



## **FURB : INSTITUT DE TECHNOLOGIE SENAI**

# **CARACTERISATION ET DETERMINATION DE LA COURBE DE DISTILLATION D'HUILE PYROLISÉ DE LA COMPAGNIE CATARINENSE D'ÉNERGIE RENOUVELABLE - ECER**

**Blumenau, le 4 novembre 2017**



## 1. Mise en œuvre de la Méthodologie pour la Détermination de la Courbe de Distillation d'Échantillon d'Huile Pyrolysé

Pour la détermination de la courbe de distillation, un distillateur à vide automatique, conforme à la Figure 1, appartenant au Département de Génie Chimique de FURB, a été utilisé.

Le distillateur automatique peut être décrit comme suit : 1) Sonde de température de vapeur, qui mesure la température de vapeur actuelle; 2) colonne de distillation; 3) capteur de température dans le flacon, qui mesure la température du liquide contenu dans le flacon; 4) couverture chauffante, transfère la chaleur au flacon; 5) capteur de point d'ébullition initial (IBP), qui détecte la première goutte; 6) capteur de pression; 7) le piège à froid protège la pompe à vide et le capteur de pression des gaz légers condensés; 8) pompe à vide; 9) bain de circulation; 10) contrôleur, contrôle le système. Le logiciel (Figure 2) est responsable pour le contrôle et peut créer et éditer les programmes de distillation.

