

Conception d'un Distillateur Sous Vide De Laboratoire

Application en Distillation des Huiles Usagées

Vahatriniaina RAMANANARIVONY¹, Marie Hanitriniaina RATSIMBA¹, Rijalalaina RAKOTOSAONA¹

¹Ingénierie des Matériaux et des Matières Premières, École Doctorale en Sciences et Techniques de L'Ingénierie et de l'Innovation, Antananarivo, Madagascar



Abstract – The main objective of this research work is to create a distiller vacuum packed in a laboratory to separate the different constituent of used oil in different petroleum section. The distiller is among the means of separation of mixture of substance fluid, or solid the highest used in the petroleum industry. The result of testing used oil applied in the laboratory is very satisfactory with the new apparatus. After doing the experiment, we obtained water, solvent, three petrol cuts and the residue of the distillation. These distillates and residues were analyzed in the laboratory to find the different physico-chemical characteristics of the latter. For that, this work consists in providing a solution to the problems of distillation and the recovery of used oils which are initially classified as hazardous and highly polluting waste on health and the environment. However, some experimentation more advanced about the automatic processing system as using a regulator of temperature programmed by «Arduino®» are the greatest benefit for this project.

Keywords – Design engineering, distillation, distiller vacuum packed, used oil, Arduino®

Résumé – L'objectif principal de cette recherche est de concevoir un distillateur sous vide de laboratoire pour séparer les différents constituants de l'huile de vidange en différentes coupes pétrolières. Les distillateurs sont parmi les moyens de séparation de mélange de substance liquide ou solide les plus utilisés dans les industries pétrolières. Les résultats des essais effectués sur l'huile de vidange au laboratoire sont très satisfaisants en utilisant ce nouvel appareil. Après avoir effectué l'expérience, nous avons obtenu de l'eau, du solvant, trois coupes pétrolières et du résidu de la distillation. Ces distillats et résidus ont été analysés au laboratoire pour trouver les différentes caractéristiques physico-chimiques de ces derniers.

Dans ce cas, ce travail consiste à apporter une solution aux problèmes de distillation et à la valorisation des huiles usagées qui sont classées initialement comme des déchets dangereux et très polluants sur la santé et sur l'environnement. Toutefois, des expérimentations plus poussées sur les systèmes d'automatisation comme l'utilisation d'un régulateur de température programmé par «Arduino®» seraient un grand atout pour ce projet.

Mots clés – Conception, distillation, distillateur sous vide, huiles usagées, Arduino®.

I. INTRODUCTION

La distillation permet, en exploitant les différences de volatilité des constituants d'un mélange, la séparation ou le fractionnement de ces constituants en fonction de leur température d'ébullition. La simplicité du procédé de distillation et son prix de revient en font une opération de base dans les processus d'obtention des produits chimiques et pétroliers. [1]

La distillation sous vide en est une variété. Elle est réservée au fonctionnement de produits contenant des hydrocarbures lourds dont les températures d'ébullition normales seraient au seuil du craquage. L'appareil à distiller est muni d'un tube latéral qui plonge dans la solution pour favoriser une ébullition régulière, il est relié à une pompe à vide. [13] La mise en pression réduite est très importante si on veut traiter des hydrocarbures lourds ou des bases lubrifiantes. En effet, le vide permet de réduire la température d'ébullition des composants du mélange, ce qui permet de récupérer plus de composés par distillation.

En effet, les matériels utilisés aux laboratoires de recherche sont tous presque en verre, ce qui n'est pas adapté à l'étude des huiles usagées. Ces huiles lubrifiantes usagées présentent un danger considérable pour l'environnement, ainsi que pour la santé de l'homme et des êtres vivants. D'après les statistiques, pour la ville d'Antananarivo, capitale de Madagascar, 682 500 L d'huile de vidange sont produites annuellement, et elles sont directement l'huile dans la nature. [18], or, ces déchets sont encore valorisables.

Dans les pays en développement comme Madagascar, ce procédé n'est pas encore très appliqué, mais en phase de recherche.

TSIRIMALALA T. N., en 2015 a déjà étudié la conception d'un appareil de distillation pour la production d'alcool [7], NIRINAHARISOA H. V., en 2008 a étudié la récupération des huiles de base et valorisation des sous-produits à partir de régénération des huiles usagées moteur [6].

Afin de contribuer à ces recherches, cette étude a pour objectif principal de concevoir un appareil de distillation sous vide en acier et à l'échelle laboratoire pour traiter les huiles de vidange et de faire en sorte que les coupes et résidus obtenus soient analysés au laboratoire pour savoir les caractéristiques physico-chimiques de ces derniers. En effet, les matériels utilisés aux laboratoires de recherche sont tous presque en verre, ce qui n'est pas adapté à l'étude des huiles usagées. Ces huiles lubrifiantes usagées présentent un danger considérable pour l'environnement, ainsi que pour la santé de l'homme et des êtres vivants. D'après les statistiques, pour la ville d'Antananarivo, capitale de Madagascar, 682 500 L d'huile de vidange sont produites annuellement, et elles sont directement l'huile dans la nature. [18]. Or, ces déchets sont encore valorisables.

II. MATÉRIELS ET MÉTHODES

Notre méthodologie comprend les étapes suivantes : conception et dimensionnement des différentes parties de l'appareillage, analyse physico-chimique de l'huile vidange à traiter, essais de distillation et l'analyse des produits obtenus.

2.1. Conception du distillateur sous vide

L'appareil de distillation sous vide est composé habituellement de quatre parties :

- un bouilleur : réservoir pour le mélange à distiller ;
- un tube de conduction vapeur ;
- un condenseur : pour condenser les vapeurs émises
- une pompe à vide

2.1.1 Dimensionnement du bouilleur

C'est un réservoir pour charger le mélange à distiller. Le choix de la capacité du bouilleur dépend de différents critères. La capacité du bouilleur est comprise entre 1 L et 5 L

$$1\text{ L} \leq C \leq 5\text{ L}.$$

Le bouilleur comprend une partie cylindrique et une partie conique (Figure 1).

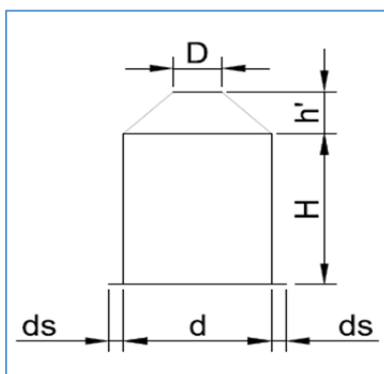


Fig. 1 : Schéma simplifié du bouilleur

Avec :

D : diamètre de la colonne de distillation

h : hauteur du cône

H : hauteur du bouilleur sur la partie cylindrique

d : diamètre du bouilleur

R : rayon du bouilleur

ds : débord de sécurité pour la réalisation de l'assemblage du fond du bouilleur

Il faut déterminer les expressions des volumes de chaque élément pour avoir les dimensions exactes du bouilleur.

Le volume du cylindre est :

$$v = \frac{\pi d^2}{4} \cdot H \quad (1)$$

Et le volume du cône est :

$$v' = \frac{\pi R^2 h'}{3} \quad (2)$$

Donc le volume du bouilleur est donné par :

$$V = v + v' \quad (3)$$

$$V = \frac{\pi d^2}{4} \cdot H + \frac{\pi R^2 h'}{3} \quad (4)$$

Un dispositif de prise température est conçu sur la surface latérale du bouilleur pour permettre le suivi de la distillation.

