

UNIVERSITE D'ALGER

5/77

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GENIE - CHIMIQUE

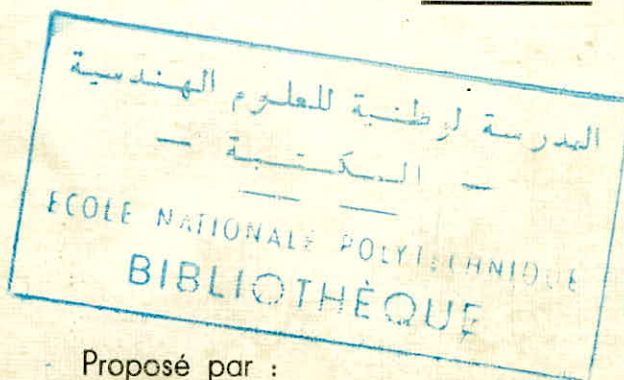
PROJET DE FIN D'ETUDES

1ED

# COLONNE DE RECTIFICATION

DEMARRAGE - TRANSFERTS THERMIQUES

TEXTE



Proposé par :

Mr DELBOUYS

Mr JOULIA

Etudié par :

Mlle STAMBOULI

Mr BELHACHEMI

A mes parents ,  
pour leur aide, leur soutien  
et leur infinie tendresse .

T. STAMBOULI

A ma mère ,  
A la mémoire de mon père .

B. BELHACHEMI

Ce projet de fin d'études a été proposé par M<sup>r</sup> DELBOUYS et M<sup>r</sup> JOULIA. Qu'ils veuillent bien trouver ici, avec nos chaleureux remerciements, l'expression de notre vive gratitude pour leur collaboration et leurs précieux conseils .

Nous tenons à remercier tous ceux qui nous ont aidé à réaliser ce projet, et plus particulièrement M<sup>me</sup> PICAUD et M<sup>r</sup> LAMRAOUI .

Nous remercions également tous les professeurs et assistants qui ont contribué à notre formation .

COLONNE DE RECTIFICATION

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

---

A l'heure où s'approchait le choix d'une carrière, nous avons souhaité faire un projet sur la colonne de rectification. Pourquoi ? Nos professeurs nous avaient donné le goût de la distillation ; notre souci de travailler pour notre pays nous portait naturellement vers un tel sujet ; notre désir était de nous confronter à des réalités concrètes et expérimentales après des études par trop théoriques.

Nous avons conscience de la difficulté de l'entreprise, car personne n'avait encore travaillé sur cette colonne de rectification offerte par l'UNESCO dans le cadre de la coopération internationale.

Au cours de ce travail, nous avons eu l'un et l'autre plusieurs objectifs dépassant le cadre étroit de nos projets.

Quant au projet Rectification :

- 1) Recueillir toute l'information technique sur l'appareil et la classer.
- 2) Faire une nomenclature soignée de tous les accessoires et les ranger
- 3) Etudier et construire tous les appareils annexes si importants pour un fonctionnement sans incident.
- 4) Faire des essais d'efficacité de la colonne à l'aide d'un mélange simple.
- 5) Envisager toutes les mesures de sécurité indispensables.

quant au projet transfert thermique :

- 1) Faire une étude thermique du circuit d'huile.
- 2) Calculer le flux thermique perdu et faire un calorifugeage adéquat afin d'économiser de précieux kilowattheures.

3) Etudier et construire un système de réfrigération en circuit fermé permettant :

- de travailler en dépit des coupures d'eau.
- de recycler l'eau de réfrigération habituellement perdue.
- de récupérer les calories rejetées elles aussi habituellement en les faisant participer au chauffage du hall en hiver.
- de construire une tour de réfrigération pour le refroidissement en été.

Nous espérons que nos efforts seront utiles à nos successeurs et permettront à ceux-ci de faire une véritable mise en valeur de cette colonne semi-industrielle.

## DESCRIPTION DE LA COLONNE

---

### I. GENERALITES

---

La colonne de rectification est une unité de distillation continue, de diamètre 100 mm, de hauteur 9 m, à commandes réglées, livrée par la société E.I.V.S. sous le numéro 713 96B. Cette unité est constituée de 18 plateaux et permet l'étude d'un type de fractionnement, de chaînes de régulation et peut fonctionner sous pression atmosphérique ou sous pression réduite (5 torrs); Elle est entièrement réalisée en verre spécial S 73201 et téflon.

Les caractéristiques du verre et un plan de colonne (schéma 1) sont donnés en annexe.

### II. QUELQUES ELEMENTS DE COLONNE

---

De tous les accessoires qui existent dans la colonne, nous décrirons quelques éléments tels que plateaux, robinets, vannes, tête de reflux et échangeurs thermiques.

#### 1. Plateaux

Les plateaux de la colonne de rectification sont en téflon et se composent de deux calottes. Le téflon ou polytétrafluoroéthylène est un matériau d'une excellente tenue à chaud et d'une résistance

pratiquement totale à la corrosion ; il rend de grands services au laboratoire là où aucun autre matériau ne donnerait satisfaction. Il se présente comme une matière blanche à surface lisse et propre, non poreuse et hydrofuge, ne s'encrassant pas et se nettoyant facilement. Il n'absorbe pas l'humidité. Sa résistance mécanique est bonne ; c'est un matériau autolubrifiant qui autorise le glissement sur d'autres matériaux sans l'emploi d'aucune graisse ou huile lubrifiante. La température d'emploi peut atteindre couramment 200°C, et monter jusqu'à 250°C. Toutes ces propriétés expliquent son utilisation dans les appareils à distiller et notamment dans les colonnes à plateaux. (schéma 2 en annexe).

## 2. Robinets

On distingue trois sortes de robinets sur la colonne : les robinets-soupape, les robinets de fond de cuve et les robinets télécommandés.

- Les robinets-soupape : présentent une grande résistance à la corrosion, une perte de charge minimum, un nettoyage très facile et un entretien réduit. Les mécanismes de ces robinets sont revêtus d'une résine "Epoxy" rouge (schéma 3 en annexe).

- Les robinets de fond de cuve : conviennent particulièrement pour éviter les volumes morts en présences de phénomènes de cristallisation, précipités, suspensions solides. Ils s'adaptent sur des tubulures inférieures (diamètre 40) de ballons, réacteurs etc... Leur montage et démontage sont très faciles et ne nécessitent pas d'opérations annexes. Les mécanismes de ces robinets sont également revêtus d'une résine "Epoxy" rouge.

- Les robinets télécommandés : sont des robinets de réglage à commande électrique.



### 3. Vannes

Les vannes ont une membrane en téflon interchangeable et peuvent être utilisées sous vide ou sous pression (schéma 4 en annexe).

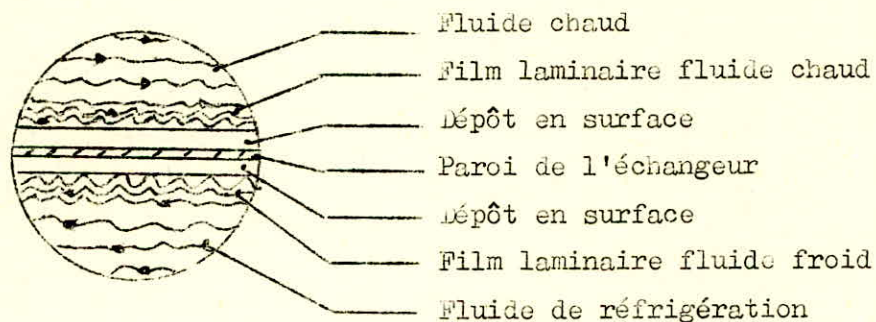
### 4. Tête de reflux

Les têtes de reflux sont présentées en deux versions ; elles sont soit à commande électro-magnétique, soit à commande électro-pneumatique. L'une et l'autre sont à condensation totale et séparation en phase liquide.

La colonne de rectification dispose d'une tête de reflux à commande électro-pneumatique anti-déflagrante, avec un mécanisme interchangeable sans démontage du verre et une position reflux total en cas de panne du circuit de commande. (schéma 5 en annexe).

### 5. Échangeurs thermiques

Dans les échangeurs thermiques le transfert de chaleur entre les deux fluides se fait par convection et conduction. De nombreuses expériences montrent que la présence de films laminaires de part et d'autre de la paroi introduit des résistances à l'échange du même ordre de grandeur que la résistance de la paroi proprement dite. Cette résistance de film est une fonction croissante de la rugosité de la paroi et de l'épaisseur du film. En particulier pour les liquides dont la conductibilité est faible (comparée à celle des métaux), la résistance due à l'épaisseur des films de liquide est supérieure à la résistance de la paroi. Le verre borosilicate permet de réduire cette résistance de film : l'état de surface qualifié de "poli au feu" (rugosité de l'ordre du micron) supprime pratiquement tout film laminaire et tout encrassement de la paroi.



Cette analyse qualitative de l'échange thermique, complétée d'une étude quantitative, met en valeur les motifs pour lesquels les échangeurs de température en verre sont fréquemment utilisés dans les industries chimiques en dépit du faible coefficient de conduction des borosilicates.

Le bon fonctionnement d'un condenseur-verre exige que certaines précautions soient prises :

- limiter la différence de température entre les vapeurs et l'eau de réfrigération à 120°C.
  - maintenir les serpentins remplis d'eau en plaçant une garde hydraulique sur la tubulure de sortie d'eau.
  - limiter la pression de l'eau admise dans les serpentins à 2 kg/cm<sup>2</sup>.
- Enfin il peut être nécessaire, dans le cas de vapeurs dont le point d'ébullition est supérieur à 200°C, d'introduire une longueur droite entre la tête de reflux et le condenseur, et de créer ainsi un réfrigérant à air intermédiaire.

### III. CONTROLE - REGULATION

---

La colonne est munie d'un système de régulation qui permet de maintenir constant ou de faire varier le taux de reflux, le préchauffage, la perte de charge et les températures à différents niveaux.

#### 1. Réglage du taux de reflux

Le réglage du taux de reflux se fait par l'intermédiaire d'un timer électronique qui permet de varier à volonté le reflux et la recette dans un rapport de 1/70 à 70/1. Il permet également de déterminer deux intervalles de temps successifs, indépendamment de l'un de l'autre en cycle continu, chaque intervalle de temps étant compris entre 1 s et 138 s. Il est stabilisé et indépendant des variations de tension du secteur. Ce timer électronique est intégré dans une armoire de contrôle général. (schéma 6 en annexe).

#### 2. Régulation de préchauffage

Pour régler la température d'introduction d'un liquide dans un appareil quelconque, une sonde thermométrique à résistance platine 100 $\Omega$  à 0°C mesure la température à la sortie du préchauffeur ; un régulateur à action proportionnelle et intégrale commande la marche d'une vanne motorisée d'alimentation huile du serpentin. (schéma 7 en annexe).

#### 3. Régulation de perte de charge

Pour maintenir la perte de charge constante (donc un débit va peut constant) un manomètre de pression différentielle à membrane mesure et retransmet en continu la perte de charge de la colonne.

Un indicateur régulateur commande une vanne à servomoteur électrique qui limite l'admission de l'huile dans le bouilleur. (schéma 8 en annexe).

#### 4. Sonde thermométrique

Pour réguler et enregistrer la température tout au long de la colonne, l'élément de mesure est un enroulement en fil de platine enrobé dans du verre et protégé par un tube perforé également en verre. La résistance est de 100Ω à 0°C et varie en fonction de la température. La limite d'utilisation est de 200°C, 2 bars. (schéma 9 en annexe).

### IV. POSTE STABILISATEUR DE TEMPERATURE

---

Ce stabilisateur est destiné à maintenir à une température constante et réglable les échangeurs à serpentin du bouilleur et du préchauffage. C'est un poste qui fonctionne aux huiles thermiques et que l'on peut réguler à 300°C en phase liquide et sous pression atmosphérique.

Le fluide est véhiculé par une électropompe en circuit fermé, ce qui assure le maintien à la température choisie avec le maximum de précision, et cela sans problème de pente, de niveau, de tracé de canalisations, d'entartrage ou de corrosion. Le vase d'expansion est incorporé dans le poste même. Ce stabilisateur à circulation d'huile est équipé d'un serpentin refroidisseur qui permet d'éliminer automatiquement un apport accidentel de chaleur et cela toujours avec la même précision.

La régulation de la température est faite au moyen d'un thermomètre à deux index réglables : le premier coupant le chauffage et le deuxième ouvrant l'électrovanne située sur le serpentin refroidisseur.

Ce poste est muni en plus de sa régulation d'un double système d'alerte visuel et sonore. (schéma 10 en annexe).

## V. GROUPE MOBILE DE VIDE

---

Dans le but d'avoir des conditions opératoires constantes, la colonne de rectification est reliée à un appareil qui mesure et régule le vide.

### - Principe :

Cet appareillage de construction robuste réunit en un seul ensemble mobile la pompe à vide, le piège de protection, le réservoir tampon, les manomètres de mesure et le dispositif de régulation du vide. Il permet de réaliser et de maintenir à une valeur constante et prédéterminée le vide dans un appareil quelconque. (schémas 1 2 et 11 en annexe).

