

# Insedelf<sup>®</sup> : méthode quantitative de mesure de la séparation de phase dans un liquide

Application au cas des produits pétroliers

**Yan Faure\*** docteur, **Guy Dessalces\*** docteur, **Pierre Claudy\*** docteur, directeur de recherche CNRS, **Franck Eydoux\*\*** docteur, **Philippe Schulz\*\*** docteur

**Summary :** *Insedelf<sup>®</sup>: a method for making quantitative measurements of phase separations in liquids. Application to petroleum products*

*This study describes a new method for carrying out quantitative measurements of phase separation of an initially homogeneous liquid into two or more phases by changing its temperature. At present the method is used on petroleum products for measuring wax settling in hydrocarbons, efficiency of anti-settling additives and water-diesel « Aquazole<sup>®</sup> » type emulsions stability. A wide variety of other applications can also be considered.*

**Mots clés :** *Sédimentation, émulsion, thermogravimétrie, hydrocarbure.*

**Key-words :** *Settling, emulsion, thermogravimetrics, hydrocarbon.*

## Généralités

Le pétrole est à la fois une source d'énergie et de matière première pour l'industrie chimique. Les pétroles bruts, dont la nature et la composition sont liées à leur origine, sont des mélanges complexes d'hydrocarbures et de composés soufrés, oxygénés et aminés en faible pourcentage.

Arrivés en raffinerie, ils subissent une série de distillations destinées à les fractionner en un certain nombre de coupes. Ces coupes sont ensuite modifiées dans des unités de conversion, puis mélangées pour fabriquer un nombre limité de produits qui sont définis par des spécifications fixant certaines propriétés ou qualités. Ainsi, un carburant aura une densité maximale et minimale [1], un point d'ébullition initial et final. On pourra aussi fixer une teneur en soufre, un indice de performance [2]... L'origine de ces spécifications imposées par la législation [3] résulte d'impératifs techniques liés à l'usage des produits.

Cependant, tout hydrocarbure pétrolier peut être assimilé à une solution entre une matrice hydrocarbonée complexe qui vitrifie à basse température (de -30 °C à -130 °C) et des fractions cristallisant suivant la température [4]. La composition chimique de ces fractions varie selon l'hydrocarbure.

Elles sont constituées en quasi-totalité de *n*-alcane (gazoles moteurs, fiouls domestiques) bien que des isoalcane faiblement branchés puissent précipiter (brut) ainsi que d'autres composés (bitumes) [5]. Ces fractions sont souvent regroupées sous le terme générique de paraffines.

Elles peuvent exister en quantité importante (40 % pondéral) et sont responsables de nombreux problèmes rencontrés par les pétroliers. En effet, lors d'un abaissement de température, la cristallisation de ces fractions induit deux types de problèmes :

- **dynamique** : la cristallisation entraîne des difficultés de filtration et d'écoulement pouvant aller jusqu'au figeage dans les oléoducs (pour les bruts) ou les tuyauteries (pour les gazoles et les fiouls domestiques [6]). Ces problèmes sont résolus par l'ajout d'additifs spécifiques dits additifs de filtrabilité [7, 8]. Ces additifs, grâce à une action germinatrice et inhibitrice de croissance, permettent la formation de très petits cristaux beaucoup plus facilement filtrables. L'écoulement de l'hydrocarbure à basse température est lui aussi largement amélioré.

- **statique** : au cours d'un stockage prolongé, les phénomènes de sédimentation et d'agglomération des cristaux vont apparaître [9]. Cette sédimentation est ralentie par l'ajout d'additifs appelés additifs antisédimentation ou WASA [10] (Wax AntiSettling Additives [11]).

Pour déterminer l'efficacité de ces additifs sur un distillat donné, les compagnies pétrolières ont mis au point différentes méthodes. Ce sont soit des méthodes internes, soit des méthodes normalisées [12, 13] ou brevetées pour être appliquées dans un pays donné.

En France : la norme NF 07-085 est utilisée. Elle consiste à stocker pendant 24 heures l'échantillon à basse tempé-

\* Laboratoire des matériaux organiques à propriétés spécifiques (UPR 9031), BP 24, 69390 Vernaison. Tél. : 04.78.02.22.86. Fax : 04.78.02.77.38 (Y. Faure et G. Dessalces).

E-mail : flores@mops.cnrs.fr

Tél. : 04.78.02.22.65. Fax : 04.78.02.77.38 (P. Claudy).

E-mail : claudy@mops.cnrs.fr

\*\* Centre de recherche Elf France de Solaize, BP 22, 69230 Saint-Symphorien d'Ozon. Tél. : 04.78.02.64.79. Fax : 04.78.02.60.94.

E-mail : franck.eydoux@eas.elf1.fr

rature puis à apprécier visuellement l'aspect de l'échantillon (photo 1). Des mesures complémentaires sont réalisées (température de cristallisation commençante, par exemple) sur des volumes prélevés en haut et en bas de l'échantillon. Ces valeurs sont alors comparées aux valeurs initiales. Plus elles s'en éloignent, plus la sédimentation est considérée comme importante.

