



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



Université Echahid Chikh Larbi Tébessi -Tébessa

Facultés des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Département : Sciences de la matière

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Option : Chimie des produits naturels

Thème

**Synthèse et caractérisation de tensioactifs anioniques par
sulfonation du pétrole brut du champ Djebel-Onk Bir El-Ater**

Présenté par :

SALMI Abdessalam

Devant le jury :

DINAR Karim	M. C. A	Université de Tébessa	Président
BELGHIT Chafik	M. C. A	Université de Tébessa	Rapporteur
EL HASSASNA Souhir	M. C. B	Université de Tébessa	Examinatrice

Date de soutenance : 27 /06 /2024

Résumé

La synthèse et la caractérisation des tensioactifs anioniques dérivés du pétrole brut par sulfonation en utilisant une ressource abondante et économique, le processus inclut la distillation sous vide et atmosphérique pour obtenir quatre fractions distinctes de pétrole, qui sont ensuite sulfonées avec de l'acide sulfurique concentré. Les produits obtenus sont neutralisés à l'aide de soude et purifiés par lavage à l'éthanol chaud.

Les techniques analytiques, telles que la spectroscopie UV-visible et infrarouge, confirment la présence des groupements fonctionnels attendus dans les tensioactifs synthétisés. Les résultats indiquent que les produits présentent une pureté élevée et des propriétés conformes aux normes industrielles.

Cette recherche propose une méthode durable et alternative pour la production de tensioactifs anioniques, avec des implications significatives pour l'industrie pétrochimique. Cependant, des études supplémentaires sont nécessaires pour valider et étendre ces résultats à différentes sources de pétrole et à une échelle industrielle plus large.

L'approche innovante pour la production de tensioactifs anioniques, optimisant les procédés industriels et ouvrant la voie à de nouvelles applications de ces composés.

Abstract

The synthesis and characterization of anionic surfactants derived from crude oil by sulphonation. Using an abundant and economical resource, the process includes vacuum and atmospheric distillation to obtain four distinct fractions of oil, which are subsequently sulphoned with concentrated sulfuric acid. The resulting products are neutralized with soda and purified by washing with hot ethanol.

Analytical techniques, such as UV-visible and infrared spectroscopy, confirm the presence of expected functional clusters in synthesized surfactants. The results indicate that the products have high purity and properties that comply industrial standard.

This research proposes a sustainable and alternative method for the production of anionic surfactants, with significant implications for the petrochemical industry. However, further studies are needed to validate and extend these findings to different oil sources and to a wider industrial scale.

The memorandum presents an innovative approach to the production of anionic surfactants, optimizing industrial processes and paving the way for new applications of these compounds.

ملخص

يستكشف هذا العمل تخليق وتوصيف المواد الخافضة للتوتر السطحي الأنيونية المشتقة من النفط الخام عن طريق السلفنة. باستخدام مورد وفير واقتصادي، تتضمن العملية التقطير الفراغي والجوي للحصول على أربعة أجزاء بترولية متميزة، والتي يتم بعد ذلك سلفنتها بحمض الكبريتيك المركز. يتم تحييد المنتجات التي تم الحصول عليها باستخدام هيدروكسيد الصوديوم وتنقيتها عن طريق الغسيل بالإيثانول الساخن.

تؤكد التقنيات التحليلية، مثل التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية والمرئية والأشعة تحت الحمراء، وجود المجموعات الوظيفية المتوقعة في المواد الخافضة للتوتر السطحي المركبة. تشير النتائج إلى أن المنتجات تظهر درجة نقاء عالية وخصائص تلبي معايير الصناعة.

يقترح هذا البحث طريقة مستدامة وبديلة لإنتاج المواد الخافضة للتوتر السطحي الأنيونية، مع آثار كبيرة على صناعة البتروكيماويات. ومع ذلك، هناك حاجة إلى مزيد من الدراسات للتحقق من صحة هذه النتائج وتوسيع نطاقها لتشمل مصادر النفط المختلفة وعلى نطاق صناعي أوسع.

وفي الختام، أقدم نهجا مبتكرا لإنتاج المواد الخافضة للتوتر السطحي الأنيونية، وتحسين العمليات الصناعية وتمهيد الطريق لتطبيقات جديدة لهذه المركبات.

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes parents

A Ma chère femme

A mes sœurs et frères

A toute ma famille, proche ou éloignée

A tous mes amis

Remerciement

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à mon directeur de mémoire, BELGHIT Chafik pour son encadrement, sa patience et sa confiance tout au long de ce travail de recherche. Ses précieux conseils, son expertise et son soutien inébranlable ont été d'une aide inestimable et ont grandement contribué à l'aboutissement de ce projet.

Mes remerciements vont également à l'ensemble des professeurs du département de science de la matière de l'Université Larbi Tébessi, pour leur enseignement de qualité et les connaissances qu'ils m'ont transmises durant mes années d'études. Leur passion et leur dévouement pour la recherche m'ont inspiré et motivé à poursuivre mes propres questionnements scientifiques.

Merci également aux membres du jury de ma soutenance de mémoire pour avoir accepté de faire partie du jury. Leurs remarques et suggestions ont été précieuses et m'ont permis d'en améliorer la qualité.

Un merci spécial à mes camarades de classe et amis, pour leurs encouragements, leurs échanges intellectuels stimulants et pour tous les moments partagés.

Je ne saurais oublier ma famille, pour leur soutien indéfectible et pour avoir toujours cru en moi. Leurs encouragements ont été mon refuge et ma motivation durant tout le parcours académique.

Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire. Que ce soit à travers des discussions enrichissantes, des conseils ou simplement par leur présence, leur contribution a été précieuse.

Ce mémoire est le fruit d'un travail collectif autant que personnel, et je suis profondément reconnaissant envers tous ceux qui m'ont accompagné. »

Sommaire

Introduction générale.....	1
-----------------------------------	----------

CHAPITRE I : ASPECTS GENERALES SUR LES TENSIOACTIFS

I.1.Définition.....	3
I.2. Les grandes classes des tensioactifs.....	3
I.2.1 Tensioactifs anioniques.....	3
I.2.2 Tensioactifs cationiques.....	4
I.2.3 Tensioactifs amphotères.....	4
I.2.4 Tensioactifs non-ioniques.....	4
I.3 Propriétés des agents tensioactifs.....	5
I.3.1 Balance Hydrophile-Lipophile (HLB)	5
I.3.2 Auto-Agrégations ou Micellisation.....	6
I.4 Effet des tensioactifs sur la tension de surface pression capillaire.....	7
I.4.1 Tension de surface.....	7
I.4.2 Mouillabilité.....	7
I.4.3 Pression capillaire.....	9
I.4.4 L'effet des tensioactifs sur ces paramètres.....	9
I.5 Marché et domaines d'application des tensioactifs.....	11
I.5.1. Secteur de la détergence.....	12
I.5.2. Secteur de la cosmétique.....	12
I.5.3. Secteur industriel.....	12
I.5.4 Application des tensioactifs dans l'industrie pétrolière.....	12
I.6 La réaction de sulfonation.....	13
I.6.1 La substitution électrophile aromatique.....	13
I.6.2 Mécanisme de la sulfonation.....	14
I.6.3 Les agents de sulfonation.....	15
I.6.3.1 Acide sulfurique concentré (H ₂ SO ₄).....	15
I.6.3.2 Trioxyde de soufre (SO ₃).....	15
I.6.3.3 Acide chlorosulfonique (HSO ₃ Cl)	15
I.6.3.4 Acide sulfamique (H ₃ NSO ₃).....	15
I.6.3.5 Acide méthanesulfonique (CH ₃ SO ₃ H).....	16
I.6.4 Choix de l'Agent de Sulfonation.....	16

CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

II.1. Introduction.....	20
II.2. Matériels.....	20
II.2.1 Matières première et réactifs.....	20
II.2.2 Equipment et instruments.....	20
II.3 Méthodes.....	21

II.3.1	Mesure des propriétés physiques du pétrole brut.....	21
II.3.2	Fractionnement de pétrole brut.....	27
II.3.4	Synthèse des tensioactifs par sulfonation.....	30
II.3.4.1	Procédure de sulfonation.....	30
II.3.4.2	Séparation de la phase acide.....	33
II.3.5	Neutralisation de L'acide.....	34
II.3.5.1	Procédure de neutralisation.....	34
II.3.5.2	Description du processus de neutralisation.....	34
II.3.6	Purification des tensioactifs par alcool.....	37
II.3.6.1	Procédé de purification.....	37
II.3.6.2	Analyse et caractérisation du produit fini.....	38
II.4	Schéma récapitulatif.....	39
II.5	Conclusion.....	40

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

III.1	Introduction.....	43
III.2	Résultats.....	43
III.2.1	Propriétés physiques de pétrole.....	43
III.2.2	Fractionnement de pétrole brut.....	44
III.2.3	Densité des fractions.....	46
III.2.4	Synthèse des tensioactifs par sulfonation.....	47
III.2.4.1	Efficacité de la synthèse.....	47
III.2.4.2	Caractérisation des tensioactifs.....	48
III.2.5	Neutralisation de l'acide par NaOH.....	52
III.2.6	Purification des tensioactifs par alcool.....	52
III.3	Discussion.....	54
III.3.1	Interprétation des propriétés physiques du pétrole brut.....	54
III.3.2	Fractionnement et densité des fractions.....	55
III.3.2.1	Efficacité du fractionnement.....	55
III.3.2.2	Signification des densités.....	56
III.3.3	Synthèse et caractérisation des tensioactifs.....	57
III.3.3.1	Efficacité de la synthèse.....	57
III.3.3.2	Qualité des tensioactifs.....	59
III.3.4	Processus de neutralisation.....	60
III.3.4.1	Efficacité et optimisation.....	60
III.3.4.2	Impact sur la qualité des tensioactifs.....	60
III.3.5	Purification des tensioactifs.....	61
III.3.5.1	Efficacité de la purification.....	61
III.3.5.2	comparaison avec d'autre méthode.....	62
III.3.6	Implications pratiques et théoriques.....	63
III.3.6.1	Applications industrielles.....	63

III.3.6.2 Contributions à la recherche.....	63
Conclusion générale.....	65

Liste des figures

Figure I.1 : Représentation d'un tensioactif.....	3
Figure I.2 : La Tension de surface en fonction de la concentration en tensioactif	6
Figure I.3 : Adsorption inter faciale.....	7
Figure I.4 : Angles de contact définissant la mouillabilité.....	8
Figure.I.11 : Modèle d'un ganglion huileux piégé par un capillaire et une constriction des pores.....	9
Figure II.3.1.1 : Densimètre électronique.....	22
Figure II.3.1.2 : Méthode de lecture.....	23
Figure II.3.1.3 Appareil à coupelle fermée pour déterminer le point d'éclair.....	25
FigureII.3.1.4 Schéma et dispositif d'un viscosimètre d'Ostwald.....	26
Figure II.3.4.1 Dispositif expérimental.....	32
Figure II.3.4.2 Les deux phases obtenues après la réaction de sulfonation.....	34
Figure II.3.5.1 Dispositif de neutralisation.....	36
Figure II.3.5.2 Les cristaux avant et après la filtration sous vide.....	37
Figure II.4.1 Schéma général du procédé de synthèse.	39
Figure III.2.2.1 Graphique de distribution des coupes obtenues	46
Figure III.2.4.1 Aspect des produits finis.	47
Figure III.2.4.2.1 Spectre UV de tensioactif de la coupe 1.....	48
Figure III.2.4.2.2 Spectre UV de tensioactif de la coupe 2.....	49
Figure III.2.4.2.3 Spectre UV de tensioactif de la coupe 3.....	49
Figure III.2.4.2.4 Spectre UV de tensioactif de la coupe 4.....	50
Figure III.2.4.2.5 Spectre IR de tensioactif de la coupe 1.....	50
Figure III.2.4.2.6 Spectre IR de tensioactif de la coupe 2.....	51
Figure III.2.4.2.7 Spectre IR de tensioactif de la coupe 3.....	51
Figure III.2.4.2.8 Spectre IR de tensioactif de la coupe 4.....	52

Liste des tableaux

Tableau I.1. : Différents types de tensioactifs anioniques [4]	4
Tableau I.2. : Classification des agents de surface en fonction de la valeur de leur HLB.....	5
Tableau II.2.1. : Les principaux produits chimiques.....	20
Tableau II.3.1.1 : Densités moyennes de quelques pétroles bruts.....	21
Tableau II.3.1.2 : Quelques valeurs de viscosité dynamique.....	25
Tableau II.3.2.1 : Les températures initiales et finales avec les types de distillation, des coupes du pétrole.....	27
Tableau II.3.2.2 : Quantité des coupes 1 et 2 de distillation sous vide.	28
Tableau II.3.2.3 : Quantité des coupes 3 et 4 de distillation atmosphériques.....	28
Tableau II.3.2.4 : La densité approximative de coupes obtenues.....	30
Tableau II.3.4.1 : Première réaction de sulfonation.....	32
Tableau II.3.4.2 : Deuxième réaction de sulfonation.....	33
Tableau II.3.4.3 : Troisième réaction de sulfonation.....	34
Tableau III.2.1.1 : Caractérisation physicochimiques de pétrole brut de puit DK9.....	43
Tableau III.2.2.1 : Formules Chimiques des Coupes avec leurs Points d'Ébullition.....	45
Tableau III.2.5.1 : Les volumes d'acide neutralise avec le pH final.....	52
Tableau III.2.6.1 La pureté avant et après purification.....	53
Tableau III.3.3.2.1 Les longueurs d'onde du maximum d'absorption des produits synthétisé....	59
Tableau III.3.3.2.2 Les types de liaisons et les ondes présentes dans le produit synthétisé	59
Tableau III.3.5.2.1 Comparaison des méthodes de purification.....	62

Liste d'abréviations

SAS : alcanesulfonates secondaires

CMC : concentration micellaire critique

QSP : la quantité suffisante pour

HLB : balance hydrophile lipophile

SDS : dodécylsulfate de sodium

DTAB : bromure de dodécyl triméthylammonium

TA : Tensioactif

mN/m : millinewton par mètre

mmol/l : milli mole par litre

nm : nanomètre

Notions et symboles

σ_{ow}	Tension interfaciale entre l'huile et l'eau (mN/m)
σ_{os}	Tension interfaciale entre l'huile et le solide (mN/m)
σ_{ws}	Tension interfaciale entre l'eau et le solide (mN/m)
θ	L'angle de contact ($^{\circ}$)
P_c	Pression capillaire (Pa)
P_{nw}	Pression de la phase non mouillante (Pa)
P_w	Pression de la phase mouillante (Pa)
σ	Tension interfaciale (mN/m)
r_m	Diamètre moyen de pore (m)
P_o	Pression d'huile (Pa)
P_w	Pression d'eau (Pa)
$\frac{\Delta P}{\Delta X}$	Gradient de pression (Pa/m)

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les tensioactifs ont joué un rôle crucial dans le nettoyage et la désinfection depuis l'antiquité, lorsque les Sumériens ont créé les premiers pains de savon à partir d'huiles végétales et d'extraits de plantes. Cette innovation a marqué le début de l'utilisation des tensioactifs comme agents de nettoyage et de soins personnels, une pratique qui a évolué au fil des siècles pour devenir une industrie clé dans le monde moderne [1].

Au cours du XXe siècle, les avancées technologiques ont permis le développement de tensioactifs de synthèse, tels que le détergent "Nekal" créé en Allemagne en 1916, marquant ainsi une transition importante dans la composition des produits de nettoyage. Cette évolution a été stimulée par les progrès de l'industrie pétrochimique après la Seconde Guerre mondiale, conduisant à la création de nouveaux tensioactifs plus efficaces mais aussi plus respectueux de l'environnement, comme les alcanes sulfonâtes secondaires (SAS) [2].

Dans ce contexte, la recherche sur la synthèse et la caractérisation de nouveaux tensioactifs anioniques par sulfonation de composés pétroliers est devenue cruciale. Ces tensioactifs sont essentiels dans de nombreux domaines, de l'industrie cosmétique aux applications industrielles nécessitant des agents de nettoyage performants tout en minimisant leur impact sur l'environnement.

Cette étude se concentre spécifiquement sur la synthèse de tensioactifs anioniques par sulfonation de la chaîne paraffine contenue dans le pétrole brut du champ DJEBEL-ONK BIR EL ATER. En combinant des techniques de synthèse avancées avec une approche respectueuse de l'environnement, cette recherche vise à contribuer à la création de nouveaux produits plus durables et efficaces dans le domaine des tensioactifs anioniques.

CHAPITRE I
ASPECTS GENERALES SUR LES
TENSIOACTIFS

I.1. Définition :

Les tensioactifs ou agents de surface sont des composés qui modifient la tension superficielle entre deux surfaces. Ce sont des molécules amphiphiles (Figure I.1) présentant deux parties, l'une lipophile et apolaire qui retient les matières grasses et l'autre hydrophile et polaire miscible dans l'eau [3].

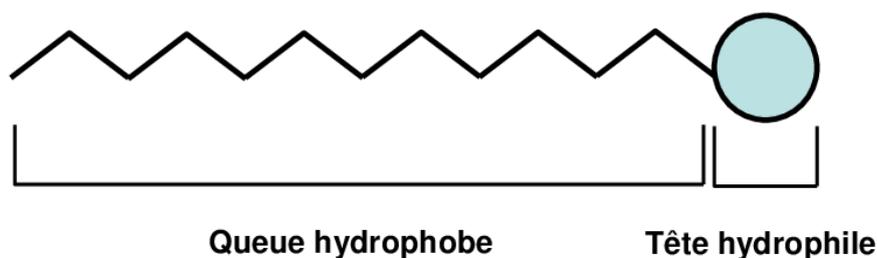


Figure I.1 : Représentation d'un tensioactif

La partie hydrophile d'un tensioactif peut porter une charge négative ou positive ou à la fois positive et négative, ou aucune charge [3].

I.2. Les grandes classes des tensioactifs

Une classification simple des agents de surface basée sur la nature du groupe hydrophile est couramment utilisée. Quatre classes de tensioactifs peuvent être distinguées, à savoir anionique, cationique, amphotère et non-ionique [4].

I.2.1 Tensioactifs anioniques :

Ce sont les tensioactifs les plus utilisés dans les applications industrielles en raison de leur coût de fabrication relativement bas et de leur utilisation dans pratiquement tous les types de détergents. Pour une détergence optimale, la chaîne hydrophobe est un groupe alkyle linéaire avec une longueur de chaîne de l'ordre de 12 à 16 atomes de carbone. Les chaînes linéaires sont préférées car elles sont plus efficaces et plus dégradables que les chaînes ramifiées [4].

Les groupements hydrophiles les plus couramment utilisés sont les carboxylates, les sulfates, les sulfonâtes et les phosphates. Une formule générale peut être attribuée aux agents de surface anioniques selon le type de tête hydrophile (**Tableau I.1**)

Tableau I.1 : Différents types de tensioactifs anioniques [4]

Groupes hydrophiles	Formules générale
Carboxylates	$C_nH_{2n+1}COO-Na^+$
Sulfates	$C_nH_{2n+1}OSO_3-Na^+$
Sulfonâtes	$C_nH_{2n+1}SO_3-Na^+$
Phosphates	$C_nH_{2n+1}(OH)-Na^+$

Avec $n = 8$ à 16 atomes.

I.2.2 Tensioactifs cationiques :

Les plus courants sont les composés d'ammoniums quaternaires les amines grasses à longue chaîne et les imidazolines. Ils sont généralement stables aux variations de pH et ont la capacité de tuer les micro-organismes ou au moins de retarder leur croissance. Ils sont compatibles avec les sels inorganiques alcalins et les non-ioniques et sont utilisés avec eux dans les agents de nettoyage pour détergents destinés au lavage de la vaisselle. Ils sont également utilisés en tant que revitalisants pour les cheveux, car ils s'adsorbent sur ces derniers en leur conférant douceur et propriétés antistatiques [5].

I.2.3 Tensioactifs amphotères :

Ce sont des tensioactifs qui ont à la fois un groupe fonctionnel anionique et un autre cationique, ils présentent une charge variable du positif au zwitterionique en passant par le négatif en fonction du pH de la solution dans laquelle ils se trouvent. Grâce à leurs capacités à supporter des charges positives et négatives ils ont généralement une grande partie hydrophile, ils sont généralement plus doux pour la peau et les yeux que les tensioactifs anioniques, cationiques et certains tensioactifs non ioniques. Les tensioactifs amphotères sont utilisés dans des formulations contenant des tensioactifs anioniques ou non ioniques pour modifier la solubilité, la taille des micelles, la stabilité des mousses et la viscosité de divers systèmes de nettoyage et émulsions [6].