### - Contrôle et régulation du vide :

Une prise de pression placée dans une partie froide de l'enceinte où l'on réalise le vide est reliée au manostat différentiel à mercure (P.G.E.) ainsi qu'aux manomètres (P.I.1 et P.I.2), l'un gradué de 0 à 760 mm de Hg, l'autre de 0 à 150 mm de Hg. Le vide désiré étant atteint, on ferme l'électrovanne V.1 au moyen de l'interrupteur I. Une des branches du manostat est alors isolée du restant de l'appareillage. La pression du gaz qu'elle contient sert alors de pression de référence ; toute variation de pression dans l'autre branche (pression égale à celle existante dans l'enceinte sous vide) entraînera une variation du niveau. Selon que le niveau du mercure baisse ou monte, le contact avec l'électrode de tungstène du manostat s'ouvrira ou se fermera, entraînera l'ouverture ou la fermeture de l'électrovanne V.2 par l'intermédiaire du relais électronique P.C.

Lors de la fermeture de V.2, la vanne V.4 est ouverte assurant une faible rentrée d'air pour éviter la cavitation de la pompe.

Le réservoir tampon évite que les brusques variations de pression produites par l'ouverture ou la fermeture de la vanne soient transmises à l'enceinte reliée à la pompe. L'introduction d'une perte de charge supplémentaire au moyen de la vanne manuelle V.3 permet de réduire encore l'effet de ces variations en particulier lorsque l'enceinte à vider est de faible volume. (voir le descriptif en annexe).

## VI. POMPE CENTRIFUGE

---

Pour alimenter la colonne de distillation en continu on utilise une pompe centrifuge qui présente une parfaite résistance à la corrosion : seuls le verre borosilicaté S 73201, le P.T.F.E. et la céramique sont en contact avec les liquides corrosifs véhiculés. La température de service est de 150°C maximum tandis que la pression est limitée à 4 bars. (voir schéma 13, caractéristiques -courbe 1- et entretien en annexe).

## PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT

---

Avant chaque manipulation sur la colonne, il faut ouvrir, en premier lieu, le robinet d'eau de l'alimentation générale, puis brancher le courant électrique en appuyant sur le bouton "marche" du générateur.

### I. STABILISATEUR DE TEMPERATURE

---

Après s'être assuré que le robinet d'eau est ouvert :

- 1) On met le bouton de commande sur "marche".
- 2) On règle la puissance de chauffe à 10 Kw.
- 3) On fixe un intervalle de variation de la température de chauffage grâce à la petite aiguille noire que l'on commande en appuyant sur la vis au milieu du cadran. On fixe alors le minimum à l'aide de l'aiguille rouge.
- 4) Lorsque la température désirée est atteinte on peut passer à 5 Kw.
- 5) A la fin de la manipulation, on met la puissance de chauffe sur 0 et le bouton de commande sur "arrêt".

### II. ARMOIRE DE CONTROLE GENERAL

---

On peut se servir de cet appareil que, si en tournant le bouton marqué "général", une lampe témoin rouge s'allume.

A. Régulation de perte de charge. (schéma 8 en annexe)

Elle se fait sur les deux petits cadrans de gauche de la manière suivante :

1) On tourne le bouton de commande marqué "perte de charge". Une lampe témoin rouge doit s'allumer.

2) On fixe une valeur de la perte de charge à l'aide de la vis rouge qui actionne l'aiguille de la même couleur (consigne).

3) On a alors le choix entre une régulation automatique et une régulation manuelle :

- pour la régulation 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 désirée. Mais avant de passer en automatique il est préférable d'essayer de satisfaire à la consigne par un réglage manuel.

- pour la régulation manuelle, on positionne le bouton noir de gauche sur le point indiqué par une main. On fixe alors l'ouverture de la vanne à l'aide du bouton noir de droite. Pour que l'aiguille noire se stabilise sur la valeur désirée, il est nécessaire alors d'agir sur la température de chauffage du stabilisateur.

N.B. : - La vanne est complètement ouverte si le petit rectangle est blanc.

- La vanne est complètement fermée si le petit rectangle est vert.

- La vanne est à 50% ouverte si le rectangle est coupé suivant la diagonale en deux parties : l'une blanche, l'autre verte etc...



B. Régulation de préchauffage. (schéma 7 en annexe)

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 et on procède comme précédemment avec la régulation de perte de charge.

C. Réglage du taux de reflux.

Le réglage du taux de reflux se fait par l'intermédiaire du timer électronique dont un schéma (6) est donné en annexe.

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 en additionneurs :

<u>Exemple</u> : Rotacteur de gauche (0 - 9) positionné à.....	5
Rotacteur de droite (0 - 60) positionné à.....	20
Total.....	25

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.

Un interrupteur de mise en attente place la colonne en "reflux" total.

D. Alimentation de la colonne.

Pour alimenter la colonne en mélange à distiller on tourne le bouton de commande de la pompe. Une lampe témoin rouge doit s'allumer. On remplit ainsi le ballon d'alimentation. L'alimentation se fait alors par gravité et le débit est mesuré par un rotamètre.

### E. Enregistreurs

On met en marche les enregistreurs en tournant sur leur bouton de commande après avoir choisi une vitesse de déroulement du papier.

A la fin de la manipulation, on doit éteindre toutes les lampes témoin précédemment allumées.

### III. GROUPE MOBILE DE VIDE

---

Pour réaliser le vide dans la colonne :

- 1) On vérifie que le niveau d'huile de la pompe est suffisant.
- 2) On tourne le bouton marqué "général". Une lampe témoin rouge doit s'allumer.
- 3) On suit sur le cadran l'aiguille qui marque le vide. Lorsque la valeur souhaitée est atteinte, on tourne le bouton marqué "régulation". Etant donné qu'avant que la régulation débute un laps de temps s'écoule, il convient de tourner le bouton "régulation" avant d'avoir atteint la valeur désirée.
- 4) Après manipulation on éteint les lampes témoin.

### IV. CONSEILS PRATIQUES

---

- 1) Si le système d'alerte, visuel ou sonore, du stabilisateur de température est déclenché, on doit arrêter automatiquement le chauffage.
- 2) Avant chaque manipulation, on doit vérifier que tous les réfrigérants de la colonne sont bien alimentés en eau. L'ouverture et la fermeture des vannes doivent être très progressives.

- 3) Pour l'entretien des enregistreurs il est conseillé d'imbiber d'huile les dents des engrenages de temps en temps. Si les plumes sont sèches, il suffit de les mouiller légèrement avec de l'alcool éthylique.
- 4) Les bacs d'alimentation doivent être assez remplis afin d'éviter le phénomène de cavitation dans la pompe qui doit être en charge.

## A M E L I O R A T I O N S

---

La colonne de rectification telle qu'elle a été livrée présentait quelques anomalies. Nous avons essayé, au cours de ce projet, d'améliorer son mode de fonctionnement, d'étudier et de construire tous les appareils annexes si importants pour une étude expérimentale sans incident.

Nous avons tout d'abord envisagé des mesures de sécurité indispensables et pratiquement inexistantes dans ce Ball de Génie Chimique. C'est ainsi que, lors de la livraison et du montage de la colonne, des poutres et quelques grilles qui constituaient un bâti ont été enlevées. Une partie de ce bâti a pu être reconstituée, mais un grand vide subsistait à proximité de la colonne car la poutre maîtresse ne pouvait pas être remplacée. Nous avons dû refaire d'autres trous pour la fixer. Nous avons également prévu un garde-fou qui délimiterait ce bâti et qui assurerait par conséquent la sécurité au premier étage.

D'autre part, pour accéder aux différents éléments de la colonne, nous avons fait construire par l'atelier du bois, une échelle qui s'adapte bien sur l'unité et qui répond parfaitement aux besoins de son utilisation.

Pour ce qui est de la colonne de rectification elle-même, nous avons constaté une légère anomalie quant à son mode d'alimentation (voir schéma 14 en annexe).

En effet telle qu'elle nous a été livrée, il n'était pas possible de traiter en continu une quantité de produit supérieure à la capacité du ballon d'alimentation. Pour charger ce dernier au moyen de

la pompe, il aurait fallu fermer la vanne de l'alimentation, ce qui aurait entraîné une discontinuité et donc nécessiter une nouvelle mise en régime de la colonne.

D'autre part, ce ballon se chargeait par le bas et se déchargeait par la même conduite ; ce qui ne correspondait pas à un fonctionnement normal de l'appareil, d'autant plus que le col du ballon était relié à une partie de la canalisation qui s'arrêtait à environ un mètre du niveau de la pompe et dont l'utilisation pratique n'était pas bien définie. Nous avons donc relié cette partie à la pompe afin que l'alimentation du ballon se fasse par le haut comme cela aurait dû être lors de la livraison de la colonne.

Par ailleurs, il n'a pas été prévu de bacs d'alimentation pour préparer et stocker le mélange à distiller. Pour les réaliser, le problème du choix d'un matériau innattaquable par ce mélange s'est posé à nous. (se reporter au chapitre suivant). Ces bacs ont été disposés de telle sorte que, quel que soit le niveau du liquide, la pompe soit en charge, de manière à éviter son désamorçage et, également, les phénomènes de cavitation. Leur forme et leur dimension ont été choisies pour un minimum d'encombrement.

Enfin, dans la canalisation, nous avons prévu un système de by-pass afin d'homogénéiser le mélange en faisant passer le liquide du bac 1 au bac 2 et inversement. De plus, ce by-pass a un autre avantage ; il permet de régler le débit d'alimentation en agissant sur la vanne. (voir schéma 15 en annexe).

## METHODOLOGIE DE LA RECHERCHE

---

Dans l'étude du fonctionnement de la colonne, une des étapes importantes est le choix d'un mélange qui soit disponible dans le commerce et qui réponde à toutes les conditions de sécurité indispensables à son utilisation.

Ainsi le mélange eau-méthanol n'a pu être choisi, en raison du danger qu'il présente pour les yeux.

Pour que notre travail de recherche soit profitable, l'idée nous est venue de distiller l'alcool éthylique à l'état d'azéotrope (voir courbe d'équilibre -2- en annexe), c'est à dire l'alcool dit à 95° qui est la forme la plus courante de l'alcool commercial. A 760 mm de Hg la composition (1) de l'azéotrope est de 89,4 moles pour cent d'alcool éthylique et son point d'ébullition est de 78,15°C. Pour en tirer l'alcool pur ou alcool absolu, diverses méthodes peuvent être utilisées, notamment la distillation sous-vide qui permet de dépasser l'azéotrope, si l'on travaille à une pression (2) inférieure à 70mm Hg. Cependant le nombre de plateaux théoriques nécessaires est très important.

Une recherche bibliographique a montré que cette rectification utilise aussi deux colonnes à deux pressions différentes. Un exemple de ce type de fractionnement, pour séparer l'azéotrope, a été suggéré par Lewis (3) qui a obtenu de l'alcool éthylique à partir d'une solution aqueuse contenant 50 % de moles d'alcool (voir schéma 16 en annexe). Ce mélange est introduit dans la première colonne à une pression de 95 mm Hg. On obtient un résidu de 0,0001 % mole d'alcool et un distillat de 95 % moles d'alcool, que l'on introduit dans une deuxième colonne à pression atmosphérique. Le résidu recueilli est riche en alcool et

titre 99,9 %, tandis que le distillat qui contient 92,5 % moles d'alcool est recyclé dans la première colonne, à basse pression, pour une nouvelle rectification. Le nombre de plateaux théoriques nécessaires à cette distillation est de 65 pour la première colonne et de 120 pour la seconde. Cet exemple traduit clairement la raison pour laquelle le projet de distiller l'alcool éthylique fut abandonné.

Nous avons alors pensé au mélange eau-acétone dont la courbe d'équilibre ne présente pas d'azéotrope (voir courbe -3- en annexe). Une des applications de cette étude est la récupération de toute l'acétone utilisée dans les laboratoires et qui est jetée en grande partie à l'égout. Quant à la méthode d'analyse, nous avons le choix entre la chromatographie et la réfractométrie. L'étude chromatographique n'a pas donné les meilleurs résultats. La colonne de séparation de l'appareil ne devait pas correspondre au mélange utilisé, car l'eau, contrairement à l'acétone, était retenue et sortait au bout d'un temps indéfini, sous forme de traînée. C'est donc par réfractométrie que nous analyserons tous nos échantillons.

Après s'être fixé sur ce mélange, il nous fallait construire des bacs d'alimentation et trouver un matériau dont la résistance à l'acétone soit pratiquement totale. Dans les matières plastiques, seul le téflon pouvait être utilisé (voir matières plastiques en annexe) car le polyéthylène est légèrement attaqué par l'acétone (4). Nous avons alors réalisé ces bacs entièrement en acier.

## N O M E N C L A T U R E

---

$A, Z_A$  : débit et concentration de l'alimentation (de l'influx).

$D, X_D$  : débit et concentration du distillat (du produit léger).

$R, X_R$  : débit et concentration du résidu (du produit lourd).

$V_A, y_A$  : débit et concentration de l'alimentation vaporisée.

$V_i, y_i$  : débit et concentration de la vapeur sortant de l'étage  $i$  de la colonne de rectification.

$V'_i, y'_i$  : débit et concentration de la vapeur sortant de l'étage  $i$  de la colonne d'épuisement.

$L_A, x_A$  : débit et concentration de l'alimentation liquide.

$L_i, x_i$  : débit et concentration du liquide sortant de l'étage  $i$  de la colonne de rectification.

$L'_i, x'_i$  : débit et concentration du liquide sortant de l'étage  $i$  de la colonne d'épuisement.

$n$  : nombre d'étages théoriques de la colonne de rectification.

$x, y, z$  : se rapportent au constituant le plus volatil.



