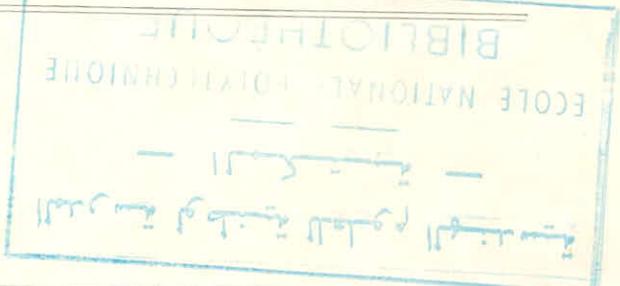


ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

128

DEPARTEMENT GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ÉTUDES



SUJET :

**ÉTUDE THÉORIQUE
D'UNE INSTALLATION D'HYPERSORPTION**

Proposé par
Z. OBREtenov

Etudié par
KADARING K. B.

PROMOTION : Fevrier 1981

UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE D'ALGER

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GÉNIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ÉTUDES

SUJET :

ÉTUDE THÉORIQUE
D'UNE INSTALLATION
D'HYPERSORPTION

PROPOSÉ PAR
Z. OBREtenov

ETUDIÉ PAR
KADARING K.B.

Promotion : Février 1981

M E M B R E D U J U R Y

Président

M. S. E. CHITOUR

Professeur à l' E. N. P.

Examineurs

MM. P. PANAIOTOV

Maitre Assistant à l' E. N. P.

D. DOUCHANOV

Maitre Assistant à l' E. N. P.

TYCZKOWSKI

Maitre de Conférence à l' E. N. P.

Z. OBRETENOV

Professeur à l' E. N. P.

AVANT-PROPOS

La présente étude a été réalisée dans le cadre du projet de fin d'études, en vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

Ce travail a été proposé et dirigé par Monsieur Obratenov à qui je tiens à exprimer ma vive reconnaissance pour tous les précieux conseils qu'il a bien voulu me prodiguer au cours de son élaboration.

Je tiens aussi à exprimer ma profonde gratitude à tous les enseignants, tant du primaire, du secondaire que du supérieur, qui ont contribué à ma formation.

Je remercie le président aussi bien que les examinateurs de mon jury pour l'amabilité avec laquelle ils ont bien voulu le constituer.

Mes vifs remerciements s'adressent également à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin, d'une manière ou d'une autre à la réussite de mes études ou à l'élaboration du présent travail, particulièrement à M. ALI Eya-Labina qui n'a cessé de me témoigner son affection tout le long de mes études et à M. BERRICHI Djellali qui a bien accepté faire la frappe.

Enfin, je dédie ce modeste ouvrage

- A mes Parents - A mes Frères et Sœurs - A tous mes proches Parents - A ma Femme Manabèzoué - A tous mes Amis -
en témoignage de ma profonde affection.

T A B L E D E M A T I E R E

INTRODUCTION.....	1
Chapitre I : THEORIE DE L'ADSORPTION DES GAZ	
I.0 Introduction.....	4
I.1 Les différents types d'adsorption.....	4
I.2 Propriétés des deux types d'adsorption??.....	5
I.3 Equilibre d'adsorption des corps purs.....	6
I.4 Méthodes de mesure de l'adsorption.....	8
I.5 Quelques équations pour les isothermes d'adsorption.....	9
I.6 Le processus inverse de l'adsorption : la désorption.....	13
I.7 Les adsorbants.....	14
I.8 Les facteurs pratiques de contrôle de l'ad- sorption.....	22
I.9 Application des l'adsorption.....	25
Chapitre II : DESCRIPTION D'UNE INSTALLATIONS D'HYPERSORPTION	
II.1 Séparation des constituants des mélanges gazeux dans une couche mobile de particule solides..	26
II.2 Séparations des mélanges gazeux par la méthode d'hypersorption.....	27
Chapitre III : APPLICATIONS INDUSTRIELLES DE L'HYPERSORTION	
III.1 L'éthylène.....	37
III.2 Le méthane.....	42
III.3 L'acétylène.....	43
III.4 L'air.....	44
III.5 L'azote.....	44
III.6 L'hydrogène.....	45
III.7 Les gaz de synthèse.....	46
III.8 Le propane.....	47
III.9 Le propylène.....	48
III.10 Autres possibilités d'application de la méthode d'hypersorption.....	49

Conclusion.....	51
Chapitre IV : CALCULS DE DIMENSIONNEMENT D'UNE INSTALLATION D'HYPERSORPTION	
IV.1 Position du problème.....	52
IV.2 Critères de résolution du problème.....	52
IV.3 Choix de la méthode de séparation.....	54
IV.4 Bilan materiel et principales dimensions de l'installation.....	55
IV.5 Calculs relatifs aux échanges thermiques....	65
IV.6 Transport du charbon vers le tube air - lift.	77
IV.7 Calculs numériques.....	79
IV.8 Récapitulation.....	92
 CONCLUSION GENERALE.....	 93

I N T R O D U C T I O N

Les gaz jouent un rôle très considérable à la fois dans la nature et dans l'industrie, aussi leur consommation sous forme de produits à haute pureté, ne cesse de croître .

C'est ainsi que la séparation des mélanges gazeux en constituants purs, afin de leur donner les spécifications requises pour leur utilisation, constitue une opération assez importante pour l'industrie chimique.

Le choix d'un procédé de séparation de gaz, est un facteur très important pour l'économie générale d'une installation industrielle .

Un procédé est d'autant plus intéressant que sa technologie est simple et son coût relativement faible .

Les industries utilisant les gaz, ont connu une nouvelle phase avec l'élaboration, pendant ces quatre dernières décennies, d'une nouvelle méthode de séparation et de purification des mélanges gazeux : la méthode d'HYPERSORPTION.

En effet, quelque soit le gaz, il est miscible en toute proportion avec d'autres gaz et normalement, le mélange donne un système homogène.

C'est alors que la nature aussi bien que l'industrie offrent beaucoup de sources d'approvisionnement en gaz. Généralement sous forme de mélanges, ces gaz peuvent, selon leur nature, servir de matières premières de choix pour la synthèse de la plupart des produits chimiques de grande consommation :

- le gaz naturel, suivant son origine, contient en proportions variables, les constituants suivants : le méthane, l'éthane, le propane, le butane, l'hydrogène et sulfuré, le dioxyde de carbone, l'azote, l'hélium .

- la pétrochimie, de par ses produits de premières et de deuxième générations, qui en partie sont des gaz, en constitue un autre exemple de sources de mélanges gazeux (gaz de cracking , gaz de pyrolyse ...)

Par contre, les gaz sont utilisés purs ou du moins avec un minimum d'impureté. En particulier et pour ne citer que ceux - ci :

- l'oxygène est très utilisé dans l'industrie chimique (procédés de cracking pour la production du gaz de synthèse de l'ammoniac et pour la production de l'acétylène) dont le développement spectaculaire de la consommation au cours de ces dernières années est dû à la généralisation progressive de l'affinage de l'acier à l'oxygène pur et à l'utilisation dans les haut - fourneaux de l'air enrichi par rapport à l'oxygène ;

- l'azote joue un rôle fondamental dans les engrais dont la matière première de base est l'ammoniac de synthèse ;

- l'hydrogène apparait également dans l'ammoniac de synthèse mais est produit maintenant en grande masse sous forme liquide par suite de son utilisation dans le domaine des fusées (50)

Il est utilisé à l'état pur dans de nombreux processus d'hydrogénation;

- l'éthylène est le produit de base de l'une des plus importantes matières premières plastiques : le polyéthylène .

Compte tenu de leur diversité et à travers des opérations de transformation, on peut partir des gaz pour aboutir aux solvants, peintures , acides, insecticides, engrais azotés, détergents, fibres synthétiques ... voire produits pharmaceutiques (10)

Des méthodes classiques existent pour la séparation des mélanges gazeux en constituants purs ou presque purs . Ce sont : le fractionnement ou le superfractionnement , l'extraction par les solvants , la distillation extractive ...

Mais l'hypersorption, cette nouvelle méthode de séparation et de purification continue dans une couche mobile d'adsorbant, comparée aux méthodes classiques, présente de nombreux avantages dûs aux particularités ci -après :

- l'opération n'exige pas de fortes pressions ;
- un refroidissement poussé n'est pas nécessaire comme dans le cas des méthodes classiques qui font intervenir la liquéfaction des gaz ;
- le séchage préalable des gaz n'est pas exigé ;
- l'appareillage est relativement simple et n'exige pas de grands investissements ;
- les processus se prêtent facilement à une automatisation;
- elle s'applique à un mélange gazeux aussi complexe soit - il (3,4,5 ... - constituants) alors que les méthodes classiques ne portent généralement que sur des mélanges pas trop complexes ;
- elle conduit facilement à une haute pureté des constituants;
- les dépenses en énergie sont moindres par rapport aux autres méthodes de séparation ;
- l'hypersorption est un procédé de forte puissance c'est - à - dire que de grands débits gazeux peuvent être traités .

S'appliquant aux mélanges gazeux sans limite, l'hypersorption peut mettre à profit les mélanges gazeux dont les mélanges classiques ne font pas cas. Ce qui aura pour conséquence l'élargissement de l'horizon des matières premières et la réduction du prix de revient des certains produits synthétiques qui en découlent .

Mais avant tout, il est à noter que l'hypersorption est régie par le processus d'adsorption dont il convient de rappeler quelques notions fondamentales . C'est ainsi que nous traiterons successivement :

- la théorie de l'adsorption des gaz ;
- l'étude ^{descriptive} d'une installation d'hypersorption ;
- les applications industrielles de l'hypersorption ;
- calculs de dimensionnement d'une installation d'hypersorption .

CHAPITRE I

THEORIE DE L'ADSORPTION DES GAZ

I.0 Introduction.

Les particules (molécules, ions ou atomes) formant la surface d'un solide, sont soumises à des forces dissymétriques qui se traduisent par un champ de forces attractives. Ce champ a une portée limitée mais suffisante pour fixer les molécules de gaz ou de liquide situées au voisinage immédiat de l'interface. C'est ce phénomène de fixation de molécules à la surface d'un solide, qui est appelé " adsorption ". Le but de ce phénomène (adsorption) est de réduire la tension superficielle du solide

Généralement, l'adsorption a lieu jusqu'à l'établissement d'un équilibre entre les molécules adsorbées et celles en phase gazeuse (nous nous intéressons particulièrement à l'adsorption des gaz). Cet équilibre s'établit à une vitesse qui dépend de la température, de la pression et des forces qui entrent en jeu entre l'adsorbant(le corps condensé qui fixe les particules) et l'adsorbant (la substance adsorbée) .

Les forces attractives qui interviennent dans ce phénomène sont de deux natures :

- 1° les forces attractives de nature physique ; les forces de Van-Der Waals font partie de ce groupe. Elles ne détruisent pas l'individualité des molécules et correspondent à des énergies faibles;
- 2° les forces attractives de nature chimique . Elles sont à l'origine des liaisons chimiques entre atomes et quand elles interviennent, elles mettent en jeu un transfert ou une mise en commun des électrons. Il y a donc destruction de l'individualité des molécules, et les énergies mises en jeu sont plus élevées .

La durée du processus varie suivant les forces mises en jeu, la structure de l'adsorbant et les conditions extérieures à savoir la température et la pression.

I.1. Les différents types d'adsorption .

D'une façon générale, l'adsorption est accompagnée d'un dégagement de chaleur- la chaleur d'adsorption (ΔH)- dont l'ordre de grandeur dépend de la température à laquelle le processus est effectué.

Aussi, la facilité pour un gaz de s'adsorber croit avec la facilité de liquéfaction de ce gaz .

C'est ainsi que le tableau I.1 donne, pour différents gaz adsorbés sur le charbon actif à 0°C , la valeur des chaleurs d'adsorption et celle des chaleurs de liquéfaction (4, 5)

Tableau I.1

Adsorption de certains gaz
sur le charbon actif à 0°C

kcal molé ⁻¹	Gaz	O ₂	Cl ₂	NH ₃	CO ₂	H ₂ O
chaleur différentielle d'adsorption (ΔH)		72	31,9	16,9	8,4	9,4
Chaleur latente de liquéfaction		1,6	4,4	5,5	6,0	10,6

(Keyes et Marshall, J. Amer.Soc.1927,49-156)

Des résultats de ce genre ont conduit à conclure qu'il existe deux types d'adsorption :

- 1° celle qui, aux basses températures, dégage une chaleur dont l'ordre de grandeur est celui de la chaleur latente de liquéfaction, et qui fait intervenir les forces de nature physique entre l'adsorbant et l'adsorbat. Ce type d'adsorption est appelé l'adsorption physique ou la physisorption ou encore l'adsorption de Van Der Waals. Son processus est analogue à celui de la condensation d'un gaz et peut même avoir lieu à des températures relativement basses. Le gaz ainsi adsorbé peut donner soit une couche monomoléculaire, soit plus fréquemment des couches polymoléculaires .
- 2° celle qui dégage une chaleur d'adsorption dont l'ordre de grandeur est celui de la chaleur d'une réaction chimique. C'est celle-ci qui fait intervenir les forces de nature chimique. Les liaisons y sont chimiques et doivent satisfaire aux règles habituelles de valence . Il s'agit ici de l'adsorption chimique ou la chimisorption ou encore l'adsorption activée. Aux températures relativement plus élevées, c'est la chimisorption qui a lieu . Elle donne lieu à une couche monomoléculaire .

I.2 Propriétés des deux types d'adsorption .

La physisorption est normalement un processus instantané. Mais toutefois elle peut être ralentie lorsque l'adsorbant est poreux ou finement pulvérisé et surtout aux faibles pressions .

Par contre, l'apport d'une énergie d'activation pour la chimisorption limite la vitesse de son processus . Cependant et quand il vient que cette énergie d'activation est très peu élevée, le processus s'effectue rapidement même aux basses températures.

Alors que tout gaz a une affinité pour tout solide quand il s'agit de la physisorption, il n'en est pas de même pour la chimisorption pour laquelle une molécule saturée nécessite une dissociation en atomes ou en radicaux . Par contre une molécule insaturée peut être chimisorbée sans modification .

C'est alors qu'on peut résumer dans le tableau I.2 les différences principales entre les deux types d'adsorption des gaz (4)

Tableau I.2

Comparaison des deux types d'adsorption .

Propriétés	PHYSISORPTION	Chimisorption
Température du processus	relativement basse	plus élevée
Nature des forces attractives	physique (Van Der Waals)	Chimique
Chaleur d'adsorption	plus ou moins égale à la chaleur latente de liquéfaction $< 5 \text{ k cal mole}^{-1}$	plus ou moins égale à la chaleur de réaction chimique $> 10 \text{ k cal mole}^{-1}$
Vitesse du processus	plutôt instantanée que lente	plutôt lente que instantanée

I.3 Equilibre d'adsorption des corps purs .

En effet , la température et la pression sont des facteurs extérieurs ayant une influence sur l'adsorption. Et c'est alors que le phénomène d'adsorption peut être représenté par l'un ou l'autre types de courbes ci - après :

- les courbes d'adsorption isotherme . Elles indiquent le volume de gaz adsorbé par gramme d'adsorbant en fonction de la pression partielle, pour une température donnée et constante.
- les courbes d'adsorption isobare. Celles - ci représentent la quantité de gaz adsorbé en fonction de la température et pour une pression constante donnée .
- les isostères d'adsorption. Ce sont celles qui donnent la variation de la pression en fonction de la température pour une quantité constante de gaz adsorbé .

Le plus souvent et généralement les résultats des mesures d'adsorption sont représentés par des isothermes d'adsorption . Afin de faciliter la comparaison des isothermes, on porte de préférence en abscisse non la pression de travail (P) elle même, mais la pression " relative " P/P_0 où P_0 est la tension de vapeur saturante de l'adsorbant liquide à la même température. Ce qui donne une échelle des pressions allant de 0 à 1

Ces courbes s'apparentent à l'une ou l'autre des cinq types représentés sur la figure I.1

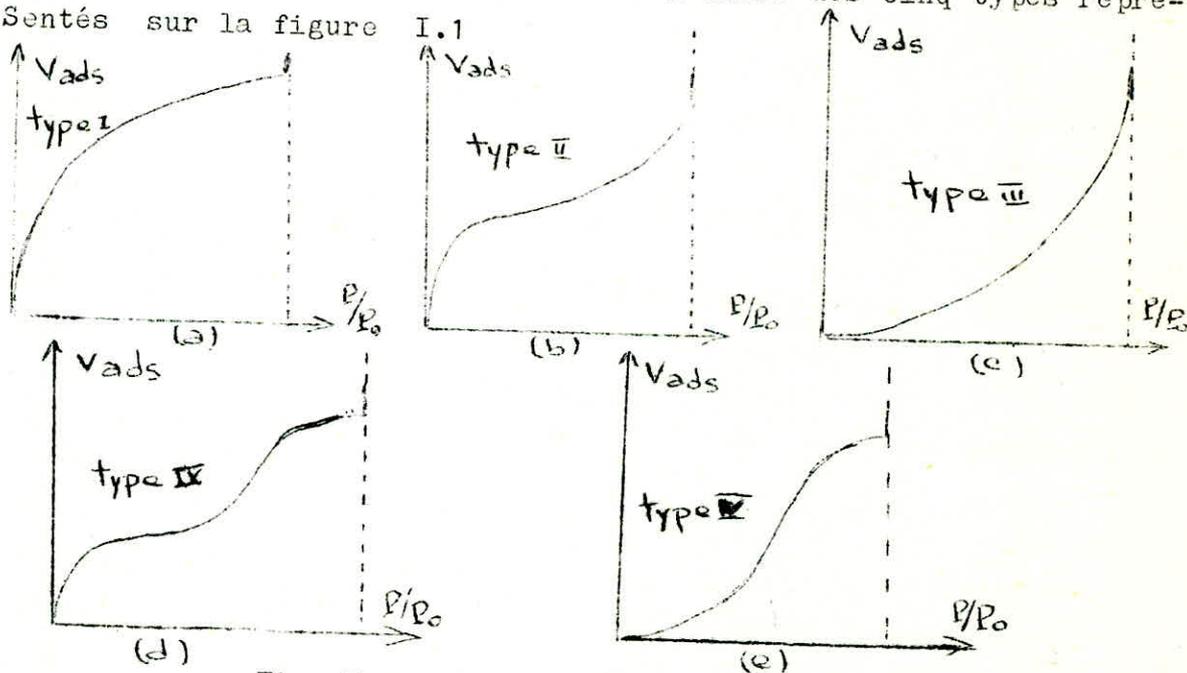


Fig I.1 - Les cinq types d'isothermes en adsorption Physique .

L'isotherme du type I représente la formation d'une couche monomoléculaire adsorbée soit physiquement soit chimiquement sur un solide non poreux ou microporeux (diamètre 25 \AA)

L'isotherme du type II , très fréquent , s'obtient à la suite d'une adsorption d'une première couche saturée monomoléculaire et ensuite une adsorption par couches polymoléculaire (ou par polycouche). L'isotherme III , assez rare , indique la formation dès le début de l'adsorption d'une couche polymoléculaire par endroit avant que toute la surface du solide ne soit couverte d'une monocouche

L'isotherme IV et l'isotherme V , apparentées aux isothermes II et III sont le résultat d'une adsorption sur un solide qui présente des pores ou des capillaires . On assiste ici à un phénomène d'hystérésis

On peut, pour finir, citer un sixième type de courbes d'adsorption. Une courbe de ce type se traduit par une série de marches, chacune d'elles correspondant à la formation d'une couche monomoléculaire. Habituellement ce type de résultat est obtenu pour l'adsorption des gaz rares et du (CH₄) méthane sur le graphique .

I.4 Méthodes de mesure de l'adsorption .

Pour déterminer les isothermes d'adsorption citées ci - haut, des techniques assez variées sont utilisées . Ces techniques sont soit gravimétriques soit volumétriques .

I.4.1 les techniques gravimétriques .

La fixation d'une certaine quantité de gaz modifie le poids de l'adsorbant.

C'est sur ce principe que sont basées les techniques gravimétriques On suit donc, à l'aide d'une balance enfermée dans une enceinte qui permet le contact entre le solide et la phase gazeuse, la variation du poids en fonction de la pression partielle et à une température constante donnée.

I.4.2 Les techniques volumétriques .

Leur principe est le suivant : dans une enceinte de volume donné qui renferme une quantité connue de gaz, la disparition d'une partie des molécules de la phase gazeuse, a pour conséquence la chute de pression . La mesure de pression à l'équilibre conduit par déduction à la quantité de molécules adsorbées .

I.5 Quelques équations relatives à l'adsorption .

I.5.1 Adsorption en couche monomoléculaire
=====

Certains chercheurs ont réussi à établir des équations qui rendent compte ou du moins permettent de représenter l'isotherme type I.

I.5.1.1 Equation de Freundlich .
=====

Freundlich propose de représenter la courbe du type I par l'équation

Eq.I.1 $\frac{X}{m} = k P^n$

- où X = quantité de gaz en milligramme ou en millilitre à TPN
- m = masse du solide en gramme
- P = pression à l'équilibre
- k, n = constantes expérimentales positives, fonction de la température et de la nature du couple adsorbat-adsorbant.

En mettant cette équation sous la forme

$\lg \frac{X}{m} = \lg k + n \lg P$

on peut déterminer les constantes n et k au moyen de la droite obtenue en portant $\lg \frac{X}{m} = f(\lg P)$

I.5.1.2 Equation de Langmuir
=====

Langmuir en considérant que 1° l'adsorption est proportionnelle à la pression et à la surface nue, 2° la désorption est proportionnelle à la surface couverte, propose l'équation :

Eq.I.2 $\frac{X}{X_m} = \frac{a P}{1 + a P}$

- où X : la quantité de gaz adsorbé à la pression d'équilibre P
- X_m: la quantité de gaz nécessaire pour couvrir toute la surface, d'une couche monomoléculaire .

a : constante dépendante de la température et du couple adsorbat - adsorbant .

D'autres comme Hill - Everett, Temkin, William - Henry ont proposé d'autres équations .

I.5.2 Adsorption en couche polymoléculaire .
=====

Parmi toutes les théories qui ont tenté d'expliquer les isothermes des types II et III _ il y en a quatre _ , celle de BET(Brunauer Emett Teller) est la plus courante .

Elle propose comme équation :

$$\text{Eq .I.3 } \frac{V}{V_m} = \frac{C \cdot (P/P_0)}{(1 - P/P_0)(1 - P/P_0 + C P/P_0)}$$

où P est la pression d'équilibre ; C = constante .

V le volume total adsorbé

V_m : volume nécessaire pour couvrir toute la surface d'une couche monomoléculaire .

Ils admettent que 1° chaque couche adsorbée obéit à l'équation de Langmuir 2° la chaleur différentielle d'adsorption à partir de la deuxième couche est égale à la chaleur de condensation de la vapeur 3° la chaleur différentielle d'adsorption de la première couche est différente de celle des couches suivantes .

La forme explicite de C est :

$$\text{Eq.I.4 } C = C_0 \exp \left(\frac{E_1 - E_L}{R T} \right)$$

E₁ est la chaleur d'adsorption de la première couche. Elle équivaut à l'énergie de désorption(hypothèse 3)

E_L = chaleur de liquéfaction (hypothèse 2)

Cette équation de BET , bien que fondée sur des hypothèses plus ou moins vraisemblables et valable pour des solides non poreux (8), donne des résultats satisfaisants.

Les autres théories concernant l'adsorption en couches polymoléculaires sont : la théorie du potentiel de Polanyi, la théorie de DRK (Dubinin Radukevitch Kaganer) et la théorie de la lame de F.F.H (Fröhenkel Halsey Hill)

I.5.3 Calcul des aires des solides

=====

La surface spécifique d'un solide est définie comme étant sa surface par unité de masse . Elle est exprimée en m²/g

Si V_m est la capacité d'une couche monomoléculaire, exprimée en cm^3 à TPN, la surface spécifique S est donnée par :

$$\text{Eq. I.5 --- } S (\text{m}^2/\text{g}) = \frac{V_m \cdot N \cdot \sigma_m \cdot 10^{-20}}{22400} = 0,269 V_m \sigma_m$$

σ_m est la surface occupée par une molécule et exprimée en \AA^2 . Généralement et pour des pressions telles que $0,05 < P/P_0 < 0,3$, V_m est déterminé par la méthode BET. En mettant l'Eq. I.3 sous la forme

$$\frac{P/P_0}{V(1 - P/P_0)} = \frac{C - 1}{V_m \cdot C} (P/P_0) + \frac{1}{V_m \cdot C}$$

on détermine V_m graphiquement en construisant $\frac{P/P_0}{V(1 - P/P_0)} = f(P/P_0)$

Une autre méthode, celle du point "B", conduit au calcul de V_m quand l'isotherme est du type II (4)

Si l'adsorbat est l'azote, une méthode dite du point unique mène à la détermination de V_m . Il suffit de faire C très grand dans Eq. I.3 et sa transformée. (4)

Quant à la détermination de σ_m , on a la formule:

$$\text{Eq. I.6 -- } \sigma_m = 2 \sqrt{3} \cdot 10^{16} \left[\frac{M}{4 V \rho_L} \right]^{2/3}$$

où M est la masse moléculaire et ρ_L la densité du liquide. Les méthodes absolue et relative de Harkins et Jura permettent aussi de calculer la surface spécifique : $S (\text{m}^2/\text{g})$ (4)

I.5.4 La condensation capillaire .

Le fait que les courbes d'adsorption et de désorption à la même température, ne se superposent pas, constitue le phénomène d'hystérésis .

Ce phénomène est généralement associé à la condensation capillaire. L'adsorption a lieu sur les parois des pores et à partir d'une certaine épaisseur du film, un pont peut se former dans le pore et la condensation capillaire peut alors se produire .

Ainsi, seule une forte baisse de pression peut provoquer la désorption et à partir des ménisques existant aux extrémités du pore . Les gaz adsorbés en couche polymoléculaire dans les capillaires d'un solide se comportent alors comme un liquide .

Habituellement, le diamètre des pores est petit, moyen ou grand. Quand il est inférieur ou de l'ordre du diamètre des molécules à adsorber, le gaz s'adsorbe à la surface externe ou la molécule peut tout juste entrer dans le capillaire . Cette adsorption dans les capillaire est très intense et quand elle est possible, elle a lieu à des pressions très faibles : $P/P_0 < 0,05$. Les molécules adsorbées dans ces conditions, n'auront pas les propriétés d'un liquide. Le phénomène d'hystérésis ne se produit pas pour ce cas de solide .

Par contre, pour des solides dont les pores ont des diamètres supérieurs à 1000 \AA , tout se passe comme s'il n'y avait pas de surface intérieure (les pores) . L'effet des capillaires est donc négligeable .

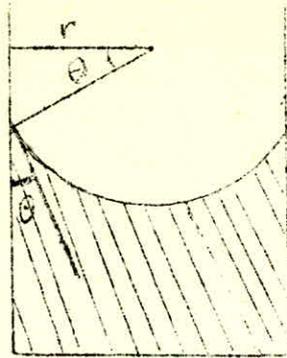
Quant aux pores dont le diamètre varie entre 25 \AA et 1000 \AA , l'adsorption provoque une condensation due à la formation de la couche polymoléculaire à l'intérieur des pores. Et c'est alors que ce dernier groupe de solides dits poreux par opposition aux autres qui sont dits microporeux et macroporeux, nécessite une attention particulière en ce qui concerne la condensation capillaire .

En effet, lorsqu'un liquide présente une surface libre, celle - ci sera plane en courbe suivant les dimensions du vase qui le contient. La pression de vapeur saturante P_0 sera alors différente suivant le cas. Si P est la pression du liquide, on aura les résultats suivants

- pour un ménisque plan : $P = P_0$
- pour un ménisque concave : $P < P_0$
- pour un ménisque convexe : $P > P_0$

L'équation de Kelvin (4,5) donne la relation entre la pression de vapeur saturante P_0 d'une surface courbe et l'angle de contact - du ménisque dans le capillaire .

$$\text{Eq.I.7} \quad \ln P/P_0 = \pm \frac{2 V_m \gamma}{X RT} = \pm \frac{2 V_m \gamma}{r RT} \cos \theta -$$



V_m = volume molaire du liquide
 γ = tension superficielle du liquide
 x = rayon de courbure du mènisque
 r = rayon du capillaire
 le signe (-) correspond au mènisque concave et le signe (+) au mènisque convexe .

