

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

5/845

وزارة التعليم والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

1 ex

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Etude de l'efficacité
de rectification dans
une colonne à plateaux

Proposé par :

Etudié par :
M^{lle} BENSOUYAD
KHEROUFA

Dirigé par :
Mr GROCHOWSKI



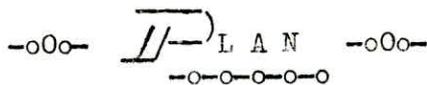
PROMOTION : JANVIER 1984

--oOo-- *R* E M E R C I E M E N T S --oOo--
-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer mes
vifs remerciements à mon promoteur, monsieur GROCHOWSKI
pour les conseils utiles dont il m'a fait part.

Je remercie également les membres du Jury pour m'avoir
honorer de leur présence et accepter de juger ce modeste
travail.

Que tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à
l'elaboration de ce travail trouvent ici l'expression de
ma profonde gratitude.



- A - INTRODUCTION
- B - PARTIE THEORIQUE
- I - COLONNES A PLATEAUX ET A CALOTTES.
- I.1 - DESCRIPTION
- I.1.1. Calottes
- I.1.2. Trop plein
- I.2 - HYDRODYNAMIQUE
- I.2.1. Perte de charge
- I.2.2. Gradient Hydraulique
- I.2.3. Limitations au débit
- I.2.4. Avantages et inconvénients.
- II - EFFICACITE.
- II.1. EVALUATION DE L'EFFICACITE.
- II.1.1. Efficacité locale
- II.1.2. Efficacité de Murphree
- II.1.3. Efficacité globale
- II.2. PREVISION DE L'EFFICACITE
- II.2.1. Méthode de l'A.I.C.H.E.
- II.2.2. Correlations empiriques
- II.3. FACTEURS INFLUENCANTS L'EFFICACITE
- II.3.1. Caractéristiques du système
- II.3.2. Conditions opératoires

C - PARTIE EXPERIMENTALE.

I - DESCRIPTION DE L'APPAREIL

II- MODE OPERATOIRE

II.1. Distillation discontinue à reflux total

II.2. Distillation continue à reflux variable

II.3. Courbe d'etalonnage

II.4. Calcul approximatif de la composition de la charge

II.5. Calcul de la vitesse admissible

III. EXPLOITATION DES RESULTATS

III.1. Distillation discontinue à reflux total

III.2. Distillation continue à reflux variable

III.3. Système méthanol - eau

IV - INTERPRETATION DES RESULTATS

D - CONCLUSION.

A. II INTRODUCTION -o-

Exploitant la différence de volatilité des constituants d'un mélange, la distillation permet la séparation ou comme l'on dit généralement le fractionnement de ces constituants en fonction de leur température d'ébullition. La simplicité du procédé et son prix relativement bas en font une opération de base dans le processus d'élaboration des produits chimiques et pétroliers. C'est ainsi qu'en raffinerie aussi bien que dans les usines de la pétrochimie, les colonnes de distillation sont largement représentées.

Dans le langage de l'ingénieur du génie chimique les deux notions distillation et rectification sont employées avec la même signification. Cependant, il convient d'utiliser le mot rectification lorsqu'il intervient des phénomènes de transfert de matière, dans une colonne de fractionnement, entre une phase vapeur ascendante et une phase liquide descendante. On appelle distillation simple l'opération consistant à condenser directement les vapeurs issues d'un bouilleur.

En rectification la répartition des constituants entre la phase liquide et la phase vapeur se traduit par un coefficient appelé efficacité.

Dans la littérature on trouve plusieurs définitions de l'efficacité. Notre travail consiste à étudier l'évolution de l'efficacité globale d'une colonne à plateaux et à calottes en fonction des paramètres suivants :

- Le rapport $\frac{L}{V}$
- La vitesse de la vapeur.

B.) PARTIE THEORIQUE :

I. COLONNE A PLATEAUX ET A CALOTTES :

Le but de tout appareil de distillation est l'augmentation et le renouvellement de la surface de contact entre phase.

I.1.1. LA CALOTTE :

Le plus universellement employé des organes de mise en contact des phase vapeur et liquide est de loin la calotte (bubble cap in anglais).

Il s'agit d'une pièce de révolution à axe vertical. La vapeur arrive par le bas et traverse la cheminée, puis change de sens avant de sortir par les fentes de la calotte.

Le liquide est maintenu à un niveau intermédiaire entre le sommet des fentes et le sommet de la cheminée.

La vapeur sortant des fentes doit donc barboter à travers le liquide. Les fentes sont destinées à diviser la vapeur en jets indépendants pour augmenter la surface de contact.

I.2.2. LE TROP PLEIN :

C'est l'organe de descente du liquide d'un plateau à un autre. Il comprend deux parties distinctes : Le déversoir (Weir en anglais) et le trop plein (downcomer en anglais).

La première partie assure un niveau à peu près constant du liquide sur le plateau supérieur, tandis que la seconde, qui plonge dans le liquide du plateau inférieur, empêche la remontée de la vapeur à contre courant du liquide.

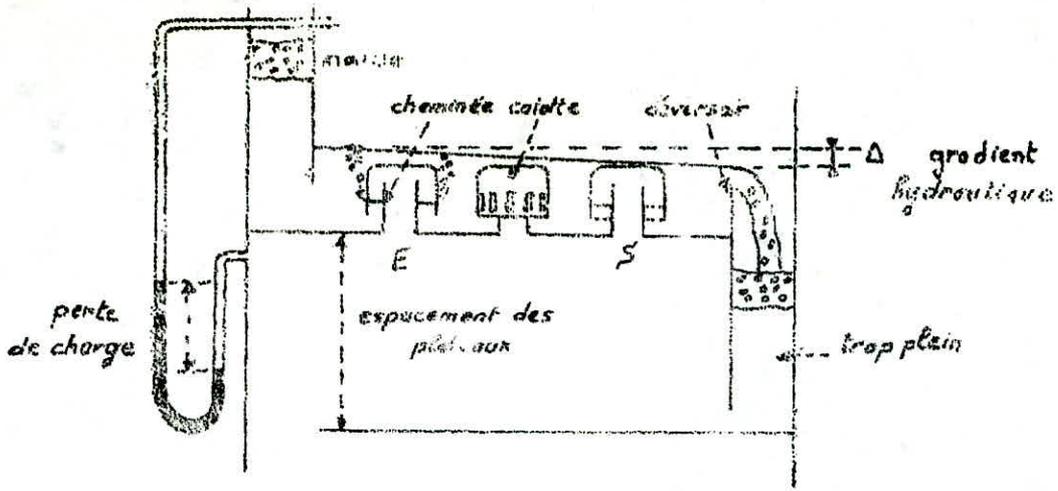


fig 1 détail d'un plateau

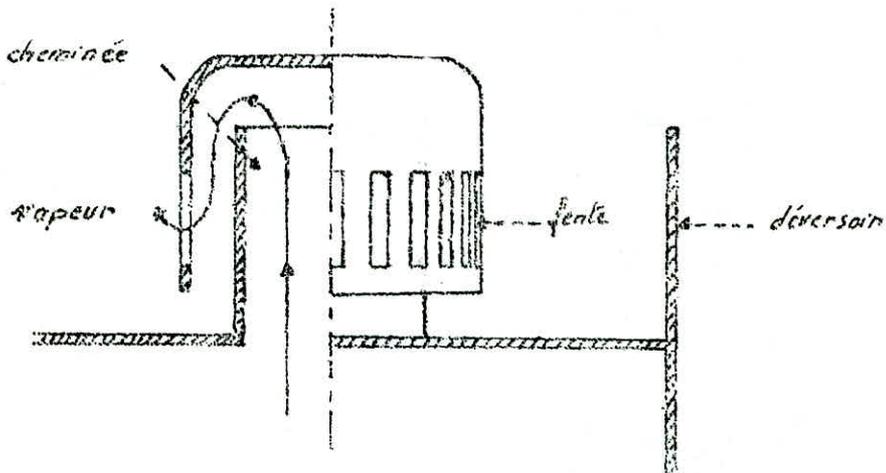


fig 2 détail d'une calotte

I.2 HYDRODYNAMIQUE :

I.2.1. PERTE DE CHARGE DE LA VAPEUR A TRAVERS LE PLATEAU :

La perte de charge d'un plateau est la différence entre la pression statiques de la vapeur, de part et d'autre du plateau (Fig 1). On peut la diviser en deux parties.

a) La perte de charge utile : elle est due à la division de la vapeur en filets dans les fentes, à la formation des bulles en travaillant contre la tension superficielle du liquide, et à traversée de la couche de liquide par ces bulles.

b) La perte de charge parasite : elle est due au passage de la vapeur dans les organes de distribution : cheminée, espace annulaire au dessus et au tour de la cheminée

I.2.2. GRADIENT HYDRAULIQUE :

Il désigne la différence de niveaux de liquide . En fait, il s'agit plutôt des pressions sur un plateau, entre l'entrée du liquide et la sortie, pressions exprimées en colonne de liquide.

Le gradient constitue la charge motrice qui assure la traversée du plateau par le liquide en contournant les calottes.

Les calottes de la rangée E₀ barboient dans une couche de liquide plus épaisse que ne le font celles de la rangée S. Comme la perte de charge est nécessairement égale pour toutes les calottes, c'est le débit de la rangée E qui sera plus faible que celui de la rangée S. (Fig 1).

Le calcul du gradient hydraulique est très complexe. Davies a donné des formules d'un maniement assez lourd, qui ont été mises en abasues par NOKAY.

I.2.3. LIMITATIONS AU DÉBIT D'UNE COLONNE :

Dans une colonne à plateaux et à calottes, le fonctionnement reste satisfaisant à 10 % du régime nominal, le barbotage et encore assez régulier et actif pour que le rendement reste acceptable. Au dessous de ce régime, certaines calottes peuvent barboter par saccades, mais un régime aussi bas ne présente aucun intérêt pratique.

Lorsqu'on augmente le débit de vapeur, le débit de liquide retrogradé croit proportionnellement. Deux phénomènes peuvent alors se produire : un engorgement en liquide et un engorgement par le primage.

a) Engorgement en liquide :

Un trop plein de section et de formes données admet un débit limite de liquide, au delà du quel il s'engorge.

Le phénomène se traduit par une montée rapide du niveau au dessus du déversoir, pour une faible augmentation du débit.

Le trop plein est alors complètement rempli de liquide entraînant des bulles de vapeur.

Le niveau s'élevant sur le plateau, les calottes sont submergées, et le liquide peut refluer par certaines cheminées. le fonctionnement est alors très irrégulier et la perte de charge atteint plusieurs fois sa valeur normale, jusqu'au moment où toute la colonne étant pleine de liquide, celui ci monte au lieu de descendre, ce qui annule évidemment toute séparation.

Ce type d'engagement résulte simplement de trop pleins trop étroits.

Il se produit prémoturement si le liquide mousse abondamment, cette mousse augmentant le volume apparent de liquide à faire passer par le trop plein.

b) Engorgement par le primage :

La vapeur qui traverse le liquide en sortant des calottes forme des bulles. En crevant à la surface, ces bulles projettent des gouttes de liquide qu'on appelle le primage.

Lorsque le débit de vapeur augmente, le bouillonnement est tel que les bulles sont invisibles et que le plateau se couvre d'une épaisse couche de gouttes projetées dans toutes la direction. Les plus fines sont entraînées par le courant ascendant de vapeur, et certaines, pénétrant dans les cheminées du plateau supérieur, viennent augmenter le débit de liquide sur celui-ci.

Le phénomène semble sans importance, puisque le plateau supérieur émet, lui aussi, les mêmes gouttes, ou le même poids de primage. Mais en haut de la colonne, les gouttes sont entraînées vers le condenseur et retournent sur le plateau de tête. On conçoit que le débit de primage se superpose au débit normale de liquide et tourne en quelque sorte en rond entre un plateau et celui qui le surmonte. Le débit pondéral de primage est une fonction très rapidement croissante de la vitesse de vapeur. D'après la corrélation d'EDULJEE le primage est une fonction presque exponentielle de cette vitesse. C'est dire qu'à partir d'un certain débit de vapeur, le primage devient du même liquide de grandeur que le débit du liquide.

A ce moment, l'engorgement se produit, par excès de liquide arrivant au trop plein, comme dans le cas précédent. C'est l'engorgement par excès de vapeur qui peut toutefois être évité par l'application des formules de vitesse admissible.

c) Calcul de la vitesse de vapeur admissible
d'après Kirschbaum (4) :

$$U_v = \frac{3,4}{d_c^{2/3}} \sqrt{\frac{\rho_l}{\rho_v} \cdot DH}$$

- U_v (cm/s) : vitesse de la vapeur admissible, comptée par rapport à la section droite totale de la colonne après déduction des trops-pleins.
- d_c (cm) : diamètre des calottes.
- DH (cm) : distance entre le sommet des calottes et le dessous du plateau supérieur.
- ρ_l (kg/m³) : masse volumique du liquide.
- ρ_v (kg/m³) : masse volumique de la vapeur.

La concordance expérimentale est bonne pour des variations de paramètres entre les limites suivantes.

Masse volumique de la vapeur : 0,10 — 14,5 g/m³.

Ecartement de plateaux : 135 à 610 mm

Diamètre des calottes : 38 à 425 mm

La vitesse définie par la formule de Kirschbaum est une vitesse admissible en pratique, mais qu'il est prudent de ne pas dépasser. Elle se situe vers 70 à 80 % environ de la vitesse d'engorgement par le primage.

Remarque : Les mesures ont été chaque fois ramenées à la concentration molaires de 50 %.

d) Autres méthodes de calcul :

Souders - Brawn (5) proposent l'équation suivante :

$$U_v = K_v \sqrt{\frac{\rho_l - \rho_v}{\rho_v}}$$

U_v : en ft³/s

K_v : Constante.

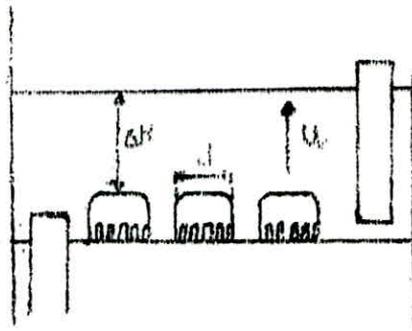


fig 3 Notation pour le calcul de la vitesse admissible d'après
Kirchbaum.

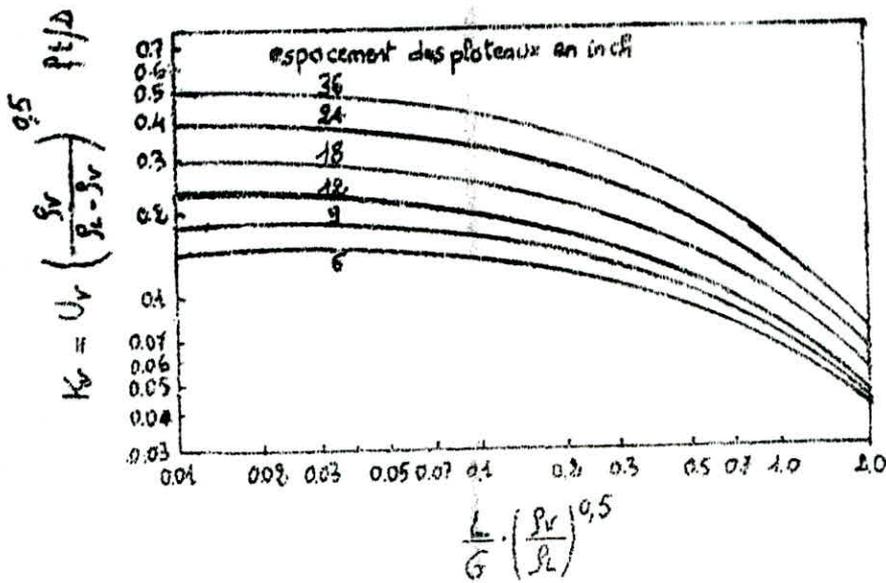


fig 4 Limite de l'engorgement pour les plateaux à calottes

Pour calculer K_v (Van Winkle 1967, Fair 1973) (5) ont établi une corrélation entre K_v , l'espacement des plateaux et les rapports

$\frac{L}{G}$ et $\frac{v}{l}$, pour les plateaux à calottes et perforés (Fig 4).

Cette corrélation est utilisée seulement pour avoir une valeur très approximative de la vitesse admissible.

I.2.44 AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES PLATEAUX A CALOTTES :

- Ils admettent de large variations de débits (but en gardant une bonne efficacité. Ils se prêtent bien aux traitements des liquides chargés d'un peu de solide.

- Les plateaux à calottes sont conseillés quand le débit de liquide est très faible par rapport à celui de la vapeur (au dessous de 0,5 l de liquide par m³ de vapeur).

- Leurs inconvénients c'est la valeur élevée de la ^fpâte de charge qui est un désavantage majeur pour les distillations sous vide poussé. L'autre inconvénient c'est la grande retenue de liquide par les plateaux (hold up) pour une distillation discontinue

II. EFFICACITE :

II.1 EVALUATION DE L'EFFICACITE :

Le transfert de matière entre deux phases dans une colonne à plateaux est décrit par l'efficacité locale, l'efficacité de plateau ou bien l'efficacité globale de la colonne.

II.1.1. EFFICACITE LOCALE :

On considère dans une colonne en état de régime stable le plateau de rang n (numérotation à partir du bas). Ce plateau reçoit une vapeur de composition y_{n-1} . Si en un point, le liquide a une composition x correspondant à une vapeur de composition y^* à l'équilibre théorique, l'efficacité locale est définie par :

$$E_{oG} = \frac{y - y_{n-1}}{y^* - y_{n-1}}$$

C'est l'efficacité locale définie en termes vapeur. On peut de même définir l'efficacité locale en termes liquides.

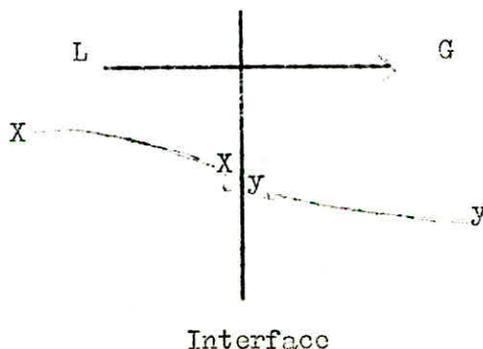
$$E_{oL} = \frac{x_{n+1} - x}{x_{n+1} - x^*}$$

Le bilan de matière montre que les efficacités E_{oL} et E_{oG} sont reliées par :

$$E_{oG} = \frac{E_{oL}}{E_{oL} + \lambda(1 - E_{oL})}$$

Où $\lambda = m G_m / L_m$; m étant la pente de la tangente en X à la courbe d'équilibre du système $y = f(x)$ et G_m et L_m les débits molaires de la vapeur et du liquide traversant le plateau.

a) Relation entre E_{oG} et N_{oG} :



En distillation, le nombre d'unité de transfert de la phase vapeur est défini par :

$$N_G = \int \frac{dy}{y_i - y} \quad (1)$$

Avec y_i la fraction molaire du constituant le plus volatil dans la phase vapeur à l'interface.

Le nombre d'unité de transfert de la phase liquide est définie par une équation analogue.

$$N_L = \int \frac{-dx}{X - X_i} = \int \frac{dn}{X_i - x} \quad (2)$$

Avec X_i la fraction molaire du constituant le plus volatil dans la phase liquide à l'interface.

On définit le nombre d'unité de transfert global respectivement pour la vapeur et pour le liquide par :

$$N_{OG} = \int \frac{dy}{y^* - y} \quad (3)$$

$$N_{OL} = \int \frac{dn}{X - X^*} \quad (4)$$

y^* et X^* sont les compositions à l'équilibre thermodynamique.

Pour un même plateau, N_{OG} et N_{OL} peuvent avoir des valeurs très proches mais pas nécessairement la même.

Pour un système binaire, on peut calculer N_{OG} à partir de N_G si la relation d'équilibre vapeur - liquide est binéaire et si la vapeur et le liquide sont à l'équilibre entre eux à l'interface.

$$\frac{1}{N_{OG}} = \frac{1}{N_G} + \frac{mG}{L} \left(\frac{1}{N_L} \right) \quad (5)$$

Le rapport des nombres d'unités de transfert est égal à l'opposé des pentes des droites d'équilibre. On trouve donc que :

$$\frac{1}{N_{OG}} = \frac{1}{N_G} + \frac{mG}{L} \left(\frac{1}{N_L} \right) \quad (5)$$

Avec m , la pente de la droite d'équilibre et $\frac{G}{L}$ le rapport des débits molaires vapeur liquide. On trouve cette équation en faisant le bilan de matière :

$$L dx = -G dy$$

$$dx = -\frac{G}{L} dy$$

Si $y = mx + b$ avec l'équation (2) on aura :

$$dN_L = \frac{-dx}{x - x_i} = \frac{\frac{(G/L) dy}{y^* - b} - \frac{y_i - b}{m}}{y^* - y_i} \Rightarrow \frac{m(G/L) dy}{y^* - y_i}$$

$$y^* - y_i = \frac{m(G/L) dy}{dN_L}$$

$$y^* - y = (y^* - y_i) + (y_i - y)$$

Avec les équations (1) et (3) on aura

$$\frac{dy}{dN_{OG}} = \frac{m(G/L) dy}{dN_L} + \frac{dy}{dN_G}$$

$m =$ Constante

$$\frac{dy}{N_{OG}} = \frac{m}{L} \frac{dy}{N_L} + \frac{dy}{N_G}$$

$$\frac{1}{N_{OG}} = \frac{1}{N_G} + \frac{m \cdot G}{L} \frac{1}{N_L}$$

Pour calculer E_{OG} il faut supposer que la composition du liquide reste constante suivant une même ligne verticale. A cette condition la composition de vapeur à l'équilibre y^* reste constante sur la même ligne.