ETUDE DES CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT  
DE LA COLONNE

---

Dans cette étude expérimentale, nous déterminerons les conditions optimales de fonctionnement de la colonne en testant son efficacité. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser un mélange qui soit difficile à séparer. Dans la rectification de l'acétone, dix plateaux théoriques suffisent pour avoir une bonne séparation. De plus, étant donné la forme de la courbe d'équilibre (courbe -3- en annexe), la volatilité relative varie beaucoup avec la température (tableau -2- en annexe), ce qui n'est pas l'idéal pour la détermination du nombre d'étages théoriques. C'est pourquoi nous utiliserons dans cette première partie un mélange d'acide acétique et d'eau dont la volatilité peut être prise comme constante (tableau -5- en annexe). Nous appliquerons les résultats obtenus à la rectification de l'acétone.

I. DÉTERMINATION DES CONDITIONS OPTIMALES DE FONCTIONNEMENT

---

1. Perte de charge.

La perte de charge de la colonne dépend de la température de l'huile de chauffage du bouilleur, pour une ouverture de vanne constante. Nous avons étudié cette variation pour une vanne fermée à 50 %. La courbe obtenue en portant la température en fonction de la perte de charge est linéaire (voir courbe -5- en annexe).

## 2. Mélange eau-acide acétique.

La courbe d'équilibre de ce mélange ne présente pas d'azéotrope (5) (tableau 4 et courbe 6 en annexe). Pour analyser tous nos échantillons, nous avons tracé la courbe de variation de l'indice de réfraction en fonction de la fraction molaire d'acide acétique (voir tableau -5- et courbe -7- en annexe).

## 3. Détermination du point d'engorgement.

Lorsque la perte de charge de la colonne est de 28 mm de Hg, on observe une projection de liquide sur les parois au niveau du premier plateau : c'est le début de l'engorgement. Cette projection devient de plus en plus intense au fur et à mesure que la perte de charge augmente. A 30 mm de Hg le liquide est entraîné par la vapeur tout le long de la colonne, il y a alors engorgement.

## 4. Détermination du nombre d'étages théoriques.

Le nombre d'étages théoriques a été déterminé par construction graphique et par calcul à partir de l'équation de FENSKE. Tous les résultats sont obtenus pour un mélange d'alimentation contenant 60 % moles d'eau.

### a) Construction graphique.

Elle se fait à partir de la courbe d'équilibre du mélange ou par la méthode de PONCHON et SAVARIT à reflux total. Nous avons reflux total lorsque le rapport  $\frac{L_0}{D}$  appelé taux de reflux  $r_f$  est infini. Le débit du distillat est alors nul.

- Sur la courbe d'équilibre, nous portons les valeurs du distillat et du résidu en fraction molaire d'eau, déterminées par mesure des indices de réfraction et à l'aide de la courbe d'étalonnage. Ces valeurs sont obtenues pour une perte de charge constante et fixée au

début de chaque expérience. A partir de ces deux points, nous déterminons le nombre d'étages théoriques en traçant des paliers entre la courbe d'équilibre et la première diagonale.

- Par la méthode de PONCHON et SAVARIT, une construction analogue se fait sur le diagramme enthalpique du mélange (à reflux total les droites de bilan deviennent des verticales).

Exemple : Pour une perte de charge égale à 10 mm de Hg, le distillat titre 95 % en eau et le résidu 30,5 % en eau. Par construction graphique (voir courbes -6- et -8- en annexe) on obtient 8 plateaux théoriques.

Les expériences réalisées pour les différentes pertes de charge sont résumées dans le tableau -6- en annexe.

b) Equation de FLENSKE (6).

Le nombre minimal d'étages théoriques  $N_m$  est calculable par la méthode de FLENSKE quelle que soit la complexité du mélange. L'hypothèse que l'équilibre soit atteint à chaque étage  $i$  se traduit par :

$$Y_i = K_i X_i \quad \text{où } K_i \text{ est le coefficient d'équilibre à l'étage } i.$$

D'autre part les bilans-matière à reflux total s'expriment pour les courants entre les étages  $i$  et  $i + 1$  par :

$$V_{i+1} \cdot Y_{i+1} = L_i \cdot X_i \quad (1)$$

et :  $V_{i+1} = L_i$

qui donnent :  $Y_{i+1} = X_i \quad (2)$

Les deux relations (1) et (2) appliquées à chaque étage à partir du sommet fournissent :

$$X_d = Y_1 = K_1 X_1$$

$$X_1 = Y_2 = K_2 X_2$$

$$\vdots \quad \vdots \quad \vdots$$

$$X_{n-1} = Y_n = K_n X_n$$

$$X_n = Y_r = K_r X_r$$

On en déduit :

$$X_d = K_1 K_2 K_3 \dots K_n K_r X_r \quad (3)$$

Cette expression est valable pour un constituant quelconque du mélange. En envisageant deux constituants i et j et en prenant le constituant j comme constituant de référence, l'équation (3) peut s'écrire comme suit :

$$\frac{X_{di}}{X_{dj}} = \frac{K_{1i}}{K_{1j}} \cdot \frac{K_{2i}}{K_{2j}} \dots \frac{K_{ni}}{K_{nj}} \cdot \frac{K_{ri}}{K_{rj}} \cdot \frac{X_{ri}}{X_{rj}}$$

Les rapports  $K_i/K_j$  sont les volatilités relatives de i par rapport à j :

$$\frac{X_{di}}{X_{dj}} = \alpha_1 \alpha_2 \dots \alpha_n \alpha_r \frac{X_{ri}}{X_{rj}}$$

L'écart entre  $\alpha_1$  et  $\alpha_r$  est d'autant plus grand que les températures d'ébullition des constituants i et j diffèrent l'un de l'autre. En définissant une volatilité relative moyenne :

$$\alpha_m = \sqrt{\alpha_1 \alpha_r}$$

on obtient :

$$\frac{X_{di}}{X_{dj}} = \alpha_m^{n+1} \cdot \frac{X_{ri}}{X_{rj}} \quad (4)$$

L'équation (4) est l'équation de FENSKE qui, pour un mélange binaire, prend la forme :

$$\frac{X_d}{1 - X_d} = \alpha_m^{n+1} \cdot \frac{X_r}{1 - X_r} \quad (5)$$

Le nombre minimal d'étages théoriques à reflux total se calcule à partir de (5) :

$$n = Nm = \frac{\text{Log} \left( \frac{X_d}{X_r} \right) + \text{Log} \frac{1 - X_r}{1 - X_d}}{\text{Log} \alpha_m} - 1$$

Exemple : Pour une perte de charge égale à 10 mm de Hg :

$$\begin{aligned} X_d &= 95 \% \\ X_r &= 30,5 \% \\ d_m &= 1,6598 \end{aligned}$$

Le nombre de plateaux théoriques en comptant le bouilleur est :

$$\text{Log } \frac{0,95}{0,305} + \text{Log } \frac{69,5}{5} \quad 1,14 + 2,63$$

$$N_m + 1 = \frac{\text{Log } \frac{0,95}{0,305} + \text{Log } \frac{69,5}{5}}{\text{Log } 1,6598} = \frac{3,77}{0,51} = 7,4$$

Les expériences réalisées pour les différentes pertes de charge sont résumées dans le tableau -6- en annexe.

Pour chaque perte de charge, nous avons également fait des prélèvements de liquide au niveau de chaque plateau et nous avons tracé les courbes de variation de la fraction molaire du liquide en fonction du nombre de plateaux (voir tableaux 7 et 8 et courbes 9, 10, 11, 12 en annexe).

##### 5. Efficacité.

L'efficacité est obtenue en divisant le nombre de plateaux théoriques par le nombre de plateaux de la colonne.

La courbe de variation de l'efficacité en fonction de la perte de charge (voir courbe 13 en annexe) montre qu'à 20 mm de Hg l'efficacité est maximum et est égale à 56 %.

## II. REGENERATION DE SOLVANTS

---

### 1. Mélange eau-acétone

Les propriétés de ce mélange sont données dans le tableau -9- en annexe.

Pour analyser tous nos échantillons, nous avons tracé la courbe de variation de l'indice de réfraction en fonction de la fraction molaire d'acétone (tableau -1- et courbe -4- en annexe).

### 2. Rectification (voir courbe -3-)

Nous avons séparé un mélange d'eau et d'acétone, en fixant la perte de charge à 20 mm de Hg. L'alimentation, de titre 44 % en moles d'acétone, s'est faite par les mélanges liquides à leurs points d'ébullition, au niveau du premier plateau. A partir des valeurs de distillat et de résidu obtenues, nous avons déterminé par la construction de MC CABE et THIELE, le nombre de plateaux théoriques nécessaires à cette rectification.

#### - Taux de reflux :

Nous avons fixé le taux de reflux à 1,5 fois le taux de reflux minimum. D'où :

$$r_{fm} = \frac{x_d}{y_m} - 1 \quad \begin{array}{l} y_m \text{ est déterminé graphiquement (courbe 3)} \\ \text{pour } x_d = 0,98 \end{array}$$

Le taux de reflux est alors égal à :

$$r_f = \left( \frac{0,98}{0,42} - 1 \right) 1,5 = 2$$

- Droite opératoire de la colonne de rectification :

Le bilan matière total au-dessus du plateau d'alimentation donne :

$$V = L + D \quad (1)$$

et :  $Vy_{p+1} = Lx_p + Dx_d \quad (2)$

En portant (1) en (2) nous avons :

$$y_{p+1} = \frac{L}{L + D} x_p + \frac{D}{L + D} x_d$$

ou avec le taux de reflux  $r_f = \frac{L}{D}$  :

$$y_{p+1} = \frac{r_f}{r_f + 1} x_p + \frac{1}{r_f + 1} x_d$$

L'application numérique donne, sachant que le distillat obtenu titre 96,5 % :

$$y_{p+1} = \frac{2}{3} x_p + \frac{1}{3} \cdot 0,965$$

La droite opératoire de la colonne de rectification s'écrit :

$$y_{p+1} = 0,67 x_p + 0,32$$

- Droite opératoire de la colonne d'épuisement :

Le bilan matière au dessous du plateau d'alimentation donne :

$$L' = V' + R \quad (3)$$

et :  $L'x'_{p+1} = V'y'_p + Rx'_r \quad (4)$

En portant (3) en (4) nous avons :

$$y'_p = \frac{L'x'_{p+1} - Rx'_r}{V'} \quad (5)$$

Sachant que :  $L' = L + L_A$

$$R = A - D$$

$$V' = V - V_A$$

l'équation (5) devient :

$$y'_p = \frac{L + L_A}{V - V_A} x'_{p+1} - \frac{A - D}{V - V_A} x_r$$

et en fonction du taux de reflux :

$$y'_p = \frac{r_f + \frac{L_A}{D}}{r_f + 1 - \frac{V_A}{D}} x'_{p+1} - \frac{\frac{A}{D} - 1}{r_f + 1 - \frac{V_A}{D}} x_r$$

L'application numérique donne, sachant que le résidu obtenu titre 10,5 %  
et que :

$$V_A = 0 \text{ (alimentation liquide)}$$

$$L_A = A = D + R$$

$$D = 7 \text{ l/h}$$

$$R = 11 \text{ l/h}$$

$$y'_p = \frac{2 + \frac{18}{7}}{3} x'_{p+1} - \frac{\frac{18}{7} - 1}{3} \cdot 0,105$$

La droite opératoire d'épuisement s'écrit :

$$y'_p = 1,52 x'_{p+1} - 0,05$$

- Détermination du nombre de plateaux théoriques :

La construction de MC CABE et THIELE (courbe -3-) montre que 7,9 plateaux théoriques sont nécessaires pour obtenir une telle rectification.



### III. CONCLUSION

---

N'ayant pas les valeurs de l'efficacité des plateaux données par le constructeur, nous ne pouvons les comparer avec les résultats obtenus dans cette étude. Toutefois, nous pensons que ces valeurs peuvent être améliorées si nous tenons compte des pertes calorifiques de la colonne. En effet, la principale conséquence de ces pertes est la condensation de la vapeur sur les parois, d'où l'existence d'un reflux interne supplémentaire, ce qui perturbe l'équilibre entre le liquide et la vapeur.

Le débit vapeur diminue le long de la colonne, ce qui modifie les conditions hydrodynamiques et donc la perte de charge. Nous avons vu l'influence de la perte de charge sur l'efficacité. Nous pouvons alors penser que si les plateaux du bas de la colonne fonctionnent dans des conditions d'écoulement optimal, il n'en est pas de même au sommet de la colonne puisque les débits sont modifiés.

Nous suggérons donc, au prochain utilisateur, de déterminer l'influence des pertes thermiques de la colonne sur l'efficacité, en prenant la perte de charge sur chaque plateau. Si les conditions d'écoulement ne sont pas les mêmes, il sera nécessaire de calorifuger la colonne et de déterminer dans ce cas son efficacité.

D'autre part, il convient de signaler sur la colonne :

- La défaillance d'un enregistreur de température.
- Le mauvais ajustement de la tête de reflux, en raison duquel la colonne fournit toujours un distillat même à reflux total.
- Les fuites en différents points du circuit d'huile.

## S O M M A I R E

---

	Page
- Introduction	1
- Description de la colonne	3
- Principe de fonctionnement	11
- Améliorations	16
- Méthodologie de la recherche	18
- Etude des conditions de fonctionnement de la colonne	20

INDEX BIBLIOGRAPHIQUE

---

- (1) Chemical Engineering Data Book. ROSS and FRESHWATER.  
p. 465
  
- (2) Traité de Chimie Organique.  
Tome V, p. 972
  
- (3) Chemical Engineering Series. ROBINSON and GILLILAND.  
(Mc Grawhill).
  
