

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

2 ex

DEPARTEMENT GÉNIE CHIMIQUE



PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet : ETUDE DE L'EFFICACITE D'UN

PLATEAU A CALOTTES

ET D'UNE COLONNE E.I.V.S

Proposé par : Mme DJELLAS

Etudié par : m^{lle} AMMOUR.F

M^r GROCHOWSKI

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE D'EL DJAZAIR

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'EL DJAZAIR

DEPARTEMENT GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية للعلوم الهندسية
المكتبة

PROJET DE FIN D'ETUDES

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
BIBLIOTHEQUE

SUJET : .ETUDE DE L'EFFICACITE D'UN PLATEAU...A...CALOTTES.

...ET...D'UNE...COLONNE...E-I-V-S.....

PROPOSE PAR: M^{me} DJELLAS ET M^r GROCHOWSKI.....

ETUDIE PAR M^{elle} AMMOUR F.....

PROMOTION : JUIN * 1982 *

§ DEDICACES §

- A la memoire de ma mère
que Dieu benisse son âme
- A mon père
- A tous ceux qui me sont chers



Je dedie ce travail.

JURY

Président du jury

- Melle Alia Khedidja

Membres du jury

- Mne Djellas Touria

- Mr Tyszkowski Andrzej

- Mr Grochowski Janusz

* REMERCIEMENTS *

Au terme de ce travail , je tiens à remercier vivement mes deux (2) promoteurs Madame DJELLAS et Monsieur GROCHOWSKI pour les conseils qu'ils m'ont prodigués durant mon travail.

Je remercie également le Président de Jury Mademoiselle ALIA et tous les autres membres qui ont accepté de juger ce modeste travail.

J'adresse l'expression de ma reconnaissance à MM Bennidir Bouamoud, Kecili, Meddahi et Zerrouk; les deux premiers sont assistants au Département de Génie Chimique.

Que tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce projet trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

1 - Introduction: la rectification est l'une des opérations fondamentales du Génie-chimique, le principe est connu depuis longtemps; mais les techniques ont atteint un degré élevé de perfection.

Le fractionnement est effectué par des colonnes de types variés, mais qui présentent en fait de grandes analogies de principe.

Ces appareils de rectification sont caractérisés par un coefficient qui exprime le taux de séparation obtenu. Il est défini comme le rapport du flux réellement transformé d'une phase à l'autre au flux maximal transférable dans une opération idéale parfaitement efficace. On trouve dans la littérature des définitions variées de ce coefficient appelé efficacité (ou rendement). Il s'agit toujours d'un nombre qui ne varie en principe qu'entre 0 et 1.

Il est donc important de voir les différentes définitions de ce coefficient et d'étudier ses variations avec les paramètres physicochimiques et hydrodynamiques.

Notre travail consiste à étudier l'évolution de l'efficacité moyenne d'un plateau en fonction des paramètres suivants:

- Débit de vapeur
- pression

Il est intéressant de déterminer également la variation de l'efficacité globale de la colonne avec le débit de vapeur.

II PARTIE T. EQUILIBRE

A - Theorie descriptive:

A-1 Définition d'une colonne de distillation

Toute colonne de distillation constitue un système physique de séparation, continu et progressif, par transfert de matière entre deux phases liquide et vapeur, travaillant à contre courant.

L'énergie nécessaire pour provoquer la séparation du mélange en ses constituants au degré de pureté désiré, est fournie sous forme de chaleur véhiculée par les phases en présence .

Deux (2) sources de chaleur de potentiels différents, situées aux extrémités de la colonne, assurent le transfert de l'énergie:

A la base le bouilleur fournit les calories qui sont absorbées en tête de colonne au moyen d'un condenseur .

Les échanges de matière se font :

- sur un garnissage dans les colonnes à garnissage.
- sur des étages de mise en contact, dans les colonnes à plateaux.

A-2 Description d'une colonne à plateaux:

Une unité de rectification se compose essentiellement de trois systèmes distincts:

- a) Le bouilleur : C'est l'appareil qui fournit des cal

ories permettant la vaporisation partielle de la charge; il est situé à la base de la colonne .

Il existe plusieurs types de bouilleurs dont on citera les exemples suivants:

-Barboteur: on injecte la vapeur de chauffage dans la colonne par un tube ou une couronne perforée.

-Bouilleur à serpentin: la charge est chauffée par un tube enroulé en hélice cylindrique, parcouru à l'intérieur par un fluide chaud.

-Bouilleur horizontal: la surface d'échange est constituée par des épingle dans le cas de vapeur, ou par des serpentins allongés dans le cas de liquide de chauffage

-Bouilleur vertical: c'est le modèle le plus employé en Europe.

Le chauffage est presque toujours assuré par condensation de vapeur d'eau mais quelquefois par des gaz ou des liquides chauds ou par des vapeurs fournies par le procédé.

b) Le condenseur: C'est l'appareil qui reçoit la vapeur en tête de colonne et la restitue après condensation . Parmi les condenseurs utilisés dans l'industrie on ne citera que les trois grands types:

-Condenseur horizontal à eau: C'est le type de condenseur le plus répandu en distillation. Il présente l'avantage d'un faible encombrement vertical; mais l'inconvénient de ces condenseurs c'est qu'ils fournissent un

condensat à peine refroidi et possèdent donc une certaine tension de vapeur.

-Condenseur vertical à eau: Ce type de condenseur permet de condenser les vapeurs en tête de colonne et de les refroidir un peu; on réduira ainsi la tension de vapeur.

-Condenseur à air: Le refroidissement se fait par de l'air à circulation forcée par un ventilateur hélicoïde

b) La colonne : C'est une tour verticale, reliée par sa base au bouilleur, et par son sommet au condenseur. Elle est définie par ses dimensions (hauteur et diamètre) et par le nombre et la nature des plateaux utilisés. Les colonnes à plateaux horizontaux sont divisées en deux (2) grandes familles, selon qu'elles comportent ou non des trop-pleins.

d) Différents types de plateaux: On distingue deux grands types de plateaux :

i-) Plateaux avec trop-pleins: Tous ces plateaux comportent des organes séparés pour l'ascension de la vapeur et pour la descente du liquide. Ils diffèrent par les organes d'ascension et la mise en contact de la vapeur. Parmi cette catégorie de plateaux on cite:

*Les plateaux perforés: ils comportent des trous cylindriques équidistants, disposés en réseau carré ou triangulaire équilatéral. Ces plateaux sont avantagés par leur simple construction; ils permettent d'atteindre de

plus hauts débits; ils donnent la même efficacité qu'un plateau à calottes mais avec une hauteur du trop-plein relativement faible.

**Les plateaux à soupapes: ils sont caractérisés par des organes de barbotage mobiles. Les trous se trouvent obturés par de petites soupapes ou par des plaques planes. La vapeur lève le nombre de soupapes nécessaire pour que la perte de charge équilibre le poids par unité de surface des soupapes, ainsi les soupapes se lèvent en nombre croissant depuis les faibles débits de vapeur jusqu'au fonctionnement total du plateau et celles qui ne sont pas levées empêchent le liquide de passer par les trous.

* L'avantage de ces plateaux est:

- Le grand débit de vapeur admissible.

- La constance de l'efficacité dans un large

domaine.

* L'inconvénient de ces plateaux c'est la perte de charge élevée.

**Les plateaux à fentes: ils sont moins utilisés industriellement. Parmi ces plateaux, on a choisi le plateau suida qui est entièrement de révolution et porte un déversoir périphérique. Le liquide est ramené au centre par des tubes de trop-plein, vers une cuvette formant un gradient hydraulique.

Les organes de barbotage sont constitués par des fentes

en persienne disposées en rangées circulaires et formant un angle avec le rayon.

Le liquide tourne sur le plateau, en décrivant un parcours spiral. Ce plateau offre un avantage par rapport aux plateaux perforés: il est peu sensible aux défauts de nivellement.

ii-) Plateaux sans trop-pleins: Tous ces plateaux ont des organes de barbotage qui servent à la fois à l'ascension de la vapeur et à la descente du liquide; parmi ces plateaux on cite les plateaux à grilles.

A-3 Principe de la rectification:

Du point de vue de son exécution la rectification peut être réalisée soit en continu soit en discontinu.

a) Distillation continu: Les débits du mélange à traiter (alimentation), du distillat et du résidu sont alors constants. Il en est de même des températures et concentrations dans toute l'installation. Cette opération est caractérisée par les données du régime permanent. L'alimentation est introduite d'une façon continue sur un plateau intermédiaire de la colonne. La partie située au dessus de l'alimentation est la section de concentration ou d'enrichissement et la partie inférieure est la section d'épuisement. Le distillat est également éliminé en continu; alors qu'au bas de la colonne on effectue un soutirage dans le bouilleur.

b) Distillation discontinue : Elle consiste à introduire dans le bouilleur une charge dont on veut séparer les constituants . Elle est caractérisée par le fait que les compositions du distillat, de la charge et en tout point de la colonne varient en fonction du temps . La souplesse de la rectification discontinue offre de nombreuses possibilités soit au laboratoire soit à l'échelle industrielle, puisque ni la quantité de chaleur fournie, ni la durée de l'opération n'interviennent comme facteurs dominants.

c) Taux de reflux : Une partie des vapeurs condensées en tête de colonne est évacuée sous forme de distillat, tandis que le reste est retourné à la colonne sous forme de reflux

Donc la vapeur et le liquide tournent partiellement en rond dans la colonne en provoquant l'échange de matière à contre courant.

Soit D le débit du distillat et L le débit du reflux

$$R = \frac{L}{D} \text{ est appelé taux de reflux.}$$

ce taux de reflux est contrôlé par une tête à reflux fonctionnant par un système pneumatique et qui est située entre la colonne et le condenseur.

B) Efficacité

1) Mécanisme d'interaction liquide-vapeur.

L'efficacité d'un plateau est mieux étudiée en axant l'attention sur le mécanisme de l'interaction de la vapeur et du liquide sur un plateau réel.

En effet les trous dans la calotte à bulles sont submergés dans le liquide et la profondeur de submergence peut être contrôlée par la profondeur du liquide au dessus du plateau. La vapeur qui passe à travers les trous forme une multitude de petites bulles qui s'élève à travers le liquide. Généralement les calottes sont placées assez proches les unes des autres et les bulles qui sortent de l'une rentrent en collision avec celles qui sortent des calottes adjacentes augmentant ainsi la surface de contact.

Au dessus du niveau du liquide il y a un dépôt de mousse à partir duquel la vapeur se dégage; au dessus de cette mousse il y a des petites gouttelettes de liquide qui flottent dans la vapeur; quelques unes de ces gouttelettes de liquide pourraient être transportées vers le plateau du dessus.

L'écoulement du liquide se fait à travers le plateau, pour que ceci se produise il faut qu'il y ait un gradient hydraulique de bas en haut.

2) Calcul de l'efficacité

Il est assez rare que l'efficacité d'un plateau réel coïncide avec celle d'un plateau théorique.

Il en résulte que si l'on désigne par E l'efficacité réelle d'une colonne dont n plateaux sont supposés avoir tous la même efficacité, le nombre de plateaux théoriques N obtenu par

la méthode de Mac Cabe Thiele est à diviser par E pour obtenir le nombre de plateaux réels .

L'efficacité peut être définie de trois manières différentes:

- a) L'efficacité moyenne(ou globale) E d'une série de plateaux.

On définit l'efficacité par:

$$E = \frac{\text{Nombre de plateaux théoriques assurant un enrichissement donné}}{\text{" " " réels " " le même enrichissement}}$$

- b) L'efficacité locale:

On suppose toujours qu'on est en régime établi et on considère le plateau de rang n. Ce plateau reçoit une vapeur de composition y_{n-1} ; si en un point, le liquide a une composition x_n correspondant à une vapeur de composition y^* à l'équilibre thermodynamique, l'efficacité locale en terme de vapeur sera définie par;

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

On peut définir l'efficacité locale en terme liquide E_{OL}

Soit x_{n+1} la composition de la vapeur qui arrive sur le plateau de rang n , si en ce point, le liquide a une composition x et la vapeur une composition y , cette dernière est en équilibre thermodynamique avec le liquide de composition x^* . On écrit alors que:

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

Cependant, la détermination des compositions locales des phases liquide et vapeur s'avère difficile ,et on préfère

calculer l'efficacité locale à partir de la relation qui la relie au nombre d'unités de transfert N_{oV} . L'établissement de cette relation est basée sur la théorie de transfert de matière entre deux(2) phases et en assimilant le flux de vapeur dans le liquide à une colonne garnie.

On en déduit que $E_{oG} = 1 - e^{-N_{oV}}$

$$\text{Avec } N_{oV} = \frac{(K_{oV} \cdot S \cdot P)}{(V)} \cdot Z$$

K_{oV} étant le coefficient de transfert global.

P: La pression

V: Le débit molaire dans la calotte de plateau.

Z: La hauteur de parcours de la vapeur dans le liquide.

S: L'aire de l'interface de contact par unité de hauteur de parcours .

Cette définition est la seule qui ait une signification physique , mais elle n'est utilisée que lorsqu'on analyse le mécanisme intime de transfert entre deux phases.

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

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

où:

$$\lambda = \frac{m \cdot G_M}{L_M}$$

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.

C) L'efficacité individuelle (ou efficacité Murphrée) E_M

L'efficacité individuelle d'un plateau se définit comme une valeur moyenne de l'efficacité locale. Il faudrait donc la considérer comme l'intégrale d'une fonction représentative de l'efficacité locale; mais cette intégrale n'est pas calculée ce qui a ramené Murphrée à définir, par convention, une efficacité moyenne du plateau, connue sous le nom d'efficacité Murphrée. Cette définition considère les compositions moyennes des phases liquides et vapeur arrivant sur le plateau.

On suppose que la colonne est en état de régime stable; le plateau de rang n (numérotation à partir du bas), reçoit une vapeur de composition y_{n-1} .

Soit x_n la composition moyenne du liquide s'échappant du plateau.

x_n serait en équilibre thermodynamique avec une vapeur de composition y_n^* . La vapeur qui s'échappe du plateau a une composition y_n .

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

E_{MV} est appelée efficacité Murphrée en terme vapeur.

On peut définir l'efficacité Murphrée en terme liquide

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

avec x_{n+1} : la composition moyenne du liquide arrivant sur le plateau n.

x_n : la composition moyenne du liquide s'échappant du plateau n .

x_n^* : la composition du liquide qui serait en équilibre thermodynamique avec la vapeur de composition y_n s'échappant du plateau n.

Dans les colonnes de rectification, on utilise E_{MV} dans la zone de concentration et E_{ML} dans la zone d'épuisement. Cela est relié à la pente m de la courbe d'équilibre, quand cette pente est faible c'est à dire qu'on s'approche du point (1,1) on utilise E_{MV} , par contre quand cette pente est grande, donc au voisinage du point (0,0) on utilise E_{ML} .

Des études ont été effectuées sur l'efficacité Murphrée en terme liquide, ce qui a permis d'établir une relation entre ces deux définitions . Soit V le débit de vapeur et L le débit du liquide.

Soit m la pente de la courbe d'équilibre assimilée à une droite sur le tronçon considéré:

$$E_{ML} = \frac{E_{MV}}{E_{MV} + \frac{1 - E_{MV}}{m \cdot \frac{V}{L}}}$$

L'efficacité Murphrée entre en ligne de compte dans le cas où l'on calcule la séparation par la méthode progressive .

Remarque: Les plateaux étant séparés par une distance finie, ne peuvent être considérés comme isolés, et leur rendement se trouve diminuer par l'effet des gouttelettes du liquide transportées par la vapeur provenant du plateau inférieur.

Le rendement du plateau est alors donné par la relation suivante:

$$E_a = \frac{E_{MV}}{1 + r_e \cdot E_{MV}}$$

E_a : efficacité apparente du plateau

r_e : coefficient qui rend compte de l'entraînement des gouttelettes par la vapeur.

Parfois le dénominateur de l'expression de l'efficacité Murphrée est si petit qu'on trouve une efficacité supérieure à 1 ; ce qui montre le caractère conventionnel de cette définition.

L'explication de ce phénomène vient du fait que la composition du liquide traversant le plateau. En effet l'efficacité Murphrée n'a une signification que lorsque le liquide est parfaitement mélangé sur le plateau.

Relation entre E_{MV} et E_{OG} :

La relation établie entre E_{MV} et E_{OG} dépend de la mixture du liquide sur le plateau. Pour cela trois cas sont à discuter:

--- Liquide complètement mélangé:

Si le liquide sur le plateau est parfaitement mélangé la composition du liquide sur tout le plateau est identique à la composition x_n du liquide quittant le plateau.

Dans ce cas y^* et y sont constantes à travers tout le plateau;

$$y = y_n \quad \text{d'où: } E_{OG} = E_{MV} = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}}$$

Liquide non mélangé horizontalement:

Si le liquide n'est pas mélangé sur le plateau, la composition varie uniformément de x_{n+1} à x_n à travers le plateau.

Lewis a établi la relation entre l'efficacité locale et l'efficacité globale d'un plateau, pour cela il considère le débit différentiel de vapeur dV , qui traverse le liquide en un point du plateau.

Pour un constituant donné, le transfert de matière entre la phase liquide et la phase vapeur se traduit par $(y - y_{n-1})dV$.

Le transfert fait varier la composition du liquide de x à $x+dx$.

Le bilan matière s'écrit :

$$(y - y_{n-1}) dV = L \cdot dx$$

L étant le débit du liquide

En divisant les deux membres par la surface de contact, on trouve :

$$(y - y_{n-1}) dG_M = L_M \cdot dx \quad (1)$$

On pose :

$$dW = \frac{dG_M}{G_M} \quad \text{et } \lambda = \frac{m \cdot G_M}{L_M}$$

avec $m =$ pente de la courbe d'équilibre

$$(1) \text{ s'écrit : } y - y_{n-1} = \frac{L_M}{G_M} \cdot \frac{dx}{dW}$$

ON suppose que la relation d'équilibre pour tout le plateau peut être représentée par une droite $y^* = mx+b$.

Généralement cette supposition est rigoureuse puisque chaque plateau a ses propres valeurs de m et b et n'est concerné que par un petit segment de la courbe d'équilibre, puisque $dy^* = m \cdot dx$; alors $y - y_{n-1} = \frac{L_m}{mG_M} \cdot \frac{dy^*}{dW}$ (2)

L'efficacité locale en terme vapeur s'écrit:

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

On en déduit que :

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

En dérivant cette équation, on trouve:

$$dy^* = \frac{dy}{E_{oG}} \quad (3)$$

en combinant les équations (2) et (3) on peut écrire:

$$y - y_{n-1} = \frac{1}{\lambda} \cdot \frac{dy}{E_{oG} \cdot dW}$$

on suppose que E_{oG} est constante à travers le plateau.

Après intégration et en tenant compte des conditions limites, Lewis aboutit à l'équation suivante:

$$E_{MV} = \frac{1}{\lambda} \left[\exp(\lambda E_{oG}) - 1 \right]$$

Il a été constaté que pour des valeurs raisonnables de λ et E_{oG} , l'efficacité Murphrée prenait des valeurs supérieures à 1.

