

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GÉNIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET : Distribution des Temps de Séjour dans :

- un Réacteur Agité Continu.
- un Réacteur Tubulaire.

.. Application à une Réaction du 2nd Ordre

Promoteur: M^{elle} BENSMAILI.H

Etudiant: MOUHAB
nordine.

ANNEE :

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GÉNIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET: Distribution des Temps de
Séjour dans:
— un Réacteur Agité Continu
— un Réacteur Tubulaire
Application à une Réaction du
2nd Ordre

Promoteur

M^{elle} IBENMAILI.H.

Etudiant

MOUHAIB.N.

SOMMAIRE

Page

— INTRODUCTION

1

PARTIE THEORIQUE

<u>chapitre I</u> : Réacteurs Idéaux	3
<u>chapitre II</u> : Réacteurs Réels	9
<u>chapitre III</u> : Notion de Micromélange et Macromélange Application à la Réaction de Saponification d'Acétate d'Ethyle	20

PARTIE EXPERIMENTALE

<u>chapitre I</u> : Montage Expérimental :	
A) réacteur agité continu	23
B) réacteur tubulaire	32
<u>chapitre II</u> :	
Distribution des Temps de Sejour dans les Réacteurs Expérimentaux	
A) réacteur agité continu	37
B) réacteur tubulaire	39
<u>chapitre III</u> :	
Résultats Expérimentaux et Interprétations	
A) réacteur agité continu	45
B) réacteur tubulaire	58

chapitre IV:

Influence de l'Etat du Mélange sur la
Réaction de Saponification de l'Acétate d'Éthyle.

- Détermination des deux Etats Théorique	
a) Micromélange Maximal	72
b) Macromélange	73
- Résultats Expérimentaux	74

chapitre V

Conclusion. 81

Annexes 82

BIBLIOGRAPHIE

- A mes chers parents, freres
et soeurs.

MEMBRES DU JURY

Président:

Monsieur: YOUSFI. Y. Professeur à l'ENPA.

Examineurs:

M^{lle} BENSMAILI H. Maître Assistante

Monsieur AMANOVICZ. Maître de Conférence

M^{lle} ALIA. K. Chef de département

Monsieur GALICKI, Chargé de cours à l'ENPA.

INTRODUCTION

L'étude des performances d'un réacteur nécessite la connaissance d'une part de son état de macromélange à l'échelle macroscopique et d'autre part de son état de micromélange à l'échelle moléculaire. L'état de macromélange est donné par la Distribution de Temps de Séjour et n'est suffisant pour prévoir les performances (décrit le comportement) des réacteurs que dans le cas d'une réaction du premier ordre. Dans les autres cas il faut lui ajouter la connaissance de la microstructure du fluide ou état de micromélange.

Le fluide réactionnel macroscopiquement homogène peut présenter une structure microscopique variable pour laquelle on distinguera deux cas limites:

- le fluide est homogène jusqu'à l'échelle moléculaire et chaque molécule est libre d'entrer en collision avec n'importe quelle autre molécule du mélange.
- le fluide est brassé à l'échelle macroscopique, mais les molécules restent groupées par petits paquets ou agrégats, et ne peuvent réagir qu'avec les molécules de leur propre agrégat. C'est le cas du micromélange minimal.

Analysé pour la première fois en 1958 par DANCKWERTS [12] la notion de micromélange dans un réacteur commence à devenir importante dans certaines réactions industrielles. Par exemple pour des réactions consécutives d'ordre deux, le rendement en composé intermédiaire peut varier de près de 100% entre les deux états limites [13].

Pour les réactions de polymérisations les distributions des masses moléculaires ou de composition peuvent varier de façon importante selon l'état de micromélange [14].

Notre travail se compose essentiellement de trois parties:

- Conception de deux réacteurs continus agités et tubulaire.
 - Etude de la distribution des temps de séjour avec l'influence de différents paramètres (vitesse d'agitation, temps de passage, garnissage).
 - Influence du micromélange sur la réaction de paponification d'acétate d'éthyle.
-

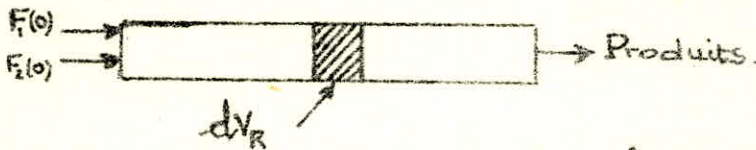
PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I :

RÉACTEURS IDEAUX

REACTEURS IDEAUX EN CONTINU

Levenspiel [1] distingue deux sortes de réacteurs idéaux:
 I.1/ réacteur en écoulement piston:

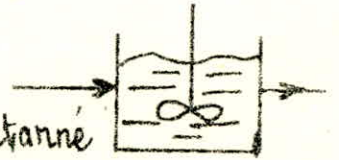


Le mélange réactionnel est en écoulement piston lorsqu'il progresse dans le réacteur par tranches parallèles et indépendantes, n'échangeant pas de matière (diffusion axiale négligeable) à la manière d'un piston dans un cylindre.

Les variables d'état sont constantes dans toute section droite normale à l'écoulement. Elles ne dépendent que d'un seul paramètre, d'espace, mesuré normalement au sens de l'écoulement.

Toutes les particules entrées ensemble ont même temps de séjour dans le réacteur; cette condition est, approximativement réalisée en écoulement très turbulent, ou dans un garnissage poreux.

I.2/ réacteur parfaitement agité ouvert:



Le réacteur se caractérise par une composition et un état instantané du mélange réactionnel parfaitement uniformes dans tout le volume qui lui est offert. Le fluide, à la sortie, a la même concentration que celle du fluide à l'intérieur du réacteur.

Le réacteur parfaitement agité continu (parfois appelé "réacteur sans gradient") est un dispositif particulièrement bien adapté à l'étude cinétique des réactions chimiques. L'un des avantages essentiels est son caractère "différentiel" qui est une conséquence de l'uniformité de composition du mélange réactionnel. Un simple bilan de matière permet d'accéder directement aux vitesses de réactions.

L'agitation permet l'uniformisation et le contrôle de la température du milieu, ce qui n'est pas possible dans les autres géométries.

Sous les temps de séjour sont a priori possible, depuis le court-circuit instantané de l'entrée à la sortie, jusqu'au tournoisement infini dans la cuve.

La présence du court-circuit est un avantage du point de vue régulation, car la réponse à une perturbation est immédiate dans le courant de sortie.

E3/ paramètres d'évolution d'un système réactionnel

Avant de présenter les réacteurs parfaitement agité et à écoulement piston, nous donnons quelques définitions pour la compréhension de la suite de l'exposé.

- Une réaction chimique est une transformation au cours de laquelle une ou plusieurs espèces chimiques se forment. Elle est caractérisée par son équation stoechiométrique et son équation cinétique.

E3.1/ définitions :

a) équation stoechiométrique :

Elle permet de déterminer les proportions suivant lesquelles les espèces chimiques réagissent les unes par les autres

$$\sum \nu_i A_i = 0$$

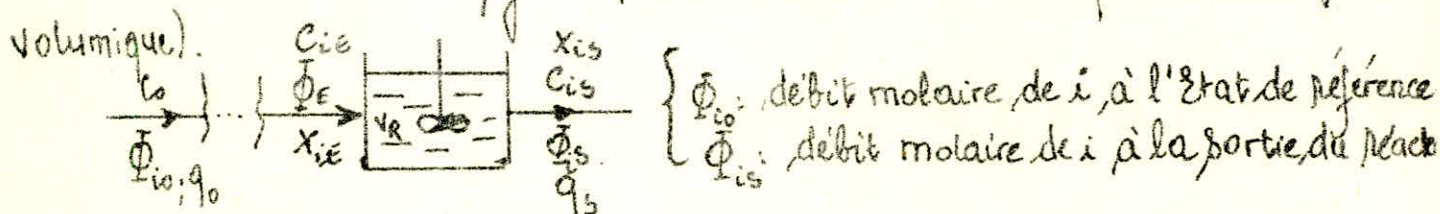
$\nu_i > 0$ pour les produits
 $\nu_i < 0$ pour les réactifs.

où les A_i sont les constituants actifs de la réaction.

Cette réaction ne traduit donc en principe que des bilans de matière et non pas le mécanisme réactionnel.

b) avancement

En système ouvert l'évolution est décrite par les débits (molaire volumique).



En tout point de l'écoulement permanent.

$$\Phi_i = \Phi_{i0} + \nu_i \Phi_0 X \quad (1) \quad \text{avec } \Phi_0 = \sum \Phi_{i0} \left\{ \begin{array}{l} \text{débit molaire} \\ \text{des actifs} \end{array} \right.$$

En particulier à l'entrée du réacteur $x = x_E$ et à la sortie $x = x_S$

$$\Rightarrow \Phi_{iS} = \Phi_{iE} + \nu_i \Phi_0 (x_S - x_E) \quad (2)$$

c) taux de conversion: Souvent on choisit un constituant clé dont on définit le taux de conversion ainsi:

$$\Phi_i = \Phi_{i0} (1 - X_i) \quad (3)$$

⑤

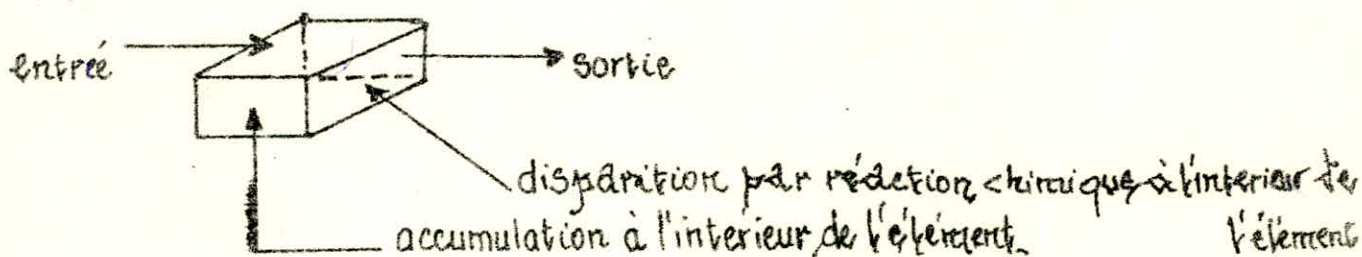
Ces définitions ne sont pas particulières au réacteur agité continu, et servent en fait à caractériser tous les réacteurs ouverts en régime permanent.

I.4. bilan de matière - équation caractéristique des réacteurs idéaux :

I.4.1) réacteur agité continu :

On a déjà présenté ce réacteur dans
Il est plus commode de caractériser ce type de réacteur par des équations spécifiques

Le point de notre départ de notre étude est l'écriture du bilan de matière pour un réactif quelconque.



(Ce qui entre) = (ce qui sort) + (ce qui réagit) + (ce qui s'accumule).

Sans réaction chimique le deuxième terme du deuxième membre disparaît.

Le troisième terme de ce même membre disparaît pour le cas du régime permanent.

Supposons que la vitesse "r" rapportée à l'unité de volume du réacteur

V_R : volume total du réacteur.

Donc en régime permanent le bilan du constituant i s'écrit :

$$\Phi_{iE} + \nu_i r V_R = \Phi_{iS} \quad (3)$$

Compte tenu de l'équation (2) et (3) l'équation caractéristique du réacteur s'écrit :

$$\frac{X_S - X_E}{V_R} = \frac{r}{\Phi_0} = \frac{r}{q_0 C_0} \quad (4)$$

r : vitesse de la réaction calculée aux conditions de sortie du réacteur qui sont celles qui règnent dans le réacteur

C_0 : concentration totale des constituants actifs à l'état de référence

q_0 : débit volumique total de tous les constituants (actifs et inertes).

On introduit une grandeur opératoire importante, le "Temps de passage"
 τ défini par :

$$\tau = \frac{V_R}{q_0}$$

L'équation (4) s'écrit :

$$\tau = \frac{C_0 (X_S - X_E)}{r}$$

La résolution de l'équation (4) permet de déterminer le volume du réacteur nécessaire à une conversion donnée, ou bien de calculer la conversion à atteindre d'un réacteur.

Il faut connaître $r(x)$, c'est-à-dire les conditions physiques (T. et P) et l'expression des concentrations en fonction de l'avancement X .

Les concentrations s'écrivent ainsi :

* Pour un constituant actif

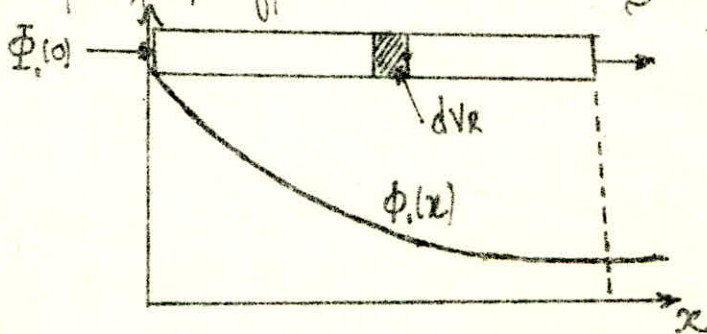
$$C_i = \frac{C_{i0} + \alpha_i C_0 X}{\beta(1 + \alpha X)}$$

* Pour un constituant inerte

$$C_I = \frac{C_{I0}}{\beta(1 + \alpha X)}$$

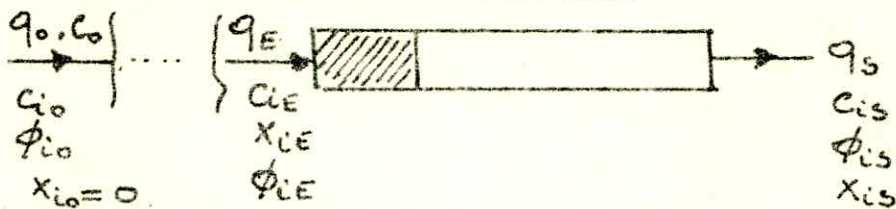
I.4.2) réacteur à écoulement piston :

Dans le cas du réacteur à écoulement piston, l'espèce chimique progresse en même temps que son environnement tout au long du tube en se transformant progressivement. On conçoit donc qu'il s'établisse un profil continu et décroissant de concentration de réactif considéré entre l'entrée et la sortie du réacteur. (figure ci-dessous), c'est ainsi qu'on qualifie ce type de réacteur à "gradient de concentration".



Nous choisissons comme variable d'espace le long de l'écoulement le volume V_R déjà balayé par la tranche de mélange, considérée depuis son entrée dans le réacteur. Le bilan d'un constituant A_i doit s'écrire localement, dans une tranche de volume dV_R fixée par rapport au réacteur. Le bilan en régime permanent s'écrit :

Entrée + Production = Sortie.



C_0 : Concentration totale

Φ : flux molaire

$$\frac{d\Phi}{dV_R} = r \quad (1)$$

Quel que soit le constituant considéré, la relation (1), donne naissance à une seule équation pour l'avancement :

l'équation caractéristique du réacteur :

$$\frac{dx}{dV_R} = \frac{r}{\Phi_0} = \frac{r}{q_0 C_0} \quad (2)$$

Le volume du réacteur V_R nécessaire à l'obtention d'un avancement donné s'obtient par intégration :

$$V_R = \Phi_0 \int_{x_E}^{x_S} \frac{dx}{r} \quad (3)$$

ce qui correspond à un temps de passage τ :

$$\tau = \frac{V_R}{q_0} = C_0 \int_{x_E}^{x_S} \frac{dx}{r} \quad (4)$$

(8)

Dans le cas particulier d'une réaction chimique se déroulant sans expansion de volume (pour les liquides) le débit volumique q_0 est constant tout le long du réacteur.

En posant $d\tau = \frac{dV_R}{q_0}$ et en introduisant les concentrations $c_i = \frac{\Phi_i}{q_0}$

l'équation (1) s'écrit: $\boxed{\frac{dc_i}{d\tau} = J_i r}$ (5)

Ici le temps de passage joue le rôle de temps de séjour t_s .

Cette remarque est, à la base de la transposition, discontinue au continu. Il suffit d'égaliser le temps de passage τ (défini sur les conditions d'entrée) au temps t_s nécessaire pour obtenir le résultat recherché en réacteur fermé; ceci n'est pas vrai si le mélange subit une expansion ou une contraction au cours de la réaction.

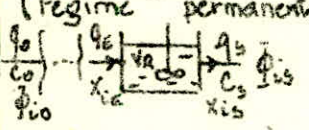
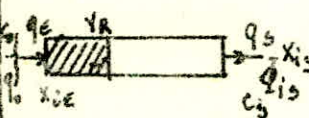
Le temps de séjour t_s du mélange dans le réacteur est donné par:

$$t_s = C_0 \int_{x_E}^{x_S} \frac{dx}{\beta(1+\alpha x)r}$$

o o o

Tableau résumant : - équations, caractéristiques
 - temps de passage
 - temps de séjour
 - débits

des réacteurs idéaux

Type de réacteur	Equation caractéristique	Temps de passage	Temps de séjour	Débits
Réacteur agité continu (régime permanent) 	$\frac{r_{1s}}{\phi_{1s}} = \frac{X_{1s} - X_{1sE}}{V_R}$	$\tau = c_0 \frac{X_{1s} - X_{1sE}}{r_{1s}}$	$\bar{t}_s = \frac{C_0 X}{\beta(1+XX)r}$	$q = \beta q_0(1+XX)$
Réacteur piston (régime permanent) 	$\frac{dx}{dV_R} = \frac{r}{\phi_0}$	$\tau = c_0 \int_{X_E}^{X_S} \frac{dx}{r}$	$\bar{t}_s = c_0 \int_0^X \frac{dx}{r}$	$q = \beta q_0(1+XX)$

CHAPITRE II.

REACTEURS REELS

chap. II REACTEURS REELS

(10)

1) définition des écoulements réels

- * Age interne α .
- * Espérance de vie λ .
- * Temps de séjour t_s .

L'approche théorique du fonctionnement des réacteurs chimiques utilisant le concept de réacteur idéal fait appel à deux types d'écoulement simple dans les réacteurs en régime permanent.

- Écoulement piston
- Écoulement en mélange parfait.

Cependant dans un réacteur réel, les molécules séjournent dans le volume réactionnel pendant des temps t_s qui dépendent notamment du profil hydrodynamique, de la géométrie du réacteur.

Ces temps peuvent s'écarter du temps de séjour moyen \bar{t}_s . Donc il existe une Distribution de Temps de Séjour (D.T.S), et cette dispersion a une influence sur les performances chimiques du réacteur.

L'étude de la D.T.S permet de tirer des informations sur le fonctionnement hydrodynamique du réacteur; puis nous utilisons ces informations conjointement à la connaissance de la cinétique chimique pour prévoir les performances du réacteur.

de mérite à DANCKWORTS [1] en 1953, d'avoir proposé une approche systématique de ce problème en définissant les fonctions de distributions de temps de séjour, aisément accessibles à l'expérience. Ces mesures nous fournissent une information sur la circulation du fluide dans le réacteur beaucoup plus globale que celle que nous fournit l'approche analytique de la mécanique des fluides.

définitions:

Considérons une molécule à l'intérieur d'un réacteur, ouest on définit

- Age interne (α) de la molécule: } c'est le temps qui s'est écoulé depuis qu'elle s'est franchie l'entrée du réacteur

- Espérance de vie (λ):

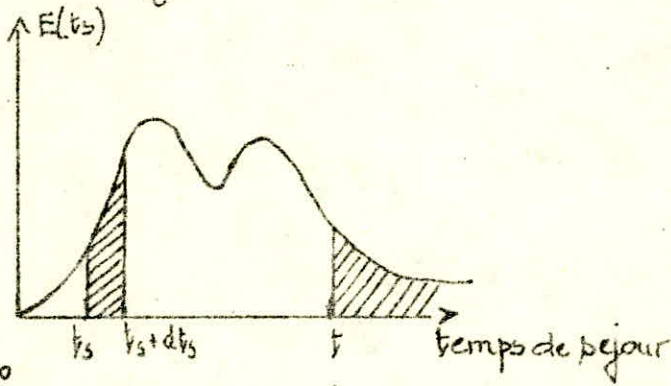
} c'est le temps qui lui reste à passer dans le réacteur avant de franchir la sortie du réacteur

Temps de séjour (t_s): C'est le temps qu'elle aura passé au total dans le réacteur.
Ce temps n'est autre que l'âge du courant de sortie on a:
 $t_s = \lambda + \alpha$.

II.2) principales fonctions de distribution

II.2.1) distribution de temps de séjour (D.T.S)

La fonction la plus importante est la distribution de temps de séjour (D.T.S), $E(t_s)$, telle que $E(t_s) dt_s$ est la fraction de débit de sortie contenant des molécules d'âge compris entre t_s et $t_s + dt_s$ (fig. ci dessous).



La quantité $\int_{t_s}^{\infty} E(t_s) dt_s$ représente la fraction du fluide ayant séjourné plus longtemps que t_s dans le réacteur.

Une autre fonction de distribution concerne globalement tout le volume interne

II.2.2) distribution des âges internes $I(\alpha)$:

Est telle que $I(\alpha) d\alpha$ est la fraction du volume interne contenant des molécules d'âge compris entre α et $\alpha + d\alpha$.

En 1963 NAOR et SHINAR [2] ont introduit une fonction plus subtile :

II.2.3) fonction intensité $\mathcal{N}(\alpha)$ ou $\mathcal{N}(t_s)$

$\mathcal{N}(\alpha) d\alpha =$ fraction des molécules d'âge internes α , ayant un temps de séjour t dans le réacteur, égal à α . Autrement dit \mathcal{N} représente dans chaque classe d'âge, la fraction de molécules d'espérance de vie nulle.

II.3) détermination expérimentale de la D.T.S au moyen de traceur :

La méthode de traceur consiste à marquer les molécules entrant dans le réacteur et à suivre leur histoire jusqu'à la sortie. En particulier en les dénombant dans le courant de sortie en fonction du temps.

Pour cela on utilise un traceur qui peut être, un traceur radioactif, un colorant ou toutes substances de même propriétés hydrodynamique que le fluide, mais décelable par une propriété physique caractéristique telle que conductivité électrique, thermique...

On applique à l'aide du traceur, une excitation à l'entrée du réacteur qui ne doit pas perturber le régime d'écoulement et on examine la réponse à la sortie. On en déduit des renseignements relatifs à l'écoulement interne du fluide.

II.3.1) injection impulsion:

Elle consiste à injecter une quantité donnée du traceur à l'entrée du réacteur pendant un temps très court devant le temps de passage τ ($< 0,01\tau$). La courbe réponse, donnant la concentration du fluide à la sortie du réacteur en fonction du temps est par définition la courbe $\mathcal{C}(t)$.

Elle mesure la fraction c/c_0 en fonction du temps à la sortie.

Cette courbe $\mathcal{C}(t)$ expérimentale n'est pas en général normée, elle est liée à la distribution de temps de séjour $E(t)$ par:

$$\mathcal{C}(t) = \tau E(t) = c(t)/c_0 \Rightarrow E(t) = \frac{c(t)}{c_0 \tau}$$

$$c_0 \tau = \int_0^{\infty} c(t) dt \Rightarrow \boxed{E(t) = \frac{c(t)}{\int_0^{\infty} c(t) dt}}$$

II.3.2) injection échelon ou purge échelon

Dans une injection échelon, la concentration du traceur passe brusquement de zéro (0) à c_0 dans l'alimentation à l'instant $t=0$.

Dans l'injection purge échelon, l'injection permanente et établie du traceur est brusquement interrompue à l'instant initial.

Soit $c(t)$ la concentration du traceur à la sortie après une injection échelon. La courbe, donnant la fraction $F = q/c_0$ du fluide en fonction du temps est par définition la courbe F .

En supposant que le fluide est incompressible, à un instant t , donné après une injection échelon, la fraction de volume occupée par du fluide marqué est celle qui est plus jeune que t , soit $\int_0^t I(\alpha) d\alpha$.

De même dans le courant de 0 partie la fraction de débit marqué est celle qui a un temps de séjour plus petit que t , soit $\int_0^t E(t_s) dt_s$.

de bilan du traceur:

$$q c_0 = q c + \frac{d}{dt} \left[V_R c_0 \int_0^t I(\alpha) d\alpha \right]$$

d'où les relations:

$$F = \int_0^t E(t_s) dt_s$$

$$1 = F + \tau I(t)$$

Donc l'accès à la fonction $I = 1 - F / \tau$ et à la fonction $E = dF/dt$ peuvent être obtenus par une expérience d'une injection échelon.

I.33) coordonnées réduites :

On réduit l'abscisse t par le temps de passage $\tau = V_R / Q$ dans le réacteur. On pose $\theta = t / \tau$.

On écrit alors les diverses fonctions en coordonnées réduites, et après les avoir normaliser.

$$\begin{cases} E(\theta) = \tau E(t) \\ I(\theta) = \tau I(t) \\ C(\theta) = \tau C(t) \end{cases}$$

II.4) expressions des différentes fonctions de distribution dans le cas des réacteurs idéaux

II.4.1) réacteur piston:

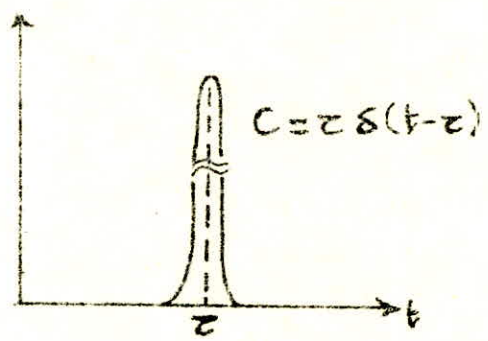
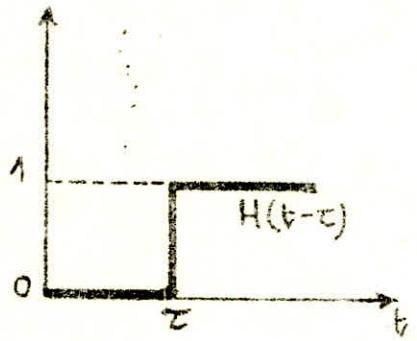
Un réacteur piston se comporte comme un retard pur. Toutes les molécules ont le même de temps de séjour $\bar{t}_s = \tau = \frac{V_R}{Q}$.