- (4) Soudures des Plastiques. Polyéthylène. G. HAIM.  
(Dunod. Paris).
  
- (5) PERRY.
  
- (6) Cours de Distillation de M. WALDE.

TRANSFERTS THERMIQUES  
ET  
REFRIGERATION

# NOMENCLATURE

## A. TRANSFERT THERMIQUE

### Symboles des lettres

Symbole	Quantité	Unités adaptées
$C_p$	Chaleur spécifique de l'huile	kcal/kg °C
$d$	Diamètre; $d_1$ diamètre intérieur du tuyau; $d_2$ diamètre extérieur.	m
$e$	Longueur du trajet parcouru par un flux calorifique, $e_1$ épaisseur du tuyau.	m
$h$	Coefficient de transfert de chaleur; $h_1$ coefficient de transfert de chaleur de l'huile à la paroi intérieure; $h_2$ coefficient de transfert de chaleur de la paroi extérieure à l'air.	kcal/h m <sup>2</sup> °C
$l$	Longueur du tuyau.	m
Nu	Nombre de NUSSELT	
$p$	Puissance thermique moyenne fournie par la résistance électrique.	kcal/h.
Pr	Nombre de PRANDTL	
$q$	Débit de la pompe d'huile	m <sup>3</sup> /h ou m <sup>3</sup> /s
$\mathcal{R}$	Résistance thermique; $\Delta \mathcal{R}$ accroissement de la résistance thermique.	h°c/kcal
$R$	Rayon; $R_1$ rayon intérieur du tuyau; $R_2$ rayon extérieur du tuyau sans revêtement; $R_3$ rayon extérieur avec revêtement; $R'_3$ rayon critique.	m
Re	Nombre de REYNOLDS	
$S$	Aire; $S_1$ aire de la surface intérieure; $S_2$ aire de la surface extérieure; $S_{ml_1}$ moyenne logarithmique des aires $S_1$ et $S_2$ .	m <sup>2</sup>
$\Delta T$	Différence de température entre deux points du trajet parcouru par l'écoulement d'un flux calorifique.	°C
$\mu$	Viscosité dynamique; $\mu_h$ viscosité dynamique de l'huile.	kg/m h ou kg/m s
$V$	Vitesse; $V_h$ vitesse de l'huile.	m/s
$\rho$	Masse spécifique; $\rho_h$ masse spécifique de l'huile, masse spécifique de l'air ambiant ( $\rho_a$ ).	kg/m <sup>3</sup>

Symbole	Quantité	Unités adaptées
$\dot{Q}$	Flux de chaleur; $\dot{Q}_k$ flux de chaleur par conduction; $\dot{Q}_r$ flux de chaleur par rayonnement; $\dot{Q}_c$ flux de chaleur par convection; $\dot{Q}_p$ flux de chaleur perdue à travers les tuyaux du circuit d'huile avant revêtement; $\dot{Q}_t$ flux de chaleur perdue à travers les tuyaux du circuit d'huile après revêtement.	kcal/h
$\lambda$	Conductibilité thermique; $\lambda_h$ conductibilité thermique de l'huile; $\lambda_1$ conductibilité thermique de l'acier; $\lambda_2$ conductibilité thermique de la laine de verre.	kcal/mh°C
$\sigma$	Constante de Stéfan-Boltzman = $4,88 \times 10^{-8}$	kcal/hm <sup>2</sup> (°K) <sup>4</sup>
T	Température; $T_i$ température de l'huile; $T_a$ température de l'air; $T_I$ température de la paroi intérieure; $T_2$ température de la paroi extérieure.	°C ou °K
$\varepsilon$	Facteur d'émission totale.	
$\pi$	3,1416... (sans dimension).	
ln	Opérateur, sans dimension désignant les logarithmes naturels, de base e = 2,718; $\ln ( ) = 2,303 \lg ( )$ .	
g	Accélération de la pesanteur.	$\frac{g}{m/s}$
P	Pression à la température T; $P_a$ pression à la température $T_a$ (IV).	atm ou kg/cm <sup>2</sup>
$\alpha$	Coefficient de dilatation.	1/°C
H'	Hauteur.	m

#### B. REFRIGERATION.

Q	Puissance calorifique.	kcal/h
G	Débit d'eau de circulation.	kg/h
$t_c$	Température moyenne d'eau chaude.	°C
$t_f$	Température moyenne d'eau froide.	°C
$\Delta T$	Chute de température entre l'eau chaude et l'eau froide.	°C
E	Humidité relative.	%

## A - TRANSFERT THERMIQUE

### I- GENERALITES-RAPPELS DE QUELQUES NOTIONS FONDAMENTALES

#### I.1 INTRODUCTION :

Le transfert d'énergie a lieu chaque fois qu'un gradient de température existe à l'intérieur d'un système, ou lorsque deux systèmes à températures différentes sont mis en contact. Le processus par lequel le transfert de l'énergie s'effectue est désigné par le terme : Transmission de Chaleur.

Les lois de transmission de la chaleur sont d'importance déterminante pour l'étude et le fonctionnement de fours, de condenseurs, d'échangeurs...

Parfois, l'objectif principal consiste à rechercher le maximum de l'énergie calorifique qu'on peut transmettre par unité de surface, tout en restant dans des conditions économiques raisonnables. Dans d'autres cas, l'objectif consiste à tirer le meilleur rendement d'une source de chaleur, comme dans les échangeurs. Dans d'autres cas encore, il s'agit de réduire au minimum le passage d'un flux calorifique, en employant des méthodes d'isolation.

Comme une partie du projet s'intitule: Etude et Amélioration des Transferts Thermiques sur la colonne de rectification : On est amené à considérer le cas précédemment cité : réduire au minimum le passage du flux calorifique en employant des méthodes d'isolation.

#### I.2 LOIS FONDAMENTALES :

##### I.2.1 Conduction :

La conduction dans un solide homogène opaque est définie comme le transport de la chaleur d'un endroit à un autre, sous l'influence d'un gradient de température, sans déplacement appréciable de particules.

La relation fondamentale de la transmission de chaleur par conduction a été proposée par le savant Français Fourier en 1822. Elle établit que  $\phi_k$ , le flux de chaleur par conduction transmis dans le matériau, est égal au produit des trois quantités suivantes:

- $\lambda$  : conductibilité thermique du matériau.
- $S$  : l'aire de la section à travers laquelle s'écoule la chaleur par conduction.
- $\frac{dT}{de}$  ; le gradient de température dans la section.

$$\phi_k = - \lambda S \frac{dT}{de}$$

Pour l'uniformité des dimensions de cette équation, le flux de chaleur est exprimé en kcal/h, l'aire en  $m^2$ , le gradient en  $^{\circ}C/m$  et la conductivité thermique en kcal/h m  $^{\circ}C$ .

Comme pour la loi d'Ohm on peut écrire:

$$\Delta T = R \varphi_k$$

avec  $R = \frac{e}{\lambda S}$  : résistance thermique

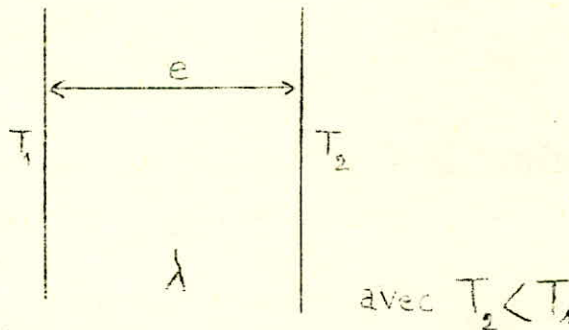
APPLICATION :

a) Parois Planes :

Considérons une plaque de section  $S$  et d'épaisseur  $e$  dont les faces sont maintenues respectivement aux températures  $T_1$  et  $T_2$ .

Le flux de chaleur  $\varphi_k$  qui s'écoule à travers  $S$  est de :

$$\varphi_k = \frac{-\lambda S (T_2 - T_1)}{e}$$

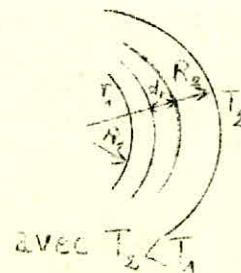


b) Parois Cylindriques :

On suppose qu'on n'a pas d'écoulement du flux de chaleur le long du cylindre, le seul écoulement est radial.

Pour un cylindre creux, l'aire est une fonction du rayon ( $S = 2 \pi r l$ ) où  $r$  est le rayon et  $l$  la longueur du cylindre.

$$\varphi_k = -\lambda S \frac{dT}{dr} = -\lambda 2\pi r l \frac{dT}{dr}$$





En séparant les variables et ~~intégrant~~ <sup>et  $T_2$</sup>  ~~intégrant~~ entre  $T_1$  pour  $R_1$  <sup>pour  $R_2$</sup> , on obtient

$$(T_1 - T_2) = \frac{Q_k \ln R_2/R_1}{\lambda 2\pi l}$$

$$Q_k = \frac{-\lambda 2\pi l (T_2 - T_1)}{\ln R_2/R_1}$$

Multiplions le numérateur et le dénominateur de l'équation ci-dessus par  $(R_2 - R_1)$ .

$$Q_k = \frac{-2\pi l \lambda (R_2 - R_1) (T_2 - T_1)}{(R_2 - R_1) \ln R_2/R_1} = \frac{-\lambda (2\pi l R_2 - 2\pi l R_1) (T_2 - T_1)}{(R_2 - R_1) \ln \frac{2\pi l R_2}{2\pi l R_1}}$$

$$Q_k = \frac{-\lambda S_{ml} \Delta T}{e}$$

$e$  : épaisseur du cylindre:  $(R_2 - R_1)$

$S_{ml}$  : surface moyenne logarithmique:

$$S_{ml} = \frac{2\pi l R_2 - 2\pi l R_1}{\ln \frac{2\pi l R_2}{2\pi l R_1}} = \frac{S_2 - S_1}{\ln S_2/S_1}$$

### I.2.2 RAYONNEMENT :

La quantité d'énergie quittant une surface sous forme de chaleur rayonnée dépend de la température absolue et de la nature de la surface. L'énergie rayonnée par unité de temps, par une surface d'un corps noir est donnée par :

$$Q_p = \sigma S T^4 \text{ kcal/h}$$

Où  $S$  est l'aire de la surface en  $m^2$ ,  $T$  est la température absolue en degrés Kelvin et  $\sigma$  une constante dont la valeur est  $4,88 \times 10^{-8} \text{ kcal/hm}^2(\text{K})^4$ .  
 $\sigma$  est appelée la constante de Stefan - Boltzmann.

Les corps réels ne suivent pas cette loi. Ils rayonnent moins que les corps noirs. Ils sont appelés corps gris s'ils émettent une fraction constante de l'intensité de rayonnement du corps noir à la même longueur d'onde et à la même température. L'énergie rayonnée par unité de temps, par une surface d'un corps gris est donnée par.

$$\dot{Q}_r = \epsilon \sigma S T^4$$

où  $\epsilon$  est le facteur d'émission totale.

Le rayonnement est lié dans la plupart des cas aux modes de transmission de chaleur et on a été amené à utiliser un coefficient de transfert de chaleur par rayonnement  $h_r$  exprimé en kcal/h m<sup>2</sup> °C.

$$\dot{Q}_r = h_r S (T - T')$$

où  $T'$  est une température de référence.

### 1.2.3 Convection

Le flux de chaleur transmis par convection entre une surface et un fluide peut être évalué par la relation.

$$\dot{Q}_c = h_c S \Delta T$$

dans laquelle

$\dot{Q}_c$  : flux de chaleur par convection en kcal/h.

$S$  : Aire de la surface de transmission de chaleur en m<sup>2</sup>.

$\Delta T$  : Différence entre la température de la surface  $T_2$  et celle du fluide  $T_a$  loin de la surface en °C.

$h_c$  : coefficient de transfert de chaleur par convection en kcal/h m<sup>2</sup> °C.

II - ETUDE DES TRANSFERTS THERMIQUES SUR LE CIRCUIT D'HUILE.

2-I PUISSANCE THERMIQUE MOYENNE P :

Elle se calcule à partir de la puissance du four (10 kw) et des temps respectifs au voyant allumé et éteint.

Soit le cas expérimental suivant : voir tableau A-I

- temps moyen du voyant allumé est 342 secondes.
- temps moyen du voyant éteint est 223 secondes

calculons P :

$$P = \frac{10 \times 342 + 0 \times 223}{565} = \frac{3420}{565} = 6,05 \text{ kw.}$$

Comme 1 kw = 860 kcal/h.

$$p = 6,05 \times 860 = 5200 \text{ kcal/h.}$$

2.2 FLUX DE CHALEUR PERDUE  $\dot{Q}_p$  :

On distingue trois étapes.

- a- Convection forcée entre l'huile et la paroi intérieure.
- b- Conduction à travers la paroi.
- c- Convection naturelle entre la paroi extérieure et l'air.