Liquide partiellement mélangé:

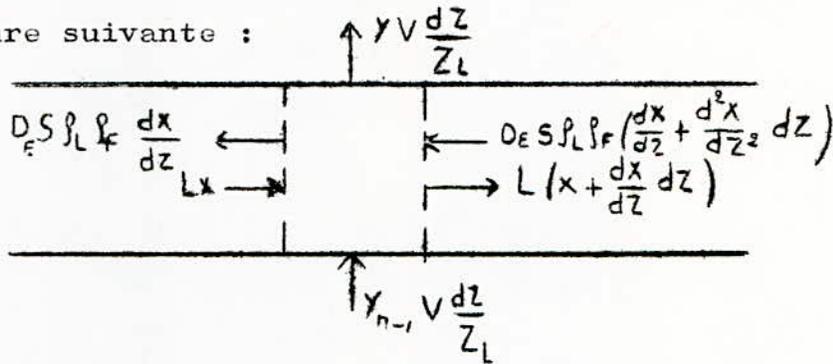
Dans ce cas , il existe plusieurs relations qui prennent en considération le degré du mélange du liquide sur le plateau.

Les différentes approches du problème ont été résumées par Gester et Al.

La corrélation utilisée dans le manuel A . I.Ch. E est basée sur le concept de diffusion tourbillonnaire comme cela a été développé par Anderson, Wehner et Wilhelm.

La dérivation suivante de la corrélation est tirée du Gester et Al,

On considère la tranche différentielle verticale indiquée sur la figure suivante :



Le liquide s'écoule de gauche à droite à travers le plateau
 La distance totale de l'entrée à la sortie du plateau est Z_1
 La tranche différentielle est située à une distance z à partir de l'entrée.

Le débit du liquide L et le débit de vapeur V sont supposés constants.

La composition du liquide à l'entrée de la tranche différentielle est x

A la distance $z+dz$, le liquide a une composition $x+dx$

ou en terme de gradient de concentration $(x + \frac{dx}{dz} \cdot dz)$. La vapeur montante qui traverse le volume différentiel est V multiplié par la fraction de la région du plateau recouverte par la tranche différentielle, c'est à dire $V \cdot \frac{dz}{Z_1}$

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

$$L(x + \frac{dx}{dz} dz) - Lx$$

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

Un coefficient tourbillonnaire de mélange est défini par:

$$\frac{N}{S} = D_E \cdot \frac{dC}{dz}$$

D_E = diffusivité tourbillonnaire

S : surface de contact

N : vitesse de diffusion du composant considéré.

Le terme de concentration peut être remplacé par $\rho_F \cdot \rho_L \cdot dx$ pour donner :

$$N = D_E \cdot S \cdot \rho_F \cdot \rho_L \cdot \frac{dx}{dz}$$

Où ρ_F est la densité de mousse, c'est le rapport du volume liquide sur le volume de mousse. C'est un nombre adimensionnel.

La force motrice dans cette équation de transfert, est le gradient de concentration; c'est à dire que le transfert d'un composant du mélange est supposé proportionnel au gradient de concentration de ce composant.

à $z=z$, le gradient est $\frac{dx}{dz}$

à $z=z+dz$, le gradient est $-\frac{dx}{dz} + \frac{d^2x}{dz^2} \cdot dz$.

Où $-\frac{d^2x}{dz^2}$ est la vitesse de variation du gradient;

Le bilan matière autour de la tranche différentielle se réduit à :

$$D_E \cdot S_L \cdot \rho_F \cdot \frac{d^2x}{dz^2} \cdot dz - L \cdot \frac{dx}{dz} \cdot dz + (y_{n-1} - y) V \frac{dz}{Z_1} = 0$$

En divisant par :

$S_L \cdot \rho_F \cdot L \cdot dz$ on trouve :

$$D_E \cdot \frac{dx^2}{dz^2} - \frac{L}{S_L \cdot \rho_F \cdot L} \frac{dx}{dz} + \frac{(y_{n-1} - y)}{S_L \cdot \rho_F \cdot L} \cdot \frac{V}{Z_1} = 0$$

Le rapport $\frac{L}{S_L \cdot \rho_F \cdot L}$ a une unité de vitesse et il est

défini comme étant la vitesse de mousse U_f .

En faisant cette substitution et en posant $\frac{z}{Z_1} = w$,

l'équation précédente se réduit à :

$$\frac{D_E}{U_f \cdot Z_1} \cdot \frac{d^2x}{dw^2} - \frac{dx}{dw} + (y_{n-1} - y) \frac{V}{L} = 0 \quad (I)$$

Le terme $\frac{Z_1}{D_E/U_f}$ est le rapport de la longueur Z_1 du

plateau sur la longueur de mélange; il est défini comme le nombre de Peclet:

$$N_{Pe} = \frac{U_f \cdot Z_1}{D_E}$$

Puisque le temps de séjour moyen du liquide sur le plateau

est : $t_1 = \frac{Z_1}{U_f}$ le nombre de Peclet s'écrit alors:

$$N_{Pe} = \frac{Z_1^2}{D_E \cdot t_1}$$

la définition de l'efficacité locale :

$$E_{oG} = \frac{y - y_{n-1}}{y^* - y_{n-1}} = \frac{y - y_{n-1}}{(mx+b) - y_{n-1}}$$

est utilisée pour remplacer le terme $(y_{n-1} - y)$.

Ce rapport de l'efficacité locale est d'abord modifié en définissant :

$$x_e^* = \frac{y_{n-1} - b}{m} \quad \text{ce qui donne:}$$

$$E_{oG} = \frac{y - y_{n-1}}{m(x - x_e^*)} \quad (\text{II})$$

Où x_e^* est la composition du liquide en équilibre avec la vapeur à l'entrée. Si on divise L et V par la surface de contact on trouve: L_M et G_M . (I) s'écrit :

$$-\frac{1}{N_{Pe}} \cdot \frac{dx^2}{dw^2} - \frac{dx}{dw} - \lambda E_{oG} (x - x_e^*) = 0$$

en tenant compte des conditions aux limites ($w=1$; $x=x_n$ et $\frac{dx}{dw}=0$), la solution écrite par Gester et Al est la sui-

vante: /

$$\frac{x - x_e^*}{x_n - x_e^*} = \frac{\exp[\eta(\eta + N_{Pe})(w-1)]}{1 + \frac{(\eta + N_{Pe})}{\eta}} + \frac{\exp[-\eta(1-w)]}{1 + \frac{\eta}{(\eta + N_{Pe})}} \quad (6)$$

$$\text{avec } \eta = \frac{N_{Pe}}{2} \left[\sqrt{1 + \frac{4\lambda E_{oG}}{N_{Pe}}} - 1 \right]$$

La dernière étape dans la dérivation est de relier $\frac{x - x_e^*}{x_n - x_e^*}$

au rapport $\frac{E_{MV}}{E_{oG}}$ le terme $(y - y_{n-1})$ est la différence entre

la sortie y et l'entrée y_{n-1} en un point du plateau; y_{n-1} est la concentration moyenne de la vapeur, issue du plateau $n-1$.

D'une façon analogue la composition moyenne de vapeur issue n sera notée y_n . La différence entre les compositions $y_n - y_{n-1}$ est donnée par:

$$\begin{aligned} y_n - y_{n-1} &= \int_0^1 (y - y_{n-1}) dw \\ &= m E_{OG} \int_0^1 (x - x_e^*) dw \quad (7) \end{aligned}$$

Où $w = \frac{z}{Z_1}$: fraction de la distance totale de l'entrée à la sortie du plateau.

De même on définit :

$$\begin{aligned} y^* &= mx_n + b \\ y_{n-1} &= mx_e^* + b \end{aligned}$$

L'efficacité Murphree s'écrit:

$$E_{MV} = \frac{y - y_{n-1}}{(mx_n + b) - y_{n-1}} = \frac{y - y_{n-1}}{m(x_n - x_e^*)}$$

En substituant à $y_n - y_{n-1}$ sa valeur donnée par l'équation (7) on trouve :

$$\frac{E_{MV}}{E_{OG}} = \int_0^1 \frac{x - x_e^*}{x_n - x_e^*} dw \quad (8)$$

$(x_n - x_e^*)$ est constante puisque y_{n-1} est supposé constant quand w varie.

En combinant les équations (8) et (5) on déduit l'équation donnée dans le manuel A.I.Ch.E. pour les liquides partiellement mélangés:

$$\frac{E_{MV}}{E_{OG}} = \frac{1 - \exp[-(\eta + N_{pe})]}{(\eta + N_{pe}) \left[1 + \frac{(\eta + N_{pe})}{\eta} \right]} + \frac{\exp(\eta) - 1}{\eta \left[1 + \frac{\eta}{\eta + N_{pe}} \right]} \quad (9)$$

N_{pe} et η ont été définis précédemment.

Relation entre E_o et E_a :

La méthode la plus précise pour les calculs du nombre de plateaux est celle qui permet d'estimer la valeur de l'efficacité apparente E_a pour chaque plateau et de l'utiliser pour modifier les relations d'équilibre dans les calculs plateau par plateau; cela peut être fait sur un diagramme Mac Cabe Thiele en utilisant une courbe d'équilibre fictive.

La position de cette courbe est déterminée par la valeur de l'efficacité sur chaque plateau.

Le nombre total de plateaux réels déterminé en considérant une valeur constante de E_a , n'est pas identique au nombre de plateaux déterminé en tenant compte de toutes les valeurs de E_a sur les différents plateaux .

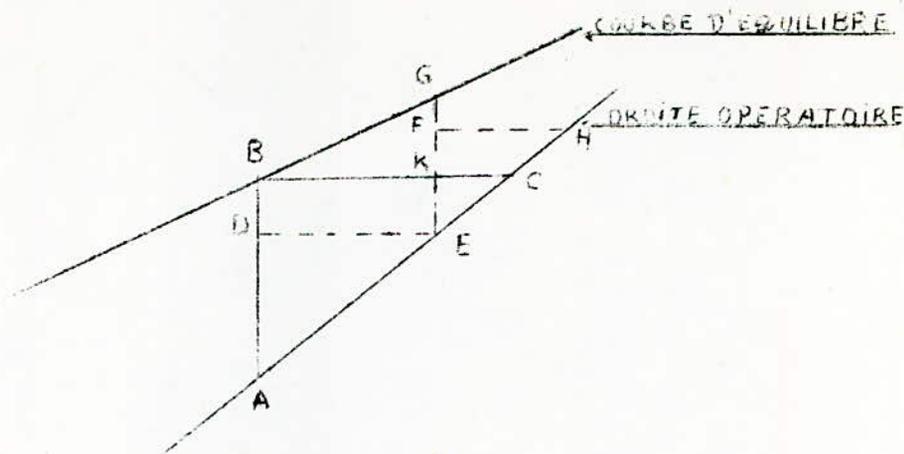
Il est évident que l'efficacité du plateau E_a soit en général différente de l'efficacité de la colonne E ; où E est définie par :

$$E = \frac{N}{N_t}$$

N : nombre total de plateaux théoriques.

N_t : " " " réels.

Lewis a établi une relation analytique entre l'efficacité globale E de la colonne et l'efficacité apparente E_a . Il suppose que la courbe d'équilibre et la ligne opératoire sont droites; mais pas obligatoirement parallèles.



ABC représente un étage d'équilibre ($E_a = E_{MV} = 1$)
 par contre ADE et EFH représentent deux étages réels dont
 chacun a une efficacité globale E_a .

$$\text{Par définition } E_a = \frac{AD}{AB} = \frac{EF}{EG}$$

puisque la même valeur de E_a est assimilée pour chacun des
 deux (2) étages ; on déduit donc du diagramme que :

$$EK = AB - AD = \left(\frac{1}{E_a} - 1 \right) AD \quad (10)$$

La pente de la droite opératoire est : $\frac{L}{V} = \frac{AD}{DE}$

Soit m la pente de la courbe d'équilibre; $m = \frac{KG}{BK}$

De ces deux (2) relations on tire $\lambda = \frac{KG}{AD}$

A partir de l'équation (10) on peut écrire :

$$EG = EK + KG = \left(\frac{1}{E_a} - 1 + \lambda \right) AD$$

La variation de la composition de vapeur est représentée
 par AD pour le premier plateau et par EF pour le second.

On pose $r = \frac{EF}{AD} = \frac{EG(E_a)}{AD} = \left(\frac{1}{E_a} - 1 + \lambda \right) E_a$

$$E_a = \frac{r-1}{\lambda-1} \quad (11)$$

puisque la droite opératoire et la courbe d'équilibre sont assimilées à des droites, le rapport sera constant pour n'importe quelle paire de plateaux successifs considérée.

On pose : $AB = a_1$; $AD = d_1$; $EF = d_2$; etc...

$$d_2 = d_1 r = a_1 E_a r$$

$$d_3 = d_2 r = a_1 E_a r^2$$

!
!
!

$$d_n = d_{n-1} r = a_1 E_a r^{n-1}$$

L'enrichissement total de la vapeur entre les plateaux 1 et n ; est relié à E_a par :

$$\begin{aligned} d_1 + d_2 + d_3 + \dots + d_n &= a_1 E_a (1 + r + r^2 + \dots + r^{n-1}) \\ &= a_1 E_a \left(\frac{r^n - 1}{r - 1} \right) \end{aligned}$$

En remplaçant E_a par l'expression (2), on trouve :

$$d_1 + d_2 + d_3 + \dots + d_n = \frac{a_1 (r^n - 1)}{\lambda - 1} \quad (12)$$

Soit N le nombre total d'étages d'équilibre nécessaire pour effectuer un enrichissement donné de la vapeur en partant de A.

Le nombre de plateaux réels nécessaires pour avoir le même enrichissement est N_t .

La relation (2) montre que $r = \lambda$ si $E_a = 1$.

On en déduit que pour $E_A=1$, l'enrichissement total de la vapeur sur N étages d'équilibres est donné par:

$$d_1 + d_2 + d_3 + \dots + d_n = a_1 \frac{(\lambda^n - 1)}{\lambda - 1} \quad (13)$$

Des équations (12) et (13) on obtient :

$$r^{N_t} = \lambda^N \Leftrightarrow \frac{\ln r}{\ln \lambda} = \frac{N}{N_t} \quad (14)$$

$$\text{or } \frac{N}{N_t} = E_o$$

on sait également que $r = 1 - E_a (1 - \lambda)$

l'équation (5) s'écrit donc:

$$E_o = \frac{\text{Log}(1 - E_a(1 - \lambda))}{\text{Log } \lambda} \quad (15)$$

Cette relation est très approximative. En général 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. Le nombre N_t peut être calculé avec plus de précision si l'équation (6) est appliquée pour chaque section de la colonne, alors que λ prend différentes valeurs pour les diverses sections.

L'efficacité globale est appliquée lorsqu'on a recours aux méthodes abrégés. Les grandeurs E et E_M ne sont égales que si la droite opératoire et la courbe d'équilibre sont rectilignes et parallèles entre elles, ce qui est très rare dans l'industrie de rectification.

En effet, que le binaire soit idéal ou non, aux segments extrêmes de la courbe d'équilibre la loi de Henry s'applique

très approximativement; ces segments peuvent donc être assimilés à des droites .

Soit en effet $y = jx + i$ l'équation de la droite d'équilibre, et $y = ax + b$ l'équation de la droite opératoire.

Néanmoins pour les rapports j/a situés entre 2,0 et 0,5 on peut considérer que E et E_M sont assez voisines ; on peut alors énoncer les règles suivantes:

- Les valeurs les plus courantes de E_M et E varient entre 50% et 90%, la majeure partie se situe entre 60% et 80% .

- Dans le cas des liquides de hautes viscosités ν_{LL} ou des mélanges dont la volatilité α est élevée, l'efficacité peut tomber à 20% ou 25% .

- Enfin les efficacités de l'ordre 100% sont atteintes dans certains cas particuliers mais seulement avec des plateaux de grand diamètre, marchant à plein régime et dans lesquels il existe une différence de composition appréciable entre l'entrée et la sortie du liquide .

Cependant l'efficacité pratique diffère parfois dans une grande mesure de l'efficacité théorique .

Pour lui conserver une valeur satisfaisante, il ne faut guère s'éloigner de plus de 10 à 15% du débit pour lequel les plateaux ont été construits .

b) Facteurs influençant l'efficacité d'un plateau ;

Les facteurs qui influencent l'efficacité de contact, et donc l'efficacité du plateau, peuvent être classés en deux groupes :

1) Ceux qui sont en rapport direct avec la conception et la construction du plateau et l'écoulement du liquide à travers ce plateau .

2) Ceux qui contrôlent le transfert des constituants entre le liquide et la vapeur, comme le passage de bulles à travers le dépôt liquide sur le plateau .

Dans le premier groupe de facteurs il a été montré que l'efficacité d'un plateau augmente avec le débit de vapeur (calculé sur la section totale de la colonne) quand ce dernier est faible, reste constante sur toute une gamme de débits, et chute à de plus grands débits .

Le chemin du liquide qui traverse le plateau a également un effet sur l'efficacité du plateau .

- Si le chemin du liquide est assez long, que des différences appréciables dans la composition du liquide existent en différents points du plateau, ceci pourrait être en équilibre avec le liquide sortant.

Les résultats de l'efficacité Murphrêe sont alors au dessus de 100%, de telles efficacités sont atteintes surtout pour les colonnes de grands diamètres.

Le professeur Kirs chbôum et son équipe, ont étudié l'influence du débit de vapeur sur l'efficacité Murphrêe, en faisant varier divers paramètres.

Les essais ont porté sur le mélange eau-éthanol et les mesures ont été chaque fois ramenées à la concentration molaire de 50%.

Kirschbourn définit une vitesse de vapeur admissible qui correspond sur la courbe au point où l'efficacité commence à chuter .

- L'efficacité varie avec le rapport

$$\rho_H = \frac{\text{section du tube à vapeur} \times 100}{\text{section de la colonne}}$$

Une augmentation de ρ_H entraîne généralement une diminution de l'efficacité; la figure 1 montre l'influence de ce rapport ρ_H sur la courbe E_M en fonction du débit de vapeur w_g .

- L'efficacité varie avec la position de la calotte .

La figure (2) montre la variation de l'efficacité en fonction du débit de vapeur et pour différentes valeurs de H_{wp} .

La hauteur H_{wp} indique la position de la calotte (voir fig4)

Pendant la pression influe peu sur l'efficacité, une diminution importante de la pression entraîne une légère augmentation de l'efficacité, mais a pour avantage d'obtenir d'assez grands débits de vapeur sans atteindre l'engorgement.