La distribution de temps de séjour (D.T.S) est un pic très étroit situé au temps τ .

$$E(t) = \delta(t - \tau)$$

La réponse à un échelon est un échelon décalé de τ . (figure ci-dessous).

$F(t) = H(t - \tau)$ ou H : fonction échelon unité Heaviside



II.4.2) réacteur parfaitement agité continu:

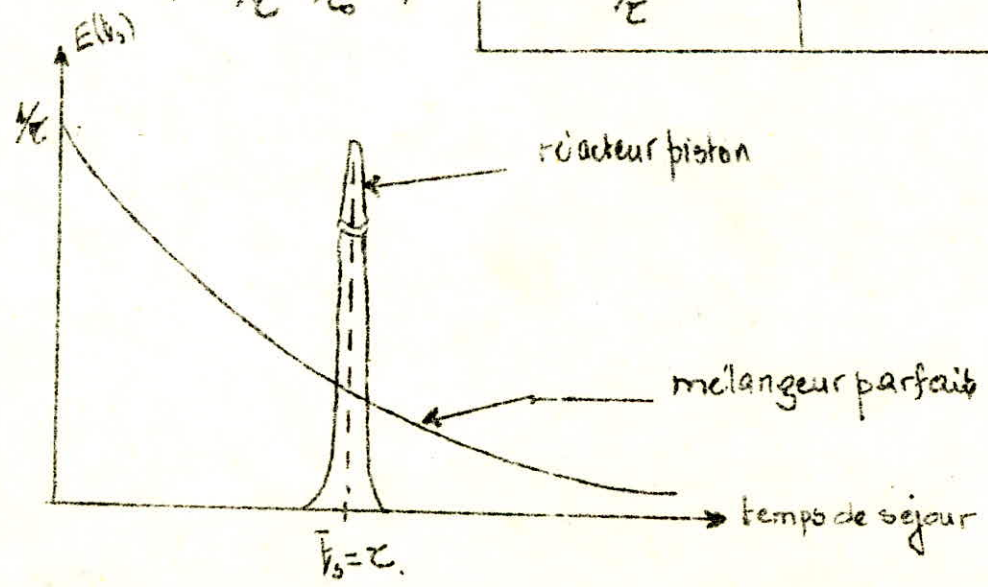
On introduit une bouffée de traceur dans le réacteur. La concentration passe instantanément à C_0 , puis évolue suivant l'équation du bilan de matière

$$0 = V_R \frac{dc}{dt} + qc$$

on en déduit:

$$E(t) = \frac{1}{\tau} C_0 \Rightarrow$$

$E(t) = \frac{1}{\tau} e^{-t/\tau}$	$F = 1 - \exp(-t/\tau)$
-------------------------------------	-------------------------



5) paramètres caractéristiques des fonctions de distribution.

Une fonction de distribution est toujours caractérisée par deux paramètres importants.

II.5.1) moyenne ou centre de la distribution :

Si $f(x)$ est la fonction de distribution, la moyenne sera définie par

$$\bar{t} = \frac{\int_0^{\infty} x f(x) \cdot dx}{\int_0^{\infty} f(x) \cdot dx}$$

Pour la fonction C on aura :
$$\bar{t} = \frac{\int_0^{\infty} t C(t) \cdot dt}{\int_0^{\infty} C(t) \cdot dt}$$

Pour une courbe expérimentale on aura :

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=0}^{\infty} t_i \cdot c_i \cdot \Delta t_i}{\sum_{i=0}^{\infty} c_i \cdot \Delta t_i}$$

Avec une distribution normal tel que $E(t)$, \bar{t} s'exprime ainsi

$$\bar{t} = \int_0^{\infty} t \cdot E(t) \cdot dt$$

II.5.2) Variance :

le paramètre mesure l'étalement ou l'étendue de la distribution. Une faible valeur de la variance signifie que les valeurs de la fonction sont distribuées étroitement autour de la moyenne.

La variance est toujours définie par :

$$\sigma^2 = \frac{\int_0^{\infty} (t - \bar{t})^2 C dt}{\int_0^{\infty} C dt}$$

$$\Rightarrow \sigma^2 = \frac{\int_0^{\infty} t^2 C dt}{\int_0^{\infty} C dt} - \bar{t}^2$$

Avec une distribution normée $\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t - \bar{t})^2 E dt$
Pour une courbe expérimentale on aura :

$$\sigma^2 \approx \frac{\sum_{i=0}^{\infty} t_i^2 c_i \Delta t}{\sum_{i=0}^{\infty} c_i \Delta t} - \bar{t}^2$$

Avec une fonction normée on aura :

$$\sigma^2 = \sum_{i=0}^{\infty} t_i^2 E_i \Delta t - \bar{t}^2$$

II.6) DIAGNOSTICS SUR LE MAUVAIS FONCTIONNEMENT

II.6.1) détection des zones de stagnation et courts-circuit

Dans un écoulement réel, si le mélangeage est imparfait, il se crée des zones de stagnation ou volumes morts:

Le font des zones qui échangent notamment avec une vitesse très faible avec le reste du fluide. Ceci a pour effet de diminuer le degré de conversion.

a) évaluation des volumes morts:

On considère donc qu'il ya un volume V_m dans le réacteur inaccessible au fluide. Si l'écoulement était idéal le temps de passage $\tau = V_R/Q$ serait égal à la moyenne de la courbe de distribution normalisée soit

$$\bar{t} = \tau$$

Comme il existe un volume mort, la courbe présentera une longue queue due au traceur qui est resté dans le volume mort et qui diffuse lentement; la surface sera alors plus grande sous la courbe

$$\bar{t} = m_1/S \quad \left\{ \begin{array}{l} m_1: \text{moment d'ordre 1.} \\ S: \text{surface sous la courbe.} \end{array} \right.$$

sera inférieur à τ .

Le volume accessible au fluide est alors: $V_a = V_R - V_m$, avec $\bar{t} = \frac{V_a}{Q}$ et

$$\tau = V_R/Q$$

d'où la relation suivante

$$\boxed{1 - V_m/V_R = \bar{t}/\tau}$$

b) évaluation des courts-circuits

Il existe aussi surtout dans les réacteurs à garnissage des courts-circuits. Le fluide traverse très rapidement le réacteur en se frayant des chemins préférentiels.

La surface sous la courbe $E(t)$ paraît alors plus petite que celle prévue théoriquement.
 Donc \bar{t} sera supérieur à τ .

$$Q_0 = Q + Q_c$$

avec : $\bar{t} = V_R / Q$

$$\tau = V_R / Q_0$$

$$\Rightarrow \text{d'où } Q_c / Q_0 = 1 - \tau / \bar{t}$$

(Q_c : débit de court-circuit)

II.62) fonction intensité :

On estime les courbes réponses d'un modèle de courbe graphiquement d'une manière rapide en utilisant le graphe de la fonction Intensité $\lambda(t)$, ainsi définie :

$$\lambda(t) = \frac{E(t)}{1 - F(t)}$$

soit en temps réduit :

$$\lambda(\theta) = \frac{E(\theta)}{I(\theta)} = \frac{E(\theta)}{1 - F(\theta)}$$

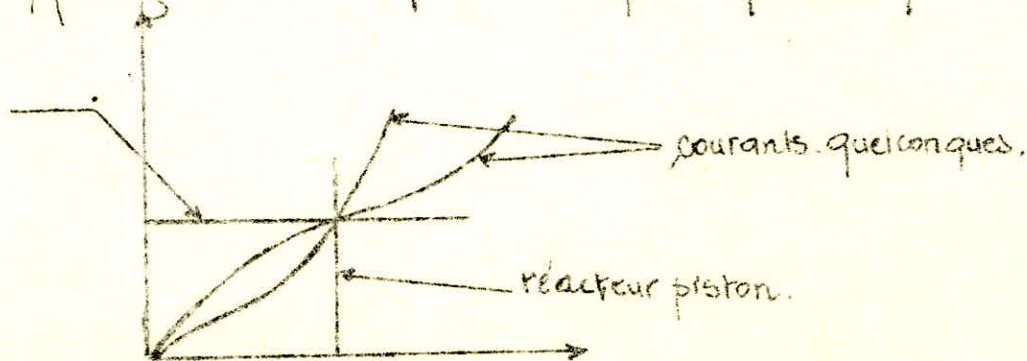
On aura donc : $\lambda(\theta) = \tau \lambda(t)$.

$\lambda(t)$ est une fonction de distribution : elle représente la probabilité pour qu'une particule d'âge t sorte de l'appareil pendant un intervalle de temps dt .

— Pour un modèle de mélange idéal $\lambda(t)$ est constante puisque la probabilité de sortie des particules de l'appareil ne dépend pas de leur histoire.

— Pour des courants dont la distribution des âges internes ne présente pas de particularité $\lambda(t)$ sera une fonction monotone croissante, cette propriété s'explique par le fait que plus longtemps un élément de fluide séjourne dans le réacteur, plus grande est la probabilité pour qu'il le quitte.

mélange parfait



6.3) forme de la fonction intensité pour les zones de stagnation et court circuit

1° zone de stagnation:

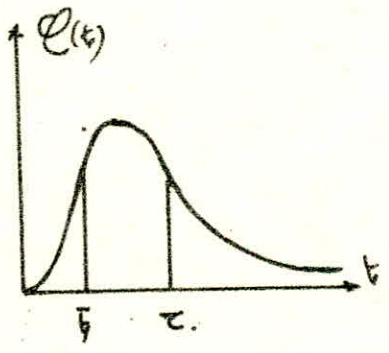
On traversera d'abord une croissance de la fonction lorsque la masse principale du fluide quitte l'appareil.

Après l'écoulement du gros du courant, la probabilité pour que les particules sortent du réacteur va en diminuant vu qu'elles proviennent des zones où l'échange de matière se fait très lentement.

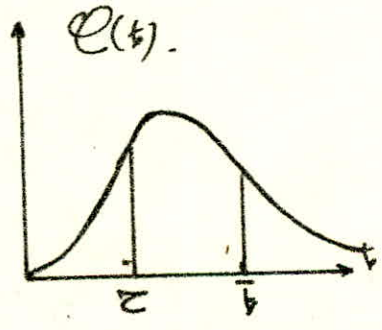
La fonction Intensité passera par un maximum puis commencera à décroître. Mais au cours du temps les particules restées dans les volumes morts commenceront à quitter l'appareil et la probabilité pour qu'elles sortent du système sera de nouveau d'autant plus grande qu'elles séjourneront plus longtemps : la fonction recommencera alors à croître.

2° court circuit:

On aura une allure analogue, la seule différence provenant des volumes du fluide en état de court-circuit.



VOLUME MORT



COURT-CIRCUIT.



CHAPITRE III :

- NOTION DE MICROMELANGE et
MACROMELANGE

- APPLICATION A LA REACTION DE
SAPONIFICATION DACETATE DETHYLE

Notion de Micromélange et Macromélange. Application à la réaction de Saponification de l'Acétate d'Ethyle

La connaissance de la distribution des temps de séjour du fluide dans un réacteur permet de prévoir les performances chimiques de ce dernier, dans le cas où la vitesse de réaction est une fonction linéaire de la concentration [3]

Dans les autres cas, il faut ajouter aux informations fournies par la D.T.S, la connaissance de la microstructure du fluide réactionnel ou état de "micromélange".

Un fluide réactionnel macroscopiquement homogène peut présenter une structure microscopiquement variable par laquelle on distingue deux cas limites [4]

a) micromélange parfait:

Le fluide est homogène jusqu'à l'échelle moléculaire et chaque molécule est libre d'entrer en collision avec toutes les autres molécules du fluide. C'est le cas du micromélange parfait ou Maximal [4]

b) macromélange ou ségrégation totale:

Le fluide est brassé à l'échelle macroscopique, mais les molécules restent groupées par petits paquets appelés "agrégats" et ne peuvent réagir qu'avec les molécules de leur propre agrégat. C'est le cas du micromélange minimal ou ségrégation totale. Chaque agrégat se comporte comme un petit réacteur fermé, et on obtient la concentration à la sortie en moyennant les concentrations des agrégats sur tous les âges [4].

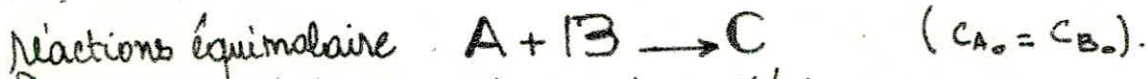
La concentration à la sortie est donnée par

$$\bar{C} = \int_0^{\infty} c_{RF}(t) E(t) dt$$

Dans un réacteur réel, le micromélange du fluide ne correspond pas à l'un des deux états limites, mais varie entre ces limites en fonction des propriétés du fluide, de la réaction et du mode d'agitation [4].

III.1) Application aux réactions du 2^{ème} ordre:

Considérons une



Dont la vitesse de réaction peut s'écrire:

$$r = kC_A^2 = kC_A \cdot C_B$$

C_A, C_B désignent les concentrations des réactifs A et B.

La variation de la concentration de A en réacteur fermé est donnée par

$$-\frac{dC_A}{dt} = kC_A^2 \quad \text{ce qui donne}$$

$$C_{A,R.F} = (C_A)_{R.F} = \frac{C_{A0}}{1 + C_{A0}kt}$$

a) micromélange maximal:

Le bilan de matière sur un

réacteur agité continu s'écrit:

$$Q_0 C_{A0} - rV_R = Q_0 C_A, \quad \tau = V_R/Q_0.$$

$$\rightarrow C_A = C_{A0} - r\tau$$

$$\text{Soit } \boxed{C_A = C_{A0} - kC_A^2\tau}$$

La fraction restante de A en micromélange maximal sera donnée par:

$$\boxed{\frac{C_A}{C_{A0}} = \frac{-1 + \sqrt{1 + 4kC_{A0}\tau}}{2C_{A0}\tau}} \quad (1)$$

b) micromélange ou ségrégation totale:

$$\boxed{\bar{C}_A = \int_0^\infty (C_A)_{R.F} e^{-t/\tau} \cdot dt} \quad (2)$$

Avec :

$$\left(\bar{C}_A / C_{A0}\right)_{R.F} = \frac{1}{1 + kC_{A0}\tau}$$

La résolution de l'intégrale (2) donne :

$$\boxed{\bar{C}_A / C_{A0} = \frac{1}{R} \exp(1/R) \cdot e_i(1/R)} \quad (3) \quad \text{avec } R = kC_{A0}\tau$$

et e_i : intégrale exponentielle, donnée par des tables.

On peut résoudre cette.

Donc d'après les équations (1) et (2) on voit bien que les transformations chimiques diffèrent que l'état du système est macro ou micro, pour une réaction du second ordre.

* Par contre pour les systèmes linéaires ($r = kC_A$) avec un état macroscopique :

$$\left(C_A / C_{A0}\right)_{R.F} = e^{-kt}$$

$$\bar{C}_A / C_{A0} = \frac{1}{\tau} \int_0^{\infty} \exp(-kt) \cdot \exp(-t/\tau) \Rightarrow \boxed{\bar{C}_A / C_{A0} = \frac{1}{1 + k\tau}}$$

qui coïncide bien avec le réacteur mélange idéal.

Ainsi pour les systèmes linéaires l'état du mélange n'exerce pas d'influence sur le degré de conversion.

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I :

MONTAGE EXPERIMENTAL

- réacteur agité continu
- réacteur tubulaire

I) MONTAGE EXPERIMENTAL

IA) REACTEUR AGITE CONTINU

- * La distribution de temps de séjour expérimentale peut être interprétée comme celle du réacteur parfaitement agité continu.
- * La détermination expérimentale de la D.T.S est réalisée par stimulation de traceur.

IA1) description générale du montage expérimental

IA11) schéma général du montage expérimental

Le dispositif expérimental dans son ensemble est représenté sur la figure N° 1.
Il est divisé en deux parties: 1° réacteur - accessoires

IA12) construction (schéma normes) du réacteur expérimental

Le genre du réacteur est facile à construire. C'est un tube cylindrique en verre de diamètre et de hauteur (H) 165 mm; emboîté à chaque base sur une bride circulaire de diamètre 210 mm en acier inox.

La jonction des brides par tiges (ou) filtres de diamètre 6 mm, permet d'assurer la fixation du tube cylindrique entre elles.

Grâce à trois raccords vissés (manchons filtés), deux sur la bride inférieure et un pour la bride supérieure; la liaison réacteur - Système d'alimentation; réacteur - bac d'évacuation est assuré.

L'équipement du réacteur d'un thermomètre et d'un agitateur se fait par deux orifices sur la bride supérieure.

* L'injection du traceur se fait par le fond du réacteur d'une façon co-currente avec l'alimentation elle se fait par un orifice bouché par un bouchon en caoutchouc pour permettre la pénétration

faite de l'aiguille de la seringue.

* Le guidage de l'arbre de l'agitateur est très important sur pour des grandes vitesses, pour ça on l'assure par une bague en bronze (voir schémas n°2) emboîté sur un cylindre plein en bronze, lequel est fixé sur la bride supérieure par 4 vis de diamètre 5mm.

* Enfin le problème de l'étanchéité aux niveaux, tube en verre - brides en acier est résolu par des joints en caoutchouc, et au niveau de l'arbre de l'agitateur par un joint de réacteur est équipé de quatre chicane disposés à 90° entre elles, selon les normes de HOLLAND & CHAPMAN. (voir schéma n°3).

IA1.3) système d'agitation :

Si donc on envisage d'utiliser une cuve cylindrique agitée telle quelle est schématisé par la figure n°4) ; le choix de l'agitateur et les conditions de fonctionnement en particulier les vitesses d'agitation sont importants.

IA1.4) choix de l'agitateur:

Vu le but de notre travail, c'est de voir l'influence de la vitesse d'agitation sur les performances du réacteur, on devrait choisir pour chaque domaine de vitesse, l'agitateur qui il faut. Mais nous, nous avons travaillé avec le même agitateur pour toute la gamme de vitesses utilisées, du type TURBINE à six PALES PLATES fixés en bout de rayon. (voir figure n°5)

IA1.5) moteur d'entraînement de l'agitateur:

Nous avons utilisé une perceuse à percussion type PEUGEOT de puissance 500w. à quatre vitesses sous une tension de 220Volts. et quatre autre, sous une tension de 110 volts. Le changement de vitesse se fait grâce au régulateur de vitesses.

<u>gamme de vitesse:</u>	2000 tours.mn ⁻¹	-	1400 tours.mn ⁻¹
	1000 tours.mn ⁻¹	-	850 tours.mn ⁻¹
	600 tours.mn ⁻¹	-	400 tours.mn ⁻¹
	350 tours.mn ⁻¹	-	300 tours.mn ⁻¹

IA16) système d'alimentation

Le système d'alimentation est composé de deux bacs de capacité 15l, chacun contenant l'eau de ville pour la détermination de la Distribution de Temps de Séjour (D.T.S).
 Ils serviront dans le cas de l'étude de la réaction chimique comme bacs de stockage pour le boude et pour l'acétate d'éthyle.

IA17) organe de réglage de débit et d'enregistreur

Pour les expériences de la D.T.S, le réacteur est alimenté en eau de ville; l'alimentation se fait en continu grâce aux pompes centrifuge type
 La mesure des débits est obtenue grâce à deux rotamètres type : BROOKS TUBE 6.65 G.P.H water et BROOKS TUBE size R 6.45A. Ces débitmètres sont préalablement étalonnés avec l'eau de ville (voir courbes d'étalonnage ...
 - Nous avons pris comme ligne de zéro lors des enregistrements de conductivité celle de l'eau de ville

= ensemble de mesures :

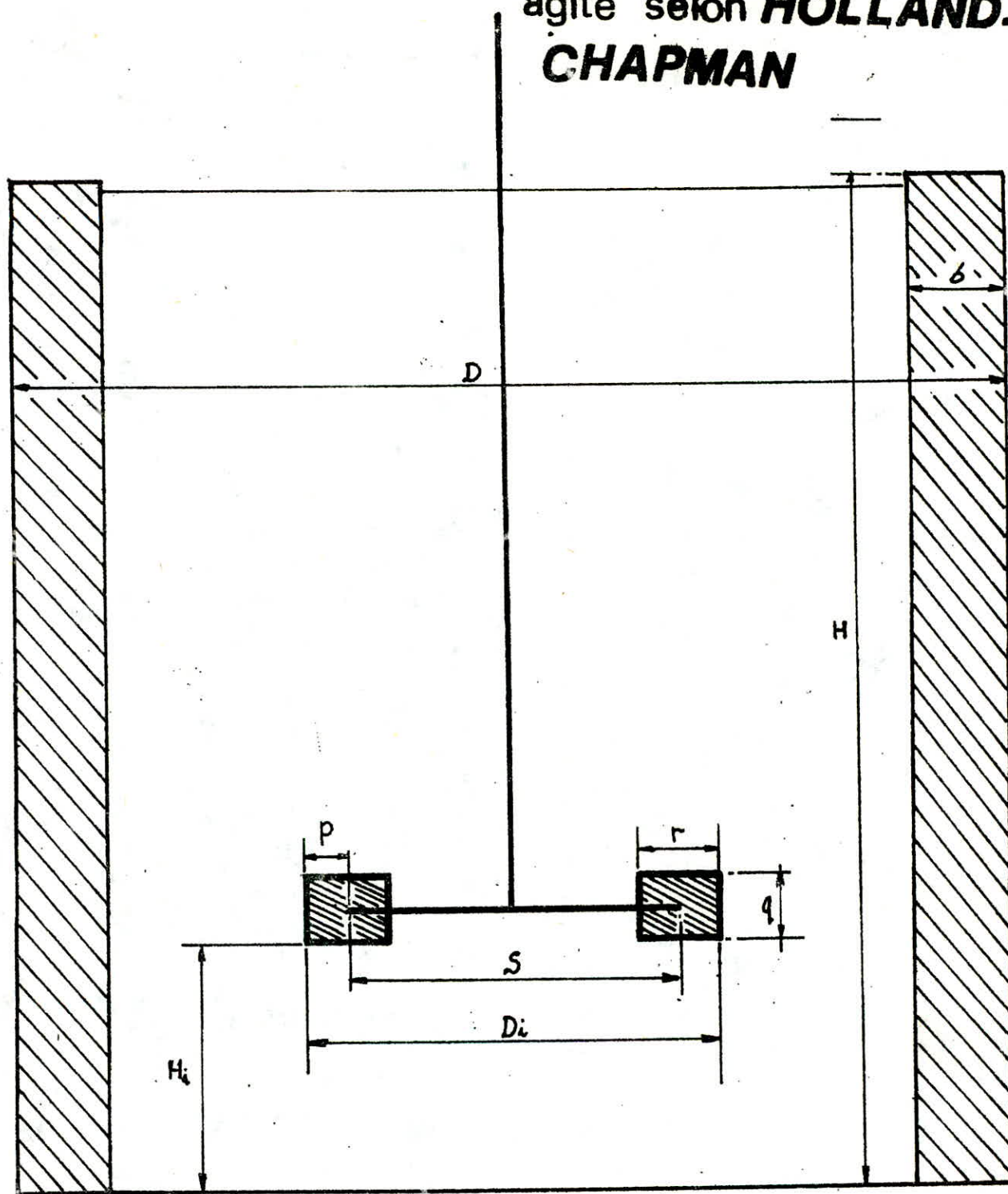
A la sortie du réacteur, nous suivons les concentrations à l'aide d'une sonde conductimétrique TACUSSEL type CM.02.55 de constante $k = 0,75 \pm 40\%$, placée dans le courant de sortie. La sonde est reliée à un conductimètre TACUSSEL type CD7N.
 Le signal est enregistré par un enregistreur type LINEAR. instruments corp.

IA18) schémas des éléments d'assemblage du réacteur :

Voir schémas 2, 5, 6 et 7.



schéma et normes du réacteur
agite selon **HOLLAND-
CHAPMAN**

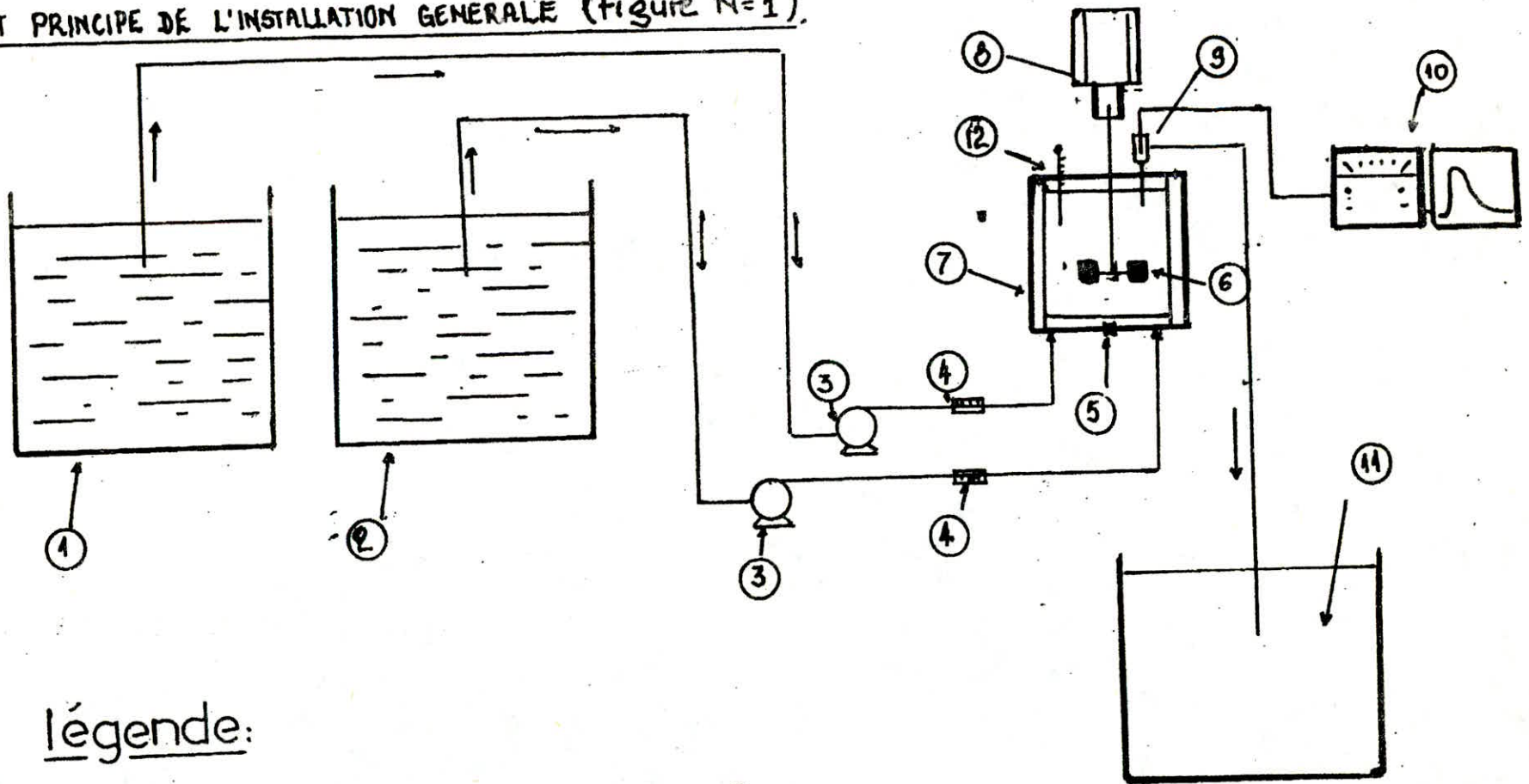


H

$H = D$	$r = D_i / 4$	$b = D / 10$
$D_i = D / 3$	$q = D_i / 5$	$D_i / 4 \leq H_i \leq 1,3 D_i$
$S = 3/4 D_i$	$p = r / 2$	

Schéma N°3

SCHEMA ET PRINCIPE DE L'INSTALLATION GENERALE (figure N°1).