Avec y^* constant

$$No_B = \int_{y_{n-1}}^y \frac{dy}{y^* - y} = - \ln \frac{y^* - y}{y^* - y_{n-1}}$$

$$\frac{y^* - y}{y^* - y_{n-1}} = e^{-No_G}$$

$$\frac{y_{n-1} - y}{y^* - y_{n-1}} = e^{-No_G - 1}$$

$$E_{oG} = \frac{y - y_{n-1}}{y^* - y_{n-1}} = 1 - e^{-No_G}$$

II.1.2. L'EFFICACITE DE PLATEAU OU EFFICACITE DE MURPHREE :

L'efficacité de Murphree du plateau n est en termes vapeur

$$E_{Mv} = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}}$$

Avec y_n la composition moyenne de la vapeur s'échappant du plateau n et y_n^* composition de la vapeur qui serait en équilibre avec le liquide x_n s'échappant du plateau n.

On peut aussi définir l'efficacité du plateau en termes liquides

$$E_{ML} = \frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_n^*}$$

a) Relation entre E_{Mv} et E_{ML} :

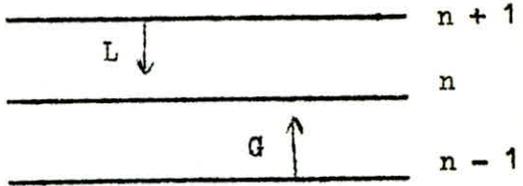
On suppose que la relation d'équilibre est linéaire pour tout le plateau.

$$y_n^* = m x_n + b$$

$$y_n = m x_n^* + b$$

$$y_n^* - y_n = m (x_n - x_n^*)$$

Bilan de matière : $LdX = -Gdy \longrightarrow dX = -\frac{G}{L} dy$

$$\int_{x_{n+1}}^{x_n} dx = - \frac{G}{L} \int_{y_{n-1}}^{y_n} dy$$


The diagram shows a tray with three horizontal lines representing the liquid surface. The top line is labeled 'n + 1', the middle line 'n', and the bottom line 'n - 1'. A downward arrow labeled 'L' is between the top and middle lines. An upward arrow labeled 'G' is between the middle and bottom lines.

$$(x_n - x_{n+1}) = \frac{G}{L} (y_{n-1} - y_n)$$

$$E_{TV} = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}} = \frac{\frac{L}{G} (x_{n+1} - x_n)}{(y_n^* - y_n) + (y_n - y_{n-1})} = \frac{\frac{L}{G} (x_{n+1} - x_n)}{m(x_n - x_n^*) + \frac{L}{G} (x_{n+1} - x_n)}$$

On divise le numérateur et le dénominateur par $(x_{n+1} - x_n^*) \frac{L}{G}$

$$E_{TV} = \frac{\frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_n^*}}{m \cdot \frac{G}{L} \frac{x_n - x_n^*}{x_{n+1} - x_n^*} + \frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_n^*}} = \frac{E_{ML}}{E_{ML} + m \frac{G}{L} \left(\frac{(x_n - x_{n+1}) + (x_{n+1} - x_n^*)}{x_{n+1} - x_n^*} \right)}$$

On pose $m \frac{G}{L} = \lambda$

$$E_{TV} = \frac{E_{ML}}{E_{ML} + \lambda(1 - E_{ML})}$$

b) Relation entre E_{TV} et E_{OG} :

La relation entre E_{OG} et E_{TV} dépend essentiellement de l'intimité du mélange du liquide sur le plateau, on considère trois cas.

• Le mélange du liquide est parfait :

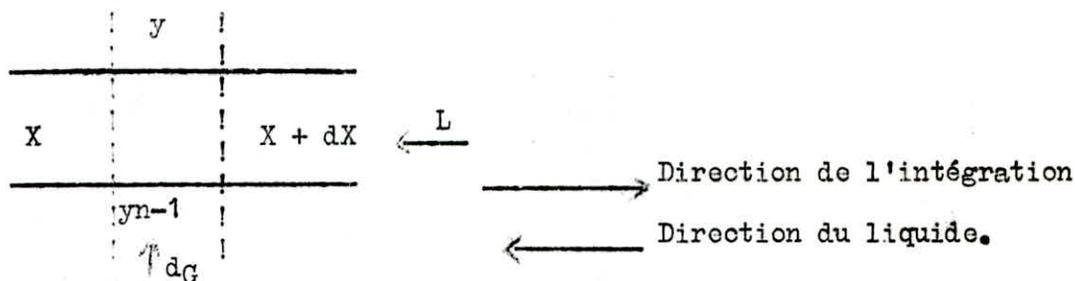
La composition du liquide est la même en tous les points donc

$$E_{TV} = E_{OG} = 1 - e^{-N_{OG}}$$

• Le liquide n'est pas mélangé horizontalement (écoulement piston).

La composition du liquide varie uniformément de x_{n+1} à l'entrée jusqu'à x_n à la sortie.

On admet aussi que dans un plan vertical quelconque sur le plateau, il n'y a pas de variation de X . LEWIS (1936) a établi une relation entre E_{OG} et E_{OG} . Pour cela en considère le débit différentiel de vapeur dG qui traverse le liquide en un point du plateau.



Le bilan de matière s'écrit :

$$(y - y_{n-1}) dG = L dx$$

$$(y - y_{n-1}) \frac{dG}{G} = \frac{L dx}{G} \quad (6)$$

On suppose que la relation d'équilibre pour tout le plateau est linéaire.

$$y^* = mX + b$$

$$dy^* = m dX$$

En remplaçant dX par sa valeur dans l'expression (6) on aura :

$$(y - y_{n-1}) \frac{dG}{G} = \frac{L}{mG} dy^* \quad (7)$$

On pose : $\frac{dG}{G} = \frac{df}{f}$ et $\lambda = m \frac{G}{L}$

L'équation (7) devient :

$$(y - y_{n-1}) = \frac{1}{\lambda} \frac{dy^*}{df} \quad (8)$$

L'efficacité locale en termes vapeurs

$$E_{OG} = \frac{y - y_{n-1}}{y^* - y_{n-1}}$$

On en déduit que $y^* = y_{n-1} + E_{OG} (y - y_{n-1})$

En décrivant cette équation on trouve :

$$dy^* = E_{OG} dy$$

On remplace dy^* dans l'équation (8)

$$\lambda E_{OG} df = \frac{dy}{y - y_{n-1}} \quad (9)$$

Pour intégrer l'équation (9) à travers le plateau, il est nécessaire que E_{OG} soit constant en tout point du plateau. L'intégration entre le déversoir de sortie ($f = 0$ et $y = y_f = 0$) et un point quelconque du plateau ($f=f$ et $y = y$) donne l'équation suivante :

$$E_{OG} \int_0^f df = \int_{y_f=0}^y \frac{dy}{y - y_{n-1}}$$

Avec f , la fraction du débit total de la vapeur :

$$\lambda E_{OG} f = \ln \frac{y - y_{n-1}}{y_f=0 - y_{n-1}}$$

$$y = y_{n-1} + (y_f=0 - y_{n-1}) e^{\lambda E_{OG} f}$$

La composition moyenne de la vapeur quittant le plateau n est :

$$y_n = \int_0^1 y df = y_{n-1} + (y_f=0 - y_{n-1}) \frac{e^{\lambda E_{OG}} - 1}{\lambda E_{OG}} \quad (10)$$

Appliquant l'équation de E_{OG} à la sortie du plateau

$$E_{OG} = \frac{y_f=0 - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}} \quad (11)$$

Avec $y_n^* = y_{f=0}^*$

En substituant l'équation (11) dans l'équation (10) on aura

$$\frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}} = E_{OG} \frac{e^{\lambda E_{OG}} - 1}{\lambda E_{OG}}$$

$$E_{OG} = \frac{1}{\lambda} (e^{\lambda E_{OG}} - 1) \quad (12)$$

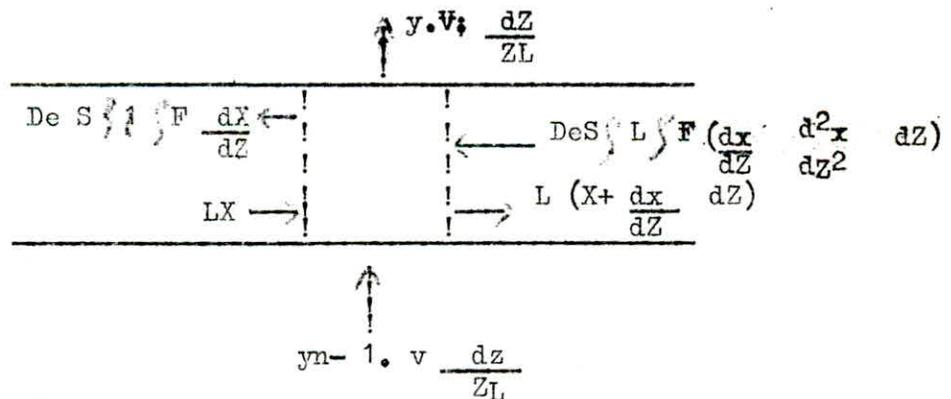
La fig 5 représente le graphe de E^*V/E_{OG} en fonction de $(\lambda \cdot E_{OG})$ suivant l'équation (12). On remarque que E^*V est toujours supérieur à E_{OG} dans le cas où le liquide n'est pas mélangé horizontalement.

Il est donc possible d'avoir une efficacité de Murphree plus grande que 1 ($> 100\%$) si E_{OG} est voisin de 1.

Ce phénomène s'explique par le fait que, dans la formule de Murphree qui donne l'efficacité globale du plateau, le terme y_n est la composition moyenne des vapeurs qui s'en échappent. Dans la réalité tout comme la composition du liquide, la composition de la vapeur varie entre l'entrée et la sortie du plateau.

• Liquide partiellement mélangé :

Il existe plusieurs relations qui prennent en considération le degré de mélange du liquide sur le plateau. Les différentes approches du problème ont été résumées par Gester et Al. La corrélation utilisée par A.I.C.H. E. est basée sur le concept de la diffusion tourbillonnaire. La dérivation suivante de la corrélation est tirée de Gester et Al. (1).



On considère la tranche différentielle verticale de liquide indiquée sur la figure.

Le liquide s'écoule de gauche à droite à travers le plateau.

La distance totale entre le déversoir d'entrée et le déversoir de sortie est Z_L , la tranche différentielle est située à une distance Z par rapport au déversoir d'entrée.

Le débit liquide L et le débit vapeur v sont supposés constants.

La composition du liquide à l'entrée de la tranche différentielle est X . A la distance $Z + dZ$, la composition du liquide est $X + dX$, ou en terme de gradient de concentration $X + \frac{dX}{dZ} dZ$

Le débit de vapeur traversant le volume différentiel est égal à $v \frac{dZ}{Z_L}$ avec $\frac{dZ}{Z_L} =$ fraction de surface du plateau recouverte par la tranche différentielle.

Si aucun retour du mélange liquide ne se produit (écoulement piston), la matière transférée entre phases de la tranche différentielle sera donnée par :

$$L \left(X + \frac{dX}{dZ} dZ \right) - LX$$

Pour décrire la variation du composant transférée dans l'élément différentiel et en dehors de celui-ci, par le retour du mélange (diffusion tourbillonnaire),

On définit un coefficient tourbillonnaire de mélange.

$$\frac{N}{S} = D_e \cdot \frac{dC}{dZ}$$

Le terme de concentration est remplacé par $\int f \int L dX$

$$N = D_e \cdot S \cdot \int f \cdot \int L \frac{dX}{dZ}$$

Avec

- $\int f$ = Densité de mousse, c'est le rapport du volume liquide sur le volume de mousse.
- D_e = Diffusivité tourbillonnaire.
- S = Surface de contact.

La force motrice dans cette équation de transfert, est le gradient de concentration ; Le transfert d'un composant du mélange est supposé proportionnel au gradient $\Delta Z = Z$ le gradient de concentration ~~de un composant~~ est dX/dZ .

$$\Delta Z + dZ \text{ le gradient est } \frac{dX}{dZ} + \frac{d^2 X}{dz^2} dZ$$

Avec $\frac{d^2 X}{dZ^2}$ est la vitesse de variation du gradient.

Le bilan de matière autour de la tranche différentielle se réduit

$$\text{à : } D_c \cdot S \cdot L \cdot F \frac{d^2 X}{dZ^2} dZ - L \frac{dX}{dZ} dZ + (y_{n-1} - y) v \frac{dZ}{Z_L} = 0$$

Après des calculs et des transformations appropriés, Al et Gester (1) aboutissent à la relation suivante ;

$$\frac{Env}{Eog} = \frac{1 - e^{-\left(\frac{\eta}{Pe} + Pe\right)}}{\left(\frac{\eta}{Pe} + Pe\right) \left[1 + \frac{\left(\frac{\eta}{Pe} + Pe\right)}{\eta}\right]} + \frac{e^{\frac{\eta}{Pe}} - 1}{\left[1 + \frac{\eta}{Pe}\right]} \quad (13)$$

$$\text{Avec : } \eta = Pe \left[\sqrt{1 + 4 \frac{Eog}{Pe}} - 1 \right]$$

$$Pe = \frac{Z_L^2}{D_c \cdot t_L}$$

t_L : temps de séjour moyen du liquide sur le plateau = $\frac{Z_L \cdot S \cdot F \cdot L}{L}$

Le nombre de pecllet Pe caractérise l'état de mélange du liquide.

$Pe \rightarrow \infty$ indique qu'il n'y a pas de mélange (écoulement piston).

$Pe = 0$ indique que le mélange du liquide est parfait.

Généralement on se trouve entre ces deux cas extrême, et le nombre de pecllet doit être calculé. Pour cela, il est nécessaire de connaître la diffusivité tourbillonnaire D_c , appelée aussi coefficient de dispersion.

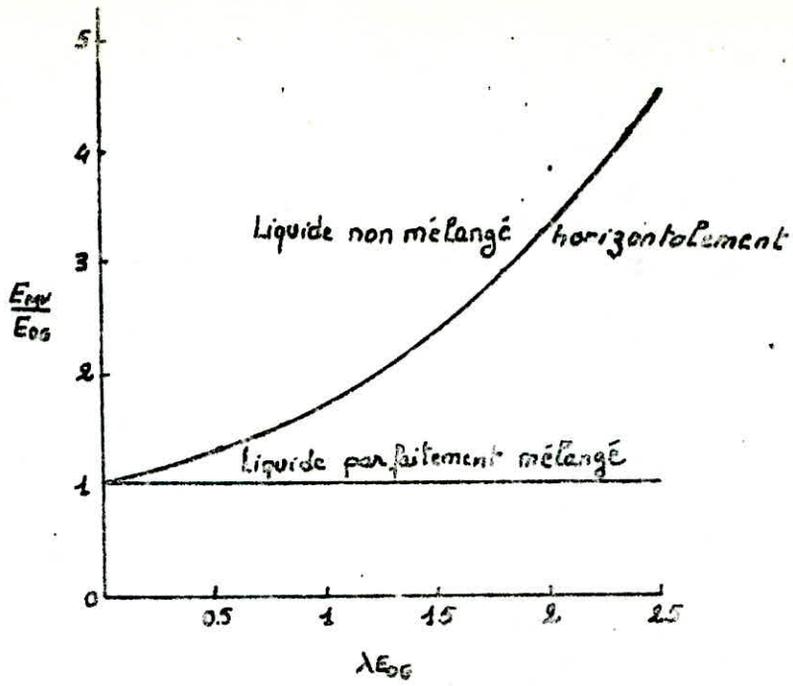


fig-5.

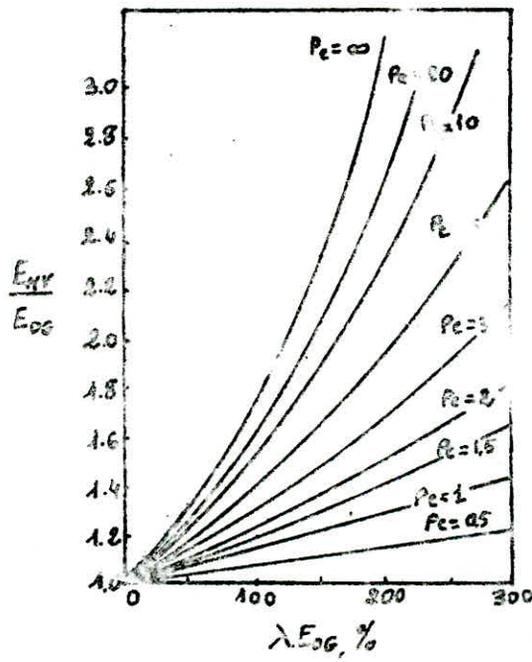


fig-6. solution de l'équation 13
par R.I.C.H.E

Dans la littérature on trouve plusieurs équation donnant De . Parmi celles on cite.

- L'équation de l'A.I.C.H.E. (voir méthode de l'A.I.C.H.E).
- L'équation de NEISS'UCHN (6).

$$De = 0,037 U_v b_s \sqrt{b_L/b_s}$$

Avec U_v : Vitesse de la vapeur en m/s

b_s : Hauteur des deux phases sur le plateau en m

b_L : Hauteur du liquide sur le plateau en m.

C) Relation entre E_{TV} et E_a :

L'entraînement réduit considérablement la qualité de la séparation obtenue par un plateau. L'effet de l'entraînement sur l'efficacité du plateau a été étudié par Colburn en 1936 (3) pour $\lambda = 1$ (droite opératoire et droite d'équilibre sont parallèles) l'efficacité apparente de Murphree en termes vapeurs E_a est reliée à l'efficacité de Murphree en absence de l'entraînement E_{TV} par :

$$E_a = \frac{E_{TV}}{1 + \frac{e}{L} E_{TV}} \quad (14)$$

Avec e quantité de liquide entraîné par la vapeur du plateau inférieur au plateau au dessus et L le débit mol de liquide descendant, Les deux exprimés en moles par unité de temps.

La fig 7 représente l'entraînement en fonction du débit de vapeur pour les plateaux à calottes. Ici l'entraînement est évalué par Ψ (mol de liquide entraîné par mol de liquide total)

$$\Psi = \frac{e}{L + e} = \frac{1}{\frac{L}{e} + 1}$$

$$\frac{e}{L} = \frac{\Psi}{1 - \Psi}$$

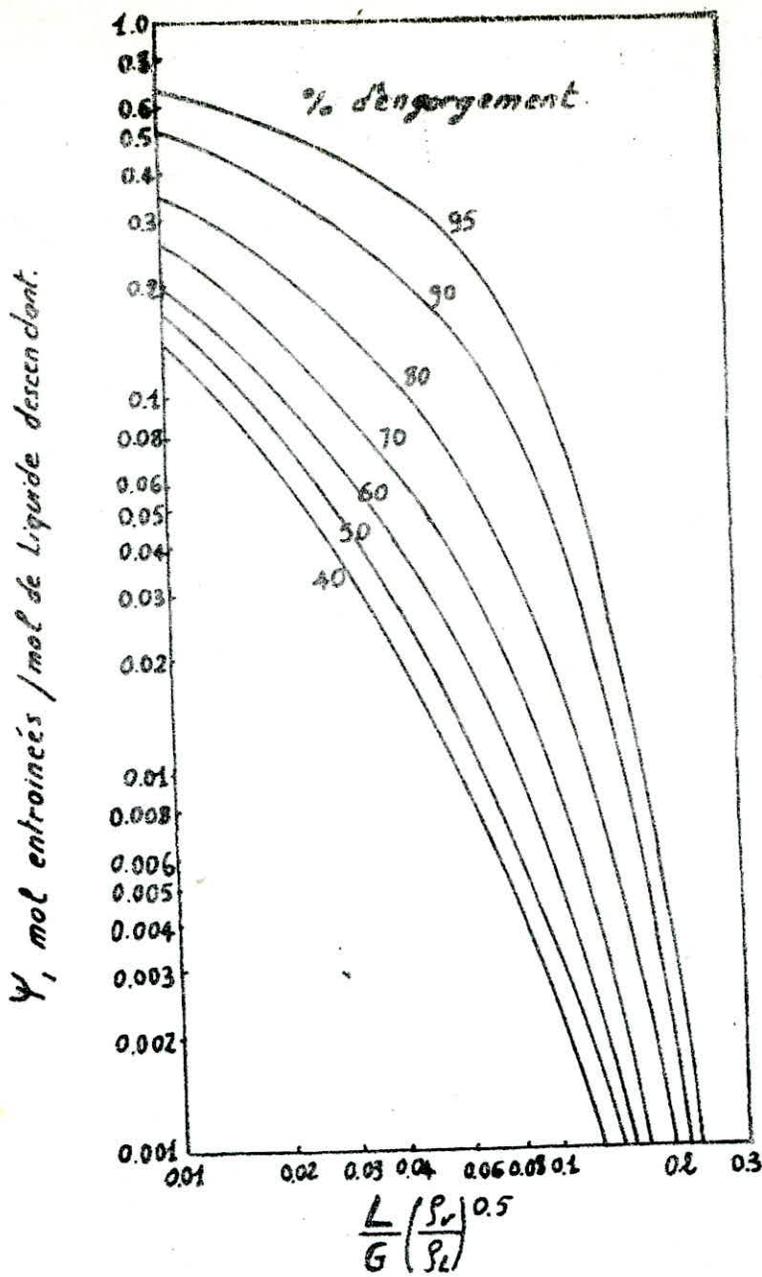


fig. 7 correlation de l'entraînement pour les plateaux à calottes
Par Fair et Matthews.