2.1.2 Dimensionnement de la colonne de distillation

La longueur de la colonne de distillation doit-être proportionnelle à son diamètre. Si cette hauteur est élevée, il est très difficile de faire sortir les vapeurs, car il existe pas mal de perte thermique au niveau de la colonne

Dans une première approche, nous allons choisir une colonne à plateaux perforés. Un plateau perforé est un disque percé de petits trous pour le passage des vapeurs montantes et muni d'un déversoir (un trop-plein) pour permettre l'écoulement par gravité de la phase liquide.

L'épaisseur d'un plateau dépend de la résistance mécanique nécessaire au bon fonctionnement de la colonne (masse du liquide, force de gravité). Elle n'a pas d'influence sur les pertes de pression, mais elle joue un rôle sur la dispersion de la phase gaz.

Généralement l'épaisseur des plateaux perforés est proportionnelle au diamètre des trous.

➔ Estimation du diamètre de la colonne

La vitesse de la vapeur est la grandeur qui va déterminer le diamètre de la colonne.

La valeur optimale de la vitesse doit se situer en dessous de la valeur pour laquelle on aurait engorgement. La vitesse de la vapeur à l'engorgement, U_F , peut se calculer avec la corrélation de FAIR [13]:

$$U_F = C \left(\frac{\rho_L - \rho_V}{\rho_V} \right)^{0,5} \quad (5)$$

Avec ρ_V, ρ_L : Masses volumiques de la vapeur et du liquide

Et $C = F_{ST} \cdot F_F \cdot F_{HA} \cdot C_F$

$$F_{st} = \left(\frac{\sigma}{20}\right)^{0.2}; \sigma = 0,3 : \text{tension de surface [dynes/cm]} :$$

F_F : Facteur de moussage ≤ 1

F_{HA} : Facteur correctif pour l'aire des trous

$C_F = 0,2$: Facteur déterminé en fonction de F_{LV}

$$\text{Si } \frac{A_h}{A_a} \geq 0.10 \text{ on a : } F_{HA} = 1$$

A_h : Aire des trous disponibles pour la vapeur

A_a : Aire active du plateau

$$\text{Si } 0.06 \leq \frac{A_h}{A_a} \leq 0.10 \text{ on a : } F_{HA} = 5 \left(\frac{A_h}{A_a}\right) + 0.5$$

$$A_a \text{ Aire active du plateau} = \text{aire totale}(A) - \text{aire du deversoir} (A_d)$$

La vitesse d'engorgement étant déterminée, on choisit en général d'opérer à 85% des conditions d'engorgement. Le diamètre de la colonne s'obtient alors en reliant le débit molaire de vapeur (V) à la vitesse choisie (soit $0.85U_F$) et à la section active ($A - A_d$)

On a alors :

$$V = (0.85U_F)(A - A_d) \frac{\rho_v}{M_v} \quad (6)$$

$$V = (0.85U_F)A \left(1 - \frac{A_d}{A}\right) \frac{\rho_v}{M_v} \quad (7)$$

Avec :

$$A = \frac{\pi D^2}{4} : \text{Aire totale et } A_d : \text{aire du déversoir}$$

OLIVIER [13] suggère les valeurs suivantes du rapport $\frac{A_d}{A}$: en fonction de paramètre F_{LV} .

Pour $F_{LV} \leq 0.1$, on a: $\frac{A_d}{A} = 0.1$

$$- \text{ Pour } 0.1 \leq F_{LV} \leq 1, \text{ on a : } \frac{A_d}{A} = 0.1 + \frac{F_{LV}-0.1}{9}$$

$$- \text{ Pour } F_{LV} \geq 1, \text{ on a : } \frac{A_d}{A} = 0.2$$

$$F_{LV} = \left(\frac{L}{V}\right) \left(\frac{M_L}{M_V}\right) \left(\frac{\rho_V}{\rho_L}\right)^{0.5} \quad (8)$$

V, L : débits molaires de vapeur et de liquide

M_V, M_L : Masses molaires de la vapeur et du liquide

ρ_V, ρ_L : Masses volumiques de la vapeur et du liquide

Si le rapport $\frac{A_d}{A}$ est fixé, alors on obtient le diamètre de la colonne :

$$D = \sqrt{\frac{4.V.M_v}{0.85U_F\pi\left(1-\frac{A_d}{A}\right)\rho_v}} \quad (9)$$

2.1.3 Dimensionnement du condenseur

Le condenseur qu'on va choisir est un échangeur tubulaire simple, donc des calculs devront être effectués pour le dimensionnement ; celui de la surface d'échange de chaleur et de la longueur du tube et nous allons adopter la circulation à contre-courant

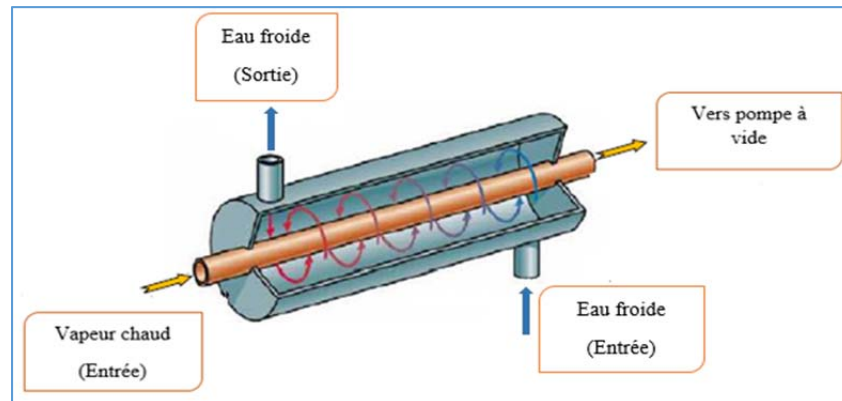


Fig. 2: Échangeur tubulaire simple

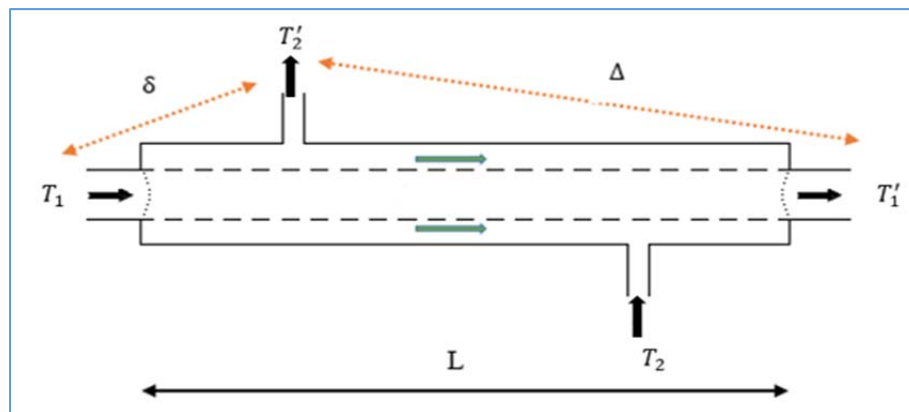


Fig. 3: Schéma de calcul du condenseur

→ Détermination des grandeurs physiques :

Pour notre cas, nous allons considérer deux fluides :

- Fluide 1 : vapeur d'huile lubrifiante
- Fluide 2 : eau

T_1 et T_1' désignent les températures de vapeur lubrifiante à l'entrée et à la sortie du condenseur

T_2 et T_2' désignent les températures d'entrée et sortie de l'eau de refroidissement

La température des deux fluides varie tout le long de l'échangeur. Donc la moyenne logarithmique des différences de température des fluides entre les extrémités :

$$\Delta_{Tm} = \frac{\delta - \Delta}{\ln \frac{\delta}{\Delta}} \quad (10)$$

Avec :

$$\delta = T_1 - T_2' \quad (11)$$

$$\Delta = T_1 - T_2 \quad (12)$$

D'où le flux de chaleur échangé entre les deux fluides :

$$\Phi_{\text{échangé}} = \dot{m}_2 \cdot C_{p2} \cdot (T_2' - T_2) \quad (13)$$

Avec m_2 : Débit de l'eau de refroidissement

C_{p2} : Chaleur spécifique de l'eau réfrigérante

La surface d'échange est donnée par :

$$S = \pi \cdot d \cdot L \quad (14)$$

Avec d : diamètre de la colonne et L : longueur du tube

Calcul du coefficient d'échange K :

