littérature et en discutons leur signification.
- La présente étude s'achève par une conclusion qui permet de récapituler les résultats obtenus lors de notre recherche sur l'extraction des huiles de lubrifiants.

Chapitre I.

Fabrication des huiles et l'influence des aromatiques

Introduction

Les lubrifiants jouent un rôle crucial dans le bon fonctionnement des machines et des équipements mécaniques. Ils sont utilisés pour réduire les frottements et l'usure entre les pièces métalliques en mouvement, ce qui peut prolonger la durée de vie de ces dernières et améliorer leur performance. Un produit lubrifiant est une substance qui se présente sous forme liquide, pâteuse ou solide.

En réalité, la définition précédente englobe un ensemble de fonctions principales qui sont souvent mal comprises. Les fonctions les plus importantes incluent notamment :

- Économie d'énergie (réduction de frottements) ;
- Protéger les organes des machines contre la corrosion ;
- Participer au refroidissement des éléments d'une machine ;
- Transmettre de l'énergie dans les systèmes hydrauliques ;
- Transmettre de l'énergie thermique comme fluide caloporteur ;
- Absorber les chocs et réduire le bruit ;
- Assurer d'autres fonctions passives permettant d'accroître la longévité et la fiabilité des mécanismes ;

Les lubrifiants sont composés d'un élément principal nommé "base", auquel des "additifs" sont ajoutés pour lui donner les propriétés spécifiques nécessaires à une application particulière. Les bases pour les lubrifiants peuvent être soit d'origine minérale à base de pétrole, soit synthétiques.

Les bases minérales conventionnelles sont produites en raffinant des coupes de distillation sous vide et des résidus sous vide désasphaltés. Les huiles de base sont classées en fonction de la nature du pétrole brut d'origine et des processus de raffinage utilisés, telles que les huiles à tendance paraffinique, naphénique ou aromatique.

- Les paraffines

Sont des hydrocarbures saturés linéaires (n-paraffines) ou ramifiés (iso paraffines) caractérisés par :

- Bonne stabilité à l'oxydation ;
- Un indice de viscosité élevé (de l'ordre de 100) ;
- Un pouvoir solvant limité ;

- Un point de congélation élevé.

- Les naphènes

Sont des hydrocarbures saturés cycliques caractérisés par :

- Stabilité moindre à l'oxydation par rapport aux paraffines.
- Indices de viscosité faibles (60).
- Un bon pouvoir solvant.
- Meilleures caractéristiques d'écoulement aux basses températures.

- Les aromatiques

Sont des hydrocarbures insaturés cycliques caractérisés par :

- Densité
- Peu stables à l'oxydation.
- Indice de viscosité bas.
- Un pouvoir solvant élevé.
- Nécessitent un traitement poussé au niveau du raffinage.

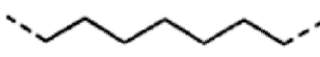
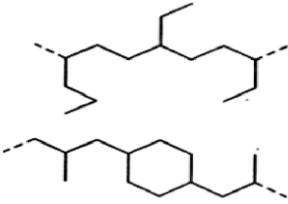
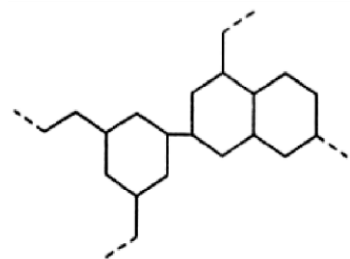
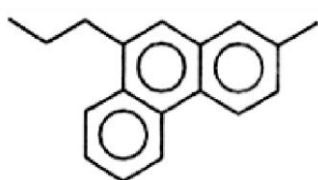
Les familles d'hydrocarbures constituant les coupes pétrolières servant à la fabrication des huiles de base issues de procédé d'extraction sont représentés dans le tableau I.1

Tableau I. 1: Indice de viscosité des familles d'hydrocarbures

Constituent	Indice de viscosité
N- paraffine	175
I-paraffine	155
Mononaphtalène	142
Dinaphtalène +	70
Aromatique	50
Raffinats	105 à 180
Huiles déparaffinées	95 à 105
Distillats	75 à 95

Les relations entre propriétés et structures des hydrocarbures se trouvant dans les coupes des huiles de base sont indiquées dans le tableau I.2.

Tableau I. 2 : Indice de viscosité des familles d'hydrocarbures

Familles	Structure type	Propriétés principales	
		Favorables	Défavorables
Paraffines enchaîne droite		Indice de viscosité élevé	Point d'écoulement élevé
Paraffines ramifiées et paraffines avec peu de cycles		Indice de viscosité bon à élevé. Résistance à l'oxydation bonne.	
Naphténiques		Résistance à l'oxydation bonne. Bas point d'écoulement.	Indice de viscosité faible
Aromatique		Point d'écoulement généralement bas	Indice de viscosité bas. Très mauvaise résistance à l'oxydation

I.1 Classification des lubrifiants

I.1.1 Lubrifiants solides

Ces lubrifiants sont destinés à être utilisés dans des environnements à températures très élevées, tels que les polymères, les métaux, les sels et les oxydes, où les lubrifiants liquides ne peuvent pas résister aux hautes températures.

I.1.2 Lubrifiants semi-solides ou plastiques

Une graisse lubrifiante est un produit de consistance semi fluide à solide, obtenue par dispersion d'un agent épaississant dans un liquide lubrifiant.

Ces lubrifiants comprennent essentiellement les graisses lubrifiantes mais aussi les cires, les paraffines et les vaselines extraites du pétrole pour application lubrifiante.

I.1.3 Lubrifiants liquides

Une huile lubrifiante est un mélange de deux constituants, d'huile de base et d'additifs avec des pourcentages bien déterminés. Elles sont d'origine animale (huile grasse), végétale, minérale (huile de pétrole) ou synthétique.

I.1.4 Les lubrifiants industriels

C'est une large gamme des produits très divers dont les principaux sont :

- ✓ Les fluides de transmissions hydrauliques : parmi lesquels on trouve des fluides difficilement inflammables dont l'emploi est de plus en plus généralisé pour des raisons de sécurité.
- ✓ Les lubrifiants pour engrenages : se distinguent par leurs résistances aux fortes pressions et la protection contre l'usure.
- ✓ Les lubrifiants pour compresseurs : peuvent être à base minérale ou synthétique selon le type de compresseurs et la nature du fluide comprimé (air, gaz, fluide frigorigène).
- ✓ Les lubrifiants pour turbines : sont des lubrifiants minéraux très raffinés et bien inhibés contre la rouille et l'oxydation.
- ✓ Les huiles à mouvements : conviennent pour le graissage des machines-outils et de machine divers tels que les machines textiles.

I.2 Les spécifications API

American Petroleum Institute (API) et l'Association Technique de l'Industrie Européenne des Lubrifiants (ARIEL) ont classé les huiles de base en fonction de leur composition chimique. Initialement, il y avait quatre groupes ; après l'introduction des huiles VHVI en Europe c'est porté à cinq. La raison la plus importante pour ces groupes était la nécessité de réglementer l'interchangeabilité de l'huile de base pour les huiles de moteur. La classification des huiles de base de pétrole (groupes I à III) comporte trois paramètres : la teneur en acides gras saturés, teneur en soufre, et l'indice de viscosité comme l'indique le tableau I.3. En conséquence, les huiles du groupe I sont des huiles HVI extraits de solvants. Les huiles du groupe II sont hydrogénées ou hydrocraquées (d'où la teneur en soufre <300 ppm) et produits de Groupe III sont fabriqués par des huiles VHVI, hydrocraquage sévère et ou d'isomérisation de cire (VI > 120, le soufre <300 ppm) [2].

Tableau I. 3: Classification des huiles de base selon API/ATIEL.

Groupe	Sulfure (% mass.)	Saturés (% mass.)	Indice de Viscosité
I	> 0.03	< 90	80 – 120
II	≤ 0.03	≥ 90	80 – 120
III	≤ 0.03	≥ 90	>120
IV	Tous les poly-alphas oléfines (PAO)		
V	Toutes les huiles de base non incluse dans les groupes I-IV ou VI		
VI	Tous les poly internes oléfines (PiO)		

I.3 La classification SAE

La classification internationale adaptée pour les huiles pour moteurs et les huiles pour transmissions (engrenages d'automobiles) est celle de la SAE américaine (Society of Automotive Engineers), basée sur la viscosité.

Les nombres S.A.E. suivis de la lettre W (Winter) correspondent à des huiles dont le grade est déterminé à basse température et qui présente une viscosité supérieure ou égale à une valeur minimale à 100 °C.

Certaines huiles peuvent être classées avec deux grades SAE dont l'un est obligatoirement affecté de la lettre « W », ce sont des huiles dites multigrades. Les huiles multigrades présentent une variation de la viscosité avec la température plus faible que les huiles mono grades et leur indice de viscosité est généralement supérieur à 100 [2].

I.4 Fabrications des huiles de lubrifiants dans la raffinerie d'Arzew

La raffinerie d'Arzew possède deux zones de production de lubrifiants : une construite en 1972 avec une capacité de 60 000 tonnes par an et une autre construite en 1982 avec une capacité de 120 000 tonnes par an. Bien que les deux zones soient presque identiques. La zone 5 de la raffinerie d'Arzew a cinq unités principales et produit des huiles de base telles que SPO, SAE10, SAE30 et BS, avec une capacité de production de 120 000 tonnes par an. Cette zone

de production fonctionne de la même manière que la zone 7 et est divisée en deux compartiments, HB3 et HB4.

- L'unité de distillation sous vide (**Unité 100**).
- L'unité de désasphaltage au propane (**Unité 200**).
- L'unité d'extraction au furfural (**Unité 300**).
- L'unité de déparaffinage au MEC/Toluène (**Unité 400**).
- L'unité d'hydrofinishing (**Unité 500**).

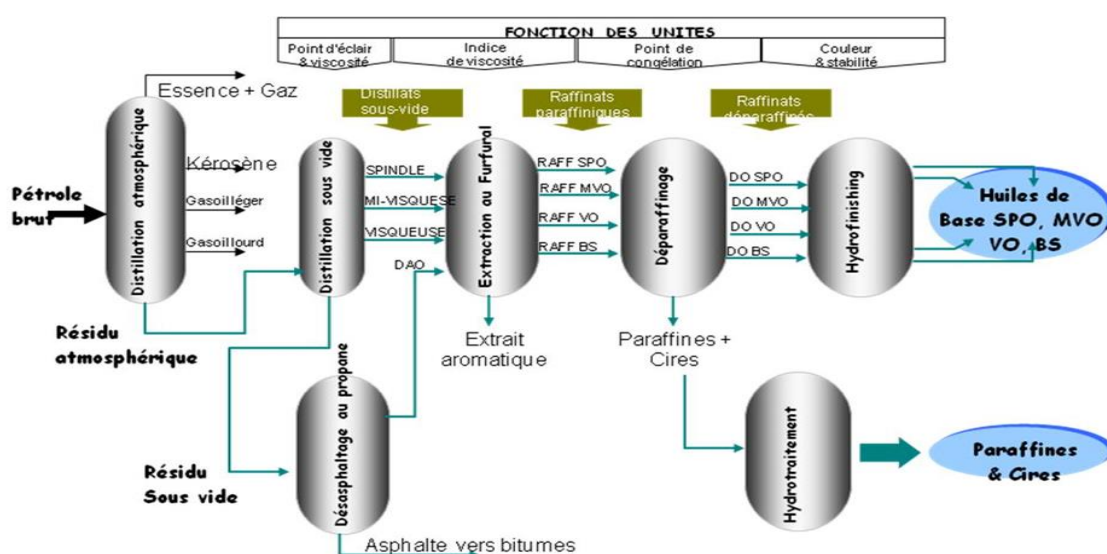


Figure I. 1: Chaîne de fabrication des huiles du lubrifiant.

I.4.1 L'unité de distillation sous vide (unité 100)

La matière première utilisée dans l'unité de production de lubrifiants est le résidu du pétrole brut obtenu après la distillation atmosphérique dans l'unité de distillation de brut. La distillation sous vide est utilisée pour extraire des coupes à haute température de cette matière première, qui servent de base à la fabrication des huiles.

Ces huiles doivent avoir des caractéristiques spécifiques telles que la densité, la viscosité, l'indice de viscosité, la stabilité à la température d'emploi et la couleur. La distillation sous vide est la première étape du raffinage des huiles et est importante pour éviter la décomposition des molécules à haute température [3].

I.4.1.a But de l'unité

L'unité de distillation sous vide est destinée à préparer les distillats qui seront transformés en huile de base.

La charge de l'unité est du BRA (Brut Réduit Atmosphérique) venant de la zone 4.

Les coupes recherchées sont :

- Spindle
- SAE10 (mi visqueuse)
- SAE30 (visqueuse)
- Résidu sous vide (RSV)

En outre, elle produit du gasoil sous vide (VGO)

I.4.1.b Capacité de l'unité

L'unité est prévue pour fonctionner 333 J/AN, elle est calculée pour traiter 1356 T/J

I.4.1.c Produits de l'unité

Le tableau suivant représente la production de l'unité 100 par jour

Tableau I. 4: production de l'unité 100 par jour

	SPO	SAE10	SAE30	RSV	VGO
Débit	108	298	380	447	108

I.4.1.d Description de l'unité

En somme cette unité comprend :

- Une colonne de distillation sous vide C101
- Trois strippers permettant de produire simultanément SPO (C102) SAE10 (C103) et SAE30 (C104).
- Un four (H101)
- Un système de vide (Condenseur, éjecteur)...
- Les facilités nécessaires à la préchauffant de la charge et au refroidissement des produits
- Un système de génération de vapeur BP (D105)
- Une boucle de circulation d'eau tempérée (D108).

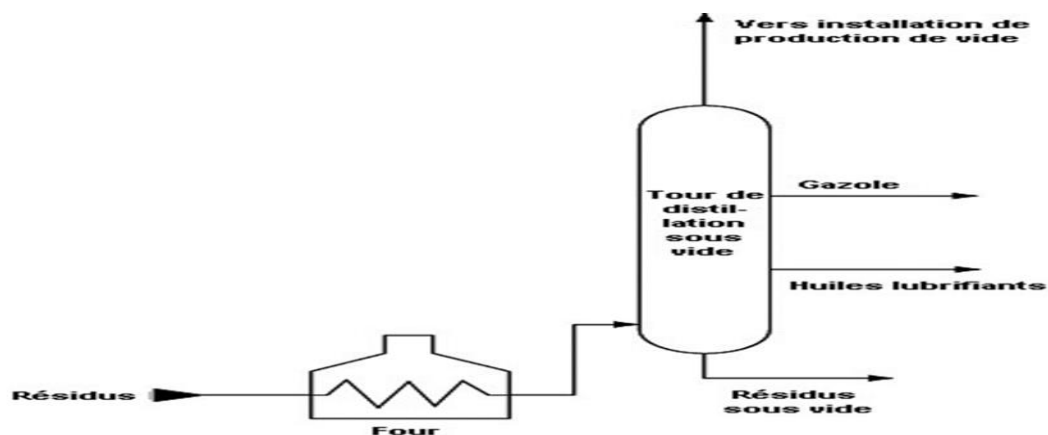


Figure I. 2 : Schéma de séparation au niveau de la distillation sous vide

I.4.2 Désasphaltage au propane (unité 200)

I.4.2.a Fonctionnement

Le désasphaltage est un procédé visant à séparer les produits lubrifiants lourds des asphaltes contenus dans le résidu de la distillation sous vide. Cette opération est réalisée dans une colonne à disque rotatif où le solvant utilisé est le propane. L'objectif est d'extraire les fractions les plus lourdes du résidu, qui sont ensuite traitées dans d'autres unités de raffinage pour produire des lubrifiants de haute qualité. Le propane est un solvant efficace pour cette opération car il a une faible viscosité, une faible tension superficielle et une bonne capacité à dissoudre les composés lourds présents dans le résidu.

Ce résidu est séparé en deux mélanges (DAO + solvant et Asphalte + solvant) par contact à contre-courant avec du propane liquide dans une colonne d'extraction à disques tournant.

L'huile désasphaltée ou extrait (DAO) constitue une charge de meilleure qualité pour les unités de traitement en aval.

I.4.2.b Capacité

L'unité est prévue pour traiter 382T/J [3].

I.4.2.c Description de l'unité 200

L'opération de désasphaltage est accomplie dans l'extracteur (RDC) C 201 dans lequel sont mis en contact la charge et un solvant (le propane) qui favorise la précipitation de la fraction asphaltique.

- La séparation entre la fraction asphaltique et la fraction huileuse (DAO) est améliorée en opérant avec un gradient de température entre le sommet et le fond de l'extracteur.

- Le solvant dans la phase DAO mixte est enlevé par un système de chauffe et de détente successive avec finition par stripping à vapeur dans une colonne basse pression.
- Le solvant dans la phase asphaltique est récupéré après passage dans le four H201 ou ça chauffe atteint une température 280 °C, par détente puis par stripping à la vapeur d'eau.
- Les circuits collecteurs de propane comportent une série de condenseurs pour le propane vaporisé à haute pression, un séparateur de vapeur d'eau et un compresseur K 201 pour le propane vaporisé à basse pression, l'ensemble du propane liquide est collecté dans l'accumulateur D 201 ou il est recyclé dans la colonne C 201.

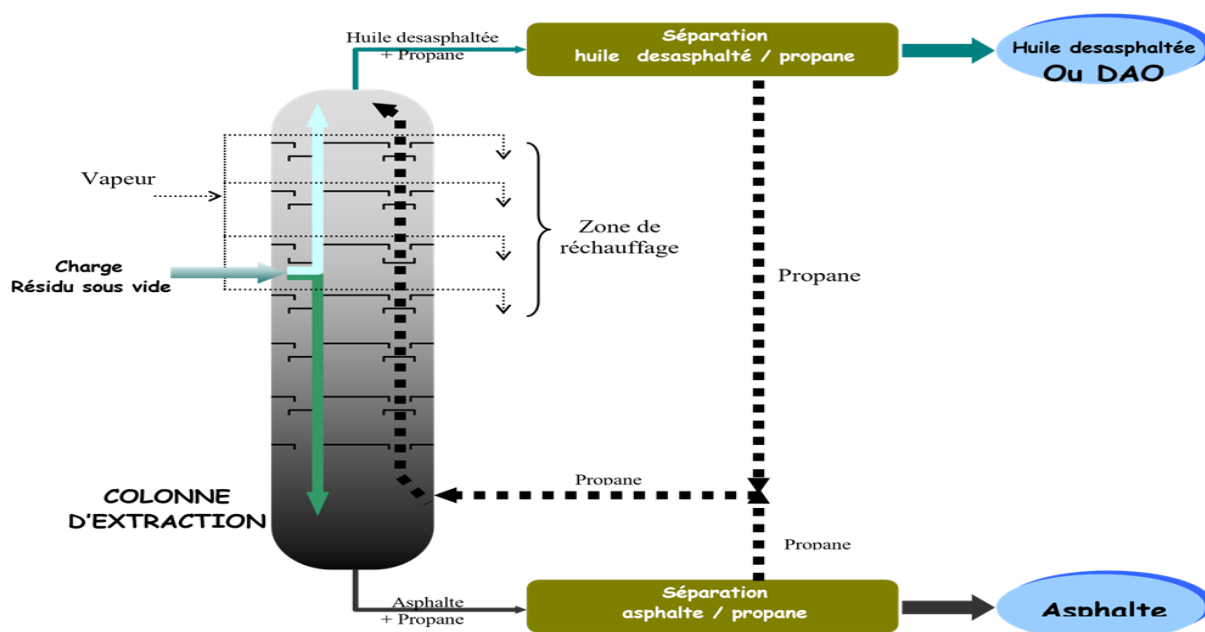


Figure I. 3 : Schéma simplifié du désasphaltage au propane

I.4.3 Extraction des aromatique (unité 300)

L'unité de traitement 300 est chargée de traiter les distillats (SPO, MVO, VO et DAO) en utilisant le furfural comme solvant sélectif. Cette opération, appelée extraction, consiste à injecter le solvant en parallèle avec la charge (distillat) dans une colonne à disque rotatif. Après le mélange des deux produits, deux phases distinctes sont obtenues à la sortie de la colonne : un mélange de raffinat en tête de colonne, qui est une phase riche en huile contenant les composés désirables à haut indice de viscosité, et un mélange d'extrait au fond de la colonne, qui est riche en furfural et contient des aromatiques et des matières indésirables.

