

Université des Sciences et de la Technologie d'Alger

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE *Lex*

DEPARTEMENT DU GENIE - CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet :

**CONCEPTION D'UNE  
INSTALLATION LABORATOIRE  
DE RECTIFICATION**

Proposé par :

**Janusz GROCHOWSKI**

Etudié par :

**Aristide VIEYRA**

Université des Sciences et de la Technologie d'Alger

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DU GENIE - CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet :

**CONCEPTION D'UNE  
INSTALLATION LABORATOIRE  
DE RECTIFICATION**

Proposé par :

**Janusz GROCHOWSKI**

Etudié par :

**Aristide VIEYRA**



Université des Sciences et de la Technologie d'Alger

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DU GENIE - CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet :

**CONCEPTION D'UNE  
INSTALLATION LABORATOIRE  
DE RECTIFICATION**

Proposé par :

**Janusz GROCHOWSKI**

Etudié par :

**Aristide VIEYRA**

Université des Sciences et de la Technologie d'Alger

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DU GENIE - CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet :

**CONCEPTION D'UNE  
INSTALLATION LABORATOIRE  
DE RECTIFICATION**

Proposé par :

**Janusz GROCHOWSKI**

Etudié par :

**Aristide VIEYRA**

mon père et ma mère pour l'affection  
dont ils m'ont toujours comblés;

     ma tante joujou; pour sa tendresse à mon égard;

     tous ceux qui me sont chers;

Je dédie cet ouvrage, témoin de ma volonté de connaître.

Que Monsieur Janus GROCHOWSKI pour les  
édifiants conseils qu'il a su me prodiguer, trouve  
ici l'expression de ma sincère ~~et~~ gratitude.

MEMBRES DU JURY

---

PRESIDENTE:

M<sup>elle</sup> Khedjidja ALIA , Maître de Conférences à l'E.N.P.A.

EXAMINATEURS:

M<sup>r</sup> Jacek AMANOWICZ , Maître de Conférences à l'E.N.P.A.

M<sup>me</sup> Touria DJELLAS , Maître Assistante à l'E.N.P.A.

M<sup>r</sup> Janusz GROCHOWSKI , Maître de Conférences à l'E.N.P.A.

// -) VANT-PROPOS.

A l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, l'obtention du diplôme d'Ingénieur en génie chimique est sanctionnée par un projet marquant la fin des études. C'est dans ce cadre que ce travail a été réalisé sous la direction de Mr. Janus GROCHOWSKI, maître de conférences à l'E.N.P.A.

Un tour d'horizon sur la formation que nous avons reçue dans sa globalité me permet de définir le génie chimique comme la branche des Sciences physiques qui étudie les méthodes et techniques qui régissent la transformation de la matière avec conception des appareils appropriés à chaque type de procédé pour donner à l'investissement le maximum d'efficacité. Je saisi alors de cette occasion, unique en son genre pour faire part de mes sincères remerciements à tous ceux qui m'ont permis d'acquérir une telle formation. Enfin que Messieurs les Membres du jury trouvent ici l'expression de mes profonds hommages.

-o-o-o-o-o-o-o-

TABLE DES MATIÈRES

---

	PAGES
INTRODUCTION .....	01
 <u>PREMIERE PARTIE</u> : Choix du Type d'Installation	
Chapitre I - Généralités.....	03
Chapitre II - Recherches Scientifiques Actuelles dans le domaine de la Rectification.....	17
Chapitre III - Modèle d'Appareillage choisi.....	21
Conclusions .....	<del>27</del> 27
 <u>DEUXIEME PARTIE</u> : Calculs de l'Installation	
Chapitre I - Colonne à Film Tombant .....	28
Chapitre II - Colonne à Garnissage .....	<del>54</del> 54
Conclusions .....	63
 <u>TROISIEME PARTIE</u> : Quelques Exemples d'Interêt Pratique de l'Installation	
I - Distillation / Rectification.....	65
II- Recherches Laboratoires.....	66
CONCLUSION .....	69
BIBLIOGRAPHIE .....	
ANNEXES .....	

PRINCIPALES NOTATIONS UTILISEES.

-----

d	: Dimension des éléments de garnissage
n	: Nombre d'éléments de garnissage
a	: Surface spécifique du garnissage
P	: Pression
$\Delta P$	: Perte de charge
L	: Débit liquide ou bien Débit liquide par unité de section droite ou hauteur de la colonne
V, G	: Débit vapeur ou bien Débit vapeur par unité de section droite
HEPT	: <b>H</b> auteur équivalente à un plateau théorique
x	: fraction molaire du liquide relative au constituant le plus volatil ou abscisse d'un repère
y	: fraction molaire de la vapeur relative au constituant le plus volatil ou coordonnée dans un repère
U	: Vitesse de la vapeur ou vitesse d'écoulement d'un liquide
$U_F$	: Vitesse d'engorgement de la phase vapeur
$\sigma$	: Tension superficielle du liquide
$\rho_v$	: Masse volumique vapeur
$d_i; d_e$	: Diamètre intérieur, diamètre extérieur (respectivement)
$[P]$	: Parachor du liquide
t, T	: Températures
$\rho_L$	: Masse volumique du liquide
M	: Masse molaire ou débit liquide des échangeurs de chaleur
$d_H$	: Diamètre équivalent
$Re$	: Nombre de Reynolds
$\eta$	: Viscosité dynamique de la vapeur ou du liquide
$\delta_e$	: Epaisseur du film ruisselant sur la paroi
$\nu$	: Viscosité cinématique de la vapeur ou du liquide
g	: Accélération de la pesanteur
Q	: Débit liquide par unité de largeur ou débit liquide
Sh	: Nombre de Sherwood
Sc	: Nombre de Schmidt
D	: Diffusivité dans la phase vapeur
$D_L$	: Diffusivité dans la phase liquide
V	: Volume molaire
$k^\circ$	: Coefficient dynamique de transfert local dans la phase vapeur
$K_y$	: Coefficient de transfert de matière dans la phase vapeur

$m$	: Pente de la ligne d'équilibre
$SL$	: Section droite de la colonne
$A$	: Aire interfaciale totale contenue dans la colonne ou aire totale d'échange
$HUT$	: Hauteur d'unité de transfert
$y^*$	: Fraction molaire de la vapeur en équilibre avec le liquide
$NUT$	: Nombre d'unité de transfert
$M.W.R$	: Débit minimum de mouillage
$Q$	: Débit liquide par unité de périmètre mouillé
$S$	: Section droite mouillée
$h$	: Coefficient de transfert de chaleur par convection
$\lambda$	: Conductivité thermique ou débit périphérique
$\Lambda, c$	: Chaleur spécifique
$\epsilon$	: Fraction de vide
$\psi$	: Facteur de correction de densité
$F_P$	: Facteur de garnissage
$U_v$	: Vitesse pratique opératoire de la vapeur
$h_L$	: Retention liquide

INDICES:

$m$	: relatif au mélange
$v$	: relatif à la vapeur
$l$	: relatif au liquide
$max$	: maximum
$B$	: lié au bouilleur
$D$	: lié au distillat
$\bullet$	: global ou extérieur
$min$	: minimum

Note: Les unités des différentes variables sont indiquées dans le texte dans chaque paragraphe concerné.

## II INTRODUCTION

-----

Un monde en perpétuelle mutation, **un monde qui évolue dans le sens de la déconfiture**, le milieu Industriel de la chimie est celui qui fait des ressources naturelles, toute une gamme de matières élaborées. Ces produits sont ensuite traités par d'autres industries (mécaniques, électriques, textiles, alimentaires, etc...) selon les besoins du marché ou consommés directement. Dans la plupart des cas, pour promouvoir cet objectif, le mécanisme intime d'une telle opération est le terme d'une série de transformation des espèces chimiques les unes dans les autres jonchées par étapes de fractionnements de mélanges moléculaires en vue de favoriser l'obtention des produits recherchés. Le mot fractionnement est éthimologiquement la division d'un tout en parties ou fractions, mais pour notre part, nous considérons sa signification technique. En effet c'est la séparation des constituants d'un mélange de telle sorte que chacune des fractions obtenues diffère au moins sur une propriété physique avec les autres fractions et l'ensemble dont elles sont issues. L'histoire du développement des procédés et appareils de séparation nous permet de parler de fractionnement d'un mélange lorsqu'il s'agit d'une séparation très performante (colonnes de distillation). Les besoins d'obtenir un produit clef de pureté relative donnera de plus en plus de l'importance à ces appareils là qui sont le siège de séparation.

Dans ces appareils se réalise le contact gaz-liquide (absorption des gaz - distillation), le contact liquide-liquide (extraction). Il existe aussi plusieurs autres méthodes de séparation mécanique parmi lesquelles nous citons: le tamisage - la centrifugation - la décantation- l'entraînement à la vapeur ou à l'eau - l'absorption - la sédimentation - la filtration; la cristallisation.

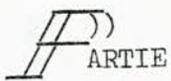
Dans le cadre de la tâche qui nous est assignée, nous nous intéressons à la distillation. C'est comme dit plus haut une méthode de séparation physique des constituants d'un mélange basée sur la différence de composition du liquide et de sa vapeur créée par la chaleur. Les appareils de distillation sont faits de 3 parties essentielles:

- le bouilleur qui produit la vaporisation
- la colonne qui enrichit la vapeur par rectification au fur et à mesure qu'elle monte grâce à un dispositif approprié qui réalise le contact gaz-liquide à contre courant de manière discontinue (colonnes à plateaux) ou continue (colonnes a garnissages, colonnes à parois mouillées) afin de parvenir à un équilibre théorique entre les 2 phases.

- le condenseur qui assure la récupération entête de colonne du produit désiré sous forme liquide. La colonne de rectification est l'élément principal de l'appareil; quelque soit sa construction (à garnissages, à plateaux, à paroi mouillée) on est guidé par le souci fondamental d'accroître la surface de contact des 2 phases en présence. Les colonnes à plateaux sont les premières à voir le jour mais l'avènement des autres genres de colonnes n'a pas empêché leur utilisation et même leur perfection.

Pour les laboratoires ces "Machines Thermiques" sont de taille réduite (1 à 3 mètres de haut) et elles sont conçues pour étudier les conditions optimales de séparation des constituants d'un système donné. Mus par cette idée, nous essayerons de jeter les bases de la conception d'une installation de rectification utilisable au laboratoire sous forme de colonne à garnissages ou d'appareil à paroi mouillée. En vue d'étudier les conditions de fonctionnement pour un meilleur rendement de séparation des constituants d'un système donné et de pouvoir suivre l'évolution de l'opération à tous les niveaux clefs de l'appareil.

Nous ne manquerons guère de nous inspirer de colonnes de distillation déjà élaborées pour mieux canaliser nos investigations. De plus, les phénomènes physiques (hydrodynamique, transfert de matière, transfert de chaleur) qui ont lieu dans l'appareil seront pris en compte pour le dimensionner. Enfin les **recherches** de conditions optimales de fonctionnement pourront se faire sur des systèmes donnés pour tester les performances d'un tel chef d'oeuvre.



CHOIX DU TYPE D'INSTALLATION

( ( HAPITRE I  
G E N E R A L I T E S

-----

I.0 INTRODUCTION.

Nous nous proposons de réaliser un appareil fonctionnel complet pour laboratoire, capable de séparer par rectification divers mélanges de produits donnés. En effet, nos besoins nous imposent une colonne à double emploi qui pourra facilement selon les conditions opératoires et la nature de la charge être garnie ou être à paroi mouillée.

Nous nous gauserons alors des types d'appareillages déjà élaborés les années antérieures pour penser, et concevoir le notre.

I.1 COLONNES A GARNISSAGE.

Les colonnes de ce genre sont connues depuis fort longtemps. Elles font appel au principe selon lequel, pour mettre en contact une vapeur et un liquide on peut faire lécher le liquide par la vapeur. Cette opération ne pourra bien sûr être efficace que si la surface de contact est assez grande; d'où l'idée de la multiplier à l'aide de petits solides mouillés laissant entre eux un passage pour la vapeur et disposés en vrac dans la colonne ou bien imbriqués dans des dispositifs spéciaux fixes ou mobiles qui occupent toute la colonne.

I.1-1. Divers formes de garnissage.

a) Garnissage en vrac.

1. billes et galets

c'est des matériaux peu coûteux résistant à la corrosion mais lourds et peu efficaces.

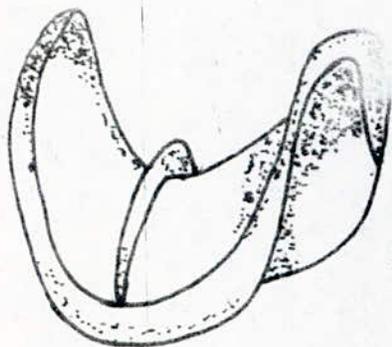
2. Anneaux

le plus courant est l'anneau de Raschig. Il s'agit d'un morceau de tube de hauteur égale au diamètre

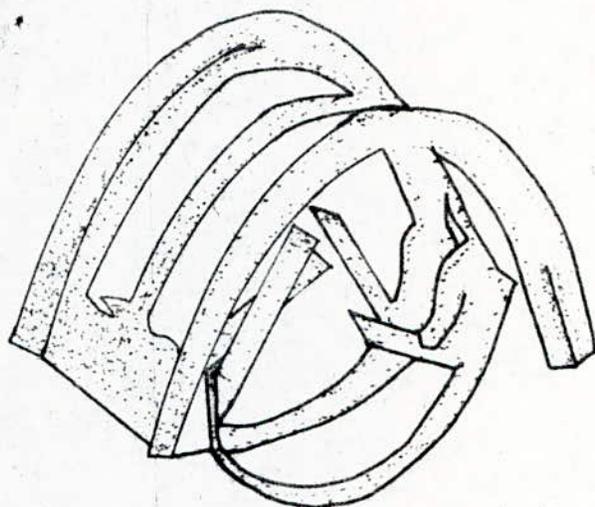
$$25 \text{ mm} \leq d \leq 75 \text{ mm}$$

.../...

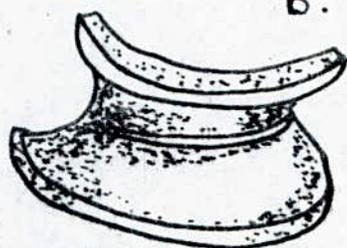
Fig 1: Garnissages En Vrac



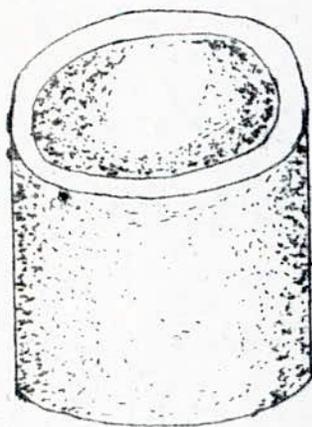
a. Selle de Berl



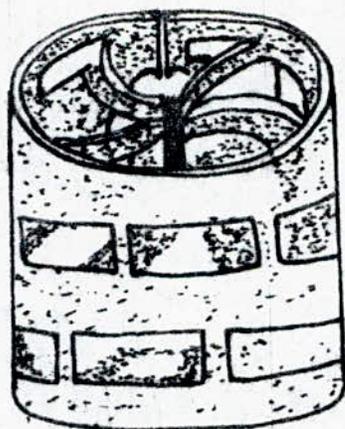
b. Selle Intalox en Métal



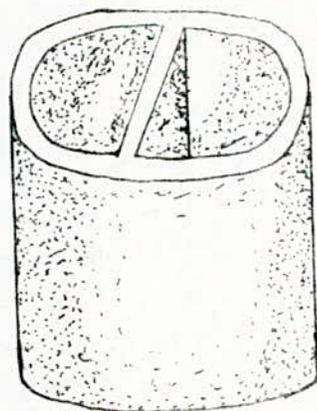
c. Selle Intalox



d. Anneau Raschig



e. Anneau Pall



f. Anneau Lessing

CARACTERISTIQUES DES GARNISSAGES

TYPE ET MATERIAUX	DIMENSION		EPAISSEUR DE LA PAROI (mm)	NOMBRE ELEMENTS PAR M <sup>3</sup>	POIDS SPECIFIQUE AP- PARENT (kg/m <sup>3</sup> )	SURFACE SPECIFIQUE m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup>	FRACTION DE VIDE (%)
	(in)	(mm)					
Anneaux Lessing en céramique	2	51	9,5	5.500	800	110	68
	1,5	38,5	6,5	14.000	900	150	60
	1	25	3	46.000	800	220	66
Anneaux Lessing en acier	2	51	1,2	5.500	580	120	93
	1,5	38	0,9	14.000	610	170	92
	1	25	0,7	46.000	690	250	91
	3/4	19	0,6	100.000	760	310	90
	1/2	13	0,5	370.000	880	500	89
	1/4	6,3	0,5	3000.000	1600	1000	80
Anneaux : Pall en Céramique	4	102	9,5	300	420	56	82
	2	51	5	6000	550	125	78
	1	25	3	50000	640	220	73
Anneaux Anneaux Pall en acier	2	51	1	6000	400	105	95
	1,375	35	0,8	19000	430	145	95
	1	25	0,6	50000	500	240	94
	5/8	16	0,4	200000	550	370	93
En Porcelaine Selles de Berl	2	51		8800	640	110	77
	1,25	38		22000	610	150	75
	1,75	25		80000	720	250	70
	0,75	19		195000	800	300	67
	0,5	13		620000	900	480	65
	0,25	6,3		4600000	900	1000	62
Selles Intalox en Porcelaine	2	51		8800	600	110	75
	1,5	38		23000	600	150	74
	1	25		85000	600	250	75
	0,75	19		210000	600	300	73
	0,5	13		630000	600	480	73

.../...

Suite du Tableau 4. CARACTERISTIQUES DES GARNISSAGES.

Anneaux Raschig en céramique ou Porcelaine	4	102	11	800	600	50	75
	3	76	9,5	1900	650	70	75
	2	51	6,5	6000	650	95	75
	1,5	38	3	15000	700	130	68
	1	25	2,5	48000	700	200	73
	0,75	19	2,5	100000	700	240	73
	0,5	13	1,5	370000	800	370	72
	3/8	9,5	1	900000	800	500	64
	5/16	8	0,8	1500000	800	600	65
	0,25	6,3		3000000	800	800	72
Anneaux Raschig en acier	3	76	1,6	1900	450	70	94
	2	51	1,2	600	460	100	94
	1,5	38	0,9	15000	480	210	94
	1	25	0,7	48000	560	270	93
	0,75	19	0,6	100000	580	400	93
	0,5	13	0,5	370000	700	600	91
	3/8	9,5	0,5	900000	930	800	88
	0,25	6,3	0,5	3000000	1400		82

Ces anneaux existent en verre pour les petites dimensions (colonnes de laboratoire), en céramique (grès ou porcelaine), en graphite et en tous métaux. De nos jours on assiste au perfectionnement des anneaux de Raschig, ce qui a donné naissance à plusieurs autres garnissages de ce type. Nous citons: les anneaux Lessing, Anneau spiral, anneaux Pall, anneaux à cloisons croisées, anneaux perforés.

### 3. Selles.

L'élaboration de ces garnissages est inspirée des surfaces à double courbure (paraboloïde, hyperboloïde...). Nous avons les selles de Berl (les plus anciennes) et les selles Intalox.

### 5. Garnissage à base de fil.

Ces garnissages sont réservés exclusivement aux colonnes de laboratoire pour leur fragilité.

Nous distinguons: hélice à une seule spire, ou à plusieurs spires, garnissage heřipak, garnissage Dixon.

### Remarques.

Pour permettre à ces matériaux de répondre aux aspirations des réalisateurs, il y a un minimum de précaution d'emploi à observer:

- éviter un empilement très grand ce qui risquerait de déformer ou d'écraser les particules, il s'en suivra alors un cheminement préférentiel du liquide vers la paroi.

La littérature nous donne les indications suivantes:

Hauteurs limites d'emploi des divers types de remplissage.		
Anneaux Raschig	Selles Berl et Intalox	Anneaux Pall
2,5 à 3 Diamètre ou 6 mètres au maximum	5 à 8 Diamètre ou 6m au maximum	5 à 10 Diamètre ou 6m au maximum

\* choisir une dimension du garnissage inférieure à 12% le diamètre de la colonne.

.../...

\* A la partie inférieure de la couche nous disposons un support pour le garnissage. Ce support doit bien entendu être conçu pour laisser passer la vapeur et le liquide. En général, le support se présente sous forme de grille ou de plaque perforée en métal, graphite ou céramique.

\* A la partie supérieure c'est un distributeur de liquide (de quoi s'assurer que tout le garnissage sera arrosé). Il est fait de façon à laisser échapper la vapeur par des cheminées et répartir en proportion égale le liquide dans le garnissage. Pour obtenir une bonne répartition, il faut selon Paris [34] que la distance entre 2 points d'arrosage n'excède pas 3 fois la dimension d'un élément du garnissage.

b) Garnissage en éléments occupant toute la section de la colonne.

1. Garnissage Stedman.

Il est fait de cônes de toile métallique soudés les uns aux autres pour former un empiement. Des ouvertures ménagées dans chaque cône permettent le passage de vapeur.

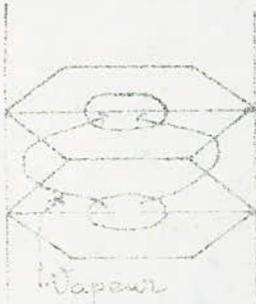
2. Garnissage Spraypak.

Il s'agit de métal déployé à mailles de 3mm largement ouvertes et plié pour former des cellules prismatiques à base losange.

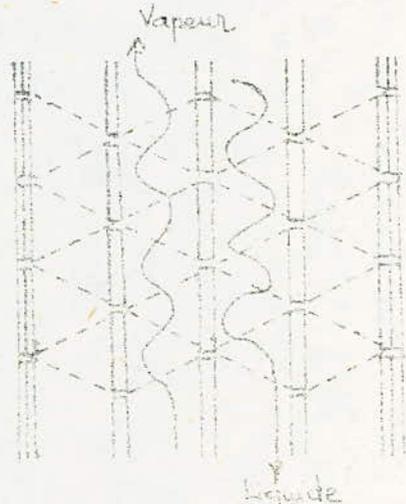
Ces garnissages fixes ne sont pas souvent utilisés car ils sont difficiles à concevoir et ils reviennent chers.

Néanmoins ils permettent de très bonnes séparations. De nos jours, ils connaissent un essor remarquable car les recherches ont prouvé qu'ils sont beaucoup plus performants que les garnissages traditionnels et peuvent encore mieux servir à l'échelle industrielle.

.../...



Garnissage Stedman



Garnissage Spraypak

### I.1-2. Avantages et Inconvénients.

Les colonnes à garnissage, comme dit plus haut ne sont pas les seules qui permettent la séparation par mise en contact Liquide-Vapeur. Leur construction leur confère alors certaines spécificités surtout lorsqu'on se réfère à leurs homologues à plateaux:

\* Prix moins élevé par unité de volume pour la distillation des mélanges corrosifs

\* faible perte de charge

\* faible retenue de liquide

ces colonnes présentent les inconvénients suivants:

\* faible flexibilité (leur efficacité diminue rapidement lorsqu'on s'éloigne des conditions optimales de fonctionnement)

\* faible efficacité à grand diamètre de colonne, du fait de la difficulté d'assurer un écoulement uniforme des fluides

\* hauteur de plateau théorique assez élevée

\* ne peut séparer les liquides chargés de particules solides.

.../...

### I.1-3 Brève Description de Types de Colonnes.

Nous ferons de cette partie un "catalogue" dans lequel nous passerons en revue les colonnes pour recherches au laboratoire ou pour plans pilotes que nous avons pu sélectionner. Elles sont faites toutes en verre.

- a) Appareil de distillation fractionnée fonctionnant à haute température. ~~[E.1.7]~~ Fig 1-1-3 a  
(Réalisé par Jená Glass Duran) [29]

C'est un appareil conçu spécialement pour résoudre les problèmes de distillation au laboratoire tels que:

- \* Distillation des acides
- \* séparation de fractions pétrolières à hauts points d'ébullition
- \* distillation des aromatiques à masse moléculaire élevée et autres produits similaires.

Il est aussi utile pour plusieurs autres applications relevant du domaine des laboratoires de rectification.

charge maximale :	4.000 ml
charge minimale :	200 ml
Nombre de plateaux théoriques :	45
Ebullition maximale :	4500 ml/h
Domaine de température opératoire:	plus de 280° C
..... pression opératoire	allant de 760mm Hg à 1 mm Hg
Retention liquide :	48 à 54 mL (dépend de la vitesse d'ébullition)
Hauteur garnie :	600 mm
Garnissage :	anneaux en acier inoxydable
Diamètre intérieur de la colonne :	30 mm
Voltage :	220 V, 50 hz , 2,6 Kw
Hauteur totale de l'installation :	1,65m

.../...

c b) Appareil de distillation fractionnée à haute efficacité pour de petites quantités. [Fig I-1-3 b

(Réalisé par Jena Glass Duran ).

Cet appareil est spécialisé dans les séparations difficiles au laboratoire, par exemple:

\* séparation du m - xylène et du p - xylène avec une différence de température d'ébullition inférieure à 1° C, ou bien le n - heptane et l'iso-octane pour une différence de température de 0,42°C.

\* Détermination avec précision de points d'ébullition

\* préparer des substances à haut degré de pureté

\* pour un fractionnement préliminaire des substances en vue de les séparer par chromatographie en phase gazeuse.

Caractéristiques de l'installation:

Charge maximale	: 1000 ml
Charge minimale	: 150 ml
Nombre de plateaux théoriques	: 120
Ebullition maximale	: 750 ml/h
Domaine de température opératoire	: plus de 200° C
Domaine pression opératoire	: de 5 mm Hg à 760 mm Hg
Retention liquide	: 36 à 54 ml
Voltage	: 220 V, 50 hz, 2 kw
Garnissage	: mèches de fil d'acier inoxydable sous forme d'anneaux
Hauteur garnie	: 1.200 mm
Hauteur de l'installation	: 2,25 m
Diamètre intérieur	: 15 mm
Domaine de Reflux	: de 3/5 à 180/0,5

.../...

c) Appareil de distillation fractionnée à haute efficacité pour les opérations de laboratoire et plans pilotes. [Fig 1-3 c]  
(Réalisé par Jena Glass Duran).

Cet appareil peut servir aussi bien pour les recherches au laboratoire que pour les plans pilotes.

Il est élaboré pour:

- \* Distiller les solvants et pour une large gamme en pétrochimie
- \* préparer des solvants absolus
- \* distiller les huiles essentielles et aromatiques.

Charge maximale	: 6.000 ml
Charge minimale	: 500 ml
Nombre de plateaux théoriques	: 80
Bouillonnement maximal	: 4.500 ml/ h
Fourchette de températures opératoires	: plus de 200° C
Fourchette de pressions opératoires	: de 5 mm Hg à 760 mm Hg
Retention liquide	: 70 à 80 ml
Voltage	: 220 V , 50 hz , 2,8 kw
Hauteur garnie	: 1.000 mm
Garnissage	: fil d'acier inoxydable sous forme d'anneau
Hauteur totale	: 2.250 mm
Diamètre Intérieur	: 30 mm
Gamme de Reflux	: 3/5 à 180/0,5

d) Appareil de fractionnement pour plans pilotes avec 3 systèmes de colonnes interchangeables [Fig 1-3 d]

( Réalisé par Pilot Plant, Engineering & Equipment G mb H) [3!r]

C'est un appareil entièrement en verre, utilisable pour plans pilotes et même pour le fractionnement en continu selon les composantes du système

Il est muni de 3 systèmes de colonnes garnies de 1 mètre d'anneaux de fil en acier inoxydable.

Les différentes parties sont reliées par 2 joints qui servent aussi pour l'alimentation, l'échantillonnage et pour la prise de température.

Les tronçons garnis et les joints sont recouverts de matière adéquate pour l'isolation thermique.

Les applications sont vastes, depuis les problèmes de recherche et de développement du fractionnement jusqu'aux synthèses des produits pharmaceutiques. La reproductibilité est assez bonne.

Hauteur totale de l'installation : 6 mètres

Diamètre intérieur de la colonne : 80 millimètres.

## I.2. COLONNES A PAROI MOUILLEE.

Ces colonnes ont connu d'assez-bons succès dans le domaine de l'absorption où elles ont fait l'objet de pas mal de travaux d'investigation. En général, les études portent sur le transfert de matière pour lequel les coefficients sont aisés à déterminer. En distillation le pouvoir de séparation d'un tel type de colonne est intéressant mais nécessite des HEPT assez élevées. Comme en absorption, les colonnes de rectification à film tombant sont d'importance notoire pour l'étude du transfert simultané de matière et de chaleur.

### I.2-1 Avantages et Inconvénients.

Dans ces colonnes la surface de contact gaz-liquide est facilement accessible (c'est la surface interne de la colonne).

Elles sont assez simples à construire.

Dans certains cas le produit est chauffé pendant une courte période sur les parois ce qui offre le double avantage d'élever le taux de vaporisation ou de séparer aisément les liquides thermosensibles.

L'efficacité des transferts est bonne.

En effet, l'ouverture de la sonde au niveau de la paroi interne  
est garnie de coton de verre, ce qui assure la continuité de celle-ci.

Les inconvénients proviennent du fait que le liquide ruisselant sur les parois ne couvre pas toute la surface; ceci est d'autant plus remarquable lorsque le liquide est relativement visqueux et épais.

L'utilisation d'un agitateur coaxial permet de répandre uniformément le liquide sur la paroi sous forme de film mince (exemple: les évaporateurs).

#### I. 2-2 Description d'une colonne à film tombant [Fig] 1-2-2

C'est une colonne de rectification à paroi mouillée qui a servi à étudier les transferts simultanés de chaleur et de matière au département du génie chimique et nucléaire de l'université de Californie [17]. Ce travail a été fait à reflux total. Les caractéristiques de la colonne sont les suivantes:

Diamètre intérieur	: 2,21 cm
Hauteur efficace	: 100 cm

Matériau de construction: acier inoxydable.

Elle est aménagée de façon à permettre l'échantillonnage (Sampling) et la prise de température du film liquide à des points distants de 15cm. Elle est alors marquée de 7 barres devant lesquelles figurent T/S suivi d'un numéro (le T est mis pour température et le S est mis pour "Sampling"). Au dessus du bouilleur vient une section atténuante (calming section) de 35 cm de longueur où la vapeur est collectée et uniformément envoyée dans la zone de rectification.

Le reflux venant du **condenseur** est collecté en tête de colonne pour être uniformément réparti sur la paroi à l'aide d'un distributeur.

Un dispositif d'isolement thermique sert à envelopper la colonne et la section atténuante. La perte calorifique maximale enregistrée est de 3,26%.