En régime permanent le flux de chaleur est constant à chaque passage.

$$\dot{Q}_p = h_i S_1 (T_i - T_1) \quad \text{reçue par la paroi intérieure.}$$

$$\dot{Q}_p = \frac{\lambda_1 S_{ml_1}}{e_1} (T_1 - T_2) \quad \text{conduction.}$$

$$\dot{Q}_p = h_e S_2 (T_2 - T_a) \quad \text{cédée par la paroi extérieure.}$$

De ces trois expressions on tire.

$$\dot{Q}_p = \frac{T_i - T_1}{1/h_i S_1} = \frac{T_1 - T_2}{e_1/\lambda_1 S_{ml_1}} = \frac{T_2 - T_a}{1/h_e S_2}$$

On remarque que  $T_1$  et  $T_2$  (températures de surface des parois en contact avec les fluides) sont inconnues.

$$(1) \varnothing_p = \frac{T_i - T_a}{\frac{1}{h_i S_1} + \frac{e}{\lambda_1 S_{m\ell_1}} + \frac{1}{h_e S_2}} = \frac{2\pi \ell (T_i - T_a)}{\left[ \frac{1}{R_1 h_i} + \frac{P_m R_2 / R_1}{\lambda_1} + \frac{1}{R_2 h_e} \right]}$$

$R_1$  : rayon intérieur du tube =  $10^{-2}$  m

$R_2$  : rayon extérieur =  $1,35 \times 10^{-2}$  m

$\ell$  : longueur = 5,95 m.

$\lambda_1$  : conductibilité thermique du tube = 50 kcal/mh°C

$T_i$  : température de l'huile = 150°C

$T_a$  : température de l'air = 18°C.

$h_i$  : coefficient de transfert de chaleur huile → paroi intérieure.

$h_e$  : coefficient de transfert de chaleur paroi extérieure → air

Pour pouvoir calculer  $\varnothing_p$ , il faut connaître  $h_i$  et  $h_e$ .

### 2.2.1 Détermination de $h_i$ :

Mc ADAMS donne la formule suivante pour l'écoulement turbulent.

$$(2) \quad Nu = 0,023 R_e^{0,8} \times P_r^{0,4}$$

-Nu : nombre de Nusselt qui contient le coefficient de convection  $h_i$

$$Nu = \frac{h_i d_1}{\lambda_h}$$

où

$d_1$  est le diamètre intérieur du tube =  $2 \times 10^{-2}$  m

$\lambda_h$  est la conductibilité thermique de l'huile = 0,109 kcal/mh°C  
=  $3,02 \times 10^{-5}$  kcal/ms°C. (d'après le tableau A-II du Mc ADAMS)-

- $R_e$  : nombre de Reynolds caractérisant le type d'écoulement.

$$R_e = \frac{\rho_h v_h d_1}{\mu_h}$$

où

$\rho_h$  est la masse spécifique de l'huile =  $0,925 \times 10^3$  kg/m<sup>3</sup> (d'après le tableau A-II du Mc ADAMS).

$\mu_h$  est la viscosité dynamique de l'huile =  $0,6 \times 10^{-3}$  décapoise (à partir du tableau A-II du Mc ADAMS).

$V_h$  est la vitesse de l'huile,

$$V_h = \frac{4q}{\pi d^2} \text{ avec } q \text{ (débit de la pompe d'huile) } 4m^3/h \text{ soit } 1,1 \times 10^{-3} m^3/s$$

on trouvera :  $V_h = 3,5 m/s$

$$Re = \frac{0,925 \times 10^3 \times 3,5 \times 20 \times 10^{-3} \times 10^3}{0,6} = 107,9 \times 10^3 = 107900$$

$Re > 2100$  le régime est bien turbulent.

-Pr : nombre de PRANDLT caractérisant la nature physique du fluide.

$$Pr = \frac{C_p \mu_h}{\lambda_h}$$

où :

$C_p$  est la chaleur spécifique moyenne de l'huile = 0,5 kcal/kg °C  
(tableau A-15 du M<sub>c</sub> ADAMS).

$$Pr = \frac{0,5 \times 0,6 \times 10^{-3}}{3,02 \times 10^{-5}} = 9,93$$

La valeur du nombre de NUSSELT est donnée par l'équation (2).

$$Nu = 0,023 Re^{0,8} \times Pr^{0,4}$$

$$Nu = 0,023 (107900)^{0,8} \times (9,93)^{0,4} = 611$$

Comme

$$Nu = \frac{h_c d_1}{\lambda_h} \quad \text{on tire :}$$

$$h_i = \frac{Nu \lambda_h}{d_1} = \frac{611 \times 0,109}{20 \times 10^{-3}} = 3330 \text{ kcal/m}^2 \text{ h}^\circ \text{C.}$$

### 2.2.2 Détermination de $h_e$ :

A partir du tableau 7-2 du Mc Adams; par interpolation, pour une conduite de 2,7 cm et  $\Delta T$  de l'ordre de 129 °C.

$h_e$  vaut 15,39 kcal/m<sup>2</sup>h °C.

### APPLICATION :

Reprenons l'équation (1) et déterminons  $\phi_p$ .

$$\bullet T_i - T_a = 132 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$\bullet 2\pi l = 37,37 \text{ m.}$$

$$\frac{I}{R_1 h_i} = 0,03 \text{ m h } ^\circ\text{C/ kcal}$$

$$\frac{I}{R_2 h_e} = 4,81 \text{ mh}^\circ\text{C/kcal.}$$

$$\frac{\ln R_2/R_1}{\lambda_1} = 0,006 \text{ mh}^\circ\text{C/kcal.}$$

$$\varphi_p = \frac{37,37 \times 132 \cdot 4932,84}{0,03 + 0,006 + 4,81} = \frac{4932,84}{4,85} = 1017 \text{ kcal/h.}$$

$$\varphi_p = 0,26 p$$

On voit donc que les pertes de chaleur à travers les tuyaux du circuit d'huile sont relativement importantes (20 % de la chaleur fournie par la résistance électrique) et qu'il est donc important d'envisager de les réduire le plus possible; c'est l'objet du paragraphe suivant.

III AMELIORATION DU TRANSFERT THERMIQUE:

3.1 CALORIFUGEAGE :

Le flux calorifique perdu par la conduite nue est :

$$Q_p = \frac{2\pi l (T_i - T_a)}{\left[ \frac{1}{R_1 h_i} + \frac{\ln R_2/R_1}{\lambda_1} + \frac{1}{R_2 h_e} \right]}$$

Si on dispose autour de la conduite un calorifuge (comme par exemple la laine de verre) de rayon  $R_3$ , la résistance thermique devient:

$$R = \left[ \frac{1}{R_1 h_i} + \frac{\ln R_2/R_1}{\lambda_1} + \frac{\ln R_3/R_2}{\lambda_2} + \frac{1}{R_3 h_e} \right] \times \frac{1}{2\pi l}$$

$\lambda_2$  : est la conductibilité thermique de la laine de verre = 0,03 kcal/m h °C.  
L'accroissement de résistance thermique est donc :

$$\Delta R = \frac{1}{2\pi l} \left[ \frac{1}{h_e} \left( \frac{1}{R_3} - \frac{1}{R_2} \right) + \frac{\ln R_3/R_2}{\lambda_2} \right]$$

posons  $\frac{R_3}{R_2} = x$  et  $\frac{\lambda_2}{R_2 h_e} = \beta$

$$\Delta R = \frac{1}{2\pi l R_2 h_e} \left[ \frac{1}{x} - 1 + \frac{\ln x}{\beta} \right] = f(x)$$

$$f'(x) = \frac{1}{2\pi l R_2 h_e} \left[ -\frac{1}{x^2} + \frac{1}{\beta x} \right] \text{ nul pour } x = \beta$$

soit  $R'_3 = \frac{\lambda_2}{h_e} = 1,95 \times 10^{-3} \text{ m.}$

$R'_3 = \frac{\lambda_2}{h_e}$  est appelé rayon critique.

Le rayon extérieur étant plus grand que le rayon critique, l'emploi du calorifuge réduit toujours le flux de chaleur, et l'épaisseur optimale de l'isolant doit être déterminée par l'étude du prix de revient.

### 3.2 EPAISSEUR OPTIMUM DU REVETEMENT ISOLANT :

La méthode consiste à calculer les pertes de chaleur de diverses épaisseurs d'isolant d'après l'équation suivante:

$$Q_i = \frac{2\pi l (T_i - T_a)}{\left[ \frac{1}{R_1 h_i} + \frac{\ln R_2/R_1}{\lambda_1} + \frac{\ln R_3/R_2}{\lambda_2} + \frac{1}{R_3 h_e} \right]}$$

où:

$$\cdot 2\pi l = 37,37 \text{ m}$$

$$\cdot T_i - T_a = 132^\circ \text{C}$$

$$\cdot \frac{1}{R_1 h_i} = 0,03 \text{ m}^2 \text{K} / \text{kcal} ; \frac{\ln R_2/R_1}{\lambda_1} = 0,006 \text{ m}^2 \text{K} / \text{kcal}$$

$$(3) \quad Q_i = \frac{4933}{\left[ 0,03 + 0,006 + \frac{\ln R_3/R_2}{\lambda_2} + \frac{1}{R_3 h_e} \right]} = \frac{4933}{H}$$

La valeur annuelle des pertes calorifiques peut alors être obtenue pour chaque épaisseur.

Le prix annuel de l'isolement installé peut d'autre part se déterminer à partir de la dépense initiale et de son amortissement (temps d'amortissement 5ans)

Ces calculs nécessitent la connaissance du prix de la laine de verre et du kwh.

-Prix de la laine de verre d'après l'ISOLATION ALGERIE 170 DA par m<sup>2</sup> pour une épaisseur de 50 mm.

-Prix du kwh d'après SONELGAZ : 0,096 DA

Le nombre d'heures de fonctionnement de la colonne sur une année est de 680 heures. ( nous avons considéré 4 mois de fonctionnement soit 17 semaines à 5 jours et à 8 heures par jour ).



Dressons le tableau A-2 donnant la valeur annuelle des pertes calorifiques pour chaque épaisseur (courbe 1'), le prix annuel de l'isolant (courbe 2') et leur somme (courbe 1' + 2').

Exemple de calcul pour une épaisseur de 1 cm:

-En appliquant l'équation (3) on trouve:

$$Q_t = 232 \text{ kcal/h soit } Q_a = 232 \times 680 = 157760 \text{ kcal par année.}$$

Sachant 1 kWh = 860 kcal, on détermine la valeur annuelle de la perte

$$\frac{157760 \times 0,096}{860} = 17,61 \text{ DA}$$

-Prix annuel de l'isolant.

la surface à revêtir est de :

$$2 \pi R_2 l = 6,28 \times 0,0135 \times 5,95 = 0,5 \text{ m}^2$$

on sait que : 170 DA  $\longrightarrow$  1 m<sup>2</sup>  
x  $\longleftarrow$  0,5 m<sup>2</sup>  
x = 85 DA pour 5 cm d'épaisseur.

Donc pour 1 cm et en tenant compte du temps d'amortissement le prix annuel de l'isolant est de :

$$\frac{85}{5 \times 5} = 3,4 \text{ DA}$$

La figure A-3 montre les les résultats caractéristiques d'un tel calcul . Lorsque l'épaisseur de calorifuge augmente, la dépense correspondant aux pertes de chaleur (1') diminue, mais les frais de l'installation ( 2') augmentent : on détermine alors l'épaisseur optimum en recherchant le minimum de la courbe ( 1' + 2'), ce qui correspond à une épaisseur de 2 cm.

3.3 CONCLUSION :

On a vu précédemment que les pertes de chaleur à travers les tuyaux du circuit d'huile sont relativement importantes (20 % de la chaleur fournie par la résistance électrique ).

Après calorifugeage de la tuyauterie par la laine de verre (épaisseur optimum du revêtement isolant est de 2 cm), les pertes seront diminuées à 153 kcal/h; soit 3 % de la chaleur fournie par la résistance électrique. En pourcentage les pertes ont été réduites de 85 points.

IV CALCUL DES PERTES THERMIQUES LE LONG DES ELEMENTS.

EN VERBE DE LA COLONNE:

4.1 PRELIMINAIRES:

Dans la transmission de chaleur par convection libre ou naturelle le mouvement du fluide est provoqué par les variations de la masse volumique dues au propre échauffement qui produit le mouvement du fluide.

Le problème est analogue à celui de la convection forcée mais la cause extérieure produisant le mouvement du fluide (le ventilateur ou le compresseur) est supprimée.

Bien entendu, le taux de transmission de chaleur atteint des niveaux bien moins élevés qu'en convection forcée.

4.2 PRINCIPE DU MECANISME DE LA CONVECTION NATURELLE.:

Tout gaz se dilate lorsque sa température augmente.

Soit  $T_a$  la température absolue de l'air ambiant et  $\rho_a$  sa masse volumique. Si l'on considère un élément de fluide à la température  $T$  et de masse volumique  $\rho$ , la poussée d'ARCHIMEDE par unité de volume pour un élément du fluide à la température  $T$  sera:

$$(\rho_a - \rho) \times g$$

Ou encore la poussée d'ARCHIMEDE par unité de masse sera:  $\frac{(\rho_a - \rho) g}{\rho}$

Cette force ascensionnelle provoque la montée de l'air ou du fluide. Pour un gaz parfait, l'équation caractéristique permet d'écrire:

$$\frac{\rho_a}{\rho} = \frac{\rho_a T}{\rho T_a} = \frac{T}{T_a}$$

Dans le cas considéré  $P = P_a$

D'où pour la poussée d'ARCHIMEDE par unité de masse :

$$\frac{(T - T_a) g}{T_a} = \frac{\Delta T \cdot g}{T_a}$$

$\frac{1}{T_a}$  inverse de la température absolue est pour les gaz le coefficient de dilatation vrai,  $\alpha$  qu'il ne faut pas confondre avec  $\alpha_0$  pris à la température  $T = 0$  ( $^{\circ}\text{C}$ ).