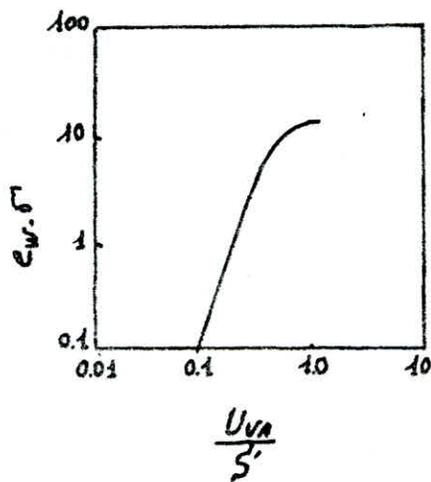


fig 8. correlation de l'entraînement par L'AIChE.

En remplaçant $\frac{c}{L}$ dans l'équation (14) on aura :

$$E_a = \frac{E \cdot \gamma}{1 + \frac{w' E \cdot \gamma}{1 - \gamma}}$$

Les deux équations rendent compte de l'effet de l'entraînement sur l'efficacité d'une manière satisfaisante dans le cas où λ n'est pas très différent de 1 et la variation de la composition du liquide à travers le plateau n'est pas très grande (i.e. $\frac{E \cdot w}{E_0 \gamma} = 1$)

DANLY (1962) (3) a étudié l'effet de l'entraînement sur l'efficacité quand λ est très différent de 1

II.1.3. EFFICACITE GLOBALE :

C'est l'efficacité d'une série de plateaux ou de toute la colonne. Elle est définie comme étant le rapport du nombre de plateaux théoriques au nombre de plateaux réels :

$$E_0 = \frac{N_{th}}{N_R}$$

N_R est fixé par la construction de la colonne.

N_{th} est calculé à partir des données expérimentales par des méthodes graphiques (McCabe - Thiele) ou analytiques (FENSKE)

a) Relation entre E_0 et E_a :

La méthode la plus précise pour le calcul du nombre de plateaux, c'est celle qui permet d'estimer la valeur de l'efficacité apparente E_a pour chaque plateau et de l'utiliser pour modifier la relation d'équilibre dans le calcul plateau par plateau. Cela peut être fait sur un diagramme de McCabe - Thiele, en utilisant une courbe d'équilibre fictive.

La position de cette courbe est déterminée par la valeur de l'efficacité apparente de chaque plateau. Le nombre de plateaux réels obtenu en supposant E_a constant sera différent du nombre de plateaux obtenu en tenant compte de la valeur E_a sur chaque plateau.

L'efficacité du plateau E_a , est en général différente de l'efficacité globale de la colonne E_o .

Pour un produit donné E_a prendra des valeurs différentes sur chaque plateau, cependant E_o prendra une seule valeur pour une colonne donnée. LEWIS (1) relie E_a et E_o par l'équation suivante :

$$E_o = \frac{N_{th}}{N_g} = \frac{\text{Ln} \left[\frac{1 + E_a (1 - \lambda)}{\lambda} \right]}{\text{Ln} \lambda} \quad (15)$$

En admettant que :

- La courbe d'équilibre et la ligne opératoire sont droites mais pas nécessairement parallèles.
- E_a est la même pour chaque plateau.

l'équation (15) est une simple approximation. En réalité la courbe d'équilibre n'est pas une droite pour toute la colonne, en plus la droite opératoire change de pente pour les différentes sections de la colonne.

λ étant différent pour chaque section, il serait plus juste de calculer E_o pour chaque section de la colonne.

II.2. PREVISION DE L'EFFICACITE :

Toute étude doit tenir compte de l'existence de trois groupes de facteurs qui influencent l'efficacité.

a) Caractéristiques du plateau qui sont :

- Mode de mise en contact (calottes, trous, etc...)
- Hauteur du déversoir du liquide.
- Largeur du flux liquide.
- Aire totale pour la séparation vapeur-liquide.

b) Les caractéristiques de fonctionnement :

- Débit par unité de largeur du flux liquide.
- Vitesse de la vapeur, rapportée à l'aire totale
- Rapports des débits molaires des vapeurs et du liquide.

c) Caractéristiques des fluides :

- Masses volumiques des vapeurs et du liquide.
- Viscosité de la vapeur et du liquide.
- Diffusivité liquide et gazeuse.
- Coefficient distillatoire (pente de la tangente à la courbe $y = f(u)$).
- Tension superficielle du liquide.

Divers théories ont été établies, tenant compte de tout ou partie de ces facteurs, pour calculer l'efficacité. Les études les plus récentes et les plus complètes ont été faites par A.I.C.H.E.

Ces études ont abouti, à partir de très nombreuses expérimentations, à des formules reliant les nombres NG et NL représentatifs du transfert de matière des films gazeux ou liquide respectivement aux diverses caractéristiques du plateau et des fluides.

II.2.1. METHODE DE L'A.I.C.H.E. :

(American institute of chemical engineers) (2) la méthode de calcul

est la suivante :

- 1) calcul du débit de vapeur Q_v et le débit de liquide Q_L respectivement en cuft/s et en gpm.
- 2) Détermination de la vitesse de vapeur basée sur l'aire active en ft/s.

$$U_{vA} = \frac{Q_v}{A_A}$$

Avec A_A = section droite de la colonne - 2 X Section du déversoir.

$$3) \text{ Calcul de } F_{vA} = U_{vA} \int v^{0,5}$$

$$4) \text{ Débit par unité de largeur du flux liquide } \frac{Q_L}{W_a}$$

5) Calcul du facteur d'adsorption

$$\lambda = m \frac{G_m}{L_m} = m \frac{Q_v \int V.M.L.C}{Q_L \int L.M.V}$$

6) Calcul de hauteur de mousse h_f en inch.

$$h_f = 2,2,53 F_{vA}^2 + 1,89 h_w - 1,6$$

7) Calcul de la hauteur du liquide clair en inch par.

$$h_c = \frac{103 + 11,8 h_w - 40,5 F_{vA} + 1,25 Q_L/W_a}{\int L}$$

h_c représente la hauteur qu'occuperait le liquide sur le plateau s'il n'était pas émulsionné avec de la vapeur. Cette hauteur est définie comme étant égale au quotient du volume de liquide contenu sur le plateau par la section droite de travail du plateau.

8) Calcul du temps de séjour moyen du liquide sur le plateau (en seconde).

$$\theta_L = \frac{37,3 h_c A_A}{Q_L}$$

9) Le nombre d'unité de transfert de la phase liquide est déterminé

$$\text{par : } N_L = 103 D_L^{0,5} (0,25 F_{vA} + 0,15) \theta_L$$

- 10) Le nombre d'unités de transfert de la phase vapeur est déterminé par.

$$N_G = \left(\frac{v \cdot D_v}{v} \right)^{0,5} (0,776 + 0,116 hw - 0,29 F_{VA} + 0,0217 \frac{Q_L}{W_a} + 0,2 \Delta)$$

- 11) L'efficacité locale est évaluée par

$$\frac{1}{-2,3 \log(1 - E_{oG})} = \frac{1}{N_G} + \frac{\lambda}{N_L}$$

Où le 2^e membre est la somme de deux termes que l'on assimile à la résistance au transfert de matière du film gazeux ($\frac{1}{N_G}$) et au transfert de matière du film liquide ($\frac{\lambda}{N_L}$)

- 12) Le pourcentage de la résistance de la phase liquide est déterminé par

$$\% R_L = \frac{N_G}{N_L + \lambda N_G} \cdot 100$$

- 13) La diffusivité tourbillonnaire D_e est calculée par :

$$D_e = \left[1 + 0,004(d_c - 3) \right]^2 \times \left[0,0124 + 0,015 hw + 0,017 U_{VA} + 0,0025 \frac{Q_L}{W_a} \right]^2$$

- 14) Le nombre de péclét est évalué par :

$$Pe = \frac{Z_L^2}{D_e O_L}$$

- 15) A partir de la fig-6- et à l'aide du produit λE_{oG} on détermine le rapport E^*V/E_{oG} .

- 16) Connaissant E_{oG} on peut déterminer E^*V

- 17) Calcul de la distance apparente entre deux plateaux (en inch)

$$S' = S - hf.$$

18) On utilise la valeur Uv_{Δ} / S' pour déterminer ew d'après la fig -8-.

19) Dans une colonne à distiller, les plateaux étant écartés d'une distance évidemment finie ne peuvent être considérés comme isolés et leur efficacité se trouve diminuée par le fait qu'ils ne reçoivent pas du plateau inférieur uniquement de la vapeur, mais aussi des gouttelettes de liquide (entraînées à partir de ce plateau par la vapeur). Dans un tel ensemble, l'efficacité du plateau est alors donnée par la formule

$$E_w = \frac{E'v}{1 + re E'v}$$

Où re est un coefficient qui rend compte de l'entraînement des gouttelettes de liquide par la vapeur.

$$re = \frac{449 ew Q_v \rho_v}{Q_L \rho_L}$$

20) Détermination de l'efficacité globale E_g par

$$E_g = \frac{\text{Log} [1 + E_w (\lambda - L)]}{\text{Log} \lambda}$$

II.2.2. CORRELATIONS EMPIRIQUES :

a) La corrélation de DRICKAMER et BRADFORD (1) fait intervenir comme seule variable la viscosité du liquide à la température moyenne de la colonne, la diffusion en phase liquide étant le phénomène prépondérant. L'efficacité définie comme le rapport du nombre d'étages théoriques au nombre d'étages réels est reliée à la viscosité du liquide par la relation

$$E_g = 0,17 - 0,616 \text{ Log} \sqrt{\mu_L}$$

b) English et Van Winkle (2) proposent une équation reliant les caractéristiques du liquide (ρ, μ, ρ', μ') les caractéristiques du plateau (FFA, hw) et les conditions opératoires ($\frac{V}{L}, G, Uv$).
 Pour les colonnes à plateaux (plateaux à calottes ou perforés)

$$E = 10,84(FFA)^{-0,28} \left(\frac{L}{V}\right)^{0,024} \frac{0,241}{hw} G^{-0,013} \left(\frac{Uv}{r_L}\right)^{0,044} \left(\frac{\rho'}{\rho \cdot D_L}\right)^{0,137} x^{-0,028}$$

L'efficacité calculée par cette méthode donne une erreur maximum de 20 % par rapport à l'efficacité expérimentale.

Les conditions d'application de cette équation sont les suivantes :

- Colonnes à plateaux (à calottes ou perforés)
- Diamètre de la colonne de 1 _____ 24 inch
- % de l'aire libre ou aire des fentes (fenêtres) par plateau
2,7 _____ 18,5
- Distance entre plateaux 2 _____ 36 inch
- Hauteur du deversoir $\frac{1}{2}$ _____ 6 inch
- G : 100 _____ 1000 lb/hr (Sq ft)
- L : 100 _____ 1000 lb/hr (Sq ft)
- $\frac{L}{V} = 0,6$ _____ 1
- Diamètre des trous $\frac{1}{16}$ à $\frac{7}{8}$ inch

NO ENCLATURE :

- A : Section droite de la colonne en Sq ft
- Ad : Section du deversoir en Sq ft
- AA : A - 2 Ad = Aire active en Sq ft
- DL : Coefficient de diffusivité du liquide en Sq ft/hr
- D'L : Coefficient de diffusivité du liquide en cm²/s

- D_v : Coefficient de diffusivité de la vapeur en Sq ft/hr
- d_c : Diamètre de la calotte en inch
- D : Diamètre de la colonne en ft
- FFA: Fraction de l'aire libre
- G : Débit massique de la vapeur par unité de surface en lb/hr (Sq ft)
- h_w : Hauteur du deversoir en inch
- e_w : Rapport d'entraînement lb liq / lb Vap.
- G_m : Débit molaire de la vapeur par unité de surface mol/hr (Sq ft)
- L_m : Débit molaire du liquide par unité de surface mol/hr (Sq ft)
- l_w : Largeur du deversoir en ft
- m : Pente de la courbe $y = f(x)$
- M_L : Poids moléculaire du liquide
- M_V : Poids moléculaire de la vapeur
- S : Espacement des plateaux en inch
- U_V : Vitesse de la vapeur en cm/s
- W_a : $\frac{D + l_w}{2}$ largeur du Flux liquide en ft
- Z_L : Distance comprise entre les deversoirs en ft
- γ : Volatilité relative
- Δ : Gradient liquide à travers un plateau en inch
- μ_v : Viscosité de la vapeur en lb (ft)(hr)
- μ_L : Viscosité du liquide en centipoise.
- ρ_L : Densité du liquide en lb/cuft
- ρ_L : Densité du liquide en g/cm³
- ρ_v : Densité de la vapeur en lb/ cuft
- σ : Tension superficielle du liquide en dyn/cm.

II.3. LES FACTEURS INFLUENCANT L'EFFICACITE :

Les facteurs influençant l'efficacité d'une colonne donnée sont :
Les caractéristiques du système et les conditions opératoires.

II.3.2. Caractéristiques du système :

a) La Viscosité :

La viscosité est la propriété physique qui influence le plus sur l'efficacité.

Elle influence le transfert de matière à travers le film d'interface liquide - vapeur.

L'augmentation de la viscosité entraîne une diminution importante de l'efficacité (Fig 10)

DRICKAMER et BRADFORD ont proposé une corrélation empirique reliant l'efficacité globale de la colonne à la viscosité de la charge évaluée à la température moyenne de la colonne.

$$E_0 = 0,17 - 0,616 \log$$

b) La volatilité :

C'est la volatilité relative des constituants qui conditionne l'approche à l'équilibre ; plus elle est élevée, meilleure est l'efficacité.

O'Connell a proposé une corrélation empirique reliant l'efficacité globale au produit de la volatilité relative par la viscosité de la charge évaluées aux conditions moyennes de la colonne.

$$E_0 = 49,2 (\quad)^{-0,245}$$

La variation de l'efficacité globale en fonction du produit est présentée par la fig (9).

c) La tension superficielle :

La tension superficielle influence sur la surface de

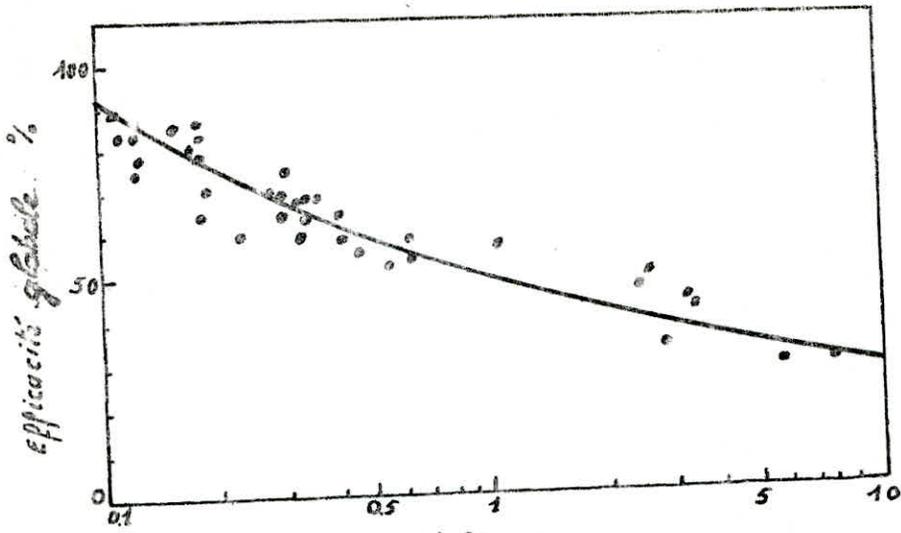


fig-9. volatilité relative par la viscosité de la charge
 évaluées aux conditions moyennes de la colonne
 (corrélation pour les plateaux à calottes)

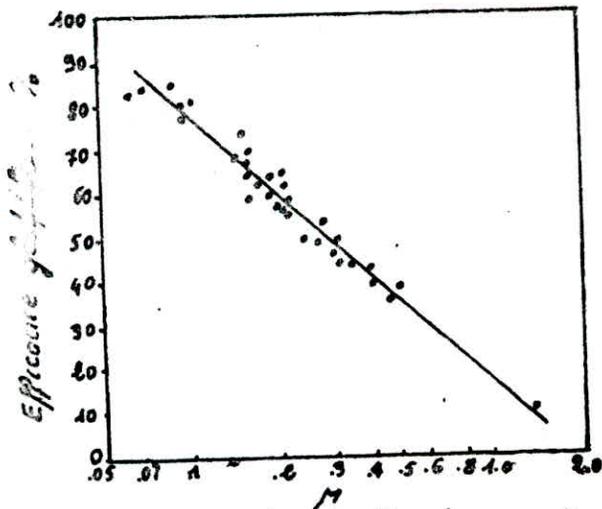


fig-10. viscosité de la charge à la t°
 moyenne de la colonne en $^{\circ}C$
 Par Drickamer et Bradford.

contact liquide - vapeur. Plus la tension superficielle est élevée plus le diamètre des bulles de vapeur est grand donc la surface de contact liquide-vapeur est faible. Si la tension superficielle augmente avec la composition de liquide en allant de haut en bas l'efficacité augmente et si elle diminue, l'efficacité diminue aussi

II.3.2? Conditions opératoires

a) Vitesse de la vapeur :

La vitesse de la vapeur dans le liquide agit sur le temps de contact et la valeur de l'entraînement.

D'après les travaux de Kirschbaum l'efficacité augmente avec la vitesse de la vapeur quand celle-ci est très faible reste presque constante entre la vitesse minimale et la vitesse admissible puis chute quand on s'approche de l'engorgement.

Kirschbaum définit la vitesse admissible comme le point de la courbe de l'efficacité dont la tangente a pour pente 0,13 s/m. Ce point marque le début de la chute de l'efficacité (Fig 11).

b) Le taux de reflux : (le rapport $\frac{L}{V}$)

L'augmentation du taux de reflux favorise le transfert de matière entre la phase liquide et la phase vapeur ce qui entraîne une augmentation de l'efficacité. La figure (12) représente un réseau de courbes de l'efficacité en fonction du débit de vapeur pour différentes valeurs du taux de reflux.

c) La pression :

La réduction de la pression entraîne une élévation de la volatilité, donc une augmentation de l'écart entre la courbe d'équilibre et la première bissectrice.

A basse pression, la séparation exige un nombre inférieur de plateaux qu'à haute pression.

Remarque : Van WINKLE a proposé une formule empirique tenant compte de tous les paramètres qui peuvent influencer l'efficacité d'un plateau.

$$E_a = 10,84 (FFA)^{0,28} \left(\frac{L}{V}\right)^{0,023} n_w^{0,241} G^{-0,013} \left(\frac{\sigma}{\rho_L u_v}\right)^{0,044} \left(\frac{M_i}{\rho_L D_L}\right)^{0,137} \alpha^{-0,02}$$

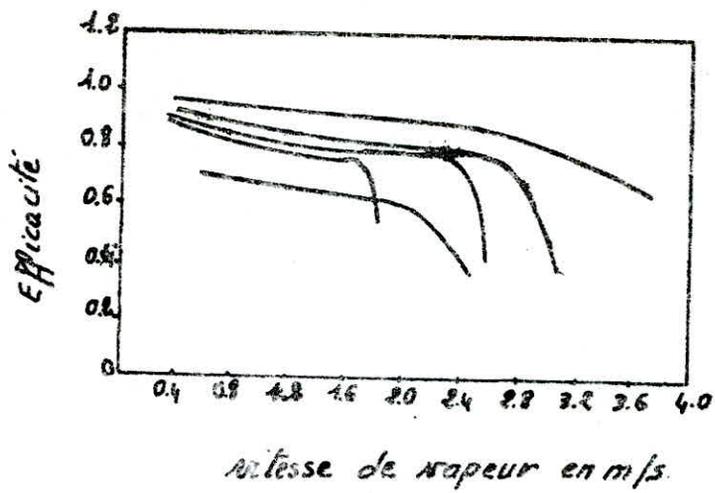


fig. 14.