On a :

$$\Phi_{\text{échangé}} = K \cdot S \cdot \Delta T_m \quad (15)$$

Alors :

$$K = \frac{\Phi_{\text{échangé}}}{S \cdot \Delta T_m} \quad (16)$$

Si on considère les pertes de charge, on passe par ce calcul :

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{h_1} + \frac{e}{\lambda} + \frac{1}{h_2} \quad (17)$$

Calcul des coefficients d'échange h_1 et h_2 :

h_1 : Coefficient d'échange externe (l'action de l'eau de refroidissement sur les tuyaux de l'acier inoxydable)

h_2 : Coefficient d'échange interne (le transfert de chaleur entre la vapeur et la paroi interne du tuyau)

Soit le nombre de PRANDTL :

$$Pr = \frac{c_p \cdot \mu}{\lambda} \quad (18)$$

$$Pr_1 = \frac{c_{p1} \cdot \mu_1}{\lambda_1} \quad (19)$$

$$Pr_2 = \frac{c_{p2} \cdot \mu_2}{\lambda_2} \quad (20)$$

Avec : Pr : nombre de PRANDTL

λ : Conductivité thermique de l'acier inoxydable : $\lambda = 15 \text{ W/m.K}$

λ_2 : Conductivité thermique de l'eau : $\lambda_2 = 0,6 \text{ W/m.K}$

λ_1 : Conductivité thermique des huiles lubrifiantes : $\lambda_1 = 0,14 \text{ W/m.K}$

C_p : Chaleur spécifique

C_{p1} : Chaleur spécifique des huiles lubrifiantes : $C_{p1} = 2120 \text{ J/kg/}^\circ\text{C} = 2,12 \text{ kJ/kg/}^\circ\text{C}$

C_{p2} : Chaleur spécifique de l'eau réfrigérante : $C_{p2} = 4180 \text{ J/kg/}^\circ\text{C} = 4,18 \text{ kJ/kg/}^\circ\text{C}$

$$\frac{h}{\lambda} Pr^{-1/3} = 234 \left(\frac{\rho \Delta P}{\mu^2} \right)^{0.3275} \quad (21)$$

$$\frac{h_1}{\lambda_1} Pr_1^{-1/3} = 234 \left(\frac{\rho_1 \Delta P_1}{\mu_1^2} \right)^{0.3275} \quad (22)$$

$$\frac{h_2}{\lambda_2} Pr_2^{-1/3} = 234 \left(\frac{\rho_2 \Delta P_2}{\mu_2^2} \right)^{0.3275} \quad (23)$$

Avec :

ρ : Masse volumique des fluides

ρ_1 : Masse volumique des huiles lubrifiantes : $\rho_1 = 909 \text{ kg.m}^{-3}$

ρ_2 : Masse volumique de l'eau : $\rho_2 = 1000 \text{ kg.m}^{-3}$

μ_2 : Viscosité de l'eau : $\mu_2 = 0,75 \text{ cP}$

μ_1 : Viscosité des huiles lubrifiantes : $\mu_1 = 4,5 \text{ cP}$

2.1.4 Dimensionnement de la pompe à vide

Comme le distillateur est sous vide, il doit être muni d'une pompe à vide. Un système de prise de vide ou pompe à vide a été alors conçu. Le vide que nous avons utilisé dans ce travail sera fourni par une trompe à eau.

2.1.5 Choix de la source de la chaleur

La source de chaleur est nécessaire pour chauffer le bouilleur et pour atteindre la température d'ébullition de chaque constituant du mélange à distiller. Dans ce travail, un réchaud électrique a été utilisé.



Fig. 4: Forme réelle de la source de chaleur suivie de l'isolateur thermique pour la colonne

2.1.6 Matériaux utilisés pour le distillateur sous vide

Les matériaux utilisés sont des tôles planes galvanisées, des tôles planes noires, des tubes serruriers, et des autres accessoires nécessaires pour les joints et les assemblages. Différentes machines ont été utilisées aussi : postes à soudure électrique et oxyacétylénique, guillotine, meuleuse d'angle, rouleuse, tour, perceuse et autres outillages électroportatifs.

Tableau 1 : Matériaux Utilisés Pour Le Bouilleur

Matériaux	Caractéristiques	Quantités
Tôle Plane Noire(TPN)	$e = 30/10^e$	1 pièce de 30*30 cm
Tôle Plane Noire(TPN)	$e = 20/10^e$	1 pièce de 80*100 cm
Tube serrurier	$\phi = 5\text{mm}$	1 pièce de 8 cm

Tableau 2 : Matériaux Utilisés Pour La Colonne De Distillation

Matériaux	Caractéristiques	Quantités
Tube galvanisée	$\phi = 40 \text{ mm}$	1 pièce de 40cm
Tube galvanisée	$\phi = 50 \text{ mm}$	1 pièce de 100cm
Tôle plane galvanisée(TPG)	$e = 15/10^e$	1 pièce de 40*40 cm
Tube serrurier	$\phi = 5 \text{ mm}$	1 pièce de 8 cm
Vanne	$\phi = 50 \text{ mm}$	1 pièce
Laine de verre pour tuyau calorifique	$e = 30 \text{ mm}$ $\phi = 50 \text{ mm et } L = 1 \text{ m}$	1 pièce
Bande adhésive	-	1 pièce
Téflon	-	1 pièce

Tableau 3 : Matériaux Utilisés Pour La Conduite De Vapeur Et Le Condenseur

Matériaux	Caractéristiques	Quantités
Tube inoxydable	$\phi = 25 \text{ mm}$	1 pièce de 35 cm
Tôle plane galvanisé(TPG)	$e = 15/10^e$	1 pièce de 20*20 cm
Tube galvanisée	$\phi = 25 \text{ mm}$	1 pièce de 15 cm
Tube galvanisée	$\phi = 50 \text{ mm}$	1 pièce de 35 cm
Tube serrurier	$\phi = 5 \text{ mm}$	2 pièces de 8 cm = 16cm

Tableau 4 : Matériaux Utilisés Pour La Pompe À Vide

Matériaux	Caractéristiques	Quantités
Tube galvanisée	$\phi = 25 \text{ mm}$	1 pièce de 35 cm
Tôle plane galvanisée (TPG)	$e = 15/10^e$	1 pièce de 10*10 cm
Tube galvanisée	$\phi = 30 \text{ mm}$	1 pièce de 20 cm
Tube serrurier	$\phi = 5 \text{ mm}$	1 pièce

2.2. Régulation de la température par « Arduino® »

Lors des mesures de température, des capteurs électriques sont utilisés. L'interface entre les capteurs et l'ordinateur est l'Arduino®. Nous avons utilisé des programmes que nous avons développés en langages Arduino® et Python pour enregistrer les températures.

- Les programmes en Arduino® permettent de récupérer et d'enregistrer les températures.
- Les programmes en Python permettent de tracer les courbes des températures en fonction du temps.

➤ Matériels utilisés pour la mesure de température

Les instruments de mesure de température utilisés sont les suivants :

- Thermocouple K,
- Amplificateur MAX31855,
- Câbles pour les liaisons,
- Plaque d'essai,

- Carte Arduino® et son câble d'alimentation 5V,
- Ordinateur

Une très faible différence de potentiel électrique apparaît entre les deux fils du thermocouple sous l'effet de la température.