L'installation est bien entendu dotée du matériel de contrôle automatique nécessaire.

Pour les prises d'essai des sondes sont encastrées dans la colonne et ceci de manière à ne pas **perturber** l'écoulement.

En effet l'ouverture de la sonde au niveau de la paroi interne est garnie de coton de verre, ce qui assure la continuité de celle-ci. . . . .

.../...

Conclusion - Tableau comparatif 1.

Dimensions (inch)		2	1,5	1	3/4	1/2	1/4
Céramique ou Porcelaine	Anneaux Raschig	M 6.000	15.000	48.000	100.000	370.000	3.000.000
		a 95	130	200	240	370	800
	Anneaux Pall	M 6.000		50.000			
		a 125		220			
	Selles de Berl	M 8.800	22.000	80.000	195.000	620.000	4.600.000
		a 110	150	250	300	480	1.000
	Selles Intalox	M 8.800	23.000	85.000	210.000	630.000	
		a 110	160	250	300	480	
Acier	Anneaux Raschig	M 6.000	15.000	48.000	100.000	370.000	3.000.000
		a 100	140	210	270	400	800
	Anneaux Pall	N 6.000		50.000			
		a 105		240			
	Selles Berl	N					
		a					
	Selles Intalox	N					
		a					

N = nombre d'éléments par m<sup>3</sup>  
a = surface spécifique (m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>).

Ce tableau comparatif des divers garnissages n'est pas complet car bien de caractéristiques n'y figurent pas mais il nous permet de comparer les éléments de remplissage entre eux pour leur rôle sur la qualité de séparation

.../...

Les anneaux Pall sont de structure très compliquée et ceci leur confère une performance supérieure à celles de Raschig et Lessing dont la cloison supplémentaire n'a pas grand effet sur l'efficacité.

Nous remarquons bien qu'à dimension, épaisseur de paroi et type de matériau égaux les garnissages se classent par l'ordre croissant de surface spécifique (surface théorique de contact Liquide-Gaz) suivant: Raschig, Lessing, Pall, Selles Berl, Selles Intalox. Les selles sont de haute efficacité par rapport aux autres types de garnissages en vrac par leur facilité d'être mouillées, ce qui réduit énormément la tendance à la formation de chemin préférentiel.

Tableau comparatif 2.

G A R N I S S A G E						
T Y P E	D I M E N S I O N		E p a i s s e u r de paroi (mm)	F r a c t i o n de vide (%)		
	(in)	(mm)				
Anneaux Raschig en Céramique	3 2 1 1/2	76 51 25 13	9,5 6,5 3 2,5	75 75 73 64	0,74 1 2,2 10	0,031 0,03 0,045 0,1
Anneaux Raschig en Acier	2 1,5 1	51 38 25	1,2 0,9 0,7	94 94 93	0,95 1,2 1,7	0,03 0,04 0,043
Anneaux Pall en Céramique	2 1	51 25	5 3	78 73	0,55 1,45	0,025 0,033
Anneaux Pall en Acier	2 1,375 1	51 35 25	1 0,8 0,6	95 95 94	0,25 0,4 0,6	0,025 0,033 0,03
Selles de Berl	1,5 1 1/2	38 25 13		75 70 65	0,6 1,5 5	0,03 0,035 0,04
Selles Intalox	1,5 1 3/4 1/2	38 25 19 13		74 75 73 73	0,55 1,7 2 4/3	0,03 0,033 0,035 0,04

Ce tableau nous permet de calculer les pertes de charge le long du garnissage grâce à la formule empirique suivante:

$$\Delta P = \alpha \cdot 10^{\beta L} \cdot \frac{G^2}{\gamma G}$$

.../...

L : Débit liquide par unité de section droite de Colonne  
G : Débit de la vapeur par unité de section droite de Colonne  
 $\rho_g$  : Masse volumique du gaz.

Ceci nous permet de classer les garnissages par ordre croissante de perte de charge: Selles Intalox, Selles de Berl, Anneaux Pall et autres.

Nous ajoutons que les garnissages en acier sont beaucoup plus intéressants que leurs homologues en céramique ou porcelaine. En outre, l'engorgement est un alibi puissant qui sélectionne les selles parmi les différents types de garnissage en vrac.

Pour les colonnes à remplissages dont il était question plus haut, deux d'entre elles semblent nous intéresser:

- L'appareil de distillation fractionnée à haute efficacité pour les petites quantités. Son pouvoir séparateur ( $\Delta t^\circ \ll 1^\circ\text{C}$ ) est assez bon car il offrira d'énormes possibilités de recherche; on peut travailler en continu avec une large gamme de reflux; enfin pour sa taille qui est de l'ordre de 2,25 mètres.

- L'appareil de fractionnement pour Plans pilotes avec 3 systèmes de colonnes Interchangeables pour la possibilité d'opérer en continu, de varier la position de l'alimentation. Le taux de reflux a aussi une bonne marge de variation et cet appareil peut faire l'objet de l'étude de l'influence des colonnes à tronçons garnis sur l'écoulement des fluides en leur sein. Enfin à toutes ces qualités vient s'ajouter le prélèvement d'échantillon avec mesure de température à certains points ce qui facilite les études de transferts de matière et de chaleur simultanés.

Quant à la colonne à paroi mouillée, unique et excellent exemple du genre dont nous disposons, elle offre de bonnes possibilités d'études: transfert de chaleur, de matière, hydrodynamique et autres.

Ces réalisations mettent à notre disposition des enseignements utiles mais ne répondent pas exactement à nos aspirations.

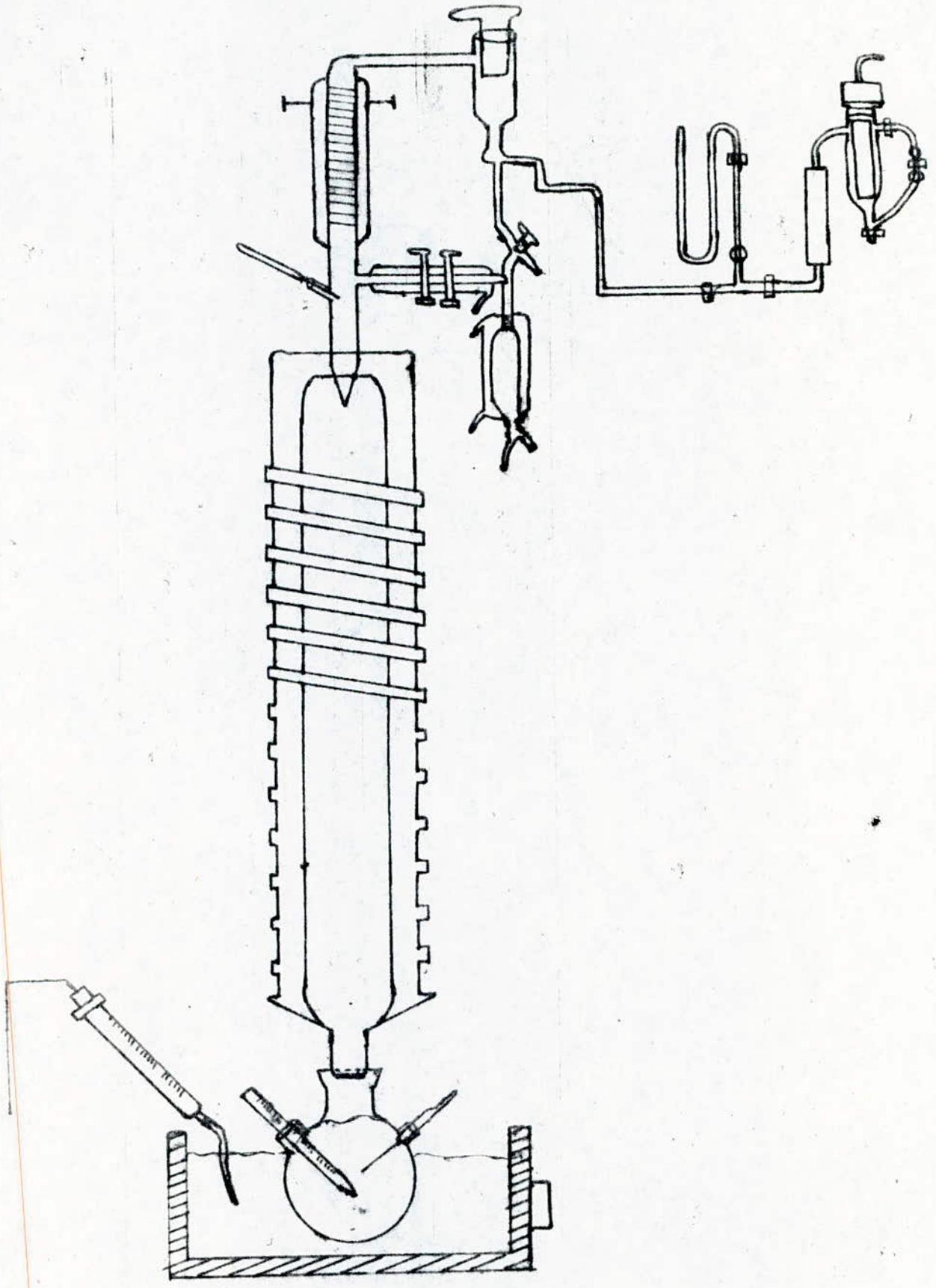


Fig: I-1-3-a Appareil de Distillation Fractionnée  
fonctionnant à haute Température.

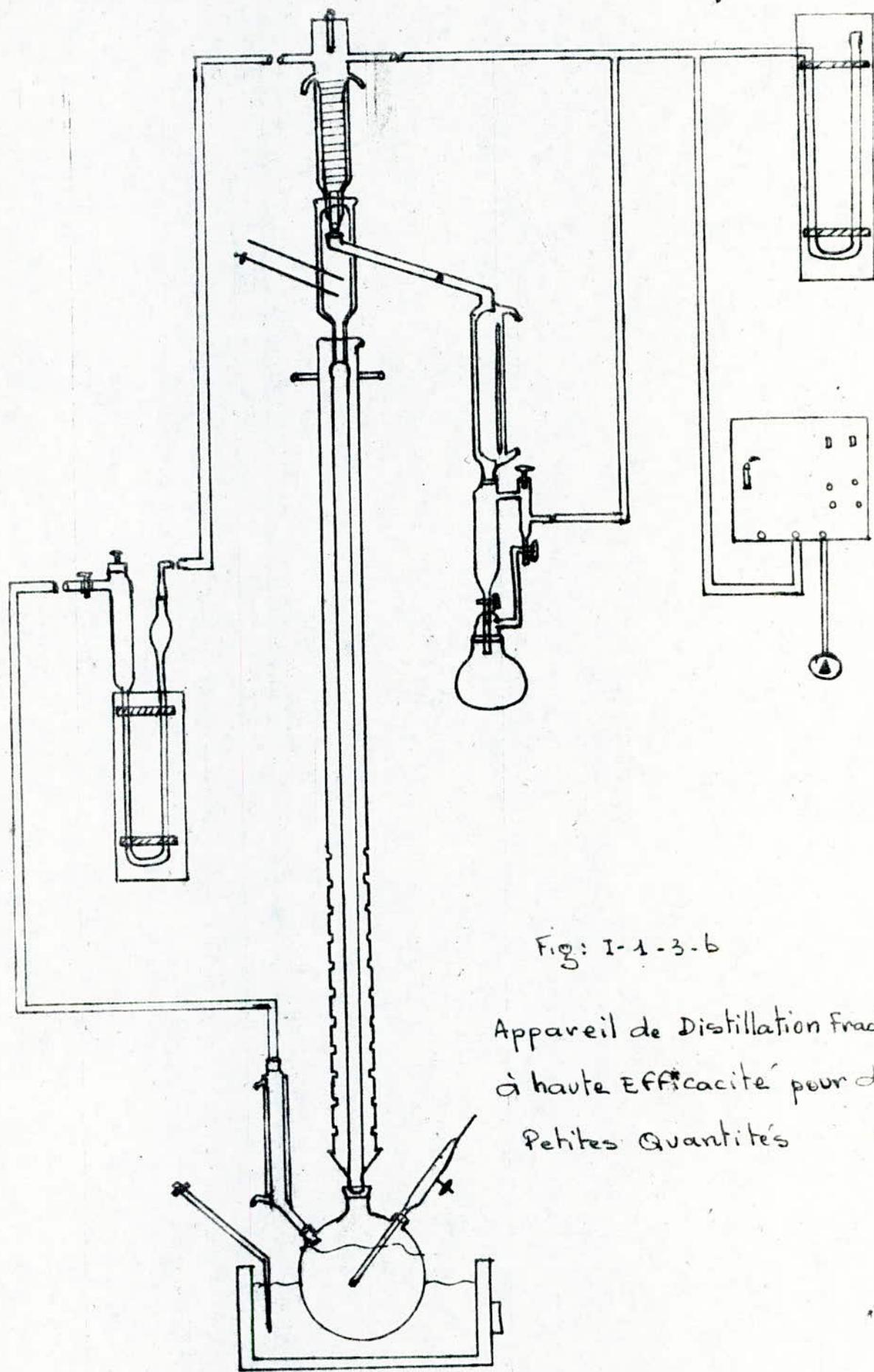


Fig: I-1-3-b

Appareil de Distillation Fractionnée  
à haute Efficacité pour de  
Petites Quantités

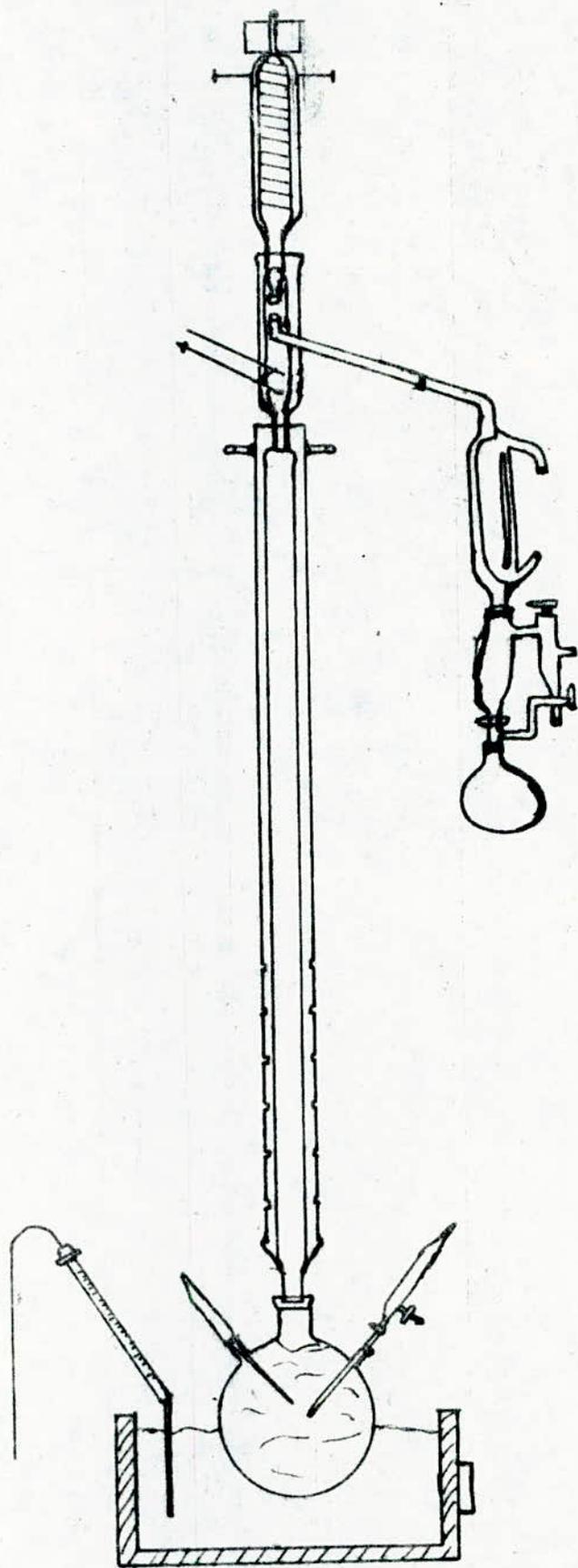


Fig: I-1-3-c Appareil de Distillation Fractionnée à haute  
Efficacité Pour Les Opérations de Laboratoire et Plans Pilotes

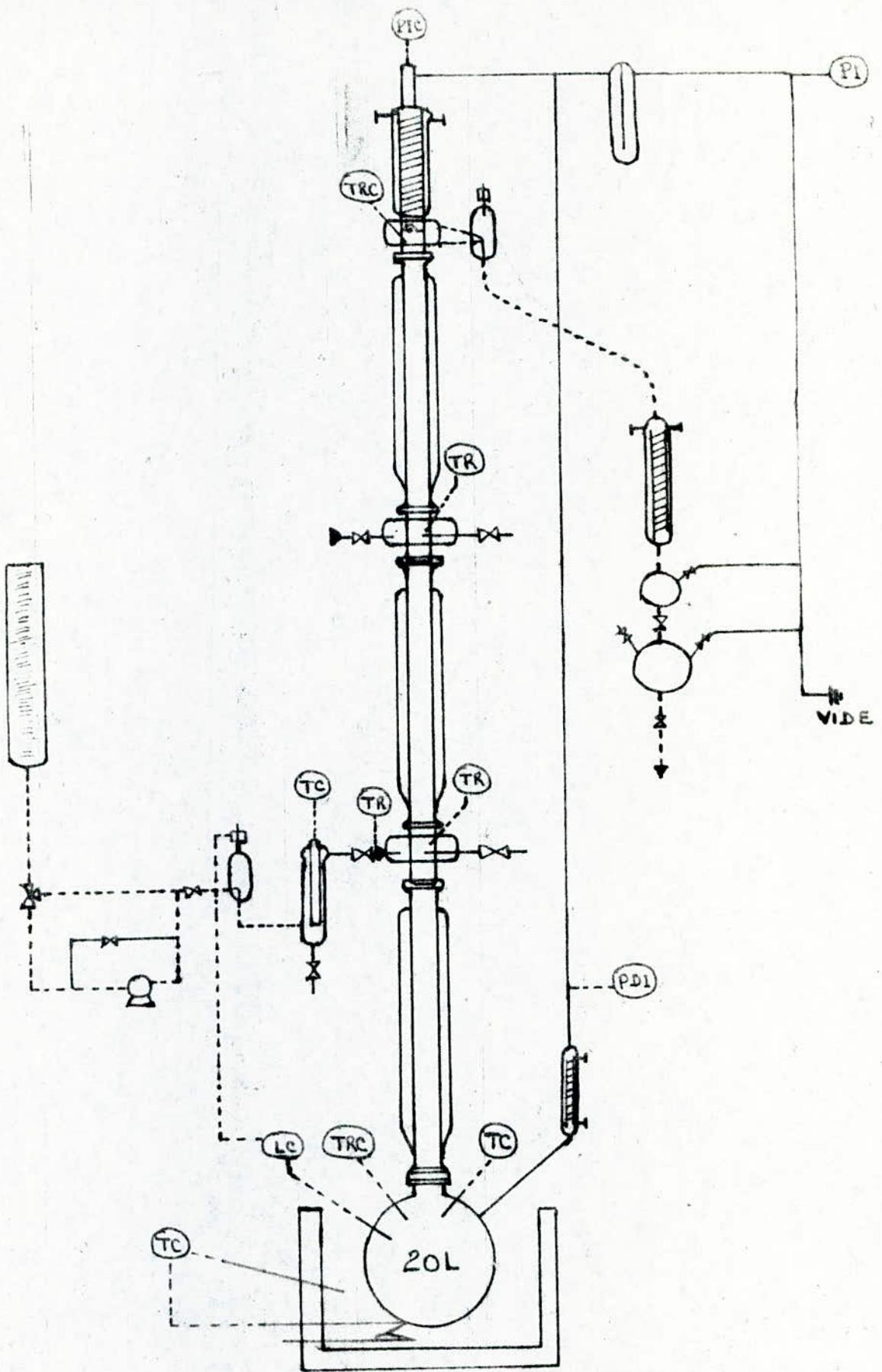


Fig: I-1-3-d Appareil de Fractionnement pour Plans Pilotes  
Avec 3 systèmes de Colonnes Interchangeables.

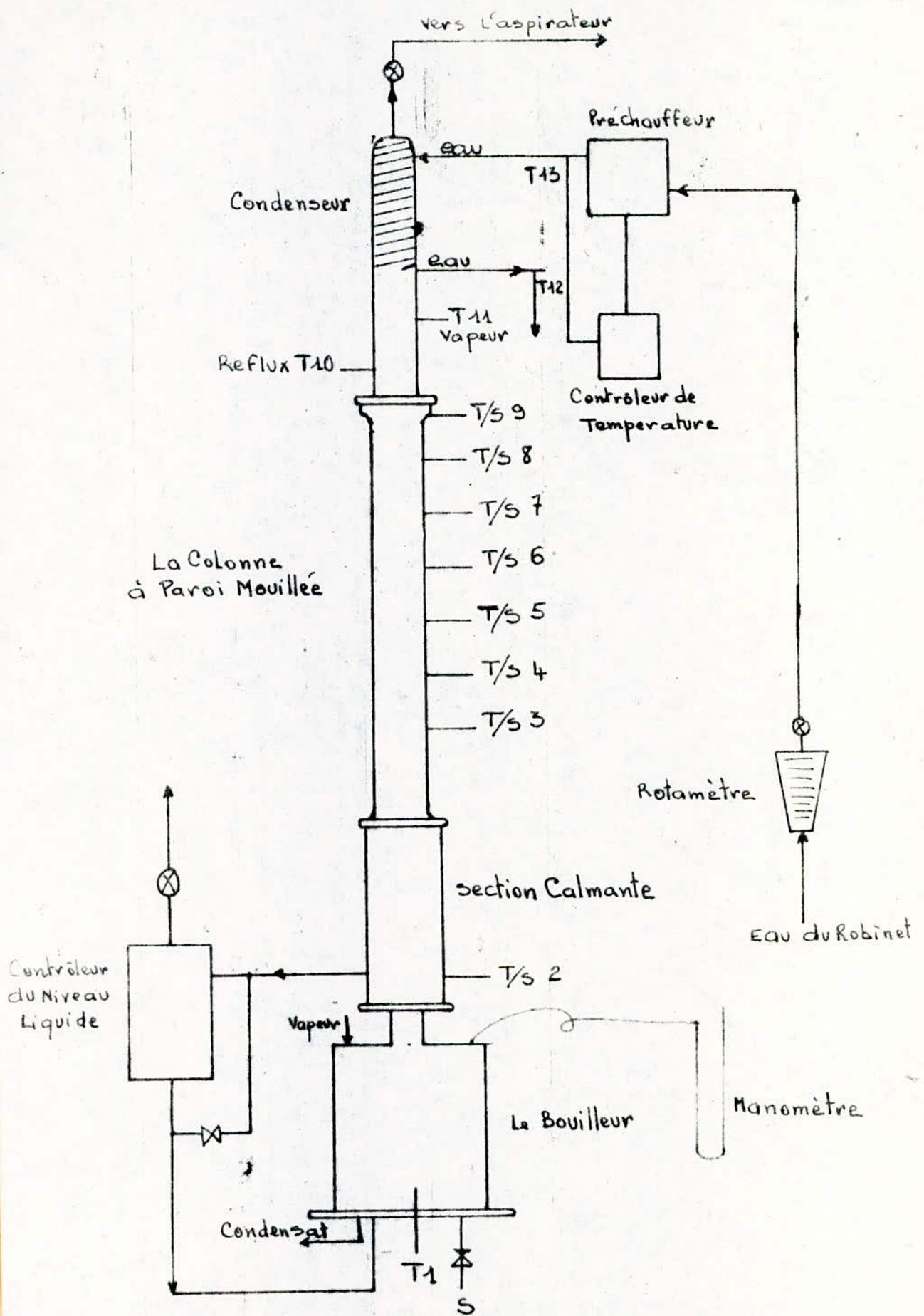


Fig: 1-2-2 Colonne à film Tombant

C H A P I T R E   I I

-----

RECHERCHES SCIENTIFIQUES ACTUELLES DANS LE DOMAINE DE LA  
RECTIFICATION.

II.0 INTRODUCTION.

La rectification est l'une des méthodes de séparation à l'ordre du jour dans les milieux industriels chimiques. Elle est largement utilisée par les industries pétrochimiques qui offrent un éventail de produits aussi bien en amont qu'en aval. Vue l'importance d'une telle opération, les chercheurs n'ont cessé de mener leurs investigations de façon à donner à l'investissement le maximum d'efficacité. Des symposiums de ces cinq dernières années il ressort des progrès dans les domaines suivants: les matériaux d'équipement pour la distillation, les équilibres liquide-vapeur, les phénomènes physiques qui naissent lors de la distillation; la régulation automatique; les procédés de distillation et l'économie de l'énergie.

II.1. AMELIORATION DES PERFORMANCES DES EQUIPEMENTS POUR LA DISTILLATION.

L'avantage des selles Intalox en métal, leur utilisation permet la réduction des dépenses car la colonne est de taille beaucoup plus réduite et les pertes de charge plus faibles [57]. Les anneaux Pall et les garnissages en toile à structure bien ordonnée sont à l'ordre du jour. Des études effectuées par le centre de recherche Koch Engineering [97] ont montré que les garnissages en toile métallique du type Koch-Sulzer (fig. ) réalisent de bonnes efficacités de transfert de matière pour une HEPT 3 à 4 fois plus petite que celle des garnissages en vrac.

II.2 EQUILIBRE LIQUIDE-VAPEUR.

Diverses prédictions, correlations et données ont été établies. Les produits généralement utilisés sont: Eau; ethanol, acetone, benzène, xylènes (m. et p.) toluène, tétrachlorure de carbone, Methanol, propanol, acide formique, heptane, trichloroethylène, perchlorethylène, hexane, octane, Pentane, isopentane.

.../...

cyclohexane, isopropanol, chloroforme butanol, dichloroethane. Ces divers produits regroupés sous forme binaire ou complexe ont servi à l'étude des paramètres qui influent sur le mouillage des colonnes, des plateaux et des garnissages, l'effet de moussage (foaming tendency) et bien d'autres phénomènes.

## II.3 LES PHENOMENES PHYSIQUES.

### II.3.1. Dynamique des fluides.

Les pertes de charge et les retentions de liquide (hold-up) comment les réduire? Comment éviter le phénomène d'engagement? Par quel moyen procéder pour obtenir d'une phase liquide un écoulement sous forme de film très mince? Autant de questions, autant de réponses obtenues par les milieux industriels de la chimie. Des résultats expérimentaux concernant le degré de mélangeage déversoirs et leur influence sur l'efficacité du plateau avec un temps de séjour de la phase liquide non uniforme sont obtenus par Weiler, Kirkpatrick et Lockett [6]. Certains travaux ont porté sur l'étude du comportement des particules en suspension au cours de la distillation; il s'agit précisément de la distillation atmosphérique du mélange chlorure de méthylène - acétone renfermant des particules en suspension de polycarbonate à bas poids moléculaire. G. Bonhomme, L. Chevalier et G. Cunin [13] ont réfléchi sur l'effet de la mouillabilité des garnissages sur les pertes de charge et les conditions d'engorgement. Des recherches ont montré également l'effet mouillant de l'alcool N décyclique sur les garnissages et l'effet contraire des silicones. Dans les systèmes dont le composant le plus volatil possède la plus grande tension superficielle (les systèmes négatifs) l'agent mouillant augmente de 30% l'efficacité de la rectification.

### II.3 - 2 Transferts de matière et chaleur.

Au département du génie Nucléaire et chimique de l'université de Californie (USA), Mahmoud M. Dribika et Orville; C. Sandall [17] se sont préoccupés du transfert simultané de chaleur et matière dans une colonne à film tombant lors de la distillation du ternaire Benzène-toluène - ethylbenzène. Ils ont remarqué que la totalité de la phase liquide était saturée, ce qui indique l'absence de résistance de transfert de matière dans cette phase.

Dans un autre centre de recherche, un modèle à double échange basé sur la représentation des processus simultanés de vaporisation et de condensation a été proposé pour améliorer les transferts.

L'exposé d'un procédé de calcul de limite des domaines de rectification des systèmes ternaires en continu a été fait [43]; en considérant les équations différentielles qui définissent la distribution des concentrations des composants suivant la hauteur dans l'appareil on a montré que la position des domaines de séparation de la rectification continue dépend du rapport des coefficients partiels de transfert de matière. Dans une publication [23] nous sommes informés de la manière de déterminer les coefficients de transfert de matière au moyen d'une colonne de laboratoire, à partir des profils de température et de composition des deux phases. Les auteurs en ont déduit l'influence des débits et de la géométrie du garnissage. Ces données introduites dans le modèle de la colonne permettent de juger de son adéquation.

II.3 - 3 Efficacité de séparation pour divers types de mélanges.

#### II.4 REGULATION AUTOMATIQUE.

D'énormes progrès sont enregistrés dans ce domaine.

#### II.5. DIVERS PROCEDES DE DISTILLATION.

Les distillations extractive, sous vide, avec réaction chimique, ont été largement traitées. Des règles concernant l'étendue principale de la zone de réaction dans les processus de réaction-rectification combinée continue ont été publiées [40]; les exemples traités sont: butanolyse de l'acétate de méthyle; méthanolyse de l'acétate de butyle. J.L. Chevalier et G. Bonhomme [13] ont étudié expérimentalement la distillation extractive à pression atmosphérique du ternaire Eau-acide chlorhydrique-acide sulfurique dans une colonne garnie d'anneaux Raschig en polymère fluoré.

#### II.6 ECONOMIE DE L'ENERGIE.

Ce thème a été traité de long en large dans la plupart des revues: [27]. A partir du contrôle du facteur de séparation les compositions de tête et de queue sont maintenues simultanément à leurs valeurs optimales d'où minimisation de la consommation d'énergie. Mrs. Stephenson et Anderson [7] nous montrent comment une simple analyse basée sur l'énergie minimale de séparation peut permettre de localiser les endroits de grande efficacité. Ainsi on peut savoir les modifications qui sont économiques.

Par ailleurs, nous apprenons dans un autre ouvrage que la recompression des vapeurs de tête pour son utilisation au chauffage du bouilleur d'une colonne à distiller est l'une des techniques les plus performantes pour économiser l'énergie. Afin de rentabiliser au mieux la substitution de l'énergie électrique à l'énergie fossile, les auteurs ont repensé complètement la conception des colonnes elles-mêmes (pression de fonctionnement, structure interne, technologie du bouilleur) et ont proposé une démarche à suivre pour concevoir une nouvelle unité de distillation économe en énergie et en coût d'investissement et d'exploitation. Enfin, pour ne citer que ces avancées dans le domaine de la distillation, nous ajoutons, selon une publication / 22 / que par optimisation complexe on obtient aussi un chemin optimal de rectification.