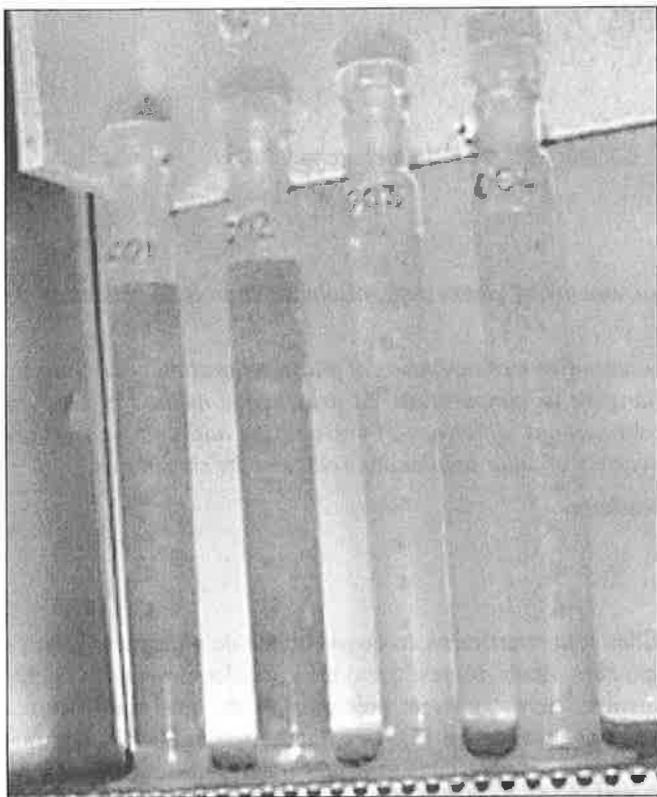


Photo 1 - Analyse d'échantillon de gazole par la méthode normalisée NF-07-085 (aspect visuel).

Toutes ces méthodes sont pénalisantes en temps et ne donnent qu'un résultat ponctuel et qualitatif en fin d'expérience. Aucun de ces tests ne permet d'obtenir une mesure de la vitesse de sédimentation ou de l'efficacité réelle d'un additif.

Les émulsions eau-gazole (« aquazole » [14]), de développement récent, nécessitent pour leur opérabilité de connaître les paramètres qui régissent la démixtion en fonction de la température et de la durée du stockage. Dans ce cas aussi, seules des méthodes visuelles, pénalisantes en temps et qualitatives, permettaient la mesure de la stabilité de ces produits.

L'étude des problèmes statiques induits par la séparation de phase solide-liquide ou liquide-liquide en milieu hydrocarbure a donc nécessité la mise au point d'un appareil analytique quantitatif, reproductible et fiable, nommé système Insedelf® [15, 16].

## Principe

Cet appareil a été conçu selon le principe des balances à sédimentation mises au point par Odèn [17] et Svedberg [18] dès 1926. Cette méthode, utilisée dans l'industrie des émeris et des produits à polir, était destinée à estimer la distribution de taille de fines particules. Le principe en est très simple : un disque, attaché à l'un des bras de la balance, est immergé

dans une cuve contenant les particules en suspension dans un liquide connu. Au cours du temps, les particules sédimentent sous l'action de la gravité et se déposent sur le disque. La balance enregistre ainsi en continu le poids relatif des particules. L'expérience est menée jusqu'à ce que toutes les particules se soient déposées, le poids mesuré est alors constant.

La principale différence entre le système Insedelf et les systèmes antérieurs provient de l'utilisation de la température pour provoquer *in situ* une séparation de phase liquide-solide ou liquide-liquide [19]. L'échantillon, initialement macroscopiquement homogène, subit un refroidissement programmé causant la séparation de phase. La phase la plus dense « tombe » sur le plateau de la balance et est pesée en fonction du temps et de la température.

L'analyseur Insedelf® (photo 2) est constitué par une nacelle cylindrique, suspendue au fléau d'une thermobalance et immergée dans l'hydrocarbure liquide. La balance est utilisée pour mesurer les changements de poids relatif de la nacelle en fonction du temps et de la température. La procédure expérimentale se déroule en deux étapes :

- L'échantillon est refroidi à une vitesse constante jusqu'à une température définie par l'utilisateur et fonction des caractéristiques de l'hydrocarbure et des conditions climatiques d'utilisation. Cette température est inférieure à la température de séparation de phase.
- La température est maintenue constante, permettant à la phase la plus dense de sédimenter dans la nacelle de mesure sous l'action de la gravité.



Photo 2 - Système de mesure de séparation de phase Insedelf.

A partir de ce processus expérimental, il est facile de prédire les variations de poids relatif enregistrées par la balance.

