

وزارة التعليم العالي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المكتبة
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

CONCEPTION ET REALISATION
D'UN REACTEUR TUBULAIRE ET
UNE CASCADE A TROIS ETAGES

Proposé par :

M.A. CIESLAK

Mme ABBAS - TURKI

Etudié par :

GUENANE Mohamed

Dirigé par :

M.A. CIESLAK

Mme ABBAS - TURKI

Promotion : Juin 1988

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

الدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

BIBLIOTHEQUE المكتبة

Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

CONCEPTION ET REALISATION
D'UN REACTEUR TUBULAIRE ET
UNE CASCADE A TROIS ETAGES

Proposé par :

M.A. CIESLAK

Mme ABBAS - TURKI

Etudié par :

GUENANE Mohamed

Dirigé par :

M.A. CIESLAK

Mme ABBAS - TURKI

Promotion : Juin 1988

MEMBRES DU JURY

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PRESIDENTE/

M^{me} R. DERRICHE

Chargée de cours

EXAMINATEURS/

M. A. CIESLAK

Chargé de cours

M^{me} CHARHARI

Chargée de cours

M^{me} ABBAS-TURKI

Maitre-assistante

M. BENNIDIR

Maitre-assistant

الموضوع: هو دراسة وأنجاز نمطين من التفاعلات
الكيميائية على المستوى المخبري، وهما:
- مفاعل أنبوبى
- سلسلة مكونة من ثلاث تفاعلات مختلطة،
في سريان مستمر.

This subject consists to realize two
models of chemical's reactors in laboratory scale.

It's concern:

A plug flow reactor.

A system of three back-mix reactors connected
in series.

L'objet de ce travail est de concevoir;
et realiser deux modeles de réacteurs chimiques.
à l'échelle de la boratoire; il s'agit d'un réacteur
tubulaire et d'une cascade de trois reacteurs
agites continus

REMERCIEMENTS

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Ce modeste travail a été réalisé dans le hall
technologique du département de Génie Chimique
sous la conduite de M.A.CIESLAK et de
M^{me}ABBAS-TURKI , auxquels je tiens à exprimer
mes vifs remerciements pour les conseils
avisés qui ont permis d'achever cette
realisation.

J'adresse mes remerciements également à
M^{me}R.DERRICHE pour avoir accepté de presider
le jury, ainsi qu'aux autres membres pour
avoir accepté d'en faire partie.

TABLE DES MATIERES

- INTRODUCTION

PARTIE THEORIQUE:

I. GENERALITES

I.1 Définitions et classificationI

I.2 Bilan de matière.....3

2. REACTEURS IDEAUX

2.1 Réacteur continu parfaitement agité.....5

2.2 Réacteur tubulaire à écoulement piston.....8

2.3 Cascade de réacteurs parfaitement agités.....II

2.4 Méthodes graphiques de résolution.....I4

3. REACTEURS REELS 15

3.1 Fonction de distribution du
temps de séjour.....I6

3.2 Modélisation des écoulements.....20

3.3 Etats de mélange du fluide24

PARTIE EXPERIMENTALE:

4. CONCEPTION ET REALISATION 26

4.1 Choix du processus chimique.....26

4.2 Calculs et dimensionnement.....

4.2.1	Reacteur tubulaire.....	27
4.2.2	Cascade de reacteurs agites continus.....	29
4.3	Géometrie et choix du materiau.....	30
4.3.1	Reacteur tubulaire.....	30
4.3.2	Cascade.....	31
4.4	Description générale de l'installation.....	32
4.4.1	Reacteurs.....	32
4.4.2	Systeme d'agitation.....	32
4.4.3	Circuit fluide.....	33
5. CALCUL DES PERFORMANCES		42
5.1	REACTEUR TUBULAIRE	43
5.2	cascade.....	44
6. RESULTATS EXPERIMENTAUX		
6.1	Mode operatoire.....	46
6.2	Resultats.....	48
CONCLUSION ET INTERPRETATION.....		52

INTRODUCTION

Le génie de la réaction chimique est l'une des branches importantes du génie chimique, son objet est le calcul, et la réalisation des réacteurs chimiques.

Ainsi l'ingénieur est appelé à dimensionner le réacteur, lui adopter une géométrie et déterminer les conditions du fonctionnement optimal.

Lors d'un processus chimique, des phénomènes physiques ont lieu et qui doivent être pris en considération dans le calcul du réacteur.

Ceci exige par conséquent une maîtrise approfondie des disciplines suivantes :

- Cinétique chimique;
- Hydrodynamique;
- Transfert de matière et de chaleur.

La démarche consiste à établir des équations de :

- Bilan de matière :

qui rend compte du transfert de matière et de la cinétique chimique.

- Bilan de chaleur :

qui prend en considération les échanges de chaleur et la thermicité du processus.

-Bilan de quantité de mouvement: qui traduit
l'équation de continuité des fluides.

Dans ce vaste contexte, se situe ce travail qui
consiste à concevoir et réaliser une installation
de laboratoire, comportant deux modèles de
réacteurs:

Un réacteur tubulaire.

Une cascade de trois réacteurs agités continus.

Le but de cette installation est de réaliser des
manipulations pratiques, inhérentes au module des
réacteurs chimiques en mettant en œuvre la
réaction de saponification de l'acétate d'éthyle.

PARTIE
THEORIQUE

I. GENERALITES:

I.I Définitions et classification:

On appelle réacteur chimique tout appareil permettant de réaliser une transformation de nature chimique. (1)

Dans l'industrie, cette définition englobe une grande variété dont l'analyse et l'utilisation est subordonnée à une classification préalable.

Les critères généralement retenus pour la classification sont: (2)

- continuité ou discontinuité de l'opération
- thermicité du processus
- mode de mélange des réactifs
- phases en présence
- mise en contact des phases.

Le tableau de la figure I, récapitule une classification selon quelques critères, avec un exemple d'application industrielle pour chaque cas.

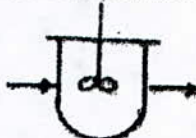




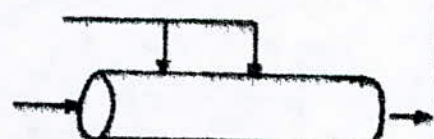
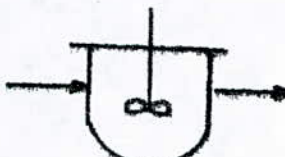
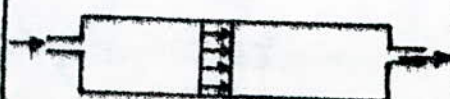
critère	réacteur	représentation	application industrielle
circulation du mélange	continu		intermédiaires pétrochimiques de gros tonnages chlorations organiques polymérisations
	semi-continu		
	discontinu		
mise en contact phases	co-courant		hydrodésulfuration
	contre-courant		réaction gaz-liquide
	courants croisés		combustion du charbon sur cote gazeuse
mode de mélange	réacteur continu parfaitement agité		sulfonations, nitrations
	réacteur piston		réacteurs catalytiques à lit fixe

Fig (I.1) , [3]

I.2 Bilan de matière

Le bilan de matière traduit la conservation d'un des constituants du mélange réactionnel, entre le courant affluent et le courant éffluent au réacteur.

Pour un réactif i , il s'exprime pour une unité de volume par l'expression:

$$\left[\begin{array}{l} \text{Flux molaire} \\ \text{qui entre} \end{array} \right] + \left[\begin{array}{l} \text{nombre de} \\ \text{moles réagies} \\ \text{par unité} \\ \text{de temps} \end{array} \right] = \left[\begin{array}{l} \text{Flux molaire} \\ \text{qui sort} \end{array} \right] + \left[\begin{array}{l} \text{nombre de} \\ \text{moles} \\ \text{accumulées} \\ \text{par unité} \\ \text{de temps} \end{array} \right]$$

Son expression mathématique est:

$$F_{ie} - \int_V r_i \cdot dV = F_{is} + \frac{dN_i}{dt} \quad (\text{I.1})$$

Quand le régime est établi, l'accumulation exprimée par le terme dN_i/dt est nulle, on aura donc

$$F_{ie} - \int_V r_i \cdot dV = F_{is} \quad (\text{I.2})$$

2. REACTEURS IDEAUX

Le réacteur idéal est une approche mathématique d'un espace réactionnel dans lequel régnent des conditions opératoires physico-chimiques et hydrodynamiques bien déterminées.

Ainsi, la théorie envisage deux types de réacteurs idéaux [4]

- Le réacteur continu parfaitement agité
- Le réacteur tubulaire à écoulement piston .

Le réacteur continu parfaitement agité correspond à un modèle de l'écoulement du fluide dans lequel la concentration est uniforme dans tout le volume réactionnel; tandis que le réacteur tubulaire à écoulement piston correspond à un modèle d'écoulement du fluide dans lequel existe un gradient de concentration .

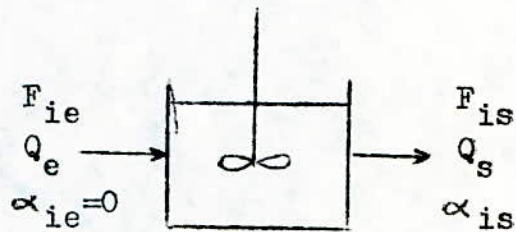
La formulation de ces deux types de réacteur n'est pas fortuite, mais découle d'un besoin plus important qui est le calcul des réacteurs réels; en effet ceux ci peuvent être représentés par une combinaison de réacteurs idéaux dont le calcul est relativement simple; une approche plus détaillée est effectuée dans le paragraphe des modèles combinés.

2.1 Réacteur continu parfaitement agité

Il se caractérise par une homogénéisation totale de la concentration dans tout l'espace réactionnel une fois le régime est établi.

On peut donc écrire pour la concentration:

$$C(x,y,z,t) = \text{constante} \quad (2.1)$$



fig(2.1)

On définit le taux de conversion relatif a un réactif, et dans une section du réacteur par:

$$\alpha_i = \frac{F_{ie} - F_i}{F_{ie}} \quad 2.2$$

en tenant compte de cette expression et en remplaçant dans (I.2) on obtient

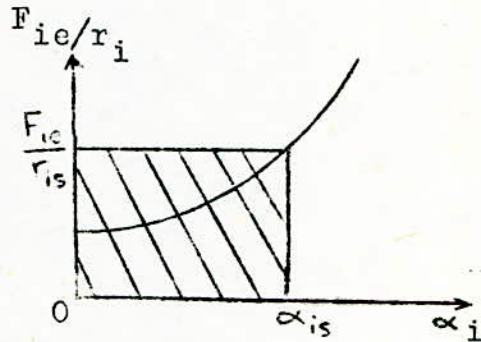
$$\alpha_{is} \cdot F_{ie} - \int_V r_{is} \cdot dV = 0 \quad (2.3)$$

$$\int_V r_{is} \cdot dV = r_{is} \cdot V \quad (2.4)$$

alors
$$V = \frac{F_{ie} \cdot \alpha_{is}}{r_{is}} \quad (2.5)$$

il est donc possible de mesurer graphiquement le volume nécessaire a un taux de conversion donné, en traçant la courbe F_{ie}/r_i en fonction de α_i

fig(2.2)



De même on définit le temps de passage:

$$\theta = \frac{V}{Q_e} \quad (2.6)$$

en sachant que les débits molaire et volumique sont reliés par la relation:

$$F_{ie} = C_{ie} \cdot Q_e \quad (2.7)$$

alors :

$$\theta = \frac{C_{ie} \cdot \alpha_{is}}{r_{is}} \quad (2.8)$$

- Application a une réaction simple d'ordre n

Les débits volumiques de l'entrée et de la sortie sont reliés par la relation:

$$Q_s = Q_e \cdot (1 + \xi \cdot \alpha_i) \quad \text{ici } i: \text{ est un réactif} \quad (2.9)$$

ξ : est le facteur de dilatation chimique, due au changement de composition du mélange réactionnel entre le courant affluent et le courant éffluent au réacteur.