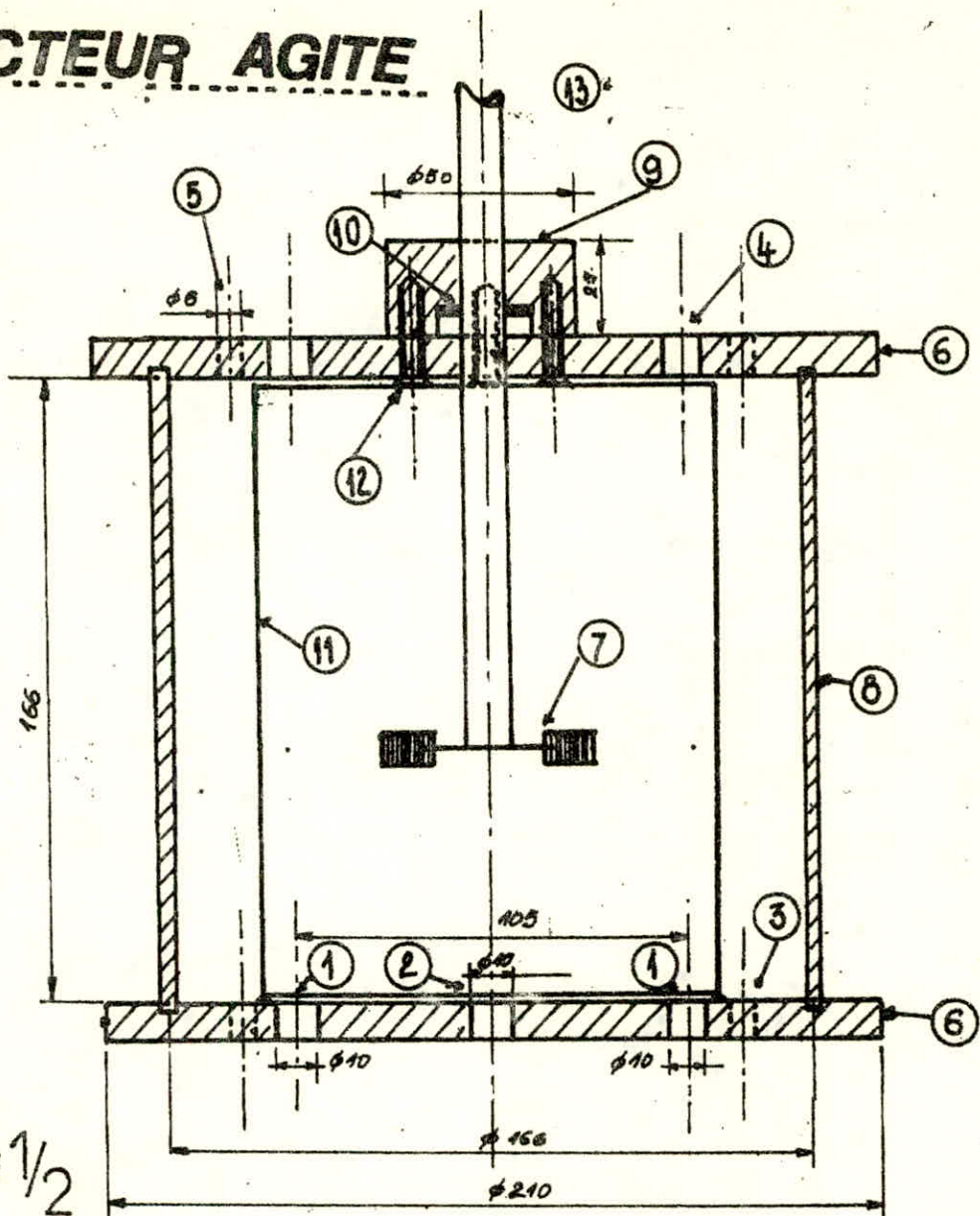


légende:

- ① Bac de stockage de poudre de capacité 15l.
- ② Bac de stockage de l'Acétate d'Éthyl.
- ③ Pompes centrifuge.
- ④ Débitmètres à flotteur.
- ⑤ Orifice pour injection de solution d'Hcl.
- ⑥ Turbine à 6 pales plates.

- ⑦ Réacteur.
- ⑧ Moteur d'entrainement de l'agitateur.
- ⑨ Sonde conductimétrique.
- ⑩ Conductimetre type TAUSSEL CD7N + Enregistreur.
- ⑪ Bac d'évacuation.
- ⑫ Thermomètre.

REACTEUR AGITE



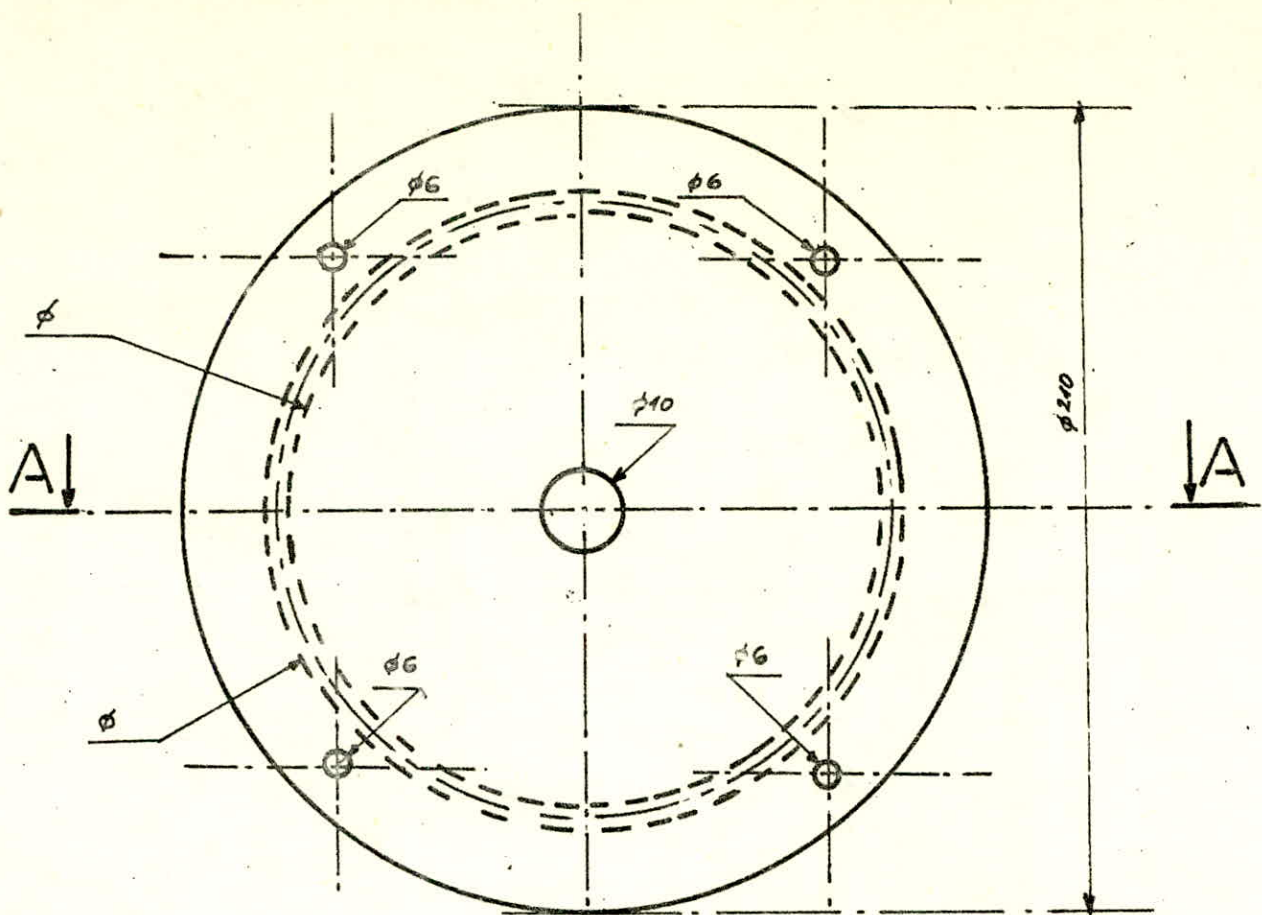
échelle: 1/2

coupe transversale

légende

- | | | |
|------------------------------------|------------------------------|-------------------|
| ①: trous d'alimentations. | ⑤: orifice pour thermometre. | ⑨ bague en bronze |
| ②: orifice d'injection de traceur. | ⑥: brides en acier | ⑩ joint spécial |
| ③: tige filtrée. | ⑦: turbine d'agitation. | ⑪ chicanes |
| ④: orifice de sortie. | ⑧: tube en verre. | ⑫ vis |

Figure N°4



Coupe AA

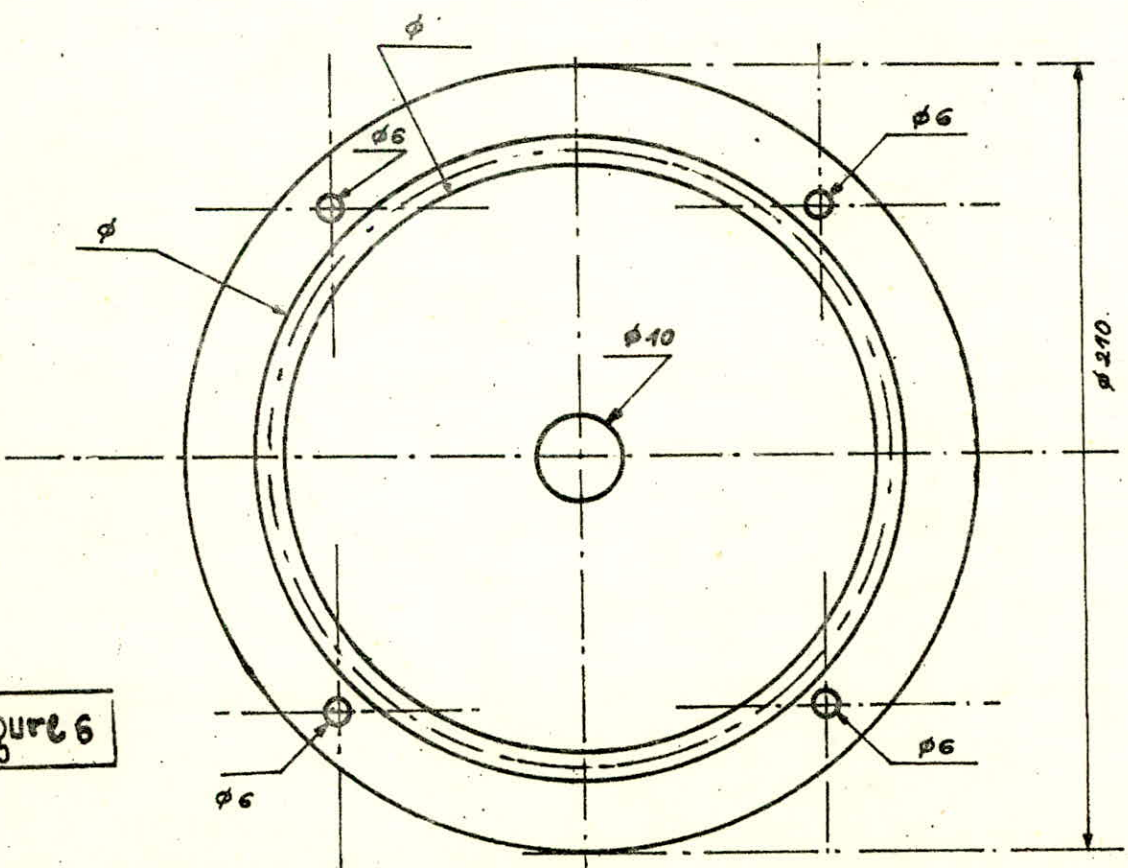
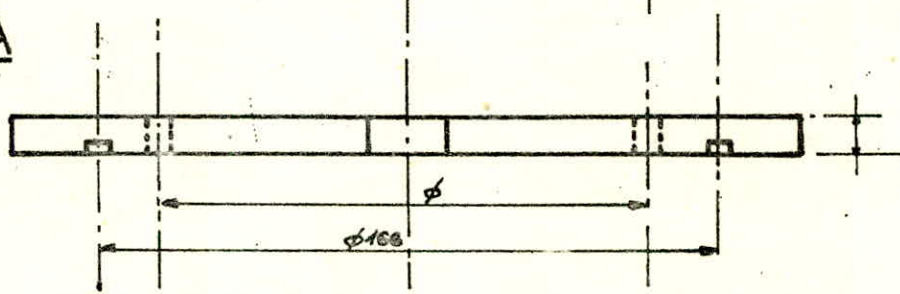
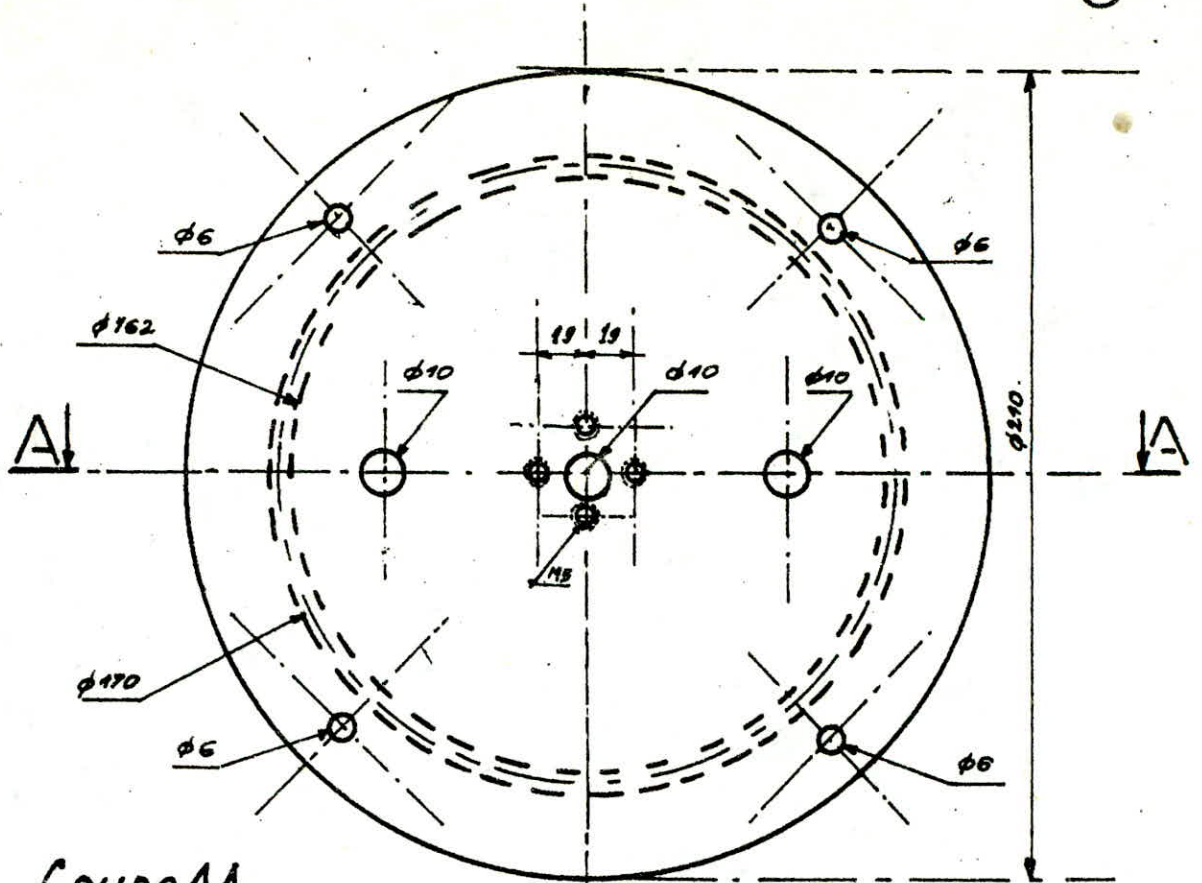


Figure 6

BRIDE INFERIEURE



Coupe AA

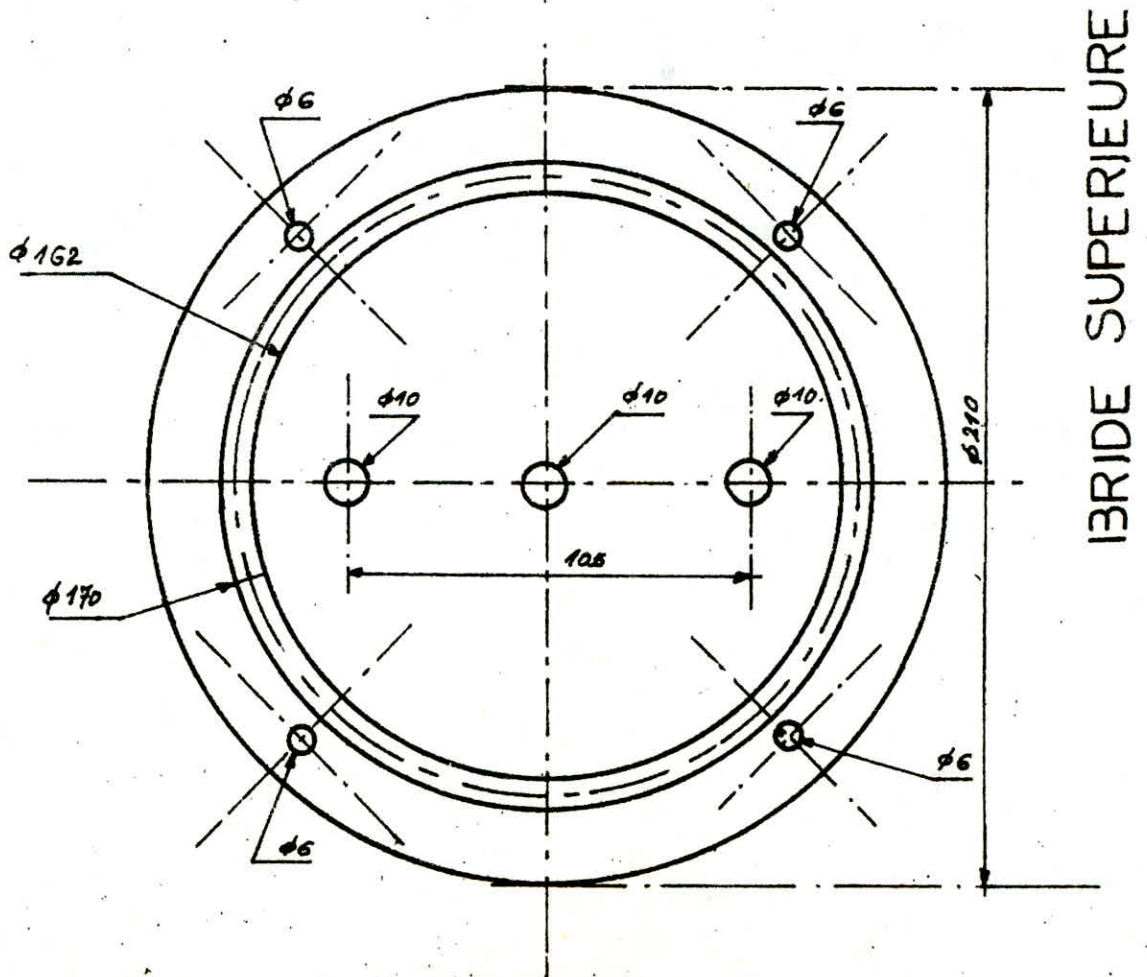
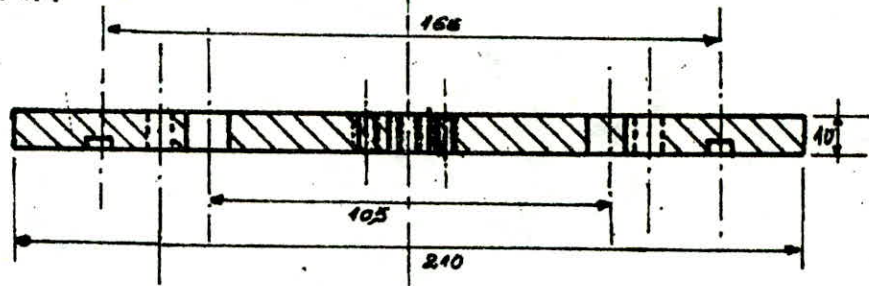


Figure 7

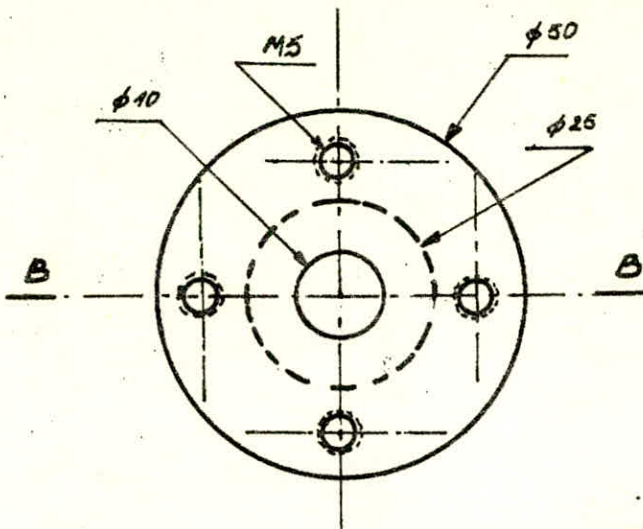
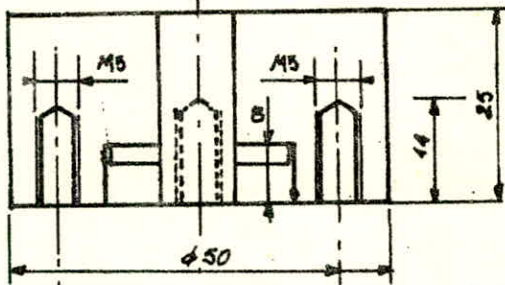


Figure N°2

Coupe BB.



BAGUE POUR
GUIDAGE D'AGITATEUR

TURBINE A 06 PALES PLATES

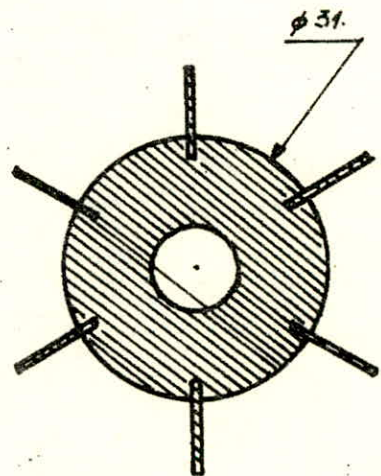
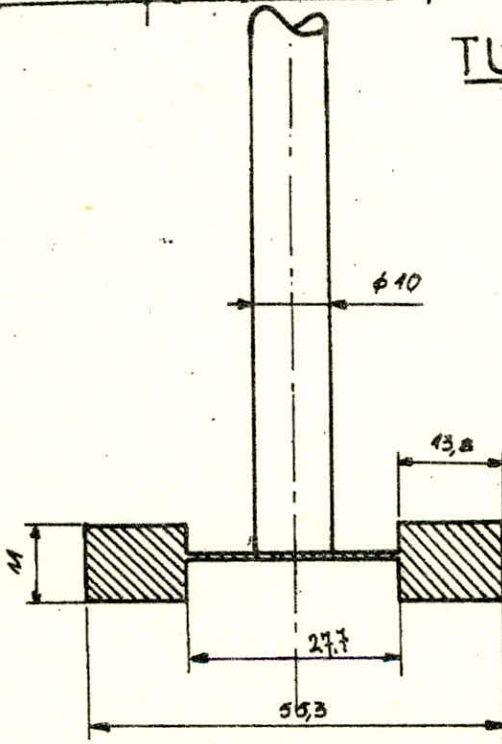


Figure N°3

IB) REACTEUR TUBULAIRE

IB.1) aperçu sur la réalisation expérimentale du réacteur

- Un tel réacteur est un tube dans lequel le mélange réactionnel circule d'une façon continue. Une colonne de garnissage est l'un des exemples d'un tel réacteur.
- la circulation des liquides dans notre cas se fait en courant ascendant
 - L'empilement du garnissage se fait d'une manière en vrac.