Un module ou circuit d'interfaçage permet d'effectuer les tâches assez compliquées afin de pallier ces problèmes et d'intégrer le thermocouple sans trop de difficultés dans notre projet.

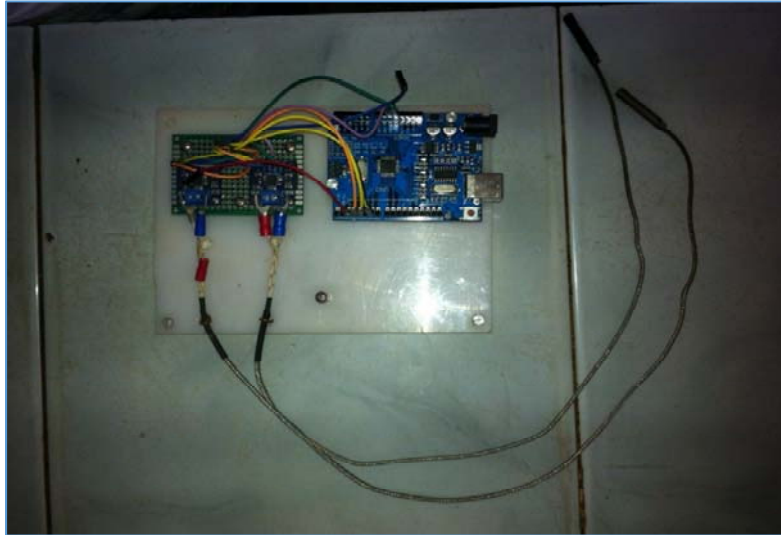


Fig. 5 : Montage du thermocouple K et des MAX31855

➤ Programme Arduino® pour la mesure de température

Les températures sont données par les deux thermocouples K branchés sur deux MAX31855. Les températures sont affichées ligne par ligne. Une température est reçue par seconde.

Le programme Arduino® pour lire les températures données par un thermocouple est décrit comme suit.

Au niveau de la partie déclarative :

- Appel de la librairie du MAX31855
- Déclaration des variables globales du programme
- Initialisation du thermocouple.

```
#include "Adafruit_MAX31855.h" //librairie du Adafruit MAX31855
//déclarer les variables et les broches utilisées
int thermoDO = 2; // Data Out
int thermoCS = 3; //Chip Select
int thermoCLK = 4; //Clock
// initialise le Thermocouple
Adafruit_MAX31855 thermocouple (thermoCLK, thermoCS, thermoDO);
```

Au niveau de la fonction d'initialisation setup () :

Ouverture de la liaison avec le port série et attente d'une seconde pour le démarrage de la liaison.

```
void setup()
{
  Serial.begin (9600) ;
  delay (1000) ;
}
```

Au niveau de la boucle principale, la fonction loop () :

Lecture et affichage de la température en degrés Celsius toutes les une seconde.

```
void loop ()
{
  Serial.print ("T1=") ;
  Serial.print ("T2=") ;
    Serial.print (tc2) ;
    Serial.print (tc1) ;
  //Serial.print("Internal Temp1 =");
  //Serial.println(thermocouple1. readCelsius ());
  //Serial.print ("Internal Temp2 = ");
  //Serial.println (thermocouple1. readCelsius ());

  //afficher la lecture en degrés Celsius

  delay (1000) ; //une mesure toutes les 1 seconde
}
```

Les températures seront ensuite enregistrées à l'aide du programme en Python que nous avons créé et la courbe résultante de la variation de température en fonction du temps peut être tracée en temps réel.

2.3. Caractérisation de l'huile de vidange et des produits de distillation obtenus

Nous avons utilisé de l'huile usagée moteur ARGINA XL 40. Des analyses spectrométriques ont été faites pour avoir les propriétés physiques (viscosité) et la compositions chimique (teneur en métaux, en contaminants, en additifs..)des huiles de vidange et des produits obtenus après la distillation. Les produits obtenus après la distillation sont aussi quantifiés.

2.4. Montage du distillateur sous vide et essais de traitement

Les étapes à suivre avant d'effectuer la distillation sont :

- ✓ Remplir la moitié du bouilleur par le mélange à distiller c'est-à-dire 1,8 L
- ✓ Mettre en place le joint en téflon suivi de la vanne de régulation de débit des vapeurs
- ✓ Placer les bandes adhésives suivies de la colonne à plateaux et la laine de verre
- ✓ Poser enfin la dernière portion comportant le condenseur et la pompe

Au cours de cette étude, nous avons fait deux expériences de distillation. Les températures d'apparition de la première goutte et des différentes coupes pétrolières obtenues par la distillation sous vide ont été bien suivies, grâce au programme Arduino.

III. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

3.1. Dimensionnement du bouilleur

En utilisant les matériaux locaux TPN et TPG, d'épaisseur maximum de 15/10e , et pour raison d'uniformité de chauffage, le diamètre du bouilleur doit être égal au diamètre du réchaud électrique, nous avons fixé le diamètre du bouilleur à 155 mm, et le volume correspondant est alors $V = 3709.059[cm^3] \approx 3.70 \text{ litres}$ (figures 2 et 3) .

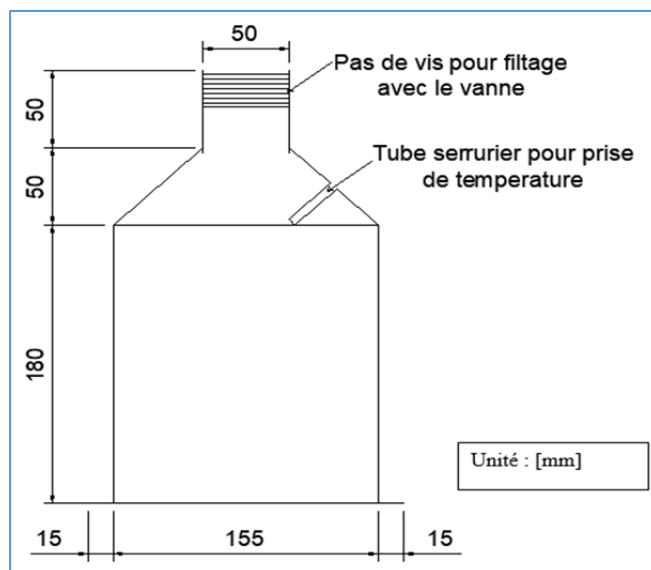


Fig. 6 : Dimensions du bouilleur



Fig. 7 : Forme réelle du bouilleur

3.2. Dimensionnement de la colonne de distillation

Sur le plan pratique, le rapport entre la longueur et le diamètre de la colonne dépend aussi des matériaux locaux. Des tubes galvanisés et des tubes noires de diamètres 40 mm et 50 mm, ont été utilisées.