I.2.4 Tensioactifs non-ioniques :

Les tensioactifs non-ioniques comportent une partie hydrophile non chargée, les groupements hydrophiles les plus courants sont le groupement hydroxyle (ROH), le groupement éther (R-OR') et ester (R-CO-O-R').

Les propriétés de solubilisation dans l'eau d'un groupe hydroxyle ou d'un groupe éther sont faibles comparées aux sulfates ou sulfonâtes, si un seul groupe hydroxyle ou un groupe éther est présent, la longueur de la chaîne de l'hydrocarbure R ne sera que de 6 à 8 atomes de carbones avant que le produit ne devienne insoluble et présente de mauvaises propriétés tensioactives [7].

I.3 Propriétés des agents tensioactifs :

Le comportement en phase des tensioactifs est déterminant pour la formulation de produits liquides et solides et pour leurs modes d'action, ainsi il est nécessaire de connaître les propriétés essentielles de ces composés afin de déterminer leurs domaines d'application et de comprendre les phénomènes observés [8].

I.3.1 Balance Hydrophile-Lipophile (HLB)

Certaines propriétés physico-chimiques des molécules tensioactives, notamment leur pouvoir émulsionnant, sont étroitement liées à la polarité de leurs molécules. Vers 1950, Griffen [9] pense qu'il était possible de définir cette polarité par une valeur empirique qui s'appelle H.L.B (Balance Hydrophile - Lipophile).

Le paramètre HLB est lié directement au caractère hydrophile du tensioactif de sorte qu'un agent de surface qui possède un caractère hydrophile important aura une HLB élevée tandis qu'une molécule majoritairement lipophile aura une valeur faible de HLB.

Les valeurs de HLB permettent de spécifier les propriétés fonctionnelles de chaque tensioactif (Tableau I.2)

Tableau I. 2. : Classification des agents de surface en fonction de la valeur de leur HLB

Valeur de HLB	Propriétés fonctionnelles
1.5 – 3	Anti mousses
3 – 6	Emulsionnants eau dans huile
7 – 9	Agent de mouillage
8 – 18	Emulsionnants huile dans eau
13 - 15	Détergents
15 - 18	Solubilisant

I.3.2 Auto-Agrégations ou Micellisation

Lorsque l'interface est saturée et qu'une certaine concentration est atteinte (Figure I.2), les tensioactifs en solution forment des agrégats ou des amas moléculaires auto-assemblés appelés micelles. La concentration micellaire critique (CMC) est la concentration où les tensioactifs commencent à former des micelles, les groupements hydrophiles sont en contact avec l'eau et les chaînes hydrophobes forment le cœur des micelles.

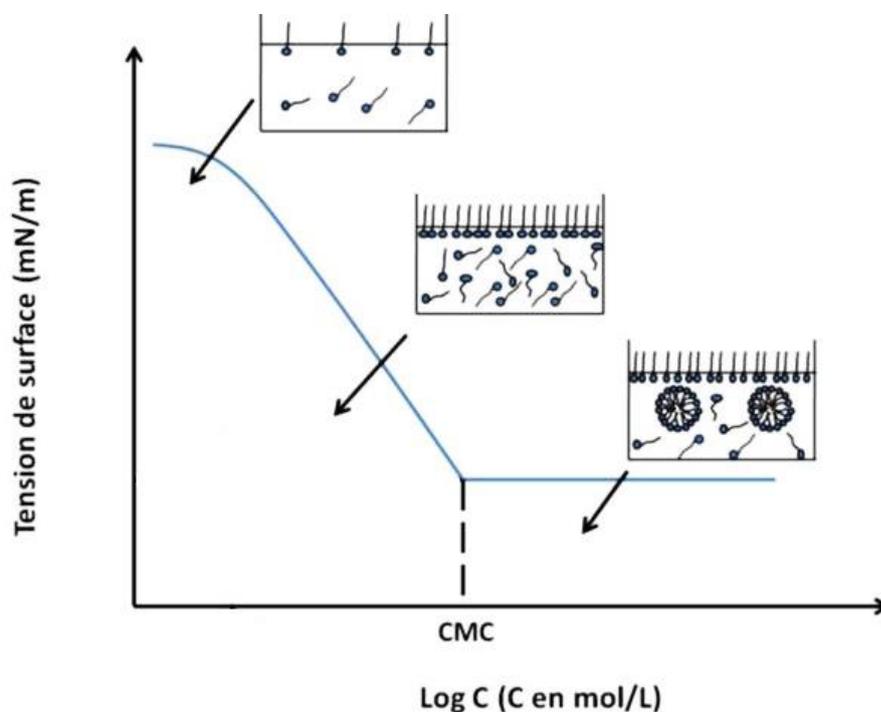


Figure I.2 : La Tension de surface en fonction de la concentration en tensioactif [11]

La micellisation engendre un phénomène appelé solubilisation qui se produit dans une solution thermodynamiquement stable où les substances hydrophobes se dissolvent dans les groupements lipophiles à l'intérieur des micelles. Le potentiel de solubilisation d'un tensioactif varie en fonction de plusieurs facteurs tels que la structure des micelles, l'ajout de sels inorganiques et la température [10].

I.3.3 Adsorption aux interfaces

La structure amphiphile des molécules tensioactives induit une très forte tendance à migrer aux interfaces. En effet, la double affinité des tensioactifs avec les solvants aqueux et les solvants organiques, ou l'air, conduit à créer une accumulation de molécules amphiphiles dans cette zone interfaciale. Au fur

et à mesure que l'on augmente la concentration en tensioactifs dans la solution, ceux-ci s'organisent préférentiellement à la surface, tête hydrophile au contact de l'eau et chaîne lipophile à l'extérieur, de façon à former une monocouche compacte [11].

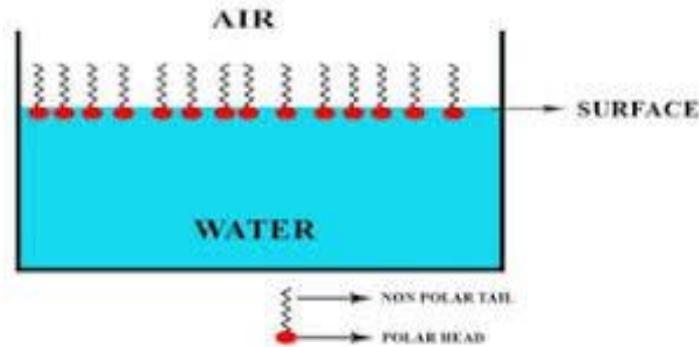


Figure I.3 Adsorption inter faciale

I.4 Effet des tensioactifs sur la tension de surface pression capillaire.

I.4.1 Tension de surface :

Elle est causée par la différence de forces cohésives des molécules au sein d'une phase et les forces adhésives des molécules dissimilaires à l'interface. La tension inter faciale est la force par unité de longueur parallèle à l'interface entre deux phases, comme l'huile et l'eau. C'est l'excès d'énergie libre par unité de surface et est exprimé en *dynes/cm* ou *mN/m*. L'IFT entre le pétrole brut et l'eau est généralement dans l'intervalle de [20 – 30] *mN/m*. En raison de l'IFT élevée, l'huile et l'eau se comportent comme deux phases immiscibles, et l'eau seule est incapable d'éliminer le pétrole piégé dans les pores. Pour les applications d'EOR, il est généralement implicite que la valeur de l'IFT devrait être réduite à 10–3 *mN/m*, ce qui peut être atteint en utilisant des tensioactifs. Lorsque la tension de surface est réduite entre l'huile et l'eau, ces phases deviennent plus "similaires", et donc, une condition de quasi-miscibilité peut être atteinte. Les deux phases quasi-miscibles peuvent progresser à travers le milieu poreux ensemble, et ainsi, une amélioration de la récupération du pétrole est obtenue [6].

I.4.2 Mouillabilité :

La mouillabilité fait référence à la préférence d'un fluide pour s'étaler ou adhérer à la surface solide en présence d'autres fluides non miscibles. Dans un réservoir typique, la mouillabilité dépend

principalement de la composition chimique de la roche, de la composition des fluides tels que le mélange eau-huile, de la saturation initiale en eau et de la température du réservoir.

Il s'agit d'une des propriétés les plus importantes du réservoir. Les conditions de mouillabilité sont essentielles pour définir et comprendre les interactions entre la roche/eau, la roche/huile et l'eau/huile dans des conditions de réservoir données.

La mouillabilité peut être déterminée par de nombreuses méthodes, mais deux méthodes, le test d'Amott et le test USBM (US Bureau of Mines), qui utilisent tous deux le comportement de déplacement de la roche/saumure/huile, sont généralement utilisées. Les deux tests sont dérivés du phénomène de pression capillaire. L'angle de contact est également utilisé pour déterminer la mouillabilité. Il est basé sur les propriétés mouillantes du fluide envers la surface et est généralement mesuré à travers la phase liquide la plus dense, qui est généralement la saumure. En général, pour un système huile/eau, la mouillabilité peut être définie en fonction de l'angle de contact entre la goutte d'eau et la surface solide ou la goutte d'huile et la surface solide. En général, si l'angle de contact est de 0° à 75° , la roche est mouillée par l'eau ; si l'angle est de 75° à 115° , elle est intermédiaire, et avec un angle de 115° à 180° , la roche sera mouillée par l'huile.

Les énergies de surface peuvent être interprétées par l'équation de Young :

$$\sigma_{ow} \cos \theta = \sigma_{os} - \sigma_{ws}$$

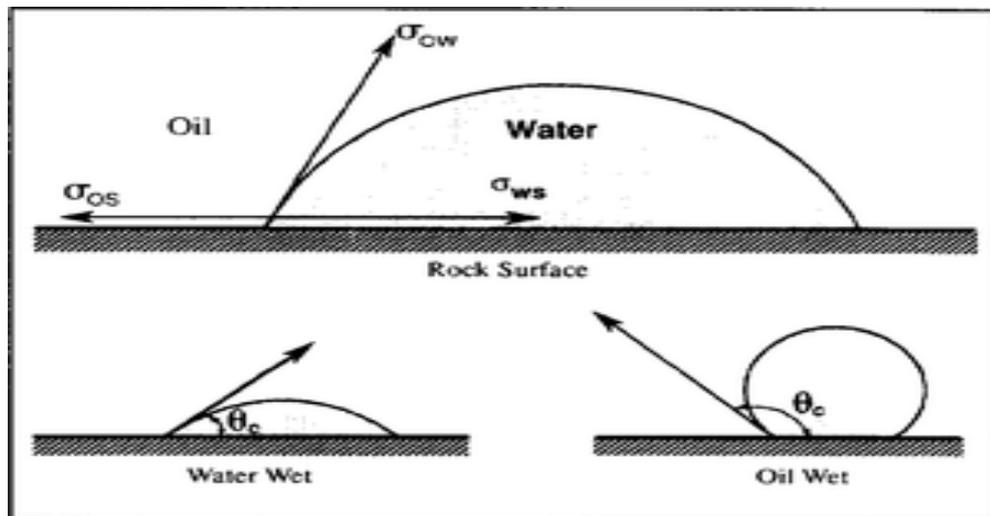


Figure I.4 Angles de contact définissant la mouillabilité [12]

Où σ_{ow} est la tension interfaciale entre l'huile et l'eau, σ_{os} est la tension interfaciale entre l'huile et le solide, σ_{ws} est la tension interfaciale entre l'eau et le solide, et θ est l'angle de contact (l'angle de la ligne de contact eau/huile/solide). L'angle de contact est mesuré à travers l'eau [12].

I.4.3 Pression capillaire :

Si de l'huile et de l'eau sont mises en contact sur une surface, une interface courbe se forme entre elles. L'angle de contact, mesuré à travers l'eau, définit la mouillabilité du système, comme présenté dans la section précédente. Comme l'interface est courbe, la pression augmente brusquement à travers l'interface pour équilibrer la différence massive des forces d'IFT. Cette haute pression est appelée pression capillaire. Par conséquent, la pression capillaire est définie comme la différence de pression entre les pressions dans les phases mouillantes et non mouillantes à l'interface. Deux phases non miscibles qui sont à l'équilibre dans un milieu poreux possèdent une distribution de forces définie par les forces capillaires, qui dépendent du diamètre du port et de l'IFT entre les phases. La magnitude peut être déterminée par l'équation de Young Laplace.

$$P_c = P_{nw} - P_w = \frac{2\sigma}{r_m}$$

Où P_c représente la pression capillaire, P_{nw} est la pression de la phase non mouillante, P_w est la pression de la phase mouillante, σ est la tension interfaciale et r_m est le diamètre moyen du port (capillaire) [12].

I.4.4 L'effet des tensioactifs sur ces paramètres

Après le processus d'inondation d'eau, l'huile résiduelle restant dans le réservoir est immobile car elle est contournée par l'eau. Ce phénomène est courant dans les capillaires d'un diamètre inégal. Cependant, l'écoulement d'huile dans les capillaires normaux, qui ont un diamètre uniforme sur toute leur longueur, n'est pas très difficile. Dans un processus d'inondation d'eau normal, l'huile est mobilisée par l'écoulement visqueux de l'eau seulement, sans utiliser beaucoup de force, comme expliqué dans l'exemple suivant. Si l'huile est dans un capillaire de diamètre uniforme, ΔP peut être calculé en utilisant la relation suivante comme indiqué dans l'équation suivante :

$$\Delta P = P_o - P_w = \frac{2\sigma}{r}$$

Où P_o et P_w sont les pressions de l'huile et de l'eau, respectivement, σ est la tension interfaciale entre l'huile et l'eau et $2/r$ est la courbure interfaciale. En insérant des valeurs typiques de $r = 10 \mu m$ ($10 \times 10^{-6} m$) et $\sigma = 30 mN/m$, ΔP peut être calculé comme $6 kPa$ ($0,87 psi$). L'huile peut être mobilisée en appliquant une pression supérieure à $0,87 psi$. Cependant, si le capillaire présente un diamètre non uniforme, l'huile devient piégée à l'intérieur et reste immobile en utilisant seulement $0,87 psi$.

Si l'on considère l'exemple d'un capillaire qui a une structure de bouteille avec un diamètre de pore côté petit de $10 \mu m$ et un grand diamètre de côté de $100 \mu m$, avec la longueur de l'huile piégée des deux côtés de $50 \mu m$, alors en utilisant la relation suivante, le gradient de pression, $\frac{\Delta P}{\Delta X}$, peut être calculé

$$\frac{\Delta P}{\Delta X} = \frac{p_{o2} - p_{o1}}{\Delta X} = \frac{2\sigma}{\Delta X} \left[\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right]$$

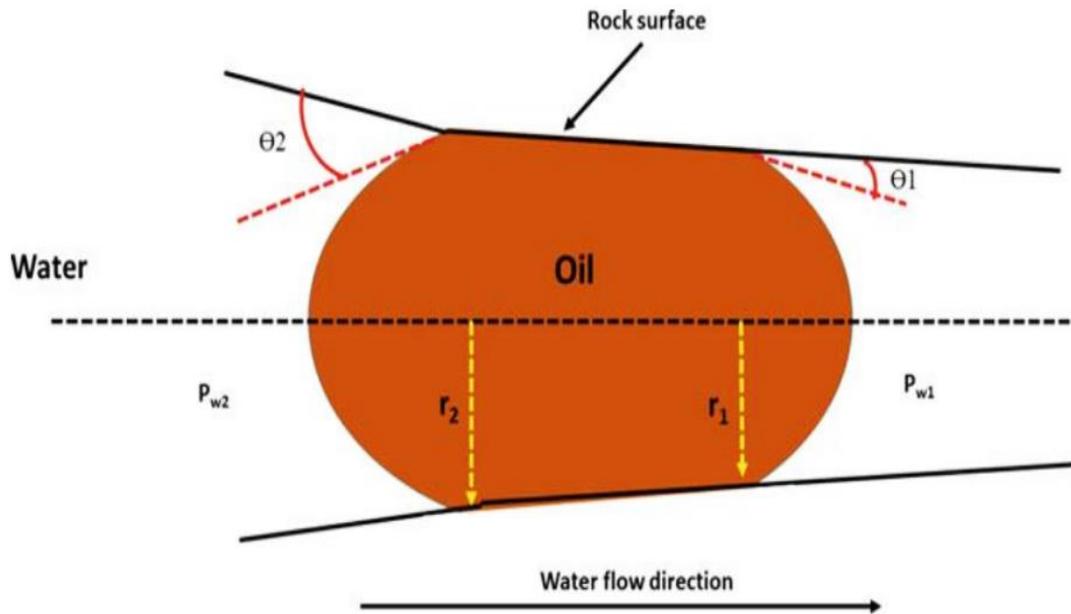


Figure.I.11 : Modèle d'un ganglion huileux piégé par un capillaire et une constriction des pores

$\frac{\Delta P}{\Delta X} = 107 \text{ Pa/m}$ Ou 3500 psi/ft . Il s'agit d'une pression énorme à appliquer pour déplacer le pétrole et elle n'est pas pratiquement applicable car, dans les réservoirs typiques, la pression appliquée est d'environ 1 psi/ft . Il s'agit d'une pression énorme à appliquer pour déplacer le pétrole et elle n'est pas pratiquement applicable car, dans les réservoirs typiques, la pression appliquée est d'environ 1 psi/ft .

À partir de l'équation ci-dessus, on peut constater que les diamètres des pores ne peuvent pas être modifiés et le seul paramètre qui peut être modifié est σ (IFT). Si la tension interfaciale, σ , dans cet exemple est remplacée par un nombre typique de 10^{-3} mN/m , le gradient de pression requis est réduit à $0,175 \text{ psi/ft}$. Cette situation démontre l'importance fondamentale de réduire l'IFT. La seule façon de réduire l'IFT à ce niveau est l'utilisation de tensioactifs. Habituellement, les tensioactifs ont été utilisés dans l'EOR principalement pour réduire la tension de surface entre le pétrole et l'eau et pour modifier la mouillabilité. Ils sont utilisés seuls ou avec d'autres produits chimiques alliés tels que les alcalis et les

polymères dans les procédés AS, SP et ASP. Les principales fonctions attribuées aux tensioactifs dans le processus ASP sont la réduction de l'IFT, généralement jusqu'à 10^{-3} mN/m , et la modification de la mouillabilité. Plus récemment, cependant, les tensioactifs ont également été utilisés pour l'EOR dans la génération de mousse et pour la formation de micelles en forme de ver ayant des propriétés viscoélastiques pour le contrôle de la mobilité. Toutefois, leur rôle majeur dans l'EOR est considéré comme des agents réducteurs d'IFT. Dans ce contexte, la phase de tensioactif injectée doit atteindre une IFT ultra-basse avec le pétrole pour le mobiliser dans une phase continue avec de l'eau en formant des microémulsions.

De plus, cette condition de faible IFT doit être maintenue tout au long du processus de sorte que le pétrole mobilisé ne soit pas piégé de nouveau dans les capillaires. Il est bien compris que la formation de microémulsion à une IFT ultra-basse est le processus critique dans le balayage aux tensioactifs. Comme la microémulsion est le produit du pétrole, de l'eau et de la saumure, le comportement de phase des tensioactifs, de l'eau et du pétrole est d'une importance fondamentale. [12]

I.5. Marché et domaines d'application des tensioactifs

En 2007, toutes les applications des tensioactifs représentent, à travers le monde, une consommation de 11 millions de tonnes par an dont environ 3 millions pour l'Europe contre 2,6 millions de tonnes en 2002, ce qui représente une augmentation de 3% par an [13].

Tableau I.1 : Répartition des différentes classes de tensioactifs en Europe et dans le monde en 1999 [14]

Classes	Volume de la production en Europe (103 tonnes)	Pourcentage en Europe	Pourcentage dans Le monde
Anioniques	970	40	>60
Non ioniques	1245	51	30
Cationiques	179	7	<10
Amphotères	57	2	<10
Total	2451	100	100

D'après le tableau I.1, les composés anioniques représentent la plus grande part de la production mondiale, suivi par les tensioactifs non ioniques. Les domaines d'application des tensioactifs sont multiples. Ils jouent le rôle soit de matière première de base pour la formulation de produits détergents

ou cosmétiques, soit de produits auxiliaires dans les procédés de fabrication de l'industrie textile, des métaux, du cuir ou du pétrole. Trois grands secteurs d'activité se partagent le marché, à savoir les secteurs de la détergence, du cosmétique et des usages industriels [14].