1. Lorsque la température de l'hydrocarbure est supérieure à la température de séparation de phase, l'échantillon se comporte comme un liquide homogène. La variation de poids apparent ( $\Delta W$ ) enregistrée découle uniquement des variations de masse volumique de l'échantillon :

$$\Delta W = V(\rho_0 - \rho_T)g \quad (1)$$

avec  $V$  volume de la nacelle.

$\rho_0$  et  $\rho_T$  masse volumique de l'hydrocarbure à la température initiale et à la température  $T$ .

$g$  l'accélération gravitationnelle.

2. Lorsque la température est inférieure à la température de séparation de phase, la nacelle de mesure est immergée dans une solution hétérogène composée d'au moins deux phases dont une est liquide. Les variations de poids apparent résultent de la diminution de la température mais aussi de la séparation de phase.

3. Lorsque la température est maintenue constante, les variations de poids relatifs découlent uniquement de la sédimentation de la phase la plus dense dans la nacelle de mesure. Si l'origine des variations de poids est prise au début de cette phase, le calcul donne :

$$\Delta W_t = V_t^{\text{phase}} (\rho_{\text{phase}} - \rho_{\text{matrice}}) g \quad (2)$$

avec  $V_t^{\text{phase}}$  volume sédimenté dans la nacelle.  
 $\rho_{\text{phase}}$  masse volumique de la phase sédimentant.  
 $\rho_{\text{matrice}}$  masse volumique de la solution mère.  
 $g$  l'accélération gravitationnelle.

Ces calculs montrent que le poids enregistré est toujours un poids apparent et qu'il doit être corrigé en utilisant la masse volumique de la matrice de l'hydrocarbure. Cela permet la mesure des paramètres intrinsèques à la sédimentation dans l'hydrocarbure utilisé.

## Insedelf : appareil et mode opératoire

### Description de l'ensemble de mesure

Une nacelle de mesure cylindrique en verre de silice, ayant un diamètre interne égal à 20 mm et une hauteur de 15 mm est suspendue au fléau d'une balance à compensation magnétique Setaram B92 (figure 1). L'échantillon (100 mL) est introduit dans une enceinte thermostatée à triple enveloppe, la nacelle est ensuite immergée automatiquement dans l'hydrocarbure. La distance entre les bords de la nacelle et la paroi du tube à échantillon doit être supérieure à 5 mm pour éviter les effets de bord. La distance entre le

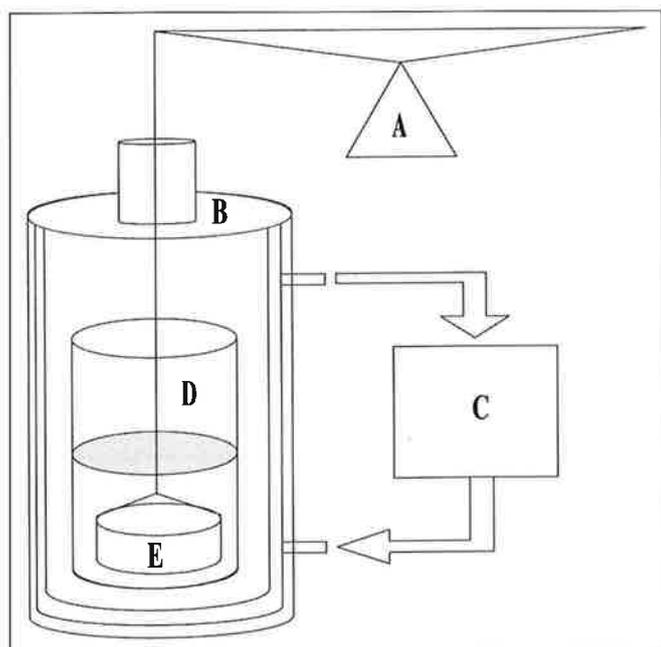


Figure 1 - Schéma de fonction de l'analyseur Insedelf.  
 (A) Thermobalance Setaram B 92. (B) Enceinte thermostatée. (C) Circulation du liquide cryogénique. (D) Cuve de mesure. (E) Nacelle de pesée.

fond de la nacelle et la surface du liquide est parfaitement reproductible et égale à 35 mm.

### Mode opératoire

Avant le début de l'expérience, l'analyseur est maintenu à température constante et purgé avec de l'azote sec pour éviter la condensation de vapeur d'eau à basse température. L'échantillon est alors porté avec une vitesse donnée (généralement 0,75 °C/min) à la température de mesure. La température est ensuite maintenue constante pour permettre la sédimentation des particules. Les variations de poids et de température sont enregistrées toutes les 10 secondes pour analyse ultérieure.

Les températures initiale et finale, ainsi que la vitesse et la durée de la phase stationnaire peuvent être facilement modifiées. Cette méthode est très adaptable : tous les paramètres expérimentaux peuvent être modifiés pour correspondre aux conditions standard des compagnies pétrolières, ce qui permet des comparaisons rapides. Le tableau 1 fournit les données techniques de cet ensemble analytique.

Tableau 1 - Principales caractéristiques de l'analyseur.