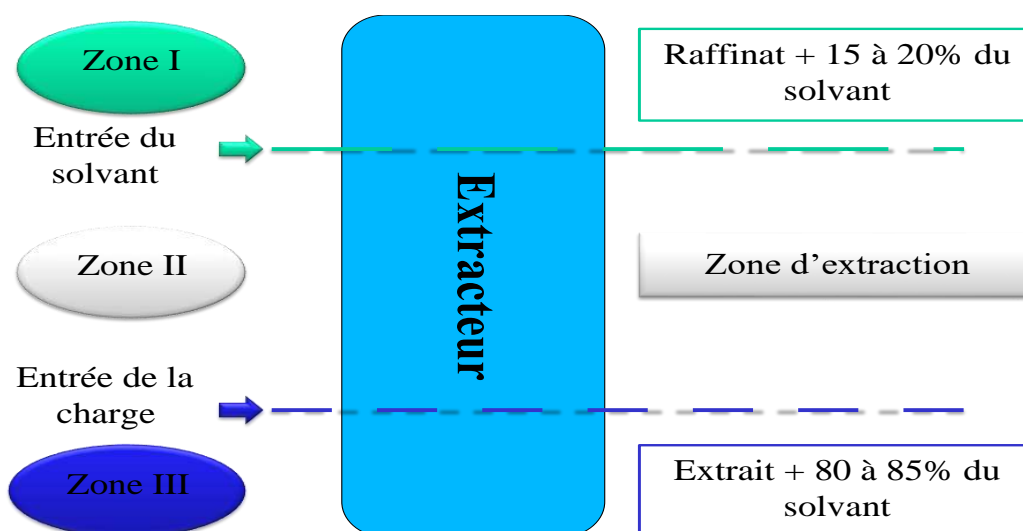


Figure I. 4 : Schéma simplifié d'extraction des aromatiques

I.4.4 Le procédé de déparaffinage au solvant (U400)

I.4.4.a Généralité

Après avoir été traitées dans l'unité d'extraction des arômes, les quatre grades d'huile contiennent des molécules paraffiniques, notamment des molécules de chaînes droites ramifiées qui ont tendance à se solidifier à température ambiante. Afin d'éviter cette solidification et d'améliorer la performance de ces huiles à basse température, il est nécessaire de réduire leur point d'écoulement. Le processus de déparaffinage permet de réaliser cette opération en provoquant la précipitation des composés indésirables à l'aide d'un mélange contrôlé de solvants, comprenant de la méthyle-éthyle-cétone et du toluène.

I.4.4.b Rôle de solvant

➤ Le méthyle-éthyl-cétone

C'est un composé polaire qui provoque la précipitation de la paraffine au cours du refroidissement et permet ainsi d'avoir une température de filtration voisine du point d'écoulement d'huile.

➤ Le toluène

C'est un composé aromatique qui a un bon pouvoir solvant pour l'huile même à basse température donc est permis d'augmenter la solubilité d'huile ceci de régler le taux de dilution au minimum[5].

I.4.4.c Le principe de l'opération

Le processus de déparaffinage repose sur le principe de la différence de solubilité entre les huiles et les paraffines dans un mélange de solvants, composé de toluène et de méthyl-éthyl-cétone. Le mélange est refroidi à une température qui rend les paraffines insolubles, puis celles-ci sont continuellement filtrées à travers des filtres rotatifs. Les équipements nécessaires pour le processus comprennent des échangeurs et des réfrigérants à grattoirs, des sections de récupération de solvant, un centre à froid et un système de gaz inerte.

I.4.4.d Description du procédé

Il comprend les sections suivantes :

- Section de réfrigération au propane.
- Section de filtration.
- Sections des récupérations.
- Section de gaz inerte.
- Section déshuilage.

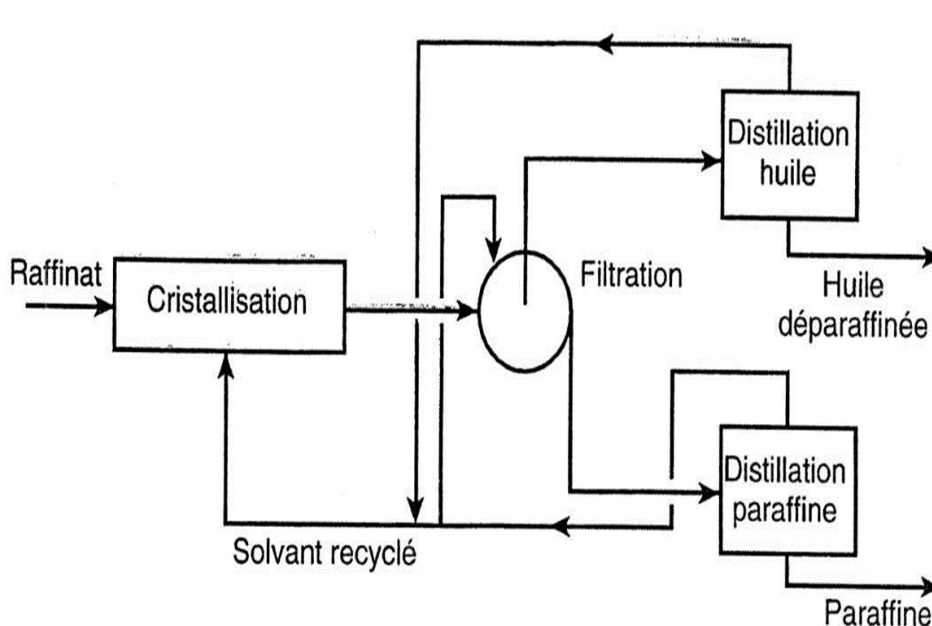


Figure I. 5: Schéma simplifié du déparaffinage

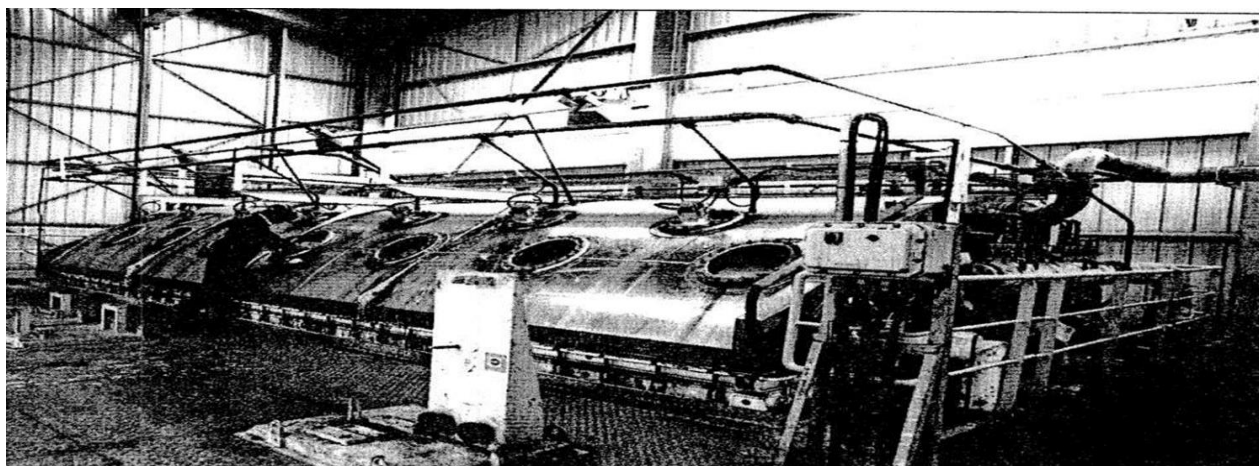


Figure I. 6: Filtres rotatifs

I.4.5 Hydrofinishing (U500)

L'unité 500 est dédiée à la section d'hydrofinissage des huiles, qui vise à améliorer leur couleur et leur stabilité. Le processus d'hydrofinissage consiste à faire passer un mélange d'huile et de gaz riche en hydrogène à travers un four où il est chauffé à la température de traitement, puis à travers un lit catalytique dans un réacteur en deux étapes. L'huile provenant des deux étapes est ensuite débarrassée de ses produits légers dans un stripeur où elle reçoit une injection de vapeur, avant d'être séchée dans une colonne sous vide.

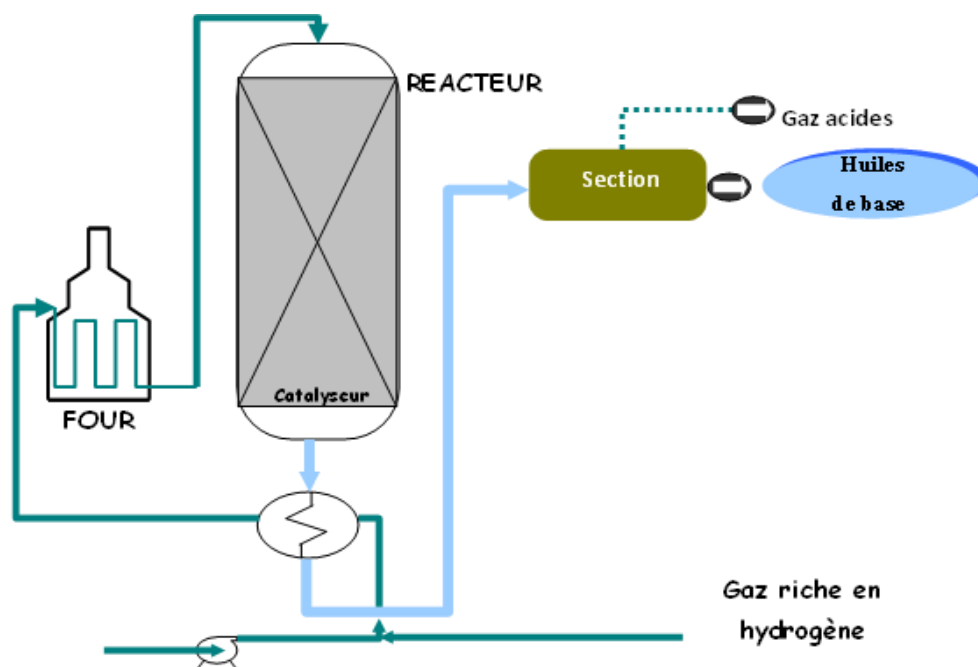


Figure I. 7: Schéma simplifié de l'hydrofinishing

I.5 Influence des aromatiques sur les huiles

I.5.1 Définition des aromatiques

Les huiles minérales sont composées de molécules hydrocarbonées, qui sont généralement classées en trois catégories : les paraffines, les oléfines et les aromatiques. Les aromatiques sont une classe de molécules caractérisées par la présence d'un cycle benzénique.

Les aromatiques les plus couramment présentes dans les huiles minérales sont le benzène, le toluène, le xylène et les naphthalènes.

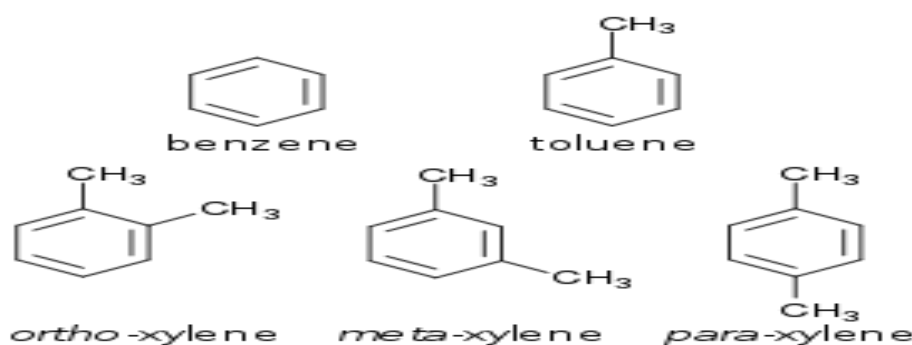


Figure I. 8 : Les aromatiques les plus présent dans les huiles.

I.5.2 Les sources des aromatiques

Les sources d'aromatiques dans les huiles peuvent varier selon les processus de production et les sources d'extraction. Les huiles de base, par exemple, sont souvent produites à partir de fractions lourdes du pétrole brut, qui ont tendance à contenir des concentrations plus élevées d'aromatiques que les fractions légères. Les huiles recyclées, en revanche, peuvent contenir des niveaux élevés d'aromatiques en raison de leur exposition à des solvants et d'autres produits chimiques au cours du processus de récupération.

I.5.3 Impact des aromatiques sur les huiles

Les aromatiques peuvent avoir un impact significatif sur la viscosité des huiles. En général, les huiles contenant des niveaux élevés d'aromatiques ont une viscosité plus élevée que les huiles. Cela est dû en partie à la structure moléculaire des aromatiques, qui a tendance à augmenter la viscosité en raison de leur forme et de leur taille.

Les aromatiques peuvent également affecter la capacité des huiles à circuler dans les systèmes de lubrification (annexe 5), ce qui peut avoir des conséquences sur les performances globales de ces systèmes. En particulier, des niveaux élevés d'aromatiques peuvent entraîner

une plus grande friction et une plus grande usure des composants lubrifiés, ce qui peut réduire la durée de vie des machines et des équipements.

I.5.4 Normes environnementales et réglementations

Il existe différentes normes et réglementations visant à limiter la présence d'aromatiques dans les huiles afin de réduire leur impact sur l'environnement et la santé humaine. Voici quelques exemples :

- La directive européenne 2005/69/CE qui établit des limites pour la teneur en aromatiques dans les huiles lubrifiantes marines[6].
- La réglementation REACH de l'Union européenne, qui impose des restrictions sur l'utilisation de certaines substances aromatiques dans les produits chimiques, y compris les huiles lubrifiantes[7].
- La réglementation américaine EPA qui fixe des limites de teneur en aromatiques pour les huiles lubrifiantes utilisées dans les moteurs diesel[8].
- La norme ISO 20884, qui établit une méthode pour déterminer la teneur en aromatiques dans les huiles lubrifiantes utilisées dans les systèmes frigorifiques[9].

I.5.5 Les émissions polluantes des huiles riches en aromatiques

Les huiles riches en aromatiques peuvent contribuer à la formation de particules fines, de gaz à effet de serre et d'autres polluants lorsqu'elles sont brûlées dans des moteurs à combustion interne. Les polluants émis par ces huiles peuvent avoir des effets néfastes sur la santé humaine et l'environnement.

Chapitre II.

Extraction liquide – liquide et le choix du solvant

Introduction

Dans l'industrie pétrolière, la séparation est une étape cruciale dans le processus de production. Les techniques de séparation sont utilisées pour séparer les différents composants du pétrole brut et du gaz naturel, tels que l'eau, le sel, les gaz acides et les impuretés, afin de produire des produits finaux de qualité et de maximiser la récupération de l'huile.

L'extraction liquide-liquide est une technique de séparation largement utilisée à l'échelle industrielle, dans des domaines aussi variés que l'hydrométallurgie classique, l'industrie nucléaire, la pétrochimie, l'industrie pharmaceutique ou encore l'industrie agroalimentaire. Bien que le principe de cette technique soit relativement simple, les séparations qu'elle permet de réaliser sont en réalité le résultat de la conjonction d'un grand nombre de phénomènes physico-chimiques [10].

II.1 Extraction liquide-liquide dans les laboratoires

L'extraction liquide-liquide est une technique qui consiste à isoler un ou plusieurs composants en utilisant la différence de répartition dans deux liquides qui ne se mélangent pratiquement pas (non-miscibles).

Cette méthode permet de transférer une substance d'un solvant difficilement séparable à un autre solvant où elle peut être isolée. Les conditions pour une extraction réussie comprennent l'utilisation de deux solvants non miscibles et la solubilité accrue de la substance à extraire dans le solvant d'extraction.

La durée de la décantation (annexe4) dépend respectivement de la cinétique de transfert du soluté et du temps de séparation des deux phases non miscibles. Lorsque l'équilibre est atteint, la phase aqueuse est appelée « raffinat » et la phase organique est appelée « extrait ».

L'Extraction Liquide Liquide est un procédé important en chimie et en biochimie pour isoler, concentrer et purifier des composés à partir de mélanges complexes. Cette technique est couramment utilisée dans les laboratoires de recherche pour extraire des composés à partir d'échantillons biologiques, d'aliments, de produits pharmaceutiques et chimiques, ainsi que pour préparer des échantillons pour des analyses chimiques et biologiques.

II.1.1 Solvant

C'est un composé organique capable de donner des combinaisons avec le soluté métallique soluble dans la phase organique. Il présente des propriétés physicochimiques lui permettant de former une phase organique continue, non miscible à la phase aqueuse [11].

II.1.2 Exemple de l'extraction dans les laboratoires

II.1.2.a Conditions opératoires

- Taux de solvant par rapport à l'huile SPD égale à 1.
- Température d'extraction : 95°C.
- Concentration en tensioactif dans la solution du furfural : 0% ; 0.01% ; 0.05% ; 0.1%.

II.1.2.b Déroulement de l'expérience

L'extraction est réalisée dans une colonne en verre de 125 ml de capacité et de 17 mm de diamètre, avec un contrôle de la température assuré par la circulation d'huile et de solvant dans un bain thermostatique à une température constante de 95 °C.

Le contre-courant est réalisé par gravité, en utilisant la différence de densité entre les phases : la phase continue est pompée en bas de la colonne tandis que la phase dispersée est pompée en haut. Le temps d'écoulement de la phase dispersée est mesuré à l'aide d'un chronomètre jusqu'à ce que la charge soit épuisée. Le débit est réglé à l'aide de deux vannes pour chaque alimentation.

Le montage de l'installation est présenté dans la figure ci-après :



Figure II. 1 : Le montage d'un procédé d'extraction

II.1.3 Dispositif de dispersion avec un seul orifice

La colonne est munie d'un dispositif de dispersion pour améliorer le contact, avec un diamètre de 3mm, comme la montre la figure ci-dessous



Figure II. 2: Dispositif de dispersion

II.1.4 Lavage des phases

On lave les raffinats obtenus avec de l'eau distillée chauffée à une température de 90°C afin de débarrasser du solvant. L'opération est répétée six fois.

II.2 L'extraction liquide-liquide industriellement

Les procédés d'extraction liquide-liquide en chimie minérale ont connu un développement industriel grâce aux besoins de l'industrie nucléaire en sels de pureté exceptionnelle.

À partir des années 1960-1970, cette technique s'est généralisée à l'hydrométallurgie grâce à la mise au point d'un complexant spécifique du cuivre (chélate). Actuellement, environ 200 unités industrielles hydrométallurgiques utilisent cette technique pour la récupération, la séparation et la purification de nombreux métaux.

En outre, l'extraction liquide-liquide est utilisée pour la fabrication de l'acide phosphorique très pur, du brome, du nitrate de potassium et des acides nitrofluorhydriques. Cette technique est également largement utilisée en chimie organique, tant au niveau quantitatif (pétrochimie) que qualitatif (industries alimentaires et pharmaceutiques, récupération des polluants dans les effluents d'usine).

Le tableau suivant résume quelques applications industrielles de l'extraction liquide-liquide [12].

Tableau II. 1 : Application de l'Extraction Liquide-Liquide

Industrie	Applications	Activités
Pétrochimique	Production d'aromatiques. Purification du Pétrole Alkylation	Optimisation des Procédés
Chimique	Synthèse de polymères Fibres, Pesticides, Herbicides...	Optimisation et Développement du procédé
Alimentaire et Pharmaceutique	Récupération des antibiotiques et Vitamines Purification des produits génétiques	Optimisation et développement du procédé
Métallurgique	Récupération et purification des métaux	Recherche de solvants plus efficaces
Nucléaire	Traitement des déchets	Développement de procédés
Environnementale	Traitement des eaux polluées. Récupération et recyclage de sous-produits	Optimisation et développement du procédé

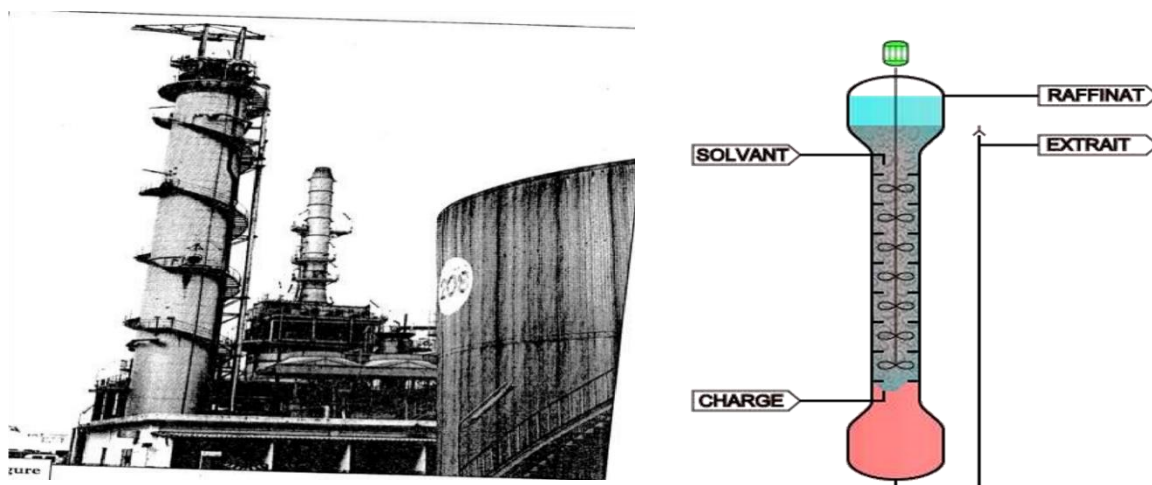


Figure II. 3: Schéma d'une colonne d'extraction

II.2.1 Terminologies

- Soluté : constituant à extraire.
- Diluant : liquide contenant les solutés.
- Solution : ensemble soluté + diluant.
- Solvant : liquide destiné à extraire les solutés.

