

وزارة التعليم العالي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Aex

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Genie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

ETUDE DE L'INFLUENCE DU TAUX
DE REFLUX SUR LA SEPARATION
DANS UNE COLONNE DE
RECTIFICATION

Proposé par :
M^rA. CIESLAK

Etudié par :
M^rM. BENKHELIF

Dirigé par :
M^rA. CIESLAK

PROMOTION : Juin 1990

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
Département Génie Chimique
PROJET DE FIN D'ÉTUDES.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

الموضوع : دراسة تأثير معدل الجزر على الفصل في عمود تقطير.
الملخص : عملنا يحتوي أول على إعادة تشغيل الجهاز ، ثم ثانيا دراسة تأثير معدل الجزر على الفصل في نظام متواصل.
في النظام المتقاطع، دراستنا كانت على معدل جزر متغير و تركيبة المقطر ثابتة.
أخيرا عملنا على تقدير عامل التحويل الشامل في نظام متقاطع.

SUJET : Etude de l'influence du taux de reflux sur la séparation dans une colonne de rectification.

Résumé : Notre travail consiste en premier lieu en la remise en marche de l'installation, puis en second lieu en l'étude de l'influence du taux de reflux sur la séparation en régime continu.

En régime discontinu, nous avons caractérisé l'essai à taux de reflux variable et à composition du distillat constante.

Enfin, nous avons pu évaluer les coefficients de transfert globaux en régime discontinu et à taux de reflux total.

Subject : Study of reflux ratio influence on separation in rectification column.

Smmary : our work consists firstly in repairing the installation and secondly in the study of reflux ratio influence on the continuous regime separation.

In a discontinuous regime, we have caracterized the test with variable reflux ratio and with a constant distillat composition.

Finally, we succed in evoluating the global transfert coefficients in discontinuous regime at total reflux ratio.

DEDICACES

Je dédie cet humble travail

A mes très chers père et mère pour leur sacrifice et soutien.

A mes frères et soeur qui m'ont toujours secondé et encouragé

A tous ceux qui me sont chers.

BENKHELIF Mohamed

REMERCIEMENTS

Je tiens à présenter mes profonds remerciements à Mr CIESLAK pour m'avoir dirigé, encouragé et soutenu.

Comme je tiens à remercier Mr BOURKIZA pour avoir accepté de présider le Jury.

Que Mme DJELLAS et Mr BENFEDA membres du jury, acceptent bien de recevoir mes remerciements, ainsi que les professeurs et assistants qui ont contribué à ma formation.

Qu'il me soit permis, enfin de remercier mon oncle Mustapha, ainsi que Melle AZZOUNI qui m'ont aidé à l'élaboration de cet ouvrage.

Et pour tout le monde j'exprime ma sincère gratitude.

SOMMAIRE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

PREMIERE PARTIE : THEORIE

CHAPITRE I : Généralité

I-1 : Mode d'exécution

I-2 : Objectifs de calcul d'une colonne de rectification

CHAPITRE II : CARACTERISTIQUES DES COLONNES GARNIES

II-1 : Avantages et Inconvénients des colonnes garnies

II-2 : Construction d'une colonne garnie

II-3 : Hydrodynamique des colonnes garnies

II-4 : Notions liées à l'écoulement du liquide

CHAPITRE III : ECHANGE DE MATIERE DANS UNE COLONNE GARNIE

III-1 : Modèle de transfert de masse

III-2 : Corrélation donnant les coefficients de transfert de matière

III-3 : Notion de hauteur et du nombre d'unités de transfert

CHAPITRE IV : ASPECT TECHNOLOGIQUE DE LA RECTIFICATION DANS UNE COLONNE GARNIE

IV-1 : Rectification continue

IV-2 : Rectification discontinue

DEUXIEME PARTIE : EXPERIMENTALE

CHAPITRE V : MISE EN ETAT DE L'APPAREILLAGE

CHAPITRE VI : PREPARATION DE LA CHARGE

VI-1 : Fermentation

VI-2 : Mode opératoire

CHAPITRE VII : RECTIFICATION DISCONTINUE

- VII-1 : Marche à reflux total
- vii-2 : Marche à reflux variable , composition du distillat constante

CHAPITRE VIII : RECTIFICATION CONTINUE

CONCLUSION

SYMBOLES UTILISES

a	Surface volumique d'un garnissage	m^2/m^3
a_e	Surface volumique effective	m^2/m^3
a_w	Surface volumique mouillée	m^2/m^3
A	Aire de la section droite d'une colonne	m^2
B	charge du bouilleur	moles
d	diametre nominal d'un garnissage	m
D	Diametre interieur d'une colonne	m
D_m	Débit molaire du distillat	mole/n
D_v	Coefficient de diffusion dans la phase vapeur	m^2/s
D_l	Coefficient de diffusion dans la phase liquide	m^2/s
F	Facteur du garnissage	m^2/m^3
F	Debit d'alimentation continue	kg/n
F_m	Débit molaire	mole/n
G	Débit massique du gaz par unité de section droite	kg/($m^2.s$)
G'	Débit molaire du gaz par unité de section droite	mole/($m^2.s$)
G_e	Débit massique à l'enforcement	kg/($m^2.s$)
G_{al}	Nombre de GALILLEE	
h_o	Rétention operatoire	m^3/m^3
h_c	Rétention capillaire	m^3/m^3
h_t	Rétention totale	m^3/m^3
$H.Ut$	Hauteur d'une unité de transfert	m
k_x	Coefficient de transfert partiel dans la phase gazeuse	
	moles/ $m^2.s$	
k_y	Coefficient de transfert partiel dans la phase liquide	
	moles/ $m^2.s$	

L	Débit massique du liquide par unité de section droite	kg/m ² .s
L'	Débit molaire du liquide par unité de section droite	kg/m ² .s
L	Débit massique du liquide	kg/h
M	Masse molaire	g/m
N.VT	Nombre d'unité de transfert	
P	puissance	watt
Q	Quatité de chaleur apportée au bouilleur	watt
R	Taux de reflux dans la section de concentration	
R'	Taux de reflux dans la section d'épuisement	
R _m	Taux de reflux minimum	
R _e	Nombre de REYNOLDS	
S _c	Nombre de SCHMIDT	
S _n	Nombre de SHERWOOD	
T	Temperature	
t	temps	
U _g , U _l	Vitesse fictive de la vapeur et du liquide dans la colonne supposée vide	m/s
V	Débit massique de vapeur	kg/n
V _m	Débit molaire de vapeur	mole/n
W	Débit massique du residu	kg/n
W _m	Débit molaire du residu	mole/n
X, Y	Fraction molaire du soluté dans le liquide	
Z	Hauteur du garnissage	m

SYMBOLES GRECS

μ	Viscosité dynamique	kg/m.s
ρ	Masse volumique	kg/m ³
λ	Chaleur latente de vaporisation	kcal/mole
W	Fraction vaporisée de l'alimentation	
i	indices / interface	
*	Equilibre	
G	Gaz	
L	Liquide	

INTRODUCTION

La rectification est une opération des plus importantes en génie chimique; elle permet, en jouant sur les différences de validité des constituants d'un mélange, de séparer les différents composants en fonction de leur température d'ébullition.

Notre travail a pour but d'évaluer l'influence du taux de reflux sur la séparation d'un mélange binaire eau-éthanol dans une colonne de rectification à garnissage à l'échelle laboratoire.

En premier lieu, on étudiera cette influence, en marche continue, et en second lieu en discontinue cette étude permettra aussi d'évaluer les coefficients de transfert de matière, en marche continue à taux de reflux total.

PARTIE THEORIQUE

I. GENERALITES

La rectification se trouve parmi les opérations fondamentales du génie chimique, ayant pour but de séparer un mélange grâce à la différence de composition entre le liquide et la vapeur.

Lors de ce procédé intervient le phénomène de transfert de matière entre la phase liquide et la phase vapeur circulant à contre courant dans une colonne destinée à la mise en contact intime des deux phases.

Les colonnes utilisées pour la rectification appartiennent à deux types distincts :

- les colonnes à étages (plateaux, grilles, cascades),
- les colonnes à ruissellement continu ou à garnissage.

La colonne qui est l'appareil essentiel du phénomène de rectification est réunie par sa base à un bouilleur dont la charge liquide reçoit un apport de chaleur externe destinée à assurer sa revaporisation partielle ; et par son sommet, à un condenseur où se liquifie la vapeur de tête.

Une partie du condensat, le distillat, est évacué, tandis que le reste est retourné à la colonne sous forme de reflux. Les fluides, vapeur et liquide sont continuellement en contact provoquant l'échange de matière à contre-courant.

1.1. Mode d'exécution

La rectification peut être réalisée :

1.1.a. En continu

Les débits du mélange à traiter (alimentation), du distillat et du résidu sont alors constants, le régime est établi.

L'opération est caractérisée par les données de régime et l'on s'affranchit totalement du facteur temps ou de la fraction distillée.

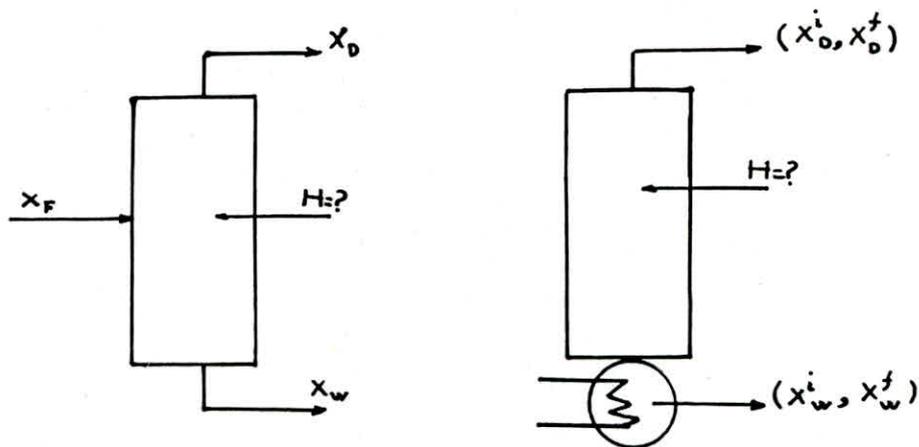
1.1.b En discontinu

Le mélange placé dans un bouilleur fournit, un distillat de composition variable avec le temps, de même le titre du liquide du bouilleur.

1.2. OBJECTIFS DE CALCUL D'UNE COLONNE DE RECTIFICATION

On distinguera deux cas de figures d'objectifs de calcul d'une colonne de rectification :

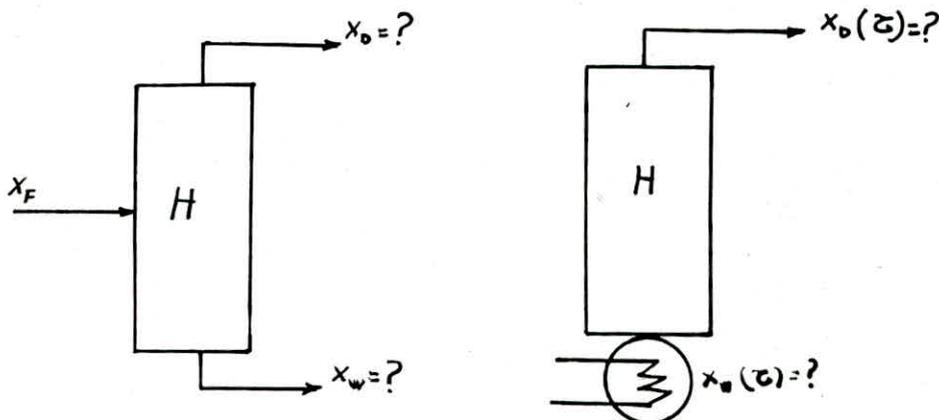
- A partir d'un mélange, on veut obtenir une séparation donnée, cela s'exprime pour une rectification, continue par une fraction du distillat ou du résidu bien déterminée et pour une rectification discontinue par la connaissance de la variation du distillat ou du résidu en fonction du temps.



Pour cela une étude est exigée, comportant les points suivants :

- . étude des propriétés physico-chimiques du mélange (viscosité, masse volumique, données d'équilibre...),
 - . calcul de la surface d'échange provenant de la construction,
 - . étude de la cinétique de transfert de matière et de chaleur,
 - . détermination du nombre de plateaux ou la hauteur du garnissage,
 - . calcul des dimensions de l'appareillage (colonne, condenseur, bouilleur).
- Etant donné une colonne de dimension connue, on étudie les possibilités de séparation du mélange suivant l'influence des paramètres suivants :
- . état thermique de l'alimentation,
 - . chaleur fournie au bouilleur,

Cela se traduit pour la rectification en continu par la variation de la fraction du distillat (ou du résidu) en fonction de ces paramètres, et pour la rectification discontinu par le facteur temps qui détermine suivant l'influence de ces paramètres cités plus haut, la composition du distillat (ou du résidu).



II. CARACTERISTIQUES DES COLONNES GARNIES

Les colonnes à garnissage ont trouvé un large domaine d'application dans la rectification. Celles-ci s'effectue dans les colonnes de ce genre en raison de la facilité de construction, et de leur faible perte de charge.

La facilité de construction est un facteur important quand on traite les liquides corrosifs ou lorsqu'on est conduit à rectifier sous-vide la perte de charge étant très faible, il en résulte un grand avantage pour ce type de rectification. Toutefois, l'efficacité d'une colonne garnie de hauteur donnée est souvent inférieure à celle d'une colonne à plateaux de même hauteur.

II.1. Avantages et Inconvénients des Colonnes Garnies

Les colonnes de rectification à garnissage sont recommandées pour :

- matières corrosives,
- vitesse ascendante faible pour les vapeurs,
- installations-pilotes : facilité de montage et de réalisation des colonnes de faible diamètre (≤ 20 cm) avec un prix de revient peu élevé,
- rétention importante.

Mais ces colonnes présentent les inconvénients suivants :

- faible flexibilité (leur efficacité diminue rapidement quand on s'éloigne des conditions optimales de fonctionnement),
- faible efficacité à grand diamètre de la colonne,
- limitation de vitesse de 50 à 75 % de celle de l'engorgement,
- les soutirages latéraux, les reflux intermédiaires sont assez difficiles à réaliser.

11.2. Construction d'une Colonne Garnie :

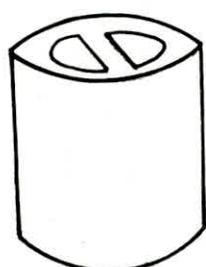
11.2.1. La garnissage

Les colonnes sont constituées par une enveloppe cylindrique métallique "garnie" de matériaux en morceaux entre lesquels passe le gaz en courant ascendant, tandis-que le liquide arrose le garnissage et descend à travers lui. Vu que la qualité d'échange est liée à la surface de contact des deux phases, l'utilisation de petits éléments a permis d'augmenter la surface d'échange et de là, à garder longtemps possible le contact liquide-vapeur.

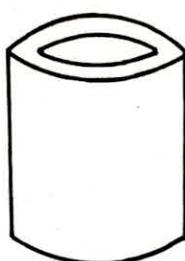
11.2.2. Différents Types de Garnissage

On en distingue plusieurs sortes. Leur mode d'empilement est soit en vrac ou occupant toute la section de la colonne, les plus utilisés sont les anneaux Raching, Lessing et Pall.

Les selles de Berl et Inalox et les garnissages Sedman et Spraypak.



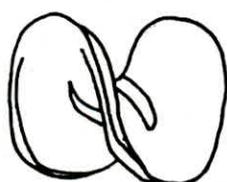
anneau Lessing



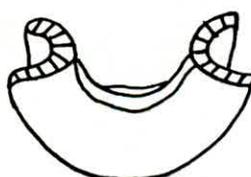
anneau Rashing



anneau Pall



Selle de Berl



Selle Intalox

- De nombreux garnissages ont été développés ces dernières où le matériel de construction utilisé est un métal. On citera les garnissages de STEDMAN, PANAPAK et YORKMESH (10) qui sont utilisés aussi bien dans les grandes installations que dans les petites. Ils se présentent sous forme de câble maillé ou sous forme de plateaux ondulés faits de plusieurs couches de métal superposées.

- De nombreux garnissages ont été développés ces dernières années où le matériel de construction utilisé est un métal. On citera les garnissages de STEDMAN, PANAPAK et YORMESH (10) qui sont utilisés aussi bien dans les grandes installations que dans les petites. Il se présentent sous forme de câble maillé ou sous forme de plateaux ondulés faits de plusieurs couches de métal superposées.

11.3. HYDRODYNAMIQUE DES COLONNES GARNIES

11-3-1 PERTE DE CHARGE

Dans une colonne à garnissage, la perte de charge augmente avec le débit de gaz (G), pour une valeur fixé du débit liquide (L).

Pour une valeur de liquide nulle, la variation de la perte de charge : en fonction du débit gazeux s'exprime par la formule d'ERGUN (5) :

$$\left(\frac{\Delta P}{Z}\right)_G = h_k G + h_b G^2 \quad (II-1)$$

h_k = paramètre de KOZENY - KARMEN.

h_b = paramètre de BURKE - PLUMER.

Ces paramètres sont en fonction des caractéristiques du gaz et du garnissage.

Sur la fig. (II-1) $\frac{\Delta P}{Z}$ est une droite de pente légèrement inférieure à deux, les coordonnées sont logarithmiques.

Pour un débit donné (L), la variation a la même allure. $(\Delta P/Z)$ est sensiblement proportionnel au carré de la vitesse du gaz.

Pour une certaine valeur de (G) on observe un changement d'allure de la courbe au point A (Fig. II.1).