Sensibilité	0,1 µg
Répétabilité poids relatif	0,1 mg
Répétabilité température	0,2 °C
Gradient de température dans la cuve de mesure	0,3 °C
Volume échantillon	100 mL
Pilotage informatique	sous windows
Régulation de température	+ 200 °C, - 30 °C
Vitesse de chauffe	+ 5 °C/min - 1 °C/min

### Produits

Tous les produits utilisés ont été fournis par le Centre de recherche Elf Solaize.

## Séparation liquide-solide : sédimentation des paraffines dans un gazole

### Gazole non dopé par un additif antisédimentation

La figure 2 représente la courbe obtenue lors de l'analyse d'un gazole commercial ne contenant pas d'additif antisédimentation. Ce type de gazole est toutefois toujours dopé avec un additif d'écoulement destiné à améliorer la filtrabilité à basse température (formation de petits cristaux) et à éviter le figeage.

Durant la diminution de température, la courbe présente une perte de poids relatif (OA) découlant de l'augmentation de masse volumique. La rupture de pente enregistrée (point A) provient de la brusque variation de masse volumique de la solution pendant la cristallisation. Cela est démontré par

la bonne corrélation (figure 3) existant entre la température du point A et la mesure par une méthode normalisée [20] du point de trouble (ou température de cristallisation commençante). Pour 20 gazoles commerciaux, la déviation obtenue entre la température du point A et celle du point de trouble normalisé est inférieure à 2 °C alors que la reproductibilité de la mesure normalisée est de 2 °C.

Lorsque la température est maintenue constante (BC), une augmentation de poids relatif, découlant de la sédimentation des paraffines cristallisées à la surface de la nacelle, est enregistrée. En fin d'expérience, le poids devient généralement constant, toutes les paraffines ont sédimenté. L'observation visuelle de la cuve de mesure montre une séparation de phase très nette, le front de sédimentation étant passé sous la nacelle.

Trois caractéristiques principales peuvent être mesurées :

1. La vitesse initiale de sédimentation ( $V_{ini}$ ) en milligramme par heure.
2. La vitesse finale de sédimentation ( $V_{fin}$ ) qui donne accès à l'avancement de la sédimentation en fin d'expérience ; lorsque la sédimentation est totale cette vitesse est nulle.

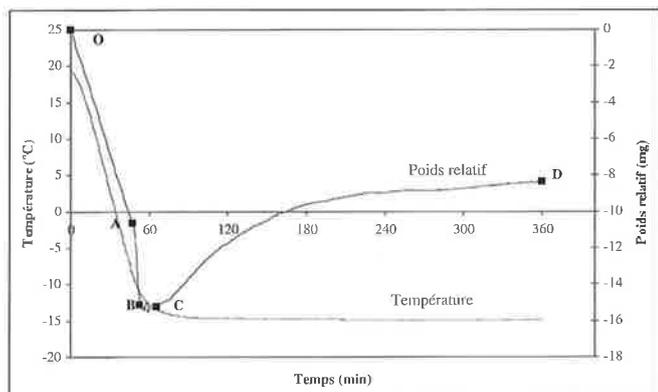


Figure 2 - Exemple de courbe obtenue lors de la sédimentation de paraffines dans un gazole sans additif antisédimentation. Température = -15 °C.

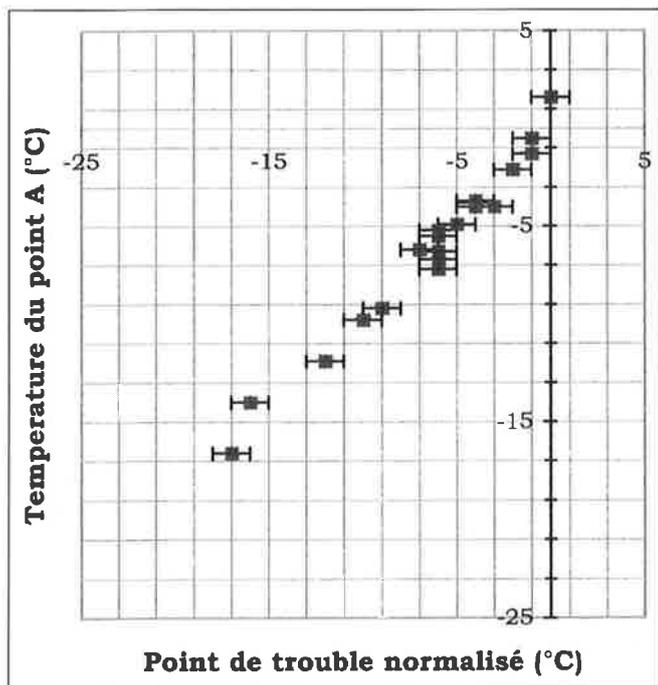


Figure 3 - Corrélation entre le point de trouble de différents carburants diesels et la température du point A.