Fig . I.2 condensation capillaire
cas de mènisque concave .

I.6 Le processus inverse de l'adsorption : la désorption

Dans le but de récupérer les vapeurs ou les gaz adsorbés et de régénérer l'adsorbant pour le rendre apte à un nouveau processus d'adsorption, diverses opérations font suite à l'adsorption .

Un simple examen des isothermes d'adsorption montre que différents modes de désorption peuvent être envisagés :

I.6.1 La désorption par élévation de température .

Elle est en rapport direct avec le caractère exothermique de l'adsorption . L'apport de chaleur peut être direct (par circulation d'un gaz chaud à travers l'adsorbant) ou indirect (par l'intermédiaire d'un échangeur de chaleur) . La circulation d'un gaz chaud diminue la pression partielle de l'adsorbat . Ce sont souvent des gaz inertes ou des vapeurs d'eau, mais dans tous les cas, il faut tenir compte de la stabilité de l'adsorbat à la chaleur et des moyens de les désorber à leur tour .

I.6.2 Désorption par diminution de pression

A température constante, on peut produire une décompression modérée, de manière à avoir une désorption suffisante .

I.6.3 Effet simultané de la diminution de pression et de

l'élévation de la température .

Par un chauffage dans le vide (10^{-2} mm de Hg pendant une journée) à température élevée, l'adsorbant relâche presque complètement l'adsorbat . Si toutefois l'adsorbat ne réagit pas chimiquement avec l'adsorbant, le chauffage sous vide jusqu'à vers 400°C (800°C pour le charbon actif) se montre très efficace. Cependant et dans la pratique, il est impossible de travailler à des températures très élevées par suite du risque de décomposer la substance adsorbée.

I.6.4 Désorption par élution .

=====

On balaie le lit par un fluide non adsorbable ou beaucoup moins adsorbable, quite à le séparer facilement de l'adsorbat par la suite. On utilise habituellement un gaz condensable .

I.6.5 Désorption par déplacement

=====

L'adsorbant est balayé cette fois - ci par un fluide plus solidement adsorbé que l'adsorbat lui même . Dans ces conditions, le fluide le plus adsorbable déplace le fluide le moins adsorbable(52). Ce mode présente l'avantage de fournir un produit de désorption concentré sans risque de destruction de l'adsorbat. L'inconvénient est qu'il faut ensuite désorber l'agent de déplacement. La vapeur d'eau surchauffée est employée, et présente l'avantage d'un déplacement complet des constituants adsorbés, de la surface du solide adsorbant. Mais et alors , l'emploi de vapeur d'eau surchauffé, demande que la désorption soit suivie des opérations de séchage et de refroidissement .

Pour en finir avec la désorption, il ne serait pas superflus de préciser que la désorption est un processus facile quand il s'agit de la physisorption et difficile quand c'est la chimisorption. Ajoutons que la condensation capillaire complique encore ce processus.

I.7 Les adsorbants

I.7.1 Aperçu général

=====

Les adsorbants industriels sont caractérisés par leur grande surface spécifique qui est relativement grande, et leur activité qui n'est autre chose que l'aptitude à fixer une quantité de substance par unité de masse ou de volume .

Cette grande surface provient de la fragmentation intérieure et de la structure capillaire des corps; c'est elle qui confère aux adsorbants leur activité, exprimé ordinairement en pourcentage de poids. Elle est mesurée en général par la méthode BET en utilisant l'équation I.5 , et s'étant de moins d'un m^2 à plus de $1000 m^2$ (8) Ces corps sont représentés par les charbons actifs, les gels de l'acide silicique et des oxydes métalliques. Ce sont des solides généralement poreux, se présentant sous forme de granulés, de poudre ou de solides filés. La nature, la structure, l'étendue de la surface et éventuellement la structure des pores déterminent le processus d'adsorption. Dans l'adsorption physique, l'étendue de la surface l'emporte sur les autres facteurs propres au solide. La nature et la structure de la surface n'interviennent que dans le cas d'une adsorption en monocouche .

Les adsorbants polaires sont à distinguer des non polaires. En règle générale, les adsorbants polaires(l'alumine et le silicagel par exemples) fixent préférentiellement les corps polaires; les adsorbants non polaires (le charbon actif) fixent eux autres des substances non polaires de préférence, et dans ce cas l'affinité pour le substrat croît avec la masse moléculaire de l'adsorbat.

Ces corps à grande surface dont le nombre est déjà grand à l'heure actuelle, ont des usages plus ou moins spécifique, et c'est ainsi que :

- les bentonites sont utilisées pour le traitement des huiles .
- les alumines pour le séchage dynamique des gaz
- les silicagels sont utilisés pour le séchage et la séparation des gaz .
- les charbons actifs sont surtout utilisés pour la récupération des solvants et pour la séparation des hydrocarbures gazeux .
- etc .

L'alumine activée .

L'alumine activée occupe une place extrêmement importante parmi les produits actifs, en raison de son application très étendue et très varié comme catalyseur dans les procédés catalytiques les plus divers .

Suivant les procédés de fabrication, les produits obtenus sont différents. En plus des alumines artificielles, les alumines naturelles jouent un rôle important, mais parmi celles-ci seule la bauxite a un pouvoir adsorbant assez important pour être utilisée dans les techniques d'adsorption.

L'alumine activée est obtenue par déshydratation partielle de certaines alumines par voie thermique. Elle présente une surface spécifique de l'ordre de $300 \text{ m}^2/\text{g}$ et le diamètre moyen des pores est de 48 \AA (2). Elle reste stable jusqu'à 500°C et sa régénération se fait par voie thermique entre 200°C et 250°C .

Le silicagel.

Le gel de silice n'est pas aussi employé que l'alumine activée et le charbon actif. Ces deux derniers sont utilisés en poudre et en grains tandis que le gel de silice ne l'est guère qu'en grains. Il est obtenu par neutralisation d'une solution de silicate de soude par un acide minéral dilué. Le précipité broyé, lavé à l'eau et à l'éthanol, est séché et grillé. Suivant la taille des pores, on distingue différentes marques (36): le gel à pores étroits qui représente la marque A; le gel à grands pores, qui représente la marque B; enfin le gel à pores moyens qui représente la marque C.

La composition du gel de silice est 92 % de silice, 6 % d'eau et 2 % de sels minéraux résiduels (2). Il se présente sous forme de grains translucides, avec une surface spécifique de l'ordre de 300 à $400 \text{ m}^2/\text{g}$. L'ouvrage (2) indique une surface spécifique de l'ordre de $700 \text{ m}^2/\text{g}$. Le diamètre moyen des pores est 21 \AA environ. Il reste stable jusqu'à 400°C et se régénère entre 120°C - 250°C .

I.7.2 Le charbon actif.

Le charbon actif est de loin l'adsorbant le plus utilisé industriellement, aussi une étude plus approfondie que ^{dans le cas} les autres adsorbants lui est accordée. Pour commencer, on désigne sous ce nom, les charbons ayant subi un traitement dit d'activation et qui leur confère une grande porosité de laquelle découlent les propriétés adsorbantes. Les substances minérales entrant dans la constitution d'un charbon actif sont : Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO , MgO , ZnO , P_2O_5 , etc (7)

L'élaboration des charbons actifs peut être faite à partir de diverses matières premières dont l'origine est soit animale soit végétale, et selon deux types de procédés d'activation. Les principales matières premières sont : le bois, la houille, la coque de la noix de coco, la tourbe, etc . D'une manière générale, l'activation d'un solide consiste en l'élimination, par un traitement chimique ou thermique, de substances bloquant une partie des pores ou une partie de l'adsorbant lui - même , créant ainsi de nouveaux pores, ce qui augmente considérablement la surface de l'adsorbant. Plus encore, l'activation consiste en un desserement du squelette carboné étant donné que le charbon actif est obtenu au départ de tout corps carbonisable, quelque soit sa teneur en carbone .

L'activation chimique .

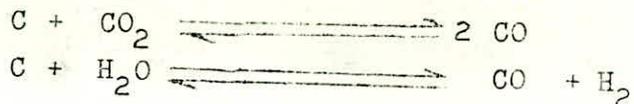
Elle consiste à mélanger les matières non encore carbonisées, partiellement carbonisées ou complètement carbonisé avec des produits chimiques comme l'acide sulfurique , l'acide phosphorique, le chlorure de zinc, le chlorure de calcium. Après carbonisation, on sépare la matière inorganique du carbone par un lavage approprié.

Le principe de l'activation chimique consiste à maintenir la grande distance qui sépare les atomes de carbone dans la substance d'origine, telle qu'elle est dans le matériau organique (la tourbe, le bois ...) . Cela revient donc à éliminer la partie non carbonée et en générale à déshydrater le matériau. Le procédé caractéristique est celui au chlorure de zinc, dans lequel le matériau est imprégné d'une solution de chlorure de zinc, puis chauffé . L'élimination par lavage du chlorure de zinc restant suit l'activation et le squelette carboné originel de la substance reste seul présent(3b). La dureté, extrêmement importante parce qu'elle détermine non seulement l'activité de l'adsorbant, mais également les conditions ultérieures de l'exploitation, est obtenue par différentes additions au moût notamment le goudron et les sels .

L'activation par les gaz .

On soumet la matière précarbonisée à une oxydation ménagée en la maintenant dans un courant de gaz faiblement oxydant(CO_2 , O_2 , Cl_2 , $\text{H}_2 \text{S}$, $\text{H}_2 \text{D}$) et à haute température 800°C (6 a) .

Le cas le plus général utilise l'action de la vapeur d'eau à température élevée sur le charbon actif . Le carbone brûle conformément aux équations :



Alors que la première forme d'activation permet de modifier sinon de détruire la structure de la matière première, la deuxième forme ne le permet . En revanche, cette dernière conduit, par un choix judicieux des conditions opératoires, à des produits ayant la porosité la plus convenable pour l'application recherchée. Elle présente aussi l'avantage de porter sur des matières premières dont la fabrication, de prime abord, n'a pas été prévue pour l'activation .

Les traitements avant et après activation, permettent d'obtenir les produits finis sous toutes les formes convenables : bâtonnets cylindriques, grains, poudre .

Le principe d'activation par les gaz est le suivant (3 b) : on part du charbon de bois grossier, tel qu'il est obtenu à la carbonisation . Il est broyé à une certaine granulométrie et mélangé intimement avec du goudron de viscosité connue. La masse pâteuse est extrudée sous une pression de 300 atm à travers des matrices. Les granules obtenus sont envoyés par l'air comprimé dans un silo et de là dans un tabour de calcination. La carbonisation proprement dite se fait dans un four à cuve ou, de préférence, dans des fours tournant dans lesquels le produit à activer séjourne pendant près de trente heures. Le charbon actif lavé est finalement séché dans un tambour séchoir à 250 - 300 °C avec des fumées, puis trié sur une cribreuse selon la granulométrie désirée

Caractéristiques des différentes formes de charbon actif (6 a)

Charbon filé activé par les gaz

diamètre : de 1 à 5 mm suivant emploi

Surface spécifique : 950 - 1500 m²/g (mesurée par la méthode BET)

diamètre moyen des pores : 22 - 29 Å

densité du produit tassé : 0,45 à 0,35

La résistance au passage de l'air, en cm de colonne d'eau par mètre d'épaisseur du lit, est voisine de :

tableau I. 3 a

Résistance au passage de l'air

diamètre des grains	Vitesse du vent (m/mm)	
	15	25
3 mm	11	23
5 mm	5	12

Charbon concassé à base de la noix de coco .
granulation à la demande

Surface spécifique : 1200 à 1550 m²/g et même au delà.

diamètre des pores : 18 à 20 Å

densité du produit tassé : 0,5 à 0,45

La résistance au passage de l'air en cm de colonne d'eau par mètre d'épaisseur du lit, est de l'ordre de :

tableau I. 3 b

Résistance au passage de l'air

diamètre des grains	Vitesse du vent m/mm	
	15	25
2 à 3,5 mm	14	28
1,25 à 2,7 mm	45	95

Pour l'adsorption en phase gazeuse, on utilise généralement des charbons actifs granulés en filés . Ces formes ont été retenues dans le souci de leur assurer une résistance mécanique suffisante et de leur permettre de présenter une faible résistance au passage du fluide gazeux . Le charbon pulvérisé reste réservé pour les phases liquides.

D'après l'ouvrage (1) le meilleur charbon pour l'adsorption des gaz est celui fabriqué à partir de la coque de la noix de coco. L'abrasion du charbon actif constitue un défaut pendant son usage. Le charbon obtenu à partir du bouleau présente de gros pores mais est très abrasif.

Celui à base de la noix de coco est le meilleur charbon en ce qui concerne l'abrasivité .

Les charbons actifs sont utilisés de nombreuses branches de l'industrie chimique .Suivant les besoins en vue desquels l'activité d'adsorption et la granulométrie sont surtout prévues, on distingue différents groupes d'applications (3b)

Tableau I.4

Types de charbon suivant application .

Charbon A :	pour l'obtention industrielle et l'épuration de gaz et de vapeur (grandeur des grains:en moyenne 3 à 4 mm)
Charbon E :	(Charbon décolorants) pour la décoloration, la clarification, l'amélioration du goût des liquides (dimension des grains: moins de 0,1 mm)
Charbon G :	(Charbon pour masque à gaz) pour l'élimination dans l'air de gaz et de vapeurs nuisibles et toxiques (grandeur des grains : 1,25 à 1,75 mm)
Charbon WR :	(charbon d'épuration de l'eau; WR = Weisserreinigung) pour la préparation des eaux d'usage domestique et d'eau potables(charbon en grains de 2mm, charbon pulvérulent avec 95 % des grains < 44 μ et 5 % entre 44 et 75 μ)
Charbon pour piles :	comme charbon de dépolârisation dans les éléments et les batteries galvaniques(grandeur des grains < 2mm)
Charbons médicaux :	pour besoins thérapeutiques sous forme de poudre(grandeur des grains < 0,12mm, en comprimés ou intégrés dans les ouates de pansement .)

Kuliev A.H. et coll (9) ont étudié les caractéristiques d'adsorption du charbon industriel - S K T M - D - relatives au processus d'adsorption à haute température. Pour des températures allant de 20 à 120 °C et pour des hydrocarbures de C₁ jusqu'à C₄, ils ont trouvé que ,après une augmentation de température, le temps de chute d'activité du charbon vis-à-vis des hydrocarbures à bas point

d'ébullition, est plus court que celui des hydrocarbures au point d'ébullition plus élevé .

Ce charbon est donc convenable pour la séparation des gaz à une température élevée .

Ils ont proposé une formule empirique qui permet de déterminer l'activité d'un charbon pour une adsorption statique . Pour le charbon S K T M - D vis-à-vis des hydrocarbures $C_1 - C_4$ et dans l'intervalle de température 20 - 120 °C , ils donnent :

$$\text{Eq. I.8} \quad a_t = a_{20} (1 - 0,01 K (120 - t))$$

où a_{20} = activité statique d'équilibre à 20 °C

K = coefficient (qui donne le degré) de chute d'activité.

t = température d'adsorption .

Le tableau I.5 illustre d'ailleurs ce résultat. Quand la température augmente, l'activité du charbon diminue plus vite pour les hydrocarbures à bas point d'ébullition . Ainsi à 20 °C le rapport des activités $\frac{a_{C3}}{a_{C2}}$ est 3,1 et quand la température monte à 120 °C

ce même rapport devient 5,5 .

Tableau I.5

Adsorption statique du charbon S K T M - D

Hydrocarbures	g/100g de charbon					
	20	40	60	80	100	120
C_1	1,6	1,5	1,3	1,0	0,8	0,4
C_2	9,5	8,2	7,1	5,9	4,8	3,2
C_3	29,2	26,0	23,1	20,7	19,0	17,5
C_4	39,9	87,0	34,4	32,5	30,5	28,0

Zv. Obretenov et coll. (53) ont obtenu de nouveaux charbons actifs à partir des rameaux de la vigne, des enveloppes des grains de tournesol et du charbon . Ils ont étudié les possibilités d'adsorption de différentes substances: le bleu de méthylène, l'iode 0,1 N, l'acétone 0,2 M l'acide acétique 0,5 N .

Ils ont proposé une équation empirique qui donne le pouvoir d'adsorption des charbons actifs .

Eq.I.9

$$G = 2,67 \cdot 10^{-2} + 9,43 \cdot 10^{-5} T + 2,6 \cdot 10^{-4} C$$

$$- 4,7 \cdot 10^{-6} T \cdot C$$

G: est exprimé en g de substance adsorbée par g de charbon actif .
 T: est la température d'activation chimique, exprimée en °C
 C: est la concentration de l'acide sulfurique ayant servi à l'activation du charbon .

I.8 Les facteurs pratiques de contrôle de l'adsorption .
 =====

Quand l'adsorbant et le gaz sèjournent ensemble pendant long-temps, l'équilibre d'adsorption est atteint et on parle dans ce cas d'adsorption statique . Par contre, quand le lit d'adsorbant est fixe et le gaz mobile, il arrive des fois que l'équilibre d'adsorption ne soit pas atteint, il s'agit là de l'adsorption dynamique . Dans ce cas, on doit non seulement considérer la quantité d'adsorbant fixé par l'adsorbant mais aussi l'efficacité d'adsorption . Si on porte la concentration de l'adsorbant dans le fluide porteur, en fonction du volume de ce dernier, on obtient la courbe ci -dessus Fig I.3 .

Dans la réalisation et l'exploitation des installations mettant en oeuvre les phénomènes d'adsorption, il faut tenir compte de divers facteurs qui affectent plus ou moins le résultat recherché.

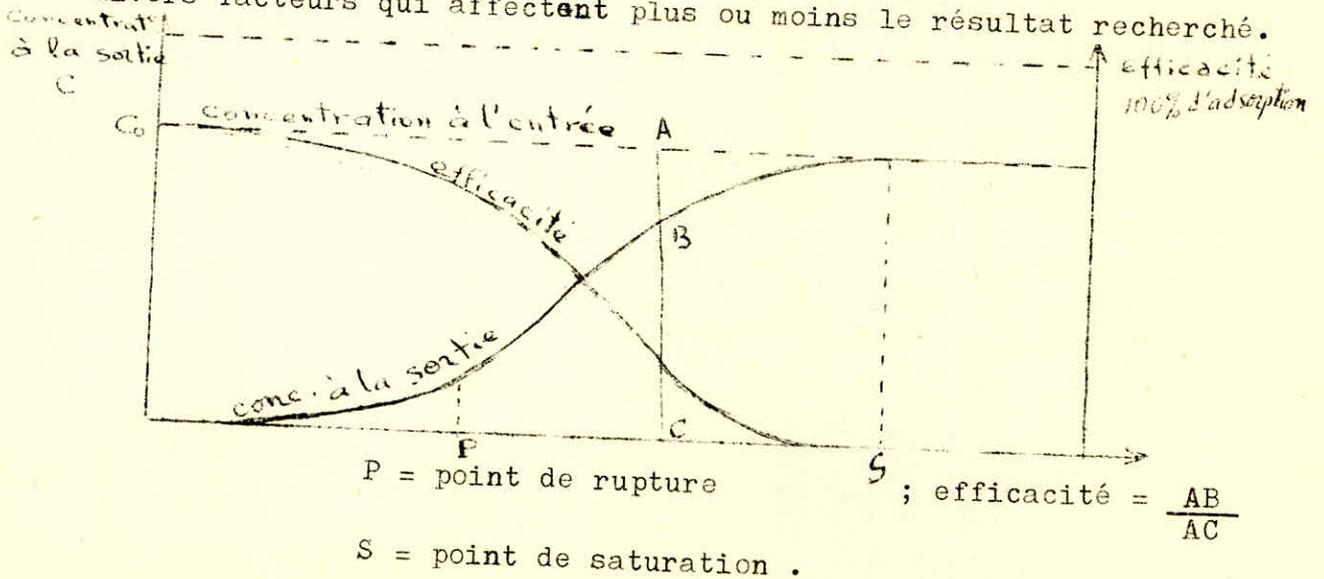


Fig I.3 . efficacité d'adsorption dynamique .

I.8.1 la température .
=====

Son élévation baisse non seulement le taux de saturation mais aussi l'efficacité de l'adsorption. Elle peut même provoquer la désorption.

I.8.2 la concentration .
=====

La réduction de la pression partielle de l'adsorbat diminue l'efficacité et peut aussi engendrer la désorption .

I.8.3 la granulation .
=====

L'augmentation des dimensions diminue le taux de chargement de l'adsorbant au point de rupture .

I.8.4 l'épaisseur du lit .
=====

Quand l'épaisseur du lit augmente, la capacité de chargement au point de rupture augmente aussi .

I.8.5 La vitesse du fluide .
=====

Plus le débit du fluide est grand, la température du lit s'élève. Il s'en suit que la rupture est plus rapide. A partir de la perte de charges on peut déterminer la granulation, l'épaisseur du lit et la vitesse du fluide .

I.8.6 La nature de l'adsorbant .
=====

Un adsorbant est caractérisé comme il est dit au I.7, par le développement de sa surface et le degré de polarité de cette surface. C'est ainsi qu'un adsorbant en présence d'un mélange gazeux, se livre à une adsorption sélective .

I.8.7 la nature de l'adsorbat .
=====

Le point d'ébullition d'un gaz et la quantité de ce gaz adsorbé à une température donnée, sont liés par une relation qui n'est pas simple à établir quantitativement .Le tableau I.6 illustre l'adsorption dans les mêmes conditions de certains gaz aux points d'ébullition différents .

Tableau I.6 (6a)

Adsorption à 15 °C sur le charbon actif.			
Gaz	T. ébullition (°C)	T. critique °C	VOLUME adsorbé (cm ³ /g)
CO Cl ₂	+ 8	183	440
SO ₂	- 10	157	380
CH ₃ Cl	- 24	143	277
N H ₃	- 33	132	181
H ₂ S	- 62	100	99
HCl	-83	52	72
N ₂ O	- 88	37	54
C ₂ H ₂	- 84	36	49
C O ₂	- 78	31	48
C H ₄	- 161	- 82	16
CO	- 190	- 140	9
O ₂	- 182	- 118	8
N ₂	- 195	- 146	8
H ₂	- 252	- 241	5

On définit l'intensité d'adsorption par la force avec laquelle l'adsorbant fixe l'adsorbat . Alors si un corps A présente vis-à vis d'un solide une plus forte intensité d'adsorption qu'un autre corps B , alors le corps A peut déplacer le corps B sur le solide adsorbant .

L'intensité d'adsorption peut être plus forte pour les corps dont le point d'ébullition est plus élevés ou pour des corps dont la masse moléculaire est plus grande. Mais attention, cette règle n'est pas sans exception car la polarité de l'adsorbant a une influence notable et aussi la structure moléculaire de l'adsorbant .

Pour un mélange gazeux, l'adsorption est complète au début et ce n'est qu'à partir d'un certain volume ou d'une certaine pression totale que commence le déplacement produisant de ce fait un fractionnement d'où l'enrichissement des fractions .

I.8.8 la chaleur d'adsorption .

La chaleur dégagée lors d'une adsorption est transmise au solide d'une part et au mélange gazeux d'autre part . Ceci a pour conséquence d'abaisser la capacité d'adsorption. Pour remédier à cet inconvénient, on peut réaliser :

- Soit une adsorption isotherme en noyant un serpentin réfrigérant dans l'adsorbant, au risque de formation de brouillard et de condensation .

- Soit une adsorption avec refroidissement préalable du gaz à traiter car dans la majorité des cas ce sont des installations adiabatiques .

On a constaté (6a) que dans la phase d'adsorption, l'élevation de température, due à la chaleur d'adsorption, a lieu avec un retard de trois minutes .

I.8.9 Règénération de l'adsorbant .

La régénération de l'adsorbant est une opération qui nécessite un apport d'énergie extérieure pour vaincre les forces d'adsorption et vaporiser les liquides condensés. La désorption se fait au moyen de l'air ou des gaz chauds . La vapeur d'eau permet une désorption plus complète et plus rapide, quitte à être séparée des gaz par condensation.

Une régénération de l'adsorbant le redispense pour une nouvelle adsorption efficace .

I.9 Application de l'adsorption .

L'adsorption et plus particulièrement l'adsorption physique des gaz telle qu'elle a été traitée, trouve de nombreuses applications dans la vie quotidienne **et** dans l'industrie. Elle fait partie des opérations physiques de séparation des mélanges gazeux, et les méthodes basées sur ce phénomène deviennent intéressantes lorsqu'il est nécessaire de séparer d'un mélange gazeux un constituant minoritaire .

Pour ne citer que quelques exemples d'application parmi tant d'autres, on a : la déshydratation d'un gaz, la désodorisation de l'air, la purification de l'atmosphère d'un local ou de certains gaz industriels, la récupération des solvants industriels volatils, la protection contre les gaz ou les vapeurs toxiques, le fractionnement des gaz et des vapeurs .

CHAPITRE II

DESCRIPTION D'UNE INSTALLATION

D'HYPERSORPTION

II. 1 Séparation des constituants des mélanges gazeux
dans une couche mobile de particules solides

L'adsorption, dans ses applications a un caractère cyclique ; chacun des cycles comporte trois stades qui se succèdent à intervalles réguliers : adsorption, désorption et refroidissement .

Si l'appareil ne comporte qu'un seul adsorbant, son fonctionnement est intermittent .

Dans le souci de réaliser des installations d'adsorptions à marche absolument continue avec l'emploi d'un seul adsorbant, on a mis en oeuvre les techniques du lit mobile. C'est ainsi que plusieurs auteurs ont étudié les processus de séparation continue des gaz dans une couche mobile . Les toutes premières propositions n'ont pas eu de succès au point de vue application industrielle .

En 1925 , A . L . Mond (11) propose de réaliser le processus d'adsorption dans une colonne où le charbon actif ou le silicagel descend lentement (fig . II . 1) . L'adsorption des gaz se réalise dans la partie supérieure de l'appareil alors que la désorption a lieu dans la partie inférieure. Cette désorption est obtenue par l'élévation de la température grâce à une résistance chauffante qui entoure cette partie inférieure de l'appareil. L'adsorbant subit une activation thermique et remonte en tête de colonne au moyen d'un tube air - lift .

En 1931 , un schéma pareil au précédent a été proposé (12) .

Cette fois - ci , le chauffage et le refroidissement sont réalisés dans des échangeurs de chaleur (fig II. 2)

Il y a en tant d'autres propositions parmi lesquelles celles de E. Boy (13) de Donald L . Campbell (14) , de la firme Imperial chemical Industrie (15) , etc .

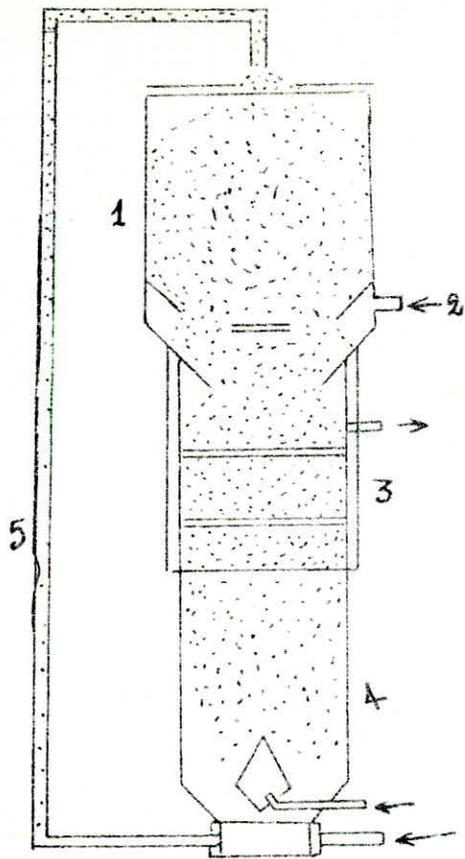


Fig. II.1

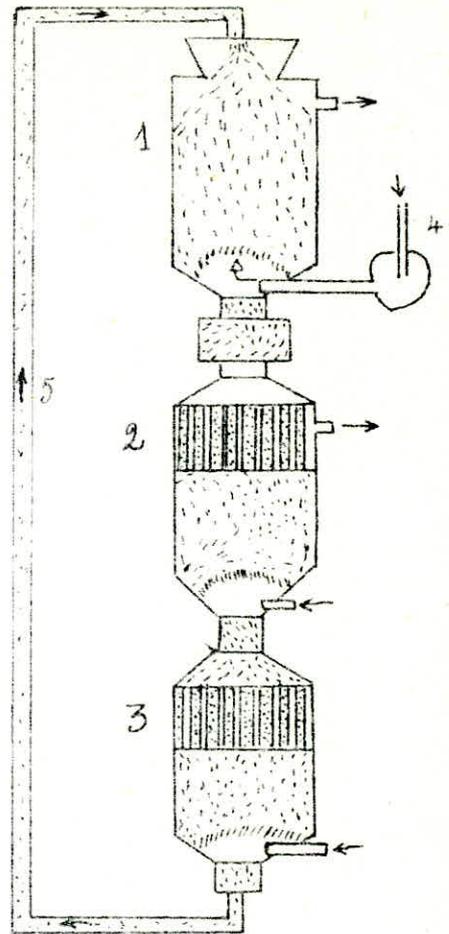


Fig. II.2

Séparation des constituants de mélange gazeux dans une couche mobile de particules solides.