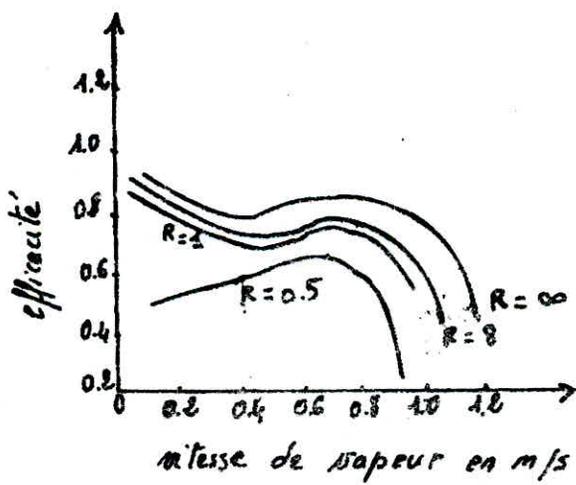


fig. 15.

C. PARTIE EXPERIMENTALE :

I. Description de la colonne : (voir schema 1)

Elle comprend 3 parties essentielles.

a) La bouilleur : c'est l'appareil qui fournit les calories permettant la vaporisation partielle de la charge. C'est un bouilleur vertical, situé à la base de la colonne. Sa capacité est de 20 l. Le système de chauffage est constitué par un tube enroulé en hélice cylindrique, parcouru par de l'huile. Il est muni d'un système de régulation qui met en jeu une série de résistances électriques et une circulation d'eau permettant ainsi le maintien de la température de chauffe désirée.

b) Le condenseur : c'est l'appareil qui reçoit la vapeur en tête de colonne et la restitue après condensation. C'est un condenseur vertical à eau. Ce type de condenseur permet de condenser les vapeurs et de les refroidir un peu.

c) La colonne : c'est une tour verticale de 9 mètres de hauteur et de 100 mm de diamètre intérieur, elle comporte 18 plateaux disposés à des intervalles réguliers de 12 Cm.

La description de la colonne revient essentiellement à la description du plateau.

d) Plateau à calottes : les plateaux à calottes se distinguent entre eux par le nombre de calottes, leur disposition et leur construction.

Dans notre cas on ne peut parler de la disposition des calottes car le plateau n'en possède que deux.

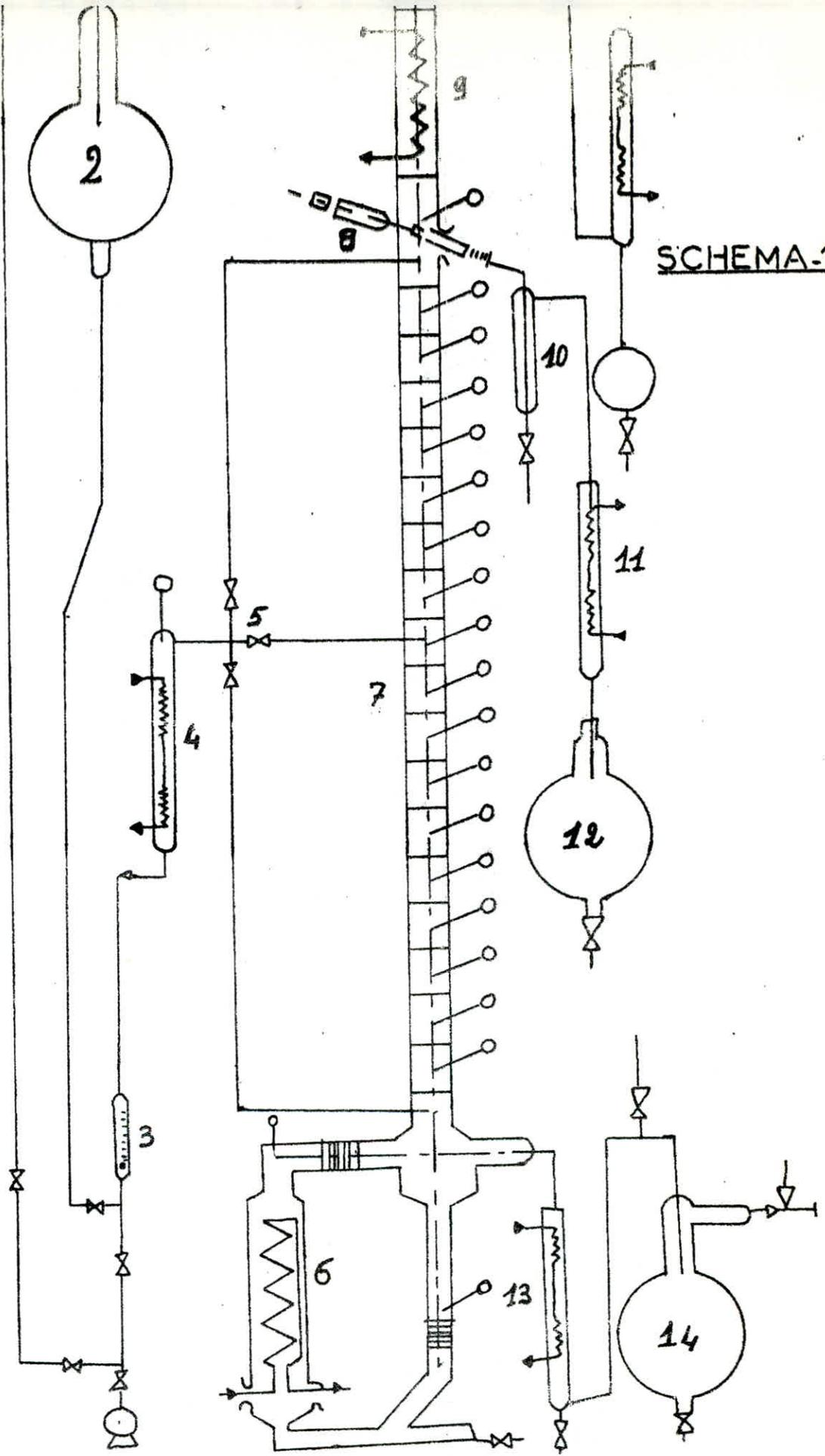
Les détails du plateau sont données par les trois schémas suivants.

← Schéma 2 représente une coupe latérale du plateau muni de ses deux calottes.

COLONNE DE RECTIFICATION

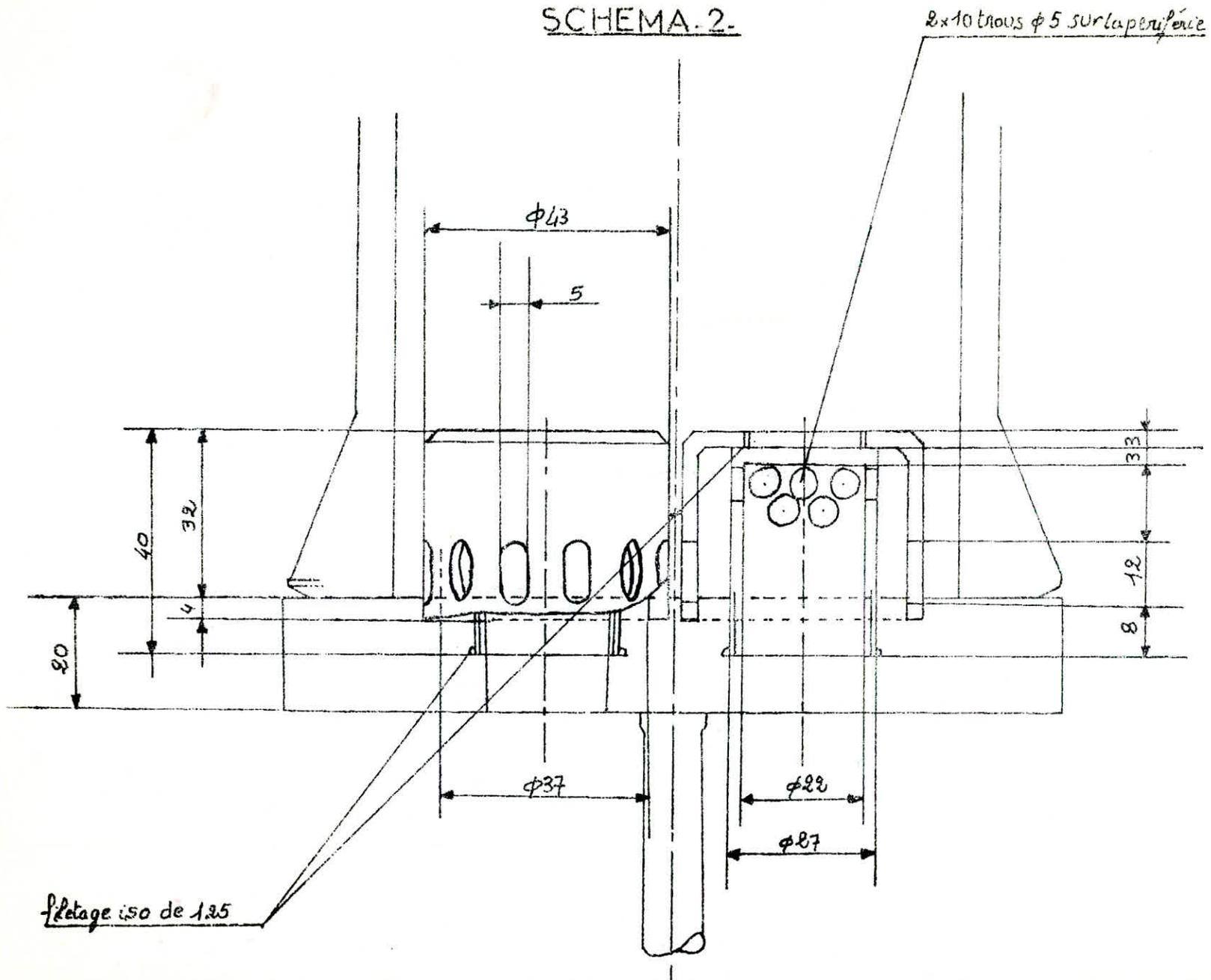
1. Canalisation d'alimentation.
2. Ballon d'alimentation.
3. Rotamètre
4. Préchauffeur
5. 3 niveaux de distribution.
6. Bouilleur.
7. Colonne à plateaux et à calottes.
8. Tête de reflux.
9. Condenseur total.
10. Garde hydraulique.
11. Refroidisseur distillat.
12. Recette distillat
13. Refroidisseur résidu
14. Recette résidu.

1



SCHEMA-1.

SCHEMA. 2.



filetage iso de 1.25

2x10 trous $\phi 5$ sur la periphery

Chaque calotte est constituée d'une cheminée par où arrive la vapeur et de 10 fentes destinée a diviser la vapeur en jets indépendants pour augmenter la surface de contact.

- Schéma 3 : représente aussi une coupe latérale du plateau, mais cette fois dépourvu de ses calottes. Ce schéma représente en détail ; le deversoir, le trop-plein et les deux vis qui servent, l'une pour les prises d'échantillons liquides, l'autre pour les prises d'échantillons vapeurs.

- Schéma 4 : représenté une coupe transversale du plateau avec tous ces éléments.

Ce schéma nous permet de voir l'emplacement de chaque élément sur le plateau.

La colonne est muni aussi :

- d'un condenseur secondaire qui condense les vapeurs s'échappant du condenseur de tête.

- D'un refroidisseur du distillat et un refroidisseur du résidu.

- d'une tête de reflux : elle permet le retour d'une partie ou de la totalité du condensat.

- de ballons d'alimentation., de distillat et de résidu.

- D'un préchauffeur qui sert à chauffer l'alimentation avant son introduction dans la colonne.

- D'un rotametre pour la mesure du débit de l'alimentation.

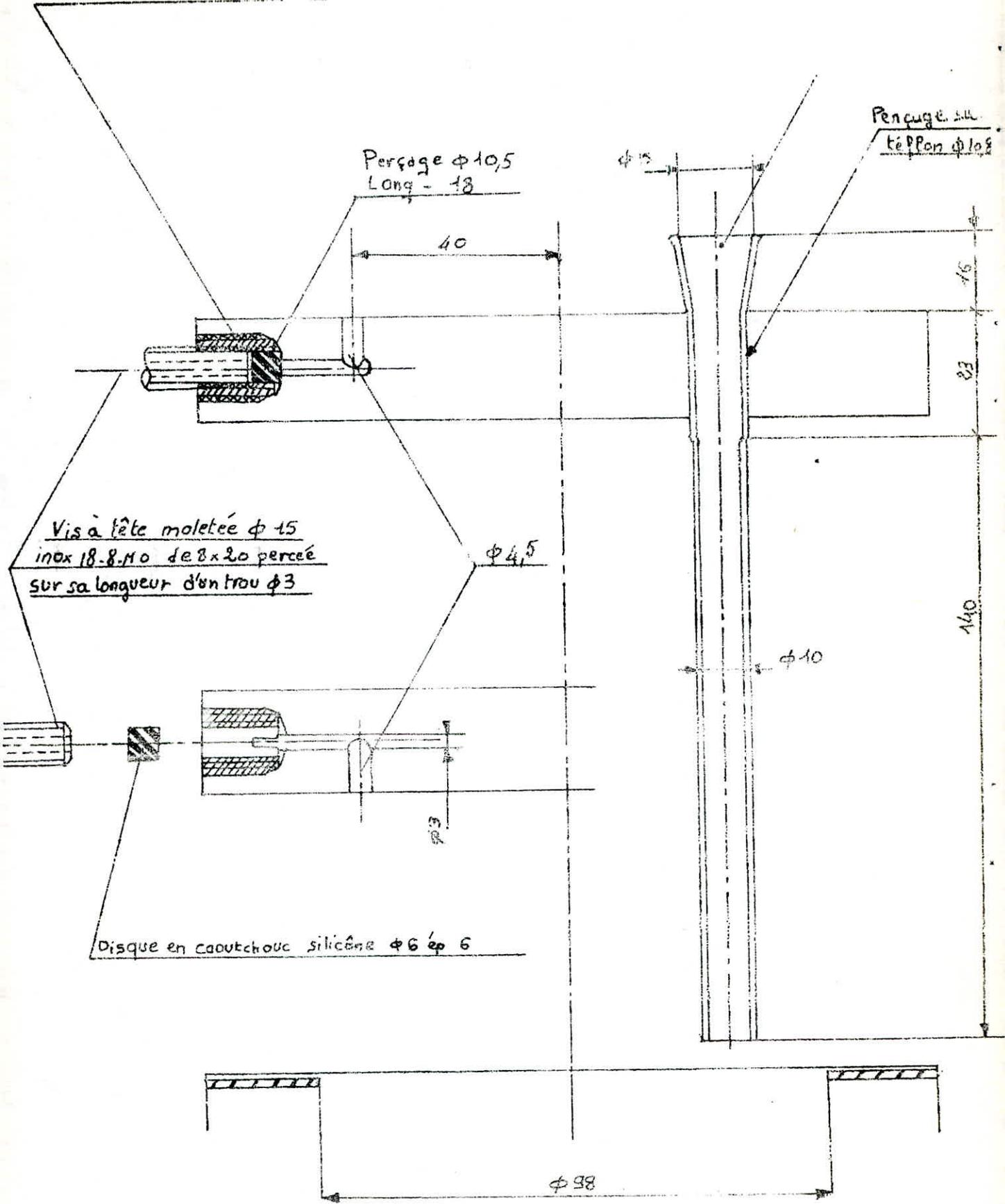
- D'une pompe centrifuge pour remplir le ballon de l'alimentation
éléments complémentaires :

- Compresseur : pour la mise en marche de la tête de reflux.

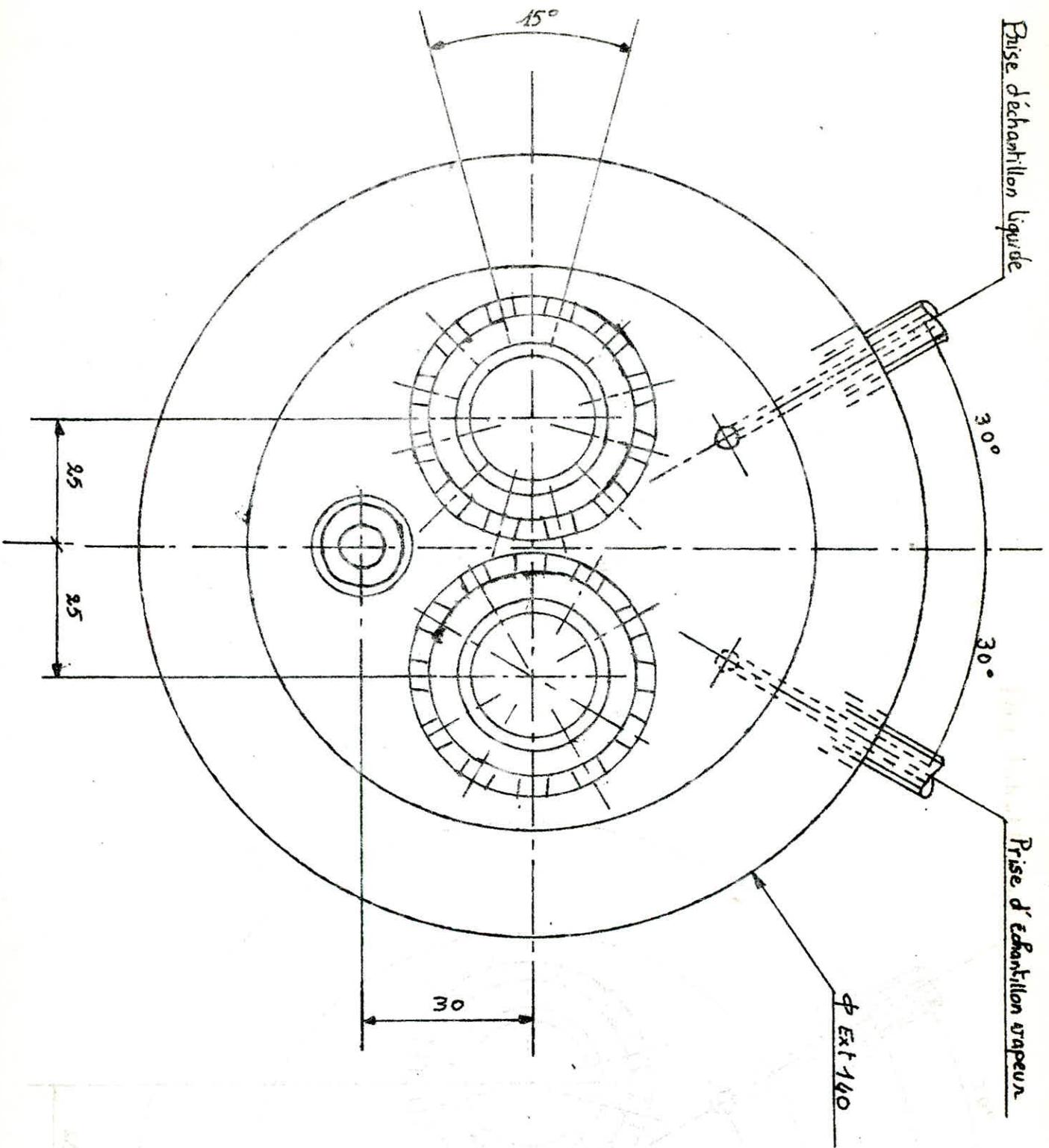
- Pompe à vide : on l'utilise quand on veut travailler à des pressions inférieures à la pression atmosphérique.

SCHEMA 2

Intervis usin cad...



SCHEMA - 4 -



II. MODE OPERATOIRE :

II.1. Distillation discontinue à reflux total :

- On introduit la charge dans le bouilleur.
- On met le circuit de refroidissement en marche. On travaille en circuit fermé ; l'eau utilisée pour le refroidissement est récupérée, ~~et recyclée~~ par un système à douche puis recyclé dans l'installations.
- On alimente l'installation en courant alternatif en appuyant sur le bouton noir.

On fixe la température de chauffage de l'huile en encadrant la valeur désirée par deux aiguilles.

* Une aiguille verte qui indique la température minimale.

* Une aiguille rouge qui indique la température maximale.

La température de l'huile est indiquée par l'aiguille noir qui sera encadrée par les deux autres citées précédemment.

- On fixe la puissance de chauffe au début à 10 KW, une fois l'ébullition atteinte dans le bouilleur on fixe cette puissance à 5 KW.
- On met en marche le compresseur qui permet de faire fonctionner la tête de reflux. Un interrupteur de mise en attente place la colonne en reflux total.
- A l'aide d'un enregistreur, on surveille les variations de températures de chaque plateau. Une fois le régime thermique atteint, on suppose que le régime permanent est établi. Le régime permanent correspond à la stabilité des compositions sur les plateaux.
- On prélève à l'aide d'une seringue, un échantillon de la phase liquide du premier plateau.
- On mesure la débit du distillat en mettant la tête de reflux en position recette.

On mesure à l'aide du timer électronique le temps nécessaire pour recueillir un volume donné du distillat.

- On mesure à l'aide d'un refractomètre relié à un bain thermostatique l'indice de refraction du distillat et du liquide du 1er plateau à $T = 20^{\circ} C$.

Remarque : Pour ~~varier~~ la vitesse de la vapeur donc le débit de vapeur, on joue sur la température de l'huile chauffante du bouilleur.