IB.2) dispositif expérimental:

Se divise de même que dans la partie A:

- Réacteur ;
- Appareillages de mesures.

IB.3) conception du réacteur tubulaire

Ce type de réacteur est très simple, puisqu'il est constitué par un simple tube en verre de diamètre $\phi = 62$ mm. et de longueur $L = 530$ mm. emboîté à chaque base sur une bride circulaire en acier de diamètre 102 mm.

On maintient l'ensemble tube-bridés par quatre tiges filetés de diamètre $\phi = 4$ mm, comme le montre la figure n° 1.

Dans le cas des expériences avec garnissage, un support en acier inox placé à 20 mm. de la bride inférieure permet de supporter les corps de remplissage.

Le volume de la partie entre support- bride inférieure est très petit devant le volume total du réacteur. Cette partie joue le rôle d'un prémélangeur.

- En ce qui concerne la liaison entre les appareils :
- 1) réacteur - système d'alimentation
 - 2) réacteur - cellule de sortie,

elle se fait de la manière suivante : par 2 raccords vissés sur la bride inférieure, et un raccord vissé sur la bride supérieure pour la seconde liaison.

L'injection du traceur dans le cas des expériences de la D.T.S se fait à l'aide d'une seringue au fond du tube par un orifice de diamètre $\phi = 10$ mm. bouché d'un bouchon en caoutchouc.

- L'étanchéité qui est un problème du premier ordre est assurée par des joints aux niveaux brides-tube ; support-tube.

Enfin le montage expérimental dans son ensemble est le même que celui du IA.11

IB.4) schémas des éléments d'assemblage du réacteur
Voir schémas N°2

IB.5) système d'alimentation et de mesures, c'est le même que la partie A.16 précédemment décrite.

IB.6) corps de remplissage : Pour l'amélioration du contact entre les molécules des liquides et la turbulence, on remplit le tube de corps de garnissage.
On utilise deux types de garnissage :

- 1/ - Anneaux Raschig de diamètre $\phi = H = 5\text{mm}$.
- 2/ - Billes en verre de diamètre $\phi = 1,2\text{mm}$.

— 0 —

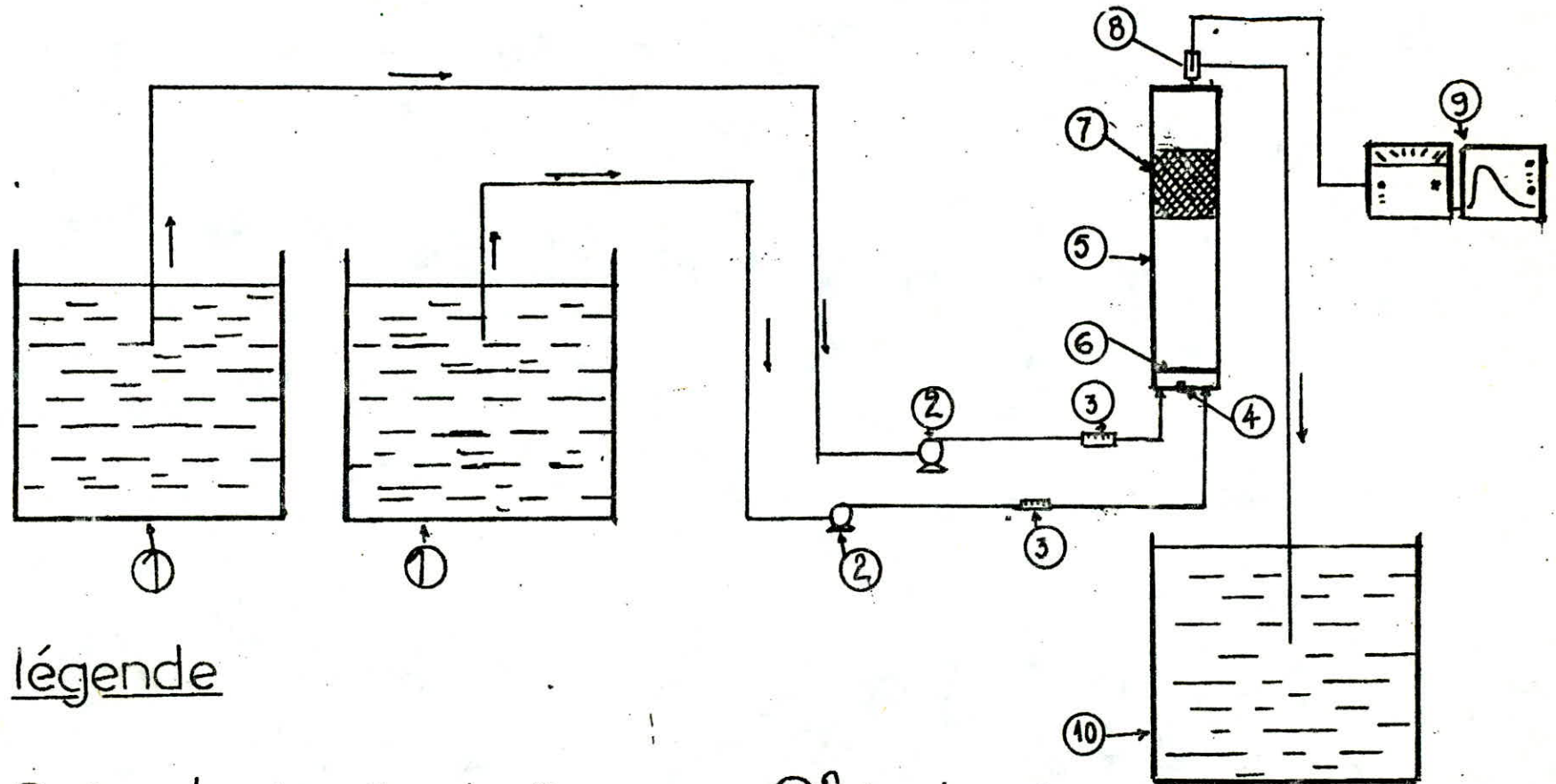


Figure N°3

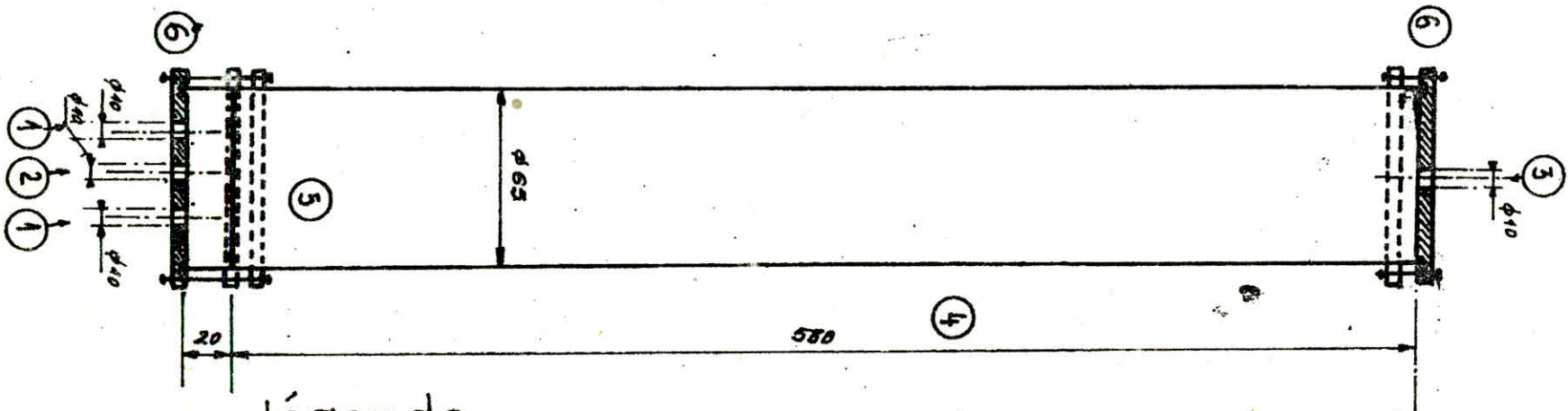
légende

- ① Bacs de stockage d'eau de ville.
- ② Pompes Centrifuge.
- ③ Débitmètres à flotteur.
- ④ Orifice pour l'injection de la solution d'HCl.
- ⑤ Réacteur.
- ⑥ Support du garnissage.
- ⑦ Portion de garnissage.
- ⑧ Sonde conductimétrique.
- ⑨ Conductimètre type TACUSSEL C57N + Enregistreur.
- ⑩ Bac d'évacuation.

SCHEMA ET PRINCIPE DE L'INSTALLATION GENERALE

REACTEUR TUBULAIRE

coupe transversale



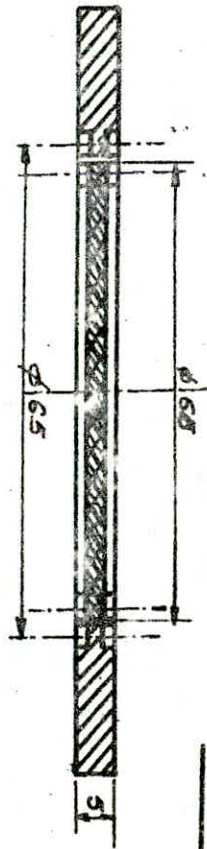
légende:

FIGURE N°1

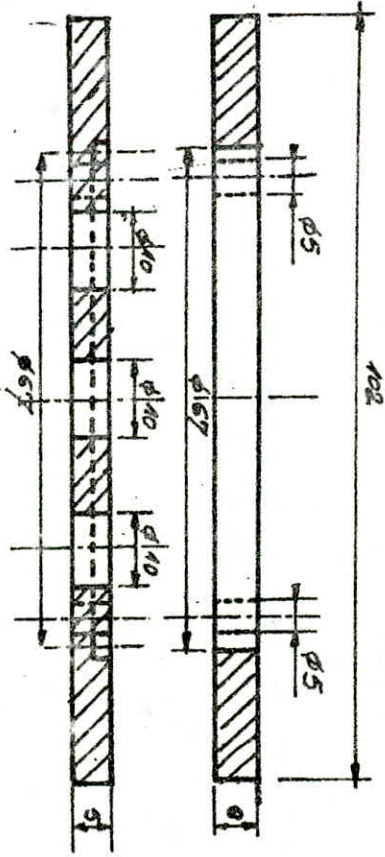
- ①: trous d'alimentation.
- ②: orifice d'injection de traceur.
- ③: orifice de sortie.
- ④: tube en verre
- ⑤: support pour garnissage.
- ⑥ brides en acier.

échelle: 1/3

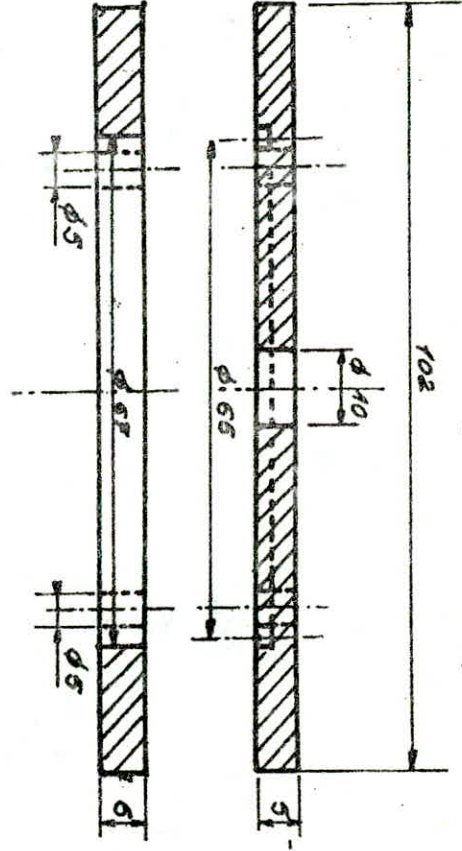
Schéma N°2.



SUPPORT POUR
GARNISSAGE.



BRIDE
INFÉRIEURE



BRIDE SUPÉRIEURE

CHAPITRE - II :

- DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR
DU FLUIDE DANS LES REACTEURS
EXPERIMENTAUX

- réacteur agité continu
- réacteur tubulaire

II) DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR DU FLUIDE DANS LES REACTEURS EXPERIMENTAUX

II.A) REACTEUR AGITE CONTINU

On utilise dans ce cas le réacteur déjà présenté. Cette série d'expériences porte uniquement sur l'exploitation des courbes de Distribution de Temps de Séjour (D.T.S.E) expérimentales, en essayant de voir l'influence de la puissance d'agitation sur ces courbes.

On détermine en outre :

- Temps de séjour théorique τ
- Temps de séjour expérimentale \bar{t}_s à partir des courbes $C(t)$ et $E(t)$.

II.A1) méthode expérimentale :

Expérimentalement la détermination de la D.T.S. a été faite par la méthode classique d'analyse de la réponse à une injection impulsion de traceur. Le traceur était une solution d'acide chlorhydrique (5N).

Le volume injecté à l'aide d'une seringue ne représentait pas plus que $1/53^{ème}$ du volume du réacteur, ceci afin de réaliser un temps d'injection négligeable devant le temps de passage et de ne pas perturber de façon notable le débit d'alimentation.

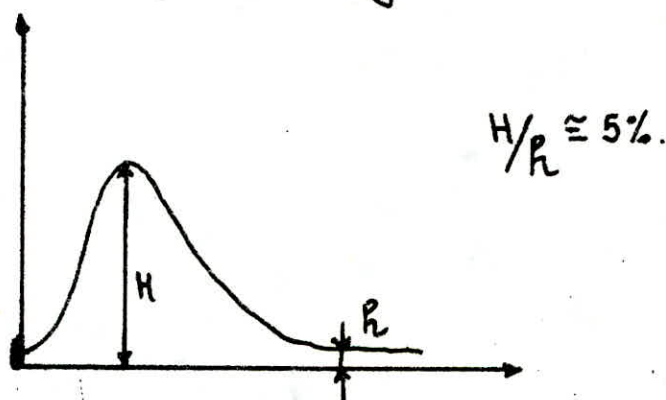
mode opératoire :

Après avoir étalonné la cellule de mesure et avoir effectué les différentes connexions entre la cellule conductimétrique - conductimètre - enregistreur, on procède au mode opératoire suivant, pour chaque manipulation. L'étalonnage de la cellule de mesure est donné par la figure.

- 1°) Fixer le débit d'eau à l'aide des débitmètres.
- 2°) Attendre que le régime permanent soit établi (en procédant par mesure de débit à la sortie du réacteur jusqu'à reproductibilité).
- 3°) Mettre le moteur d'entraînement en marche à une vitesse déterminée.
- 4°) Injecter le traceur (HCl 5N.), tout en déclenchant le chronomètre et l'enregistreur en même temps.

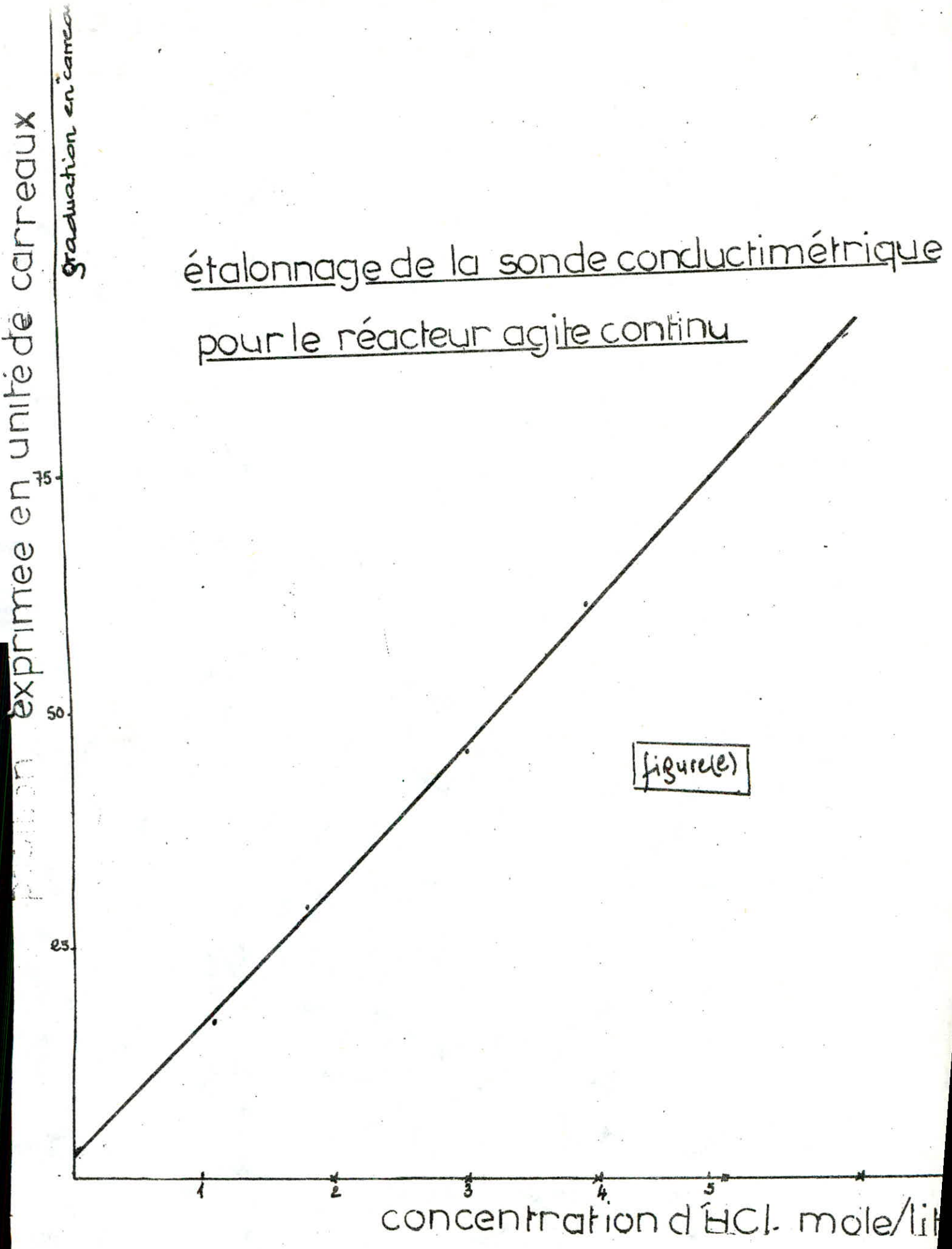
Marquer alors sur le papier d'enregistrement le point qui correspond à l'injection

- 5°) Arrêter l'enregistreur quand le rapport des hauteurs correspondant au sommet de la courbe et d'un point de la fin de la courbe est égal à 5% environ [5].



- 6°) Balayer, alors par commodité de travail la gamme de débit tout en maintenant la même vitesse, en répétant les cinq premières étapes
- 7°) Recommencer les enregistrements en suivant les étapes 1, 2, 3, 4, 5 et 6, en changeant la vitesse d'agitation (5^{ème} étape).

étalonnage de la sonde conductimétrique
pour le réacteur agité continu



II B) REACTEUR TUBULAIRE

II.B.1) méthode expérimentale:

Même que celle dans II.A.1.

mode opératoire

Effectuer les différentes connexions, comme dans

dans la partie II.A.1. On procède au mode opératoire suivant, après avoir fait les connexions, citées précédemment.

- Le tube est garni d'anneaux Raschig:

- 1°) Fixer le débit d'eau à l'aide des débitmètres.
- 2°) Attendre que le régime permanent soit établi.
- 3°) Injecter le traceur HCl 5N, tout en déclenchant le chronomètre et l'enregistreur en même temps.

Marquer alors sur le papier d'enregistrement le point qui correspond à l'injection, comme dans la partie II.A.1.

- 4°) Arrêter l'enregistrement, après avoir enregistré la courbe.
- 5°) Balayer alors la gamme de débit, tout en gardant le même garnissage.
- 6°) Recommencer les enregistrements, en suivant le même mode opératoire précédent, tout en changeant le garnissage (billes en verre).

Remarque: puisqu'on a travaillé pas dans les mêmes conditions (calibrages du conductimètre et enregistreur) dans les deux cas

- 1^{er} Cas: tube garni avec anneaux Raschig de diamètre 5mm
- 2^{er} Cas: tube garni avec billes en verre de diamètre moyen 1,5mm.

On étalonne alors dans chaque cas la cellule de mesure.

- 1^{er} cas: la courbe d'étalonnage est donnée par la figure
- 2^{er} cas: la courbe d'étalonnage est donnée par la figure

étalonnage de la sonde
conductimétrique
réacteur tubulaire

anneaux Raschig

e exprimée en unité de carreaux

Graduations

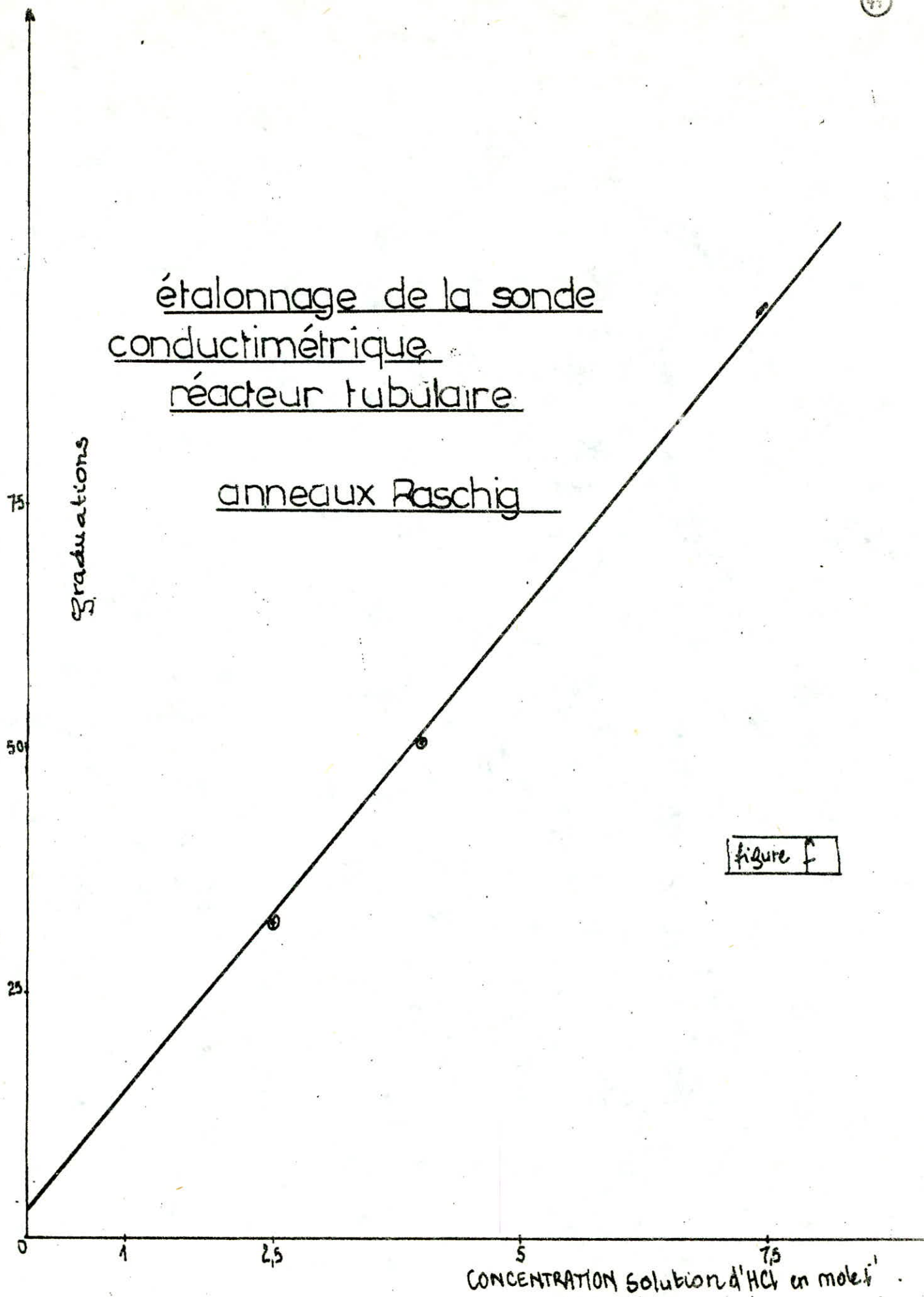


figure f

étalonnage de la sonde conductimétrique
réacteur tubulaire
billes en verre.