Fig II.1 Legende

- 1 - section d'adsorption
- 2 - Point d'alimentation
- 3 - Section de desorption
- 4 - Fraction légère non adsorbée. + charbon
- 5 - tube air-lift

Fig II.2 Legende

- 1 - Sect° d'adsorption
- 2 - Sect° de desorption
- 3 - Refroidissement
- 4 - Point d'alimentation
- 5 - tube air-lift

Dans ces procédés, le mélange entre d'abord en contact avec un adsorbant chargé puis ensuite rencontre un adsorbant de moins en moins épuisé. Ceci permet d'ailleurs de faire travailler l'adsorbant à saturation .

II . 2 Séparation des mélanges gazeux par hypersorption .

II . 2 . 0 Description du processus

La technique du lit mobile , utilisée dans l'adsorption sélective qui a pour but la séparation des divers constituants gazeux d'un fluide, porte le nom d'hypersorption .

Des publications relatives à cette nouvelle méthode de séparation des mélanges gazeux, ont été faites pendant la période allant de 1946 à 1951 : (1) , (17) à (25) ,

Elle a été mise au point aux Etats - Unis après donc la deuxième guerre sur la base des travaux préliminaires qui avaient été exécutés en Angleterre et en Allemagne entre les deux guerre. En Allemagne, a été mis au point un procédé analogue : le procédé de rectisorption.

La méthode d'hypersorption propose de séparer les constituants d'un mélange gazeux à l'aide d'une colonne dans laquelle le charbon actif constitue une phase mobile . Les grains de ce charbon actif descendent de haut en bas sous l'effet de la gravité. Le mélange gazeux circule en contre courant du charbon actif, et c'est alors que les constituants gazeux réunissant les conditions d'adsorption, se fixent sur lui . Les constituants non adsorbés s'échappent par la tête de la colonne, constituant la fraction de tête ou la fraction légère. Les constituants adsorbés continuent la descente avec le charbon jusqu'à une zone où un courant de vapeur d'eau vient provoquer leur désorption . Ces vapeurs d'eau s'adsorbent à leur tour sur le charbon qui d'ailleurs est hydrophobe (3b). Les gaz ainsi désorbés remontent jouant " à la raison du plus fort " . Mettant leur fort pouvoir adsorbant en jeu, ils substituent sur le charbon actif les gaz moins fortement adsorbés, qui à leur tour font de même au cours de leur ascension . On obtient alors des fractions gazeuses de plus en plus lourdes quand on passe de la tête au fond de la colonne . On peut donc faire des soutirages latéraux des fractions

II . 2 . 1 L'hypersorption comparée aux méthodes d'adsorption à lit fixe.

D'une manière générale, un adsorbant au lit mobile exige un mouvement continu des deux phases (solide et fluide) à travers l'installation qui

.../...

atteint un régime permanent : la composition à tout point de l'installation, reste constante dans le temps .

Si le solide et le fluide s'écoulent en parallèle, le résultat final dans le meilleur des cas sera un équilibre entre les flux de sortie, ce qui équivaut à un plateau théorique dans l'extraction.

Par contre, une opération à contre - courant développe une séparation équivalente à plusieurs plateaux .

L'hypersorption présente donc un certain nombre d'avantages :

- le processus se fait en continue et dans un seul appareil .
- pour une quantité donnée de gaz, la quantité de charbon actif est plus petite que dans le cas des méthodes à couche fixe d'adsorbant .

Alors on comprend que la capacité d'adsorption du charbon actif soit exploitée au maximum dans la méthode d'hypersorption. C'est donc un procédé de séparation plus économique .

- le cycle adsorption - désorption - refroidissement est bien plus organisé et la dépense d'énergie est moindre parce que la désorption et l'adsorption se font dans des zones différentes, et la présence d'une partie froide et d'une partie chaude, évite le chauffage et le refroidissement alternés d'une zone unique .

- On a plus de facilité de contrôler les paramètres de l'adsorption et de la désorption. Il s'en suit qu'une mécanisation et une automatisation sont possibles .

- On obtient des fractions de haute pureté : 99% .

II . 2.2 - Installation d'hypersorption .

Berg (17,18) , Kehde (19) et d'autres auteurs donnent la description d'une installation d'hypersorption(fig II.3) .

Ses différentes parties sont :

- la colonne réactionnelle ;
- le système air - lift pour le recyclage du charbon en tête de la colonne réactionnelle ;
- un réactivateur ;
- un silo pour le stockage du charbon frais.

II.2.2.1 - La colonne réactionnelle .

C'est la principale partie de l'installation . Elle se compose :

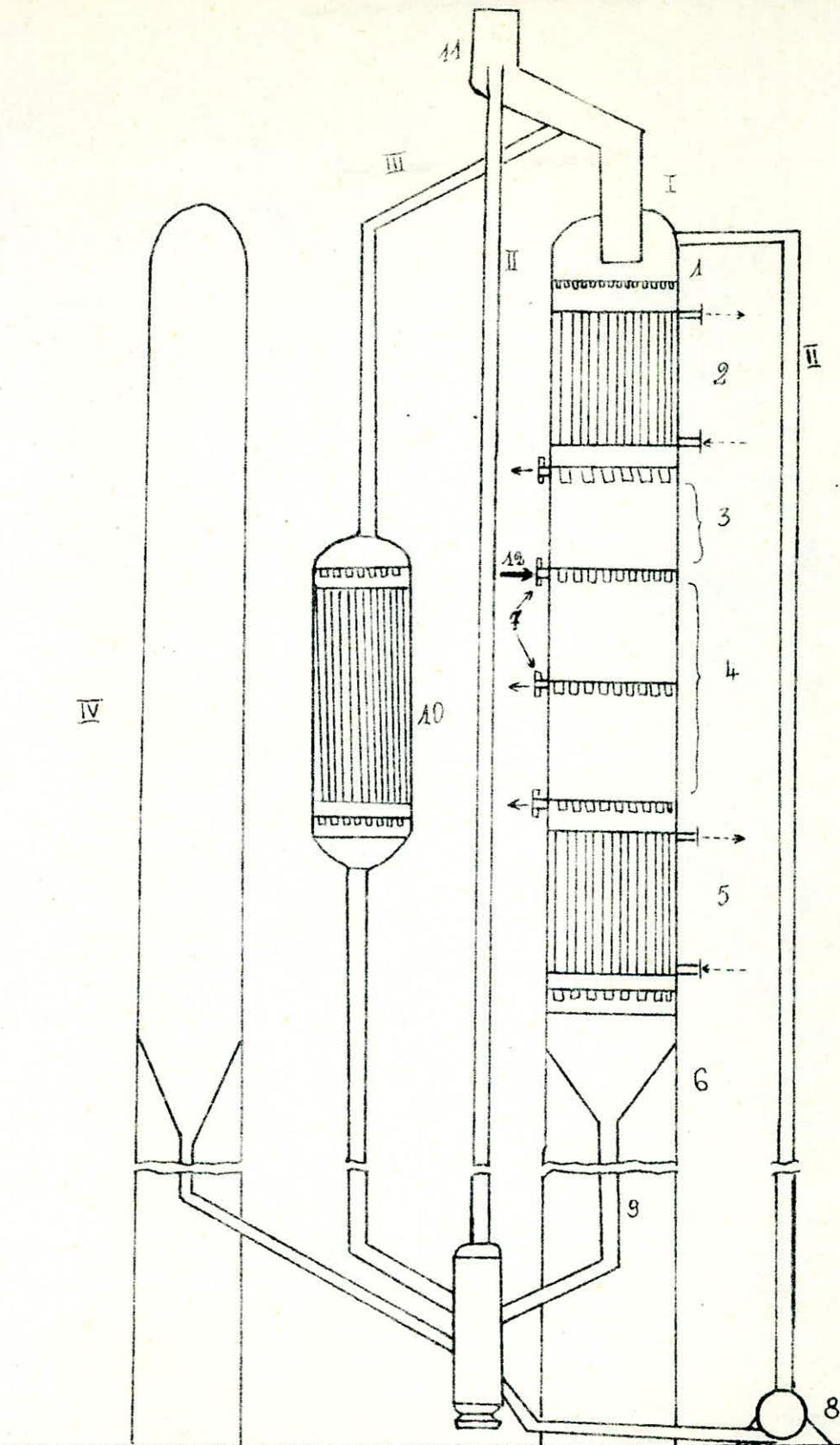


Fig. II.3 Une installation d'hyperabsorption

Légende de la figure II.3

I Colonne réactionnelle (principale)

II Circuit air-lift

III Circuit de réactivation

1 Plateau accumulateur de tête

2 Zone de refroidissement

3 Zone d'adsorption

4 Zone de rectification

5 Zone de désorption

6

7 Plateaux de distribution

8 Compresseur

9 Tube d'obturation

10 Réactivateur

11 Zone de détente

12 Plateau d'alimentation

➔ Gaz d'alimentation

← Soutirage de fraction gazeuse

---> Fluide ~~de~~ thermique

- d'un réservoir accumulateur situé en sa tête et destiné à stocker le charbon avant sa mise en route pour un cycle.
- d'une section de refroidissement
- d'une section d'adsorption
- d'une section de rectification
- d'une série de plateaux de distribution
- d'un dispositif d'obturation pour l'extraction de l'adsorbant débarrassé des produits adsorbés, de la colonne .
- d'une section de désorption .

Les sections d'adsorption et de rectification sont disposées entre celles de refroidissement et de désorption .

Ces deux dernières sont des échangeurs de chaleur tubulaires , dans les tubes desquels passe le charbon actif. Alors que dans la section de refroidissement, une eau froide circule entre les tubes, dans la section de désorption, ce sont ^{des vapeurs chaudes} d'eau ou un fluide chaud qui imprègnent le faisceau de tubes .

Le plateau d'alimentation de la colonne, en mélange gazeux constitue le point adjacent des sections adsorptionnelle (en amont) et rectificationnelle (en aval)

Le système d'obturation est la partie la plus basse de cette colonne principale. Il s'oppose au passage du gaz de la colonne vers l'air - lift ^{et vice versa} .

II.2.2.2 - Le réactivateur

Le charbon actif en quittant la section de désorption, a son activité qui est baissée par des substances que les conditions du désorbeur n'ont pas réussi à libérer. Pour cette raison, il peut aller à un réactivateur qui le revirifie davantage . Ce réactivateur représente un échangeur de chaleur dans les tubes duquel descend lentement l'adsorbant toujours sous l'effet de son poids .

II.2.2.3 - Le système air - lift .

C'est une conduite cylindrique qui relie le fond de la colonne au réservoir accumulateur de tête de colonne. Au moyen d'une soufflante (compresseur, ventilateur), on réalise un transport pneumatique de l'adsorbant dans l'air-lift. Généralement, on utilise le gaz de tête de colonne pour ce transport pneumatique et c'est ainsi que le système air-lift est un circuit "fermé".

II.2.2.4 La colonne de stockage du charbon frais .

C'est une simple colonne réservoir. Elle stocke le charbon frais et alimente périodiquement au besoin le circuit principal de l'installation d'hypersorption. Un système permet de régler le débit d'alimentation du circuit principal en fonction des pertes du charbon dans l'installation, pertes dues à l'abrasion par exemple.

II.2.3 La marche de l'installation

Pendant que le système est en marche, le charbon actif descend lentement à partir du réservoir - accumulateur de tête de colonne, traverse les sections de refroidissement, d'adsorption, de rectification, de désorption, passe par le système d'obturation, regagne l'air - lift qui le remonte en tête, et retombe dans le réservoir de tête de colonne; c'est là un cycle du charbon actif .

Le mélange gazeux dont on veut séparer les constituants, pénètre dans la colonne réactionnelle par un plateau de distribution dit plateau d'alimentation. De là, ce mélange gazeux monte dans la section d'adsorption située en amont. C'est là dans cet espace d'adsorption, que le gaz fait sa première rencontre avec le charbon actif. Les constituants qui trouvent leurs conditions d'adsorption remplies, s'adsorbent alors sur le charbon qui continue sa descente en contre courant. Les constituants qui ne s'adsorbent pas, passent par la tête de colonne, formant ainsi le produit de tête, qui se répartit en deux :

- la plus grande partie quitte l'espace d'adsorption par le plateau de repartition supérieur qui sert aussi de collecteur au gaz non adsorbé. Ce plateau de repartition se situe juste après le refroidisseur .

- l'autre partie traverse le refroidisseur et toujours en contre courant de l'adsorbant, sèche ce dernier. Ce gaz est utilisé pour le transport pneumatique de l'adsorbant. Cette seconde partie est appelée gaz de purification .

Le charbon actif, chargé de constituants gazeux (les constituants " lourds") poursuit sa descente, passe dans la section de rectification et ensuite dans la section de désorption où des vapeurs d'eau chassent les constituants encore adsorbés, en s'adsorbant à leur tour sur ce charbon .

Les gaz adsorbés se divisent en deux fractions :

- la première est dite gaz de cuve ou gaz principal . Elle quitte la colonne par le plateau de distribution situé en bas de la section de rectification. C'est la fraction la plus lourde issue de la séparation du mélange d'alimentation .
- la deuxième constitue le reflux et remonte à contre - courant du charbon en direction de la section de rectification . Au cours de sa montée, ses constituants se substituent aux constituants plus légers rencontrés sur l'adsorbant .

Quand le mélange gazeux comporte plusieurs constituants, il se crée dans la section de rectification une superposition de couches renfermant des constituants différents . Le déplacement différentiel des constituants est à l'origine de la formation de ces couches . On assiste donc à une migration des constituants tout comme dans la technique de la chromatographie qui plutôt qu'une méthode de séparation, est une méthode d'analyse. En passant d'une couche à une autre située au - dessus, on passe d'un constituant à un autre plus léger ou d'une fraction à une autre plus légère . Donc pendant leur migration, les constituants se classent en fonction de leur affinité pour l'adsorbant . Le processus classe dans l'ordre d'adsorbabilité les constituants du mélange .

Ainsi donc , on peut procéder au soutirage de plusieurs constituants ou fractions suivant la complexité du mélange et la position des points de soutirage .

Notre colonne ressemble à une colonne de distillation où les constituants se classent par ordre de volatilité et c'est ce qui justifie le mot RECTI - SORPTION proposé par la R.F. d'Allemagne .

Dans la littérature, plusieurs installations basées sur ce principe, ont été décrites. Ces installations ont subi des améliorations au cours des années .

Berg (17) et d'autres auteurs (19,20,...) soulignent que , pour séparer des mélanges dans lesquels le constituant recherché se trouve en faible proportion, il faut multiplier le nombre de plateaux d'alimentation en passant d'un plateau d'alimentation à deux plateaux d'alimentation, le rendement de la même colonne est doublé .

En cas de mélange très complexe, les fractions obtenues peuvent à leur tour passer dans d'autres installations d'hypersorption en vue d'une séparation plus complète .

II.2.4 Le plateau de distribution .

Dans le processus d'hypersorption, l'admission du mélange gazeux dans la colonne contenant déjà du charbon en circulation, aussi bien que la séparation du mélange charbon-gaz demeurent un problème important.

La distribution de ce mélange gazeux doit être uniforme sur une section droite de la colonne. La création de passages préférentiels à travers le charbon, constitue un obstacle au bon déroulement du processus d'hypersorption et doit par conséquent être évité. Donc ni le bouillonnement, ni le pistonnage, ni le renardage ne devraient se produire. Pour ce faire, le charbon actif accède à chaque section de la colonne par un plateau de distribution qui sert en même temps de collecteur de gaz libre de la section .

Un plateau de distribution représente une grille dans les trous de laquelle on place des tubes dont la longueur varie de 25cm à 60 cm et le diamètre de 40 à 50 mm.

L'étanchéité entre le tube et la grille est obtenue par simple pression des parois du tube contre la grille au moyen d'un cône.

La fig. II.4 donne le schéma d'un plateau de distribution.

Afin d'éviter une grande chute de pression au soutirage des constituants gazeux ou des fractions gazeuses, on multiplie les points de soutirage au niveau d'un même collecteur.

II.2.5 La section de rectification

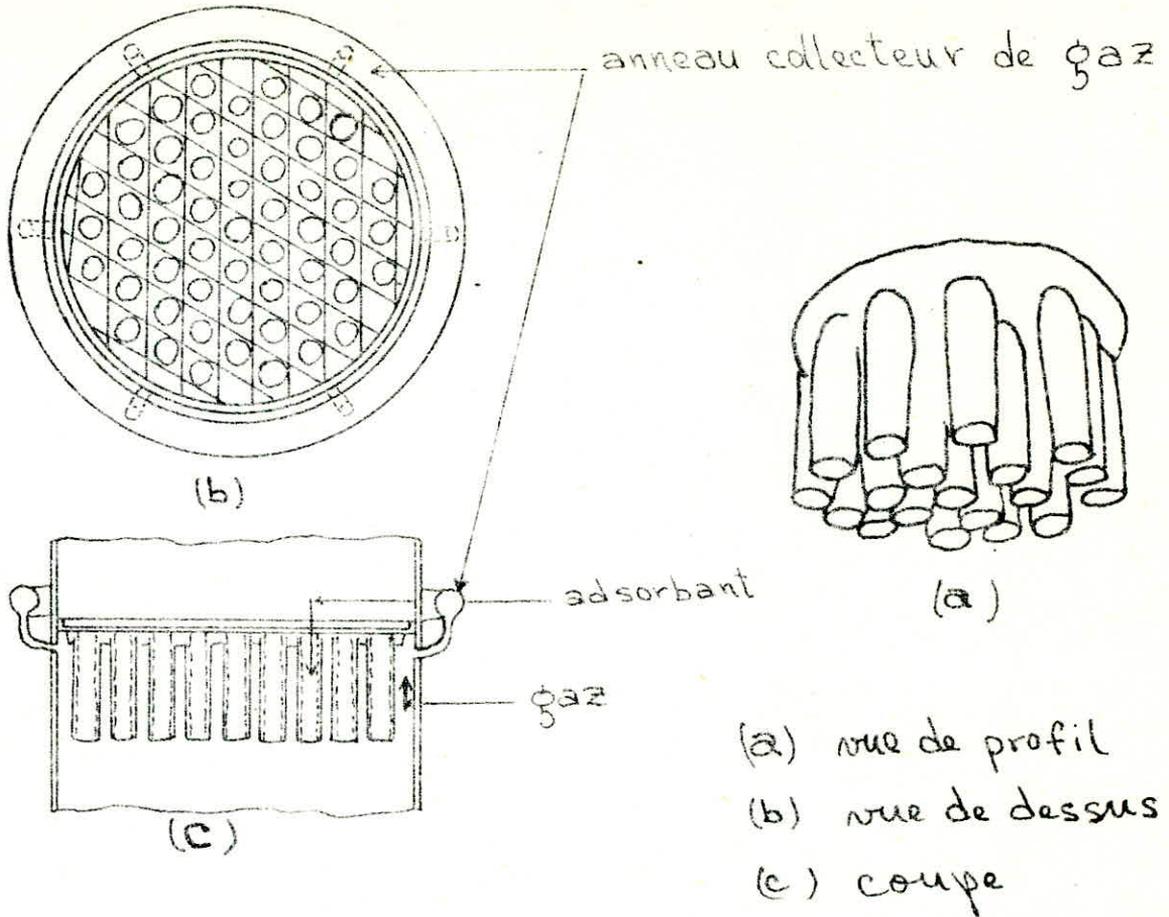
Elle se trouve habituellement à mi-colonne .

C'est là que se réalise une adsorption différentielle des constituants du mélange gazeux, la règle de sélectivité étant l'affinité adsorbant-adsorbé. Ordinairement on a deux sections de rectification séparées par un plateau de distribution . Toutefois, dans la littérature, on trouve trois, quatre sections de rectification, voire plus (17, 26). La hauteur d'une section de rectification est d'environ un mètre si non plus .

II.2.6 La section de désorption .

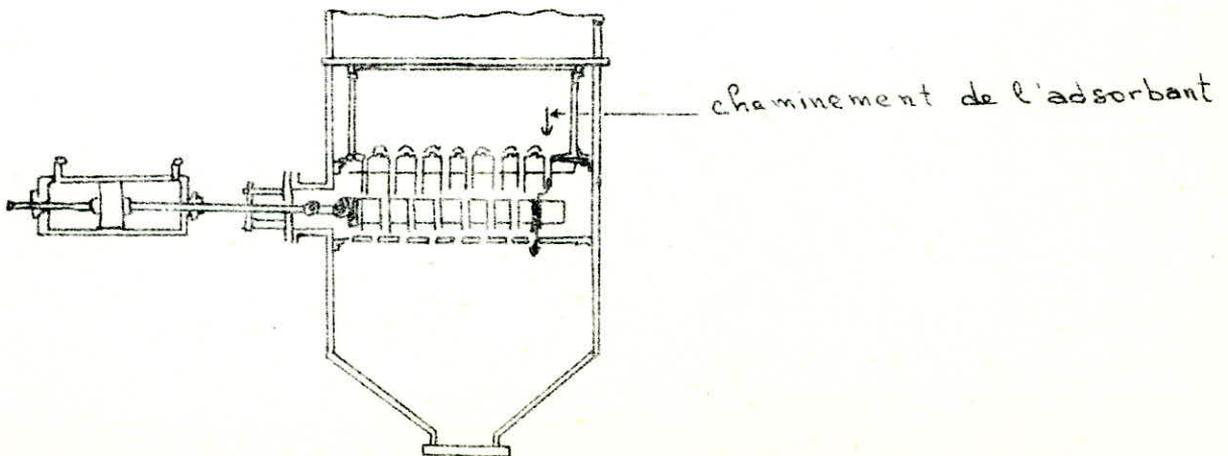
Elle est disposée généralement en bas de la colonne. C'est là que l'adsorbant se libère des constituants gazeux les plus solidement adsorbés. Ces constituants qui quittent l'adsorbant, remontent vers la section de rectification où ils provoquent la désorption des plus légers par déplacement. Cette section de désorption tout comme le refroidisseur et le réactivateur sont représentés par des échangeurs de chaleur verticaux .

Fig. II-4



Plateau de distribution

Fig. II-5



dispositif de régulation pour l'élimination de l'adsorbant

Particulièrement pour cette section de désorption, on a deux sources de chaleur : la vapeur d'eau chaude qui attaque directement le charbon en s'adsorbant et autres porteurs de chaleur qui passent entre les tubes dans lesquels descend lentement le charbon .

Alors que les vapeurs d'eau à l'intérieur provoquent la désorption par déplacement, le fluide à l'extérieur apporte de la chaleur - élévation de température un autre facteur favorable à la désorption. Le fluide extérieur aux tubes n'est généralement autre chose que les vapeurs d'eau ou des vapeurs "dowtherm" qui sont un mélange de 73 % de diphenyle et 27 % d'oxyde de phényle(3a) Cependant, tout autre fluide bon porteur de chaleur peut servir de fluide chaud pourvu qu'il soit compatible avec les conditions d'utilisation de l'échangeur.

Ces gaz chauds et humides qui quittent la zone de désorption et remontent sous forme de reflux, créent un gradient de température dans la colonne. Berg (17) recommande, pour une tonne de charbon actif par cycle, 10 à 15 kg de vapeurs d'eau à l'intérieur des tubes de l'échangeur de désorption . Les ouvrages (17) et (19) conseillent de disposer toujours la section de désorption en bas de la colonne " réactionnelle".

II.2.7 Le système d'obturation.

Pour empêcher la communication du mélange gazeux avec le bas de la colonne, on place aussitôt la section de désorption ,un système d'obturation. C'est un long tube (4 à 5 m de long (7)) et 75 à 100 mm de diamètre, qui est rempli d'adsorbant. Un indicateur de niveau régule l'évacuation du charbon par le bas. Donc la circulation du charbon dans l'installation est réglée par un système.

On doit ainsi observer un certain niveau afin d'éviter la fuite du gaz par le bas de la colonne. Une grille à pulsations rythmiques sert à extraire de la colonne le charbon débarrassé des produits adsorbés . fig. II.5

II.2.8. Le transport de l'adsorbant dans l'installation.

Le système de transport de l'adsorbant depuis l'obturateur jusqu'au réservoir de tête de colonne se compose :

- d'une chambre d'admission
- d'un compresseur ou ventilateur
- d'une long tube : " air-lift".

Dans la chambre d'admission, arrivent et se mélangent les adsorbants venant de l'obturateur, du réactivateur, du silo (réservoir de charbon frais). Kehde (19) a décrit le compresseur d'une installation d'hypersorption dans la ville de Midland aux U S A. C'est un compresseur centrifuge qui assure la circulation des gaz dans le tube "air lift". La pression dans la colonne est de 3,5 atmosphères. Le moteur qui entraîne l'arbre du compresseur, tourne à 4760 tours/mn.

Les grains de charbon actif, qui passent dans le compresseur, subissent une forte abrasion alors que les palettes et le corps du compresseur sont sujets à une forte érosion. Pour palier à ces défauts, le compresseur doit être fait en un alliage très résistant à l'érosion d'une part, et un système de cyclone d'autre part pour éliminer une partie des poussières, doit être réaliser. Ce cyclone doit se placer alors juste avant l'entrée du compresseur. Aussi, l'origine du charbon actif constitue un facteur à l'abrasion.

Dans la littérature (27), on prétend que le charbon actif à base des noyaux d'abricot ou à base de la coque de cacao, donne des pertes de 0,002 % par cycle et celui à base de la coque de la noix de coco, subit des pertes de 0,0005 % par cycle.

II.2.9 Contrôle du niveau de l'adsorbant .

La détermination du niveau de l'adsorbant dans le système d'obturation, dans la colonne de stockage et dans le réservoir de tête de colonne, est réalisée dès la construction de l'appareillage.

Dans la littérature, il existe diverses constructions basées sur différents principes .

Berg (28) a décrit un indicateur à contact qui se compose d'une tige verticale en acier. Quand le niveau du charbon augmente, la tige s'incline jusqu'à établir un contact électrique .

Il existe d'autres modes de contrôle de niveau comme celui utilisant les rayons γ , celui du diapason (signal sonore) qui émet des sons différents suivant le niveau atteint par le charbon actif (29), celui du diaphragme, celui de la vibration d'une tige verticale dont les vibrations sont fonction du niveau atteint par le charbon, etc .

II.2.10 Régulation de la vitesse de déchargement du système d'obturation .

La circulation du charbon dans l'installation demeure une chose essentielle pour bien des raisons que voici :

- la vitesse de descente du charbon doit être la même tout le long de la de la colonne sauf à l'obturateur .
- la distribution du charbon doit être uniforme sur une section droite donnée de la colonne .

Généralement, on fait une calibration de manière à ce que pour un niveau de charbon donné, il corresponde une vitesse d'évacuation du charbon du système d'obturation .

Berg (28) propose trois système de réglage de la vitesse d'évacuation de l'adsorbant, qui sont représentés sur la fig II.6 .

II.2.11 Réglage du processus d'adsorption

L'adsorption est un processus exothermique. La température de la couche de charbon actif dépend des substances adsorbées .