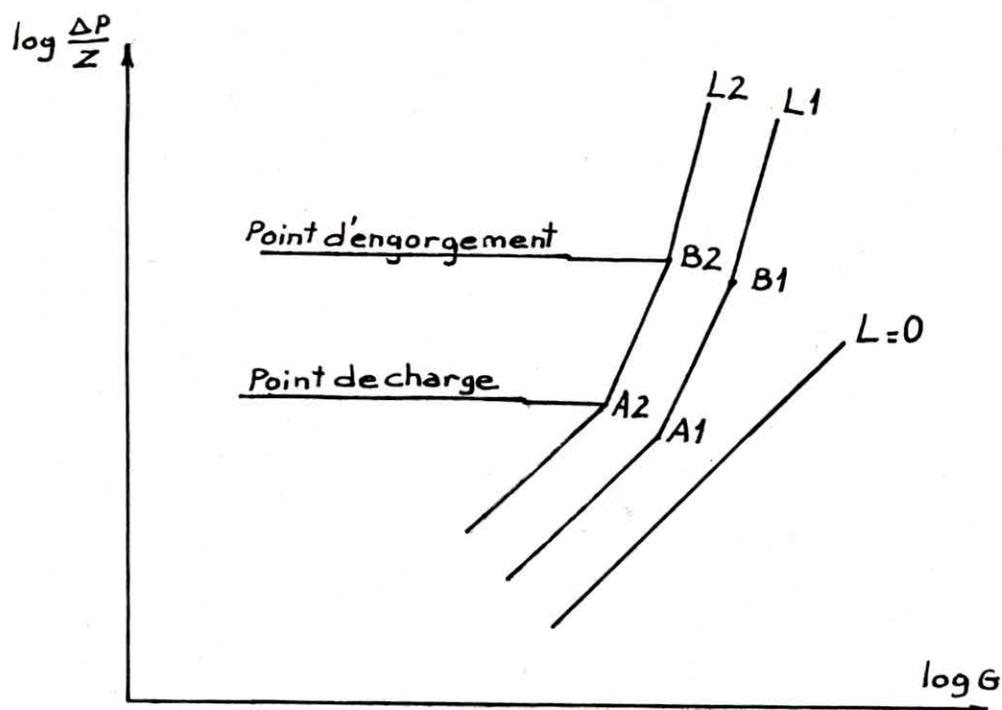


Fig. (II-1) : Evolution de la perte de charge en fonction des débits gazeux et liquides dans une colonne à garnissage.

Ceci s'explique par le frottement du gaz qui gêne la descente du liquide, provoquant une augmentation de la rétention du liquide qui à son tour diminue l'espace libre offert au gaz.

Ce point de discontinuité est appelé : point DE CHARGE.

En augmentant encore (G), $\Delta P/Z$ augmente encore plus rapidement jusqu'à un point de discontinuité appelé : point d'ENGORGEMENT.

Au delà de ce point, tout le liquide ne peut s'écouler à travers le garnissage et forme une émulsion en tête de garnissage. Ceci est un point de mauvais fonctionnement. De là, le débit correspondant à l'engorgement est le débit maximal compatible à un fonctionnement normal de l'installation.

La variation de $\Delta P/Z$ en dessous du point de charge à travers les lits d'anneaux Rashing, Pall ou de Selles de Berl est donnée par la formule empirique de Leva /5/

$$\frac{\Delta P}{Z} = \gamma \cdot 10^{\beta L / \rho L} \cdot \frac{G^2}{\rho g} \quad (II-2)$$

γ et β : constantes caractéristiques du garnissage.

11-3-2. Engorgement

L'engorgement est un phénomène indésirable qui se manifeste par l'obstruction du passage à la phase liquide par la phase vapeur. La vitesse massique du gaz à l'engorgement G_g est déterminé à l'aide d'une corrélation entre X et Y (Fig. 11-2).

avec

$$X = (L/G) (\rho_v / \rho_L)^{1/2} \quad (11-3)$$

$$Y = G_g F \left(\frac{\rho_L}{\rho_w} \right)^2 / (g \rho_v \rho_L)$$

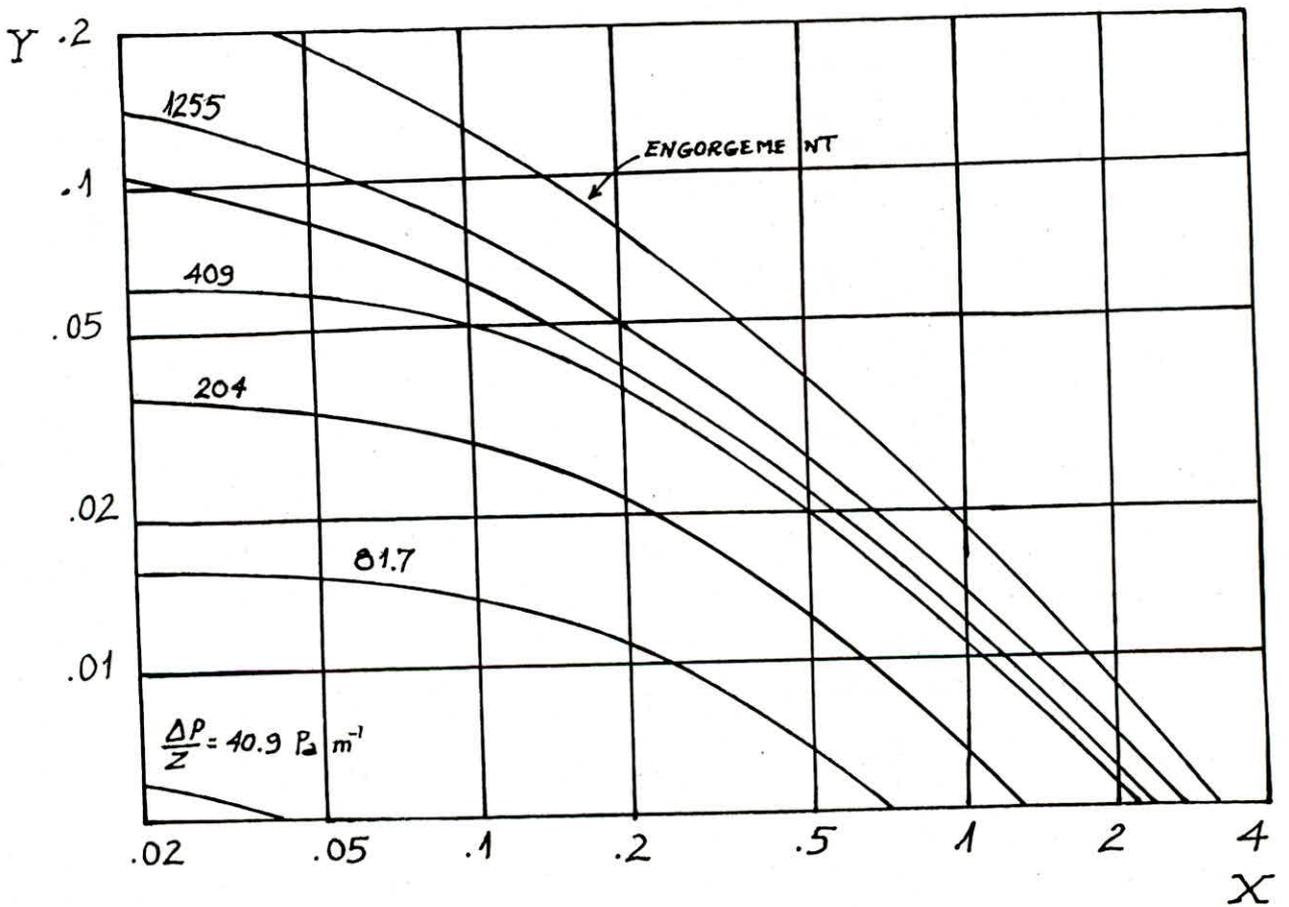
SAWISTOWSKI /5/ a repris une étude de bain et hougen /5/ pour proposer l'approximation suivante :

$$Y = \exp(-4,0 x^{.25}) \quad (11-4)$$

valable dans l'intervalle $0,02 \leq x \leq 4$; pour des calculs plus précis et tant que $x \leq 10$ nous suggérons :

$$Y = 0,684 \exp(-3,61 x^{.286}) \quad (11-5)$$

Il est prudent d'adopter une vitesse massique, au maximum égale de 60 à 70% de la valeur à l'engorgement.



FIG(11-2) CORRELATION GRAPHIQUE DE PERTE DE PRESSION

11-4 NOTIONS Liées à l'écoulement du liquide

La rétention est le volume liquide accumulé par unité de volume et est égale à la somme de la rétention (h_c) et de la rétention opératoire (h_0).

La rétention capillaire est fonction seulement du nombre d'Eötvös, pour un type de garnissage donné (Fig. 11-3). $Eö = \rho \cdot g \cdot d^2 / \gamma$

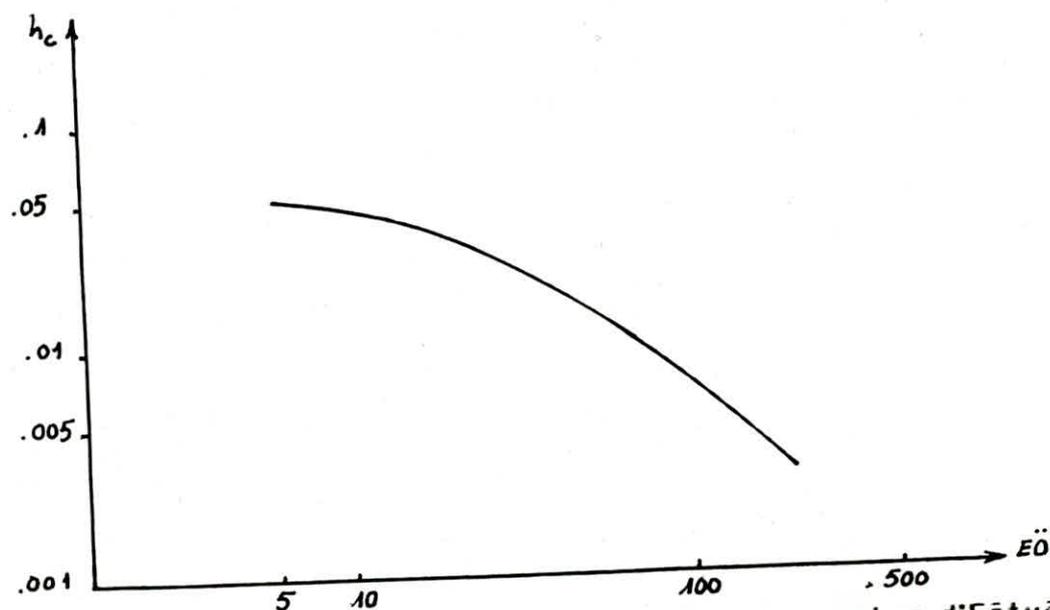


Fig. (11-3) : Rétention capillaire en fonction du nombre d'Eötvös.

La rétention opératoire correspond au liquide qui s'accumule dans la colonne au fonctionnement mais, s'écoulant à l'arrêt. Elle peut être déterminée par l'équation suivante :

$$h_0 = 1,295 \text{ a. d. } Re_l^{0,676} G^{-0,47} \quad (11.6)$$

MORRIS et JACKSON /4/ appellent le taux de mouillage, le rapport du débit volumique du liquide sur le périmètre mouillable dans une section droite A_B et donnent :

$$L / a \cdot \rho_l \geq 0.000025 \text{ m}^2/\text{s}$$

le ruissellement sur le garnissage ne s'effectue pas sous forme de film si le mouillage est supérieur à $0.0002 \text{ m}^2/\text{s}$.

La surface mouillée est sensiblement indépendante de la vitesse massique du gaz et est une fonction croissante du débit massique du liquide ONDA et COLL proposent /4/.

$$a_w/a = 1 - \exp(1,45 (\gamma_L/\gamma)^{0,75} (a.d)^{-0,35} Ga_L^{-0,05} We_L^{0,2} \quad (II-7)$$

La surface volumique (a_e) effectivement utilisée pour le transfert peut être décomposée en deux termes :

- une fraction seulement de la surface mouillée (en effet il y a lieu d'exclure les zones mortes, localisation principales de la rétention statique).

- l'aire des gouttes qui tombent d'éléments sur le suivant :

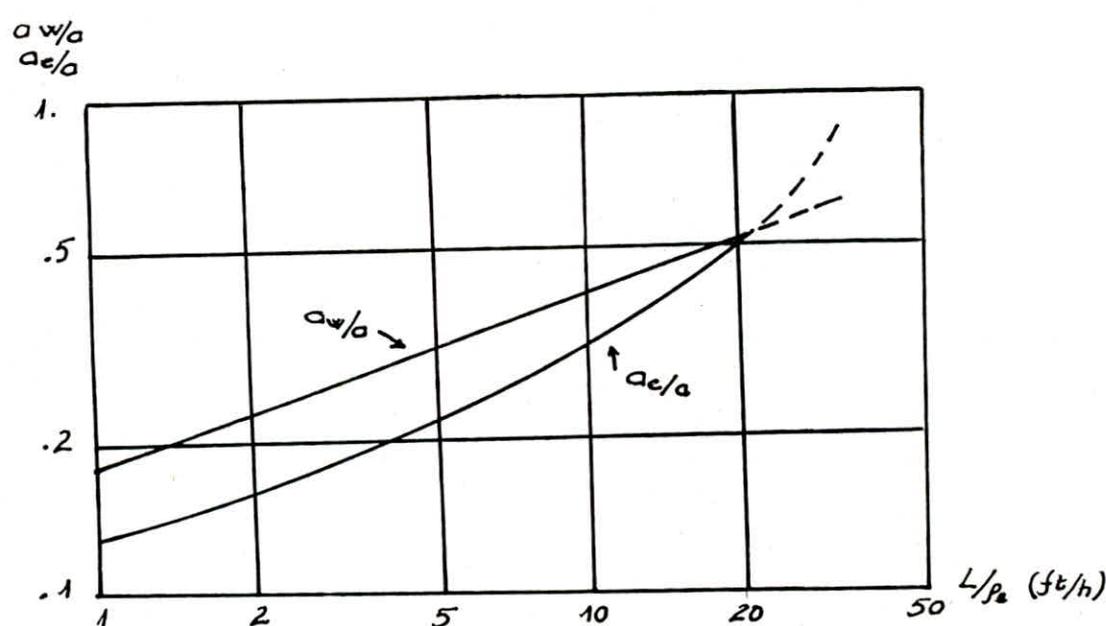


Fig. (II-4) : Aire Mouillée et Aire Effective en fonction de la vitesse superficielle du Liquide.

En analysant la figure (II-4) nous remarquons que tant que la zone de charge n'est pas atteinte, la surface effective est sensiblement indépendante de la vitesse du gaz. Aux valeurs modérées de la vitesse superficielle du liquide ($L/\rho_e = 1$), la contribution de la surface des gouttes est faible, et la surface effectivement utilisée est inférieure à la surface mouillée ; à mesure que la vitesse superficielle du liquide croît, la contribution des gouttes compense l'influence des zones mortes et la surface effective égale puis supérieure à la surface mouillée.

III. ECHANGE DE MATIERE DANS UNE COLONNE GARNIE

Une colonne de rectification garnie est un exemple d'un échangeur de matière entre la phase vapeur et la phase liquide où l'objectif principal est de calculer le flux de matière transférée entre les phases en contact pour un volume différentiel, ceci pour prédire la variation continue de la concentration et de là, l'effet de séparation.

En supposant l'écoulement piston des phases et l'uniformité de la concentration dans chaque phase pour toute une section, on peut adopter les équations de bilan de matière qui expriment les principes de la répartition de la concentration en sens axial.

$$N_A = \frac{d(G \cdot y)}{dZ} = k_y a (y^i - y) ; (Z=0 : y = y^*) \text{ (III-1)}$$

$$N_A = \frac{d(L \cdot x)}{dZ} = k_x a (x - x^i) (Z=0 : x = x^*) \text{ (III-2)}$$

Où $(x - x^i)$ et $(y^i - y)$ représentant les forces motrices du transfert et "a" l'aire interfaciale.

k_x et k_y sont les coefficients de transfert locaux qui ne peuvent être calculés qu'à partir des relations empiriques.

III.1. Modèles de transfert de masse

Il existe plusieurs modèles qui représentent la théorie du transfert de matière, mais on n'en citera que les suivants :

III.1.a. MODELE DU DOUBLE FILM

La théorie du double film de WHITMAN /1/, suppose que la résistance au transfert est localisée dans les deux films d'épaisseurs δ_G et δ_L dans lesquels le mouvement des fluides est laminaire et c'est le transfert des constituants dans ces films qui conditionne la vitesse de migration des constituants d'un fluide vers l'autre.

Par contre, à l'interface il n'existe aucune résistance au transfert car il s'établit un équilibre thermodynamique entre les titres y^i et x^i ce qui implique une résistance nulle au transfert tandis que dans chaque film il existe un gradient mesurable de titre :

De y^i à y dans le film vapeur

et de x à x^i dans le film liquide.

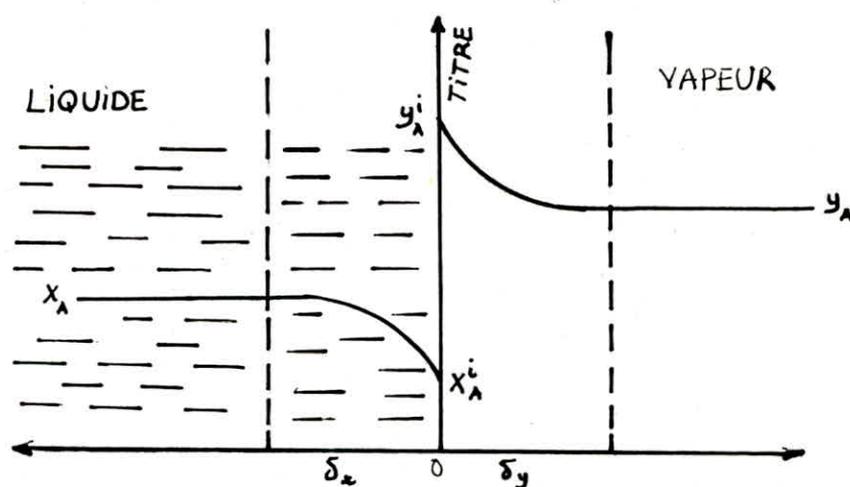


Fig. (III.1) : THEORIE DU DOUBLE FILM

Par ailleurs, on admet qu'en dehors de ces films, les titres y et x sont constants dans chaque phase. Cette constance résulte de la grande turbulence qui règne dans les deux phases.