3. L'augmentation totale de poids apparent ( $G_p$ ) mesurée en milligramme et donnant accès à la quantité de paraffine ayant sédimenté. Jusqu'à ce jour, cette mesure est un poids apparent car la masse volumique de la solution n'est pas encore accessible (équation 2).

L'analyse par DSC des gazoles permet une mesure précise des quantités de paraffines présentes dans l'échantillon [21]. Lorsque ces analyses sont réalisées sur des prélèvements effectués à la surface de l'échantillon après sédimentation lorsque la  $V_{fin}$  est nulle, aucune paraffine n'est détectée. Pour ces gazoles, la sédimentation est donc totale.

### Efficacité d'un additif antisédimentation

Les gazoles ont été dopés par des additifs destinés à diminuer voire à supprimer la sédimentation. Les changements provoqués par ces additifs dans les phénomènes de sédimentation sont nettement visibles sur les courbes Insedelf :

1. La reprise de poids relatif ne débute pas immédiatement à la fin de la phase dynamique. Le signal enregistré présente, pendant une durée ( $T_{lat}$ ) qui dépend du gazole étudié, une grande instabilité (figure 4). Des pertes et des reprises rapides de poids sont enregistrées, mais le poids relatif durant cette période reste globalement constant.

2. La vitesse initiale de sédimentation est plus faible.

3. La vitesse de sédimentation finale peut être nulle alors que visuellement l'échantillon est encore trouble. L'analyse par DSC de prélèvements réalisés en surface confirme la présence de paraffines.

4. L'accroissement de poids relatif est inférieur en présence de ces additifs.

5. La comparaison entre les courbes obtenues, avec et sans additif antisédimentation, permet de calculer l'efficacité  $E\%$  de l'additif dans le gazole. Physiquement,  $E\%$  correspond au pourcentage de cristaux dont la sédimentation est évitée par l'additif.

$$E\% = \left( \frac{1 - G_p^{\text{Gazole dopé}}}{G_p^{\text{Gazole non dopé}}} \right) * 100 \quad (3)$$

Ainsi, l'additif antisédimentation ralentit la sédimentation et maintient une partie des cristaux de paraffines en suspen-

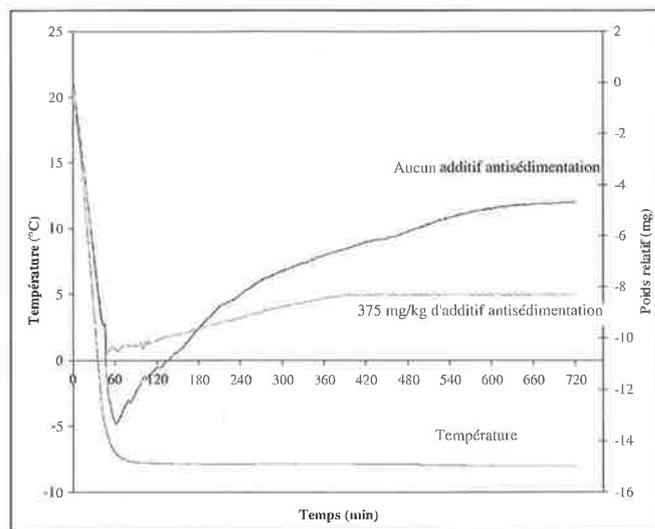


Figure 4 - Influence sur la courbe de sédimentation de l'ajout d'additifs antisédimentations. Les expériences ont été réalisées avec le même gazole.

sion, d'où un accroissement de poids relatif plus faible sur les gazoles dopés. Cependant, ce phénomène est instable puisque de brusques augmentations de poids relatif sont enregistrées lors des expériences de longue durée (figure 5). Les particules en suspension dans le milieu s'agglomèrent au cours du temps. Lorsque la taille de l'agglomérat est trop grande, celui-ci sédimente et provoque l'augmentation de poids relatif décelée.

L'étude à différentes températures d'un gazole dopé permet de tracer la courbe de l'efficacité en fonction des quantités cristallisées (figure 6). L'examen de la courbe montre qu'il existe un optimum entre la quantité d'additif antisédimentation et les quantités précipitées.

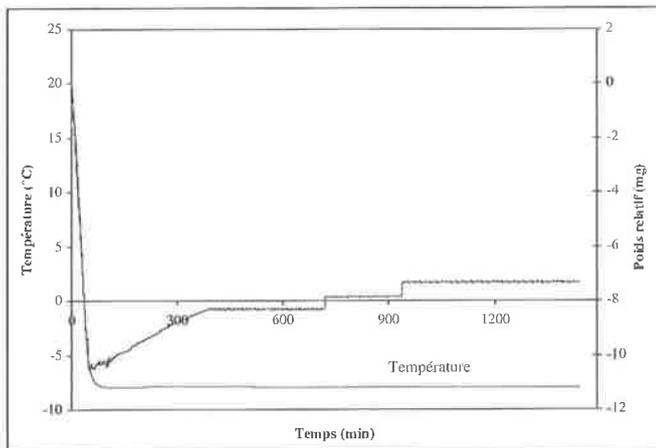


Figure 5 - Courbe de sédimentation d'un gazole dopé par un WASA. Durée de l'expérience = 24 heures. Température = - 15 °C.