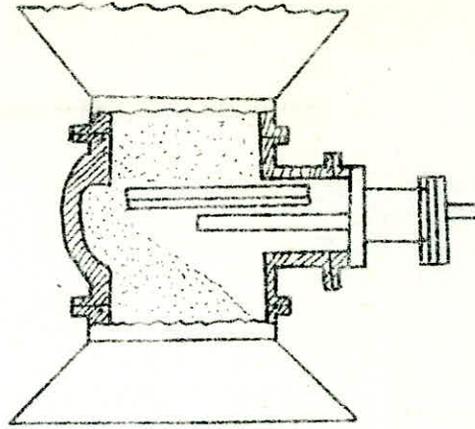
Une température donnée n'a pas le même effet sur le processus d'adsorption suivant qu'il s'agit de tel ou tel autre gaz. Aussi, conformément à l'ouvrage (9) , on peut orienter l'adsorption par un simple effet de température. C'est ainsi que le gradient de température dans la colonne, dû au reflux gazeux venant du fond de la colonne, peut servir à régler le processus d'adsorption. Différents auteurs ont proposé des tableaux de températures pour différents niveaux de la section adsorptionnelle et pour différents mélanges gazeux (19-21 , 22) . Pour la section alimentation et adsorption, la température est la plus haute au point d'alimentation . En faisant varier cette température, on peut jouer sur différentes fractions gazeuses (19) .

Par exemple, pour un mélange de méthane, éthane et propane (C_1 , C_2 , C_3) , on peut former, rien qu'en jouant sur la température, les fractions C_1 et ($C_2 + C_3$) ou ($C_1 + C_2$) et C_3 ou encore une fraction composée des trois ($C_1 + C_2 + C_3$) .

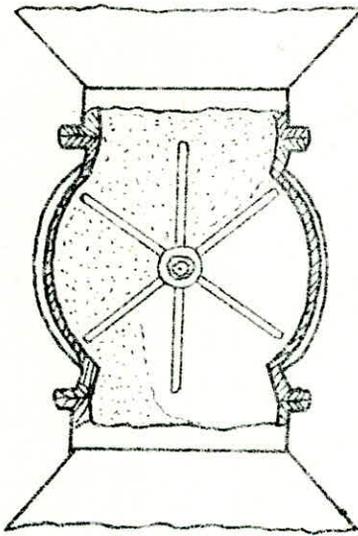
II.2.12 Perte d'activité et réactivation du charbon .

En principe, lorsqu'une installation d'hypersorption est en marche, l'activité du charbon actif diminue sans cesse. Les causes majeures de cette baisse d'activité sont :

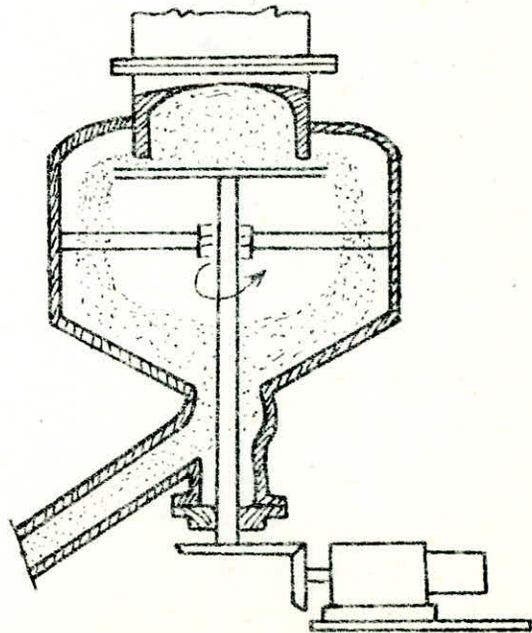
les diènes de la fraction butane et au delà ($C_4 +$) des huiles, se polymérisent dans les pores du charbon actif. Ordinairement, les produits de cette polymérisation ne sont ni désorbés ni détruits au niveau de la section de désorption .



(a)



(b)



(c)

Fig. II.6 Systeme de réglage de l'évacuation de l'adérbant.

- Beaucoup de composés sulfurés (H_2S , Substances organiques sulfurées), aromatiques, certains cyanures et bien d'autres substances ne se désorbent pas à la température de la section de désorption .

- etc .

La vitesse de baisse d'activité du charbon actif dépend avant tout de la concentration de ces substances empoisonnantes, et est de surcroix relative aux substances à adsorber (9) .

Alors, pour chaque cas concret, il faut une situation particulière. Certains auteurs recommandent une concentration en (C_5 +) inférieure à 0,2 % molaire pour réduire la perte excessive d'activité (17 ,19) , ce qui constituerait une économie au point de vue réactivation. Du point de vue technique on peut désorber même des molécules de masse supérieure à 1000 , mais avec plus d'énergie .

Pour conserver un pouvoir d'adsorption convenable au charbon, il faut sans cesse le réactiver . C'est ainsi qu'une fraction du charbon en circulation passe par le réactivateur . La quantité de charbon est déterminée à partir de la vitesse de polymérisation et de la concentration en poisons, et réglée par un dispositif .

La température de réactivation dépend du degré et du caractère de la polymérisation. Le réactivateur qui est un échangeur de chaleur, peut atteindre 15 - 18 m de hauteur avec un diamètre qui varie entre 1 et 1,5 m . (7)

Toutefois les dimensions d'un réactivateur dépendent de la puissance de l'installation, de la vitesse de baisse d'activité, etc .

Plus la polymérisation se fait, plus l'activité baisse et plus grande est la fraction de charbon à réactiver .

Cette régénération de l'adsorbant est l'opération la plus coûteuse de l'adsorption. Les différentes variantes qui ont été proposées (voir I.6) proviennent en partie de la recherche d'un procédé peu coûteux de régénération, en partie aussi des conditions tenant aux propriétés du corps à adsorber. C'est notamment le cas du charbon actif employé comme adsorbant que l'on régénère souvent non pas avec des milieux gazeux, mais à l'aide des liquides .

C H A P I T R E I I I
LES APPLICATIONS INDUSTRIELLES
DE L'HYPERSORPTION

La nécessité de fractionner les gaz peut se présenter dans divers domaines avec des objectifs assez différents :

- la préparation des matières premières pour la pétrochimie qui est très exigeante pour la qualité des produits de base.
- l'élimination de certains composés indésirables : composés corrosifs, explosifs, toxiques, etc .
- etc.

III. 1 L'éthylène .

La séparation des mélanges gazeux par la méthode de l'hypersorption a été appliquée pour la première fois dans l'industrie, sur un mélange gazeux dont la teneur en éthylène était très faible. Il convient de rappeler que les méthodes classiques ne sont pas applicables à de tels mélanges. Ainsi donc, cette nouvelle technique devait contribuer à l'élargissement des sources d'approvisionnement en éthylène .

Tableau III. 1 (17, 19)

Résultat de la séparation de l'éthylène
d'un mélange par la méthode d'hypersorption.

Composantes.	mélange d'alimentation		fraction lourde		fraction de tête		fraction de purification	
	Nm ³ /h	% vol.	Nm ³ /h	% vol.	Nm ³ /h	% vol.	Nm ³ /h	% vol.
H ₂	832,02	39,8	-	-	401,86	31,6	430,16	61,8
N ₂	35,09	1,7	-	-	17,83	1,4	17,26	2,5
CO	18,96	0,9	-	-	9,91	0,8	9,06	1,3
O ₂	2,83	0,1	0,14	0,1	1,27	0,1	1,41	0,2
CH ₄	1072,57	51,3	-	-	837,68	66,1	234,89	33,7
C O ₂	4,25	0,2	3,68	2,9	-	-	0,57	0,1
C ₂ H ₂	4,54	0,2	4,52	3,6	-	-	-	-
C ₂ H ₄	120,27	5,8	117,45	92,7	-	-	2,83	0,4
C ₂ H ₆	0,85	traces	0,85	0,7	-	-	-	-
total	2091,38	100,0	126,64	100,0	1268,55	100,0	696,18	100,0

De 5,8 % dans le mélange d'alimentation, la teneur en éthylène passe à 92,7 % dans la fraction lourde issue de l'hypersorption. On arrive donc par ce procédé a deux fractions :

- l'éthylène avec comme impuretés les gaz CO_2 , C_2H_2 , C_2H_6 .
- un mélange méthane- hydrogène dans le rapport 2 ($\frac{CH_4}{H_2}$).

Aussi il ressort de ce tableau que le gaz de purification contient les constituants les plus légers dans une proportion plus grande que la fraction de tête, alors que les constituants lourds se rassemblent en totalité ou du moins presque en totalité dans la fraction lourde soutiré au niveau de la zone rectificationnelle .

Les mêmes ouvrages donnent les caractéristiques d'une installation d'hypersorption conçue pour la séparation de l'héthylène d'un mélange gazeux (méthane - hydrogène) où sa teneur est faible (voir tableau III. 1). Ces données sont rassemblées dans le tableau III.2

Tableau III.2

Dénomination	grandeur
1) hauteur de l'installation	26 m
2) diamètre de la colonne	1,37 m
3) débit du gaz d'alimentation	2108 Nm ³ /h
4) Pression intérieure de la colonne	5,3 atm
5) quantité de charbon dans la colonne(d=0,46)	5804 kg
6) vitesse de circulation du charbon	8160 kg/h
7) hauteur de la section d'adsorption	1,52 m
8) longueur des tubes du plateau d'alimentation	0,46 -0,61 m
9) diamètre du tube air-lift	0,254 m
10) Température en tête de la section d'adsorption	48,9°C
11) Température au niveau du soutirage de la coupe lourde	185 °C
12)Température dans le tube air-lift	215 °C
13)Température au plateau d'alimentation	65,5 °C
14)Température des vapeurs d'therms pour la désorption.	260 °C
15)Température de la section rectification	98,9 °C
16)Perte de charbon par cycle	0,002-0,005kg/cucle.
17)Vitesse du gaz dans le tube air-lift	9,14 m/s

18) Débit de la turbine qui tourne le compresseur (5,3 atm, 249°C, 4700 trs/mn)	14 m ³ /mn
19) Pression des vapeurs pour échange de chaleur en section de désorption	10,5 atm
20) Débit des vapeurs en section de désorption	181,4 kg/h
21) Vapeur consommée par la turbine	435,5 kg/h
22) Quantité de gaz brûlé pour la production de vapeurs dowtherms (7111 keal/m ³)	83,5 m ³ /h
23) Eau de refroidissement	5181 / mn
24) Quantité d'eau pour réfrigération de la coupe lourde	206,21/mn
25) Degré de récupération de l'éthylène	98 %
26) Pourcentage d'éthylène dans le mélange d'alimentation	5,7 %

Dans le tableau III.3 sont données les résultats d'une séparation de 3,3t /jour d'éthylène à partir de 2200 N m³ /jour de mélange gazeux (31). L'alimentation contient de l'éthylène en faible proportion, et l'installation a été conçue en tenant compte .

Tableau III. 3

composantes .	mélange d'alimentation % vol.	fraction lourde % vol.
H ₂	37,2	-
O ₂	0,3	0,1
N ₂	6,0	0,1
CO	1,0	-
CH ₄	49,2	-
C ₂ H ₂	0,3	3,7
C ₂ H ₄	5,7	92,0
C ₂ H ₆	0,1	1,0
CO ₂	0,2	3,1

La littérature (17,18,20) souligne que pour la séparation des mélanges gazeux riches en élément recherché, le nombre de soutirage dans la section de rectification peut être réduit .

C'est ainsi que le tableau III.4 illustre une séparation avec un seul soutirage dans la section de rectification, la fraction lourde. Il s'agit d'une séparation d'éthylène.

Tableau III.4

Composantes	mélange % vol. d'alimentation	Coupe % vol. lourde	Coupe % vol. légère
C ₁	43,0	1,6	99,1
C ₂ =	49,5	85,9	0,2
C ₂	5,5	9,3	0,4
C ₃	2,0	3,2	0,3

Pour un mélange moins riche en éthylène, on aurait dû procéder à un second soutirage au niveau de la section de rectification c'est ainsi que dans le tableau III.5, on a les résultats d'une séparation d'un mélange moins riche en éthylène que le précédent. Cette fois ci, en plus de la fraction lourde et de la fraction de tête, un autre soutirage latéral a lieu.

Tableau III.5

Composantes	alimentation % vol.	fraction intermédiaire % vol.	fraction lourde % vol.	fraction de tête % vol.
C ₁	40,1	traces	0,5	99,6
C ₂ =	18,9	0,3	32,8	0,3
C ₂	37,9	1,2	65,9	0,1
C ₃	3,1	98,5	0,8	traces

Une comparaison des tableaux III.4 et III.5, nous conduit aux conclusions suivantes :

- le schéma du tableau III.5 permet une séparation des coupes C₂ et C₃
- le schéma du tableau III.4 ne permet pas la séparation des constituants C₂ et C₃.

Donc en passant du tableau III.4 qui donne les coupes C₁ et (C₂ + C₃), au tableau III.5, on passe aux fractions C₁, C₂ et C₃.

Quand il s'avère nécessaire de pousser la séparation d'une fraction, deux possibilités peuvent être envisagées :

- procéder à une nouvelles séparation dans un second hypersorbéur. C'est là un moyen simple du point de vue exploitation mais cher .
- augmenter les sections de rectification . Cette seconde solution donne des résultats assez satisfaisants mais reste compliqué pour l'exploitation

Le Tableau III.6 concerne la séparation d'un mélange gazeux dont le rapport Ethylène-Ethane est très élevé. Ce mélange gazeux est issu d'un cracking sévère

Tableau III.6

Composantes	Alimentation % vol .	fraction de tête % vol.	fraction inter latérale % vol.	fraction de fond % vol .
H ₂	22,8	47,0	-	-
CH ₄	32,6	57,1	0,1	-
C ₂ H ₂	1,1	-	3,0	-
C ₂ H ₄	34,0	0,1	90,9	-
C ₂ H ₆	2,1	-	5,6	0,2
C ₃ H ₄	0,2	-	0,2	-
C ₃ H ₆	5,3	-	-	3,4
C ₃ H ₈	0,1	-	-	1,8
C ₄	0,1	-	-	-
C ₆	1,5	2,6	-	-
CO ₂	0,2	0,2	0,2	-

La fraction intermédiaire, composé essentiellement de la " fraction C₂" peut être envoyée dans un nouveau hypersorbéur en vue d'une nouvelle séparation (31,32, 33).

Eventuellement on peut augmenter la pureté de l'éthylène en procédant à une troisième séparation dans un hypersorbéur supplémentaire.

L'ouvrage (1) décrit la récupération des gaz de raffinerie par la méthode d'hypersorption :

- les gaz de topping sont mélangés aux gaz provenant du cracking de l'éthane. Ce mélange sert de gaz d'alimentation à l'installation d'hypersorption. Les différentes fractions obtenues sont essentiellement les coupes C₁ , C₂ et C₃ .

- L'éthane sera séparé de l'éthylène dans une petite colonne de fractionnement à basse température. Ce qui permettra de recycler l'éthane pour le cracking .

- La coupe C₂ peut être utilisée directement comme combustible par les autres unités. Elle peut être craquée pour une production plus grande d'éthylène si l'on le veut.

- La coupe C₁ quant à elle, peut passer dans un second hypsorbeur pour une récupération économique de l'hydrogène à haute pureté. Le résultat de cette réparation est donné au tableau III. 7

Tableau III.7

Composantes	gaz de topping % Vol	gaz alimentation % Vol	Coupe C ₁ % Vol	Coupe C ₃ % Vol	Coupe C ₂ % Vol	Ethylène séparé % Vol
H ₂	2,2	11,9	25,1	—	—	—
CH ₄	51,6	35,2	74,7	—	0,3	0,9
C ₂ H ₄	3,9	13,2	0,1	0,2	24,4	97,6
C ₂ H ₆	22,6	25,2	0,1	0,3	65,0	1,5
C ₃ H ₆	6,2	4,4	—	30,8	0,1	—
C ₃ H ₈	11,9	8,3	—	58,0	0,2	—
C ₄ H ₁₀	1,6	1,5	—	10,7	—	—

III. 2 Le méthane

On peut profiter du méthane non seulement comme source d'énergie mais aussi comme gaz de différentes synthèses; la fabrication de HCN à partir de CH₄ et NH₃, a posé le problème de l'extraction du méthane des mélanges gazeux où il ne trouve même en très faible proportion.

L'application d'une installation d'hypersorption (17,25) a permis de résoudre ce problème d'extraction du méthane des mélanges gazeux. A partir d'un mélange à faible teneur, on peut aboutir à une fraction de méthane très pure. Les mêmes ouvrages (17,25) décrivent une installation d'hypersorption qui traite 42450 Nm³ de gaz naturel à une pression de 5 atmosphères; la pureté du méthane produit est de 99,1% volumiques.

Le charbon actif utilisé est à base de la coque de la noix de coco. C'est ainsi que la perte par abrasion est de très faible importance par rapport à celle de l'installation Midland: 1/3 (7).

Certains brevets décrivent des installations d'hypersorption, qui produisent le méthane à très haute pureté : 99,61 % volumique .

III. 3 L'acétylène

La méthode d'hypersorption est appliquée avec succès à la séparation de l'acétylène de l'acétylène du mélange gazeux issu du cracking du méthane et du mélange gazeux provenant de l'oxydation partielle du gaz naturel (19,23,24;25)

Le tableau III.8 présente les résultats de l'extraction de l'acétylène d'un mélange gazeux par la méthode d'hypersorption .

L'acétylène se polymérise très facilement. C'est ainsi qu'on a facilement des dimères (voire des polymères) qui rendent les conditions d'activation assez dures : il faut une très haute température : 700°C (25).

Benedel (29) décrit une installation pilote pour séparer l'acétylène des mélanges gazeux provenant de l'oxydation partielle du méthane. Ce mélange gazeux contient 6 à 8 % volumiques d'acétylène 4 à 6 % volumiques de CO₂, 25 % vol de CO, 50 % vol. d'H₂, du N₂ et de l'oxygène . Cette installation permet d'obtenir parallèlement deux autres fractions : le CO₂ et le "gaz de synthèse ", à savoir CO + H₂ dans un certain rapport donné .

Tableau III. 8

Composantes	alimentation % vol .	fraction légère % vol.	fraction lourde % vol.
H ₂	48,4	54,4	-
CO	32,3	36,2	-
CH ₄	6,0	6,7	0,1
CO ₂	4,6	2,5	16,2
C ₂ H ₂	9,2	0,1	82,8
(C ₂ +)	0,1	-	0,9

Cette récupération de l'acétylène à partir des produits d'oxydation partielle, des produits du cracking du gaz naturel et d'autres mélanges gazeux est une opération assez exigeante pour laquelle il faudrait respecter une zone délimitée de température et de pression.

Les basses pressions exigées pour la sécurité de l'opération, font que le processus d'hypersorption présente des avantages par rapport à tous les procédés d'extraction par solvants .

III . 4 L'air

Dans la littérature (34) on souligne qu'il est possible de séparer les constituants de l'air par la méthode d'hypersorption, mais à une température beaucoup plus élevée que dans les installations classiques . Toutefois, le procédé reste beaucoup plus économique que les classiques . Pour ce processus, on peut employer pour adsorbant : charbon actif, bauxite, silicegel, etc .

III . 5 L'azote

Certains mélanges gazeux naturels pouvant servir de gaz de combustion, contiennent de l'azote qui est un élément indésirable.

Il s'en suit que l'élimination de cet élément du mélange gazeux, est une valorisation de ce dernier. Le procédé de séparation par hypersorption permet d'obtenir ce résultat avec satisfaction (17,18,33,34) . C'est alors que l'on a rassemblé dans le tableau III.9 les résultats d'une séparation de mélange gazeux (gaz naturel) par la méthode d'hypersorption .

Tableau III. 9 (1)

Composition	alimentation % vol.	fraction de tête % vol.	fraction intermédiaire % vol.	fraction lourde % vol .
N ₂	29,6	33,5	-	-
CH ₄	58,6	66,3	0,4	-
C ₂ H ₆	6,1	0,2	99,1	0,5
C ₃ H ₈	4,6	-	0,5	80,2
(C ₄ H ₁₀ +) :	1,1	-	-	19,3

On peut procéder à la séparation de la fraction de tête en vue d'isoler l'azote du méthane et ce dans un second hypersorbent.

L'azote constituera alors la fraction légère et le méthane la fraction lourde. Pour des raisons économiques, on se passera du soutirage latéral . Les résultats de cette seconde séparation sont donnés dans le tableau III . 10 .

La fraction méthane de la seconde séparation peut être ajoutée au soutirage latéral (intermédiaire) de la première séparation en vue d'en faire un très bon combustible, à bas prix de revient .

Quant à la fraction propane-butane de la première séparation, elle pourrait s'ajouter aux essences après avoir été liquéfiée .

Si on désire séparer le propane du butane, on n'aura qu'à réaliser une seconde coupe intermédiaire dans le premier hypersorbent. Ce qui donne les fractions : $(N_2 + CH_4)$, $(C_2 H_6)$, $(C_3 H_8)$, $(C_4 H_{10}^+)$.

Tableau III. 10

Composition	alimentation	fraction de tête	fraction de fond
Azote	33,5	99,0	0,8
méthane	66,3	1,0	98,9
Ethane	0,2	-	0,3

III. 6 L'hydrogène

Beaucoup de mélange gazeux contiennent de l'hydrogène qu'on peut séparer par la méthode d'hypersorption pour un bas prix de revient (17,19,20,21,34,38) .

Il arrive que par la méthode d'hypersorption, on soit conduit à une fraction pur d'hydrogène (100 %). C'est ainsi qu'on parle même de l'extraction de l'hydrogène des mélanges gazeux .

Le tableau III. 11 donne les résultats d'une telle extraction. Il est question d'une installation pilote d'hypersorption qui traite les gaz d'hydroforming. La fraction de tête comme on le voit, est constituée uniquement d'hydrogène .

Dans la préparation des gaz de synthèse pour l'ammoniac, cette séparation est d'un grand intérêt. A l'aide de deux hypersorbent, l'un produisant de l'hydrogène et l'autre de l'azote, si le rapport des débits de production est $\frac{N_2}{H_2} = \frac{1}{3}$, on obtient directement les gaz de synthèse de l'ammoniac. Ce résultat peut être obtenu à partir d'un seul hypersorbent pour certains mélanges, c'en est le cas du tableau III. 12

Tableau III. 11

Séparation des gaz d'un hydroforming .

Composantes	alimentation % vol .	fraction de tête % vol .	fraction de fond % vol.
H ₂	52,2	100 *	traces
C ₁	43,5	-	91,0
C ₂	2,7	-	5,6
C ₃	1,6	-	3,4

* La méthode d'analyse utilisée est la spectrométrie de masse.

Tableau III. 12

Séparation des gaz issus
d'une hydrogénation .

Composantes	alimentation % vol.	fraction légère % vol.	fraction lourde % vol .
H ₂	57,9	75,0	-
N ₂	25,1	25,0	25,4
(CH ₄ +)	17,0	-	74,6

Dans la littérature, il existe beaucoup d'autres cas où on a besoin d'extraire de l'hydrogène pur à partir des divers mélanges gazeux et au moyen de l'hyperméthane .

La méthode d'hyperméthane s'applique aussi dans l'élimination des mélanges gazeux des constituants indésirables comme HCN, H₂S, SO₂, ... (25)

Dans le cas de HCN, il faudrait une température de 685°C pour détruire certains polymères pendant la réactivation .

III. 7 Les gaz de synthèse

Les gaz de synthèse de certains produits organiques sont obtenus en mettant à profit de la houille ou du pétrole de moindre qualité.

C'est ainsi que ces mélanges gazeux contiennent des éléments indésirables comme COS , H₂S , CO₂ L'élimination de ces éléments par la méthode d'hypersorption, se fait facilement (34) . Le tableau III.13 tiré de l'ouvrage(34) donne les résultats d'une installation donnant les gaz de synthèse à l'aide du processus d'hypersorption .

Tableau III. 13

Composantes	alimentation % vol.	Gaz de tête % vol.	Gaz de fond % vol.
H ₂	52,5	59,0	-
N ₂	4,5	5,1	-
CO	29,1	32,7	-
CH ₄	1,0	1,1	-
H ₂ S	0,4	-	0,2
CO ₂	12,5	-	96,2

III . 8 Le propane

Le gaz naturel, les gaz de cracking aussi bien que ceux de la pyrolyse, contiennent du propane qu'on peut séparer à vil prix par la méthode hypersorptionnelle. L'ouvrage (18) en donne un exemple où l'installation a trois soutirages, le propane se trouvant dans la fraction intermédiaire. Cette fraction n'est pas assez pure et on peut procéder si besoin à une deuxième séparation dans un autre hypersorbeur.

Le tableau ci-dessous se compte des résultats de cette installation .

Tableau III. 14

Obtention du propane à partir d'un mélange gazeux d'hydrocarbures.

Composantes	Alimentation % vol.	gaz de tête % vol.	fraction intermédiaire % vol.	gaz de fond % vol.
CH ₄	78,1	81,5	-	-
C ₂ H ₆	13,4	18,3	0,4	-
C ₃ H ₈	6,9	0,2	96,4	0,8
C ₄ H ₁₀	1,3	-	2,9	81,1
(C ₅ +)	0,3	-	0,3	18,1

Pour cette séparation, on réalise un bénéfice de 25 % d'investissement en procédant par la méthode d'hypersorption que par la méthode classique d'adsorption. En plus, la méthode d'hypersorption permet d'obtenir une fraction dont la teneur en propane est 98,5 % alors que la méthode d'adsorption, elle, ne conduit qu'à une pureté de 80 %. Les caractéristiques de l'installation de l'ouvrage (18) sont les suivants :

- hauteur totale de l'installation = 42,67 m
- diamètre = 1,96 m
- débit = 50 500 Nm³ de mélange/jour
- charge initiale de charbon = 590 kg
- vitesse de circulation de charbon = 1021 t/j

En principe la teneur en C₅⁺ ne doit pas dépasser 0,01 % dans le mélange car au delà de cet seuil, l'adsorbant se sature très vite en polymère, exigeant ainsi la réactivation d'une assez grande quantité de charbon par cycle. Pour remédier à cet inconvient que présente le mélange d'alimentation, on peut procéder à une réduction de cette teneur par une adsorption dynamique préalable avant l'entrée de la colonne hypersorptionnelle.

Kehde (19) décrit un hypersorbent de 39,62m de haut, de 2,86m de diamètre; le débit du charbon est 47,3t/h, la charge initiale est 40t. Après une année de travail, les pertes sont compensées par 18,2t de charbon; au bout de la deuxième année on a des pertes de 8,5t et pour les trois années suivantes, on a enregistré des pertes de 15,9t. La perte de chaleur pour l'ensemble de l'installation s'élève à 3276 Kcal/h. Cette installation décrite par Kehde travaille 354 jours/an et permet une très bonne extraction du propane à un prix deux fois moins cher que celui d'une installation classique de même débit.

Cichelli (39) a obtenu un brevet pour un hypersorbent séparant le propane du propylène. Il a utilisé comme adsorbant le silicagel.

Pour le retour du silicagel en tête de la colonne, il a utilisé un élévateur ordinaire .

III. 9 Le propylène

Les gaz très coûteux comme le propylène, le butylène se retrouvant dans certains mélanges gazeux. C'est le cas des gaz de cracking de cradling de haute température. Ces gaz sont difficilement séparés par un les méthodes classiques.

Des installations pilotes (1,17,18,20,22) ont prouvé que la méthode de séparation par hypersorption pouvait facilement réaliser cette extraction des gaz coûteux. Le tableau III. 15 a été donné en illustration à cette séparation.

Tableau III. 15

Extraction du propylène
et du butylène

Composantes	gaz d'alimentation % vol.	gaz de tête % vol.	gaz de fond % vol.
C ₁	92,2	95,2	1,2
C ₂	4,6	4,7	0,7
C ₃)*	2,9	0,1	87,0
C ₄)	0,3	traces	11,1

* Malheureusement l'auteur ne précise pas s'il s'agit des fractions C₃ et C₄ ou du propylène et du butylène .

III . 10 Autres possibilité d'application de la méthode d'hypersorption .

Outre les applications citées ci-dessus, l'hypersorption trouve bien d'autres domaines d'application. En voici certains :

III . 10 . 1 Extraction du CO₂ des gaz d'un foyer de combustion. (27)

Tableau III. 16

Extraction du CO₂ des gaz d'un foyer
de combustion par hypersorption .

Composantes	alimentation % vol.	fraction lourde % vol	fraction légère % vol.
H ₂	85,9	0,3	96,0
O ₂	2,3	-	2,6
A _p	0,9	-	1,0
CO ₂	10,9	99,7	0,4

III. 10.2 Mélange $C S_2 + H_2 S$

Stein (40) et l'ouvrage (41) annoncent la possibilité de séparer ce mélange gazeux par la méthode d'hypersorption.

Ryan (42), lui, donne les résultats expérimentaux d'une installation conçue pour séparer ce mélange; l'adsorbant utilisé est le silicagel .