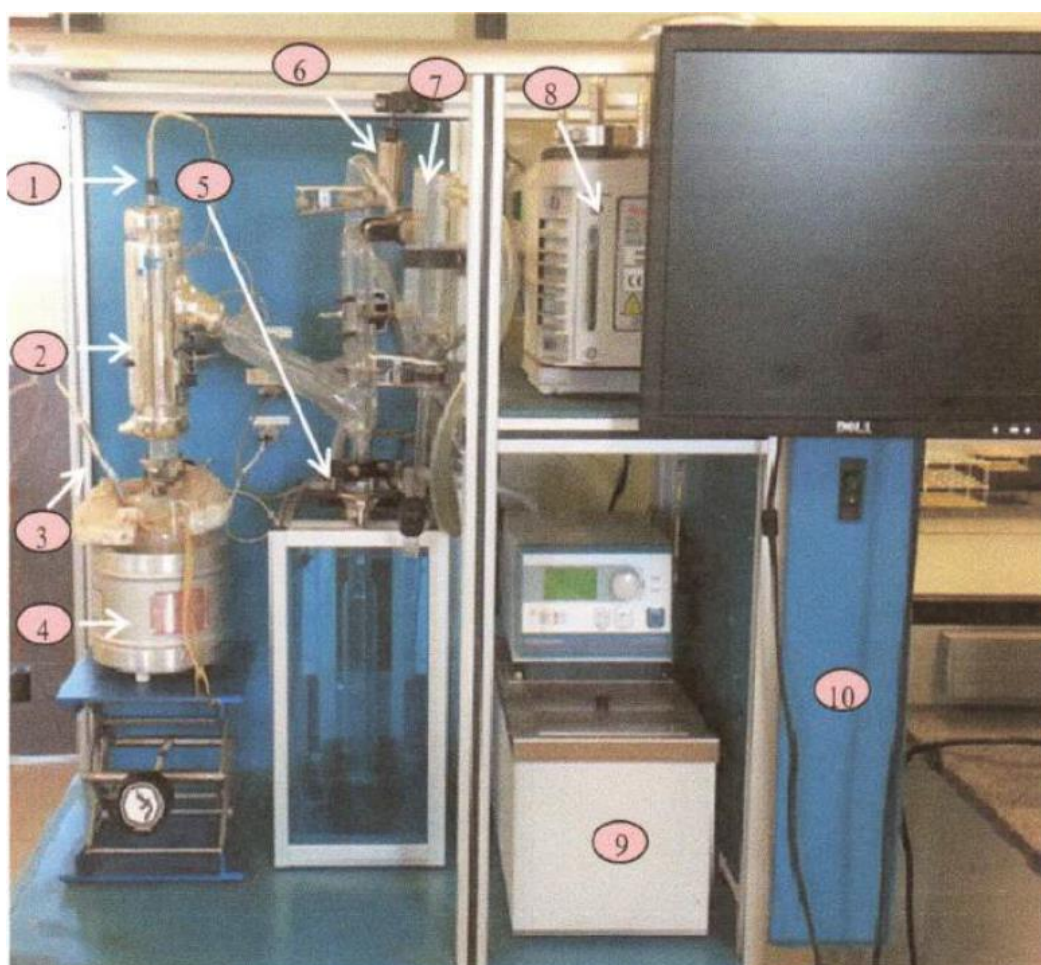


Figure 1. Distillateur Automatique à Vide

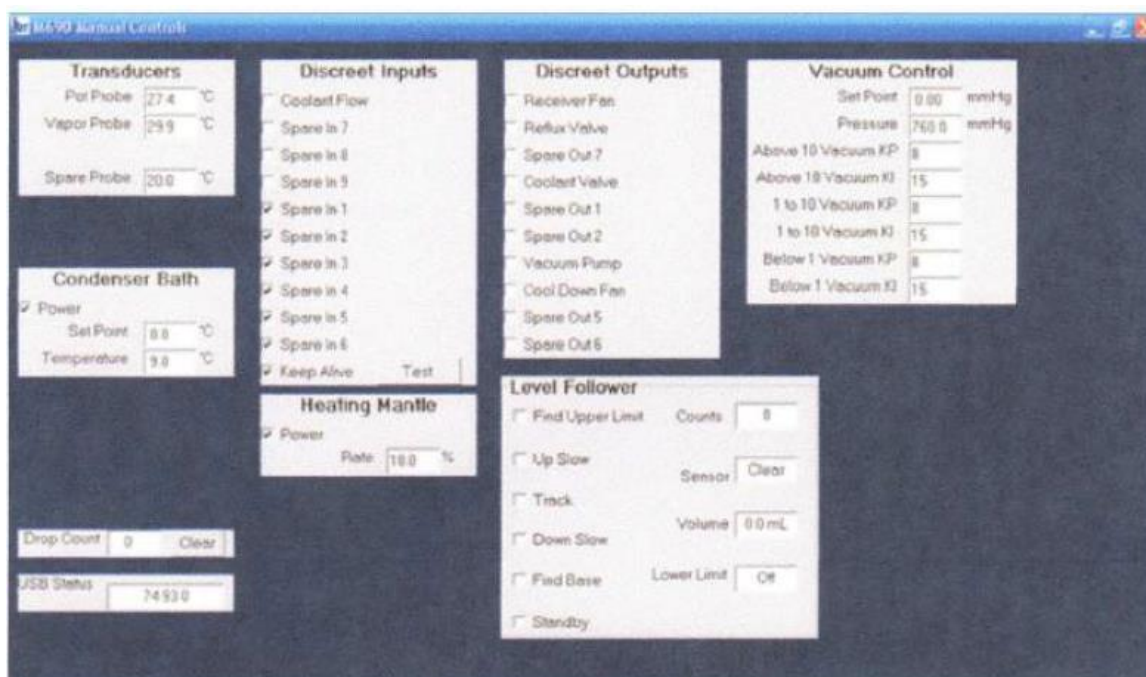


Figure 2, Profile du Software

La procédure adoptée est celle contenue dans la norme ASTM D86-04B(2004) et la norme ASTM D1160-02a (2002), qui se rapportent à la distillation simple à la pression atmosphérique et au vide, respectivement, de produits pétroliers.

Le test réalisé a consisté en la collecte de 200 ml d'un échantillon d'huile pyrolysée de la société ECER, dans le flacon de distillation de 500 ml, dont la masse est connue. Il est réchauffé lentement et graduellement, pour l'évaporation des composés, sous la pression atmosphérique jusqu'à ce que la température du liquide atteigne 400°C. Le taux de chauffage spécifié dans le logiciel était de 10% (chaleur initiale) jusqu'à la première goutte et d'environ 15% (chaleur initiale au décollage) jusqu'à un volume distillé de 20%. Après avoir atteint 20 ml de volume récupéré, le logiciel ajuste automatiquement le taux de chauffage en fonction du taux de distillation défini par l'opérateur.