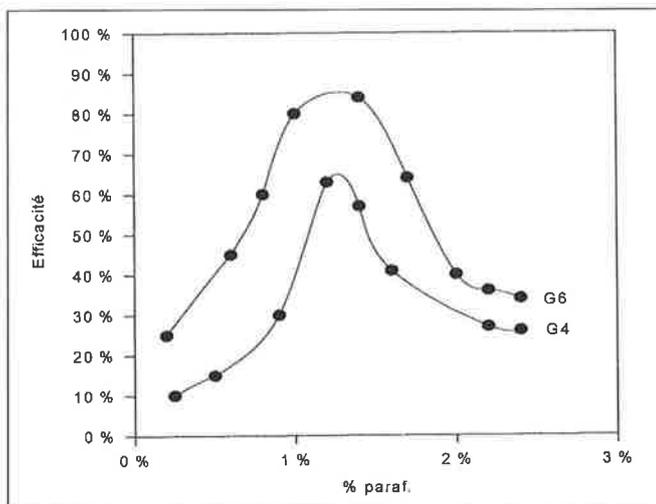


Figure 6 - Efficacité d'un additif antisédimentation dans 2 gazoles différents en fonction des quantités de paraffines précipitées.

### Séparation liquide-liquide : stabilité des émulsions eau-gazole

L'existence de normes, de plus en plus sévères en ce qui concerne l'environnement et donc les niveaux d'émissions à l'échappement des véhicules, a conduit certains pétroliers à rechercher de nouveaux carburants plus écologiques. En particulier, Elf a développé des émulsions eau-gazole (ou Aquazole®) qui réduisent les émissions de particules de 10 à 80 %, les oxydes d'azote de 15 à 30 % et les fumées noires de 30 à 80 %

[22]. Le bénéfice environnemental est donc significatif surtout sur les moteurs de poids lourds équipant les bus urbains.

La stabilité de l'émulsion constitue le critère primordial à satisfaire sans lequel il ne peut exister de carburant commercial de type Aquazole. Un rôle essentiel des émulsifiants est donc d'éviter une séparation des phases aqueuse et hydrocarbure pour garantir une opérabilité satisfaisante sur une période de plusieurs mois [23].

L'extension du champ d'application de la méthode aux séparations de phases liquide-liquide [24] a permis d'obtenir les informations nécessaires à l'obtention d'un carburant commercial. En particulier, le comportement thermodynamique des phases présentes dans l'émulsion a été compris.

Trois cas peuvent se manifester en fonction de la température d'essai choisie :

1. Aucune cristallisation ne se développe dans les deux phases.
2. Une cristallisation est observée (cristallisation des paraffines dans la phase hydrocarbure ou cristallisation de la totalité de la phase aqueuse).
3. Deux cristallisations successives se manifestent.

### Absence de cristallisation

Une évolution linéaire du poids est obtenue (figure 7). La vitesse de séparation de phase (dérivée de la courbe de poids relatif en fonction du temps) est mesurée. Cette vitesse reste constante durant toute l'expérience. Elle permet une comparaison quantitative des émulsions entre elles et donc le contrôle des fabrications. La comparaison avec des mesures réalisées par microscopie à balayage (tableau II) montre que cette vitesse est bien un critère de stabilité.

Les études réalisées en fonction de la température (ta-

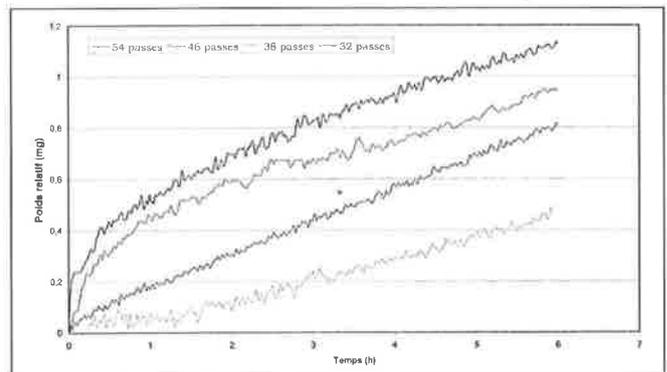


Figure 7 - Analyse de la stabilité de quatre émulsions de type Aquazole® (aucune cristallisation dans le milieu). Ces émulsions sont définies par leur nombre de passage dans le moulin à émulsion.

Tableau II - Comparaison entre la stabilité des émulsions de type Aquazole® mesuré par Insedelf® et la taille des gouttelettes d'eau dans l'émulsion mesurée par microscopie électronique à balayage.

Émulsion	1	2	3	4
Taille des gouttelettes d'eau (µm)	0,8	1,2	2,5	7
Vitesse de séparation de phase (µg/h)	44,0	60,0	110,0	180

Plus la taille des gouttelettes est importante, moins l'émulsion est stable.