III. 10.3 Le chlorure d'hydrogène (Hcl)

Dans l'industrie, on rencontre des mélanges gazeux qui contiennent du Hcl, de l'azote, du méthane et autres gaz.

Pour les séparer, on utilise généralement des absorbeurs qui travaillent avec l'eau ou d'autres solvants. Cette opération exige une attention particulière pour des raisons de corrosion, ce qui complique ce processus.

Kehde et ses collaborateurs (19) décrivent les possibilités d'une pareille séparation par hypersorption; on évitera d'appliquer des vapeurs d'eau pour la désorption dans le souci d'éviter la corrosion de l'installation .

En outre, Berg (43) a obtenu un brevet pour la séparation d'un mélange contenant 49,4 % de méthane, 43,5 % de Hcl et 7,1 % d'inertes, par la méthode d'hypersorption. L'adsorbant est le charbon actif et la pression à l'intérieur de la colonne est de 42 atm . La zone de désorption est chauffée à 280°C. 77 % du gaz chlorhydrique est désorbé alors que les 23 % restants passent dans les gaz de tête .

Tableau III. 17

Séparation du mélange du méthane
et du chlorure d'hydrogène

Composantes	alimentation % vol.	gaz de tête % vol.	gaz de fond % vol.
$H_2 + N_2$	7,1	12,6	-
CH_4	49,4	87,2	0,3
Hcl	43,5	0,2	99,7

III. 10. 4 Séparation des gaz de pyrolyse

Kasparov, Golbert et leurs collaborateurs(46) annoncent à partir d'une recherche effectuée dans une installation pilote, la séparation d'un mélange d'hydrocarbures gazeux issu d'une pyrolyse .

L'installation a une hauteur de 28m, un diamètre de 0,455m.

Ils ont obtenu des fractions d'éthylène - éthane et de propylène-propane à la température $T = 50^{\circ}\text{C}$ et à la pression $P = 5 \text{ atm}$. Ils ont également déterminé les **facteurs** d'une séparation optimale, à savoir

- vitesse du gaz d'alimentation
- le pourcentage des différentes fractions.
- la vitesse du charbon.
- les différentes température

III. 10.5 Sèchage des gaz /

L'hypersorption peut aussi servir à sécher les gaz.

Watson (47) a obtenu en 1953 un brevet pour le séchage de l'air dans un hypsorbeur. Il a utilisé le silicagel dont les dimensions étaient comprises entre 6 et 24 mesh *

Il a proposé un schéma avec une circulation de glace ou un refroidissement au moyen d'une masse inerte qui circule entre les deux échangeurs.

Pour le séchage de certaine gaz Keltsev(48) a proposé des séparation à l'aide de silicagel, de bauxide activée, d'aluménogel et aussi certains charbons actifs. L'auteur dit qu'on peut sécher l'air jusqu'à la température de rosée égale à $- 80^{\circ}\text{C}$. Il affirme également que l'hypersorption donne des possibilités de réduire les dimensions des appareils et de les automatiser.

* 24 mesh = 0,701 mm

III. 10. 6 autre séparations .

La méthode d'hypersorption peut servir également:

- à séparer $\text{H}_2 \text{ S}$ d'un gaz naturel (25)
- à séparer l'argon de l'air (25)
- à adsorber l'ammoniac (25)
- à purifier les gaz de synthèse des éléments suffurés et du CO_2 ;
synthèse de Fischer Tropsch (34)
- à purifier différents gaz de l'éléments CO_2 (33,34)
- à extraire des gaz coûteux des gaz naturels hélium par exemple(49)
- à séparer l'éthane des gaz naturels (33)

Conclusion .

Le processus d'hypersorption est devenu après des années d'expérimentation un outil fondamental de la science de l'ingénieur chimiste. D'abord utilisée comme méthode de séparation des mélanges gazeux, l'hypersorption est devenu une sous-partie de l'opération unitaire qu'est l'adsorption, et son champ d'application ne cesse de s'élargir .

CHAPITRE IV

CALCULS DE DIMENSIONNEMENT D'UNE INSTALLATION D'HYPERSORTION

IV.1 POSITION DU PROBLEME

Un combinat pétrochimique-usine de fabrication de caoutchouc - rejette un effluent gazeux dans lequel se trouve de l'éthylène en très faible proportion

Une unité de production de polyéthylène qui est l'une des plus importantes matières premières plastiques, demande à l'ingénieur de Genie Chimique de mettre à profit l'effluent de la précédente unité de production.

Il revient donc à l'ingénieur de proposer une méthode de récupération de l'éthylène se retrouvant dans le mélange gazeux en question, d'étudier les possibilités techniques et économiques de l'installation qui permettrait la séparation par la méthode proposée. C'est donc dire que l'ingénieur doit concevoir l'installation destinée à traiter le mélange gazeux en tenant compte :

- de la composition du gaz d'alimentation et particulièrement de sa teneur en éthylène.

- de la grande pureté recherchée pour la fraction d'éthylène à obtenir.

L'ingénieur devra aussi veiller à ce que la méthode choisie soit la moins coûteuse du point de vue investissement et exploitation.

IV.2 Critères de résolution du problème

Les implications nombreuses et lointaines des projets amènent souvent à faire une sélection multicritères. A côté du bilan financier, on fera intervenir d'autres critères :

- les possibilités d'extension ultérieure ;
- l'adaptabilité aux changements des conditions d'exploitations ;
- les conditions physiques de travail : pollution, respect de l'environnement, sécurité.

Sur le plan technique, il est certain que les différentes catégories de matériels présentent des avantages et des inconvénients propres qui doivent orienter la recherche de solution vers tel en tel autre matériel particulier suivant les impératifs spécifiques du problème posé.

Sur le plan économique, ce qui est surtout important, plutôt que de faire le calcul avec un grand souci de précision dans une seule hypothèse c'est de réaliser des calculs d'ordre de grandeur dans le plus grand nombre d'hypothèses envisageables, chaque hypothèse constituant un scénario d'évolution possible dont il faut préciser les modalités.

Devant le problème posé, nous sommes donc amenés à faire preuve d'imagination et de créativité pour constituer un faisceau d'hypothèses.

Parmi les procédés de polymérisation de l'éthylène, celui de Ziegler Natta permet d'obtenir le polyéthylène de meilleur qualité (point de fusion plus élevé et pas de ramification), mais il exige une pureté d'au moins 99,5 % au gaz de départ. C'est ainsi que nous partons du fait que la pureté recherchée ^{pour} la fraction d'éthylène est 99,5 % vol. Nous sommes donc amenés à choisir parmi les différentes méthodes de séparation et de purification des gaz, celle qui nous permet d'atteindre la pureté demandée, sans trop d'investissement. Une fois le procédé de séparation choisi, nous aurons à déterminer les dimensions de l'installation, les meilleures conditions de travail, les bilans aussi bien matériels que thermiques et tant d'autres grandeurs qui s'imposent. Pour en arriver là, la connaissance des données de base est indispensable.

Données de base.

- le mélange gazeux en provenance de l'usine de fabrication de caoutchouc, alimentera l'installation destinée à sa séparation, sous un débit V_0 (Nm^3/h) = 1000.
- l'analyse qualitative et quantitative de l'effluent gazeux donne les résultats suivants :

Tableau IV.1

Composition du gaz d'alimentation.

Composantes	% volumique	Composantes	% volumique
Ethylène	9,5	dioxyde de carbone	4,1
Hydrogène	73,5	hydroc- insaturés	0,75
Azote	9,2	Divinyle	0,05
Oxygène	2,3	Inertes	0,60

IV.3 Le choix de la méthode de séparation

Dans la littérature, il existe plusieurs méthodes pour la séparation des constituants d'un mélange gazeux. Nous trouvons et pour ne citer que celles-là :

- des méthodes basées sur la distillation extractive (10)
- des méthodes basées sur l'adsorption (10)
- des méthodes basées sur l'adsorption.

Cependant, le choix du procédé joue un rôle très important dans l'économie générale d'une installation. La distillation extractive : elle exige l'utilisation de très basses températures et des pressions élevées (50). Ceci suppose l'utilisation des compresseurs et aussi une forte dépense en énergie. L'extraction par les solvants (absorption) : elle met en jeu des quantités énormes de solvants; aussi il faut un solvant assez sélectif qui puisse conduire à la pureté souhaitée. Devant la complexité du mélange, on ne saurait trouver un solvant suffisamment sélectif et bon marché, qui puisse extraire l'éthylène.

Nous excluons alors ces deux méthodes pour des raisons économiques et pour le fait qu'elles sont loin de satisfaire au degré de pureté attendue.

Les méthodes basées sur l'adsorption : elles font intervenir un solide, l'adsorbant, et peuvent se dérouler en continu ou en discontinu. En plus, ce sont là des méthodes à un grand nombre de degrés de liberté. L'affinité de l'adsorbant vis-à-vis des constituants et les paramètres extérieurs d'influence peuvent servir à orienter le processus de séparations des constituants. Nous pourrions donc favoriser l'adsorption de certains constituants par rapport à certains autres.

Nous pensons donc trouver en celle-ci la méthode susceptible de nous conduire au degré de pureté désiré pour notre fraction d'éthylène et c'est elle que nous utiliserons.

Cependant, il n'existe pas une méthode unique basée sur l'adsorption. Toutefois, est il que nous avons décrit au chapitre II l'hypersorption qui non seulement est une méthode industrielle et continue de séparation et de purification, mais présente d'ores et déjà de nombreux avantages par rapport aux méthodes classiques de séparation des mélanges gazeux (7,55)

Nous retenons donc la méthode d'hypersorption pour cette extraction de l'éthylène de l'effluent gazeux provenant de l'usine de caoutchouc.

Avant de passer au dimensionnement proprement dit, il convient de choisir le type d'adsorbant qui est l'élément essentiel dans toute méthode basée sur l'adsorption. Il est à noter que cet adsorbant doit circuler dans l'installation, à contre-courant du mélange dont il doit adsorber les constituants. En nous référant au paragraphe I.7 (les adsorbants), le charbon actif est l'adsorbant qui convient le mieux pour l'extraction de l'éthylène. C'est un adsorbant neutre et il adsorbe de préférence les particules neutres. En effet, sous l'effet des frottements contre les parois et des glissements des grains les uns contre les autres, l'adsorbant peut être sujet à une abrasion dans l'installation d'hypersorption. C'est ainsi que nous préférons l'adsorbant le plus résistant à l'abrasion - le charbon actif à base de la coque de la noix de coco-mantelle, Bergson en vue de limiter les pertes sous forme de poudre. Nous l'utiliserons sous la forme granulée qui en plus de la grande surface spécifique qu'elle offre, assure une bonne résistance mécanique et facilite aussi l'écoulement du fluide gazeux.

IV.4 Bilan matériel et principales dimensions de l'installation.

Une installation, dans son ensemble, doit réunir les meilleures conditions de fonctionnement. Pour cela il importe de disposer de certaines données grâce auxquelles le profil de la future installation sera précisé. C'est une installation pilote qui en principe doit fournir ces renseignements. C'est ainsi que pour passer de l'installation pilote à l'installation industrielle, on distinguera les invariants des variants qui seront multipliés par une certaine constante qui n'est pas forcément la même quand on passe d'un paramètre à un autre.

On parle de l'extrapolation . Faute de construire une installation pilote, nous admettons les données (invariants) mise au point et déjà en exploitation dans l'industrie. Pour les variants nous ferons des estimations . Ce sera par exemple le cas de la température favorable au processus de chaque zone de l'installation, et de la hauteur de ces zones .

Quand aux calculs, ils seront faits à partir des théories plus ou moins spécifiques à chaque partie consernée et que nous trouverons dans des ouvrages disponibles .

IV . 4 . 1 Bilan relatif aux constituants gazeux

Notre constituant recherché est l'éthylène et il ne serait pas superflus de rappeler quelques unes de ses propriétés physico - chimiques (Traité de chimie organique T₂ de V . Grignard) :

C'est un gaz incolore avec une légère odeur éthérée. Son point d'ébullition est - 103 ,7°C sous 760 mmHg et - 159°C sous 4 mmHg. Son point de fusion est 169°C . Un litre d'éthylène dans les conditions normales de température et de pression pèse 1,26g.

Il est peu soluble dans l'eau et son coefficient d'adsorption dans l'eau diminue quand la température augmente (0,226 à 0°C et 0,098 à 30°C). Il est encore mieux adsorbé dans le benzène(3,010 à 22°C) dans l'acétone(2,571 à 20°C) dans l'alcool éthylique (2,87 à 0°C) et dans l'alcool méthylique (1,6 à 0°C) .

Il n'est pas toxique et ne lèse aucune organe. Son seul risque est l'explosion en présence d'oxygène . A haute température, il se polymérise mais généralement il faut des catalyseurs .

Au paragraphe I.8.7 , nous avons vu que l'adsorption d'un corps est influencée par plusieurs facteurs, dont la température et la pression .

Nous admettons une température d'adsorption égale à $T_0 = 35^{\circ}\text{C}$
La pression dans la colonne est tout de même admise et égale à $P_0 = 5 \text{ atm}$. Nous ne devons pas oublier que un corps A est capable de déplacer un corps B , s'il présente vis - à - vis du charbon actif une intensité d'adsorption plus forte que celle du corps B . Cette intensité d'adsorption qui n'est autre chose que la force avec laquelle l'adsorbat est fixé sur l'adsorbant, est d'autant plus forte que le point d'ébullition et la masse moléculaire du corps sont plus élevés. Dans cet objectif, le tableau IV.2 nous donne les renseignements dont nous avons besoin .

Température d'ébullition et masse moléculaire
des constituants du mélange .

Gaz	Température d'ébullition* (°C)	Masse moléculaire
Ethylène	- 103,7	28
Hydrogène	- 252,8	2
Azote	- 195,8	28
Oxygène	- 182,9	32
dioxyde de carbone	- 78,4 * *	48
Propane et plus lourds	- 42,1 * * *	≥ 46
monoOxyde de carbone	- 191,5	28

* tiré de l'ouvrage (50).

* * il s'agit de la température de sublimation .

* * * cette valeur est donnée à titre indicatif .

Rien qu'à observer ce tableau, nous pouvons nous faire une idée sur l'intensité d'adsorption. C'est ainsi que nous nous permettons de formuler les propositions suivantes en ne faisant pas fi des autres facteurs d'influence :

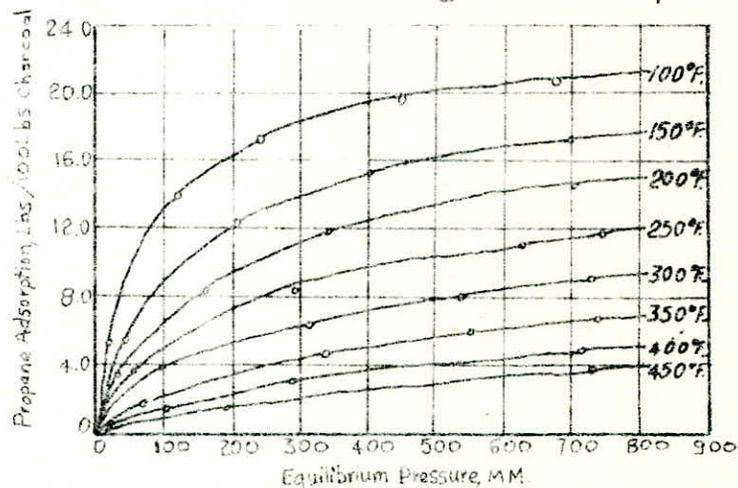
- le propane (et les plus lourds) possède la plus forte intensité d'adsorption. En effet, non seulement sa masse moléculaire est la plus élevée mais aussi sa température d'ébullition est aussi la plus élevée. Le charbon actif qui se chauffe progressivement du haut en bas de la colonne, favorise l'adsorption du propane (cf I.7.2 : Eq. I.8 , Tableau I.5) . Il (propane) pourra donc déplacer tous les autres constituants qui éventuellement s'adsorbent .

- le dioxyde de carbone : son point d'ébullition est élevé, de même pour sa masse moléculaire . Cependant il ne peut s'adsorber avant l'éthylène. On le sait d'ailleurs empiriquement à travers les tableaux III. 1,3,6 . Nous pouvons attribuer cela au fait que la molécule de dioxyde présente une mésomérie . Sa structure par rapport à celle de l'éthylène pourrait alors défavoriser sa désorption .

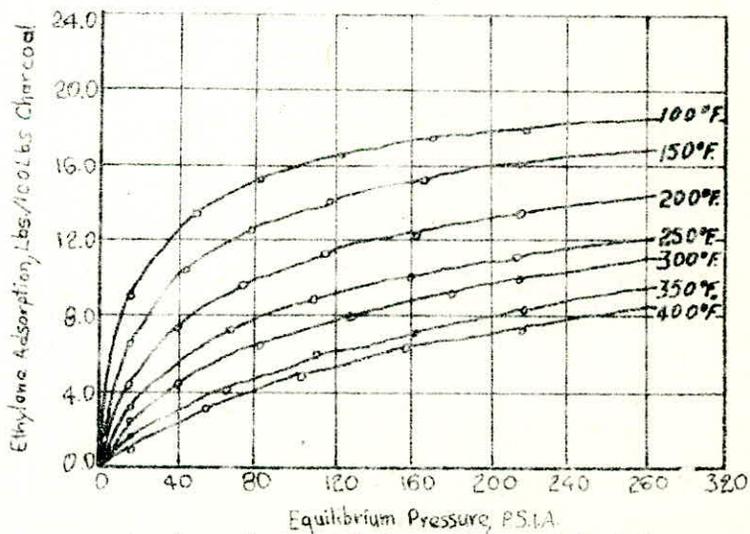
Le charbon actif est un adsorbant qui convient à l'adsorption des hydrocarbure gazeux (1) et on a bien des raisons d'affirmer que l'éthylène et le propane se placent en tête dans cette course à l'adsorption sur le charbon .

Par contre, Ray et Boy (1) de leur côté ont montré par leurs travaux que dans les mêmes conditions de température et de pression, le propane s'adsorbe mieux que l'éthylène fig. IV. 1

Ray et Box ont étudié l'adsorption de: hydrogène, azote, oxyde de carbone, gaz carbonique, méthane acétylène, éthylène, éthane, propylène, propane et de n-butane pour des $T \in [100 - 450^\circ\text{F.}]$ et $P \in [0 - 215 \text{ p.s.i.a.}]$



Adsorption isotherms of propane on charcoal.



Adsorption isotherms of ethylene on charcoal at elevated pressures

Tiré du livre " Adsorption " de Mantall

Fig. IV.1 Adsorption sur le
charbon actif de la coque
de la noix de coco.

- l'oxygène, lui a une masse moléculaire relativement élevée mais malheureusement son point d'ébullition est aussi bas qu'il devra être déplacé par les hydrocarbures conformément à la règle de déplacement citée plus haut.

- Il en est de même en ce qui concerne l'azote et l'oxyde de carbone. Leur point d'ébullition est très bas et ils ne peuvent que subir le même sort que l'oxygène, être déplacés.

- L'hydrogène pour sa part n'a aucune chance devant ses concurrents, du fait de sa masse moléculaire et son point d'ébullition trop faibles .

L'hydrogène, l'azote et l'oxyde de carbone s'adsorbent moins fortement que le dioxyde de carbone. Ceci ressort à travers les résultats empiriques des tableaux III . 1,3,6,8 .

En conclusion, nous pouvons faire un classement des constituants suivant l'intensité d'adsorption :

le propane et les plus lourds s'adsorbent suivis de l'éthylène

Ceci ne contredit pas le fait qu'on adsorption physique tout adsorbant a une affinité pour tout gaz . Dans la section d'adsorption tous les constituants s'adsorbent mais tous n'ont pas la force nécessaire pour rester sur le charbon jusqu'à traverser cette section . Donc seul le propane et l'éthylène arrivent dans la section de rectification.

Les constituants aux faibles pouvoir d'adsorption, qui auront atteint la section de rectification, ne pourront aller au delà .

Dans le souci de rechercher une fraction d'éthylène pur, nous devons séparer le propane de l'éthylène. C'est alors que nous effectuerons deux soutirages au niveau de la section rectificationnelle, trois soutirages au total .

1° Une fraction qui contient H_2 , N_2 , CO_2 , CO , O_2 . Nous l'appellerons fraction légère ou fraction de tête ou encore fraction hydrogène, ce dernier étant l'élément dominant de la fraction . La fraction légère ne devra pratiquement pas contenir des hydrocarbures .

2° Une fraction qui contient de l'éthylène presque pur. On y trouvera des impuretés constituées par le propane, l'oxyde de carbone et l'azote. Cette fraction est la fraction recherchée et nous l'appellerons la fraction éthylène.

3° Enfin nous recueillerons le propane et les plus lourds qui seront désorbés sous l'effet de la température qui va s'élevant, jusqu'à la section de désorption où elle est maximale . Ces composantes recueillies au plateau placé au dessus de la section désorption, constituent la fraction de fond. Nous l'appellerons encore la fraction lourde .

Grosso - modo , un bilan matériel se ramène donc à :

$$\text{Alimentation} = \left(\begin{array}{c} \text{Fraction} \\ \text{hydrogène} \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{fraction} \\ \text{Ethylène} \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{fraction} \\ \text{lourde} \end{array} \right) + (\text{Pertes})$$

A l'issue des considérations ci - dessus et avec un contrôle rigoureux des paramètres d'influence, nous pouvons faire une estimation des résultats attendus . C'est ainsi que nous proposons à titre indicatif le tableau ci-après

Tableau IV . 3

Estimation des résultats de la
séparation du mélange gazeux : $V_0 = 10^3 \text{ Nm}^3/\text{h}$

Composantes	Gaz d'alimentation		Fraction lourde		Fraction Ethylène		Fraction hydrogène		Pertes	
	Nm ³ /h	% vol.								
H ₂	735	73,5	-	-	-	-	720	81,8	15,0	83,2
N ₂	92	9,2	-	-	0,1	0,1	91,4	10,4	0,5	2,9
O ₂	23	8,3	-	-	-	-	22,8	2,6	0,2	1,2
CO ₂	41	4,1	-	-	-	-	40,2	4,6	0,8	4,1
CO	6,5	0,65	-	-	0,3	0,3	6,1	0,6	0,1	0,6
C ₂ H ₄	95	9,5	0,2	2,7	94,5	99,5	-	-	0,3	1,2
C ₃ ⁺	7,5	0,75	7,3	97,3	0,1	0,1	-	-	0,1	0,6
total	10 ³	100	7,5	100	95,0	100	880,5	100	17,0	160

IV . 4 . 2 Détermination du débit volumique de l'éthylène
dans l'alimentation .

Dans cette partie de calcul, nous procédons par souci de clarté et de commodité, en deux étapes .

- d'abord un calcul littéral ;
- ensuite une application numérique, pour laquelle nous demandons au lecteur de ne pas porter grand intérêt car notre travail ne revêt aucun aspect comparatif .

En appelant y la teneur du mélange d'alimentation en éthylène Vo_1 le débit volumique de l'éthylène, nous avons

$$\text{Eq. IV.1 } Vo_1 = Vo \cdot y \quad N \text{ m}^3/\text{h}$$

Nous admettons que le débit du charbon favorable pour une bonne mise en contact du mélange gaz - solide est

$$Mo_1 \quad (\text{kg/ m}^3 \text{ de gaz d'alimentation})$$

Ce débit Mo_1 suppose un coefficient d'adsorbabilité de l'éthylène dans des conditions de température et de pression bien définies.

Nous supposerons que Mo_1 est déterminé pour une température To , une pression Po et un coefficient d'adsorbabilité $K.Po, To$ sont les conditions de la section d'alimentation .

IV.4.3 Diamètre de la colonne .

Si ϕ_0 est le flux volumique de l'alimentation, nous pouvons déterminer la section de la colonne par la formule suivante .

$$\text{Eq. IV.2 } So = \frac{Vo \cdot 10^3}{60 \cdot \phi_0} \quad (\text{cm}^2)$$

la section S_s s'exprime en cm^2 parce que le flux ϕ_0 est généralement exprimé en Nlitre par minute et par cm^2

On déduit alors le diamètre Do

$$\text{Eq. IV.3 } Do = (\frac{4 S_s}{\pi})^{1/2} \quad (\text{cm})$$

Ce diamètre doit satisfaire aux normes internationales et nous prenons pour cette raison le diamètre directement supérieur qui appartient à la classe normalisée .

IV.4.4 Le charbon actif dans la colonne principale.

Avec l'hypothèse que le débit du gaz d'alimentation est Vo - (Nm^3/h) , la quantité de charbon actif à faire circuler en une heure est égale à :

$$\text{Eq. IV. 4 (a) } M_I = Vo \cdot Mo_1 \quad (\text{kg/h})$$

Si γ_I est la masse volumique du charbon, alors ce débit correspond à :

$$(b) \quad V_I = \frac{M_I}{\gamma_I} \quad (\text{m}^3/\text{h})$$

Connaissant le débit volumique du charbon actif dans la colonne nous pouvons calculer sa vitesse linéaire moyennant la formule suivante :

$$\text{Eq. IV.5} \quad u_I = \frac{V_I \cdot 10^4}{36 \cdot S} \quad (\text{cm/s})$$

où u_I est la vitesse linéaire

IV.4.5 Quantité de charbon à réactiver .
=====

D'après un rapport américain des industries chimiques(23), les expériences ont montré que, lorsque la quantité de polymère ou de produits lourds sur le charbon actif est égale à 1 % de son poids, ce dernier nécessite une réactivation .

C'est ainsi que la quantité de polymère qui exigerait la réactivation de tout le charbon, est égale à :

$$\text{Eq. IV.6} \quad M_{PH} = M_I \cdot 0,01 \quad \text{kg/h}$$

Or il se fait que dans notre cas, c'est le divinyle qui constitue le poison . Dans le gaz d'alimentation la teneur en divinyle est de 0, 05 % . Connaissant le volume V_0 du mélange d'alimentation, on calcule la quantité de divinyle déposé on une heure sur le charbon .

$$\text{Eq. IV.7} \quad M_{DH} = \frac{0,05 \cdot V_0 \cdot 58}{100 \cdot 22,4} \quad \text{kg/h}$$

où M_{DM} est la vitesse de formation de divinyle .

Nous voyons donc qu'en fonctionnement discontinu, la réactivation aurait lieu au bout d'une période G telle que

$$\text{Eq. IV.8} \quad G = \frac{M_{PH}}{M_{DH}} \quad (\text{heures})$$

Et comme notre procédé est continu, la quantité de charbon à envoyer au réactivateur, est égale à M_{III} donnée par :

$$\text{Eq. IV. 9} \quad M_{III} = M_I \cdot \frac{1}{G} \quad \text{kg/h}$$

En vue de disposer d'une réserve d'activité pour notre charbon nous prenons pour quantité effective à réactiver 130 % de M_{III} . Toutefois il est à remarquer (23) que la quantité de charbon allant à la réactivation doit représenter 5 % environ la quantité de la colonne .

total

IV.4.6 Vitesse du gaz dans le tube air - lift

La manutention du charbon dans l'installation n'est pas des moindres problèmes . Elle est continue **et** une des limites toutefois à la manutention continue est que le transporteur doit matérialiser l'itinéraire et doit donc être construit en fonction de ce dernier . Si le transport pneumatique nécessite une quantité d'énergie beaucoup plus grande que n'importe quel autre moyen de transport mécanique, il ne semble pas être le moins avantageux pour notre situation . Avec sa technique très simple, son faible encombrement, sa marche silencieuse, ses possibilités d'adaptation, il permet le transport des solides à l'abri de la contamination, permet leur aération et leur refroidissement . C'est donc ce transport pneumatique qui servira à transporter le charbon depuis le fond de la colonne jusqu'au réservoir accumulateur de tête de colonne . L'itinéraire est droit et convient bien à ce genre de transport qui fait de la superposition de l'ensemble des appareils nécessaires aux diverses opérations d'une unité, sa caractéristiques principale .

Le tableau 6 de l'ouvrage (36) donne pour un courant d'air, les vitesses qui maintiennent en équilibre des particules solides en chute libre . Ces vitesses sont dépendantes des diamètres de particules . Pour notre installation, les particules de charbon actif auront un diamètre moyen d_p que nous prenons égal à 2,14 mm. Ce diamètre correspond au diamètre moyen du charbon actif utilisé dans les usines américaines . Pour ce diamètre , l'ouvrage conseille une vitesse W_0 égale à 8,37 m/s dans les conditions normales de température et de pression .