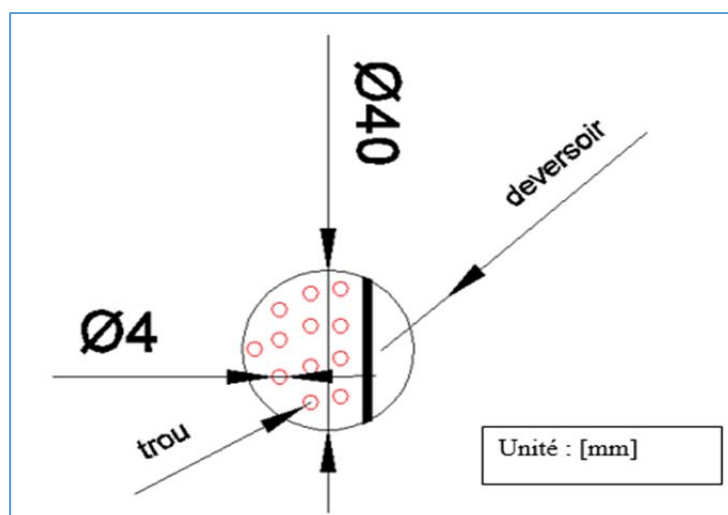


Fig. 8 : Vue en plan du plateau perforé

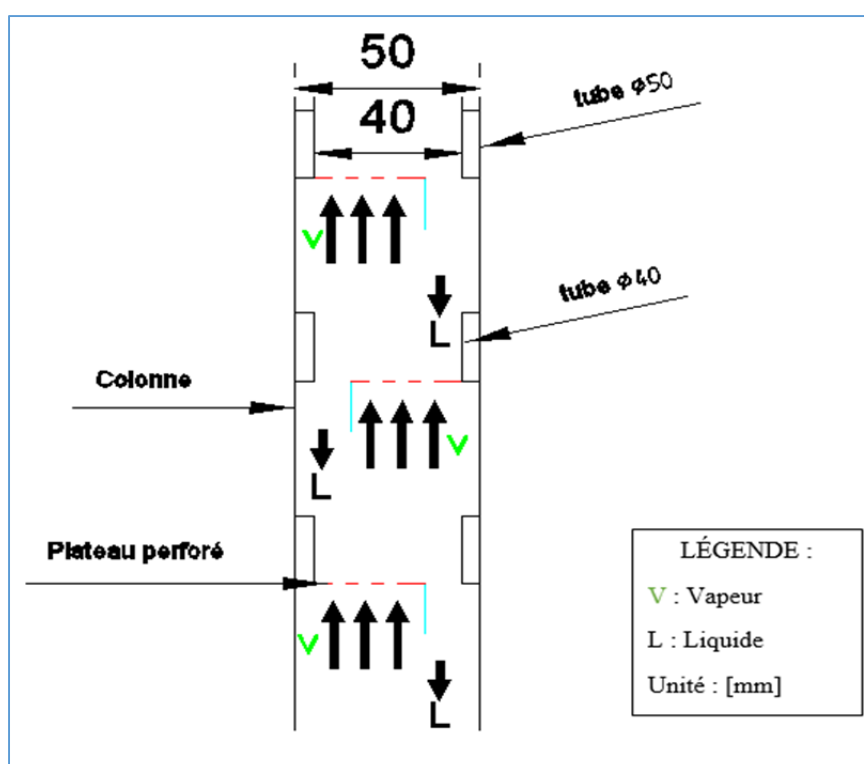


Fig. 9 : Coupe longitudinale de la colonne de distillation

→ Estimation du diamètre de la colonne

Avec une vitesse d'engorgement $U_F = 0,139 \text{ cm/s}$ et un débit molaire $V = 9,77 \text{ mol.s}^{-1}$ et la masse volumique de vapeur $\rho_v = 190 \text{ g.cm}^{-3}$, le diamètre de la colonne est $D = 3,33 \text{ cm} \approx 4 \text{ cm}$. (Figures 6 et 7).

L'aire des trous disponibles pour la vapeur $A_h = 1,50 \text{ cm}^2$, l'aire du déversoir, l'aire totale et l'aire active du plateau sont respectivement : $A_d = 4,71 \text{ cm}^2$; $A = 12,56 \text{ cm}^2$; $A_a = 7,85 \text{ cm}^2$

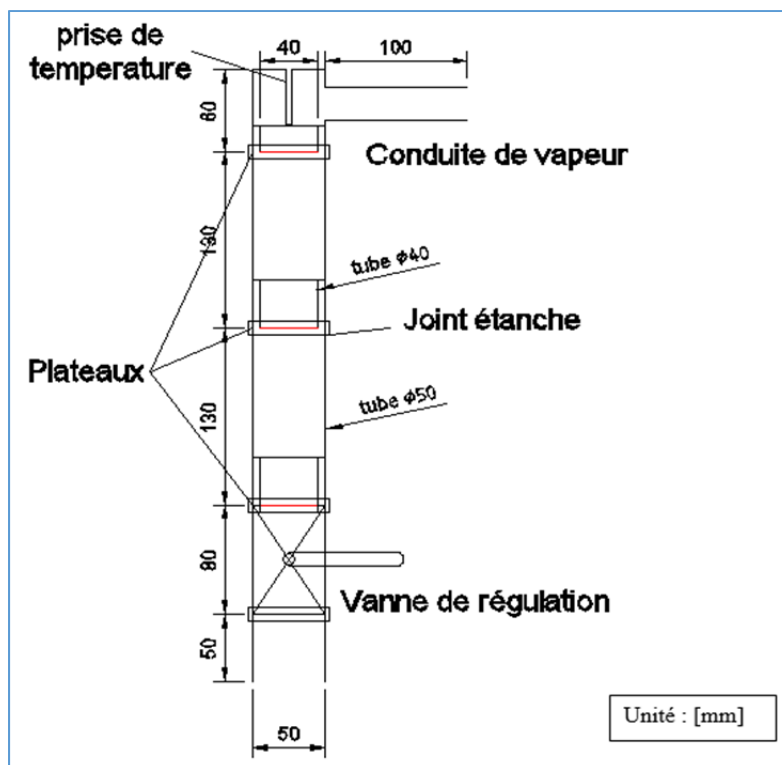


Fig. 10 : Vue en élévation de la colonne de distillation

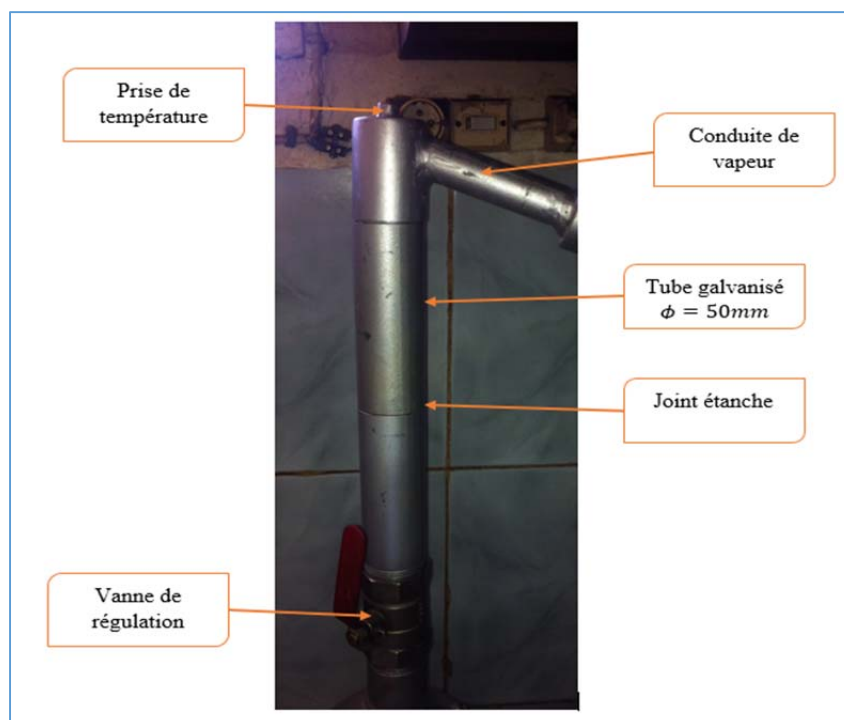


Fig. 11 : Forme réelle de la colonne de distillation

→ Détermination des grandeurs physiques :