- Extrait : phase issue de l'opération contenant les solutés extraits. Cette phase est riche en solvant.
- Raffinat : phase résiduelle épuisée en soluté. Cette phase est riche en diluant.
Phase lourde : phase ayant la plus grande masse volumique.
- Phase légère : phase ayant la plus faible masse volumique
- Phase aqueuse/Phase organique : ces termes sont liés à la nature du solvant et du diluant [13] .

II.2.2 Les différentes familles de solvants

Les solvants organiques sont des hydrocarbures c'est-à-dire des molécules formées d'atomes de carbone et d'hydrogène. On distingue 8 principaux groupes aux quels s'ajoutent quelques solvants particuliers :

- Hydrocarbure aromatique (Benzène, toluène, xylène, cumène...),
- Solvant pétrolière (hors aromatiques : alcanes, alcènes...),
- Alcools (méthanol, éthanol, glycols...),
- Cétone (acétone, méthyléthylcétone...),
- Esters (acétates, agrosolvants...),
- Ether de glycol,
- Hydrocarbures halogénés (chlorés, bromés ou fluorés),
- Solvant particuliers (amines, amides, terpènes...) [14].

II.2.3 Les étapes d'extraction liquide-liquide

Les principales étapes sont

- Extraction du soluté : en hydrométallurgie, la phase d'alimentation est généralement aqueuse et le solvant organique. En pétrochimie, les deux phases sont généralement organiques.
- Lavage du solvant qui permet de retirer certaines impuretés extraites et ainsi améliorer la sélectivité du procédé.
- Récupération du soluté de l'extrait. Ceci peut être fait par distillation, évaporation ou nouvelle extraction liquide-liquide suivie d'une précipitation selon la nature et les propriétés physico-chimiques du soluté et du solvant.

II.2.4 Domaines d'application de l'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide s'est d'abord développée dans l'hydrométallurgie pour la récupération des métaux dans des solutions aqueuses puis a été généralisée :

- La séparation de composés ayant des températures d'ébullition voisines.
- La séparation d'azéotropes.
- La séparation de produits thermosensibles.
- La concentration ou la purification de solutions diluées.
- L'obtention de produits de haute pureté comme les sels d'uranium de qualité nucléaire ou les sels de terres rares pour l'électronique et l'optique.

II.2.5 Economie des procédés d'extraction liquide-liquide

La conception d'une unité passe par des choix concernant la phase d'alimentation, la phase solvant, les contacteurs liquide-liquide, les conditions opératoires. De plus l'économie d'un procédé est influencée par les traitements subis en amont et en aval de l'unité d'extraction.

L'extraction liquide-liquide est une opération fondamentale à faible coût direct. Sa sensibilité à un grand nombre de facteurs n'en permet pas l'application sans une étude préalable d'optimisation. Les facteurs suivants sont favorables:

- Une forte concentration du soluté à extraire
- Le choix dans un mélange à séparer du soluté minoritaire (coût d'extraction d'une mole constant pour un système donné).
- La récupération des sous-produits d'un autre procédé qui fournit des matières premières à bas prix (cas de l'uranium sud-africain extrait des résidus aurifères).

II.2.6 Avantage, inconvénient et solution

II.2.6.a Avantage

L'ELL présente de nombreux avantages parmi lesquels :

- Le coût : ce sont des techniques qui ne demandent pas d'investissement de gros matériel ou de réactifs. Le matériel nécessaire à la mise en œuvre de ces techniques est du matériel de base de laboratoire comme de la verrerie, des pipettes, une centrifugeuse et une hotte à solvants.
- La concentration des échantillons : l'utilisation de solvants organiques volatiles permet la concentration du soluté par évaporation du solvant. Si l'on part d'une prise d'essai de 1 mL, et que si l'extrait est repris par un volume final de 100 μ L, le soluté est alors concentré d'un facteur 10.

- La purification : l'utilisation d'un solvant organique judicieusement choisi permet de solubiliser la substance d'intérêt et de laisser dans la matrice les molécules interférentes, permettant par exemple de limiter les effets de matrice (extinction ou facilitation d'ionisation) en chromatographie liquide, couplé, à un spectromètre de masse en tandem en mode électrospray.
- La possibilité de travailler sur des matrices très variées (sang total laqué post mortem, viscères ou cheveux) qui ne sont pas toujours compatibles avec l'extraction en phase solide.
- La possibilité d'extraire une gamme très étendue de molécules qui couvre une multitude d'applications allant au-delà de nos laboratoires (industrie pharmaceutique, nucléaire, pétrochimique)

II.2.6.b Inconvénients et solutions

Il est important de prendre en compte certains inconvénients liés à l'extraction liquide-liquide, tels que :

✚ La consommation de grandes quantités de solvants, notamment en cas d'extractions multiples. Cependant, l'utilisation d'outils de détection plus performants peut réduire cette consommation en permettant la diminution de la prise d'essai.

✚ La toxicité des solvants, qui nécessite la prise de mesures de protection telles que le port de gants adaptés en nitrile, de lunettes de protection, ainsi que la manipulation sous une hotte.

II.3 Le choix du solvant

Le solvant doit non seulement permettre la séparation des produits, mais aussi être utilisable aisément dans les extracteurs et son emploi doit être aussi économique que possible. Dans ce but, il est nécessaire que le solvant réponde à un certain nombre de spécification, parfois difficilement compatible.

II.3.1 Facteur caractérisant la séparation

II.3.1.a Sélectivité du solvant

Elle facilité que possédé ce dernier à dissoudre un constituant de la charge préférentiellement à un autre. Le coefficient de sélectivité β , analogue au coefficient de volatilité relative α utilisé en distillation, exprime cette sélectivité [15]. Avec nos notations :

$$\beta = \frac{y_A}{x_A} \times \frac{x_B}{y_B} \text{(II.1)}$$

II.3.1.b Pouvoir solvant

Il exprime la quantité de produits que peut dissoudre le solvant, tout en gardant un β acceptable. Si le pouvoir solvant est faible, il faut utiliser une grande quantité de solvant pour effectuer une séparation donnée.

II.3.1.c Facteur économie

Le solvant ne doit pas être : coûteux, toxique, corrosif, instable. Il doit posséder un haut point d'inflammabilité et un bas point de congélation pour être employé facilement. Il est nécessaire de pouvoir récupérer aisément le solvant contenu dans les solutions traitées, cette récupération étant ordinairement un des points économiquement importants du procédé. Le procédé sera d'autant plus économique qu'il permettra de traiter des charges différentes avec le même solvant (souplesse du traitement).

II.3.1.d Facteur physicochimique

Le choix du solvant pour un procédé d'extraction liquide-liquide est crucial pour une extraction efficace. Le solvant doit avoir :

- Un fort coefficient de distribution.
- Une faible solubilité avec l'eau.
- Une différence de masses volumiques d'environ 10%.
- Une viscosité faible.
- Une stabilité physico-chimique.
- Une toxicité et une inflammabilité faibles.
- Une volatilité adaptée, une faible corrosivité et un point de congélation bas.

Bien qu'un solvant idéal possède toutes ces propriétés, il est souvent préférable de se concentrer sur une ou deux propriétés clés pour optimiser le rendement de l'extraction. Il est possible de remédier aux autres défauts en ajoutant un deuxième solvant ou un diluant. Enfin, un compromis entre ces facteurs est essentiel pour concevoir un procédé d'extraction compétitif sur le plan économique.

Chapitre III.

Colonne d'extraction des aromatiques par le furfural U300

Introduction

Avant 1935, les huiles lubrifiantes étaient produites à partir de distillats lourds déparaffinés traités à l'acide sulfurique concentré et à la terre décolorante. Cependant, l'utilisation de solvants sélectifs pour obtenir de bonnes huiles lubrifiantes est devenue courante récemment et offre plusieurs avantages par rapport au procédé à l'acide.

Les solvants sélectifs séparent les huiles en deux fractions distinctes : le raffinat qui est le lubrifiant de haute qualité, et l'extrait qui est de moins bonne qualité mais peut être utilisé pour diverses applications telles que la plastification du caoutchouc, la lubrification simple, la fabrication de bitumes et de fuel-oils. Le raffinat est généralement insoluble dans le solvant tandis que l'extrait est entièrement dissous.

Le traitement par solvants a permis de fabriquer par exemple des huiles lubrifiantes pour les moteurs d'avion à partir de certains pétroles bruts. Pendant très longtemps, on ne pouvait même pas, faute d'une technique appropriée, fabriquer des huiles aviation à partir des produits du pétrole. Tous les avions de la guerre 1914-1918 étaient lubrifiés à l'huile de ricin.

En revanche, il existe des solvants qui permettent d'extraire des huiles lubrifiantes les hydrocarbures qui ont un mauvais indice de viscosité et de laisser par conséquent un raffinat à haut indice de viscosité. Le traitement à l'acide sulfurique était incapable de modifier cette propriété des huiles.

Finalement, l'industrie du raffinage a choisi de se concentrer sur quatre solvants principaux, à savoir le phénol, le furfural, le mélange propane-crésol (duosol) et l'anhydride sulfureux.

III.1 Le choix du solvant

W. L. Nelson indique qu'en 1955 le pourcentage d'emploi de chacun de ces solvants aux U.S. A. était le suivant : phénol : 36, 9% ; furfural : 27, 7% ; duosol : 21, 3% ; anhydride sulfureux : 5, 8%, autres : 8, 3%. Depuis cette époque, il semble qu'on ait surtout construit des installations utilisant le furfurol.

Pour que le solvant soit approprié pour l'extraction, il doit répondre aux caractéristiques suivantes :

- Température d'extraction élevée.
- Facilement récupérable.

- Faible Tension de vapeur.
- Stable thermiquement et chimiquement.
- Disponible à faible cout.
- Non corrosif aux équipements.
- Non toxique pour l'environnement.
- Sélectivité affinité Préférentielle pour les aromatiques.

III.1.1 Comparaison entre trois solvant extractive

Le tableau suivant représente une comparaison entre 3 solvant

Tableau III. 1 : Comparaison entre trois solvants[16].

Caractéristique	Furfural	NMP	Phénol
Cout relatif	1.0	1.5	0.36
Densité	1.162	1.04	1.08
Point d'ébullition (°C)	162	202	182
Enthalpie de vaporisation (kJ/kg)	451	493	479
Sélectivité	Excellente	Très bonne	Bonne
Pouvoir solvant	Bon	Excellente	Très bon
Stabilité	Bonne	Excellente	Très bonne
Biodégradabilité	Bonne	Bonne	Bonne
Toxicité	Modéré	Faible	Forte

III.2 Le choix du furfural

III.2.1 Introduction au furfural

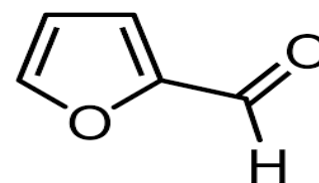
Le furfural, également connu sous le nom de furfurol, est un aldéhyde cyclique ayant une grande sélectivité en matière de solvabilité. Bien qu'il soit miscible avec la plupart des solvants organiques, il ne se dissout que très peu dans les hydrocarbures saturés aliphatiques. Le furfural possède un pouvoir solvant élevé, ce qui le rend particulièrement efficace pour dissoudre les composés aromatiques et naphthéniques, mais moins efficace pour dissoudre les composés paraffiniques.

Les températures d'extraction du furfural varient généralement entre 65°C et 150°C, et le taux de solvant peut aller de 50% à 350%. Cependant, il est important de noter que le furfural est un composé toxique et peut provoquer des irritations, ce qui nécessite une manipulation et une utilisation appropriées.

Sa découverte est due à DEOBEREINE en 1831, STEMHOUSE reconnu sa formule en 1840 et FAWES proposa de l'appeler furfural.

III.2.2 Propriété chimique du furfural

- Formule : $C_5H_4O_2$
- Structure :
- Synonymes : 2-furaldéhyde, furfuraldéhyde, huile artificielle de fourmi fural, 2-furancarboxaldéhyde.
- Le furfural est un liquide inflammable.
- Le furfural est d'aspect sans couleur à jaunâtre, c'est un liquide huileux et combustible qui s'obscurcit à rouge-brun au contact de la lumière et de l'air et son odeur est celle de l'amande.



III.2.3 Propriété Physique Du Furfural

- Densité liquide à 15 °C : 1,160
- Poids moléculaire : 96,1
- Température d'ébullition / 1 ATM : 161,5 °C
- Température critique : 396,7 °C
- Pression critique : 54,3 ATM
- Conductivité thermique à 38 °C : 0,227 kcal / h m
- Chaleur spécifique moyen 100 – 150°C : 0,47 kcal /kg °C
- Température auto inflammation : 315 °C
- Solubilité partielle solvant / eau : 9 poids à 38 °C
- Solubilité partielle eau /solvant : 6,3 poids à 38 °C
- Acide : 0,02 / litre max
- Température de cokage à 2 bras / 232 : 0,02 acide max [16].
- Tension de vapeur :

$$\text{Log } p \text{ (atm)} = a \log t(^{\circ}\text{C}) + b$$

$$a = 4,522$$

$$b = 9,987$$

- La composition en furfural à l'azéotrope avec l'eau est de 35% en poids et la température d'ébullition est de 97,9°C.
- Chaleur de vaporisation : 38,6 kJ/mole
- Chaleur de combustion liquide : 2344 kJ/mole

III.3 Le choix de l'extracteur

III.3.1 Introduction au RDC

Il existe différents types de colonne d'extraction compte tenu de leur principe de fonctionnement des contraintes technologiques des constructions et du coût. Ses appareils ont des performances plus ou moins bonnes qui sont caractérisées par le nombre d'étage théorique d'extraction

La tendance actuelle est d'utiliser la colonne d'extraction RDC de haute efficacité qui présente de nombreux avantages par rapport aux autres extracteurs :

- Nombre d'étage théorique élevé (jusqu'à 10 à comparer à 5-7 pour des colonnes conventionnelles)
- L'interface raffinat/ extrait très nette
- Rendement raffinat supérieur de 3 à 5 % à celui obtenu avec des extracteurs type colonne à garnissage
- Possibilité d'optimiser la qualité de l'extraction en fonction de la nature et du débit de charge par utilisation des disques rotatifs (ce qui a pour effet de disperser une des solutions ou l'autre, la dimension des gouttes dépend de la vitesse de rotor).

III.3.2 Fonctionnement de RDC

Le disque rotatif est un dispositif utilisé dans les tours cylindriques verticales pour diviser l'espace en plusieurs compartiments à l'aide de disques annulaires fixés aux parois. Dans chaque compartiment, un disque avec un arbre tournant est centré, et la vitesse de rotation des disques détermine la taille des gouttelettes formées, ce qui est crucial pour le fonctionnement du système.

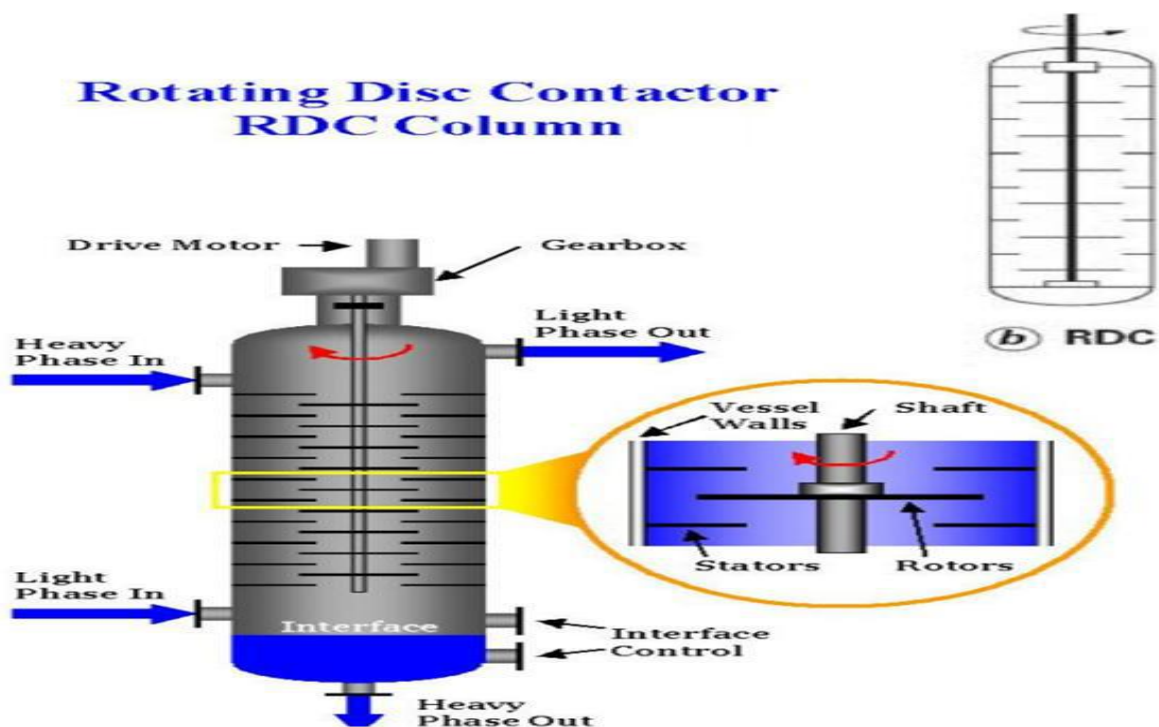


Figure III. 1: Schéma simplifié d'un disque rotatif

III.4 Les phénomènes à L'intérieur de la colonne

Les méthodes pratiques d'extraction impliquent trois étapes clés :

- Le contact intime du distillat et du solvant,
- La répartition différente des composés entre la phase solvant et la phase huile selon les coefficients de partage,
- La récupération du solvant des deux phases liquides formées.

Dans le cas d'un reflux externe ou interne le distillat n'est donc plus introduit à une extrémité de la colonne mais vers le milieu. On peut schématiquement séparer une telle colonne en trois zones :

❖ Une zone de contact ou de traitement : située entre l'arrivée du distillat et celle du solvant, cette zone maintient une température constante, aussi proche que possible de la température de miscibilité totale

❖ Une zone de reflux dans laquelle l'abaissement de température provoque un relargage de l'huile et améliore en outre la sélectivité du solvant ; il y a souvent deux recirculations pour refroidir le produit situé dans cette zone ; on évite ainsi les risques d'émulsion et d'en- traînement qui existeraient avec une seule recirculation à très gros débit [16]

❖ Une zone de décantation : à température constante, cette zone permet la coalescence de la phase dispersée, ce qui permet la séparation efficace de la phase solvant et de la phase extraite

III.5 Analyse approfondie de l'unité de traitement de l'extraction au furfural (Unité 300)

Le principal objectif de l'unité est d'augmenter l'indice de viscosité des distillats sous vide et du DAO afin de produire une huile de base de haute qualité. Le raffinat ainsi obtenu est soumis à un déparaffinage pour réduire son point de congélation, ce qui en fait un produit final optimal.

III.5.1 Description de l'unité

L'unité comprend 4 sections principales :

- Traitement de la charge
- Récupération raffinat
- Récupération extrait
- Récupération du solvant (sec et humide)

III.5.2 Traitement de la charge

III.5.2.a. Equipement

- ❖ Un désaérateur (C 301)
- ❖ Une colonne d'extraction au solvant (C 302)
- ❖ Des échangeurs de chaleur (E 301 - E 302) et un aéroréfrigérant (E 304 Ar)

III.5.2.b. Fonctionnement

Le processus de traitement de la charge solvant dans cette installation se déroule en plusieurs étapes

. Tout d'abord, la charge est soutirée des bacs par la pompe P 301 et dirigée vers l'échangeur E 301 où elle est préchauffée grâce à la charge désaérée. Ensuite, elle est envoyée vers l'échangeur E 302 pour être chauffée par le solvant chaud sous le contrôle de la température TIC 2. Avant d'être admise dans le désaérateur C 301, la charge est régulée sous contrôle LIC1.

Dans le désaérateur C 301, la charge subit un processus de désaération qui élimine l'air dissout et la vapeur de stripping utilisée dans les équipements en amont. Cela permet de réduire l'oxydation du furfural et la formation de coke dans les équipements en aval. Ce processus est rendu possible grâce à un vide et une injection de vapeur stripping.