Dans le souci de ne pas contaminer le charbon actif qui vient d'être revivifié dans la section de désorption, dans le réactivateur ou encore du silo - réservoir, nous allons utiliser une partie de la fraction hydrogène pour ce transport pneumatique . Nous admettons que la température et la pression dans le tube air - lift sont respectivement de $200^\circ C = T_I$ et $5 \text{ atm} = P_0$.

Féodorov propose toujours dans l'ouvrage (36) une formule permettant de corriger la vitesse d'équilibre, quand le fluide vecteur n'est pas de l'air ou quand on n'est pas dans les conditions normales de température et de pression .

$$\text{Eq. IV.10 (a)} \quad u_{oH_2} = W_o \sqrt{\frac{P_n \cdot M_{air}}{P_o \cdot M_{H_2}} \cdot \frac{T_I}{T_n}} \quad (\text{m/s})$$

T_n , P_n = température et pression normales .

La vitesse effective de transport est égale à 130 à 140 % de la vitesse qui équilibre le poids des particules

$$\text{(b)} \quad u_{H_2} = 1,40 \quad U_{oH_2} \quad (\text{m/s})$$

IV.4.7 Quantité de gaz dans le tube air - lift :

Nous admettons que le rapport entre le poids du matériau solide et celui du gaz est 3 (36)

A partir de la quantité de charbon actif à transporter, nous déterminons celle du gaz . Soit M_{II} le débit du gaz dans le tube air - lift. Nous avons alors :

$$\text{Eq. IV. 11} \quad M_{II} = \frac{M_I + M_{III}}{3} \quad (\text{kg/h})$$

étant la quantité de charbon frais

La masse volumique de notre fraction hydrogène se calcule à partir de celle de l'air de la manière suivante :

$$\text{Eq. IV . 12 (a)} \quad \gamma_{oH_2} = \frac{\gamma_{air} \cdot M_{H_2}}{M_{air}}$$

Pour ramener cette densité à nos conditions de travail, nous faisons

$$\text{(b)} \quad \gamma_{H_2} = \gamma_{oH_2} \cdot \frac{T_n \quad P_o}{P_n \cdot T_I}$$

Et c'est ainsi qu'il passe dans le tube air - lift un volume V_{II} de gaz tel que

$$\text{Eq. IV. 13} \quad V_{II} = \frac{M_{II}}{\gamma_{H_2}} \quad (\text{m}^3/\text{h})$$

IV .4.8 Détermination de la section et du diamètre du
tube air - lift .

Nous déterminons la section St de l'air - lift au moyen de la formule qui la relie au débit et à la vitesse .

$$\text{Eq. IV.14} \quad St = \frac{V_{II}}{U_{H2}} \quad (m^2)$$

le diamètre dt en est déduit immédiatement .

$$\text{Eq. IV .15} \quad dt = \left(\frac{4 St}{\pi} \right)^{1/2} \quad (m)$$

IV.4.9 Vitesse du gaz dans la chambre de détente .

Le charbon actif, après avoir traversé le tube air - lift , doit être recueilli en tête de colonne - dans le reservoir accumulateur - pour sa remise en route pour un nouveau cycle. Pour cela le tube air - lift doit déboucher sur un séparateur. Pour notre installation, ce séparateur est une chambre de détente. Nous avons préféré une chambre de détente à un séparateur du type cyclone, pour la simple raison que ce dernier ferait l'objet d'une forte abrasion. Alors, dans cette chambre de détente, la vitesse d'entraînement des particules est réduite de manière à ce que les particules retombent sous l'effet de leur propre poids . Cette vitesse de chute ne peut qu'être inférieure à celle qui équilibre le poids des particules

Aussi, comme la vitesse est inversement proportionnelle à la section du tube, nous prenons pour cette chambre de détente, un diamètre égal au double de celui du tube air - lift . Soit D_d ce diamètre .

$$\text{Eq. IV.16} \quad D_d = 2 d_t \quad (m)$$

Il s'en suit que la section S_d est donnée par :

$$\text{Eq. IV.17} \quad S_d = \frac{D_d^2}{4} \quad (m^2)$$

Nous en déduisons la vitesse du gaz dans cette chambre :

$$\text{Eq. IV. 18} \quad U_d = \frac{V_{II}}{S_d} \quad (m/s)$$

IV. 4. 10 Vitesse linéaire du charbon dans l'air - lift .

Nous admettons (36) que la vitesse linéaire U_p des particules dans l'air lift, représente 90 % de la différence entre la vitesse effective accordée au gaz et celle qui équilibre le poids des particules dans leur chute libre .

$$\text{Eq. IV.19} \quad U_p = 0,9 (u_{H_2} - u_{O_2}) \quad \text{m/s}$$

IV. 4. 11 Détermination de la hauteur de la chambre de détente .

Pour calculer la hauteur minimale h_m de la chambre de détente, nous prenons en considération la variation de l'énergie cinétique

$$\text{Eq. IV.20 (a)} \quad \frac{1}{2} m_p \cdot U_d^2 = m_p \cdot g \cdot h_m \quad (\text{Joules})$$

$$== \quad \text{(b)} \quad h_m = U_d^2 \cdot \frac{1}{2 \cdot g} \quad (\text{m})$$

En vue de disposer d'une réserve que nous justifions par le fait que toutes les particules n'ont pas en réalisé la même vitesse et ne doivent pas se heurter au plafond, nous prenons la hauteur effective égale à 150 à 175 % de la hauteur minimale .

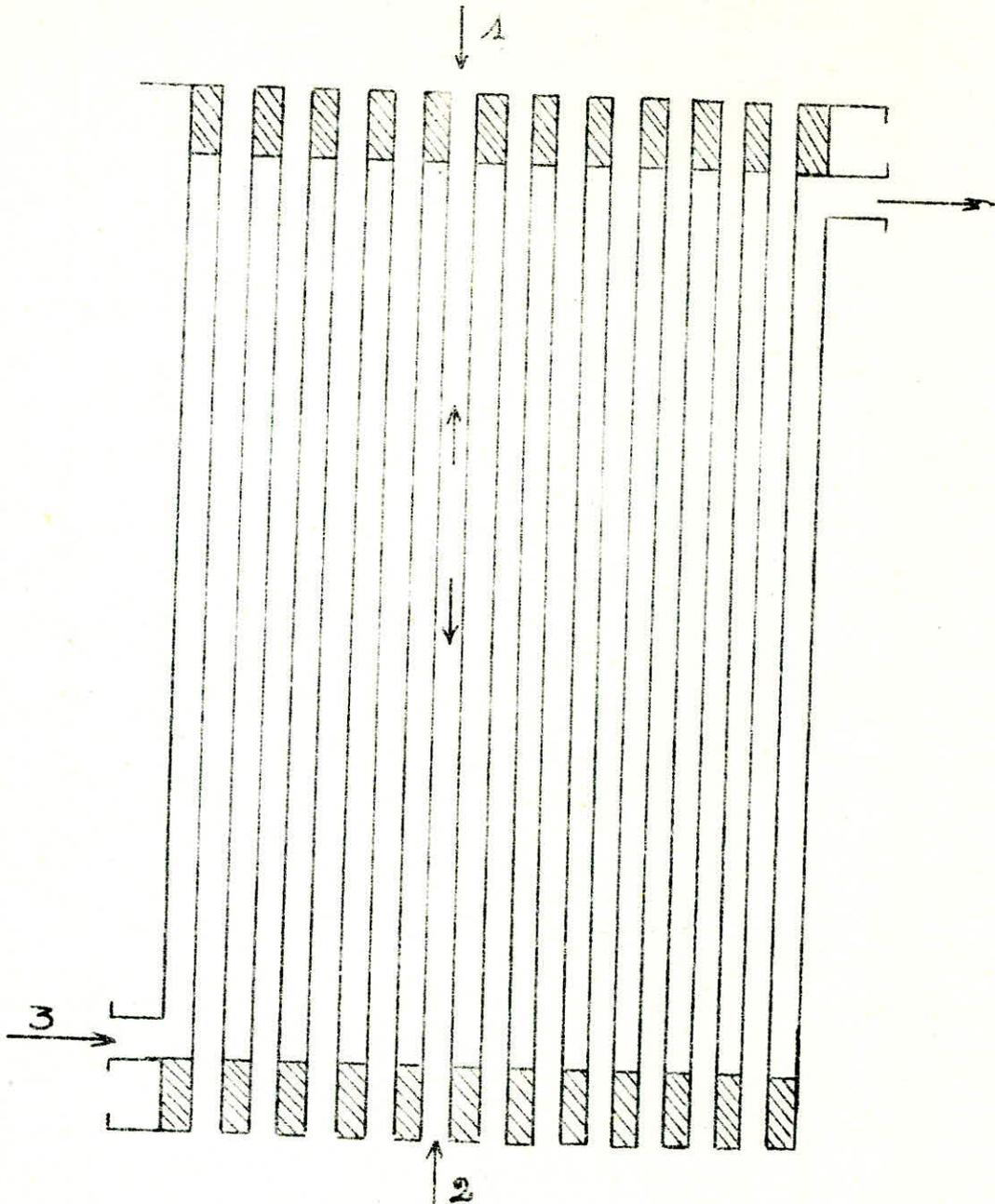
$$\text{Eq. IV.21} \quad h_d = 1,60 h_m \quad \text{m}$$

IV.5 Calculs relatifs aux échanges thermiques .

Notre installation comporte quatre zones où l'échange thermique s'effectue entre le charbon actif et des fluides. Pour cela, nous utiliserons des échangeurs à surface, à qui on réserve d'ailleurs l'expression échangeur de chaleur, dans le langage courant.

C'est le type où une surface sépare les deux corps qui parcourent simultanément l'appareil, le flux de chaleur passant du corps chaud au corps froid. Toutefois nous ferons intervenir un autre type d'échange de chaleur au niveau du refroidisseur et du désorbeur: les échanges à contact où les deux corps sont en contact direct. Les particules solides devant tomber en chute libre, nous utiliserons pour échangeur de chaleur le réacteur catalytique type échangeur de chaleur. Fig . IV . 2

Fig. IV.2 Echangeur thermique



- 1 : charbon actif
- 2 : fluide en contact direct avec le charbon
- 3 : fluide thermique

Pour plus de clarté dans l'exposé, nous adoptons les hypothèses suivantes:

- les tubes dans lesquels s'écoule le charbon actif, baignent dans le fluide participant à l'échange thermique; nous assimilons nos échangeurs aux échangeurs double - tube.
- l'écoulement du fluide à l'extérieur des tubes à lieu de la même manière que le déplacement d'un piston .
- aussi à l'intérieur des tubes, le fluide s'écoule à la manière d'un piston à travers la couche mobile de charbon .

Ces trois hypothèse nous permettent de faire nos calculs sur les bases d'un écoulement à contre - courant pur .

IV . 5. 1 Le refroidissement

Le charbon actif, après avoir passé par la zone de désorption ou le réactivateur, remonte chaud au réservoir accumulateur de tête. Afin de la prédisposer à une nouvelle adsorption des constituants gazeux, il va falloir refroidir ce charbon actif. Il passe donc, en quittant le réservoir accumulateur par un réfrigérant où il cède de sa chaleur à un fluide. Comme fluide de réfrigération, nous emploierons l'eau .

Une contrainte à l'utilisation de l'eau en réfrigération est que la température de sortie de l'eau reste inférieure à 50°C, ce qui évite un entartrage trop rapide .

Le bilan thermique global du réfrigérant s'établit en écrivant que la quantité de chaleur perdue par le charbon actif est égal à celle gagnée par les fluides de réfrigération, à savoir l'eau à l'extérieur des tubes et le gaz de purification à l'intérieur des tubes .

De nombreux investigateurs ont étudié le transfert de chaleur entre particules et fluide. Le problème s'est révélé complexe et les résultats expérimentaux divergents . Aussi notre exposé n'a d'autre prétention que de voir le transfert dans son aspect global .

Soit Q_I la quantité de chaleur échangée au niveau du refroidisseur, nous aurons :

$$\text{Eq. IV.22(a)} \quad Q_I = M_I C_{pI} (T_{I1} - T_{I2}) = G_{Ie} C_{pe} (t_{I2} - t_{I1}) \\ + Q_{IH2} \left(\frac{\text{kcal}}{h} \right) .$$

G_{Te} : débit d'eau de réfrigération

C_{pc} , C_{pe} : chaleur spécifique massique du charbon et de l'eau

T_I correspond au corps chaud et t_I au corps froid .

Les indices 1 et 2 correspondent aux conditions d'entrée et de sortie

Par ailleurs l'équation de Fourier nous donne la relation entre la surface totale d'échange et la chaleur échangée .

$$\text{Eq. IV.23 (a)} \quad Q_I = U_I \cdot A_I \cdot \Delta t_{mI} \quad (\text{kcal/h})$$

où U_I est le coefficient d'échange global

A_I est la surface totale d'échange

Δt_{mI} est la différence moyenne de température.

Quand il s'agit d'un contre courant pur dans un échangeur à double - tube, l'ouvrage (2) recommande la formule suivante, pour la détermination de la différence moyenne de température :

$$\text{Eq. IV.24} \quad \Delta t_{mI} = \frac{\Delta T_I - \Delta t_I}{\ln \frac{\Delta T_I}{\Delta t_I}} \quad (^\circ\text{C})$$

où ΔT_I correspond à la différence de température entre les deux corps à l'extrémité chaude et Δt_I celle à l'extrémité froide.

Et c'est ainsi que nous tirons de l'équation IV.19, la valeur de la surface totale d'échange A_I .

$$\text{Eq. IV.23 (b)} \quad A_I = \frac{Q_I}{U_I \cdot \Delta t_{mI}} \quad (\text{m}^2)$$

Ceci suppose la connaissance du coefficient U_I . Nous prenons le coefficient des usines déjà en exploitation .

$$U_I = 15 \text{ kcal m}^{-2} \text{ h}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \quad (44)$$

Nous admettons de plus que 40 % des gaz de tête, traversent le réfrigérant et constituent le gaz de purification .

Soit M_{o2} le débit massique de la fraction légère. En supposant qu'elle n'est constitué que d'hydrogène, la quantité de chaleur emportée par le gaz de purification est :

Eq. IV.25 $Q_{H_2} = 0,4 M_{O_2} \cdot C_p H_2 (t_{I4} - t_{I3})$ kcal/h
 t_{I3} , t_{I4} sont respectivement la température du gaz à l'entrée et à la sortie du réfrigérant. Ainsi donc, la quantité de chaleur emmagasinée par l'eau au passage à travers le réfrigérant est égale à :

$$\text{Eq. IV. 22(b)} \quad Q_{Ie} = G_{Ie} C_{pe} (t_{I2} - t_{I1}) = Q_I - Q_{II} H_2 \quad (\text{kcal/h})$$

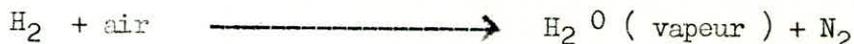
d'où nous tirons le débit d'eau :

$$\text{Eq. IV.22(c)} \quad G_{Ie} = Q_{Ie} \cdot \frac{1}{C_{pe} (t_{I1} - t_{I2})} \quad (\text{m}^3/\text{h})$$

IV . 5. 2 Quantité de chaleur nécessaire à la réactivation.

Le réactivateur n'est autre chose que le type de réacteur catalytique décrit précédemment. Le fluide chaud est un gaz chaud provenant d'un foyer de combustion.

Pour des raisons économiques nous avons utilisé une partie de la fraction de tête pour cette combustion. Dans notre cas où ce gaz est en partie de l'hydrogène, nous pouvons le brûler dans l'air conformément à la réaction



Ce mélange gazeux résultant de la combustion se trouve à une température $T_{III.1}$ à son arrivée au réactivateur. Après avoir échangé de sa chaleur avec le charbon, ce mélange ressort à la température $T_{III.2}$. Si nous désignons par $t_{III.1}$ et $t_{III.2}$ les températures d'entrée et de sortie du charbon, la quantité de chaleur échangée est alors :

$$\begin{aligned} \text{Eq. IV 22} \quad Q_{III.1} &= M_{III} C_{pc} (t_{III.2} - t_{III.1}) \quad (\text{kcal/h}) \\ &= G_{III.1} C_{pM} (T_{III.1} - T_{III.2}) \end{aligned}$$

Le coefficient d'utilisation de notre foyer est 40 % et les pertes de chaleur s'élèvent à 20 %. Nous déterminons la chaleur totale produite au niveau du foyer :

$$\text{Eq. IV.26} \quad Q_f = Q_{III.1} \cdot \frac{1,20}{0,4} \quad (\text{kcal/h})$$

De cette quantité de chaleur Q_f , nous déduisons la quantité de gaz à brûler, qui est égale à

$$\text{Eq. IV.27} \quad V_{III} = \frac{Q_f}{q_c} \quad (\text{m}^3/\text{h})$$

qc est le pouvoir calorifique du gaz à brûler, en kcal/m³

La combustion industrielle.

En effet, on appelle combustion la combinaison rapide et fortement exothermique d'une substance qu'elle soit solide, liquide ou gaz, avec un gaz. La substance qui brûle est le combustible et le gaz dans lequel a lieu la combustion est le comburant.

Dans l'industrie, le comburant est toujours l'oxygène soit mélangé à l'azote sous forme d'air, soit pur.

Quant au combustible, sa combustion doit présenter les caractères suivants:

- sans être spontanée, elle doit être facile à provoquer.
- une fois commencée, elle doit se propager et se poursuivre jusqu'à épuisement de l'oxygène ou du combustible.
- elle doit libérer une quantité de chaleur importante à température assez élevée pour pouvoir être utilisée.

Une combustion est dite totale quand tout le combustible est consommé et neutre quand en plus de la première condition, la quantité d'oxygène (ou d'air) est celle théoriquement nécessaire.

Dans l'industrie, le problème de la combustion est tel que, étant donné un combustible, il faut réaliser sa combustion totale dans des conditions aussi voisines que possible de la combustion neutre.

Le pouvoir calorifique d'un combustible étant la quantité de chaleur dégagée par la combustion d'un kg ou d'un mètre cube de ce combustible, on distinguera le pouvoir calorifique à pression constante et le pouvoir calorifique à volume constant.

La chaleur de combustion sous une pression constante de une atmosphère équivaut à la variation d'enthalpie changée de signe : $- \Delta H =$ chaleur de combustion.

En divisant la chaleur de combustion par la masse molaire ou encore par le volume molaire, on obtient le pouvoir calorifique à pression constante.

En effet il existe le pouvoir calorifique inférieur et le pouvoir calorifique supérieur.

Le pouvoir calorifique supérieur représente la chaleur dégagée par la combustion d'un mètre cube ou d'un kilogramme de combustible, l'eau produite par la combustion ou provenant de l'humidité étant condensé, tandis que le pouvoir calorifique inférieur est la chaleur dégagée par la même quantité de combustible, mais l'eau provenant de l'humidité ou de la combustion restant en phase vapeur.

On vient ainsi donc de définir quatre pouvoirs calorifiques:

qcps : pouvoir calorifique à pression constante supérieur
 qcpl : " " " inférieur
 qcvs : pouvoir calorifique à volume constant supérieur
 qc vl : " " " inférieur

Connaissant la variation d'enthalpie de la réaction chimique particulière qu'est la combustion, qc pl et qc ps peuvent être facilement déterminés .

Pour un combustible gazeux l'ouvrage (54) donne :

$$\text{Eq.IV.28} \quad qcps - qc pl = 4,82(H + E + \frac{\sum n}{2} M) \quad (\text{kcal})$$

où H est le % vol. en hydrogène dans 1m³ de combustible

E est le % vol. en vapeur d'eau " "

M est le % du carbure d'hydrogène C_m H_n " "

$$\text{Eq.IV.29} \quad qcps - qc vs = - 0,6 (n_f - n_i)$$

$$\text{Eq.IV.30} \quad qc pl - qc vl = - 0,6 (n'_f - n'_i)$$

n_f et n_i sont respectivement le nombre de mole à l'état gazeux dans l'état final et dans l'état initial. Il en est de même pour n'_f et n'_i .

L'ouvrage (51) propose les formules suivantes :

$$\text{Eq.IV.31} \quad qc_2 = qc_1 \frac{T_1 \cdot P_2}{P_1 \cdot T_2}$$

qc 1 est le pouvoir calorifique à T₁ et P₁

qc 2 est le pouvoir calorifique à T₂ et P₂

$$\text{Eq.IV.32 (a)} \quad (qc pl)_m = \sum \alpha_j (qcpl)_j$$

(qcpl)_m = pouvoir calorifique à pression constante d'un mélange.

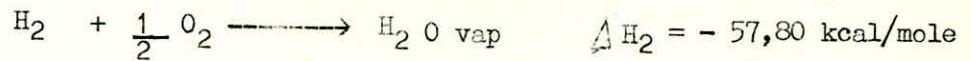
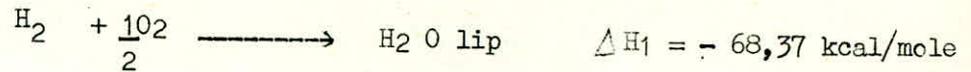
α_j = % du gaz j participant à la combustion .

$$(b) \quad (qcps)_m = \sum j (qcps)_j$$

En revenant à notre gaz de tête brûlé au foyer en vue d'obtenir la chaleur nécessaire à la réactivation, nous avons H₂ et CO qui constituent le mélange gazeux combustible, l'oxygène, le comburant et l'azote, le dioxyde de carbone des inertes. Compte tenu de leur rapport $\frac{CO}{H_2} = 0,0083$, nous ferons les calculs

avec l'hypothèse que l'hydrogène seul constitue le combustible.

D'après (54) on a :



ceci nous permet de calculer :

$$\text{Eq. IV.33(a) } q_{\text{cps}} = \frac{- \Delta H_1}{M_{\text{H}_2}} = \frac{68,37}{0,002} = 34185 \text{ kcal/kg}$$

$$= \frac{- \Delta H_1}{0,0224} = \frac{68,37}{0,0224} = 3052 \text{ kcal/m}^3$$

$$(b) \quad q_{\text{cpI}} = \frac{- \Delta H_2}{M_{\text{H}_2}} = \frac{57,80}{0,002} = 28900 \text{ kcal/kg}$$

$$= \frac{- \Delta H_2}{0,0224} = \frac{57,80}{0,0224} = 2580 \text{ kcal/m}^3$$

Ces valeurs sont calculées pour $T = 25^\circ\text{C}$ et $P = 1 \text{ atm}$.

Généralement et pratiquement l'eau reste sous forme vapeur, et la pression ne dépasse pas la pression atmosphérique pour la simple raison que les fumées sont évacuées à l'atmosphère. Nous comptons alors le pouvoir calorifique à pression constante inférieure : q_{cpI}

Correction sur le q_{cpI}

pour 1 m^3 du mélange à brûler, on a $0,818 \text{ m}^3$ d' H_2 .

en admettant que le mélange gazeux arrive au foyer de combustion à une température inférieure à 50°C , nous pouvons négliger l'effet de la variation de température.

$$q_{\text{c}} = 0,818 \cdot 2580 \text{ kcal/m}^3 = 2110 \text{ kcal/m}^3$$

IV.5.3 Surface totale d'échange du réactivateur.

Nous désignons par $U_{\text{III.1}}$ le coefficient d'échange global

$A_{\text{III.1}}$ la surface totale d'échange

$\Delta t_{\text{mIII.1}}$ la différence moyenne de température

Puisque nous utilisons le même type d'échangeur à tous les niveaux de l'installation, les mêmes équations que dans le cas du refroidisseur sont utilisées.

$$\text{Eq. IV.23} \quad Q_{III.1} = U_{III.1} \cdot A_{III.1} \cdot \Delta t_{mIII.1} \quad (\text{kcal/h})$$

$$\text{Eq. IV.24} \quad \Delta t_{mIII.1} = \frac{\Delta T_{III.1} - \Delta t_{III.1}}{\ln \frac{\Delta T_{III.1}}{\Delta t_{III.1}}} \quad (^\circ\text{C})$$

Nous admettons $U_{III.1} = 12 \text{ kcal/m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C}$ (donnée industrielle). Alors:

$$A_{III.1} = Q_{III.1} \frac{1}{U_{III.1} \Delta t_{mIII.1}} \quad (\text{m}^2)$$

IV.5.4 Réfrigérant immédiat au réactivateur .

Le charbon sort chaud du réactivateur. Pour réduire le travail du réfrigérant de tête de colonne et pour homogénéiser la température des particules solides dans le tube air - lift, nous le refroidissons avant qu'il ne se mélange à celui provenant du fond de la colonne, pour le transport pneumatique.

Nous désignons par $T_{III.3}$ et $T_{III.4}$ les températures du charbon à l'entrée et à la sortie du réfrigérant .

De même nous désignons par $t_{III.3}$ et $t_{III.4}$ les températures de l'eau utilisée pour la réfrigération, à l'entrée et à la sortie aussi

L'équation IV.18 nous permet de déterminer $Q_{III.2}$

$$\text{Eq. IV. 22} \quad Q_{III.2} = M_{III.2} \cdot C_{pc} (T_{III.3} - T_{III.4})$$

$$\text{Eq. IV. 23} \quad Q_{III.2} = U_{III.2} \cdot A_{III.2} \cdot \Delta t_{mIII.2}$$

$$\text{Eq. IV. 24} \quad \Delta t_{mIII.2} = (\Delta T_{III.2} - \Delta t_{III.2}) \frac{1}{\ln \frac{\Delta T_{III.2}}{\Delta t_{III.2}}}$$

la surface totale d'échange est alors :

$$A_{III.2} = Q_{III.2} \frac{1}{U_{III.2} \cdot \Delta t_{mIII.2}}$$

Nous admettons $U_{III.2} = 14 \text{ kcal/m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C}$

IV.5.5 Le désorbteur .

La désorption doit se faire à une température assez élevée pour rompre les forces entre le charbon actif et les substances adsorbées. Pour ce faire, nous procéderons par élévation de température et par déplacement .

Pour élever la température du charbon dans cette section, nous employons les vapeurs "dowtherm". C'est un mélange de diphényle (73 %) et d'oxyde de phényle (27 %), qui est utilisé comme agent de transfert de chaleur dans des appareils récents, pour des températures élevées. Il n'est pas toxique et présente l'avantage de se figer en se contractant (aucun risque de rupture pour l'appareil) et de ne pas attaquer les matériaux.

La vapeur d'eau en quantité suffisante, peut déplacer sous certaines conditions, un corps adsorbé. C'est d'ailleurs le moyen normal de régénérer le charbon actif saturé en un autre corps. Nous employons donc aussi bien les vapeurs d'eau que les vapeurs "dowtherm" pour désorber nos constituants lourds.

Les vapeurs d'eau attaquent directement et en contre courant le charbon actif chargé d'adsorbat. Les vapeurs "dowtherm" quant à elles, passent à l'extérieur des tubes dans lesquels descend le charbon actif. La quantité de chaleur échangée peut être directement déterminée à partir du charbon .

$$\text{Eq.IV.22 } Q_{II} = M_I C_{pc} (t_{II.2} - t_{II.1})$$

$$\text{Eq.IV.23 } Q_{II} = U_{II} \cdot A_{II} \cdot \Delta t_{mII}$$

Nous admettons les hypothèses simplificatrices suivantes :

- la contribution des vapeurs d'eau dans le processus d'échange thermique est négligeable .
- la quantité de chaleur emportée par les gaz désorbés n'est pas à prendre en considération .

Ces hypothèses nous permettent de dire que l'échange de chaleur se fait exclusivement entre le charbon et les vapeurs "dowtherm" à travers les parois des tubes.

Nous fixons les températures d'entrée et de sortie pour ces vapeurs $T_{II.1}$ et $T_{II.2}$

$$\text{Eq. IV.24} \quad \Delta t_{mII} = \frac{\Delta T_{II} - \Delta t_{II}}{\ln \frac{\Delta T_{II}}{\Delta t_{II}}}$$

Nous prenons pour coefficient d'échange global le même coefficient que pour le réfrigérant immédiat au réactivateur :

$$U_{II} = 14 \text{ kcal} / \text{m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C} \quad *$$

La surfage globale d'échange est alors

$$A_{II} = Q_{II} \cdot \frac{1}{U_{II} \cdot \Delta t_{mII}}$$

La connaissance de la chaleur massique spécifique des vapeurs permet de déterminer leur débit .