#### II.7. Conclusion.

La distillation / Rectification est alors un domaine très vaste d'intérêt particulièrement remarquable pour les diverses utilisations dont elle est sujette en Industrie chimique, parachimique et pétrochimique.

C H A P I T R E    I I I

-----

MODELE D'APPAREILLAGE CHOISI

Introduction.

"Installation Laboratoire de rectification" comme le stipule le titre du sujet, nous devons assembler les éléments nécessaires pour obtenir une colonne à dimension réduite. Ceci est aussi un atout pour attendre de cet engin des résultats expérimentaux très proches de la théorie.

25 mm est le diamètre que nous nous sommes imposé avec une hauteur efficace comprise entre 1.000 et 2.000 mm.

III.1. LES DIFFERENTES PARTIES ET MATERIAUX DE REALISATION.

III. 1-1 Les garnissages.

Des deux familles de garnissage citées plus haut, nous retiendrons les selles Intalox (garnissage en vrac) et les treillages métalliques (garnissage à éléments occupant toute la section de la colonne suivant une structure géométrique donnée) du type Koch Sulzer [9] ou stedman éventuellement. Ces catégories d'éléments nous seront très utiles pour leurs performances :

- faibles pertes de charge
- forte capacité
- H.E.P.T. réduite
- Installation à taille réduite.

Notre préférence serait de les avoir en acier inoxydable pour l'obtention d'une bonne efficacité.

Mais la taille de notre colonne est aussi une contrainte puisque les selles intalox de dimensions réduites (inférieures à 20mm) existent dans la littérature en céramique, s'agissant des toiles métalliques du type Koch Sulzer, la plus petite taille trouvée dans les ouvrages est de 25mm. Compte tenu de la documentation qui est à notre portée et compte tenu également du fait que les anneaux Raschig ont servi dans maintes recherches à l'étude des tours à garnissage, ils feront l'objet de notre choix. Il serait tout de même très intéressant d'équiper l'appareillage de garnissages de diverses formes (dimensions inférieures à 1/8 di) pour études comparées d'efficacité.

.../...

### III. 1-2 La Colonne.

La colonne sera faite d'acier inoxydable, il est vrai que des colonnes de ce genre ont été réalisées entièrement en verre, mais notre choix est orienté par les motifs suivants:

- Rugosité de l'acier inoxydable voisine de celle du verre
- Il confère une résistance assez bonne à l'Installation
- Facilités pour surcharger la paroi externe de la colonne (échantillonnage, thermocouples.....)

### III. 1-3 Le Condenseur.

C'est un échangeur de chaleur qui permet la condensation totale de l'effluent vapeur en tête de colonne soit à l'aide d'un produit froid, soit à l'aide d'un fluide auxiliaire (eau, air, saumure..). Nous utiliserons l'eau de ville comme fluide auxiliaire.

Il s'agira d'un condenseur vertical muni d'un serpentín pour véhiculer le fluide de réfrigération.

### III. 1-4 Le Rebouilleur.

Il s'agit d'un cylindre horizontal de capacité allant de 3l à 10l à la partie inférieure duquel seront fixés un certain nombre de thermoplongeurs en acier inoxydable (ceci exclu alors la possibilité pour l'installation de séparer les mélanges très corrosifs) pour l'apport de calories nécessaires à la vaporisation de la charge. Le rebouilleur entièrement en acier est monté de façon à pouvoir être nettoyé régulièrement. Il sera aussi muni d'un système de contrôle et de régulation de chauffage.

### III. 1-5 Le Regulateur du Taux de Reflux.

Le reflux sera réglé par un dispositif comportant un solénoïde (fil métallique enroulé en hélice sur un cylindre et qui parcouru par un courant électrique crée un champ magnétique comparable à celui d'un aimant) dont la bobine alimentée en courant alternatif sera commandée par un Timer (dispositif électronique de commande automatique).

### III. 1-6 Les Distributeurs en Tête de Colonne.

C'est des récipients de formes variables selon le type de colonne qui sont destinés à répartir uniformément le liquide contrôlé par le reflux pour assurer aux deux phases en présence un contact uniforme et permanent. La bonne conception de ces éléments est importante pour une rectification efficace et aussi pour réduire les écarts théorie-pratique; car les hypothèses de calculs sont souvent axées sur le cas de la distribution parfaite du liquide en tête de colonne.

#### a) Le film liquide descendant.

Dans ce cas il nous faut concevoir un réservoir muni d'un déversoir lui permettant de mouiller la paroi de la tour sous forme de film très mince en vue d'éviter les effets indésirables de la capillarité et de la cavitation. Pour ce faire, nous tiendrons compte de la longueur morte de la colonne le long de laquelle l'écoulement du liquide est varié.

#### b) Arrosage du garnissage.

La conception de ce type de distributeur revêt un caractère beaucoup plus complexe que le précédent.

Il faut pouvoir arroser tous les éléments du garnissage de la même façon. Or ceci n'est que théorique. En réalité, le fluide s'écoule suivant des chemins préférentiels et l'idéal n'est pas réalisé. Pour la plus part des installations, ces distributeurs sont de petites cuvettes percées de petits trous ( pour déverser le liquide) entre lesquels sont intercalés par endroits des cheminées pour véhiculer les vapeurs ascendantes.

Concernant les colonnes industrielles de diamètre supérieur à 80mm, A. Paris recommande d'espacer les petits déversoirs d'arrosage d'une distance inférieure ou égale à la dimension du garnissage, de les placer en quinconce et d'utiliser un garnissage de dimension  $1/8$  le diamètre de la colonne. Quant à notre colonne de petite taille nous dimensionnerons le distributeur en tenant compte du schéma de A.Paris lequel nous modifierons en prévention des phénomènes capillaires. Si la hauteur à garnir dépasse un mètre, nous allons prévoir 2 tronçons garnis entre lesquels nous intercalerons un redistributeur conique.

### Les Prises d'Echantillon.

Pour nous il s'agit de réaliser une installation réservée exclusivement aux expériences. Elle doit alors comporter des dispositifs de prélèvement de liquide ou de vapeur dans la mesure où ceci ne perturbe pas l'évolution du procédé. Pour la colonne garnie, les prélèvements se feront en tête de colonne, au niveau de la redistribution, au fond de la colonne et éventuellement au bouilleur. Pour la colonne à paroi mouillée, en plus de ces points de prélèvement (redistributeur non compris) sur toute la colonne nous aménagerons dans la mesure du possible un minimum de 6 autres points régulièrement espacés où on peut faire des prélèvements à l'aide de seringues. A tous les endroits de prélèvements nous pourrons faire des prises de température (vapeur et Liquide) à l'aide de thermocouples.

### III. 1-7 Isoletion - Thermique.

Pour conférer tout au moins à la tour le caractère adiabatique, nous la mettrons dans un cylindre métallique chauffé à l'aide de résistances commandées automatiquement pour apporter à la tour la quantité de chaleur perdue au fur et à mesure qu'évolue le système.

### III. 1-8 Section, Calmantes.

C'est des sections aménagées dans les zones terminales de la colonne tout juste pour permettre à la vapeur ascendante ou au liquide descendant d'atteindre la vitesse opératoire. Pour notre part nous allons prévoir une seule section calmante pour ramener les vapeurs provenant du bouilleur à une vitesse voisine de la vitesse opératoire. Ceci redonne à l'écoulement son caractère permanent et uniforme en évitant les fluctuations aux extrémités de la colonne.

.../...

III.2 REPRESENTATION ESQUISSEE DE L'INSTALLATION (voir figures III. 2-1 et III. 2-2.

III.3 Fonctionnement de l'installation: (Précautions - tentative d'analyse).

Il ne s'agit pas pour nous de concevoir 2 installations de rectification comme les schémas précédents pourraient le laisser pressentir mais de penser une colonne à usage double, ceci pour des raisons économiques. C'est alors pour cela que des éléments seront utilisés pour les 2 types de colonnes (le condenseur, le bouilleur, le régulateur de reflux, la section calmante, les tronçons de la colonne, les dispositifs pour récupération du distillat et pour distillation continue éventuelle).

Les différents éléments seront reliés entre eux par des brides et l'étanchéité assurée par des joints. S'agissant du fonctionnement proprement dit de notre tour de distillation, nous dirons ceci: La toute première des choses à faire est de mettre en marche l'eau de recirculation du condenseur ensuite remplir le bouilleur par la vanne du bas à l'aide d'une pompe ou bien par l'ouverture principale. L'étanchéité de l'installation est vérifiée à l'aide de fil à plomb (verticalité) ou autre dispositif. Le système de chauffage est mis en marche en tenant compte de la vitesse d'engorgement du système. A la température de bulle qu'on peut d'ailleurs suivre soit à l'aide d'un thermomètre ou d'un thermocouple, nous visualiserons la vapeur montante à travers la partie en verre de la section calmante. Dès la sortie de la zone calmante, la vapeur entre dans la zone efficace avec une vitesse uniforme. Arrivée en tête de colonne, cette vapeur monte dans le condenseur. Retenons bien que l'ascension de la vapeur du bouilleur au condenseur est due à la force motrice créée par la différence de pression entre la tête (condenseur) et le bouilleur. Après un temps de fonctionnement appelé temps de distillation, nous obtiendrons de la vapeur condensée ce qui sera bien visible à travers la partie de la tête de tour en verre.

A partir de cet instant, nous sommes en mesure de faire des prélèvements d'échantillon. Dès que la composition du liquide est constante, le régime établi est atteint on dit alors que la colonne est étalonnée, elle est apte à servir. L'étalonnage de la colonne a alors lieu à reflux total; de toutes les façons pour engendrer la rectification on procède avec un taux de reflux donné non nul.

S'il s'agit de la colonne à Paroi mouillée, nous avons le contact liquide (reflux)-vapeur réalisé à contre courant de la façon suivante: Le liquide descend uniformément le long de la paroi et la vapeur monte du bouilleur dans la colonne. En ce qui concerne la colonne garnie, le contact gaz-liquide est réalisé par les éléments de remplissages, lesquels améliorent la séparation en imposant au système un chemin tortueux. Dans les 2 cas, le gaz et le liquide sont en intime contact; ce qui leur assure l'état d'équilibre thermodynamique. Un tel léchage continu ne peut se faire sans sequelles; en effet la vapeur émise du bouilleur était au prime abord en équilibre avec le liquide qui l'a généré. Dans le cas de la rectification de binaire, le liquide comporte les 2 constituants et la vapeur de même mais avec des compositions différentes entre eux et d'une phase à l'autre. La vapeur, riche en le constituant le plus volatil va s'élever, dès qu'elle sera en contact avec la phase liquide descendante, les constituants les plus lourds (à haut point d'ébullition) vont être condensés et dissouts dans la phase liquide, au même moment les constituants légers présents dans cette phase liquide se vaporisent et passent dans la phase vapeur. Ce phénomène d'échange se répète de façon continue et dur autant que dur le contact; c'est bien le mécanisme de la rectification. Finalement nous obtenons, en tête de colonne un mélange très riche en le constituant le plus volatil et au bouilleur un mélange très riche en le plus lourd. La rectification est alors une série de redistillations élémentaires sans apport de chaleur additionnelle réalisées dans toute la colonne grâce à un dispositif approprié.

Le condensat et la vapeur qui sont mis en contact sont de compositions différentes. En effet le liquide est beaucoup plus riche en le constituant le plus volatil que la vapeur du fait de l'appauvrissement du bouilleur et il est beaucoup plus pauvre en le constituant le plus lourd que la vapeur. Le contact se solde alors par un transfert de chaleur de la phase vapeur vers la phase liquide accompagné par un transfert de matière de la phase liquide vers la phase vapeur (le constituant le plus volatil) et de la phase vapeur vers la phase liquide (le plus lourd). Cette diffusion évolue selon le temps de contact jusqu'à atteindre l'état d'équilibre où nous avons autant de molécules liquides transférées vers la phase vapeur que de molécules gazeuses transférées dans la phase liquide. (ce qui nous rappelle les plateaux théoriques).

CONCLUSION.

Dans toute procédure d'avant projet d'une installation de distillation, le choix des matériaux s'avère indispensable. Ceci est lié à la fois aux besoins, aux possibilités et aux buts recherchés par les réalisateurs.

Au delà de tout cela, cette étape permet de reposer le problème dans un contexte spécifique à sa réalisation tout en ouvrant les horizons sur diverses éventualités de solutions.

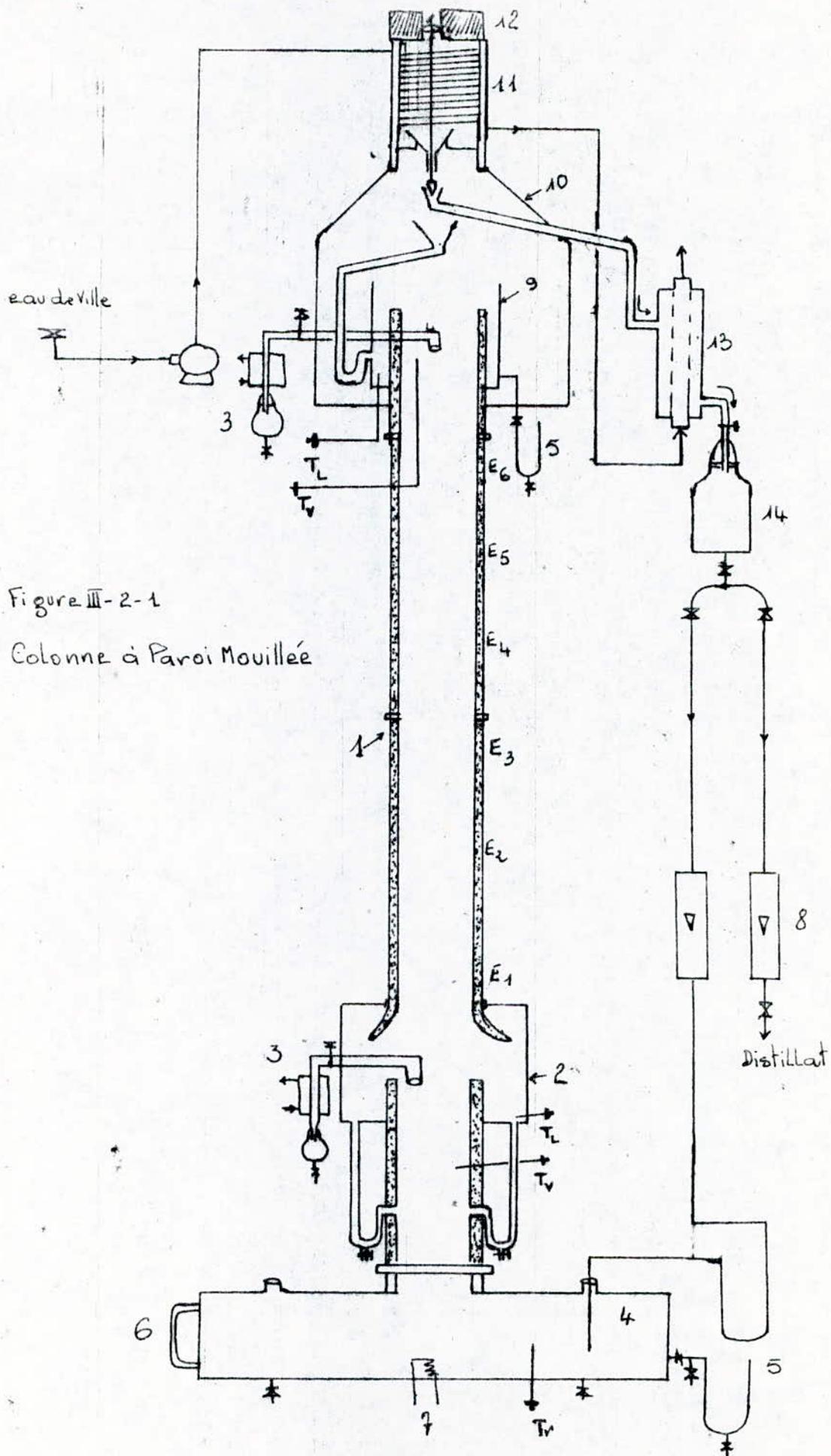


Figure III-2-1

Colonne à Paroi Mouillée

Eau de Ville

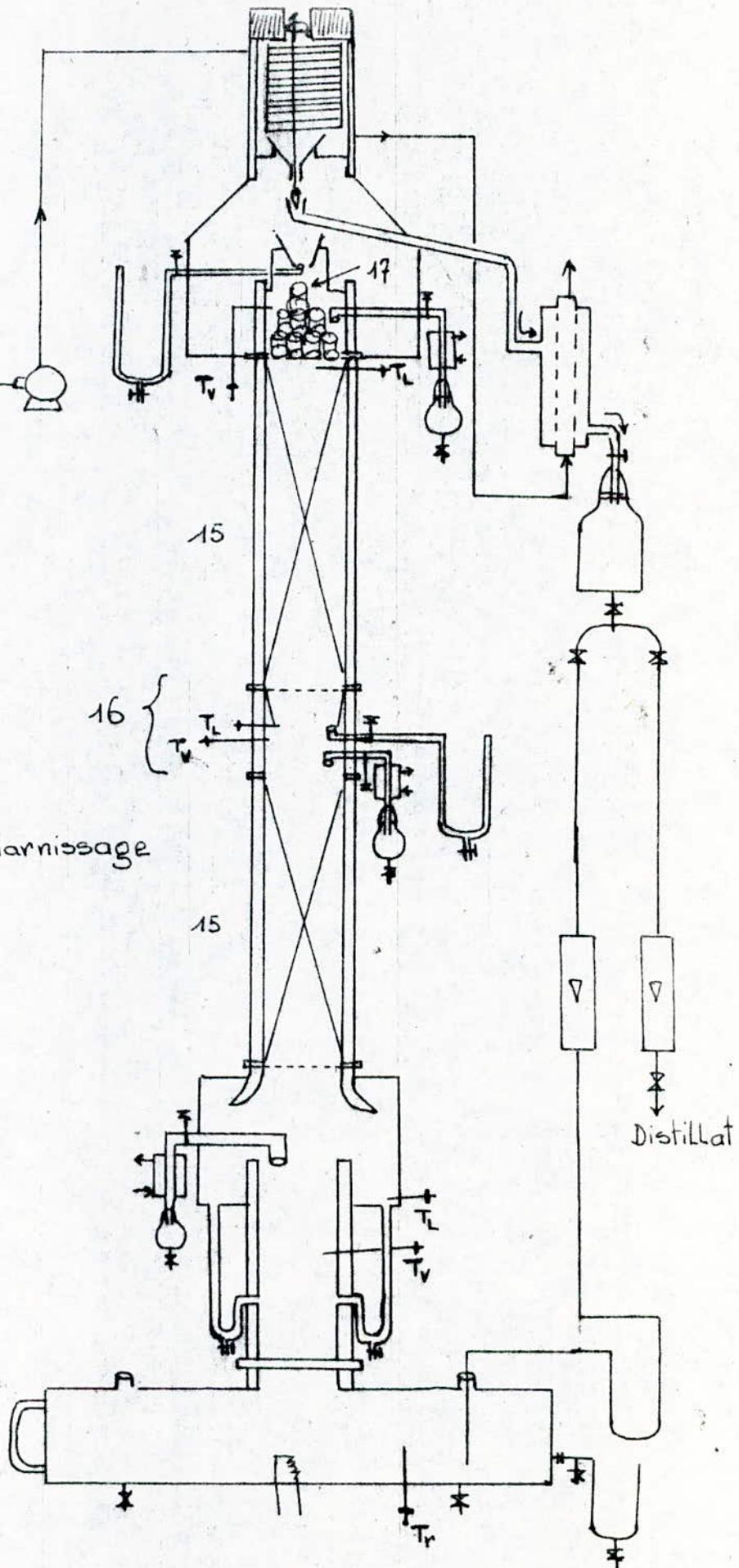


Figure III-2-2

Colonne à Garnissage

## Legendes

### • Figure III-2-1

- 1 - la Colonne
  - 2 - Section calmante vapeur avec  
echantillonnage liquide (faite en verre)
  - 3 - echantillonnage vapeur
  - 4 - bouilleur
  - 5 - echantillonnage liquide
  - 6 - viseur pour indiquer le niveau  
du liquide (en verre)
  - 7 - thermosplongeurs
  - 8 - Rotamètres
  - 9 - distributeur de tête
  - 10 - Couvrede en verre
  - 11 - Condenseur
  - 12 - Solénoïde
  - 13 - échangeur de chaleur  
additionnel pour refroidir  
le distillat
  - 14 - recipient pour recuperer le  
condensat.
- $T_v$  → thermocouple réglable  
 $T_v$  → thermocouple pour vapeur  
 $T_L$  → thermocouple pour liquide  
E → point d'échantillonnage  
liquide ou vapeur à l'aide  
de petites seringues.

### • Figure III-2-2

- 15 - tronçon garni
- 16 - section de redistribution  
du liquide équipé de thermo-  
couples et de tubes pour prises  
d'essai
- 17 - distributeur de tête  
fait d'anneaux Raschig de  
diamètre relativement grand  
et empilés en quinconce.

 EUXIEME  ARTIE

-----  
CALCULS DE L'APPAREILLAGE

## INTRODUCTION.

Selon le principe de la distillation, un mélange sera d'autant plus facile à séparer si par évaporation on crée des écarts importants entre les propriétés physiques (concentration, densité, indice de refraction...) des vapeurs et liquides en équilibre.

Pour donner à notre colonne un pouvoir séparateur commode, nous allons la concevoir à partir d'un mélange à séparation difficile. Nous avons élu le binaire tétrachlorure de carbone - benzène parmi les 39 qui figurent dans les tableaux des valeurs [39]. Ce binaire nous donne un écart ( $y - x$ ) très faible, de l'ordre de 2% au plus. Les résultats seront comparés à ceux obtenus à l'aide du Binaire Ethanol-Eau. Nous rechercherons le long de cette partie les possibilités pour divers types de colonnes d'obtenir un distillat à 70% (molaire) en partant d'une solution mère à 15%.

## CHAPITRE I ; COLONNE A FILM TOMBANT.

### I.1. Etudes hydrodynamiques.

L'écoulement des fluides revêt un caractère très déterminant dans le dimensionnement d'une colonne de distillation fractionnée.

A tous les stades de l'installation, nous avons des fluides qui se meuvent: la maîtrise des lois qui régissent leur écoulement fera la fiabilité du fonctionnement de l'appareil. Les correlations résumées sous forme d'abaques ou d'équations pour l'engorgement et le mouillage de la colonne seront suffisantes pour lever une telle indétermination.

#### I.1.1. Engorgement (flooding).

1) Système tétrachlorure de Carbone - Benzène.

a) Les conditions.

L'engorgement est un phénomène indésirable qui se manifeste par l'obstruction du passage à la phase liquide par la phase vapeur parce qu'elle a enregistré une importante perte de charge laquelle lui permet d'accélérer la rétention du liquide dans la colonne.

.../...

La vitesse maximale du gaz à l'engorgement nous est donnée par la relation semi-empirique de Diehl et Koppány [12].

$$U_f = F1 \cdot F2 \left( \frac{\sigma}{\gamma_v} \right)^{1/2} \quad (\text{l'indice } f \text{ est mis pour flooding})$$

variable pour  $d_i \leq 2$  inches

$U_f$  (en ft/sec): vitesse à l'engorgement

$\sigma$  (dyne/cm): tension superficielle du liquide

$$F1 = 1 \quad \text{si} \quad \frac{d_i}{\sigma/80} \geq 1$$

$$F1 = \left( \frac{d_i}{\sigma/80} \right)^{0,4} \quad \text{si} \quad \frac{d_i}{\sigma/80} < 1$$

$$F2 = \left( \frac{L}{G} \right)^{-0,25} \quad \frac{L}{G} \text{ est le rapport massique liquide-gaz}$$

$d_i$  (en inch): diamètre intérieur de la colonne

$\gamma_v$  (en lb/cuft): densité de la phase vapeur

\* Calculons  $\sigma$  (dyne/cm)

$$P_m = 207,1 \times 0,85 + 222 \times 0,15$$

$$P_m = 209,34$$

$$t = 80,15^\circ \text{ C} \quad t_b = 76,65^\circ \text{ C}$$

Les concentrations des divers constituants varient aussi bien dans la phase vapeur que dans la phase liquide

$$\bar{\gamma}_{Lm} = \frac{0,85 \bar{\gamma}_L(\text{Benzène}) + 0,15 \bar{\gamma}_L(\text{tétrachlorure}) + 0,7 \bar{\gamma}_L(\text{tétrachlorure}) + 0,3 \bar{\gamma}_L(\text{Benzène})}{2}$$

$$\bar{\gamma}_L(\text{benzène}) = \frac{\gamma_L(t_b) + \gamma_L(t_r)^2}{2}$$

$$\bar{\gamma}_{Lm} = \frac{1}{2} (0,85 \times 0,816 + 0,15 \times 1,479 + 0,70 \times 1,479 + 0,30 \times 0,816)$$

$$\bar{\gamma}_{Lm} = 1,097 \text{ g/cm}^3$$

.../...

$$M_m = \frac{(153,84 \times 0,15 + 78,11 \times 0,85) + (153,84 \times 0,7 + 0,3 \times 78,11)}{2}$$

$$M_m = 110g$$

$$\sigma = 19 \text{ dyne/cm}$$

$$\left(\frac{L}{G}\right)_{\text{masse}} = \left(\frac{L}{G}\right)_{\text{mole}} \times \frac{\text{Masse molaire moyenne du liquide}}{\text{Masse molaire moyenne de vapeur}}$$

pour  $x = 0,15$      $y^* = 0,175$      $\bar{\gamma}_v(\text{C}_6\text{H}_6)$  entre 80 et 76, 65°C est 2,62  
 "  $x = 0,70$      $y^* = 0,712$      $\bar{\gamma}_v(\text{CCl}_4)$  " " " 5,84

$$\bar{\gamma}_v = \frac{(0,175 \times 5,84 + (1 - 0,175) \times 2,62) + (0,712 \times 5,84 + (1 - 0,712) \times 2,62)}{2}$$

$$\bar{\gamma}_v = 4 \text{ Kg/m}^3$$

$M_v =$  masse molaire moyenne de la vapeur

$$M_v = \frac{0,175 \times 153,84 + (1 - 0,175) \times 78,11 + 0,712 \times 153,84 + (1 - 0,712) \times 78,11}{2}$$

$$M_v = 111,6 \text{ g}$$

$$\left(\frac{L}{G}\right)_{\text{masse}} = 1 \times \frac{110}{111,6}$$

Car nous travaillons à reflux total  $\left(\frac{L}{G}\right)_{\text{mole}} = 1$ , ...

$$\left(\frac{L}{G}\right)_{\text{masse}} = 0,98 \quad F_2 = (0,98)^{-0,25} \quad F_2 = 1; \quad d_i = 25\text{mm} = 1 \text{ inch};$$

$$\frac{d_i}{6/80} = \frac{1}{0,2375} = 4,21 \quad \text{donc } F_1 = 1; \quad U_F = \left(\frac{19}{\bar{\gamma}_v}\right)^{1/2}$$

$$\bar{\gamma}_v = 4 \text{ Kg/m}^3 = 0,2496 \text{ lb/cuft}$$

$$U_f = \left( \frac{13}{0,2496} \right)^{\frac{1}{2}} = 8,725 \text{ ft/sec}$$

$$U_f = 2,66 \text{ m/s}$$

$$V_{\max} = U_f \times \pi r_e^2 \times \frac{P}{RT} \text{ (loi des gaz parfaits)}$$

$$T = \frac{T_r + T_b}{2}$$

$$\frac{V_{\max}}{\pi r_e^2} = U_f \times \frac{P}{RT} ; \frac{V_{\max}}{\pi r_e^2} = 92,41 \text{ moles/s/m}^2 \text{ de section droite occupée par la vapeur.}$$

Reflux total, condensation totale

$$V_{\max} = L_{\max} \Rightarrow \frac{V_{\max}}{\pi r_e^2} = \frac{L_{\max}}{\pi r_e^2}$$

$$L_{\max} = U_{L_{\max}} \times \pi (r_i^2 - r_e^2) \times \frac{\gamma_{Lm}}{M_m}$$

$$L_{\max} = U_{L_{\max}} \times \pi e (d_i - e) \times \frac{\gamma_{Lm}}{M_m}$$

$$U_{L_{\max}} \times \frac{\pi e (d_i - e)}{\pi r_e^2} \times \frac{\gamma_{Lm}}{M_m} = 92,41 \text{ mole/s/m}^2$$

La littérature de l'écoulement des fluides nous recommande de travailler, d'un nombre de Reynolds compris entre 1.000 et 2.000 pour la phase liquide, ceci permet un écoulement uniforme sans ruissellement tortueux choisissons

$$Re_{L_{\max}} = 1.600$$

$$Re_{L_{\max}} = \frac{\gamma_{Lm} \times d_H \times U_{L_{\max}}}{\eta_{Lm}}$$

$$d_H = \text{diamètre équivalent} = \frac{4 \pi e (d_i - e)}{2 \pi r_i}$$

$$d_H = \frac{4 \pi e d_i - 4 \pi e^2}{2 \pi r_i} ; \quad e \ll d_i \Rightarrow e^2 \ll e d_i$$

$$\text{d'où } d_H = 4e ; \quad R_{e_{L_{\max}}} = \frac{4 \gamma_{Lm} e U_{L_{\max}}}{\eta_{Lm}}$$

$\eta_{Lm}$  est la viscosité moyenne globale du mélange liquide. Nous la calculons en utilisant l'abaque de Maxwell [33] (la méthode des Indices de mélange).

$$\bar{\eta}_L(C_6H_6) = \frac{\eta_L(t_b) + \eta_L(t_r)}{2} \quad \bar{\eta}_L(C_6H_6) = 0,32 \text{ g/m.s}$$

$$\bar{\eta}_L(CCl_4) = 0,4844 \text{ g/m.s}$$

$\bar{\nu}_L$  (viscosité moyenne cinématique)

$$\bar{\nu}_L(C_6H_6) = 0,39 \text{ cst}$$

$$\bar{\nu}_L(CCl_4) = 0,33 \text{ cst}$$

$$1 \text{ centistoke} = 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

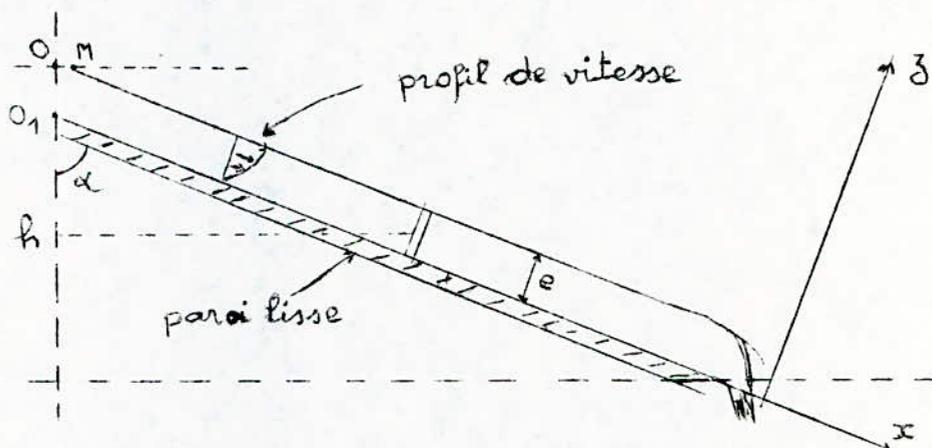
Les indices de mélange correspondants sont:

$$\begin{aligned} C_6H_6 &\rightarrow 97 \text{ pour } x=0,15 \\ &\text{et } x=0,7 \Rightarrow \frac{(104 \times 0,15 + 97 \times 0,85) + (104 \times 0,7 + 97 \times 0,3)}{2} \\ CCl_4 &\rightarrow 104 \end{aligned}$$

L'additivité des indices donne 99,97 en nous reportant à l'abaque nous avons  $\bar{\nu}_{Lm} = 0,375 \text{ cst}$  ;  $\eta_{Lm} = 0,40 \text{ g/m.s}$

Déterminons l'épaisseur ( $e$ ) du film liquide s'écoulant sur la paroi.