La charge désaérée est ensuite reprise par la pompe P 302, régulée en température à l'aide des échangeurs E 301 équipés d'une dérivation TRC 3, et admise sous contrôle de débit FRC 3 dans le RDC.

Le furfural est soutiré du fond de la colonne C 306 à une température de 163°C à l'aide de la pompe P 303 et refoulé à travers les échangeurs E 302 et E 306, sous régulation de la température grâce à la TRC 1/B et dans l'échangeur E 303 sous régulation de température TRC 1/A. Le solvant introduit dans le RDC est régulé sous contrôle de débit FRC 2 en tête de colonne.

Le système d'extraction se déroule à travers la colonne, où un flux par différence de densité et de température se produit. Le raffinat entraîne un peu de solvant vers le haut et pénètre dans la section de stabilisation appelée interface qui sépare le raffinat du solvant. Le furfural entraîne les aromatiques et les composants à faible viscosité vers le bas. La pression dans la colonne C 302 est régulée par action sur la vanne d'évacuation de la phase lourde de solvant et extrait.

Le soutirage latéral d'extrait est repris par la pompe P 304 et mélangé sous contrôle de débit avec le recyclage d'extrait de la pompe P 305 sous contrôle FIC 5. La température de mélange est régulée par l'aéroréfrigérant E 304 AR à l'aide de la TRC 4. Enfin, ce mélange est réinjecté dans le RDC afin d'abaisser le raffinat entraîné vers le fond à l'aide du refroidissement

III.5.3 Section récupération du raffinat

III.5.3.a. Equipement

Le système comprend plusieurs équipements clés

- Les colonnes C 305A et C 305B (stripper-colonne SV)
- Les échangeurs E 310ABCD, E 311 et E 312.

III.5.3.b. Fonctionnement

➤ Le mélange de raffinat et de solvant de tête du RDC est préchauffé à contre-courant avec du raffinat dans l'échangeur E 310 ABCD et passe ensuite dans l'échangeur à huile chaude E 311.

➤ Le solvant est vaporisé partiellement et la séparation du solvant vaporisé et du liquide est réalisée dans la colonne C 305B.

➤ Le solvant est récupéré par une pompe P 309, tandis que l'huile non flashée descend dans le stripper C 305A, où le solvant résiduel est entraîné à la vapeur d'eau basse pression surchauffée.

➤ Les vapeurs issues du stripper C 305A sont refroidies par un reflux de solvant humide, repris par la P 310, et les vapeurs de tête sont condensées dans l'aéroréfrigérant E 314 Ar et recueillies dans le ballon D 302.

➤ Le raffinat débarrassé de toutes traces de solvant est repris par la pompe P 308, passe à travers E 310ABCD où il cède une partie de sa chaleur, puis est refroidi à l'eau tempérée avant d'être stocké.

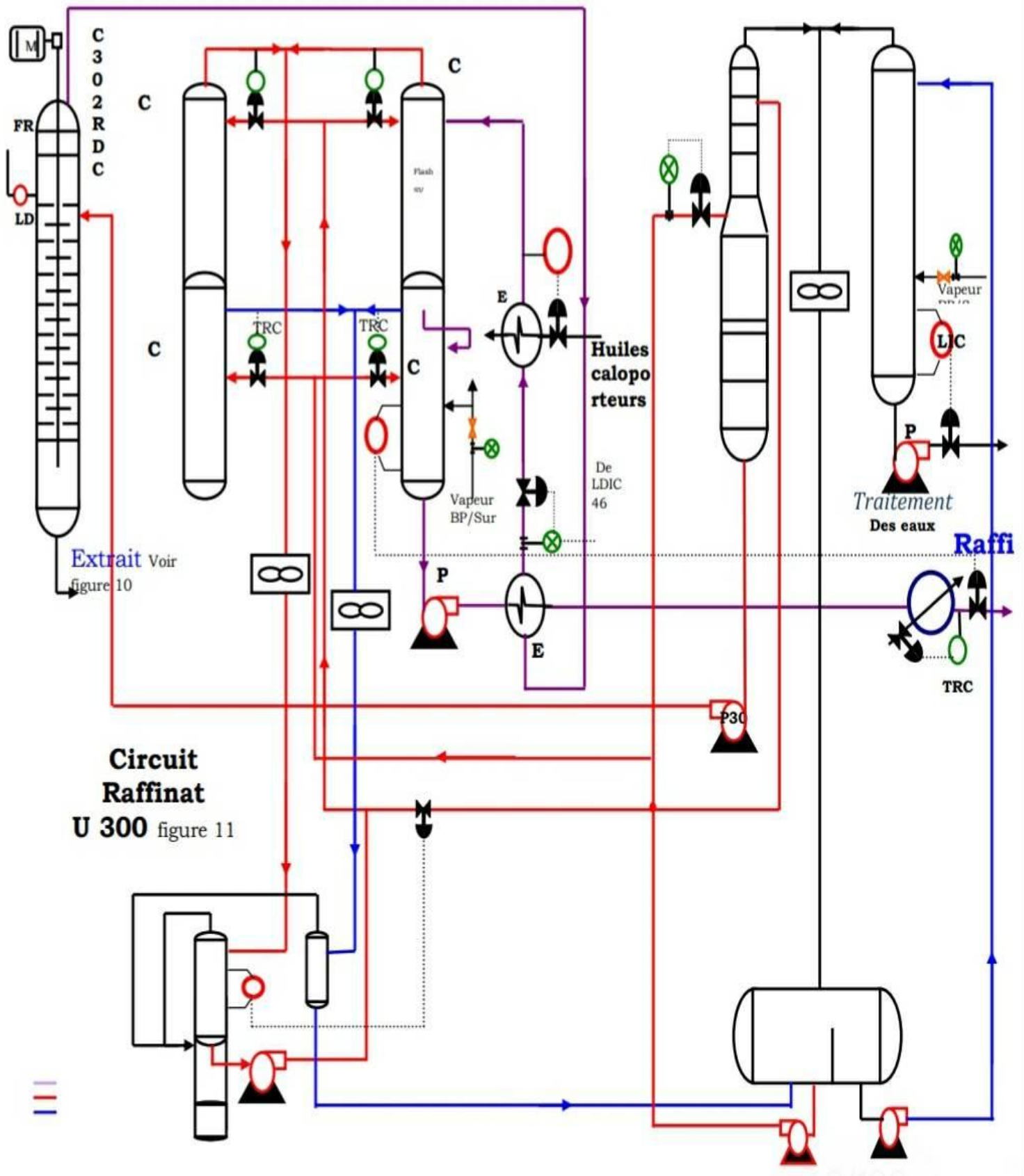


Figure III. 2: Section récupération du raffinat

III.5.4 Section récupération de l'extrait

III.5.4.a. Equipement

Cette section comprend les équipements principaux suivants :

- ❖ Les colonnes C 303 A et B ;
- ❖ Les colonnes sous vide C 304 A et B ;
- ❖ Les échangeurs de chaleur ;
- ❖ E 305- E 306 – E 307 – E 308 – E 309 A/B/C et l'aéroréfrigérant E 316Ar.

III.5.4.b. Fonctionnement

➤ L'extrait récupéré au fond de la colonne C303A, qui est débarrassé du solvant et des traces d'eau, est repris par la pompe P306 et traverse le réchauffeur à huile chaude E309 ABC sous contrôle de débit (régulé par LRC 11 en cascade avec FRC 7/33/34).

➤ Une régulation indépendante est appliquée à chaque échangeur E309 ABC pour ajuster le débit d'huile chaude et atteindre une température de 227°C (régulée par TRC 23/24/25).

➤ Le mélange extrait solvant sortant du fond RDC est traité dans une série d'échangeurs avant d'entrer dans la chaleur de flash BP C 303A.

➤ L'extrait débarrassé du solvant et de l'eau est pompé par P306 et chauffé dans E309ABC avant d'entrer dans la colonne C303A. Les vapeurs sont séparées dans la colonne C303B et refroidies par un reflux de solvant sec. Le liquide recueilli au fond de la colonne C303B est récupéré sous vide. Une grande partie du solvant extrait de la colonne C303B va dans la colonne C304B où il est flashé sous vide.

➤ L'extrait final est stocké dans le bac des extraits

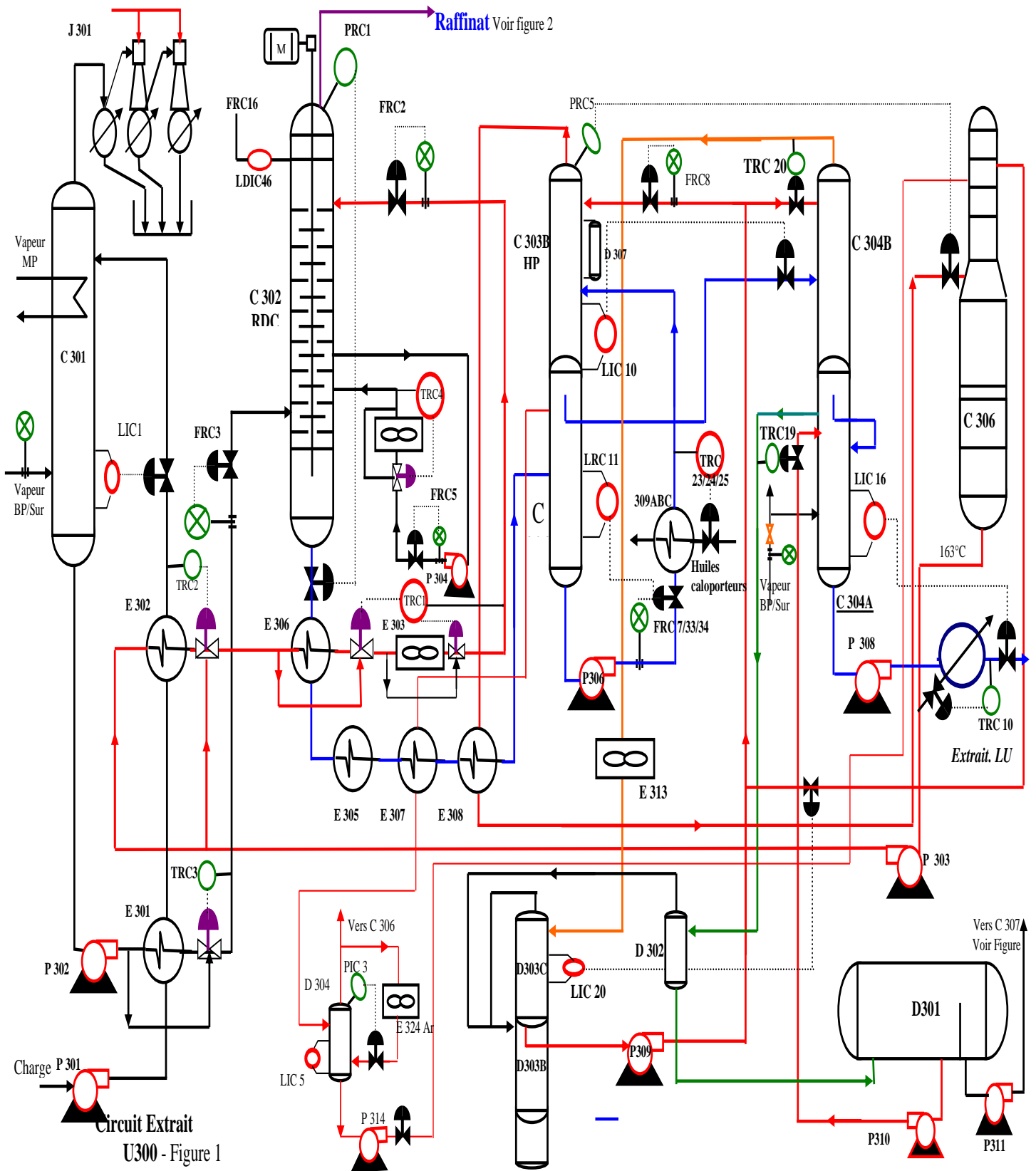


Figure III. 3: Circuit de récupération de l'extrait

III.5.5 Section de récupération de solvant

III.5.5.a. Equipement

La section de récupération du furfural comprend les équipements principaux suivants :

- Colonnes de fractionnement C 306 et C 307 ;
- Ballons de recette D 302, D 303ABC et D 304;
- Ballon de séparation eau/ solvant D 301;
- Echangeurs, aérocondenseurs et aéroréfrigérantes;

III.5.5.b. Fonctionnement

Cette section permet de collecter toutes les vapeurs de solvant issues des colonnes, de séparer l'eau qu'elles contiennent et de redistribuer le solvant dans toute l'unité. Le solvant est récupéré dans deux systèmes différents selon qu'il est sec ou humide.

Dans le ballon D 301, l'eau et le solvant se séparent en deux phases liquides distinctes. La phase solvant plus lourde est reprise par la P 310 et constitue la charge de solvant pour la colonne de fractionnement C 306, qui assure également les reflux des colonnes C 304A et C 305A.

Les vapeurs de tête de la colonne C 307, qui contiennent un peu d'eau, sont mélangées avec celles de la colonne C 306, condensées dans l'aéroréfrigérant E 315 AR, puis retournent dans le ballon D 301. Le solvant recueilli au fond de la colonne C 306 est repris par la pompe P 303 et renvoyé vers la colonne C 302.

III.6 Consommation de furfural

III.6.1 Cause

Le taux de consommation de furfural dans l'unité peut être attribué principalement à deux raisons : la dégradation thermique ou oxydation et les pertes à l'égout.

III.6.2 Solution

➤ Pour minimiser la dégradation par oxydation, des mesures telles que la désaération correcte de la charge dans la colonne C301, la couverture de gaz inerte sur les stockages TK301A/B, TK302, et le contrôle régulier des circuits fonctionnant sous vide C304A/B et C305A/B doivent être prises ;

➤ Pour éviter la dégradation thermique, la température doit être régulée pour éviter les pics supérieurs à 227°C. Une grande attention devrait être portée aux échangeurs E309ABC, et le débit FRC 7/33/34 de l'extrait de la colonne C304A devrait être contrôlé sous LRC 11;

➤ En ce qui concerne les pertes à l'égout, il est important de surveiller l'état des drains et la teneur en furfural des eaux rejetées par la tour d'élimination d'eau C307;

Conclusion de la première partie

Dans la première partie théorique, nous avons examiné en détail différents aspects de la production et de l'utilisation des lubrifiants. Nous avons abordé les points suivants :

- ✓ Les catégories de lubrifiants et les normes de classification API et SAE
- ✓ Le processus de fabrication des huiles de lubrifiants dans la raffinerie d'Arzew, qui comprend plusieurs.
- ✓ L'impact des aromatiques sur les huiles et les normes environnementales et réglementations visant à limiter leur utilisation
- ✓ Les différentes méthodes d'extraction liquide-liquide, ainsi que les avantages et les inconvénients de chaque méthode.
- ✓ Le choix du solvant d'extraction, en se concentrant sur le furfural comme solvant idéal.
- ✓ Nous avons également approfondi l'étude de l'unité de traitement de l'extraction au furfural (Unité 300), en examinant les différentes sections de l'unité.

Cette étude approfondie fournit une compréhension complète des différentes méthodes de fabrication des lubrifiants et de l'extraction liquide-liquide, ainsi que des facteurs qui influencent leur qualité. Les informations fournies peuvent être utilisées pour améliorer les processus de fabrication des lubrifiants et pour développer des méthodes plus efficaces et plus respectueuses de l'environnement pour l'extraction liquide-liquide.

Partie pratique

Chapitre IV :

Calcul de l'extracteur C302 et évaluation des paramètres de performance de l'unité

Introduction

Dans l'unité d'extraction au furfural, l'appareil principal utilisé est le contacteur à disques rotatifs (RDC), qui prend la forme d'une tour cylindrique verticale. Cette tour est divisée en compartiments grâce à une série de disques annulaires fixés sur les parois. À l'intérieur de chaque compartiment, des disques supplémentaires sont fixés et centrés, soutenus par un seul arbre en rotation avec une vitesse d'environ vingt tours par minute (20 tr/min).

En raison de son efficacité supérieure et de sa flexibilité d'utilisation accrue par rapport à une colonne garnie de même hauteur, le RDC est en train de remplacer progressivement la colonne classique dans le processus d'extraction au furfural.

Durant notre stage dans la raffinerie U300, les opérateurs ont traité le DAO comme une charge à part entière pendant une semaine. Cette décision a été prise en raison de le remplissage de bac de stockage de la SAE30 en charge de la demande chef service de l'unité.

Dans nos études et nos suivis, On a donc accordé une attention particulière aux paramètres de la colonne d'extraction concernant le DAO.

Le dernier chapitre est consacré à la présentation des résultats de notre recherche. Dans sa première partie, nous effectuons une analyse approfondie du bilan de matière de l'extracteur C302, en calculant les dimensions et en évaluant les débits de matière entrants et sortants.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, notre attention se porte sur le suivi des paramètres de fonctionnement de la colonne d'extraction. Nous examinons de près des facteurs tels que les débits de circulation, les températures de fond et de sommet, la densité et les taux de solvant ainsi que l'indice de réfraction et la qualité de produit final.

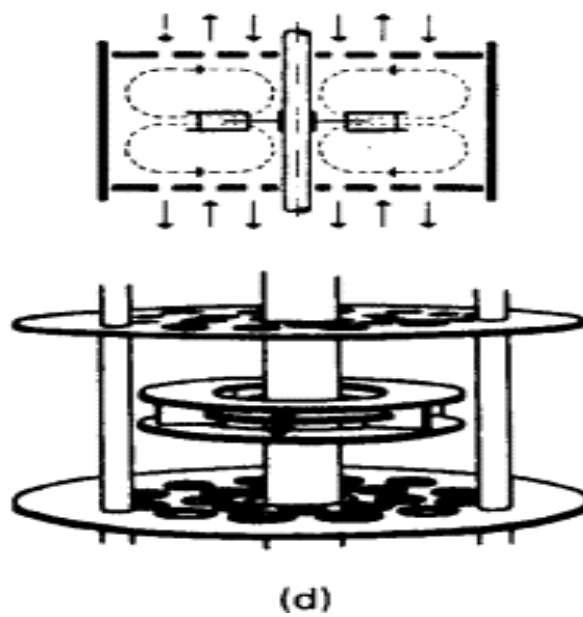
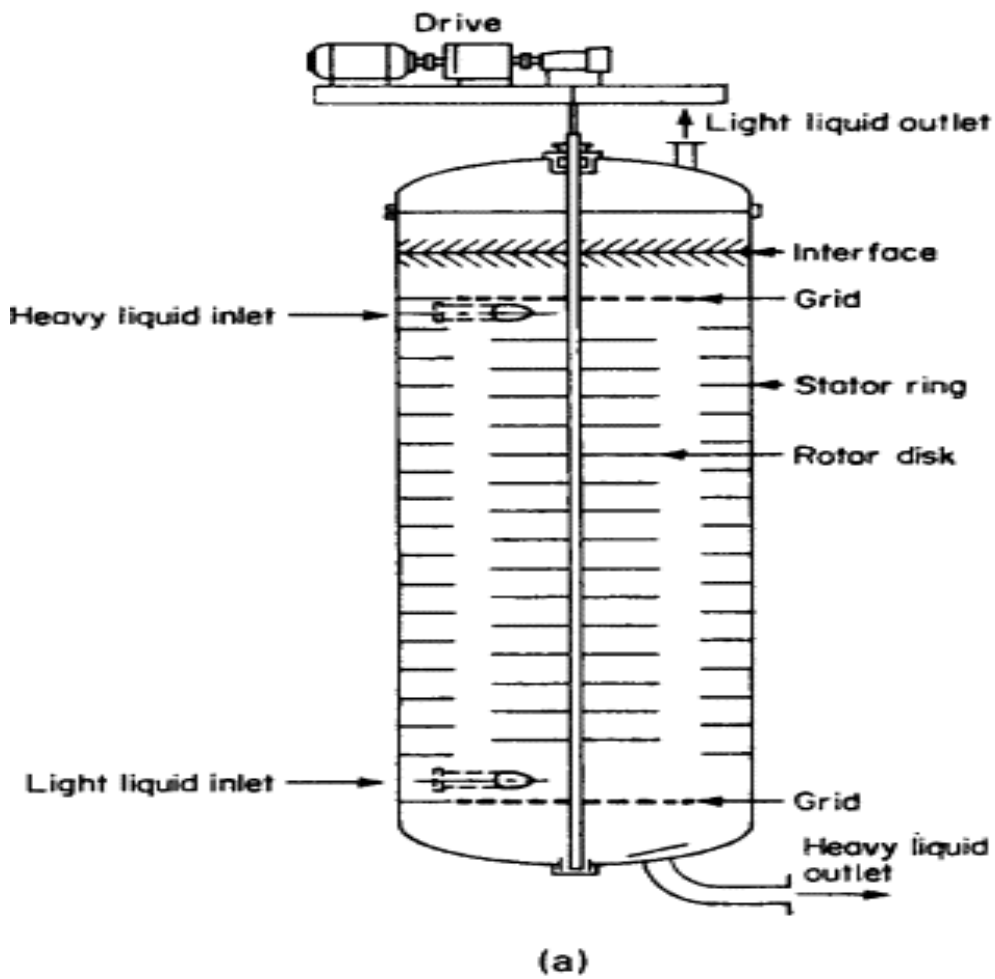


Figure IV. 1 : Schéma de construction d'une colonne RDC de l'intérieur

Partie A. Calcul de l'extracteur C302 RDC

IV.A.1 Calcul de l'extracteur

- Charge DAO, raffinat BS
- Masse volumique de la charge à 15°C, $\rho_{ch} = 0.947 \text{ gr/cm}^3$
- Débit massique de la charge $Q_{ch} = 20 \text{ m}^3/\text{h}$
- Teneur en furfural dans la solution raffinat = 20 %vol
- Rendement de raffinat = 52 %
- Fraction massique de furfural dans l'extrait mixte 93%

IV.A.1.1 Débit volumique

Les valeurs des débits nécessaires à nos analyses étaient obtenues à partir des tableaux de la salle de contrôle de la HB3.