On voit donc apparaître le groupement  $\alpha g$  qui remplace dans la convection naturelle la vitesse qui, en convection forcée est imposée par la pompe actionnant le fluide.

Le phénomène de convection naturelle est caractérisé par une relation de la forme :

$$\text{Nu} = f(\text{Gr}, \text{Pr})$$

où

- Nu est le nombre de NUSSELT :

$$\text{Nu} = \frac{hl}{\lambda}$$

$h$ : Coefficient de transfert de chaleur kcal/hm<sup>2</sup> °C

$\lambda$ : Conductibilité thermique en kcal/hm °C

$l$ : dimension caractéristique en m

- Gr est le nombre de GRASHOF :

$$\text{Gr} = \frac{\alpha g \Delta T \rho^2 l^3}{\mu^2}$$

$\mu$  étant la viscosité dynamique kg/m s

- Pr est le nombre de PRANDTL :

$$\text{Pr} = \frac{\mu c_p}{\lambda}$$

$c_p$  étant la chaleur spécifique en kcal/kg °C.

#### 4.3 FORMULES PRATIQUES DE LA CONVECTION NATURELLE :

Le tableau (I) ci-dessous donne des équations simplifiées applicables dans le cas où le fluide est l'air;  $h$  est exprimé en kcal/m<sup>2</sup> h°C.

(I) THERMODYNAMIQUE II; Fascicule 2; Transmission de la chaleur ; ENP (Département de Mécanique).

ELEMENTS CHAUFFANTS			$h/(\Delta T)^{0,25}$
PLAQUES	Verticales	$H' > 1 \text{ m}$	1,7
		$H' < 1 \text{ m}$	1,56
	horizontales	au-dessus du fluide	1,1
		au-dessous du fluide	2,1
TUBES	Diamètre extérieur $d(\text{mm})$	horizontal	$5,3/d^{0,25}$
		vertical $H > 0,6 \text{ m}$	$5/d^{0,25}$

#### 4.4 CALCUL DE PERTES DE CHALEUR :

Ce calcul a été fait en prenant comme mélange à rectifier : acide acétique -eau .

La perte totale de chaleur est la somme des pertes de chaleur à travers les éléments de la colonne et le bouilleur.

##### 4.4.1 Perte de chaleur à travers les plateaux :

Les dimensions caractéristiques d'un plateau sont les suivantes :

- Longueur :  $l = 12 \text{ cm}$
- Diamètre extérieur :  $\bar{d} = 110 \text{ mm}$

Comme la colonne en possède 18 : la longueur  $l$  sera :

$$12 \text{ cm} \times 18 = 216 \text{ cm} = 2,16 \text{ m}$$

$T_2$  : Température de surface =  $97^\circ\text{C}$  (On a pris une température de surface unique : moyenne établie sur toute la longueur de la colonne (plateaux)).

$T_a$  : Température de l'air ambiant =  $18^\circ\text{C}$

$$\Delta T = T_2 - T_a = 79^\circ\text{C}$$

On applique l'équation suivante :

$$h/(\Delta T)^{0,25} = 5/d^{0,25}$$

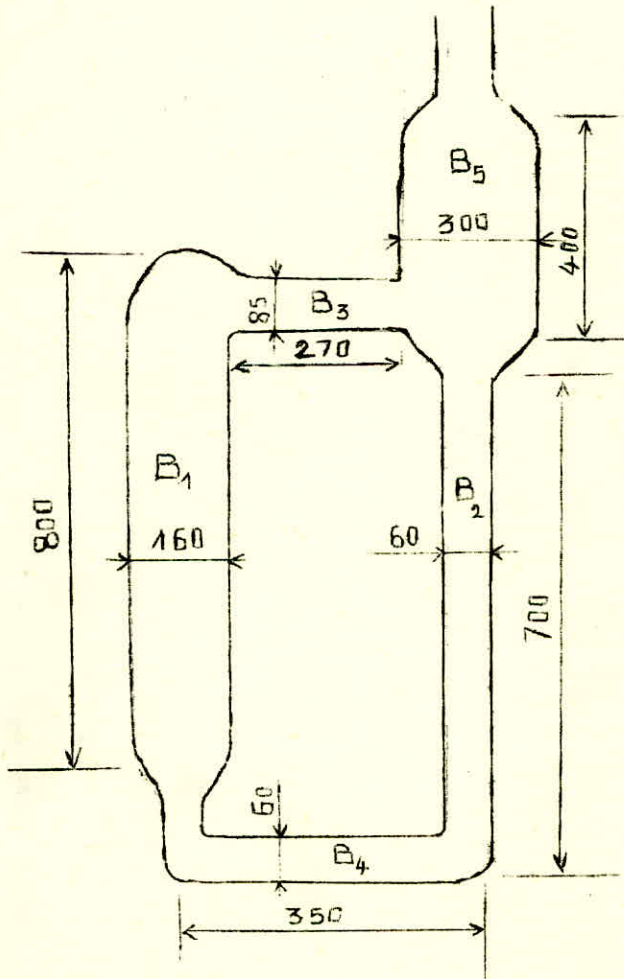
$$h = (\Delta T)^{0,25} \times 5/110^{0,25} = 79^{0,25} \times 5/3,24 = 4,6 \text{ kcal/m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C}$$

$$\text{Surface } S = \pi d l = 3,14 \times 0,11 \times 2,16 = 0,75 \text{ m}^2$$

$$\text{Perte : } \dot{Q} = h S \Delta T = 4,6 \times 0,75 \times 79 = 273 \text{ kcal/h}$$

#### 4.4.2 Perte à travers le bouilleur :

On divise le bouilleur en plusieurs parties : voir schéma ci-dessous.



a- Perte à travers D<sub>1</sub> :

$$d = 160 \text{ mm}$$

$$\Delta T = T_2 - T_a = 106 - 18 = 88^\circ\text{C}$$

$$l = 0,8 \text{ m}$$

on applique l'équation suivante :  $h/(\Delta T)^{0,25} = 5/d^{0,25}$

$$h = 88^{0,25} \times 5/160^{0,25} = 3,06 \times 5/3,56 = 4,30 \text{ kcal/m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C}$$

$$\text{Surface } S = \Pi d l = 3,14 \times 0,16 \times 0,8 = 0,4 \text{ m}^2$$

$$\text{Perte : } \dot{Q} = hS\Delta T = 4,30 \times 0,4 \times 88 = 151 \text{ kcal/h}$$

b- à travers D<sub>2</sub>:

$$d = 60 \text{ mm}$$

$$\Delta T = T_2 - T_a = 106 - 18 = 88^\circ\text{C}$$

$$l = 0,7 \text{ m}$$

on applique l'équation suivante :  $h/(\Delta T)^{0,25} = 5/d^{0,25}$

$$h = 88^{0,25} \times 5/60^{0,25} = 3,06 \times 5/2,78 = 5,5 \text{ kcal/hm}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\text{Surface } S = \Pi d l = 3,14 \times 0,06 \times 0,7 = 0,13 \text{ m}^2$$

$$\text{Perte : } \dot{Q} = hS\Delta T = 5,5 \times 0,13 \times 88 = 63 \text{ kcal/h}$$

c- à travers D<sub>3</sub> :

$$d = 85 \text{ mm}$$

$$\Delta T = T_2 - T_a = 106 - 18 = 88^\circ\text{C}$$

$$l = 0,27 \text{ m}$$

on applique l'équation suivante :  $h/(\Delta T)^{0,25} = 5,3/d^{0,25}$

$$h = 88^{0,25} \times 5,3/85^{0,25} = 3,06 \times 5,3/3,04 = 5,33 \text{ kcal/h m}^2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\text{Surface } S = \Pi d l = 3,14 \times 0,085 \times 0,27 = 0,07 \text{ m}^2$$

$$\text{Perte : } \dot{Q} = hS\Delta T = 5,33 \times 0,07 \times 88 = 33 \text{ kcal/h}$$

d - à travers D<sub>4</sub> :

$$d = 60 \text{ mm}$$

$$\Delta T = T_2 - T_a = 106 - 10 = 96 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$l = 0,35 \text{ m}$$

on applique  $h/(\Delta T)^{0,25} = 5,3/d^{0,25}$

$$h = 96^{0,25} \times 5,3/60^{0,25} = 3,06 \times 5,3/60^{0,25} = 5,03 \text{ kcal/m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C}$$

$$\text{Surface } S = \Pi d l = 3,14 \times 0,06 \times 0,35 = 0,07 \text{ m}^2$$

$$\text{Perte : } \varnothing = h S \Delta T = 5,03 \times 0,07 \times 96 = 36 \text{ kcal/h}$$

e- à travers D<sub>5</sub> :

$$d = 300 \text{ mm}$$

$$\Delta T = T_2 - T_a = 104 - 10 = 96 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$l = 0,4 \text{ m}$$

on applique l'équation suivante :

$h/(\Delta T)^{0,25} = 1,56$  nous avons pris cette formule car nous n'en avons pas trouvé pour un cylindre vertical court ( de longueur inférieure à 0,6 m).

Nous avons assimilé le cylindre à une plaque verticale de hauteur inférieure à 1 m.

$$h = 96^{0,25} \times 1,56 = 3,05 \times 1,56 = 4,76 \text{ kcal/m}^2 \text{ h } ^\circ\text{C}$$

$$\text{Surface } S = \Pi d l = 0,30 \text{ m}^2$$

$$\text{Perte : } \varnothing = h S \Delta T = 4,76 \times 0,30 \times 96 = 156 \text{ kcal/h}$$

#### 4.5 CONCLUSION :

La perte de chaleur totale le long des éléments du bouilleur est donc :  $151 + 63 + 33 + 36 + 156 = 439 \text{ kcal/h}$ .

Cette perte de chaleur est relativement importante, mais n'a pas d'influence sur l'efficacité de la rectification à l'intérieur de la colonne.

Par contre, la perte de chaleur le long de la colonne qui est de 273 Kcal/h peut avoir une influence notable sur les équilibres liquide-vapeur qui s'établissent au niveau de chaque plateau et par suite peuvent diminuer l'efficacité de la colonne.

Nos successeurs ~~pourraient~~ envisager de faire l'étude expérimentale de l'efficacité avec une colonne calorifugée afin de voir si les pertes thermiques ont réellement de l'influence sur l'efficacité.

Il y aurait lieu aussi de faire l'étude théorique d'une rectification non adiabatique tenant compte des pertes de chaleur par plateau et de voir ainsi si ces pertes peuvent expliquer le mauvais rendement constaté sur la colonne.



## B - REFRIGERATION

### I BUT ET DEFINITION

#### I.1 INTRODUCTION :

Le constructeur nous a livré une colonne de rectification, à 18 plateaux, de diamètre 100 mm, qui dépend de l'alimentation générale en eau pour l'Ecole Nationale Polytechnique (département Génie - Chimique). En cas de coupure de celle-ci nous sommes obligés d'arrêter la rectification faute de quoi de graves incidents surgiront.

La solution de ce problème réside dans la réalisation d'un appareillage annexe permettant le refroidissement et la circulation de l'eau en circuit fermé.

#### I.2 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT :

Le schéma général d'un système permettant le refroidissement et la circulation de l'eau en circuit fermé apparaît sur la figure B-I.

L'eau à refroidir entre en a dans l'appareil et tombe en pluie sur les lattes dont le but est de ralentir sa chute et d'augmenter la surface d'échange, tandis que l'air circule de (1) vers (2). En b on peut reprendre l'eau refroidie recueillie dans le bassin B. La pompe P la renvoie à travers les échangeurs de la colonne C, d'où elle revient chaude en a. Comme le refroidissement en R implique normalement l'évaporation d'une certaine quantité d'eau, il faut réintroduire dans le bassin B un poids d'eau équivalent.

## II PRINCIPAUX TYPES DE REFRIGERANTS ATMOSPHERIQUES

Il existe un nombre important de types de réfrigérants et le choix définitif par l'utilisateur, en est souvent rendu difficile.

On va placer en face de chacun des types d'appareils proposés une énumération de leurs qualités et de leurs défauts.

### 2.1 BASSINS A CIEL OUVERT :

Ce type de réfrigérant est le plus simple, mais toutefois nécessite des étendues considérables pour obtenir un refroidissement acceptable.

### 2.2 REFRIGERANTS A GRADINS : (figure B-2)

Ces appareils sont constitués d'empilages de lattes de bois sur lesquelles l'eau est répartie en gouttes. Ils sont protégés sur leur pourtour extérieur par des jalousies réduisant autant que possible les projections extérieures de gouttelettes.

Les réfrigérants à gradins sont relativement encombrants. En dehors de leur surface occupée propre, ils demandent un espace libre périphérique ne faisant pas obstacle à la libre circulation de l'air avoisinant. Ils ont comme avantage principal d'être extrêmement simples, rustiques et d'un prix de revient réduit; ils nécessitent pratiquement aucun entretien. Ils ont par contre comme inconvénient de donner des résultats variables avec le vent.

### 2.3 REFRIGERANTS A TIRAGE FORCE : (figure B-3)

Dans ces appareils l'appel d'air est réalisé artificiellement au moyen de ventilateurs.