On notera qu'en réalité l'hypothèse du régime laminaire dans le film liquide n'est pas toujours vérifiée du fait que pour les colonnes à garnissages, le ruissellement du liquide à travers les éléments garnis devient turbulent à proximité de l'interface ce qui fausse les hypothèses sur lesquelles cette théorie, se base.

Cette théorie propose aussi la détermination des coefficients de transfert de matière de la façon suivante :

$$k_G = D_G / (\delta_G \cdot RT) \quad (III.3)$$

$$k_L = D_L / \delta_L \quad (III-4)$$

mais ce calcul reste impossible du fait de l'impossibilité d'évaluation des épaisseurs des films δ_G et δ_L .

III.1.b. Théorie de pénétration

La théorie de pénétration proposée par HIGBIE /9/ et revue par DANCKWERTS /9/ suppose un renouvellement des éléments fluides de petites dimensions présents à l'interface à un instant déterminé par des éléments qui viennent au sein de chaque phase (sans qu'il y ait pour cela un mouvement d'ensemble dans les phases en présence). Le paramètre de DANCKWERTS /9/ " δ " étant une caractéristique de la fonction de distribution des temps de séjour des constituants à l'interface.

Les coefficients de transfert partiels sont définis par /

$$k_G = (D_G \cdot \delta_G)^{1/2} / RT \quad (\text{III-5})$$

$$k_L = (D_L \cdot \delta_L)^{1/2} \quad (\text{III-6})$$

III.2. Corrélations donnant les coefficients de transfert de matière :

La résolution des équations de diffusion et d'écoulement conduisant à l'évaluation des profils de concentration et des coefficients de transfert n'est possible que dans un nombre limité de cas.

Dans la plupart des situations, on sera obligé d'avoir recours à des relations empiriques ou semi-empiriques pour évaluer les coefficients de transfert.

- Phase liquide

Pour le transfert dans la phase liquide ONDA et COLL /5/ ont proposé la formule suivante :

$$k_L [S_L (\mu_L \cdot g)] = 0.021 \cdot (a.d)^{-0.49} Re_L \cdot Sc_L^{-0.5} \quad (\text{III-7})$$

où k_L est exprimé en m/s.

Le flux de matière transférée s'exprime par :

$$N_A = k_L \Delta C_A = k_L \cdot C \cdot \frac{\Delta C_A}{C} = k_x \Delta x_A \quad (\text{III-8})$$

$$\text{d'où } k_x = k_L \cdot C \quad (\text{III-9})$$

- Phase gazeuse

Pour le transfert en phase gazeuse avec des garnissages de dimensions nominales supérieures à 0,0127 m, les mêmes auteurs recommandent :

$$Sh_G = 5.23 (a.d)^{-1,7} R_{eG}^{0,7} S_{eG}^{1/3} \quad (III-10)$$

et pour un diamètre inférieur à 0.0127 m

$$Sh_G = 2.00 (a.d)^{-1,7} R_{eG} S_{eG}^{1/3} \quad (III-11)$$

où k_G est exprimé en

$$\left[\frac{\text{m. moles}}{\text{l.atm.s}} \right]$$

De même, le flux de matière transférée s'exprime par :

$$N_A = k_c \Delta C_A = \frac{k_c}{RT} \Delta P_A = \frac{k_c P_t}{RT} = k_y \Delta y_A \quad (III-12)$$

d'où

$$k_y = \frac{k_c P_t}{R.T} \quad (III-13)$$

III.3. Notion de hauteur et du nombre d'unités de transfert

Dans une colonne de rectification à garnissage, il est souvent plus facile d'évaluer les coefficients de transfert globaux que les coefficients individuels ; les relations qui les lient sont les suivantes :

$$\frac{1}{K_x} = \frac{1}{k_x} + \frac{1}{mk_y} \quad (III-14)$$

$$\frac{1}{K_y} = \frac{1}{k_y} + \frac{m}{k_x} \quad (III-15)$$

où m représente la pente de la courbe d'équilibre.

Les équations (III-1) et (III-2) deviennent :

$$N_A = \frac{d(G.y)}{dZ} = k_{y,a} (y^* - y) \quad (\text{III-16})$$

$$N_A = \frac{d(G.x)}{dZ} = k_{x,a} (x - x^*) \quad (\text{III-17})$$

L'intégration de ces équations formulées ci-dessus donne :

$$\Delta H = \int_{H_0}^{H_1} dZ = \frac{G}{k_{y,a}} \int_{y^0}^{y^1} \frac{dy}{y^* - y} \quad (\text{III-18})$$

$$\Delta H = \int_{H_0}^{H_1} dZ = \frac{L}{k_{x,a}} \int_{x^0}^{x^1} \frac{dx}{x - x^*} \quad (\text{III-19})$$

En définissant la hauteur et le nombre d'unités de transfert comme suit on aura :

phase liquide :

$$(N.U.T)_{OL} = \int_{x^0}^{x^1} \frac{dx}{x - x^*} \text{ et } (H.T.U)_{OL} = \frac{L}{k_{x,a}} \quad (\text{III-20})$$

phase vapeur :

$$(N.U.T)_{OV} = \int_{y^0}^{y^1} \frac{dy}{y^* - y} \text{ et } (H.T.U)_{OG} = \frac{G}{k_{y,a}} \quad (\text{III-21})$$

Alors la hauteur du garnissage sera donnée par les relations suivantes :

$$\Delta H = (H.T.U)_{OL} (N.U.T)_{OL} \quad (\text{III-22})$$

$$\Delta H = (H.T.U)_{OV} (N.U.T)_{OV} \quad (\text{III-23})$$

IV. ASPECT TECHNOLOGIQUE DE LA RECTIFICATION DANS UNE COLONNE GARNIE

IV.1 : RECTIFICATION CONTINUE

Dans le cas de la rectification continue en régime établi, les débits, les concentrations et les températures en un point quelconque de l'installation, sont indépendantes du temps, ces colonnes produisent en tête un distillat et au fonds un résidu, dont les compositions, les débits et les températures sont constants.

IV.1.a. Bilans de matière et thermiques globaux

La base de calcul à effectuer pour les bilans de matière et les bilans thermiques en régime stationnaire établi est formulée comme suit :

Les quantités de masse et de chaleur entrantes et sortantes pour une partie ou l'ensemble du stade de rectification sont égales :

- Bilan de matière global

$$F = W + D \quad (IV-1)$$

- Bilan sur le constituant le plus volatil

$$F \cdot x_F = D \cdot x_D + W \cdot x_W \quad (IV-2)$$

- Bilan thermique global

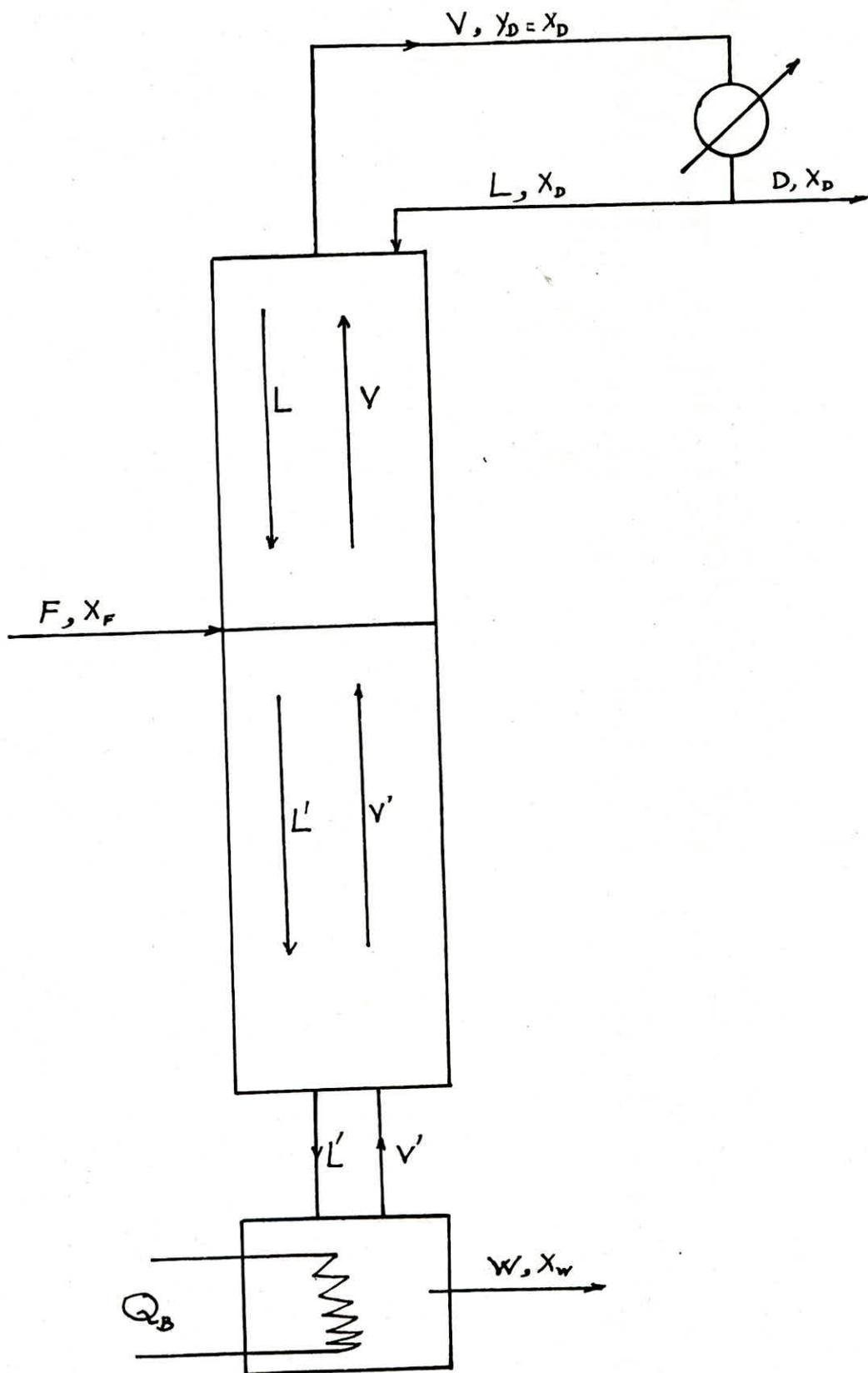
$$F \cdot h_F = D \cdot h_D + W \cdot h_W + Q_C - Q_B - Q_{\text{perte}} \quad (IV-3)$$

- La résolution des équations (IV-1) et (IV-2) donnent D et W

$$D = F \cdot \frac{x_F - x_W}{x_D - x_W} \quad \text{et} \quad W = F \cdot \frac{x_D - x_F}{x_D - x_W} \quad (IV-4)$$

IV-1-b. Equations des droites opératoires

La méthode de Mc CABE et THIEL se basant sur les hypothèses de Lewis /3/ permet d'écrire les équations des droites opératoires.



Dans un premier temps, pour simplifier les calculs, nous pouvons écrire les hypothèses suivantes :

- l'alimentation est introduite sous forme de liquide bouillant.
- toutes les vapeurs de tête sont totalement condensées.
- $L' = L + F$; $V = V''$

a - Section concentration

Considérons le système formé par le condenseur et un niveau quelconque situé au dessus du point d'alimentation, le bilan sur le constituant le plus volatil s'écrit :

$$V.y = L.x + D.x_D \quad (IV-5)$$

Soit

$$y = \frac{L}{V} x + \frac{D}{V} x_D \quad (IV-6)$$

C'est l'équation de la section de concentration.

b- Section d'épuisement

Le bilan de matière situé entre le niveau située au dessus du point d'alimentation et le bouilleur s'écrit :

$$V'y + W.x_W = L'.x \quad (IV-7)$$

IV-1-c TAUX DE REFLUX

Le taux de reflux (R) est défini comme étant le rapport entre la quantité du liquide (L) sortante du condenseur (et qui est retournée à la colonne) et la quantité du distillat qu'on obtient.

$$R = \frac{L}{D} \quad (IV-8)$$

Ce taux de reflux est un des paramètres influant sur la séparation, il permet d'enrichir la vapeur ascendante dans la colonne en augmentant le contact liquide-vapeur.

- Reflux Minimum

Il existe pour chaque séparation une valeur minimale de reflux (R) au dessous de laquelle la séparation ne peut être assurée.

Cette limite correspond, pour le tronçon de concentration par exemple à la quantité minimale de reflux L qu'il faut admettre pour dissoudre et entraîner vers le bas le constituant le plus lourd.

Si le taux de reflux est progressivement augmenté quand le distillat diminue, L tend vers V ; $L = V$ à la limite et R est infini, la pente de la droite de concentration devient égale à l'unité (confondue avec la diagonale) par contre plus le reflux diminue, plus la pente de la droite opératoire décroît et la pente de la droite opératoire de la section épuisement s'accroît pour rejoindre au point "J" la courbe d'équilibre.

A reflux total $R = \infty$, les deux courbes opératoires se déplacent vers la diagonale, et on ne recueillera pas de distillat. Fig. (IV-1).

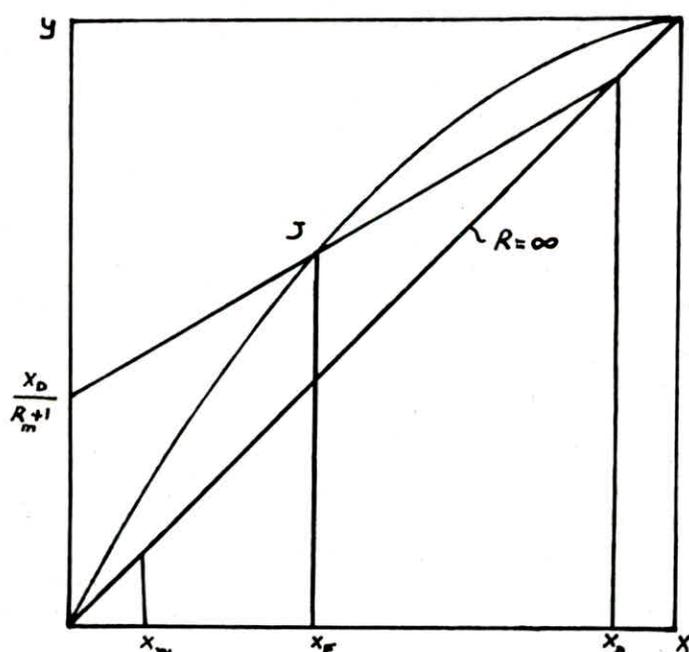


Fig. (IV-1) : Reflux Minimum et Reflux Total

- Taux de reflux optimum

Pour arriver à un mode opératoire raisonnable, il faut fixer un taux de reflux compris entre R_m et l'infini. Ce choix du taux de reflux représente une optimisation car il faut minimiser le prix de revient.

Le taux de reflux le plus économique est compris entre 1,2 et 1,5 du taux de reflux minimum.

$$R_{op} = (1,2 \div 1,5) R_{min} \quad (IV-9)$$

Ayant fixé un taux de reflux, on peut exprimer les droites opératoires en fonction des reflux choisis.

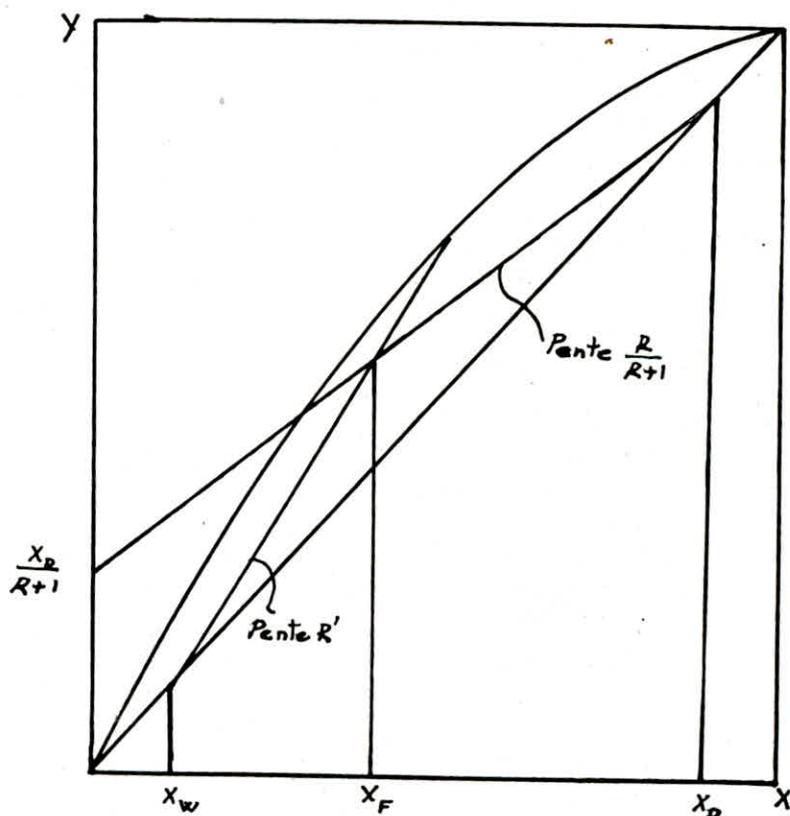
On aura d'après les équations (IV-6) et (IV-8).

$$y = \frac{R}{R+1} x + \frac{x_D}{R+1} \quad (IV-10)$$

Droite opératoire section rectification et d'après (IV-7) et (IV-8).

$$y = R'x - (R' - 1)x_w \quad (IV-11)$$

Droite opératoire section épauisement



FIG(IV-2) DROITES OPERATOIRES SUIVANT LA METHODE DE Mc CABE et THIEL

IV.1.d. Etat Thermique de l'Alimentation

Ayant obtenu le point d'intersection des deux courbes opératoires, il faut déterminer la droite d'état thermique qui passe par le point et qui possède une pente dépendante de l'état thermique de l'alimentation.