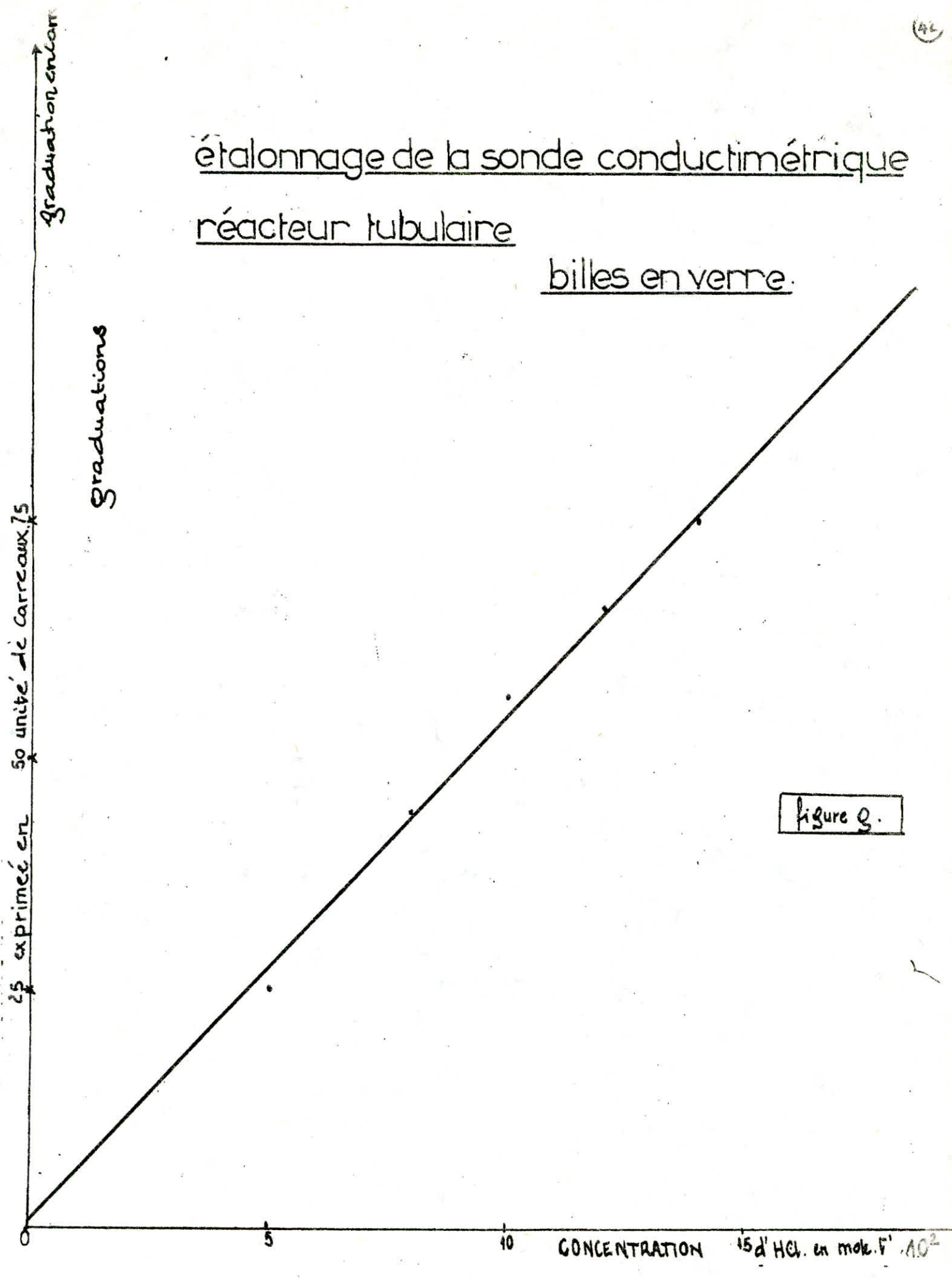


Figure 3.

CHAPITRE IV :

- RESULTATS EXPERIMENTAUX
- INTERPRETATIONS DES I

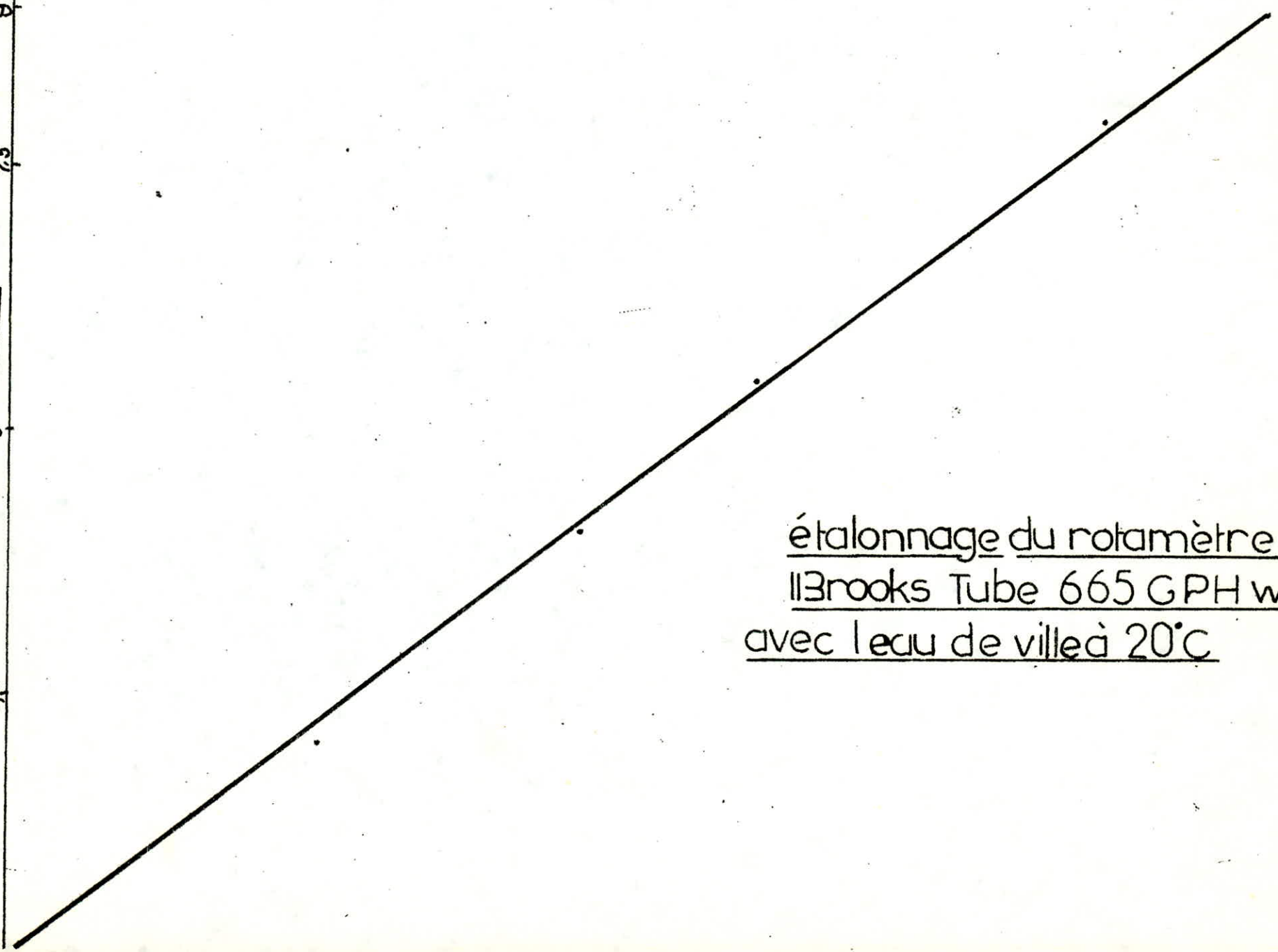
- .réacteur agité continu
- .réacteur tubulaire

graduation, en cm.

0

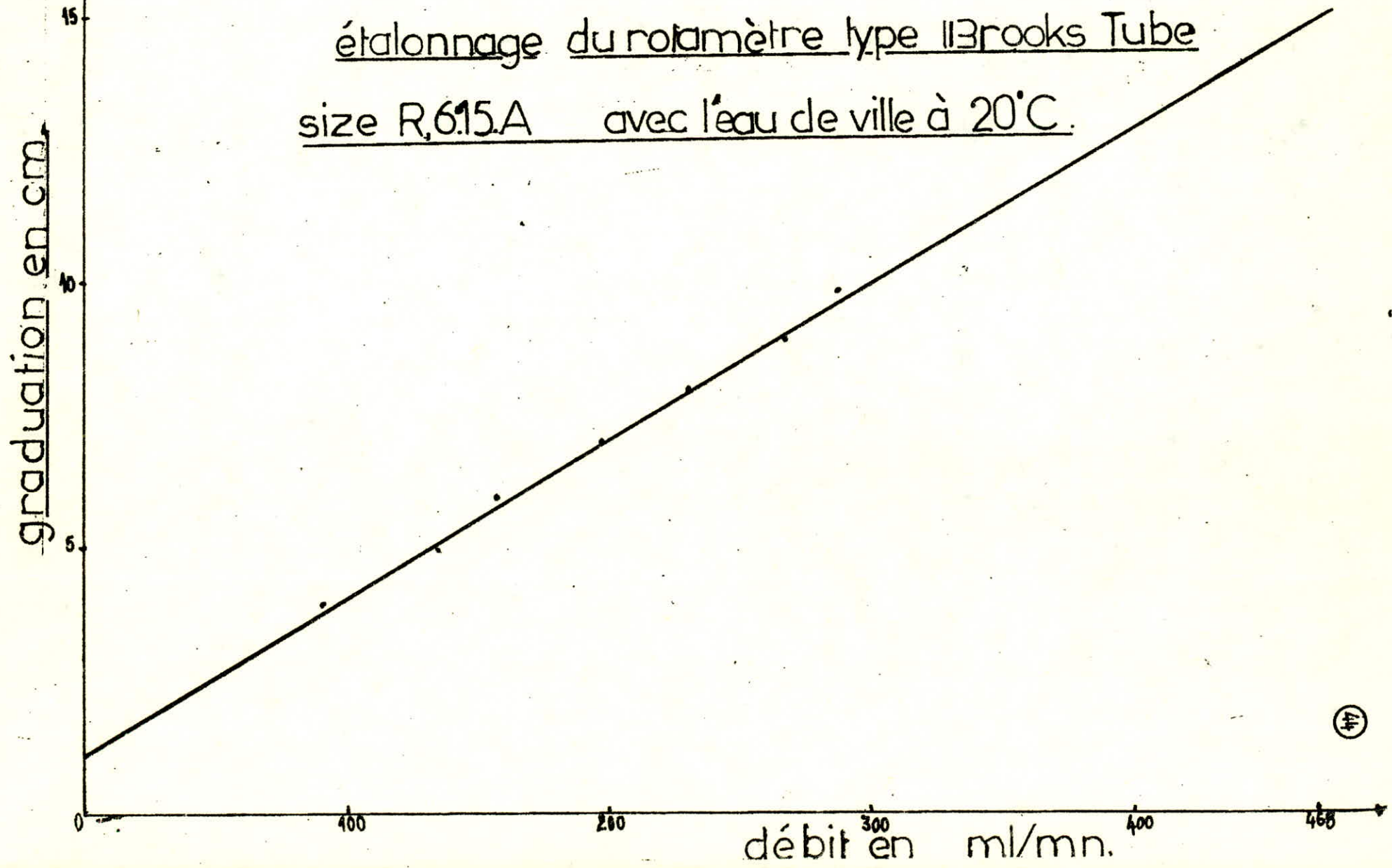
7.5

2.5



étalonnage du rotamètre type
11 Brooks Tube 665 GPH water
avec l'eau de ville à 20°C

étalonnage du rotamètre type Brooks Tube
size R,615.A avec l'eau de ville à 20°C.



RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATIONS

III.A.) REACTEUR AGITE

III.A.1) forme des courbes.

Les courbes expérimentales sont plus ou moins régulières : On note quelques irrégularités pour certaines courbes, surtout celles enregistrées avec des grandes vitesses d'agitation et des grands débits, présentent des dents en "saw". Ceci est dû aux bulles d'air résultant de l'agitation et qu'il a été impossible d'éliminer (voir figures a et b) réacteur agité

III.A.2) conditions expérimentales

Les paramètres d'étude ont varié dans les intervalles suivants :

- Temps de passage

τ (s)	230,12	265,25	307,71	359	430,8
------------	--------	--------	--------	-----	-------

• Vitesse d'agitation :

N (tours/min)	2000	1400	1000	850	600	400	350	300
---------------	------	------	------	-----	-----	-----	-----	-----

Pour nos calculs, nous avons utilisé seulement, trois temps de passage; 230,12 s ; - 359 s ; - 430,8 s. et trois vitesses ; - 2000 tours/min ; - 1000 tours/min ; - 850 tours/min.

III.A.3) Exploitation des courbes :

Différentes étapes de calcul:

Une fois la courbe C enregistré, on commence par calculer sa surface à l'aide d'un planimètre, on répète l'opération plusieurs fois jusqu'à obtention des résultats reproductibles. La surface est donnée en cm², il faut alors la transformer en fonction des unités choisies pour les concentrations et les temps.

La figure (e) donne les transformations. On a pris en ordonnée comme grandeur suivante: 1,25 cm correspond à 0,9.10¹³ mol.l⁻¹; et en abscisse 1 cm correspond à 12 secondes.

*) Tracé de la courbe E(t):

On a tracé la courbe E(t) en divisant chaque valeur de la courbe C, après avoir fait les transformations nécessaires à l'aide de la figure (e).

** Calcul de la Moyenne de la distribution:

On reprend directement les valeurs de E=C/s calculés précédemment, on choisit un intervalle de temps constant (12 s.) et on calcul la moyenne \bar{E} par l'équation:

$$\bar{E} = \sum E_i \cdot t_i \cdot \Delta t$$

Les différentes valeur de \bar{E} sont regroupés dans le tableau

— Tracé des courbes E(t):

Nous avons tracé les courbes E(t) sur un même graphe en fonction de la vitesse d'agitation et ce pour chaque temps de passage. (Voir Graphes 1, 2, 3 Réacteur agité) Un exemple de calcul de la moyenne est donné en annexe.

Evaluation des erreurs expérimentales:

a) Temps de passage:

$$\tau = V_R / Q$$

$$\frac{\Delta \tau}{\tau} = \frac{\Delta V_R}{V_R} + \frac{\Delta Q}{Q}$$

($V_R = \text{Volume du réacteur} = 3590 \text{ ml.}$)
 $\Delta V_R = 0.$

$$\boxed{\frac{\Delta \tau}{\tau} = \frac{\Delta Q}{Q}}$$

L'erreur qu'on commet sur le débit Q est de $\Delta Q = 14 \text{ ml/min.}$

Exemple de calcul:

Avec un débit $Q_1 = 936 \text{ ml/min}$ on aura un temps de passage $\tau = 230,12 \text{ s.}$

d'où :

$$\frac{\Delta \tau}{\tau} = \frac{\Delta Q}{Q} = \frac{14}{936} = 1,49\%$$

ce qui donne une erreur absolue $\Delta \tau = \frac{\tau \times 1,49}{100} = 3,42 \text{ s.}$

Les tableaux regroupent les valeurs de τ et $\Delta \tau / \tau$ pour chaque vitesse d'agitation.

b) Volumes morts:

on a $V_m / V_R = 1 - \bar{V} / \tau$

Exemple: pour un temps de passage $\tau = 230,12$ et une vitesse d'agitation $N_1 = 2000 \text{ tours/min.}$

On aura :

$$V_m / V_R = 1 - \frac{207,63}{230,12} = 9,77\%$$

d'où un volume mort de $V_m = 350,74 \text{ ml.}$

Les tableaux N°2 regroupent les valeurs des V_m pour chaque vitesse et chaque temps de passage.

- Le calcul d'erreur sur V_m est donné comme suit:

$$\text{on a } V_m = V_R (1 - \bar{t}/\tau)$$

$$\frac{\Delta V_m}{V_m} = \frac{\Delta V_R}{V_R} + \frac{\Delta \tau}{\tau} + \frac{\Delta \tau}{\tau - \bar{t}} + \frac{\Delta \bar{t}}{\tau - \bar{t}}$$

$$\Delta V_R = 0 \quad (V_R = \text{constant})$$

bien que \bar{t} ait été calculé à l'aide d'une expression approchée, on considère que $\Delta \bar{t}$ est négligeable devant $\Delta \tau$.

Exemple de calcul de $\Delta V_m/V_m$:

Pour un temps de passage $\tau = 230,12$ s et une vitesse $N_1 = 2000$ tours/min. et $V_m = 350,74$ ml. et un $\Delta \tau = 3,42$ s. L'erreur relative qu'on commet sur le calcul de V_m est :

$$\frac{\Delta V_m}{V_m} = \frac{\Delta \tau}{\tau} + \frac{\Delta \tau}{\tau - \bar{t}} = \frac{14}{936} + \frac{3,42}{230,12 - 207,63} = 16,69\%$$

$$\text{d'où un } \Delta V_m = \frac{V_m \times 16,69}{100} = 58,53 \text{ ml.}$$

$$\text{et } \boxed{V_m = (350,74 \pm 58,53) \text{ ml.}}$$

Les différentes valeurs de V_m et de l'erreur relative sont regroupées dans les tableaux N° 2.

III A4) interprétations des résultats

a) Avec le débit: (Temps de passage),
 l'augmentation du débit diminue les volumes morts pour une vitesse d'agitation fixée. Les résultats sont donnés dans les tableaux ci-dessous:

$N_1 = 2000$ tours/min	τ (secondes)	430,8	359	230,12
	V_m (ml)	497,57	479,62	350,74

$N_2 = 1000 \text{ tours/mn.}$

τ (secondes)	430,8	359	230,12
V_m (ml.)	256,6	240	230,11

$N_3 = 850 \text{ tours/mn.}$

τ (secondes)	430,8	359	230,12
V_m (ml.)	339,66	328,48	198,52

Ceci s'explique facilement par le fait que lorsqu'on augmente le débit (pour des temps de passage petits) la turbulence augmente, ce qui améliore le mélangeage.

b) Avec la vitesse d'agitation:

Pour le temps de passage τ_1 ($Q_1 = 936 \text{ ml/mn.}$) on

constate que l'augmentation de la vitesse augmente le volume mort.

Le volume mort le plus faible est obtenu pour une vitesse de 850 tours/min.

Par contre dans les deux autres cas ($\tau_2 = 359 \text{ s.}$, $\tau_3 = 430,8 \text{ s.}$), le volume mort le plus petit est obtenu à une vitesse d'agitation de 1000 tours/mn.

Les tableaux, ci dessous montre l'évolution des volumes morts en fonction de la vitesse d'agitation et ce pour un temps de passage:

* $\tau_1 = 230,12 \text{ s.}$

N (tours/mn.)	2000	1000	850
V_m (ml.)	350,74	230,11	198,52

** $\tau_2 = 359 \text{ s.}$

N (tours/mn.)	2000	1000	850
V_m (ml.)	479,62	240	328

***) $\tau_3 = 430,8 \text{ s.}$

N (tours/mn.)	2000	1000	850
V_m (ml.)	497,57	256,6	339,66

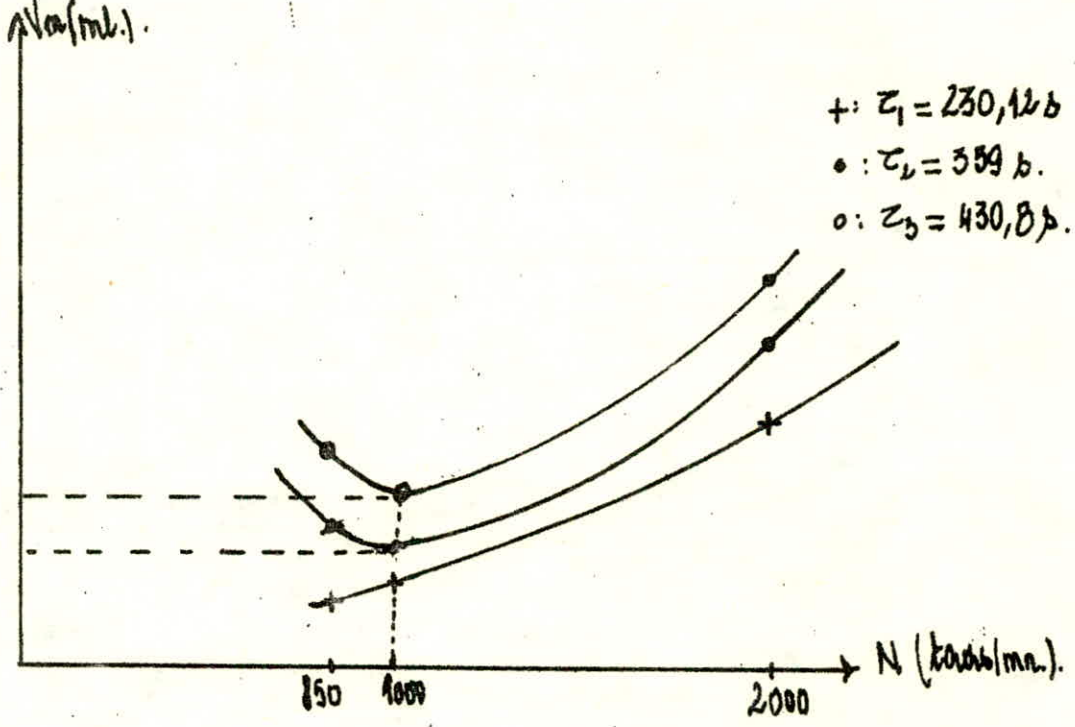
Ceci peut s'expliquer que pour une vitesse d'agitation très grande ($N_1 = 2000$ tours/mn.) le phénomène de vortex apparait et surtout, des peakurs de petit volume (notés les). des résultats obtenus montrent bien qu'il diminue la qualité du mélangeage.

III) conclusion :

Pour des temps de passage plus faibles que $\tau_1 = 230,12$ s (ou des débits d'alimentation $Q_0 \approx 956$ ml/mn.), l'augmentation de la vitesse d'agitation augmente les volumes morts.

Par contre en augmentant le temps de passage τ la courbe obtenue (figure ci-dessous) en représentant les volumes mort (V_m) en fonction de la vitesse d'agitation (N) on passe par un minimum.

On remarque bien que l'influence que provoque la vitesse d'agitation sur la qualité du mélangeage dépend fortement du temps de passage auquel on se place (figure ci-dessous)



Tableaux N° 2.

Débit: $Q = 936 \text{ ml/mn.}$

Vitesse d'agitation tours/mn.	τ (s.)	\bar{E}_s (s.)	$1 - \bar{E}_s/\tau$ (%)	V_m (ml.)	$\Delta V_m/V_m$ (%)	ΔV_m (ml.)
$N_1 = 2000$	230,12	207,65	9,77	350,74	16,69	58,53
$N_2 = 1000$	230,12	215,35	6,45	231,55	24,64	57,05
$N_3 = 850$	230,12	217,39	5,53	198,52	28,35	56,28

Débit: $Q = 600 \text{ ml/mn.}$

Vitesse d'agitation tours/mn.	τ (s.)	\bar{E}_s (s.)	$1 - \bar{E}_s/\tau$ (%)	V_m (ml.)	$\Delta V_m/V_m$ (%)	ΔV_m (ml.)
$N_1 = 2000$	359	311,02	13,36	479,62	19,49	93,47
$N_2 = 1000$	359	335,67	6,49	232,99	37,66	87,74
$N_3 = 850$	359	326,14	9,15	328,48	27,4	90,00

Débit: $Q = 500 \text{ ml/mn.}$

Vitesse d'agitation tours/mn.	τ (s.)	\bar{E}_s (s.)	$1 - \bar{E}_s/\tau$ (%)	V_m (ml.)	$\Delta V_m/V_m$ (%)	ΔV_m (ml.)
$N_1 = 2000$	430,8	371,06	13,86	497,57	22,86	113,74
$N_2 = 1000$	430,8	400,09	7,12	255,60	41,76	106,73
$N_3 = 850$	430,8	390,04	9,46	339,61	32,21	109,38

tableaux N° 1.