Ces réfrigérants conduisent à des encombrements très sensiblement réduits par rapport aux réfrigérants à gradins (les surfaces de base peuvent être réduites de moitié, ou même quelque fois plus, en particuliers dans les appareils de caractéristiques très poussées). Les vitesses d'air élevées à l'intérieur de la dispersion assurent un refroidissement très efficace (dû en partie à l'augmentation du coefficient d'échange résultant d'une grande vitesse du courant d'air).

Il faut noter toutefois en leur défaveur une absorption de puissance constante due à l'entraînement du ventilateur; un entretien plus délicat et le bruit parfois important produit par les ventilateurs de tirage.

### III MATERIAUX EMPLOYES POUR LA CONSTRUCTION DE REFRIGERANTS :

#### 3.I SURFACES DE RUISSELLEMENT :

Les matériaux employés pour la réalisation des surfaces de ruissellement comprennent le bois, l'amiante-ciment et les matériaux plastiques.

##### 3.I.1. Bois :

Il a constitué pendant longtemps le matériau traditionnel avec lequel étaient réalisées les surfaces d'échange des réfrigérants atmosphériques.

Les variétés de bois le mieux appropriées pour une bonne tenue en lieu humide sont : le sapin, l'épicéa, le pin d'Orégon, le séquoia, le redwood, de textures assez denses.

Il sera inutile, la plupart du temps, de prévoir un traitement préalable des bois, si leur choix répond aux impératifs indiqués ci-dessus et si leur épaisseur minimale reste encore suffisante (20 mm par exemple (1)). Dans certains cas particuliers, toutefois on pourra envisager une imprégnation préalable au moyen de crésote, de carbonyle, ou de tout autre produit insecticide ou anti-moisissure tels que pentachlorophénols ou sels de cuivre.

L'utilisation du bois sera à proscrire de délignification si le pH de l'eau de circulation est supérieur (2) à 8, c'est à dire, dans le cas d'eau basique. Les bois sont également sensibles à des attaques trop violentes de chlore, notamment sous forme gazeuse, produit souvent utilisé dans les tours de réfrigération comme agent antialgues.

##### 3.I.2 Amiante-Ciment - Plastiques :

L'amiante-ciment est utilisé sous forme de plaques planes ou ondulées pour la constitution de surfaces de ruissellement ; il a permis également de réaliser des lattes d'éclatement issues de la découpe à la meule de plaques ondulées normales. La forme incurvée de ces lattes leur assure une excellente rigidité et évite par ailleurs la formation d'un matelas fluide amortisseur pouvant gêner l'éclatement de l'eau en fines gouttelettes.

(1) et (2) TECHNIQUES DE L'INGENIEUR : mécanique et chaleur tome 2 page 353.

Les matériaux plastiques tels que le chlorure de polyvinyle, le polypropylène, le polyéthylène, ou les polyesters, sont apparus récemment pour la réalisation de lattes d'éclatement.

Si la bonne tenue de l'amiante-ciment nécessite un pH des eaux de circulation supérieur à 6,5 et l'absence de CO<sub>2</sub> libre et agressif (1), aucune limite de pH n'est exigée dans le cas d'emploi de matériaux plastiques.

Signalons enfin l'utilisation dans une mesure plus restreinte, pour la constitution de surfaces de ruissellement, de métaux tels que le cuivre, l'aluminium, l'acier inoxydable ou l'acier galvanisé.

### 3.2 TYPES DE RUISSÈLEMENT :

Dans le domaine des surfaces d'échange entre air et eau, deux types de ruissellement se distinguent:

#### 3.2.1 Ruissellement à Film Pur :

L'échange peut s'effectuer grâce à des surfaces planes ou ondulées, le long desquelles l'eau à refroidir ruisselle sous forme d'un film pur, adhérent à ces surfaces.

La figure B-4 montre les surfaces de ruissellement par film pur, constituées par de plaques planes verticales. L'air traverse verticalement, de bas en haut, le réseau de plaques pendant que l'eau tombe par gravité à la surface de ces dernières. Les surfaces de contact entre air et eau sont ainsi nettement définies.

Par l'absence de création de gouttes, ce type de ruissellement nécessite une distribution d'eau très homogène sur les surfaces d'échange. En raison des vides peu importants ménagés entre deux surfaces voisines, les risques de bouchage par dépôt de tartre ou d'algues sont à craindre.

#### 3.2.2 Ruissellement à Gouttes :

L'échange peut également s'effectuer par l'intermédiaire de surfaces assurant un éclatement de l'eau en fines gouttelettes, appelé Effet Splash.

(1) TECHNIQUES DE L'INGENIEUR : mécanique et chaleur tome 2 page 353.

La figure D-5 montre un ensemble de dispersion à Effet Splash, l'air circulant horizontalement, obliquement ou verticalement, pendant que l'eau tombe par gravité d'un plancher de lattage à un autre en subissant un véritable éclatement. Les gouttelettes ainsi créées augmentent artificiellement les surfaces de contact entre air et eau. En outre, la vitesse relative élevée de ces gouttelettes par rapport au courant d'air augmente considérablement leur coefficient d'échange. La disposition plus aérée de ces lattages permet alors à l'air de circuler dans des directions horizontale, verticale, ou obliques. On peut ainsi placer les surfaces d'échange non seulement au-dessus des entrées d'air, mais encore sur toute leur hauteur jusqu'au niveau du plan d'eau dans le bassin. La disposition aérée de ces lattages les met à l'abri de tout bouchage des circuits d'eau et d'air par dépôt d'algues ou de terre.

Grâce à la création d'un grand nombre de gouttelettes, la répartition de l'eau est très vite assurée de façon homogène.

IV. REFRIGERANT CHOISI : figure B-6

4.1 TYPE DE REFRIGERANT:

Etant donnés, le faible débit d'eau de circulation ( inférieur à -  $100 \text{ m}^3/\text{h}$ ), l'entretien à peu près nul qui est dû à l'absence de toutes pièces mécaniques en mouvement, le prix de revient réduit, le réfrigérant à gradins est choisi.

4.2 MATERIAU EMPLOYE POUR LA CONSTRUCTION DU REFRIGERANT:

4.2.1. SURFACES DE RUISSELLEMENT:

Le matériau employé pour la construction est le bois: sapin.

On remarque que cette variété répond bien aux impératifs indiqués dans 3.1.1. Comme les surfaces, assurant l'éclatement de l'eau en fines gouttelettes, ont une épaisseur inférieure à 20 mm, elles ont été imprégnées au moyen d'un produit anti-moisissure qu'est le sulfate de cuivre.

4.2.2 TYPE DE RUISSELLEMENT:

Le type de ruissellement adopté est la dispersion à EFFET SPLASH, car une disposition aérée des lattages les met à l'abri de tout bouchage des circuits d'air et d'eau par dépôt d'algues ou de tartre. Il faut toutefois noter que la répartition de l'eau est très vite assurée de façon homogène et cela grâce à la création d'un grand nombre de gouttelettes.

### V CIRCUIT FERME :

Le schéma du circuit fermé apparaît sur la figure B-7

#### 5.I DESCRIPTION :

En plus du réfrigérant à gradins (voir figure B-6), le circuit fermé comprend un système de distribution d'eau chaude (en haut de la tour). L'eau froide, qui est récupérée en bas de la tour dans un bac, est renvoyée par une pompe à travers les échangeurs de la colonne d'où elle revient chaude au système de distribution.

Il faut noter toutefois que, sur la tuyauterie amenant l'eau chaude au système de distribution, une dérivation a été prévue pour la récupération de chaleur qui servira à chauffer le hall du génie-chimique en hiver.

Plaçons-nous dans le cas de fonctionnement d'hiver:

La vanne  $V_4$  est fermée, l'eau chaude passe à travers le radiateur, y cède une partie de ses calories et rejoint le circuit fermé en  $I_2$ ; de ce fait, elle passe par la tour de réfrigération.

On peut noter qu'il y aurait eu une autre possibilité: Court-circuiter la tour en reliant la sortie de  $I_2$  à l'entrée de la pompe: Ce sera l'oeuvre de nos successeurs.

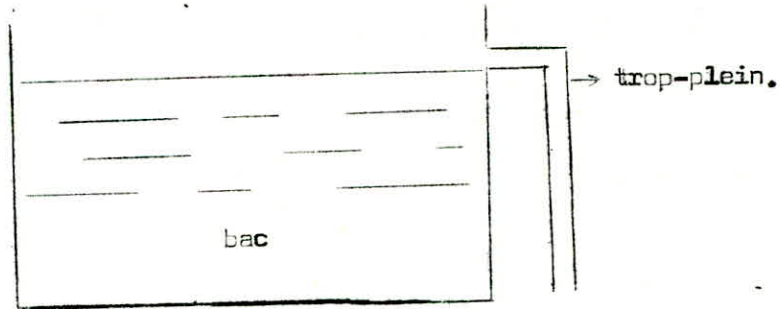
#### 5.I.1 DISTRIBUTION D'EAU : figure B-8

La distribution d'eau s'effectue au moyen d'un arrosoir en cuivre de 320 mm de diamètre. Des trous, de 0,75 mm de rayon, percés sur ce dernier permettent la pulvérisation d'eau de circulation.

#### 5.I.2 RECUPERATION D'EAU REFROIDIE : figure B-9

La récupération se fait dans un bac, en acier (tôles noires), de  $1m^2$  de surface de base et de 0,65 m de hauteur. Ce bac est muni de 8 oreilles dont 4 (b) assurent sa fixation et les 4 autres (c) permettent de fixer le réfrigérant au bac.

Pour éviter des fuites intempestives d'eau par dessus le bac, il y a lieu de prévoir un système de trop plein fait de la façon suivante: Un tuyau vertical est soudé sur une paroi latérale du bac et évacue ainsi l'eau dès que son niveau atteint celui du trop plein.



### 5.1.3 POMPE :

C'est une pompe centrifuge du type GUINARD - EMA - 4. Elle a un débit maximum de l'ordre de  $2 \text{ m}^3/\text{h}$ .

ATTENTION : Il ne faut jamais faire fonctionner la pompe sans liquide.

### 5.2 MISE EN MARCHÉ :

Avant de mettre en marche, il faut vérifier le niveau d'eau dans le bac. Deux possibilités peuvent se présenter :

a- Le niveau d'eau est inférieur au niveau d'aspiration de la pompe :

Dans ce cas, il est nécessaire de rajouter l'eau dans le bac jusqu'à dépasser le niveau d'aspiration afin d'éviter que la pompe fonctionne sans liquide.

Pour rajouter l'eau, on procède de la façon suivante :

- $I_1$  et  $I_2$  restent en place.
- Fermer  $V_2$  (vanne d'évacuation en circuit ouvert) et  $V_3$  (vanne réglant le débit d'eau en circuit fermé).
- Ouvrir dans l'ordre suivant les vannes  $V_4$ ,  $V_5$  puis  $V_1$  (vanne contrôlant la quantité d'eau à rajouter).

b- Le niveau d'eau est supérieur au niveau d'aspiration de la pompe.

- $I_1$  et  $I_2$  restent en place.
- Fermer  $V_1$  et  $V_2$  (vannes du circuit ouvert).
- Ouvrir  $V_3$ ,  $V_4$ ,  $V_5$  (vannes du circuit fermé).

### 5-3 ENTRETIEN :

Par suite de l'absence de toutes pièces mécaniques en mouvement, l'entretien se résume à la vérification périodique des surfaces d'éclatement et de l'état du système de distribution d'eau. On nettoiera les trous qui ont pu être obstrués, partiellement ou totalement, par des boues ou des impuretés diverses véhiculées par le circuit d'eau.



Les poussières apportées par l'air se déposent sous forme de boues au fond du bassin, il y aura lieu d'évacuer ces dernières en vidant le bassin périodiquement.

Il faut noter toutefois que l'eau à la sortie du bassin passe à travers un filtre (diamètre des trous est de 0,3 mm), ce qui réduit considérablement la quantité d'impuretés véhiculées par le circuit d'eau.

## VI ETUDE EXPERIMENTALE :

Les essais de réfrigérants atmosphériques représentent une opération très délicate en raison du grand nombre de paramètres en jeu et de l'instabilité des conditions d'ambiance.

Il sera indispensable de répéter l'ensemble de mesures un grand nombre de fois et de prendre des valeurs moyennes. Cette remarque est surtout valable pour les réfrigérants à tirage naturel qui sont particulièrement sensibles à différents facteurs atmosphériques plus ou moins impondérables, tels que la force et la direction du vent, la présence ou l'absence de soleil au sommet de la cheminée etc..

### 6.1 MESURE DU DEBIT D'EAU :

La mesure du débit d'eau de circulation nécessite les opérations suivantes :

- enlever l'arrosoir.
- mettre le circuit fermé en marche.
- mesurer le temps qu'il faut pour remplir un ballon, de volume bien déterminé, placé sous l'arrivée d'eau chaude.
- Remettre l'arrosoir en place.

### 6.2 MESURE DE TEMPERATURES :

Les mesures des températures d'eau froide et d'eau chaude sont effectuées au moyen de thermomètres à colonne de mercure mis en contact direct avec l'eau.

### 6.3 MESURE DE LA PERTE D'EAU :

La perte d'eau est une quantité variable : Elle dépend de plusieurs facteurs dont le plus important est le vent.

Pour pouvoir la déterminer au cours d'un essai d'une durée déterminée : on notera respectivement le niveau initial et final de l'eau du bac et la différence entre ces derniers nous permettra de connaître la perte d'eau.