Cette équation s'exprime par :

$$y = \frac{w-1}{w}x + \frac{x_F}{w} \quad (\text{IV-12})$$

Suivant l'état thermique de l'alimentation on aura plusieurs cas de figure

	$w < 0$ $T_F < T_{eb}$	$w = 0$ $T_F = T_{eb}$	$0 < w < 1$ $T_{eb} < T_F < T_r$	$w = 1$ $T_F = T_r$	$w > 1$ $T_F > T_r$
ETAT PHYSIQUE DE L'ALIMENTATION	SOUS REFROIDIE	LIQUIDE AU POINT D'EBULLITION	PARTIELLEMENT VAPORISEE	TOTALEMENT VAPORISEE	SURCHAUFFEE
PENTE DE LA DROITE D'ETAT THERMIQUE	POSITIVE	INFINIE	NEGATIVE	NULLE	POSITIVE
ABSCISSE A L'ORIGINE	$< x_F$	x_F	$x_F/(1-w)$	∞	$< x_F$

Tableau (IV-1) : Etat Thermique de l'Alimentation

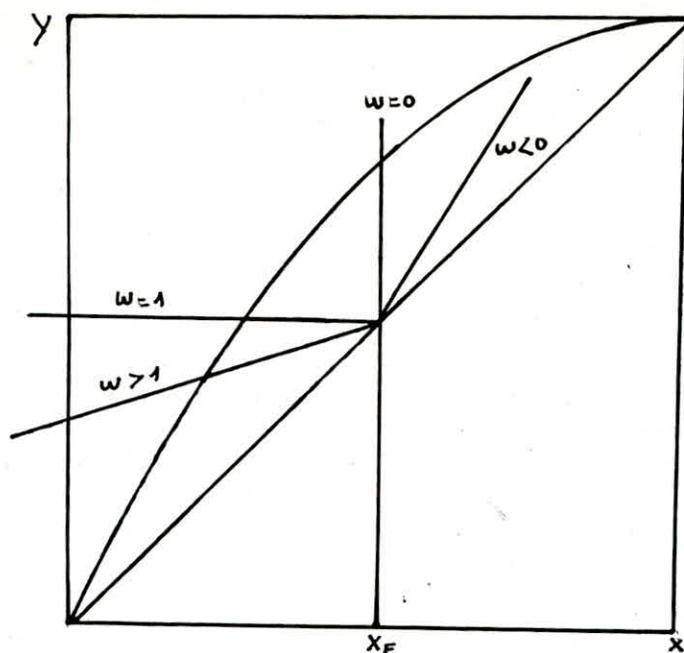


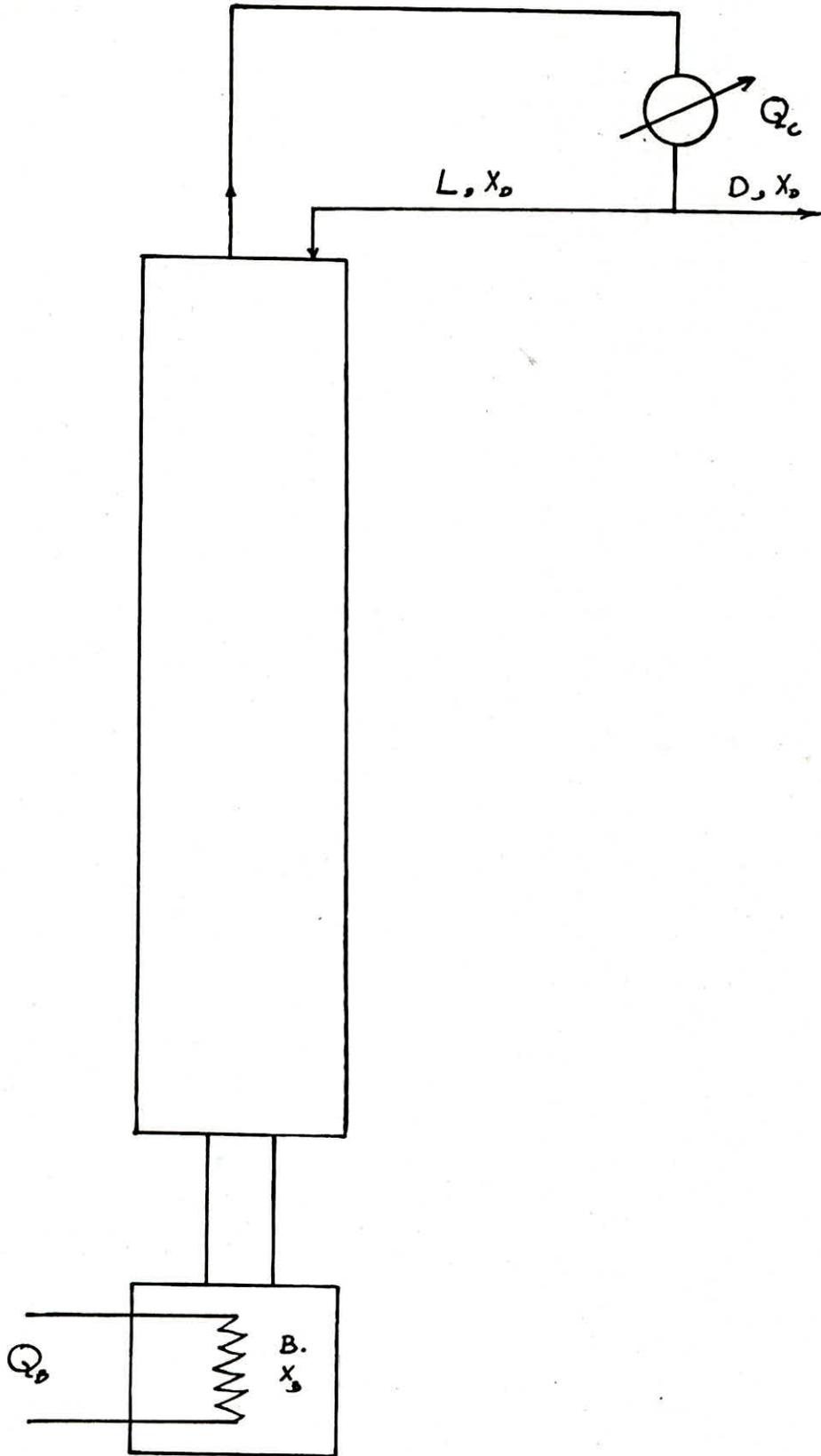
Fig. (IV-3) : Droite d'Etat Thermique

IV-2. Rectification Discontinue

Ce mode opératoire est plutôt rarement utilisé dans l'industrie et est réservé à la production de produits coûteux et de faibles tonnages annuels (industrie pharmaceutiques) ; ou encore pratiqué au laboratoire aux fins d'analyse. Cependant, la rectification discontinue permet de séparer les "n" constituants d'un mélange complexe au moyen d'une seule colonne alors qu'en travaillant en continu il faudrait (n-1) colonnes pour assurer la même séparation.

Cette séparation se différencie essentiellement de la rectification continue par la variation régulière des paramètres locaux au cours du temps : concentration, températures et quelquefois débits. La discontinuité du processus rend les calculs à faire plus difficiles.

IV.2.1. Installation et Mode Opératoire



$$B \cdot x_B = (B - dB)(x_B - dx_B) + x_D \cdot dD \quad (IV-13)$$

En négligeant les termes différentiels du second ordre il vient :

$$0 = -x_B \cdot dB - B \cdot dx_B + x_D \cdot dD \quad (IV-14)$$

Or $dB = dD$

d'où

$$\frac{dB}{B} = \frac{-dx_B}{x_B - x_D} = \frac{dx_B}{x_D - x_B} \quad (IV-15)$$

L'intégration entre le temps $t=0$ et le temps (fin de l'opération) pour lequel le mélange final est B_f de composition x_{Bf} conduit à la formule connue sous le nom de l'intégrale de RAYLEIGH

$$\text{LN} \frac{B_i}{B_f} = \int_{x_{Bf}}^{x_{Bi}} \frac{dx_B}{x_D - x_B} \quad (IV-16)$$

L'intégrale ne peut se calculer que si l'on connaît la fonction :

$$x_D = f(x_B)$$

Cette fonction dépend du mélange distillé et de l'appareillage utilisé.

Nous pouvons écrire $x_D = f(x_B, R, H)$

La quantité de distillat recueillie au bout du temps t , notée D_t et la composition globale x_G s'obtiennent par bilan de matière :

$$B_i - B_t = D_t \quad (IV-17)$$

$$B_i \cdot x_{Bi} - B_t \cdot x_{Bt} = D_t \cdot x_G \quad (IV-18)$$

d'où

$$x_D = \frac{\frac{B_i}{dt} \cdot x_{Bi} - x_{Bt}}{\frac{B_i}{B_t} - 1} \quad (IV-19)$$

En fixant l'épuisement, c'est à dire x_{Bt} pour x_{Bi} et B_i données, on calcule par intégrale le rapport $\frac{B_i}{B_t}$ et on obtient D_t et x_D .

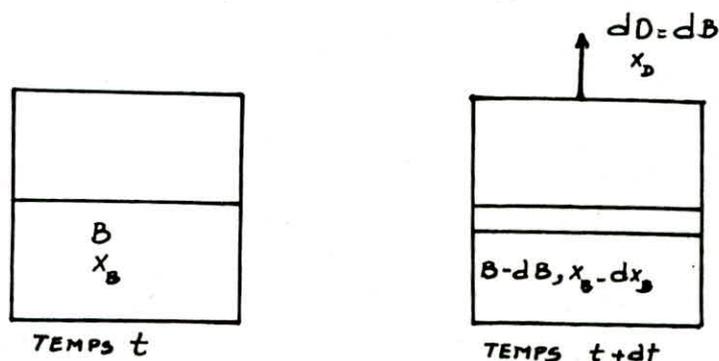
La rectification en discontinu est réalisée en chargeant le bouilleur du produit à distiller lequel est surmonté d'une colonne, comportant au sommet un dispositif de reflux et de soutirage du distillat.

La valeur de la charge ainsi que sa concentration varient continuellement pendant le fonctionnement. On distingue deux modes opératoires :

- taux de reflux constant et composition instantanée du distillat variable,
- composition constante du distillat et taux de reflux variable.

IV-2.2. Evolution de la Composition du Distillat et de la Masse du Bouilleur

Pour formuler une relation entre les quantités et les concentrations du mélange dans le bouilleur, et du distillat recueilli, il faut envisager leurs variations pendant le temps. En faisant abstraction de la rétention, le bilan de matière entre le temps t et $t+dt$ s'écrit :



B : quantité dans le bouilleur à l'instant t de composition x_B .

$B - dB$: quantité dans le bouilleur à l'instant $t + dt$ de composition $x_B - dx_B$.

dD : quantité de distillat recueilli pendant le temps dt , de composition x_D .

II-2.3. Evolution du Taux de Reflux

Après avoir déterminé le reflux minimum, on opère le choix de la hauteur du garnissage et de la valeur du taux de reflux en fin d'opération.

La valeur de la composition du bouilleur x_B est déterminée pour chaque valeur du taux de reflux R .

On obtient la fonction $x_B = f(R)$.

D'autre part le bilan de matière conduit à :

au temps t quelconque :

$$B_1 - B = D \quad (IV-20)$$

$$B_1 x_{B1} - B x_B = D x_D \quad (IV-21)$$

d'où

$$\frac{D}{B_1} = \frac{x_{B1} - x_B}{x_D - x_B} \quad (IV-22)$$

Dans ces conditions $\frac{D}{B_1}$ représente l'avancement de la rectification, c'est à dire le nombre de moles du distillat recueillies au temps t par rapport à la charge initiale.

On peut alors tracer la fonction $R = f\left(\frac{D}{B_1}\right)$

Pour chaque valeur du taux de reflux on a un taux d'avancement donné.

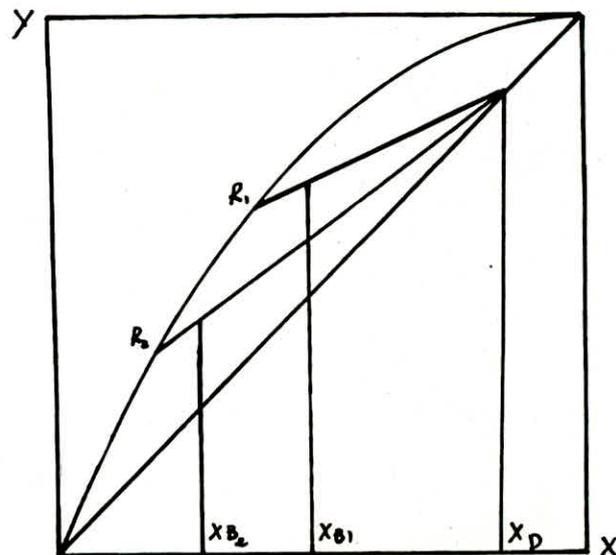


Fig. (II-4): Rectification Discontinue avec une Composition du Distillat Constante

PARTIE EXPERIMENTALE

V MISE EN ETAT DE L'APPAREILLAGE

Nous avons remarqué en faisant un essai d'étanchéité, des imperfections au niveau des soudures, des fuites ont été observées surtout au niveau du bouilleur et du condenseur.

Donc, le premier travail à faire était de resouder, ce qui a été difficile à cause du manque d'un soudeur qualifié au département génie mécanique, puis nous avons opté pour modifier la bride de fixation des thermoplongeurs qui présentait une épaisseur non suffisante (FIG V-1).

Aussi, nous avons remarqué que l'écoulement du fluide au niveau des conduites du condensat et du distillat doit se faire sans que la vapeur ne lui fait obstacle, pour y remédier nous avons apporté la modification décrite sur la figure V-2 .

Une fois ces modifications apportées, l'appareillage était prêt à fonctionner.