Tableau IV.A.1 : Les débits volumiques d'entrée et sorti de RDC

	Charge	Solvant	Raffinat	Extrait
Débit (m ³ /h)	28.9m ³ /h	72 m ³ /h	13.9 m ³ /h	75.41 m ³ /h

IV.A.1.2 Bilan de matière

Pour faire le bilan de matière de la colonne RDC il faut convertir les débits volumiques pour chaque constituant en débit massique.

Connaissant les densités à différentes températures d'entrées vers la colonne et de sortie, l'équation IV.A.1 est utilisée pour convertir les débits volumiques de la charge, solvant, raffinat et de l'extrait donnés respectivement par le FRC3 et FRC2 au niveau de la salle de contrôle en débits massique.

$$Q_m = Q_v \times d_4^T \quad (\text{IV.A.1})$$

Où Q_m , Q_v et d_4^T sont respectivement le débit massique, le débit volumique et la densité à la température d'entrée.

$$d_4^T = d_4^{15} + \alpha(T - 15) \quad (\text{IV.A.2})$$

Pour le mélange hydrocarbure :

$$\alpha = 0.001828 - \left[\left(\frac{0.0032}{1.066} \right) * d_4^{15} \right]$$

Pour le furfural :

$$\alpha = -0.0010629$$

IV.A.1.3 Détermination de la densité

Pour la charge :

$$\alpha = 0.001828 - \left[\left(\frac{0.0032}{1.066} \right) * 0.9047 \right]$$

$$\alpha = -0.00088779$$

$$d_4^T = 0.947 - 0.00088779 * (113 - 15)$$

$$d_4^T = 0.8599$$

Le tableau IV.A.1 résume de la densité calculée à la température d'entrée pour la charge et du furfural utilisé ainsi que la température de la sortie du raffinat et de l'extrait :

Tableau IV.A.2: Densité calculé pour chaque constituant à la température correspond

	Charge	Solvant	Raffinat	Extrait
d_4^{15}	0.947	1.16	0.8885	0.9429
T (°C)	113	145	143.1	132
d_4^T	0.8599	1.0218	0.7810	0.8256

IV.A.1.4 Calcul des débits massiques à la température d'entrée et sortie de la colonne

Tableau IV.A.3 : Débit massique calculé pour chaque constituant

	Charge	Solvant	Raffinat	Extrait
Débit massique (kg/h)	24851.11	73512	10855,94	62259.32

Composition du raffinat mixte

- Détermination de la quantité massique de furfural et de raffinat pur dans le raffinat mixte :

$$X_i = v_i \left(\frac{\rho_i}{\rho_m} \right) \quad (\text{IV.A.3})$$

Avec :

$$\rho_m = \sum \rho_i * v_i \quad (\text{IV.A.4})$$

Où :

X_i : Fraction massique du constituant i dans le mélange ;

v_i : Teneur du constituant i dans le mélange ;

ρ_i : Masse volumique du constituant i ;

ρ_m : Masse volumique moyenne des constituants

$$X_{\text{furf/raf}} = \frac{(0.2 * 1.02)}{(0.2 * 1.02) + (1 - 0.2) * 0.781}$$

$$X_{\text{furf/raf}} = 0.2461$$

Donc :

$$X_{\text{raf,pur}} = 1 - 0.246 = 0.754$$

- le débit massique du furfural sorti de la tête du RDC :

$$Q_{\text{furf/raf}} = Q_{\text{raf}} * X_{\text{furf/raf}} \quad (\text{IV.A.5})$$

$$Q_{\text{furf/raf}} = 10855.9417 * 0.241 = 2616.28 \text{ kg/h}$$

- le débit massique de raffinat pur sorti de RDC

$$Q_{\text{raf,p}} = Q_{\text{raf}} - Q_{\text{furf/raf}}$$

$$Q_{\text{raf,p}} = 10855.9417 - 2616.28 = 8239.65 \text{ kg/h}$$

Composition de la solution extrait

➤ **Détermination de débit de furfural dans l'extrait**

$$Q_{f/Extr} = X_{f/Extr} * Q_{Extr} \quad (IV.A.6)$$

$$Q_{f/Extr} = 0.93 * 62259.32 = 57901.17 \text{ kg/h}$$

➤ **Détermination de débit de l'extrait pure**

$$Q_{Extr} = Q_{Extr} - Q_{f/Extr}$$

$$Q_{Extr} = 62259.32 - 57901.1677 = 4358.32 \text{ kg/h}$$

IV.A.2 Bilan matière de la colonne RDC

Tableau IV.A.4 : Bilan de matière de RDC

Constituant	% solution	Débit massique (kg/h)
Entrée de RDC :		
Charge	100	24851.11
Furfural	100	73512
Totale	200	98363.11
Sorti de RDC :		
Raffinat mixte :		
Raffinat pur	0.754	7691.92
Furfural	0.2461	2442.41
Extrait mixte :		
Extrait pur	0.07	4358.32
Furfural	0.93	57901.16
Totale	200	72393.88

Interprétation des résultats

L'analyse du bilan de matière de la colonne d'extraction révèle une différence entre les débits totaux des entrées et ceux des sorties. Cette disparité est attendue et peut s'expliquer par le processus d'extraction lui-même, où une partie de la charge est séparée à l'intérieur de la colonne. Il est important de noter que les valeurs présentées dans le bilan ont été relevées pendant le fonctionnement de la colonne, ce qui explique l'écart observé.

IV.A.3 Calcul le dimensionnement de la colonne RDC

IV.A.3.1 Donné de base

-Diamètre de l'extracteur :	$D = 2.896 \text{ m}$
-Hauteur de compartiment :	$H_c = 0.305 \text{ m}$
-Diamètre de disque du rotor :	$Dr = 1.1 \text{ m}$
-Nombre de compartiment :	$N_c = 28$
-Vitesse de rotation :	$V_r = 20 \text{ tr/min}$
-Température de fond	$T_f = 132 \text{ °C}$
-Température de sommet	$T_s = 143.1 \text{ °C}$

IV.A.3.2 Calcul de la hauteur de la colonne

$$H = (N_c * H_c) + H_e + H_r \quad (\text{IV.A.7})$$

Où :

$$H_e : \text{Hauteur de décantation de l'extrait} \quad H_e = 8.250 \text{ m}$$

$$H_r : \text{Hauteur de décantation du raffinat} \quad H_r = 4.335 \text{ m}$$

$$H = (28 * 0.304) + 8.250 + 4.335$$

$$H = 21.125 \text{ m}$$

IV.A.3.3 Calcul la section de la colonne

$$S = \frac{\pi * D^2}{4} \quad (\text{IV.A.7})$$

$$S = \frac{3.14 * 2.896^2}{4}$$

$$S = 6.5 \text{ m}^2$$

IV.A.3.4 Détermination de la vitesse des phases

$$W = \frac{Q_m}{\rho * S} \quad (\text{IV.A.8})$$

S : section du RDC (m^2)

G : débit massique (kg/h)

ρ : masse volumique kg/m³

Pour le raffinat :

$$W = \frac{19134.5}{888.5 * 6.5}$$

$$w = 3.31 \text{ m/h}$$

Pour l'extrait :

$$W = \frac{57792.77}{942.2 * 6.5}$$

$$w = 9.4 \text{ m/h}$$

Tableau IV.A.5 : Les dimensionnes de la colonne RDC

Diamètre de la colonne (m)	Section de la colonne (m ²)	La hauteur de la colonne (m)
2.896	6.5	21.125

Partie B.

Evolution des paramètres de performance de l'unité

Introduction

Depuis la mise en service de l'unité d'extraction au furfural U300 .la raffinerie d'Arzew a fait face à des défis pour obtenir une huile de haute qualité après l'élimination des aromatiques par le furfural.

Cette difficulté est principalement attribuée à l'instabilité de l'unité de production, résultant des changements de paramètres de fonctionnement, notamment le débit relatif du solvant et la température d'extraction. Ces paramètres jouent un rôle crucial dans le processus d'extraction, et leur variation peut avoir un impact significatif sur l'efficacité de l'extraction et la qualité des produits finaux.

Ainsi, une analyse approfondie de ces paramètres est nécessaire pour identifier les ajustements requis et permettre à la raffinerie de surmonter ces difficultés, afin d'obtenir une huile de haute qualité après l'élimination des aromatiques par le furfural.

IV.B.1 Gradient de température

L'utilisation d'un gradient de température approprié dans la colonne d'extraction est essentielle pour obtenir une séparation efficace des composés aromatiques.

La variation de température le long de la colonne, avec une température élevée en tête et une température basse en fond, permet d'améliorer la solubilité et la sélectivité des aromatiques dans le solvant.

Le tableau suivant est un suivi de la température de fond et de la tête de la colonne de 28/mai / 2023 au 02/ juin /23

Tableau IV.B.1 : Les températures de tête et de fond de la colonne RDC

Les jours	Température de fond (°C)	Température de sommet(°C)
28-mai	131,8	144
29-mai	132	143,1
30-mai	134,7	145,3
31-mai	134,5	145,4
01-juin	132,5	143
02-juin	131,9	142,5

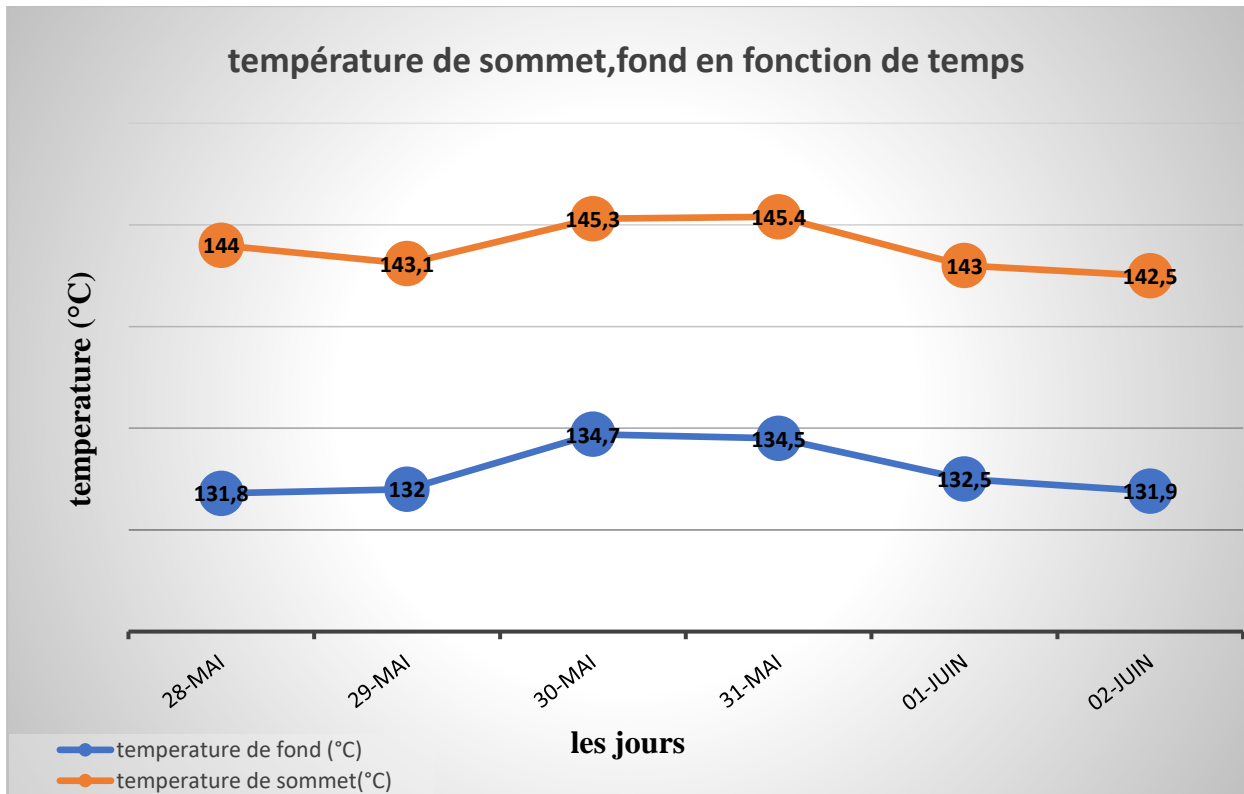


Figure IV. 2 : Les températures de fond et de sommet de RDC

Interprétation des résultats

Les résultats de suivi de l'extraction des aromatiques montrent que la température de sommet (max) atteint une valeur de 145,4°C, tandis que le min est de 142,5°C. Pour la température de fond, la valeur maximale est de 134,5°C et la valeur minimale est de 131,8°C.

La différence entre la température de sommet et la température de fond est une mesure de l'amplitude thermique ou de l'étendue de la plage de température utilisée lors de l'extraction des aromatiques.

IV.B.2 Détermination de taux de solvant

En ajustant le taux de solvant, on peut obtenir une sélectivité maximale pour les composés aromatiques. Un taux de solvant trop élevé peut entraîner une dilution excessive des aromatiques dans le solvant, ce qui réduit la sélectivité. D'un autre côté, un taux de solvant trop faible peut entraîner une extraction incomplète des aromatiques. Il est donc important de trouver un équilibre pour optimiser l'extraction des composés.

L'équation de calcul du taux de solvant est généralement basée sur le rapport entre la quantité de solvant utilisée Q_s et la quantité de charge traitée Q_{char} :

$$\text{taux de solvant} = \frac{Q_{\text{char}}}{Q_s} \quad (\text{IV.B.1})$$

Le tableau suivant récapitule le calcul de taux de solvant pour un seul grade d'huiles BS dans le cas réel :

Tableau IV.B.2 : Taux de solvant de BS dans les cas réel et design

les jours	Débit de charge (m ³ /h)	Débit de solvant (m ³ /h)	Taux de solvant (réel)	Taux de solvant (design)
28-mai	26	72	2,769	4,5
29-mai	28,9	72	2,491	4,5
30-mai	25,28	70	2,768	4,5
31-mai	24	70,02	2,917	4,5
01-juin	23,5	70	2,978	4,5
02-juin	21,7	70	3,225	4,5

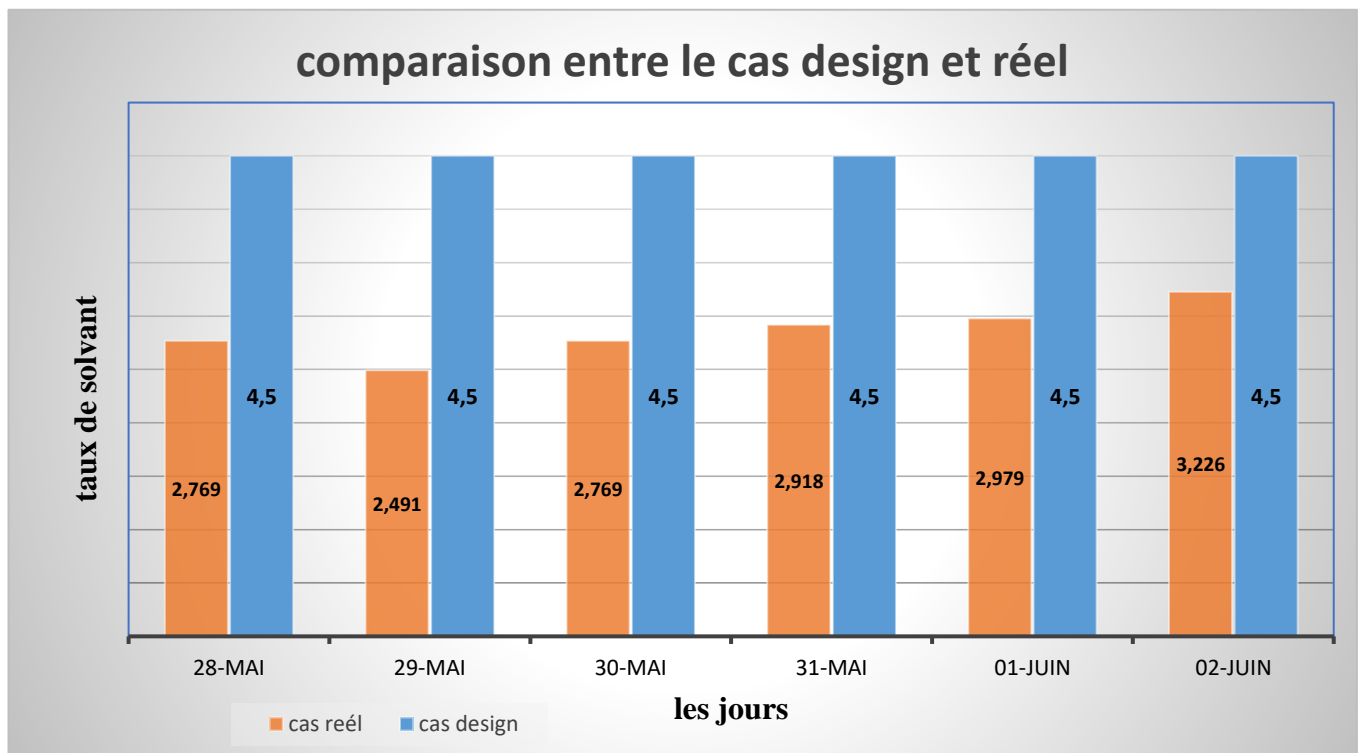


Figure IV. 3 : Evolution de taux de solvant en fonction de temps

Interprétation des resultat

Le graphique démontre clairement une diminution notable du taux de solvant dans la réalité par rapport au design initial, ce qui se traduit par une économie de solvant non utilisé.

les données présentées dans le tableaux IV.B.2 indique également une diminution de la quantité de charge traitée par rapport au design initial, ce qui suggère un fonctionnement de l'unité inférieur à 100%.

Toutefois, il convient de noter que malgré cette diminution de la quantité de charge traitée, la réduction du taux de solvant présente un avantage en termes d'économie de solvant non utilisé.

IV.B.3 Variation de la densité du raffinat BS en fonction du temps

La densité joue un rôle essentiel dans le processus d'extraction des aromatiques à partir des huiles de base. Elle est un indicateur clé de la composition et de la qualité des huiles, et elle exerce une influence directe sur l'efficacité de l'extraction.