Après la fin de la distillation atmosphérique et du refroidissement de l'échantillon contenu dans le flacon de distillation, a commencé la distillation à vide. La pression dans le système était de 40 mmHg. Le taux de chauffage initial a été diminué de 60 à 20% (chaleur initiale et chaleur initiale de décollage), jusqu'à ce que la température de la vapeur atteigne la température finale obtenue dans la distillation atmosphérique, puis la vitesse de chauffage de 20% a été maintenue. Les points d'ébullition, sous vide, sont convertis en points d'ébullition équivalents à la pression atmosphérique. La distillation sous vide s'achève lorsque le liquide contenu dans le flacon de distillation atteint la température de 400°C.

Les échantillons de l'Huile-Pyro ont été également soumises à la détermination de la masse spécifique par la Méthode Picnomètre, une adaptation de la norme ASTM D854-14 (2014).

Cette méthode utilise un verre volumétrique calibré (l'eau distillée a été utilisée pour l'étalonnage), dans laquelle un échantillon de matériel est adapté pour déterminer le rapport masse/volume à l'aide d'une balance analytique étalonnée. Les tests ont été effectués à une température de 20°C.

La viscosité de l'huile-bio a été déterminé sur la base de la norme ASTM D445 (2006), qui suggère les modèles et la méthodologie à utiliser, ainsi que la norme ASTM D446 (2012), qui apporte les spécifications et instructions des viscosimètres à capillaire de verre.

Le viscosimètre Ostwald (Figure 3), qui est le standard de viscosité S6 de la Cannon Instrument Company, a été utilisé dans cette procédure.



Figure 3. Détermination de la Viscosité

L'indice d'acidité est défini comme la quantité d'hydroxyde de potassium en milligrammes requise pour neutraliser un gramme d'échantillon. La procédure a été réalisée conformément aux normes établies par ABNT NBR 14448 (2013). Le test consistait à placer 0,1 g de l'échantillon dans un flacon de 250 ml, puis 125 ml de solution de solvant étaient ajoutés et la solution devint le standard d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/L.

## 2. Résultats

L'échantillon a été reçu dans un emballage en verre foncé et utilisé comme reçu. La Figure 4 montre la courbe de distillation obtenue. L'échantillon a montré une bonne distillabilité jusqu'à la plage de 350°C. Le pourcentage de composés dont le point d'ébullition est < de 350°C est de l'ordre de 65%.

Le produit récupéré a deux phases conformément à la figure 5. Jusqu'à 350°C de température de la vapeur, la distillation a été effectuée à la pression atmosphérique. Le point initial d'ébullition (PIE) a été de 72,9 ° C.

Après 350°C, la distillation a été réalisée sous vide. Dans ce stade, l'échantillon n'a plus de bonne distillabilité, comme indiqué par la pente de la courbe (Figure 4). Le peu de produit récupéré s'est rapidement solidifié (figure 6). La figure 7 illustre la procédure de distillation.