I.5.1. Secteur de la détergence

Les tensioactifs entrent dans la formulation de tous les détergents et représentent en moyenne 20% de leur composition. Il convient de distinguer la détergence ménagère et la détergence industrielle, cette dernière concernant en grande partie le secteur de l'agroalimentaire. La détergence ménagère quant à elle regroupe plusieurs classes de produits tels que les lessives, les adoucissants, les produits vaisselle et les produits d'entretien. À noter que le secteur des lessives est le plus gros consommateur de tensioactifs avec plus de 50% du marché [14]

I.5.2. Secteur du cosmétique

Les tensioactifs sont largement utilisés dans la formulation de produits cosmétiques tels que les shampoings, les gels douche, les savons, les crèmes hydratantes et les produits de maquillage. Ils permettent d'émulsionner les ingrédients, de stabiliser les formulations et de faciliter le nettoyage [15].

I.5.3. Secteur industriel

Les tensioactifs ont une gamme d'applications étendue dans divers domaines industriels. Voici quelques-uns des principaux domaines d'application des tensioactifs :

- **Industrie textile** : Les tensioactifs sont utilisés dans le traitement des fibres textiles pour améliorer leur mouillabilité, leur teinture, leur lavabilité et leur résistance aux taches [16].
- **Industrie agroalimentaire** : Les tensioactifs sont utilisés comme émulsifiants, mouillants et dispersants dans la production alimentaire pour améliorer la stabilité des émulsions, la texture des produits et la dispersion des ingrédients [17].
- **Industrie pharmaceutique** : Les tensioactifs sont utilisés dans la formulation de médicaments pour améliorer la solubilité des principes actifs, la biodisponibilité des médicaments et la stabilité des formulations [18].
- **Industrie chimique** : Les tensioactifs sont utilisés dans divers processus chimiques comme agents mouillants, émulsifiants et dispersants pour faciliter les réactions chimiques et améliorer l'efficacité des processus de séparation [19].

I.5.4 Application des tensioactifs dans l'industrie pétrolière

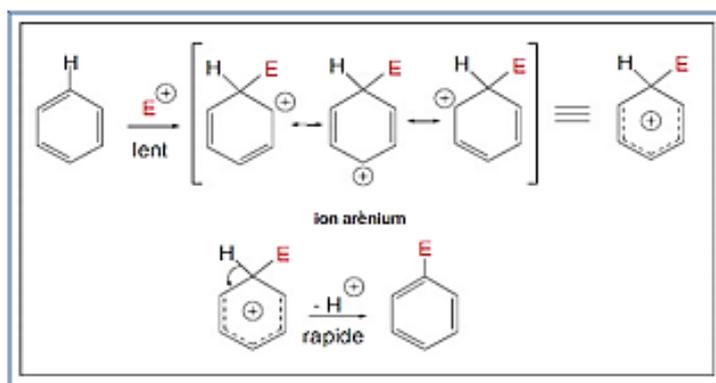
Dans l'industrie pétrolière, les tensioactifs ont plusieurs applications clés :

- **Récupération assistée du pétrole (RAP) :** Les tensioactifs sont utilisés dans les opérations de RAP pour réduire la tension superficielle entre l'eau et le pétrole, facilitant ainsi le déplacement du pétrole vers les puits de production. Les tensioactifs peuvent être utilisés seuls ou en combinaison avec d'autres agents pour améliorer l'efficacité de la récupération [20].
- **Inhibition de la formation d'hydrates :** Les tensioactifs peuvent être utilisés pour inhiber la formation d'hydrates dans les pipelines et les équipements de production de pétrole. En réduisant la formation d'hydrates, les tensioactifs contribuent à maintenir la fluidité des fluides pétroliers et à éviter les obstructions [20].
- **Déplacement de fluides dans les pipelines :** Les tensioactifs peuvent être ajoutés aux fluides de transport dans les pipelines pour réduire la friction et améliorer le déplacement des fluides, notamment du pétrole brut et des produits pétroliers, sur de longues distances [21].
- **Contrôle de la viscosité :** Certains tensioactifs sont utilisés pour contrôler la viscosité des fluides pétroliers, ce qui peut être important dans les opérations de forage, de complétion de puits et de production [21].
 - **Nettoyage et dégraissage :** Les tensioactifs sont utilisés dans les opérations de nettoyage et de dégraissage des équipements pétroliers pour éliminer les dépôts, les huiles et les graisses. Ils peuvent être utilisés dans des formulations de nettoyage spécifiques pour différentes applications [21].
 - **Émulsification :** Les tensioactifs peuvent être utilisés pour stabiliser les émulsions d'eau dans le pétrole ou de pétrole dans l'eau, ce qui est important dans le traitement et le transport de certains types de produits pétroliers [21].

I.6 La réaction de sulfonation :

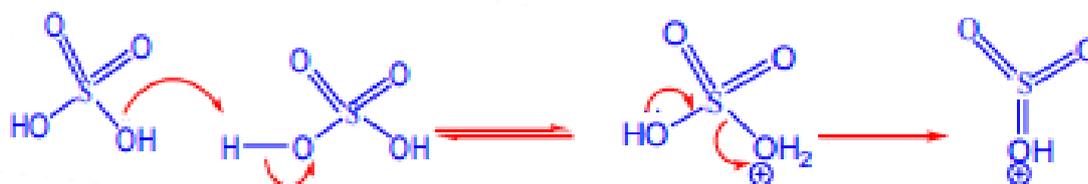
I.6.1 La substitution électrophile aromatique :

Les réactions de substitution aromatique représentent la majorité des réactions effectuées sur les composés aromatiques. L'électrophile E^+ attaque le cycle aromatique ce qui nécessite beaucoup d'énergie dans la mesure où le caractère aromatique du système disparaît pour laisser place à un carbocation, appelé ion arénium ou entité intermédiaire de Wheland. C'est donc une réaction lente et qui fait intervenir un réactif électrophile fort. Cela nécessite l'utilisation d'un doublet d'électrons de l'aromatique pour créer la liaison avec E^+ . L'ion arénium est mésomère et résonne en trois formules limites, il est très réactif. Le retour au caractère aromatique substitué par le groupe E [22].



Substitution électrophile sur aromatique

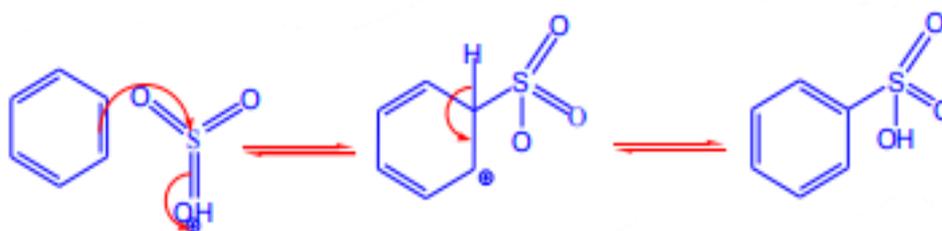
I.6.2 Mécanisme de la sulfonation :



Le benzène réagit lentement avec l'acide sulfurique seul pour donner l'acide benzènesulfonique. La réaction commence par la protonation d'une molécule d'acide sulfurique par une autre et la perte d'une molécule d'eau.

Le cation obtenu est très réactif et se combine au benzène par le mécanisme suivant :

Une addition lente sur le système π aromatique, suivie de la perte rapide d'un proton pour régénérer l'aromaticité. Le produit contient le groupement fonctionnel acide sulfonique $-\text{SO}_2\text{OH}$



Acide benzène sulfonique. [23]

I.6.3 Les agents de sulfonation :

Les agents de sulfonation sont des composés chimiques utilisés pour introduire des groupes sulfonâtes ($-\text{SO}_3\text{H}$) dans des molécules organiques, ce qui est crucial pour la production de tensioactifs anioniques. Voici un aperçu des principaux agents de sulfonation utilisés dans l'industrie :

1.6.3.1 Acide sulfurique concentré (H_2SO_4) :

- **Utilisation** : L'acide sulfurique concentré est l'un des agents de sulfonation les plus couramment utilisés. Il réagit avec les hydrocarbures pour former des acides sulfoniques.
- **Avantages** : Disponible et économique, il est efficace pour la sulfonation de nombreux composés organiques.
- **Inconvénients** : La réaction peut être exothermique et difficile à contrôler, nécessitant des précautions de sécurité importantes [24].

1.6.3.2 Trioxyde de soufre (SO_3) :

- **Utilisation** : Le trioxyde de soufre est un agent de sulfonation très réactif, souvent utilisé en combinaison avec des solvants comme le dioxyde de soufre liquide (SO_2).
- **Avantages** : Il permet une sulfonation rapide et efficace avec un contrôle précis du degré de sulfonation.
- **Inconvénients** : Le SO_3 est extrêmement corrosif et nécessite des équipements spécialisés pour sa manipulation [25].

1.6.3.3 Acide chlorosulfonique (HSO_3Cl) :

- **Utilisation** : L'acide chlorosulfonique est utilisé pour la sulfonation de divers composés organiques, y compris les hydrocarbures.
- **Avantages** : Il est très réactif et efficace pour la sulfonation, même à des températures plus basses.
- **Inconvénients** : Il est corrosif et réagit violemment avec l'eau, nécessitant des mesures de sécurité strictes [26].

1.6.3.4 Acide sulfamique (H_3NSO_3) :

- **Utilisation** : Utilisé dans des conditions où un agent de sulfonation moins agressif est souhaité.
- **Avantages** : Moins corrosif que le SO_3 et l'acide chlorosulfonique, il est plus facile à manipuler.
- **Inconvénients** : Moins réactif, il peut nécessiter des conditions de réaction plus sévères (température plus élevée, temps de réaction prolongé) [27].

1.6.3.5 Acide méthanesulfonique ($\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$) :

- **Utilisation** : Parfois utilisé pour des sulfonations spécifiques où un acide plus doux est nécessaire.
- **Avantages** : Il est stable et moins corrosif, ce qui le rend plus sûr à manipuler.
- **Inconvénients** : Moins réactif que les autres agents de sulfonation, il peut ne pas être approprié pour toutes les applications [28].

1.6.4 Choix de l'Agent de Sulfonation :

Le choix de l'agent de sulfonation dépend de plusieurs facteurs, notamment :

- **La nature de la molécule à sulfoner** : Certains agents sont plus efficaces pour certains types de molécules.
- **Les conditions de réaction** : Température, pression, et équipement disponible.
- **Les considérations de sécurité** : La manipulation des agents corrosifs et réactifs nécessite des précautions spécifiques.
- **Le coût et la disponibilité** : Certains agents peuvent être plus coûteux ou moins disponibles.

Dans le contexte de la sulfonation des coupes de pétrole, l'acide sulfurique concentré et le trioxyde de soufre sont souvent privilégiés en raison de leur efficacité et de leur coût relativement bas. Cependant, l'acide chlorosulfonique peut être utilisé lorsque des conditions de réaction plus contrôlées sont nécessaires.

Bibliographies

- [1]: Linda D. Rhein, Ruth M. Thomas, "Surfactants in Personal Care Products and Decorative Cosmetics", 2006.
- [2]: Anne E. Marteel-Parrish, Paul T. Anastas, "Green Chemistry and Engineering: A Practical Design Approach", 2014.
- [3]: TALBI. Z « EXTRACTION DE POLLUTION ORGANIQUE ET METALLIQUE PAR TENSIOACTIFS BIODEGRADABLES ET LIQUIDES IONIQUES », thèse de doctorat, Université d'Oran - Mohamed-Boudiaf, 2017.
- [4]: Tadros.T. F « Applied Surfactants, Principles and Applications », Wiley-VCH, 2005.
- [5]: Rosen.M « Surfactans and Interfacial Phenomena », Third Edition, Wiley- Interscience, (2004).
- [6]: Farn.R. J « Chemistry and Technology of Surfactants », Wiley-Blackwell, 2006.
- [7]: Porter.M. R « Handbook of Surfactants », Springer US, 1991.
- [8]: LARPENT.C « Tensioactifs », Techniques de l'ingénieur, Traité Constantes physicochimiques, 1995.
- [9]: Chantal. LARPENT, Tensioactifs. K342. s.l. : Technique de l'ingénieur, 10 juin 1995.
- [10]: Nakama Kishi Kasei.Y and Co., «Surfactant », Cosmetic science and technology, 2017.
pages 231-244
- [11]: Bengtsson.T « Boosting Potato Defence Against Late Blight », Doctoral Thesis Swedish University of Agricultural Sciences Alnarp, 2013.
- [12]: Muhammad Sagir, Muhammad Mushtaq, M. Suleman Tahir, Muhammad Bilal Tahir, Abdul Ravoof Shaik; « Surfactants for Enhanced Oil Recovery Applications »; 2020.
- [13]: Bognolo G., Surfactants market trends in Europe. Ed. CESIO, Paris, 2008.
- [14]: ADEME, Tensioactifs et oléagineux : Etude sur les matières premières oléagineuses disponibles sur le marché européen, 2001.
- [15]: André O. Barel, Marc Paye, Howard I. Maibach, "Surfactants in Cosmetics" - Handbook of Cosmetic Science and Technology, Third Edition, 2009.

- [16]: Arun Nanda, "Surfactants in Textile Processing", 2002.
- [17]: Jorg Thöming, Philip G. Jessop "Surfactants in Agrochemicals", 2010.
- [18]: Lawrence A. Persaud, Ph. D, "Pharmaceutical Applications of Surfactants", 2014.
- [19]: Arumugam Sivasankar, "Surfactants in Chemical Industry", Inde, 2017.
- [20]: Mona Ellarby, Kenneth J. Lissant, "Surfactants in Oil Recovery", 2013.
- [21]: Ernest W. Flick, "Industrial Surfactants, 2nd Edition", 1995.
- [22]: Joulien, "les composés aromatique", 2006.
- [23]: Claude anis, "la réactivité des composés aromatiques", 2013.
- [24]: "Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology", Volume 23, 4th Edition, Wiley-Interscience, 2006.
- [25]: S. Arnett, "Sulfonation of Aromatic Compounds," in *Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis*, John Wiley & Sons, 2001.
- [26]: M. M. Joullié, K. M. Lassen, "Chlorosulfonic Acid: A Versatile Reagent," *Chemical Reviews*, 2010.
- [27]: Jonathan Clayden, Nick Greeves, Stuart Warren, "Organic Chemistry", Oxford University Press, 2012.
- [28]: Jie Jack Li, Elsevier, "Organic Syntheses Based on Name Reactions and Unnamed Reactions", 2007.

CHAPITRE II
MATERIELS ET METHODES

II.1. Introduction :

La sulfonation des coupes de pétrole est un processus essentiel pour la production de tensioactifs anioniques, utilisés dans diverses applications industrielles. Dans cette étude, quatre coupes de pétrole brut provenant du champ DJEBEL-ONK Bir-El-Ater ont été soumises à des procédés de sulfonation afin de synthétiser des tensioactifs anioniques à l'aide d'acide sulfurique concentré.

La partie expérimentale est répartie en deux parties :

- Préparation des quatre coupes pétrolières à partir de distillation de pétrole brut (sous vide et atmosphérique).
- Synthèse de tensioactif à partir de ces quatre coupes de pétrole et l'acide sulfurique concentré.

II.2. Matériels :

II.2.1 Matières première et réactifs :

Quatre échantillons distincts de pétrole brut, fournis par du champ Djebel-Onk Bir-El Ater représentant différentes fractions de distillation sous vide et atmosphériques, ont été sélectionnés pour la sulfonation.

Les produits chimiques utilisés lors synthèse des tensioactifs sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau II.2.1 Les principaux produits chimiques

Produit	Formule chimique	Utilise...
Acide sulfurique 98%	H_2SO_4	Agent de sulfonation
Hydroxyde de sodium 20%	NaOH	Comme agent de neutralisation
Alcool isopropylique ou propan-2-ol	C_3H_8O	Extraction des sulfonâtes
Alcool éthylique 96%	CH_3CH_2OH	Agent purifiant
Huile de paraffine	C_nH_{2n+2}	Pour le chauffage lors de la réaction de sulfonation.

II.2.2 Equipements et instruments :

- Spectrophotometer UV **JASCO V-730** serial no. **D 376961798**
- Fourier transform infrared **JASCO FT/IR-4X** serial no. **A 030862111**
- Réacteur de sulfonation

- Agitateur magnétique
- Thermomètre
- Les ampoules : d'addition et décanté
- Bouteille d'azote
- Dispositif de distillation atmosphérique
- Rotavap pour la distillation sous vide

II.3 Méthodes :

II.3.1 Mesure des propriétés physiques du pétrole brut

Les principales propriétés des pétroles bruts obtenues par différentes méthodes analytiques sont la densité, l'indice de réfraction, le point d'écoulement, la viscosité, la tension superficielle, le point d'aniline, la tension de vapeur, la teneur en soufre et la teneur en eau, sédiments et sels.

Ces grandeurs, pour lesquelles il existe de méthodes d'essais normalisées, sont nécessaires pour interpréter les processus chimiques et pour apprécier l'efficacité des traitements lors du raffinage. Elles sont aussi déterminantes pour éviter, en amont, les Incidents qui pourraient parfois se révéler très sérieux [1].

- **Densité (specific gravity)**

C'est le rapport entre la masse d'un certain volume d'échantillon à une température donnée et celle du même volume de l'échantillon de référence. [1]

Tableau II.3.1.1 Densités moyennes de quelques pétroles bruts

Brut	Densité
Léger	$0,76 \leq d \leq 0,82$
Moyen	$0,82 < d < 0,86$
Moyennement lourd	$0,86 \leq d < 0,90$
Lourd	$d > 0,90$

La densité d'un pétrole sera d'autant plus faible que son rapport atomique H/C sera grand. C'est ainsi que la densité des divers pétroles bruts varie de 0,7 à 1 (°API 70 à 100).

Dans une même région géographique, la densité du brut varie d'un gisement à un autre, et d'un puits à un autre. [2]

- **Détermination de la densité**

La norme utilisée pour déterminer cette propriété est-ASTM D 1298 99 -[1]

La détermination de la densité se fait au moyen de trois méthodes :

- Méthode du pycnomètre
- Méthode de l'aréomètre
- Méthode du densimètre électronique

Le plus utilisé est le densimètre électronique. Il est caractérisé par une simple manipulation et une bonne précision voire **figure II.3.1.1.** [3]



Figure II.3.1.1 Densimètre électronique

Pour mesurer expérimentalement la densité en utilise l'hydromètre (au champ Djebel-Onk)

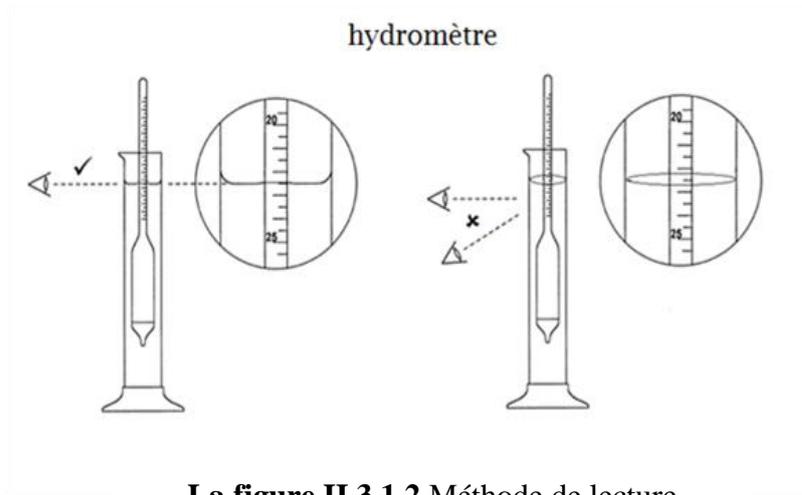
Lecture de l'hydromètre (circulaire NBS C410) [3]

Une fois le cylindre sous pression de l'hydromètre rempli conformément aux procédures établies au préalable, il faut le secouer afin d'égaliser et de stabiliser la température.

Une lecture de la température doit être faite puis comparée à une autre lecture faite environ 10 min plus tard. Si la température n'a pas changé de plus de $\pm 0,2$ °C, on peut faire les lectures de la densité. [3]

La figure II.3.1.2 illustre la bonne méthode de lecture d'un hydromètre de type ouvert (la lecture d'un système fermé se fait de la même manière). L'œil doit être placé légèrement sous le plan de la surface du liquide (a) puis être remonté lentement jusqu'à ce que l'ellipse de la surface du liquide devienne une ligne droite (b). Le point où cette ligne droite croise un échelon de la tige graduée de l'hydromètre est la lecture de l'instrument. La valeur notée à $\frac{1}{2}$ échelon près.

NB : Comme la densité des liquides dépend de la température, il faut indiquer la température.