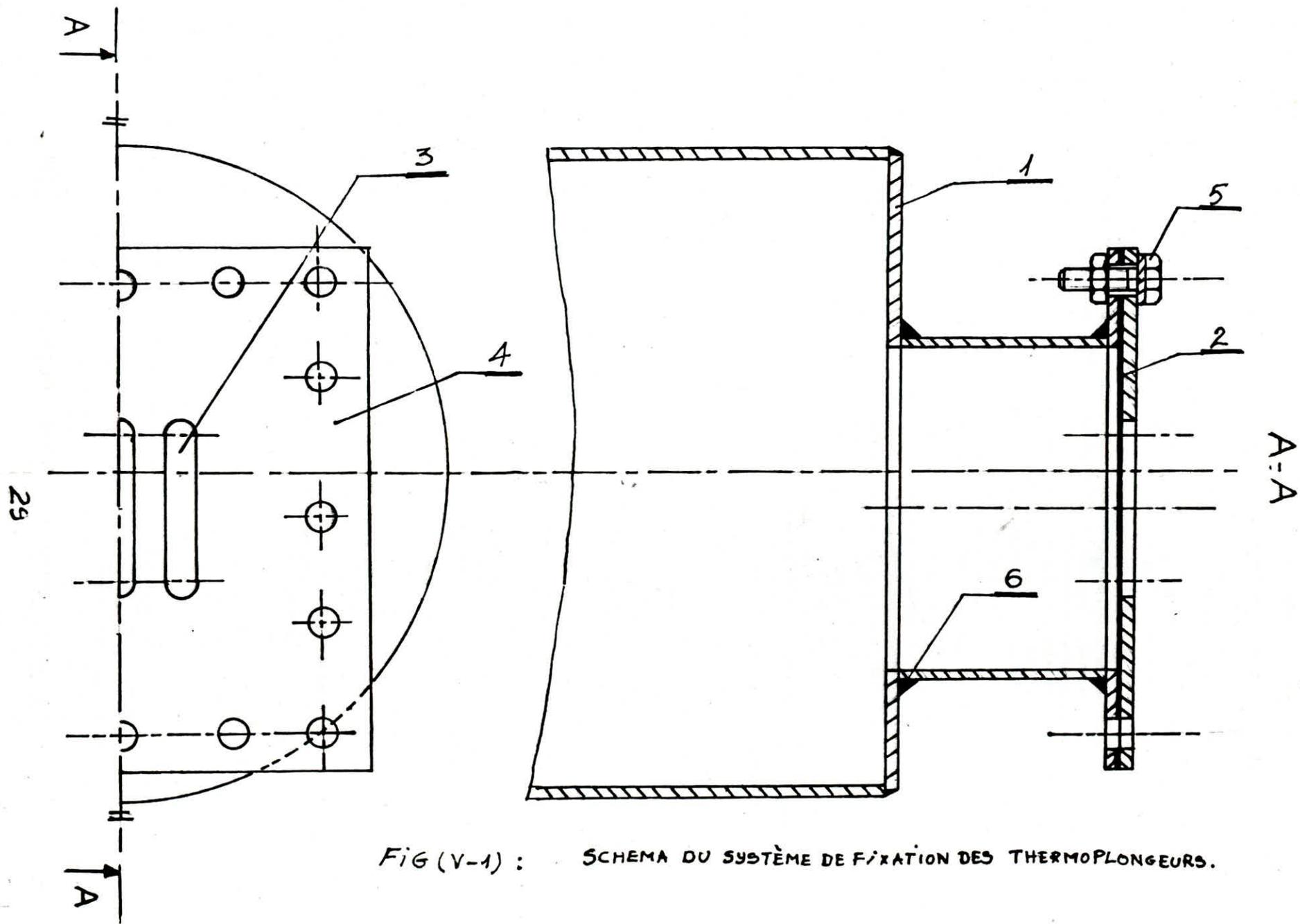
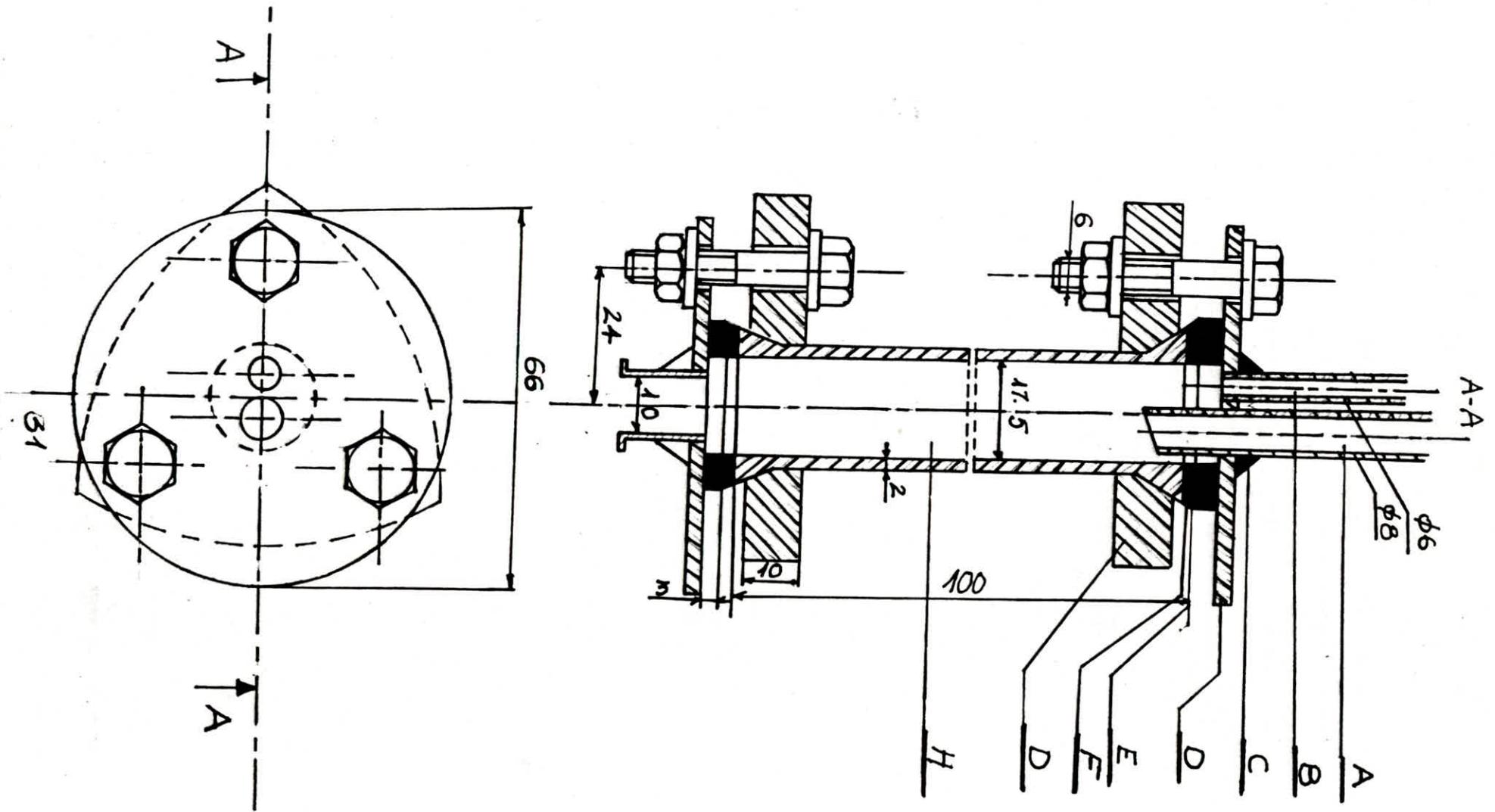


FIG (V-1) : SCHEMA DU SYSTEME DE FIXATION DES THERMOPLONGEURS.

LEGENDE FIG V-1

- 1 - BOUILLEUR
- 2 - JOINT D'ETANCHEITE
- 3 - LUMIERE (fixation des thermoplongeurs)
- 4 - BRIDE
- 5 - BOULON DE FIXATION
- 6 - POINT DE SOUDURE



FIG(V-2) : DEBITMETRE (CONDENSAT et DISTILLAT) .

LEGENDE FIG V-2

- A - PURGE DE VAPEUR
- B - CONDUITE DU CONDENSAT
- C - POINT DE SOUDURE
- D - BRIDE
- E - JOINT EN TEFLON
- F - JOINT EN CAOUTCHOUC
- H - EPROUVETTE EN VERRE GRADUEE

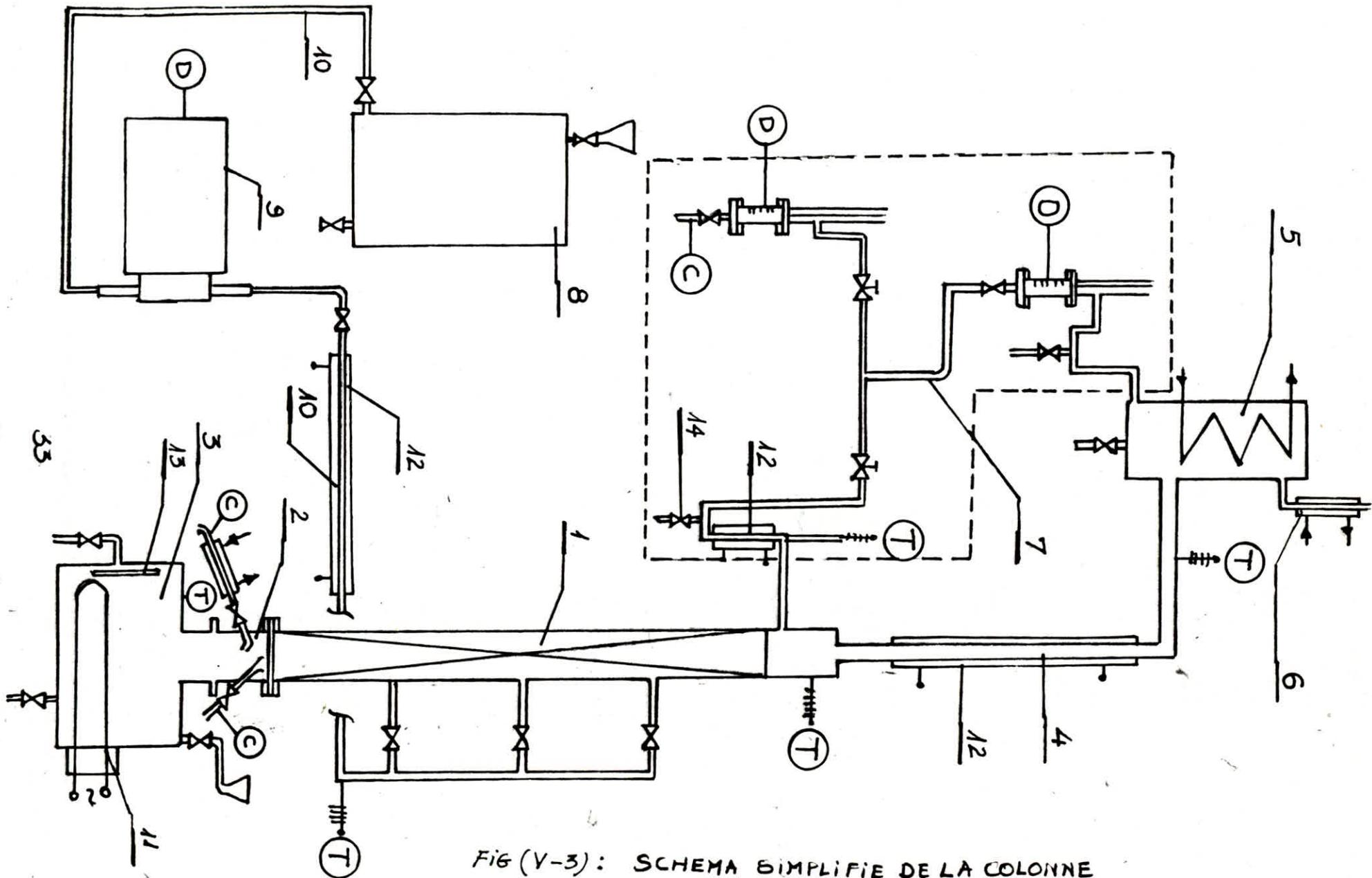


FIG (V-3): SCHEMA SIMPLIFIE DE LA COLONNE

LEGENDE

- 1 - COLONNE GARNIE
- 2 - SECTION CALMENTE
- 3 - BOUILLEUR
- 4 - CONDUITE DE VAPEUR
- 5 - CONDENSATEUR
- 6 - CONDENSEUR ADDITIONNEL
- 7 - REGULATEUR
- 8 - BAC D'ALIMENTATION
- 9 - POMPE DOSEUSE
- 10 - CONDUITE D'ALIMENTATION
- 11 - RESISTANTE CHAUFFANTE (thermoplonneur)
- 12 - ELEMENTS CHAUFFANTS
- 13 - INDICATEUR DE NIVEAU
- 14 - ROBINET D'ARRET
- C - COMPOSITION
- D - DEBIT
- T - TEMPERATURE

VI - PREPARATION DE LA CHARGE

Vu le manque de l'éthanol en grande quantité au laboratoire, nous avons convenu de préparer une solution alcoolique à partir de la fermentation de la levure de bière qui servira ainsi de charge pour la rectification continue.

VI-1 FERMENTATION

La fermentation est un domaine dans lequel on utilise, à des fins économique, les capacités de biosynthèse et de bioconversion des microorganismes.

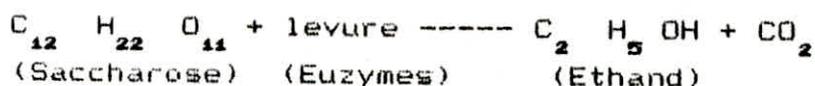
-Fermentation Alcoolique a partir de Levures.

Le rôle le mieux connu des levures, consiste à produire de l'éthanol à partir des glucides. Ce procédé de fermentation est utilisé par les distillateurs, les fabricants de vins et de produits chimiques, etc... on peut résumer de la façon suivante les aspects microbiologiques de la production d'éthanol.

- Le substrat: L'éthanol peut-être produit à partir de n'importe quel glucide fermentiscible par des levures.

- Le substrat: on utilise couramment des souches de *saccharomyces cerovisiae* pour la fermentation (ou simplement le sucre usuel).

- La réaction : on décrit comme suit la fermentation alcoolique faite par les levures :



VI- MODE OPERATOIRE

Pour préparer 80 litres de charge, on a utilisé 16 kg de sucre et 600g de levure suivant les proportions décrites ci dessous :

- Levure : 15g de levures pour 2l de solution
- Sucre : 200g de sucre pour 1l de solution

Ayant nettoyé des bacs en verre de volume égal (pour avoir un milieu propre au développement des bacteries) On introduit a part égales 15kg de sucre,completé avec de l'eau sans atteindre le volume maximum des bacs .Aprés cela une bonne agitation est nécessaire pour dissoudre le sucre .

En parallèle, la levure (600g)est mélangée avec 1kg de sucre dans un cristallisateur et laissée fermenter, dès qu'on observe une augmentation de volume avec dégagement de gaz (bulles de CO_2), on partage le mélange préliminaire à parts égales dans les bacs. Ensuite on les bouche avec du coton pour d'une part empêcher les impuretés de s'introduire et d'autre part de permettre au CO_2 de se dégager.

Aprés quoi on laisse la fermentation se faire pendant 10jours.

VI- COMPOSITION DE LA CHARGE EN FIN DE FERMANTATION

Pour évaluer la composition en alcool de la charge, on a choisi de décolorer et de séparer la charge des grains de levure (matière organique) qui ne permettent pas l'analyse au réfractomètre ou la mesure de la densité .

- DISTILLATION ATMOSPHERIQUE

La distillation atmosphérique d'un litre de la charge nous a permis de mesurer son indice de réfraction et sa densité .

$$n_d^{20} = 1,3485 \text{ et } d_a^{20} = 0,9335$$

D'où d'après la courbe d'étalonnage (1)

$$X_f(\text{molaire}) = 0,105$$

$$X_f(\text{massique}) = 0,21$$

VII. RECTIFICATION DISCONTINUE

VII.1. Marche à reflux total

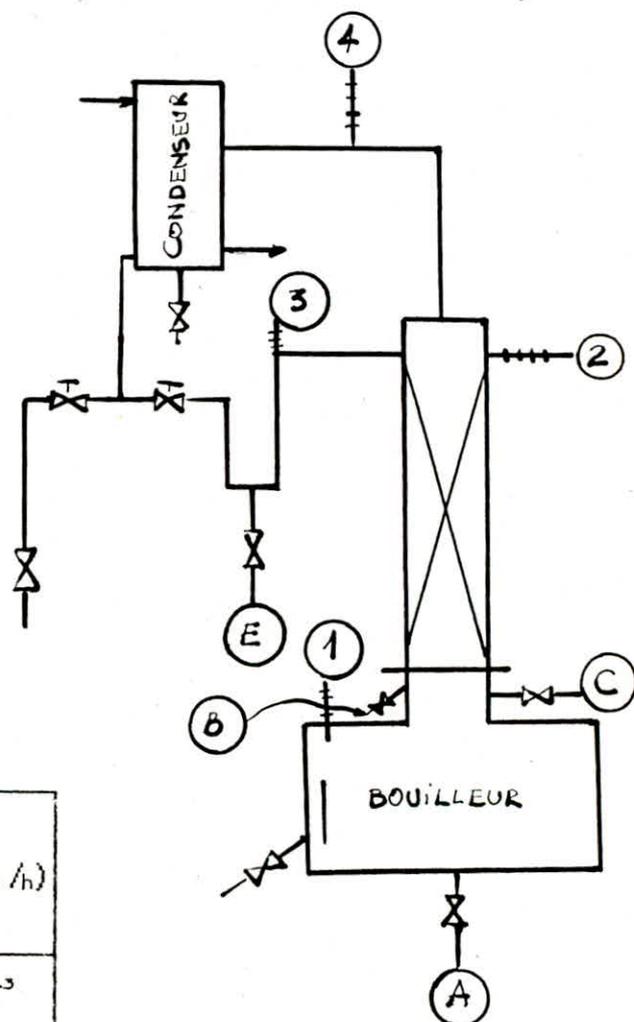
ESSAI 1 :

Ayant chargé le bouilleur d'une quantité déterminée du mélange eau - éthanol, de composition x_F , on commence à chauffer en mettant l'auto-transformateur à une tension de 200 v. Pendant un certain temps, on prélève des échantillons à différents niveaux de l'installation et on les analyse au réfractomètre. Les températures prélevées lors de la manipulation sont

Niveau	T °
1	98
2	80
3	48
4	78

Le débit enregistré du condensat est :

	(s) temps de remplissage	débit (m^3/h)
condensat	16	$2.7 \cdot 10^{-3}$



Les résultats d'analyse au réfractomètre, ainsi que les résultats d'évaluation des titres (courbe d'étalonnage) sont les suivants :

	Bouilleur Ⓐ	Vapeur sec. Calmante B	Liquide Sec.Cal. C	Reflux Ⓔ	Condensat Ⓕ
n_D^{20}	1.3342	1.3395	1.3345	1.3650	1.3652
Titre Molaire	0.005	0.035	0.01	0.725	0.75
Densité	-	-	-	0.8230	0.8300
Titre massique	0.01	0.075	0.02	0.875	0.855

On remarque que le titre au niveau du bouilleur n'est pas représentatif du fait que l'échantillon analysé, n'est pas limpide ce qui fausse le résultat trouvé, on approximera, alors la valeur de résidu, à la valeur de la "vapeur" de la section calmante.