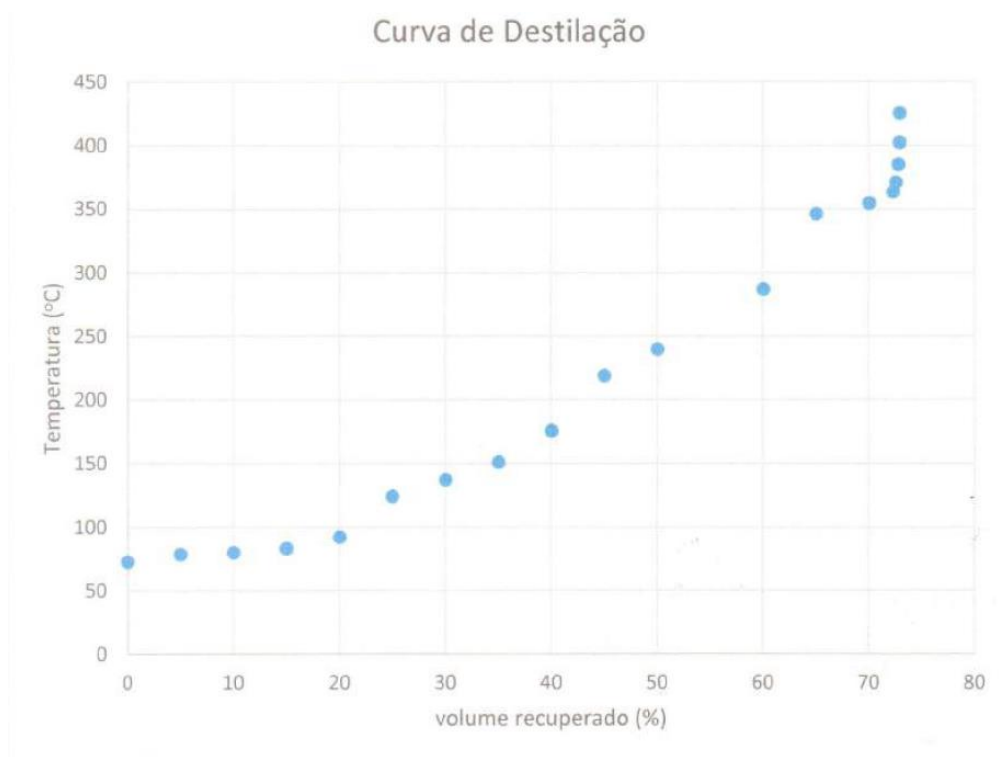


Figure 4. Courbe de Distillation de l'échantillon de l'Huile-Pyro



Figure 5. Produit obtenu de la distillation



Figure 6. Produit obtenu de la distillation à vide

sous pression atmosphérique



Figure 7. Détermination de la Courbe de Distillation

Le Tableau 1 présente certaines propriétés de l'échantillon de l'Huile-Pyro et du produit distillé à la pression atmosphérique. L'échantillon présente un indice d'acide relativement plus faible que les échantillons d'huiles pyrolysées de la littérature.

Tableau 1. Propriétés de l'Huile-Pyro.

Propriété	Huile-Pyro	Distillation à Pression Atmosphérique
Masse Spécifique (kg/m <sup>3</sup> )	1,03	0.9423
Indice d'Acidité (mg KOH/g)	7,28	7,02
Viscosité Cinématique (cSt)	5,72	0,78
Puissance Calorique Supérieure (kcal/kg)	8.196,2	7.656,8

En plus de la caractérisation de l'Huile-Pyro ont été effectuées l'analyse de TPH, Total d'Hydrocarbures Pétroliers et de Puissance Calorique Supérieure, PC's, des échantillons légers et lourds, obtenus durant les tests de distillation en pression atmosphérique.

Les caractérisations de ces échantillons ont été effectuées dans le laboratoire d'analyse instrumentale de l'IST Ambiental de SENAI/SC, sur un équipement de chromatographie en phase gazeuse GC-FID Agilent 7820 conformément aux normes EPA 8015B et à la pompe calorimètre LECOAC 600.

Les résultats de la puissance calorifique supérieure ont été de 7 656,8 kcal / kg pour la phase légère et de 6 673,4 kcal / kg pour la phase lourde

Les résultats des caractérisations des phases légères et lourdes obtenues lors de la distillation à pression atmosphérique sont rapportés dans le Tableau 2 et la Figure 8 ci-dessous.

Tableau 2. Résultats en pourcentage obtenus à partir des tests de TPH

Gamme	Essence	Kérosène	Diesel
Phase Légère	67,98%	28,25%	3,77%
Phase Lourde	34,71%	30,78%	34,51%

Les résultats exprimés dans le tableau ci-dessus, ne comprennent pas d'autres classes de composés. Ainsi, si d'autres classes de substance sont présentes, celles-ci ne sont pas incluses dans le pourcentage car la technique analytique ne permet pas d'identifier d'autres substances.