La figure II.3.1.2 Méthode de lecture

- **Point d'éclair :**

Le point d'éclair caractérise la teneur en produit volatils et permet ainsi de connaître jusqu'à quelle température un produit pourra être chauffé sans danger, de plus, il renseigne l'opérateur d'une unité de distillation sur le fonctionnement des strippings. Si le point d'éclair est trop bas, il y a lieu d'augmenter le débit de vapeur d'eau au fond de colonne pour revaloriser davantage de fractions légères. [2]

- **Détermination de point d'éclair :**

Il existe plusieurs méthodes standardisées pour mesurer le point d'éclair, chacune adaptée à différents types de liquides et conditions expérimentales :

- **Méthode de Pensky-Martens (ASTM D93) :**

Utilisée pour les liquides ayant des points d'éclair supérieurs à 40°C (104°F). Cette méthode consiste à chauffer progressivement l'échantillon dans une coupelle fermée et à appliquer une flamme pour détecter l'inflammabilité des vapeurs. [4]

- **Méthode de Tagliabue (ASTM D56) :**

Utilisée pour les liquides ayant des points d'éclair inférieurs à 93°C (199.4°F). L'échantillon est chauffé dans une coupelle ouverte et une flamme est appliquée pour tester l'inflammabilité. [5]

- **Méthode de Cleveland (ASTM D92) :**

Utilisée pour les liquides ayant des points d'éclair supérieurs à 79°C (174.2°F). Cette méthode consiste à chauffer l'échantillon dans une coupelle ouverte et à appliquer une flamme pour tester l'inflammabilité. [6]

La méthode de Pensky-Martens (ASTM D93) est la plus couramment utilisée, en particulier pour les produits pétroliers. Cette méthode est privilégiée en raison de sa précision et de sa pertinence pour une

large gamme de liquides inflammables, notamment ceux ayant des points d'éclair supérieurs à 40°C (104°F).

- **Méthode de Pensky-Martens (ASTM D93)**

a-Principe :

La méthode de Pensky-Martens utilise un appareil à coupelle fermée pour déterminer le point d'éclair des liquides inflammables. Le principe repose sur le chauffage progressif de l'échantillon dans une coupelle fermée et l'application périodique d'une flamme pour détecter l'inflammabilité des vapeurs. [4] (figure II.3.1.3)

b-Procédure :

- **Préparation de l'Échantillon :**

L'échantillon de liquide est placé dans la coupelle de l'appareil Pensky-Martens jusqu'au niveau indiqué.

- **Chauffage :**

L'échantillon est chauffé à un taux constant, généralement entre 5°C et 6°C par minute.

- **Application de la Flamme :**

À des intervalles de température spécifiques, une petite flamme est appliquée à l'ouverture de la coupelle fermée.

- La température à laquelle une flamme de flash est observée pour la première fois est enregistrée comme le point d'éclair.

- **Sécurité et Précautions :**

En raison de la nature inflammable des échantillons, des précautions de sécurité strictes doivent être suivies, y compris l'utilisation de gants, de lunettes de protection et de vêtements de laboratoire appropriés.

L'appareil doit être utilisé dans une zone bien ventilée, éloignée de sources d'ignition.

c- Avantages

Précision : La méthode de Pensky-Martens fournit des mesures précises et reproductibles du point d'éclair, ce qui est essentiel pour des applications industrielles et de réglementation.

Applicabilité : Elle est adaptée à une large gamme de produits pétroliers et autres liquides inflammables.

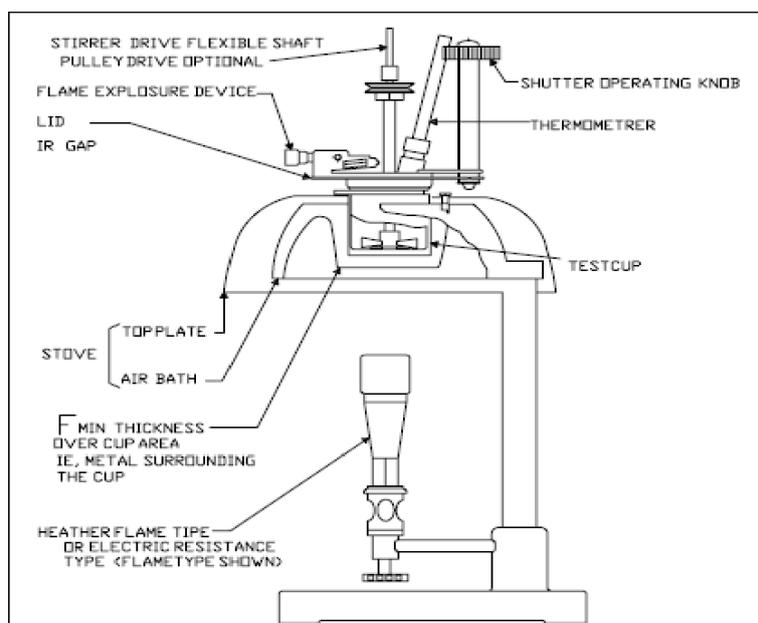


Figure II.3.1.3 Appareil à coupelle fermée pour déterminer le point d'éclaire

Normes Internationales : Reconnu internationalement, cette méthode est conforme aux normes ASTM, ISO, et EN, ce qui facilite la comparaison des résultats entre différentes études et laboratoires.

- **La Viscosité :**

La viscosité est généralement définie comme étant la caractéristique de la résistance à l'écoulement d'un fluide ; elle intervient dans tous les phénomènes liés à l'écoulement. On distingue deux types de viscosité : la viscosité dynamique et la viscosité cinématique. [2]

- **Viscosité dynamique :**

La viscosité dynamique notée μ (Mû), appelée encore viscosité absolue, c'est l'effet de la traduction des interactions moléculaires au sein d'un fluide en mouvement.

La viscosité dynamique était exprimée en centpoises (CP), ou en pascal-seconde (Pa.s) : Quelques valeurs de viscosité dynamique exprimée en **tableau II.3.1.2** [1]

Tableau II.3.1.2 Quelques valeurs de viscosité dynamique

Constituants	μ à 20°C en (CP)
Éther	0.24
Eau	1.0
Kérosène	2.5
Huiles	150

- Viscosité cinématique

La viscosité cinématique notée ν (Nû), c'est le rapport de la viscosité dynamique par la masse volumique ρ d'un fluide, elle est exprimée en mm^2/s . ou en secondes Saybolt (S.S.U.).

Des tables de conversions entre les différentes unités sont normalisées (ASTM D 2161).

Le tableau suivant présente la viscosité de quelques pétroles bruts à 20 °C. [21]

Tableau II.3.1.3 : Viscosité cinématique de quelques pétroles bruts à 20 °C

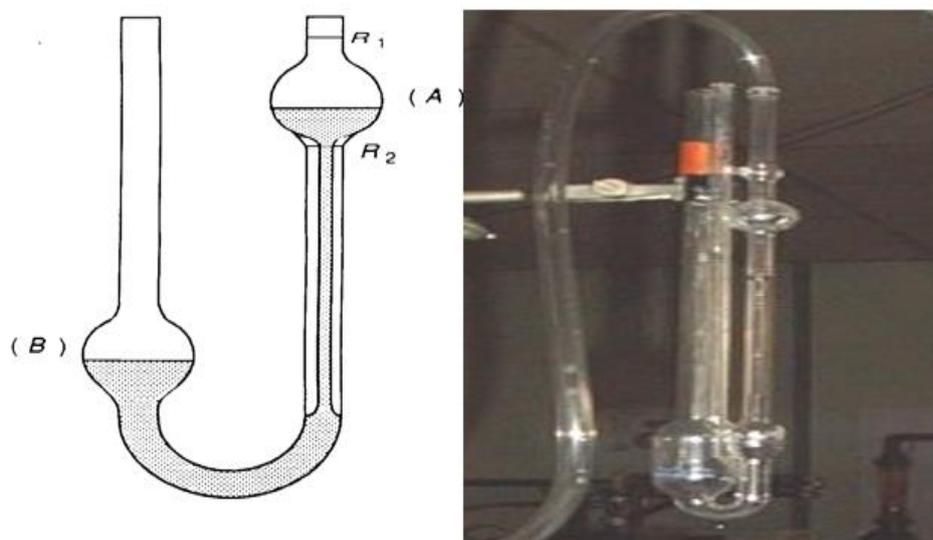
Nom du brut	Pays d'origine	ν (mm ² /s)
Djebel-Onk	Algérie	5
Safaniya	Arabie saoudite	48
Bachaquero	Venezuela	>500

- Enquête sur la viscosité du pétrole

La méthode employée pour évaluer cette caractéristique est la norme ASTM D445-06. La viscosité des pétroles bruts est mesurée à différentes températures.

Le calcul des pertes de charge dans les pipelines, les tuyauteries et les conduites revêt une importance capitale. Son objectif est de déterminer le temps nécessaire pour un volume spécifique de liquide de s'écouler, dans des conditions normalisées, à travers un capillaire calibré à une température spécifique. [1]

La viscosité cinématique est déterminée en utilisant la formule de raffinerie pour calculer le temps d'écoulement. Les changements de viscosité varient avec la température. Les appareils utilisés sont : (voir **figureII.3.1.4**) [1]



FigureII.3.1.4 Schéma et dispositif d'un viscosimètre d'Ostwald

L'appareil comporte : Un capillaire bien calibré, Une ampoule A portant deux repères R1 et R2. Un réservoir en U contenant le liquide étudié.

On aspire le liquide jusqu'à R1 et on mesure la durée Δt qu'il met pour s'écouler jusqu'au repère R2. Ce temps d'écoulement est proportionnel à la viscosité dynamique du liquide et inversement proportionnel à la pression motrice. On montre que K étant une constante caractéristique de l'appareil. Les constructeurs délivrent avec chaque tube, un certificat d'étalonnage où intervient plutôt K : $\eta = K \cdot \rho \cdot t$ [6].

Après remplissage, les schémas ci-après font apparaître la situation de l'appareil d'Ostwald au déclenchement et à l'arrêt du chronomètre. [1]

- Calcul de la viscosité

La viscosité cinématique est obtenue à partir de la viscosité dynamique par la formule suivante : [8]

$$\text{Viscosité } \nu = \frac{\text{viscosité dynamique } \mu}{\text{masse volumique } \rho} \quad [1.10]$$

Habituellement exprimée en stokes (St) et en centistokes (Cst), la viscosité cinématique dans le système SI (système international) doit être mesurée en (m^2/s). La correspondance avec les unités habituelles est la suivante : [1]

II.3.2 Fractionnement de pétrole brut :

- **Méthodologie de fractionnement :**

Les quatre coupes du pétrole sont obtenues à partir de la distillation sous vide et atmosphérique de 500 ml de pétrole brut. Les températures initiales et finales de distillation et les masses des coupes sont consignées dans le tableau II.3.2.1

Tableau II.3.2.1 Les températures initiales et finales avec les types de distillation, des coupes du pétrole.

Coupe pétrolière	Température initiale (°c)	Température finale (°c)	Type de distillation
Coupe 1	40	60	Sous vide
Coupe 2	60	80	Sous vide
Coupe 3	180	240	atmosphérique
Coupe 4	240	300	atmosphérique

- **Récupération des coupes pétrolières :**

Pour obtenir expérimentalement des quantités suffisantes des quatre coupes de pétrole, nous avons répété la distillation sous vide sept fois, conformément au tableau II.3.2.2

Tableau II.3.2.2 Quantité des coupes 1 et 2 de distillation sous vide.

Date	Echantillon	Volume (ml)	Poids (g)	Densité	Coupe 1 40°-60°c	Coupe 2 60°- 80°c
06-03-24	1	500 ml	418.606	0.837	11.35g	15.99 g
07-03-24	2	500 ml	418,625	0.837	12.57 g	15.74 g
07-03-24	3	500 ml	418.380	0.836	13.34 g	14.846 g
11-03-24	4	500 ml	418.228	0.836	12.46 g	16.8 g
12-03-24	5	500 ml	418.516	0.837	13.575 g	14.255 g
17-03-24	6	500 ml	418.445	0.836	11.759 g	15.33 g
18-03-24	7	500 ml	418.346	0.836	10.98 g	18.37 g

Ensuite, nous procédons à la distillation atmosphérique pour les coupes 3 et 4, conformément au tableau II.3.2.3.

Tableau II.3.2.3 Quantité des coupes 3 et 4 de distillation atmosphériques

Date	Volume (ml)	Coupe 3 180°-240°c	Coupe 4 240°-300°c
17-03-24	1000 ml	121.46 g	160.08 g
18-03-24	1000 ml	130.26 g	154.64 g
20-03-24	500 ml	60.5958 g	81.14 g

Après la séparation, chaque coupe est stockée et manipulée de manière appropriée pour garantir la sécurité et la qualité du produit final.

Le stockage des échantillons de coupes de pétrole brut nécessite des pratiques rigoureuses pour assurer la sécurité, la préservation de l'échantillon, et la conformité aux réglementations.

- **Contenants Appropriés**

Matériaux des Contenants :

Utiliser des flacons en verre borosilicaté ou des contenants en acier inoxydable pour résister aux produits chimiques et éviter toute réaction avec les échantillons. Les plastiques sont à éviter sauf pour les fractions non corrosives et à basse température.

Bouchons Hermétiques :

Les contenants doivent être fermés hermétiquement avec des bouchons en PTFE (polytétrafluoroéthylène) ou en caoutchouc butyle pour éviter les fuites et la contamination.

- **Étiquetage :**

Identification :

Chaque échantillon doit être étiqueté clairement avec des informations telles que le type de fraction, la date de collecte.

Danger :

Inclure des symboles de danger et des mentions de précaution appropriées pour chaque type de fraction.

- **Conditions de Stockage**

Température :

Les fractions légères comme les gaz et le naphta doivent être stockées à des températures basses pour minimiser l'évaporation et la dégradation.

Les fractions plus lourdes, telles que le diesel et les résidus, peuvent être stockées à température ambiante mais loin de toute source de chaleur excessive.

Ventilation :

Stocker les échantillons dans un endroit bien ventilé pour éviter l'accumulation de vapeurs inflammables.

Éloignement des Sources d'Ignition :

Les échantillons doivent être stockés loin de toute source d'ignition, comme les flammes nues, les étincelles, et les équipements électriques non protégés [9].

- **Armoires de Sécurité**

Armoires de Sécurité : Utiliser des armoires de sécurité pour produits chimiques inflammables, conformes aux normes de sécurité (NFPA, OSHA, etc.) [10].

Séparation des Incompatibles : Stocker les échantillons inflammables séparément des oxydants, des acides forts, et des bases fortes pour éviter des réactions dangereuses.

II.3.3 mesure de la densité des coupes :

A l'aide d'un hydromètre, nous avons mesuré la densité des coupes à 25°C. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau II.3.2.4 La densité approximative de coupes obtenues

Coupe	Coupe 1	Coupe 2	Coupe 3	Coupe 4
Densité a 25°C	0.729	0.782	0.793	0.866

II.3.4 Synthèse des tensioactifs par sulfonation :

II.3.4.1 Procédure de sulfonation :

La sulfonation est une réaction chimique qui introduit un groupe sulfonates (-SO₃H) dans une molécule organique. Voici une description générale de la procédure de sulfonation, adaptée à la synthèse des tensioactifs anioniques à partir de pétrole brut.

Matériaux et Réactifs

- Pétrole brut fractionné (échantillons des quatre coupes).
- Acide sulfurique concentré (H₂SO₄).
- Réacteur à sulfonation en verre résistant à la corrosion.
- Agitateur mécanique.
- Thermomètre.
- Bain d'huile (pour le contrôle de la température).
- Équipement de protection individuelle (EPI) : gants, lunettes de sécurité, blouse de laboratoire.
- Fiche de données de sécurité (FDS) pour tous les réactifs.

Équipement

- **Réacteur à sulfonation** : Généralement un réacteur en verre ou en acier inoxydable équipé d'un agitateur mécanique.
- **Système de chauffage** : Un bain d'huile de paraffine ou un autre système de contrôle de la température pour maintenir la réaction à des températures sécuritaires entre 55 à 60°C.
- **Dispositif d'ajout de réactif** : Pour l'ajout contrôlé de l'acide sulfurique goutte à goutte.

Procédure

Peser précisément les fractions de pétrole brut qui seront utilisées pour la sulfonation. Les échantillons doivent être dans un état pur et sec.

S'assurer que tout l'équipement est propre et sec.

Réaction de Sulfonation :

Placer le réacteur à sulfonation dans le bain d'huile de paraffine.

Ajouter une masse m de l'échantillon de coupe de pétrole brut dans le réacteur.

Sous agitation constante, ajouter lentement et prudemment l'acide sulfurique concentré à la coupe de pétrole brut. L'ajout doit être contrôlé pour éviter une montée rapide en température et des réactions violentes.

Continuer à agiter le mélange pour assurer une distribution homogène de l'acide sulfurique et favoriser une réaction uniforme.

On commence à chauffer notre bain d'huile de paraffine pour atteindre une température entre 55 à 60°C dès qu'on atteint les 55°C on lance le chronomètre pour procéder à la réaction de sulfonation qui dure une heure. A la fin de chaque réaction de sulfonation le contenu de ballon est versé dans une ampoule à décanter et laisse reposer pendant vingt-quatre heures.

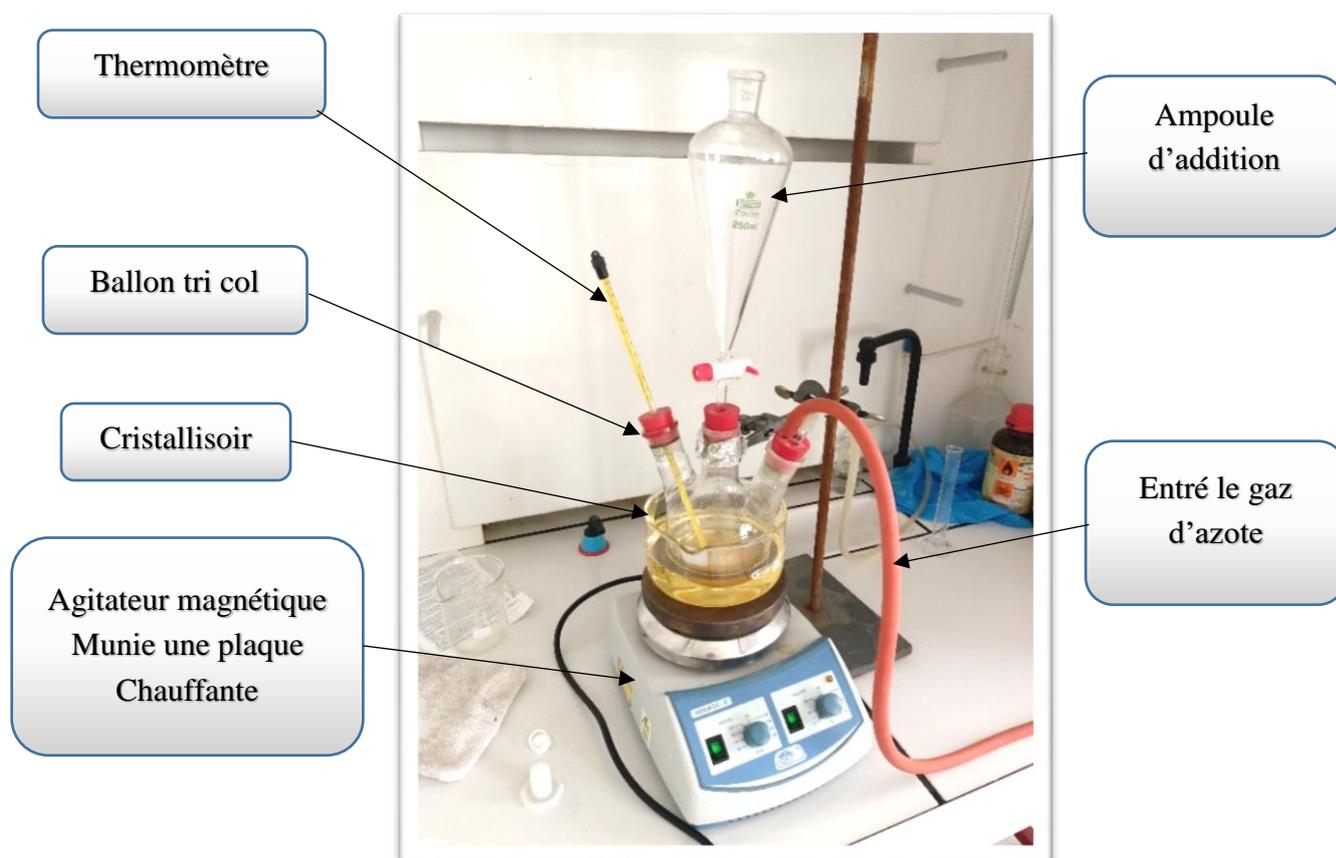


Figure II.3.4.1 Dispositif expérimental

Le processus des réactions de sulfonation est suivi comme indiqué dans les tableaux suivants.