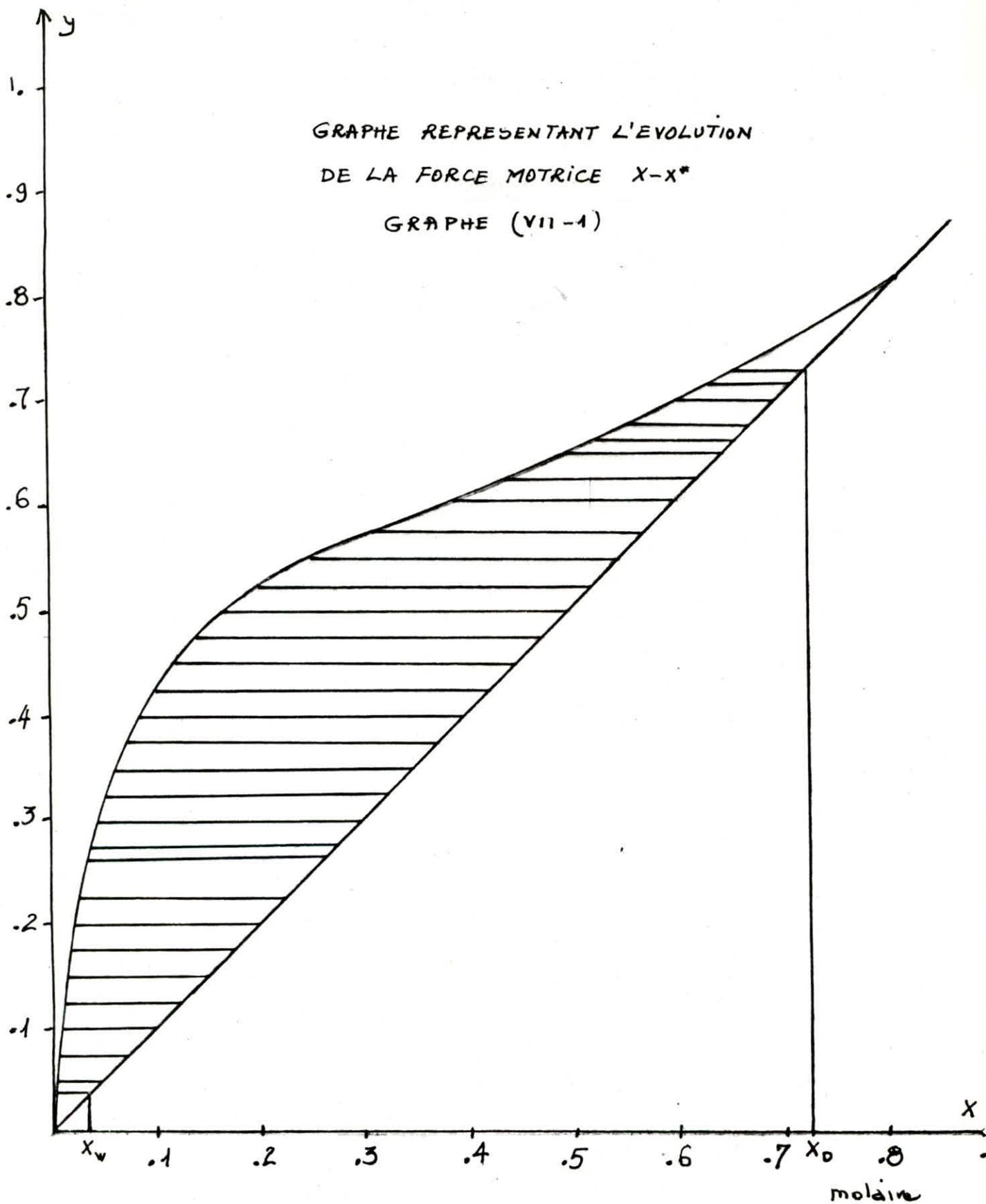
On remarquera aussi la différence de l'indice de refraction du reflux et celle du condensat. Cet écart nous conduira à adopter l'indice du reflux qui est à température plus basse (lors de la prise d'essai).

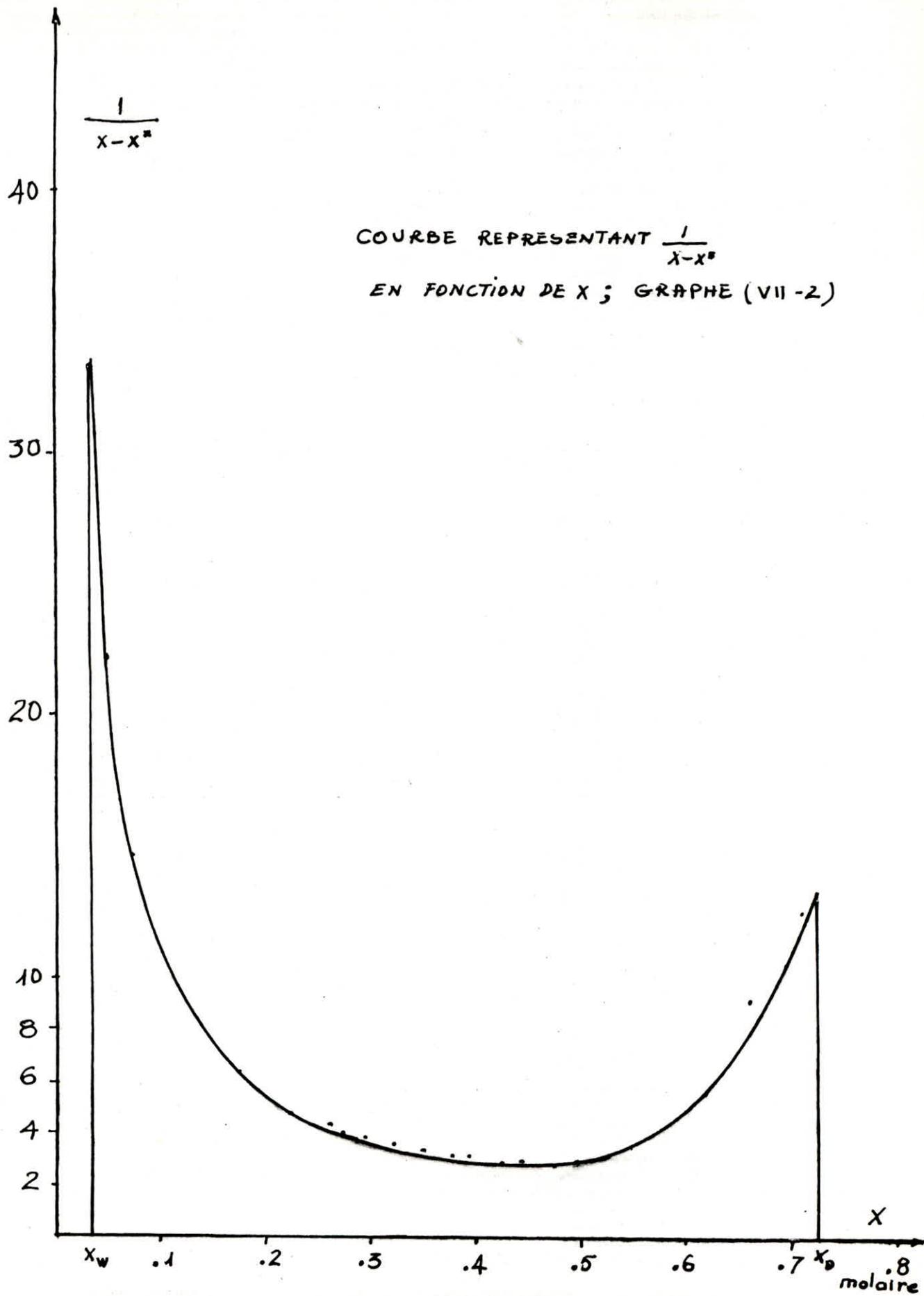
Calcul du coefficient global de transfert de matière

D'après l'équation (III-19)

En prenant $x = 0.035$ et $x = 0.725$ comme borne de l'intégrale, calculons N.U.T suivant le tableau ci-dessous : Fig (VII-1)

GRAPHE REPRESENTANT L'EVOLUTION
DE LA FORCE MOTRICE X-X*
GRAPHE (VII-1)





X	X [*]	$\frac{1}{X-X^*}$	X	X [*]	$\frac{1}{X-X^*}$
.725	.65	13.33	.275	.036	4.18
.65	.52	7.69	.265	.035	4.34
.52	.2	3.125	.62	.44	5.55
.60	.39	4.76	.64	.495	6.89
.57	.31	3.84	.66	.55	9.09
.545	.25	3.38	.695	.60	10.52
.495	.17	3.07	.71	.63	12.5
.475	.14	2.98	.35	.005	33.33
.445	.12	9.07	.225	.02	4.87
.425	.1	3.07	.175	.02	6.45
.395	.085	3.22	.15	.015	7.40
.375	.07	3.27	.125	.012	8.8
.35	.06	3.44	.1	.01	11.11
.325	.05	3.63	.075	.007	14.70
.295	.045	4	.05	.005	22.22
.275	0.45	4.34			

En traçant $\frac{1}{X-X^*}$ en fonction de X (Fig. VII-2), le N.U.T a la valeur de la surface se trouvant au dessous de la courbe.

On trouve

$$N.U.T = 4.19$$

Sachant que la hauteur du garnissage est égale à 0.99 m.

$$N.U.T = \frac{\Delta H}{H.U.T}$$

$$\text{An: } H.U.T = \frac{.99}{4.19} = 0.23 \text{ m.}$$

Pour évaluer le produit $k_x a$, il faut calculer L ou G car $L = G$ pour $R = \infty$

$$L = 2.7 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{h} \text{ puisque } \rho = 830 \text{ kg/m}^3 \text{ alors : } L = 2,24 \text{ kg/h}$$

$$L = \frac{2.24 \cdot 0.855}{46 \cdot 10^{-3}} + \frac{2.24 \cdot (1 - 0.855)}{18 \cdot 10^{-3}} = 59,67 \text{ moles/h}$$

$$L' = \frac{L}{A} = \frac{59,67}{2,8 \cdot 10^{-3}} = 5,89 \text{ moles/m}^2 \cdot \text{s}$$

d'où $H.U.T = \frac{L'}{k_x a}$ alors :

$$k_x a = \frac{5,89}{0,23} = 25 \text{ moles/m}^2 \cdot \text{s}$$

- Calcul de la puissance effective utilisée

$$Q = G (\lambda_{\text{eau}} (1 - x_w) - \lambda_{\text{eth}} \cdot x_w) \quad \lambda_{\text{eau}} = 549,2 \text{ kcal/kg} ; \lambda_{\text{eth}} = 202,0 \text{ kcal/kg}$$

$$Q = 2,24 (549,2 (1 - 0,075) + 202,0 \cdot 0,075)$$

$$x_w (\text{massique}) = 0,075$$

$$Q = 0,325 \frac{\text{kcal}}{\text{s}} = 1360 \text{ W.}$$

La puissance fournie électrique est

$$P = U \cdot I^2 \text{ et } U = R \cdot I \text{ d'où : } P = \frac{U^2}{R} = \frac{(200)^2}{24,8} = 1612,9 \text{ W}$$

$$\text{d'où le rendement } \eta = \frac{1360}{1612,9} = 0,84$$

ESSAI 2 :

Dans cet essai, on prendra une puissance de chauffe inférieure à la première $U = 120V$, et on a utilisé un préchauffeur au niveau de la conduite de reflux.

Les températures prélevées sont :

Niveau	T °C
1	87
2	78,5
3	78

et le débit du condensat est :

	Temps de remplissage (s)	débit (m ³ /h)
Condensat	37	$1,16 \cdot 10^{-3}$

Les résultats sont alors les suivants :

	Section calmante Vapeur (B)	Section calmante Liquide (C)	Reflux (E)
n_D^{20}	1,3622	1,3646	1,3649
Titre molaire	0.335	0.5	0.76
Titre massique	0.56	0.7	0.825
Densité	-	-	0.8170

X	X*	$\frac{1}{X-X^*}$	X	X*	$\frac{1}{X-X^*}$
0,76	0,72	25	0,545	0,25	3,39
0,74	0,69	20	.52	0,2	3,125
0,725	.66	15,38	.49	.165	3,077
0,7	0,61	11,11	.47	0,135	2,98
0,68	0,57	9,09	.445	0,115	3,03
.66	0,53	7,69	.42	0,1	3,125
.64	0,48	6,25	0,395	0,05	3,225
.615	0,43	5,40	0,37	0,07	3,33
.59	0,363	4,40	0,35	0,06	3,45
0,575	0,315	3,846	0,335	.055	3,57

La courbe représentative de $\frac{1}{X-X^*}$ en fonction de X est schématisée sur la Fig. (VII-3).

D'après Fig. (VII-4) N.U.T = 2,7 d'où $H.U.T = \frac{.99}{2.7} = 0,36 \text{ m}$

Alors on pourra calculer $k_x \cdot a$; $k_x \cdot a = 7 \text{ moles/m.s}$

- **Calcul de la puissance effective utilisée**

$L = 1,16 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{h}$; $\rho = 817 \text{ kg/m}^3$

$L = 0,94 \text{ kg/h}$

en moles :

$$L = \frac{.94 \cdot 0,825}{46 \cdot 10^{-3}} + \frac{.94 \cdot (1-0,825)}{18 \cdot 10^{-3}}$$

$$L = 25,9 \text{ moles/h}$$

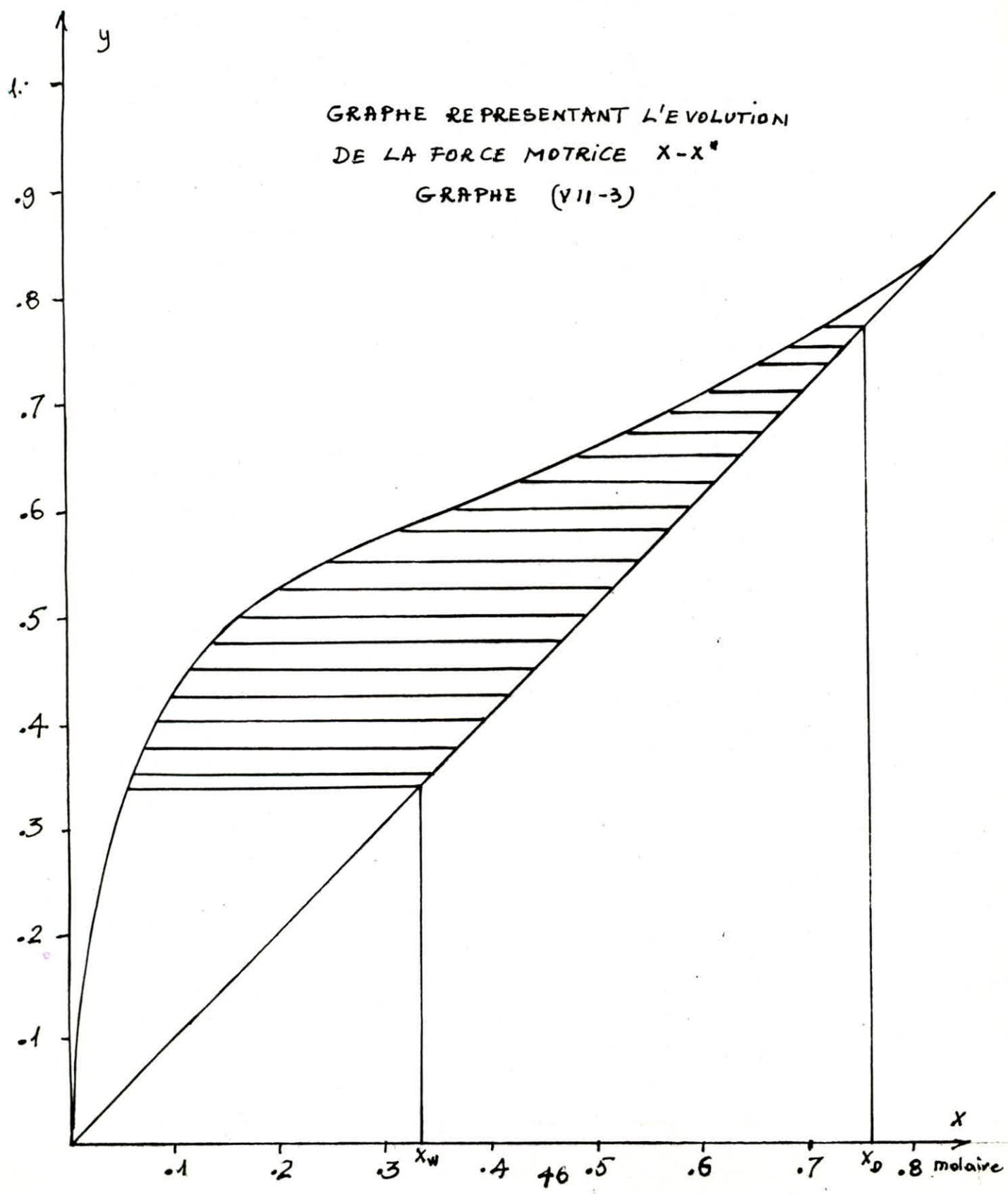
$$Q = G (\lambda_{eth} \cdot x_w + \lambda_{eau} \cdot (1-x_w))$$

$$Q = 475,8 \text{ W}$$

$$P = \frac{U^2}{R} = 580,2 \text{ W}$$

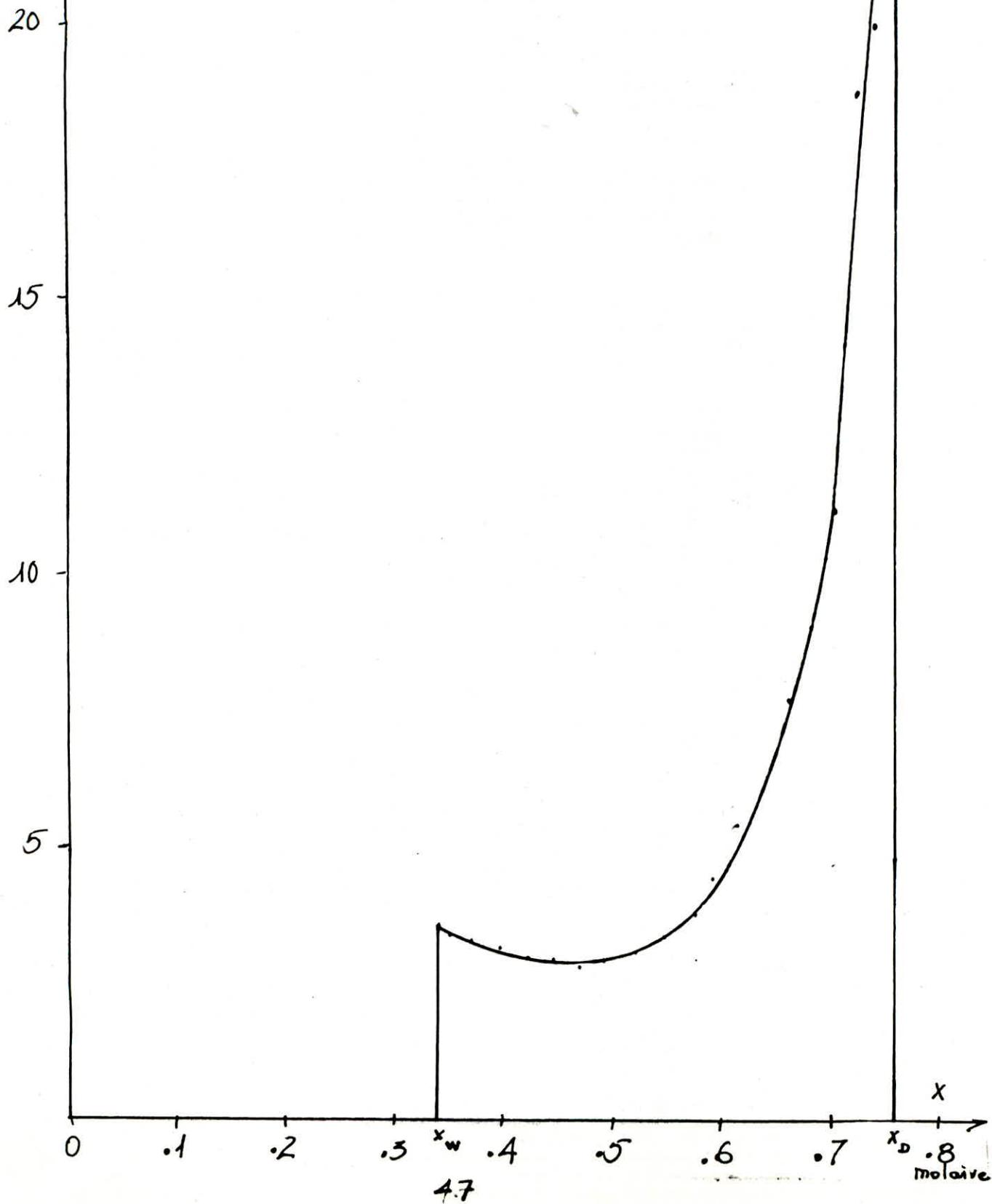
$$\text{d'où : } \eta = \frac{475,8}{580,2} = 0,82$$