L'expression de la vitesse d'une réaction d'ordre n est

$$r = k \cdot C_i^n \quad \text{pour une réaction simple (2.10)}$$

La vitesse relative au réactif i est:

$$r_i = -v_i \cdot r \quad (2.11)$$

en reprenant l'équation(2.5) on obtient

$$V = \frac{F_{ie} \cdot \alpha_{is}}{-v_i \cdot k \cdot C_{is}^n}$$

or
$$C_{is} = \frac{F_{is}}{Q_s}$$

d'où
$$C_{is} = \frac{F_{ie} (I - \alpha_{is})}{Q_e (I + \xi \cdot \alpha_{is})} \quad (2.12)$$

alors
$$V = \frac{-Q_e}{v_i \cdot k \cdot C_{ie}^{n-1}} \cdot \left[\frac{I + \xi \cdot \alpha_{is}}{I - \alpha_{is}} \right]^n \cdot \alpha_{is} \quad (2.13)$$

de même que le temps de passage devient

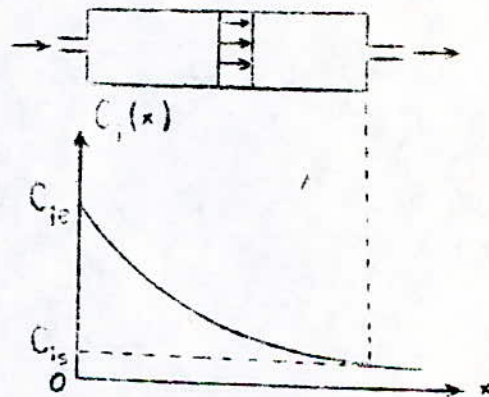
$$\theta = \frac{-I}{v_i \cdot k \cdot C_{ie}^{n-1}} \cdot \left[\frac{I + \xi \cdot \alpha_{is}}{I - \alpha_{is}} \right]^n \cdot \alpha_{is} \quad (2.14)$$

2.2 Réacteur tubulaire à écoulement piston

Il est caractérisé par l'existence d'un gradient de concentration le long de l'axe normal à l'écoulement; le fluide progresse dans le réacteur par tranches successives n'échangeant pas de matière entre elles [4]

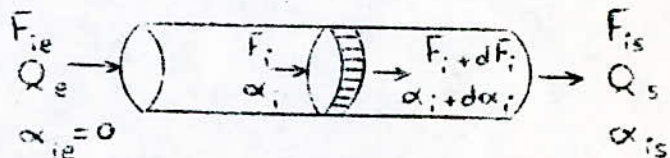
On peut donc écrire en régime établi:

$$C(x,y,z,t) = c(x) \quad (2.I5)$$



fig(2..)

Le bilan de matière s'effectue sur une tranche d'épaisseur dx et de volume dV normale à l'axe de l'écoulement



fig(2.4)

En régime établi :

$$F_i - (F_i + dF_i) - r_i \cdot dV = 0 \quad (2.I6)$$

d'où
$$r_i = -dF_i/dV \quad (2.I7)$$

or $F_{i\alpha} = F_{ie}(I - \alpha_i)$

après différentiation $dF_i = -F_{ie} d\alpha_i$; (2.18)

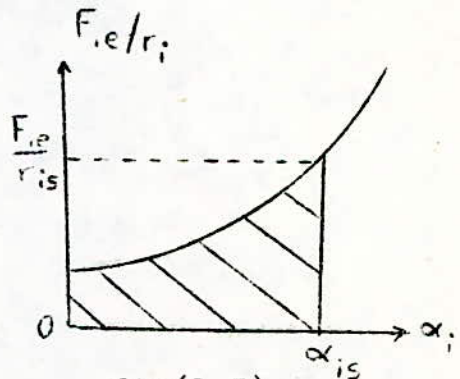
alors $dV = F_{ie} \cdot d\alpha_i / r_i$ (2.19)

où r_i est une fonction de α_i , en intégrant entre la section d'entrée et celle de sortie:

$$V = \int_0^V dV = \int_{\alpha_{ie}=0}^{\alpha_{is}} F_{ie} \cdot d\alpha_i / r_i$$

$$V = F_{ie} \int_0^{\alpha_{is}} d\alpha_i / r_i \quad (2.20)$$

Le volume est mesuré par l'aire hachurée limitée par la courbe F_{ie}/r_i et l'axe des α_i , d'une part, et les deux droites $\alpha_{ie}=0$ et α_{is} d'autre part.



fig(2.5)

Le temps de passage devient:

$$\theta = C_{ie} \int_0^{\alpha_{is}} d\alpha_i / r_i \quad (2.21)$$

- Application a une réaction simple d'ordre n :

$$r_i = -v_i \cdot k \left[\frac{F_{ie}(I - \alpha_i)}{Q_e(I + \alpha_i)} \right]^n$$

d'où

$$V = \frac{-Q_e}{v_i \cdot k \cdot C_{ie}^{n-1}} \int_{\alpha_{ie}=0}^{\alpha_{is}} \left[\frac{I + \xi \alpha_i}{I - \alpha_i} \right]^n \cdot d\alpha_i \quad (2.22)$$

et

$$\theta = \frac{-I}{v_i \cdot k \cdot C_{ie}^{n-1}} \int_{\alpha_{ie}=0}^{\alpha_{is}} \left[\frac{I + \xi \alpha_i}{I + \alpha_i} \right]^n \cdot d\alpha_i \quad (2.23)$$

2.3 Cascade de réacteurs agités continus.

C'est un agencement en serie de plusieurs réacteurs agités continus, chacun constitue un étage de la cascade; qui est caractérisé par une concentration uniforme, fixe en régime établi; d'où l'appelation communement utilisée de système a paliers de concentration.

Le fonctionnement de la cascade est intermediaire de celui du réacteur piston et du réacteur continu parfaitement agité; toutefois, quand le nombre d'étages est supérieur a quatre, la cascade peut etre assimilée a un réacteur piston. [2]

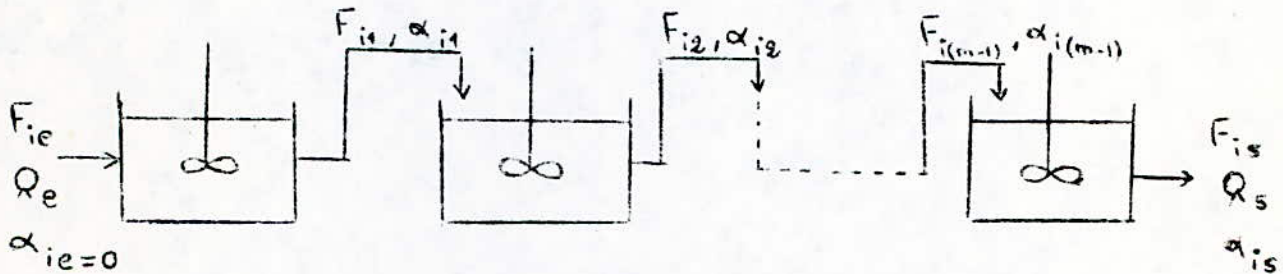


fig (2.6)

Le bilan de matière effectué au niveau de tous les étages, aboutit à un système d'équations dépendantes dont la résolution successive donne les performances de la cascade à la sortie.

$$F_{i0} - F_{i1} - r_{i1} \cdot V_1 = 0$$

$$F_{i1} - F_{i2} - r_{i2} \cdot V_2 = 0$$

⋮

$$F_{i(m-1)} - F_{im} - r_{im} \cdot V_m = 0$$

(2.24)

où m est le nombre d'étages de la cascade.

- Application à une réaction simple d'ordre n pour une cascade de trois étages .

Comme on l'a vu, la cascade est décrite par le système précédent et pour $m=1$.

$$F_{ie} - F_{i1} - r_{i1} \cdot V_1 = 0 \quad (2.25)$$

$$F_{i1} - F_{i2} - r_{i2} \cdot V_2 = 0$$

$$F_{i2} - F_{i3} - r_{i3} \cdot V_3 = 0$$

$$m=1 : \quad \alpha_{i1} \cdot F_{ie} + v_i \cdot k \frac{F_{ie} (1 - \alpha_{i1})^n}{Q_e (1 + \alpha_{i1})^n} \cdot V_1 = 0$$

d'où

$$V_1 = \frac{-Q_e}{v_i \cdot k \cdot C_{ic}^{n-1}} \left[\frac{1 + \alpha_{i1}}{1 - \alpha_{i1}} \right]^n \cdot \alpha_{i1} \quad (2.26)$$

$m=2$:

on obtient par analogie

$$V_2 = \frac{-Q_e}{v_i \cdot k \cdot C_{ic}^{n-1}} \left[\frac{1 + \alpha_{i2}}{1 - \alpha_{i2}} \right]^n \cdot (\alpha_{i2} - \alpha_{i1}) \quad (2.27)$$

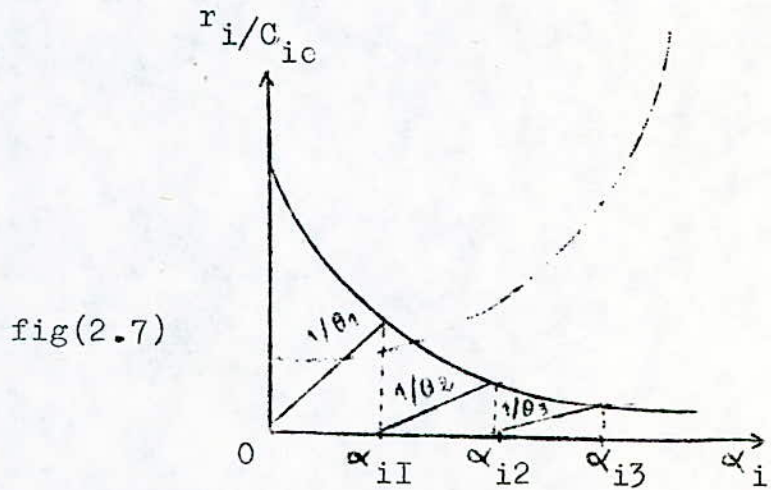
$m=3$:

$$V_3 = \frac{-Q_e}{v_i \cdot k \cdot C_{ic}^{n-1}} \left[\frac{1 + \alpha_{i3}}{1 - \alpha_{i3}} \right]^n \cdot (\alpha_{i3} - \alpha_{i2}) \quad (2.28)$$

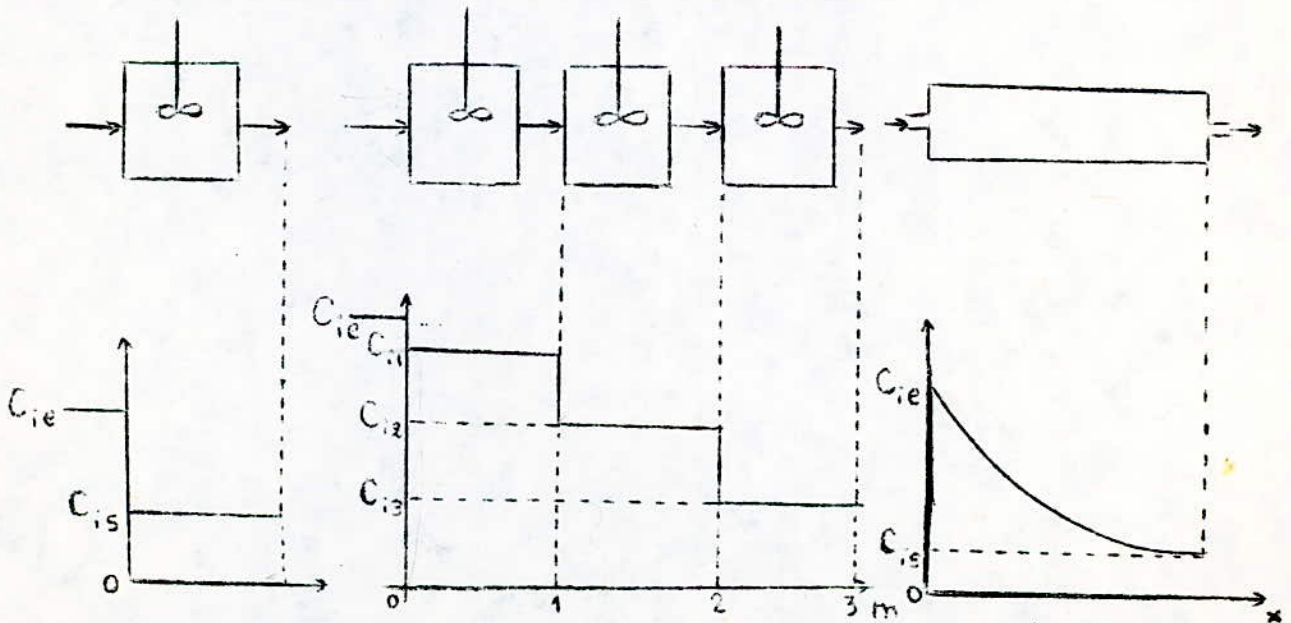
Le volume total de la cascade est la somme

$$V = V_1 + V_2 + V_3$$

La figure (2.7) montre comment obtenir le taux de conversion à la sortie de la cascade en connaissant les valeurs du temps de passage dans chaque étage.