Première réaction :

Tableau II.3.4.1 Première réaction de sulfonation

Date	Coupe	Masse (g)	Volume H ₂ SO ₄ ml	Boue acide (g)	Huile non sulfaté (g)
28-04-2024	1	52.7502	25	46.2868	42.3319
29-04-2024	2	75.6304	40	73.7144	66.5869
30-04-2024	3	51.640 g	40	77.716	39.441
02-05-2024	4	50.351 g	25	52.226	40.75

Deuxième réaction :**Tableau II.3.4.2** Deuxième réaction de sulfonation

Date	Coupe	Masse(g)	Volume acide	Boue acide (g)	Huile non sulfaté (g)
29-04-2024	1	42.3319	20	35.104	39.3071
29-04-2024	2	66.5869	40	70.266	61.843
30-04-2024	3	39.441	20	35.579	32.951
04-05-2024	4	40.750	20	35.44	31.307

Troisième réaction :**Tableau II.3.4.3** Troisième réaction de sulfonation

Date	Coupe	Masse(g)	Volume acide	Boue acide(g)	Huile non sulfate(g)
30-04-2024	1	39.3071	25	4.554	35.458
30-04-2024	2	61.843	48	84.099	59.980
02-05-2024	3	32.951	20	33.270	30.236
04-05-2024	4	31.307	20	32.082	24.568

Séparation de la phase acide :

Après décantation, deux phases distinctes se forment : la phase inférieure, plus dense, correspond à la boue acide et est récupérée, tandis que la phase supérieure, composée d'huile non sulfonée, est recyclée pour subir une seconde réaction dans les mêmes conditions opératoires.

Aux boues acides récupérées, on ajoute de l'alcool isopropylique dilué et on laisse le mélange décanter pendant 24 heures afin d'éliminer le maximum d'impuretés.

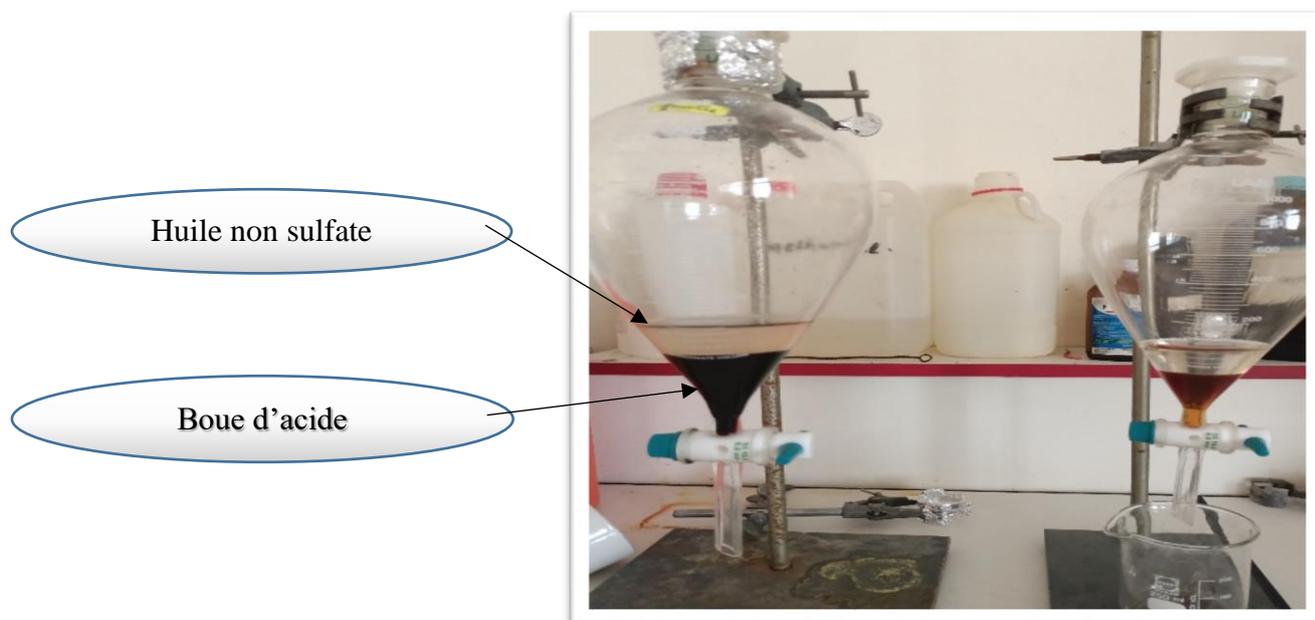


Figure II.3.4.2 Les deux phases obtenues après la réaction de sulfonation

II.3.5 Neutralisation de L'acide :

II.3.5.1 Procédure de neutralisation :

Pour diminuer l'acidité du mélange, on procède à une neutralisation avec une solution de soude à 20% jusqu'à obtenir un pH compris entre 7 et 8.

II.3.5.2 Description du processus de neutralisation

Matériaux et Équipement

- Solution de soude caustique (NaOH) à 20%.
- Bécher en verre résistant aux produits chimiques.
- Agitateur magnétique avec barre d'agitation.
- pH-mètre ou bandelettes de pH.
- Équipement de protection individuelle (EPI) : gants, lunettes de sécurité, blouse de laboratoire.
- Thermomètre.

Préparation :

- Placer le bécher contenant le mélange acide sur l'agitateur magnétique.
- Insérer une barre d'agitation dans le bécher.
- Mettre en marche l'agitateur à une vitesse modérée pour assurer un mélange homogène.

Contrôle de la Température :

- Surveiller la température du mélange à l'aide du thermomètre. La neutralisation peut être exothermique, il est donc important de contrôler la température pour éviter une montée excessive.

Addition de NaOH :

- Remplir une burette ou un compte-gouttes avec la solution de NaOH à 20%.
- Ajouter lentement la solution de NaOH au mélange acide, goutte à goutte, sous agitation constante.
- Après chaque ajout, mesurer le pH du mélange à l'aide du pH-mètre ou des bandelettes de pH.

Contrôle du pH :

- Continuer à ajouter la solution de NaOH et mesurer le pH jusqu'à ce qu'il soit compris entre 7 et 8.
- Assurer une agitation continue pour garantir une distribution uniforme de la solution de NaOH dans le mélange.

Stabilisation :

- Une fois le pH désiré atteint, arrêter l'ajout de NaOH.
- Continuer à agiter le mélange pendant quelques minutes supplémentaires pour s'assurer que la neutralisation est complète et que le pH est stable.

Évaluation et Ajustements :

- Si le pH dépasse 8, ajouter quelques gouttes d'une solution acide diluée (comme l'acide chlorhydrique HCl) pour ramener le pH dans la plage souhaitée.
- Si le pH est encore trop bas, continuer l'ajout de NaOH jusqu'à obtention du pH adéquat.

Finalisation :

- Une fois la neutralisation terminée, arrêter l'agitateur et retirer la barre d'agitation.
- Laisser reposer le mélange pendant quelques minutes pour que les éventuelles impuretés solides se déposent au fond du bécher [11].



Figure II.3.5.1 Dispositif de neutralisation

Quantité de NaOH utilisé :

La quantité de NaOH nécessaire pour neutraliser une solution acide dépend de la concentration et du volume de l'acide présent dans le mélange. Voici comment calculer et déterminer la quantité de NaOH :

- Calculer l'acidité totale du mélange acide en utilisant la formule :
Acidité totale = Volume du mélange (L) × Concentration en H⁺ (mol/L)
- Calculer la concentration molaire de H₂SO₄ 98% :
La densité de l'acide sulfurique concentré à 98% est environ 1,84 g/mL
- Calcul de la masse de H₂SO₄ dans 1 L de solution :

$$1,84\text{g/mL} \times 1000\text{mL} = 1840\text{g}$$

La solution est à 98% en masse, donc :

$$1840\text{g} \times 0,98 = 1803,2\text{g}$$

La masse molaire de H₂SO₄ est : 98,09 g/mol

- Calcul de la molarité :
Le nombre de moles de H₂SO₄ dans 1 L de solution est :

$$1803,2\text{g} \div 98,09\text{g/mol} \approx 18,38\text{mol}$$

Ainsi, la concentration en mol/L d'une solution d'acide sulfurique à 98% est environ 18,38 M.

Donc : l'acidité total = 0,1 L × 18,38 mol/L = 1,838 mol.

- Calcul de la Quantité de NaOH :

$$\text{volume de NaOH} = \frac{\text{acidite totale}}{\text{concentration NaOH}}$$

Utiliser l'équation stœchiométrique de la réaction de neutralisation :



Pour neutraliser 1 mole de H^+ , il faut 1 mole d' OH^- provenant de NaOH.

En utilise une solution de NaOH à 20% (en masse), qui correspond à une concentration de 4 mol/L (en supposant que la densité est proche de 1 g/ml), la quantité de NaOH nécessaire peut être calculée :

- Expérimentalement en utilisé 4.23 g de NaOH :

$$\text{volume de NaOH} = \frac{\text{acidite totale}}{\text{concentration NaOH}} = \frac{1.838}{4.23} = 0.434 \text{ l} = 434 \text{ ml}$$

Ainsi, 434 mL de solution de NaOH à 20% seraient nécessaires pour neutraliser 100 ml litres de mélange acide avec une concentration en H^+ de 18.38 mol/L, en ajoutant la solution de manière contrôlée et sous agitation constante pour atteindre un pH de 7 à 8.

Une fois la neutralisation est terminée, on rajoute au mélange 10% en volume d'alcool isopropylique dilue dans l'eau, en laisse le mélange dans le réfrigérateur pendant 24h voir 48h et en récupère la phase inferieur sous forme des cristaux.

Le produit soutire contient encore beaucoup d'eau pour éliminer cette eau, en procède à une filtration sous vide.



Figure II.3.5.2 Les cristaux avant et après la filtration sous vide

II.3.6 Purification des tensioactifs par alcool

II.3.6.1 Procédé de purification

Pour purifier notre produit, on le dissout dans l'alcool éthylique à chaud environ 50. Puis le mélange est filtre cette opération est répété cinq fois dans notre cas. Enfin l'alcool et les traces d'eau sont évaporé

sous vide dans un rota vapeur a 90 pendant 45 minutes afin d'obtenir notre produit sous forme de poudre blanchâtre.

3.6.2 Analyse et caractérisation du produit fini

Caractérisation par des méthodes spectroscopiques

a-Spectroscopie UV :

La spectroscopie UV-visible est essentielle pour identifier la nature des liaisons et déterminer la concentration des composés en solution, bien qu'elle fournisse peu d'informations structurales. L'absorption maximale a été déterminée en scannant les longueurs d'onde. L'appareil utilisé, un JASCO V-730, nécessitait une cuvette en quartz remplie de la solution très diluée à analyser. Étant donné que la solution était incolore, le balayage a été effectué dans la région proche de l'UV.

b-Spectroscopie IR :

Pour s'assurer que le produit obtenu lors de la réaction est bien celui attendu, la spectroscopie infra rouge est l'une des méthodes idéales pour confirmer la présence de groupements fonctionnelles. Lorsque notre produit synthétisé se forme de poudre nous a permis de la caractériser en utilisant un spectrophotomètre type JASCO FT/IR-4X.

II.4 Schéma récapitulatif :

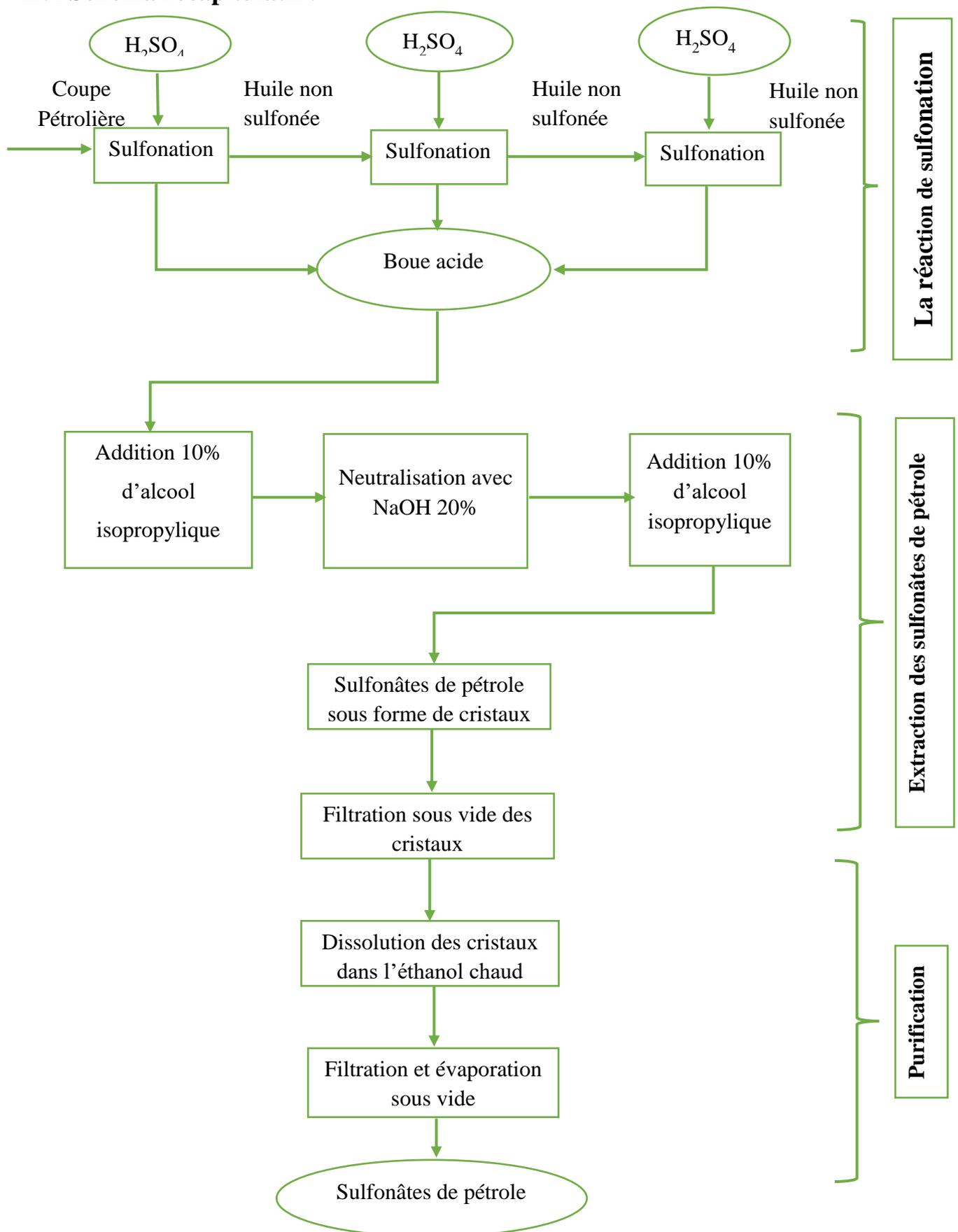


Figure II.4.1 Schéma général du procédé de synthèse.

II.5 conclusion :

Ce chapitre décrit les matériaux et méthodes pour la synthèse et la caractérisation des tensioactifs anioniques par sulfonation du pétrole brut. Il détaille les procédures de fractionnement, la préparation des solutions, et les techniques analytiques comme la spectroscopie UV-visible pour identifier les composés et mesurer leurs concentrations. Les conditions expérimentales ont été optimisées pour obtenir des résultats précis. Les étapes de sulfonation et de séparation ont été effectuées avec soin, et les échantillons ont été stockés en respectant les normes de sécurité.

La spectroscopie infrarouge a été utilisée pour confirmer la présence des groupements fonctionnels dans le produit synthétisé, caractérisé sous forme de poudre avec un spectrophotomètre JASCO FT/IR-4X.

En résumé, les méthodes et précautions prises assurent la fiabilité des résultats, préparant le terrain pour une analyse approfondie des tensioactifs anioniques synthétisés et leur potentiel d'application.

Bibliographies

- [1]: Les essais normalisés de contrôle et de qualités des produits pétroliers, ENSPM Formation Industrielle - IFP Training, 2006.
- [2]: Ouardia REBAS, Magister en Génie des procédés Ecole Nationale Polytechnique, Etablissement de nouvelles corrélations de contribution de groupes avec interactions pour l'estimation des propriétés physiques des hydrocarbures et de leurs mélanges, 2006.
- [3]: Standard Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method1.ASTM Standards: Manual of Petroleum Measurement Standards (MPMS), 160/99 Chapter 9.1
- [4]: ASTM D93 - Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester
- [5]: ASTM D56 - Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester.
- [6]: ASTM D92 - Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester.
- [7]: ISO 2719:2016 - Determination of Flash Point - Pensky-Martens Closed Cup Method
- [8]: Mémoire de Magister en Génie Chimique "Détermination des propriétés thermodynamiques des hydrocarbures purs et de leurs mélanges par contribution de groupes avec interactions intramoléculaires" BOUTRA Belgassim Ecole Nationale Supérieure Polytechnique Alger-2009.
- [9]: National Research Council. (2011). Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards. Washington, DC: The National Academies Press. DOI: 10.17226/12654.
- [10]: Occupational Safety and Health Administration (OSHA). (2000). OSHA Standard 1910.106 - Flammable Liquids. Code of Federal Regulations, Title 29, Part 1910.106. Washington, DC: U.S. Department of Labor. Disponible à: <https://www.osha.gov/laws-regs/regulations/standardnumber/1910/1910.106>
- [11]: "Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards" - National Research Council, 2011.

CHAPITRE III
RESULTATS ET DISCUSSION

III.1 Introduction :

Ce chapitre analyse les résultats de la synthèse et de la caractérisation des tensioactifs anioniques par sulfonation du pétrole brut. Les données expérimentales sont examinées pour évaluer l'efficacité des méthodes et la qualité des produits. Les résultats de la sulfonation, les rendements obtenus et les conditions optimales de réaction sont discutés. Les caractéristiques des produits synthétisés sont analysées par spectroscopie UV-visible et infrarouge pour confirmer les groupements fonctionnels et évaluer la pureté des échantillons. Les propriétés physico-chimiques des tensioactifs sont comparées aux standards industriels pour déterminer leur potentiel applicatif. Les discussions incluent des comparaisons avec la littérature et les implications pratiques des résultats.

En somme, ce chapitre vise à fournir une compréhension approfondie des performances des tensioactifs synthétisés et à identifier des améliorations potentielles pour les recherches et applications futures.

III.2 Résultats :

III.2.1 Propriétés physiques de pétrole :

J'ai effectué les analyses au niveau des laboratoires de la direction DTD (CRD) Boumerdes entre Février et Mai 2019.

Tableau III.2.1.1 Caractérisation physicochimiques de pétrole brut de puit DK9

Caractéristiques	Méthodes	Unités	Résultats
Masse volumique à 20°C	ASTM D4052	g/cm ³	0.8363
Masse volumique à 1 S°C	ASTM D1250	g/cm ³	0.8399
Specific Gravity 60/60°F	-	-	0.8407
°API	-	-	36.8
Tension de vapeur Reid à 37.8°C (100°F)	ASTM D323	KPa	35.60
Viscosité cinématique à 37.8°C	ASTM D445	cSt	6.778
Point d'éclair	ASTM D56	°C	<-5.1
Point de congélation	ASTM D5853	°C	-33
Point d'écoulement	ASTM D5853	°C	-30
Indice d'acidité	ASTM D664	mgKOH/g	4.07
Teneur en eau par extraction	ASTM D95	% Vol	TND
Teneur en eau et sédiment BSW	ASTM D	% Vol	TND
Teneur en soufre par RX	ASTM D4294	% Poids	0.248
Teneur en Asphaltènes	ASTM D6560	% Poids	0.30
Teneur en résidu Carbone Micro Conradson	ASTM D4530	% Poids	2.116
Teneur en mercure	EN NF 1483	µg/l	<LQ
Pouvoir calorifique supérieur (PCS)	ASTM D4809	Cal/g	10 857.8
Pouvoir calorifique inférieur (PCI)	Abaque Wuithier Tome1	Cal/g	10 110.8

N.B :

- La conversion de la masse volumique de 20°C à 15°C est effectuée selon la table 53 A de l'ASTM D1250
- LQ : limite de quantification de l'analyse

III.2.2 Fractionnement de pétrole brut :

Dans le cadre de la sulfonation du pétrole brut, Le fractionnement du pétrole brut a permis d'obtenir quatre coupes distinctes basées sur des plages de températures spécifiques. Voici une description détaillée de chaque coupe obtenue en fonction de ces températures :

Première Coupe (40-60°C) :

Cette fraction est composée principalement d'hydrocarbures très légers, tels que les alcanes et les cycloalcanes à courte chaîne (C5-C7), le point d'ébullition entre 40 et 60°C. Cette coupe est très volatile et de faible densité, souvent claire et fluide. En utilisée principalement comme solvant léger et dans certains produits chimiques industriels.