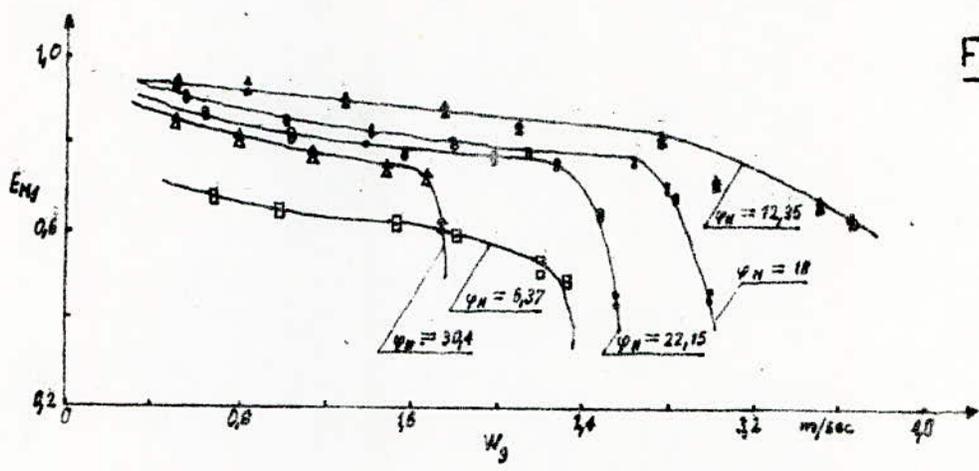
La figure (6) montre l'influence de la pression sur l'efficacité, quand on passe de 760mm Hg à 100mm Hg.

L'augmentation du taux de reflux entraîne une meilleure séparation des constituants donc une efficacité plus élevée.

La figure (7) montre un réseau de courbes représentatives de l'efficacité en fonction du débit de vapeur et pour différentes valeurs du taux de reflux.

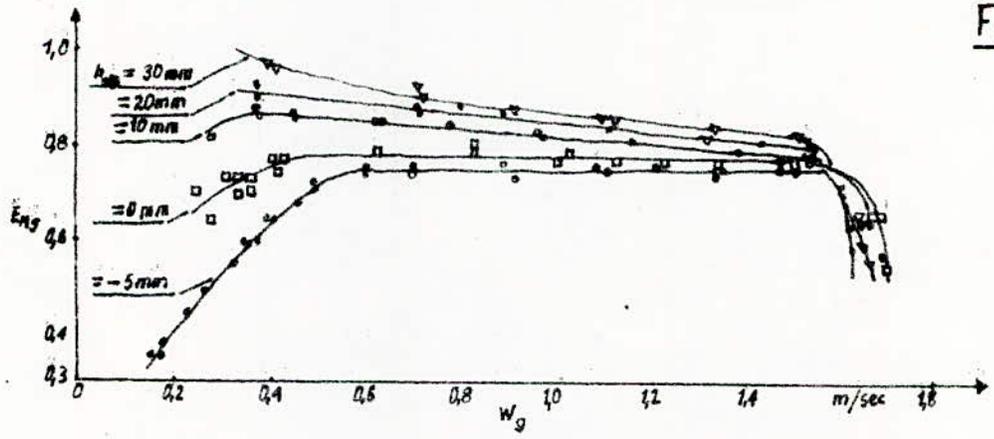
Le diamètre d_r du tube de vapeur influe sensiblement sur l'efficacité Murphrée, une diminution de ce diamètre entraîne

FIGURE 1



PRESSION $P = 100$ mm Hg , ECART ENTRE LES PLATEAUX $H = 150$ mm

FIGURE 2



$P = 760$ mm Hg , $R = \infty$, $\varphi_H = 10, 12\%$, $H = 200$ mm , $D = 750$ mm , $d_H = 38$ mm

FIGURE 3

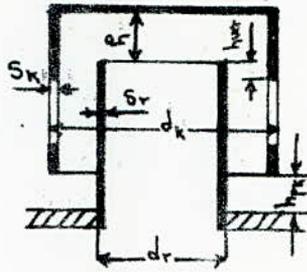
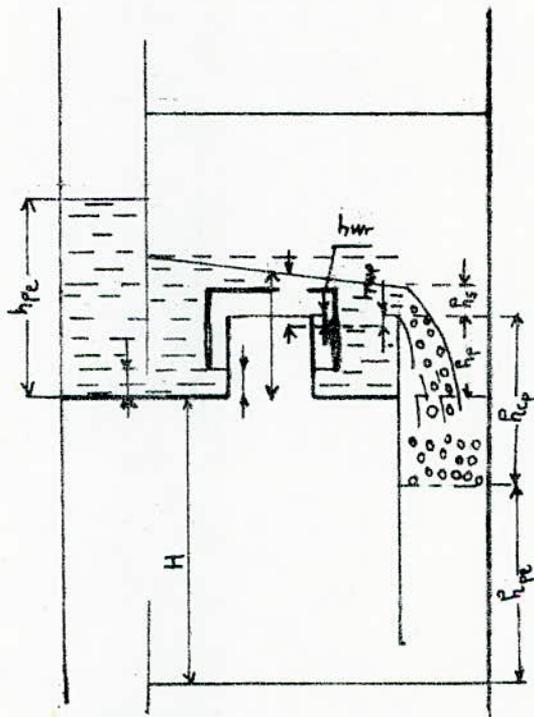
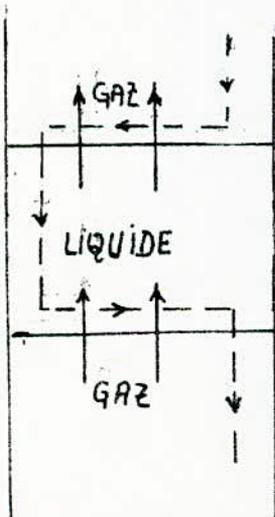


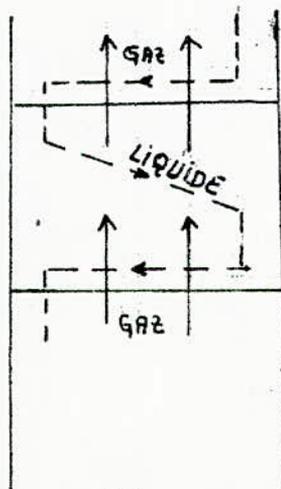
FIGURE 4



(a)



(b)



FIGURES 5

une amélioration de l'efficacité. Ce diamètre d_r est indiqué sur la figure (3) .

La figure (8) montre les variations de E_M en fonction du débit de vapeur pour trois valeurs différentes du diamètre d_r et entravaillant à reflux total.

Le sens du liquide sur le plateau influe légèrement sur l'efficacité.

La figure (5) montre deux possibilités de circulation du liquide. KIRSCHBAUM a regroupé ses résultats expérimentaux sur la figure (9) .

L'efficacité varie également en fonction de la nature des éléments séparant le liquide et la vapeur et des paramètres liés à la construction des calottes .

-Influence des paramètres physico-chimiques sur l'efficacité.

*Influence de la pression :

La pression est l'un des facteurs physiques les plus importants dans la distillation .

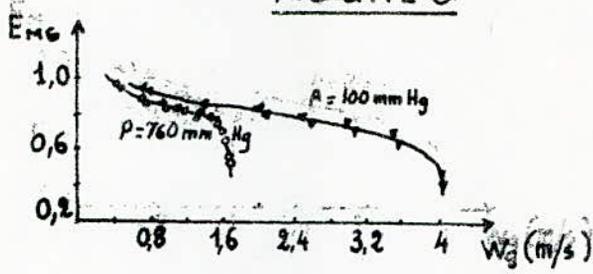
La réduction de la pression de marche provoque un abaissement des températures d'ébullition .

Inversement toute augmentation de pression entraînera une élévation de la température de condensation .

La pression influe sur le nombre de plateaux théoriques , ce qui revient à dire qu'elle influe sur l'efficacité globale de la colonne .

En effet un abaissement de pression entraîne une élévation notable

FIGURE 6



$R = \infty$

$r_{wp} = 30 \text{ mm}, H = 200 \text{ mm}$

$D = 750 \text{ mm}, d_k = 38 \text{ mm}$

FIGURE 7

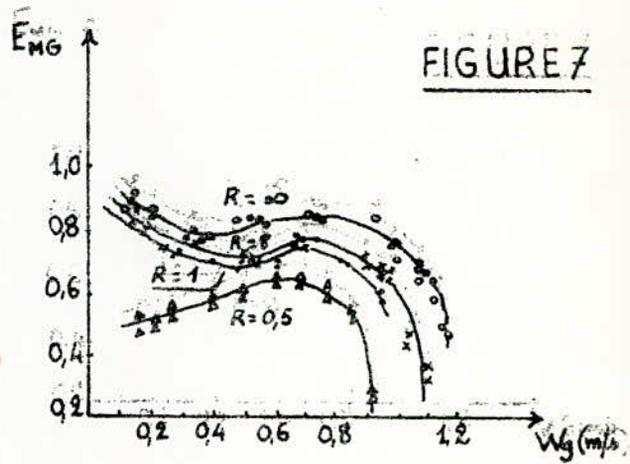
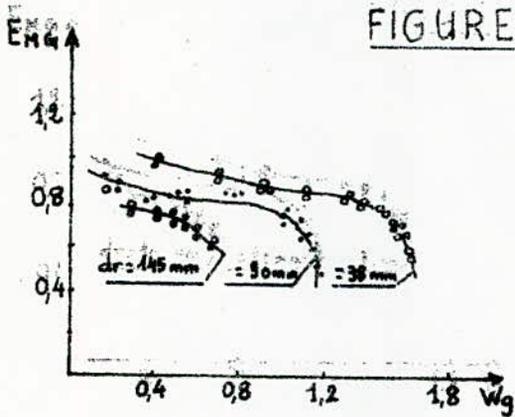
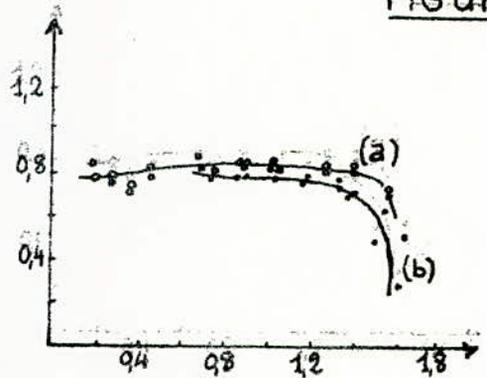


FIGURE 8



$R = \infty$

FIGURE 9



-ble de la volatilité idéale et la séparation exige un nombre inférieur de plateaux. Cela se traduit graphiquement par une augmentation de l'écart entre la courbe d'équilibre et la première bissectrice. La variation de la pression influe sur les paramètres physico-chimiques.

Une règle empirique permet de calculer un coefficient F pour différentes pressions.

$$F = w_g \sqrt{\rho_g} \quad \text{avec } w_g \text{ vitesse linéaire de vapeur (cm/s)}$$

$$\rho_g \text{ densité du gaz (g/cm}^3\text{)}$$

Si F reste constant on en déduit que les variations de pression n'influent pas sur l'efficacité.

- Influence du produit:

Elle n'est autre que : volatilité relative \times viscosité ($\alpha \times \eta_l$)

Les recherches effectuées sur l'efficacité d'un plateau, soit sur des colonnes expérimentales de laboratoire, soit sur des colonnes fractionnées commerciales, ont indiqué que la propriété physique la plus importante affectant l'efficacité d'un plateau, est la viscosité du liquide. L'influence de cette dernière devient importante pour des valeurs supérieures à 4 centipoises [7].

L'augmentation de la viscosité du liquide entraîne une diminution de l'efficacité du plateau, puisque la diffusivité diminue

(N_c : nombre d'unité de transfert en termes liquide diminue)

En plus il a été suggéré que la volatilité relative du constituant le plus volatil, a aussi un effet significatif sur l'efficacité.

Sur cette base O'Connell a proposé une corrélation reliant l'efficacité globale au produit de la volatilité relative par la viscosité moyenne du liquide à sa température d'ébullition:

$$E = 49,2 (\alpha \cdot \eta_c)^{-0,245}$$

Cette corrélation a été vérifiée par Williams et son équipe (8) leurs travaux ont été effectués sur une colonne de 254mm de diamètre, ayant 20 plateaux à calottes; les systèmes utilisés c'est l'éthanol, méthanol, acétaldéhyde, méthyl-ethyl-cétone avec de l'eau. On a trouvé une bonne concordance dans la zone de concentration, mais dans la zone d'épuisement l'efficacité expérimentale étant supérieure à 30% par rapport à l'efficacité calculée par O'Connell. Les variations de l'efficacité globale E en fonction de la viscosité η et du produit $\eta \cdot \alpha$, sont représentées sur les figures (10) et (11).

- Influence de la tension superficielle:

Ce paramètre agit sur le diamètre des bulles de vapeur durant le barbotage.

La tension superficielle dépend de la présence des constituants tensio-actifs, par exemple une petite quantité d'acide acétique ou éthanol dans l'eau diminue sensiblement la tension superficielle et de même le diamètre des bulles de vapeur, ce qui augmente l'interface (surface de contact).

Dans le cas où la tension superficielle augmente avec la composition du liquide en allant de haut en bas, l'efficacité est importante.

C'est le cas du mélange n-heptane--toluène dont les tensions

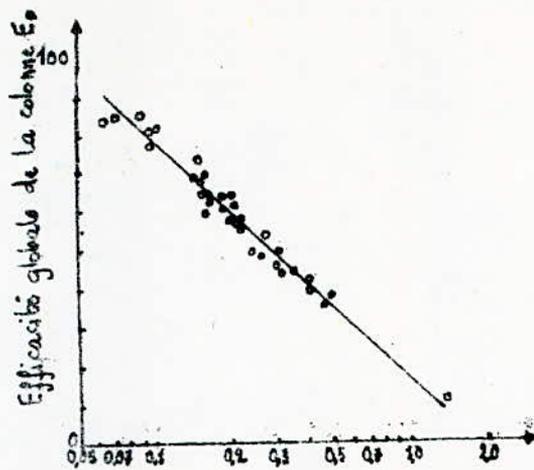


FIGURE 10

viscosité molaire moyenne de la charge (C.P)
à la température moyenne de la colonne.

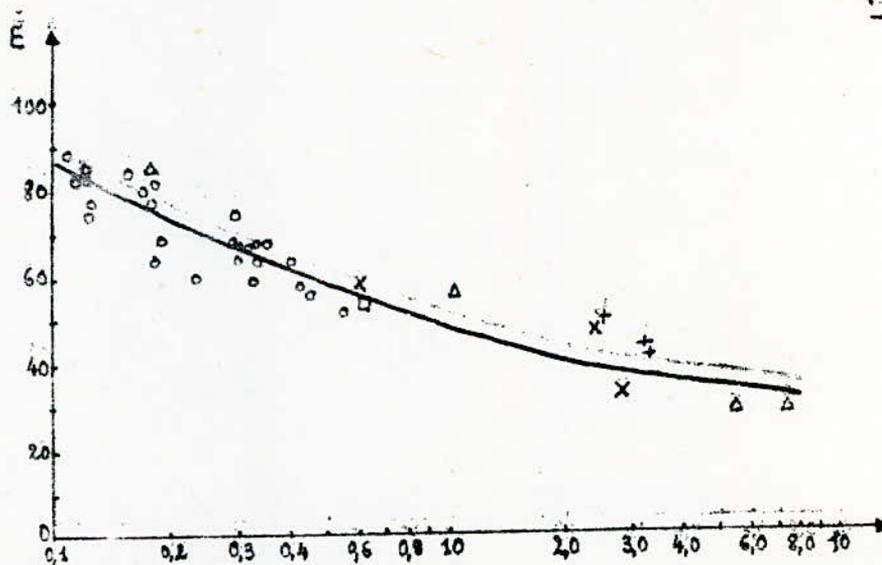


FIGURE 11

$\alpha \times \eta_c$ (dans les conditions moyennes)
de la colonne

- o Hydrocarbure Commercial
- Δ Hydrocarbure chloré
- + Alcool Commercial
- x Alcool éthylique
- MISCELLANEOUS

superficielles respectives sont 12 dynes/cm et 18,5 dynes/cm; l'efficacité varie alors entre 80% et 100% ; cela est dû à un phénomène de moussage provenant d'une augmentation de la tension superficielle avec l'enrichissement du liquide en toluène [9].

Par contre le même constituant n-heptane mélangé avec le benzène ($\sigma = 21$ dynes/cm), donne le phénomène contraire; c'est à dire en allant de haut en bas la tension superficielle diminue et l'absence de phénomène de moussage entraîne une diminution de l'efficacité qui varie dans ce cas entre 43% et 57% [9].

On a constaté que l'influence de la tension superficielle n'est pas très importante . Des chercheurs ont exploité les résultats de plusieurs expériences pour déduire la corrélation suivante [10]

$$E_{nv} = 5,08 \left(\frac{F_0}{F} \right)^{-0,28} \left(\frac{L}{V} \right)^{0,024} h_p^{0,241} w_{gm}^{-0,013} \left(\frac{\sigma}{\eta \cdot w_g} \right)^{0,044} \left(\frac{\eta_c}{\rho_c D_c} \right)^{0,13} \alpha^{0,02}$$

F: section de la colonne;

F_0 : " libre du plateau,

h_p : hauteur du déversoir,

w_{gm} ; débit massique de vapeur,

σ : tension superficielle (dynes/cm)

η_c : viscosité dynamique du liquide en Poise

w_g ; vitesse lineaire de vapeur (cm/s)

ρ_c : densité du liquide (g/cm^3)

D_c : coefficient de diffusion (cm^2/s)

α : volatilité relative.