Evolution schématique de la concentration dans les trois systèmes: [5]

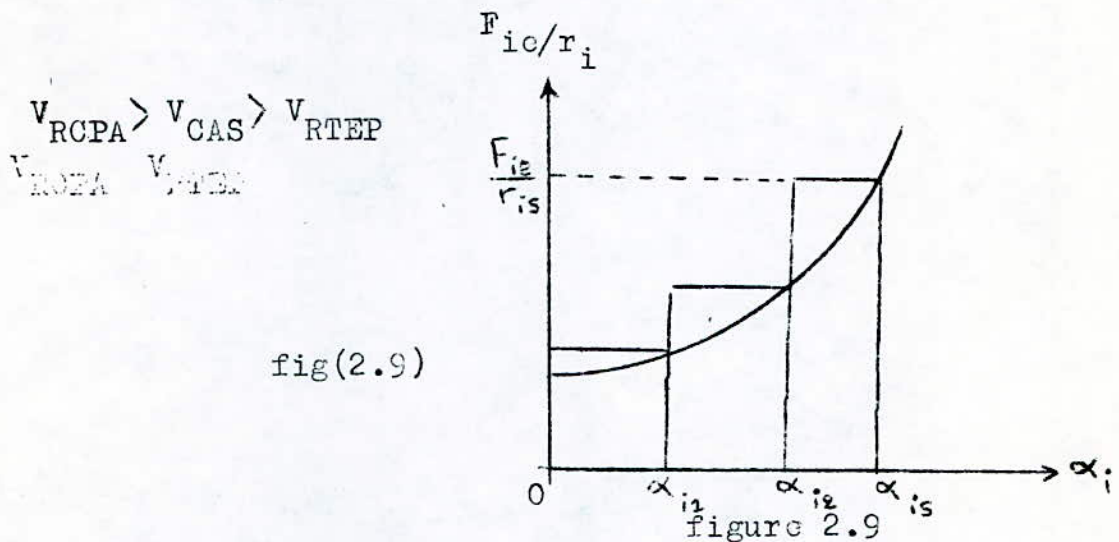


fig(2.8)

2.4 Méthodes graphiques de comparaison.

Le sens de la concavité de la courbe F_{ic}/r_i dépend de l'ordre de réaction n .

Quand celui ci est positif, ce qui est le cas dans la grande majorité des réactions, la courbe est orientée vers le haut, ce qui permet de conclure :



Ceci montre donc que le réacteur piston est le plus performant des trois réacteurs car il exige le plus petit volume pour réaliser un taux de conversion donnée. Par ailleurs, il existe des abaques qui permettent de connaître rapidement la fraction résiduelle qui est le complément à l'unité du taux de conversion, en sachant la valeur du paramètre de fonctionnement $Da = k \cdot C_{ie}^{n-1} \cdot \theta$.

3. REACTEURS REELS

L'écoulement dans un réacteur réel est intermédiaire entre les deux modèles théoriques idéaux correspondant respectivement au réacteur continu parfaitement agité et le réacteur piston, [4] car il fait apparaître des phénomènes hydrodynamiques aux profils complexes, comme le court-circuit et les zones de stagnation.

L'approche systématique de ces phénomènes par la mécanique des fluides aboutit à des équations locales compliquées dont la résolution présente des difficultés importantes; pour surmonter cet handicap, DANKOWERT en 1953 proposa de considérer le réacteur comme un système global ayant des entrées et des sorties, et de caractériser l'écoulement par une fonction de distribution statistique qu'il appela fonction de distribution du temps de séjour ou DTS.

La mesure expérimentale de cette fonction permet de proposer un modèle d'écoulement dans le réacteur et par la suite d'extrapoler ses performances dans le cas d'un processus chimique linéaire, par contre quand celui-ci n'est pas linéaire, la connaissance des conditions de mélange optimal du fluide réactionnel en plus de la DTS est nécessaire.

3.1. Fonction de distribution du temps de séjour :

Dans un réacteur réel, les molécules empruntent des chemins différents entre l'entrée et la sortie, ce qui se traduit donc par des temps de séjour différents; d'où l'existence d'une distribution $E(t)$ autour d'une valeur moyenne appelée temps de séjour moyen.



Il est évident que dans un réacteur à déplacement parfait en l'occurrence le réacteur piston, le temps de séjour est unique pour toutes les molécules.

$E(t)$ est une distribution ~~statistique~~ définie par :

- $E(t) dt$ est la probabilité de sortie d'une molécule dans l'intervalle $[t, t + dt]$

- $\int_t^{+\infty} E(t) \cdot dt$ est la fraction du fluide séjournant plus longtemps que t

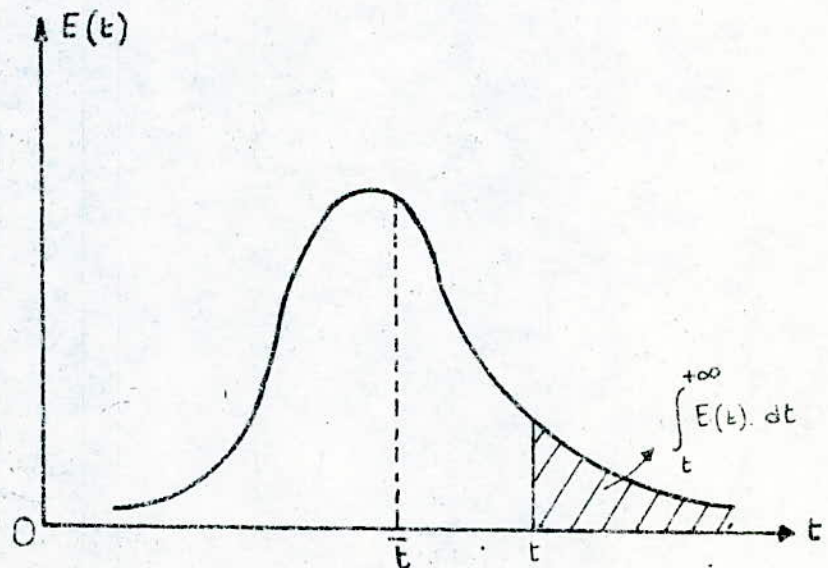
- $\int_0^{+\infty} E(t) \cdot dt = 1$ par les conditions de normation.

La moyenne de la distribution est :

$$\bar{t} = \int_0^{+\infty} t \cdot E(t) \cdot dt \approx \sum t \cdot E(t) \cdot \Delta t$$

La variance est :

$$\sigma^2 = \int_0^{+\infty} t^2 \cdot E(t) \cdot dt - \bar{t}^2 \approx \sum (t - \bar{t})^2 \cdot E(t) \cdot \Delta t$$



La mesure expérimentale de la DTS est faite à l'aide de la technique des traceurs qu'on envoie dans le réacteur sous forme d'un signal connu et on examine sa réponse à la sortie.

On en déduit donc des renseignements sur le comportement interne du fluide.

Le traceur peut-être :

- une substance radioactive
- un colorant
- un électrolyte

Les signaux les plus couramment utilisés sont :

- l'injection échelon

$$C_o(t) = C_o \cdot U(t) \quad \text{avec} \quad U(t) = \begin{cases} I & \text{si } t > 0 \\ 0 & \text{si } t = 0 \end{cases}$$

- la purge-échelon

$$C_o(t) = C_o [I - U(t)]$$

- l'impulsion de Dirac

$$C_o(t) = C_o \cdot S(t) \quad \text{avec} \quad S(t) = \begin{cases} 0 & \text{si } t \neq 0 \\ \infty & \text{si } t = 0 \end{cases}$$
$$+ \infty$$
$$\text{et} \quad \int_0^{\infty} \delta(t) \cdot dt = I.$$

où C_0 est la concentration du traceur rapportée au volume totale du réacteur.

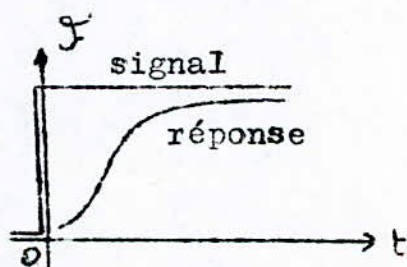
Les courbes réponses obtenues sont respectivement :

- Courbe $\mathcal{F} = \frac{C(t)}{C_0}$ fig. 3.I.1

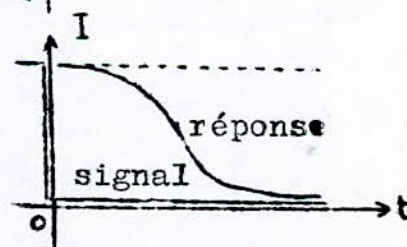
- Courbe $I = \frac{C(t)}{C_0}$ fig. 3.I.2

- Courbe $C = \frac{C(t)}{C_0}$ fig. 3.I.3

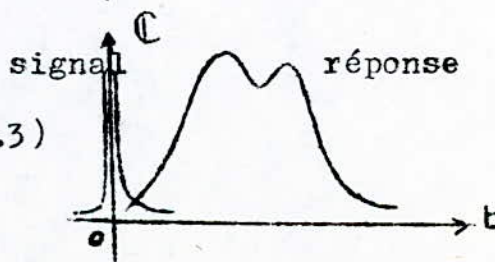
figure(3.I.1)



figure(3.I.2)



figure(3.I.3)



3.2. MODELISATION DES ECOULEMENTS :

Après l'obtention expérimentale de la DTS, l'étape suivante consiste à représenter son allure par un modèle approprié qui permettra par la suite de prévoir les performances du réacteur.

Différents types de modèles.

- modèle du mélange idéal : il correspond au réacteur contenu parfaitement agité.
- modèle du déplacement idéal : il correspond au réacteur tubulaire à écoulement piston.
- modèle diffusionnel : il repose sur l'hypothèse de l'existence de deux types de diffusion : diffusion axiale et diffusion radiale.
- modèle en cellules : le réacteur est assimilé à une cascade de réacteur parfaitement agités continus.