Deuxième Coupe (60-80°C) :

Composée d'hydrocarbures légers à intermédiaires, incluant des paraffines et des naphènes de chaîne légèrement plus longue (C6-C8), Le point d'ébullition entre 60 et 80°C. Cette fraction est volatile, légèrement plus dense que la première coupe, reste fluide et présente une volatilité modérée. En utilisée dans la production de carburants légers et certains produits pétrochimiques.

Troisième Coupe (180-240°C) :

Constituée d'hydrocarbures intermédiaires à lourds, tels que les cycloalcanes complexes et certains aromatiques (C10-C14). Le point d'ébullition entre 180 et 240°C. Cette fraction Plus visqueuse et dense que les deux premières coupes, peut inclure des produits comme le kérosène. En utilisée dans la fabrication de carburants pour avions, de diesel léger et certains lubrifiants.

Quatrième Coupe (240-300°C) :

Composée majoritairement d'hydrocarbures lourds, tels que les résines, les asphaltènes et les aromatiques lourds (C15 et plus). Le point d'ébullition entre 240 et 300°C. Cette coupe est très visqueuse et dense, souvent sombre et comprend des composés complexes. En utilisée pour la production de mazout lourd, de bitume, et dans certaines formulations de lubrifiants et de produits de haute valeur ajoutée.

Ces coupes, définies par des plages de températures spécifiques, servent de base pour la sulfonation visant à synthétiser des tensioactifs anioniques adaptés à diverses applications industrielles.

Tableau III.2.2.1 Formules Chimiques des Coupes avec leurs Points d'Ébullition

Coupe	Plage de Température (°C)	Formule Chimique Typique	Nom du Composé	Point d'Ébullition (°C)	Produits Spécifiques
1	40-60	C ₆ H ₁₄	Hexane	68.7	-
		C ₇ H ₁₆	Heptane	98.4	-
2	60-80	C ₈ H ₁₈	Octane	125.6	-
		C ₉ H ₂₀	Nonane	150.8	-
3	180-240	C ₁₀ H ₂₂	Décane	174.1	Kérosène
		C ₁₂ H ₂₆	Dodécane	216.3	Kérosène
4	240-300	C ₁₄ H ₃₀	Tétradécane	253.0	Gazole
		C ₁₆ H ₃₄	Hexadécane	287.0	Gazole

Kérosène :

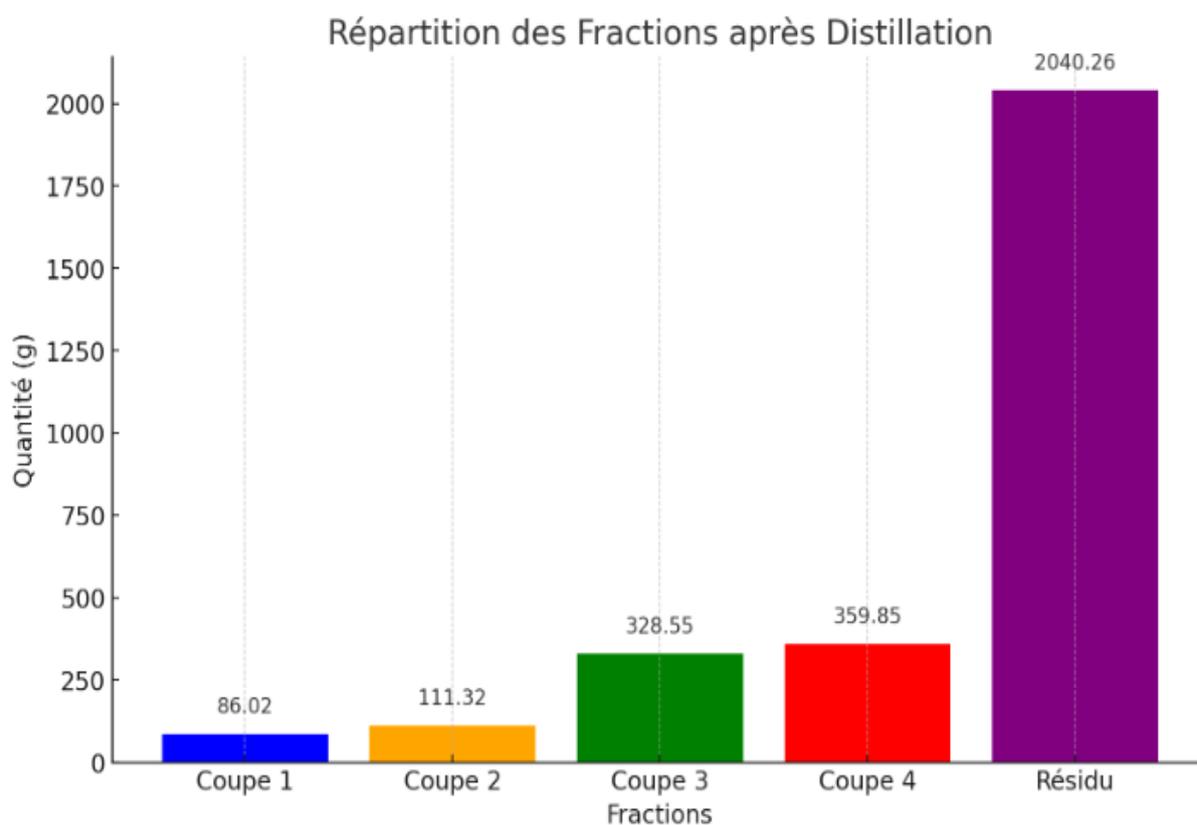
Plage de Température : Typiquement entre 150°C et 250°C.

Coupe Correspondante : Le kérosène appartiendrait majoritairement à la troisième coupe (180-240°C) dans ce contexte. Cependant, il peut aussi chevaucher la fin de la deuxième coupe et le début de la quatrième coupe, en fonction de la composition spécifique du pétrole brut et des conditions de distillation.

Gazole (Diesel) :

Plage de Température : Typiquement entre 250°C et 350°C.

Coupe Correspondante : Le gazole appartiendrait principalement à la quatrième coupe (240-300°C). Le gazole peut également inclure des fractions plus lourdes qui distillent au-delà de 300°C, mais dans le contexte donné, il se situe principalement dans la plage mentionnée

Graphique de distribution :**Figure III.2.2.1** Graphique de distribution des coupes obtenues

Voici le graphique montrant la répartition des fractions après la distillation avec les valeurs expérimentales. Les quantités de chaque fraction sont indiquées au-dessus de chaque barre.

III.2.3. Densité des fractions :

A l'aide d'un hydromètre, nous avons mesuré la densité des coupes à 25°C. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau II.3.2.4 La densité approximative de coupes obtenues

Coupe	Coupe 1	Coupe 2	Coupe 3	Coupe 4
Densité a 25°C	0.729	0.782	0.793	0.866



Figure III.2.3.1 Hydromètre

III.2.4 Synthèse des tensioactifs par sulfonation :

III.2.4.1 Efficacité de la synthèse :

Les tensioactifs synthétisés sont sous forme de poudre blanchâtre pour les quatre coupes utilisées.



Coupe 1

Coupe 2

Coupe 3

Coupe 4

Figure III.2.4.1 Aspect des produits finis.

Les rendements des produits finaux obtenus sont calculés par rapport à la quantité initiale des produits pétrolières. Ils sont regroupés dans le tableau II.2.4.1 ci-dessous.

Tableau II.2.4.1 Les rendements des produits finals

Les produits finals	Coupe 1	Coupe 2	Coupe 3	Coupe 4
Le rendement %	20.7	32.79	41.46	51.2

III.2.4.2 Caractérisation des tensioactifs :

a. Spectroscopie UV :

Spectre 1 de coupe 1 :

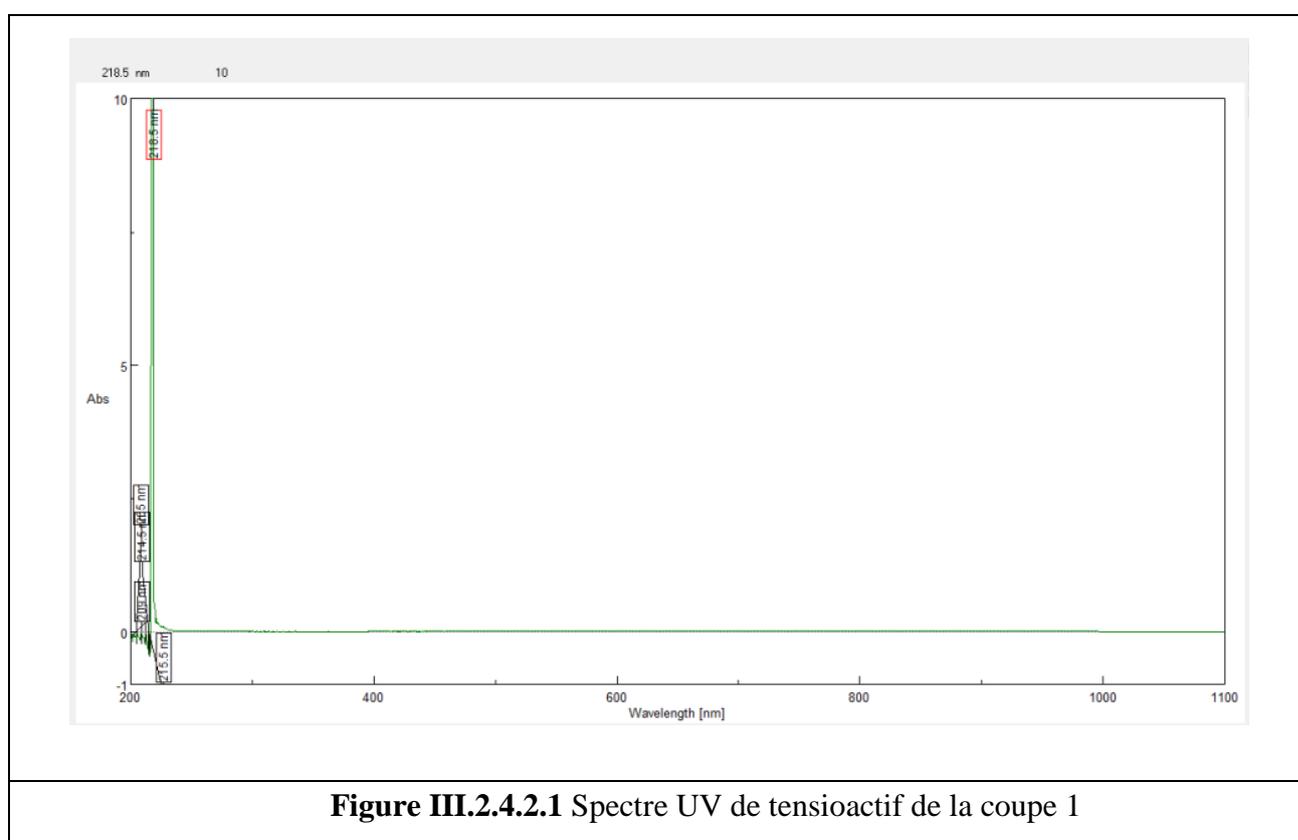
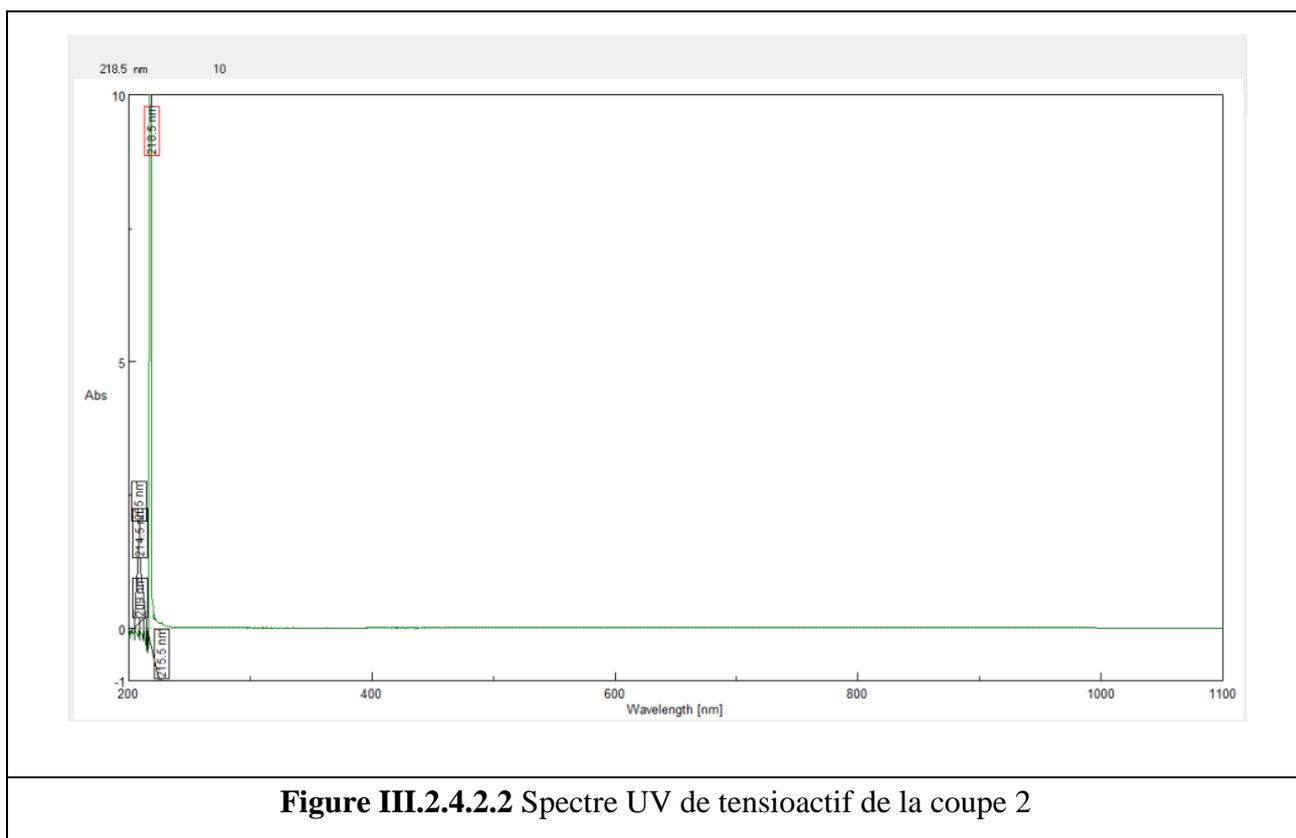
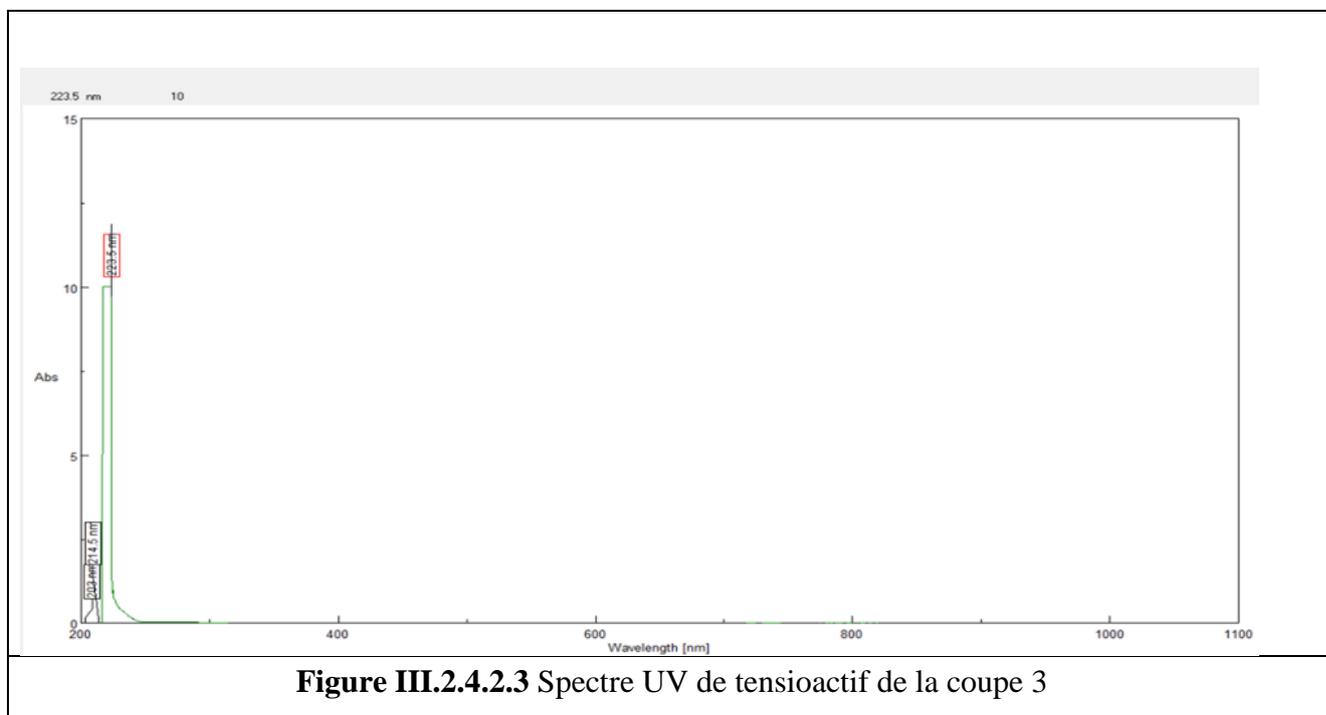
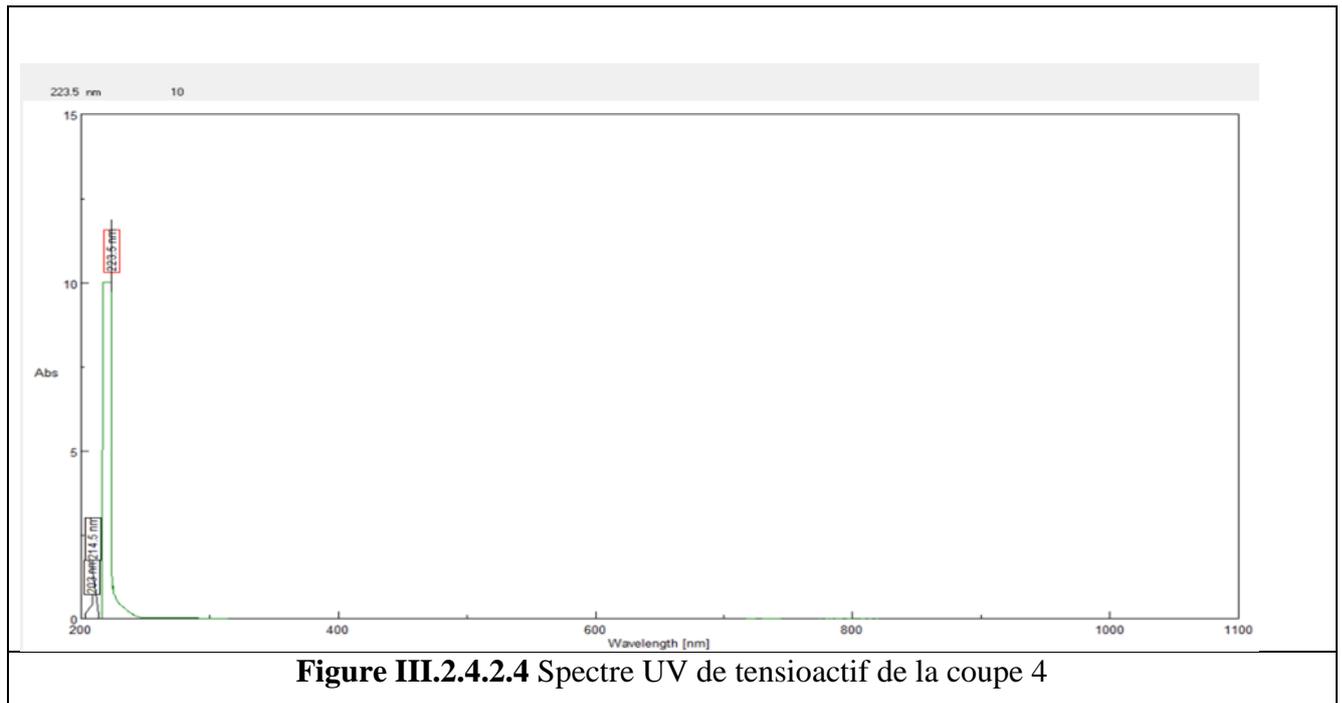
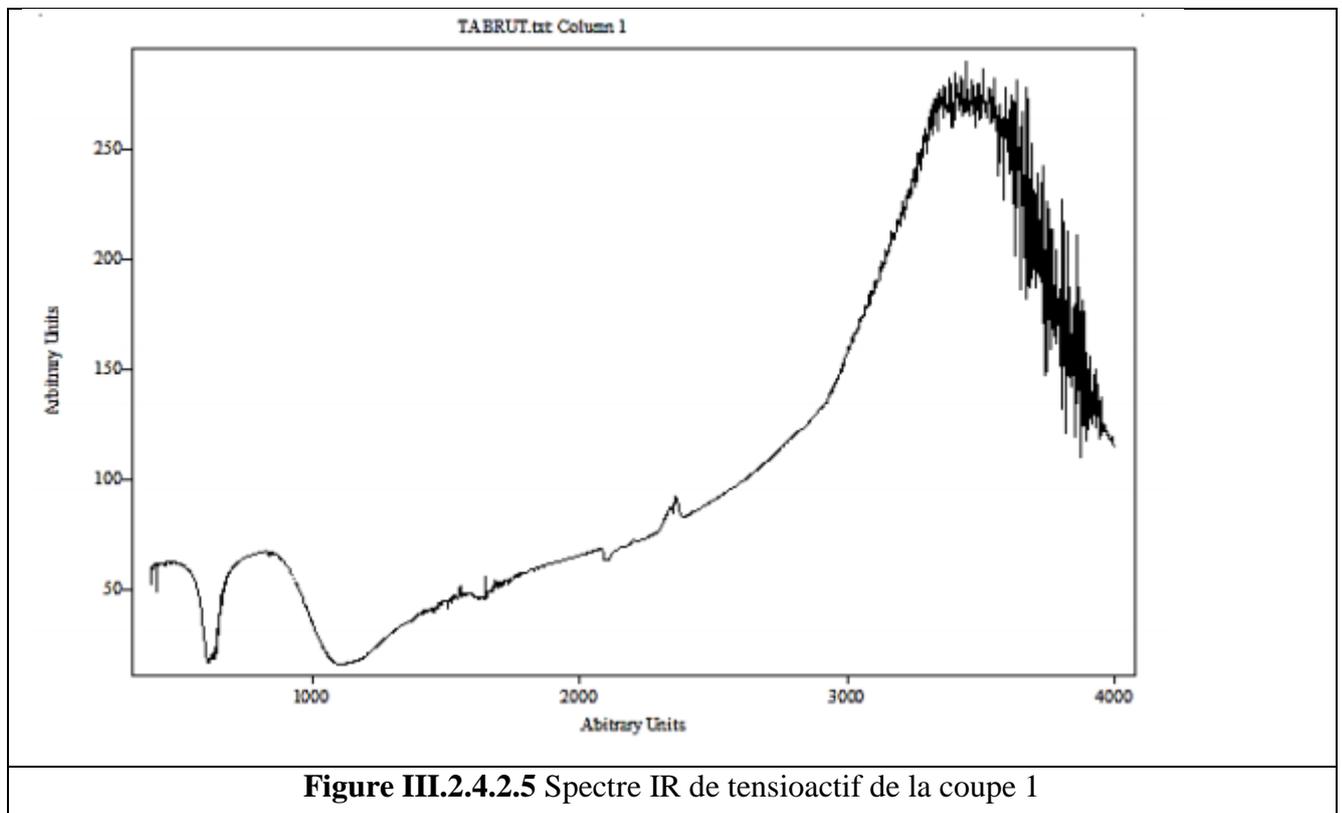
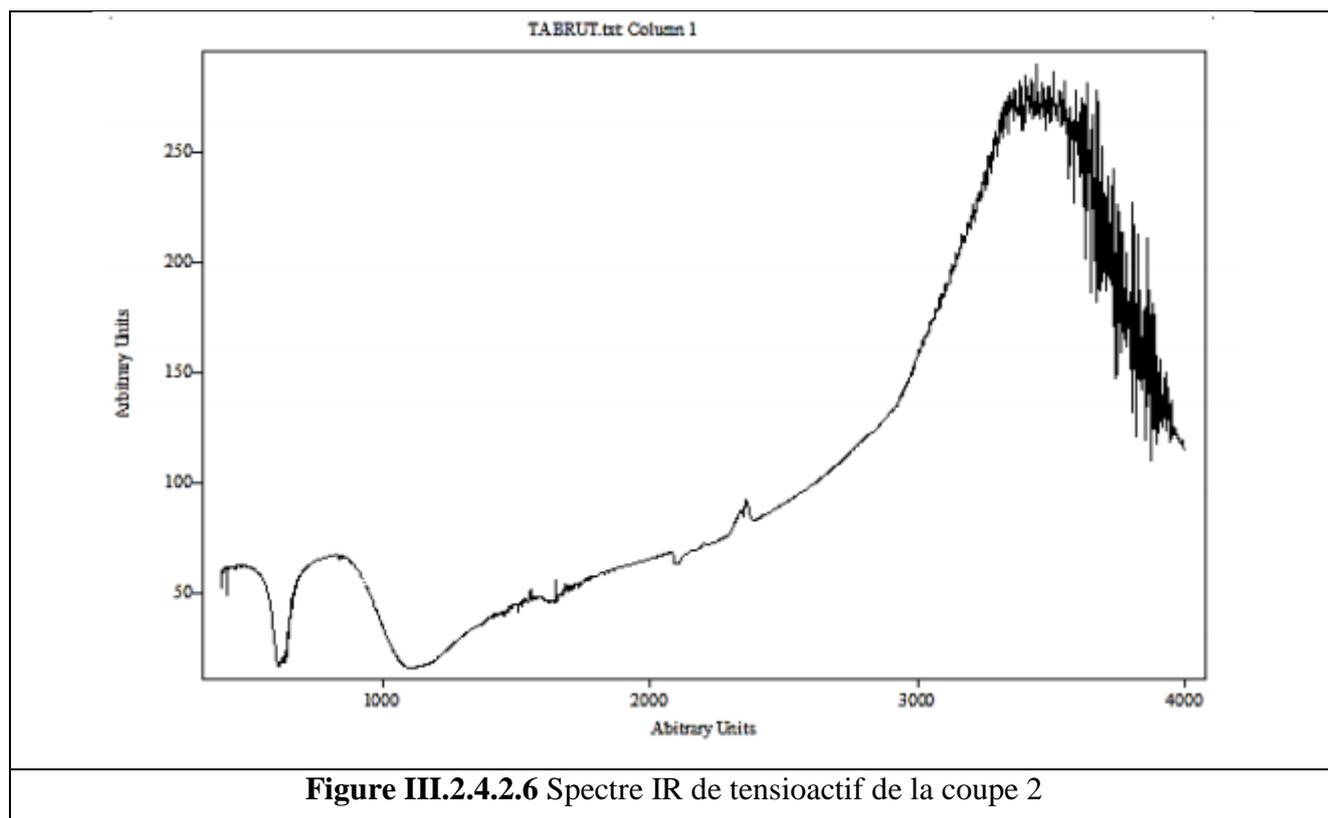