Hypothèses: fluide réel incompressible. Ecoulement permanent, suivant une trajectoire restiligne, mouvement uniforme sur paroi lisse. Epaisseur du liquide constant le long de la trajectoire.



Le fluide en écoulement est soumis à 3 catégories de forces (selon notre hypothèse).

- \* force de volume (la pesanteur)
- \* force de pression
- \* force de viscosité

L'équation fondamentale de la dynamique appliquée à l'écoulement du fluide nous donne les équations de Navier-Stokes.

$$\begin{cases} \frac{du}{dt} = -\frac{1}{\gamma} \cdot \frac{\partial P^*}{\partial x} + \nu \Delta u \\ \frac{dv}{dt} = -\frac{1}{\gamma} \cdot \frac{\partial P^*}{\partial y} + \nu \Delta v \\ \frac{dw}{dt} = -\frac{1}{\gamma} \cdot \frac{\partial P^*}{\partial z} + \nu \Delta w \end{cases}$$

( $u, v, w$ ) sont les composantes du vecteur vitesse dans les directions  $x, y, z$ .

.../...

La vitesse étant unidimensionnelle, on a toujours une seule composante non nulle, celle qui est dans le sens du mouvement ( $\vec{u}$ ).

mouvement permanent et uniforme  $\Rightarrow \frac{dU}{dt} = \frac{dV}{dt} = \frac{dw}{dt} = 0$

de plus  $\Delta w = \Delta v = 0$  car  $v = w = 0$

L'équation se présente sous la forme simplifiée:

$$\begin{cases} 0 = V \cdot \Delta U - \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial P^*}{\partial x} \\ \frac{dP^*}{dy} = \frac{dP^*}{dz} = 0 \end{cases}$$

$P^* = \rho g \cdot h + P$  ( $h$  = le niveau de la masse fluide par rapport à l'horizontale,

$P$  = pression qui règne au dessus du fluide, c'est une constante).

$P^*$  est alors constant dans tout le plan perpendiculaire au déplacement du fluide ( $O_1 x$ ).

Si nous prenons pour  $h = 0$  l'altitude du point M,  $h$  augmente quand la projection  $z$  sur la verticale diminue  $\Rightarrow \frac{dh}{dz} = -\cos \alpha$

$$\frac{dP^*}{dz} = \rho g \frac{dh}{dz} ; \frac{dP^*}{dz} = -\rho g \cos \alpha$$

$$V \Delta U = V \left( \frac{\partial^2 U}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 U}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 U}{\partial z^2} \right) = V \frac{\partial^2 U}{\partial z^2}$$

La vitesse varie suivant  $z$  (ceci est bien remarquable sur la figure) on a alors

$$\begin{cases} V \frac{d^2 U}{dz^2} = \frac{1}{\rho} \frac{dP^*}{dz} \\ \frac{dP^*}{dz} = -\rho g \cos \alpha \end{cases} \Rightarrow \frac{d^2 U}{dz^2} = \frac{1}{V} g \cos \alpha$$

Cette équation s'intègre avec des conditions:

$U = 0$  pour  $z = 0$  (à la paroi)

$\frac{dU}{dz}$  (tension tangentielle) est nulle à la surface libre  
( $z = e$ )

$$U = \frac{g \cos \alpha}{V} \cdot z \left( e - \frac{z}{2} \right)$$

fonction de répartition des vitesses du fluide s'écoulant sur la paroi inclinée.

Le débit par unité de largeur sera:  $Q = \int_0^e \frac{g \cos \alpha}{V} \left( e z - \frac{z^2}{2} \right) dz$

$$Q = \frac{e^3 g \cos \alpha}{3 V}$$

d'où  $\bar{U}$  (vitesse moyenne d'écoulement)

$$\bar{u} = \frac{Q}{e} \text{ donc } \bar{U} = \frac{e^2 g \cos \alpha}{3 V}$$

dans le cas de la colonne,  $\alpha = 0$   $\cos \alpha = 1$

$$U_L = \frac{e^2}{3} \cdot \frac{g}{\rho_{Lm}} \cdot \gamma_{Lm}$$

or  $Re_{Lmax} = \frac{4 \gamma_{Lm} U_{Lmax} e}{\rho_{Lm}}$

posons  $\Gamma = \gamma_{Lm} U_{Lmax} e \Rightarrow e = \left( \frac{3 \cdot \Gamma \cdot \rho_{Lm}}{\gamma_{Lm}^2 \cdot g} \right)^{1/3}$

$\Gamma = 0,15 \text{ kg/m.s}$   $e = 0,243 \text{ mm}$

$U_{Lmax} = 0,56 \text{ m/s} \Rightarrow Q = 38 \text{ l/h}$

Le débit vapeur à l'engorgement est :

$V_{max} = 0,436 \text{ mole/s}$  soit  $157 \text{ moles/h}$

$V_{max} = 4518,77 \text{ l/h}$  soit  $17,516 \text{ Kg/h}$

b. Débit maximum du film liquide (réalisable)

pour  $Re = 1.600$  nous obtenons un débit liquide de  $38 \text{ l/h}$

or les conditions d'engorgement nous donnent :

$L_{max} = V_{max} = 0,0436 \text{ mole/s}$

$L_{max} = 0,0436 \times 110 = 4,79 \text{ g/s}$

soit  $L_{max} = 15,738 \text{ l/h}$

par tâtonnement nous obtenons

$Re_{max} = 660$   $\Gamma = 0,0610 \text{ Kg/m.s}$   $e_{max} = 0,18 \text{ mm}$

$U_{lmax} = 0,31 \text{ m/s}$

c. Calcul du Coefficient de transfert (Ky) dans la phase vapeur.

Nous appliquons la corrélation de Sherwood-Gilliland

$Sh = 0,023 Re^{0,83} Sc^{0,44}$  valable pour  $2.000 \leq Re \leq 35.000$

$Sh_v = 0,023 Re_v^{0,83} Sc_v^{0,44}$

$Sc_v = \frac{\eta_v}{D \cdot \gamma_v}$

D est la diffusivité du système  $CCl_4 - C_6 H_6$  (vapeur)

$\eta_v$  sa viscosité

$\gamma_v$  sa masse volumique

.../...

La formule semi-empirique de Gilliland nous permet d'obtenir D.

$$D = \frac{0,0043 \cdot T^{1,75}}{P (v_1^{1/3} + v_2^{1/3})^2} \cdot \left[ \frac{1}{M_1} + \frac{1}{M_2} \right]^{0,5}$$

M1 et M2 sont les masses molaires des constituants (g)

T (Température opératoire en Kelvin)

P (pression opératoire en atm)

v1 et v2 sont les volumes molaires des corps pris à leurs températures d'ébullition respectives (cm<sup>3</sup>/mole)

(D est en cm<sup>2</sup>/s).

$$v_1 = \frac{M_1}{\rho_{L1}}$$

$$v_2 = \frac{M_2}{\rho_{L2}}$$

$$v_1 = 103,7 \text{ cm}^3/\text{mole}$$

$$v_2 = 95,8 \text{ cm}^3/\text{mole}$$

pour  $x_B = 0,15 \rightarrow T = 352,13 \text{ K} \rightarrow D_B$

P = 1 atm

$x_D = 0,7 \rightarrow T = 349,86 \text{ K} \rightarrow D_D$

$$D = \frac{D_B + D_D}{2} \quad D = 0,0456 \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$y_v = ? \quad y_v = \frac{\sum v_1 + \sum v_2}{2}$$

Ce calcul sera fait en utilisant la méthode additive de Maxwell.

$$\bar{\sum}_v(C_6H_6) = 8,92 \frac{\text{mg}}{\text{m.s}} \quad \bar{\sum}_v(CCl_4) = 12,39 \frac{\text{mg}}{\text{m.s}}$$

on obtient  $y_v = 10,6 \frac{\text{mg}}{\text{m.s}}$  ;  $S_{Cv} = 0,58$  ;  $Re_v = 24606,5$

$d_e = d_i - 2e \approx d_i$  ;  $Sh_v = 79,84$

$$k^{\circ} = \frac{Sh_v \cdot D}{d_e} \quad ; \quad k^{\circ} = 0,0149 \text{ m/s}$$

$k^{\circ}$  est le coefficient dynamique de transfert dans la phase gazeuse.

$$k_y^{\circ} = \frac{k^{\circ} \cdot P}{RT} = 0,517 \frac{\text{mole}}{\text{m}^2 \cdot \text{s}}$$

$$k_y = \frac{k_y^{\circ}}{(1-y)_{ml}} \quad ; \quad (1-y)_{ml} = \frac{(1-y) - (1-y_i)}{\ln \frac{1-y}{1-y_i}}$$

Nous ne pouvons accéder à  $y_i$  (concentration du produit le plus volatil dans la phase vapeur à l'interface) par calcul. Pour cela nous passons au transfert de matière global et remarquons aussi que la quasi totalité de la résistance de transfert se trouve localisée dans la phase gazeuse (contre diffusion équimolaire)

on a :

$$\frac{1}{K_y} = \frac{1}{k_y} + \frac{m}{k_x}$$

$$\frac{1}{K_y} \approx \frac{1}{k_y} \quad \text{car} \quad \frac{m}{k_x} \ll \frac{1}{k_y} \Rightarrow K_y \approx k_y$$

$$\text{on a alors } K_y = \frac{k_y^{\circ}}{(1-y)_{ml}} \approx k_y$$

$$(1-y)_{ml} = 0,58 \quad (\text{voir tableau (NUT)}_{ov})$$

En général ce terme tend vers 1 on le néglige dans les calculs, mais dans notre cas il est assez faible ceci vaut alors le coût d'être pris en considération.

$$K_y = \frac{0,517}{0,58}$$

$$K_y = 0,89 \frac{\text{mole}}{\text{m}^2 \cdot \text{s}}$$

.../...

d. Calcul du  $(HUT)_{ov1}$  et  $(NUT)_{ov1}$

$$(HUT)_{ov1} = \frac{V_{max}}{K_y \cdot a \cdot \Omega}$$

$a$  = l'aire interfaciale par unité de volume de colonne ( $m^2 / m^3$ )

$\Omega$  = section de colonne

si  $A$  est l'aire interfaciale totale contenue dans la colonne on a :

$$A = 2\pi (r_i - e) \cdot L \quad ; \quad L = \text{hauteur de la colonne}$$

$$(HUT)_{ov1} = 63,5 \text{ cm}$$

\*  $(NUT)_{ov1}$

Nous avons procédé par la méthode graphique.

$$f(y) = \frac{1}{y^* - y}$$

- Tableau  $(NUT)_{ov}$

x	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7
y	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7
$y^*$	0,175	0,23	0,328	0,425	0,52	0,615	0,712
$\frac{1}{y^* - y}$	40	33,33	35,7	40	50	66,67	83,3
$\tilde{y}$	0,837	0,784	0,686	0,587	0,489	0,392	0,294

$$\tilde{y} = (1 - y) m l$$

$$(NUT)_{ov} = 26,9 \quad (\text{voir figure 3}).$$

.../...

Fig : 3

Détermination du  $(NUT)_{ov}$  pour le binaire  $CCl_4-C_6H_6$

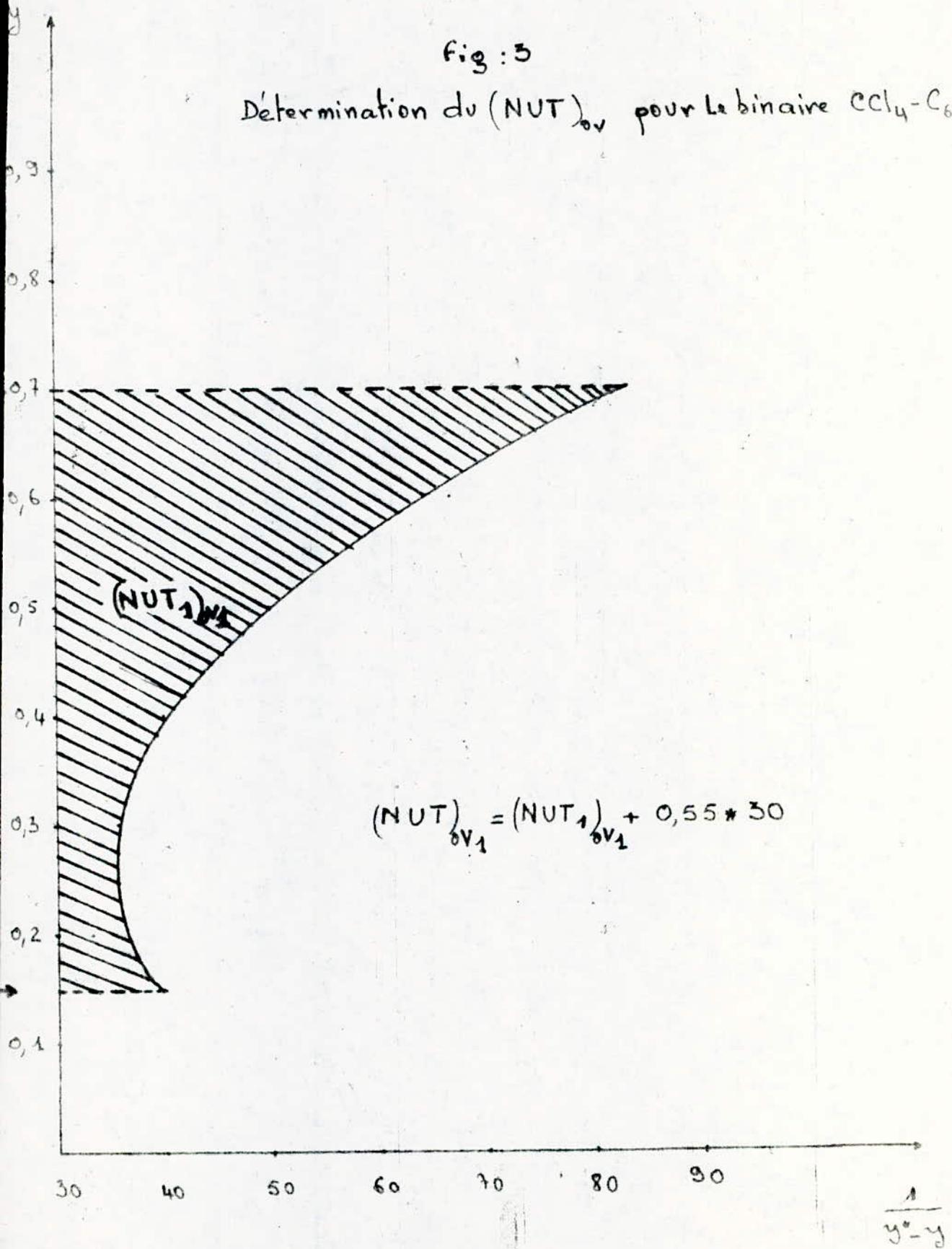


Fig 4 Diagramme d'Equilibre du Binaire  $\text{CCl}_4 - \text{C}_6\text{H}_6$   
 $P = 1 \text{ atm}$

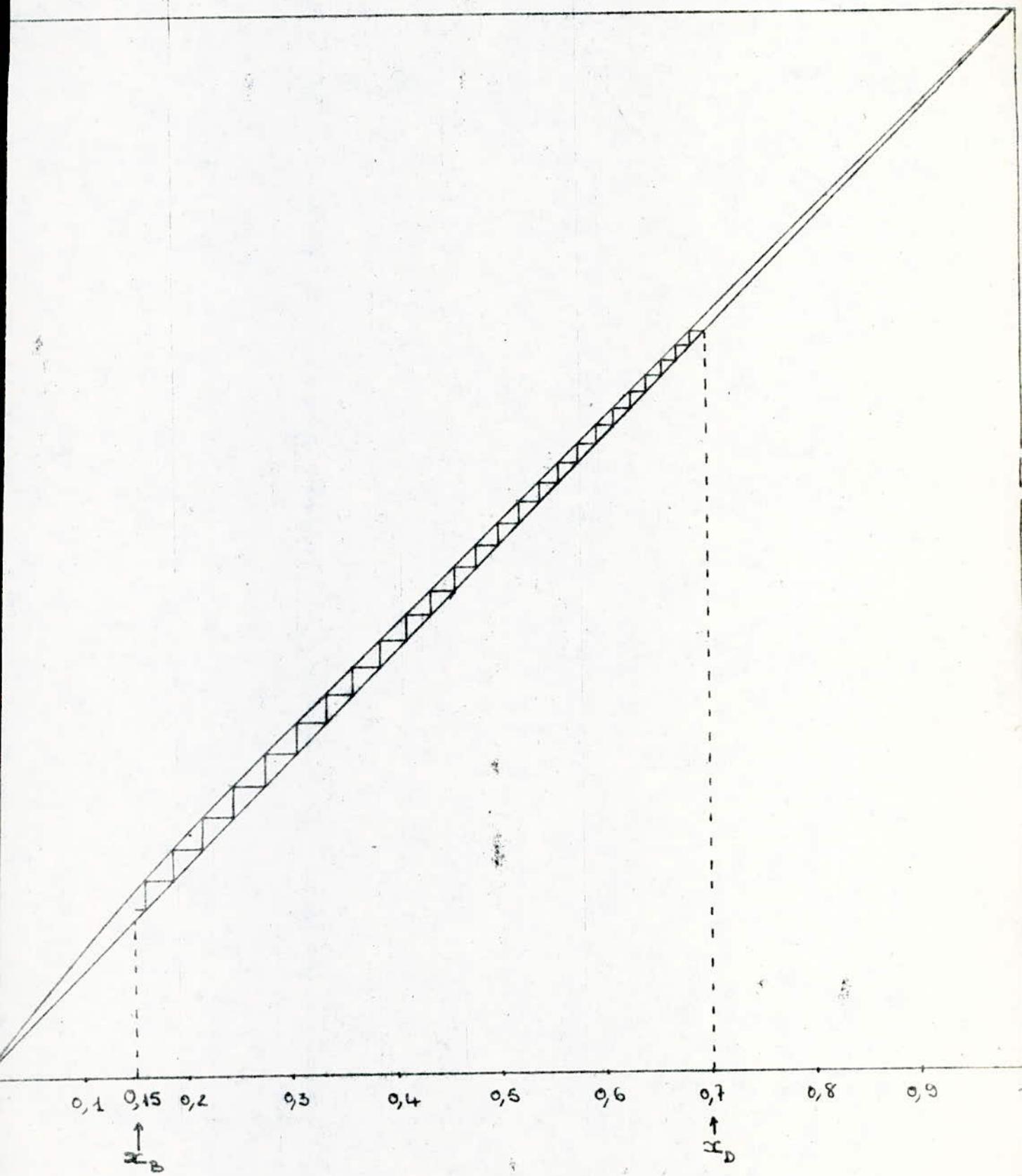


Fig 5 Détermination du NUT du Système Ethanol - Eau  
 $P = 1 \text{ atm.}$

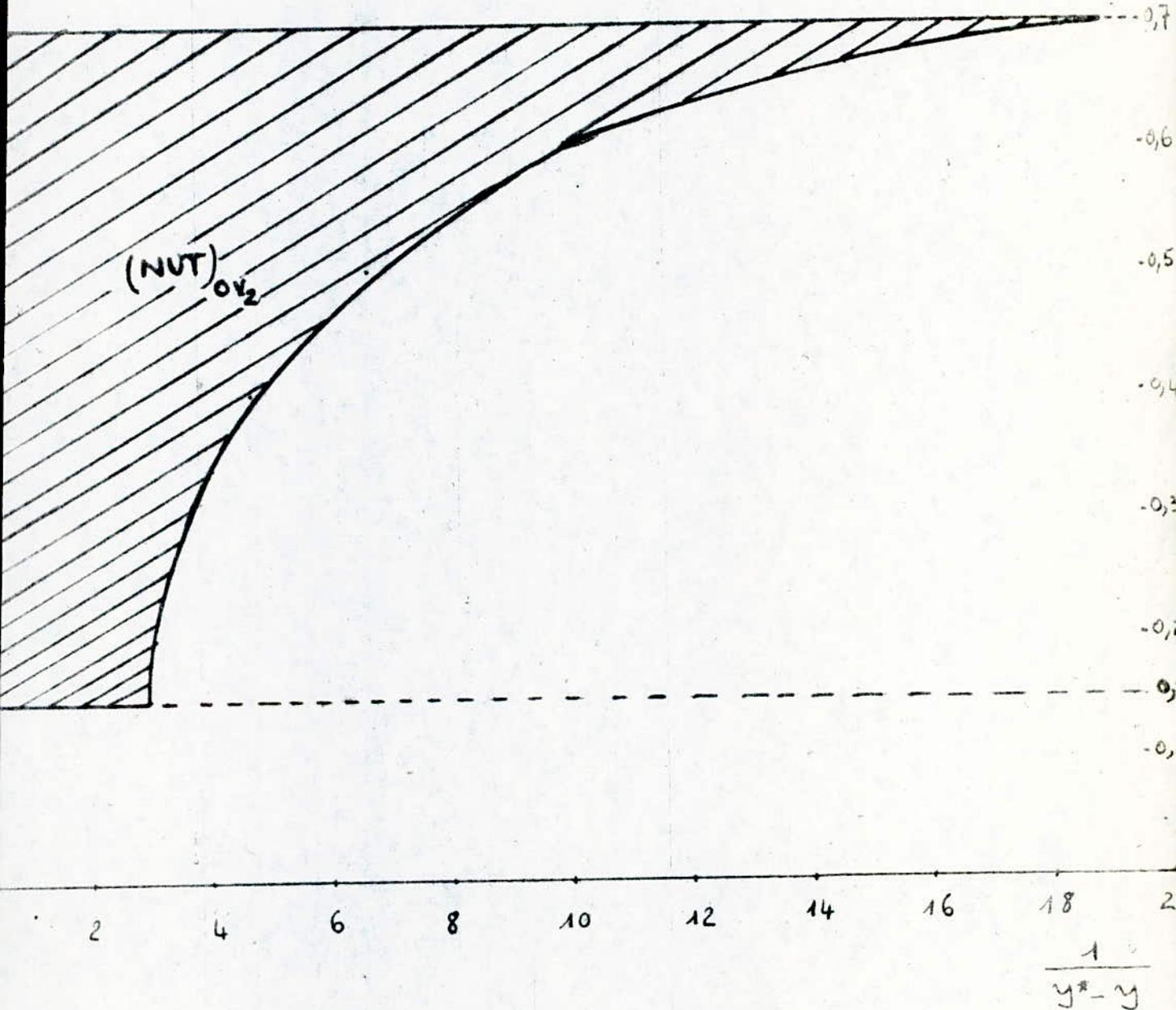
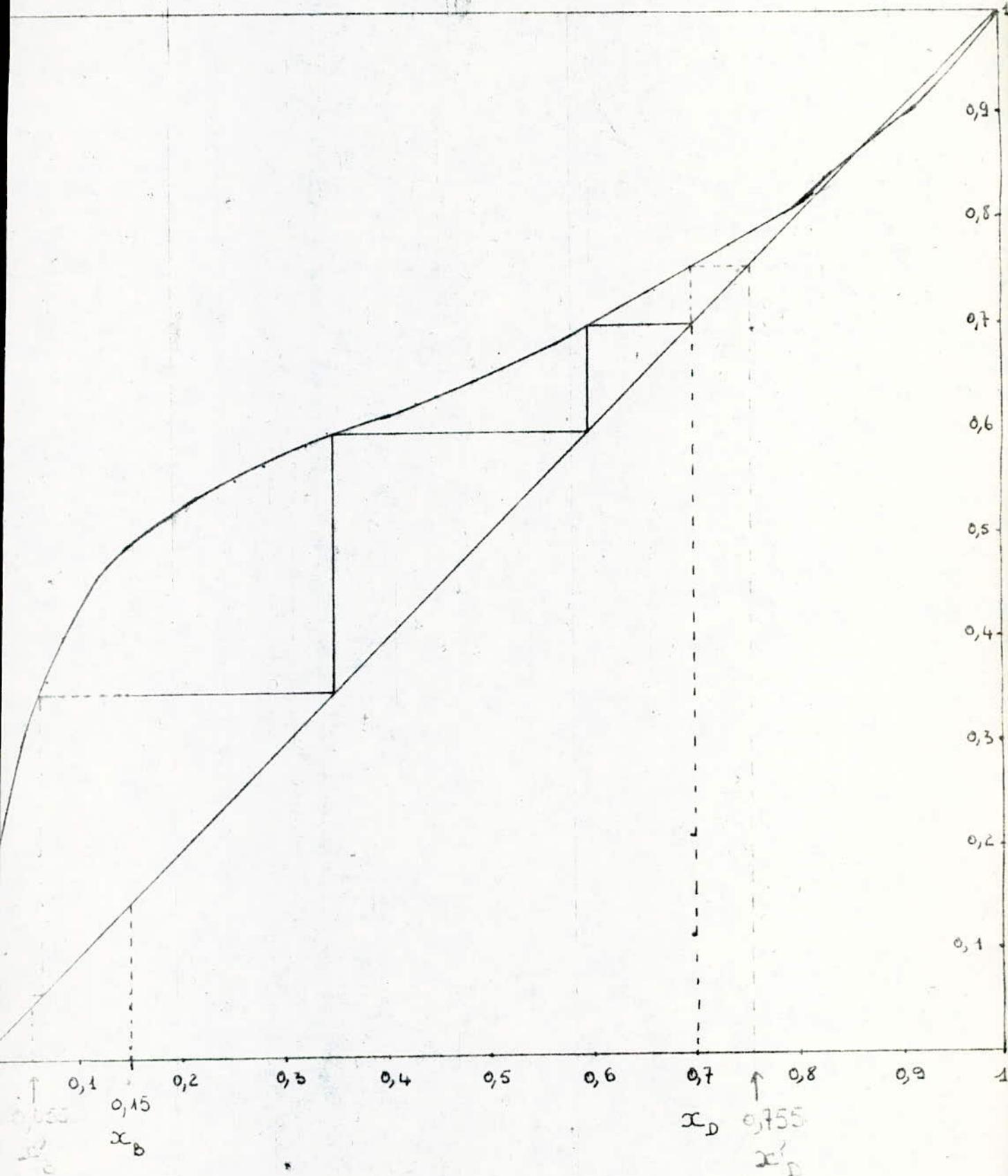


Fig 6 Diagramme d'Equilibre Ethanol-Eau P=1atm.



e) Hauteur efficace de la colonne (L)

Nous désirons une colonne de hauteur efficace comprise entre 1 et 2 mètres.  
Mais  $(NUT)_{ov} \times (HUT)_{ov} \gg 2m$ .

$$(NUT)_{ov \text{ réalisable}} \times (HUT)_{ov \text{ calculée}} = 2 \text{ mètres} \Rightarrow (NUT)_{ov \text{ réalisable}} =$$

$$\frac{2}{(HUT)_{ov \text{ calculée}}} = \frac{2}{0,635}$$

$$(NUT)_{ov \text{ réalisable}} = 3,15$$

En nous reportant à la courbe  $f(y) = \frac{1}{y-y}$ , nous déterminons à tâton

$$y_{D \text{ réalisable}} = x_{D \text{ réalisable}} \text{ permettant une aire de } 3,15 \text{ unités.}$$

$$\text{On trouve } x_{D \text{ réalisable}} = 0,230.$$

La méthode de Mac Cabe et Thiele qui nous <sup>avait</sup> donnée en tout 25,4 plateaux bouilleur  
compris nous permet <sup>alors</sup> de compter à  $x_D = 0,230$  3,0 plateaux (2 plateaux +  
 $\frac{3}{5}$  plateaux +  $\frac{2}{5}$  plateaux)

$$HEPT = 0,67 \text{ m} ; (HUT)_{ov} = 0,635 \text{ m} \text{ (figure 4)}$$

Notre colonne à paroi mouillée, 25mm de diamètre intérieur et 2m de hauteur effi-  
cace peut séparer le système  $CCl_4 - C_6H_6$  à l'aide de 3,15 unités de transfert de la  
concentration 15% à 23,0% molaires.

Ceci n'est pas encore mauvais car il s'agit d'un système difficile à  
séparer. Nous procédons aux mêmes calculs avec le système ethanol - eau de  
séparation relativement facile dans le domaine de concentration loin de l'azéotrope.