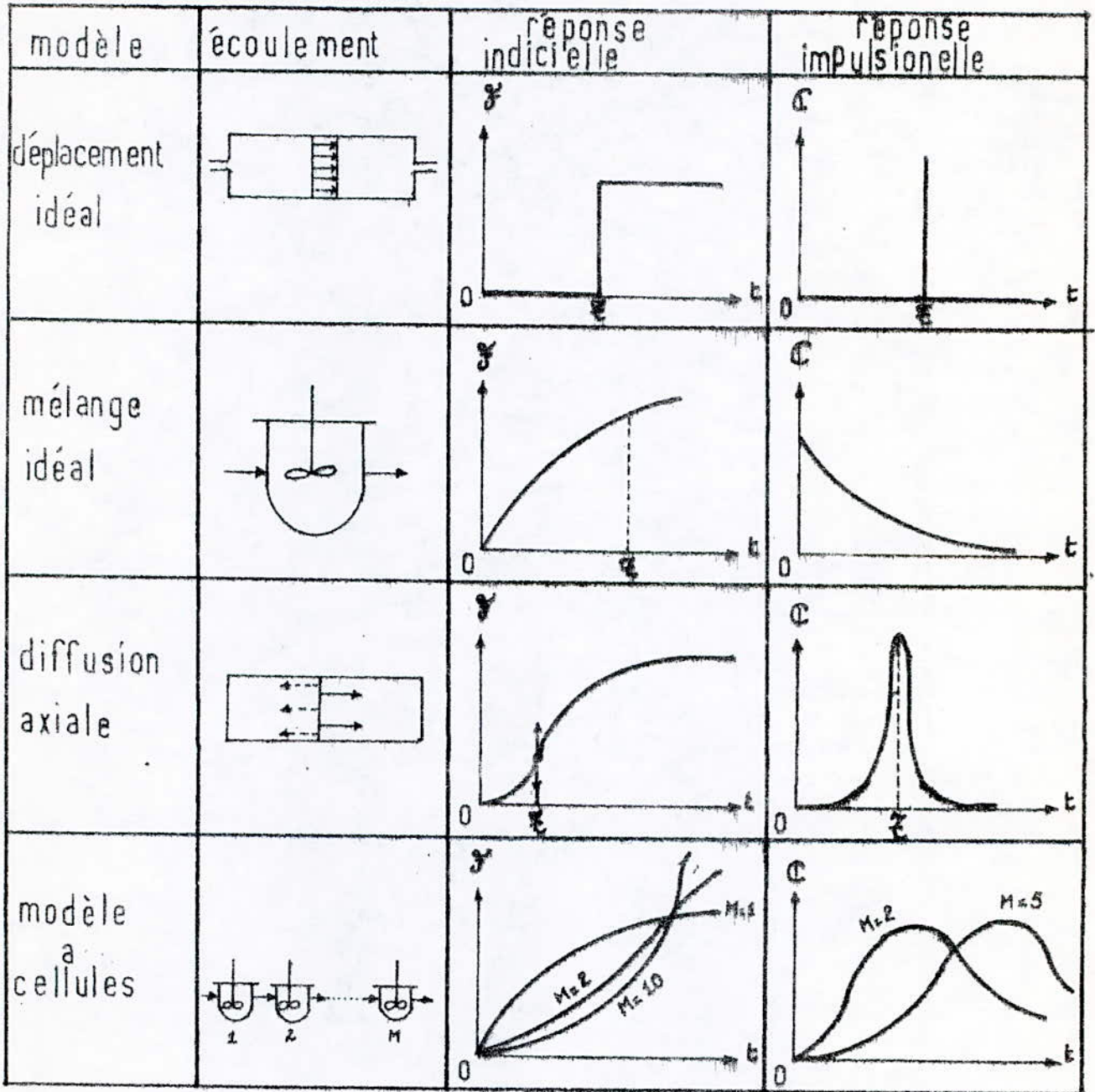


Fig (3.2) , [6]

- modèles combinés : ils rendent compte des phénomènes de court-circuit, du volume mort et des zones du déplacement parfait.

Le réacteur est représenté par un circuit de réacteurs idéaux, qui doit exprimer le plus fidèlement possible les flux de matière existant dans le réacteur.

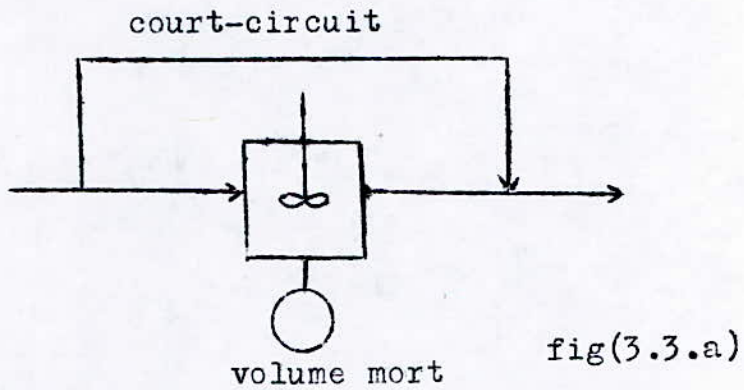
Dans un court-circuit, une fraction du fluide quitte le réacteur avec la même concentration qu'à l'entrée. Le volume mort est une zone stagnante où le fluide ne circule pratiquement pas, ces zones stagnantes occupent une partie du volume sans participer à la réaction.

La méthode générale consiste à proposer un modèle théorique plus ou moins complexe; d'effectuer des bilans de matière dans les différentes boucles du circuit et d'en déduire expérimentalement les fractions de volume mort; et de court-circuit.

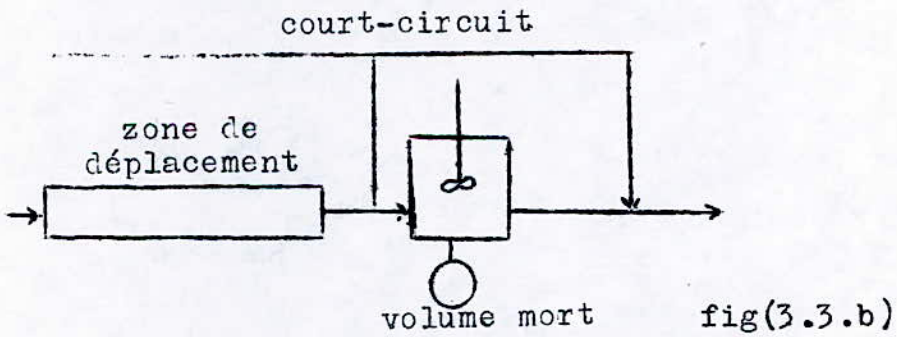
Le Calcul du taux de conversion obtenu; comparé avec celui du réacteur réel permet de conclure sur la justesse du modèle choisi.

Exemples de modèles combinés simples:

- Modèle a volume mort et by-pass:



- Modèle a volume mort, zone de déplacement, et by-pass:



3.3. Etats de mélange du fluide :

L'avancement d'une réaction chimique dépend fortement du mode de mélange réalisé.

Ainsi on distingue deux modes de malange :

3.3.1. Macro-mélange :

Le liquide se répartit en agrégats distincts, brassés les uns sur les autres; le mélange n'est pas assuré au niveau moléculaire.

3.3.2. Micro-mélange :

Le liquide subit une dispersion au niveau moléculaire, ce qui lui confère donc une homogénéité totale; cet état favorise donc l'évolution de la réaction chimique.

6. Partie expérimentale:

PARTIE
EXPERIMENTALE

Objet du travail:

L'objectif fixé à ce projet est d'essayer de doter le département du génie chimique d'un nouvel outil pédagogique servant à réaliser des manipulations inhérentes au module des réacteurs chimiques; afin de permettre à l'utilisateur de compléter les connaissances théoriques acquises au cours, par une visualisation pratique des phénomènes étudiés, et de confronter les prévisions théoriques avec les résultats expérimentaux obtenus pendant la manipulation.

En effet, il s'agit de l'étude de la saponification de l'acétate d'éthyle dans deux types différents de réacteurs en l'occurrence un réacteur tubulaire et une cascade de réacteurs agités continus à trois étages; la commodité de cette étude réside dans la possibilité de lecture directe des taux de conversion par le biais de la mesure de la conductivité électrique par un conductimètre étalonné préalablement.

4 - CONCEPTION

4.I Choix du processus chimique

La réaction chimique choisie est la saponification de l'acétate d'éthyle dont l'équation stoechiométrique s'exprime par :



C'est une réaction en phase liquide homogène, irréversible dont la cinétique est du second ordre par rapport à l'un des réactifs:

$$r = k \cdot C_A \cdot C_B$$

Où k est la constante de vitesse, qui dépend de la température à laquelle évolue la réaction chimique; son expression est:

$$k(T) = 1,344 \cdot 10^8 \cdot \exp(-10230/1,99T) \text{ litre/mole.min (4)}$$

GIVAUDON donne la valeur de 4,066 litre/mole.min à 20°C .

Le choix de cette réaction a été guidé par les avantages suivants:

- réaction athérmique : ceci permet d'avoir un processus **isotherme.**
- avancement lié à la conductivité électrique du mélange , ce qui permet de le mesurer à l'aide d'une courbe d'étalonnage établie préalablement.
- disponibilité des réactifs dont les coûts sont raisonnables.

4.2 Calculs et dimensionnement.

Le taux de conversion désiré à la sortie des réacteurs est de l'ordre de 50%; en opérant avec des concentrations initiales des réactifs égales à 0,1 M/l. Les pompes utilisées pour l'alimentation débitent dans une gamme de débits allant de 0 à 0,084 dm³/min ce qui nous permet d'avoir un débit total maximum à l'entrée égal à $Q_e = 0,0168 \text{ dm}^3/\text{min}$
 $k = 4,066 \text{ l/mol.min}$ [7]

4.2.I Réacteur tubulaire:

Selon l'équation (2.22) et pour

$$n = 2, \quad \xi = 0$$

$$V = \frac{-Q_e}{(-I) \cdot k \cdot C_{Ae}} \int_{\alpha_{Ae}}^{\alpha_{As}} - \frac{d\alpha_A}{I - \alpha_A}$$

$$V = \frac{Q_e}{k \cdot C_{Ae}} \left[\frac{I}{I - \alpha_A} \right]_{0}^{0,5}$$

on trouve après calcul

$$V = 0,826 \text{ dm}^3$$

sachant que le diamètre du réacteur est :

$$D = 3 \text{ cm}$$

La longueur est donnée par :

$$L = 4V/D^2 \cdot \pi$$

on trouve :

$$L = 117 \text{ cm.}$$

Le temps de passage est par conséquent :

$$\theta = 5 \text{ min}$$

4.2.2 Cascade de réacteurs agités continus

Selon la figure 4.1 , le volume d'un réacteur est exprimé par:

$$V = (H - D/2) \cdot \pi \cdot D^2 / 4 + (1/2) \cdot (4/3) \cdot \pi \cdot (D/2)^3$$

en tenant compte que $H = D$, selon les normes HOLLAND-CHAPMAN concernant les réacteurs chimiques, on aura finalement;

$$V = (1/8 + 1/12) \cdot \pi \cdot D^3$$

on trouve après calcul, $D = H = 7,5$ cm

Pour éviter le deversement du liquide pendant l'agitation qui crée le phénomène du vortex, on prévoit une surélévation $H' = 5$ cm au dessus du niveau liquide.

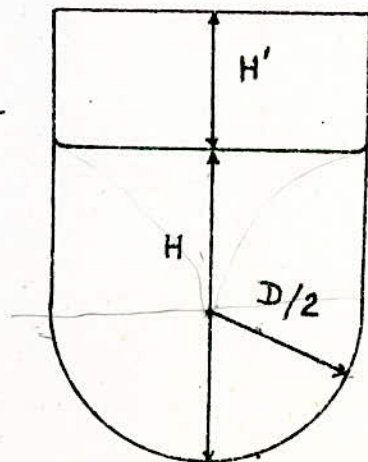


Fig. 4.1

4.3 Géométrie et choix du matériau

Le matériau choisi pour la réalisation des deux modèles de réacteurs est le verre pyrex qui offre l'avantage de la transparence et l'immunité contre les produits corrosifs, comme la soude par exemple.

4.3.I Réacteur tubulaire;

C'est une conduite cylindrique de 3cm de diamètre, possédant une configuration en S, et est constituée des éléments suivants:

- trois tubes longitudinaux, identiques.
- deux tubes en forme de U.
- une cellule d'entrée des réactifs, comportant deux orifices pour l'alimentation, et un autre pour le thermomètre.
- une cellule de sortie des produits, comportant trois orifices, respectivement pour le thermomètre, l'évacuation des produits et pour la cellule conductimétrique. figure (4.3)

4.3.2 Cascade:

La cascade est constituée de trois réacteurs identiques en forme et en volume;chaque element est sous forme d'un cylindre ayant une base en forme de cuvette pour faciliter la vidange , au moyen d'un orifice d'évacuation.