Vitesse d'agitation = 2000 tours/mn.				
Débits [ml/mn.]	τ (s.)	$\Delta\tau/\tau$ (%)	$\Delta\tau$ (s.)	\bar{E}_s (s.)
$Q_1 = 936$	230,12	1,49	3,42	207,63
$Q_2 = 600$	259,359	2,30	8,25	311,02
$Q_3 = 500$	430,8	2,8	12,06	371,06

Vitesse d'agitation = 1000 tours/mn.				
Débits [ml/mn.]	τ (s.)	$\Delta\tau/\tau$ (%)	$\Delta\tau$ (s.)	\bar{E}_s (s.)
$Q_1 = 936$	230,12	1,49	3,42	215,35
$Q_2 = 600$	359	2,30	8,25	335,67
$Q_3 = 500$	430,8	2,80	12,06	400,09

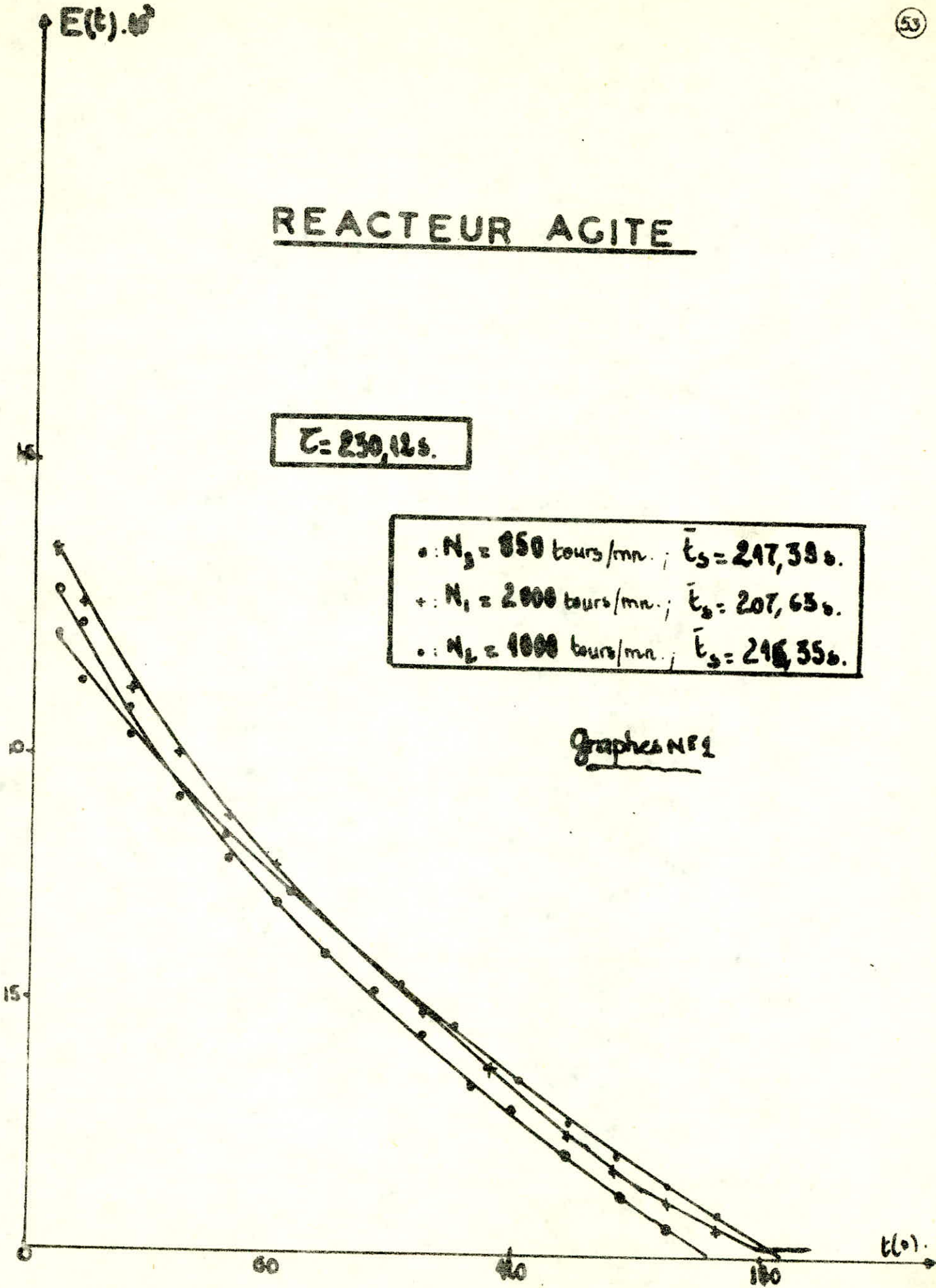
Vitesse d'agitation = 850 tours/mn.				
Débits [ml/mn.]	τ (s.)	$\Delta\tau/\tau$ (%)	$\Delta\tau$ (s.)	\bar{E}_s (s.)
$Q_1 = 936$	230,12	1,49	3,42	217,39
$Q_2 = 600$	359	2,30	8,25	326,14
$Q_3 = 500$	430,8	2,80	12,06	390,04

REACTEUR AGITE

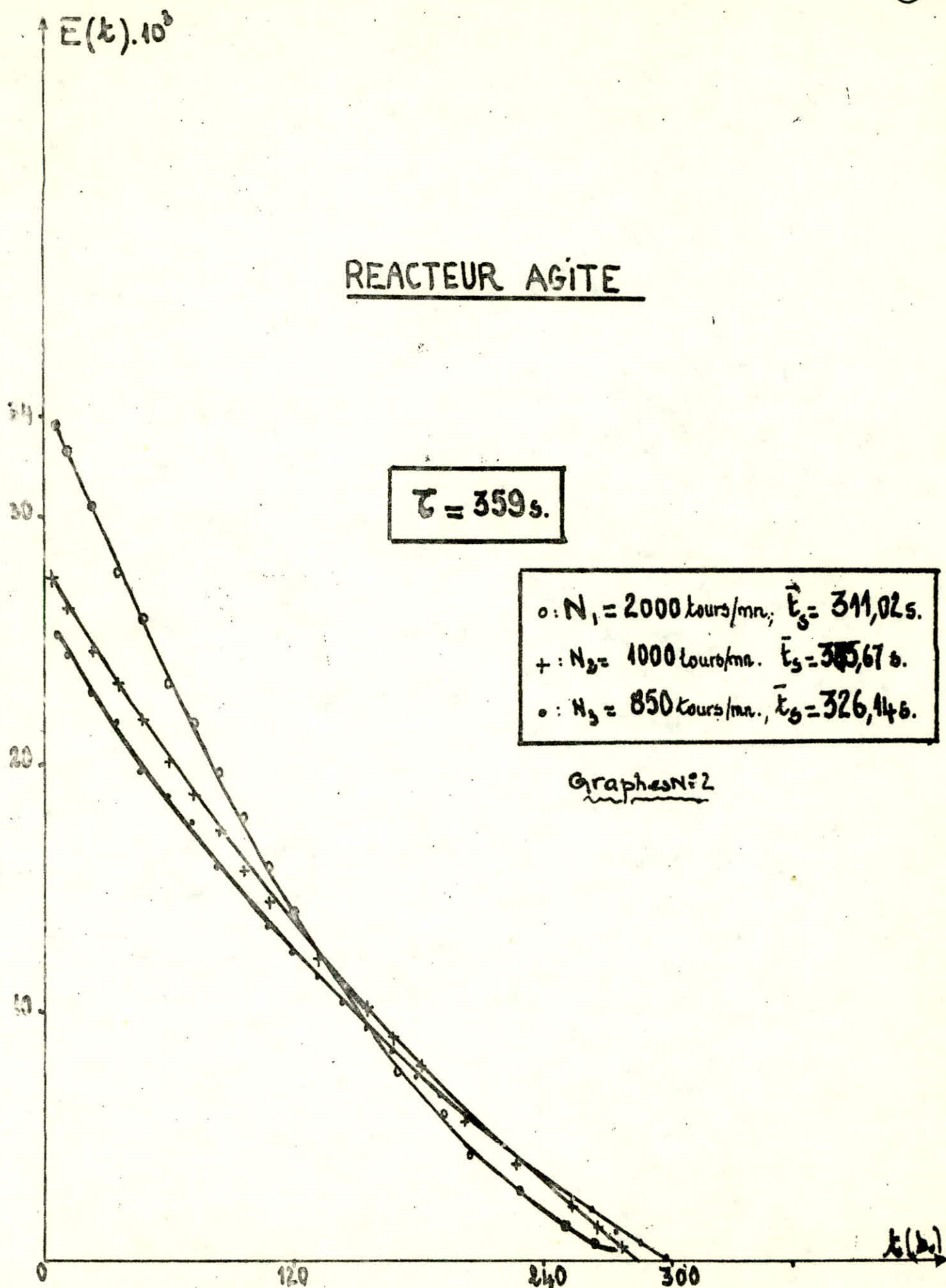
$\tau = 230,12 \text{ s.}$

- : $N_3 = 850 \text{ tours/mn. ; } \bar{t}_3 = 217,39 \text{ s.}$
- + : $N_1 = 2000 \text{ tours/mn. ; } \bar{t}_1 = 207,65 \text{ s.}$
- : $N_2 = 1000 \text{ tours/mn. ; } \bar{t}_2 = 216,35 \text{ s.}$

Graphes N° 1



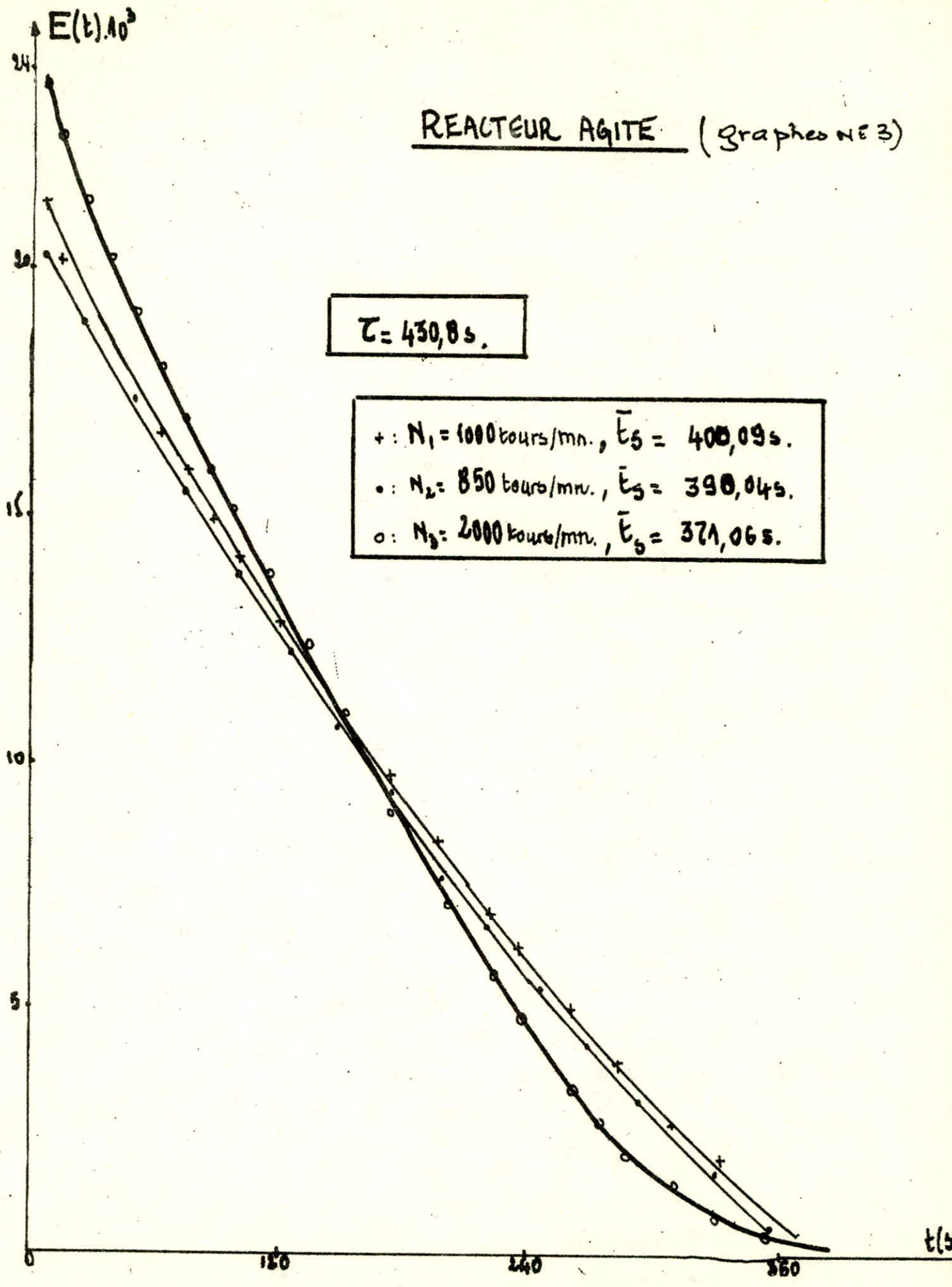
REACTEUR AGITÉ



REACTEUR AGITE (graphes n°3)

$\tau = 430,8 \text{ s.}$

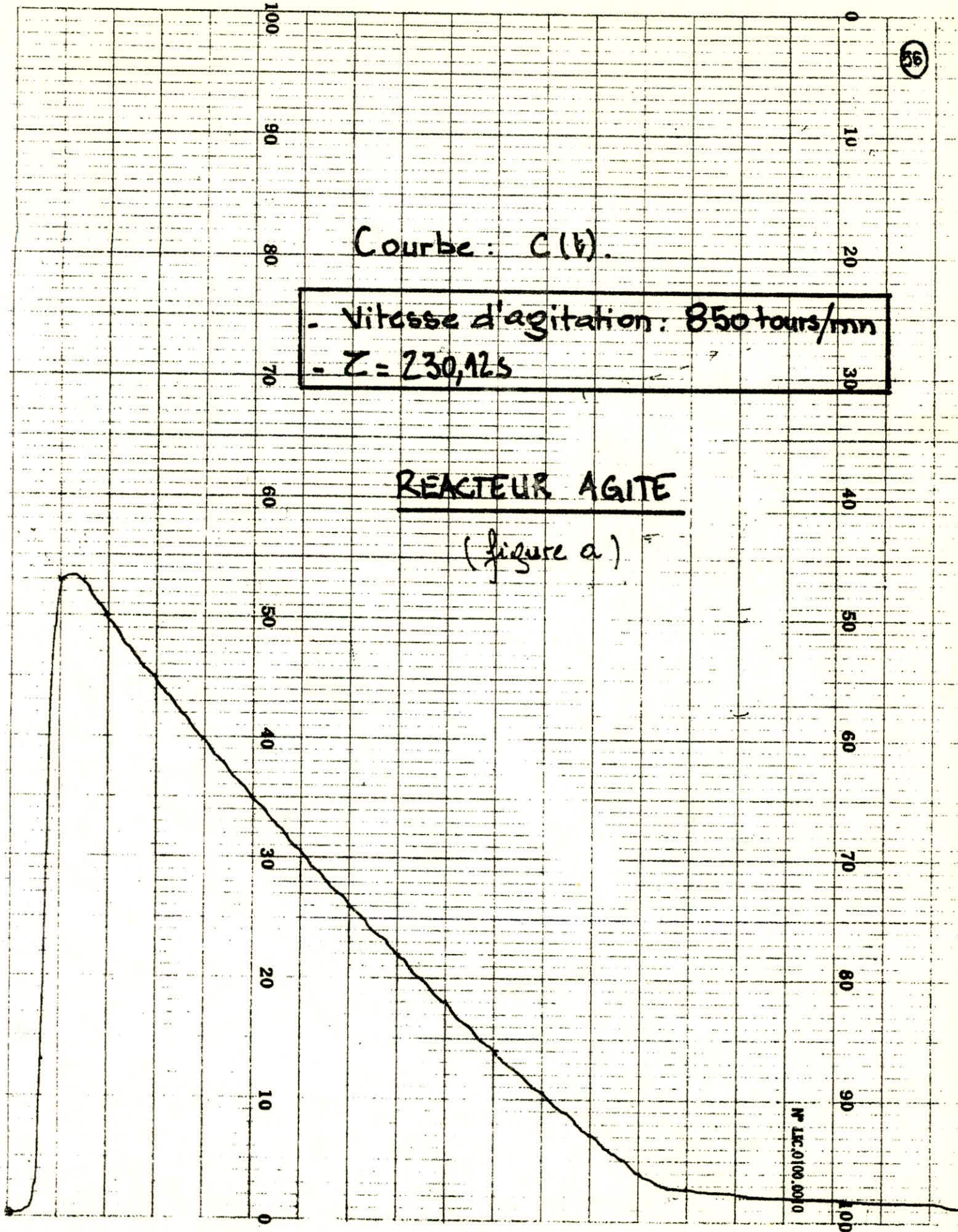
+ : $N_1 = 1000 \text{ tours/mn.}, \bar{E}_s = 400,09 \text{ s.}$
• : $N_2 = 850 \text{ tours/mn.}, \bar{E}_s = 390,04 \text{ s.}$
o : $N_3 = 2000 \text{ tours/mn.}, \bar{E}_s = 371,06 \text{ s.}$



Courbe : C (b).

- Vitesse d'agitation : 850 tours/mn
- $Z = 230,12s$

REACTEUR AGITE
(figure a)



100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0

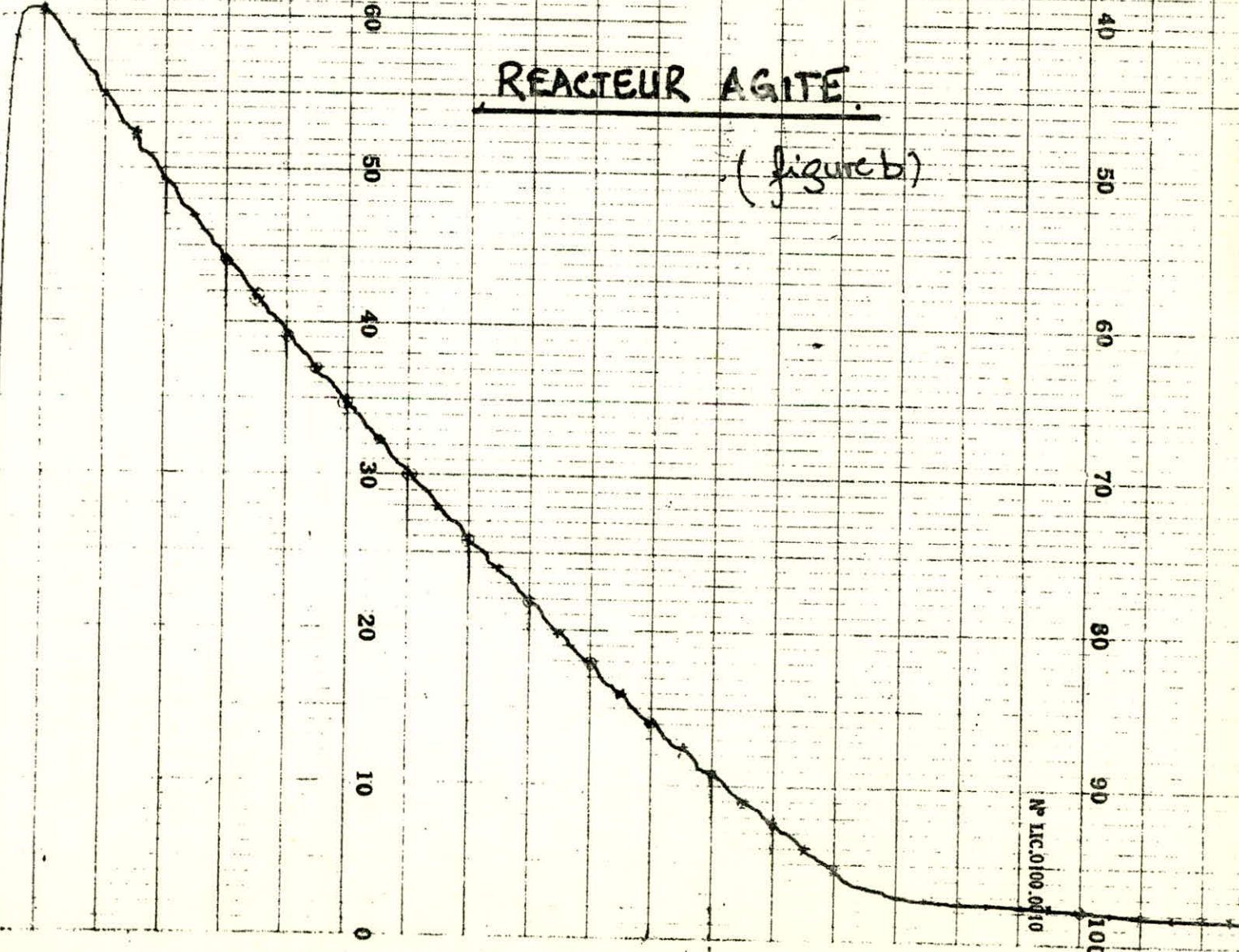
(t)

0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

Courbe C(t).

- Vitesse d'agitation = 2000 tr/mn
- temps de passage = 230,12 s.

REACTEUR AGITE
(figure b)



N° 11C.0100.0010

III.B) REACTEUR TUBULAIRE

III.B1) forme des courbes:

Les courbes expérimentales obtenues sont régulières et ne présentent aucune cassure. Le temps mort de la réponse diffère d'une expérience à l'autre. Le rayon de courbure des sommets de courbes est différent pour chaque expérience (voir figure c et d reacteur tubulaire)

III.B2) conditions expérimentales

Les paramètres d'études sont dans ce cas le temps de passage τ et le type de garnissage. Nous avons fait varier ces paramètres dans les intervalles suivants:

- Temps de passage τ :

$\tau(s)$	106,3	142,2	199,05
-----------	-------	-------	--------

• Type de garnissage:

Type	Tube vide	Tube rempli de Billes en verre	Tube rempli d'anneaux raschig
Dimensions (mm.)	$\phi = 62$ $L = 530$	ϕ_m de billes = 4,5	$\phi = H = 5mm.$

On remarque que dans le cas du tube vide les résultats ne sont pas du tout satisfaisants. Ceci est dû aux conditions expérimentales (temps de passage assez grand, diamètre du réacteur relativement grand.)

En g n ral pour s'approcher de l' coulement piston il faut prendre au minimum $L/\phi = 100$ [5]

Malheureusement nous sommes limit s dans le choix des dimensions par les moyens existants au d partement.

III.B.3 exploitation des courbes :

L'exploitation des courbes

se fait de la m me fa on que celles dans la partie III.A.2 du r acteur agit . Les transformations en unit s choisies pour les concentrations, sont donn es pour les deux s ries d'exp riences par les figures 4 et 5 r acteur tubulaire

- Calcul de la moyenne:

C'est un param tre qui nous permet dans ce cas d'evaluer les courts-circuits. Le calcul de ce param tre se fait de la m me fa on que celle du r acteur agit  des tableaux N  1 et N  2 regroupent les diff rentes valeurs de temps de s jour exp rimentals pour les deux types de corps de remplissage.

- Trace des courbes E(t):

Le trace des courbes E(t) se fait sur un m me graphe avec le temps de passage τ comme param tre pour chaque corps de remplissage. (Voir graphe 1 et 2 r acteur tubulaire)

- Calcul d'erreur:

Temps de passage: c'est le m me que celui d j  trait  dans la partie r acteur agit .

- Court-circuit

$$Q_c = Q(1 - \tau/\bar{t}) -$$
$$\Delta Q_c / Q_c = \Delta Q / Q + \Delta \bar{t} / \bar{t} + \frac{\Delta \bar{t}}{\bar{t} - \tau} + \frac{\Delta \tau}{\bar{t} - \tau}$$

Δt négligeable devant $\Delta \tau$.

$$\text{d'où } \boxed{\Delta Q_c / Q_c = \Delta Q / Q + \Delta \tau / t - \tau}$$

Un exemple de calcul :

pour le réacteur garni avec anneaux packing.

$$Q = 956 \text{ ml/min.}$$

$$\Delta Q_c / Q_c = 0,149 + \frac{1,58}{117,96 - 106,5} = 15,04\%$$

$$\text{d'où } \Delta Q_c = 14,87 \text{ ml/min.}$$

Les tableaux N° ① et ② regroupent les différentes valeurs de τ et erreurs relatives ainsi que les courts-circuits et les erreurs relatives qu'on commet sur ces derniers pour les deux types de garnissage.

III B.4) Interprétation des résultats

Calcul de F:

Le calcul du temps de séjour expérimental peut être évalué quantitativement à partir de la courbe réponse au traceur. Le calcul montre une nette différence entre le temps de séjour \bar{t} et le temps de passage τ . A chaque fois on obtient \bar{t} supérieur à τ , ceci est en principe l'indice de court-circuit.

évolution des courts-circuits : Influence du temps de passage

Dans les deux séries d'expériences on remarque bien que le court-circuit diminue quand le temps de passage diminue, comme le montre les tableaux ci-dessous.

1) Court-circuit dans le réacteur garni de billes en verre en fonction du temps de passage τ .

Temps de passage (s)	199,05	142,2	106,5
Court-circuit (ml/min)	45,15	65,09	84,56

- Court-circuit dans le réacteur garni d'anneaux raschig en fonction du temps de passage τ .

Temps de passage (s)	199,05	142,2	106,5
Court-circuit (ml/min)	59,116,25	110,25	99,59

Ceci est logique puisque en diminuant le temps de passage, l'effet de mélange longitudinal diminue autrement dit la diffusion longitudinale diminue et le profil des vitesses s'applatit [3].
En général on évalue l'importance de la diffusion longitudinale par la largeur du pic.

b) Influence du type de garnissage:

On constate qu'avec les billes en verre la largeur du pic est plus étroite que celle obtenue avec les anneaux raschig et ce pour une vitesse de courant donnée.
(voir figure 1 et 2 réacteur tubulaire courbes $E(t)$).

Les tableaux ci-dessous montrent l'évolution des courts circuits en fonction du type de corps de remplissage pour un temps de passage fixé.

On peut expliquer ceci par le fait que les billes en verre présentent une surface de contact supérieure à celles des anneaux raschig.
Donc en augmentant la surface de contact, le profil hydrodynamique devient plus plat et la largeur du pic diminue et d'où le court-circuit diminue.

TABLEAU DONNANT L'EVOLUTION DES COURTS-CIRCUITS
EN FONCTION DU TYPE DE GARNISSAGE, POUR UN
TEMPS DE PASSAGE FIXE.

	Billes en verre	ANNEAUX RABCHIG.
	Q_{e1} (ml/mn)	Q_e (ml/mn.)
$Z_1 = 106,3s$	54,56	99,59
$Z_2 = 142,2 s.$	63,09	110,25
$Z_3 = 199,03s$	65,15	116,25.

On pourrait évaluer le coefficient de diffusion D dans le cas où l'écart entre le temps de passage et le temps de séjour moyen est petit; en calculant la variance σ^2 et par D par l'équation suivante [3]:

$$\sigma^2 = 2 D_y / w.L \quad \text{où } w: \text{ vitesse linéaire du courant.}$$

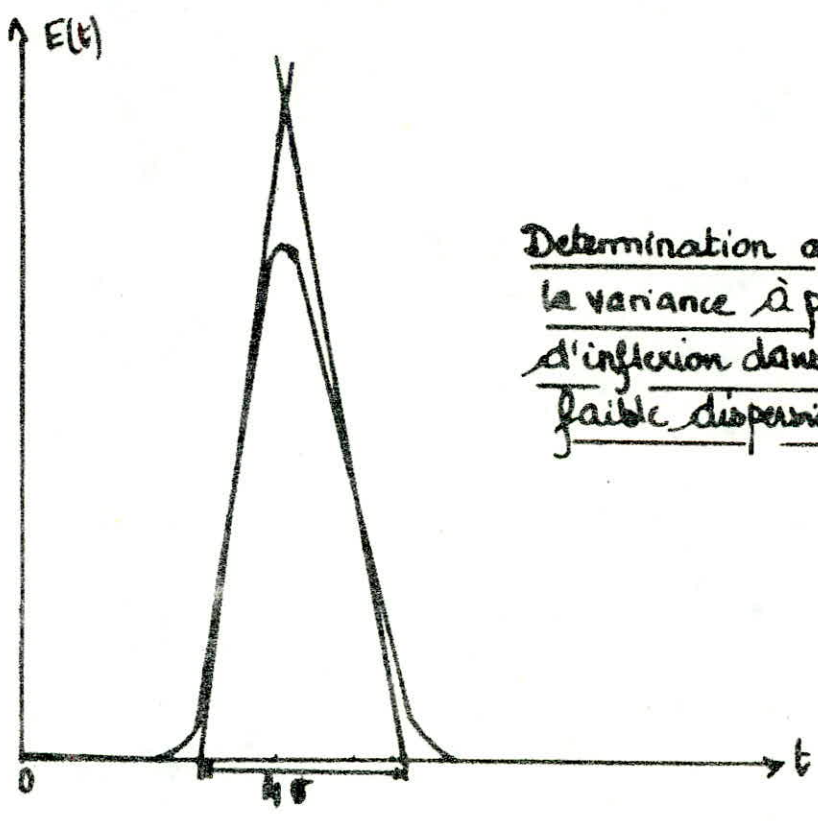
II B-5) représentation du réacteur réel par le model des mélangeurs en cascade

En utilisant la relation:

$$\sigma^2 = \bar{t}^2 / j$$

On peut trouver le nombre de mélangeurs (j) en cascade représentant notre réacteur expérimental.