2) Système            1                            2  
Ethanol            -            Eau  
(15% d'éthanol à concentrer à 70%)

Nous ne rentrerons pas dans les détails de calculs car ils sont  
identiques aux précédents.

a) Conditions d'Engorgement.

$$U_f = F_1 F_2 \cdot \left( \frac{\sigma}{\gamma_v} \right)^{1/2}$$

$$\sigma = \left[ \frac{(P)_m \cdot \gamma_{Lm}}{M_m} \right]^4$$

$$(P)_{\text{eau}} = 42,6 \quad (P)_{\text{ethanol}} = 115,1 \quad (P)_m = 73,4$$

$$t_r = 99,3^\circ\text{C} \quad ; \quad t_b = 78,3^\circ\text{C}$$

	78,3° C	99,3° C	
kg/m <sup>3</sup>	$\gamma_L$	$\gamma_L$	$\bar{\gamma}_L$
eau	972,8	958,79	965,79
ethanol	736,466	716,358	726,412

$$M_{\text{eau}} = 18 \text{ g}$$

$$M_{\text{ethanol}} = 46,07 \text{ g}$$

$$\gamma_{Lm} = 864,05 \text{ Kg/m}^3 \text{ ou } 0,864 \text{ g/cm}^3$$

$$M_m = 29,9 \text{ g} \quad \sigma = 20,2 \text{ dyne/cm}$$

$$\gamma_v = ?$$

	78,3° C	99,3° C	
Kg/m <sup>3</sup>	$\gamma_{vb}$	$\gamma_{vr}$	$\bar{\gamma}_v$
eau	0,2771	0,5855	0,4313
ethanol	1,646	3,439	2,543

pour  $x = 0,15$      $Y = 0,485$   
 $x = 0,7$          $Y = 0,753$

$$\gamma_v = 1,738 \text{ kg/m}^3$$

$$M_v = 35,37 \text{ g}$$

$$\left( \frac{L}{G} \right)_{\text{masse}} = 0,845$$

$$U_f = 4,16 \text{ m/s}$$

Déterminons la viscosité du mélange liquide.

	78,3° C	99,3° C		
g/m.s	$\eta_{Lb}$	$\eta_{Lv}$	$\bar{\eta}_L$	$\bar{\nu}_L$ (cm <sup>2</sup> /s)
eau	0,3649	0,2860	0,3255	$3,37 \cdot 10^{-3}$
ethanol	0,4765	0,3425	0,4095	$5,63 \cdot 10^{-3}$

$$\nu_{Lm} = 0,425 \text{ cst} \Rightarrow \eta_{Lm} = 0,367 \cdot 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{m.s}}$$

Le débit vapeur à l'engorgement est:

$$V_{\max} = 0,0657 \text{ mole/s} \quad \text{soit } 236 \text{ moles/h}$$

$$\text{autrement dit } V_{\max} = 4813,4 \text{ l/h} \quad \text{soit } 8,36 \text{ kg/h}$$

b) Débit maximum du film liquide (réalisable).

$$L_{\max} = 1,96 \text{ g/s}$$

$$R_e = 275$$

$$L_{\max} = 8,18 \text{ l/h}$$

$$e_{\max} = 0,156 \text{ mm et } U_{L\max} = 0,187 \text{ m/s}$$

c) Coefficient de transfert dans la phase gazeuse.

$$T = 361,8 \text{ K} \quad \nu_1 = 62,56 \text{ cm}^3/\text{mole} \quad \nu_2 = 18,78 \text{ cm}^3/\text{mole}$$

$$D = 0,187 \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$\eta_v = ?$$

	78,3° C	99,3° C	
mg/m.s	$\eta_{vb}$	$\eta_{vr}$	$\bar{\eta}$
eau	11,52	12,37	11,946
éthanol	10,63	11,28	10,95

$$\eta_v = 11,23 \frac{\text{mg}}{\text{m.s}}$$

$$Sc_v = 0,345$$

.../...

$$Re_v = 15734,92$$

$$Sh_v = 43,83$$

$$k^o = 0,0335 \text{ m/s}$$

$$k^o_y = 1,129 \frac{\text{mole}}{\text{m}^2 \text{ s}}$$

$$Ky = \frac{1,129}{0,48}$$

(le facteur 0,48 est donné par le tableau (NUT)<sub>OV2</sub>)

$$Ky = 2,348 \frac{\text{mole}}{\text{m}^2 \text{ s}}$$

d) Calcul du (HUT)<sub>OV2</sub> et (NUT)<sub>OV2</sub>

$$(HUT)_{OV2} = 0,36\text{m} \quad (\text{soit } 36 \text{ cm})$$

(NUT)<sub>OV2</sub> (voir figure 5)

$x_D$	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7
$y_0$	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7
$y^*$	0,485	0,525	0,575	0,613	0,650	0,70	0,753
$\frac{1}{y-y^*}$	2,98	3,07	3,64	4,69	6,67	10	18,86
$\bar{y}$	0,668	0,623	0,55	0,485	0,42	0,347	0,273

$$\bar{y}_{\text{moyen}} = 0,48$$

$$(NUT)_{OV2} = 3,70$$

e) Hauteur efficace de la colonne (L)

$$L = (HUT)_{OV2} \times (NUT)_{OV2}$$

$$L = 1,33\text{m}$$

La courbe de Mac Cabe et thiele (figure 6) nous donne 2,68 plateaux nous en déduisons alors HEPT;

$$HEPT = 0,49\text{m}$$

Ramenons la colonne à 2 mètres de hauteur efficace

$$2 = \frac{(HUT)}{OV_{2\text{calculée}}} \times (NUT)_{OV_{2\text{réalisable}}}$$

$$(NUT)_{OV_{2\text{réalisable}}} = \frac{2}{0,36} ; (NUT)_{OV_{2\text{réalisable}}} = 5,55$$

ce qui correspond à 0,4,08 plateaux en tout. Il faut alors compléter la courbe de Mac Cabe et thiële de 1,40 plateau. Pour ce faire nous ajouterons un plateau après  $x = 0,7$  et une fraction de plateau avant  $x = 0,15$ . (les plateaux ajoutés sont ceux marqués en pointillés).

Notre colonne de 25mm de diamètre, 2 mètres de hauteur efficace est en mesure de rectifier le système Ethanol- eau de fraction molaire 5,5% à 75,5%.

### I.1-2 Mouillage de la Paroi.

Système tetrachlorure de Carbone - Benzène.

1) (M.W.R.: Minimum Wetting Rate) Débit minimum de mouillage.

L'expérience montre que le (M.W.R) est une fonction de la force motrice due à la différence de concentration qui détermine la vitesse de transfert entre les phases liquide et vapeur. Sur ce M.W.R est une fonction de  $\sigma$  (tension superficielle du liquide) et de sa variation due aux échanges de matière entre vapeur et liquide. Norman et Binns [2] ont corréleré la tension superficielle et le débit minimum de mouillage sur abaque; ces travaux ont été mis sous forme d'équation empirique par Bond et Donald (1957):

$$\frac{3,9 \cdot q_{Lm}}{\delta_{Lm} \cdot g} = 1,2 \times 10^{-6} - 1,76 \times 10^{-8} \times \sigma \times \Delta\sigma$$

valable pour  $-500 \leq \sigma \times \Delta\sigma \leq 0$

$q =$  M.W.R. ( $\text{cm}^3/\text{cm}$ ) (débit par seconde et par périmètre mouillé)

$\eta_{Lm} =$  viscosité du liquide (en C.G.S.)

$\delta_{Lm} =$  sa densité (en unité C.G.S.)

$\sigma =$  (dyne/cm)

$\Delta\sigma$  est la variation maximale de la tension superficielle entre le liquide en équilibre avec la vapeur et celle de la composition du film dans sa globalité.

Le binaire ccl 4 -  $C_6H_6$  étant rectifié de 0,15 à 0,23 alors nous calculerons les nouvelles valeurs de  $\eta_{Lm}$  et  $\delta_{Lm}$

$$\delta_{Lm} = \frac{(0,85 \times 0,816 + 0,15 \times 1,479) + (0,23 \times 1,479 + 0,77 \times 0,816)}{2}$$

$$\delta_{Lm} = 0,942 \text{ g/cm}^3 ; M_m = 92,50 \text{ g}$$

$$\eta_{Lm} = 0,39 \text{ est soit } \eta_{Lm} = 0,368 \frac{\text{g}}{\text{m.s}} ; [\eta]_m = 209,90 ; \sigma = 20,87 \text{ dyne/cm}$$

Au cours de la transformation, la concentration du liquide du constituant le plus volatil en équilibre avec la vapeur varie de 0 à 1

$$(\sigma(C_6H_6) = 21,9 ; \sigma(ccl_4) = 20,75)$$

la plus petite valeur de tension superficielle est 19 dyne/cm obtenue dans les calculs précédents.

$$\begin{aligned} -\Delta\sigma &= 21,9 - 19 = 2,9 \text{ dyne/cm} \\ -\Delta\sigma \times \sigma &= 60,5 \text{ dyne}^2/\text{cm}^2 \end{aligned}$$

$$\frac{39 \times 2 L_m}{L_m^3} = 2,265 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$$

$q = 0,189 \text{ cm}^3/\text{s}/\text{cm}$  de périmètre mouillé  
le périmètre mouillé étant  $\pi d_i$

$$q = 5,343 \text{ l/h}$$

$$S_{\min} = \pi \cdot e_{\min} (d_i - e_{\min})$$

$$q = S_{\min} \times U_{L\min} ; \text{ or } U_{L\min} = \left( \frac{\Gamma^2 \cdot g}{3\gamma L_m \cdot 2 L_m} \right)^{1/3}$$

$$q = \pi \cdot e_{\min} (d_i - e_{\min}) \cdot \left( \frac{\Gamma^2 \cdot g}{3\gamma L_m \times 2 L_m} \right)^{1/3}$$

donc en mettant l'équation en C.G.S on a :

$$\frac{0,472}{e_{\min} (2,5 - e_{\min})} = \Gamma^{2/3} \times 45,52$$

par tâtonnement on obtient :

$$\text{si } e_{\min} = 0,013 \text{ cm} \Rightarrow \Gamma = 0,182 \text{ g/cm.s}$$

$$\text{et } U_{L\min} = 0,148 \text{ m/s} \quad q = 5,4111/\text{h} > 5,343 \text{ l/h}$$

$$\text{si } e_{\min} = 0,0133 \text{ cm} \quad \Gamma = 0,175 \text{ g/cm.s}$$

$$\text{et } q = 5,24 \text{ l/h} < 5,343 \text{ l/h}$$

prenons  $e_{\min} = 0,013 \text{ cm}$  à 3 chiffres significatifs.

$$U_{L\min} \approx 0,15 \text{ m/s}$$

$$Re_{L\min} = 194$$

.../...

Le nombre de Reynolds critique (écoulement ondulé, non uniforme) est corrélé de la façon suivante:

$$\frac{\sigma^3 \gamma_{Lmin}}{\rho_{Lmin}^4 g} = 0,3 (Re_c)^8 \quad [2]$$

$Re_c = 25 < Re_{Lmin}$  donc au mouillage minimum l'écoulement sera toujours uniforme sur la paroi. Dans le cas où  $Re_{Lmin}$  serait plus faible que  $Re_c$ , pour opérer on doit ajouter un agent mouillant inhibiteur d'ondulation.

2) Débit minimum de vapeur.

(9) mole (9<sub>v</sub>) mole (reflux infini)

$$\begin{array}{l} M_v = ? \quad \gamma_v = ? \quad \rho_v = ? \\ \text{pour } x = 0,15 \quad y = 0,175 \quad \gamma_v = 3,32 \text{ Kg/m}^3 \\ \text{pour } x = 0,23 \quad y = 0,26 \quad M_v = 94,58\text{g} \quad \rho_v = 9,89 \frac{\text{mg}}{\text{m}\cdot\text{s}} \end{array}$$

$$Q_v = 4,4 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s} \text{ soit } 1,58 \text{ m}^3/\text{h} \quad \text{soit } 5,24 \text{ Kg/h}$$

$$U_{vmin} = 0,915 \text{ m/s} \quad Re_v = 7599 \quad \text{ce qui est en accord avec nos aspirations} \\ (7599 > 2.000)$$

Système Ethanol - Eau.

1) M.W.R.

$$M_m = 29,37 \text{ g}; \quad [\rho]_m = 71,96 \quad \gamma_{Lm} = 868,84 \text{ Kg/m}^3$$

$$\sigma = 20,53 \text{ dyne/cm.} \quad \rho_{Lm} = 0,4 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Kg}}{\text{m}\cdot\text{s}}$$

$$Re_c = 23,7 ; \quad \text{nous travaillerons avec } Re_{cmin} = 100$$

$$Re_{Lmin} = \frac{4 \Gamma}{\rho_{Lm}} \Rightarrow \Gamma = \frac{\rho_{Lm} \cdot Re_{Lmin}}{4} ; \quad \Gamma = 0,0100 \frac{\text{Kg}}{\text{m}\cdot\text{s}}$$

.../...

$$U_{L \min} = 0,098 \text{ m/s} \quad q = \pi \cdot e_{\min} \cdot (d_i - e_{\min}) \cdot 0,98$$

$$e_{\min} = \left( \frac{3 \pi \cdot 2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}^2 \cdot g} \right)^{1/3} ; \quad e_{\min} = 0,120 \text{ mm}$$
$$q = 0,919 \text{ cm}^3/\text{s} \quad \text{soit } 3,3 \text{ l/h}$$

2) Débit minimum de vapeur

pour  $x = 0,05$       $y^* = 0,325$

$x = 0,755$       $y^* = 0,785$

$$\rho_v = 11,3 \frac{\text{mg}}{\text{m} \cdot \text{s}} ; \quad \gamma_v = 1,6 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} ; \quad M_v = 33,57 \text{g}$$

$$q_v = 0,027 \text{ mole/s} \quad \text{soit } 3,26 \text{ Kg/h} \quad \text{et } U_{v \min} = 1,6 \text{ m/s}$$

## I.2 Calcul des Echangeurs de chaleur.

### I.2-1. Le Rebouilleur.

1) Puissance de chauffage.

- Pour obtenir 17,5 Kg/h de vapeurs de  $\text{CCl}_4 - \text{C}_6\text{H}_6$  il faut 1,78 Kw  
(chaleur latente de vaporisation du mélange est  $84,69 \frac{\text{Kcal}}{\text{Kg}}$ )

- Pour le système Ethanol - Eau on a 8,36 Kg/h de vapeurs ce qui nécessite 3,96 Kw (407,8 Kcal/Kg). La puissance de chauffe varie avec le système. Pour cela nous adoptons 4 Kw que nous pouvons obtenir d'une série de thermo-plongeurs réglable de 0 à 4 Kw. Ceci nous permettra de porter à ébullition tout mélange liquide d'hydrocarbures et certains mélanges aqueux pour un débit de l'ordre de  
 $10 \text{ kg/h}$

2) Capacité.

Le volume du bouilleur est déterminé de façon à pouvoir contenir à un moment quelconque où on arrête le fonctionnement de l'appareil toutes les quantités ruisselant sur la paroi. Le volume total utile de la colonne de rectification est de 0,98 litre. Vue sa simplicité de construction, la rétention y est faible. Nous choisissons avec une bonne marge de sécurité 5 litres pour la capacité du bouilleur.

Il s'agit d'un cylindre de 20 cm de diamètre et haut de 16 cm. Il est équipé des dispositifs suivants:

- Régulateur automatique qui coupe le circuit de chauffage en mettant en circuit une lampe indicatrice dès que le niveau liquide est à 3cm au-dessus du thermoplongeur.

- un potentiomètre pour faire varier la puissance de chauffe de 0 à 4 Kw.

- Un viseur vitré pour indiquer le niveau liquide.

- possibilité de faire vidange et de prise d'échantillon
- thermocouple (  $T_c$  )
- un thermomètre à mercure ( $0 < T^\circ \leq 200^\circ \text{ C}$ )
- un emplacement pour recirculation en continu.

Figuree I-2-1: Le Rebouilleur

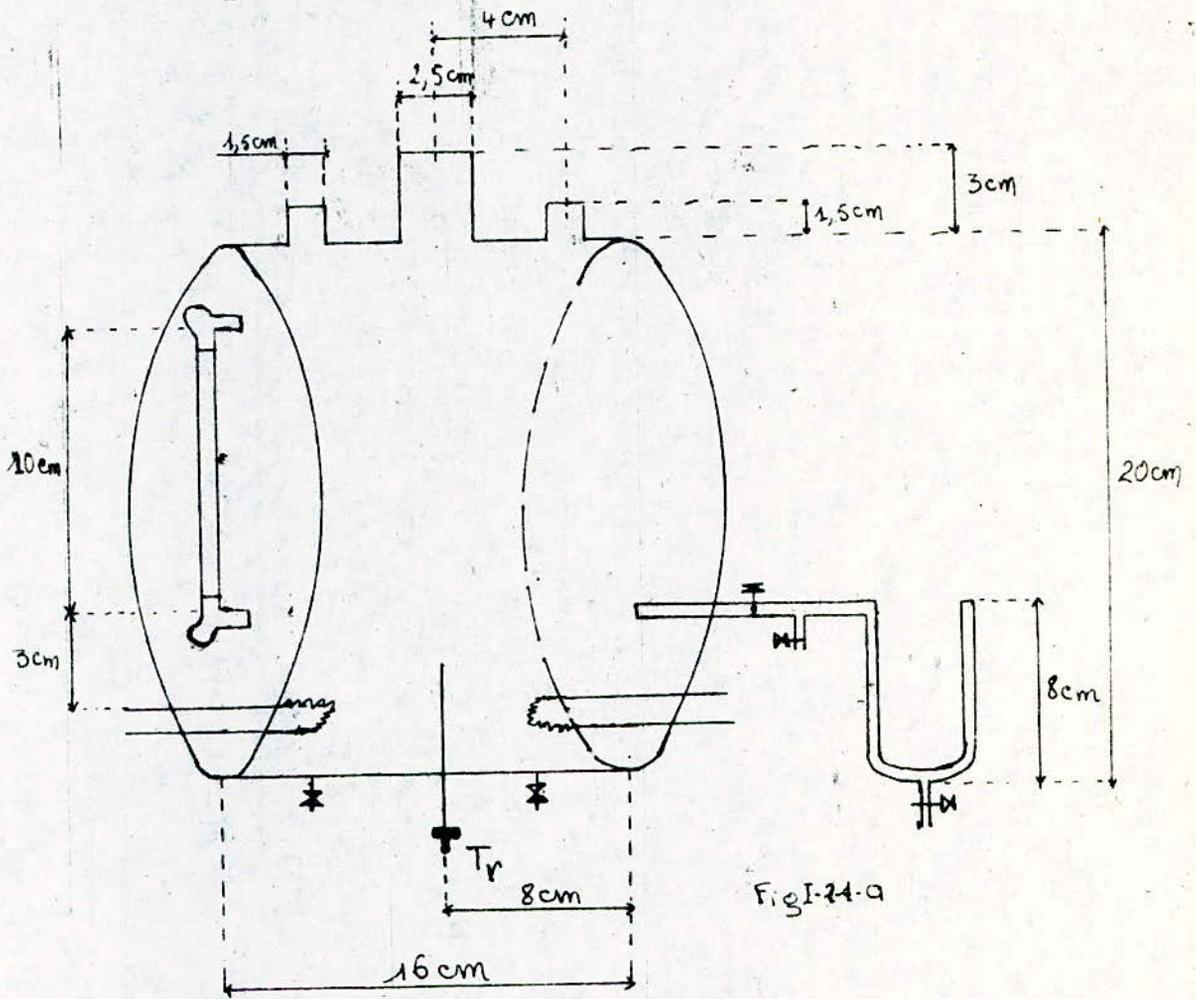


Fig I-21-a

• Pour les prises d'échantillon liquide ou vapeur, les tubes sont dimensionnés à un diamètre intérieur de 5 mm

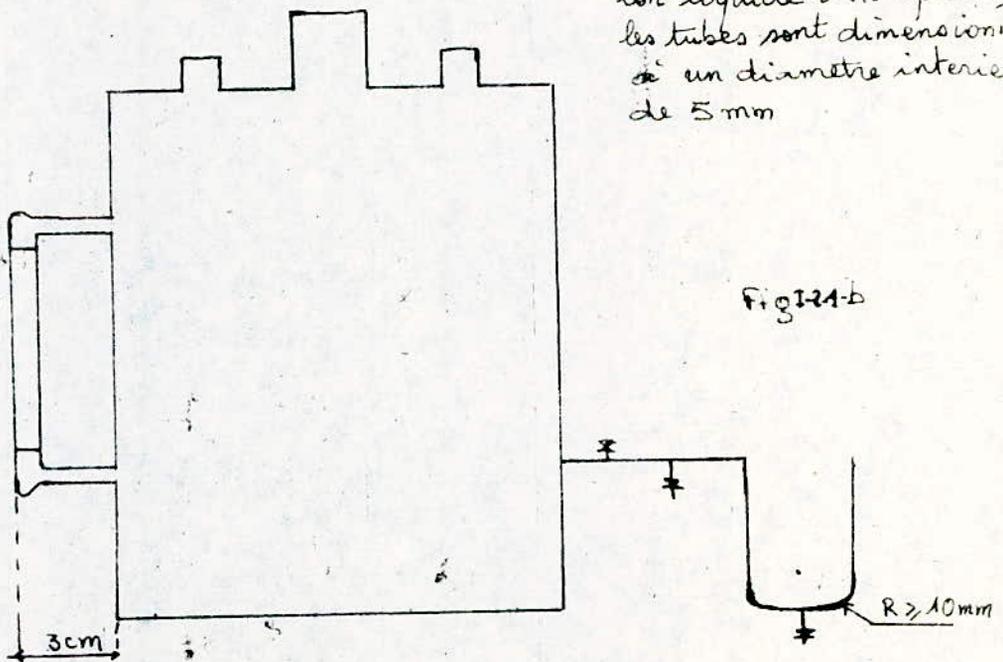


Fig I-21-b

$R \geq 10 \text{ mm}$

### I.2-2 Condenseur.

Parmi tous les liquides usuels, l'eau est celui qui a la chaleur latente de vaporisation la plus élevée pour cela nous ferons les calculs en assimilant la vapeur complexe de tête à la vapeur d'eau pure. Ceci présente 2 avantages: la condensation sera effectivement totale avec beaucoup de réserve.

- Les calculs sont simplifiés.

Supposons qu'il n'y a pas de pertes et que toute la chaleur transmise au liquide au niveau du bouilleur est celle-ci qui sert d'échange pour la condensation. Dans ce cas le débit massique de vapeur d'eau au condenseur est de 6,4 Kg/h

$$Q = M \Lambda = M' c' (t_2 - t_1) = 3444,9 \frac{\text{Kcal}}{\text{h}}$$

fluide froid: eau du robinet  $t_1 = 25^\circ \text{C}$  ;  $t_2 = 35^\circ \text{C}$

fluide chaud : vapeur d'eau :  $T_v = 100^\circ \text{C} = \text{constante}$

le débit d'eau  $M'$  dans le tube réfrigérant sera:

$$M' = \frac{Q}{t_2 - t_1} = 344,49 \text{ Kg/h}$$

choix du tube:  $\varphi_o = 3/4 \text{ inch} = 1,905 \text{ cm}$  (diamètre extérieur)

[33]  $\varphi_i = 1,224 \text{ cm}$  (diamètre intérieur)

Section droite =  $1,177 \text{ cm}^2$

Surface extérieure d'échange :  $0,0598 \text{ m}^2/\text{m}$

Il s'agit du tube " 3/4 inch BWG 10 "

la vitesse d'écoulement du réfrigérant sera:

$$u = \frac{344,49 \cdot X \cdot 1000}{3600 \cdot X \cdot 1,177 \cdot X \cdot 0,995} ; \quad u = 0,82 \text{ m/s}$$

Les propriétés physiques du fluide réfrigérant sont prises à la température calorique  $t_c = 0,5 (t_1 + t_2)$ ; il en est de même pour le fluide chaud pour lequel  $T_c = T_v$ . Nous lisons alors  $h_i (30^\circ \text{C})$  qui est le coefficient de transfert du film liquide s'écoulant à l'intérieur du tube.

$h_i = 3200 \text{ Kcal/hm}^2\text{C}$  soit  $h_{is}$  le coefficient de transfert interne ramené aux conditions d'échange externe,  $h_{is} = \frac{h_i \cdot \varphi_i}{\varphi_o} = 2056 \text{ Kcal/h}^2\text{C}$ .

Selon Fourier,  $Q = A \cdot V \cdot (D T L M)$

$U$  = coefficient global d'échange

$A$  = aire totale d'échange

(D T L M) Différence des températures logarithmique moyenne

$$(D T L M) = \frac{\Delta t_1 - \Delta t_2}{2,3 \log \frac{\Delta t_1}{\Delta t_2}} ; \quad \begin{aligned} \Delta t_1 &= T_1 - t_2 \text{ (contre courant)} \\ \Delta t_2 &= T_2 - t_1 \end{aligned}$$

$$(D T L M) = 70^\circ C$$

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_{i0}} + \frac{1}{h_c} + \frac{e_t}{\lambda_t} ; \quad h_c = \text{coefficient d'échange du film de condensat à l'extérieur du tube.}$$

$e_t$  = épaisseur du tube

$\lambda_t$  = conductivité thermique du tube.

Calculons  $h_c$  ;  $h_c = 0,725 \left[ \frac{\gamma_L^2 \cdot g \cdot \Lambda \cdot d_L^3}{\varphi_c \cdot \eta_L (T_v - t_p)} \right]^{1/4}$

Supposons  $h_c = 7000 \text{ Kcal/h.m}^2 \cdot C$        $t_p = T_v - \frac{h_{i0}}{h_{i0} + h_c} (T_v - t_c)$

$t_p$  = (température moyenne du fluide condensé)

$t_p$  = (température du tube) =  $84^\circ C$

$$t_p = 0,5 (t_p + T_v) = 92^\circ C$$

$$\gamma_L (92^\circ C) = 963,9 \text{ Kg/m}^3$$

$$\eta_L (92^\circ C) = 0,30996 \frac{g}{m.s} = 1,116 \frac{kg}{m.h}$$

$$\Lambda = 546,8 \text{ Kcal/Kg}$$

$$\lambda_L = 0,58 \text{ Kcal/h. m}^\circ C$$

On obtient  $h_c$  (calculé) =  $10058 \text{ Kcal/h.m}^2 \cdot C$

Supposons  $h_c = 13000 \text{ Kcal/h m}^2 \cdot C \Rightarrow t_p = 90,4^\circ C$

$t_p = 95,2^\circ C$ , les propriétés physiques du condensat sont prises à  $t_p = 95,2^\circ C$  et on obtient

$$h_c \text{ (calculé)} = 11519 \text{ Kcal/h.m}^2 \cdot C$$

graphiquement, nous déterminons le point de convergence qui est

$$h_c = 11000 \text{ Kcal/h. m}^2 \cdot C \text{ (voir fig. 7)}$$

alors  $t_p = 89^\circ C$  et  $t_p = 94,5^\circ C$

$\lambda_t = 14 \text{ Kcal/h.m}^\circ C$  (nous travaillons avec un tuyau en acier inoxydable 18-8 type 304 [42] tout calcul fait on a :  $U = 940 \text{ Kcal/h.m}^2 \cdot C$

$$A = \frac{Q}{U \cdot (D T L M)} ; \quad A = 0,0524 \text{ m}^2$$

$$L = \frac{A}{\text{Surface extérieure d'échange}} \quad L = 0,88 \text{m (longueur totale du tube réfrigérant)}$$

Pour un condenseur de hauteur totale égale à 0,50 mètres, nous serons amenés à enrouler le tube réfrigérant sous forme de serpentín à spires non jointives.

Le schéma qui suit nous en dit mieux.