De part et d'autre des parois, sont soudées coaxialement,deux conduitesp pour l'entrée et la sortie du fluide réactionnel;toutefois la conduite de sortie comprend une ramification qui lui permet d'être reliée à l'entrée du réacteur suivant. Outre ceci; chaque réacteur est muni d'un couvercle bridé, fabriqué en Aluminium.

Le réglage du niveau du mélange réactionnel dans chaque étage est assuré par un robinet a boiseau qui se trouve sur les conduites de sortie.

figures(4.4) et (4.5)

4.4 Description générale de l'installation:

Le support principal des réacteurs et des accessoires, est une plaque de bois (800mmx900mm); L'installation réalisée comprend outre les réacteurs un système d'agitation du liquide, un circuit électrique, un ensemble de conduites constituant le circuit fluide alimenté par deux pompes doseuses de faibles débits.

4.4.1 Réacteurs:

Les trois réacteurs agités continus sont disposés en cascade, avec une dénivellation constante entre deux éléments consécutifs; les moyens de fixation sont constitués de ceintures métalliques, et de supports appropriés. Le réacteur tubulaire est fixé en dessous de la cascade.

4.4.2 Système d'agitation:

L'agitation est assurée au moyen de trois moteurs électriques IIOW, alimentés en 220V.

Les moteurs sont disposés coaxialement au dessus des réacteurs, et entraînent dans leur mouvement les agitateurs qui sont réalisés pour la circonstance a l'aide de tiges en Aluminium et d'hélices a palettes. Les tiges passent a travers des roulements a billes afin de minimiser les vibrations engendrées par la rotation des moteurs. figure (4.6)

Une plaque de commande électrique permet de commander l'allumage des moteurs.

4.4.3 Circuit fluide:

L'acheminement des réactifs à partir des bacs de stockage vers les réacteurs est assuré par les deux pompes, a travers des conduites de 4mm de diametre; les débits sont mesurés a l'aide de deux debitmetres étalonnés préalablement et dont la linéarité est verifiée .fig (4.7) et (4.8)

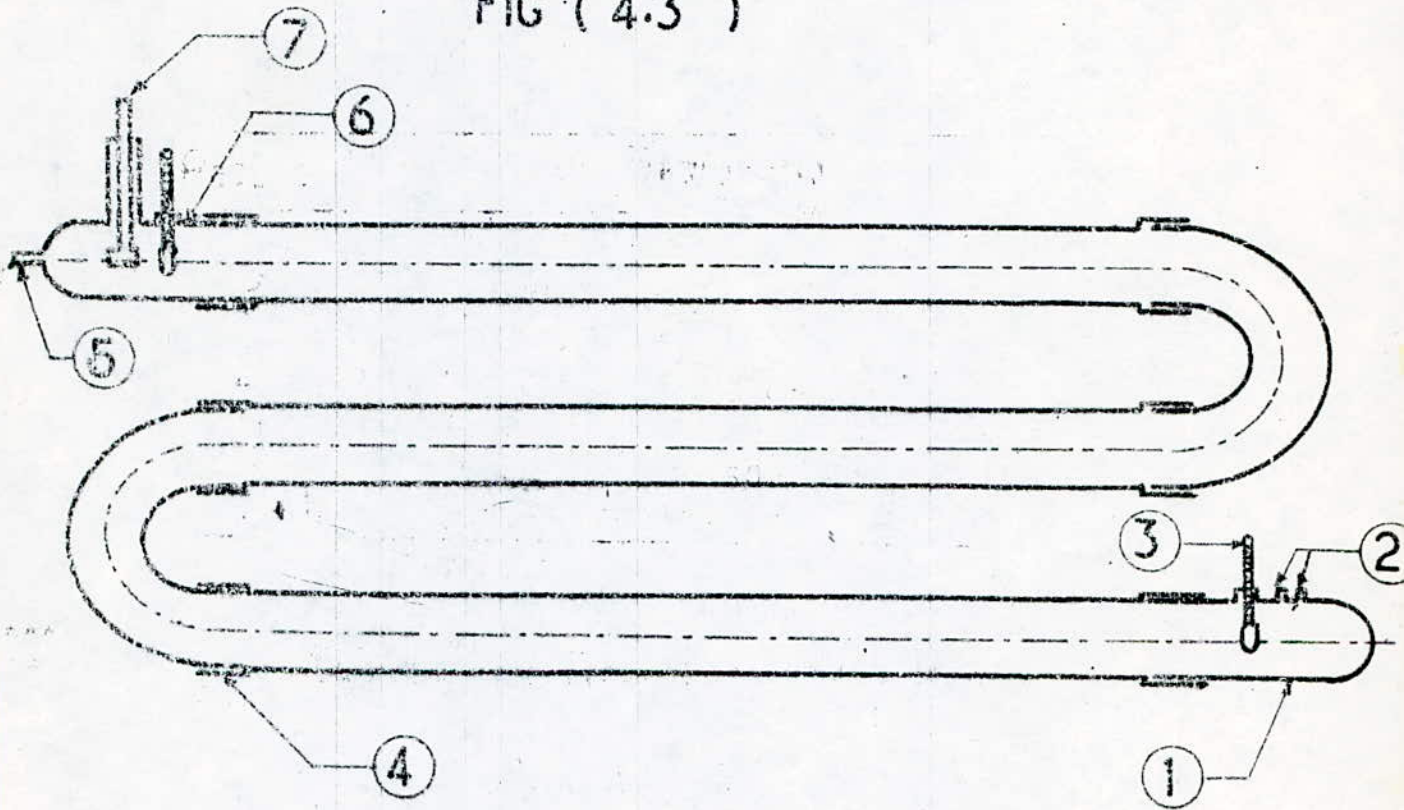
Les produits de la réaction sont recueillis dans un bac de vidange.

La concentration en soude des produits de la réaction est reliée a la conductivité par une courbe linéaire. fig(4.8)

Schéma du Réacteur Tubulaire

Échelle: 1/3

FIG (4.3)



Répert	Désignation
1	cellule d'entrée
2	entrées des réactifs
3	thermomètre
4	roda9e 29/32
5	sortie des Produits
6	cellule de sortie
7	cellule conductimétrique

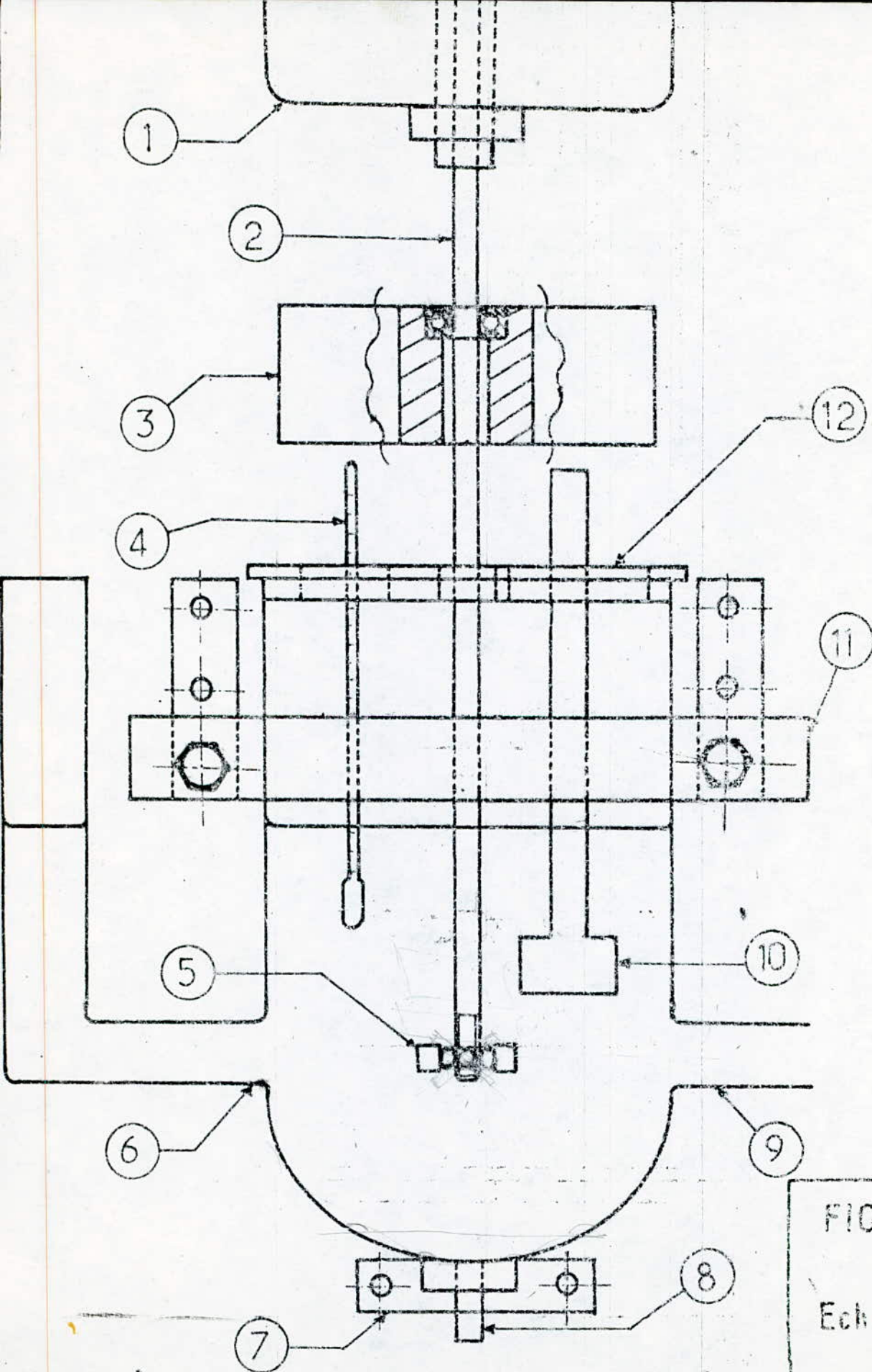


FIG (4.5)

Echelle: 1

Répere	Désignation
I	Moteur électrique
2	Arbre de l'agitateur
3	Support du roulement a bille
4	Thermomètre
5	Hélice a quatre palettes
6	Conduite d'entrée du réacteur
7	Support du réacteur
8	Conduite de vidange
9	Conduite de sortie du réacteur
IO	Cellule conductimétrique
II	Ceinture métallique
I2	Couvercle bridé