Tableau III - Mesure de la vitesse de séparation de phase (en µg/h) de deux émulsions en fonction de la température.

Température (°C)	70	40	20	10	0	-4	-7	-8
Emulsion 3	780	240	110	80	60	Cristallisation de la phase aqueuse.		
Emulsion 4	1150	470	270	150	140	120	70	50

bleau III) indiquent que l'augmentation de température est un critère déstabilisant pour ce type d'émulsion. En effet, l'agitation thermique entraîne une augmentation des chocs entre particules et donc une amplification des phénomènes de coalescence.

### Cristallisation dans l'une des deux phases

La cristallisation se produit toujours après un temps de latence ( $T_{lat}$ ) d'autant plus bref que la température est basse. La courbe (figure 8) présente, lors de la cristallisation, une brusque augmentation du poids relatif (sédimentation des particules à la surface de la nacelle). Elle peut ensuite être considérée comme la somme des courbes observées lors d'une séparation liquide-solide et liquide-liquide sans cristallisation.

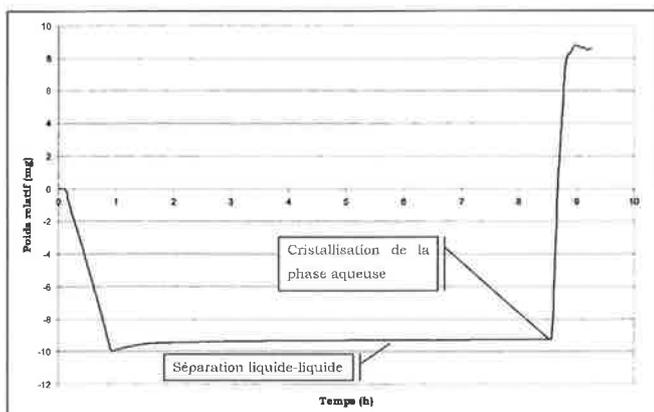


Figure 8 - Stabilité d'une émulsion de type Aquazole® à -8 °C (cristallisation de la phase aqueuse).

Il est intéressant de noter que la cristallisation de la phase aqueuse, nettement plus visible sur les courbes (les quantités cristallisées sont plus importantes), entraîne toujours la rupture de l'émulsion. Pour des utilisations à basse température (conditions hiver), il est donc nécessaire d'ajouter un anti-gel. La cristallisation des paraffines ne provoque pas de variation notable de la stabilité des émulsions étudiées.

### Cristallisation dans les deux phases

Ce cas est la somme des deux cas précédents, on observe d'abord la cristallisation des paraffines puis celle de la phase aqueuse (figure 9).

## Conclusion

L'intérêt de la méthode Insedelf pour la résolution des problèmes posés par les séparations de phases en milieu hydrocarbure n'est plus à démontrer. Cette méthode est à la fois un outil analytique de recherche et de contrôle qualité des additifs et des émulsions de type Aquazole.

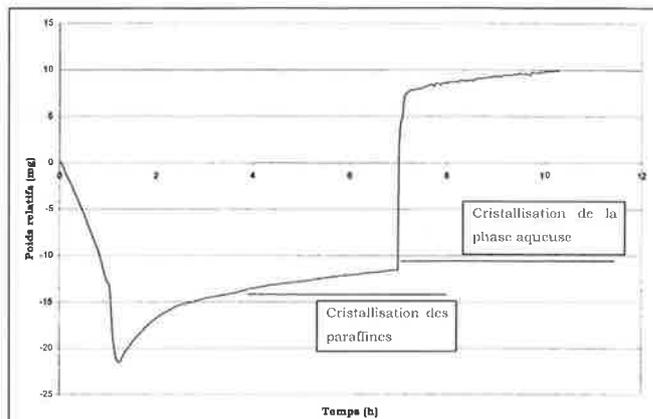


Figure 9 - Stabilité d'une émulsion de type Aquazole® à -18 °C (cristallisation des deux phases).

Cependant, son champ d'application n'est pas forcément limité aux séparations de phases liquide-liquide et liquide-solide et aux hydrocarbures, il peut être aisément étendu à d'autres séparations de phases et d'autres secteurs tels que la pharmacie, la cosmétique ou l'agro-alimentaire.