Fig 7 Determination Graphique de  $h_c$   
(Methode de Convergence)

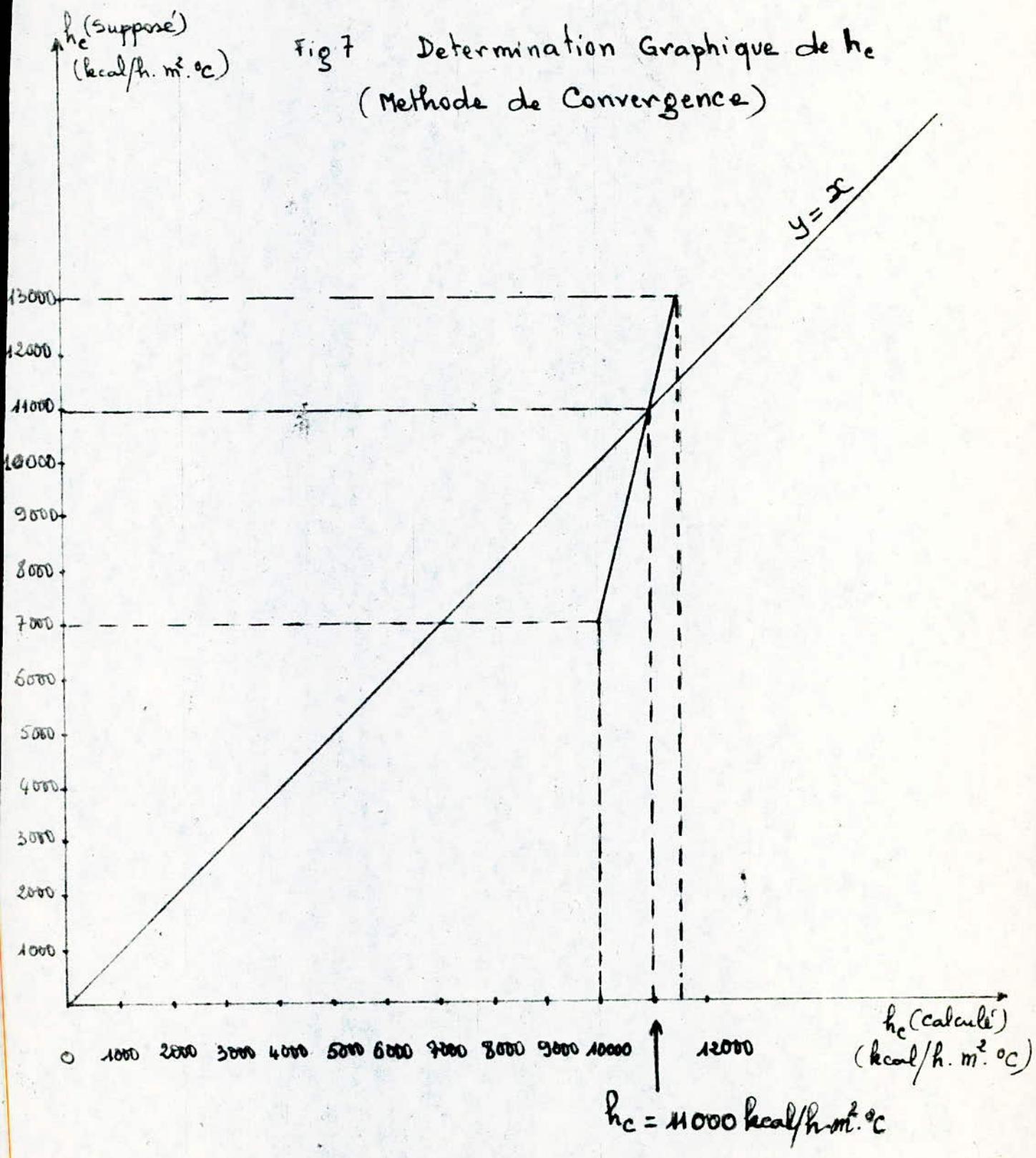
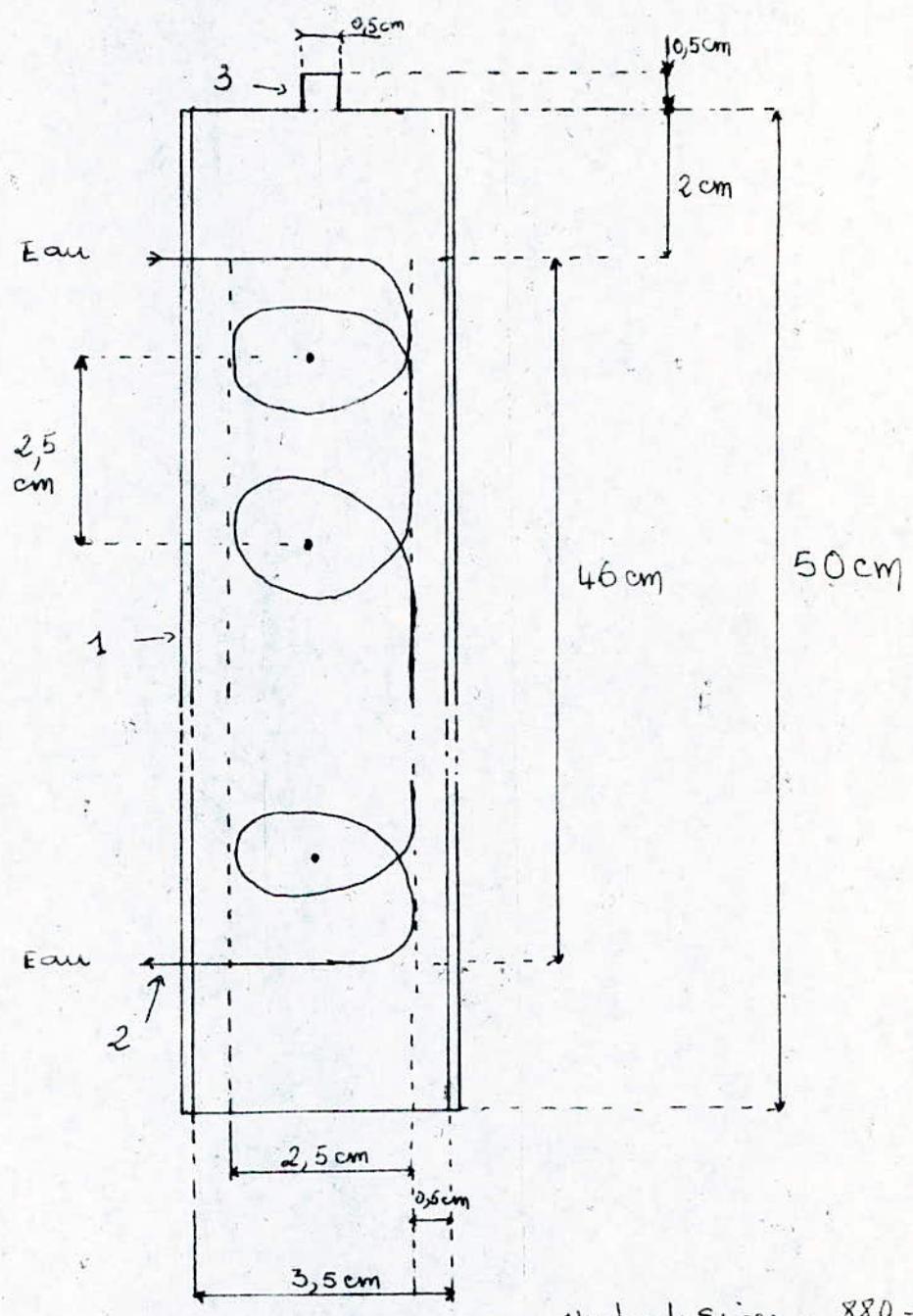


Figure I-2-2 : Condenseur



- Légende :
- 1 - cylindre recuperateur du gaz à condenser
  - 2 - serpentín
  - 3 - évent (distillation atmosphérique)

Nombre de Spires =  $\frac{880 - 10}{25 \times \pi} = 11$

si les spires étaient jointives on aurait une hauteur =  $11 \times 19,05 = 211 \text{ mm}$

Pour occuper la bonne partie de la hauteur disponible nous les espaçons (10 intervalles) :  $\frac{460 - 211}{10} = 25 \text{ mm}$

c'est le pas du serpentín

I. 2-3. Echangeur de chaleur additionnel.

La plupart des produits rectifiables par l'installation étant des hydrocarbures, il nous faut ramener le distillat à une température voisine de l'ambiante pour éviter les pertes par volatilisation.

Pour résoudre ce problème, nous dimensionnerons un échangeur à double tube vertical et à contre courant.

FLUIDE FROID (eau)	FLUIDE CHAUD (eau)
$t_1 = 35^\circ \text{ C}$	$T_1 = 100^\circ \text{ C}$
$t_2 = ?$	$T_2 = 40^\circ \text{ C}$

la chaleur échangée sera  $Q = VA \text{ (DTLM)}$

$$Q = MC (T_1 - T_2) = mc (t_2 - t_1) \Rightarrow (t_2 - t_1) = \frac{MC (T_1 - T_2)}{mc} ; c=C=1\text{Kcal/} \text{ } ^\circ\text{C.Kg}$$

$$t_2 = 36,1^\circ \text{ C}$$

DTLM =  $23,14^\circ \text{ C}$   
pour  $U = 1300 \text{ Kcal/h. m}^2\text{.}^\circ\text{C}$

on a  $A = \frac{Q}{U \cdot \text{(DTLM)}} ; A = 0,0128 \text{ m}^2$

Si nous utilisons un tube 1/2 inch B.W 14 pour faire véhiculer le fluide chaud et un autre concentrique pour l'eau de refroidissement, nous avons respectivement:

$d_o = 1,27 \text{ cm}$  (diamètre extérieur du tube)

$d_i = 0,848 \text{ cm}$  (diamètre intérieur du tube)

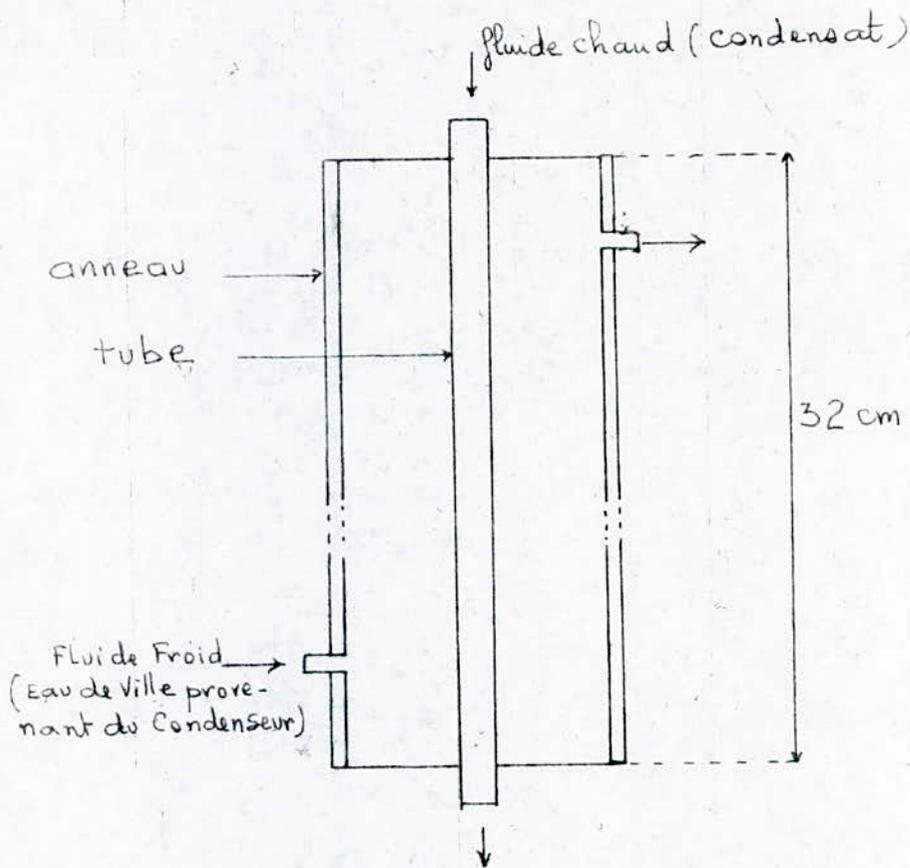
$D_i = 1,90 \text{ cm}$  (diamètre intérieur de l'anneau)

$D_o = 2,5 \text{ cm}$  (diamètre extérieur de l'anneau)

La longueur efficace d'échange sera :

$$L = \frac{0,0128}{0,0399} = 0,32 \text{ m}$$

Figure 1-2-3 : Echangeur additionnel



C'est un échangeur le plus simple possible, il est fait de 2 tubes concentriques d'où son nom technique d'échangeur à double tube. Le plus grand tube est appelé par abus de langage anneau car il permet au fluide froid de former un anneau autour du petit tube.

## I-3 Distributeur de Liquide en Tête de Colonne (film Tombant)

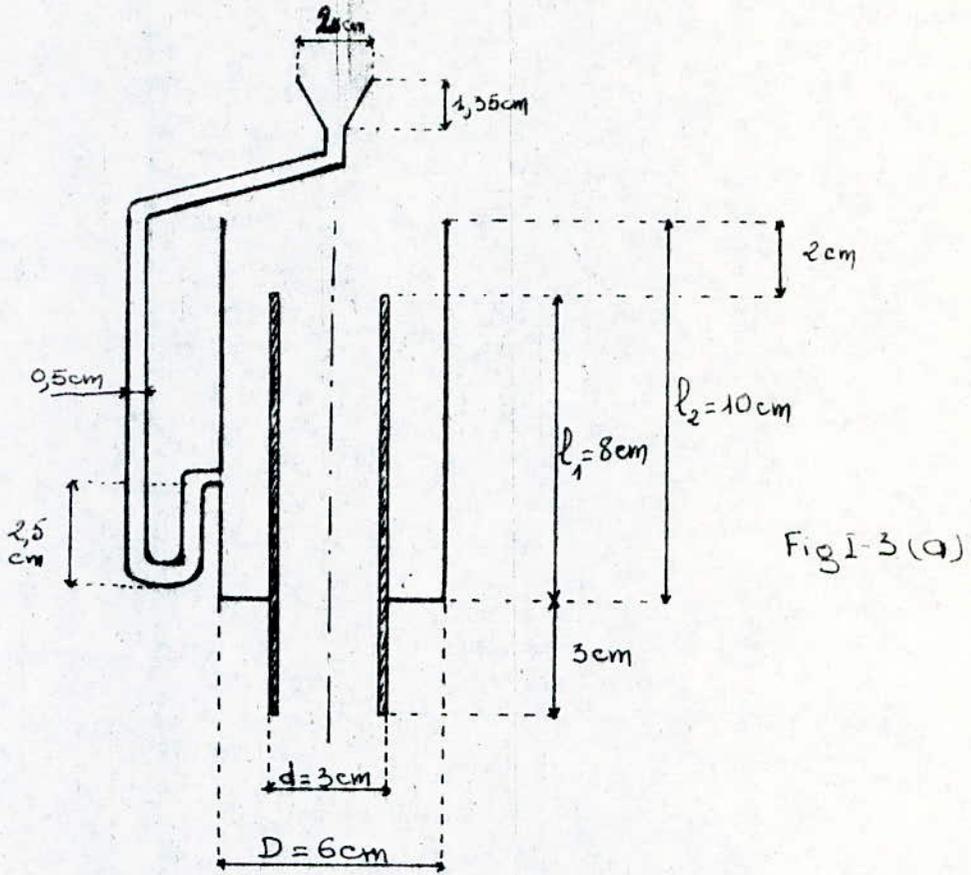


Fig I-3 (a)

$$L_{max} = 15,738 \text{ l/h} ; e = 0,18 \text{ mm} ; U_{L_{max}} = 31 \text{ cm/s}$$

Hypothèses : Écoulement permanent - Phénomènes de viscosité et de capillarité négligeables - En amont du déversoir, le plan de liquide est horizontal et la vitesse d'écoulement est constante et égale à  $V_0$  - Déversoir à paroi mince et lisse - Débit en amont est constant - faible charge -  $V_0$  très faible.

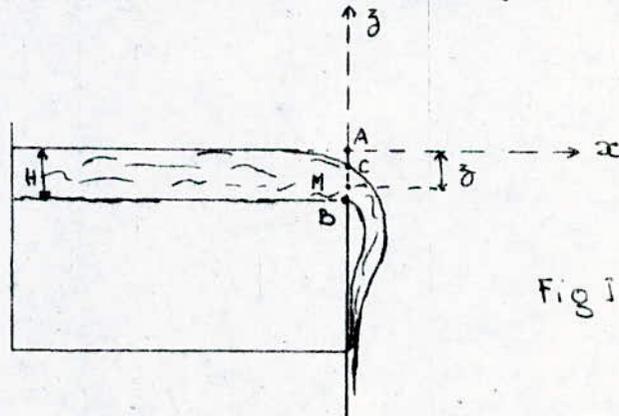


Fig I-3 (b)

en un point quelconque M au dessus du déversoir (entre B et C) nous appliquons la loi de Bernoulli et compte tenu de l'hypothèse, nous obtenons  $v = (2gz)^{1/2}$  qui est la vitesse du fluide au dessus du déversoir. Le débit correspondant sera  $Q(z) = (2gz)^{1/2} \cdot \pi \cdot d \cdot (H-z)$

$$\frac{dQ}{dz} = \pi d (2g)^{1/2} \left[ \frac{1}{2} \frac{H-z}{(z)^{1/2}} - (z)^{1/2} \right]; \quad \frac{dQ}{dz} = 0 \Leftrightarrow H = 3z \Rightarrow z = \frac{1}{3}H$$

ceci nous donne bien le débit maximum, car  $\frac{d^2Q}{dz^2} < 0$

$$Q_{\max} = \frac{2}{3\sqrt{3}} \cdot \sqrt{2g} \cdot \pi \cdot d \cdot H^{3/2} \quad \text{avec} \quad v_{\max} = \left(\frac{2}{3}gH\right)^{1/2}$$

\* si  $d = 3\text{cm}$ ;  $D = 6\text{cm}$

Nous obtenons  $H = 0,09\text{cm}$  avec  $v = 7,68\text{cm/s}$ . Soit  $v_{0,1}$  la vitesse de remplissage du déversoir;  $v_{0,1} = \frac{4Q}{(D^2-d^2)\pi} = 0,20\text{cm/s}$ ; cette vitesse assez faible peut bien justifier l'hypothèse qui nous recommande de négliger  $v_0$ . La dimension  $l_1$  sera déterminée pour un temps de séjour du liquide dans le réservoir supérieur ou égal à sa valeur dans la colonne.

$\tau = \frac{\text{Vol}}{Q} = \frac{l}{v}$ ;  $\tau_c = 6,46\text{s}$  (dans la colonne). Autrement dit  $l_1 = 1,3\text{cm}$  pour le système  $\text{C}_6\text{H}_6 - \text{C}_6\text{H}_6$  à son débit maximal. Mais étant donné qu'on peut enregistrer des vitesses de l'ordre de  $9\text{cm/s}$  à l'intérieur de la colonne (système Eau - Ethanol), nous choisissons  $l_1$  permettant des vitesses très faibles jusqu'à  $5\text{cm/s}$  à l'intérieur de la colonne; ainsi  $\tau_{c_{\max}} = \tau = \frac{200}{5} = 40\text{s}$ ;  $\tau = \frac{l_1}{v_{0,1}} = 40 \Rightarrow l_1 = 8\text{cm}$ ; nous prenons  $l_2 = 10\text{cm}$  pour sécurité.

\* Calcul de  $\Delta l$

$\Delta l$  = longueur de fluctuation du fluide à l'entrée de la colonne en aval du déversoir pour atteindre l'épaisseur uniforme à 10% près.

$$\frac{\Delta l}{E_0} = \frac{\beta \cdot g}{3v^2} (\phi(\eta_2) - \phi(\eta_1)) \quad [\text{voir annexe 2 pour précisions}]$$

$\eta_1 = \frac{e_1}{e_0} = \frac{0,09}{0,018}$  ;  $\eta_1 = 5$  ;  $e_1 = H =$  épaisseur du liquide au dessus du déversoir.

$$\eta_2 = \frac{e_2}{e_0} = \frac{0,02}{0,018} ; \eta_2 = 1,111$$

$$\phi_1 = 46,9 ; \phi_2 = 36,57 ; \beta = 1,2 ; q = 0,556 \text{ cm}^3/\text{s}\cdot\text{cm}$$

$$\Delta l = 12,23 \text{ cm}$$

Dans certains cas, pour réduire cette distance d'écoulement varié, on réalise un orifice tout juste à l'entrée de la colonne pour permettre l'évacuation de bulles d'air (ceci ne nous avantage pas) ou bien on colle tout juste à l'entrée de la colonne un tissu très mouillable ou enfin on donne à cette entrée une forme qui épouse la trajectoire probable que décrira le fluide (voir schéma ci dessous)

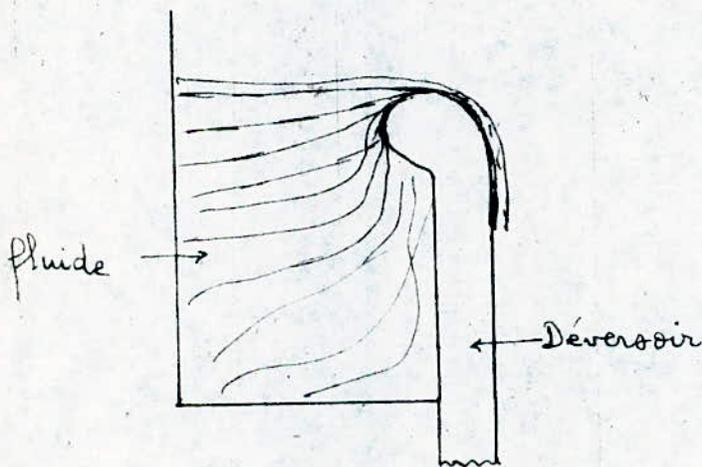


Fig I-3 (c)

C H A P I T R E II  
COLONNE A GARNISSAGE

II.1 ETUDES HYDRODYNAMIQUES.

L'écoulement des fluides à contre-courant dans la section garnie de la colonne est doté d'un caractère hydrodynamique très complexe. Ces fluides s'écoulent dans les interstices de la zone garnie selon des trajectoires tortueuses pour cause des facteurs suivants: géométrie de la colonne, géométrie et texture du milieu poreux, leur mouillabilité et beaucoup d'autres paramètres liés à l'écoulement relatif des fluides entre eux et aux conditions opératoires. Nous partirons de cette étude pour parfaire les dimensions de la colonne que nous remplirons d'anneaux de Raschig de dimension 0,5 inch (en céramique).

II. 1-1. Système  $\text{CCl}_4 - \text{C}_6\text{H}_6$  à 15% molaire.

1) Conditions d'Engorgement

\* vitesse de la phase vapeur à la limite d'engorgement (vitesse en fût vide)

elle est donnée par la corrélation graphique entre les deux groupes

$$B = \frac{(L)}{(G)} \cdot \sqrt{\frac{\gamma_v}{\gamma_{Lm}}} \quad A = \frac{u_p \cdot a \cdot \psi \cdot \gamma_v}{g \cdot \epsilon^3 \cdot \gamma_{Lm}} \cdot \eta_{Lm}^{0,2} \quad \text{et}$$

$U_p$  est la vitesse d'engorgement  
 $g$  l'accélération de la pesanteur

$F_p = \frac{a}{\epsilon^3}$  est le facteur de garnissage ( $a$ : surface spécifique )  
( $\epsilon$ : fraction de vide)

le facteur de correction;  $\eta_{Lm}$  la viscosité du liquide exprimée en centipoise;  $\frac{L}{G}$  le rapport massique des débits liquides et vapeurs ;

$$\frac{(L)}{(G)_{\text{masse}}} = 0,986$$

$B = 0,059$  et graphiquement  $A = 0,15$

tous les termes sont calculés en C.G.S. sauf la viscosité qui doit être exprimée en centipoise)  $F_p = 21 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$  ;  $\psi = 0,886$

$\eta_{Lm} = 0,4 \text{ cpo}$  ;  $g = 981 \text{ cm/s}^2$  on obtient  $U_p = 51 \text{ cm/s}$

.../...

Si nous travaillons à 50% des conditions d'engorgement nous avons  $U_v$  (vitesse pratique opératoire) telle que

$$U_v = 0,5 \times 51 \text{ cm/s} = 25,5 \text{ cm/s}$$

\* Débit liquide et vapeur.

$$G_{\max} = V_{\max} = U_v \times \frac{\pi d^2 i}{4} ; V_{\max} = 0,450 \text{ m}^3/\text{h} = 1,8 \text{ Kg/h}$$

Reflux total  $L_{\max} = V_{\max}$  (en mole);  $L_{\max} = 16,13$  moles/h

$$L_{\max} = 1,61 \text{ l/h} = 3615,5 \text{ Kg/h.m}^2 \text{ de section droite.}$$

## 2) Perte de charge.

La tortuosité des itinéraires imposés aux fluides par la section garnie est assez remarquable pour ne pas être à la base de pertes de charges qui ne sont que transformation de forces de pression en vitesses. L'écoulement est alors très varié. Pour le système liquide-vapeur à contre courant dans un lit de garnissage Leva [33] nous donne la relation empirique suivante (valable pour les anneaux Raschig et Pall, les selles Berl et Intalox)  $\Delta P = \alpha \times 10^{\beta} \times \frac{G^2}{\delta_v}$

$\Delta P$  est la perte de charge en mm Hg par mètre de hauteur garnie; L et G les débits **massiques** liquide et gaz par unité de section droite de la colonne (en  $\text{Kg/m}^2 \cdot \text{s}$ )

$\alpha$  et  $\beta$  étant des coefficients.

nous obtenons  $\Delta P = 3,26$  mm de Hg/m.

Pour les 2 mètres garnis, nous aurons une perte de charge entre la tête (condenseur) et le bas (bouilleur) de 0,00859 atm.

## 3) La rétention

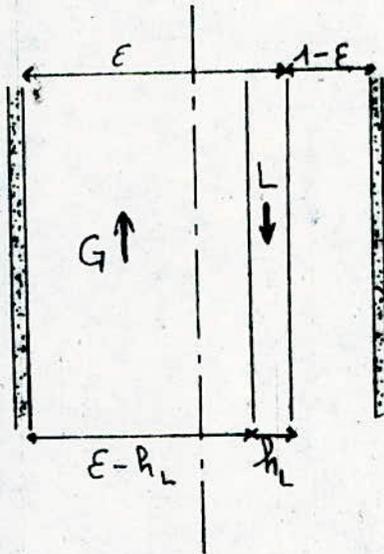
La rétention est le volume liquide contenu dans la colonne en un instant quelconque de son fonctionnement (on la note  $h_L$ )

Cette quantité  $h_L$  peut être composée en la somme de la rétention statique qui correspond à la quantité de liquide emprisonnée dans le remplissage après arrêt du fonctionnement de l'installation avec la rétention dynamique ou opératoire qui est la quantité réelle de liquide qui sera effectivement transférée depuis l'entrée de la section garnie jusqu'à sa sortie lors du fonctionnement de la colonne.

.../...

Figure 9 : Retention Liquide

Le schéma ci dessous indique nous permet d'étayer la définition donnée dans la page précédente.



$(1-\epsilon)$  est la fraction de volume occupé réellement par les éléments du garnissage.  $\epsilon$  est la fraction du vide réservé au gaz ascendant et à la retention totale du liquide.

Le retention est très importante pour une distillation en discontinue car elle permet de faire le bilan matière exacte de la séparation.

La corrélation de Jesser et Elgin [33] nous permet de déterminer  $h_L$  ;

$$h_L = h_{H_2O} \cdot \rho_{Lm}^{0,1} \cdot \left( \frac{\delta_{H_2O}}{\gamma_{Lm}} \right)^{0,78} \cdot \left( \frac{\sigma_{H_2O}}{\sigma_{Lm}} \right)^n$$

$h_L$  = retention totale, en volume de liquide par unité de volume de colonne garnie.  $\rho_{Lm}$  = viscosité liquide en centipoise

$h_{H_2O}$  = retention totale dans le cas où le liquide est de l'eau

$n$  = exposant donné en fonction du débit de liquide. puisque nous ne disposons pas de données expérimentales sur le retention de l'eau par l'installation, nous la calculons à l'aide de la formule

$$h_{H_2O} = 0,0011 \left( \frac{L}{d_p} \right)^{0,6}$$

$L$  en  $Kg/m^2 \cdot h$  (débit liquide par unité de section droite)

$d_p$  en mm (diamètre de la sphère équivalente à un élément de garnissage)

si  $V_a$  = volume apparent occupé par  $N$  éléments du garnissage le volume réel  $V_r$  occupé par les  $N$  éléments sera:

$$V_r = (1 - \epsilon) V_a \text{ si nous considérons } L_0 \text{ particule comme un élément sphérique, elle occupe le volume } \frac{\pi d_p^3}{6}$$

pour  $N$  particules on a : 
$$\frac{N \cdot \pi \cdot d_p^3}{6} = (1 - \epsilon) V_a$$

si  $V_a = 1m^3$  (volume de la colonne garnie) alors

$N$  = nombre d'éléments par  $m^3$  et  $d_p = \left[ \frac{6(1-\epsilon)}{N\pi} \right]^{1/3}$  exprimé en mètre.

$d_p = 0,012$  m et  $H_{H_2O} = 0,0338$  m<sup>3</sup> d'eau/m<sup>3</sup> garnie.

enfin  $h_L = 0,0336$  m<sup>3</sup> de liquide/m<sup>3</sup> garnie

soit  $h_L = 33$  cm<sup>3</sup> de liquide avec  $\sigma_{H_2O} = 28,1$  dy/cm

$\sigma = 19$  dyne/cm et  $n = 0,46$

.../...

II. 1-2 Système Ethanol - Eau

1) Conditions d'Engorgement.

\* Vitesse de la phase vapeur à l'engorgement limité

$$U_p = 0,82 \text{ m/s} \quad (B = 0,038 \quad A = 0,18); \quad U_v = 0,41 \text{ m/s}$$

\* Débit vapeur et liquide

$$V_{\max} = 0,725 \text{ m}^3/\text{h} = 1,26 \text{ Kg/h} \quad L_{\max} = V_{\max} = 35,6 \text{ moles/h}$$

$$L_{\max} = 1,23 \text{ l/h} = 2169,8 \text{ Kg/h} \text{ m}^2 \text{ de section droite}$$

2) Perte de charge.

$$\Delta P = 3360 \text{ mmHg/mètre de hauteur garnie}$$

Pour les 2 mètres garnis, nous aurons une perte de charge totale = 0,0088 atm

3) Retention.

$$h_{H_2O} = 0,02487 \text{ m}^3 \text{ d'eau/m}^3 \text{ garnie}$$

$$h_L = 0,02837 \text{ m}^3 \text{ de liquide/m}^3 \text{ garnie}$$

$$h_L = 28 \text{ cm}^3 \quad \sigma_{H_2O} = 27,29 \text{ dyne/cm} \quad \sigma = 20,2 \text{ dyne/cm}$$

$$\nu = 0,48$$

II.2 Efficacité de la colonne.

II. 2-1 Système ccl - C<sub>6</sub> H<sub>6</sub>

a) Calcul de (HUT)<sub>ov</sub>

\* Le coefficient de diffusivité D = 0,0456 cm<sup>2</sup>/s

\* Scv = 0,58

$$\frac{de \cdot G}{\rho_v \cdot \varepsilon} = 1038,84 \text{ avec } de = \frac{4 \varepsilon}{a}$$

$$(h u t)_v = \frac{1}{C} \cdot \frac{\varepsilon}{\sigma} \cdot \left( \frac{de \cdot G}{\rho_v \cdot \varepsilon} \right)^{0,25} \cdot \left( \frac{\rho_v}{D \cdot \gamma_v} \right)^{0,67} \text{ formule de Pratt [33]}$$

a est la surface spécifique du garnissage supposé totalement mouillé = surface spécifique du garnissage selon les tableaux.

de = le diamètre équivalent du garnissage, qui représente le diamètre moyen des canaux où le gaz circule.

.../...

c : constante sans dimensions dont la valeur est 0,125 pour les anneaux en vrac.

Toutes les unités sont exprimées en C.G.S. et nous obtenons  $(hut)_v = 5,44 \text{ cm}$ ; nous ne saurions nous fier à cette valeur car nous devons prendre en considération le mouillage du garnissage qui n'a jamais été total. Soit à la surface spécifique effectivement mouillée du garnissage.

$\frac{a'}{a}$  est alors la fraction mouillée.  
un abaque [37] nous donne  $\frac{a'}{a} = f\left(\frac{\lambda}{\lambda_m}\right)$  pour divers procédés.

$\lambda_m$  est le débit périphérique minimum assurant le mouillage en (l/h.m) et  $\lambda$  le débit périphérique.

Dans le cas de la distillation  $55 \leq \lambda_m \leq 65$

$$\lambda = \frac{\text{Débit liquide par unité de surface de section droite}}{\text{Surface spécifique du garnissage}}$$

$$\lambda = \frac{L}{A \cdot \gamma_{Lm} \cdot a} = 8,91 \text{ l/h.m}$$

$\frac{\lambda}{\lambda_m} = \frac{8,91}{65} = 0,135$  (nous choisissons la plus grande valeur de  $\lambda_m$  car c'est le cas le plus défavorable ceci permet d'obtenir une bonne marge de sécurité).

En nous reportant à l'abaque, nous lisons

$$\frac{a'}{a} = 0,135 \text{ on a alors } (HUT)_v = \frac{(hut)_v}{a'} \cdot a$$

$$(HUT)_v = 40 \text{ cm}$$

or  $(HUT)_{ov} = (HUT)_v + m \cdot \frac{G'}{L'} (HUT)_L$

$G'$  et  $L'$  sont les débits molaires des 2 phases (vapeur et liquide)  $m$  est la pente de la courbe d'équilibre. Dans notre cas la courbe d'équilibre est assimilable à deux droites de pentes:

$$m_1 = 1,11 \quad \text{et} \quad m_2 = 0,95 \Rightarrow m = \frac{m_1 + m_2}{2} = 1,03$$

$$(HUT)_{ov} = 40 + 1,03 \cdot 3 \quad ; \quad (HUT)_{ov} = 43 \text{ cm}$$

Le tableau ci-dessous nous indique le  $(HUT)_L$

.../...