III PARTIE EXPERIMENTALE

A - Appareillage :

1°) Description de la colonne E.I.V.S. (voir schema 1). Elle comprend trois partis.

a) Le bouilleur. Situé en bas de la colonne, sa capacité est de 20 litres, le système chauffant est constitué par un tube enroulé en helice cylindrique parcouru par de l'huile. Il est muni d'un système de regulation qui met en jeu une serie de resistances electriques et une circulation d'eau permettant ainsi la maintien de la température de chauffe désirée.

b) Le condenseur : Situé en tête de colonne. Il permet grâce à une circulation d'eau de condenser les vapeurs en tête de colonne.

c) La colonne de fonctionnement : elle est composée d'une tour de 9 metres de hauteur et de 140 mm de diametre, et elle comporte dix huit plateaux disposés à des intervalles reguliers et assurant le contact liquide - vapeur. Le choix de la colonne repose essentiellement sur le choix du plateau, il est donc necessaire de decire ce dernier.

d) Les plateaux à colottes

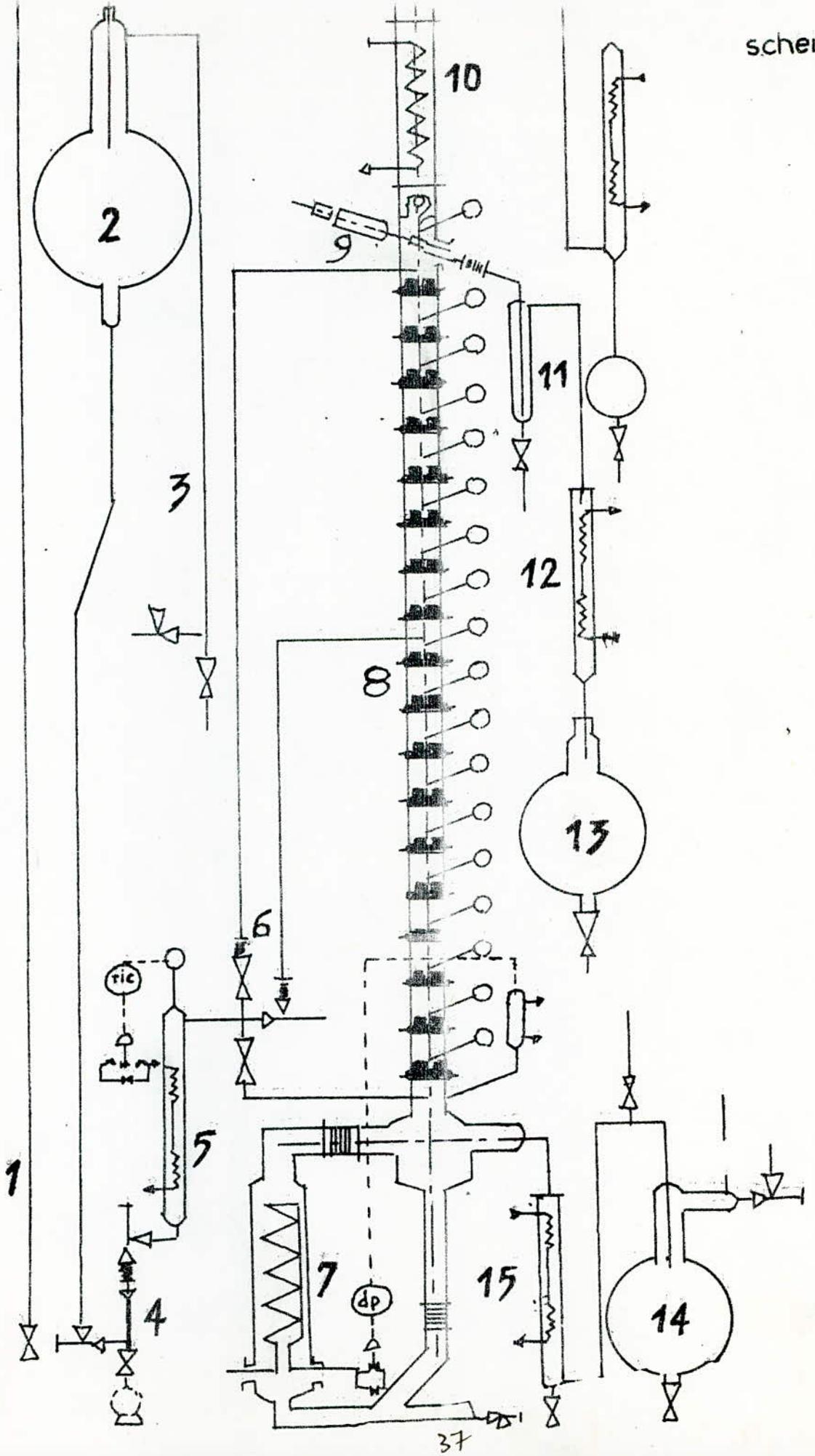
Il existe plusieurs types de plateaux à colottes, mais on les distingue par le nombre de colottes, leur construction, et leur disposition sur le plateau.

Les plateaux admettent de larges variations de debits tout en gardant une bonne efficacité; ils se prêtent bien aux traitements des liquides chargés d'un peu de solides; leur inconvenient est leur perte de charge un ~~terme~~ élevée et leur contenu appréciable de liquide (Hold-up).

La valeur élevée de la perte de charge est un desavantage majeur pour les distillations sous vide ^u pessé, et la forte capacité du liquide retenu par les plateaux constitué un inconvenient pour la netteté des coupes lorsque l'on rectifié en discontinu.

La capacité de traitement des plateaux à colottes est liée à l'entrainement des gouttes de liquide, ce qui reduit l'efficacité de separation.

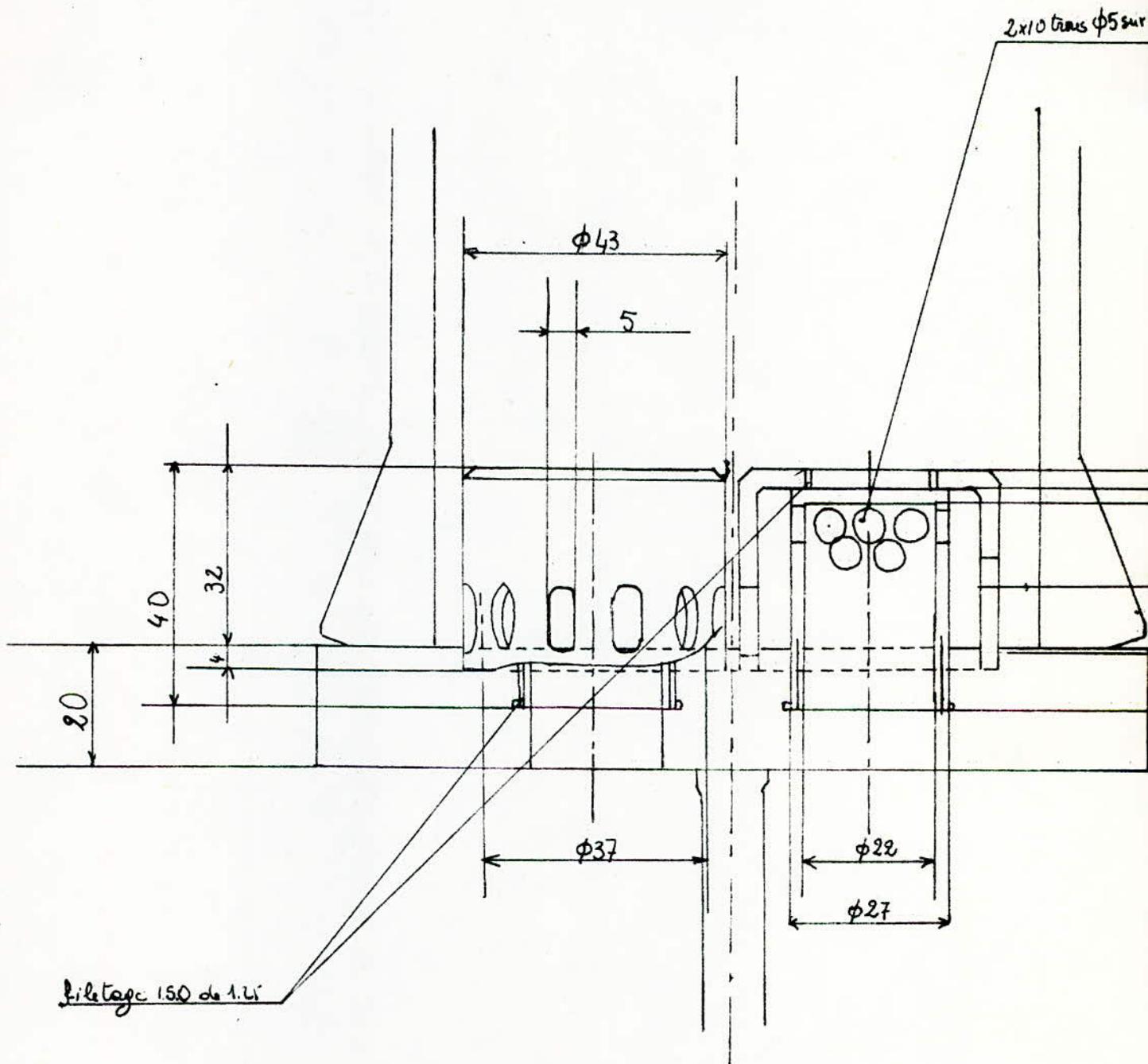
Dans la colonne E.I.V.S., le plateau comporte deux colottes; Sa discription est donnée par les trois schemas suivants.



COLONNE DE RECTIFICATION

1. Canalisation d'alimentation
2. Ballon d'alimentation
3. Circuit de vide
4. Débitmètre
5. Préchauffeur
6. 3 niveaux de distribution
7. Bouilleur
8. Colonnes à plateaux PIPE
à calottes
9. Tête de reflux
10. Condenseur
11. Garde hydraulique
12. Refroidisseur distillat
13. Recette distillat
14. Recette résidu
15. Refroidisseur résidu.

SCHEMA 2



- Le schema 2 représente une coupe laterale du plateau muni de ses deux colottes, ce qui permet de voir l'emplacement de ces derniers tout en respectant leur dimensionnement.

- Le schema 3 montre également une coupe laterale du plateau, mais cette fois ci il est ~~depourvu~~ ^{pourvu} de ses deux colottes.

Cette figure représente un schema détaillé du deversoir et du vis à tête qui sert aux prelevement des echantillons.

- Le schema 4 est une coupe transversale du plateau avec tous ses éléments cette vue de dessus montre la disposition des deux colottes, du deversoir et des deux vis à tête, sur le plateau.

Les deux vis à tête servent pour des prelevements d'échantillons; l'un pour la phase liquide, l'autre pour la phase vapeur.

La colonne est également munie de ballons d'alimentation, d'un ballon de recette de distillat, et d'un ballon de recette de résidu.

Elle comporte aussi une pompe centrifuge assurant l'alimentation du ballon d'en haut, un prechauffeur qui permet de prechauffer la charge quand on alimente en continu, et un refrigerant secondaire qui refroidit les vapeurs qui s'échappent du condenseur.

Elle est également munie d'une tête de reflux qui permet le retour partiel ou total du condensat dans la colonne.

e) D'autres éléments complementaires de la colonne.

- Compresseur : C'est un appareil qui aspire l'air à la pression atmosphérique pour le porter à une pression supérieure en le comprimant dans un reservoir.

Cet appareil est muni d'un système de regulation qui arrête l'aspiration de l'air une fois le reservoir rempli.

- Pompe a vide. Cet appareil effectue le travail inverse du compresseur; il aspire l'air enfermé dans la colonne, pour créer une depression ou un vide poussé

f) Le refractomètre : Pour la mesure des indices de refraction on a utilisé un refractometre d'Abbé, le plus utilisé industriellement, car la présence d'une source monochromatique n'est pas indispensable.

SCHEMA 3

Intervis acier cadmié type G8 (iso)
de chez L.G.C, 6 place de
Valois PARIS 1^{er}

Deversoir en PYREX

perçage sur Teflon
 $\phi 10,8$

Perçage $\phi 10,5$
Long - 18

40

$\phi 15$

16

23

140

D

Vis à tête molletée $\phi 15$
inox 18-8 Mo de 8x20 percée
sur sa longueur d'un trou $\phi 3$

$\phi 4,5$

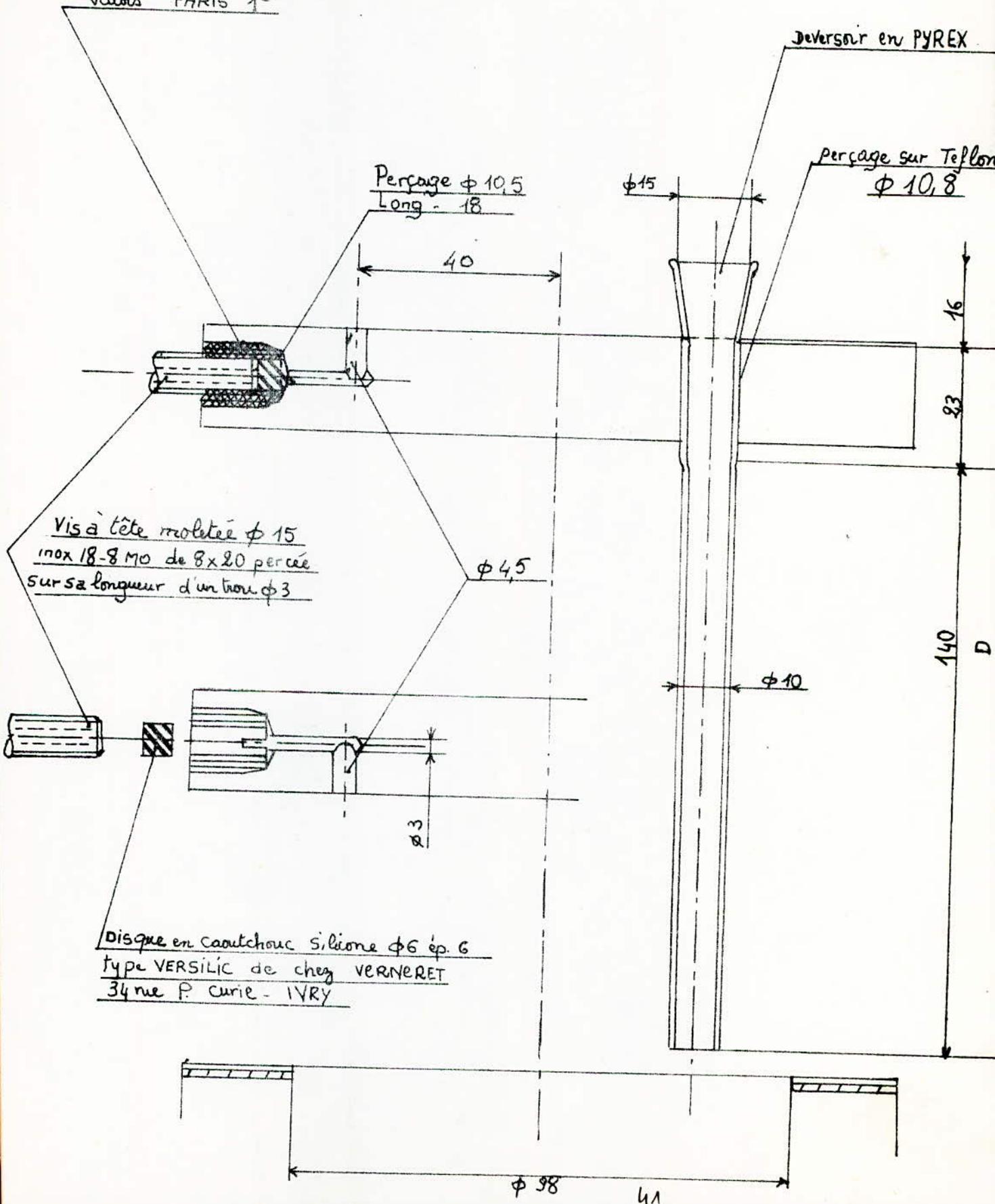
$\phi 10$

23

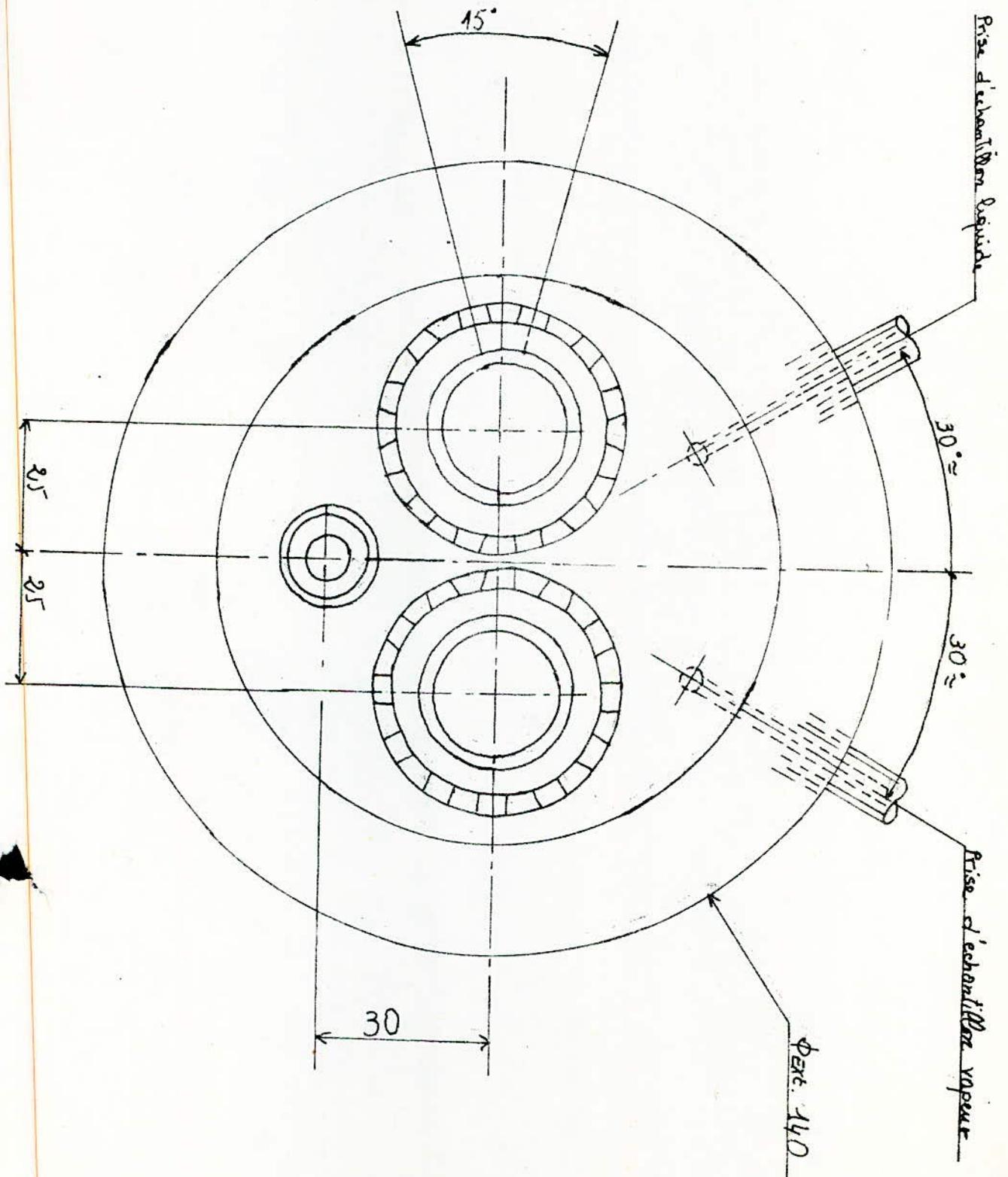
Disque en caoutchouc silicone $\phi 6$ ép. 6
type VERSILIC de chez VERNERET
34 rue P. Curie - IVRY

$\phi 98$

41



SCHEMA 4



B) Mode opératoire: On a effectué une distillation discontinue à deux pressions différentes.

a) A la pression atmosphérique

- On introduit la charge dans le bouilleur
- On met le circuit de refroidissement en marche
- On alimente l'installation en courant alternatif (340 V) pour cela il faut appuyer sur le bouton noir.
- On fixe la puissance de chauffe au début à 10 kw et une fois l'ébullition atteinte dans le bouilleur on règle cette puissance à 5 kw.
- Le début de chauffage s'accompagne par un choix de la température de chauffe 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 noire qui sera encadrée par les deux autres citées précédemment. On peut également jouer sur l'ouverture de la vanne qui laisse passer l'huile chauffée dans le serpentin du bouilleur.