II.2. DISTILLATION CONTINUE A REFLUX TOTAL :

On fait la même chose qu'en distillation discontinue, mais en plus on a :

- Régulation du préchauffage de l'alimentation.

Elle se fait sur les deux petits cadrans de droite de la manière suivante.

- 1) On tourne le bouton de commande marqué "régulation" une lampe témoin rouge doit s'allumer.
- 2) On fixe une valeur de température de préchauffage à l'aide de la vis rouge qui actionne l'aiguille de même couleur (consigne).
- 3) La régulation est automatique, on positionne le bouton noir de gauche sur le point indiqué par un cercle. La régulation se fera par la fermeture (indiquée en vert) ou l'ouverture (indiquée en blanc) de la vanne jusqu'à ce que l'aiguille noire se stabilise sur la valeur désignée.

- Réglage du taux de reflux.

Le réglage du taux de reflux se fait par l'intermédiaire du timer électronique.

Le temps de reflux est réglable à l'aide de deux rotacteurs, l'un gradué de 0 à 9, l'autre de 0 à 60.

Ces rotacteurs fonctionnent ~~sur rotacteurs~~

Le temps de recette se règle de la même façon.

Le taux de reflux est obtenu en divisant le temps de reflux par le temps de recette.

- L'alimentation de la colonne :

On remplit d'abord le ballon de l'alimentation à l'aide d'une pompe.

L'alimentation se fait par gravité et le débit est mesuré par un rotomètre.

L'alimentation est introduite au niveau du premier plateau.

- On mesure le débit et la composition du distillat et du résidu, ainsi que la composition de la phase liquide du 1er plateau.

II.3. Courbe d'étalonnage Méthanol, éthanol :

On utilise comme méthode l'analyse, la refractometrie. Pour cela on a besoin d'une courbe d'étalonnage qui relie l'indice de réfraction à la composition du mélange binaire.

On opère de la façon suivante :

On prépare des mélanges méthanol éthanol selon le tableau suivant.

Tube N°	1	2	3	3	3	6	7	8	9	10
V _{met} Cm ³	20	19	18	17	16	15	14	13	12	11
V _{et} Cm ³	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9

11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
10	9	8	7	6	6	4	3	2	1	0
10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20

On mesure l'indice de réfraction de chaque solution à l'aide d'un réfractometre maintenu à la température constante de 20°C.

- Calcul de la fraction molaire en méthanol :

* Pourcentage massique en méthanol :

soient m_{met} et m_{et} les pourcentages massiques respectivement en méthanol.

Densité du méthanol $\rho_{met} = 0,7916 \text{ g/Cm}^3$ à 20°C

Densité de l'éthanol $\rho_{et} = 0,7893 \text{ g/Cm}^3$

$$m_{met} = \frac{\rho_{met} \cdot V_{met}}{\rho_{met} \cdot V_{met} + \rho_{et} \cdot V_{et}} \times 100$$

$$m_{met} = \frac{10}{1 + \frac{\rho_{et} \cdot V_{et}}{\rho_{met} \cdot V_{met}}} = \frac{100}{1 + \frac{V_{et}}{V_{met}}}$$

* Fraction molaire en méthanol :

Soit x la fraction molaire en méthanol.

Soit n_{met} et n_{et} les molaires respectivement du méthanol et de l'éthanol.

$$n_{\text{met}} = 32$$

$$n_{\text{et}} = 46$$

$$x = \frac{\frac{n_{\text{met}}}{32}}{\frac{n_{\text{met}}}{32} + \frac{n_{\text{et}}}{46}} = \frac{\frac{n_{\text{met}}}{32}}{\frac{n_{\text{met}}}{32} + \frac{100 - n_{\text{met}}}{46}}$$

- exemple de calcul :

Prenons le tube N° 6

$$V_{\text{et}} = 5 \text{ cm}^3$$

$$V_{\text{met}} = 15 \text{ cm}^3$$

$$n_{\text{met}} = \frac{100}{1 + \frac{0,7893 \cdot 5}{0,7916 \cdot 15}} = 75,05 \%$$

$$x = \frac{75,05/32}{\frac{75,05}{32} + \frac{100-75,05}{46}} = 0,812$$

Tous les calculs sont résumés dans le tableau n° 1.

Connaissant la fraction molaire et l'indice de réfraction pour chaque mélange, on peut tracer la courbe d'étalonnage $n = f(x)$ à 20° C (Fig 13).

TABLEAU N° 1.

V_{met} : volume de méthanol

V_{et} : volume d'éthanol.

m_{met} : % massique en méthanol

m_{et} : % massique en éthanol

x : fraction molaire en méthanol

η : indice de réfraction

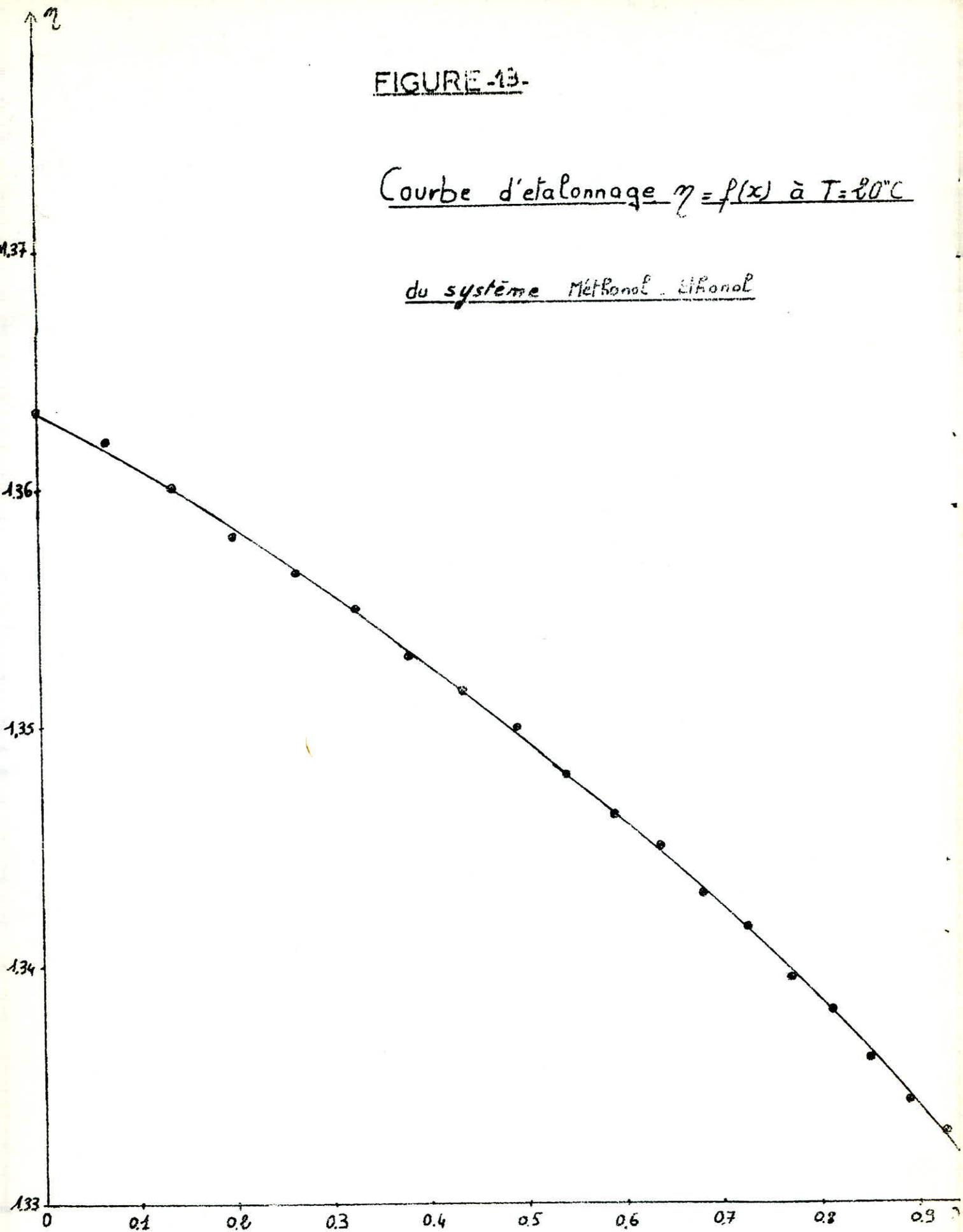
V_{met}	20	19	18	17	16	15	14	13	12	11
V_{et}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
m_{met}	100	95,014	90,026	85,037	80,046	75,054	70,061	65,066	60,070	55,072
m_{et}	0	4,986	9,974	14,963	19,954	24,946	29,939	34,934	39,930	44,928
x	1	0,965	0,928	0,890	0,852	0,812	0,770	0,727	0,683	0,637
η	1,3290	1,3310	1,3329	1,3342	1,3360	1,3380	1,3394	1,3416	1,3430	1,3450

10	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
50,072	45,072	40,070	35,066	30,061	25,054	20,046	15,037	10,026	5,014	0
49,928	54,928	59,930	64,934	69,939	74,946	79,954	84,963	89,974	94,986	100
0,589	0,540	0,489	0,436	0,381	0,324	0,264	0,202	0,138	0,070	0
1,3463	1,3480	1,3499	1,3515	1,3530	1,3550	1,3565	1,3580	1,3599	1,3620	1,3633

FIGURE-13-

Courbe d'étalonnage $\eta = f(x)$ à $T=20^{\circ}\text{C}$

du système Méthanol - Éthanol



II.4. CALCUL APPROXIMATIF DE LA COMPOSITION DE LA CHARGE :

On travaille à reflux total, donc la droite opératoire coïncide avec la première bissectrice. On choisit une composition arbitraire du distillat.

Si on suppose que l'efficacité est de 50% on peut tracer une courbe d'équilibre fictive (fig 14), on considère un point B sur la courbe d'équilibre à partir duquel on trace la verticale qui coupe la première bissectrice au point A, la courbe d'équilibre fictive passe par le milieu du segment AB.

On détermine ainsi tous les points de la courbe fictive.

En partant de la composition fixée du distillat est en traçant les plateaux entre la courbe d'équilibre fictive et la droite opératoire, on détermine graphiquement la composition sur chaque plateau ainsi que celle du bouilleur, considéré comme le 19^e plateau.

La composition moyenne de la charge se calcule de la manière suivante : soit V_B , V_i , et V_R , les volumes respectifs du liquide dans le bouilleur, sur le plateau et de la recette.

On suppose que le volume retenu par le plateau i est le même pour tous les plateaux.

$$V_i = V$$

soit h la hauteur du déversoir et D le diamètre de la colonne.

$$h = 0,16 \text{ dm}$$

$$D = 1 \text{ dm}$$

$$V_i = \frac{\pi}{4} D^2 h = \frac{\pi}{4} \cdot 0,16 = 12,56 \cdot 10^{-2} \text{ l.}$$

La composition moyenne de la charge en méthanol se calcule comme suit :

$$x = \frac{V_B x_B + \sum V_i x_i + V_R x_0}{V_B + \sum V_i + V_R}$$

On a choisit $x_D = 0,95$

$V_B = 20 \text{ l}$

$V_R = 1 \text{ l}$

En traçant les plateaux entre la courbe fictive et la droite opératoire (fig 14), on trouve les compositions suivantes :

Plateau N°	x_B	1	2	3	4	5	6	7	8
x	0,145	0,185	0,225	0,270	0,320	0,375	0,430	0,490	0,935

588836

9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
0,620	0,680	0,735	0,785	0,820	0,850	0,875	0,90	0,92	0,935

$$x = \frac{20 \times 0,145 + 12,56 \cdot 10^{-2} \times 10,97 + 1 \times 0,95}{20 + 18 \times 0,1256 + 1} = 0,224$$

Pourcentage massique en méthanol :

$$x = \frac{\frac{n_{\text{met}}}{32}}{\frac{n_{\text{met}}}{32} + \frac{100 - n_{\text{met}}}{46}}$$

Après transformation on trouve

$$n_{\text{met}} = \frac{69,5}{\frac{1}{x} - 0,305} = \frac{69,5}{\frac{1}{0,224} - 0,305} = 16,7 \%$$

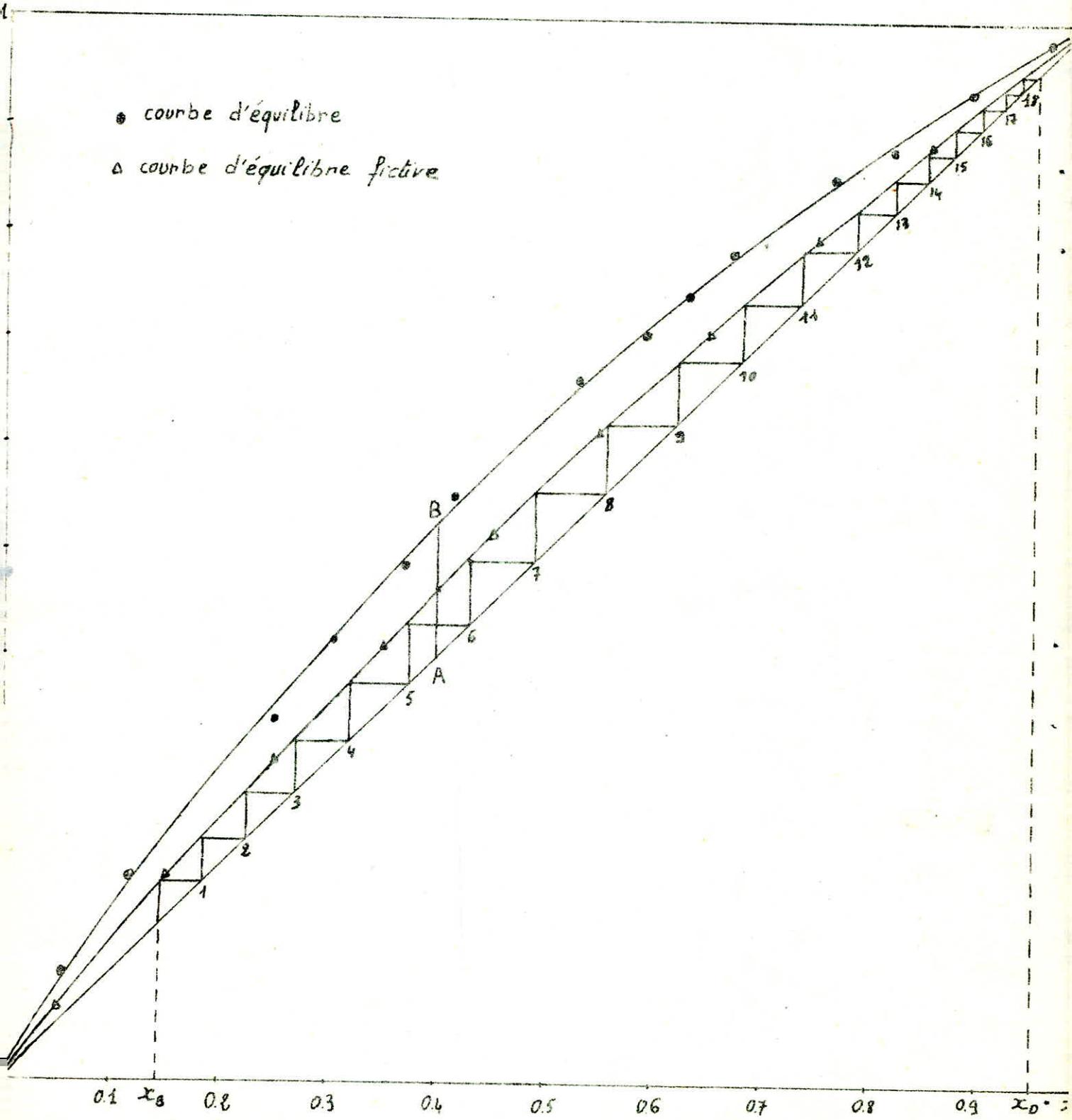
3. c

Les densités du méthanol et de l'éthanol étant très proches, on peut considérer que le % volumique = % massique.

FIGURE-14-

Calcul de la composition moyenne de la charge.

Systeme méthanol - éthanol



II.5. CALCUL DE LA VITESSE ADMISSIBLE :

KIRSCHBAUF a proposé la relation suivante :

$$U_v = \frac{3,4}{dc^{2/3}} \sqrt{\frac{\rho_L}{\rho_v} DH}$$

Les mesures ont été chaque fois ramenées à la concentration molaire de 50 %

Dans une première approximation, la température d'ébullition moyenne

du mélange sera égale $T_M = \frac{\sum T_i \cdot x_i}{\sum x_i}$

Température d'ébullition du méthanol : 64,7° C

Température d'ébullition de l'éthanol : 78,4° C

$$x_{met} = x_{et} = 0,5$$

$$T_M = 64,7 \times 0,5 + 78,4 \times 0,5 = 71,5^\circ \text{ C}$$

à 71,5° C

$$\rho_{Lmet} = 744 \text{ Kg/m}^3$$

$$\rho_{Let} = 742 \text{ Kg/m}^3$$

Les densités étant très proches, on prendra la moyenne algébrique pour calculer la densité du mélange.

$$\rho_L = \frac{\rho_{Lmet} + \rho_{Let}}{2} = \frac{744 + 742}{2} = 743 \text{ Kg/m}^3$$

à 71,5° C

$$\rho_{vmet} = 1,55 \text{ Kg/m}^3$$

$$\rho_{vet} = 1,3 \text{ Kg/m}^3$$

$$\rho_m = \frac{\sum V_i x_i}{\sum x_i}$$

$$V_{met} = \frac{0,5 \times 32}{1,55 \cdot 10^{-3}} = 10,32 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$$

$$V_{\text{et}} = \frac{0,5 \times 46}{1,3 \cdot 10^{-3}} = 17,69 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$$

$$\rho_v = \frac{1,55 \times 10,32 \cdot 10^{-3} + 1,3 \times 17,69 \cdot 10^{-3}}{(10,32 + 17,69) \cdot 10^{-3}} = 1,39 \text{ Kg/m}^3$$

Diametre de la calotte de = 4,3 Cm

écartement entre plateaux = 12 Cm

Hauteur de la calotte = 3,2 Cm

$\Delta H = 12 - 3,2 = 8,8 \text{ Cm}$

$$U_v = \frac{3,4}{(4,3)^{2/3}} \sqrt{\frac{743 \cdot 8,8}{1,39}} = 88,2 \text{ Cm/s}$$

III. EXPLOITATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX :

III.1. DISTILLATION DISCONTINUE A REFLUX TOTAL :

On étudie l'évolution de l'efficacité globale de la colonne en fonction de la vitesse de la vapeur.

- Calcul de la vitesse de la vapeur.

On suppose que la vapeur est un gaz parfait

Connaissant x_D , \int_L , Q_L respectivement la composition, la densité et le débit volumique du distillat, on peut calculer le débit molaire de la vapeur.

$$x_D = \frac{\frac{m_{\text{met}}}{32}}{\frac{m_{\text{met}}}{32} + \frac{100 - m_{\text{met}}}{46}}$$

m_{met} = % massique du méthanol

$$m_{\text{met}} = \frac{69,5}{\frac{1}{x_D} - 0,305}$$

Le débit massique de la vapeur = $Q_L \cdot \rho_L$

soient n_{met} et n_{et} respectivement le débit molaire du méthanol et de l'éthanol.

$$n_{\text{met}} = \frac{Q_L \cdot \int_L \cdot m_{\text{met}}}{32 \cdot 100}$$

$$n_{\text{et}} = \frac{Q_L \cdot \int_L (100 - m_{\text{met}})}{46 \cdot 100}$$

$$n = n_{\text{met}} + n_{\text{et}}$$

$$Q_v = \frac{n R_0 T}{P}$$

Q_v : Débit volumique de la vapeur en l/s

n : Débit molaire de la vapeur en mol/s

R : Constante des gaz parfait = $0,082 \text{ l atm. mol}^{-1} \cdot \text{°K}^{-1}$

T : Température moyenne de la colonne en °K.

P : Pression en Atm.

Pour calculer la vitesse de la vapeur, on divise le débit de vapeur par la surface de la section droite de la colonne.

$$A = \frac{\pi D^2}{4} = 3,14 \frac{(10)^2}{4} = 78,5 \text{ cm}^2$$

La vitesse de la vapeur $U_v = \frac{Q_v}{A}$

Exemple de calcul : prenons le 2^è essai.

Les températures enregistrées entre le condenseur et le bouilleur, au regime permanent sont les suivantes.