* En principe le coefficient d'échange global U_i change avec les conditions de travail (Température, débit du fluide...) aussi pour un calcul plus rigoureux nous devrions en tenir compte. Si la nature du métal qui sépare les deux corps a une importance négligeable sur ce coefficient de transmission de chaleur, il n'est pas de même en ce qui concerne la nature des corps . Le fluide qui s'écoule le long d'une paroi solide forme à la surface de celle-ci une fine pellicule dans laquelle est concentrée la presque totalité de la résistance thermique. L'importance de cette pellicule dépend de la viscosité , de la vitesse d'écoulement et de la chaleur spécifique du fluide .

IV.5.6 Calcul du nombre de tubes pour les
 =====
 différents échangeurs de chaleur .
 =====

Tous les éléments utilisées pour la construction des échangeurs ont fait l'objet d'une normalisation publiée par TEMA (standards of Tubular Exchanger Manufacturers Association) . Ces normes spécifient les caractéristiques mécaniques et thermiques correspondant au diverses condition de fonctionnement.

Le charbon actif, sous forme de particules "sphériques", circulent dans un faisceau de tubes placés en parallèle. Ces tubes sont fixés à chacune de leur extrémité par dudgeonnage dans deux plaques tubulaires .

La perforation des trous dans ces plaques est faite selon une norme : elle s'effectue selon une disposition au pas carré en triangulaire figure IV.3 .Alors que le pas triangulaire permet de placer plus de tubes dans une plaque tubulaire de diamètre donné, le pas carré présente l'avantage d'être plus facile à nettoyer.

Les tubes forment une classe spéciale répondant à certaines spécifications : le diamètre aussi bien que l'épaisseur sont normalisés.

Nous conformant à cela, nous choisissons les tubes normalisés 14 B W G (Birmingham Wire Gage) de diamètre extérieur égal à 38,1mm ce qui nous fixe (2)

- le diamètre extérieur Dex = 38,1 mm
- le diamètre intérieur Din = 33,78 mm
- épaisseur e = 2,10 mm
- Surface extérieure Sex = 0,1197 m²/m
- Surface intérieure Sin = 0,1061 m²/m

On trouve couramment les tubes 14 B W G dans les longueurs suivantes: 8 feet(2,44 m), 12 feet (3,66 m), 16 feet (4,88),20 feet (6,10 m).

Compte tenu de nos conditions de travail(température élevée) nous allons choisir l'acier allié comme matériau des tubes .

Quant au calandre, il est en acier au carbon. Lorsque son diamètre nominal est inférieur ou égal à 24 inches(Dex = 60,96 cm et Din = 59,055 cm) c'est un tube. Par contre, au delà de cette limite, les plaques d'acier sont roulées et soudées .

Pour déterminer le nombre de tubes nécessaires pour un échangeur de notre installation, nous procédons comme suit :

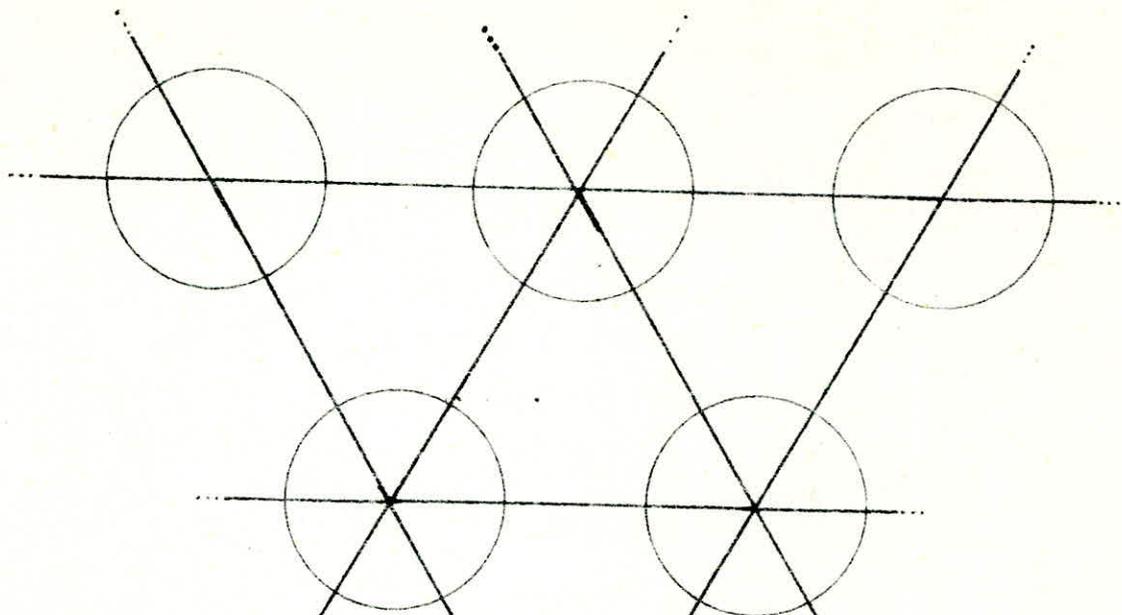
$$\frac{Din}{Dex} = \frac{33,78}{38,1} = 0,88 > 0,75$$

Ceci est une condition suffisante (2) pour considérer avec une bonne précision que la surface d'échange d'un tube vaut

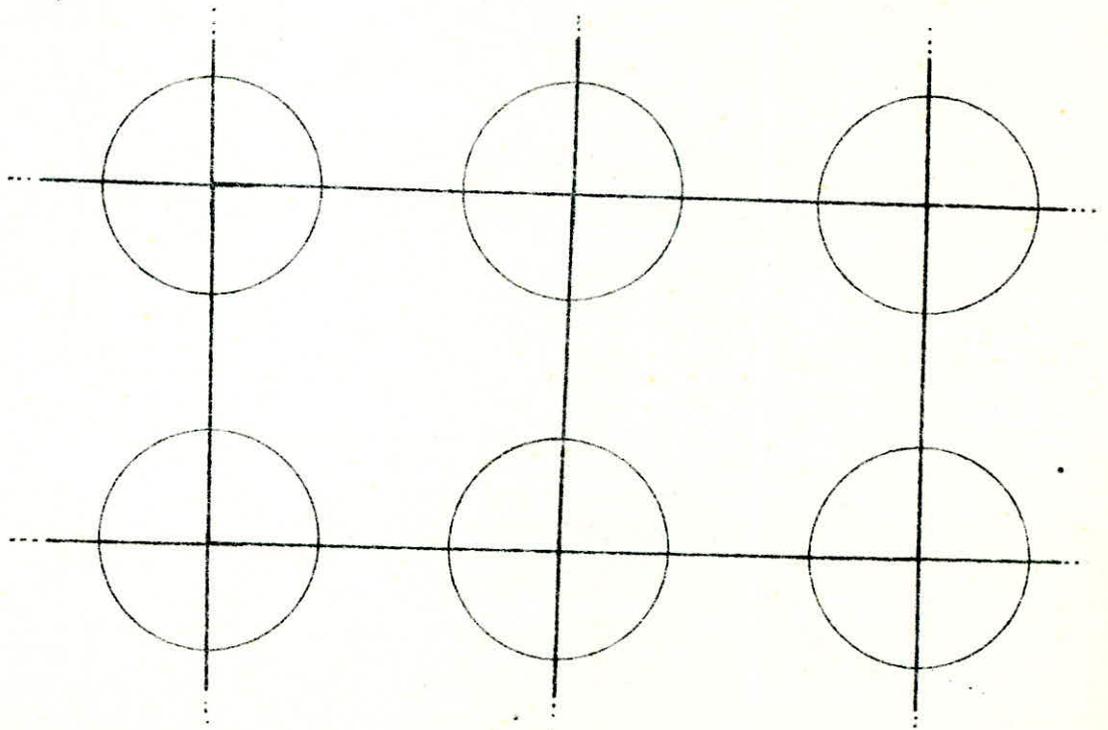
$$\text{Eq.IV.34.} \quad Se = \frac{1}{2} \pi (Dex + Din) . L = \frac{1}{2} (Sex + Sin) . L$$

Se est dépendant de L , la longueur du tube ,et peut donc varier d'un échangeur à un autre .

Fig. IV.3 Disposition des tubes dans un échangeur de chaleur.



disposition suivant le pas triangulaire



disposition suivant le pas carré

Connaissant la surface d'échange d'un tube, le nombre de tubes pour un échangeur n_i est égal à :

$$\text{Eq.IV 35} \quad n_i = \frac{A_i}{S_{ei}}$$

Nous disposons ces tubes suivant le pas triangulaire. Généralement, le rapport de la distance entre centres de tubes au diamètre de tubes est supérieur ou égal à 1,25 .

Nous disposons les tubes aux sommets de triangles équilatéraux. Notre diamètre extérieur des tubes étant $D_{ex} = 38,1$ mm, nous prenons le pas égal à

$$Z = 38,1 \cdot 1,25 = 47,63 \text{ mm}$$

En tenant compte des espaces perdus près des parois de l'enveloppe circulaire, nous déterminons le diamètre intérieur de cette dernière à partir d'un abaque que nous construisons fig.IV.4 .

IV.5.7 Entretien des échangeurs .

Il faut porter, dans l'industrie chimique, une attention particulière à l'entretien qui doit normalement avoir un caractère préventif pour assurer la sécurité de la marche,

La circulation d'un fluide peut être accompagné d'un dépôt sur la face correspondante des parois, et l'épaisseur de cette couche augmente avec le temps. La présence de ces dépôt réduit le flux thermique et empêche de réaliser efficacement l'opération désirée . Ces dépôts engendrent la rugosité des parois et modifient les dimensions.

L'élévation de l'écart de température entre les 2 fluides peut rétablir le flux thermique normal mais présente des inconvénients soit de nature technologique soit d'ordre économique.

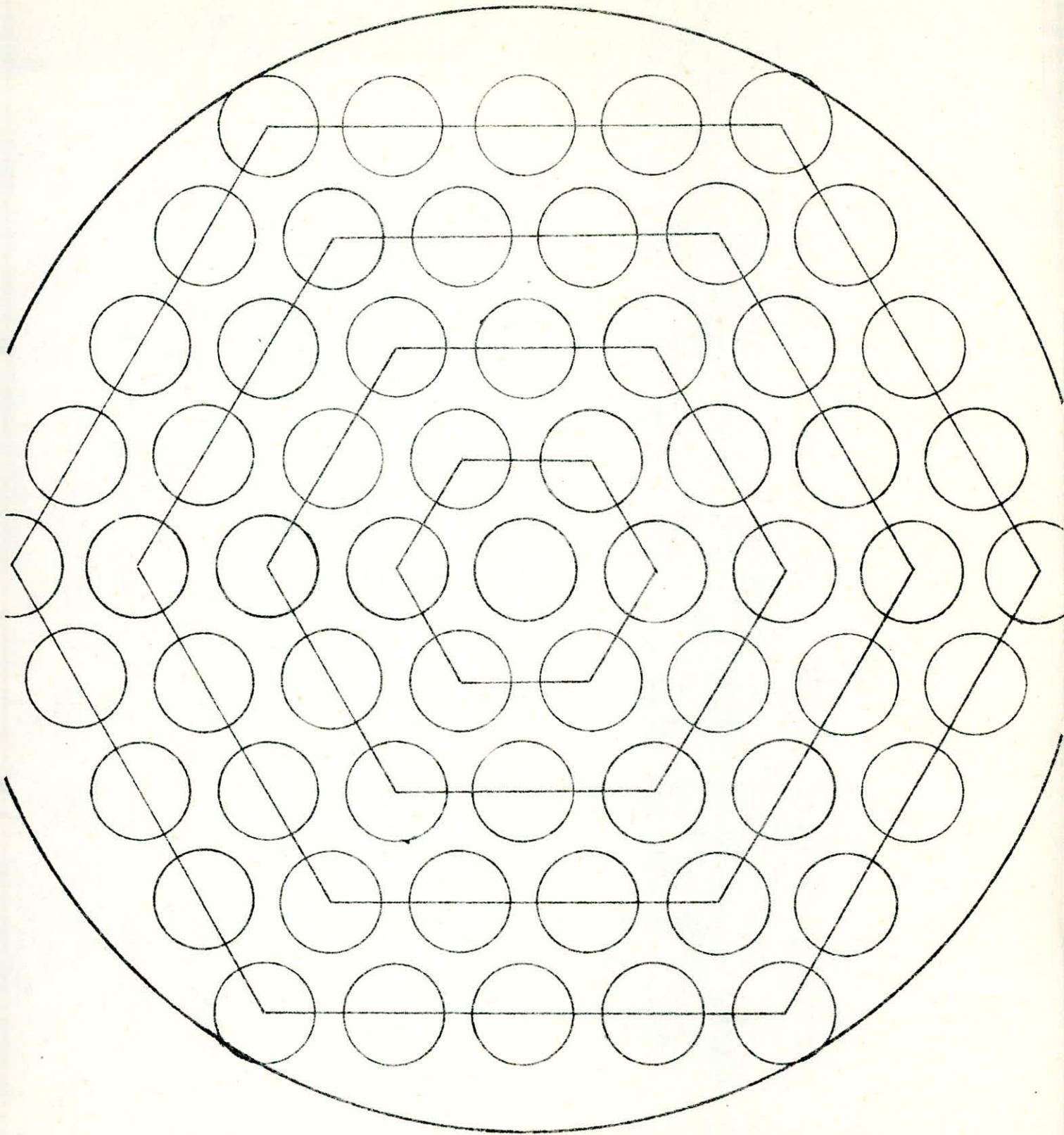
Ainsi donc, on nettoie périodiquement un échangeur qui se trouverait dans une situation analogue . Le nettoyage est mécanique ou chimique, et peut s'effectuer en fonctionnement ou en arrêt.

Le nettoyage mécanique se fait par brossage ou par projection de tampons brossants ou encore par jet de particules solides.

Le nettoyage chimique se fait par injection périodique de produits dissolvants.

Une autre solution , peu utilisée d'ailleurs pour des raisons économiques, est l'injection continue de produits destinés à empêcher l'encrassement des surfaces d'échange .

Fig. IV.4



Disposition des tubes suivant les hexagones
aux côtés égaux.

Dans notre cas particulier, les surfaces des parois côté charbon actif sont soumises à une action mécanique telle qu'elles sont loin sujettes à l'encrassement. Par contre, les réfrigérants peuvent d'être présenter des dépôts sur les surfaces extérieures des tubes, suivant la dureté des eaux utilisées. L'étanchéité de l'échangeur ne permettant pas un démontage, le nettoyage par projection de tampons brossants à l'arrêt, ou l'injection périodique de produits dissolvants pendant le fonctionnement, sont à envisager.

IV.6 Transport du charbon vers le tube air - lift

Le charbon actif arrive du fond de la colonne, du réactivateur et du silo réservoir, pour rencontrer à l'entrée du tube air - lift, un courant gazeux.

Le charbon à la sortie du dispositif de décharge de la colonne (fig. II.5) est transporté par la vis d'Archimède (dit encore transporteur à vis) jusqu'au trémis d'alimentation du tube air-lift.

Le transport à partir du réactivateur est assuré par une deuxième vis d'Archimède. Le charbon est extrait du silo réservoir par l'évacuateur de la fig .II.6 (a) et chemine par gravitation jusqu'au trémis .

En effet, une vis hélicoïdale à long pas tourne dans une auge à fond cylindrique. La matière est entraînée, en glissant sur le fond de l'auge et avance de la longueur du pas de la vis à chaque tour de l'ombre d'entraînement de la vis .

L'ouvrage (6b) propose une formule reliant le débit des particules à transporter et la vitesse de rotation de la vis de transport

$$\text{Eq.IV.36 (a)} \quad Q = \frac{\pi D_v^2}{4.60} \cdot P \cdot \psi \cdot N$$

D_v est le diamètre de la vis (en mètre)

P est la distance entre deux spires consécutives: le pas (en mètre)

ψ est le coefficient de remplissage de la vis.

N est la vitesse de rotation (en tours/ mn)

Q est le débit volumique (en m^3/s)

L'ouvrage (51) tient compte de l'inclinaison de l'appareil et introduit la densité du matériau à transporter (la formule ci dessus est proposée pour une position horizontale)

$$\text{Eq. IV.35 (b)} \quad Q = \frac{\pi \cdot D_v^2 \cdot P \cdot \psi \cdot N \cdot \gamma \cdot C}{4 \cdot 60} \quad (\text{kg/s})$$

γ est la densité exprimée en kg/m^3

C est le coefficient de réduction du rendement de la vis due à l'inclinaison de l'appareil.

Le coefficient de remplissage dépend des propriétés physiques de la matière; pour une position verticale de l'appareil, on choisit la vis dont le pas vaut $\frac{1}{2} D_v$ et pour une position horizontale, on prend le pas qui varie entre $0,8 D_v$ et $1 D_v$.

L'ouvrage (51) nous propose la valeur de ψ pour différents matériaux.

Tableau IV.4

Coefficient de remplissage de la vis de transport.

matériau à transporter	coefficient de remplissage :
matériaux légers, non abrasifs, petite granulation (soude calcinée, Na_2 , calcaire en poudre, houille en poudre) $\gamma = (0,48 - 0,64) \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$	0,4
matériaux non abrasifs $\gamma = (0,64 - 0,8) \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$	0,4
matériaux peu abrasifs petite granulation (sel cristallisé, houille en grain) $\gamma = (0,64 - 1,2) \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$	0,3
matériaux abrasifs en poudre ou petite granulation (calcaire en petits grains, gypse, schistes) $\gamma = (0,8 - 1,6) \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$	0,25
matériaux fort abrasifs en morceaux, collants (argiles, boue, certaines cendres)	0,125

De même, le tableau IV.5 tiré du même ouvrage, donne la valeur du coefficient C en fonction de l'angle d'inclinaison β

Tableau IV.5

Coefficient dû à l'angle d'inclinaison de la vis de transport.

β	0°	5°	10°	15°	20°
C	1	0,9	0,8	0,7	0,65

Dans un cas, le débit du charbon à transporter est M_{III} (charbon venant du réactivateur) et dans l'autre cas, il est égal à M_I . Nous déterminons la vitesse de rotation de la vis dans chacun des cas, connaissant la densité du charbon, le diamètre de la vis et les coefficients ψ et C.

Nous nous trouvons avec notre charbon actif de densité $= 0,60 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ dans le cas de $\psi = 0,30$. Nous prendrons une inclinaison de 15° avec l'horizontal, ce qui donne $C = 0,7$, un diamètre de vis $D_v = 0,17 \text{ m}$ et un pas $p = 0,145 \text{ m}$.

IV .7 CALCUL NUMERIQUE

1° Débit volumique de l'éthylène .

L'équation IV.1 nous donne

$$V_{o1} = V_o \cdot y = 10^3 \cdot 0,095$$

$$V_{o1} = 95 \text{ Nm}^3/\text{h}$$

Nous admettons que le débit de charbon favorable pour une mise en contact très intime du gaz avec les particules est

$$M_{o1} = 3,2 \text{ kg/ m}^3 \text{ de gaz}$$

Cette valeur suppose, pour une température de l'ordre de $35^\circ \text{C} = T_o$ et une pression de 5 atm dans la section d'adsorption, un coefficient d'adsorbabilité $K = 1,35 \text{ mg d'éthylène par gramme de charbon actif}$.

2° Diamètre de la colonne principale .

En acceptant pour flux volumique du gaz d'alimentation

$$\phi_o = 1,7 \text{ Nm}^3/\text{mn-cm}^2$$

l'équation IV.2 permet d'obtenir la section de la colonne au niveau de la zone d'adsorption .

$$S_0 = \frac{V_0 \cdot 10^3}{60 \cdot \phi_c} = \frac{10^6}{1,7 \cdot 60} = 9\ 804 \text{ cm}^2$$

$$S_0 = 10\ 000 \text{ cm}^2$$

C'est alors que le diamètre s'en déduit par l'éq. IV.3

$$D_0 = \frac{(4 + 10^4)^{1/2}}{(\pi)^{1/2}} = 112,8 \text{ cm}$$

$$D_0 = 1130 \text{ mm}$$

Pour ce diamètre, il n'existe pas de tube (2) et une plaque d'acier au carbone devra être roulée et soudée.

3° Le charbon actif dans la colonne principale.

Les équations IV.4 (a) et (b) donnent le débit massique aussi bien que volumique du charbon dans la colonne.

$$M_I = V_0 \cdot M_{o1} = 10^3 \cdot 3,2$$

$$M_I = 3200 \text{ kg/h}$$

et pour une masse volumique du charbon égale à

$$\rho_I = 0,60 \text{ t} / \text{m}^3$$

on a :

$$V_I = \frac{M_I}{\rho_I} = \frac{3200}{600}$$

$$V_I = 5,3 \text{ m}^3/\text{h}$$

D'où la vitesse linéaire dans la zone d'adsorption

$$U_I = \frac{V_I \cdot 10^4}{36 \cdot S_0} = \frac{5,3 \cdot 10^4}{36 \cdot 10^4} = 0,15 \text{ cm/s}$$

$$U_I = 9 \text{ cm/mn}$$

4° Quantité de charbon à réactiver

La quantité de polymères et de produits lourds que le charbon devra porter pour être réactiver est donnée par l'éq. IV.6

$$M_{PH} = M_I \cdot 0,01 = 3200 \cdot 0,010$$

$$M_{PH} = 32 \text{ kg/h}$$

La vitesse de dépôt de divinyle sur le charbon est égale à (Eq. IV.7)

$$M_{DH} = \frac{0,05 \cdot V_0 \cdot 58}{100 \cdot 22,4} = \frac{10^3 \cdot 0,05 \cdot 58}{100 \cdot 22,4}$$

$$M_{DH} = 1,3 \text{ kg/h}$$

L'équation IV .8 donne la période bout de laquelle tout le charbon serait réactiver, en fonctionnement discontinu .

$$\tau = \frac{M_{PH}}{M_{DH}} = \frac{32}{1,3}$$

$$= 25 \text{ heures}$$

Et de l'èq. IV.9 on tire la quantité de charbon à réactiver

$$M_{III} = \frac{M_I}{\tau} = \frac{3200}{25} = 128 \text{ kg/h}$$

La quantité effective à envoyer au réactivateur est

$$M_{III} = 128 \cdot 1,3 = 166 \text{ kg/h}$$

Ce résultat concorde bien avec ce que l'ouvrage (23) recommande, à savoir 5 % = 160 kg/h

5° Vitesse du gaz dans le tube air - lift .

Nous calculons la vitesse du gaz au moyens des équations IV . 10 (a) et (b)

$$U_{o_{H2}} = W_o \sqrt{\frac{P_n}{P_o} \cdot \frac{M_{air}}{M_{H2}} \cdot \frac{T_I}{T_n}}$$

$$U_{o_{H2}} = 8,37 \sqrt{\frac{1}{5} \cdot \frac{29}{2} \cdot \frac{473}{273}}$$

$$U_{o_{H2}} = 19 \text{ m/s}$$

$$U_{H2} = 1,4 U_{o_{H2}} = 19 \cdot 1,4 = 26,6 \text{ m/s}$$

$$U_{H2} = 26 \text{ m/s}$$

6° Quantité de gaz nécessaire au transport pneumatique

Soit $M_I + M_{III} + \epsilon$ la quantité de charbon que transporte le tube air lift. La perte de charbon actif due à l'abrasion étant très faible par cycle , l'ajout ne serait signifiant que si elle se fait périodiquement . Ce qui explique que la quantité de charbon transporté Soit $M_I + M_{III}$. L'équation IV.11 donne la masse du gaz transporteur :

$$M_{II} = \frac{M_I + M_{III}}{3} = \frac{3200 + 166}{3}$$

$$M_{II} = 1122 \quad \text{kg/h}$$

La masse volumique de l'air étant 1,293 g/ litre dans les conditions normales de température et de pression, celle de la fraction hydrogène est donnée par l'équation IV. 12

$$\gamma_{OH_2} = \frac{\gamma_{air} \cdot M_{H_2}}{M_{air}} = \frac{1,293 \cdot 2}{29}$$

$$\gamma_{OH_2} = 0,09 \text{ kg/m}^3$$

Ce qui, dans nos conditions de travail (200°C et 5 atm) correspond à :

$$\gamma_{H_2} = \gamma_{OH_2} \cdot \frac{T_n \cdot P_o}{P_n \cdot T_I} = 0,09 \cdot \frac{273 \cdot 5}{1 \cdot 473}$$

$$\gamma_{H_2} = 0,26 \text{ kg/m}^3$$

C'est ainsi que le volume de gaz nécessaire au transport pneumatique est obtenu (Eq. IV.13) :

$$V_{II} = \frac{M_{II}}{\gamma_{H_2}} = \frac{1122}{0,26}$$

$$V_{II} = 4315 \text{ m}^3/\text{h}$$

Soit dans les conditions normales

$$V_{II_n} = 124 \text{ 67 m}^3/\text{h}$$

7°C Section et diamètre du tube air - lift .

Les équations IV.14 et 15 donnent la section et le diamètre du tube de transport pneumatique .

$$St = \frac{V_{II}}{u_{H_2}} = \frac{4315}{3600 \cdot 26}$$

$$St = 0,0461 \text{ m}^2$$

$$dt = \left(\frac{4 \cdot St}{\pi} \right)^{1/2} = \left(\frac{4 \cdot 0,0461}{\pi} \right)^{1/2} = 0,242 \text{ m}$$

Nous prenons $dt = 247,65 \text{ mm}$ qui est un diamètre intérieur d'un tube en acier normalisé (2)

8° Vitesse du gaz dans la zone de détente .

Les équations IV. 16 à 18 permettent d'obtenir successivement le diamètre , la section et la vitesse du gaz de la section de détente .

$$Dd = 2 dt = 247,65.2 = 495,3 \text{ mm}$$

Nous considérons le diamètre normalisé directement supérieur :

$$Dd = 539,75 \text{ mm} = 0,539 \text{ m}$$

$$Sd = \frac{\pi \cdot Dd^2}{4} = 228810 \text{ mm}^2$$

$$Sd = 0,2288 \text{ m}^2$$

$$Ud = \frac{V_{II}}{3600 Sd} = \frac{4315}{0,2288} = 5,24 \text{ m/s}$$

$$Ud = 6 \text{ m/s}$$

9° Vitesse linéaire du charbon dans le tube air lift.

Conformément à l'équation IV.19, on a :

$$U_p = 0,9 (U_{H_2} - U_{OH_2}) = 0,9(26 - 19)$$

$$U_p = 6,3 \text{ m/s} \approx 6 \text{ m/s}$$

10° Hauteur de la zone de détente .

Les équations IV . 20 et 21 conduisent à la valeur des hauteurs minimale et effective .

$$h_m = U_d^2 \cdot \frac{1}{2 \cdot g} = 36 \cdot \frac{1}{19,6} = 1,8 \text{ m}$$

$$h_d = 2,8 \text{ m}$$

11° Le refroidissement .

Nous allons fixer les températures de entrée et de sortie

$$T_{I1} = 190^\circ \text{C}$$

$$t_{I1} = 12^\circ \text{C}$$

$$T_{I2} = 25^\circ \text{C}$$

$$t_{I2} = 40^\circ \text{C}$$

$$C_{pc} = 0,24 \text{ kcal } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ kg}^{-1}$$

$$C_{pe} = 1 \text{ kcal } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ kg}^{-1}$$

Ces données reportées à l'équation IV.22 donnent la quantité de chaleur échangée au niveau du refroidisseur .

$$Q_I = M_I C_{pc} (T_{I1} - T_{I2}) = 3200 \cdot 0,24 \cdot (190 - 25)$$

$$Q_I = 126.720 \text{ kcal /h} \approx 126.700 \text{ kcal/h}$$

La différence de moyenne de température est donnée par Eq.IV.21

$$\Delta t_{mI} = \frac{\frac{Q_I}{U_I} - \Delta t_I}{\ln \frac{\Delta T_I}{\Delta t_I}} = \frac{(190 - 40) - (25 - 12)}{\ln \frac{190 - 40}{25 - 12}}$$

$$\Delta t_{mI} = 56^\circ \text{C}$$

Et avec $U_I = 15 \text{ kcal m}^{-2} \text{ h}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, l'équation IV.23(b) vient donner la surface totale d'échange .

$$A_I = \frac{Q_I}{U_I \cdot \Delta t_{mI}} = \frac{126700}{15 \cdot 56}$$

$$A_I = 150 \text{ m}^2$$

D'après nos estimation, la fraction de tête représente $880 \text{ Nm}^3/\text{h}$

En admettant que 40 % de ce gaz constituent le gaz de purification et en l'assimilant toujours à l'hydrogène pur, nous utilisons l'équation IV.25 pour déterminer la quantité de chaleur emportée par ce gaz.