Nous avons choisi les valeurs en entrées suivantes :

$$T_1 = 90^\circ\text{C}$$

$$T_1' = 20^\circ\text{C}$$

$$T_2 = 20^\circ\text{C}$$

$$T_2' = 40^\circ\text{C}$$

Débit de l'eau de refroidissement : $\dot{m}_2 = 120 \text{ kg/h}$

Épaisseur du tube inoxydable : $e = 1 \text{ mm}$

Diamètre intérieur du tube inoxydable: $d_i = 22 \text{ mm}$

Diamètre extérieur du tube inoxydable : $d_e = 24 \text{ mm}$

Ces valeurs en entrée nous ont permis de déterminer les grandeurs physiques :

$$\Phi_{\text{échangé}} = 10\,032 \text{ kJ/h}$$

$$\Delta T_m = 60,6 \text{ K}$$

$$K = 3\,522,22 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$$

$$S = 0,047 \text{ m}^2 \text{ pour } L = 30 \text{ cm}$$

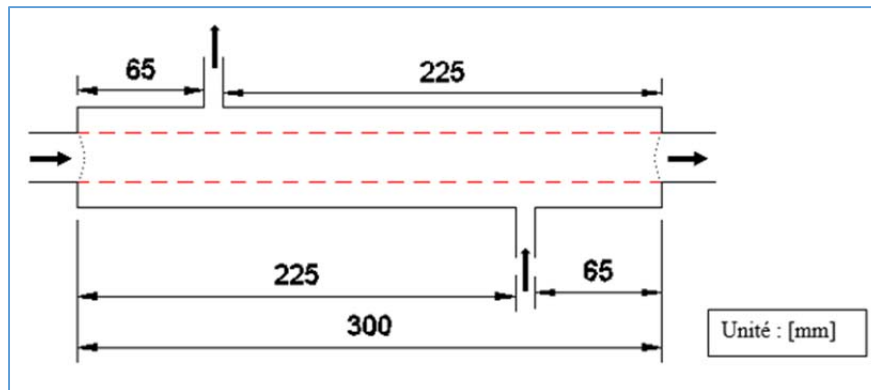


Fig. 12 : Dimensions du condenseur

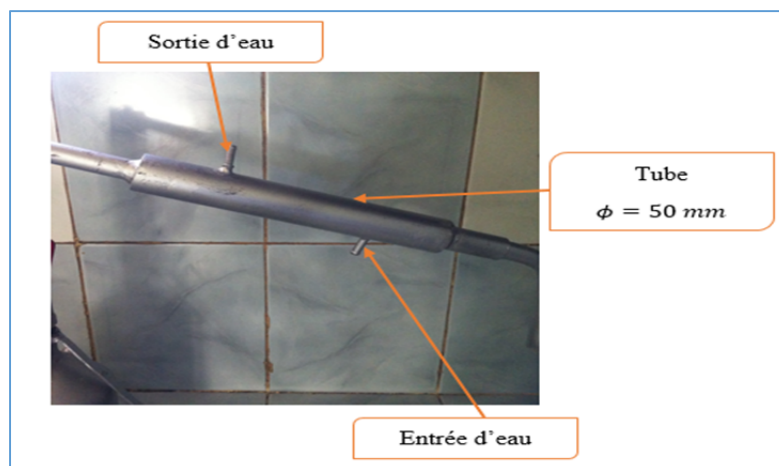


Fig. 13 : Forme réelle du condenseur

3.3. Dimensionnement de la pompe à vide

La figure suivante donne les dimensions des différentes parties de la pompe à vide.

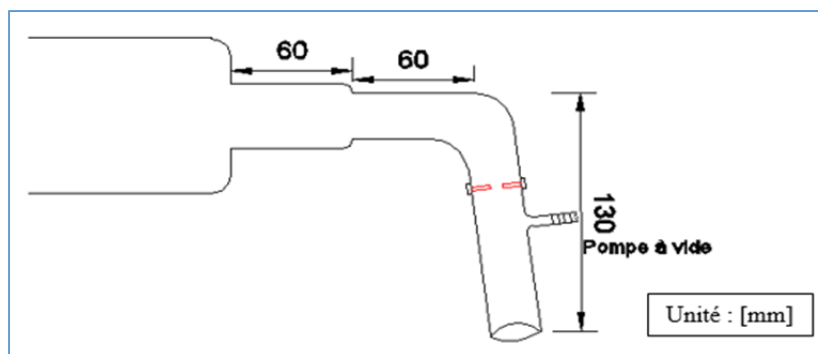


Fig. 14 : Dimensions de la pompe à vide



Fig. 15 : Forme réelle de la pompe à vide

3.4. Experimentations et resultats d'analyse des coupes obtenues

Il est important de faire un essai de performance du nouveau distillateur sous vide, il suffit de bien vérifier tous les assemblages avant chaque essai et surtout avant de l'utiliser sur les huiles lubrifiantes usagées.

Tableau 5 : Caractéristiques Physico-Chimiques De L'huile Neuve Argina Xl 40

<i>Propriétés</i>	<i>Unité</i>	<i>Méthodes</i>	<i>huile ARGINA XL 40</i>
Viscosité cinématique à 40 °C	cSt	ASTM D445	135
Viscosité cinématique à 100 °C	cSt	ASTM D445	14
Indice de viscosité		ASTM D2270	100
Densité à 15 °C	kg/l	ASTM D4052	0,921
Point d'éclair	°C	ASTM D93	229
Point d'écoulement	°C	ASTM D97	-18
TBN (Total Base Number)	mg KOH/g	ASTM D2896	50
Teneur en cendres	% wt	ASTM D874	6,1

Voici les résultats d'analyse de l'huile de vidange Argina XL 40 qu'on a utilisé pour l'expérience dans ce travail.

Tableau 6 : Résultat D'analyse De L'huile De Vidange Argina XI 40 En Service

Présence des métaux	
<i>Échantillons</i>	<i>Quantités en [ppm]</i>
Fer	81
Chrome	0
Nickel	8
Aluminium	12
Cuivre	3
Etain	2
Plomb	2
Vanadium	22
Bismuth	0
Indice de PQ (quantification des particules)	30
Contaminants en [ppm]	
Silicium	20
Sodium	5
Fioul (%)	<1
Eau	11,8 (%)
Additifs et Condition de lubrifiants en [ppm]	
Magnésium	26
Calcium	2779
Molybdène	0
Zinc	265
Phosphore	176
Bore	5
Soufre	3383
TBN(D4739)	19,5
Viscosité cinématique à 40 °C en [cSt]	Trop peu de valeur pour la déterminer

La figure montre le montage de toute l'unité avec chauffage

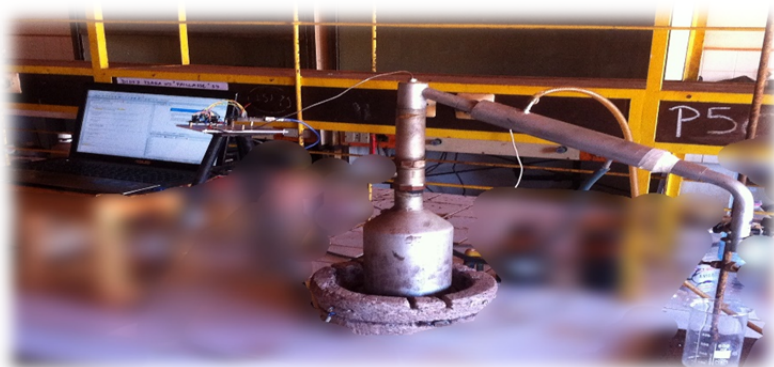


Fig. 16 : Montage de toute l'unité pour l'essai au laboratoire

Après la première expérience, voici les résultats obtenus



Fig. 17 : Résultat du premier essai de distillation de l'huile de vidange Argina XL 40