T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅	T ₆	T ₇	T ₈	T ₉	T ₁₀	T ₁₁
78	78	77	78	75	79,5	79	78	77,5	77	76

T ₁₂	T ₁₃	T ₁₄	T ₁₅	T ₁₆	T ₁₇	T ₁₈	T ₁₉	T ₂₀	T ₂₁
74	73	72	71	71	74	74	69	68	71

On calcule la température moyenne de la colonne

$$T_m = \frac{\sum_{i=1}^{21} T_i}{\sum_i} = 74,76^\circ \text{ C} = 347,76^\circ \text{ K}$$

On travaille à la pression atmosphérique : P = 1 Atm

débit du distillat $Q_L = 3,05 \text{ cm}^3/\text{s}$

Composition du distillat $x_D = 0,9$

densité du distillat : $\rho_L = 0,777 \text{ g/cm}^3$

$$m_{\text{met}} = \frac{69,5}{\frac{1}{0,9} - 0,305} = 86,22 \%$$

$$m_{\text{met}} = \frac{3,05 \times 0,777 \times 86,22}{32 \times 100} = 0,0638 \text{ mol/s}$$

$$n_{\text{et}} = \frac{3,05 \times 0,777 \times (100 - 86,22)}{46 \times 100} = 0,0071 \text{ mol/s}$$

$$n = 0,0638 + 0,0071 = 0,0709 \text{ mol/s}$$

$$Q_v = 0,0709 \times 0,002 \times 347,76 = 2,022 \text{ l/s}$$

$$Q_v = 2022 \text{ cm}^3/\text{s}$$

$$U_v = \frac{Q_v}{A} = \frac{2022}{78,5} = 25,75 \text{ cm/s}$$

Calcul de l'efficacité globale de la colonne

-Par la méthode de McCabe et Thiele.

Cette méthode graphique est une méthode approximative. Son avantage est de donner une solution approchée d'un problème si l'on connaît le diagramme d'équilibre des constituants du mélange binaire.

Les hypothèses de Lewis qui sont à la base de cette méthode de calcul sont les suivantes :

- 1°) La colonne est adiabatique (pas de pertes calorifiques par les parois).
- 2°) Les chaleurs molaires de vaporisation des deux constituants sont égales.
- 3°) La chaleur de mélange des deux constituants en phase liquide est nulle.
- 4°) L'équilibre liquide - vapeur est atteint sur chaque plateau de la colonne.

TABLEAU N° 2

Q_v cm ³ /s	ρ_L g/cm ³	η_D	η_{TP}	x_D	x_{TP}	n_{met} mol/s	n_{et} mol/s	n mol/s	T_m °K	Q_v cm ³ /s	U_v cm/s	N_M	N_A	$E, \%$
1,30	0,782	1,3324	1,360	0,930	0,135	0,0286	0,0022	0,0308	346,8	875,9	11,16	9,16	18	50,9
3,05	0,777	1,3340	1,3605	0,900	0,115	0,0637	0,0072	0,0709	347,7	2021,5	25,75	8,62	18	47,9
3,91	0,770	1,3330	1,367	0,920	0,135	0,0834	0,0074	0,0908	348,0	2591,0	33,0	8,64	18	48,0
4,20	0,775	1,3345	1,3605	0,885	0,115	0,0856	0,0111	0,0967	347,0	2751,5	35,05	8,20	18	45,5
5,15	0,774	1,3327	1,3596	0,925	0,150	0,1115	0,0091	0,1206	346,5	3426,6	43,65	8,67	18	48,15
6,23	0,774	1,3348	1,3610	0,880	0,100	0,1259	0,0172	0,1431	347,4	4076,5	51,93	8,50	18	47,2

Dans notre cas on travaille à reflux total, donc la droite opératoire est confondue avec la première bissectrice.

En partant de la composition du distillat, on trace les plateaux entre la courbe d'équilibre et la première bissectrice jusqu'à la composition de la phase liquide du premier plateau.

L'efficacité globale est égale au rapport $\frac{N_{th}}{N_R}$

Exemple : 2^e essai

$$x_D = 0,9$$

$$x_{1er} = 0,115$$

$$N_{th} = 8,62$$

$$N_R = 18$$

$$E_0 = \frac{8,62}{18} = 47,9 \%$$

Les calculs sont résumés dans le tableau 2.

- Par la méthode de VAN WINKLE.

Van Winkle propose la relation suivante pour le calcul de l'efficacité d'un plateau.

$$E_a = 10,84(FFA)^{-0,28} \left(\frac{L}{V}\right)^{0,028} h_w^{0,241} G^{-0,013} \left(\frac{\rho}{\rho_L \cdot U_V}\right)^{0,044} \left(\frac{\rho_L}{\rho_L \cdot D_L}\right)^{-0,028}$$

LEWIS relie E_a à E_0 par l'équation suivante :

$$E_0 = \frac{\text{Log} [1 + E_a (\lambda - 1)]}{\text{Log } \lambda}$$

FFA = $\frac{\text{Surface des fentes par plateau}}{\text{Section droite de la colonne} - 2 \text{ section du déversoir.}}$

Af = Surface d'une fente.



$$A_f = \left(\frac{5^2 \times 3,14}{4} \right) + (7 \times 5) = 54,622 \text{ mm}^2$$

Sur chaque plateau on a 2 calottes avec 10 fentes chacune.

$$\text{Surface des fentes par plateau} = 2 \times 10 \times A_f = 20 \times 54,622 = 1092,5 \text{ mm}^2$$

A_A = Section droite de la colonne - 2x section du déversoir

$$A_A = A - 2 A_f = 78500 - \frac{2 \times 3,14 \times D_d^2}{4}$$

$$D_d = (\text{Diametre du déversoir}) = 10,8 \text{ mm}$$

$$A_A = 78500 - \frac{2 \times 3,14 \times (10,8)^2}{4} = 7666,87 \text{ mm}^2$$

$$FFA = \frac{1092,5}{7666,87} = 0,142$$

On travail à reflux total donc $\frac{L}{V} = 1$

$$\text{Hauteur du deversoir } h_w = 1,6 \text{ Cm} = 0,63 \text{ in}$$

$$G = \frac{Q_L \cdot \int L \cdot 3600 \cdot 22,05 \cdot 10^{-4}}{A} \text{ en lb/hr sqft}$$

La tension superficielle d'un mélange

$$\sigma = \sum_i x_i \sigma_i$$

La viscosité d'un mélange liquide est donnée par Kendall - Monroe [7]

$$\mu_L^{1/3} = x_1 \cdot \mu_1^{1/3} + x_2 \cdot \mu_2^{1/3}$$

Diffusibilité dans une mélange liquide (7)

$$\frac{D_L^i \cdot \mu_L^i}{T} = 7,4 \cdot 10^{-8} \frac{(X \cdot M)^{0,5}}{V_b^{0,6}}$$

$$[D_L^i] = [\text{Cm}^2/\text{s}]$$

μ'_L : Viscosité de la solution en cP

T : T° absolue en °K

X : Parametre d'association

M : Poids moléculaire du soluté

V_b : Volume molaire du soluté à la température normale d'ébullition.

En tête de colonne le distillat est plus concentré en méthanol qu'en éthanol.

On peut considérer le méthanol comme solvant et l'éthanol comme soluté.

$$V_b = \frac{M_{et}}{d_{atéb}}$$

T°_{eb} de l'éthanol = 78,4° et $d_{atéb} = 0,735 \text{ g/m}^3$

$$V_b = \frac{46}{0,735} = 62,58 \text{ cm}^3/\text{mol.}$$

Le méthanol étant le solvant on a $X = 1,9$ (7)

$$D'_L = \frac{7,410^{-8} (19 \times 32)^{0,5}}{(62,58)^{0,6}} \frac{T}{\mu'_L}$$

$$D'_L = 4,82 \cdot 10^{-8} \frac{T}{\mu'_L}$$

Exemple de calcul : 2^e essai

$$U'_V = 25,75 \text{ cm/s (voir calcul de la vitesse de vapeur)}$$

$$Q_L = 3,05 \text{ cm}^3/\text{s}$$

$$\mu'_L = 0,777 \text{ g/cm}^3$$

$$A = 78,5 \text{ cm}^2 = 8,45 \cdot 10^{-2} \text{ sqft}$$

$$G = \frac{3,05 \times 0,777 \times 3600 \times 22,05 \cdot 10^{-4}}{8,45 \cdot 10^{-2}} = 222,62 \text{ lb/hr. Sqft}$$

$$T = 74,7^\circ \text{ C} = 347,7^\circ \text{ K et } x_D = 0,9$$

$$\begin{aligned} \rho_{\text{met}} &= 0,3 \text{ Cp} \\ \rho'_{\text{et}} &= 0,43 \text{ Cp} \end{aligned} \quad \text{à } T = 74,7^\circ \text{ C}$$

$$\rho_L = 0,9 \cdot (0,3)^{1/3} + 0,1 (0,43)^{1/3} = 0,68$$

$$\rho'_L = 0,315 \text{ Cp}$$

$$\begin{aligned} \sigma_{\text{met}} &= 15,86 \text{ dyn/Cm} \\ \sigma_{\text{et}} &= 16,50 \text{ dyn/Cm} \end{aligned} \quad \text{à } T = 74,7^\circ \text{ C}$$

$$\sigma = 0,9 \times 15,86 + 0,1 \times 16,50 = 15,92 \text{ dyn/Cm}$$

$$D'_L = 4,82 \cdot 10^{-8} \frac{347,7}{0,315} = 5,32 \cdot 10^{-5} \text{ Cm}^2/\text{s}$$

$$z = \frac{y(1-x)}{x(1-y)}$$

Pour $x_D = 0,9$ on lit sur la courbe d'équilibre $y = 0,93$

$$z = \frac{0,93(1-0,9)}{0,9(1-0,93)} = 1,47$$

$$E_a = 10,84(0,142)^{-0,28}(0,63)^{0,241}(222,62)^{-0,0113} \left(\frac{15,92}{0,315 \times 25,75} \right)^{0,044} \cdot \left(\frac{0,315}{0,777 \times 5,32 \cdot 10^{-5}} \right)^{0,137} (1,47)^{-0,028}$$

$$E_a = 54,08 \%$$

$$\lambda = m \frac{G_m}{L_m}, \text{ à reflux total } G_m = L_m \text{ donc } \lambda = m$$

On calcule m entre la composition du distillat et la composition de la phase liquide du premier plateau.

$$\lambda = m = 1,22$$

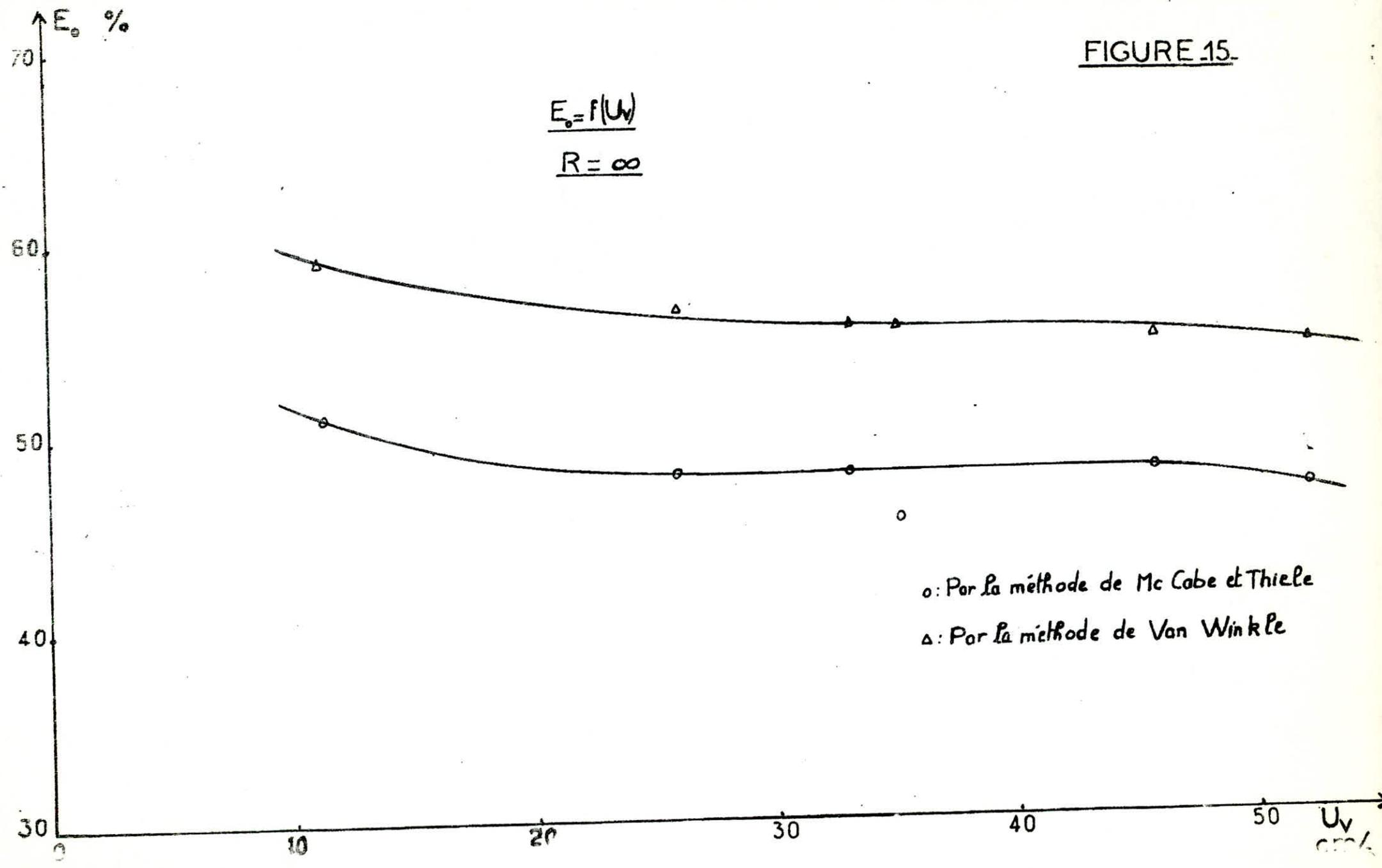
$$E_o = \frac{\log(1 + 0,54(1,22 - 1))}{\log 1,22} = 56,4 \%$$

TABLEAU N°3

Q_L cm ³ /s	ρ_L g/cm ³	x_D	G lb/r.sq.ft	T_w °K	σ dyn/cm	M_c G	D_L cm ² /s $\times 10^5$	α	λ	Q_v cm ³ /s	U_v cm/s	$E_a\%$	$E_o\%$
1,30	0,7832	0,930	95,50	3468	16,03	0,311	5,26	1597	1,22	875,9	11,16	56,60	59,00
3,05	0,777	0,900	222,62	3477	15,92	0,315	5,32	1470	1,22	2021,5	25,75	54,00	56,40
3,91	0,770	0,920	282,83	348,0	15,87	0,313	5,36	1650	1,22	2591,0	33,00	53,20	55,66
4,20	0,775	0,885	305,77	347,0	16,03	0,318	5,26	1600	1,22	2751,5	35,05	53,15	55,60
5,15	0,774	0,925	374,46	346,5	16,08	0,312	5,36	1540	1,22	3426,6	43,65	52,42	54,80
6,23	0,774	0,880	452,98	3474	15,97	0,318	5,26	1570	1,22	4076,5	51,93	52,08	54,55

FIGURE 15.

$$E_o = f(U_v)$$
$$R = \infty$$



Par la méthode de l'A.I.C.H.E. :

Exemple de calcul : 6è essai.

$$D = 100 \text{ mm} = 3,94 \text{ in}$$

$$hw = 16 \text{ mm} = 0,63 \text{ in}$$

$$lw = 10,8 \text{ mm} = 0,425 \text{ in}$$

$$wa = \frac{D + lw}{2} = 2,2 \text{ in}$$

$$A_A = 0,0825 \text{ sqft}$$

$$Z_L = 43 \text{ mm} = 0,145 \text{ ft}$$

$$S = 120 \text{ mm} = 4,72 \text{ in}$$

$$dc = 43 \text{ mm} = 1,69 \text{ in}$$

$$Q_L = 6,23 \text{ cm}^3/\text{s} = 0,099 \text{ gpm}$$

$$\rho_L = 0,774 \text{ g/cm}^3 = 48,32 \text{ lb/cuft}$$

$$Q_v = 4076,5 \text{ cm}^2 \cdot \text{s} = 0,144 \text{ cuft/s}$$

$$\rho_v = \frac{Q_L \rho_L}{Q_v} = \frac{6,23 \times 48,32}{4076,5} = 0,0738 \text{ lb/cuft}$$

$$D_L = 5,26 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s} = 2,04 \cdot 10^{-4} \text{ sqft/hr}$$

$$\sigma = 15,97 \text{ dyn/cm}$$

$$\lambda = 1,22$$

$$T = 347,4^\circ \text{ K}$$

D'après Gilliland (7) pour la diffusibilité des gaz on a

$$D_v = \frac{0,01 T^{1,75} \frac{1}{M_{\text{met}}} + \frac{1}{M_{\text{et}}}}{P \left[\left(\sum v \right)_{\text{met}}^{1/3} + \left(\sum v \right)_{\text{et}}^{1/3} \right]^2}$$

P en atm et T en °K

$$M_{\text{met}} = 32 \quad M_{\text{et}} = 46$$

	C	H	O
V	16,5	1,98	5,48

$$(\sum v)_{\text{met}} = 16,5 + 4 \times 1,98 + 5,48 = 29,9$$

$$(\sum v)_{\text{et}} = 2 \times 16,5 + 6 \times 1,98 + 5,48 = 50,36$$

$$Dv = \frac{0,001 (347,4)^{1,75} \sqrt{\frac{1}{32} + \frac{1}{46^2}}}{(29,9)^{1/3} + (50,36)^{1/3}} = 0,139 \text{ Cm}^2/\text{s} = 0,538 \text{ sqft/hr}$$

La viscosité d'un mélange vapeur est donnée par :

$$\mu_v = \frac{\sum y_i \mu_i (M_i)^{1/2}}{\sum y_i \cdot (M_i)^{1/2}}$$

$$\left. \begin{aligned} \mu_{\text{met}} &= 12,1 \cdot 10^{-3} \text{ Cp} \\ \mu_{\text{et}} &= 11 \cdot 10^{-3} \text{ Cp} \end{aligned} \right\} \text{ à } T = 74,4 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$y = x_D = 0,88$$

$$\begin{aligned} \mu_v &= \frac{0,88 (32)^{1/2} \times 12,1 \cdot 10^{-3} + 0,12 (46)^{1/2} \times 11 \cdot 10^{-3}}{0,88 (32)^{1/2} + 0,12 (46)^{1/2}} = 11,9 \cdot 10^{-3} \text{ Cp} = \\ &= 0,0288 \text{ lb/ft. hr.} \end{aligned}$$

$$U_{VA} = \frac{Q_v}{A_A} = \frac{0,144}{0,0825} = 1,75 \text{ ft/s}$$

$$F_{VA} = 1,75 (0,0738)^{0,5} = 0,475$$

$$hf = 2,53 (0,475)^2 + 1,89 \times 0,63 - 1,6 = 0,16 \text{ in}$$

$$hc = \frac{103 + 11,8 \times 0,63 - 40,5 \times 0,475 + \frac{1,25 \times 0,099}{2,2}}{48,32} = 1,89 \text{ in}$$

$$\hat{\theta}_L = \frac{37,3 \times 1,89 \times 0,0825}{0,099} = 58,9 \text{ s}$$

$$N_L = 103 (2,04 \cdot 10^{-4})^{0,5} \cdot (0,26 \times 0,475 + 0,15) \cdot 58,9 = 23,7$$

Pour le calcul de NG on néglige Δ

$$N_G = \left(\frac{0,0738 \times 0,538}{0,0288} \right)^{0,5} (0,776 + 0,116 \times 0,63 - 0,29 \times 0,475 + 0,0217 \frac{0,099}{2,22})$$

$$N_G = 0,98$$

$$-\log(1-EoG) = 0,434 \frac{23,7 \times 0,98}{23,7 + 1,22 \times 0,98} = 0,405$$

$$EoG = 0,606$$

$$\lambda_{EoG} = 0,606 \times 1,22 = 0,739$$

$$De = \left[1 + 0,004(1,69-3) \right]^2 \left[0,0124 + 0,015 \times 0,63 + 0,017 \times 1,75 + 0,0025 \times \frac{0,099}{2,22} \right]^2$$

$$De = 2,64 \cdot 10^{-3} \text{ sqft/s}$$

$$Pe = \frac{(0,145)^2}{2,64 \cdot 10^{-3} \times 58,9} = 0,135$$

$$\lambda_{EoG} = 1,22 \times 0,606 = 0,739$$

à partir de la figure -6- On détermine $\frac{EMV}{EoG} = 1,02$

$$EMV = 0,606 \times 1,02 = 0,618$$

$$S' = 4,72 - 0,16 = 4,56 \text{ in}$$

$$\frac{UVA}{S'} = \frac{1,75}{4,56} = 0,383$$

$ew_{\sigma} = 6$ d'après la figure -8-

$$ew = \frac{6}{\sigma} = \frac{6}{15,97} = 0,375$$

$$Re = \frac{449 \times 0,375 \times 0,144 \times 0,0738}{0,099 \times 48,32} = 0,374$$

$$E_w = \frac{0,618}{1 + 0,374 \times 0,618} = 0,502$$

$$E_o = \frac{\log [1 + 0,502 (1,22 - 1)]}{\log 1,22} = 52,7 \%$$

On fait la même calcul pour le 2^e essai

$$Q_v = 2022 \text{ cm}^3/\text{s} = 0,0174 \text{ cuft/s}$$

$$A_A = 0,0825 \text{ sqft}$$

$$U_{VA} = \frac{0,0174}{0,0825} = 0,865 \text{ ft/s}$$

$$f_v = 0,0731 \text{ lb/cuft}$$

$$F_{VA} = 0,865(0,0731)^{0,5} = 0,234$$

$$hf = 2,53(0,234)^2 + 1,89 \times 0,63 - 1,6 = 0,27 \text{ in}$$

Remarque :

Pour un grand débit de vapeur on a trouvé une valeur de E_o comprise entre celle calculée par la méthode de Van Winkle et celle calculée par la méthode de McCabe et Thiele. Pour un faible débit de vapeur on trouve une hauteur de mousse négative. On a déduit que la méthode de l'A.C.C.H.E. n'est applicable qu'à des grands débits de vapeur et à priori aux colonnes de grand diamètre.