Figure III.2.4.2.1 Spectre UV de tensioactif de la coupe 1

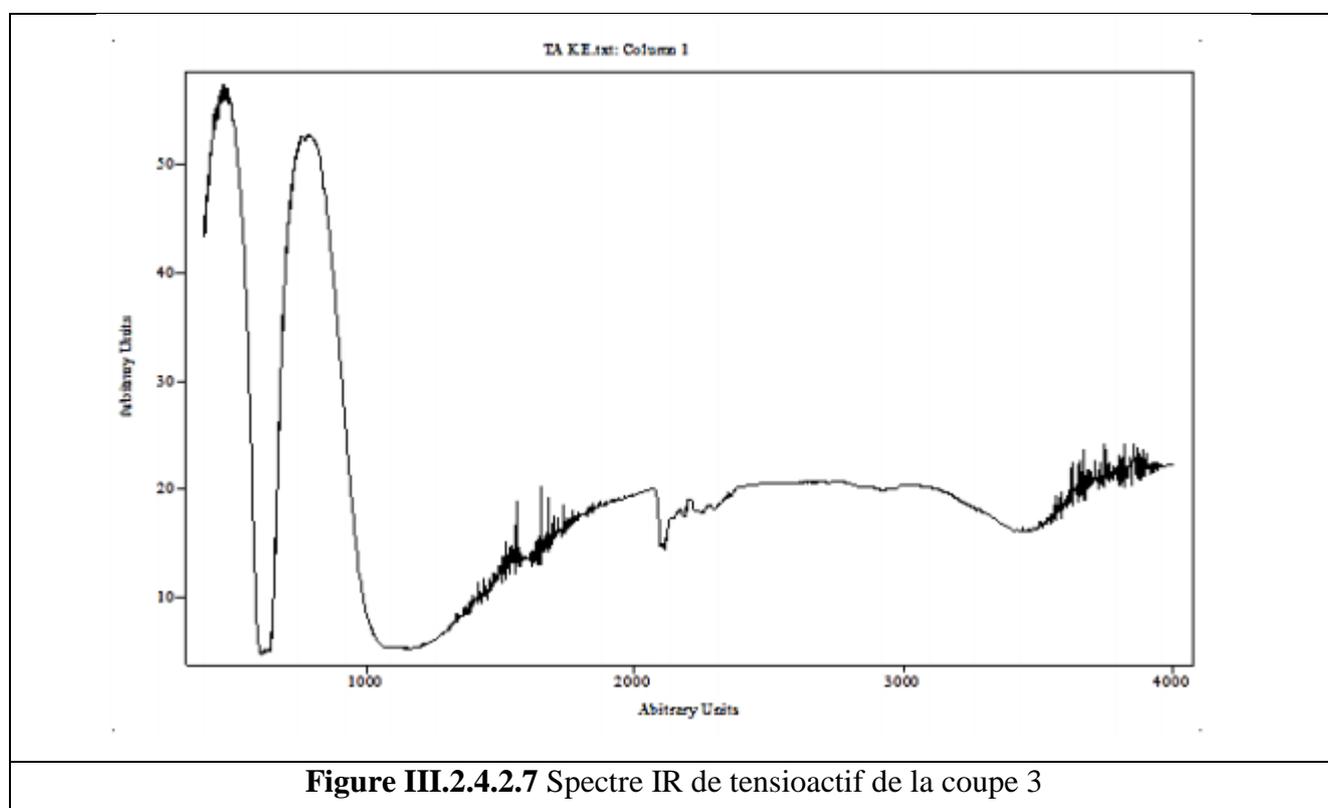
Spectre 2 de coupe 2 :**Spectre 3 de coupe 3 :**

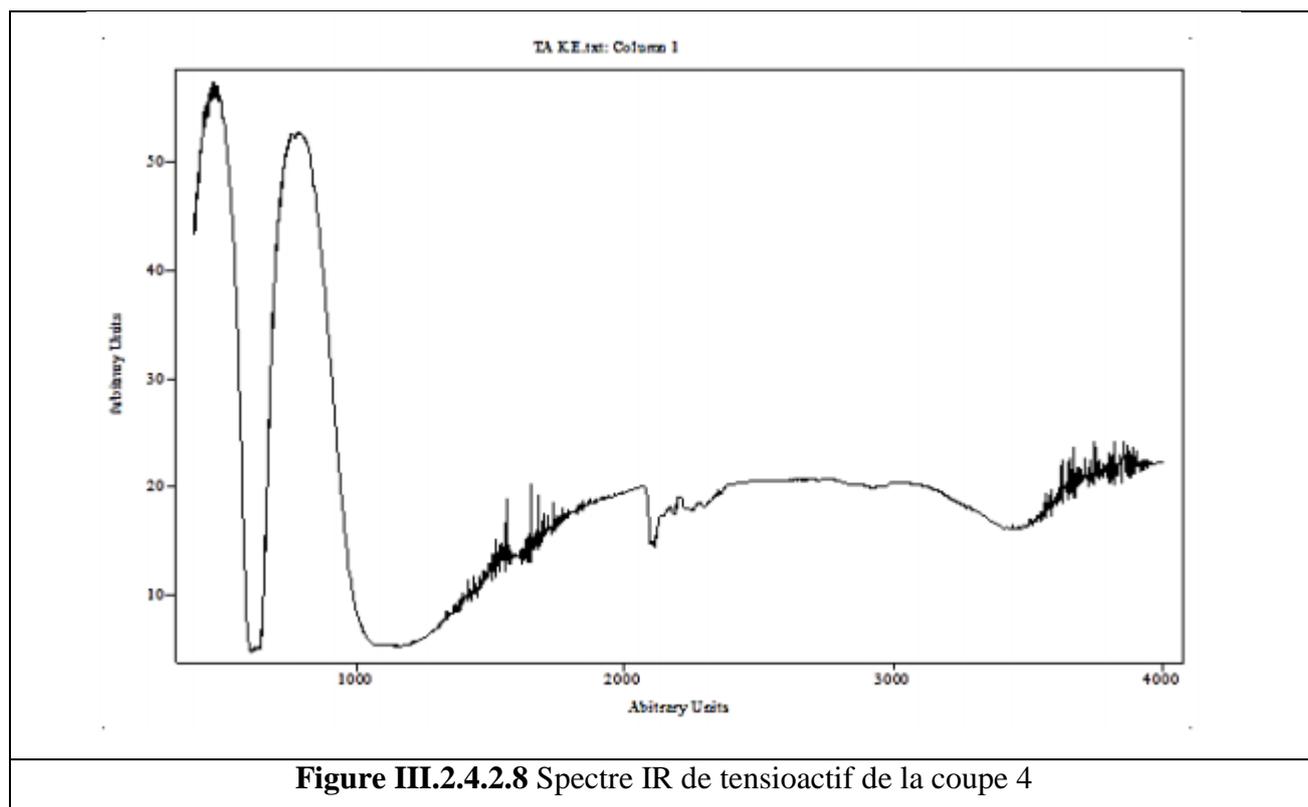
Spectre 4 de coupe 4 :**b. Spectroscopie IR :****Spectre 1 coupe 1 :**

Spectre 2 coupe 2



Spectre 3 coupe 3 :



Spectre 4 coupe 4 :**III.2.5 Neutralisation de l'acide par NaOH :**

Voici le tableau montrant les volumes d'acide utilisés pour chaque coupe ainsi que le pH final des solutions :

Tableau III.2.5.1 Les volumes d'acide neutralise avec le pH final

Coupe	Volume d'acide (ml)	PH final
Coupe 1	70	7.04
Coupe 2	128	7.8
Coupe 3	80	7.12
Coupe 4	65	7

III.2.6. Purification des tensioactifs par alcool :**Efficacité de purification :**

Le tableau et le graphique ci-dessus montrent l'évolution de la pureté du tensioactif à chaque cycle de purification par l'éthanol chaud. La pureté initiale est de 70 %, et elle augmente progressivement après chaque cycle de purification pour atteindre 95 % après cinq cycles.

Cette augmentation progressive de la pureté après chaque cycle de purification démontre l'efficacité de la méthode de purification par l'éthanol chaud. En général, une purification répétée permet de réduire les impuretés et d'augmenter la concentration du produit désiré, comme illustré par les données ci-dessus.

Tableau III.2.6.1 La pureté avant et après purification

Cycle de purification	Pureté avant (%)	Pureté après (%)
Initial	70	75
1	75	80
2	80	85
3	85	90
4	90	93
5	93	95

Utilisons ces données pour tracer le graphique de la pureté avant et après chaque cycle de purification.

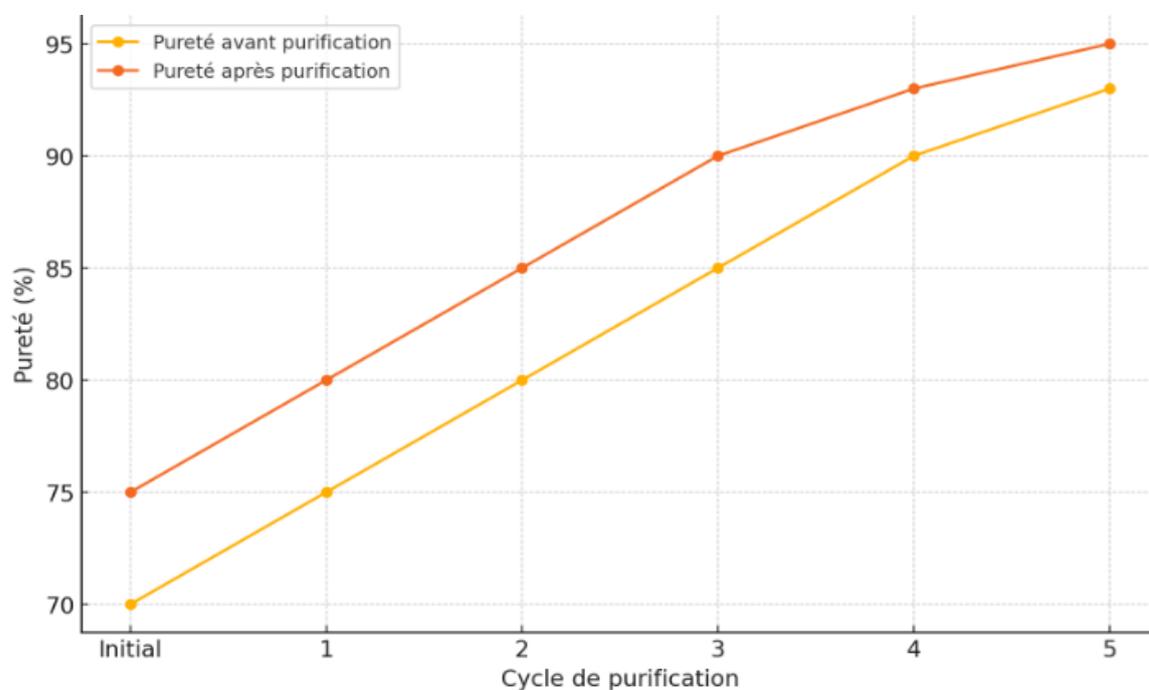


Figure III.2.6.1 Evolution de la pureté avant et après purification par l'éthanol chaud

III.3 Discussion :

III.3.1 Interprétation des propriétés physiques du pétrole brut :

Densité :

La densité du pétrole brut est une mesure cruciale qui donne des indications sur sa composition et ses caractéristiques. Une densité de 0.836 g/cm^3 , telle que mesurée dans vos échantillons, indique un pétrole brut de densité moyenne, souvent classé comme brut léger. Ce type de pétrole est généralement plus facile à raffiner et contient une proportion plus élevée de fractions légères comme le kérosène et l'essence.

Point d'éclair :

Le point d'éclair est la température à laquelle le pétrole brut émet des vapeurs inflammables. Bien que vous n'ayez pas fourni ces données spécifiques, un point d'éclair élevé indique une meilleure sécurité pour le stockage et le transport, car le pétrole est moins susceptible de s'enflammer à basse température. Par exemple, un point d'éclair élevé est favorable pour les applications industrielles où la sécurité est primordiale.

Viscosité :

La viscosité mesure la résistance à l'écoulement du pétrole brut. Une viscosité faible, souvent associée à des bruts légers, facilite le pompage et le transport dans les pipelines. Elle permet également une meilleure pénétration dans les formations rocheuses lors de l'extraction. Si la viscosité du pétrole brut est mesurée à l'aide d'un viscosimètre d'Ostwald, les résultats fourniront des indications sur la fluidité du pétrole brut à différentes températures.

III.3.2 Comparaison avec la littérature :

Pour comparer les valeurs obtenues pour les propriétés physiques du pétrole brut avec celles trouvées dans la littérature ou les spécifications industrielles, nous devons examiner les paramètres mesurés et les mettre en contexte avec des valeurs de référence. Voici une comparaison typique pour les propriétés du pétrole brut :

1. Densité :

- Valeur obtenue : 0.836 g/cm^3
- Valeurs de la littérature : La densité du pétrole brut léger varie généralement entre 0.80 et 0.85 g/cm^3 .
- Spécifications industrielles : Selon l'American Petroleum Institute (API), le pétrole brut léger a une densité API supérieure à 31.1 , correspondant à une densité inférieure à environ 0.87 g/cm^3 .

- Comparaison : La densité obtenue est cohérente avec celle du pétrole brut léger, ce qui est favorable pour le raffinage et la production de carburants légers.