- On met en marche le compresseur qui permet de faire fonctionner la tête de reflux.
- On travaille à reflux total.
- A l'aide d'un enregistreur, on surveille les variations de températures sur les différents plateaux, une fois le régime thermique atteint, on attend encore 30 à 45 mn et on suppose que le régime permanent est établi. Le régime permanent correspond à une stabilité des compositions sur les plateaux.
- On prélève à l'aide de seringues, des échantillons de la phase liquide et de la phase vapeur dont on mesure les indices de refraction.
- L'indice de refraction est mesuré par un réfractomètre d'abbé maintenu à la température de 25°C à l'aide d'un bain thermostatique.
- Les compositions de la phase liquide et de la phase vapeur, se déterminent par lecture sur la courbe d'étalonnage Ethanol eau $\eta \neq f(x)$ (figure 12) connaissant leurs indices de refraction.
- La mesure du débit de condensat s'effectue en mettant la tête de reflux en position recette et en chronométrant le temps nécessaire pour recueillir un volume donné de condensat.

Remarque : nous avons remarqué la faible étanchéité au niveau de la tête de reflux; c'est à dire qu'à reflux total, on recueillait quand même du distillat. Pour remédier à cela, on a rempli de condensat le réfrigérant à air et le tube reliant ce dernier au ballon de recette.

b) - A la pression $P = 380$ mm Hg : On a suivi le même principe qu'en pression atmosphérique; à la seule différence que cette fois on n'a pas travaillé à reflux total, mais à taux de reflux $R = 10$, ce qui entraîne une variation continue des compositions de la phase liquide et de la phase vapeur sur chaque plateau; on ne peut pas atteindre dans ce cas le régime thermique par conséquent on ne peut avoir une constante des compositions sur chaque plateau!

Remarque : la courbe d'étalonnage présente un maximum donc pour tout indice de réfraction supérieur à 1,36 correspond deux fractions molaires! Pour éviter cet inconvénient on a déterminé la composition du distillat par la méthode du picnomètre!

C) Courbe d'étalonnage Ethanol-Eau:

Cette courbe est d'une grande importance; tous nos résultats sont basés sur des lectures effectuées sur cette courbe puisqu'elle permet de déduire la composition du mélange binaire connaissant son indice de réfraction.

Mode opératoire : On prépare 17 tubes à essais propres et secs, dans lesquels on introduit différents mélanges eau-éthanol, selon le tableau suivant:

tube n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
volume éthanol	0	1	2	4	6	8	10	12	14	16	16,5	17	17,5	18	19	19,5	20
volume eau	20	19	18	16	14	12	10	8	6	4	3,5	3	2,5	2	1	0,5	0

Remarques Pour l'établissement de cette courbe on a utilisé de l'éthanol absolu. On bouche bien les tubes et on les place dans un bain thermostatique réglé à $T = 25^{\circ}\text{C}$.

Une fois les tubes portés à cette température, on peut lire les indices de réfraction au moyen d'un réfractomètre maintenu également à 25°C .

1°) Calcul de la fraction molaire en éthanol:

* Pourcentage volumique en éthanol:

Soit a le volume d'éthanol introduit dans le tube i .

$(20-a)$ sera le volume d'eau introduit dans le tube i .

Soient V_{ET} et V_{E} les pourcentages volumiques respectivement en éthanol et en eau.

$$V_{\text{ET}} = \frac{a}{20} \cdot 100 = 5a$$

Exemple : Dans le tube 2

$$a = 1 \implies V_{ET} = 5\%$$

$$V_E = (100-5)\% = 95\%$$

* Pourcentage massique en éthanol:

Soient m_{ET} et m_E les pourcentages massiques respectivement en éthanol et en eau. La densité de l'éthanol absolu = 0,79

" " " l'eau = 1

Soit m la masse de 100 cc de mélange.

ρ_{ET} et ρ_E étant les masses volumiques respectives de l'éthanol et de l'eau.

$$m = \rho_{ET} \cdot V_{ET} + \rho_E \cdot V_E$$

$$m_{ET} = \frac{\rho_{ET} \cdot V_{ET}}{m} \cdot 100 = \frac{\rho_{ET} \cdot V_{ET}}{\rho_{ET} V_{ET} + \rho_E V_E} \cdot 100$$

$$m_{ET} = \frac{100}{1 + \frac{\rho_E \cdot V_E}{\rho_{ET} \cdot V_{ET}}}$$

$$d'où : m_{ET} = \frac{100}{1 + \frac{V_E}{0,79 \cdot V_{ET}}} \quad \text{et } m_E = 100 - m_{ET}$$

Exemple de calcul: Pour le tube 3

$$V_{ET} = 10\% \quad \text{et} \quad V_E = 90\%$$

$$d'où : m_{ET} = \frac{100}{1 + \frac{90}{0,79 \times 10}} = 8,069\%$$

$$m_E = 100 - m_{ET} = 100 - 8,069 = 91,930\%$$

* Fraction molaire en éthanol: Soient n_{ET} et n_E les nombres

de moles respectifs d'éthanol et d'eau.

Soit X la fraction molaire en éthanol.

Soient M_{ET} et M_E les masses molaires respectives de l'éthanol et de l'eau/.

$$M_{ET} = 46g \quad \text{et} \quad M_E = 18g$$
$$X = \frac{\frac{m_{ET}}{46}}{\frac{m_{ET}}{46} + \frac{m_E}{18}}$$

Exemple de calcul:

Prenons l'exemple du tube 3

$$X = \frac{8,069}{46} = 0,175$$
$$\frac{8,069}{46} + \frac{21,930}{18} = 1,21$$

Connaissant la fraction molaire et l'indice de réfraction pour chaque mélange, on peut tracer la courbe d'étalonnage eau-éthanol. $n = f(X)$ à la température $T=25^\circ C$ (fig12)

D) Calculs approximatifs :

1) 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 du distillat inférieure à l'azeotrope.

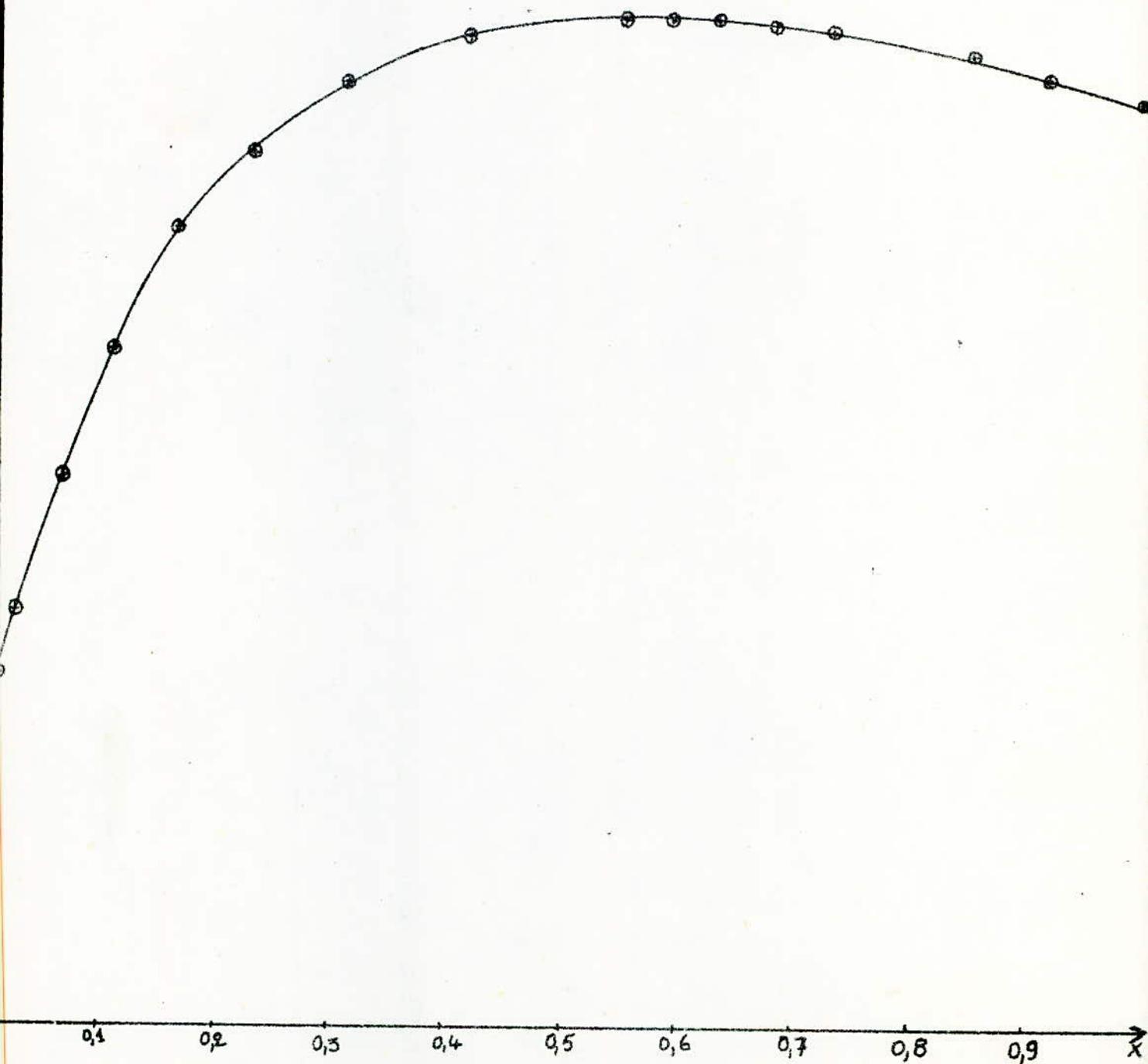
Si on suppose que l'efficacité est de 50% on peut tracer une courbe d'équilibre fictive en procédant comme suit (fig 13).

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

Courbe d'étalonnage $\eta = f(x)$

$T = 25^{\circ}\text{C}$

FIGURE 12



COURBE D'ÉQUILIBRE EAU-ETHANOL
COURBE FICTIVE

FIGURE 13

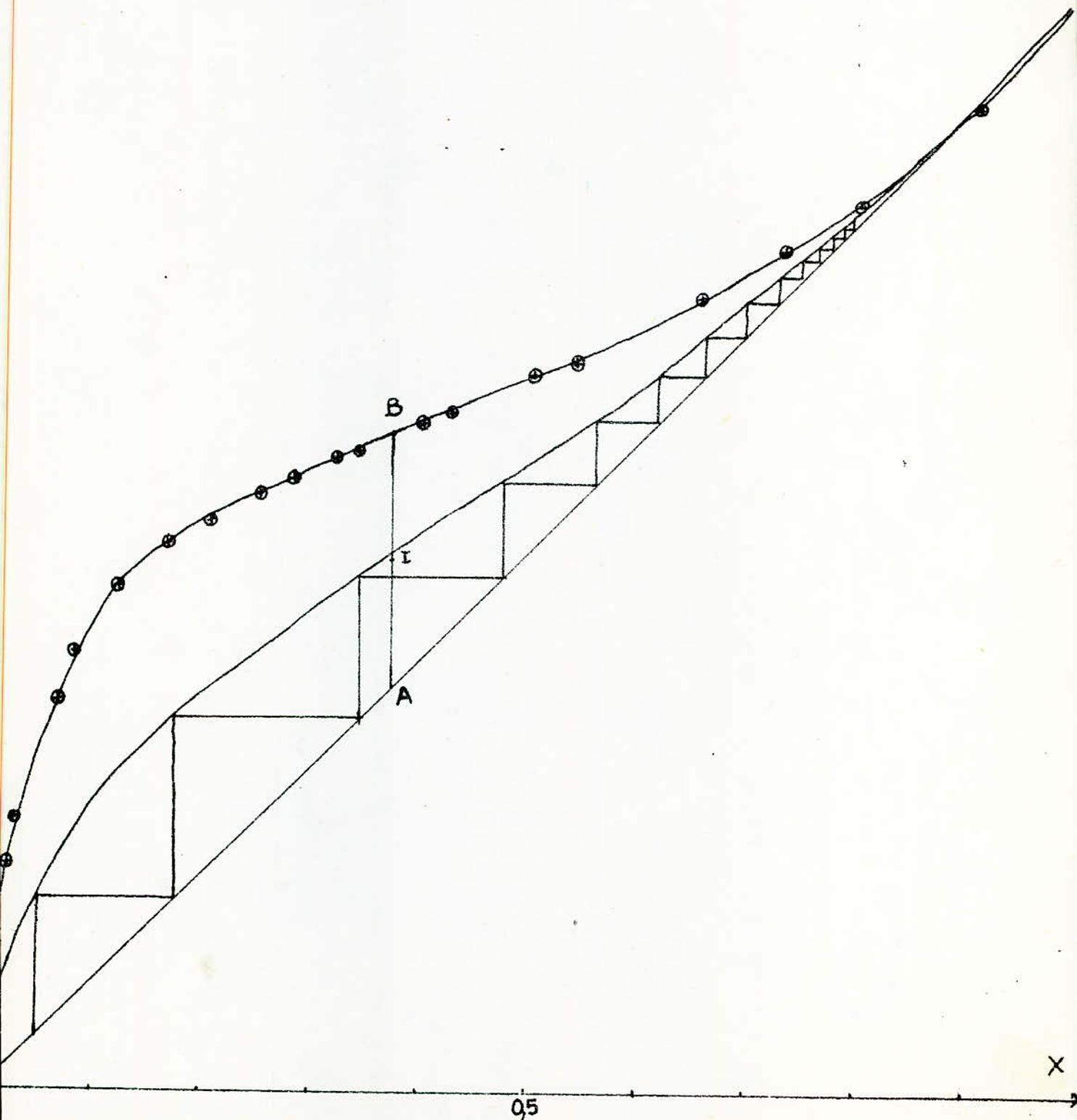


TABLEAU 1

V_E = pourcentage volumique en EAU

m_E = pourcentage massique en EAU

V_{ET} = pourcentage volumique en ETHANOL

m_{ET} = pourcentage massique en ETHANOL

X = fraction molaire en Ethanol

η = Indice de refraction

V_{ET}	0	5	10	20	30	40	50	60
V_E	100	95	90	80	70	60	50	40
m_{ET}	0	3,9919	8,0694	16,4987	25,2935	34,4978	44,1341	54,2334
m_E	100	96,0081	91,9305	83,5013	74,7065	65,5022	55,8659	45,7666
X	0	0,0160	0,0332	0,0717	0,1169	0,1709	0,2361	0,3168
η	1,3328	1,3353	1,3380	1,3437	1,3492	1,3545	1,3577	1,3608

70	80	82,5	85	87,5	90	95	97,5	100
30	20	17,5	15	12,5	10	5	2,5	0
64,8300	75,9615	78,8328	81,7407	84,6861	87,6695	93,7539	96,8563	0
35,1699	24,0385	21,1672	18,2593	15,3139	12,3305	6,2461	3,1436	100
0,4190	0,5528	0,5930	0,6366	0,6834	0,7356	0,8545	0,9234	1
1,3628	1,3635	1,3634	1,3635	1,3632	1,3630	1,3620	1,3610	1,360

du segment AB . On détermine ainsi les différents points de la courbe fictive .

En partant de la composition fixée du distillat et en traçant des gradins 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 dix-neuvième plateau. La composition moyenne de la charge se déduit de la manière suivante :

Soient V_B , V_i , et V_R les volumes respectifs du liquide dans le bouilleur , sur le plateau i et de la recette .

Le volume V_i retenu par le plateau i est supposé le même pour tous les plateaux : $V_i = V$

Soient h_i et \bar{d}_i respectivement la hauteur et le diamètre du plateau i .

$$V_i = \frac{\pi (\bar{d}_i)^2}{4} \cdot h_i$$

La composition moyenne X de la charge se calcule comme suit:

$$X = \frac{V_B X_B + \sum V_i X_i + V_R X_R}{V_B + \sum V_i + V_R} = \frac{V_B X_B + V \sum X_i + V_R X_R}{V_B + 18 V_i + V_R}$$

On choisit $X_R = 0,75$ et $X_w = 0,05$; $V_B = 201$; $V_R = 11$

calcul de V_i :

$$V_i = \frac{\pi}{4} \cdot (\bar{\phi})^2 \cdot h_i$$

$$\bar{\phi}_i = 1 \text{ dm}$$

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

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

D'après la fig 13 on en déduit la composition du liquide

sur chaque plateau . En numérotant les plateaux à partir du bouilleur , on trouve:

Plateau n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
X	0,1775	0,3475	0,4775	0,5609	0,620	0,6615	0,7	0,73	0,75	0,767	0,78	0,7835	0,7975	0,8045	0,8105	0,8155	0,8195	0,823

Calcul de X:

$$X = \frac{20 \cdot 0,005 + 0,1256 \sum X_i + 1 \cdot 0,75}{20 + 78 \times 0,1256 + 1} = 0,14$$

2°) Calcul approximatif du temps nécessaire pour atteindre le régime permanent:

Le sujet a été traité par Berg et James mais vu le nombre de variables et la complexité des relations qui interviennent , même pour un binaire , on se contente de mentionner les résultats:

La mise en régime s'établit à taux de reflux infini, le condenseur est total et sa capacité est nulle .

$$\frac{t}{\tau} = \frac{\alpha^n}{\phi(\alpha-1)n \ln \alpha} \cdot \text{Log} \frac{1}{e}$$

avec $e = \left(\frac{x_D}{1-x_D} \right)_f - \left(\frac{x_D}{1-x_D} \right)_t$

$$e = \left(\frac{x_D}{1-x_D} \right)_f - \left(\frac{x_w}{1-w} \right)$$

et $\tau = \frac{n \cdot Z_1}{W_{gm}}$

n : nombre de plateaux théoriques .

α : volatilité relative moyenne.

ϕ : fonction de n.Log , elle est donnée dans les tableaux.

Z_1 : liquide retenu sur un plateau reporté à la section

droite de la colonne .

W_{gm} : débit massique de vapeur reportée à la section droite de la colonne .

$Z_1 \equiv \text{Kg/m}^2$ de plateau .

$W_{gm} = \text{Kg/m}^2 \cdot \text{heure}$.

L'indice f désigne la valeur atteinte en régime établi
l'indice t se reporte à une valeur donnée à un instant quelconque
avant le régime permanent.