L'écart type σ peut être déterminé graphiquement, par la méthode donnée par LEVENSPIEL [4] qui est la suivante:



Détermination approximative de la variance à partir des tangentes d'inflexion dans le cas d'une faible dispersion axiale.

La détermination de la variance de la distribution expérimentale par cette méthode a donné les résultats suivants :

On avait pris la distribution qui représente le plus petit court-circuit dans les deux types de garnissage.

Réacteur tubulaire garni de billes en verre de $\phi = 4,5 \text{ mm}$:

Le résultat trouvé est :

$$4\sigma = 520.$$

$$\text{d'où } \sigma = 13$$

On tire j le nombre de mélangeurs par :

$$j = \frac{\bar{V}^2}{\sigma^2} = \frac{(112,4)^2}{(13)^2} = 74,4 \text{ mélangeurs}$$

Le réacteur expérimental peut être représenté par

$$j = 74,4 \text{ mélangeurs}$$

- Réacteur tubulaire garni avec d'anneaux Raschig de $\phi = L = 5 \text{ mm}$.

On trouve :

$$4\sigma = 846.$$

$$\text{d'où } \sigma = 211,5$$

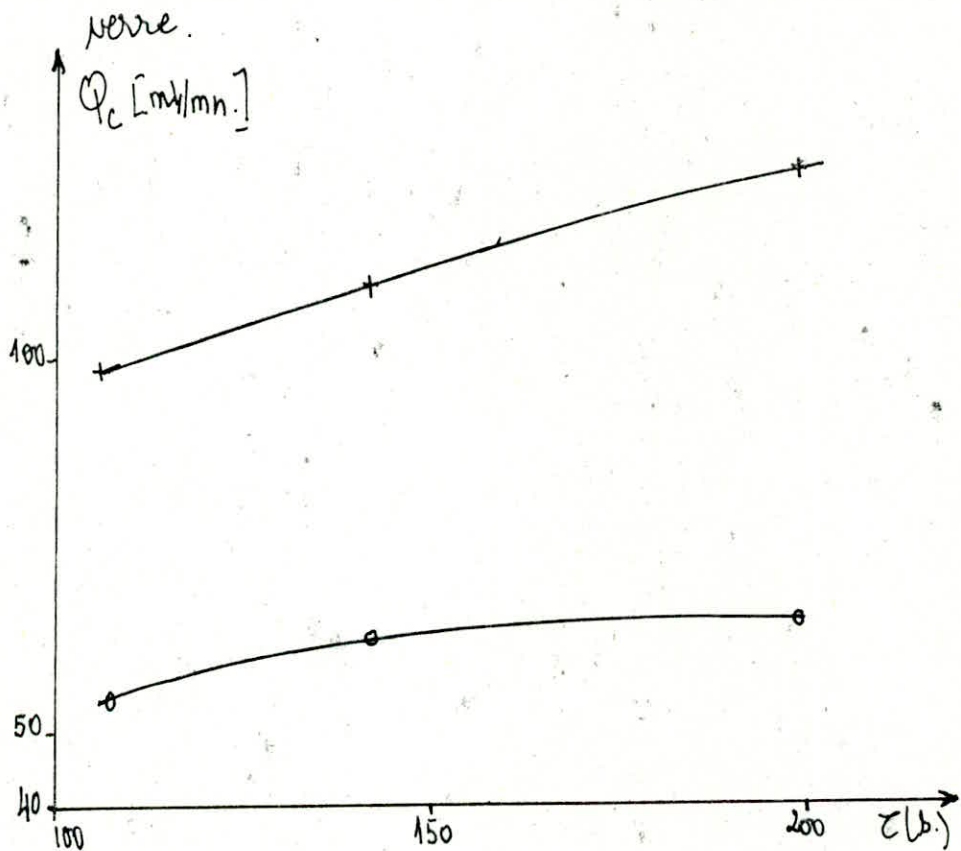
$$\text{on tire } j = \frac{\bar{V}^2}{\sigma^2} = \frac{(2700)^2}{(211,5)^2} = 31,28 \text{ mélangeurs}$$

$$j = 31,28 \text{ mélangeurs}$$

Conclusion

Pour des surfaces de contact supérieures à celle des billes en verre, l'augmentation des temps de passage augmente le court-circuit.
 On remarque aussi qu'en augmentant la surface de contact et la pente des courbes ($Q_c = f(\tau)$) décroît rapidement avec le temps (voir courbes ci-dessous) en étant jamais négative, et ceci est particulièrement visible dans les conditions opératoires suivantes:

$106,33 \leq \tau \leq 199 \text{ s}$, surface de contact celle des billes en



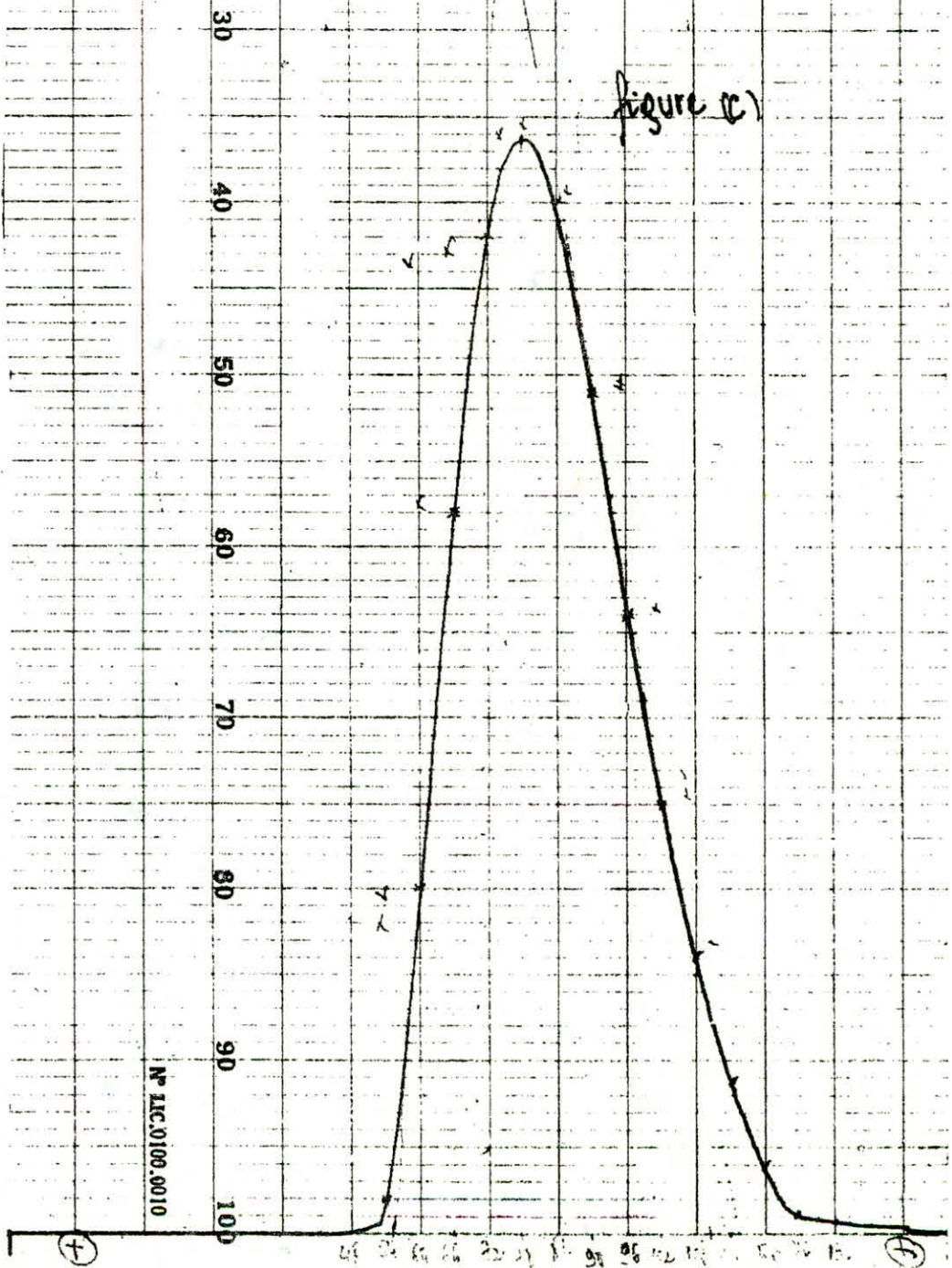
+ : garnissage anneaux rachiz. $\bar{\Phi} = H = 5 \text{ mm}$.

o : garnissage : billes en verre $\bar{\Phi}_{\text{moyen}} = 1,3 \text{ mm}$.

REACTEUR TUBULAIRE

Garnissage : ANNEAUX RASCHIG.

Temps de passage : 106,3s.



REACTEUR TUBULAIRE

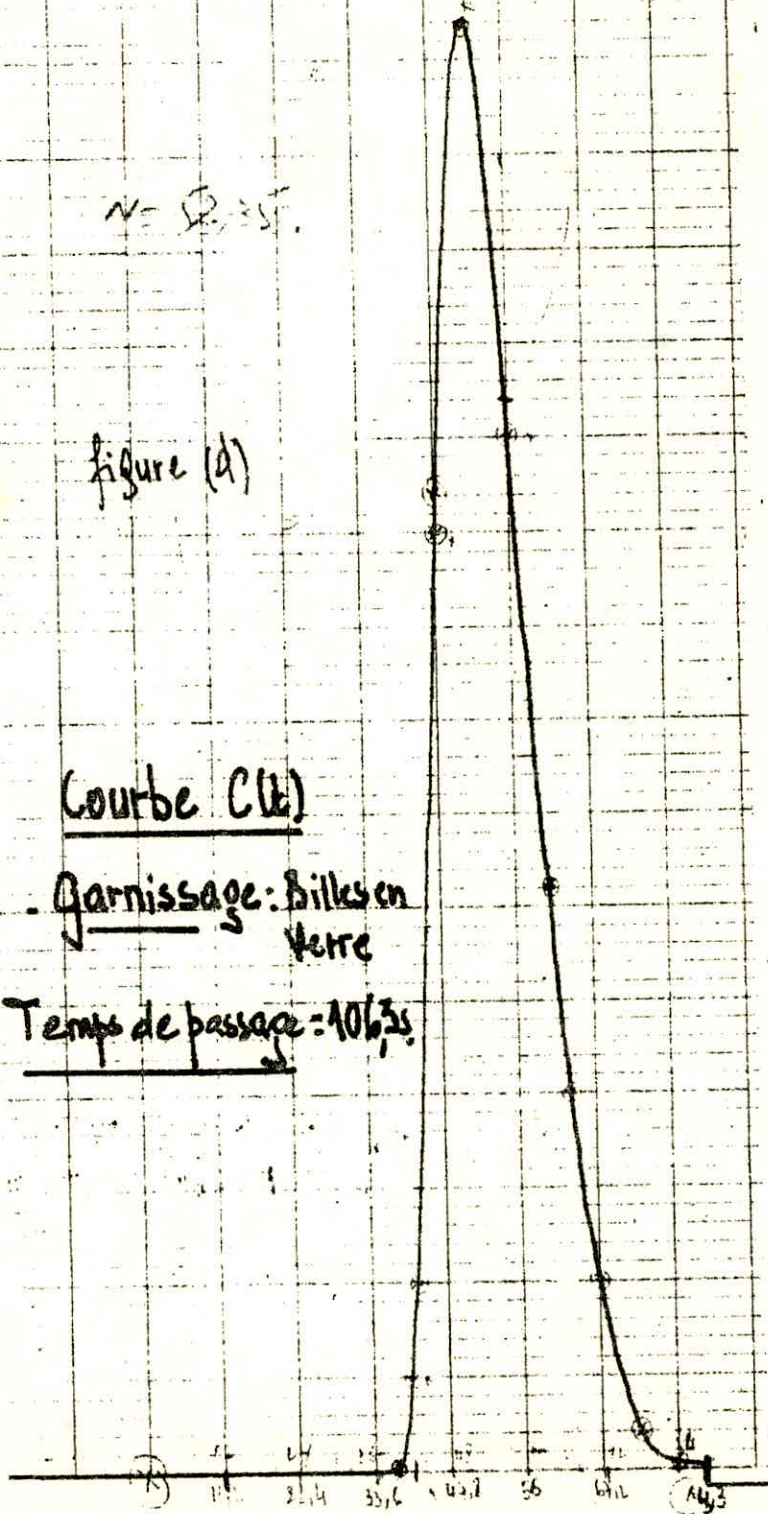
$N = 12,35$

figure (d)

Courbe C(t)

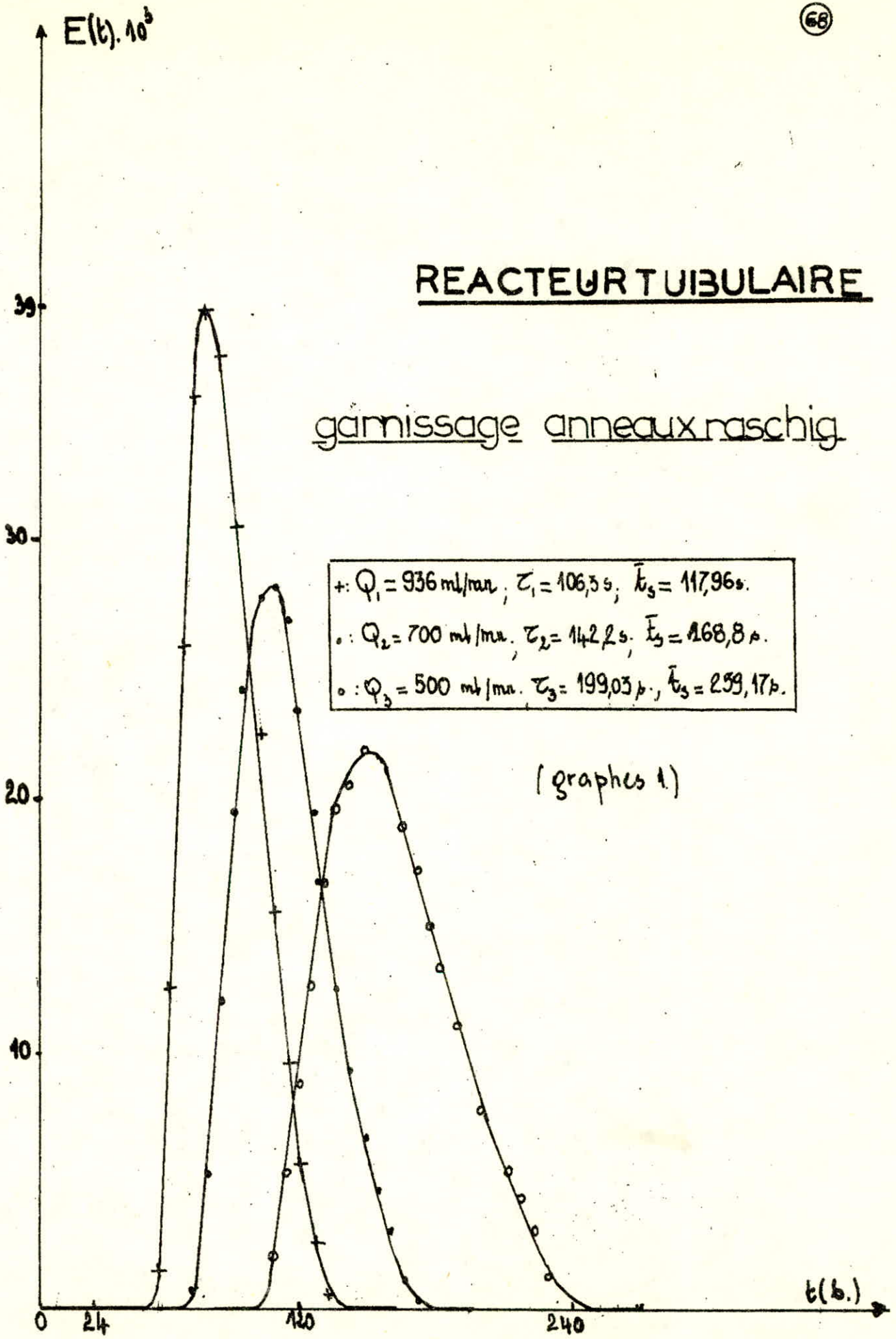
Garnissage: billes en verre

Temps de passage: 106,3s



REACTEUR TUBULAIRE

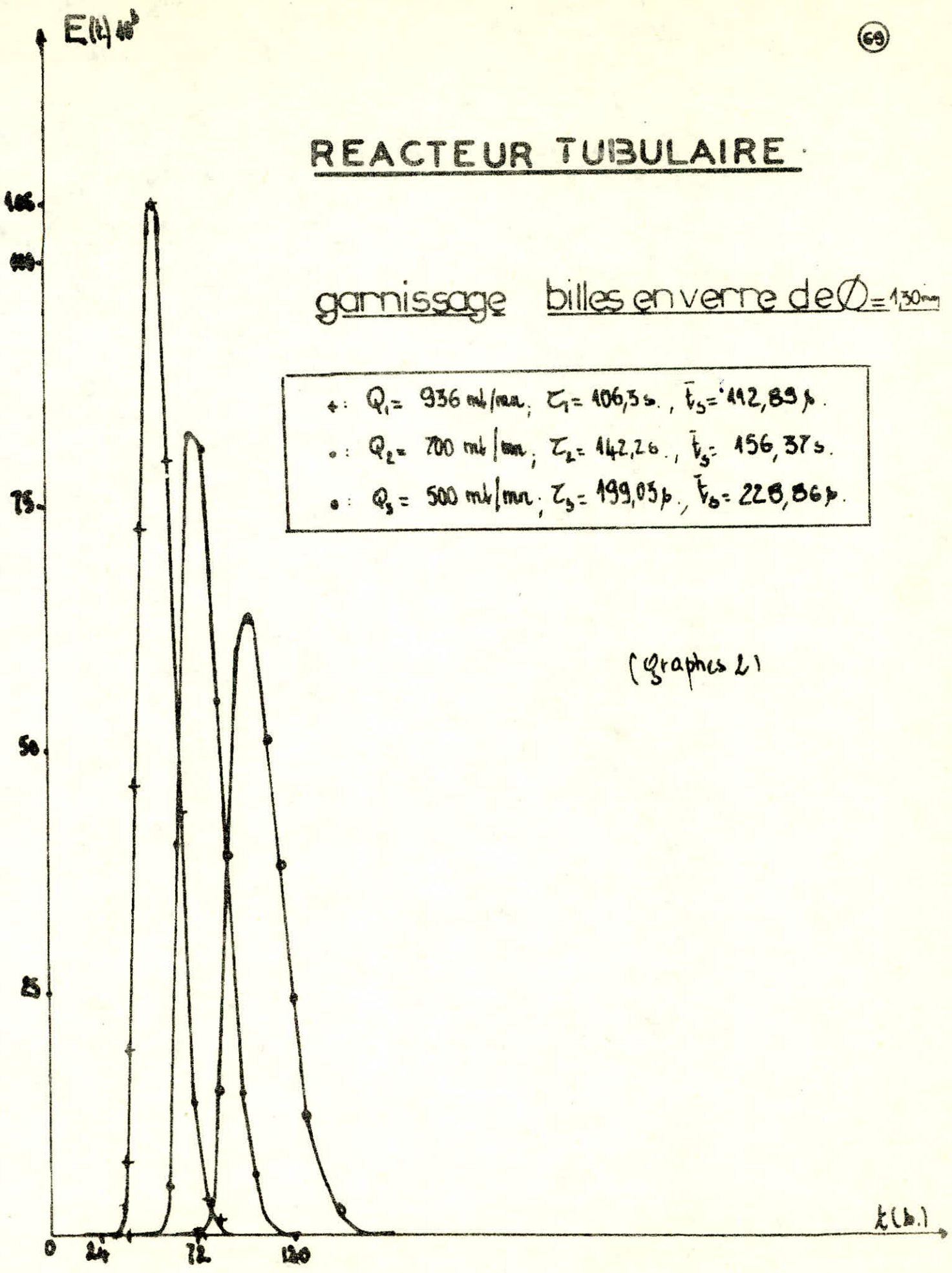
garnissage anneaux raschig



REACTEUR TUBULAIRE

garnissage billes en verre de $\phi = 150 \text{ mm}$

- | | | | |
|-----------|----------------------------|-----------------------------|--------------------------------|
| \pm | $Q_1 = 936 \text{ ml/min}$ | $\tau_1 = 406,5 \text{ s}$ | $\bar{t}_s = 412,89 \text{ s}$ |
| \circ | $Q_2 = 700 \text{ ml/min}$ | $\tau_2 = 442,26 \text{ s}$ | $\bar{t}_s = 456,37 \text{ s}$ |
| \bullet | $Q_3 = 500 \text{ ml/min}$ | $\tau_3 = 499,03 \text{ s}$ | $\bar{t}_s = 528,86 \text{ s}$ |



(Graphes 21)

(tableau N°1)

billes en verre de $\varnothing_m = 1,3 \text{ mm}$.				
$V_R = 1660 \text{ ml}$	$\tau \text{ (s.)}$	$\Delta E \text{ (h.)}$	$\Delta E/E \text{ (\%)} \text{ (1)}$	$\bar{E} \text{ (h.)}$
$Q = 936 \text{ ml/min}$	106,3	1,58	4,49	112,84
$Q = 700 \text{ ml/min}$	142,2	2,84	2,0	157,37
$Q = 500 \text{ ml/min}$	199,03	5,57	2,8	228,46

(tableau N°2)

billes en verre de $\varnothing_m = 1,3 \text{ mm}$.						
$V_R = 1660 \text{ ml}$	$\tau \text{ (h.)}$	$\bar{E} \text{ (h.)}$	$q = \frac{\tau}{\bar{E}} \text{ (2)}$	$Q_1 \text{ (ml/min)}$	$Q_2 \text{ (ml/min)}$	$Q_3 \text{ (2)}$
$Q = 936 \text{ ml/min}$	106,3	112,84	5,85	54,56	13,89	25,46
$Q = 700 \text{ ml/min}$	142,2	157,37	9,01	63,09	13,07	20,72
$Q = 500 \text{ ml/min}$	199,03	228,46	13,05	65,15	14,15	21,72

(tableau 1)

anneaux raschig de $\varnothing = 5\text{mm}$.				
$V_R =$	τ (s.)	$\frac{\Delta\tau}{\tau}$ (%)	$\Delta\tau$ (s.)	$\bar{\tau}$ (s.)
$Q = 936\text{ ml/mn.}$	106,3	1,49	1,58	117,46
$Q = 700\text{ ml/mn.}$	142,2	2,0	2,84	168,8
$Q = 500\text{ ml/mn.}$	199,03	2,8	5,57	259,17

(tableau N°2)

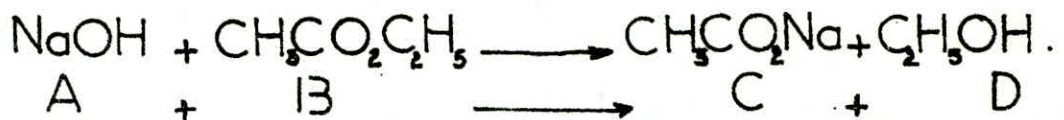
anneaux raschig de $\varnothing = 5\text{mm}$.						
$V_R = 1660\text{ ml.}$	τ (s.)	$\bar{\tau}$ (s.)	$1 - \frac{\tau}{\bar{\tau}}$ (%)	Q_c (ml/mn.)	ΔQ_c (ml/mn.)	$\frac{\Delta Q_c}{Q_c}$ (%)
$Q = 936\text{ ml/mn.}$	106,3	117,46	90,64	99,59	14,97	15,04
$Q = 700\text{ ml/mn.}$	142,2	168,8	75,25	110,25	13,96	12,67
$Q = 500\text{ ml/mn.}$	199,03	259,17	23,25	116,25	14,01	12,06

IV.

INFLUENCE DE L'ETAT DU MELANGE SUR LA REACTION DE SAPONIFICATION DE L'ACETATE D'ETHYLE.

IV.1) Détermination des deux Etats Théorique :a) Micromélange Maximal :

soit la réaction de saponification d'acétate d'éthyle à 20°C.



La relation donnant la fraction restante de soude est :

$$\boxed{C_A/C_{A_0} = Y = \frac{-1 + \sqrt{1 + 4kC_{A_0}\tau}}{2C_{A_0}k\tau}}$$

avec $C_{A_0} = 0,1 \text{ mole/l}$: Concentration initiale de soude.
(Nous avons pris un mélange équimolaire $C_{A_0} = C_{B_0}$)

C_A = Concentration de la soude à la sortie du réacteur

$k = 6,77 \cdot 10^{-2} \text{ mole.l}^{-1}\text{s}^{-1}$ (constante de vitesse donnée à 20°C par GIRAUDON [])

Les résultats sont représentés sur la figure N°1.

τ (s)	230,12	307,71	430,8
$kC_{A_0}\tau$	1,55	2,43	2,91
Y (%)	54,21	^{49,32} 49,32	43,86

b) Macromélange:

$$\gamma = \frac{1}{\tau} \int_0^{\infty} (C_A/C_{A0})_{R.F} \exp(-t/\tau) dt$$

Cette intégrale peut être calculer numériquement.
L'intégration par partie de cette équation donne

$$\gamma = 1 + \int_1^0 \exp(1/K) \left[\frac{y_{R.F}-1}{y_{R.F}} \right] dy_{R.F} \quad (1)$$

avec $y_{R.F} = (C_A/C_{A0})_{R.F}$ et $K = k_{A0}\tau$.

On pose $F(y_{R.F}) = \int_1^0 \exp(1/K) \left[\frac{y_{R.F}-1}{y_{R.F}} \right] dy_{R.F}$.

L'équation (1) devient:

$$\gamma = 1 + F(y_{R.F})$$

Les résultats sont représentés par la figure N°1.