Tableau 7 : Masse De Chaque Produit Obtenu Pour Le Premier Essai

Produit	Masse en [g]
Eau + solvant	745,8
Coupe 1 (110-160 °)	13
Coupe 2 (160 - 200 °)	69,8
Coupe 3 (200 - 220 °)	49,3
Résidu sous vide	548,9
Total des sous-produits	1 426,8

➤ Rendement du raffinat

$$\text{Raffinat (\%)} = \frac{\text{Masse du raffinat obtenu} \times 100}{\text{Masse d'huile usagée initiale}}$$

$$\text{Raffinat (\%)} = \frac{877,9 \times 100}{1657,8} = 52,95 \%$$

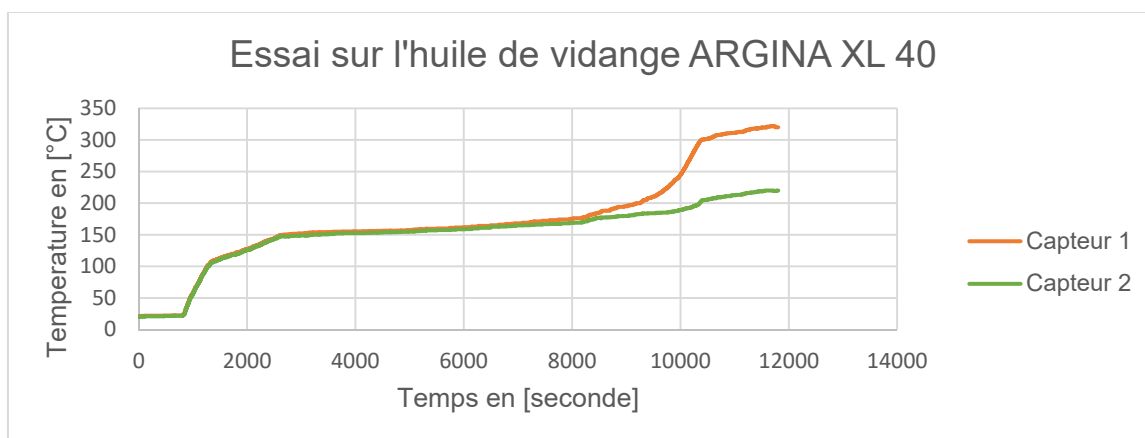


Fig. 18 : Courbe de variation de la température en fonction du temps du premier essai

Comme la précédente, après la deuxième expérience, voici les résultats obtenus



Fig. 19 : Résultat du deuxième essai de distillation de l'huile de vidange Argina XL 40

Tableau 8 : Masse De Chaque Produit Obtenu Pour Le Deuxième Essai

Produit	Masse en [g]
Eau + solvant	1 165,4
Coupe 1 (110-160 °)	14,5
Coupe 2 (160 - 200 °)	44,6
Coupe 3 (200 - 220 °)	45,2
Résidu sous vide	401,9
Total des sous-produits	1 671,6

➤ Rendement du raffinat

$$\text{Raffinat (\%)} = \frac{\text{Masse du raffinat obtenu} \times 100}{\text{Masse d'huile usagée initiale}}$$

$$\text{Raffinat (\%)} = \frac{1269,7 \times 100}{1842} = 68,93 \%$$

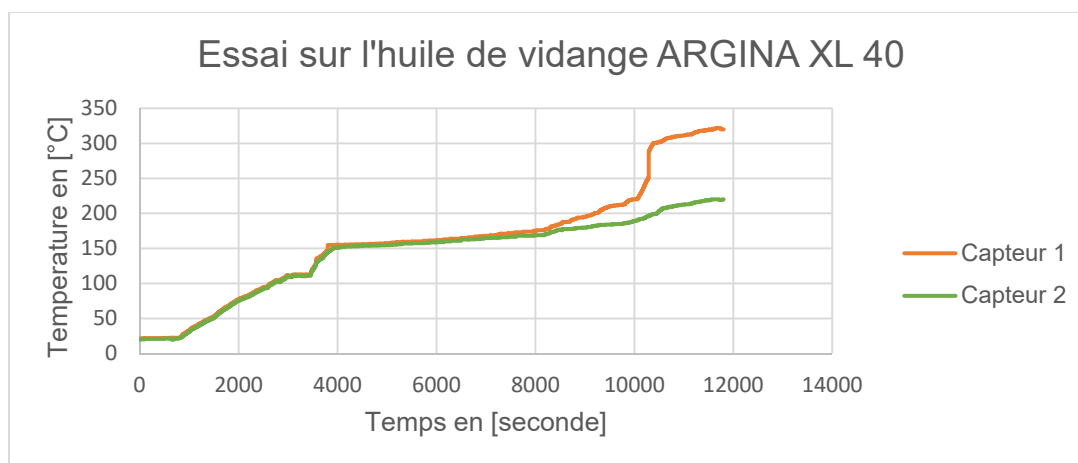


Fig. 20 : Courbe de variation de la température en fonction du temps du deuxième essai

Chaque coupe obtenue ainsi que le résidu sous vide du deuxième essai ont été analysés au laboratoire et voici les résultats de chaque analyse effectués. Trente (30) analyses spectrométriques ont été effectuées sur tout l'échantillon, mais seuls les résultats relevés sont reportés en partie par millions.

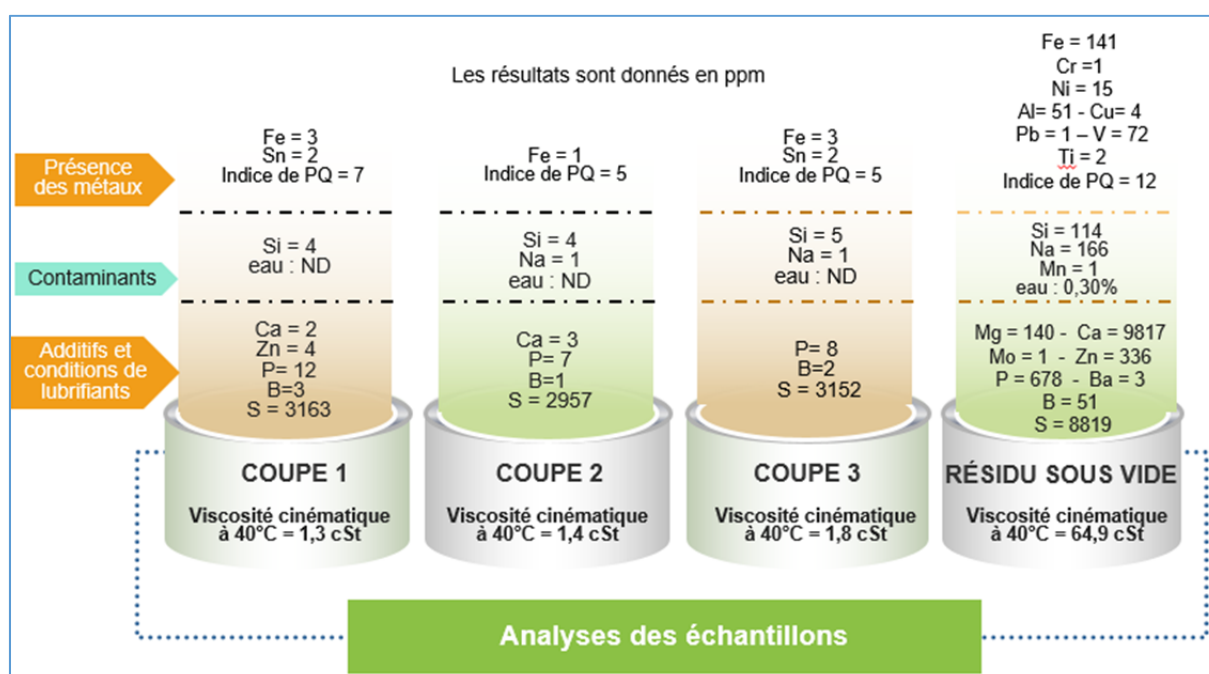


Fig. 21 : Résultats d'analyse physico-chimique des coupes et résidus du deuxième essai

En survolant les résultats de l'analyse des coupes et résidus sous vide, nous constatons que :

- Les additifs ne sont plus présents dans l'huile
- La viscosité est trop faible pour pouvoir assurer un film d'huile en cas de réutilisation

La première goutte est apparue à 45 °C en tête de colonne et 100 °C au bouilleur, cela veut dire il s'agit de l'eau et quelque solvant qui y va avec, car la température d'ébullition de l'eau est de 100 °C. En d'autres termes, nous n'avons fait des processus de décantation pour séparer l'eau de l'huile de vidange, mais nous savons que notre distillateur est conçu pour séparer les différents constituants du mélange donc cela n'affecte par le nouvel appareil.