## Références

- [1] NF T 60-101, *Masse volumique des produits pétroliers*, Paris, Afnor, 1972.
- [2] Perrin R., Scharff J.P., in *Chimie Industrielle*, Masson, Paris, 1993, chap. 5.2 : Les carburants, p.626-632.
- [3] *Journal officiel*, 31-10-1987, arrêté du 29/10/1997.
- [4] Claudy P., Létouffé J.M., *Étude calorimétrique du comportement à froid des gazoles*, Journée d'analyse thermique, Elf France, Pierre Bénite, 9/06/1984.
- [5] Claudy P., Létouffé J.M., *Crude oil and their distillates : characterisation by DSC*, *Fuel*, 1987, 67, p. 58-61.
- [6] Coley T.R., *Low temperature operability of diesels*, *SAE paper*, 1983, n° 830596, p. 23-27.
- [7] Denis J., *Additifs anticongelants pour huiles moteurs*, *Rev. Inst. Franç. du Pétrole*, 1979, p. 48-54.
- [8] Damin B., Faure A., Sillion B., Claudy P., Létouffé J.M., *New additives for diesel cloud point depressants*, SAE national fuels & lubricants meeting. 6-9/10/1986, Philadelphia, États-Unis.
- [9] Zielinsky J., Rossi F., Stevens A., *Wax and flow in Diesel fuels*, Report n° 841352, Society of Automotive Engineers, Inc., 1984.
- [10] Brown G.I., Tack R.O., Chandler J.E., *An additive Solution to the problem of wax settling in diesel Fuels*, Report n°881652, Society of Automotive Engineers, Inc., 1988.
- [11] Elf Antar France et IFP, *Compositions d'additifs destinées notamment à améliorer les propriétés à froid des distillats moyens de pétrole*, France, Patent n° 8519425. 1985-30-12.
- [12] CEC.07-085, *Tendance à la sédimentation des distillats moyens. Méthode de stockage à froid*, Paris, AFNOR, 1995.
- [13] CEC.PF.27, *Untersuchung des Kälteverhaltens von Dieselmotoren*, Bonn, CEC, 1992.
- [14] *An emulsion of diesel oil & water to fuel urban public transportation*, Rapport CEC, Programme énergie, 1989.
- [15] Faure Y., thèse, *INSEDELFF® procédé et dispositif de mesure des caractéristiques de la séparation d'un hydrocarbure liquide en plusieurs phases. Application aux additifs antisédimentation et à la compréhension de leur mode d'action*, Lyon, réf. ISAL 0124, 1997.

- [16] Elf Antar France, *Procédé et dispositif de mesure gravimétrique des caractéristiques de la séparation d'un hydrocarbure liquide en plusieurs phases*, France, Patent PCT/FR98/00373, 1997-27-02.
- [17] Odèn S., Sedimentation analysis and its application to the physical chemistry of clays and precipitates, *Colloid Chem.*, vol.1, New York, 1926, p. 861.
- [18] Svedberg T., Rinde H., Determination of the distribution of size particles in disperse systems, *J. Amer. Chem. Soc.*, 1923, 45, p. 943.
- [19] Faure Y., Létoffé J.M., Claudy P., Dessalces G., Eydoux F., Vassilakis D., INSEDEL<sup>®</sup> method : a quantitative analytical method for determination of settling in petroleum fuel, *Fuel*, accepté le 29/07/99.
- [20] EN 23015, *Produits pétroliers - Détermination du point de trouble*, Bruxelles, European norm, 1991.
- [21] Bosselet F., Létoffé J.M., Claudy P., Valentin P., Étude du comportement thermique des *n*-alcanes dans les milieux hydrocarbonnés complexes par ACD. II. Détermination du taux global de *n*-alcanes contenu dans un gazole. Détermination du point de trouble, *Thermochim. Acta.*, 1983, 70, p. 19.
- [22] Elf Antar France, *Combustible émulsionné et l'un de ses produits d'obtention*, France, Patent PCT/FR079/70938. 1997-17-03.
- [23] Poré J., *Émulsions, micro-émulsions, émulsions multiples*, Neuilly, Ed. Tech. des Corps Gras, 1992.
- [24] Elf Antar France, *Procédé et dispositif de détermination de la stabilité d'une émulsion eau-hydrocarbure*, France, Patent PCT/FR98/00374. 1998-26-02.

### La Société de Secours aux Ingénieurs Chimistes

Créée en 1937, la Société de Secours aux Ingénieurs Chimistes a pour but de venir en aide à des ingénieurs chimistes ou à leur famille dans le besoin. Elle peut attribuer un secours non remboursable ou un prêt sans intérêt jusqu'à 20 000 francs sur une période de deux à trois ans.

La présentation de la demande est faite de préférence par l'intermédiaire de l'association des anciens élèves de l'école de chimie de l'intéressé.

Conditions d'obtention d'un secours ou d'un prêt sans intérêt :

- être de nationalité française,
- avoir exercé pendant plusieurs années la profession d'ingénieur chimiste ou de chimiste,
- être privé d'emploi ou traverser une période difficile, souhaiter développer ou créer une activité nouvelle même en dehors de la chimie,
- ou être dans le besoin pour d'autres raisons.

Vous pouvez aider la Société de Secours :

- en la faisant connaître à des camarades en difficulté (les demandes sont étudiées avec la plus grande discrétion) ;
- en y adhérant. La cotisation annuelle minimale est de 150 francs (un reçu fiscal est envoyé).

**Société de Secours aux Ingénieurs Chimistes, Maison de la Chimie, 28, rue Saint-Dominique, 75007 Paris.**