Le tableau IV.B.3 récapitule une suivie de la densité du raffinat BS et de la charge DAO du 28/5/23 au 02/6/23)

Tableau IV.B 3 : La densité de la raffinat BS et la charge DAO

les jours	densité de BS	densité de DAO
28-mai	0,8848	0,905
29-mai	0,8885	0,9072
30-mai	0,8857	0,9052
31-mai	0,8883	0,9078
01-juin	0,8873	0,9068
02-juin	0,8869	0,9059

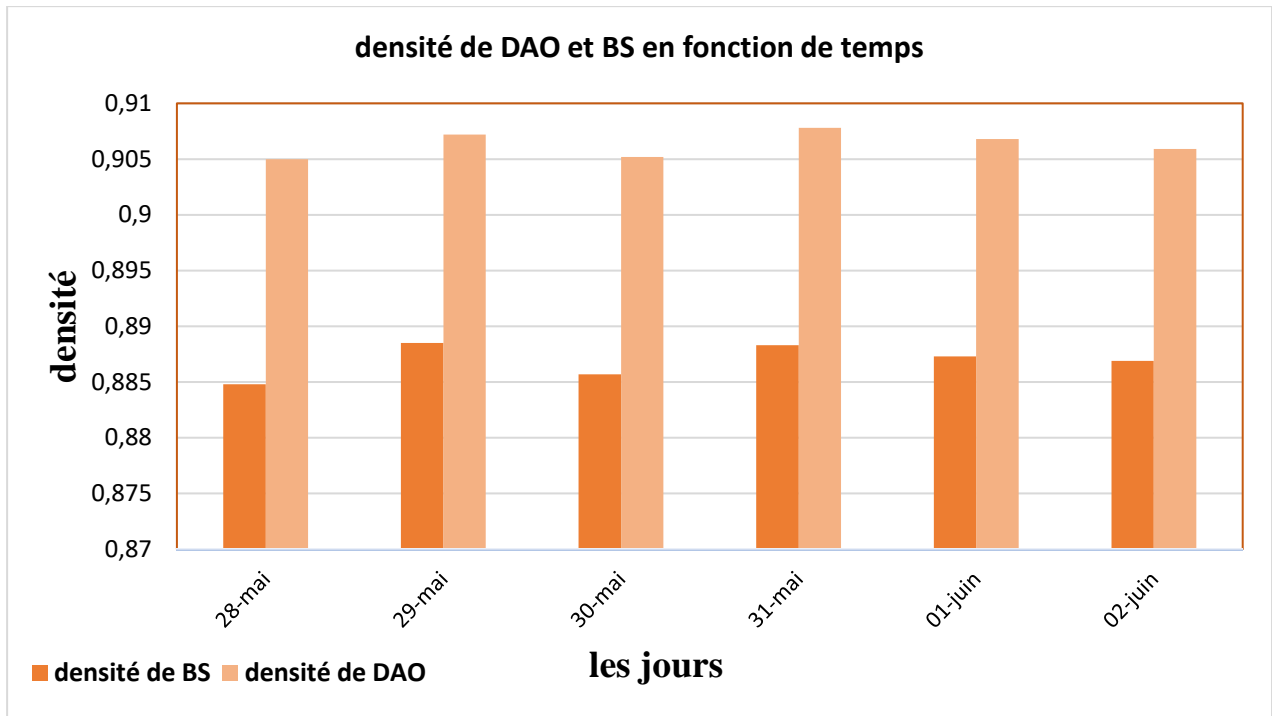


Figure IV. 4 : Comparaison entre le cas réel de raffinat BS et de la charge DAO

Interprétation d’histogramme :

D'après l'histogramme, on observe une distribution des valeurs de densité du raffinat et de la charge. On remarque que la majorité des valeurs de densité du raffinat sont inférieures à celles de la charge, ce qui suggère une diminution de densité due à la diminution des composés aromatiques lors de l'extraction.

Cette observation confirme l'efficacité du procédé de séparation des aromatiques dans l'unité. L'utilisation du solvant sélectif, le furfural, permet d'extraire spécifiquement les composés aromatiques de la charge, ce qui se traduit par une diminution de la densité du raffinat.

IV.B.4 La variation viscosité en fonction de temps

La viscosité est une mesure de la résistance d’un liquide a l’écoulement. Elle quantifie la fluidité d’un liquide c’est- à-dire la facilité avec laquelle il peut s’écoule ou ce déplacé. Dans le contexte de l’extraction des huiles la viscosité est un paramètre important car il peut varier en fonction de leur composition chimique et de leur traitement.

Tableau IV.B.4 récapitule les viscosités de raffinat BS dans la période de suivi de 28/5 au 2/6

Tableau IV.B.4 : La viscosité de raffinat BS

les jours	viscosité
-----------	-----------

28-mai	31,54
29-mai	30,75
30-mai	28,64
31-mai	32,61
01-juin	32,42
02-juin	31,192

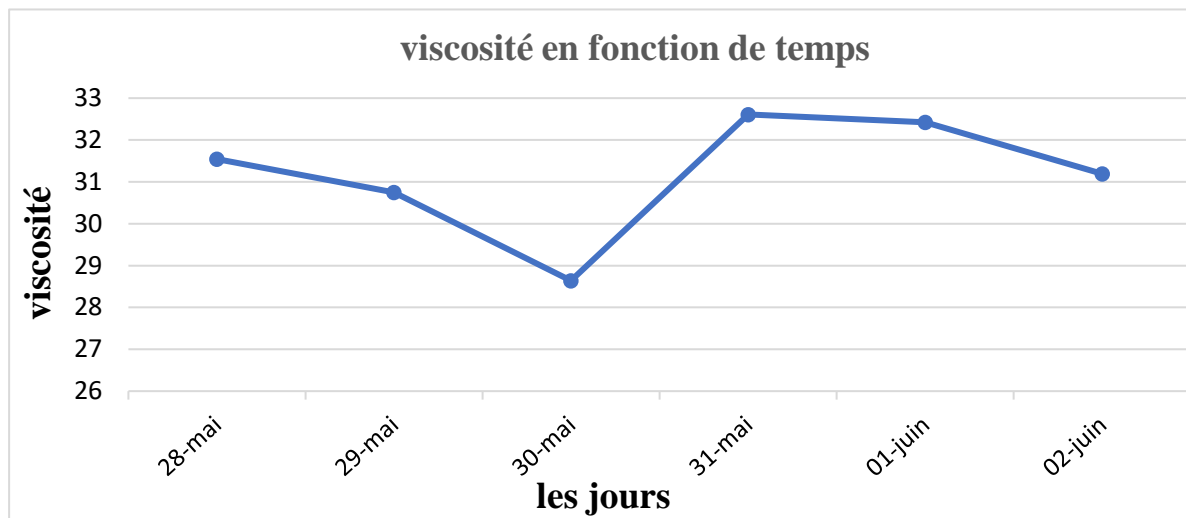


Figure IV. 5 : Evolutions de la viscosité à 100 °C en fonction de temps

Interprétation

D'après les résultats obtenus, il semble que les valeurs de viscosité du raffinat se situent dans les limites acceptables ou conformes aux normes établies. Une diminution de la viscosité peut indiquer que les composés aromatiques indésirables ont été efficacement extraits de la charge, ce qui est cohérent avec l'objectif de l'opération d'extraction.

Remarque :

Lorsque les résultats se situent dans la norme, cela signifie généralement que le procédé de séparation des aromatiques est réalisé avec succès.

IV.B.5 L'indice de viscosité

L'indice de viscosité évalué la variation de la viscosité d'une huile en fonction de la température. Dans l'extraction des aromatique un indice de viscosité élevé et important pour maintenir la viscosité stable et optimiser le processus d'extraction

Le figure IV.6 montre l'évolution de la viscosité de raffinat BS en fonctionne de température

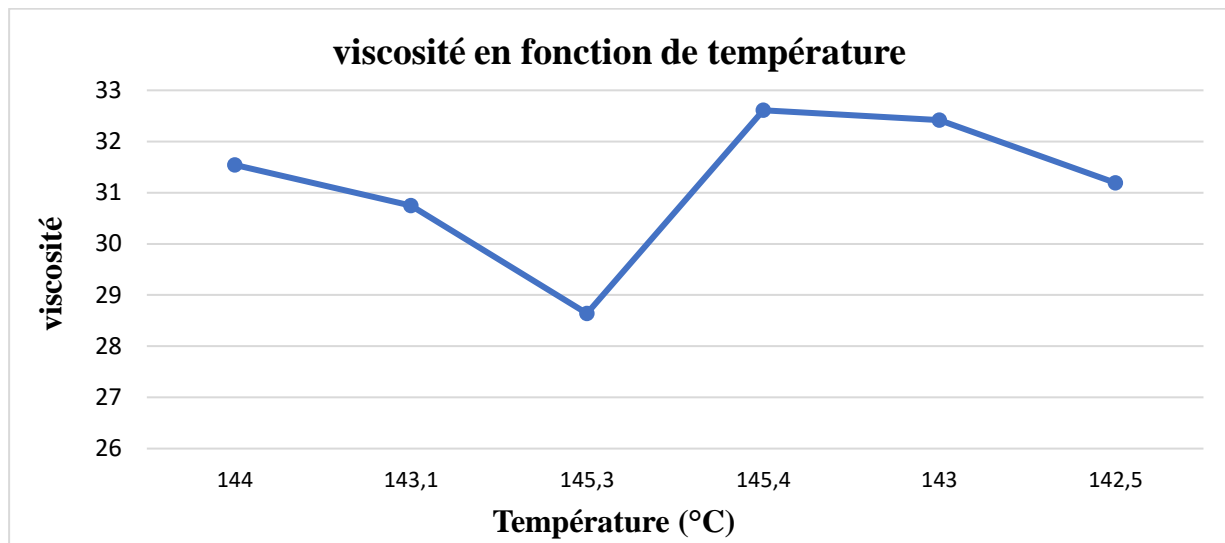


Figure IV. 6 : Evolution de viscosité en fonctionne de la température

Interprétation

L'analyse du graphe de viscosité en fonction de la température révèle une relation inverse claire entre ces deux variables. On observe que lorsque la température augmente, la viscosité du raffinat diminue. Cela est particulièrement évident dans les données du 30 mai, où la température de pointe du raffinat atteint son maximum (145,3-145,4) et la viscosité du raffinat est minimale, soit 28,64.

Justification : L'augmentation de la température augmente l'agitation moléculaire dans le raffinat, ce qui réduit la cohésion entre les molécules et facilite le mouvement. Par conséquent, le raffinat devient moins visqueux et présente une viscosité plus faible.

IV.B.6 Mesure l'indice de réfraction

L'indice de réfraction est une mesure optique qui indique la vitesse de la lumière dans l'extraction. Il est important car il permet de caractériser les différent composant présent dans l'huile. Chaque grade a une plage de variation spécifique pour l'indice de réfraction.

Tableau IV.B.5 : L'indice de réfraction de raffinat BS

les jours	RI min	RI de BS	RI max
28-mai	1,4765	1,4781	1,4785
29-mai	1,4765	1,5067	1,4785

30-mai	1,4765	1,4783	1,4785
31-mai	1,4765	1,4779	1,4785
01-juin	1,4765	1,4768	1,4785
02-juin	1,4765	1,477	1,4785

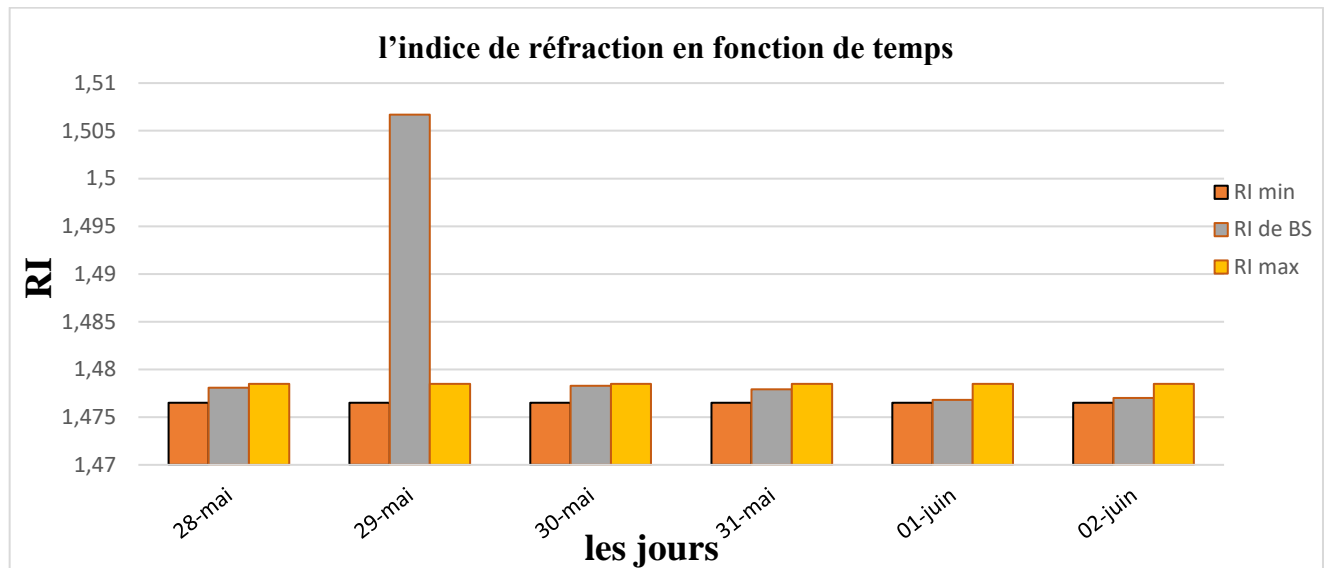


Figure IV. 7 : Indice de réfraction en fonction de temps

Interprétation des résultats

L'analyse des valeurs de l'indice de réfraction du raffinat a révélé des résultats intéressants. La valeur minimale mesurée était de 1,4783, tandis que la valeur maximale était de 1,5067. La plupart des résultats étaient conformes à l'intervalle de spécification, sauf pour le 29/05 où une valeur maximale a été observée. Il est possible que cette valeur soit une erreur de laboratoire.

IV.B.7 Calcul de rendement de la colonne

L'importance du rendement de raffinat dans l'extraction des aromatiques réside dans sa relation directe avec la rentabilité et l'efficacité du processus. Un rendement élevé indique une extraction efficace, ce qui signifie que l'on obtient une quantité maximale de raffinat à partir de l'huile de base utilisée.

Le rendement de raffinat c'est le rapport entre le débit massique de sortie et le débit massique de la charge.

$$R = \frac{Q_{raf}}{Q_{charge}} \quad (IV.B.2)$$

Tableau IV.B.6 : Récapitule le rendement de raffinat dans l'extracteur

les jours	débit massique de raffinat (T/h)	débit massique de charge (T/h)	rendement% (cas réel)	rendement% (cas design)
28-mai	13,277	22,359	59,378	58
29-mai	10,855	24,853	43,679	58
30-mai	8,747	21,740	40,234	58
31-mai	10,934	20,639	52,975	58
01-juin	11,715	20,209	57,966	58
02-juin	11,215	18,661	60,096	58

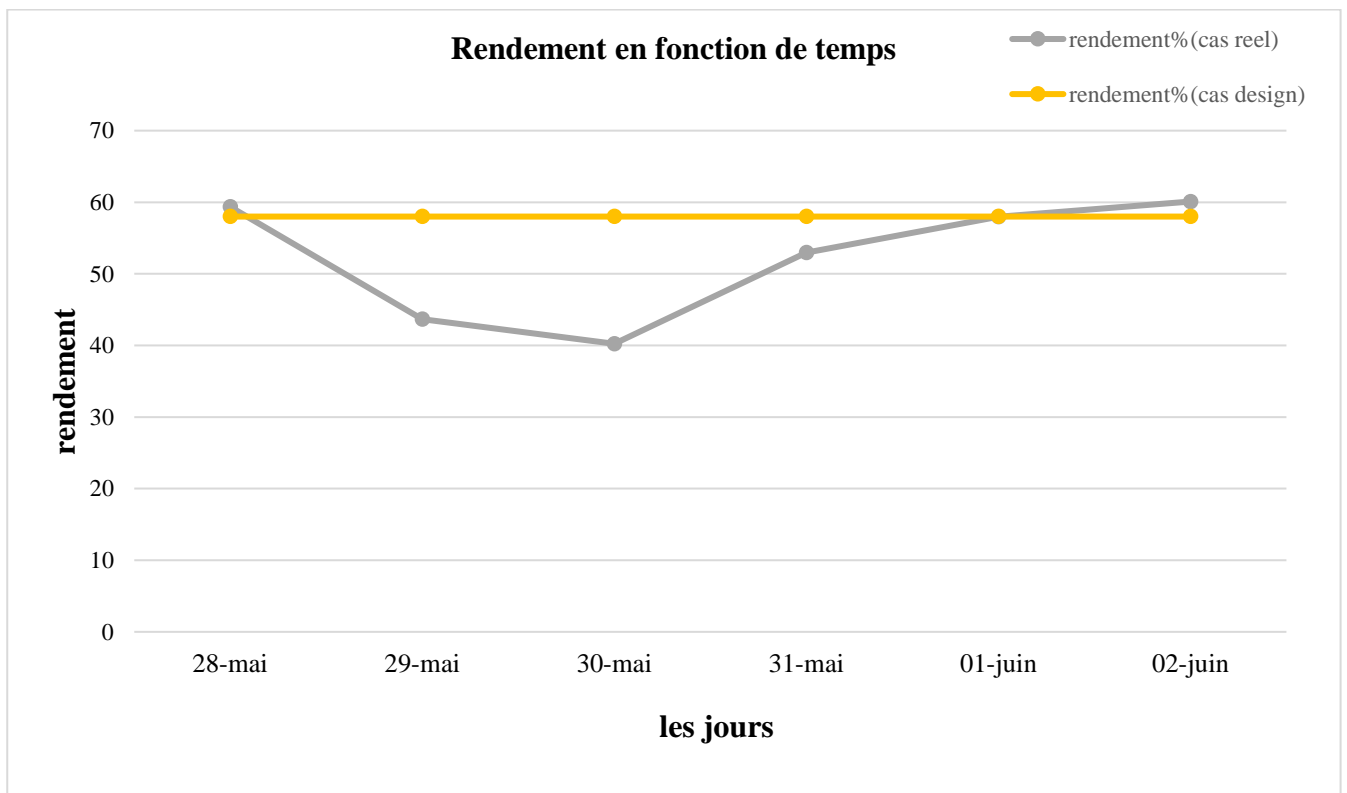


Figure IV. 8 : Rendement de raffinat en fonction de temps

Interprétation de rendement de raffinat

L'analyse du graphe de rendement du raffinat révèle des variations significatives des valeurs, qui se situent entre 40,23 et 60.

Cette variation peut être influencée par plusieurs facteurs, tels que les conditions opératoires, la qualité des matières premières et les caractéristiques du furfural.

Conclusion

En conclusion, l'analyse des paramètres de fonctionnement de l'unité d'extraction des aromatiques a fourni des résultats significatifs.

- Les températures de sommet et de fond sont conformes aux exigences thermiques, assurant une plage de température appropriée pour l'extraction des aromatiques.
- La diminution du taux de solvant réel et de la quantité de charge traitée peut indiquer une sous-utilisation de l'unité, mais présente des avantages économiques.
- Les résultats de viscosité du raffinat sont conformes aux normes, indiquant une extraction efficace des composés indésirables.
- L'analyse du graphe de viscosité confirme la relation inverse attendue avec la température.
- Le graphe de rendement révèle une variabilité nécessitant une optimisation des paramètres opératoires.
- L'histogramme des densités confirme une extraction sélective réussie des aromatiques

Dans l'ensemble, ces résultats fournissent des informations précieuses pour améliorer l'efficacité de l'unité d'extraction des aromatiques.

Partie C.

Récupération du furfural

Présentation de problème

La consommation excessive de furfural dans le processus d'extraction des aromatiques à partir des huiles de base entraîne des pertes économiques significatives et a un impact négatif sur l'environnement. La perte de solvant non récupéré dans l'unité 300 représente une dépense supplémentaire, car le furfural est un matériau coûteux.

Face à cette problématique, il est primordial de se demander comment optimiser la récupération du furfural dans le processus d'extraction.

La problématique

Comment on peut quantifier la consommation du furfural et quels sont les facteurs clés qui influencent la perte de furfural dans l'unité d'extraction et comment peuvent-ils être maîtrisés ?

IV.C.1 Récupération du solvant dans l'extrait et de raffinat mixte

Dans l'unité 300, les mélanges d'extrait mixte et de raffinat mixte sont acheminés à travers différentes colonnes de récupération de solvant. À chaque colonne, une fraction de la quantité totale de solvant est récupérée en fonction du taux de récupération de cette colonne spécifique, tandis que le reste du furfural est utilisé par l'unité.

Cela signifie que chaque colonne de récupération de solvant a un taux de récupération spécifique, indiquant la quantité de solvant qu'elle est capable de récupérer efficacement. La quantité de furfural récupérée dépendra donc de ces taux de récupération individuels.

Il est essentiel de souligner que les perturbations dans le fonctionnement des équipements ont un impact significatif sur le taux de récupération du solvant dans les colonnes

a. Cas désigne

Le tableau IV.C.1 représente des taux de récupération du solvant pour chaque colonne spécifique selon le désigne.