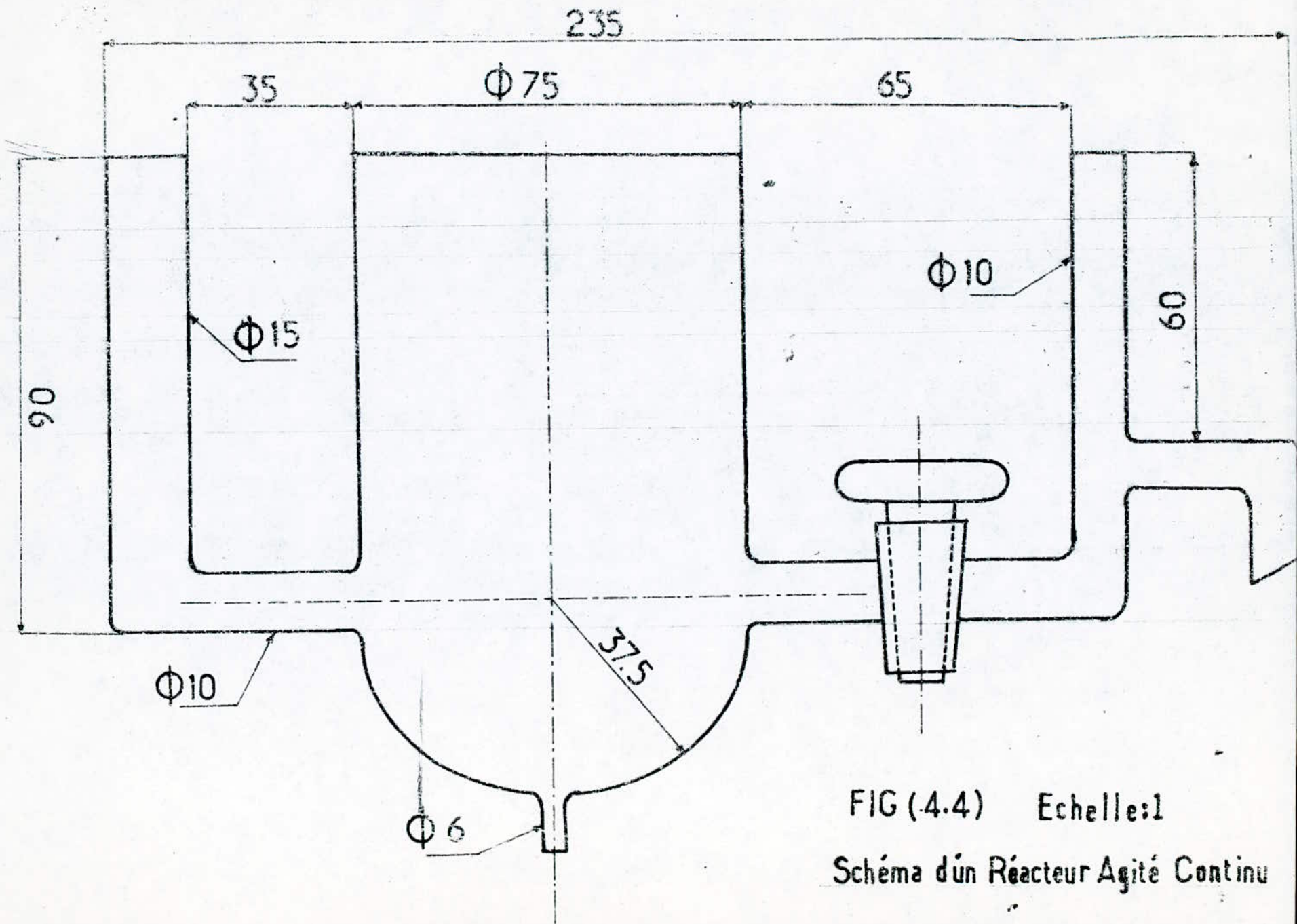
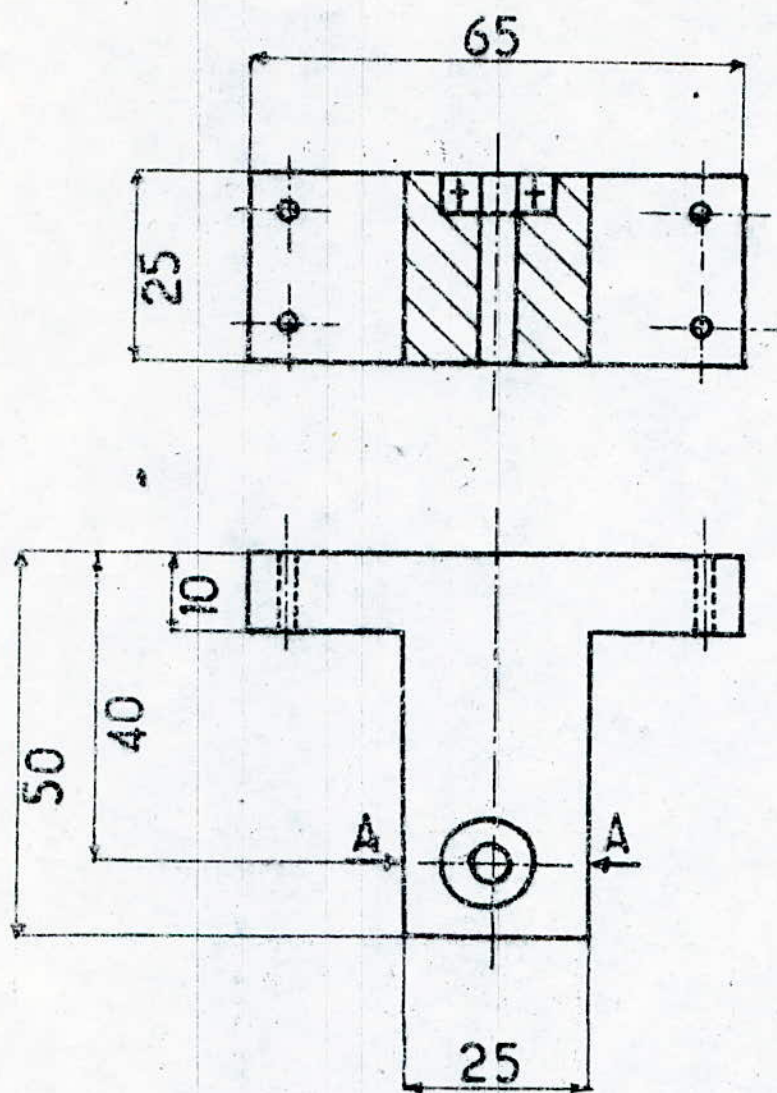
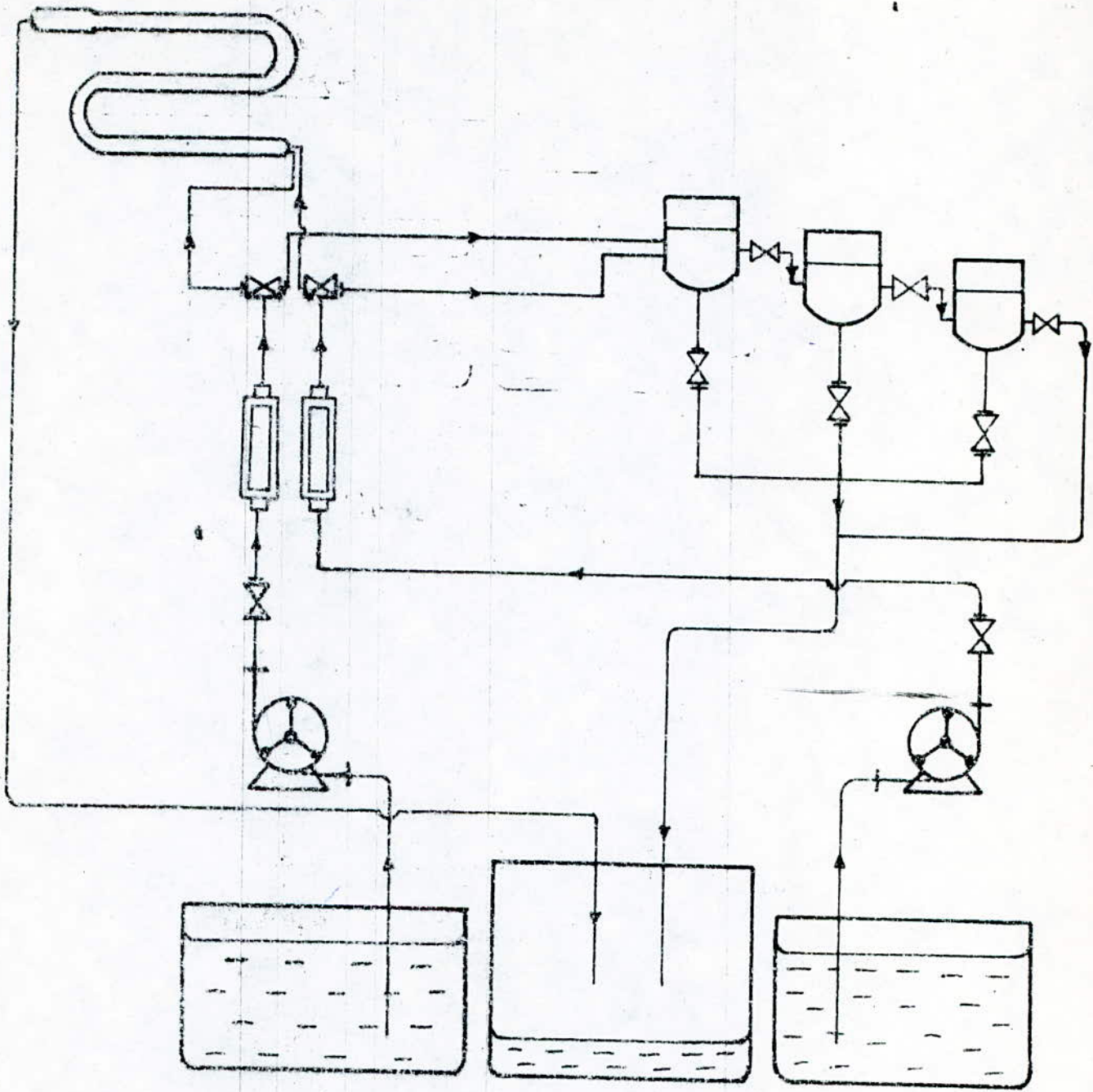


FIG (4.4) Echelle:1
 Schéma d'un Réacteur Agité Continu



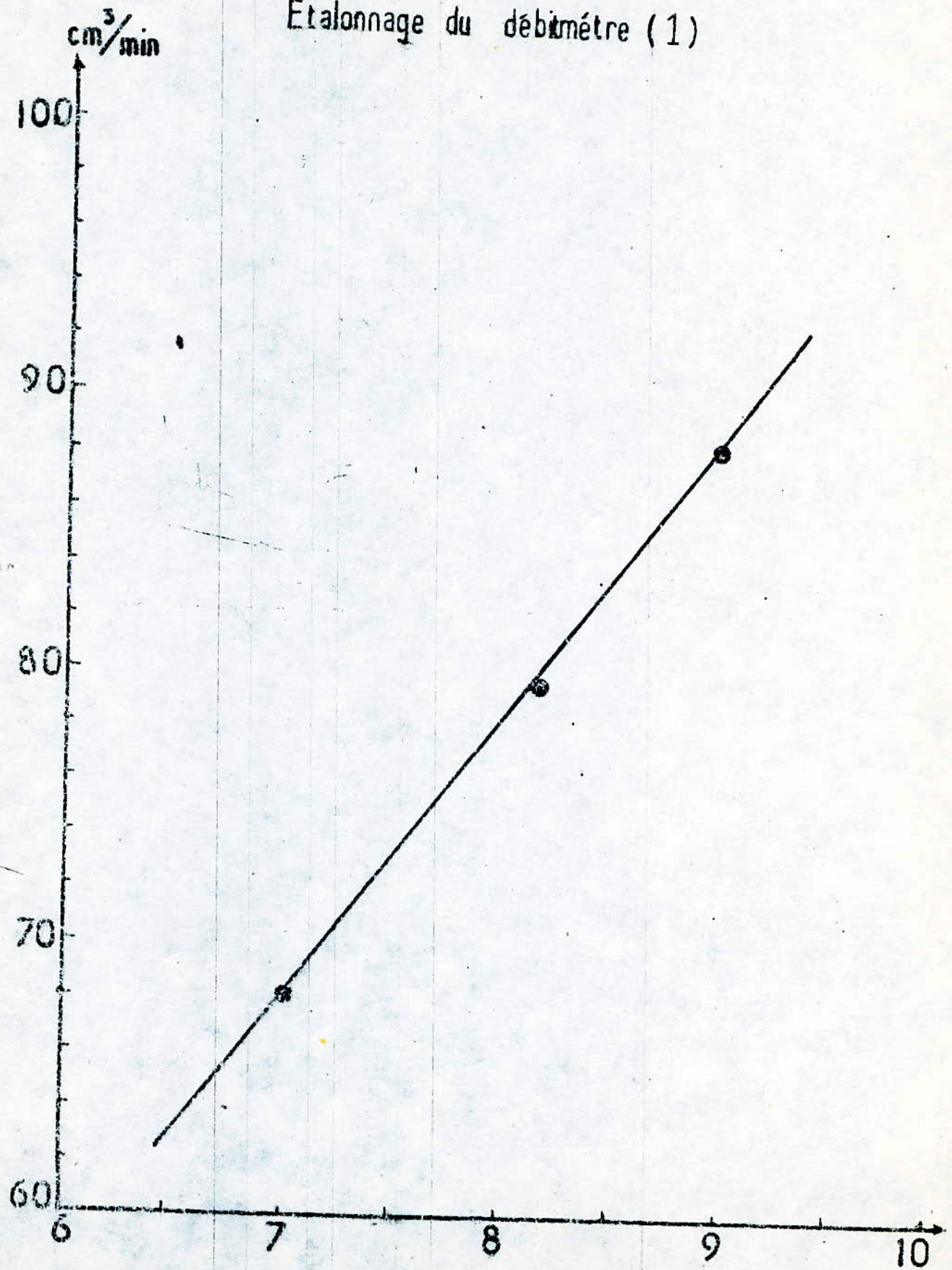
Vue de face
coupe AA

FIG (4.6)