GRAPHE REPRESENTANT L'EVOLUTION
DE LA FORCE MOTRICE X-X'
GRAPHE (VII-3)



$$\frac{1}{x-x^2}$$

COURBE REPRESENTANT $\frac{1}{x-x^2}$ en FONCTION
DE X . GRAPHE (VII-4)



DISCUSSION DES RESULTATS

La détermination du produit $K_x \cdot a$ pour les deux valeurs distinctes du débit (L), nous a permis de confirmer les prédictions de la théorie. En effet, cette dernière stipule que les coefficients de transfert partiels donnés par les relations empiriques [117], dépendent des vitesses d'autres phases élevées à une puissance (réelle). Donc, plus les débits augmentent, plus les coefficients de transfert de matière augmentent et vice et versa.

ESSAI : REFLUX VARIABLE, COMPOSITION DU DISTILLAT CONSTANTE

On introduit une charge dans le bouilleur de fraction massique 0.32 et de fraction molaire 0.15.

La quantité introduite est la suivante :

$$B_F = 334,2 \text{ moles}$$

$$B_F = 7499,2 \text{ g}$$

On fait varier le taux de reflux en fonction du temps tout en gardant la fraction du distillat constante.

On regroupe les résultats et calculs dans le tableau ci-dessous.

(τ) mn	\dot{V}_{cond} l/h	\dot{V}_{dist} l/h	V_{dist} (ml)	m_{dist} (g)	x_D (mol)	D (moles)	x_B (mol)	R	$\frac{x_D}{R+1}$
15	1,2	.92	230	198,5	0.55	6.18	0.139	.30	0.42
30	1,2	.88	450	388,3	-	12,11	.129	.36	.40
45	1,2	.84	660	569,6	-	17,76	.119	.42	.38
60	1,2	.92	890	768	-	23,9	.107	.30	.42
75	1,2	.42	995	858,8	-	26,8	.102	1,85	.19
90	1,2	.42	1100	949,3	-	29,5	.09	1,85	.19
105	1,2	.64	1260	1087,4	-	33,8	0.088	0.875	.29
120	1,2	.6	1410	1216,8	-	37,9	0.08	1	.27
135	1,2	.6	1560	1346,3	-	41,9	0.07	1	.27

Exemple de Calcul

$$x_D = 0.55; n_D^{20} = 1.3648$$

Ayant la densité du distillat égale à 863 kg/m³

D'après les équations on a :

$$B_F - B = D$$

$$x_F \cdot B_F - x_B \cdot B = x_D \cdot D$$

$$\text{d'où } x_B = \frac{x_F \cdot B - D \cdot x_D}{B_F \cdot D} = \frac{x_F (B_F - D) - D \cdot x_D}{B_F - D}$$

Avec

$$D = \frac{x_D \cdot V \cdot d}{M_1} + \frac{V \cdot d \cdot (1 - x_D)}{M_2}$$

avec $M_1 = 46.07 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$

$$M_2 = 18 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$$

$$x_D(\text{manipulé}) = 0.72$$

AN :

$$D = 6,18 \text{ moles}$$

$$x_B = 0.139$$

Le taux de reflux a été calculé de la façon suivante :

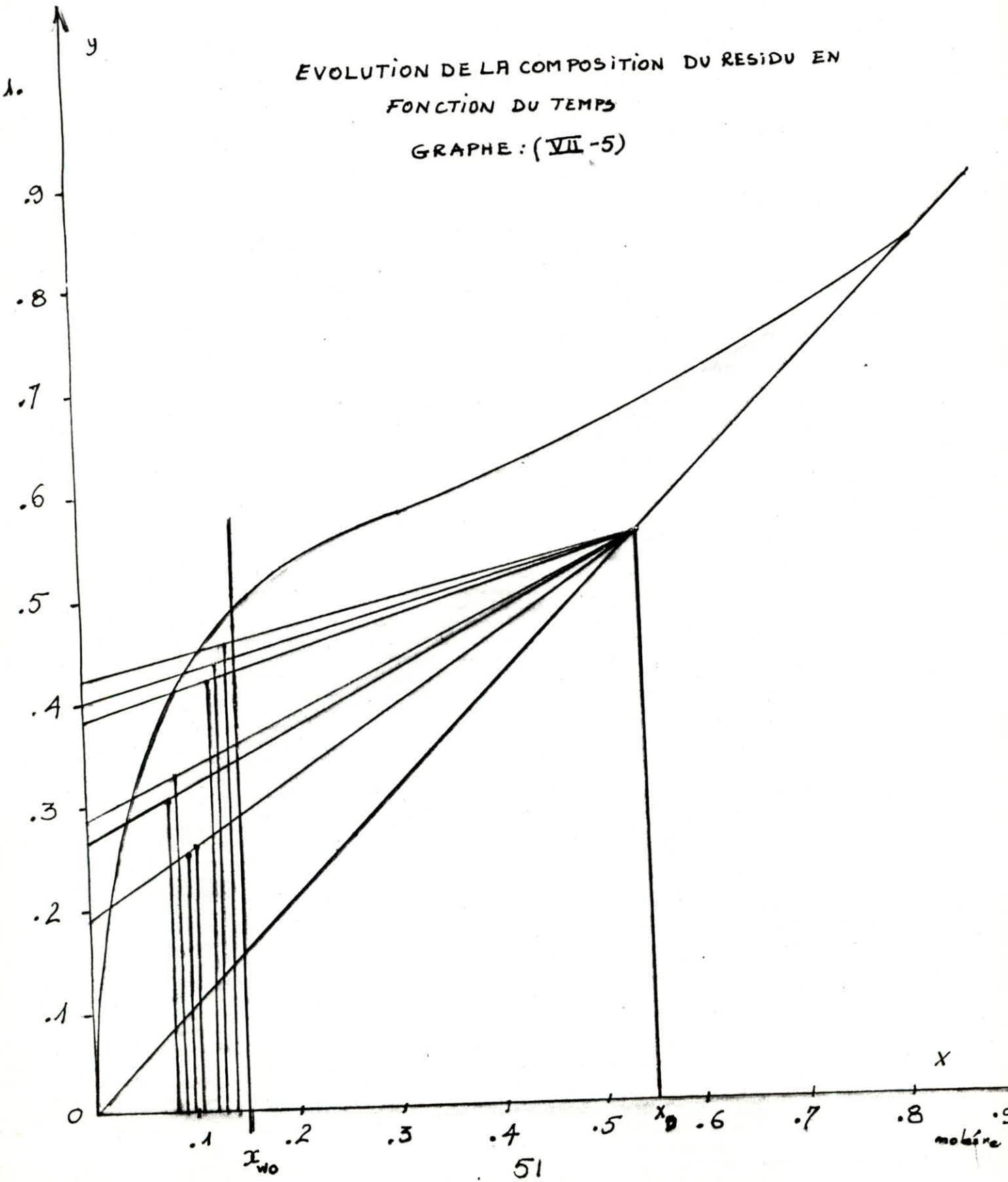
$$R = \frac{\dot{V}_{\text{cond}} - \dot{V}_{\text{dist}}}{\dot{V}_{\text{dist}}}$$

$$R = \frac{1,2 - 0,92}{0,92} = 0,30$$

Les résultats ainsi obtenus sont représentés sur la Fig. (VII-5)

On remarquera que cet essai a permis de suivre l'évolution de l'épuisement en fonction du temps en faisant varier le taux de reflux, mais les valeurs intermédiaires trouvées ne sont pas représentatives de la réalité, du fait de la non régulation du système de manipulation.

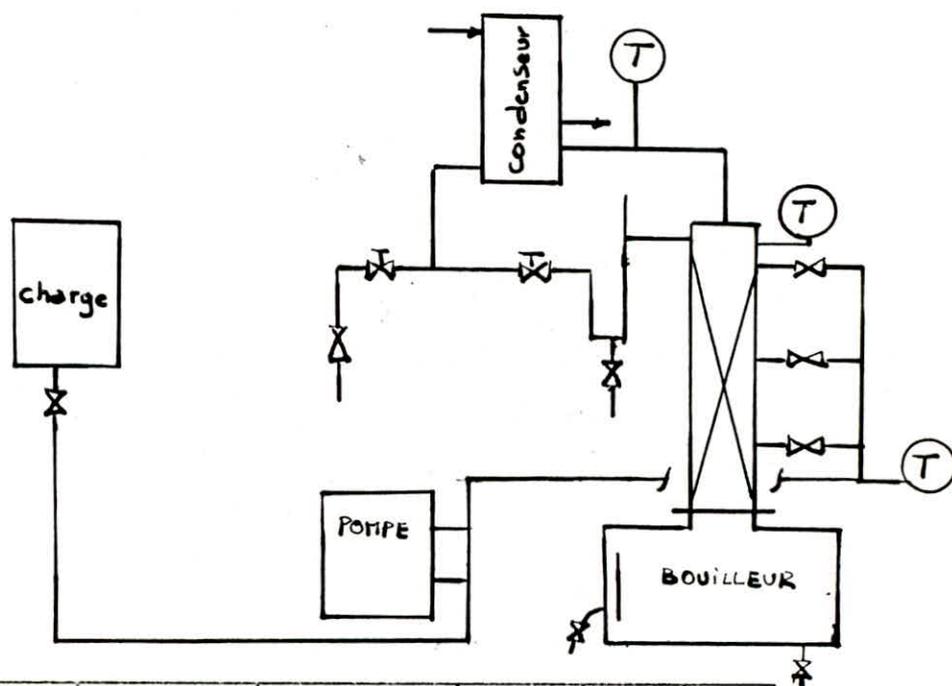
EVOLUTION DE LA COMPOSITION DU RESIDU EN
FONCTION DU TEMPS
GRAPHE : (VII-5)



VIII RECTIFICATION CONTINUE

Etant donné la charge issue de la fermentation (80 l) la rectification en continu permettra de faire varier le taux de reflux et d'observer l'effet sur la séparation.

En procédant à deux essais, le débit de la charge étant constant, nous avons obtenu les résultats suivants :



1er ESSAI

	t(s)	Densité	débit l/n	n_D^{20}	X_{mol}	X_{mas}
Condensat	19,4		2,22	-	-	-
Distillat	53	0.821	0,815	1,3646	0.8	0.9

2e ESSAI

	t(s)	Densité	débit l/n	n_D^{20}	X_{mol}	X_{mass}
Condensat	19,4		2,226	-	-	-
Distillat	33	0.9040	1,309	1,3621	0.335	0.56

- Calcul de la fraction du résidu

a- Charge :

Pour le débit : $z = 10\%$

$f = 18$

d'où le débit $F = 11,16 \text{ l/h}$.

Composition

$$n_D^{20} = 1,3485 \quad d_4^{20} = 0,9335$$

d'après les courbes d'étalonnage

$$x_{\text{mass}} = 0,21$$

$$x_{\text{mol}} = 0,105$$

$$F = 10,42 \text{ kg/h}$$

B- Equations bilans

$$F = D + w$$

1er cas

$$R = \frac{\dot{V}_{\text{con}} - \dot{V}_{\text{dist}}}{\dot{V}_{\text{dist}}} = \frac{2,226 - 0,815}{0,815} = 1,73$$

$$D = 0,815 \times 821,10^3 = 0,67 \text{ kg/h. ; } w = 10,42 - 0,67 = 9,75 \text{ kg/h}$$

$$F \cdot x_f = D \cdot x_D + W \cdot x_w$$

$$\rightarrow x_w = \frac{F \cdot x_f - D \cdot x_D}{W}$$

$$\text{AN : } x_w = \frac{10,42 \cdot 0,21 - 0,67 \cdot 0,9}{9,75} = 0,162$$

2e cas :

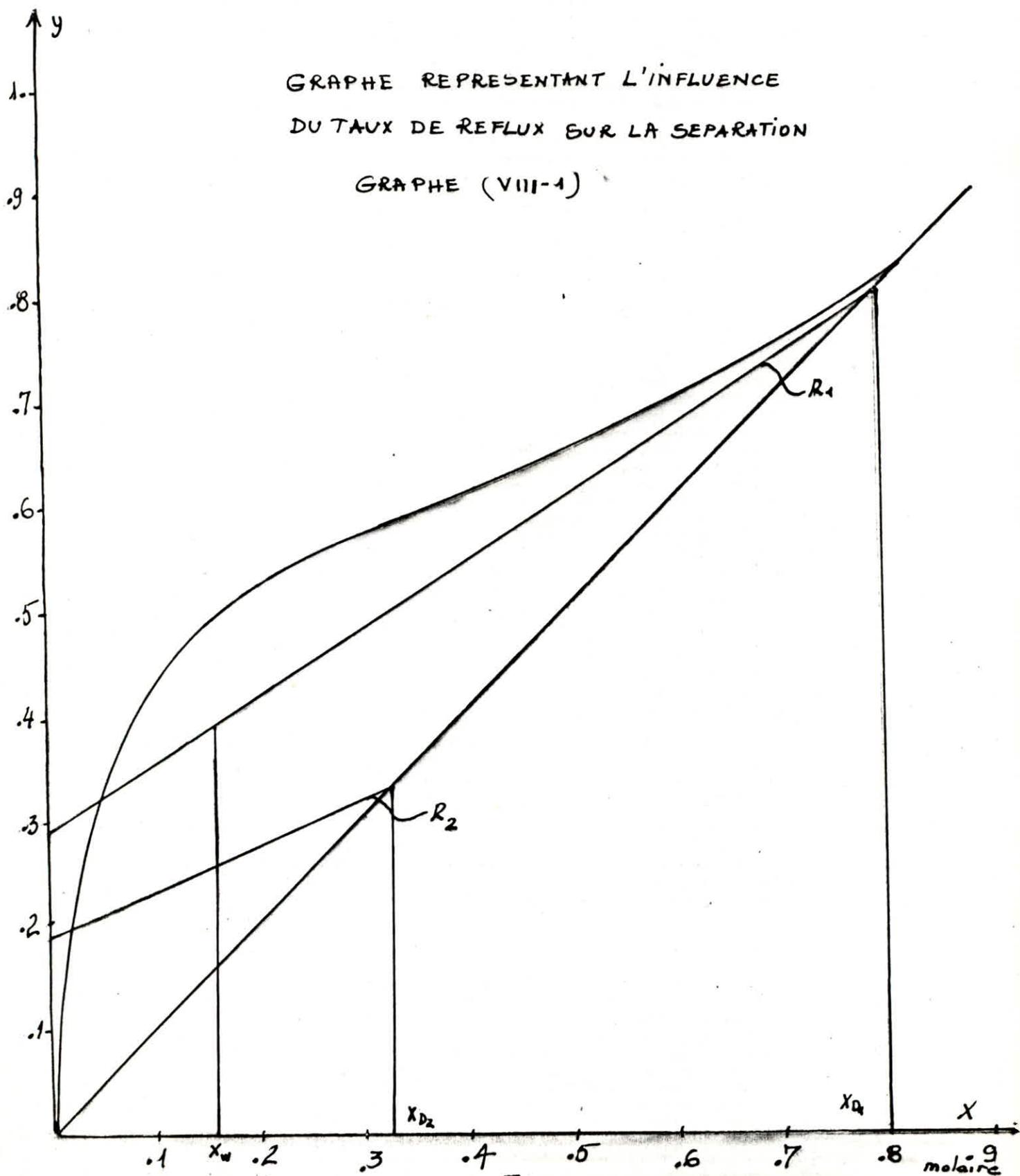
$$R = 0,70 ; D = 1,18 \text{ kg/h}$$

$$W = 9,24 \text{ kg/h}$$

$$\text{et } x_w = 0,165.$$

GRAPHE REPRESENTANT L'INFLUENCE
DU TAUX DE REFLUX SUR LA SEPARATION

GRAPHE (VIII-1)



tous les résultats sont représentés sur la Fig. (VIII-1)

- Taux de récupération de l'éthanol

Le rendement qui définit le taux de récupération est formulé de la façon suivante :

$$\eta = \frac{x_D \cdot D}{x_F \cdot F}$$

$$1^{\circ} - \quad \eta = \frac{0,9 \cdot 0,67}{0,21 \cdot 10,42} = 0,27 \quad \text{alors} \quad \eta_1 = 27\%$$

$$2^{\circ} - \quad \eta = \frac{0,56 \cdot 1,18}{0,21 \cdot 10,42} = 0,30 \quad \text{alors} \quad \eta_2 = 30\%$$

COMMENTAIRE

On remarquera que la séparation est meilleure lorsque le taux de reflux est plus élevé :

Ce fait s'explique, en analysant les relations existant entre les coefficients de transfert et les débits (vitesse d'écoulement des phases en contact) .