Calcul de la masse du liquide retenu par m² (Z_L)

Soit ϕ le diamètre du plateau, $\phi = 10^{-1} \text{ m}$

Soit h la hauteur du liquide sur le plateau, $h = 0,016 \text{ m}$

la densité moyenne est $D = 0,81$

- le section droite S de la colonne se calcule comme suit: $S = \frac{\pi}{4} \phi^2 = \frac{\pi}{4} \cdot 10^{-2}$

$S = 0,785 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$. En tenant compte du gradient hydraulique du liquide sur le plateau, on trouve $Z_L = \frac{\pi \cdot \phi^2 \cdot h \cdot D}{4 \cdot 2 \cdot S}$

$$Z_L = \frac{3,14 \cdot 10^{-2} \cdot 0,016 \cdot 0,81 \cdot 10^3}{8 \cdot 0,785 \cdot 10^{-2}} = 6,5$$

On suppose qu'on a un nombre de plateaux théoriques $N = 10$

Calcul du débit massique de vapeur reporté à la section droite de la colonne

W_{gm} :

On calcule ce débit pour deux valeurs du débit volumique de condensat :

- le débit volumique maximum (V_{max})
- le débit volumique minimum (V_{min})

Soit D la densité du condensat

$$D = V = 3600$$

$$W_{gm} = \frac{D \cdot V}{S}$$

$$[W_{gm}] = \text{kg/m}^2 \cdot \text{heure}$$

$$[V] = \text{L/s}$$

$$[D] = \text{kg/l}$$

$$[S] = \text{m}^2$$

Débit condensat	$2,33 \cdot 10^{-3}$	$10,59 \cdot 10^{-3}$
Densité	0,8163	0,8313
S	$0,785 \cdot 10^{-2}$	$0,785 \cdot 10^{-2}$
W_{gm}	872,43	4038,4

0,8163

54

Calcul de la volatilité moyenne :

Connaissant X_w et X_D , on considère tous les points de la courbe d'équilibre dont la composition de la phase liquide est comprise entre X_w et X_D . Soit i un point de la courbe d'équilibre dans la composition X_i est comprise entre X_w et X_D , et α_i la volatilité relative correspondant à cet équilibre : $\alpha_i = \frac{X_i}{y_i} \cdot \frac{1-y_i}{1-X_i}$

$$\alpha_m = (\alpha_1 \cdot \alpha_2 \cdot \dots \cdot \alpha_k)^{1/k}$$

α_m étant la volatilité moyenne, on choisit : $\frac{\left(\frac{X_D}{1-X_D}\right)_f - \left(\frac{X_D}{1-X_D}\right)_t}{\left(\frac{X_D}{1-X_D}\right)_f - \left(\frac{X_w}{1-X_w}\right)_f}$

$X_w = 0,01$

$X_{df} = 0,8$

$X_{dt} = 0,5$

Ces trois données permettent le calcul de n

la connaissance de M_{gm} , Z_e et n permet le calcul de $\tau = \frac{n \cdot Z_e}{w_{gm}}$
 $[t] = \text{heures}$

Debit vapeur	X_w	X_{df}	X_{dt}	e	$\ln \frac{1}{e}$	Z_e	w_{gm}	n	α	τ	$n \ln q$	Φ	t
V_{min}	0,01	0,8	0,5	0,752	0,28	6,5	872,4	10	2,7	0,074	9,94	1	25
V_{max}	0,01	0,8	0,5	"	"	"	4038,4	"	"	0,016	9,94	1	5

On voit bien que le régime permanent est atteint après 5 heures de marche

Exploitation des resultats experimentaux.

1) cas où on travaille à la pression atmosphérique :

A) Calcul de l'efficacité Murphree: soient X_{n+1} et Y_{n+1} les compositions respectives

du liquide et de la vapeur arrivant sur le plateau de rang n.

Comme on travaille à reflux total, la droite opératoire coïncide avec la première bissectrice, donc X_n est égale à Y_{n+1} et X_{n+1} est identique à Y_n .

Y_n^* se déduit de la courbe d'équilibre liquide-vapeur, connaissant X_n .

La figure 15 indique les différentes lectures effectuées sur la courbe

d'équilibre

$$\text{On en déduit que : } E_{mv} = \frac{Y_n - Y_{n-1}}{Y_n^* - Y_{n-1}} = \frac{X_{n+1} - Y_{n-1}}{Y_n^* - Y_{n-1}}$$

b) Calcul du débit de vapeur:

Soit Q le débit du condensat recueilli

Soit ρ sa densité.

Si on note G le débit massique du condensat.

$$G = Q \times D$$

G est également le débit massique de la vapeur dans la colonne.

On assimile la vapeur à un gaz parfait et on lui applique la loi de

Boyle-Mariotte: $P V = n R T$

Où n est le nombre de moles dans le débit de vapeur.

$$[N] = \frac{\text{moles}}{s}$$

P = la pression atmosphérique

R = la constante des gaz parfaits

T = température moyenne dans la colonne

V = le débit volumique de la vapeur

$$[P] = \text{atm}$$

$$[R] = \text{l. atm. K}^{-1} \text{ mole}^{-1}$$

$$[T] = K$$

$$[V] = \frac{\text{l}}{s}$$

COURBE D'EQUILIBRE EAU-ETHANOL

PRESSION = 760 mmHg

FIGURE 14

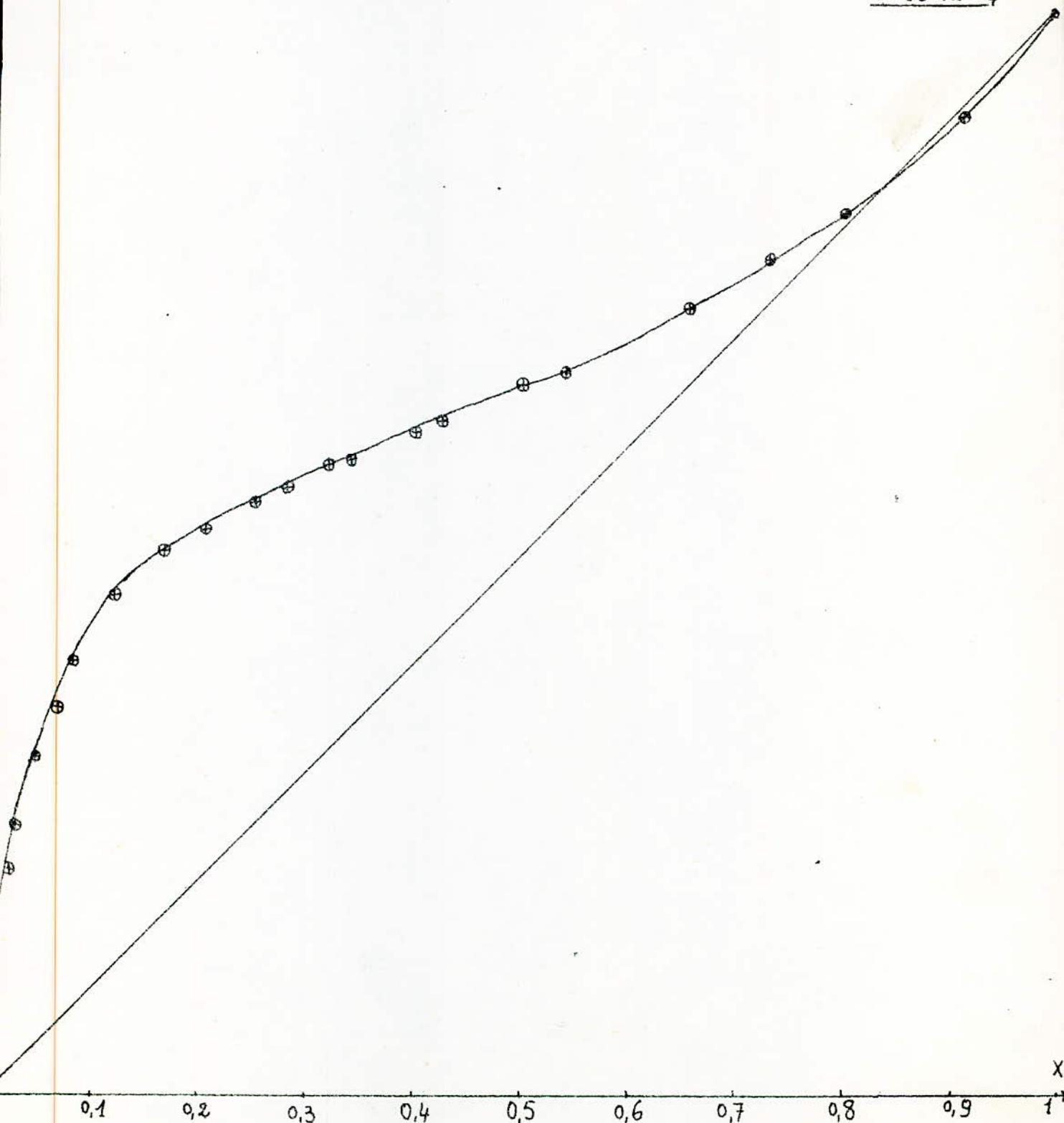


FIGURE 15

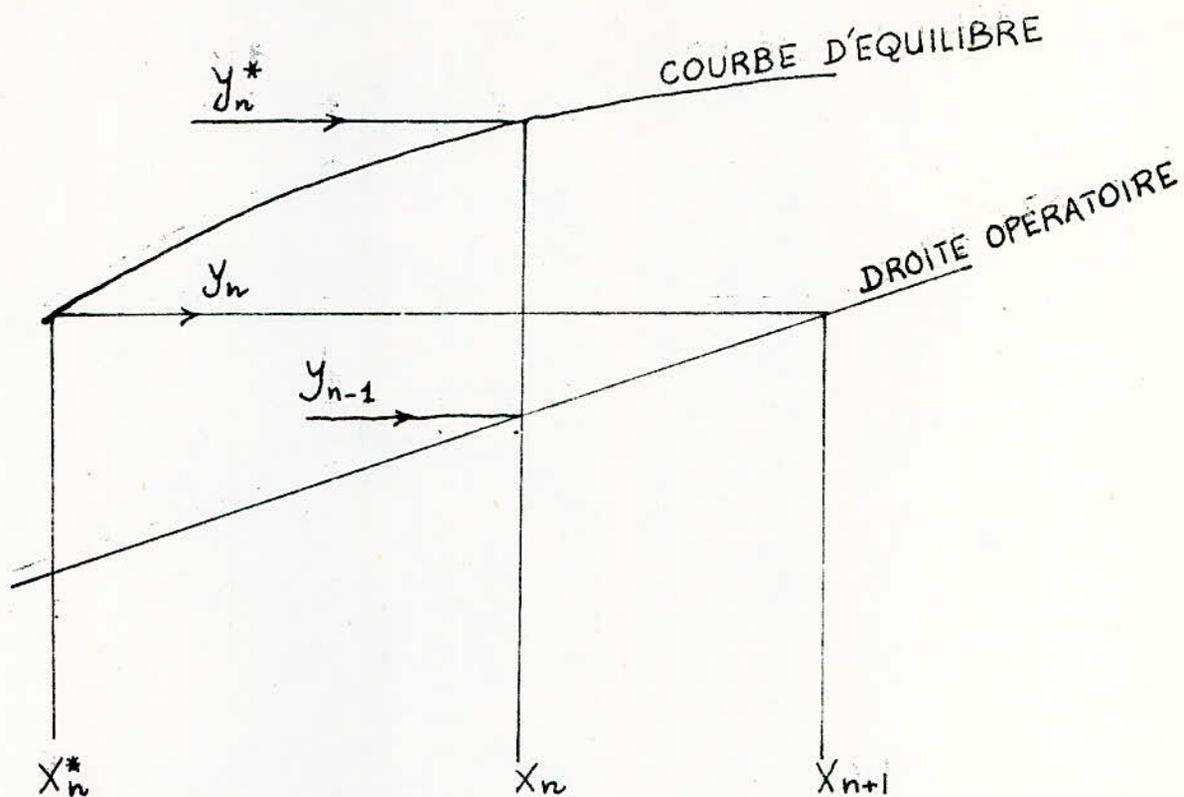
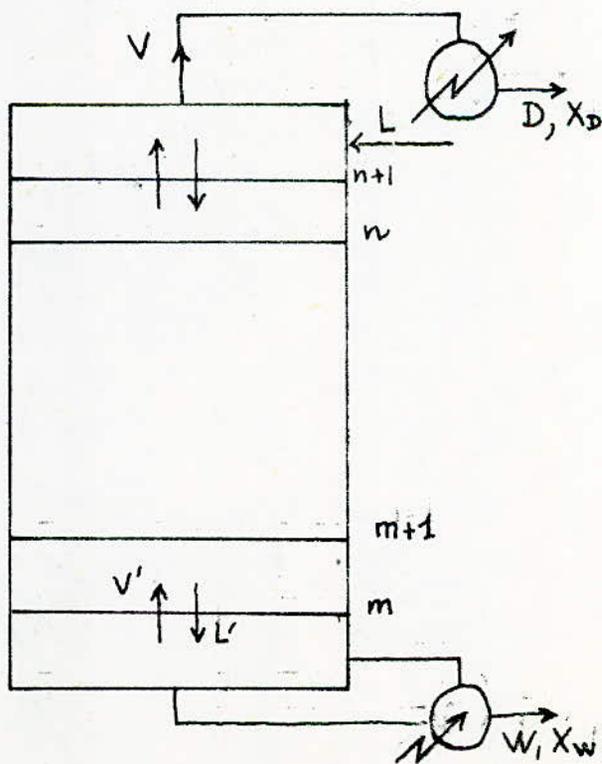


FIGURE 15'



Connaissant la densité du condensat à une température donnée,

On trouve dans la littérature; le pourcentage massique en Ethanol (m_{et}) correspondant à ce condensat.

pour calculer le nombre total de moles n , il faut calculer separement le nombre de moles d'ethanol n_{et} et le nombre de moles d'eau n_e .

En gardant les mêmes notations pour les masses molaires et les pourcentages massiques respectifs de l'ethanol et de l'eau on écrit:

$$M_{et} = 46 \text{ g}$$

$$M_e = 18 \text{ g}$$

$$n_{et} = \frac{G \cdot m_{et}}{46 \cdot 100} = \frac{Q \cdot D \cdot m_{et}}{46 \cdot 100}$$

$$n_e = \frac{G \cdot (100 - m_{et})}{18 \cdot 100}$$

$$n = n_{et} + n_e$$

$$V = \frac{n \cdot R \cdot T}{P}$$

$$[V] = \text{l}/\text{h}$$

$$R = 0,082 \text{ l atm mole}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

$$[Q] = \text{m}^3/\text{h}$$

Pour exprimer le debit de vapeur en m^3/h , on convertit V en m^3/h

et on le reporte à la section droite S de la colonne exprimée en m^2

$$S = 0,785 \cdot 10$$

Les resultats sont recapitulés dans le tableau 2 et la representation graphique de l'efficacite Murphree en fonction du debit de vapeur est donnée par la figure (16)

Debit Condensat (cc/s)	Densité	% Poids	n _{ET}	n _E	n	T _m (K)	P (atm)	η_{vap}	η_{liq}	Y _{m-1}	X _{m-1}	Debit Vapeur		% E _{mg}
												cc/s	mg/s	
2,330	0,8163	90,60	0,037	0,010	0,047	355,07	0,9993	1,3605	1,3612	0,310	0,340	1369,39	0,174	11
2,728	0,8175	90,15	0,044	0,012	0,056	355,24	0,9998	1,3555	1,3577	0,190	0,230	1638,49	0,209	12
3,796	0,8177	90,10	0,061	0,017	0,078	355,24	0,9998	1,3605	1,3615	0,310	0,350	2282,73	0,291	15
4,915	0,8212	88,80	0,078	0,025	0,103	354,78	0,9981	1,3605	1,3617	0,300	0,360	3002,57	0,382	22
6,441	0,8202	89,14	0,102	0,032	0,134	355,09	0,9978	1,3575	1,3602	0,225	0,302	3919,24	0,499	25
7,118	0,8321	84,55	0,109	0,051	0,160	361,33	0,9986	1,3445	1,3550	0,100	0,200	4735,47	0,603	30
8,136	0,8208	88,95	0,129	0,041	0,170	355,33	0,9982	1,3590	1,3612	0,265	0,340	4965,35	0,632	25,6
8,729	0,8179	90,00	0,139	0,039	0,178	355,92	0,9984	1,3559	1,3599	0,190	0,280	5248,58	0,668	27,5
9,152	0,8151	92,40	0,149	0,032	0,181	355,85	0,9991	1,3575	1,3607	0,225	0,320	5994,72	0,674	30
9,322	0,8208	88,90	0,148	0,047	0,195	356,20	0,9984	1,3535	1,3590	0,157	0,262	5704,20	0,726	31
10,593	0,8313	84,85	0,162	0,074	0,236	358,76	0,9993	1,3530	1,3588	0,152	0,257	6959,36	0,886	31

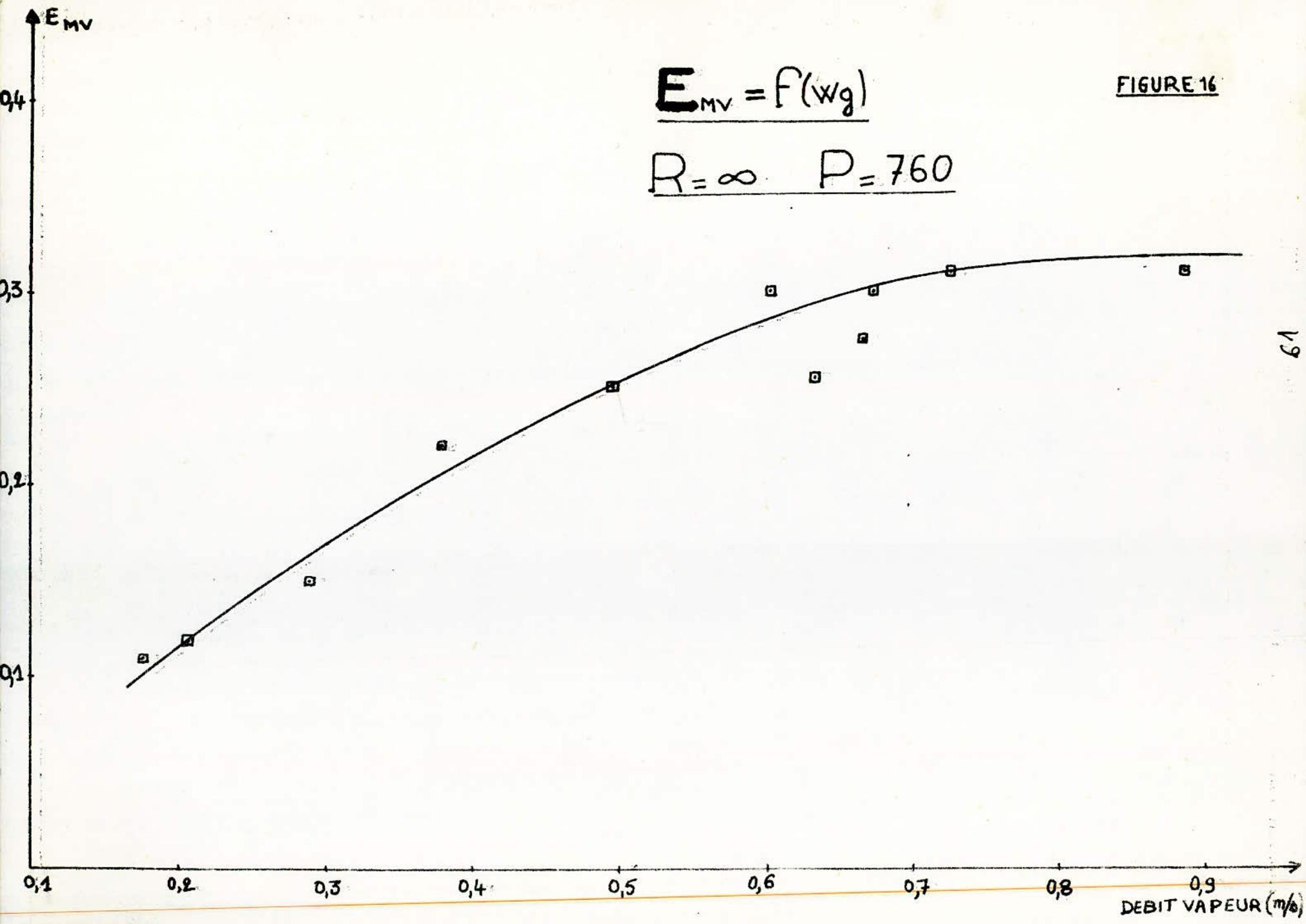
TABLEAU 2

60

FIGURE 16

$$E_{MV} = f(wg)$$

$$R = \infty \quad P = 760$$



EXEMPLE de CALCUL

Soient T_m et P respectivement la température moyenne et la pression, dans la colonne

$$(T_m) = K$$

$$(P) = \text{atm}$$

On mesure toutes les températures indiquées par les thermocouples situées entre le bouilleur et l'entrée du condenseur:

T_1	T_2	T_3	T_4	T_5	T_6	T_7	T_8	T_9	T_{10}	T_{11}	T_{12}	T_{13}	T_{14}	T_{15}	T_{16}	T_{17}	T_{18}	T_{19}	T_{20}	T_{21}
94	94	84,5	82,5	78,5	83	82,5	81,5	82	81,5	80,5	80	79	73,5	80	81,5	81,5	80	79	82,5	82,5

$$T_m = \frac{\sum_{i=1}^{21} T_i}{\sum_{i=1}^{21} 1} = 82,07^\circ\text{C} = 355,07\text{K}$$

P étant la pression atmosphérique; on la lit sur un barometre placé dans le

LIEU DE TRAVAIL; $P = 759,5 \text{ mmHg} = 0,9993 \text{ atm}$

le debit de condensat $Q = 2; 33$

sa densité $D = 0,8163 \Rightarrow m_x = 90,6\%$

$$G = Q \times D = 1,902 \text{ g/s}$$

$$n_{\text{et}} = \frac{1,902 \times 90,6}{46 \cdot 100} = 0,038 \quad ; \quad n_e = \frac{G \cdot (100 - m_x)}{18 \cdot 100} = 0,009$$

$$n = n_{\text{et}} + n_e = 0,047 \quad ; \quad R = 0,082 \text{ l.atm.K}^{-1}\text{mole}^{-1}$$

$$V = \frac{0,047 \cdot 0,082 \cdot 355,07}{0,9993} = 1,369,39 \text{ l/s} \quad ; \quad S = 0,785 \cdot 10^{-2} \text{ m}^2$$

$$Q_{\text{kg}} = 1,3618 \text{ ce qui donne } x_m = 0,35 \Rightarrow y_m = 0,34$$

$$Q_{\text{vap}} = 1,3577 \Rightarrow x_m = y_m = 0,31 \text{ d'où } y_n = 0,58$$

$$E_{\text{riv}} = \frac{(0,34 - 0,31) \cdot 100}{0,58 - 0,31} = 11,1\%$$

2) cas où on travaille à la pression $P = 380 \text{ mm Hg}$

a) Calcul de l'efficacité murphrée: on a vu qu'à la pression atmosphérique, le

calcul de l'efficacité est basé sur des prélèvements effectués dans les phases vapeur et liquide. Or, en diminuant la pression, les prélèvements de la phase vapeur s'avèrent très difficiles d'où on a été ramené à calculer l'efficacité en mesurant la composition de la phase liquide de deux (2) plateaux successifs.

Considérons les plateaux de rangs $n-1$ et n , ces plateaux reçoivent respectivement les liquides de compositions X_n et X_{n+1} ; on travaille à un taux de reflux $R = 10$, donc la droite opératoire ne coïncide pas avec la première bissectrice et pour la tracer il faut déterminer sa pente et son ordonnée à l'origine.

L'équation de cette droite se déduit en effectuant un bilan matière:

$$Y_n = \frac{R}{R+1} X_{n+1} + \frac{X_0}{R+1}$$

la pente de cette droite est: $\frac{R}{R+1} = \frac{10}{11} = 0,909$

son ordonnée à l'origine: $\frac{X_0}{R+1}$

Pour chaque mesure on calcule l'ordonnée à l'origine et par conséquent on a une nouvelle droite opératoire. la courbe (fig 17) montre les différentes lectures effectuées pour le calcul de l'efficacité.

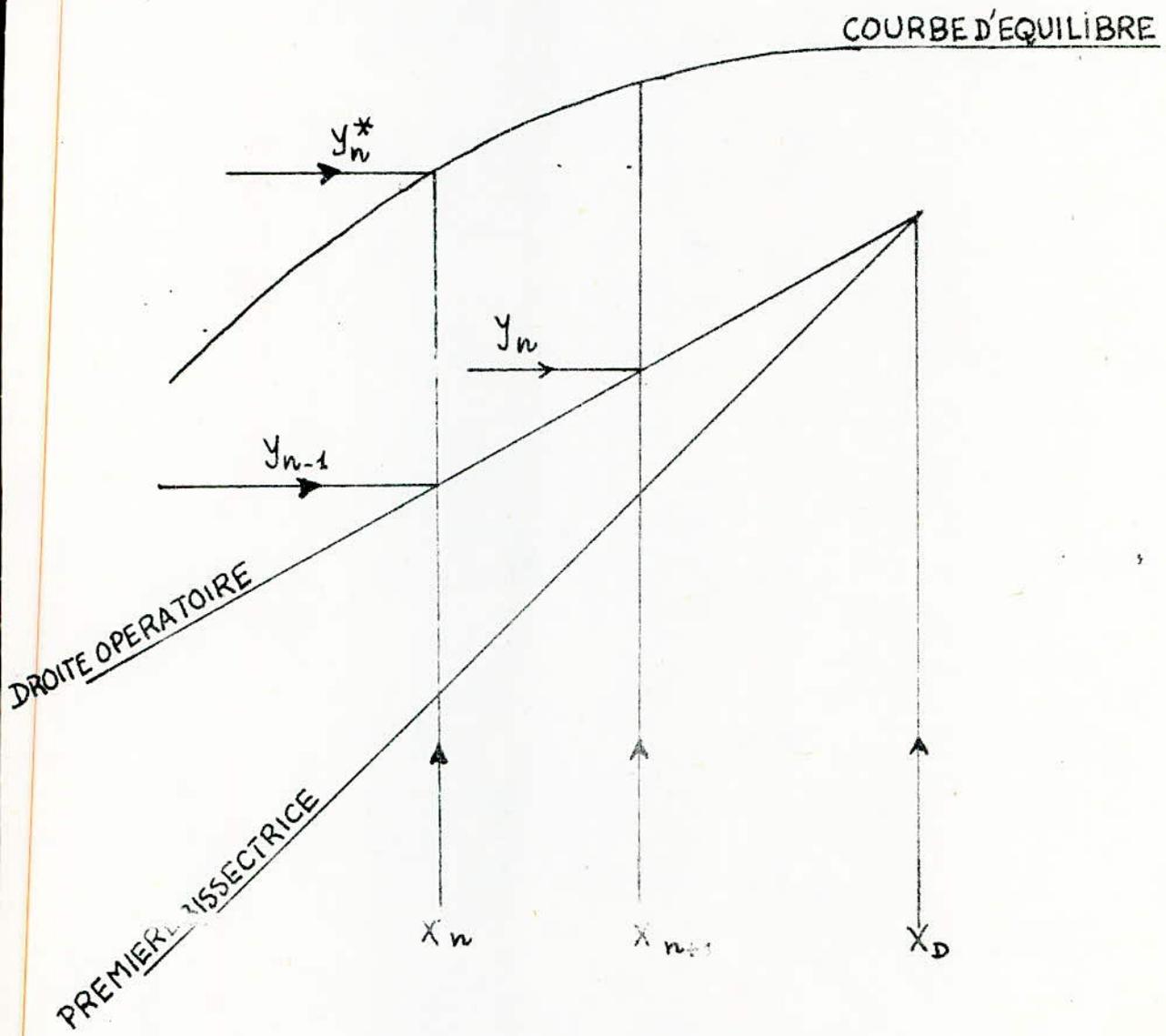
Remarque: la courbe d'équilibre eau-ETHANOL est donnée à $P = 380 \text{ mm Hg}$ (fig 18)

b) Calcul du débit de vapeur:

Soit D le débit de distillat et L le débit du reflux. le taux de reflux

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

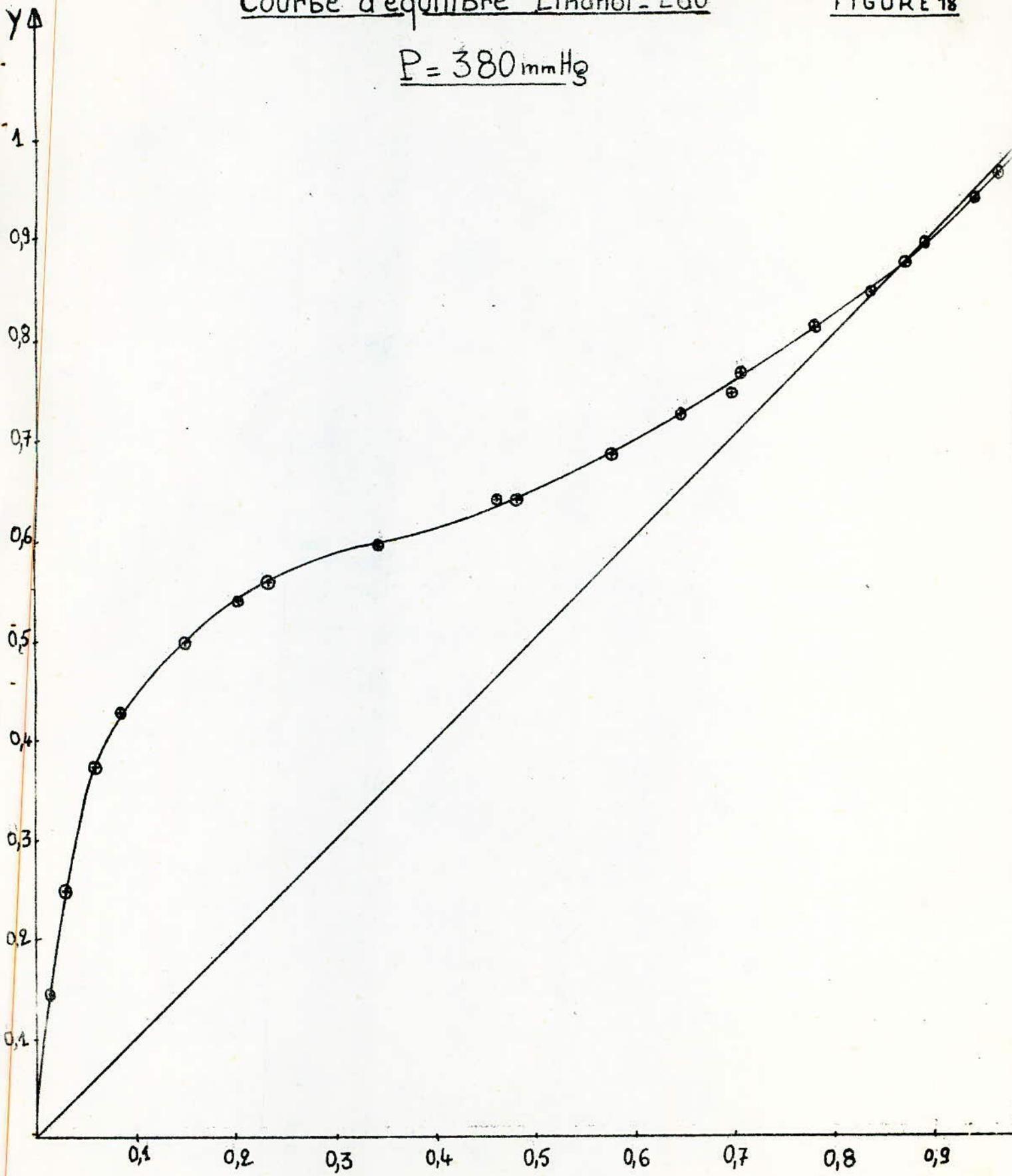
FIGURE 17



Courbe d'équilibre Ethanol - Eau

FIGURE 18

P = 380 mmHg



Le debit de condensat serait alors $Q = L + D = R \cdot D + D = (R + 1) \cdot D$

D ce mesure de la même manière que Q, c'est-à-dire on mesure le temps nécessaire pour recueillir un volume connu de condensat.

$$R = 10$$

d'où $Q = 11 \cdot D$

Une fois Q calculé, on procede de la même façon que précédemment.

Ces resultats sont donnés dans le tableau recapitulatif 3 et les variations de E_{TV} en fonction du debit de vapeur sont représentées sur la figure (13)

3) Calcul de l'efficacité globale E de la colonne:

Rappelons la definition de l'efficacité globale d'une colonne (ou d'une serie de plateaux) :

$$E = \frac{\text{nombre de plateaux théoriques assurant un enrichissement donné}}{\text{nombre de plateaux reels assurant le même enrichissement}}$$

Le nombre de plateaux reels est imposé par le constructeur; dans notre cas on a dix-neuf (19) plateaux .

le nombre de plateaux théoriques est déterminé par la methode de Mac Cabe Thiele.

a) Methode de Mac Cabe Thiele: cette methode fait totalement abstraction des phenomenes thermiques. elle est basée sur les hypotheses de Lewis. En faisant les bilans matieres dans les zones de concentration et d'épuisement, on deduit les equations des droites operatoires . La representation graphique s'effectue à l'aide d'un diagramme (X,Y) sur lequel sont reportées la courbe d'équilibre liquide-vapeur, ainsi que les droites operatoires .

Debit Condensat (cc/s)	Densité	% Poids	η_{ET}	η_E	η	$T_m(K)$	$P(atm)$	η_m	η_{m2}	X_n	X_{n1}	Debit Vapeur		% E _{mv}
												cc/s	m/s	
1,194	0,8208	88,95	0,019	0,006	0,025	340,24	0,5	1,3605	1,3612	0,310	0,340	1389,40	0,177	11,1
3,400	0,8221	88,45	0,054	0,018	0,072	342,74	0,5	1,3602	1,3616	0,302	0,357	4026,58	0,513	19,6
5,171	0,8189	89,65	0,082	0,024	0,106	340,24	0,5	1,3570	1,3602	0,215	0,302	5959,37	0,759	26
6,620	0,8266	86,60	0,103	0,041	0,144	351,01	0,5	1,3562	1,3615	0,200	0,350	8272,28	1,054	28,57
7,150	0,8220	88,45	0,113	0,037	0,151	344,55	0,5	1,3585	1,3620	0,250	0,375	8515,48	1,085	29,34
10,300	0,8221	88,45	0,163	0,054	0,217	342,52	0,5	1,3582	1,3610	0,245	0,330	12195,36	1,553	28,20

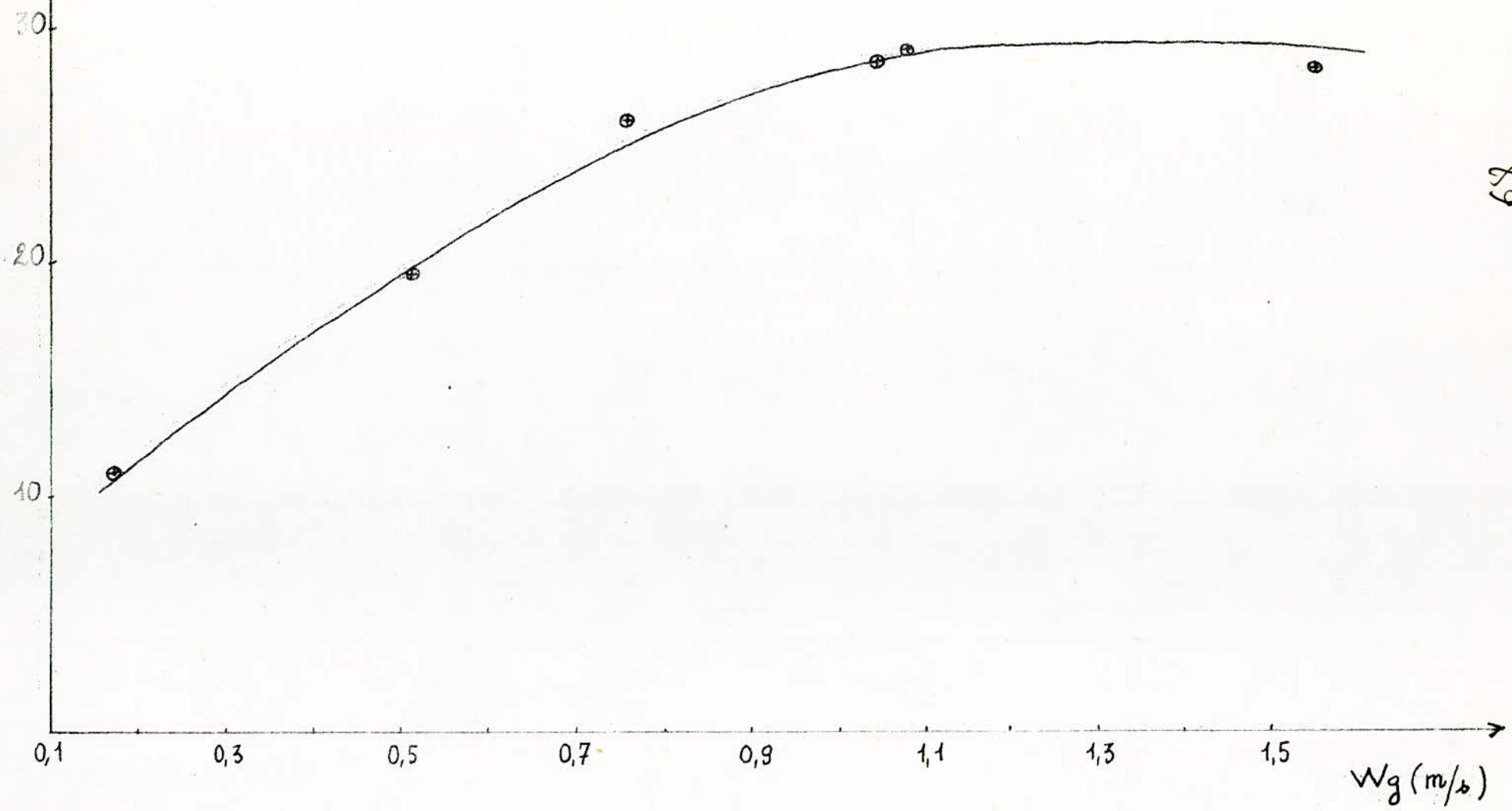
TABLEAU 3

67

COURBE REPRESENTATIVE DE $E_{mv} = f(w_g)$

FIGURE 19

$P = 380 \text{ mmHg}$, $R = 10$



68

On obtient ainsi une méthode graphique de détermination de la composition sur chaque plateau et du nombre de plateaux théoriques en traçant des gradins successifs entre les compositions X_D et X_W

- Calcul de X_D ; on a procédé par la méthode du picnomètre ; ceci permet de connaître la densité d'un condensat à une température donnée et par conséquent son pourcentage massique en ethanol (m_{et}) .

on note toujours M_{et} et M_e les masses molaires de l'ethanol et de l'eau, et m_e le pourcentage massique de l'eau.