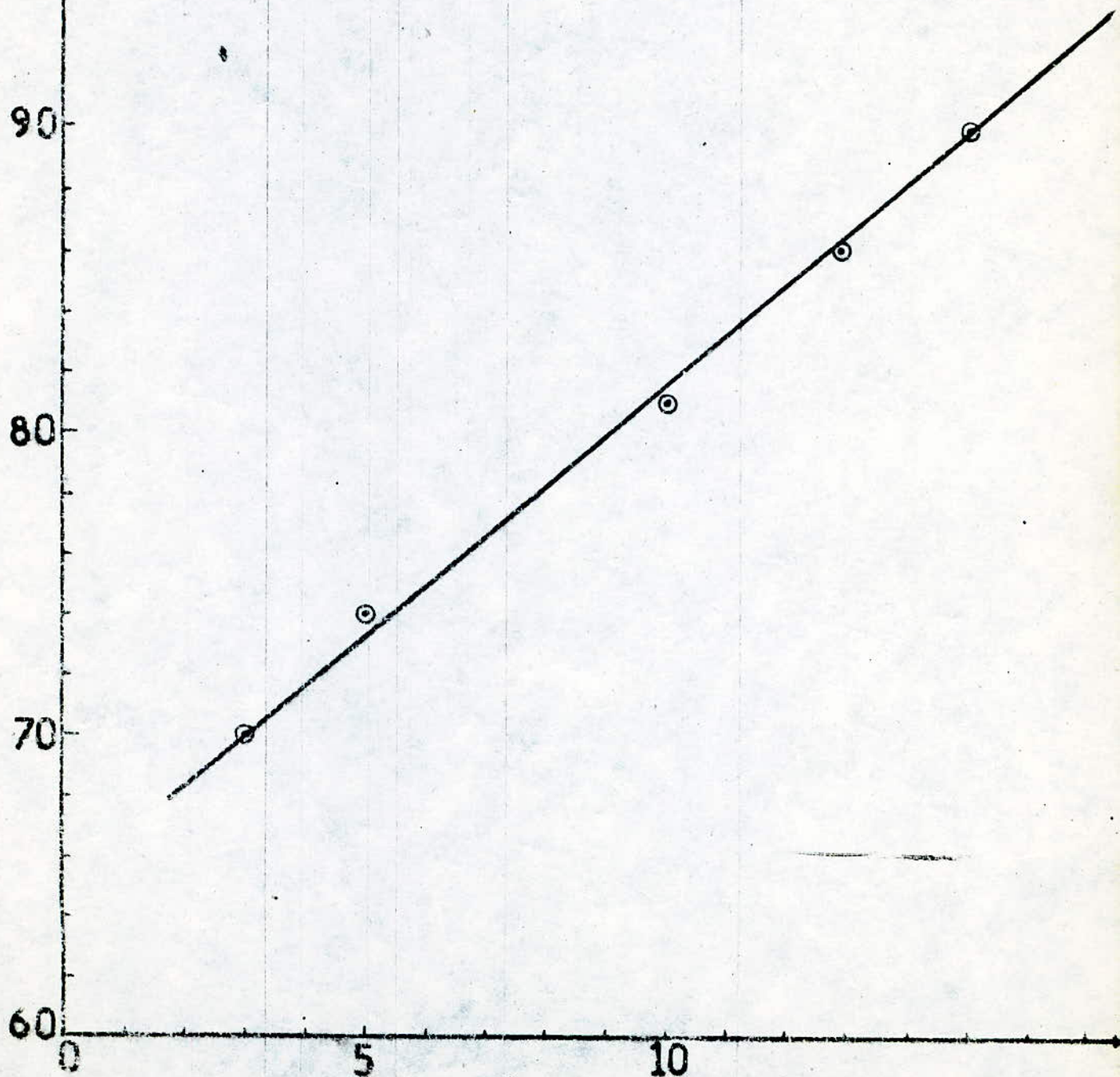
Circuit "Fluide" Fig 5.5

Etalonnage du débitmètre (1)

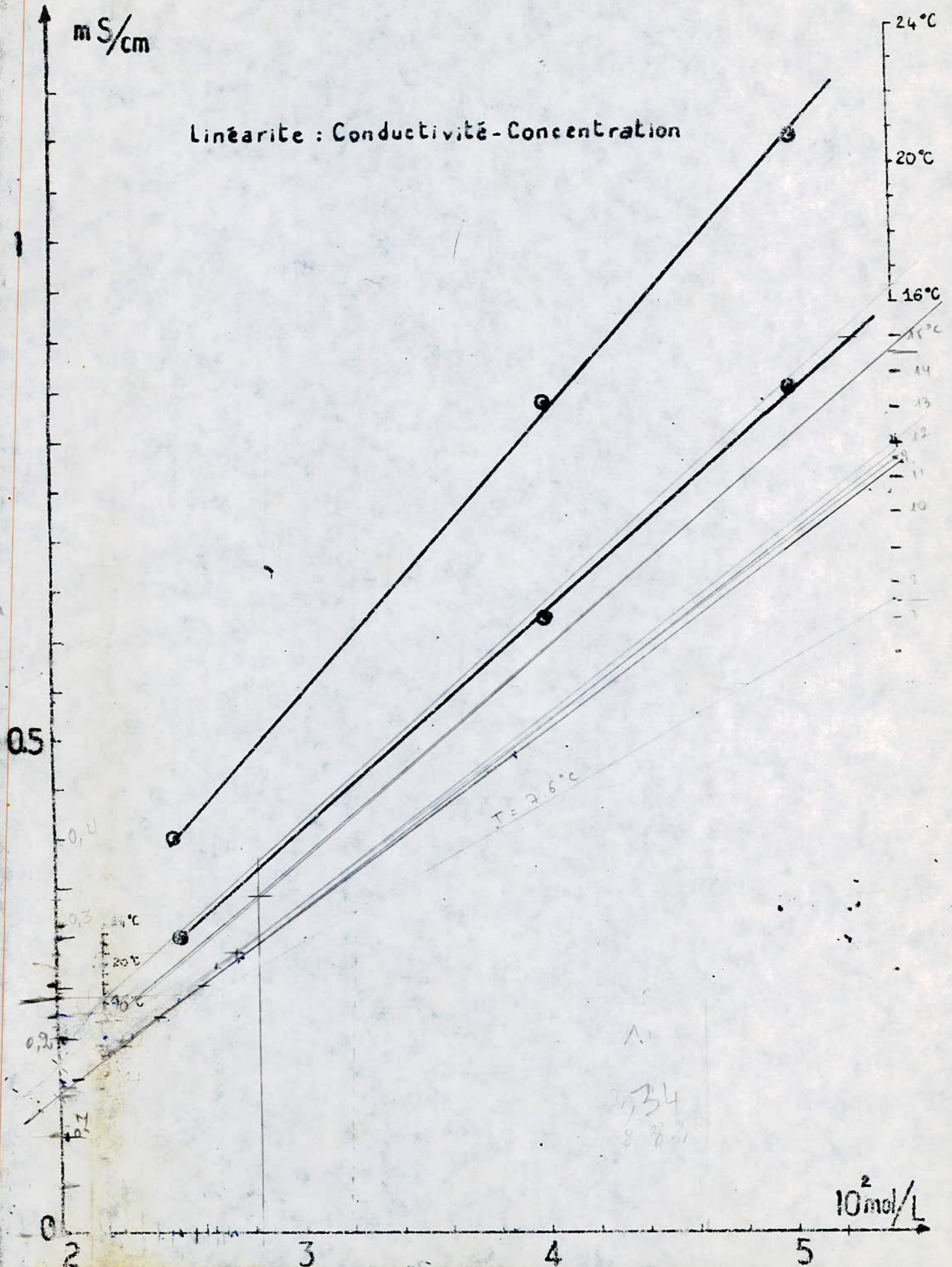


cm^3/min

Étalonnage du débitmètre (2)



Linéarite : Conductivité - Concentration



5. Calcul des performances

- Calcul du facteur de dilatation chimique

Il est effectué expérimentalement, en mesurant la masse volumique du mélange réactionnel pour les valeurs extrêmes du taux de conversion, c'est à dire pour $\alpha_A=0$ et $\alpha_A=1$.

La masse volumique pour $\alpha_A=0$ est prise égale à la moyenne des masses volumiques de la soude et de l'acetate d'éthyle aux concentrations initiales.

La mesure expérimentale effectuée à 20°C donne:

$$\rho(\text{NaOH } 0,1M) = 1,1805 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho(\text{C}_2\text{H}_5\text{CO}_2\text{CH}_3)_{0,1M} = 1,1792 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{d'où: } \rho(\alpha_A=0) = 1,1798 \text{ g/cm}^3$$

D'autre part, pour α_{Amax} , on trouve

$$\rho(\alpha_A=1) = 0,9998 \text{ g/cm}^3$$

On trouve; $\xi = -0,2$

La connaissance de cette valeur nous permet de mieux approcher les performances des réacteurs.

6.I Réacteur tubulaire:

Le volume mesuré du réacteur tubulaire est:

$$V = 0,900 \text{ dm}^3$$

En reprenant l'équation (2.22) et pour

$$n = 2 \text{ et } \nu_i = -1$$

$$V = \frac{Q_e}{k \cdot C_{Ae}} \int_0^{\alpha_{As}} \left[\frac{I + \xi \alpha_A}{I - \alpha_A} \right]^2 \cdot d\alpha_A$$

L'integration du quotient $\left[\frac{I + \xi \alpha_A}{I - \alpha_A} \right]^2$ est

est obtenue par décomposition en fractions simples, on obtient finalement:

$$\int \left[\frac{I + \xi \alpha_A}{I - \alpha_A} \right]^2 \cdot d\alpha_A = \frac{(I + \xi)^2}{I - \alpha_A} + \xi(\xi + I) \cdot \ln(I - \alpha_A)^2 - \xi^2 \cdot (I - \alpha_A)^2$$

d'où :

$$V = \frac{Q_e}{k \cdot C_{Ae}} \cdot \left[(1+\xi)^2 \frac{\alpha_{As}}{1-\alpha_{As}} + \xi(1+\xi) \ln(1-\alpha_{As})^2 + \xi^2 \cdot \alpha_{As} \right]$$

qui devient après remplacement:

$$V=0,826 \cdot \left[0,64 \frac{\alpha_{As}}{1-\alpha_{As}} - 0,16 \ln(1-\alpha_{As})^2 + 0,04 \alpha_{As} \right] \quad (5.I)$$

c'est une équation non homogène en α_{As} , dont la résolution est obtenue par approximations successives.

on obtient:

$$\alpha_{As} = 56\%$$

5.2 Cascade de réacteurs agités continus:

Le volume dans chaque réacteur est identique,

$$V_1 = V_2 = V_3 = 0,300 \text{ dm}^3$$

Le calcul du taux de conversion à la sortie de chaque étage est obtenu par résolution des équations (2.26), (2.27) et (2.28) .

$$V_I = 0,826 \left[\frac{I - 0,2 \alpha_{AI}}{I - \alpha_{AI}} \right]^2 \alpha_{AI} \quad (5.2)$$

$$V_2 = 0,826 \left[\frac{I - 0,2 \alpha_{A2}}{I - \alpha_{A2}} \right]^2 \cdot (\alpha_{A2} - \alpha_{AI}) \quad (5.3)$$

$$V_3 = 0,826 \left[\frac{I - 0,2 \alpha_{A3}}{I - \alpha_{A3}} \right]^2 \cdot (\alpha_{A3} - \alpha_{A2}) \quad (5.4)$$

La résolution est effectuée par approximations successives.