Nous admettons la chaleur spécifique massique de cette fraction égale à $C_{pH_2} = 3,4 \text{ kcal/kg }^\circ\text{C}$ et nous fixons $t_{I3} = 35^\circ\text{C}$ et $t_{I4} = 165^\circ\text{C}$

$$Q_{I H_2} = 0,4 M_{O_2} C_{p H_2} (t_{I4} - t_{I3}) = 0,4 \cdot 880 \cdot 0,09 \cdot 3,4 (165 - 35) \cdot 10^3$$

$$Q_{I H_2} = 14 \text{ 000 kcal/h}$$

Ce qui nous permet de déduire à partir des équations IV.22 (b) et (c) le débit d'eau nécessaire à l'opération .

$$Q_{Ie} = Q_I - Q_{I H_2} = G_{Ie} C_{pe} (t_{I2} - t_{I1})$$

$$Q_{I.c} = 126 \text{ 700} - 14 \text{ 000} = 112 \text{ 700 kcal/h}$$

$$G_{Ie} = \frac{112700}{40 - 12} = \frac{Q_{Ie}}{C_{pe} (t_{I2} - t_{I1})}$$

$$G_{Ie} = 4025 \text{ kg/h soit } 4 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$C_{pe} = 1 \text{ kcal /kg }^\circ\text{C}$$

12° Quantité de chaleur nécessaire à la réactivation .

=====

La chaleur reçue par le charbon en traversant le réactivateur est d'après l'équation IV.22

$$Q_{III.1} = M_{III} C_{pc} (t_{III2} - t_{III1})$$

$$Q_{III.1} = 166.0,24 (550 - 175)$$

$$Q_{III.1} = 14950 \text{ kcal/h}$$

Celle produite par le foyer de combustion est donnée par l'équation IV.26

$$Q_f = \frac{Q_{III.1} \cdot 1,20}{0,4} = 14950 \text{ kcal/h} \cdot \frac{1,20}{0,4}$$

$$Q_f = 44850 \text{ kcal/h}$$

Puisque le pouvoir calorifique du gaz à brûler est

$$q_c = 2110 \text{ kcal/m}^3$$

nous déduisons de l'éq. IV 27 , le volume de gaz .

$$V_{III} = \frac{Q_{III}}{q_c} = \frac{44850 \text{ kcal/h}}{2110 \text{ kcal/m}^3}$$

$$V_{III} = 20 \text{ m}^3/\text{h}$$

13° Surface totale d'échange du réactivateur .

l'éq. IV.23 donne, si nous admettons $U_{III.1} = 12 \text{ kcal/m}^2 \text{ h}^\circ \text{C}$

$$Q_{III.1} = U_{III.1} \cdot A_{III.1} \cdot \Delta t_{mIII.1}$$

avec $\Delta t_{mIII.1} = \frac{(400 \cdot 175) - (700 - 550)}{\text{en } \frac{225}{150}} = 185^\circ \text{C}$

d'où $A_{III.1} = \frac{Q_{III.1}}{U_{III.1} \cdot \Delta t_{mIII.1}} = \frac{14950}{12 \cdot 185}$

$$A_{III.1} = 7 \text{ m}^2$$

14° Réfrigérant immédiat au réactivateur .

$$\Delta t_{mIII.2} = \frac{(540 - 40) - (200 - 12)}{\text{l.a } \frac{540 - 40}{200 - 12}}$$

$$\Delta t_{mIII.2} = 318^\circ \text{C}$$

$$Q_{III.2} = M_{III} \cdot C_{pc} (T_{III.3} - T_{III.4})$$

$$Q_{III.2} = 166 \cdot 0,24 (540 - 200) = 13550 \text{ kcal/h}$$

Pour $U_{III.2} = 14 \text{ kcal / h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$, on a :

$$A_{III.2} = \frac{Q_{III.2}}{U_{III.2} \cdot \Delta t_{m_{III.2}}} = \frac{13\ 550}{14 \cdot 318}$$

$$A_{III.2} = 3 \text{ m}^2$$

Quantité d'eau nécessaire au refroidissement :

$$G_{III.e} = \frac{Q_{III.2}}{t_{III.4} - t_{III.3}} = \frac{13\ 550}{40 - 12}$$

$$G_{III.e} = 483 \text{ kg/h soit } 0,5 \text{ m}^3/\text{h}$$

15° Le désorbeur .

$$Q_{II} = M_I C_{pc} (t_{II.2} - t_{II.1})$$

$$Q_{II} = 3200 \cdot 0,24 (235 - 60) = 134\ 400 \text{ kcal/h}$$

$$Q_{II} = 134\ 000 \text{ kcal / h}$$

Si Nous admettons que les vapeurs " dowtherm" arrivent à 260° C et quittent l'appareil à 150 ° C , alors

$$\Delta t_{m_{II}} = \frac{(150 - 60) - (280 - 235)}{\ln \frac{150 - 60}{280 - 235}} = 65 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$A_{II} = \frac{Q_{II}}{U_{II} \cdot \Delta t_{m_{II}}} = \frac{134\ 000}{14 \cdot 65}$$

$$A_{II} = 150 \text{ m}^2$$

16° Calcul du nombre de tubes et du diamètre des différents échangeurs de chaleur .

D'après l'équation IV.34, la surface totale d'échange par unité de longueur d'un tube 14 BWG est :

$$Se/L = \frac{1}{2} (S_{ex} + S_{in}) = \frac{1}{2} (0,1197 + 1061)$$

$$Se/L = 0,1129 \text{ m}^2$$

Le refroidissement de tête de colonne :

Puisque ces tubes se retrouvent dans les longueurs 8,12,16, 20 feet nous utilisons le tube de longueur 12 feet (3,66 m). Ce qui nous donne pour un tube une surface S égale à :

$$S_{eI} = L_I \cdot S_e/L = 3,66 \cdot 0,1129$$
$$S_{eI} = 0,4132 \text{ m}^2$$

Et nous déduisons de l'équation IV.35 le nombre du tubes

$$n_I = \frac{A_I}{S_{eI}} = \frac{150}{0,4132}$$

$$n_I = 363 \text{ tubes .}$$

Le désorbeur

Pour cette section , nous utilisons une longueur de tube égale à 2,44 m , ce qui vient donner dans l'éq. IV.34

$$S_{eII} = L_{II} \cdot S_e/L = 2,44 \cdot 0,1129$$

$$S_{eII} = 0,2755 \text{ m}^2$$

Et l'éq. IV.35 de donner le nombre de tube égal :

$$n_{II} = \frac{A_{II}}{S_{eII}} = \frac{150}{0,2755}$$

$$n_{II} = 545 \text{ tubes}$$

Le ractivateur

Les tubes utilisés ont une longueur 3,66 m, c'est alors que

$$S_{eIII.1} = S_{eI} = 0,4132 \text{ m}^2$$

Ce qui donne un nombre de tubes égal à :

$$n_{III.1} = \frac{7}{0,4132} = \frac{A_{III.1}}{S_{eIII.1}}$$

$$n_{III.1} = 17 \text{ tubes}$$

Le refroidisseur : immédiat au réactivateur ;

Nous utilisons des tubes de 8 feet, coupés en deux de sorte à avoir des tubes de 1,80 m et d'autres de 0,64 m .

Les longueurs 1,80 m sont pour l'échangeur et celles de 0,64 sont reconformées pour leur utilisations dans la constitution des plateaux de distribution. Pour le refroidisseur, on a donc

$$Se_{III.2} = L_{III.2} \quad Se/L = 1,80 \cdot 0,1129$$

$$Se_{III.2} = 0,2032 \text{ m}^2$$

Le nombre de tube est alors

$$n_{III.2} = \frac{L_{III.2}}{Se_{III.2}} = \frac{3}{0,2132}$$

$$n_{III.2} = 15 \text{ tubes .}$$

Calcul des différents diamètres

D'après la figure IV.4, il ressort que le nombre de tubes est relié au nombre d'hexagones (m) suivant lesquels ces tubes sont disposés, par la relation :

$$n = 1 + \sum_{i=1}^m (6 \cdot (i-1) + 6)$$

$$n = 1 + 6m + \sum_{i=1}^m 6(i-1)$$

$$n = 1 + 6m + \sum_{j=0}^{m-1} 6j$$

$$n = 1 + 6m + 6 \sum_{j=0}^{m-1} j$$

$$n = 1 + 6m + 6 \frac{(m-1) \cdot m}{2}$$

$$n = 1 + 6m + 3(m-1) \cdot m$$

$$n = 1 + 3m + 3m^2$$

Eq. IV.36

Connaissant n, le nombre total de tube, il suffit de résoudre cette équation du second degré et on a le nombre d'hexagones suivant lesquels sont disposés les tubes .

$$3m^2 + 3m + (1-n) = 0$$

$$\Delta = 9 - 12(1-n)$$

$$m = \frac{-3 \pm \sqrt{9 - 12(1-n)}}{6}$$

Pour les différents échangeurs , nous avons :

$$\begin{aligned}n &= n_I = 363 \implies m_I = 10,49 \simeq 11 \\ &= n_{II} = 545 \implies m_{II} = 12,97 \simeq 13 \\ &= n_{III.1} = 17 \implies m_{III.1} = 1,86 \simeq 2 \\ &= n_{III.2} = 15 \implies m_{III.2} = 1,71 \simeq 2\end{aligned}$$

Les cercles circonscrits aux hexagones sont concentriques au tube central de l'échangeur. Ainsi sur un même diamètre passant par le sommet des différents hexagones, la distance entre sommet correspond au pas c'est à dire la distance entre centre de tubes

Pour m hexagones , le rayon du cercle circonscrit est égal :

$$D'/2 = m.Z$$

$$D' = 2.m.Z$$

Pour les espaces perdus près du paroi de l'enveloppe circulaire nous prenons, à partir du centre du tube le plus proche de la paroi un rayon de 0,75 Dex ce qui donne un diamètre affectif égal à :

$$D = D' + 1,5 \text{ Dex}$$

$$\text{Eq.IV.37} \quad D = 2.m.Z + 1,5 \text{ Dex} = 95,26 \text{ m} + 57,15$$

C'est alors que le diamètre des différents échangeurs est :
réfrigérant de tête de colonne

$$m_I = 11$$

$$D_I = 1105 \text{ mm} = 1,105 \text{ m}$$

désorbeur

$$m_{II} = 13$$

$$D_{II} = 1296 \text{ mm} = 1,296 \text{ m}$$

Réactivateur et son réfrigérant

$$m_{III.1} = m_{III.2} = 2$$

$$D_{III.1} = D_{III.2} = 248 \text{ mm} = 0,248 \text{ m}$$

17° Les plateaux de distribution .

Les tubes utilisés sont les mêmes que ceux utilisés pour les échangeurs de chaleur. Leur longueur est d'environ 0,30 m.

C'est donc soit la moitié de la deuxième partie des tubes de 8 feet dont la première partie à servir à constituer le réfrigérant immédiat au réactivateur, soit le huitième d'un tube de 8 feet .

En admettant la même disposition que dans les échangeurs nous pouvons déterminer, connaissant la section des plaques, le nombre (m) d'hexagones suivant lesquels sont disposés ces tubes et par là , leur nombre (n) .

Le diamètre des plaques de distribution est le même que celui des sections d'adsorption et de rectification.

Le nombre d'hexagones est déduit de l'équation IV.37

$$D = 95,26 m + 57,15$$

$$D = D_o = 1130 \text{ mm}$$

$$m_o = 11,26 \quad 11$$

En portant m_o dans l'équation IV . 36 nous obtenons le nombre (n) de tubes .

$$n_o = 3m^2 + 3m + 1$$

$$m_o = 11$$

$$n_o = 396 \text{ tubes .}$$

18° Les vis de transport .

A partir de l'équation IV . 35 (b) nous déterminons le nombre de tours c'est -à-dire la vitesse de la vis .

$$\begin{aligned} \psi &= \rho I = 0,60T/m^3 \\ &= 0,30 \\ D_v &= 0,17 \text{ m} \\ p &= 0,145 \text{ m} \end{aligned}$$

$$N = \frac{60.4}{D_v^2 \cdot p \cdot I} \cdot \frac{Q}{C}$$

$$N = \frac{1}{15 \cdot (0,17)^2 \cdot \pi \cdot (0,145) \cdot (0,3) \cdot 0,60 \cdot 10^3} \cdot \frac{(M_I \text{ ou } M_{III})}{C}$$

$$N = 28,133 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{(M_I \text{ ou } M_{III})}{C}$$

* L'appareil transportant le charbon du fond de la colonne vers le tube air lift est incliné de 15° ; ce qui correspond à $C=0,7$. Le débit de charbon à transporter est $M_I = 3200 \text{ kg/h}$, ce qui donne:

$$N_I = 129 \text{ tours / mn}$$

* Venant du réactivateur, le débit du charbon est $M_{III} = 166 \text{ kg/h}$ et l'appareil est incliné de 20° , ce qui correspond à $C = 0,65$; nous avons dans ce cas alors :

$$N_{III} = 7 \text{ tours / mn}$$

19° Estimation de la hauteur totale de l'installation .

trois plateaux de distribution	1 m
chambre de détente	2,8 m
Zone d'obturation	4 m
Zone d'adsorption	1 m
deux zones de rectification	2 m
Réfrigérant de tête de colonne	3,7m
Désorbeur	2,5m
Domaine entre la chambre de détente et le réfrigérant de tête de colonne	1m

En tenant compte de la hauteur à laquelle se trouve la chambre d'admission du tube air lift, nous estimons la hauteur totale de notre installation à :

$$H = 20 \text{ m .}$$

RECAPITULATION.

I Les dimensions			
partie concernée	Diamètre (m)	Longueur (m)	nombres de tubes 24 BWG
1-Chambre de détente	0,539	2,8	-
2-zone de refroidissement de tête de colonne	1,105	3,66	363
3-zone d'adsorption	1,130	1	-
4-zone de rectification	1,130	2	-
5-zone de désorption	1,296	2,44	545
6-tube air -lift	0,248	18	-
7-réactivateur	0,248	3,66	17
8-refroidisseur après réactivation	0,248	1,8	15
9-plateau de distribution	1,130	1	396
10-zone d'obturation	-	4	-
11-Installation entière	-	20	-
II Les débits			
Gaz d'alimentation		1000 Nm ³ /h	
Gaz dans le tube air lift		12467 Nm ³ /h	
Gaz de combustion au foyer		20 Nm ³ /h	
Charbon dans la colonne principale.		3200 kg/h	
Charbon dans le tube air lift		3366kg/h	
Charbon du circuit réacteur		166 kg/h	
Eau dans le réfrigérant de tête de colonne		4 m ³ /h	
Eau dans le réfrigérant du circuit réacteur		0,5 m ³ /h	
III Echangeurs de chaleur			
zone d'échange	chaleur échangée kcal/h	surface d'échange m ²	
Réfrigérant de tête de colonne	126.700	150	
Désorbeur	134.000	150	
Réacteur	14.950	7	
Réfrigérant du réacteur	13.550	3	
IV Les vitesses linéaires			
Charbon dans la section adsorption			0,09 m/s
Charbon dans le tube air - lift			6 m/s
Gaz dans le tube air- lift			26 m/s
Gaz dans la chambre de détente			6 m/s

C O N C L U S I O N G E N E R A L E
=o=o=o=o=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=o=o=o=
=o=o=o=o=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=q=o=o=o=

Mise au point aux Etats Unis après la deuxième guerre sur base des travaux préliminaires exécutés en Angleterre et en Allemagne entre les deux guerres, l'hypersorption apparaît aujourd'hui comme un outil fondamental de l'ingénieur chimiste.

Bien que peu nombreuse dans le monde, les installations l'hypersorption ont toujours donné des résultats très satisfaisants. Assez intéressante comme méthode, l'hypersorption a trouvé de nombreuses applications que ce soit dans le sens de séparation ou celui de purification des gaz.

A travers la littérature, il ressort que l'hypersorption utilisée comme méthode de séparation, s'applique à tout mélange gazeux aussi complexe soit - il.

Plus encore, les installations d'hypersorption revêtent une simplicité dont l'origine remonte au fait qu'on a pas à recourir à un appareillage spécial.

L'adsorbant qui est l'élément de première importance dans cette méthode est facilement accessible surtout quand il s'agit du charbon, actif dont la gamme de matières premières est assez étendue.

Aussi, on reconnaît aux installations d'hypersorption une assez grande souplesse telle une fois construites, elles peuvent servir à des fins autres que celle pour laquelle, au prime abord, elles avaient été prévues.

Le principe de fonctionnement est assez simple et les paramètres extérieurs d'influence sont limités à la température et à la pression, ce qui facilite le contrôle du processus.

La méthode d'hypersorption, telle ses applications ont été décrites au chapitre III, peut bien s'insérer dans toute unité industrielle utilisant ou rejetant un courant gazeux.

La théorie de calcul ne relève pas d'un ouvrage spécialisé d'hypersorption et ne saurait être absolue.

D'autant plus que la technologie est assez simple, bien d'autres théories pourraient servir au dimensionnement d'une installation pourvu qu'elles s'entendent au principe de fonctionnement, qui lui même est régi par les lois de l'adsorption - opération unitaire dont l'hypersorption est devenue une sous partie.

Les installations industrielles sont de grande taille et traitent de grands débits. Berge décrit une installation d'hypersorption dont les caractéristiques sont : hauteur = 42,67 m ; diamètre = 1,96 m ; débit d'alimentation = 50 500 Nm³/j ; charbon = 10 21 t/j. Kehde, lui décrit un hypersorbent dont le diamètre est de 2,86 m.

Comparée à ces installations industrielles, notre calcul numérique donne une installation semi-pilote semi-industrielle dont les caractéristiques sont : hauteur = 20 m ; diamètre = 1,130 m ; alimentation 1000 Nm³/h ; charbon = 3366 kg/h. Quoique nos calculs aient été fait sur la base d'un mélange gazeux bien défini et d'un adsorbant précis (le charbon actif), nous y avons laissé une marge de sécurité qui permet d'adapter l'installation à d'autres utilisations.

Enfin notre dimensionnement aurait été complet si toutes les utilités avaient été déterminées et tout le travail soutenu par un calcul économique. Mais faute de certaines données et compte tenu du temps qui nous est alloué, nous n'avons pu mener à bout et à perfection le travail. Nous convions donc à la poursuite de ce travail qui pourrait être d'utilité dans un pays à vocation pétrochimique ou ayant des gisements de gaz naturel.

SYMBOLES UTILISES AU CHAPITRE IV

- V_o : débit volumique de l'alimentation (m^3/h)
 V_{o1} : débit volumique de l'éthylène (m^3/h)
 y : teneur du gaz d'alimentation en éthylène
 M_{o1} : Quantité de charbon nécessaire pour un m^3 de gaz (kg/m^3)
 S_o : Section de la zone d'adsorption (cm^2)
 D_o : diamètre de la zone d'adsorption (cm)
 ϕ_o : flux volumique du gaz ($Nl/mn\ cm^2$)
 P_o : Pression dans la zone d'adsorption (adm)
 T_o : Température dans la zone d'adsorption ($^{\circ}C$)
 K : Coefficient d'adsorption ($mg\ de\ C_2\ H_4 / g\ de\ charbon$)
 M_I : débit massique du charbon (kg/h)
 V_I : débit volumique du charbon (m^3/h)
 ρ_I : masse volumique du charbon (t/m^3)
 u_I : vitesse linéaire du charbon dans la zone d'adsorption (cm/mn)
 M_{PH} : vitesse de polymérisation néfaste au charbon kg/h
 M_{DH} : vitesse de dépôt de divinyle sur le charbon (kg/h)
 τ : période de réactivation en discontinu (h)
 M_{III} : débit massique du charbon à réactiver (kg/h)
 M_{air} : masse moléculaire de l'air = : 29
 M_{H_2} : masse moléculaire de l'hydrogène = : 2
 w_o : vitesse de l'air pour équilibrer une particule en chute libre
 (m/s)
 u_{oH_2} : vitesse du gaz de tête pour équilibrer une particule dans le tube
 air lift. (m/s)
 u_{H_2} : vitesse effective du gaz pour transporter les particules dans le
 tube air lift (m/s)
 M_{II} : débit massique du gaz dans le tube air lift (kg/h)
 γ_{oH_2} : densité de Hydrogène par rapport à l'air à IPN
 γ_{H_2} : densité de hydrogène dans les conditions du tube air lift.
 T_N, P_N : conditions normales de température et de pression.
 V_{II} : débit volumique du gaz dans le tube air lift (m^3/h)

- $V_{II N}$: débit volumique dans les conditions normales de T et P
 S_t, d_t : section et diamètre du tube air lift (m^3 ; m)
 D_d, S_d : diamètre et section de la chambre de détente (m ; m^2)
 u_d : vitesse du gaz dans la chambre de détente (m/s)
 u_p : vitesse des particules dans le tube air lift (m/s)
 h_m, h_d : hauteur minimale et effective de la chambre de détente (m)
 m_p : masse d'une particule (kg)
 g : accélération de la pesanteur (m/s^2)
 C_{pc}, C_{pe} : chaleur spécifique massique du charbon et de l'eau ($kcal\ ^\circ C^{-1}$
 kg^{-1})
 T_{ij} : température du corps chaud dans l'échangeur i ($^\circ C$)
 t_{ij} : température du corps froid dans l'échangeur i ($^\circ C$)
 Q_i : chaleur totale échangé dans l'échangeur i ($kcal/h$)
 G_{ie} : débit d'eau dans le refroidisseur i (kg/h)
 Q_{iH_2} : chaleur emportée par le gaz de purification dans le refroidisseur
de tête de colonne ($kcal/h$)
 C_{PH_2} : chaleur massique spécifique de l'hydrogène ($kcal/^\circ C kg$)
 A_i : surface totale d'échange à l'échangeur i (m^2)
 U_i : coefficient d'échange global de l'échangeur i ($kcal/^\circ C h m^2$)
 Q_f : chaleur produite au foyer de combustion ($kcal/h$)
 q_e : pouvoir calorifique du gaz à brûler ($kcal/m^3$)
 V_{III} : volume de gaz à brûler au foyer (m^3/h)
 D_{ex}, D_{in} : diamètres extérieur et intérieur des tubes d'échangeurs (mm)
 S_{ex}, S_{in} : surface extérieure et intérieure des tubes d'échangeurs par
unité de longueur (m^2/m)
 $S_{e i}$: surface offerte par un tube de l'échangeur i (m^2)
 N_i : nombre de tubes utilisés pour l'échangeur i (tubes)
 Z : distance entre le centre de deux tubes : le pas (mm)
 n_i : nombre d'hexagones suivant lesquels sont rangés les tubes dans
l'échangeur i.
 D_i : diamètre de l'échangeur i (m)
 D_v, P : diamètre et pas de la vis de transport (m)

- ψ : coefficient de remplissage de la vis.
- C : coefficient dû à l'inclinaison de l'appareil.
- N : nombre de tours effective par la vis pour transporter une quantité Q de substance (trs/mn)

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- (1) C.L. Mantell : Chemical Engineering Series. Adsorption
2^{de} Ed. (1951)
- (2) Wuithier : Raffinage et Genie Chimique T₁ et T₂
- (3a) Winnacker : Traité de Chimie appliquée T₁ : Genie Chimique
- (3b) Winnacker : Traité de chimie appliquée T₄ :... - Préparation et
application des substances à grandes surface -...
- (4) S.E. CHITOUR : Chimie physique des phénomènes de surface, Alger 1979.
- (5) W. Popiel : Chimie des surfaces. 2^{de} Ed. 1970. Alger
- (6a) C. Monteil : Techniques de l'Ingénieur, adsorption
J. 2730 T₂ de Genie Chimique.
- (6b) J.J. Baron : Techniques de l'Ingénieur, manutention 931 - 985
T₃ de Généralités
- (7) E.N. Serpionora : Adsorption industrielle des gaz et des vapeur
(MOSCOU 1956)
- (8) Stephen Brunauer and L.E. Copeland : Physical adsorption of gases
and vapors on solids. 340,59 - 79 (1963) dans ASTM spec. Technique
Publ.
- (9) Kuliev, Bagirov, Agakishiev : Etude des caractéristiques d'adsorption
du charbon industriel SKTM - D relatives au processus d'adsorption
à haute température. AZERBAJDZH KHIM. Zh. SUN. 2, 86 - 89 (1978)
- (10) S.E. CHOITOUR : Petrochimie T₁ et T₂ (1976)
- (11) A.L. Mond : brevet anglais 217.566 (1925)
- (12) Brevet allemand 535.064 (1931)
- (13) E. Boy : Kolloidzeitschrift, 68 ,3,367 (1934)
- (14) Donald L. Campbell et coll. : brevet USA 2.446.076 (1948)
chemical abstract 42 , 7008 (1948)
- (15) Imperial chemical Industrie : brevet anglais 569.691 (1945)
- (16) Brevet USA 2.636.574 (1953)
- (17) C. Berg : Transaction of American Institute of Chemical Engineers
42 , 4 , 665 (1946)

- (18) C. Berg : Oil and Gas J. 1,32 (1947)
- (19) Kehde et coll. : Chemical Engng Progress 44 , 8,575 (1948)
- (20) Petrol Processing 2 , 4 , 300 (1947)
- (21) Foster : Oil and gas J 7.47,15,90 (1948)
- (22) Thornton : Petrol Progress 3 , N.18 , 1052 (1948)
3 , 981 (1948)
- (23) C. Berg : Chemical Engng Progress 47 , 585 (1951)
- (24) C. Ber : Petrol Refiner, 30 , 241 (1951)
- (25) Chemical Industrie 64,6 , 911 (1949)
- (26) U.M. Platonov : Himitcheskaïa Promichlennest (Industrie chimique)
5,59 (1954) (Moscou)
- (27) C. Berg : Science of Petroleum 5. Part II 142 (1953)
- (28) C. Berg : Chemical Engineering Progress (1955)
- (29) Benedel, Erdöl und Kollo. 9 , 9,593 (1956)
- (30) C. Berg : Brevet USA 2.545.067 (1953)
- (31) Chemical Industrie 61 , 625 (1947)
- (32) Oil and gas J. 48,208 (1950)
- (33) C.Berg, Bradley: Petrol Engr 18 , 5 , 115 (1947)
- (34) C.Berg - R. Fairfield : Oil and gas j . 47 , 52,96 (1949)
- (35) C.Berg : Brevet USA 2.548.192 (1953)
- (36) Flödorov : Théorie et calcul du processus de séchage(Moscou)
- (37) Robert E . Ttreymbal : Mass - transfer operations
Chemical Age , 4, 554 (1949)
- (38) Cichelli Mariot : Brevet USA 2.631.727 (1953)
- (39) Stein F. : Ph. D . Thesis , 1952 Virginia Polytechnic Institute .
- (40) American Institute of Chemical Engineers Journal.2,N.4,456(1956)
- (41) Ryan F.A. : Ph.D.Thesis 1951 Massachussetts Institute of technology.
- (42) C. Berg : Brevet USA 2.583.352 (1952)
- (43) Manuel du chimiste T4 ; édition Moscou
- (44) Mac Adams : Transmission de la chaleur (1964)
- (45) Kasparov Golbert et coll. : Traitement chimique des hydrocarbures.
Compte rendu des conférences scientifiques(Moscou 1956)

- (47) Watson : Brevet USA 2.636. 575 (1953)
- (48) N.V. Keltsev : Industrie de gaz 10,3 (1956) (édition Moscou)
- (49) Petrol Raffiner 27,9,330 (1948)
- (50) M. Grenier : Chimie et Industrie (Genie Chimique). Supplément N° 2
93. 33 - 40 (fevrier 1965)
- (51) Manuel d'Ingénieurs de chimie T₂ Sofia 1973 (Bulgare)
- (52) Chimie et industrie (Genie Chimique) N° 23, Vol. 105, Nov. 1972.
- (53) Zv. Obretenov et Coll. : Compte rendu de l'Ecole Supérieure de
chimie Industrielle de Bourgas Tome II p; 93 - 96 (1976) (Bulgarie)
- (54) C. Chaussin - G. Hill - J. Barralis : Chaleur et Thermodynamique
5^e Ed. 1969.
- (55) KASSATKIN A.G. Processus et appareillages fondamentaux en industrie
Chimique 7^e Ed. 1960 Moscou/