III.2. DISTILLATION DISCONTINUE A REFLUX VARIABLES :

On étudie dans ce cas l'évolution de l'efficacité globale en fonction du rapport $\frac{L}{V}$.

Vari^cer le rapport $\frac{L}{V}$ revient à varier le taux de reflux R

$$R = \frac{L}{D}$$

$$V = L + D \implies \frac{V}{L} = 1 + \frac{D}{L} = 1 + \frac{1}{R}$$

$$\frac{L}{V} = \frac{R}{R + 1}$$

L : Débit molaire du liquide

V : Débit molaire de la vapeur

D : Débit molaire du distillat.

Calcul du taux de reflux minimum :

On fixe arbitrairement une composition du distillat x_D et une composition de la charge x_F . On trace la droite qui joint le point de la première bissectrice correspondant à x_D et le point sur la courbe d'équilibre correspondant à x_F (Fig-16-)

La pente de cette droite est égale à $\frac{R_{min}}{R_{min}+1}$

$$\text{Pour } x_D = 0,9$$

$$x_F = 0,22$$

$$\frac{R_{min}}{R_{min}+1} = 0,857 \implies R_{min} = 6$$

Donc le taux de reflux peut varier entre 6 et ∞

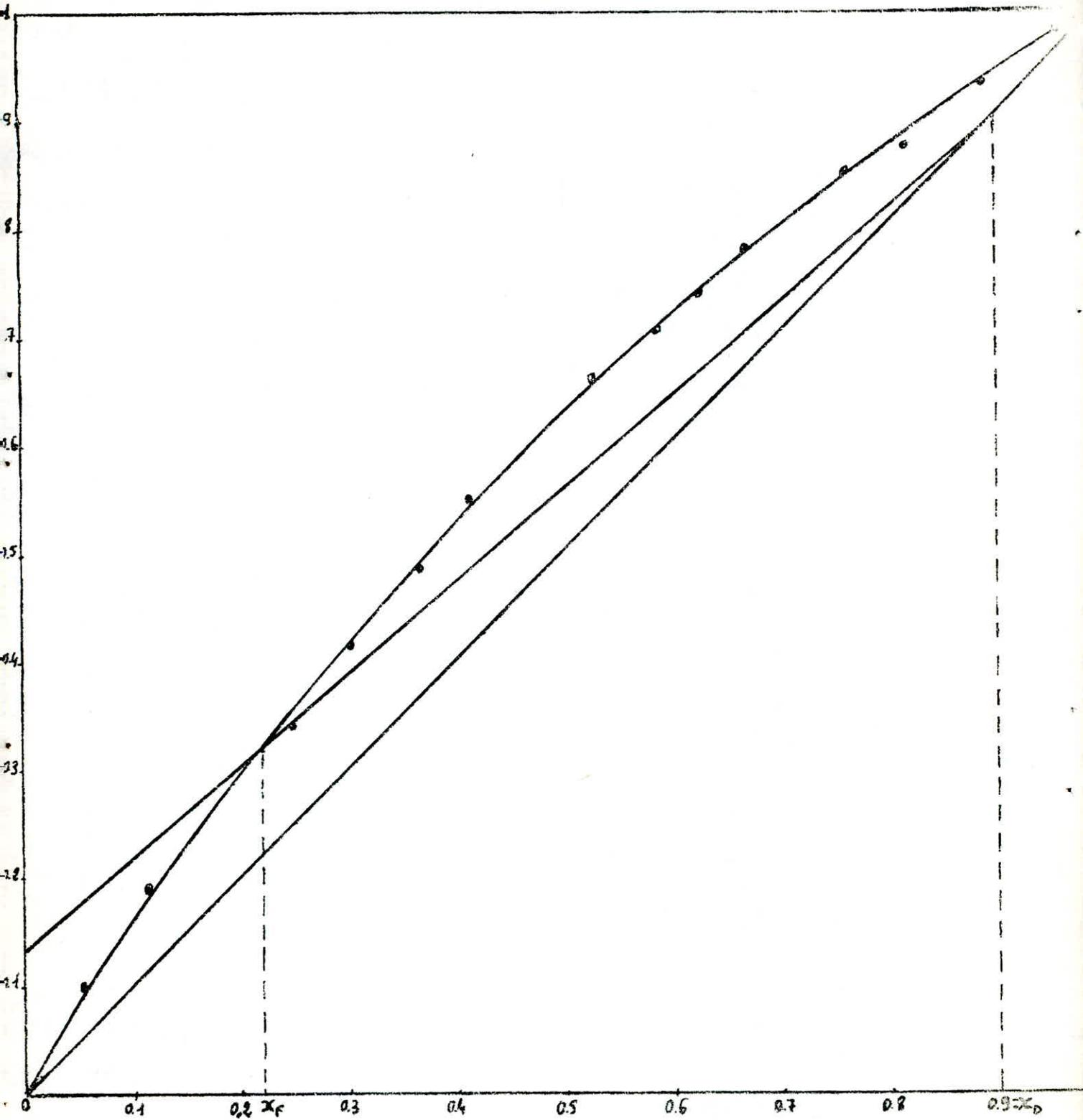
Calcul de l'efficacité globale de la colonne :

On calcule l'efficacité par la méthode de McCabe et Thiele. L'équation de la droite opératoire obtenue à partir du bilan de matière est la suivante.

1923

Calcul du taux de reflux minimum

systeme méthanol-éthanol



$$Y_n = \frac{R}{R+1} x_{n+1} + \frac{x_D}{R+1}$$

Connaissant R et x_D on peut déterminer la pente et l'ordonnée à l'origine de cette droite.

Pour chaque taux de reflux on a une nouvelle droite opératoire en partant de la composition du distillat jusqu'à la composition du 1er plateau.

$$E_o = \frac{N_{\text{th}}}{N_R}$$

On a travaillé avec un débit d'alimentation égal à 6 cm sur le débimètre ce qui correspond à 11 l/h = 183,73 cm³/min et une composition $x_F = 0,22$.

La température de chauffe de l'huile est maintenue constante, pour avoir un débit de vapeur presque constant durant toutes les expériences.

Exemple :

$$Q_F = 183,33 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$Q_D = 30 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$Q_W = 180 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$R = 8 \implies \frac{L}{V} = \frac{R}{R+1} = \frac{8}{9} = 0,889$$

$$x_D = 0,9$$

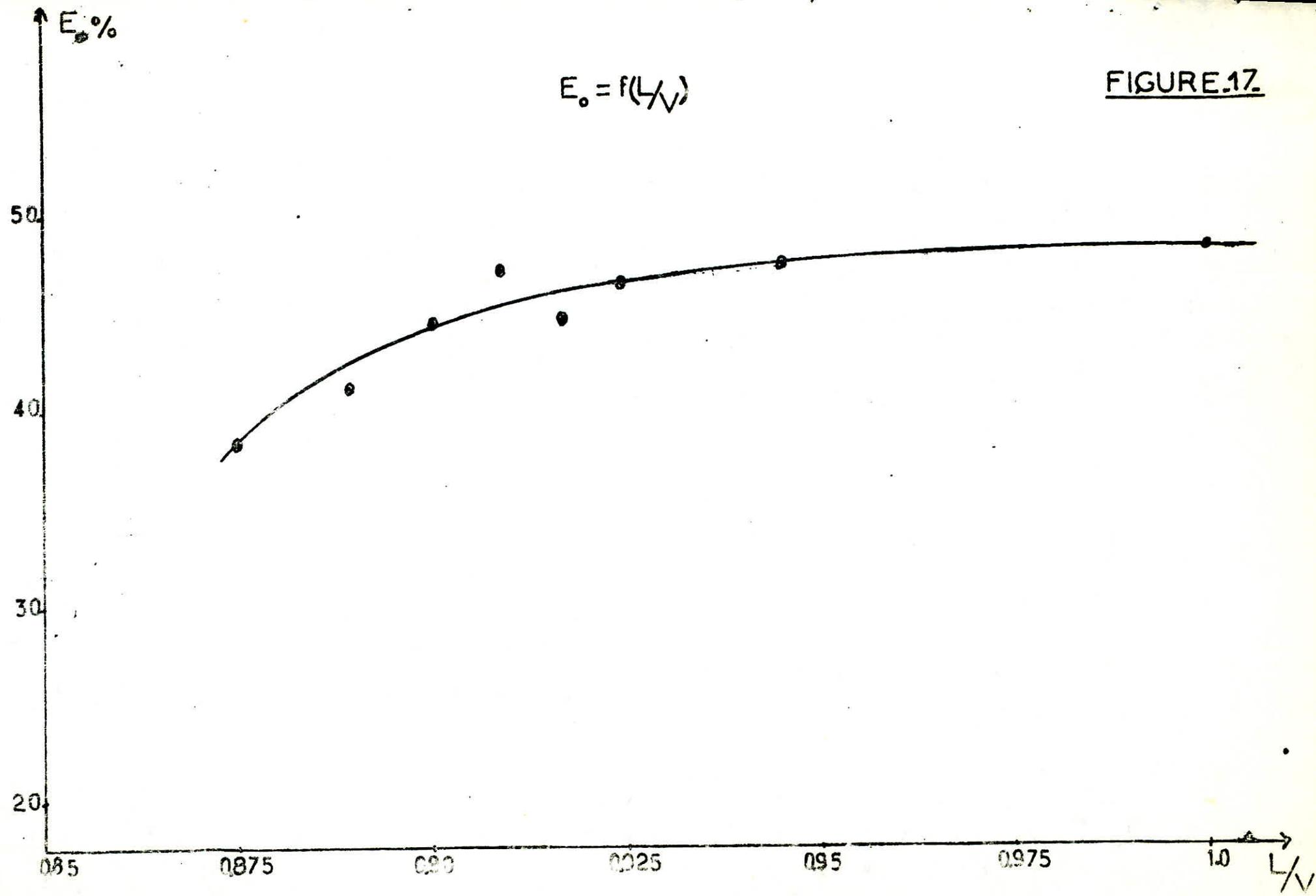
$$x_{1er} = 0,21$$

$$E_o = \frac{7,3}{18} = 40,5 \%$$

Les résultats sont donnés dans le tableau n° 4 et $E_o = f\left(\frac{L}{V}\right)$ par la fig (17).

TABLEAU N° 4

Q_D cm ³ /min	Q_W cm ³ /min	T_m °K	η_D	η_{iP}	x_D	x_{iP}	R	L/V	N_H	N_R	E. %
42,5	133,3	348,8	1,340	1,3575	0,76	0,22	7	0,875	6,9	18	38,33
40	130	348,47	1,3388	1,3575	0,79	0,22	8	0,889	7,4	18	41
30	156,5	349,45	1,3356	1,3575	0,81	0,22	9	0,90	8	18	44,44
28,33	150	349,57	1,3356	1,3575	0,86	0,22	10	0,91	8,46	18	47
25	175	348,66	1,337	1,3575	0,83	0,22	11	0,916	8,01	18	44,5
18,75	191,4	348,47	1,3367	1,3575	0,84	0,22	12	0,923	8,31	18	46,2
15,20	175,6	348,82	1,3351	1,3575	0,87	0,22	17	0,944	8,5	18	47,25
0	0	346,50	1,3327	1,3575	0,925	0,22	∞	1,0	8,67	18	48,15



Remarque :

On remarque qu'il y a une différence entre le débit de l'alimentation et la somme des débits du distillat et du résidu. Ceci est dû aux fluctuations du débitmètre, ce qui ne nous permet pas de mesurer avec une grande précision le débit de l'alimentation.

III.3. SYSTEME METHANOL-EAU :

Calcul de la composition de la charge en méthanol.

On procède de la même façon que pour le système méthanol-éthanol.

On trouve la composition de la charge $x_F = 0,13$ pour une efficacité

$$E_0 = 25 \%$$

Les indices de réfraction de l'eau et du méthanol étant très proches on a utilisé le picnometre pour l'analyse de nos échantillons.

On a fait une seule expérience avec le système méthanol-eau.

Pour des vitesses de vapeur supérieures on a constaté des pertes importantes au niveau du condenseur de tête.

Résultats :

$$T_M = 72,5 \text{ °C} = 345,5 \text{ °K}$$

$$\text{Débit du distillat } Q_D = 130 \text{ cm}^3/\text{min} = 2,17 \text{ cm}^3/\text{s}$$

Connaissant la densité du mélange, la littérature nous donne le pourcentage massique de ce mélange.

$$d_D = 0,7947 \longrightarrow m_{\text{met}} = 99 \%$$

$$x_D = 0,79$$

$$x_{\text{er}} = 0,217$$

On détermine l'efficacité globale par la méthode de McCabe et Thiele, on trouve $N_{th} = 4,35$

$$E_0 = \frac{N_{th}}{N_R} = \frac{4,35}{18} = 24,2 \%$$

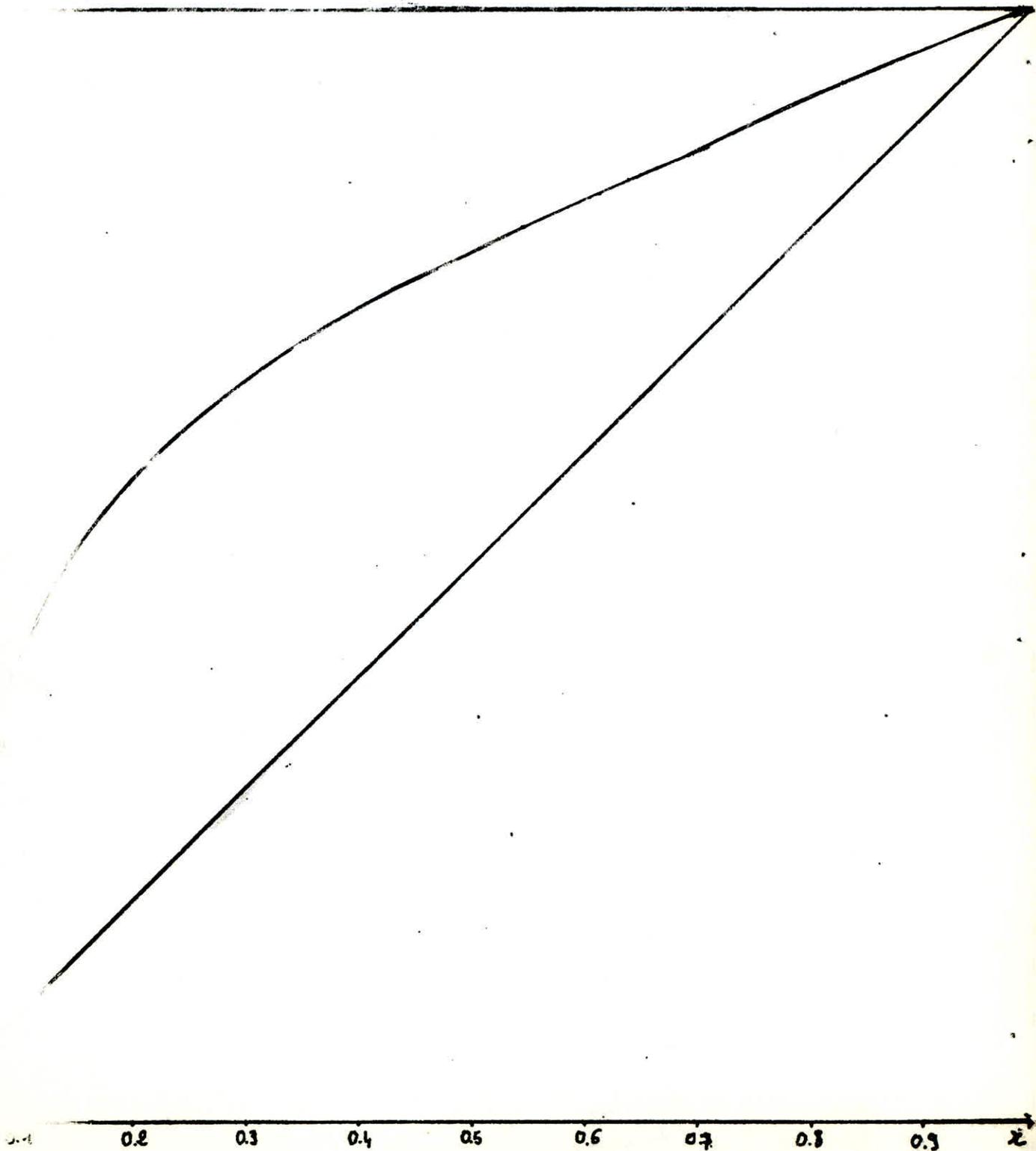
Par la corrélation modifiée de Drockamer et Bradford

$$E_0 = 0,17 - 0,616 \log m \lambda$$

m = pente de la courbe d'équilibre $\frac{y}{x} = 1,87$

FIGURE 18-

Courbe d'équilibre du système
Méthanol - eau



μ = viscosité de la charge à la température moyenne de la colonne

$$\mu^{1/3} = x_1 \cdot \mu_1^{1/3} + x_2 \cdot \mu_2^{1/3}$$

Composition de la charge en méthanol $x = 0,13$

$$\left. \begin{array}{l} \mu_{\text{met}} = 0,310 \text{ Cp} \\ \mu_{\text{eau}} = 0,407 \text{ Cp} \end{array} \right\} \text{ à } 72,5 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$\mu^{1/3} = 0,13 (0,310)^{1/3} + 0,87 (0,407)^{1/3}$$

$$\mu = 0,394$$

$$E_o = 0,17 - 0,616 \log 1,87 \times 0,394$$

$$E_o = 25,2 \%$$

IV - INTERPRETATION DES RESULTATS :

* Système méthanol éthanol

1°) Variation de l'efficacité globale en fonction de la vitesse de vapeur :

On a fait le calcul de l'efficacité globale par la méthode graphique de Mac Cabe et Thiele et la méthode de Von Winkle. On a constaté que malgré l'écart entre les deux méthodes, l'allure générale de la courbe était la même.

D'après les deux courbes on constate que l'efficacité globale reste presque constante, en fonction de la vitesse de vapeur.

D'après Kirschbaum, l'efficacité augmente avec la vitesse quand celle-ci est très faible, reste presque constante pour les valeurs moyennes de la vitesse et chute quand on atteint la vitesse admissible.

Kirschbaum définit la vitesse admissible comme étant le point de la courbe de l'efficacité dont la tangente a pour pente $- 0,13 \text{ s/m}$ (4).

On peut expliquer les 3 étapes comme suit :

Pour les faibles vitesses de vapeur, le barbotage sur le plateau n'est pas régulier, il se fait par saccade. Au fur et à mesure qu'on augmente la vitesse de vapeur, le barbotage devient de plus en plus régulier, la surface de contact entre phases augmente donc l'efficacité augmente.

On augmentant toujours la vitesse de vapeur, le contact entre phase atteint son maximum, donc l'efficacité se stabilise.

Pour les grandes vitesses de vapeur, l'entraînement des gouttelettes de liquide par la vapeur augmente rapidement, la séparation entre les deux phases devient difficile et ce qui entraîne la chute de l'efficacité.

Dans notre cas, on a obtenu seulement la 2^e étape qui est l'étape la plus importante dans la pratique.

On n'a pas observé la 3^e étape car on ne pouvait pas, pour des raisons techniques (chauffage de l'huile limité et les pertes importantes de vapeur au niveau du condenseur pour les grands débits) atteindre la vitesse admissible déterminée par la relation de Kirschbaum ($U_v = 8 \text{ Cm/s}$) qui marque le point de chute de l'efficacité.

2°) Variation de l'efficacité globale en fonction du rapport L/V :

On a constaté que l'efficacité augmente avec le rapport L/V puis devient constante. On peut expliquer ça par le fait qu'en augmentant le rapport L/V on augmente la surface de contact entre la phase vapeur et la phase liquide, ce qui favorise le transfert de matière entre les deux phases. A partir d'une certaine valeur de L/V le transfert de matière atteint son maximum et l'efficacité se stabilise.

D - CONCLUSION :

Notre travail a porté sur l'étude de l'influence de certains paramètres sur l'efficacité globale d'une colonne à plateau et à calottes.

Pour le calcul de l'efficacité, on a utilisé en plus de la méthode graphique de McCabe et Thiele, des méthodes semi-empiriques. On a trouvé que la méthode de l'A.I.CHE ne s'applique pas aux faibles débits et a priori aux colonnes de faible diamètre. Par contre, la méthode de Van Winkle qui tient compte de tous les paramètres pouvant influencer l'efficacité donne des résultats proches des résultats expérimentaux.