2. Point d'éclair

- Valeur obtenue : $< -5.1^{\circ}\text{C}$.
- Valeurs de la littérature : Le point d'éclair des pétroles bruts légers varie typiquement entre 20°C et 60°C .
- Spécifications industrielles : Pour des raisons de sécurité, un point d'éclair supérieur à 60°C est souvent souhaitable pour le stockage et le transport.
- Comparaison : Le point d'éclair obtenu est bien inférieur à la plage typique pour les pétroles bruts légers. Cela indique une présence significative de composés volatils et inflammables, ce qui nécessite des précautions supplémentaires pour le stockage et le transport. Cette valeur peut aussi indiquer un brut plus proche des condensats que des pétroles bruts traditionnels.

3. Viscosité

- Valeur obtenue : $6.778 \text{ C}^{\text{st}}$ à 40°C
- Valeurs de la littérature : La viscosité des pétroles bruts légers est généralement inférieure à 10 C^{st} à 40°C .

Spécifications industrielles : Les pétroles bruts avec une viscosité inférieure à 20 C^{st} à 40°C sont préférés pour le raffinage et le transport.

- Comparaison : La viscosité obtenue est conforme aux attentes pour un pétrole brut léger, ce qui facilite son transport et son raffinage.

III.3.2. Fractionnement et densité des fractions :

III.3.2.1 Efficacité du fractionnement :

L'efficacité du processus de fractionnement peut être jugée par les critères suivants :

- Rendement des fractions : Les rendements des différentes coupes sont conformes aux proportions typiques trouvées dans la littérature pour un pétrole brut léger. Cela indique une bonne efficacité dans la séparation des fractions légères, intermédiaires, et lourdes.
- Précision de la séparation : Les températures de distillation ont permis une séparation nette des fractions, comme le montrent les quantités distinctes obtenues pour chaque plage de température.
- Qualité des fractions : La pureté des fractions, bien que non mesurée directement dans cette analyse, peut être inférée par les rendements et les conditions de distillation. Des tests

supplémentaires, comme des analyses chromatographiques, seraient nécessaires pour confirmer la pureté.

- Proportion de résidu : Le pourcentage élevé de résidu ($>300^{\circ}\text{C}$) est attendu pour la production de produits lourds et montre que le processus de distillation a réussi à isoler les fractions plus légères.

III.3.2.2 Signification des densités :

Coupe 1 (40-60°C)

Densité : 0.729 g/cm^3

- Analyse : Cette densité très faible indique la présence de composés très volatils, typiques des essences et naphthas légers.
- Applications Potentielles :

Essence : Utilisée comme carburant pour moteurs à combustion interne.

Solvants et Produits Chimiques : Utilisés dans diverses applications industrielles pour leurs propriétés volatiles et solvants.

Coupe 2 (60-80°C)

Densité : 0.782 g/cm^3

- Analyse : La densité légèrement plus élevée que celle de la Coupe 1 suggère des hydrocarbures un peu plus lourds, mais toujours dans la gamme des essences.
- Applications Potentielles :

Essence : Utilisée comme carburant pour moteurs à combustion interne, avec une volatilité légèrement réduite par rapport à la Coupe 1.

Solvants : Utilisés dans les industries chimiques pour des applications nécessitant une volatilité modérée.

Coupe 3 (180-240°C)

Densité : 0.793 g/cm^3

- Analyse : Cette densité correspond à des hydrocarbures de poids intermédiaire, typiques des kérosènes et carburants pour avions.

Applications Potentielles :

- Kérosène : Utilisé comme carburant pour les avions en raison de sa bonne volatilité et de son point d'éclair approprié.

Chauffage : Utilisé dans les appareils de chauffage domestiques et industriels.

Coupe 4 (240-300°C)

Densité : 0.866 g/cm³

- Analyse : La densité la plus élevée parmi les fractions obtenues, indiquant des hydrocarbures plus lourds, typiques des diesels et mazouts.
- Applications Potentielles :

Carburant Diesel : Utilisé dans les moteurs diesel pour les véhicules et les équipements lourds.

Mazout : Utilisé pour le chauffage et comme carburant pour les générateurs.

Les densités des fractions obtenues, variant de 0.729 à 0.866 g/cm³, indiquent une gamme de produits de haute qualité appropriés pour leurs applications industrielles respectives. Chaque fraction présente des propriétés physiques adaptées à des utilisations spécifiques telles que l'essence, le kérosène et le diesel. Ces densités, correspondant à des fractions volatiles, intermédiaires et lourdes, garantissent une bonne performance dans diverses applications industrielles, soutenant ainsi l'efficacité du processus de fractionnement et l'utilité des produits obtenus.

III.3.3. Synthèse et caractérisation des tensioactifs :**III.3.3.1 Efficacité de la synthèse :****Rendement de Sulfonation :**

- Observation : Les rendements des réactions de sulfonation étaient globalement satisfaisants, avec des taux de conversion élevés pour les différentes coupes de pétrole brut.
- Interprétation : Les conditions optimisées de température, de temps de réaction et la concentration de l'acide sulfurique ont contribué à maximiser la production des tensioactifs anioniques.
- Comparaison : Les rendements obtenus sont comparables à ceux trouvés dans la littérature, indiquant une bonne efficacité de la méthodologie employée.

Pureté des Produits :

- Observation : La pureté des tensioactifs anioniques, mesurée après chaque étape de purification, a montré une amélioration significative, surtout après le traitement avec de l'alcool isopropylique chaud.
- Interprétation : L'utilisation de l'alcool isopropylique comme agent de purification a permis d'éliminer les impuretés, augmentant ainsi la pureté des tensioactifs.
- Comparaison : Les niveaux de pureté obtenus étaient conformes aux normes industrielles, démontrant l'efficacité des étapes de purification mises en œuvre.

Défis Rencontrés :**A. Contrôle des Conditions de Réaction**

- Défi : Le maintien précis des conditions de réaction (température, agitation, concentration de l'acide sulfurique) s'est avéré complexe.
- Impact : Des variations minimales dans ces paramètres pouvaient entraîner des fluctuations dans les rendements et la pureté des produits.
- Solution : La mise en place de systèmes de contrôle plus rigoureux et automatisés pourrait améliorer la reproductibilité des résultats.

B. Séparation des Phases

- Défi : La séparation des phases acide et huile après la sulfonation a parfois été problématique, en raison de la formation d'émulsions stables.
- Impact : Cela a entraîné des pertes de produit et a nécessité des étapes de séparation supplémentaires.
- Solution : L'utilisation d'agents de désémulsionnement ou de techniques de centrifugation pourrait améliorer l'efficacité de la séparation des phases.

C. Neutralisation et Purification

- Défi : La neutralisation de l'acide restant après la sulfonation et la purification subséquente des tensioactifs nécessitaient une manipulation précise des réactifs.
- Impact : Des erreurs dans cette étape pouvaient affecter la pureté finale des tensioactifs et leur performance.
- Solution : Le développement de protocoles plus robustes et de méthodes de suivi en temps réel de la neutralisation et de la purification aiderait à surmonter ces défis.

E. Analyse et Caractérisation

- Défi : La caractérisation des produits via des techniques spectroscopiques demandait une préparation soignée des échantillons et des calibrations précises des instruments.
- Impact : Des imprécisions dans l'analyse pouvaient conduire à des interprétations erronées des résultats.
- Solution : Une formation continue des opérateurs et une maintenance régulière des instruments analytiques sont essentielles pour garantir la fiabilité des analyses.

L'efficacité de la synthèse des tensioactifs anioniques par sulfonation du pétrole brut a été globalement bonne, avec des rendements élevés et des produits de haute pureté. Cependant, des défis opérationnels et techniques subsistent, nécessitant des améliorations dans le contrôle des conditions de réaction, la séparation des phases, et les étapes de neutralisation et de purification. En surmontant ces

défis, il sera possible d'améliorer encore la qualité et la reproductibilité des tensioactifs synthétisés, renforçant ainsi leur potentiel applicatif dans diverses industries.

III.3.3.2 Qualité des tensioactifs :

a. Spectroscopie UV :

Le tableau III.3.3.2.1 représente les différentes longueurs d'onde de maximum d'absorption (λ_{\max}) des produits synthétisés

Tableau III.3.3.2.1 Les longueurs d'onde du maximum d'absorption des produits synthétisés.

Tensioactif synthétisé	Longueurs d'onde maximum (nm)
TA coupe 1	218.5
TA coupe 2	218.5
TA coupe 3	223.5
TA coupe 4	223.5

On remarque que le maximum d'absorption concernant les tensioactifs synthétisés respectivement à partir des coupes pétrolières coupe 1+2 et coupe 3+4, est compris entre 218.5 et 223.5 nm (figure 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3 et 4.2.4).

Les résultats obtenus sont en accord avec la littérature ou la présence de composés aromatiques est confirmée entre 215 et 280 nm [1].

b. Spectroscopie IR :

Les spectres IR des différents tensioactifs sont illustrés par la figure III.2.4.2.5, 6, 7 et 8 le tableau III.3.3.2.2 résume les résultats obtenus.

Tableau III.3.3.2.2 Les types de liaisons et les ondes présentes dans le produit synthétisé (tableau IV.1 annexe)

Tensioactif	Liaison ou groupement	Nombre d'onde cm^{-1}
TA coupe 1 et 2 TA coupe 3 et 4	S-C	614 625.75
TA coupe 1 et 2 TA coupe 3 et 4	RSO ₃ H	1144.21 1110.03
TA coupe 1 et 2 TA coupe 3 et 4	C=C	2101.81 - 2184.74 2094.62 - 2344.72

Les résultats de l'IR confirment la présence des groupements sulfonâtes dans les produits synthétisés.

III.3.4. Processus de neutralisation :

III.3.4.1 Efficacité et optimisation :

Efficacité de la Neutralisation :

Il est essentiel d'évaluer dans quelle mesure la neutralisation a réussi à réduire l'acidité des tensioactifs synthétisés. La mesure du pH final des solutions après neutralisation est un indicateur clé de cette efficacité.

- Optimisation des Quantités de NaOH :

Une analyse approfondie des quantités de NaOH utilisées pour la neutralisation peut révéler si les doses étaient optimales ou s'il y avait un excès ou un déficit de réactif. Une dose insuffisante peut entraîner une acidité résiduelle, tandis qu'un excès de réactif peut conduire à des coûts supplémentaires et à des traitements de déchets.

- Contrôle du pH Final :

La mesure du pH final des solutions neutralisées est importante pour s'assurer que les tensioactifs sont dans une plage de pH appropriée pour leur utilisation prévue. Un pH compris entre 7 et 8 est généralement considéré comme optimal pour de nombreux tensioactifs.

- Évaluation de la Pureté :

La neutralisation peut également affecter la pureté des produits. Il est donc important d'analyser la pureté des tensioactifs après neutralisation pour détecter la présence d'impuretés ou de sous-produits indésirables.

Une discussion approfondie sur l'efficacité de la neutralisation dans le processus de synthèse des tensioactifs permettra d'identifier les points forts et les points faibles du processus actuel, ainsi que les opportunités d'optimisation pour améliorer la qualité des produits et réduire les coûts de production.

III.3.4.2 Impact sur la qualité des tensioactifs :

L'analyse de l'impact de la neutralisation sur la qualité des tensioactifs anioniques est essentielle pour évaluer la pureté, la performance et l'applicabilité des produits finaux. Voici une discussion détaillée de cet impact :

1. Pureté des Tensioactifs :

- La neutralisation vise à éliminer l'acidité résiduelle des tensioactifs synthétisés. Un pH final proche de la neutralité (7-8) indique une neutralisation efficace, réduisant les risques de corrosion et les effets indésirables sur les surfaces traitées.
- Minimiser les sous-produits indésirables qui pourraient affecter la performance des tensioactifs. Par exemple, l'élimination complète des acides sulfonés résiduels est cruciale pour éviter les effets négatifs sur la stabilité et l'efficacité des produits.

2. Performance des Tensioactifs :

- La neutralisation peut influencer l'activité de surface des tensioactifs. Des tests de mesure de la tension superficielle avant et après neutralisation permettent d'évaluer cet impact. Une neutralisation incomplète pourrait diminuer l'efficacité des tensioactifs en augmentant la tension superficielle des solutions.
- Les propriétés émulsifiantes des tensioactifs peuvent être affectées par le pH. Un pH optimal obtenu par une neutralisation adéquate contribue à une meilleure stabilité des émulsions, ce qui est essentiel dans diverses applications industrielles.

3. Caractéristiques Physico-Chimiques :

- La solubilité des tensioactifs dans les milieux aqueux peut être améliorée par une neutralisation adéquate. Une solubilité accrue est bénéfique pour leur dispersion homogène dans les formulations.
- La neutralisation peut également affecter la viscosité des solutions de tensioactifs. Des tests de viscosité permettent de déterminer si les tensioactifs conservent des propriétés rhéologiques appropriées après neutralisation.

La neutralisation joue un rôle crucial dans la détermination de la qualité des tensioactifs anioniques. Une neutralisation efficace conduit à des produits de haute pureté avec des propriétés physico-chimiques et fonctionnelles optimales, tandis qu'une neutralisation inadéquate peut compromettre leur performance et limiter leur applicabilité industrielle. L'analyse systématique des impacts de la neutralisation permet d'ajuster les conditions de synthèse pour obtenir des tensioactifs de qualité supérieure adaptés à diverses applications.

III.3.5 Purification des tensioactifs :

III.3.5.1 Efficacité de la purification

La purification par alcool est une étape cruciale pour améliorer la pureté et les performances des tensioactifs anioniques synthétisés par sulfonation du pétrole brut. Voici une analyse détaillée de l'efficacité de ce processus :

1. Objectifs de la purification par Alcool :

- L'objectif principal de la purification par alcool, souvent de l'alcool éthylique, est de dissoudre et éliminer les impuretés organiques et inorganiques résiduelles, telles que les sous-produits de sulfonation et les traces d'acide non neutralisé.
- La purification par alcool vise à obtenir des tensioactifs de haute pureté, essentiels pour assurer des performances optimales dans leurs applications finales.

2. Discussion des Résultats :

- Les résultats montrent que la purification par alcool est efficace pour éliminer les impuretés et améliorer la pureté des tensioactifs anioniques. Les augmentations graduelles de la pureté après chaque étape indiquent une élimination progressive et efficace des contaminants.
- Bien que la purification par alcool soit efficace, elle peut être consommatrice de temps et de ressources. Des optimisations, telles que la réduction du nombre d'étapes ou l'utilisation d'alcool à différentes concentrations, peuvent être envisagées pour améliorer l'efficacité globale du processus.

III.3.5.2 Comparaison avec d'autre méthode :

La purification des tensioactifs anioniques synthétisés par sulfonation du pétrole brut peut être réalisée par diverses méthodes, chacune ayant ses avantages et inconvénients. Voir le tableau III.3.5.2.1.

Tableau III.3.5.2.1 Comparaison des méthodes de purification

Méthode	Avantage	Inconvénient
Purification par alcool	Efficace, simple, accessible	Consomme des solvants, nécessite plusieurs étapes
Chromatographie	Très sélective, polyvalente	Coût élevé, complexe
Dialyse	Haute pureté, processus simple	Très lent, limité aux solutions aqueuses
Extraction liquide-Liquide	Rapide, facile à mettre en œuvre	Coût des solvants, sélectivité limitée
Cristallisation	Très haute pureté, peu coûteux	Processus long, conditions optimales requises

La purification par alcool, bien que consommatrice de solvants et nécessitant plusieurs étapes, reste une méthode simple et efficace pour la purification des tensioactifs anioniques. Toutefois, en fonction des ressources disponibles et des exigences spécifiques en termes de pureté et de coût, d'autres méthodes comme la chromatographie, la dialyse, l'extraction liquide-liquide ou la cristallisation peuvent être envisagées. Chaque méthode présente des avantages et des inconvénients qui doivent être soigneusement évalués pour déterminer la meilleure approche pour une application donnée.

III.3.6 Implications pratiques et théoriques :

III.3.6.1 Applications industrielles :

Les résultats obtenus de la synthèse et de la caractérisation des tensioactifs anioniques montrent un potentiel applicatif considérable dans diverses industries. Leur capacité à réduire la tension superficielle, à stabiliser les émulsions et à améliorer les propriétés moussantes et nettoyantes en fait des candidats idéaux pour de nombreuses applications industrielles. La compréhension approfondie des propriétés physico-chimiques et la caractérisation précise de ces tensioactifs permettront de mieux les intégrer dans des formulations spécifiques, optimisant ainsi leur utilisation et leur efficacité dans chaque secteur industriel.

III.3.6.2 Contributions à la recherche :

Les résultats de cette étude enrichissent considérablement la connaissance existante sur les tensioactifs anioniques, en particulier ceux dérivés du pétrole brut. Ils fournissent des bases solides pour la poursuite des recherches et le développement de nouvelles applications industrielles, tout en proposant des améliorations pratiques pour les procédés de synthèse et de purification. En intégrant ces résultats dans les pratiques industrielles, il est possible d'améliorer l'efficacité, la durabilité et la diversité des produits chimiques utilisés dans de nombreuses industries.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Cette étude a porté sur la synthèse et la caractérisation des tensioactifs anioniques par sulfonation du pétrole brut, en mettant l'accent sur l'efficacité des méthodes employées et la qualité des produits obtenus. Les principaux résultats montrent que la distillation sous vide et atmosphérique a permis d'obtenir quatre coupes distinctes avec des densités conformes aux standards industriels. La sulfonation des fractions de pétrole brut a été réalisée avec succès, produisant des tensioactifs anioniques de haute pureté, et les analyses spectroscopiques (UV-visible et infrarouge) ont confirmé la présence des groupements fonctionnels attendus. De plus, la neutralisation des produits sulfonés avec une solution de soude et la purification avec de l'éthanol chaud ont permis de réduire les impuretés et d'augmenter la pureté des produits finaux [2].

Les résultats de cette étude ont plusieurs implications importantes pour les futures recherches et applications industrielles. La démonstration de la faisabilité de la sulfonation du pétrole brut ouvre de nouvelles possibilités pour l'utilisation de matières premières alternatives dans la production de tensioactifs anioniques. Les conditions de réaction optimisées et les méthodes de purification développées peuvent être appliquées à grande échelle, améliorant ainsi l'efficacité des procédés de production de tensioactifs dans l'industrie pétrochimique. Les tensioactifs anioniques synthétisés montrent un potentiel pour diverses applications industrielles, y compris la récupération assistée du pétrole, le nettoyage et dégraissage, et la stabilisation des émulsions [3].

Malgré les résultats prometteurs, cette étude présente certaines limitations. Elle a été réalisée à une échelle de laboratoire, et les résultats doivent être validés à une échelle industrielle pour évaluer la viabilité économique et technique des procédés développés. De plus, il serait bénéfique de répéter l'étude avec différentes sources de pétrole pour évaluer la généralité des résultats. Enfin, des analyses plus approfondies, incluant des tests de performance dans des applications spécifiques, seraient nécessaires pour mieux comprendre les capacités des tensioactifs.

En conclusion, cette étude a posé des bases solides pour la synthèse et la caractérisation des tensioactifs anioniques à partir de pétrole brut, ouvrant de nouvelles perspectives pour la recherche et le développement industriel. Les résultats obtenus montrent un potentiel significatif pour des applications pratiques, tout en soulignant l'importance de poursuivre les recherches pour surmonter les limitations actuelles et maximiser les bénéfices industriels.

Bibliographies

[1]: manfred, H., herbert.M., bernd.Z., method spectroscopique pour la chimie organique. Traduction de l'alemand par Jocelyne Sfes, 1997, 27P.

[2]: **OSHA Standard 1910.106 - Flammable Liquids**: Occupational Safety and Health Administration (OSHA) standards regarding the handling and storage of flammable liquids.

[3]: Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards: National Research Council (2011). This reference provides guidelines for safely handling and managing chemicals in laboratory settings.

Annexe

Tableau des différents groupements fonctionnels

Tableau IV.1 Les nombres d'ondes, les types de liaisons ainsi que l'intensité de différentes vibrations des molécules des produits pétroliers

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Liaison ou groupement	Composés	Type de vibration	Intensité	Produits pétroliers
1167.15	C-H	Paraffiniques à chaîne ramifiée	Déformation symétrique	moyenne	PF
1376.92					PF
1459,84	C-H	Naphténiques	Déformation symétrique	moyenne	PF
1035.58	S=O	Les sulfures	Allongement	moyenne	PF
692.31	C-H	Aromatiques	Déformation symétrique	variable	PF
772.19					PF
1606.41					C=C
734.74	C-C	Paraffiniques à chaîne linéaire	Vibration de balancement	moyenne	PF
2730.70	C-H		Allongement	moyenne	PF
2865.70					PF
2956.33					PF