\* Valeurs approximatives de  $(HUT)_L$  en fonction de la dimension du garnissage [37].

$\delta$ (mm)	12,5	25	35
$(HUT)_L$ (m)	0,03	0,10	0,12

valable pour  $\frac{L}{G}$  voisin de l'unité avec absence de réaction chimique.

b) Calcul du (NUT) réalisable

$$(NUT)_{\text{Réalisable}} = \frac{200}{43} = 4,65$$

De plus nous constatons comme pour tous les binaires à séparation difficile que  $m \approx 1$  = pente de la droite opératoire donc  
 $HEPT = (HUT)_{ov}$  ; la rectification du système  $ccl_4 - C_6H_6$  se fera alors dans la colonne de 2m de hauteur garnie d'anneaux de Raschig de dimension 1/2 inch de la concentration molaire 0,15 à 0,3.

II. 2-2 Système Ethanol-eau.

a) calcul de  $(HUT)_{ov}$

$$D = 0,187 \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$Sc_v = 0,345$$

$$\frac{de \cdot G}{2 \cdot \epsilon} = 686,4$$

$$(hut)_v = 3,47 \text{ cmv}$$

$$\lambda = 5,86 \text{ l/h} \quad , \quad \frac{\lambda}{\lambda_m} = 0,09$$

$$d'où \frac{a'}{a} = 0,09 \Rightarrow (HUT)_v = 38,48 \text{ cm}$$

$$(HUT)_L = A \cdot \left(\frac{L}{2 \text{ cm}}\right)^{0,25} \cdot \left(\frac{2 \text{ cm}}{\delta \cdot \text{cm} \cdot D_L}\right)^{0,5} \quad [33]$$

formule de Sherwood et Holloway. toutes les unités sont exprimées en C.G.S.  $A = 0,08$

\*  $D_L$  = diffusité en phase liquide =  $6,16 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$

\*  $Sc_L = 68,95$

.../...

$$\begin{aligned}(\text{HUT})_L &= 1,34 \text{ cm} \\ (\text{HUT})_{\text{ov}} &= (\text{HUT})_v + m \frac{G'}{L'} \cdot (\text{HUT})_L\end{aligned}$$

$$\frac{G'}{L'} = 1 \text{ (reflux total)}$$

$m = 1,5$  (c'est la moyenne des pentes obtenues de la courbe d'équilibre sectionnée en petits segments de droite).

$$(\text{HUT})_{\text{ov}} = 40 \text{ cm}$$

b) (NUT) Réalisable  $\frac{200}{40}$

(NUT) Réalisable  $= \frac{200}{40} = 5$ ; en nous référant à la courbe de (NUT) nous obtenons un nombre de 4 plateaux théoriques, d'où HEPT = 50 cm. Ceci nous permet de distiller le binaire Ethanol-Eau de la concentration 0,055 en éthanol au bouilleur à la concentration 0,75 en tête de colonne.

### II. 3 Puissance des Echangeurs.

\* Système  $\text{ccl}_4 - \text{C}_6 \text{H}_6$

au bouilleur nous devons obtenir 1,8 Kg/h de vapeur.

\* Système Ethanol-Eau

$$\text{Débit de vapeur nécessaire} = 1,26 \text{ Kg/h}$$

Les deux systèmes pourront largement être distillés à l'aide des échangeurs dimensionnés pour la colonne à Paroi mouillée. Ceci est assez évident car le débit vapeur est important dans la colonne à paroi mouillée (vitesses d'engorgement assez élevées).

#### II. 4. Distributeur et Redistributeur de liquide.

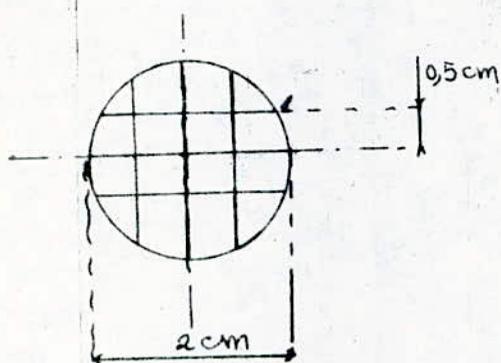
##### a) Distributeur (en tête de la colonne).

Nous avons une colonne relativement petite. Il nous sera difficile, voire impossible de trouver par les calculs un distributeur réalisable selon les moyens dont nous disposons. N'oublions pas qu'il faut que le distributeur soit en mesure de laisser passer la vapeur et le liquide dans une proportion voisine de celle de leurs masses volumiques respectives. Pour permettre une distribution acceptable de la phase liquide, nous proposons ceci: un empilement d'anneaux Raschig de dimension  $\frac{5}{16}$  di en 10 couches ordonnées comportant en tout 37 éléments (voir schéma à la page suivante). Le support sera une grille de 20 mm de diamètre. Ce distributeur servira également de section calmante. Dans ce cas les garnissages utilisés doivent être de dimension inférieure à di (l'exemple choisi: anneau Raschig  $\frac{1}{2}$  inch pour les calculs de la colonne est tout juste à titre indicatif).

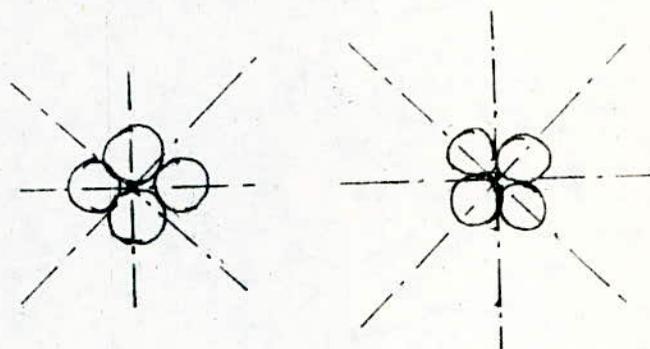
##### b) Redistributeur de liquide.

Il sera fait d'un simple tronc de cône soudé à l'intérieur de la paroi.

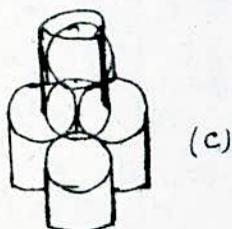
Figures II-4 Distributeur et Redistributeur de Liquide



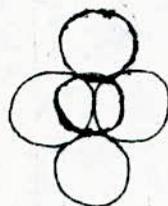
Support du Distributeur  
(grille en fil de fer quadrillé)  
(a)



Disposition de 2 couches d'anneaux  
successives  
(b)



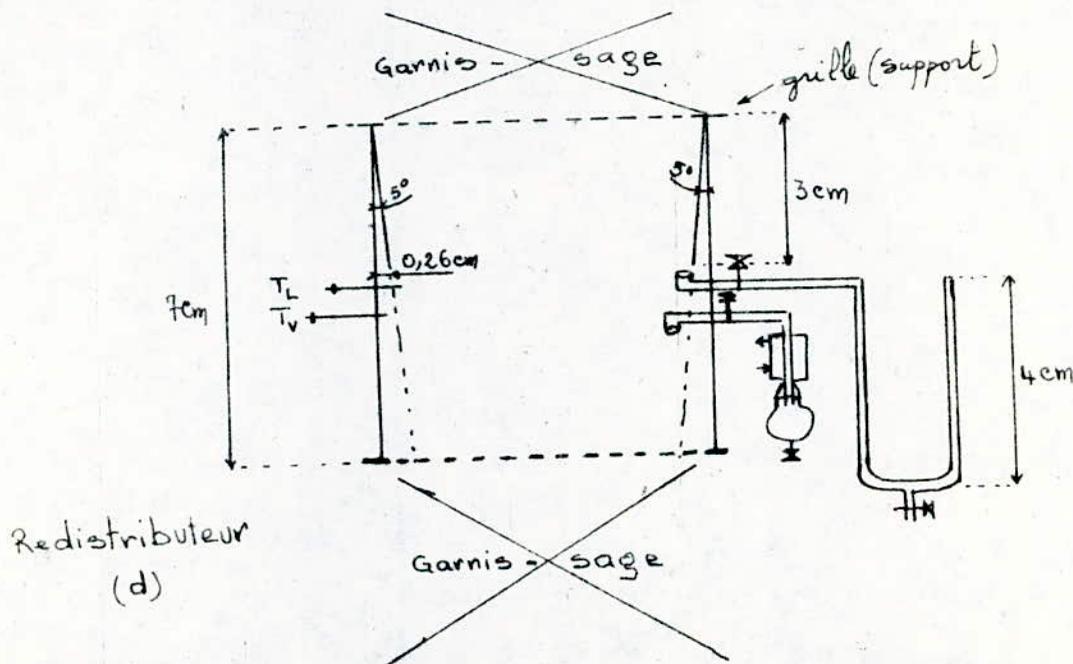
(c)



← Vue de dessus

Présentation des 2 dernières Couches Supérieures du Distributeur.

Notons bien que le distributeur sera haut de 8 cm grâce à un empilement d'anneaux Raschig de 8 mm selon 9 couches de 4 éléments chacune et une couche formée d'un seul élément.



Redistributeur  
(d)

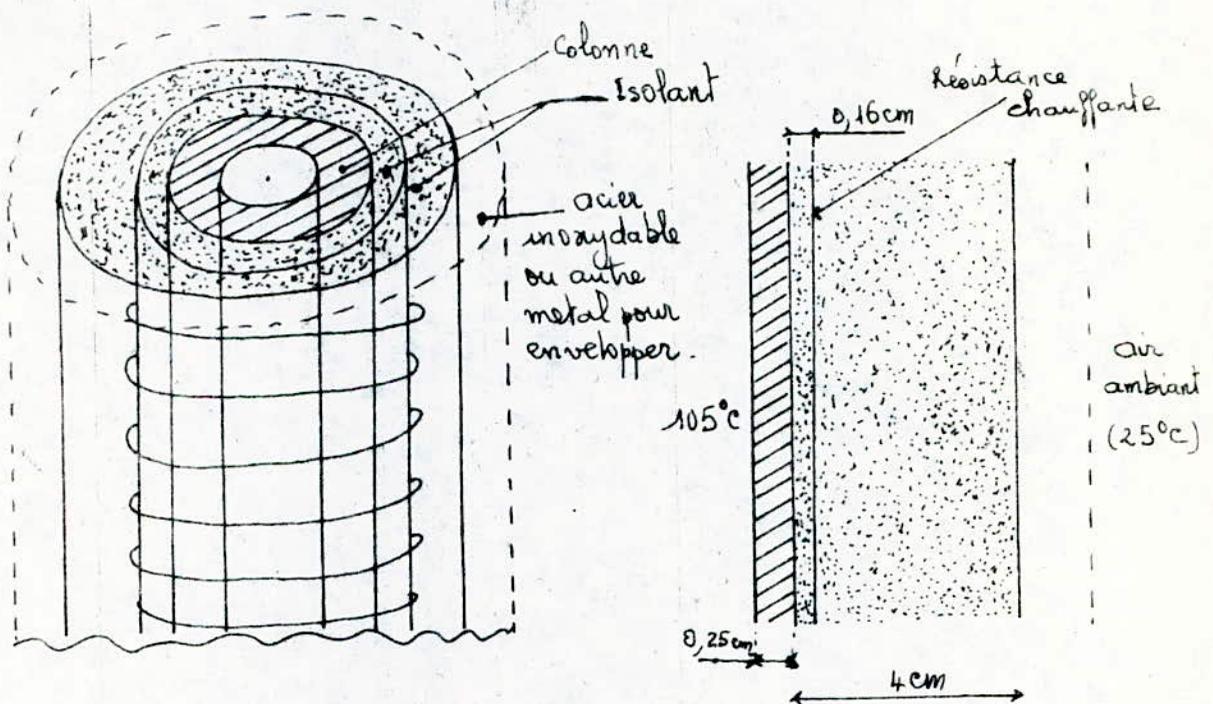
## II.5. DISPOSITIF REFRACTAIRE (figure II-5)

Le dispositif que nous allons prévoir va non seulement servir à calorifuger la colonne mais va permettre également à l'aide d'une résistance chauffante, <sup>de</sup> compenser les pertes thermiques ou bien d'augmenter le taux de vaporisation. L'isolant utilisé est la laine de verre fine; tout ceci sera enveloppé dans un tube cylindrique en acier inoxydable. Pour les calculs, les hypothèses de base sont:

- température à l'intérieur de la colonne est pratiquement égale à celle de la paroi
- régime permanent atteint
- les produits séparés ont des températures de vaporisation oscillant entre  $60^{\circ} \text{C}$  et  $105^{\circ} \text{C}$ .

Nous obtenons avec 4cm de laine de verre, pour le cas échéant une perte théorique de 12,6 Watt. Pour la résistance chauffante le matériau dont elle sera faite doit être judicieusement choisi de façon à la porter à une température variant de 0 à  $150^{\circ} \text{C}$  au moins pourvu que la puissance de chauffage additionnelle n'excède pas les 20% de celle du bouilleur.

Figures II-5 : Revêtement Réfractaire



Le calcul du revêtement réfractaire a été fait pour les binaires dont la température moyenne de vaporisation ne dépasse pas 105°C. L'isolant utilisé est la laine de verre de conductivité  $d_1 = 0,064 \text{ kcal/h.m.}^\circ\text{C}$ . Quant à la colonne elle-même,  $d = 14 \text{ kcal/h.m.}^\circ\text{C}$  (car c'est en acier inoxydable). Pour l'air ambiant nous avons pris  $h_{\text{air}} = 10 \text{ kcal/h.m}^2\text{.}^\circ\text{C}$  (coefficient de transfert de chaleur par convection)

## II.6. ECHANTILLONNAGE (voir annexe 3 pour schéma).

Pour calculer les dispositifs nécessaires à cette fin, nous devons tenir compte des pertes de charge.

\* Au bouilleur.

Il faut: 10cm du système  $\text{Ccl}_4 - \text{C}_6\text{H}_6$  ou 8cm de hauteur pour le binaire Eau-Ethanol pour compenser les fluctuations dues à la perte de charge à la prise d'essai du liquide. (colonne garnie).

Concernant la colonne à Paroi mouillée, la fluctuation est de l'ordre de quelques millimètres. Nous garderons alors à ce niveau de l'installation un tube en U de hauteur 8 cm et de rayon de courbure égal au moins à 2 fois son diamètre intérieur. (ceci nous permet de minimiser la perte de charge singulière introduite par la courbure).

\* Section Calmante (pour vapeur).

Cette zone ne contient pas d'éléments de remplissage quelque soit le type de colonne; elle est sensiblement à la même charge que le bouilleur. La vapeur sera prélevée à l'aide d'un petit tube en forme de pipe <sup>muni</sup> d'un réfrigérant. Pour le liquide, il sera drainé du bas de la section efficace jusqu'au bouilleur et parallèlement nous devons pouvoir prélever des échantillons. Il faut alors que  $P_3 \gg P_1 \gg P_2$  (voir annexe 3 pour schéma). Nous réservons à cette section calmante 40 cm de hauteur (20% de la hauteur totale efficace).

\* En tête de la colonne et au centre (pour la colonne garnie), l'échantillonnage se fera comme dit plus haut. De plus intéressantes précisions seront données sur les schémas.

### CONCLUSION:

Du calcul de l'appareillage, nous tirons plusieurs enseignements. En effet pour réaliser l'avant projet d'une installation de rectification, plusieurs facteurs doivent être pris en compte mais *la diversité de ces facteurs est à la base* de diverses corrélations empiriques qui introduisent des écarts par rapport aux résultats réels. Les deux binaires choisis pour les calculs se différencient selon leurs propriétés physiques, pour l'un la pente de la courbe d'équilibre varie largement (ethanol-eau) et pour l'autre elle est pratiquement constante <sup>et</sup> est très proche de l'unité.

Quant aux colonnes, elles ont chacune leurs particularités; la colonne à paroi mouillée, par sa simplicité offre des débits vapeurs assez élevés avec des pertes de charge beaucoup plus faibles que celles de son homologue à garnissage. L'efficacité de séparation de la colonne à film tombant n'est pas aussi bonne que celle qui est garnie, à dimensions égales pour cause d'une surface spécifique beaucoup plus réduite; néanmoins elle se prête assez bien à l'étude du phénomène d'échange de matière.

Le mouillage de la paroi ou des éléments de garnissage de la colonne est très important dans le dimensionnement de la tour, il a fait l'objet de recherches mais c'est bien encore une source certaine d'écart entre théorie et pratique. Le tableau qui suit nous indique l'influence du mouillage sur la  $(HUT)_{ov}$ .

$(HUT)_{ov}$	MOUILLAGE IDEAL (garnissage supposé mouillé)	MOUILLAGE REEL (fraction mouillée)
Eau-Ethanol	7 cm	40 cm
$Ccl_4 - C_6H_6$	10,6 cm	43 cm

Dans certains cas pour augmenter le pouvoir de séparation, on ajoute des éléments tensio-actifs à faible quantité dans la colonne. L'installation ainsi calculée sera utile pour bons nombres de travaux au laboratoire dont nous citerons quelques exemples dans le chapitre suivant. Les produits corrosifs ne pourront pas être séparés du fait de leur agressivité de plus il est recommandé d'utiliser des garnissages de dimension  $1/8$  le diamètre de la colonne ceci donne HUT, HEPT, et pertes de charge assez réduites.

TROISIEME PARTIE

---

( ) QUELQUES EXEMPLES D'INTERET PRATIQUE DE L'INSTALLATION

---

La rectification est un domaine relevant de l'art du génie chimique qui a toujours fait l'objet de recherches en vue d'améliorer certains procédés de fabrication, certains appareils ou plus généralement dans l'optique de maîtriser les phénomènes qui ont lieu dans les tours de distillation et de les diriger. Notre installation sera alors très utile. Nous essaierons de citer sans trop analyser quelques possibilités principales d'utilisation pratique de celle-ci.

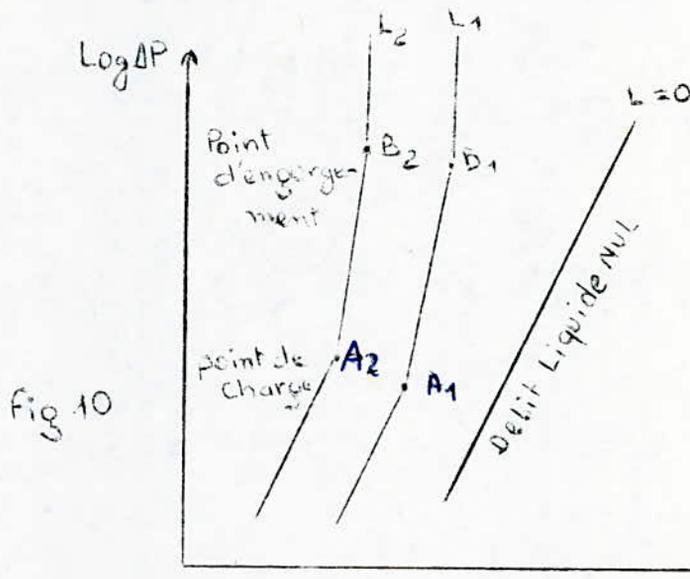
I) DISTILLATION / RECTIFICATION.

Nos calculs <sup>étant</sup> basés sur les binaires usuels figurant dans le fascicule assemblé par M. Jacek Amanowicz [39], l'installation conçue est en mesure de séparer bon nombres de mélanges. La séparation se fera certes mais son efficacité sera variable d'un mélange à l'autre pour cause de la volatilité relative. Si cette volatilité est proche de l'unité (c'est le cas du  $\text{CCl}_4 - \text{C}_6\text{H}_6$ ) la séparation est médiocre mais au cas où elle est supérieure à 1,5 elle devient assez raisonnable. Le fait de donner à l'installation la possibilité de fonctionner en continue ou en discontinue peut améliorer dans certains cas les résultats: - En continue on peut augmenter la pureté ~~du~~ <sup>du</sup> constituant désiré (on travaille en continue en général lorsque le produit clef existe dans le mélange mais en faible concentration) la distillation discontinue est beaucoup plus souple et permet de faire face à des circonstances très diverses avec le même appareillage. Nous mentionnons une fois de plus que les produits corrosifs ne pourront pas être traités et que la colonne à garnissage présente beaucoup plus d'atouts que son homologue à paroi mouillée pourvu que les dimensions du garnissage soient judicieusement choisies.

## II) RECHERCHES LABORATOIRES.

Ce paragraphe a beaucoup plus de mérites que le précédent qui ne peut être considéré que comme une utilisation accessoire de l'installation. Le but même de la conception est que l'installation serve pour diverses investigations Laboratoires dans le domaine de Rectification. Ces travaux sont destinés à comprendre les divers phénomènes qui prennent place dans la tour avec les facteurs qui les influencent.

### II-1 ) La Perte de charge.



Les pertes de charges sont très remarquables dans les installations à garnissage. Elles sont d'ailleurs liées à la vitesse d'échange de masse donc à l'efficacité de la surface du garnissage.

La mesure continue de la perte de charge n'est pas à négliger car toute variation de cette grandeur affecte le fonctionnement de la colonne. Notre installation nous permet bien de mesurer cette perte de charge (pression au bouilleur - Pression au condenseur)

Des études ont montré que ce facteur dépend aussi de la vitesse de la phase vapeur et très peu de celle du liquide (fig. 10- ci-dessus).

Pour faire des recherches dans ce sens, nous nous intéressons à la colonne garnie avec des éléments bien définis ensuite pour chaque valeur de débit gazeux enregistré nous notons la perte de charge correspondante ceci de façon à dépasser les conditions d'engorgement et nous pourrions suivre aussi visuellement l'évolution du système par les sections calmantes en verre. beaucoup d'autres résultats seront mis à notre disposition si nous faisons varier les paramètres : type de garnissage, dimension de garnissage, système utilisé.

## II -2) Retention Liquide - Phénomène de Surface.

### II-2.a. Retention Liquide.

Ce phénomène peut être mis en évidence dans les 2 types de colonne. Nous pouvons mesurer expérimentalement la retention statique; quant à la retention dynamique nous n'avons pas prévu un moyen pour la contrôler. Nous proposons la démarche suivante (valable pour la colonne en garnie):

- étalonnage de la colonne
- arrêt de l'Installation
- temps de pose (15 minutes environs) pour permettre aux dernières gouttes liquides de tomber en chute libre dans le bouilleur.
- à l'aide d'un récipient préalablement taré nous récupérons le contenu total de la colonne en garnissage.
- nous procédons à la triple pesée (l'ordre de grandeur du poids doit être le kilogramme)
- connaissant le poids du garnissage sec, nous déduisons la retention statique expérimentale
- comparaison avec la relation de Otake et Al.

(journal of chemical Engineering of Japan Vol 12, n° 5 - 1979)

$$h_s = 1,53 \times 10^{-4} \times d_p^{-1,20}$$

$d_p$  = dimension du garnissage (m)

$h_s$  = retention statique (m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)

Dans cette méthode, nous avons supposé<sup>que</sup> la quasi-totalité de la retention est localisée dans le garnissage (ceci veut dire aussi que l'effet de paroi est négligeable et que la distribution du liquide en tête est parfaite). Mais si l'on veut aller au delà de cette hypothèse, toujours dans le cadre expérimental, nous pouvons chauffer la paroi, faire évaporer les gouttelettes résiduaire, les condenser et les récupérer entièrement ainsi, nous allons vérifier la validité de cette hypothèse. Cette étude peut être effectuée sous plusieurs angles car retenons bien que l'influence de la retention sur la pureté du Distillat dépend de plusieurs paramètres (volatilité relative, titre de la charge, valeur de reflux, degré de séparation exigé, conditions de mise en régime: reflux total ou reflux fini).

## II- 2-b) Phénomènes de Surface.

Les phénomènes de surface ont lieu chaque fois que 2 phases sont mises en contact. Ils interviennent au niveau du mouillage du garnissage ou de la paroi et également au niveau du contact gaz-liquide (tension interfaciale) ces phénomènes modifient assez bien la cinétique de transfert.

## II-3) Texture du Garnissage.

La forme du garnissage, sa dimension, sa texture sont des paramètres qui peuvent tenir lieu de travaux pratiques. On peut aussi mettre au point des types donnés de garnissage et tester leur rôle sur le rendement de l'installation.

## II-4) Etudes des Transferts.

### II-4 a. Détermination de coefficient de transfert.

Cette étude est réalisable par la colonne à paroi mouillée avec une bonne pression. Parallèlement on peut tester l'appareil à l'aide de certains binaires dont on déterminera HUF, NUT.

### II-4 b. Transfert de chaleur et matière simultanés

Cette opération est délicate. Elle nécessite la possibilité d'échantillonnage à divers points de la colonne (les prises de températures se feront de concert).

### II-5 Modélisation

Pour mieux comprendre et améliorer même s'il le faut le fonctionnement de l'installation, on peut trouver un modèle mathématique ou physique qui pourra simuler le fonctionnement de cet engin.

-oOo- ( ( CONCLUSION -oOo-

-----

L'âge de la distillation, s'il nous est permis de faire de l'histoire ne date pas de notre siècle. En effet depuis le moyen âge si je ne m'y abuse, des tours de distillation aussi grossières soient-elles étaient utilisées pour la distillation de l'alcool et d'autres liqueurs. De nos jours, c'en est autre, nous causons en terme de Distillation/Rectification. La complexité des problèmes rencontrés en Industrie et l'avènement de la pétrochimie ont donné de l'importance aux phénomènes de transfert de matière; Pour ne faire cas que de la rectification, plusieurs types de tour sont mis au point. Ces réalisations ont eu du succès car elles ont permis de mieux cerner certains phénomènes physiques liés à la séparation des phases. Les recherches ont souvent eu lieu sur des installations laboratoires, semi-pilotes ou pilotes en continu ou en discontinu. Ces Installations offrent la singularité de présenter des écarts pratiques à la théorie faible et par ce fait se prêtent assez bien au développement des procédés grâce aux lois de la similitude. Celle que nous venons de concevoir, 200cm de hauteur efficace avec un diamètre intérieur de 2,5cm sera très utile pour les travaux pratiques au laboratoire et peut être utilisée à plusieurs fins de recherche. Nous avons fait d'une pierre deux coups et ainsi l'importance d'une telle installation ne fait que s'affirmer parcequ'elle peut fonctionner selon deux formes différentes de contact liquide-vapeur (paroi mouillée, garnissage).

Nous ne saurons quand même pas donner entière confiance à une telle réalisation car les calculs de l'installation sont régis par des relations généralement empiriques donc de validité limitée.

C'est bien un problème d'actualité puisque de nos jours des corrélations s'établissent. Le caractère complexe d'une telle entreprise est d'autant plus remarquable lorsqu'on sait que pour établir une relation décrivant fidèlement un phénomène physique on peut procéder par :

- Un modèle Mathématique
- Un modèle physique basé sur des lois de statistique.

Pour le premier on aboutit à des équations très complexes qui ne peuvent souvent que servir à des études théoriques car ne possèdent aucun support expérimental.

Pour le deuxième cas, nous devons partir de résultats expérimentaux pour établir le modèle or les correlations, même si elles sont normalisées, elles n'ont pas été faites pour toutes les tailles de colonnes imaginables. Ce caractère très subtil des phénomènes de transfert est lié au fait qu'ils sont influencés par un nombre important de paramètre (agitation moléculaire, hydrodynamique: transport de matière par convection et création d'une aire interfaciale plus ou moins importante par division de l'une des phases, l'effet Marangoni la Perte de charge.....)

Pour la continuation éventuelle de ce projet nous souhaitons qu'une étude économique visant à minimiser les dépenses d'investissement et d'exploitation soit faite avant de passer à l'étape de la construction.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] Aiche Symposium (1980) 76 (192) p. 11-15
- [2] Absorption, Distillation and Cooling Towers  
W. S. NORMAN (1962) Impression Longmans
- [3] Bases du Genie Chimique  
B. Claudel  
J. Andrieu (1977) Edition Eyrolles.  
M. Otterbein
- [4] Canadian Journal of Chemical Engineering (1981) 59 (5)
- [5] Chem. Eng. Progr. (1980) 76 (41) p. ~~63-78~~ <sup>P. 606-615</sup>  
M. J. Dolan and R. F. Strigle
- [6] Chem. Eng. Progr. (1981) 77 (1) p. 63-69  
D. W. Weiler, R. D. Kirkpatrick and M. J. Lockett
- [7] Chem. Eng. Progr. (U.S.A.) (1980) 76 (8) p. 68-71  
R. M. Stephenson and T. F. Anderson
- [8] Chem. Eng. Progr. (1980) 76 (11) p. 78-83
- [9] Chem. Eng. Progr. (1979) 75 (5) p. 68-71 M. S. Kuk
- [10] Chem. Eng. Progr. (1979) 75 (3) p. 86-91
- [11] Chem. Eng. Progr. (1977) 73 (11) p. 71
- [12] Chem. Eng. Handbook Perry
- [13] Chem. Eng. Sci. (1980) 35 (5) p. 1163-1169  
p. 1171-1177  
Y. Gaston Bonhomme, J. L. Chevalier, G. Cunin
- [14] Chem. Eng. Sci. (G. B. R.) 1979 34 (6) p. 861-866
- [15] Chem. Eng. Sci. (1979) 34 (8) p. 1007-1018
- [16] Chem. Eng. Sci. (1980) 35 (3) p. 743-745
- [17] Chem. Eng. Sci. (G. B. R.) 1979 34 (5) p. 733-739  
Mahmoud M. Dribika, Orville C. Sandall
- [18] Chem. Eng. Sci. (GBR) 1980 35 (5) p. 1163-1169
- [19] Chem. Eng. Sci. 1978 33 (3) p. 733
- [20] Chem. Eng. Sci. (1978) 33 (1) p. 1-8, p. 71-76; p. 77-82

- [21] La Distillation dans L'Industrie du Pétrole  
P. WUTHIER (1973) Edition TECHNIP
- [22] Fra. (1980) 185 p. - pl. 30cm Bibl. (6p.)
- [23] Fra. (1979) 144 p. - pl. 30cm Bibl. (76 ref.)
- [24] Hydraulique Générale et Appliquée  
M. Carlier Edition Eyrolles (1972)
- [25] Hydrocarbon Processing (1981) 2 p. 99 et p. 103
- [26] Hydrocarbon Processing (1979) 2
- [27] Intech. USA (1980) 27 (8) p. 41-44
- [28] International Chemical Engineering (1982) 22 (2) p. 309-318
- [29] Kolb 80 p. 553, 852, 860
- [30] Mass transfer Operations  
TREYBAL (1968) Edit: Mc Graw Hill
- [31] Mécanique Expérimentale des Fluides  
R. Comolet t.I (1961)  
t.II (1963) Edition Masson et C<sup>ie</sup>  
t.III (1964)
- [32] Momentum, Heat and Mass Transfer  
BENNET and MYER ed. Mc. Graw Hill
- [33] Le Pétrole, Raffinage et Génie Chimique (t.I et t.II)  
WUTHIER P. (1972) Edition TECHNIP.
- [34] Pilot Plants, D 6072 Dreieich p. 63; 64; 50
- [35] Plan Design and Economics for Chemical Engineering  
(Chemical Engineering Series)  
Peters and Timmerhaus Edition: Mc Graw Hill (1968)
- [36] Problèmes Résolus de Génie Chimique  
Guy Lawrence Edition Eyrolles (1975)
- [37] Les Procédés de rectification dans l'industrie chimique  
A. Paris Edition Dunod (1958)
- [38] Prolabo 78RL p. 120-122
- [39] Tableaux des Valeurs Pour les calculs des Procédés de transfert  
de matière. M. Jacek Amanowicz E.N.P.A.
- [40] TCOR. OSN. HIM. TCH. ISSN 0040-3571 SON (1980) 14 (5) p. 650-658
- [41] Transfert de matière, Efficacité des opérations de Séparation  
du Génie Chimique. D. Defives et A. Rojey. Edition Technip  
(1976)
- [42] Transmission de la chaleur et thermodynamique  
F. Kreith Masson et C<sup>ie</sup> Editeurs (1967)
- [43] Z. Prikl. him. Issn. 0044-4618, Sun. (1981) 54 (3)

# ANNEXE 1

\* Corrélation Pour Prédire Les Tensions Superficielles

$$\sigma = \left[ \frac{(P) \cdot (P_L - P_V)}{M} \right]^4 \quad \left. \vphantom{\sigma} \right\} \Rightarrow \sigma = \left[ \frac{(P) \cdot P_L}{M} \right]^4$$

$P_V \ll P_L$  pour de fortes températures.