Tableau IV.C.1 : Récupération de solvant pour chaque colonne (cas désigne)

	Récupération phase extrait mixte (%)				Récupération phase raffinat mixte%	
	C.303B	C.303A	C.304B	C.304A	C.305B	C.305A
SAE30	43,1	48,05	4,134	0,7	3,6	0,349
BS	43,3	48	3,57	0,457	4,37	0,255
SPO	41.55	46.515	6.33	2.48	2.7	0.37

Calcul de solvant non récupéré (cas désigne) :

$$\% \text{ solvant non récupéré} = 100\% - \text{totale de solvant récupéré dans les colonne}(\%) \quad (\text{IV.C 1})$$

Pour SAE30 :

$$\% \text{ solvant non récupéré} = 100 - (43.1 + 48.05 + 4.134 + 0.7 + 3.6 + 0.349) = 0.067\%$$

Pour le BS :

$$\text{solvant non récupéré} = 100 - (43.3 + 48 + 3.57 + 0.457 + 4.37 + 0.255) = 0.048\%$$

b. Cas réel

Tableau IV.C.2 : Récupération de solvant pour chaque colonne (cas réel)

	Récupération phase extrait mixte (%)				Récupération phase raffinat mixte %	
	C.303B	C.303A	C.304B	C.304A	C.305B	C.305A
SAE30	44.55	48.64	3.1	0.39	2.98	0.3
BS	45.59	47.63	2.13	0.37	4.1	0.141
SPO	41.8	4.99	7.1	1.19	5.28	0.62

Calcul de solvant non récupéré :

$$\% \text{ solvant non récupéré} = 100\% - \text{totale de solvant récupéré dans les colonne}(\%)$$

Pour SAE30 :

$$\% \text{ solvant non récupéré} = 100 - (44.55 + 48.64 + 3.1 + 0.39 + 2.98 + 0.3) = 0.04\%$$

Pour le BS :

$$\text{solvant non récupéré} = 100 - (45.59 + 47.63 + 2.13 + 0.37 + 4.1 + 0.157) = 0.039\%$$

IV.C.2 Comparaison entre le cas désigné et le cas réel

Tableau IV.C.3 : Solvant récupéré dans chaque grade

	Solvant non récupérée (%) (cas design)	Solvant non récupérée (%) (cas réel)
SAE30	0,067	0.04
BS	0,048	0.039
SPO	0.055	3.02

IV.C.3 Consommation du furfural

Pour calculer la consommation de solvant en kilogrammes par tonne de charge traitée, il est nécessaire de déterminer d'abord les débits de charge et de solvant entrant dans le RDC, ainsi que le pourcentage de solvant non récupéré à la fin de l'opération. La consommation du solvant est calculée par l'équation suivante :

$$\text{consommation de solvant} = \frac{\text{débit de solvant consommé en kg/h}}{\text{débit de charge traité en tonne/h}} \quad (\text{IV.C 2})$$

a. Cas design

Prenant le DAO comme charge :

D'après le résultat précédent le débit de solvant consommé calculé par la relation suivante :

$$Q_s \text{ consommé} = \frac{Q_s * \% \text{ solvant non récupéré}}{100} \quad (\text{IV.C 3})$$

$$Q_s \text{ consommé} = \frac{131074 * 0.048}{100} = 62.915 \text{ kg/}$$

$$\text{consommation de solvant} = \frac{62.91552}{25.057} = 2.51 \text{ kg}_{\text{sol}}/\text{tonne}_{\text{char}}$$

b. Cas réel

Prenant DAO comme charge

$$Q_s \text{ consommé} = \frac{(73512 * 0.039)}{100} = 28.669 \text{ kg/h}$$

$$\text{consommation de solvant} = \frac{28.669}{24.85111} = 1.154 \text{ kg}_{\text{sol}}/\text{tonne}_{\text{char}}$$

Tableau IV.C.4 : Consommation du solvant pour le SAE30 et le BS (cas design)

Grade d'huile	SAE30		BS		SPO	
	Cas design	Cas réel	Cas design	Cas réel	Cas design	Cas réel
Solvant vers RDC (kg/h)	131021	59240	131074	73512	129897	69220
Charge vers RDC (kg/h)	34650	19800	25057	24851.11	28359	30900
% de solvant récupéré	0.067	0.04	0.048	0.039	0.055	3.02
Consommation (kg _{sol} /tonne _{char})	2,53	1.2	2,51	1.154	2.51	67.65

Interprétation des résultats

Il est important de souligner que cette perte de solvant dans le processus d'extraction par solvant peut être attribuée à plusieurs facteurs :

- Quantité de solvant dans le mélange extrait final et raffinat final

- Quantité de solvant mélangée à l'eau sortant de la colonne azéotropique. L'eau qui sort de la colonne azéotropique peut contenir une certaine quantité de solvant qui est directement évacuée vers les égouts.
- Perte de solvant sous forme de coke : Le paramètre le plus important de perte de solvant est souvent dû à la dégradation chimique du furfural. Cette perte de solvant sous forme de coke est une cause significative de la consommation réelle plus élevée.

IV.C.4 Perte du furfural en raffinat et extrait

Pendant notre travail, nous avons surveillé la quantité de furfural présente dans l'extrait et le raffinat. Selon les normes de conception, la quantité de furfural ne doit pas dépasser 100 ppm dans l'extrait et 50 ppm dans le raffinat.

Le tableau IV.C.5 illustre les variations de la teneur en furfural dans ces deux produits du 09 mai au 1^{er} juin 2023

Tableau IV.C.5 : Les variations de la teneur en furfural dans le raffinat et l'extrait

les jours	teneur en raffinat	teneur en extrait
09-mai	24,09	64,33
11-mai	45,21	65,23
14-mai	21,52	39,4
18-mai	22,58	49,36
21-mai	12,42	21,88
23-mai	15,15	26,33
25-mai	14,15	24,92
28-mai	48,2	50,22
30-mai	25,59	48,74
01-juin	49,67	20,36

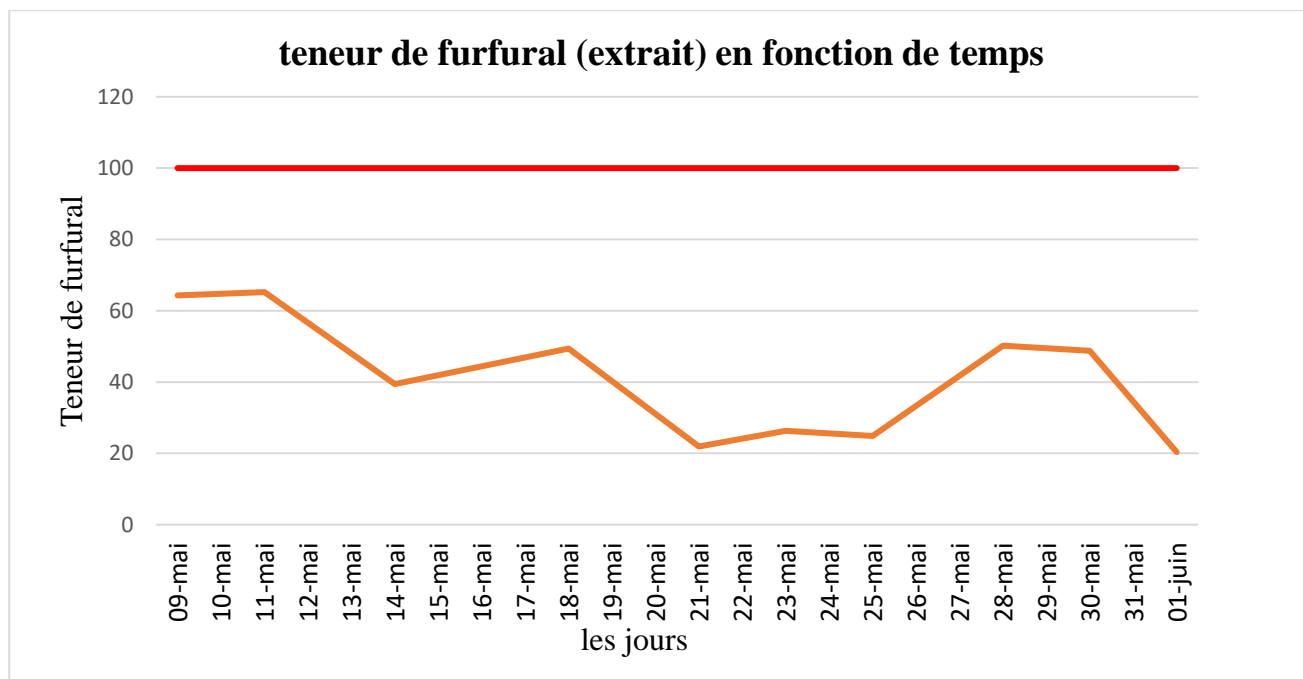


Figure IV. 9 : Teneur du furfural dans l'extrait

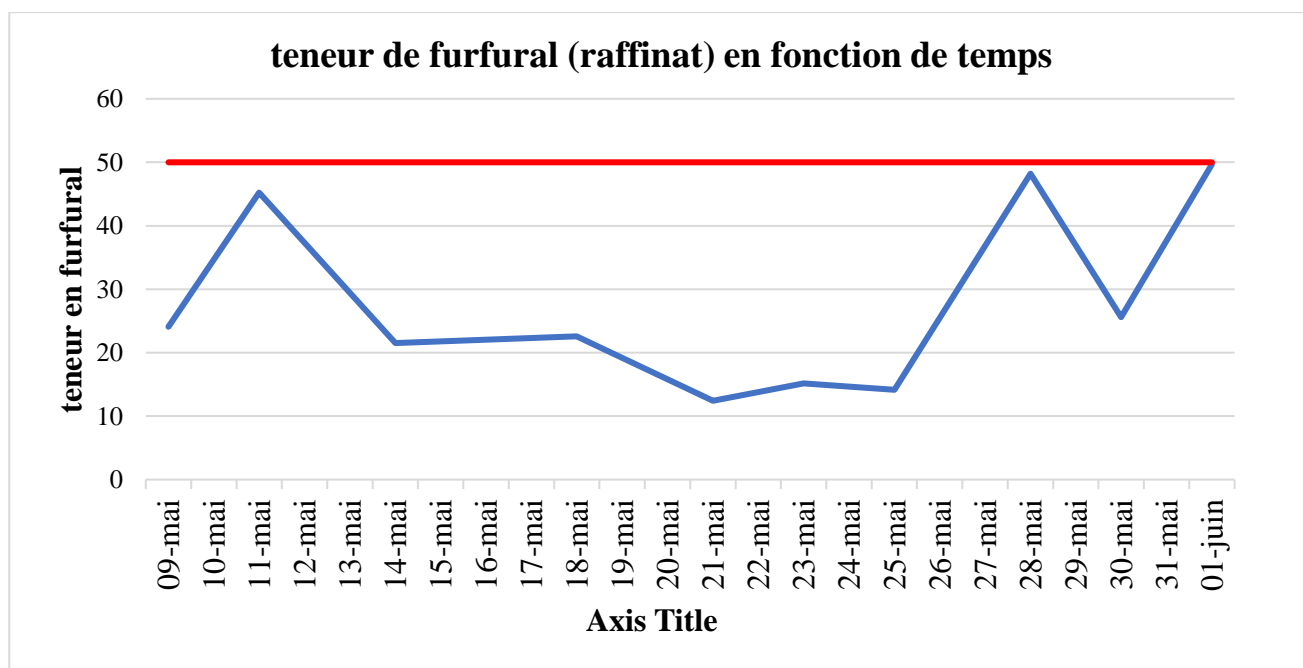


Figure IV. 10 : Teneur de furfural dans le raffinat

Interprétation des résultats

En analysant les résultats du Tableau IV.9 et des figures IV.10 et IV.9 nous observons que la concentration de furfural varie entre 12.42 et 49,67 ppm dans le raffinat, et entre 20,36 et 65,23 ppm dans l'extrait. En comparant ces valeurs avec les spécifications de conception, nous constatons que la colonne respecte les normes de conception

IV.C.5 Perte par oxydation de l'aire

Lorsqu'il est exposé à l'air, le furfural subit une oxydation facile, entraînant la formation d'un mélange d'acides et conduisant finalement à la formation de coke.

Cette dégradation du furfural en acides peut entraîner la corrosion des équipements. Afin de prévenir cette oxydation et la formation d'acides, une mesure préventive est mise en place dans le système. Du MEA est injecté dans le ballon D.301

Selon les spécifications de conception, la quantité d'acides présente dans le furfural ne doit pas dépasser 0,15 mg KOH/mL. C'est pourquoi la mesure de l'acidité est utilisée pour s'assurer que les niveaux d'acidité du furfural restent dans les limites acceptables.

Durant notre travail, nous avons fait un suivi au niveau de laboratoire de l'acidité du furfural dans la colonne C306 (voir figure IV.11).

Tableau IV.C.6 : L'acidité en (mg KOH/ml) dans la colonne C306

les jours	Acidité (mg KOH/ml) (C306)
02-mai	0,064
04-mai	0,0653
07-mai	0,0773
09-mai	0,0765
11-mai	0,0435
14-mai	0,038
16-mai	0,036
18-mai	0,039
21-mai	0,032
23-mai	0,026
25-mai	0,097
28-mai	0,099
30-mai	0,096
01-juin	0,093

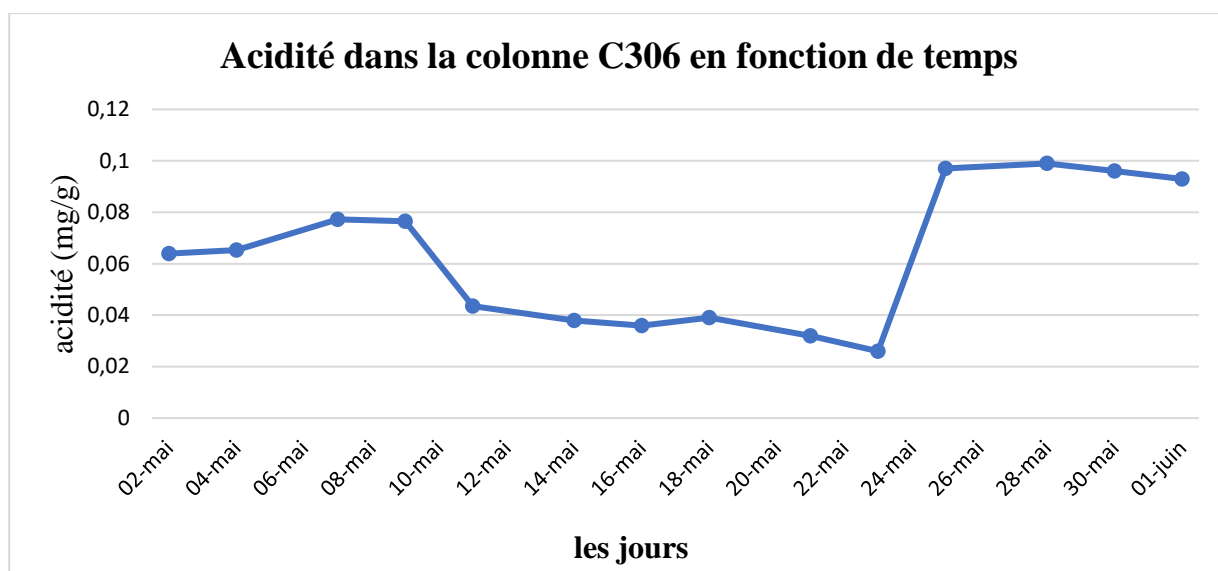


Figure IV. 11 : L'acidité dans la colonne C306

Interprétation

Selon la valeur de l'acidité du design mentionnée précédemment (0,15 mg KOH/mL) qu'on ne doit pas la dépasser, et d'après ces résultats déterminés au niveau de laboratoire, on constate que, l'acidité de la colonne C.306 respecte les normes du constructeur.

IV.C.6 Perte par décomposition thermique

Ce point mérite une attention particulière. En ce qui concerne l'accent des oxydants, certains agents inhibiteurs tels que les amines peuvent le protéger au le protéger au stockage mais leur emploi est difficile dans une unité en opération.

Des métaux tels que le cuivre accélèrent le processus d'oxydation conduit à la formation d'acides. Sous l'action des acides, le furfural est détruit en formant des résines ; la vitesse de ce processus est proportionnelle à la concentration en ion d'hydrogène.

Le furfural a tendance à se décomposé également sous l'action de température. A 230°C, 5% sont décomposé en 80 heures. Au-delà de cette température, la décomposition devient exponentielle avec formation de résines insoluble dans les aromatiques.

IV.C.7 Optimisation des pertes de furfural

Dans le but d'optimiser l'utilisation du furfural, il est essentiel de trouver des solutions pour réduire les pertes associées à sa dégradation thermique et à la formation de coke.

a. Désaération de la charge

Il est essentiel d'effectuer une désaération adéquate de la charge en éliminant soigneusement l'air avant son contact avec le solvant. Cela implique de créer un vide optimal dans les désaérateurs afin d'éliminer tout excès d'oxygène.

b. L'acidité du furfural dans l'unité

L'acidité du furfural doit être maintenue à une valeur très faible car les acides sont des catalyseurs d'oxydation. Cette opération est réalisée par addition de MEA afin de neutraliser le milieu.

c. Elimination de l'eau

La présence d'humidité peut accélérer la dégradation du furfural, ce qui entraîne des pertes plus importantes. Par conséquent, il est essentiel de veiller à ce que le solvant soit soigneusement séché afin de réduire au maximum la teneur en humidité.

d. Diminution de la température des parois dans les fours

Il est important de veiller à ne pas trop monter la température du four .L'augmentation de cette température n'améliore que très temporairement l'efficacité de l'appareil, elle favorise l'encrassement par décomposition du furfural.

Conclusion

En conclusion de cette étude sur la consommation, la récupération et les pertes du furfural, plusieurs points importants ont été identifiés. Tout d'abord, il a été constaté que la consommation réelle de furfural était plus élevée que la consommation prévue, ce qui soulève des préoccupations en termes d'efficacité et de coûts. En outre, des pertes significatives de furfural ont été observées, à la fois dans le raffinat et l'extrait et lors du processus d'oxydation et de décomposition thermique.

Conclusion générale

Conclusion générale

Au cours de notre projet de fin d'études réalisé à la raffinerie d'Arzew, nous avons été confrontés à la réalité complexe de l'industrie. Nous avons pu mettre en pratique nos connaissances théoriques acquises tout au long de nos études pour résoudre des problèmes concrets.

Malgré la brièveté de la période allouée et la difficulté de recueillir les informations et les données nécessaires, notamment lors de notre stage dans l'unité 300 zone 5, mais nous avons profité de cette expérience enrichissante pour approfondir notre compréhension du monde industriel.

En conclusion générale, notre étude approfondie de l'unité d'extraction des aromatiques a été complète, couvrant toutes les étapes, du calcul de l'extracteur au bilan de matière et au dimensionnement de la colonne (RDC). Nous avons ensuite suivi les paramètres de fonctionnement de l'extraction et avons identifié plusieurs points clés :

- ❖ Les températures de sommet et de fond ont été conformes aux exigences thermiques, assurant ainsi des conditions appropriées pour l'extraction des aromatiques.
- ❖ Une diminution du taux de solvant réel et de la quantité de charge traitée, ce qui suggère une sous-utilisation de l'unité. La situation présente des avantages économiques en termes d'économie de solvant.
- ❖ Le graphe de rendement a révélé une variabilité significative, soulignant la nécessité d'optimiser les paramètres opératoires pour maximiser le rendement global du processus d'extraction des aromatiques. De même, l'histogramme des densités a confirmé une extraction sélective réussie des aromatiques.

Dans notre problématique axée sur la consommation, la récupération et les pertes du furfural, nous avons identifié plusieurs points importants nécessitant une attention particulière. Afin d'optimiser la consommation de furfural, des mesures doivent être prises pour minimiser les pertes, notamment en contrôlant la décomposition thermique et en favorisant la récupération efficace du solvant.

Notre étude complète de l'unité d'extraction des aromatiques nous a permis de mettre en évidence à la fois les performances conformes aux attentes et les aspects nécessitant une optimisation continue.

À terme, le stage était très bénéfique pour l'application de nos connaissances théoriques, surtout dans le domaine des huiles.

Recommandation

Pour éviter la dégradation thermique du furfural pendant le processus d'extraction, voici quelques recommandations :

- **Utilisation des additifs stabilisants**

Certains additifs peuvent être ajoutés au furfural pour stabiliser sa composition chimique et minimiser la dégradation thermique.

- **Inhibiteurs de dégradation**

Certains composés chimiques, tels que le toluhydroquinone (THQ) et le butylated hydroxytoluène (BHT), sont connus pour leur capacité à inhiber la dégradation du furfural. Ils agissent en neutralisant les radicaux libres formés lors de la réaction de dégradation, ce qui contribue à préserver l'intégrité du solvant

- **Agents de passivation**

les phosphates, peuvent être utilisés comme agents de passivation pour réduire les réactions de dégradation du furfural à des températures élevées. Ils forment une couche protectrice sur les surfaces métalliques en contact avec le solvant, empêchant ainsi les réactions indésirables.

- **Optimisation de temps de séjour**

Un temps de séjour prolongé dans les colonnes d'extraction peut augmenter les risques de dégradation thermique du furfural. Il est important d'optimiser le temps de séjour du solvant dans les colonnes en fonction des caractéristiques spécifiques du système d'extraction, en veillant à ce qu'il soit suffisant pour une extraction efficace, mais pas excessivement long pour éviter la dégradation du furfural.