τ (s.)	230,12	307,71	430,8
$k_{A0}\tau$	1,55	2,43	2,91.
γ (%)	60,68	59,37	48,72.

IV.2) Résultats Expérimentaux

IV 2.1) Méthode Experimentale:

Le réacteur agité est alimenté par deux courants liquide de même débit, l'un étant constitué d'une solution aqueuse d'acetate d'ethyle de concentration C_{B_0} et l'autre d'une solution aqueuse de soude de concentration C_{A_0} .

Les variations des paramètres de la réaction sont donnees par les tableaux ci-dessous.

Temps de passage (τ)

τ (s.)	230,12	307,71	430,8.
-------------	--------	--------	--------

Vitesse d'agitation (N)

N(tours/min)	2000	1000	850.
--------------	------	------	------

$C_{A_0} = C_{B_0} = 0,1 \text{ mole/l.}$

Mode Opératoire

- 1°/ Alimenter le reacteur en soude et Acetate d'ethyle simultanément avec un même débit.
- 2°/ Mettre en marche le moteur d'agitation à une vitesse fixé
- 3°/ Mettre le Conductimètre en marche.
Mesurer la conductivité expérimentale Λ en regime permanent
- 4°/ Par commodité de travail, garder la même vitesse d'agitation et faire varier les debits de soude et d'acetate d'ethyle.
- 5°/ Balayer la gamme de vitesse en répétant les etapes précédentes.

6° Mesurer la conductivité de la solution initiale de soude

7° Λ_0 . Mesurer la conductivité de l'acétate de sodium Λ
(lorsque tous les réactifs ont réagi $x=1$)

Exploitation et interprétation des résultats:

Les valeurs de conductivités sont données dans les tableaux ci-dessous.

* $N_1 = 2000$ tours/mn:

Temps de passage (s.)	230,12	307,71	430,8
Conductivité (Λ) en ms.	8,2	7,8	7,9

* $N_2 = 1000$ tours/mn.

Temps de passage (s.)	230,12	307,71	430,8
Conductivité (Λ) en ms.	8,1	7,7	7,65

* $N_3 = 850$ tours/mn.

Temps de passage (s.)	230,12	307,71	430,8
Conductivité (Λ) en ms.	8	7,75	7,8

Conductivité de la solution de soude = $\Lambda_0 = 41 \text{ ms}$ (76)
 Conductivité de l'acétate de sodium = $\Lambda_\infty = 4,18 \text{ ms}$.

La fraction de soude restante sera calculée par la formule suivante

$$Y = 1 - \frac{\Lambda_0 - \Lambda}{\Lambda_0 - \Lambda_\infty}$$

avec Λ : conductivité mesurée à la sortie du réacteur.
 Les résultats expérimentaux sont représentés par la figure N°1

A partir de ces figures, nous allons essayer de dégager l'influence des différents facteurs sur les effets de micromélange

* $N_1 = 2000 \text{ trs/mn.}$

$\tau (\text{s})$	230,12	307,71	430,8
$k_{\text{CaO}\tau}$	1,55	2,43	2,91
$Y (\%)$	58,9	53,06	53,80

* $N_2 = 1000 \text{ tours/mn.}$

$\tau (\text{s.})$	230,12	307,71	430,8
$k_{\text{CaO}\tau}$	1,55	2,43	2,91
$Y (\%)$	57,46	51,60	50,87

* $N_3 = 850 \text{ tours/mn.}$

$\tau (\text{s.})$	230,12	307,71	430,8
$k_{\text{CaO}\tau}$	1,55	2,43	2,91
$Y (\%)$	56,00	52,33	53,00

interprétation des résultats:

a) Vitesse d'agitation: (figure N°2).

Pour un temps de passage $\tau_1 = 230,12 \text{ s}$, on constate que l'augmentation de la vitesse d'agitation diminue le taux de conversion. Par contre dans les deux autres cas ($\tau_2 = 307,71 \text{ s}$; $\tau_3 = 430,8 \text{ s}$) le taux de conversion le plus grand est obtenu à une vitesse de 1000 tours/mn. comme le montrent les tableaux ci-dessous.

$\tau_1 = 230,12 \text{ s}$

N (tours/mn.)	2000	1000	850
Y (%)	58,9	57,46	56,00

$\tau_2 = 307,71 \text{ s}$

N (tours/mn.)	2000	1000	850
Y (%)	53,06	51,60	52,33

$\tau_3 = 430,8 \text{ s}$

N (tours/mn.)	2000	1000	850
Y (%)	53,80	50,87	53,00

Ceci s'explique que pour une vitesse d'agitation forte ($N = 2000 \text{ trs/mn.}$) le phénomène de vortex apparait et nuit la qualité du mélange comme le montrent les résultats de taux de conversions obtenus.

b) Temps de passage:

Pour une vitesse forte ($N = 2000 \text{ tours/mn.}$) ou une vitesse faible ($N = 850 \text{ tours/mn.}$) la fraction de solide (taux de conversion) plus faible (plus grande) est obtenue à un temps de passage de 307,71 s.

Par contre pour la vitesse d'agitation $N = 1000 \text{ tours/mn.}$ la fraction la plus faible est obtenue à un temps de passage de 430,8 s. Comme le montrent les résultats groupés dans les tableaux ci-dessous.

$N_1 = 2000 \text{ trs/mn.}$

τ (s.)	230,12	307,71	430,8
Y (%)	58,9	53,06	53,80

$N_3 = 850 \text{ tours/mn.}$

τ (s.)	230,12	307,71	430,8
Y (%)	56,00	52,33	53,00

$$N_2 = 1000 \text{ tours/mn}$$

τ (s.)	230,12	307,71	430,8
γ (%)	57,4	51,60	50,87

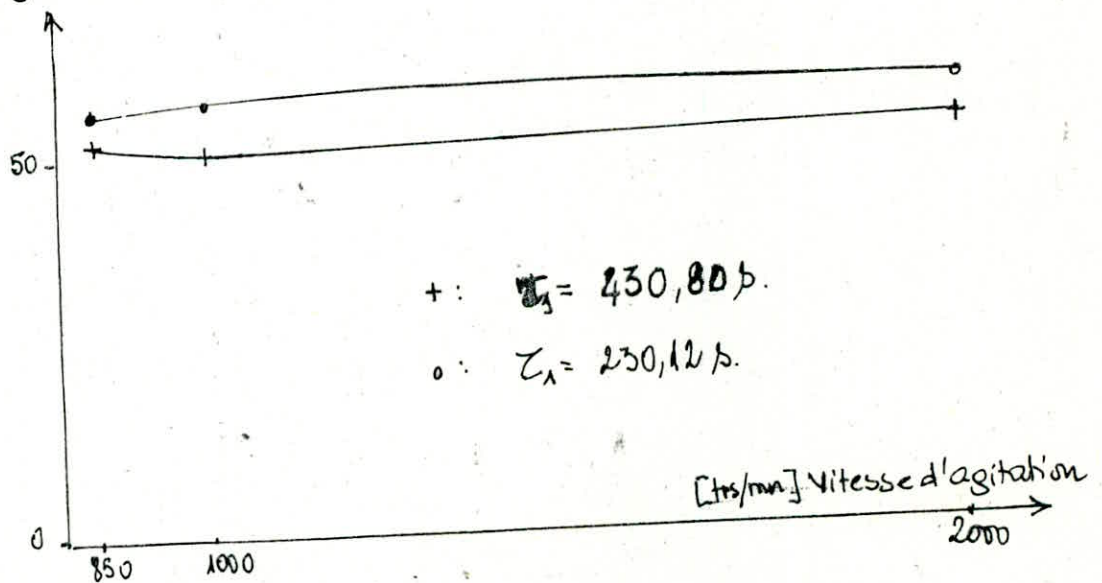
Ceci peut s'expliquer que pour des vitesses d'agitation fortes, ou des vitesses faibles, et des débits forts ou faibles, la qualité du mélange est mauvaise ce qui entraîne un taux de conversion faible.

conclusion :

Pour des temps de passage plus faibles que $\tau = 230,12$ s l'augmentation de la vitesse d'agitation augmente la fraction de poudre restante (diminue le taux de conversion X_A).

Par contre en augmentant le temps de passage (elle pass) la courbe passe par un minimum.

On remarque l'influence que provoque la vitesse d'agitation sur le fraction restante de poudre (taux de conversion) dépend fortement du temps de passage ou on se place. (figure ci-dessous).



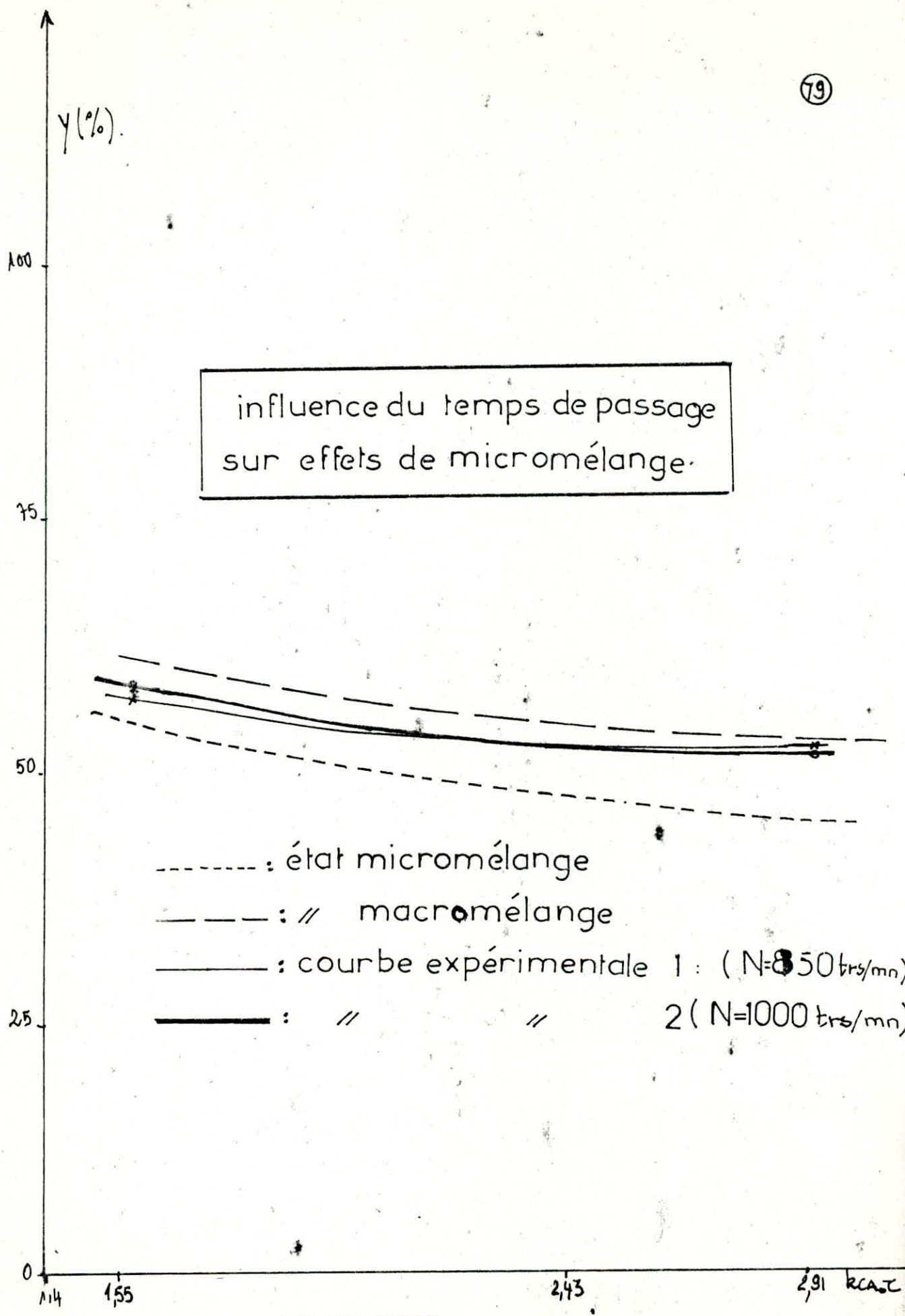


Figure N°1

influence de la vitesse d'agitation sur les effets de micromélange

+ : $\tau_1 = 230,12s.$
o : $\tau_2 = 307,71s.$
 Δ : $\tau_3 = 430,8s.$

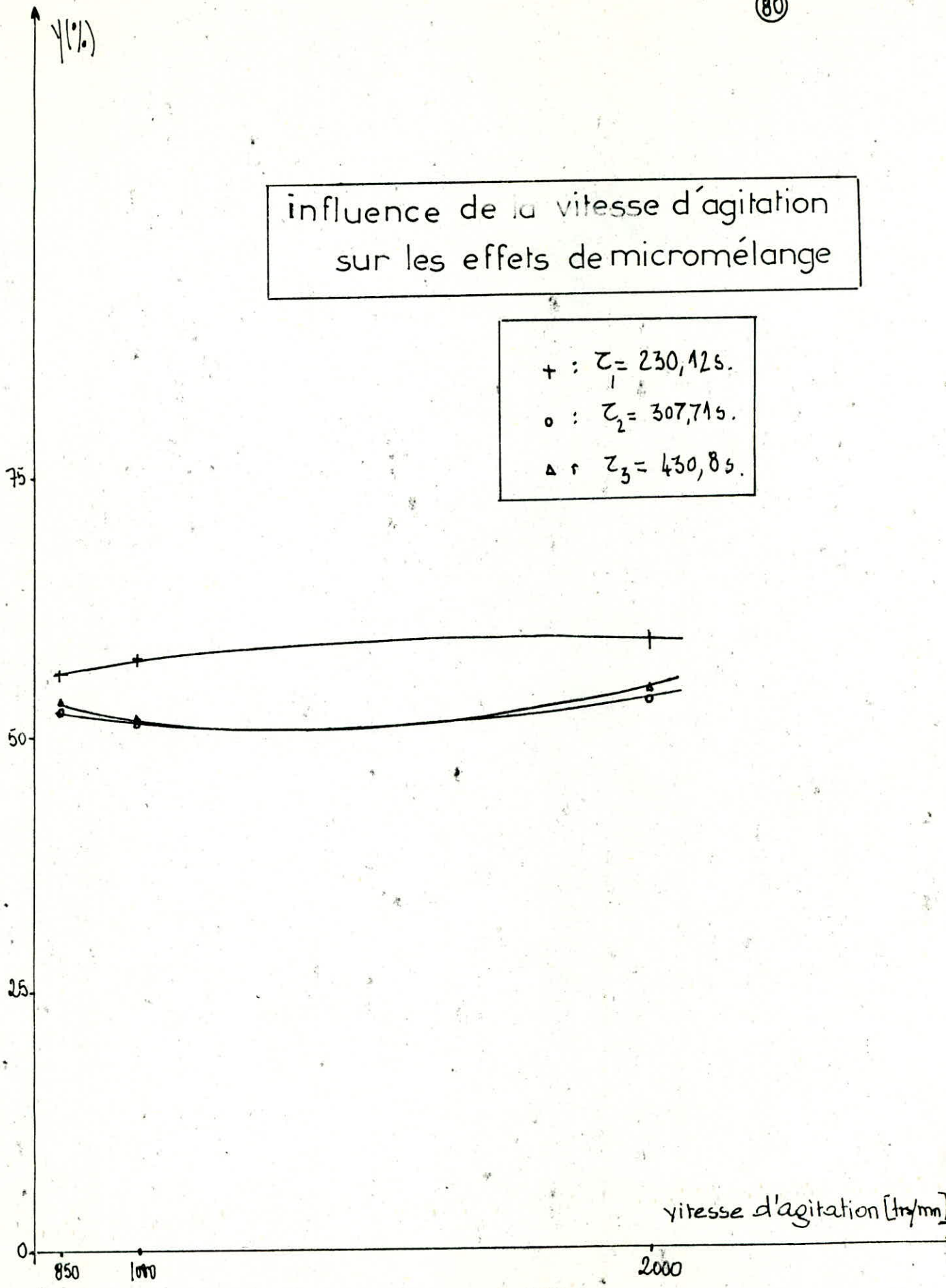


figure N°2

V) CONCLUSION

(81)

Notre travail n'est qu'une contribution à l'étude du micromélange dans un processus non linéaire, car beaucoup de travaux restent à faire dans ce domaine.

On estime que l'objectif de départ a été atteint. à savoir : la conception de deux réacteurs continus permettant la poursuite d'une telle étude.

L'étude de l'influence des différents paramètres (vitesse d'agitation, temps de passage, garnissage) sur l'état du macromélange, nous a permis de déterminer l'optimum de :

- 6% de zones mortes dans le cas du réacteur agité.

- 6% de courts-circuits dans le cas du réacteur tubulaire.

En ce qui concerne l'étude de micromélange, nous avons choisi une réaction de 2^{ème} ordre qui est la saponification de l'acétate d'éthyle.

En général le phénomène de micromélange dépend de plusieurs facteurs (vitesse d'agitation, temps de passage, mode d'alimentation, viscosité des réactifs, ...) nous avons limité notre travail à dégager l'influence du temps de passage (τ) et de la vitesse d'agitation (N) sur la conversion de la réaction.

des expériences faites dans un domaine de :

$$230,125 \leq \tau \leq 430,8 \text{ s. et } 850 \text{ tr/mn} \leq N \leq 2000 \text{ tr/mn}$$

ont montré que dans ces conditions que :

l'écart maximal des taux de conversion est de 6,6%.

_ ANNEXES _

$S = 975,8 \cdot 10^3 \text{ unités}; \tau = 230,12 \text{ s}; N_1 = 2000 \text{ tr/mn}$				$S = 1121,7 \cdot 10^3 \text{ unités}; \tau = 230,12 \text{ s}; N_2 = 1000 \text{ tr/mn}$			
$t_i (\text{s})$	$C_i \cdot 10^3 \text{ mole/l}$	$E_i = C_i / s \cdot 10^3 (\text{1/s})$	$E_i \cdot t_i \cdot \Delta t$	$t_i (\text{s})$	$C_i \cdot 10^3 \text{ mole/l}$	$E_i = C_i / s \cdot 10^3 (\text{1/s})$	$E_i \cdot t_i \cdot \Delta t$
9,6	42	4,3	/	12	38,9	3,46	4,98
12	40,9	4,1	5,90	15	42,0	3,74	/
24	36,9	3,7	10,65	24	38,9	3,46	9,96
36	33,1	3,3	14,25	36	34,9	3,11	13,43
48	29,40	3,0	17,28	48	31,5	2,80	16,28
60	26,2	2,6	18,72	60	28,5	2,54	18,28
72	23,3	2,3	19,87	72	25,2	2,24	19,35
84	19,7	2,0	20,16	84	22,4	1,99	20,05
96	16,8	1,7	19,83	96	18,8	1,67	19,23
108	14,0	1,4	18,59	108	16,35	1,45	18,79
120	11,4	1,1	15,94	120	13,3	1,19	17,13
132	8,6	0,8	12,67	132	11,5	1,02	16,15
144	6,8	0,7	12,09	144	8,7	0,77	13,3
156	4,5	0,46	8,63	156	6,3	0,56	10,48
168	2,5	0,25	5,04	168	4,3	0,38	7,66
180	1,1	0,11	2,37	180	2,5	0,22	4,75
192	0,75	0,08	1,84	192	1,1	0,09	2,07
204	0,65	0,06	1,46	204	0,5	0,05	1,22
216	0,5	0,05	1,29	216	0,35	0,03	0,77
228	0,4	0,04	1,09	228	0,3	0,02	0,54
			$\Sigma = 207,63 \text{ s}$				$\Sigma = 215,35 \text{ s}$

Exemple de calcul de temps de séjour expérimental pour un temps de passage $\tau_1 = 230,12 \text{ s}$ (un débit $Q_0 = 956 \text{ ml/mn}$) et des vitesses d'agitation:

* $N_1 = 2000 \text{ tours/mn}$ * $N_2 = 1000 \text{ tours/mn}$.

* $N_1 = 2000 \text{ tours/mn} \Rightarrow \bar{E} = 207,63 \text{ s}$

* $N_2 = 1000 \text{ tours/mn} \Rightarrow \bar{E} = 215,35 \text{ s}$

$$S = 1696,32 \cdot 10^3 \text{ unites}; \tau = 430,8 \text{ s}; N = 2000 \text{ mg}$$

$t_i (\text{s})$	$C_i \cdot 10^3 (\text{mole/l})$	$E_i = C_i / s \cdot 10^2$	$E_i \cdot t_i \cdot \Delta t (\text{s})$
12	39,5	2,32	3,35
15	40	2,36	
24	38,4	2,26	6,52
36	36,25	2,13	9,23
48	34,1	2,01	11,58
60	32,3	1,9	13,71
72	30,5	1,79	15,53
84	28,7	1,69	17,06
96	26,9	1,58	18,28
108	25,1	1,40	19,19
120	23,3	1,37	19,80
132	21,9	1,29	20,44
144	19,75	1,16	20,11
156	18,3	1,07	20,20
168	16,5	0,97	19,62
180	15,4	0,91	19,65
192	13,8	0,81	18,77
204	12,2	0,71	17,61
216	10,75	0,63	16,45
228	9,30	0,55	15,05
240	7,9	0,46	13,40
252	6,8	0,40	12,15
264	5,40	0,32	10,05
276	4,30	0,25	8,41
288	3,0	0,18	6,21
300	1,8	0,10	3,80
312	1,4	0,08	3,16
324	1,1	0,06	2,46
336	0,9	0,05	2,13
348	0,7	0,040	1,76
360	0,65	0,035	1,64
372	0,5	0,30	1,41
384	0,4	0,25	1,17
396	0,35	0,20	1

$$S = 2362 \cdot 10^3 \text{ unites}; \tau = 430,8 \text{ s}; N_2 = 1000 \text{ mg}$$

$t_i (\text{s})$	$C_i \cdot 10^3 (\text{mole/l})$	$E_i = C_i / s \cdot 10^2$	$E_i \cdot t_i \cdot \Delta t (\text{s})$
12	47,8	2,02	2,90
18	50,26	2,12	
24	47,1	1,99	5,73
36	45	1,90	8,20
48	42,4	1,79	10,31
60	40,7	1,72	12,38
72	38,9	1,64	14,16
84	36,3	1,53	15,42
96	34,9	1,47	16,93
108	32,4	1,37	17,75
120	30,6	1,29	18,57
132	28,8	1,21	19,16
144	27	1,14	19,69
156	25,2	1,06	19,84
168	23,4	0,99	19,95
180	21,9	0,92	19,87
192	20,1	0,85	19,58
204	18,7	0,79	19,33
216	16,9	0,71	18,40
228	15,5	0,65	17,78
240	14	0,59	16,99
252	12,6	0,53	16,07
264	11,1	0,46	14,57
276	9,7	0,44	13,57
288	8,3	0,35	12,09
300	6,8	0,28	10,18
312	5,5	0,23	8,71
324	4,3	0,18	7
336	2,9	0,12	4,93

Calcul de \bar{t} :

$$\tau = 430,8 \text{ s}$$

$$N = 2000 \text{ mg}$$

$$N_2 = 1000 \text{ mg}$$

$$\Sigma = 400,09 \text{ s}$$

Exemple de calcul de temps de séjour expérimentale pour le réacteur tubulaire garni de billes en verre pour des temps de passage : * $\tau_i = 106,3 \text{ s}$

* $\tau_u = 199,03 \text{ s}$.

$S = 224,64 \cdot 10^2 \text{ unités}$; $\tau = 106,3 \text{ s}$. $\Delta t = 6 \text{ s}$.

$t_i (\text{s})$	$C_i \cdot 10^2 (\text{mol} \cdot \text{l}^{-1})$	$E_i = C_i / \tau (\text{1/s})$	$E_i \cdot t_i \cdot \Delta t (\text{s})$
42	1,7	0,0075	1,89
48	16,3	0,0725	20,88
54	24,0	0,1068	34,60
60	17,9	0,0796	28,65
66	3,8	0,0436	17,26
72	3,7	0,0164	7,08
78	0,95	0,0038	1,78
C_i	C_i	C_i	C_i
			$\Sigma = 122,04 \text{ s}$

$S = 349,92 \text{ unités}$; $\tau = 199,03 \text{ s}$; $\Delta t = 6 \text{ s}$.

$t_i (\text{s})$	$C_i \cdot 10^2 (\text{mol} \cdot \text{l}^{-1})$	$E_i = C_i / \tau (\text{1/s})$	$E_i \cdot t_i \cdot \Delta t (\text{s})$
90	0,35	0,001	0,54
96	5,15	0,0147	8,47
102	14,8	0,0422	25,88
108	21,9	0,0625	40,55
114	22,3	0,0637	43,58
120	17,9	0,0511	36,82
126	13,3	0,038	28,72
132	8,5	0,0242	19,23
138	4,2	0,012	9,93
144	3	0,0085	7,40
150	1,65	0,0047	4,24
156	0,75	0,0021	2,0
162	0,40	0,0011	1,10
			$\Sigma = 228,46$

BIBLIOGRAPHIE

- 1) VILLERMAUX Jacques :
"réacteurs chimiques"
techniques de l'ingénieur. 1980.
- 2) KLEIN Jean Paul:
thèse de docteur ingénieur INPL
Nancy 1979
- 3) V KAFAROV:
"méthodes cybernétique, technologie
chimique." 1972
- 4) LEVENSPIEL Octave:
"chemical reaction engineering"
2nd edition. J. Willey. New York. 1972
- 6) P. WUITHIER :
le pétrole. "raffinage et génie chimique."
tome II. 1972
- 7) HOLLAND et CHAPMAN:
liquid mixing and processing
in stirred tanks
reinhold publishing corporation New York 1966.
- 8) JF. Richardson JM. Coulson
chemical engineering
volume 3 2nd edition.
- 9) VINCENT W UHL JOSEPH B GRAY.
mixing. "théorie and practice" volume 1.

10) J GIVAUDON

précis du génie chimique 1960

11) K WINNACKER L KÜCHLER

génie chimique. éditions eyrolles 1963

5) thèse de fin d'études de:

M.CHERIEF (1975)

M.CHEBAIB