(P) est le parachor du produit, il est calculé selon les contributions suivantes:

C	.....	4,8	
H lié à C	.....	11,3	
H lié à C	.....	17,1	
O (hydroxyl, ether)	.....	20	
O (carboxyl)	.....	43,2	} Double liaison comprise
O <sub>2</sub> (ether, acide)	.....	60,0	
Cl	.....	54,3	
Cycle formé de 3 atomes	.....	16,7	(3-membered ring)
Cycle formé de 4 atomes	.....	11,6	(4 .....
Cycle formé de 5 atomes	.....	8,5	(5 .....
Cycle formé de 6 atomes	.....	6,1	(6 .....
Double liaison	.....	23,2	(Double bond)
Triple liaison	.....	46,6	(triple bond)

La tension superficielle du mélange  $\sigma_m$  sera calculée de la façon suivante:

$$\sigma_m = \left[ \frac{(P)_m \cdot P_{Lm}}{M_m} \right]^4 \quad \text{avec} \quad (P)_m = \sum x_i (P)_i \quad P_{Lm} = \sum P_i x_i$$

$$M_m = \sum x_i M_i$$

exemple: Calcul de  $\sigma_{C_6H_6}$  (à t°C)

6C	.....	6 x 4,8 = 28,8	} $\Rightarrow (P)_{C_6H_6} = 207,1$
6H liés à C	.....	6 x 17,1 = 102,6	
3 doubles liaisons	.....	3 x 23,2 = 69,6	
1 cycle formé de 6 éléments	.....	1 x 6,1 = 6,1	

$$M_{C_6H_6} = 78,11 \text{ g} \quad \sigma_{C_6H_6} (\text{à t}^\circ\text{C}) = 49,418 \times P_{C_6H_6}^4 (\text{à t}^\circ\text{C})$$

$$\text{à } 20^\circ\text{C on a } \rho_{C_6H_6} = 0,879 \text{ g/cm}^3 \Rightarrow \sigma_{C_6H_6} (20^\circ\text{C}) = 29,5 \text{ dyne/cm}$$

\* Détermination de la Diffusivité de Mélanges Liquides (Relation de VIGNE Modifiée)

$$D_L = D_{AB} = \frac{1}{\bar{\eta}} \left[ \left( \frac{D_{AB}^0 \cdot \bar{\eta}_B}{\bar{\eta}_B} \right) \bar{x}_B + \left( \frac{D_{BA}^0 \cdot \bar{\eta}_A}{\bar{\eta}_A} \right) \bar{x}_A \right]$$

$D_{AB}^0$  et  $D_{BA}^0$  sont les diffusivités de A dans B à dilution infinie et réciproquement (selon la formule de Wilke)

$\bar{\eta}_A$ ,  $\bar{\eta}_B$  sont les viscosités moyennes en centipoise de A et B prises à la température moyenne.

$\bar{x}_A$ ,  $\bar{x}_B$  les concentrations moyennes.  $\bar{\eta}_{Lm}$  est la viscosité moyenne du mélange liquide.

Exemples :

• Eau - Ethanol

Ethanol - Eau (l'eau est le solvant)

$$D_{AB}^0 = 7,4 \times 10^{-8} \times \frac{(X \times M_B)^{0,5} \times T}{V_A^{0,6} \times \eta_B} \quad X \text{ est le coefficient d'association du solvant} = 2,6 \text{ (eau)}$$

$M_B$  est la masse molaire du solvant (l'indice B est mis pour le solvant et A pour le soluté) ;  $V_A$  volume molaire à température d'ébullition normale du soluté ;  $\eta_B$  viscosité moyenne du solvant.

$$D_{AB}^0 = 7,4 \times 10^{-8} \times \frac{(2,6 \times 18)^{0,5} \times 361,8}{(62,56)^{0,6} \times 0,3265} = 4,7 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$$

Eau - Ethanol (l'ethanol est le solvant)

$$D_{AB}^0 = 7,4 \times 10^{-8} \times \frac{(1,5 \times 46,07)^{0,5} \times 361,8}{(18,78)^{0,6} \times 0,4095} = 9,35 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$$

$X = 1,5$  pour l'Ethanol.

$$D_L = D_{AB} = \frac{1}{0,367} \times \left[ (4,7 \times 0,3265 \times 10^{-5})^{0,516} \times (9,35 \times 0,4095 \times 10^{-5})^{0,425} \right]$$

$$D_L = 6,16 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$$

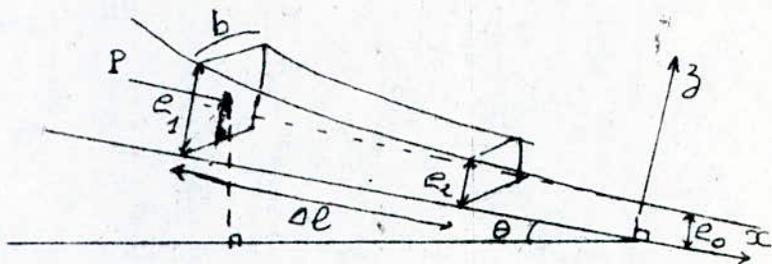
•  $\text{CCl}_4 - \text{C}_6\text{H}_6$

La même méthode nous donne  $D_L = 4,17 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$

## ANNEXE 2

\* Détermination de la distance nécessaire à parcourir par un fluide pour atteindre le régime d'écoulement uniforme ( $e \approx e_0 = \text{constante}$ )

Hypothèses: Accélération faible  $\Rightarrow$  section transversale plane - Mouvement unidimensionnel et rectiligne.



$$\bar{U} = \frac{e^2}{3} \frac{\rho g \sin \theta}{\mu} \quad (\text{vitesse moyenne}) \quad \text{posons } U' = \frac{U}{\bar{U}} \text{ et } \eta' = \frac{z}{e} \text{ donc}$$

$$U = \frac{\rho g \sin \theta}{\mu} (e z - \frac{1}{2} z^2) \quad \text{soit } \beta \text{ le coefficient de quantité de mouvement}$$

$$\beta = \int_0^e \frac{U^2}{\bar{U}^3} dz = \int_0^e (e z - \frac{1}{2} z^2)^2 dz / \frac{e^5}{9} = 1,2$$

L'équation de quantité de mouvement appliquée à l'élément de fluide sera:

$$\Delta P + G' - T = \rho w (\beta u_2 - \beta u_1) \quad (\text{projection sur l'axe } x)$$

$\Delta P$  = force de pression;  $G'$  (projection du poids);  $T$  (contrainte tangentielle)

$w$  = débit par unité de largeur du fluide.

$$P = S \cdot p_0 = e \cdot b \left( \frac{e}{2} \cos \theta \right) \rho g \quad (P_0 \text{ est la pression exercée sur la section } S)$$

$$\Delta P = dP \cdot dx = \rho g \cos \theta \cdot e \cdot de \cdot b \cdot dx \quad G' = G \sin \theta = \rho g \sin \theta \cdot e \cdot b \cdot dx$$

$$dz = e d\eta' \Rightarrow \frac{\partial U}{\partial z} = \frac{\bar{U}}{e} \cdot \frac{\partial U'}{\partial \eta'} = \frac{\bar{U}}{e} (3 - 3\eta'^2) \Big|_{z=0} \quad \bar{U} = \frac{w}{e}; \quad e_0 = \frac{3\mu \cdot w}{e^2}$$

$$\text{donc } T = \frac{3\mu w}{e} \cdot b \cdot dx \quad Q = w \cdot b \text{ et } \beta = 1,2$$

$$u_2 - u_1 = \frac{d\bar{U}}{dx} \cdot dx = -\frac{w}{e^2} \cdot de \cdot dx \quad \text{car } \bar{U} = \frac{w}{e} \text{ donc}$$

$$\rho g \cos \theta \cdot e \cdot de + \rho g \sin \theta \cdot e - \frac{3\mu w}{e^2} = \rho w \cdot \beta \left( -\frac{w}{e^2} \right) \frac{de}{dx} \Leftrightarrow$$

$$\int_{e_1}^{e_2} \frac{g \cos \theta \cdot e^2 + \beta w^2}{3\mu w - g \sin \theta \cdot e^2} \cdot de = \int_0^x dx; \quad \text{posons } A = \frac{g \cos \theta}{g \sin \theta} = \text{ctg } \theta; \quad B = \frac{\beta \cdot w^2}{g \sin \theta}$$

$$a^2 = \frac{3\mu w}{g \sin \theta} = e_0^2 \quad (\text{écoulement uniforme})$$

$$(1) \int \frac{AX^2+B}{a^2-X^2} dx = A \int \frac{x^2 dx}{a^2-x^2} + B \int \frac{dx}{a^2-x^2}; \quad (2) \int \frac{x^2 dx}{a^2-x^2} = -x + a^2 \int \frac{dx}{a^2-x^2} \quad d'ici$$

$$(1) = -AX + (Aa^2+B) \int \frac{dx}{a^2-x^2}; \quad (3) \int \frac{dx}{a^2-x^2} = -\frac{1}{2a^2} \ln \frac{(a-x)^2}{(1+x)^2} + \frac{1}{a^2 \sqrt{3}} \text{arctg } \frac{2x+a}{a\sqrt{3}}$$

soit  $\rho = \frac{e}{e_0} = \frac{x}{a}$  (épaisseur relative)

$$(1) = -A a \rho + (A a + \frac{B}{a^2}) \left[ -\frac{1}{6} \ln \frac{(1-\rho)^2}{(1+\rho)^2} + \frac{1}{\sqrt{3}} \text{arctg } \frac{2\rho+1}{\sqrt{3}} \right]$$

posons  $\phi(\eta) = \frac{1}{6} \ln \frac{1+\eta+\eta^2}{(1-\eta)^2} + \frac{1}{\sqrt{3}} \operatorname{arctg} \frac{2\eta+1}{\sqrt{3}}$

$$x = \left[ -\operatorname{ctg} \theta \cdot E_0 \cdot \eta + \left( \operatorname{ctg} \theta \cdot a + \frac{\beta \cdot \omega^2}{g \sin \theta \cdot E_0^2} \right) \cdot \phi \right]_{\eta_1}^{\eta_2}$$

$$E_0^3 = \frac{3\omega^2}{g \sin \theta} \text{ donc } \frac{\beta \cdot \omega^2}{g \sin \theta \cdot E_0^3} \cdot E_0 = \frac{\beta \cdot \omega^2}{g \sin \theta \cdot E_0^2} = \frac{\beta \omega E_0}{3\omega^2}$$

$$\text{donc } \frac{x \operatorname{tg} \theta}{E_0} = \left[ -\eta + \left( a + \frac{\beta \omega \cdot \operatorname{tg} \theta}{3V} \right) \phi \right]_{\eta_1}^{\eta_2}$$

posons  $\operatorname{tg} \theta = i$  et  $x = \xi E_0 \Rightarrow i \Delta \xi = -\Delta \eta + \left( a + \frac{\beta \omega}{3V} \right) \Delta \phi$

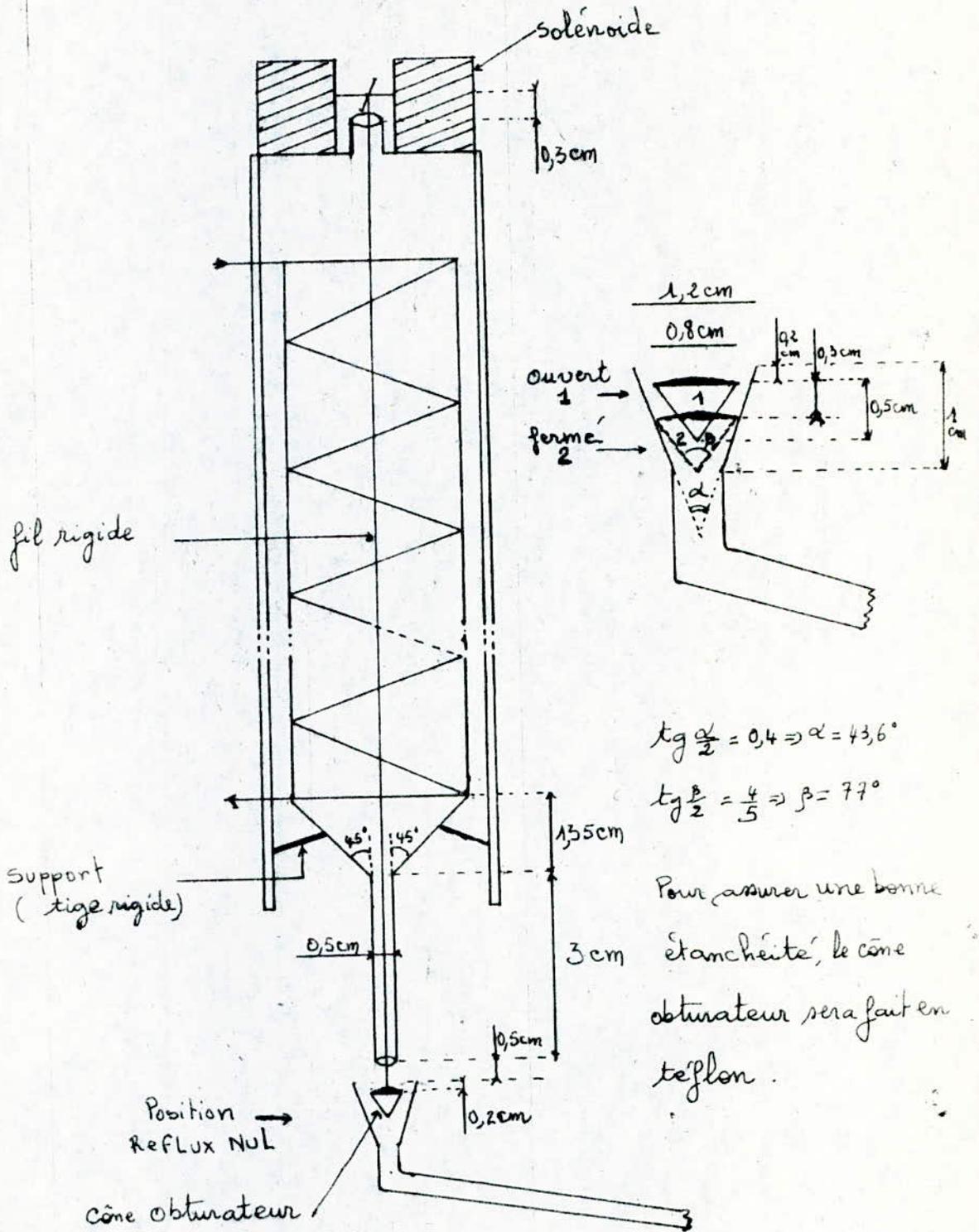
le cas de la Paroi Verticale:

$$\Delta \xi = -\frac{\Delta \eta}{i} + \left( \frac{a}{i} + \frac{\beta \omega}{3V} \right) \cdot \Delta \phi \text{ avec } i = \infty$$

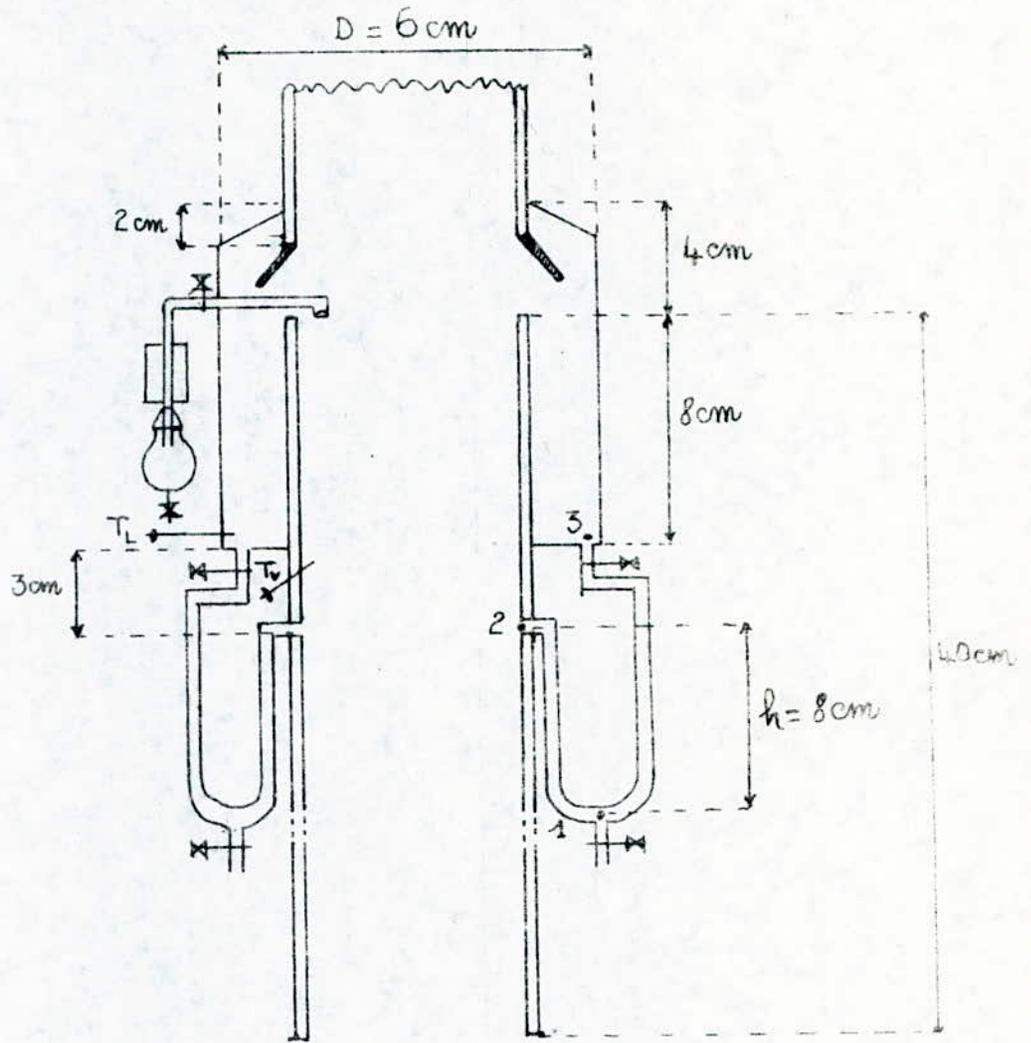
$$\Delta \xi = \frac{\beta \omega}{3V} \cdot \Delta \phi \quad \left( \Delta \xi = \frac{\Delta P}{E_0} = \frac{\Delta X}{E_0} \right)$$

# Annexe 3

## 1) Système de Régulation de Reflux.

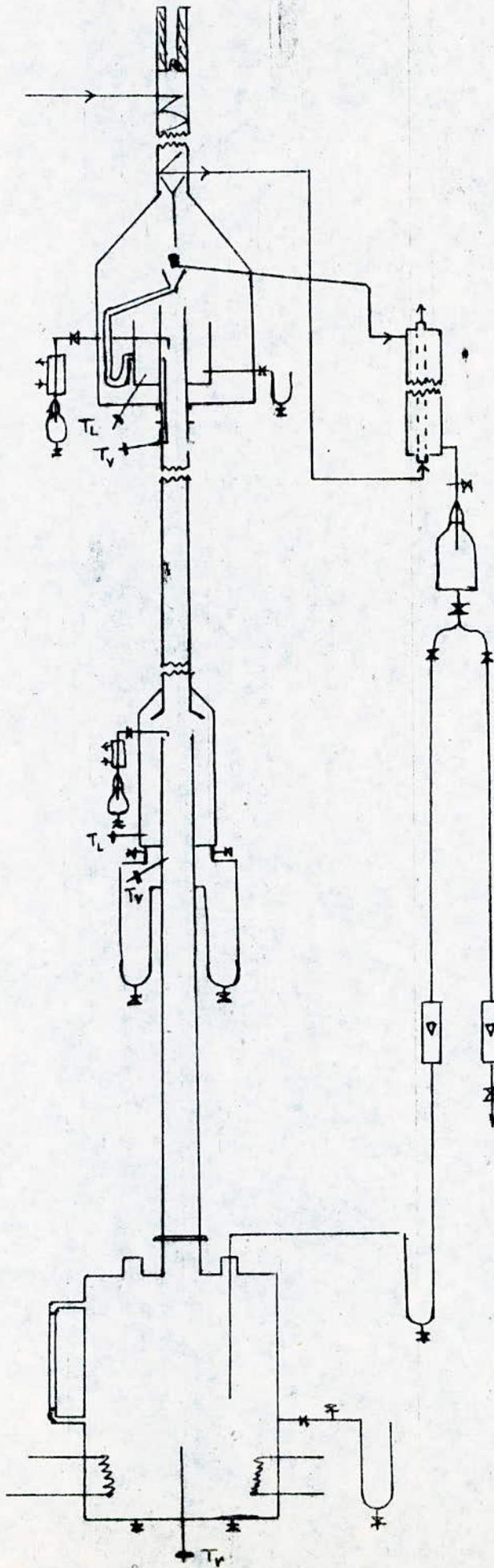


2) section Calmante Vapeur - Echantillonnage



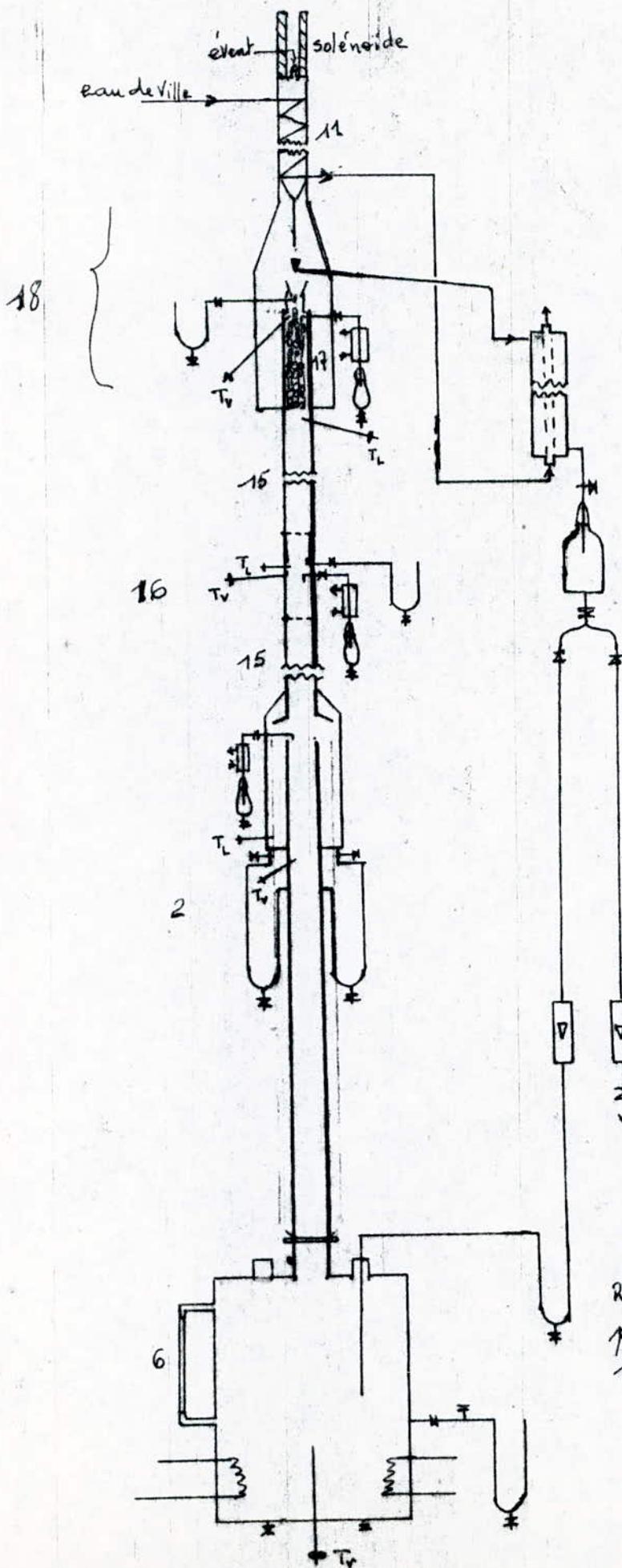
3) Colonne à Paroi Mouillée (schéma définitif)

18



Echelle:  $\frac{1}{5}$   
 Avec un potenside de 5cm  
 nous avons une hauteur  
 totale de 342 m.  
 L'élément 18 en verre  
 a une hauteur de 17cm  
 et son diamètre est  
 de 11 cm.  
 ↓ Distillat

#### 4) Colonne à Garnissage (Schema Definitif)



Echelle :  $\frac{1}{5}$   
 Pour un solénoïde de 5 cm de hauteur, la hauteur totale de cette installation sera 3,46 mètres.

La section 18 ayant ici 6 cm de diamètre est longue de 17 cm. Distillat elle est entièrement en verre pour permettre de visualiser les fluctuations en tête de Colonne.

Remarque : Les legendes sont pareilles à celles indiquées pour les colonnes esquissées.

Courbe donnant la fraction mouillée en fonction du rapport  
de débit Peripherique de Mouillage Tirée de A. Paris [37]  
page 345

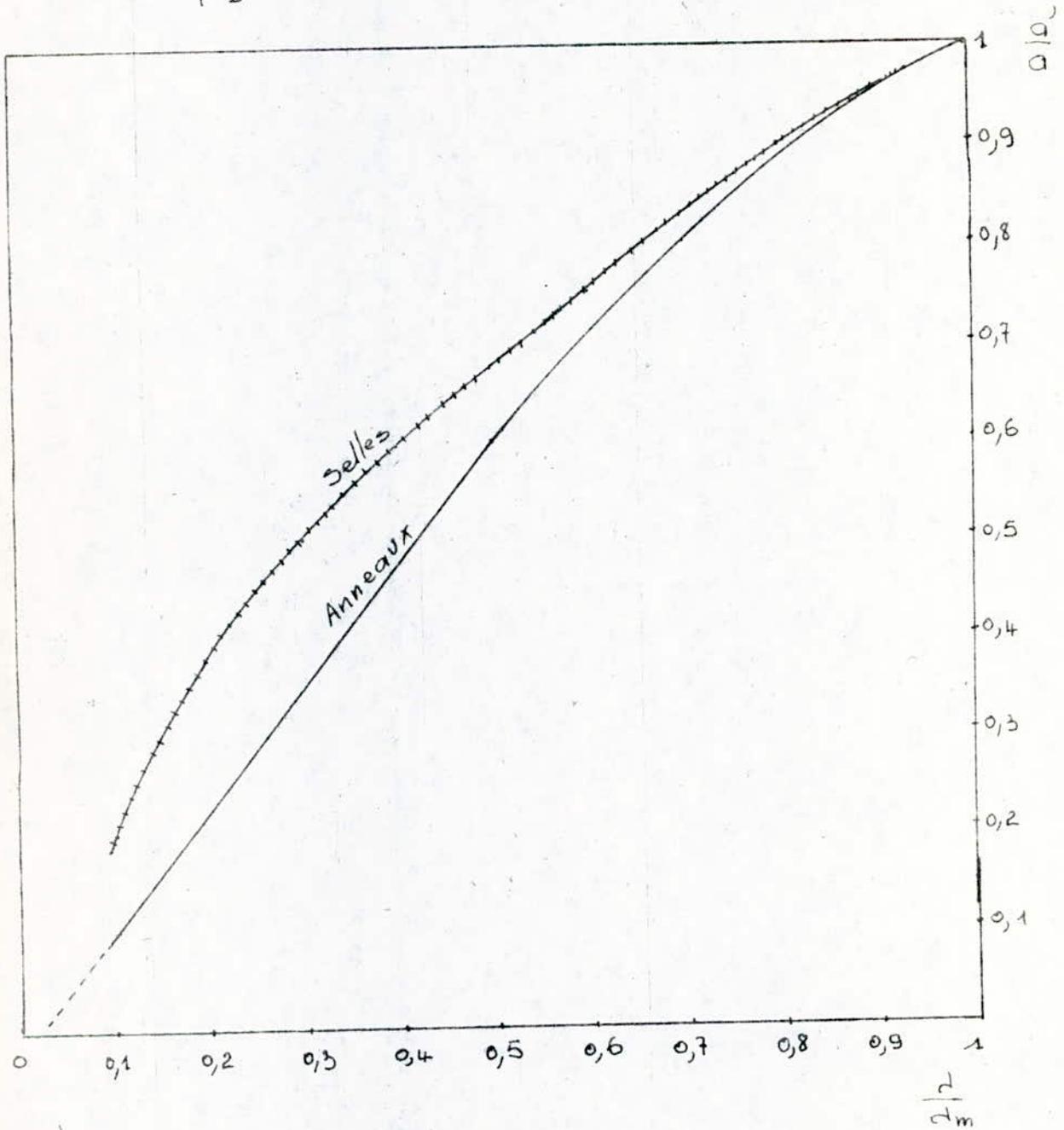


Fig. 8