Soit X_D la fraction molaire du condensat.

$$X_D = \frac{\frac{m_{et}}{M_{et}}}{\frac{m_{et}}{M_{et}} + \frac{100 - m_{et}}{M_e}} = \frac{\frac{m_{et}}{46}}{\frac{m_{et}}{46} + \frac{100 - m_{et}}{18}}$$

-Calcul de X_W : X_W est déterminé en mesurant l'indice de réfraction du liquide au bouilleur; à la fin de l'expérience.

a) variation de l'efficacité globale E avec le débit de vapeur :

On travaille à la pression atmosphérique et à un reflux total.

Pour chaque valeur du débit on calcule l'efficacité de la colonne par la méthode de Mac Cabe Thiele.

LA DÉTERMINATION DU DÉBIT a été donnée dans le paragraphe [E.1- b]

-Calcul de l'efficacité globale :

EXEMPLE: pour un débit égal à $3919,24 \text{ cc/s}$

Nous Avons : $X = 0,762$

$X = 0,020$

$N_r = 19$

$N = 4,94$

d'où: $E = \frac{4,94}{19} = 26\%$

N_r et N étant respectivement les nombres de plateaux théoriques et réels.

Les resultats de cette experience sont donnes sous forme de tableau

(tab 4) et la courbe representative de variations de E en fonction de W_G est donnee sur la figure 20.

F-Interpretation des resultats

Pour l'etude de l'efficacité on s'est limité aux trois premiers plateaux vu l'inconvenient que presente la courbe d'etalonnage pour les indices de refraction superieurs à 1,36 (fig 12) .

1) Variation de l'efficacité Murphree en fonction du debit de vapeur :

On a constaté que l'efficacité Murphree varie presque lineairement avec le debit de vapeur W_G , pour les faibles valeurs de ce dernier, puis devient constante lorsque W_G augmente .

Cela peut être interpreté comme suit:

Le faible debit de vapeur ne permet pas un bon barbotage sur les plateaux et par suite le transfert de matiere entre phases n'est pas tres important ce qui se traduit par une elevation de l'efficacité.

On continue alors à augmenter le debit de vapeur jusqu' à ce que l'efficacité ne varie plus ; dans ce cas , on peut supposer qu'on a obtenu le meilleur contact entre phases , et si on continue à augmenter W_G on observe une chute de l'efficacité ; on dit qu'on a atteint l'engorgement c'est à dire que les vapeurs abondantes sont freinées au niveau du plateau et empêchent l'ecoulement du liquide . On a alors une augmentation de plus en plus importante du liquide retenu (hold up), ce qui a un effet negatif sur l'efficacité du plateau.

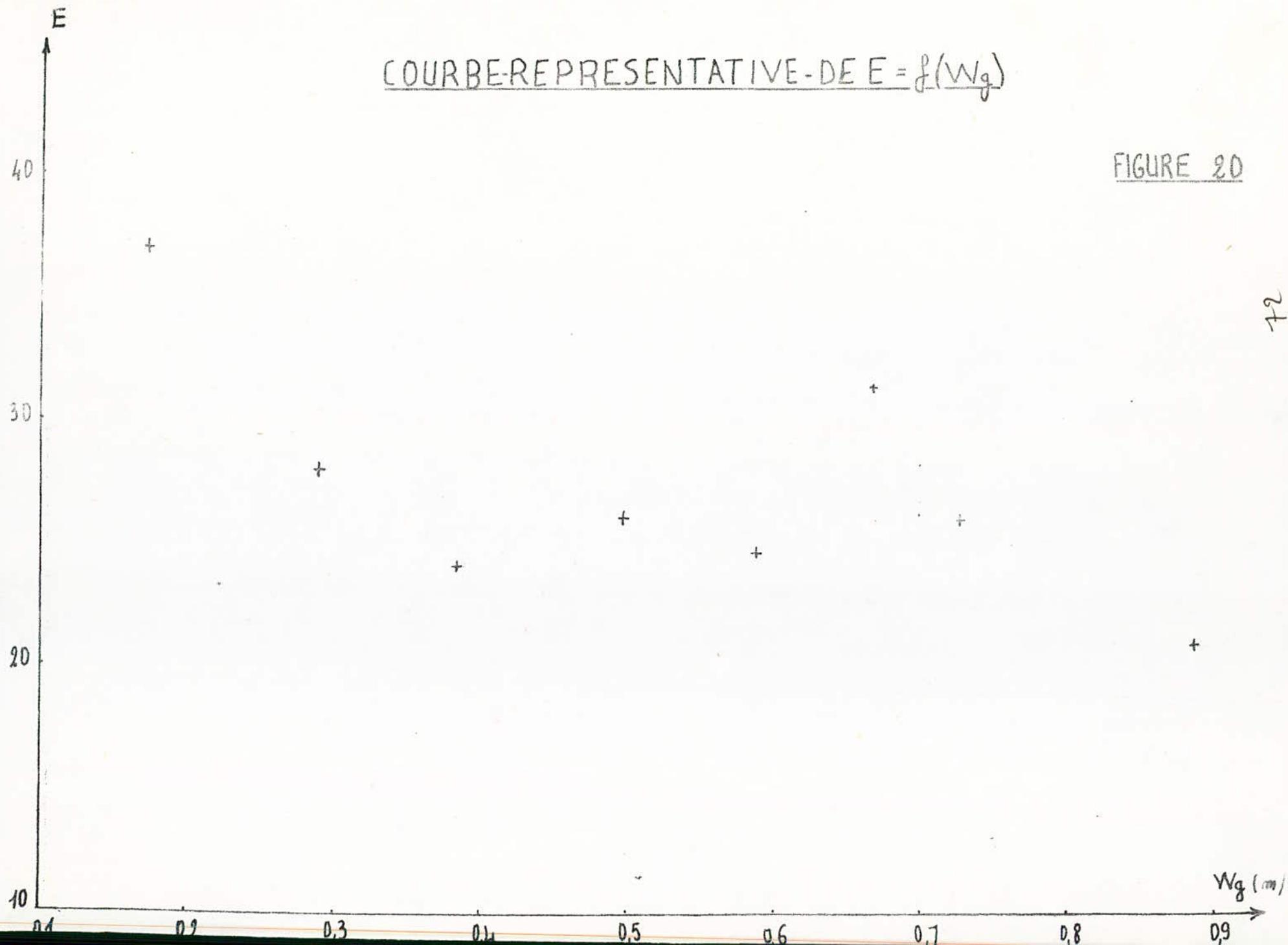
Ce pendant dans notre cas, on n'a pas observé cette dernière etape, car on ne pouvait pas augmenter la temperature de chauffe plus de 150° C,

Debit Condensat (cc/s)	Densité	% Poids	n_{ET}	n_E	n	T_m (K)	P (atm)	X_D	X_W	N_{th}	N_R	Debit vapeur		%E
												cc/s	m/s	
2,330	0,8163	90,60	0,037	0,010	0,047	355,07	0,9993	0,790	0,001	7	19	1369,39	0,174	37
3,796	0,8177	90,10	0,061	0,017	0,078	355,24	0,9998	0,780	0,052	5,3	19	2282,73	0,291	28
4,915	0,8212	88,80	0,078	0,025	0,103	354,78	0,9981	0,756	0,045	4,54	19	3002,57	0,382	24
6,441	0,8202	89,14	0,102	0,032	0,134	355,09	0,9978	0,762	0,020	4,94	19	3919,24	0,499	26
7,542	0,8214	88,70	0,119	0,039	0,158	355,26	0,9981	0,754	0,025	4,68	19	4623,18	0,588	24,66
8,728	0,8179	90	0,139	0,040	0,179	355,92	0,9984	0,778	0,005	6	19	5242,58	0,668	31,5
9,322	0,8208	88,90	0,148	0,047	0,195	356,20	0,9984	0,758	0,015	4,92	19	5704,20	0,726	26
10,593	0,8313	84,85	0,162	0,074	0,236	358,76	0,9993	0,686	0,002	4	19	6959,36	0,886	21

TABLEAU 4

COURBE-REPRESENTATIVE-DE $E = f(W_g)$

FIGURE 20



72

donc on s'est limité à des débits inférieurs à 1 m/s . Or, d'après les travaux de KIRSCHBAUM, l'engorgement est atteint pour des débits de vapeur supérieurs à $1,5 \text{ m/s}$ [2] ; ce même groupe de chercheurs trouve que l'efficacité varie entre 0,3 et 1, en fonction du débit, alors que dans notre cas elle varie entre 0,1 et 0,32.

Cela peut s'expliquer de la manière suivante :

- la construction de la colonne et des plateaux influe sensiblement sur l'efficacité, et dans notre cas on a travaillé sur une colonne de faible diamètre ($\phi = 140 \text{ mm}$) munie de dix-huit plateaux à calottes.
- la construction des calottes, leur disposition et leur nombre influent également sur l'efficacité, les plateaux dont on dispose sont munis chacun de deux calottes seulement, ce qui entraîne une augmentation du liquide retenu par le plateau et une diminution du transfert de matière.
- les plateaux sont assez voisins pour qu'il y ait entraînement des gouttelettes du liquide par la vapeur, ce qui diminue l'efficacité.

2) Influence de la pression sur l'efficacité: [FIGURE 21]

D'après les expériences de KIRSCHBAUM [2] une diminution de pression entraîne une légère augmentation de l'efficacité et du débit de vapeur admissible, ce qui ne concorde pas avec nos résultats. Cela peut s'expliquer par le fait qu'on n'a pas fait varier uniquement la pression mais aussi le taux de reflux, vu les difficultés rencontrées dans la pratique: le taux de reflux est proportionnel au rapport $\frac{L}{V}$, qui dans le cas où on travaille à reflux total, est égal à 1 et dans le cas où on travaille à $R=10$, est inférieur à 1; dans ce cas sa valeur se calcule de la manière suivante:

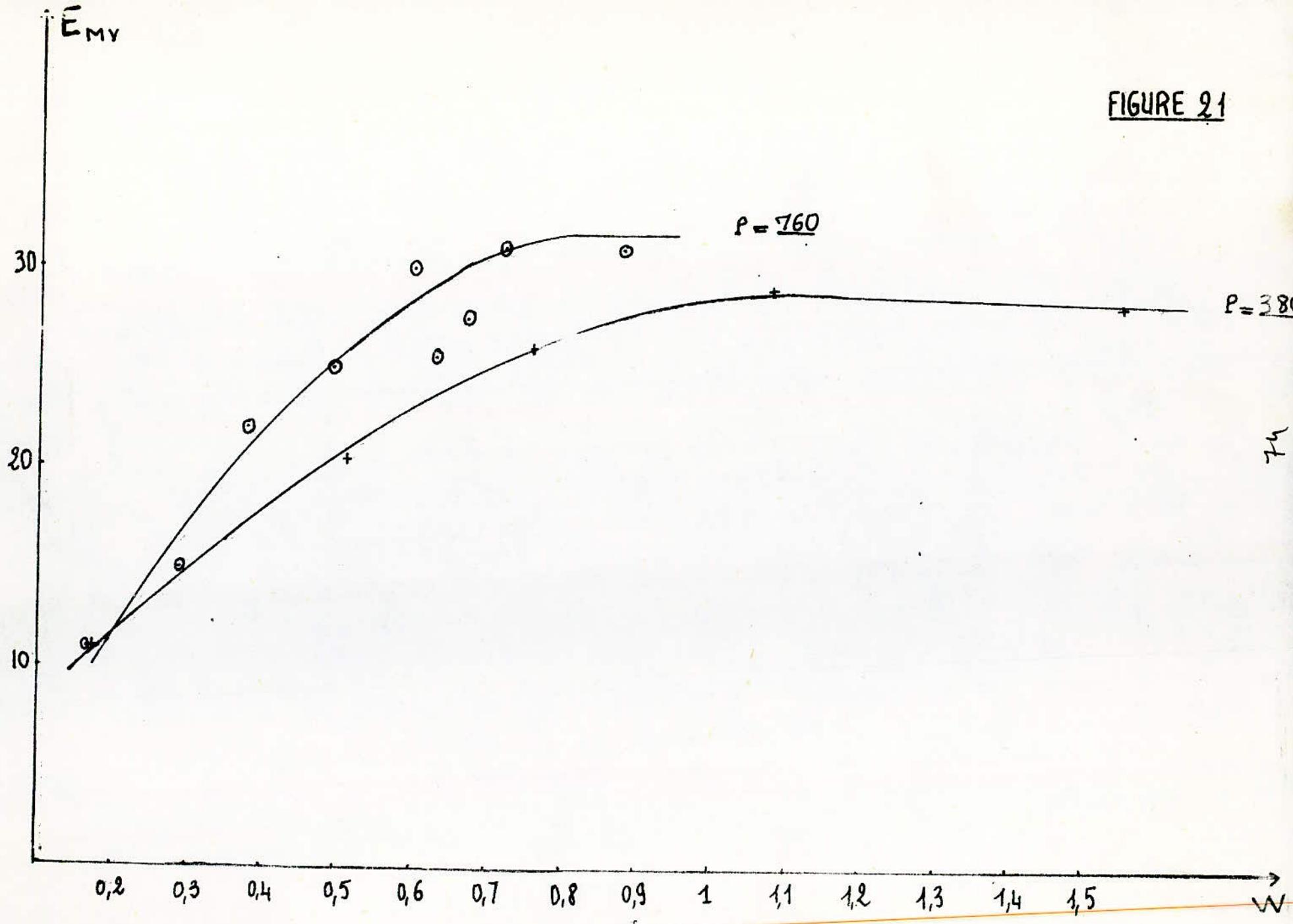
$$\begin{cases} V = L + D \\ \frac{L}{D} = 10 \Rightarrow D = \frac{L}{10} \end{cases}$$

$$V = L + \frac{L}{10} = \frac{11}{10} L \Rightarrow \frac{L}{V} = \frac{10}{11} = 0,909$$

On peut également expliquer l'écart entre ces deux courbes par la variation des autres paramètres physicochimiques avec la température, comme la viscosité, la volatilité la tension superficielle...etc.

ce pendant, on constate que l'efficacité se stabilise plus rapidement à la

FIGURE 21



74

On peut également expliquer l'écart entre ces deux courbes par la variation des autres paramètres physico-chimiques avec la température, comme la viscosité, la volatilité, la tension superficielle...etc..

Cependant, on constate que l'efficacité se stabilise plus rapidement à la pression atmosphérique. Une méthode permettant de déterminer l'influence de la pression sur l'efficacité est le calcul du coefficient F donné par une formule empirique [2] :

$$F = W_G \sqrt{\rho_g}$$

où W_G = vitesse linéaire de vapeur (c m/s)

ρ_g = densité du gaz (g/ cm³)

si F reste constant, on peut conclure que les variations de pression n'influencent pas sur l'efficacité.

3) Variation de l'efficacité globale avec le débit de vapeur

D'après la relation reliant l'efficacité globale E à l'efficacité murbrée E_a

$$E_a : e = E = \frac{E_a [1 + E_a (\lambda - 1)]}{E_a \lambda}$$

On voit que E varie dans le même sens que E_a ; d'après nos résultats on voit que l'efficacité globale se stabilise au voisinage de 26% pour des débits compris entre 0,3 et 0,7; pour les faibles débits on a un point indiquant l'élévation de E jusqu'à 37% pour les grands débits on a également un point indiquant une chute de E jusqu'à 21%. Donc on peut rien conclure dans ces deux zones extrêmes, car il faut avoir plus de points.

Cependant on peut dire que l'efficacité globale de la colonne E.I.V.S. est de l'ordre de 26%.

IV : Conclusion générales.

Notre travail a été destiné pour le calcul de l'efficacité individuelle d'un plateau à calottes et de l'efficacité globale de la colonne E.I.V.S , sous l'influence de plusieurs paramètres .

Cette première étude nous a permis de mettre en application une méthode de mesure de l'efficacité de Murphrée.

On a comparé nos résultats à ceux trouvés par Kirsehbaum et son équipe et on essaye d'interpréter les écarts sur la base de nos données physiques et techniques.

On peut dire que notre travail rentre dans le cadre des recherches de bases puisque la construction des éléments de l'appareil et les dispositions à adopter sont du ressort des spécialistes.

Nos résultats peuvent être admis pour la colonne dont on dispose (faible diamètre , plateau à deux calottes seulement).

On trouve une efficacité globale de l'ordre de 26%.

Pour permettre une étude plus rigoureuse de cette colonne, on a vu nécessaire de faire les propositions suivantes:

- 1) Le circuit de refroidissement est à vérifier(le bac , la douche , les filtres et même le débit d'eau)
- 2) Au niveau de la tête de reflux il y a un manque d'étanchéité.
- 3) Le chauffage ne fonctionne pas bien , il faut vérifier le réseau électrique (résistances et système de régulation).

4) Il aurait été souhaitable d'étudier plusieurs mélanges et de voir ainsi l'influence de la tension superficielle, de la volatilité et de la viscosité sur l'efficacité Murphrée.

** BIBLIOGRAPHIE **

- 1-- Chemical Engineering Series
Desing of Equilibrium Stage processes
Mac Graw - Hill
Smith
- 2-- Destycja I Rektyfikacja W
Przemysle Chemicznym
Prof. Zdzislaw Ziolkowski
(Inzynieria Chemiczna)
- 3-- International Student Edition
Introduction to chemical - Engineering
Mac Graw - Hill
Walter L. Badger et Julius T. Bonchero.
- 4-- Les procédés de rectification dans l'industrie
Dunod Paris
A - Paris
- 5-- Technique de l'Ingénieur (J-3)
- 6-- Chemical Engineering Series
Elements of fractional distillation
Mac Graw - Hill
Robinson ET Gilliland
- 7-- Barker.P.E, Choudhury.M.H. Brit-Chem.Eng.4, 318(1959)
- 8-- Williams CHEM. ENG, progrss 46, 7 (1950)
- 9-- Zurderberg F . g; Harmens A CHEM; ENG, SCI 9 89 (1958)
- 10- English G.E, Van Winkle H CHEM; Eng 11 ; 248 (1963).

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

- SOMMAIRE -

I Introduction

II Partie theorique

* A: Theorie descriptive

* B: L'efficacité

1) Mecanisme d'interaction liquide-vapeur

2) Calcul de l'efficacité

3) Facteurs influençant l'efficacité d'un plateau

III Partie expérimentale

* A: Appareillage

* B: Mode opératoire

* C: Courbe d'étalonnage Ethanol-Eau

* D; Calculs approximatifs

* E: Exploitation des résultats expérimentaux

* F: Intréprétation des résultats

IV Conclusion générales