- **Stockage de furfural**

Les récipients contenant du furfural seront stockés dans des locaux bien ventilés à l'abri de la lumière et toutes sources d'ignition et de chaleur.

Le sol sera incombustible et fermera une cuvette afin qu'en cas de débris le liquide ne puisse se répandre en dehors. il est interdit de fumer

Bibliographie

Référence bibliographique

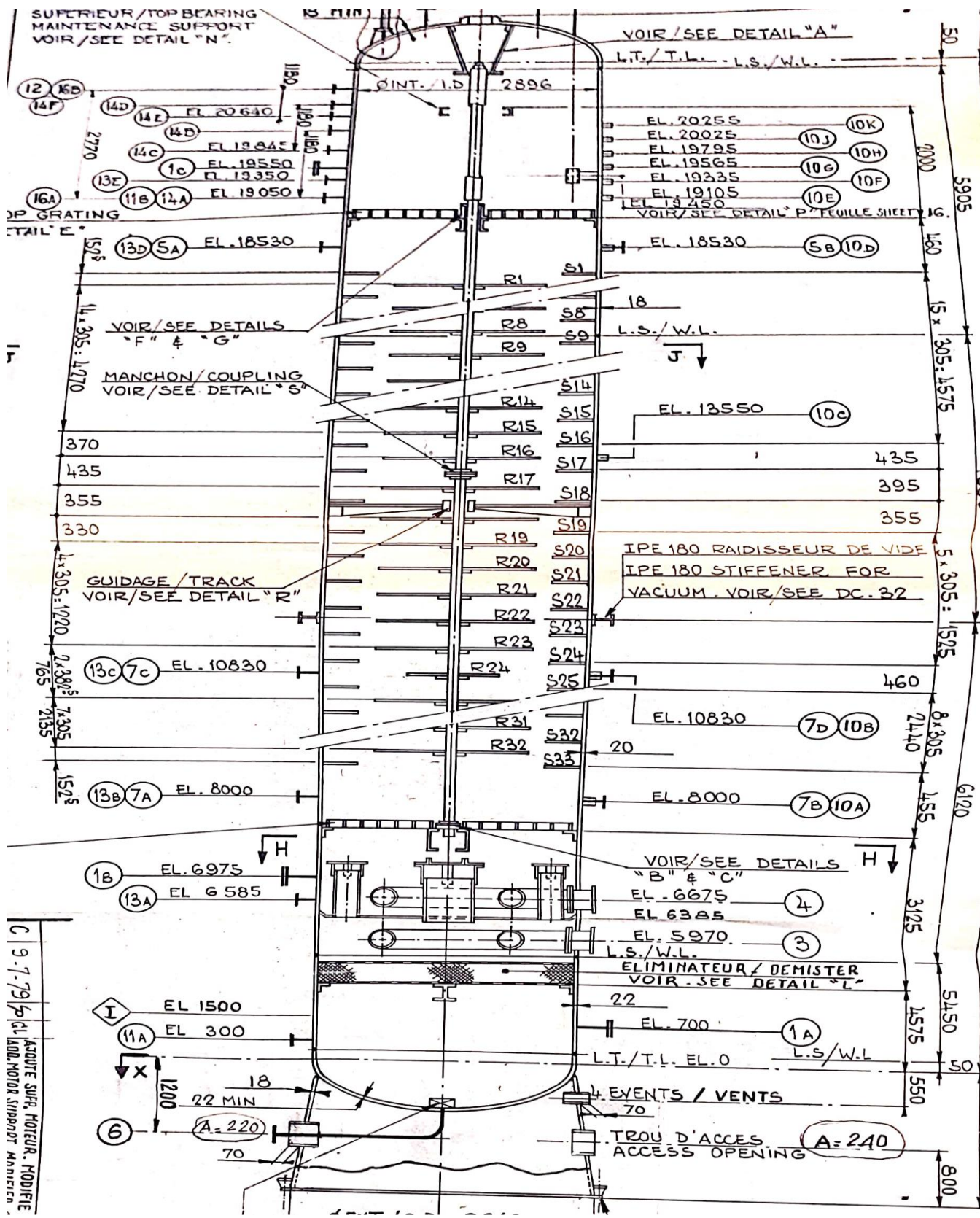
Références bibliographiques :

- [1] : Xavier Normand, A Treil, *"l'industrie du raffinage du pétrole"*, Tome 2, Editions TECHNIP, p-342, 1978
- [2] : Izza Hidaya, *"Contribution à l'étude de l'extraction par solvant des aromatiques en vue de l'obtention des huiles lubrifiantes"*, p-189, thèse de doctorat, université Kasdi Merbah-Ouargla, Algérie, Janvier 2017
- [3] : Manuel opératoire de HB3.
- [4] : I. Benchenni, B. Sayah, *"Etude comparative lors de récupération du raffinat d'extraction des aromatiques des huiles de bases sur le 'Grade SAE 30'"*, p-60, mémoire fin d'étude pour obtention du diplôme de master en GP-GC, université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, Algérie, juillet 2019.
- [5] : Rapport de stage, Raffinerie RA1Z, Arzew, Algérie, p-27, 2021.
- [6] : Directive 2005/69/CE du Parlement européen et du Conseil du 16 novembre 2005 relative aux mesures à prendre contre la pollution de l'environnement marin par les navires (JO L 327 du 22.11.2005, p. 1-22) consulté le 14/03/2023
- [7] : Règlement (CE) n° 1907/2006 du Parlement européen et du Conseil du 18 décembre 2006 concernant l'enregistrement, l'évaluation et l'autorisation des substances chimiques, ainsi que les restrictions applicables à ces substances (REACH), établissant une agence européenne des produits chimiques, modifiant la directive 1999/45/CE et abrogeant le règlement (CEE) n° 793/93 du Conseil et le règlement (CE) n° 1488/94 de la Commission ainsi que la directive 76/769/CEE du Conseil et les directives 91/155/CEE, 93/67/CEE, 93/105/CE et 2000/21/CE de la Commission (JO L 396 du 30.12.2006, p. 1-849) consulté le 14/03/2023
- [8] : Environmental Protection Agency (EPA), États-Unis, *"Contrôle des émissions des moteurs diesel hors route"* ; Normes d'émissions de Niveau 3, Federal Register, vol. 75, no. 129, pp. 39217-39495, 2010.
- [9] : ISO 20884: Petroleum Product - *"Determination of aromatic hydrocarbon types in middle distillates - High performance liquid chromatography method with refractive index detection"*, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 2008.
- [10] : Gérard Cote, *"extraction liquide-liquide"*, technique de l'ingénieur, 10 juin 2017.

Référence bibliographique

- [11] : Afren Amira, "*Etude expérimentale de l'effet de sel MgCl₂ sur l'équilibre Liquide-liquide du système binaire Eau+Butanone*", p-53, mémoire fin d'étude – diplôme de master en génie des procédés, Université Mohamed Khider Biskra, juillet 2019.
- [12] : René Rhode, "*Extraction liquide-liquide*" [En ligne], page-3, 1998. consulté le 14/03/2023
- [13]: KIRK-OTHMER - Encyclopaedia of chemical technology[online], 4 éd, John Wileyand sons New York.Base de données HSDB. Hamilton, Centre Canadien d'Hygiène et de Sécurité, 2003. Consultable sur le site toxnet.nlm.nih.gov e pp. 160-164, 1991.
- [14]: **IUCLID** Dataset - N,N-Dimethylacetamide. Européen Commission - Européen Chemicals Bureau, 2000. Consultable sur le site ecb.jrc.it consulté le 14/03/2023
- [15] : Pierre WUITHIEUR, "*raffinage et génie chimie*", Tome 1, Editions TECHNIP, P199-200,1972
- [16] : Jean Pierre WAUQUIRE, "*procédé de séparation*", Tome 2, Editions TECHNIP, P199-200,1998

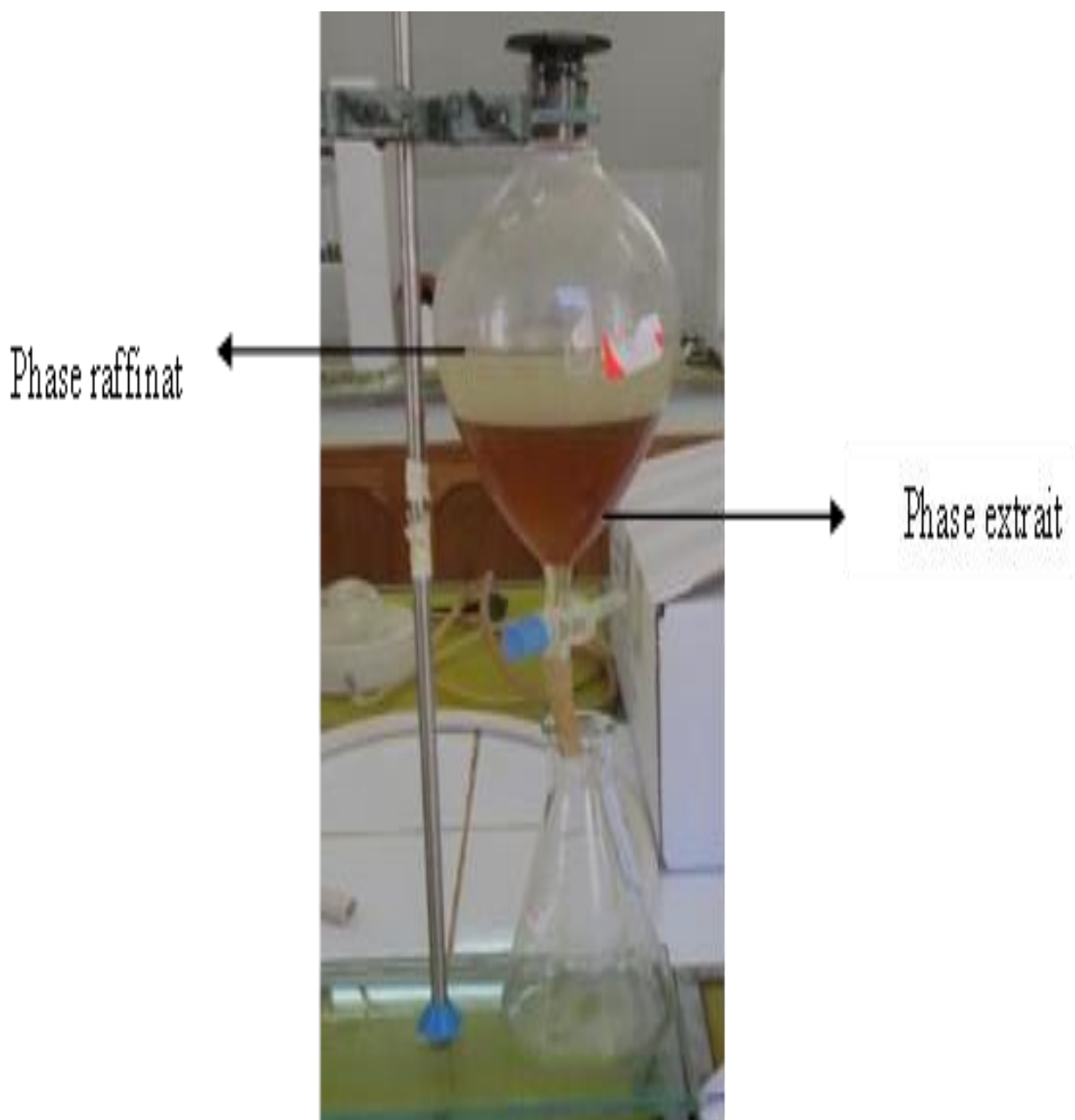
Annexe 1 : fiche technique du la colonne C302 RDC



Annexe 2 : Décantation des phases

La décantation s'effectue au cours d'une heure de temps afin d'atteindre l'équilibre. Après cela on sépare la couche inférieure (phase d'extrait) dans un matras et la couche supérieure (phase de raffinat) dans l'autre matras. Toutes les deux solutions sont pesées.

La séparation de solvant à partir de chaque solution est effectuée soit par distillation sous vide ou par le lavage.



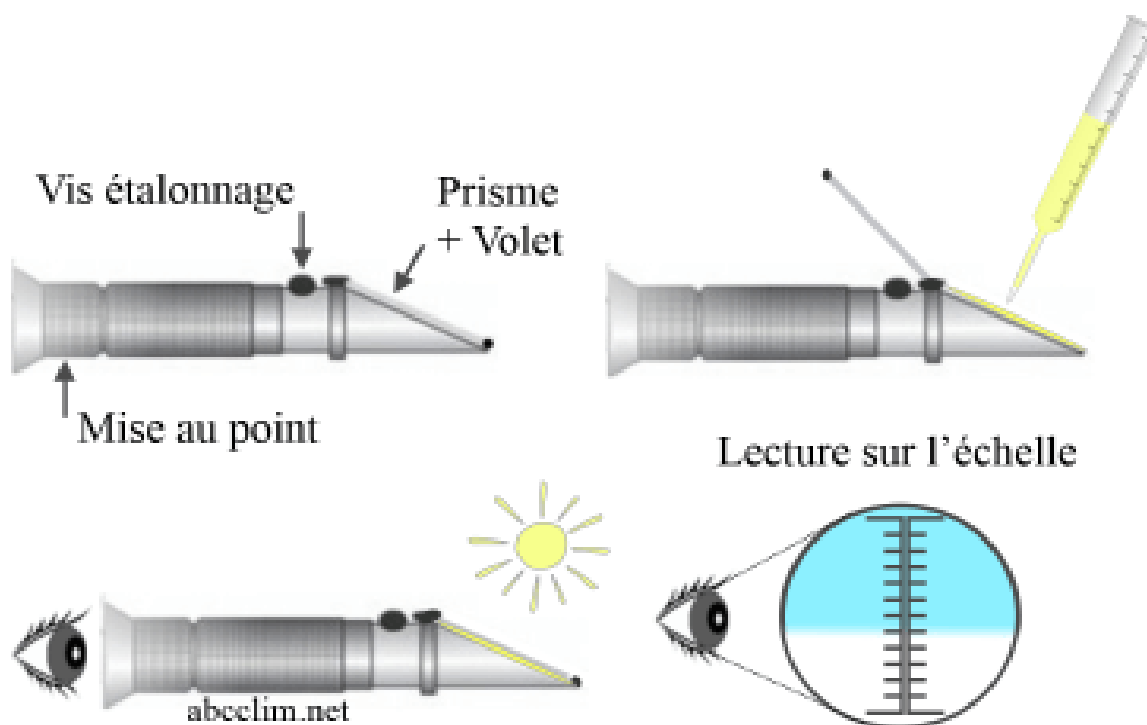
Annexe 3 : Mesure de l'indice de réfraction

Résumé de la méthode

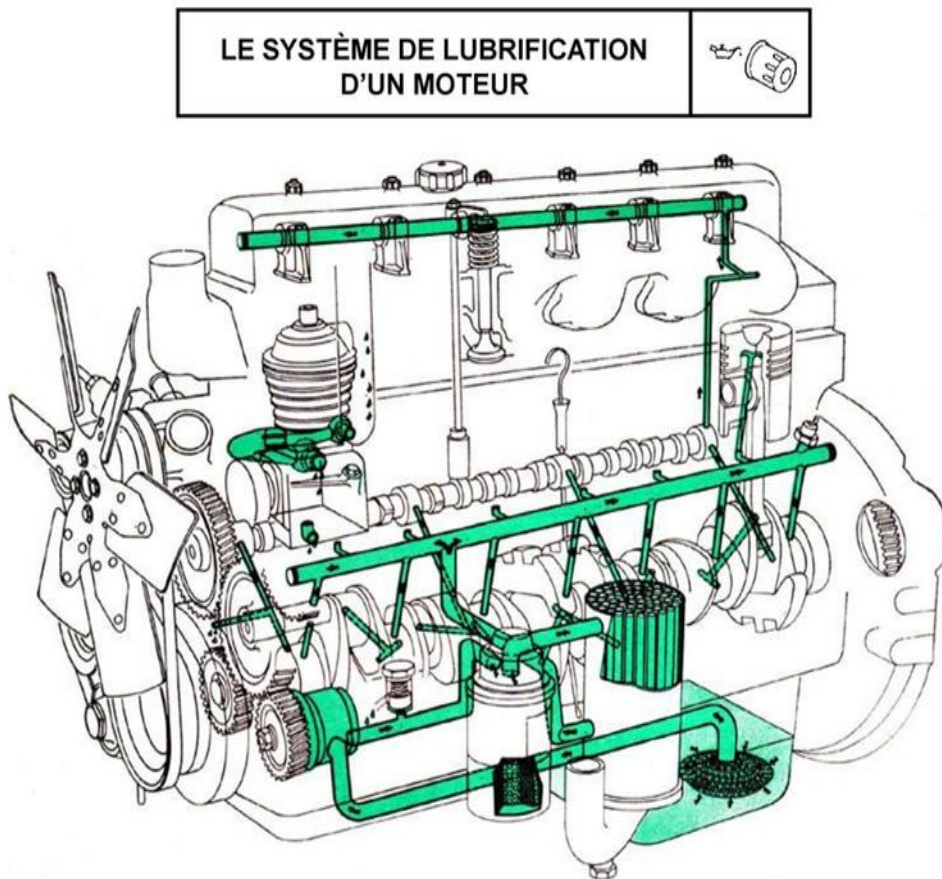
L'indice de réfraction est mesuré par la méthode de l'angle critique à l'aide d'un réfractomètre de précision Bauch & Lomb utilisant une lumière monochromatique. L'instrument est préalablement ajusté à l'aide d'une norme de référence solide et les valeurs observées sont corrigées, si nécessaire, par un étalonnage obtenu avec des étalons liquides certifiés.

Appareillage

- ❖ Réfractomètre
 - ❖ Thermostat et pompe de circulation Capable de maintenir la température du prisme indiquée constante à $\pm 0,04^{\circ}\text{F}$ ($\pm 0,02^{\circ}\text{C}$) de la température de test souhaitée. Le liquide de réglage thermique doit passer le thermomètre en quittant l'assemblage du prisme, et non en y pénétrant.
 - ❖ Thermomètre - Thermomètre de viscosité Saybolt ASTM 17 ou 17°C , respectivement, conforme aux exigences de la spécification ASTM E1 pour les thermomètres ASTM.
- 4- Sources de lumière

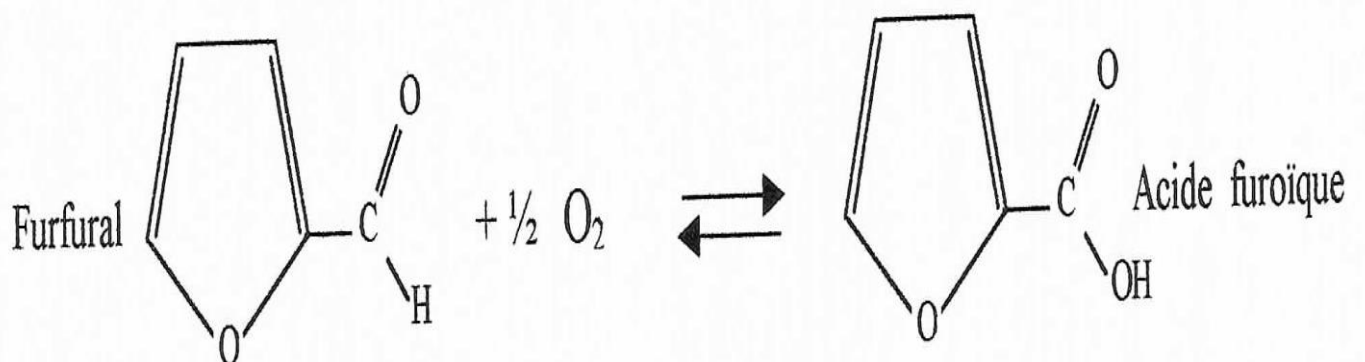


Annexe 4 : circuit de lubrification dans le moteur



Annexe 5 : oxydation directe du furfural

Réaction d'oxydation direct du furfural oxygène :



Annexes

Annexe 6 : Teneur du furfural dans l'extrait et raffinat pendent 2 mois

les jours	raffinat	extrait
13-avr	19,3	26,35
16-avr	19,94	24,21
18-avr	21,09	13,65
23-avr	15,23	19,33
25-avr	16,26	23,66
27-avr	9,62	19,8
02-mai	12,27	42,21
04-mai	15,65	40,35
07-mai	23,2	65,54
09-mai	24,09	64,33
11-mai	45,21	65,23
14-mai	21,52	39,4
18-mai	22,58	49,36
21-mai	12,42	21,88
23-mai	15,15	26,33
25-mai	14,15	24,92
28-mai	48,2	50,22
30-mai	25,59	48,74
01-juin	49,67	20,36