De (5.2) on tire $\alpha_{AI} = 23,5\%$

De (5.3) on tire $\alpha_{A2} = 39,5\%$

De (5.4) on tire $\alpha_{A3} = 50,5\%$

6. Partie expérimentale:

6.I Mode opératoire

- Cascade de réacteurs agités continus :

On branche l'alimentation en réactifs sur les deux conduites reliées à la cascade, dont on s'assure auparavant que tous les robinets d'évacuation et de vidange soient fermés.

On met en marche ensuite, les deux pompes doseuses et dont les débits sont réglés au moyen des deux rotamètres liquides.

Le remplissage du premier réacteur de la cascade, est poursuivi jusqu'au volume désiré, dont la valeur est lue sur les graduations de la paroi du réacteur; ensuite, on ouvre le robinet d'évacuation, de telle sorte que le niveau liquide, dans le réacteur reste constant.

On répètera la même opération, pour les deux autres réacteurs, pour avoir un régime hydrodynamique permanent, sur toute la cascade.

Après avoir obtenu la stabilité des niveaux liquides, dans les trois réacteurs, on met en marche les agitateurs, au moyen des interrupteurs, prévus pour ceci.

Pour mesurer la conductivité électrique dans un réacteur, on plonge la cellule conductimétrique jusqu'au fond de ce dernier, en tâchant d'éviter toute collision entre la cellule et les pales de l'hélice.

On obtient la stabilité des mesures de la conductivité, après une durée de 10 minutes, qui est le temps nécessaire pour l'établissement du régime permanent dans la cascade.

- Réacteur tubulaire:

On commute l'alimentation en réactifs sur les conduites reliées au réacteur tubulaire, et on laisse le remplissage s'effectuer, en tâchant de chasser toute bulle d'air formée à l'intérieur, et on ouvre le robinet d'évacuation dès que le réacteur est totalement rempli.

Les mesures de la conductivité sont effectuées, après une durée de 10 minutes, qui correspond au temps d'établissement d'un régime permanent.

6.2 Résultats expérimentaux:

... Pour tester la fiabilité des deux modèles de réacteurs réalisés, on a opté pour travailler avec trois débits différents, pour un volume réactionnel total, constant et égal à 0,900 dm³.

Pour chaque taux de conversion obtenu, on calcule le facteur d'efficacité, qui est le rapport du taux de conversion expérimental au taux de conversion théorique.

$$\eta = \frac{\text{expérimental}}{\text{théorique}} \cdot 100 \%$$

Comme il y'a trois valeurs de η dans la cascade, donc à chaque débit utilisé, on calcule la moyenne géométrique qui est :

$$\bar{\eta} = \sqrt[3]{\eta_1 \cdot \eta_2 \cdot \eta_3}$$

On notera les reactifs par A et B respectivement la soude et l'acétate d'éthyle.

Pour les trois essais suivants , les concentrations initiales sont identiques:

$$C_{A0} = C_{B0} = 0,1 \text{ mole/litre}$$

Q_A et Q_B sont les debits volumiques des deux reactifs cités.

ESSAI (I) : $Q_A = 80 \text{ cm}^3/\text{min}$, $Q_B = 80 \text{ cm}^3/\text{min}$

	CASCADE			REACTEUR TUBULAIRE
	I étage	2 étage	3 étage	
$t (^{\circ}C)$	16	16	16,5	16
Ω (ms/cm)	0,66	0,58	0,48	0,50
α_{exp} (%)	17	24	34	32
α_{thc} (%)	17,5	30,5	40,5	44,5
η (%)	97,14	78,69	83,95	72
$\bar{\eta}$ (%)		86,25		72

ESSAI 2:

$$Q_A = Q_B = 65 \text{ cm}^3 / \text{min}$$

	CASCADE			REACTEUR TUBULAIRE
	I étage	2 étage	3 étage	
t (°C)	16,5	16,5	17	16,5
Ω (mS/cm)	0,63	0,50	0,40	0,38
α_{exp} (%)	19	32	38	41
α_{the} (%)	20,5	35	46	50,5
η (%)	92,68	91,43	82,60	81,88
$\bar{\eta}$ (%)		88,78		81,18

ESSAI 3 :

$$Q_A = Q_B = 52 \text{ cm}^3/\text{min}$$

	CASCADE			REACTEUR TUBULAIRE
	1 ^{er} étage	2 ^e étage	3 ^e étage	
t (s)	16,5	16,5	17	16,5
Ω (mS/cm)	0,58	0,50	0,35	0,35
α_{exp} (%)	22	32	44	44
α_{the} (%)	23,5	39,5	50,5	54
η (%)	93,61	81,01	87,13	81,48
$\bar{\eta}$ (%)	87,09			81,48

CONCLUSION ET INTERPRETATION DES RESULTATS:

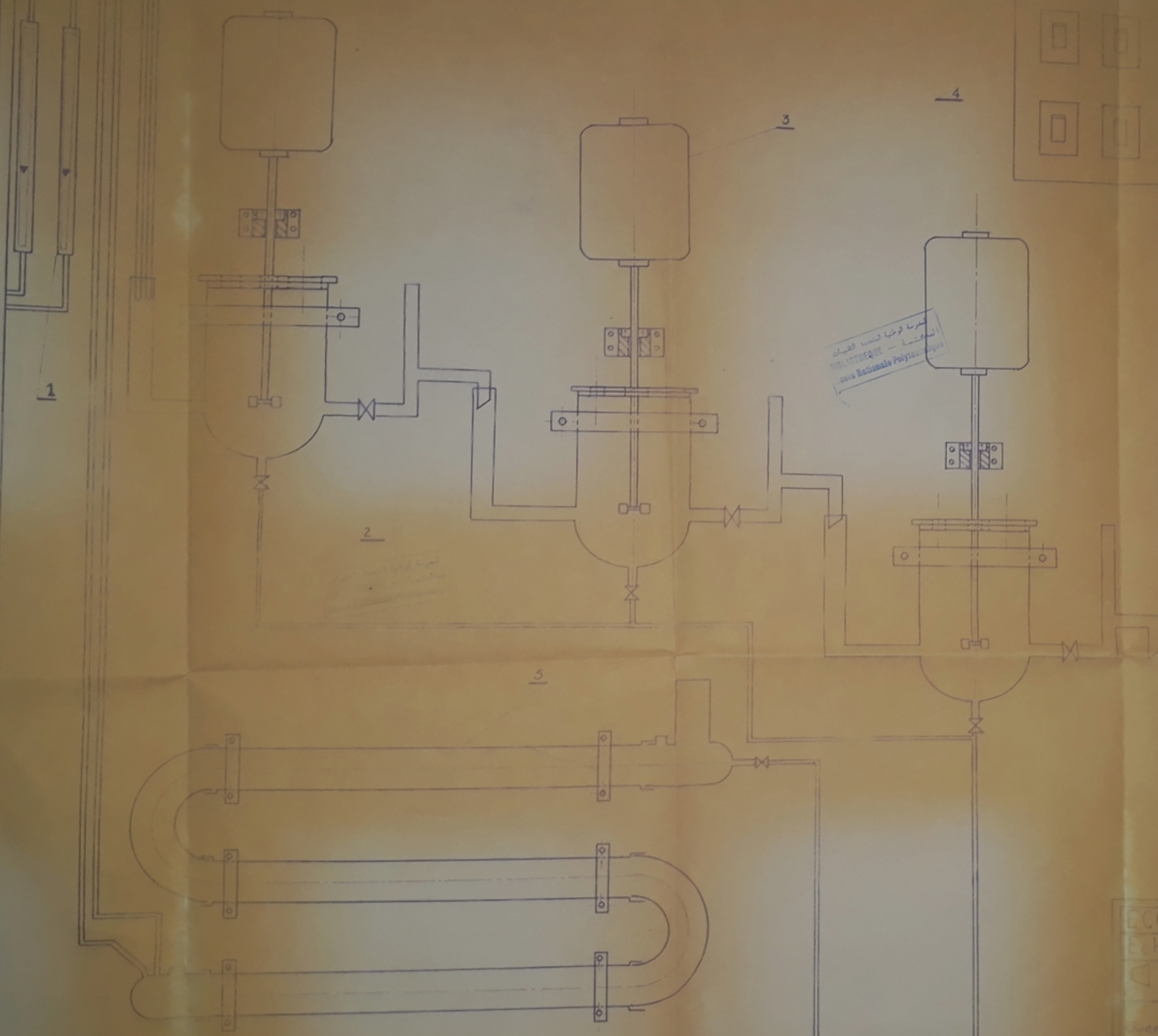
On constate en premier lieu que le facteur d'efficacité est appréciable, pour tous les débits utilisés, la valeur minimum calculée est égale à 72%, ceci montre que le comportement des réacteurs réalisés est proche du comportement idéal dans une large mesure, surtout pour la cascade, où les conditions du mélange maximal sont plus faciles à réaliser, ceci en assurant une agitation mécanique suffisante; par contre dans le réacteur tubulaire, où l'on note à chaque fois un facteur d'efficacité inférieur à celui obtenu dans la cascade, il est plus difficile d'assurer l'écoulement piston qui est lié à une très forte turbulence du fluide, ce qui est loin d'être le cas, car on a, à chaque débit utilisé, un écoulement laminaire traduit par de faibles valeurs du nombre de REYNOLDS allant de 70 à 113 pour la gamme de débits utilisés.

D'autre part, les écarts entre la théorie et l'expérimentation, s'expliquent par d'autres aléas inhérents à toute expérience, notamment dans le réacteur tubulaire, où il subsiste toujours des bulles d'air, ce qui laisse le volume du réacteur utilisé en partie seulement, outre ceci, et comme dans tout réacteur chimique, les résultats obtenus laissent suggérer l'existence de zones mortes dans les réacteurs, surtout pour les étages de la cascade, où la géométrie s'y prête fortement à cette supposition du fait de la concavité qui existe à la base de chaque réacteur.

Pour conclure, il apparaît que l'installation réalisée, permet d'exécuter des expériences sur les réacteurs chimiques, en utilisant une large gamme de variables, que ce soit le débit volumique de chaque réactif, les concentrations initiales des réactifs, ou bien le volume réactionnel.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) O. LEVENSPIEL " Chemical reaction engineering "
Second edition , WILEY 1972.
- (2) I. MOUKHLENOV " Principes de technologie chimique "
Edition MIR, MOSCOU 1983 .
- (3) J. VILLERMAUX " Reacteurs chimiques "
Techniques de l'ingenieur, PARIS 1982
- (4) J. VILLERMAUX " Conception et fonctionnement
des reacteurs "
Techniques et documentation LAVOISIER,
PARIS, 1982
- (5) P. WUITHIER " Petrole, raffinage et génie chimique "
Edition TECHNIP , PARIS 1972 .
- (6) J. HORAK " Conception des reacteurs chimiques
industriels "
Edition BYRONNELLES , PARIS 1981.
- (7) A. GIVAUDON " Précis de génie chimique "
PARIS 1970.
- (8) A. BUISSON " Le schéma au service des techniques
chimiques "
Entreprise moderne d'edition , PARIS 1966.



المعهد الوطني للتكنولوجيا
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

المعهد الوطني للتكنولوجيا
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PC 02888
ANNEXE. 1.

Repere	Nombre	Designation
5	1	Reactor Evaporator
4	4	Interruptor
3	3	Motour électrique
2	3	Reactor agit. continu
1	2	Rotametre liquide

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Ech 1/2

SCHEMA GENERAL DE L'INSTALLATION

Depart de G.Chimique