En effet, pour une section de transfert, le débit (L) ainsi que (R), augmente avec K_L , ce qui influe sur la vitesse (U_g), qui augmente en paire avec K_g en trouvant une faible section de passage S_g . Par contre, si (L) diminue (R diminue) ce qui a pour effet de baisser K_L alors U_g , de même que K_g diminue car la section de passage S_g est plus importante .

On citera encore que les résultats trouvés ne sont pas représentatifs de la réalité, car tout au long de notre raisonnement on a supposé que les débits (L) et (G) et les chaleurs latentes de vaporisation constants. Ceci donnerait des droites opératoires .

En réalité L et G et les chaleurs latentes ne sont pas constants, car en régime supposé adiabatique l'échange de matière entre les phases n'est pas équimolaire, on obtiendrait alors des courbes opératoires et non pas des droites .

CONCLUSION

Lors de notre travail nous avons expérimenté deux modes de rectification :

- la rectification continue.
- et la rectification discontinue.

L'étude de la variation du taux de reflux a montré que son augmentation dans les deux cas, favorise une bonne séparation du mélange eau-éthanol.

L'installation est capable de réaliser une rectification discontinue, mais vu le grand temps d'inertie du système de régulation du reflux, ce mode est donc, très difficile à maîtriser.

Par contre, une approche didactique à une éventuelle utilisation de la colonne pour des travaux pratiques est envisageable, du fait qu'elle permet de déterminer les coefficients de transfert de matière globaux pour un reflux total.

Nous pouvons opter aussi, pour une modification consistant à fixer le distillat au bouilleur, cela permettra, une détermination des coefficients de transfert de matière à un reflux inférieur à l'infini.

Pour la rectification continue, au vu du taux de récupération de l'alcool à partir de la charge fermentée, nous pouvons conseiller une utilisation ultérieure pour la récupération de cet alcool, permettant ainsi de réaliser des économies.

BIBLIOGRAPHIE

- 11/ A. PARIS**
"Les procédés de rectification dans l'industrie chimique"
Ed. DUNOD (1959)
- 12/ GROCHOWSKI JANUSZ**
"Distillation et rectification"
Ed. E.N.P (1985/1986)
- 13/ TREYBAL**
"Mass transfert operation"
Ed. Mc GRAN HILL (1968)
- 14/ WARREN L. Mc CABE**
Julian C. SMITH
"Unit operation of chemical Engineering"
Ed. Mc Graw HILL (1976)
- 15/ Technique de l'Ingénieur**
"Distillation : Etude théorique" J2610 (1972)
"Distillation : Etude pratique" J2620 (1986)
"Distillation : Absorption" J2626
- 16/ J.H. PERRY**
"Chemical Engineer's Handbook"
Ed. Mc GRAW HILL
- 17/ P. WUITHIER**
"Le pétrole Raffinage et Génie chimique" (t.1 et t.2)
Ed. TECHNIP 1972
- 18/ M. JACEK AMANOWICZ**
"Tableau des valeurs pour les calculs des procédés de transfert de matière"
Ed. E.N.P 1979-1980
- 19/ D. DEFIUS et A. TOJEY**
"Transfert de matière - efficacité des opérations de séparation du génie chimique"
Ed. Technique - Paris - 1976

ANNEXES

ELABORATION DE LA COURBE D'ETALONNAGE DU SYSTEME EAU ETHANOL (Densité, indice de refraction en fonction de la composition)

Caractéristiques de l'éthanol

$$d_{20}^{20} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} = 0,791$$

$$M_{\text{C}_2\text{H}_5\text{O}} = 46,07\text{g}$$

Caractéristiques de l'eau

$$d_{20}^{20} = 1,$$

$$M_{\text{H}_2\text{O}} = 18\text{g}$$

Formule Corrective de l'indice de refraction

$$n_D^t = n_D^{t'} + 0.0004 (t' - t) ; (6)$$

La fraction molaire est donnée par :

$$X = \frac{n_1}{n_1 + n_2} = \frac{\frac{m_1}{M_1}}{\frac{m_1}{M_1} + \frac{m_2}{M_2}} = \frac{\rho_1 \alpha M_1}{\rho_1 \alpha M_1 + \frac{(1-\alpha)\rho_2}{M_2}}$$

où α est la fraction volumique

d'où

$$\alpha = \frac{-X\rho_2/M_2}{X\rho_1/M_1 - \frac{X\rho_2}{M_2} - \frac{\rho_1}{M_1}}$$

AN :

$$\alpha = \frac{-X \cdot 0.055}{X \cdot 0.0171 - 0.0171 - X \cdot 0.055}$$

On prendra $\alpha = \frac{V_1}{V_1 + V_2}$ où $V_1 + V_2 = 50 \text{ ml}$.

La fraction massique est donnée par.

AN : $a = \frac{-0.055 X}{X \cdot 0.0217 - 0.055 X - 0.0217}$

Les résultats sont regroupés dans les tableaux suivant :

TITRE MOLAIRE (X)	0	0.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9	1
V1 (ml) éthanol	0	13.2	22.4	29.0	34.2	38.2	41.5	44.2	46.5	48.4	50
V2 (ml) eau distillée	50	36.77	27.6	21	15.8	11.8	8.5	5.8	3.5	1.6	0
TITRE VOLUMIQUE (α)	0	.2646	.4480	.5800	.6840	.7640	.8300	.8840	.9300	.9680	1.
TITRE MASSIQUE (a)	0	.2214	.3900	.5230	.6304	.7190	.7933	.8565	.9110	.9584	1
n _D	1.3330	1.3458	1.3572	1.3612	1.3622	1.3642	1.3648	1.3646	1.3642	1.3628	1.3628
TEMPERATURE (°C)	20.8	20.8	20.8	20.8	20.9	21.4	21.1	21.3	21.2	21.1	21.2
n _D ²⁰ CALCULE	1.3333	1.3461	1.3574	1.3615	1.3625	1.3647	1.3652	1.3651	1.3647	1.3632	1.3626

TITRE MOLAIRE (X)	0	0.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9	1
densité ²⁰ éthanol	1	.9559	.9441	.9151	.8929	.8639	.8469	.8303	.8302	.8246	.7954

EQUILIBRE LIQUIDE - Vapeur du systeme eau - éthanol sous 760 mm hg

FRACTION MOLAIRE DU LIQUIDE	FRACTION MOLAIRE DE EN EQUILIBRE	TEMPERATURE °C	FRACTION MOLAIRE DU LIQUIDE	FRACTION MOLAIRE DE EN EQUILIBRE	TEMPERATURE °C
.0028	.032	99.3	.0324	.586	81.5
.0144	.135	96.0	.345	.591	80.2
.0246	.212	93.8	.405	.614	80.9
.519	.318	90.5	.430	.626	80.5
.0715	.362	88.6	.449	.633	80.2
.0871	.406	87.2	.506	.661	80.0
.126	.468	85.4	.545	.673	79.5
.172	.505	84.0	.663	.733	78.8
.210	.527	83.0	.735	.776	78.5
.255	.552	82.3	.804	.815	78.4
.284	.567	82.0	.917	.906	78.3
.321	.586	81.4	1.000	1.000	78.3

CHALEUR SPECIFIQUE ; CHALEUR DE VAPORISATION

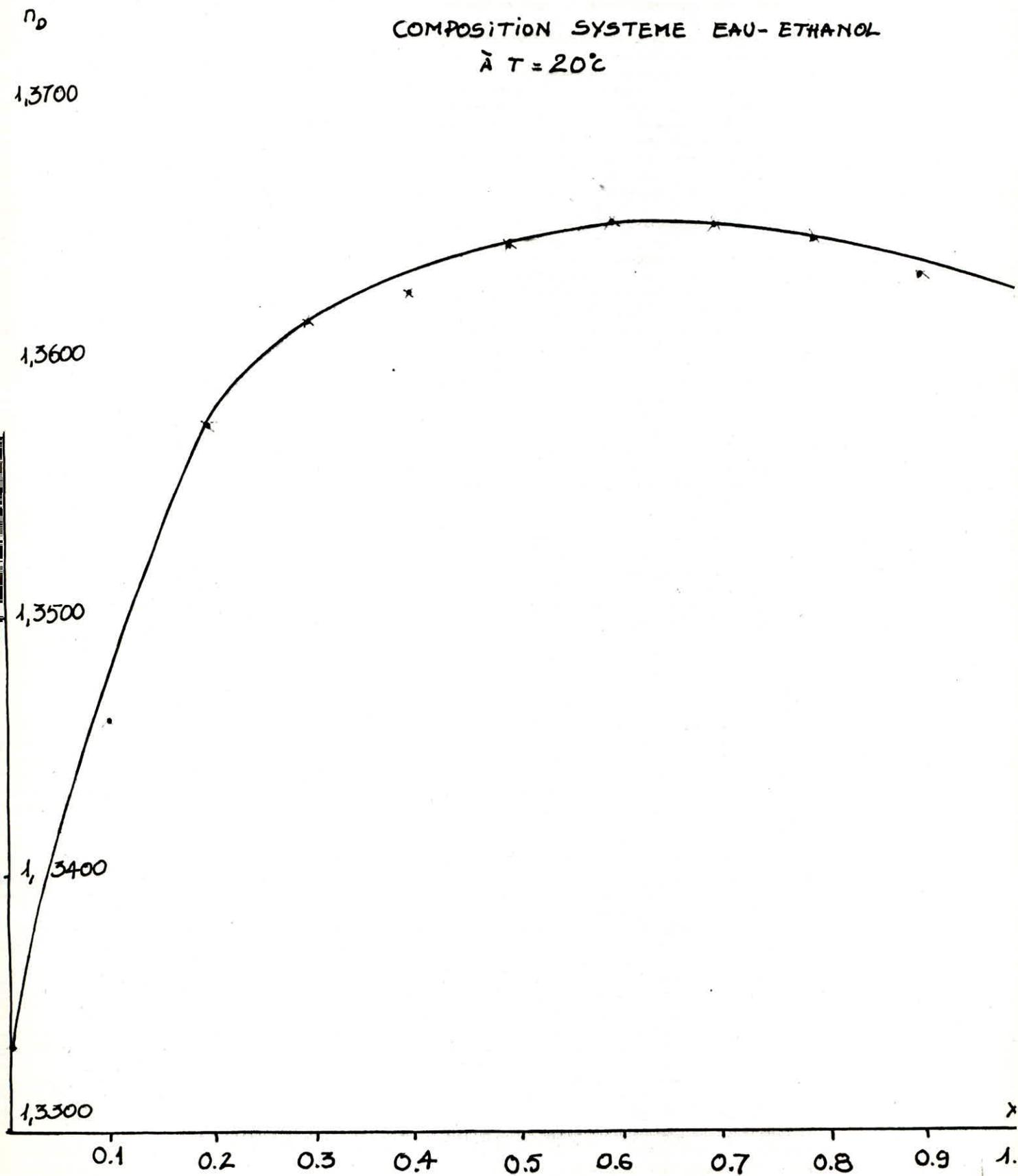
SUBSTANCE	CHALEUR SPECIFIQUE (Kcal/Kg°C)	TEMPERATURE °C	CHALEUR LATENTE DE VAPORISATION Kcal/kg	TEMPERATURE °C
EAU	1.012	0	597.3	0
	1.006	10	591.7	10
	1.004	20	586.0	20
	1.006	70	557.3	70
	1.007	80	551.3	80
	1.009	90	549.2	90
	1.010	100	538.9	100
ETHANDL	0.549	10	222	0
	0.557	20	221	10
	.609	70	220	20
	.622	80	211	70
	.637	90	207	80
	.648	100	202	90
	-	-	197	100

PROPRIETES PHYSIQUES DES SUBSTANCES (eau - éthanol)

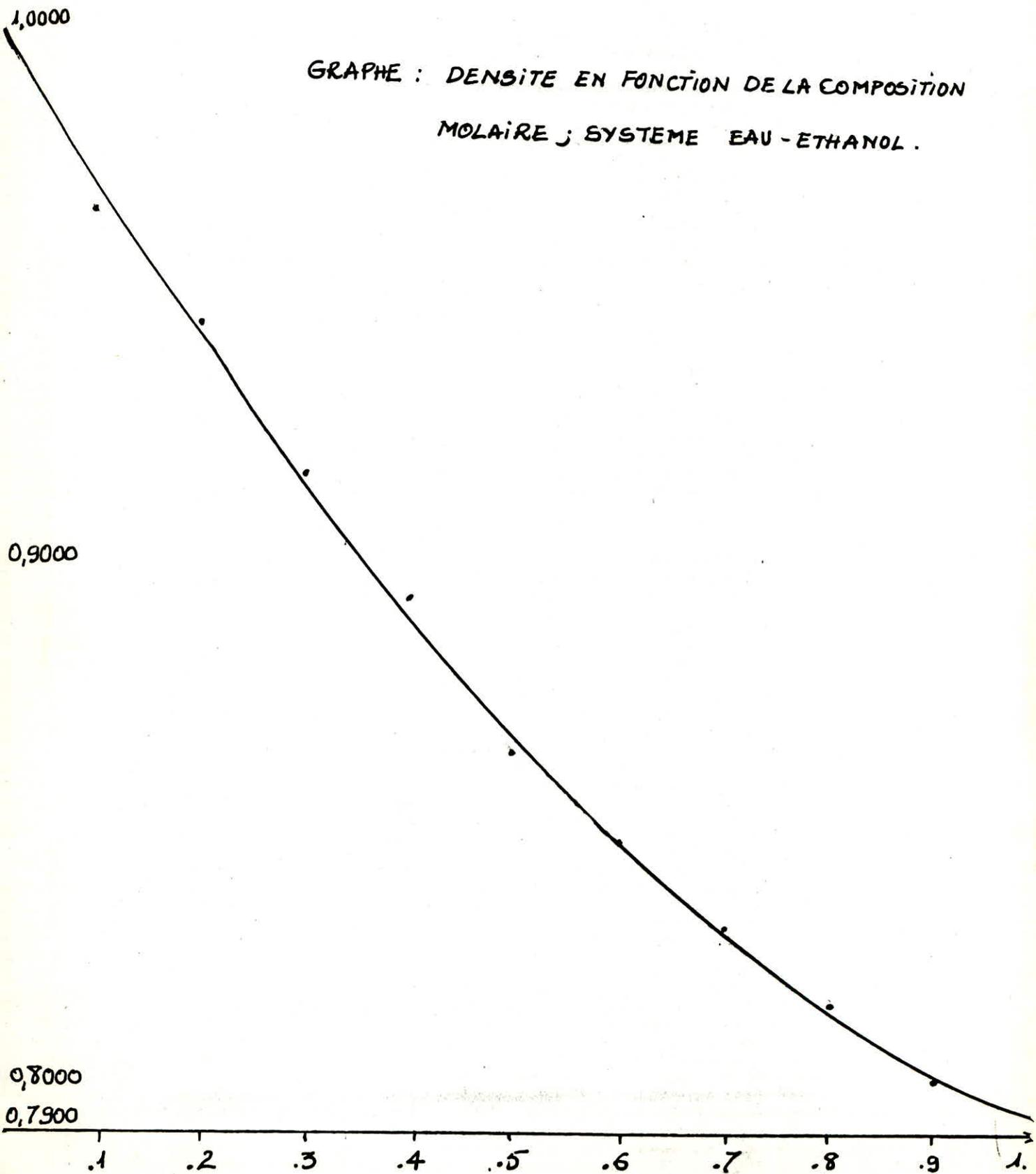
SUBSTANCE	DENSITE DE LIQUIDE	TEMPERATURE °C	DENSITE DE LA VAPEUR SATUREE	TEMPERATURE °C
EAU	998.2	20	0.0173	20
	977.7	70	0.1982	70
	971.8	80	.2933	80
	965.3	90	0.4235	90
	957.3	100	0.5977	100
ETHANOL	789.5	20	0.111	20
	744.6	70	1.190	70
	734.8	80	1.740	80
	725.1	90	2.50	90
	715.7	100	3.51	100

SUBSTANCE	VISCOSITE DU LIQUIDE	TEMPERATURE °C	VISCOSITE DE LA VAPEUR	TEMPERATURE °C
EAU	1.005	20	12.4	100
	0.4061	70		
	.03545	80		
	.3165	90		
	.2838	100		
ETHANOL	1.118	20	11.1	90
	.5902	70	11.30	100
	.4660	80		
	.3380	90		

GRAPHE : INDICE DE REFRACTION EN FONCTION DE LA
COMPOSITION SYSTEME EAU-ETHANOL
À $T = 20^{\circ}\text{C}$



GRAPHE : DENSITE EN FONCTION DE LA COMPOSITION
MOLAIRE ; SYSTEME EAU - ETHANOL .



GRAPHE : DENSITÉ EN FONCTION DE LA COMPOSITION
MASSIQUE ; SYSTEME EAU - ETHANOL.