La première coupe du premier essai est apparue à 110 °C en tête de colonne et la distillation s'est poursuivie jusqu'à 160 °C pour cette première coupe. La courbe de variation de la température en fonction du temps est contrôlée directement en temps réel sur l'ordinateur par le programme que nous avons conçu par l'intermédiaire de la carte Arduino® donc nous pourrions suivre facilement l'apparition de chaque coupe. Il peut s'agir des fractions du gazole et d'essence légère, car la température d'ébullition est comprise (110 °C - 220 °C), après quatre heures (continu), la distillation est achevée et nous avons récupéré une deuxième coupe à 160 ° en tête de colonne et la distillation s'étend jusqu'à 200 °C. La troisième coupe à 200 °C en tête de colonne et la distillation s'achève à 220 °C.

Si on suppose que le raffinat s'agisse du gazole, pendant la distillation, l'huile est soumise à une température élevée c'est-à-dire l'huile subit un craquage thermique : les grosses molécules sont réduites en petites molécules, c'est pour cela que nous avons obtenu une fraction gazole.

Nous constatons donc que plus on change de pente dans le graphe, la coupe suivante est apparue et c'est le rôle principal du programme que nous avons conçu.

Nous avons répété ces processus pour la deuxième expérience et nous avons constaté que même si l'huile de vidange que nous avons utilisée pour l'expérience est restée dans la même cuve, les distillats obtenus ne sont pas la même. Nous avons observé une augmentation de la quantité d'eau sortie après la distillation et une diminution de la quantité des raffinats pour les coupes pétrolières.

Les résultats de l'essai ont montré que le raffinat obtenu présente encore des traces de métaux lourds et des odeurs désagréables et nuisibles.

Des mesures préventives sont donc recommandées pendant l'essai et le transport au laboratoire du produit obtenu.

Nous devons donc envisager une nouvelle technique pour diminuer ses odeurs et séparer les métaux lourds du produit obtenu pour améliorer la qualité du produit de distillation.

Si nous prenons l'hypothèse de départ qui est d'optimiser l'appareil pour obtenir le meilleur rendement possible, nous pouvons dire que notre essai a été succès tant sur le plan technique que sur le plan environnemental.

Nous allons envisager dans l'avenir, un traitement des résidus pour les réutiliser comme huile de base des lubrifiants.

Nous allons essayer d'utiliser des peintures pour renforcer de protection contre la corrosion déjà en place, car elles constituent des liquides biphasés opaques. Certaines peintures contiennent des pigments qui agissent comme inhibiteur de corrosion. Ils protègent le substrat par différents mécanismes : effet barrière, suppression des piles électrochimiques, inhibition des réactions électrochimiques. L'importance des peintures dépasse de loin celle des autres méthodes de protection contre la corrosion.

IV. CONCLUSION

Aux termes de ce travail, nous avons pu établir les éléments essentiels sur la conception d'un appareil de distillation sous vide et sur le processus de distillation des huiles usagées.

Après avoir effectué l'expérience, nous avons obtenu de l'eau, du solvant, trois coupes pétrolières et du résidu de la distillation. Ces distillats et résidus ont été analysés au laboratoire pour trouver les différentes caractéristiques physico-chimiques de ces derniers.

Les résultats des essais effectués sur l'huile de vidange au laboratoire sont très satisfaisants en utilisant notre distillateur sous vide et ces derniers ont été prouvés par l'analyse des produits obtenus après la distillation, et nous permettent un jour de mettre ce projet à l'échelle pilote pour effectuer une grande production.

En plus, des expérimentations accompagnées par des systèmes d'automatisation comme la mesure de température programmée par « Arduino® » et « Python » seraient un grand atout pour ce projet, et faciliteraient l'opération de traitement des données. L'application du procédé sur d'autres produits est à envisager.

RÉFÉRENCES

- [1] C. GUYON, V. LAIR, W. MORSCHEIDT, F. ROUSSEAU « *Travaux Pratiques de Génie Chimique Opérations unitaires, Réacteurs et Simulation* », École nationale supérieure de chimie de PARIS, Cycle ingénieur 2^{ème} Année, Année : 2012 - 2013
- [2] Jean-Charles CICILE, Techniques de l'Ingénieur, « *Opération unitaire, Distillation et absorption* » Étude pratique, Parution : septembre 2001, Réf. Internet : J2610.
- [3] Jean-Charles CICILE, Techniques de l'Ingénieur, « *Opération unitaire, Distillation et absorption* » Généralités sur les colonnes de fractionnement par, Parution : septembre 2001, Réf. Internet : J2610.
- [4] TOTAL, Manuel de formation, Cours « *Exploration et Production : les équipements, les colonnes* », dernière révision 11/04/2007
- [5] Jean-Charles CICILE, Techniques de l'Ingénieur, « *Opération unitaire, Distillation et absorption* » Colonnes à plateaux : Technologie, Parution : septembre 1994, Réf. Internet : J2622.
- [6] Heritiana Vahatraina NIRINAHARISOA, « *Récupération des huiles de base et valorisation des sous-produits à partir de régénération des huiles usagées moteur* » Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention de Diplôme d'Études Approfondies en Chimie Appliquée à l'Industrie et à l'Environnement, ESPA, 2008.
- [7] Tanteliniaina N. TSIRIMALALA « *Conception et réalisation d'un appareil de distillation : production d'alcool de fruits* » Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention de Diplôme de Master en Sciences et Ingénierie des Matériaux, ESPA, 2008.
- [8] TOTAL, Manuel de formation, Cours « *Exploration et Production : Le process, la distillation* », dernière révision 23/05/2007.
- [9] K. EMILIAN « *Aide-mémoire de Génie Chimique* », Collection : Aide-mémoire de l'ingénieur, Dunod-L'Usine Nouvelle, 2010 - 3^{ème} édition
- [10] Pierre TRAMBOUZE, « *Le raffinage du pétrole : matériels et équipements* », Éditions TECHNIP, tome 4, 1999.
- [11] P. TRAMBOUZE et J. P. EUZEN, « *Les réacteurs chimiques : de la conception à la mise en oeuvre* », Éditions TECHNIP, date de parution : 10/07/2002.
- [12] Association française des techniciens du pétrole, « *Méthodes rapides d'analyse des huiles usagées* », Éditions TECHNIP, Paris, 1971
- [13] X. Normand « *Leçon Sommaire sur L'industrie de Raffinage du Pétrole* », Éditions TECHNIP, Tome 1, 1962.
- [14] BERNARD Grandjean « *Distillation & Extraction* », Volume 1, 2013
- [15] J. P. MOULIN, D. PAREAU, M. RAKIB, M. STAMBOULI, A. ISAMBERT, Techniques de l'Ingénieur, « *Opération unitaire, Distillation de mélanges non idéaux* » Distillation compartimentée idéale, Parution : mars 2001, Réf. Internet : J1072.