A partir de l'étude de l'influence de la vitesse de vapeur sur l'efficacité on a pu conclure que l'efficacité restait presque constante sur un large domaine de vitesse de vapeur. C'est l'un des avantages de colonnes à plateaux et à calottes.

Pour des raisons techniques (chauffage insuffisant, pertes au niveau du condenseur pour les grands débits) on n'a pas pu étudier l'influence des grandes vitesses de vapeur sur l'efficacité.

Pour les mêmes raisons on n'a pas pu étudier le système méthanol-eau.

Pour cela on propose que la colonne soit révisée.

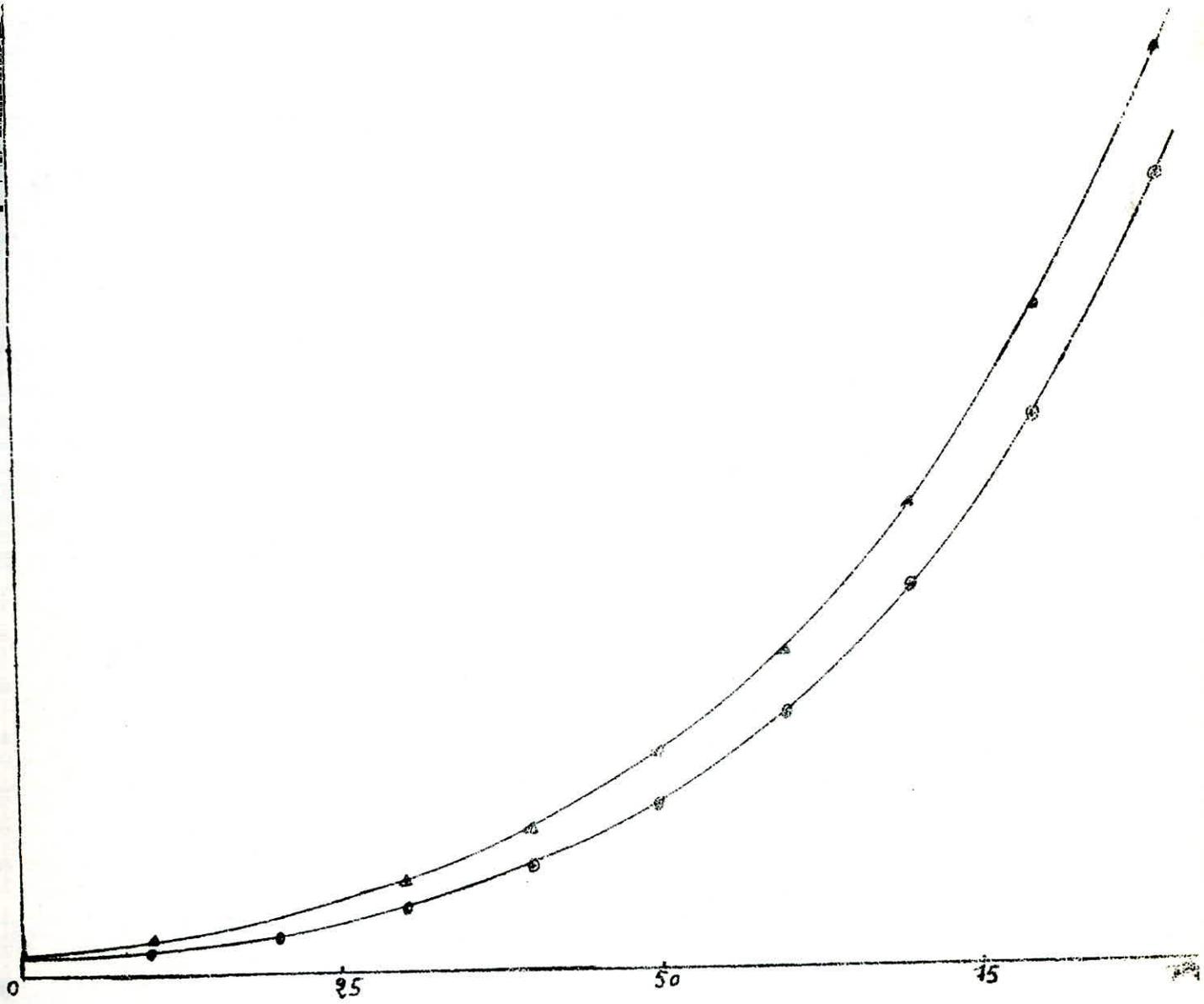
- Système de chauffage.
- Système de refroidissement.
- L'étanchéité de la tête de reflux.

Il serait très intéressant d'étudier :

- Plusieurs systèmes et de comparer leur efficacité en fonction de leurs propriétés physico-chimiques.
- Un système dont la viscosité varie beaucoup avec la composition du liquide.

▲ : densité du méthanol vapeur

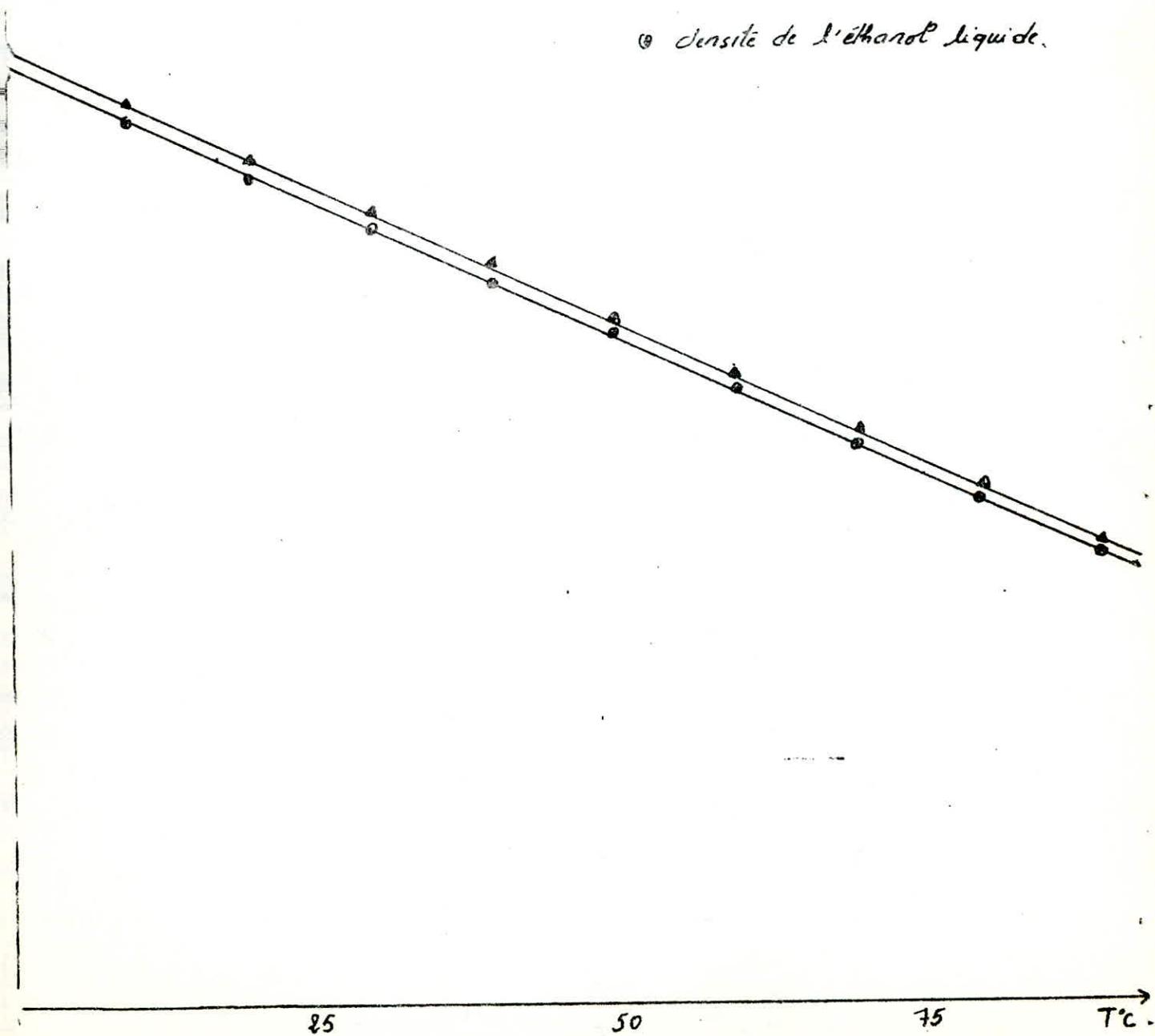
● : densité de l'éthanol vapeur.



densité en kg/m^3

▲ densité du méthanol liquide

● densité de l'éthanol liquide.

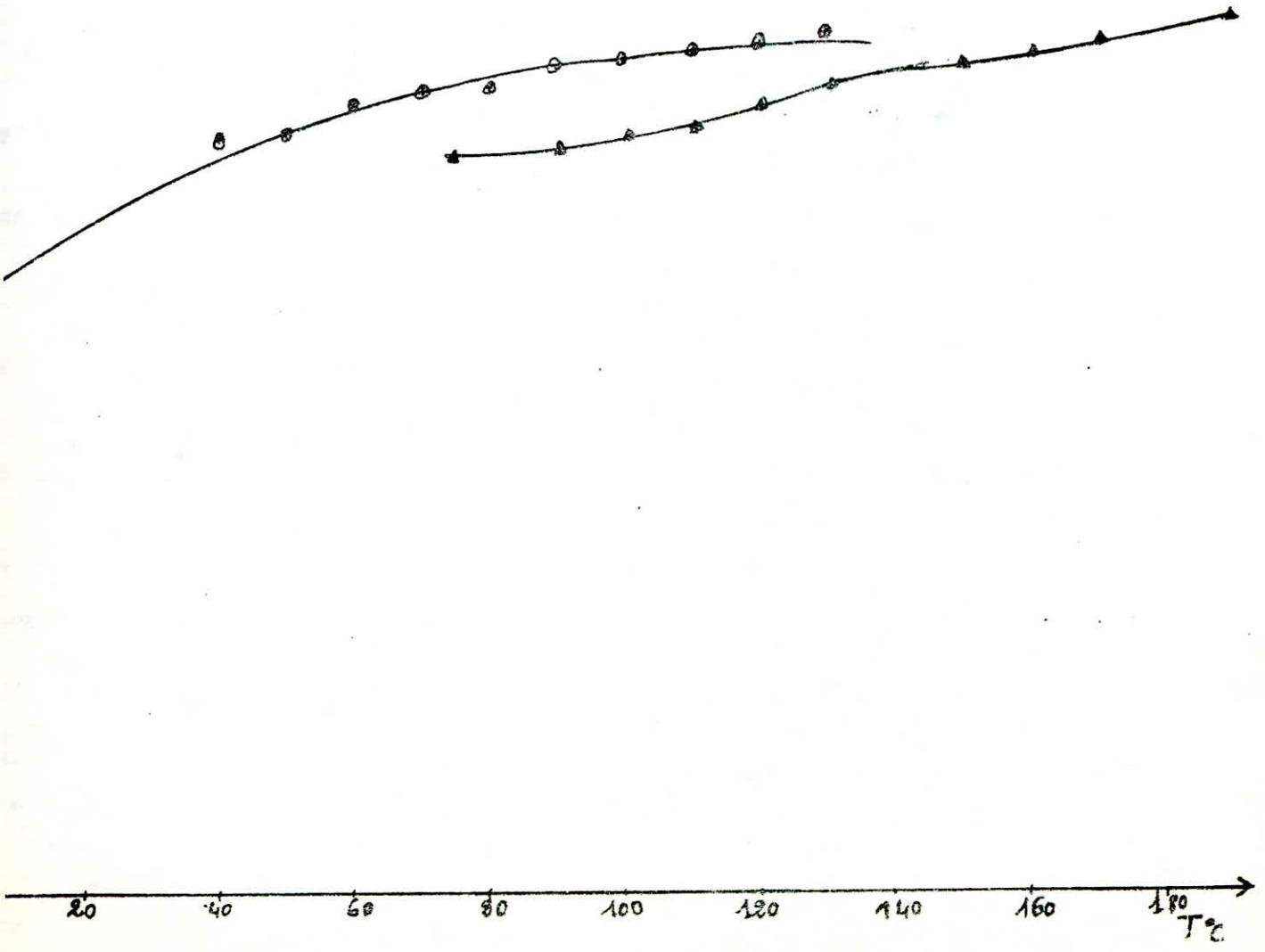


mg/m.s

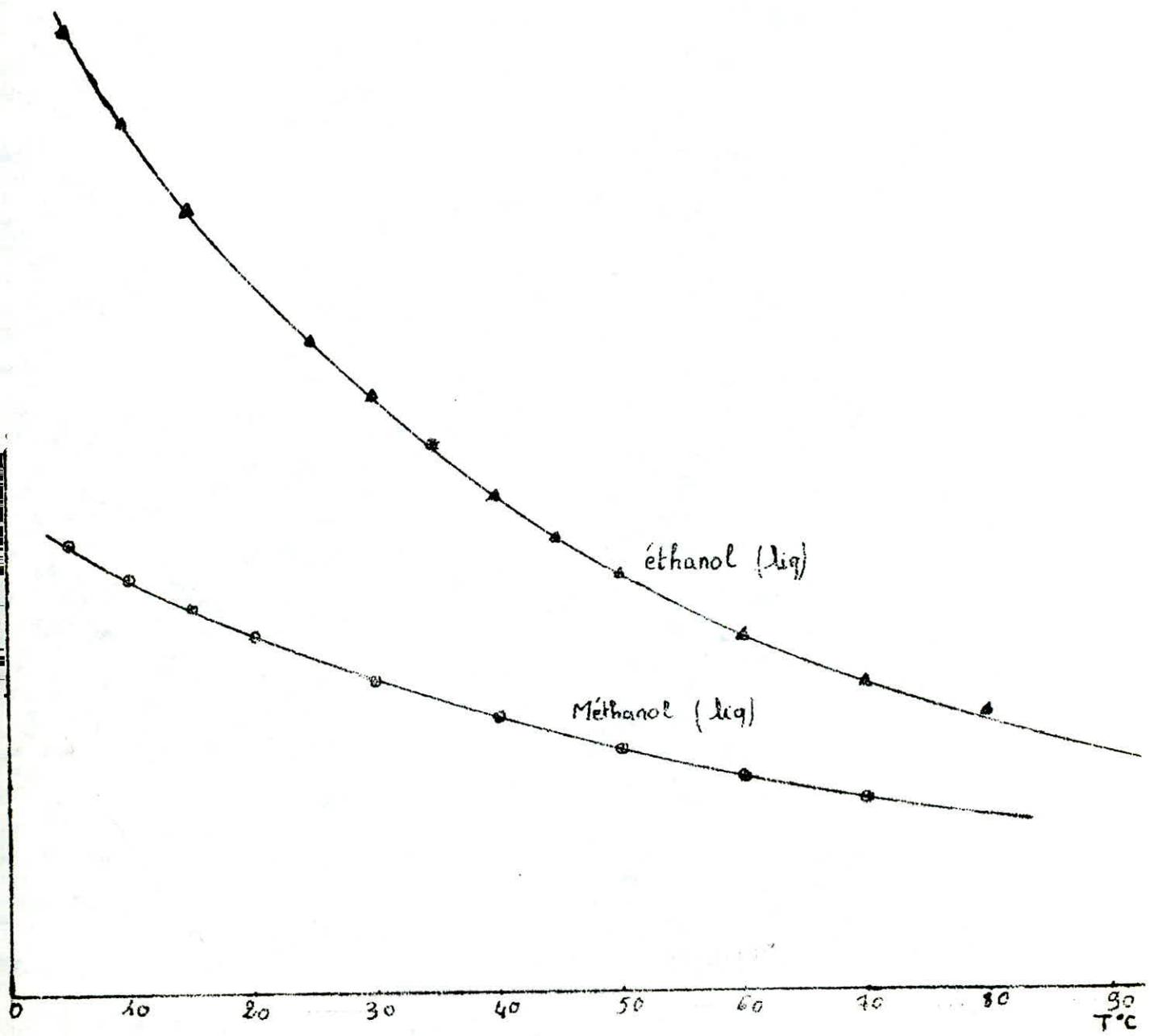
210

⊙ viscosité du méthanol vapeur

▲ viscosité de l'éthanol vapeur

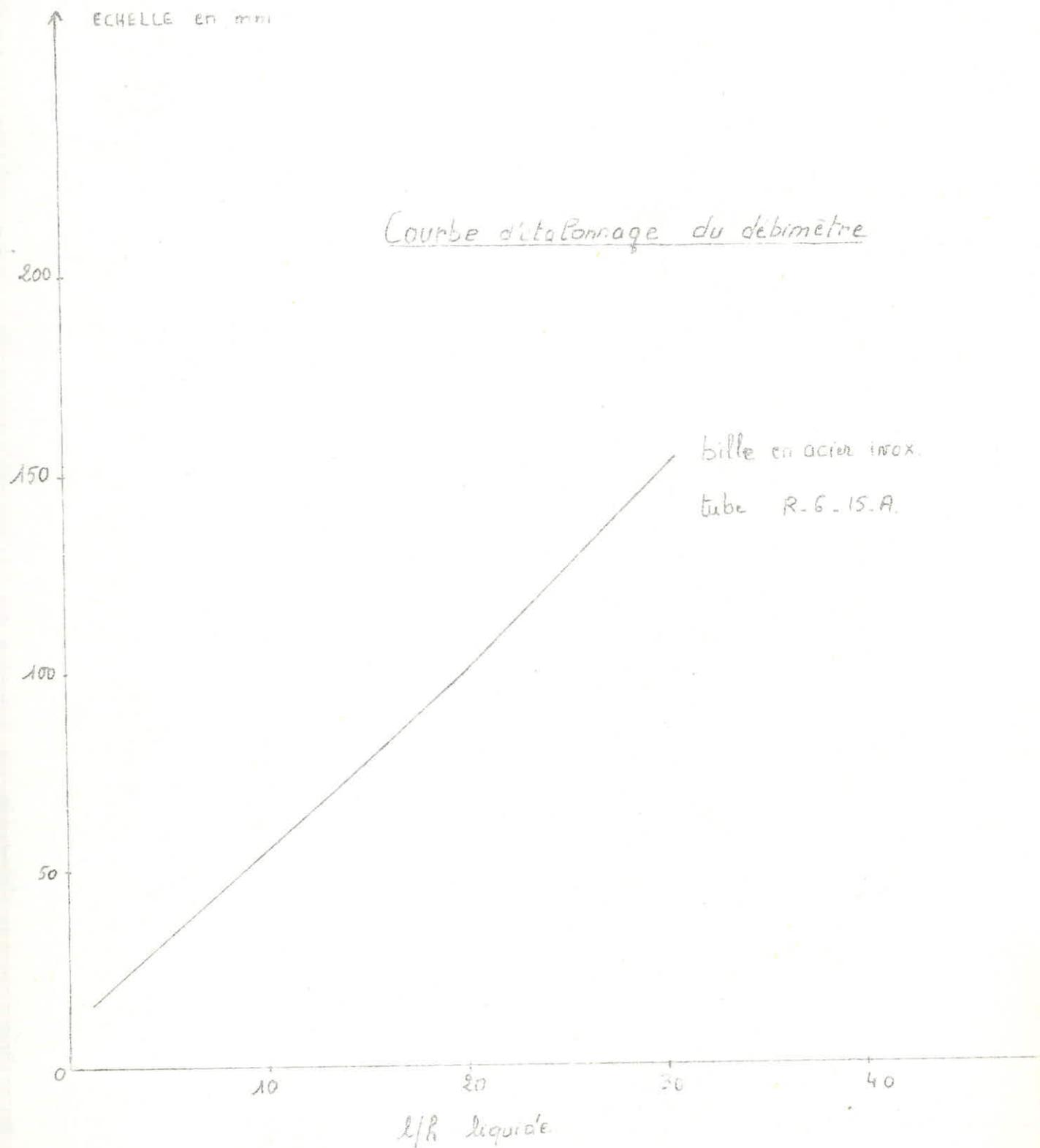


viscosité en Cp



ECHELLE en mm

Courbe d'étalonnage du débimètre



-o-  I B L I O G R A P H I -o-

- 1 - Chemical engeneering series
Design of equilibrium stage process
MAC GRAW-HILL
SMITH.
- 2 - Chemical engeneering series
Distillation
MAC GRAW-HILL 1967
MATTHEW VAN WINKLE
- 3 - Chemical engeneering series
Séparation process
MAC GRAW-HILL 1980
KING.
- 4 - Technique de l'Ingénieur J-3
- 5 - Chemical engeneering series
Eléments of fractionnel distillation
MAC GRAW-HILL
ROBINSON et GILLILAND
- 6 - International chemical engeneering vol 18n°2 Avril 1978
Dimensionning plate columns for adsorption ond rectification
par J.STICHLMAIR et 1.MENSMANN.
- 7 - PERRY HAND book 3è édition.
- Projets de fin d'études.
- 8 - Etude de l'efficacité d'un plateau à calottes et d'une
colonne E.I.V.S. par F.AMMOUR.
- 9 - Colonne de rectification
par Melle STAMBOULE
et Mr. BELHACHEMI.