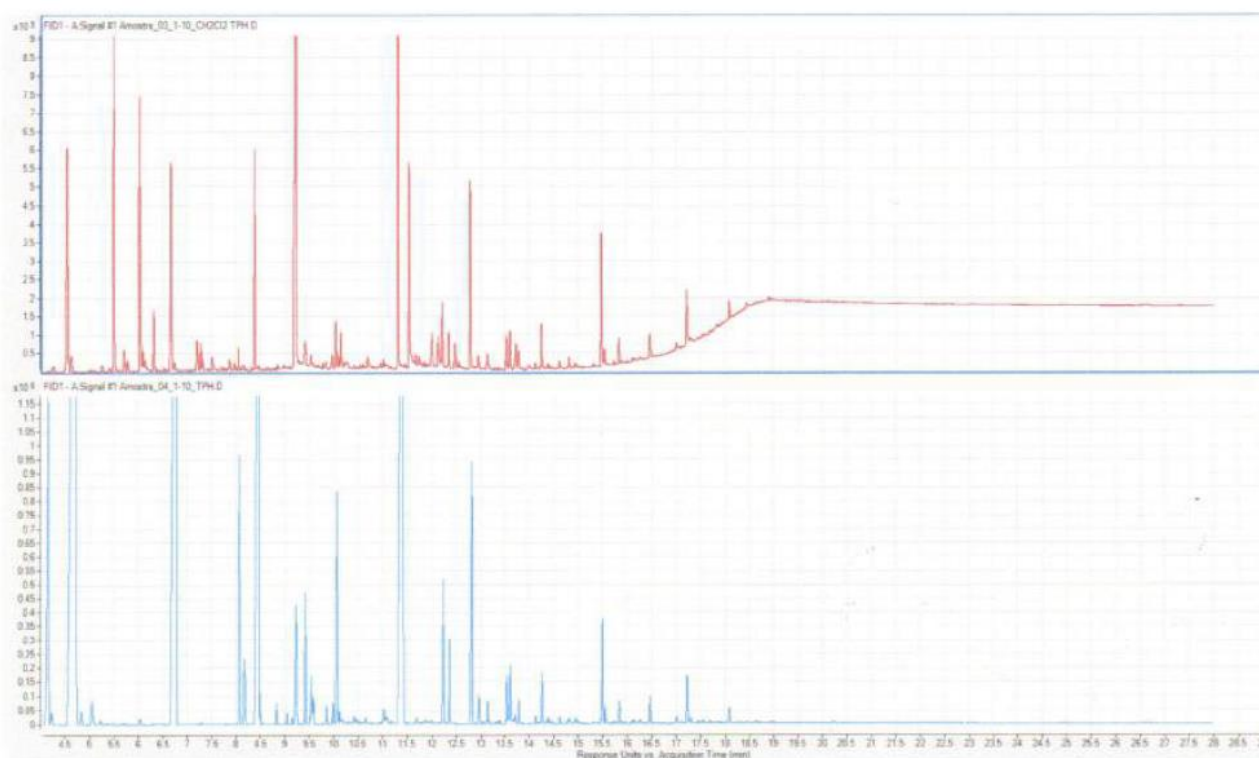


Figure 8, Chromatogramme des phase légères (Inférieur) et lourde (Supérieur)

La phase légère présentait une concentration plus élevée d'hydrocarbures légers jusqu'à C9 (essence), mais les plus lourds présentaient une division presque égale pour tous les hydrocarbures. En raison de la faible efficacité de la séparation de la phase lourde démontrée ci-dessus, on soupçonne que la composition la plus importante de l'extrait est constituée d'acides gras et que, pendant le processus de distillation, elle subit une décomposition thermique, ne retrouvant donc pas de profil d'hydrocarbures dans une seule bande. Un autre fait en accord avec cette hypothèse est la solubilité des extraits, phase légère, soluble dans l'hexane, mais la lourde uniquement dans le méthanol, indiquant ainsi une polarité élevée des composés présents, dont la polarité peut être liée aux groupes carboxyliques des acides gras.

Prof. Dr Vinicyus Rodol Wigge

Chef du département de génie chimique / coordinateur NIT

Université régionale de Blumenau

Msc. Rodrigo de Bortoli

Directeur de l'Institut de technologie environnementale SENAI

FIESC - SENAI / SC

Msc. Jocinei Dognini

Chercheur à l'Institut de technologie environnementale SENAI

FIESC - SENAI / SC