### 6.4 CALCUL DE LA PUISSANCE CALORIFIQUE :

La puissance calorifique  $Q$  (en kcal/h) caractérise la capacité de réfrigération du réfrigérant atmosphérique. C'est le produit du débit d'eau  $G$  (en kg/h) par la chute de température entre l'eau chaude et l'eau froide  $\Delta T$  ( en ° C).

### 6.5 RESULTATS EXPERIMENTAUX :

Nos premiers essais ont porté sur l'eau sortant directement du condenseur de la colonne. Comme la température de cette eau n'excédait que de quelques degrés (4 à 5 environs) celle de l'ambiante, nous avons entrepris une deuxième série

d'essais en provoquant un chauffage supplémentaire par l'intermédiaire d'une résistance électrique placée sur la conduite en amont du réfrigérant.

#### 6.5.1 Première Série d'essais :

Les résultats de la première série d'essais sont consignés sur le tableau D-10.

#### Exemple de calcul :

$$\Delta T = 4,6 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$B = 720 \text{ kg/h}$$

$$C : \text{chaleur spécifique de l'eau} = 1 \text{ kcal/kg}^\circ\text{C}$$

$$Q = GC\Delta T = 720 \times 1 \times 4,6 = 3312 \text{ kcal/h}$$

#### 6.5.2 Deuxième série d'essais : Tableaux E-II à E-16.

Dans cette deuxième série, nous avons noté de façon précise les heures auxquelles se faisaient les essais afin de tester l'influence de l'humidité de l'air : nous avons pu obtenir la valeur de cette grandeur auprès du service climatologie de l'Institut National Agronomique (I.N.A.).

Nous avons tracé la courbe (figure E-17) donnant la puissance calorifique en fonction de l'humidité relative ( $\epsilon$ ) à débit d'eau (G) constant. Nous obtenons un résultat logique à l'aide de 5 expériences; la puissance calorifique est bien une fonction décroissante de l'humidité : on comprend intuitivement que plus l'air contenant de l'humidité moins il peut en recevoir.

#### 6.5.3 Conclusion :

On remarque que la puissance calorifique augmente lorsqu'on provoque un chauffage supplémentaire sur la canalisation d'amenée d'eau. Ce sont les résultats obtenus au cours de cette série d'essais qui nous renseignent mieux sur la capacité de réfrigération du réfrigérant atmosphérique.

La perte d'eau ne peut être reliée à la puissance de réfrigération car elle est très influencée par la vitesse du vent. Pour la diminuer; il y aurait peut être lieu de prévoir un élargissement du bac dans sa partie supérieure par des parois obliques jouant le rôle d'un entonnoir.

## B I B L I O G R A P H I E

### A. TRANSFERT THERMIQUE .

- \_ Transmission de la Chaleur et Thermodynamique par F. KREITH ; Masson ; Paris 1967 .
- \_ Transmission de la Chaleur par W . H . Mc ADAMS ; deuxième édition ; Dunod ; Paris 1964 .
- \_ Thermodynamique II ; Fascicule 2 ; Transmission de la Chaleur ; ENP (Département de Mécanique ) ; Alger .
- \_ Transfert de Chaleur par DELBOUYS ; ENP ( Département de Génie-Chimique ) ; Alger 1976 .
- \_ Transfert de Chaleur par G. COGNET ; ENP (Département de Génie-Chimique ) ; Alger .

### B. REFRIGERATION .

- \_ Mécanique et Chaleur ; Tome 2 ; TECHNIQUE DE L'INGENIEUR ; Paris .
- \_ Thermodynamique Technique ; Tome 2 par A. HOUBERECHTS ; troisième édition ; Dunod ; Paris 1962 .

## TABLE DES MATIERES

	Page
A. TRANSFERT THERMIQUE.	
I Généralités- Rappels de quelques Notions Fondamentales	I
I.1 Introduction	I
I.2 Lois Fondamentales	I
I.2.1 Conduction	I
I.2.2 Rayonnement	3
I.2.3 Convection	4
II Etude des Transferts Thermiques sur le Circuit d'huile	5
2.1 Puissance Thermique Moyenne	5
2.2 Flux de Chaleur Perdue	5
2.2.1 Détermination de $h_i$	6
2.2.2 Détermination de $h_e$	7
III Amélioration du Transfert Thermique	9
3.2 Epaisseur Optimum du Revêtement Isolant	10
3.3 Conclusion	11
IV Calcul des pertes Thermiques le Long des Eléments en Verre de la Colonne.	12
4.1 Préliminaires	12
4.2 Principe du Mécanisme de la Convection Naturelle	12
4.3 Formules Pratiques de la Convection Naturelle	13
4.4 Calcul de Pertes de Chaleur	14
4.4.1 Perte de Chaleur à travers les Plateaux	14
4.4.2 Perte de Chaleur à travers le Bouilleur	15
4.5 Conclusion	17
B. REFRIGERATION	
I But et Définition	19
I.1 Introduction	19
I.2 Principe de Fonctionnement	19
II Principaux Types de Réfrigérants Atmosphériques	20
2.1 Bassins à Ciel Ouvert	20
2.2 Réfrigérants à Gradins	20
2.3 Réfrigérants à Tirage Forcé	20

III Matériaux Employés pour la Construction de Réfrigérants	21
3.1 Surfaces de Ruissellement	21
3.3.1 Bois	21
3.3.2 Amiante-Ciment Plastiques	21
3.2 Types de Ruissellement	22
3.2.1 Ruissellement à Film Pur	22
3.2.2 Ruissellement à Gouttes	22
IV Réfrigérant Choisi	24
4.1 Type de Réfrigérant	24
4.2 Matériau Employé pour la construction du Réfrigérant	24
4.2.1 Surfaces de Ruissellement	24
4.2.2 Type de Ruissellement	24
V Circuit Fermé	25
5.1 Description	25
5.1.1 Distribution d'Eau	25
5.1.2 Récupération d'Eau Refroidie	25
5.1.3 Pompe	26
5.2 Mise en Marche	26
5.3 Entretien	26
VI Etude Expérimentale	28
6.1 Mesure du Débit d'Eau	28
6.2 Mesure de Températures	28
6.3 Mesure de la Perte d'Eau	28
6.4 Calcul de la Puissance Calorifique	28
6.5 Résultats Expérimentaux	28
6.5.1 Première Série d'Essais	29
6.5.2 Deuxième Série d'Essais	29
6.5.3 Conclusion	29

5/77

UNIVERSITE D'ALGER

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

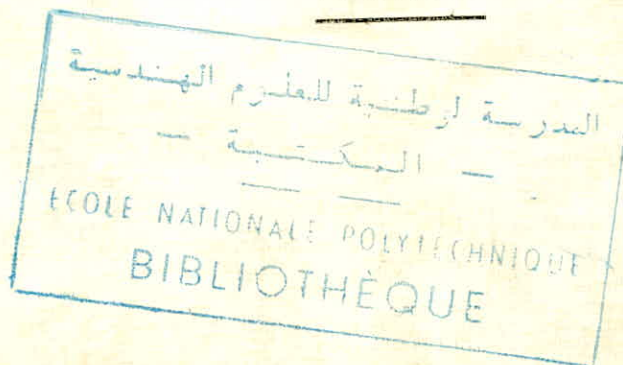
DEPARTEMENT GENIE - CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

# COLONNE DE RECTIFICATION

DEMARRAGE - TRANSFERTS THERMIQUES

ANNEXE



Proposé par :

Mr DELBOUYS

Mr JOULIA

Etudié par :

Mlle STAMBOULI

Mr BELHACHEMI





COLONNE DE RECTIFICATION

## C A R A C T E R I S T I Q U E S D U V E R R E S 7 3 2 0 1

---

Le verre S 73201 de Sovirel est un borosilicate à faible coefficient de dilatation, caractérisé par une très bonne résistance thermique et chimique. Ses qualités en font le verre le plus apprécié dans les laboratoires. Il est en outre très facile à travailler au chalumeau oxydrique ; il se travaille rapidement et sans précautions particulières, ce qui en fait un matériau économique.

### COMPOSITION

Silice $\text{SiO}_2$ : 80,00	Oxyde ferrique $\text{Fe}_2\text{O}_3$ : 0,05
Anhydride borique $\text{B}_2\text{O}_3$ : 13,00	Oxyde de sodium $\text{Na}_2\text{O}$ : 3,50
Alumine $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 2,25	Oxyde de potassium $\text{K}_2\text{O}$ : 1,15

### PROPRIETES PHYSIQUES

- Masse volumique : 2,23 g/cm<sup>3</sup>
- Elasticité : module d'élasticité  $E = 6\ 500$  hectobars  
coefficient de Poisson  $\nu = 0,22$
- Dureté : 3,1. Elle est déterminée par la méthode du jet de sable, c'est à dire que l'on mesure la profondeur des rayures créées par l'action d'un jet de sable dont toutes les caractéristiques sont parfaitement définies.
- Résistance à la compression : 3 600 bars
- Résistance à la traction : 150 bars.

### PROPRIÉTÉS THERMIQUES ET THERMOPLASTIQUES

- Chaleur spécifique : 0,20 kcal/kg/°C
- Coefficient de dilatation linéaire de 20 à 300°C :  $32 \cdot 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$
- Conductibilité thermique : à 20°C 0,97 kcal/m h°C  
150°C 1,08 kcal/m h°C  
300°C 1,22 kcal/m h°C

Les verres sont mauvais conducteurs de la chaleur par rapport aux métaux (cinq fois moins conducteurs que le fer). C'est la raison pour laquelle il est facile de les travailler au chalumeau sans risques de brûlures. La mauvaise conductibilité des verres explique également leur lenteur à trouver un équilibre thermique et l'apparition de tensions observables au polariscope.

Le verre S 73201 peut être utilisé sans inconvénient jusqu'à des températures de l'ordre de 300°C. Toutefois, il est recommandé, lorsqu'on atteint ces températures, de surveiller le refroidissement qui doit se faire lentement et régulièrement, surtout si l'objet est épais. Ce verre peut être utilisé en toute sécurité à -200°C et accepte en principe des écarts de température de 120°C environ.

### PROPRIÉTÉS CHIMIQUES

Le verre S 73201 a des propriétés remarquables de résistance à la corrosion. Il n'est attaqué que par l'acide fluorhydrique, l'acide phosphorique, les solutions alcalines chaudes et concentrées.

N.B. : Seul l'acide fluorhydrique est totalement déconseillé avec ce verre ; l'acide phosphorique et les alcalins ont une action relativement faible.

## ENTRETIEN DE LA POMPE CENTRIFUGE

---

Pendant les premiers mois de marche, il faut vérifier périodiquement le serrage de tous les organes constituant la pompe. Ce serrage doit être très progressif et très sensible. On vérifie en particulier la garniture (12) et le serrage du collier (12a) en maintenant la garniture sur l'arbre de turbine (15). En cas de fuite de celle-ci, on vidange et nettoie minutieusement la pompe en procédant de la manière suivante :

- On démonte la bague de blocage (12c).
- On desserre le collier (12a) et on fait glisser la garniture vers l'arrière contre l'épaulement de l'arbre de turbine.
- On nettoie à l'aide d'un chiffon très doux les surfaces de friction ; en cas de rayure profonde, un démontage complet s'impose.
- On remet la garniture en place, contre la bague de friction (12b), ensuite on exerce une légère pression (1 mm) sur l'arrière de celle-ci et on resserre enfin le collier (12a). Cette opération doit s'effectuer à l'abri de la poussière.
- On remonte la bague de blocage (12c).

(voir schéma 15)

## MATIÈRES PLASTIQUES

### POLYOLÉFINES

#### ■ Polyéthylène à haute densité

Le « *MANOLENE* » est un polyéthylène rigide fabriqué par polymérisation catalytique sous basse pression, qui donne un squelette moléculaire constitué de chaînes linéaires moins ramifiées que celles du polyéthylène conventionnel. Il est plus dense, opaque et d'un blanc franc; sa surface est dure, lisse et brillante. Sa résistance mécanique est nettement meilleure que celle du polyéthylène classique; il est plus résistant à l'abrasion, aux chocs, à la traction et à l'écrasement; il s'usine facilement avec les machines-outils usuelles. Sa densité est de 0,96; sa texture est plus cristalline et plus serrée; il est plus imperméable aux gaz et aux liquides. Il est utilisable en service continu aux températures comprises entre  $-80$  et  $+100$  °C et peut être porté jusqu'à  $120$  °C pour un traitement de durée limitée, tel qu'une stérilisation de vingt minutes. Il peut être immergé longtemps dans l'eau bouillante. Sa température de fusion est de l'ordre de  $135$  °C. Son coefficient de dilatation est voisin de  $14 \cdot 10^{-5}$  /°C. Son inertie chimique est plus grande que celle du polyéthylène banal, ce qui est surtout sensible en milieu organique, en présence de glycol, de cyclohexane, d'acétone, de phénol, etc. Il craint aussi, mais à un degré moindre, les solvants chlorés et les solvants aromatiques, surtout à chaud.

#### ■ Polypropylène

Matériau inerte chimiquement, translucide ou même transparent sous faible épaisseur, utilisable à chaud jusqu'à  $110$  °C en service continu, et jusqu'à  $130$  °C en service intermittent. Sa résistance chimique est celle du polyéthylène.

### SILICONES

Les silicones forment une vaste famille de produits synthétiques dont les molécules sont formées de squelettes inorganiques polysiliceux sur lesquels sont fixés des radicaux organiques doués de propriétés variées. D'une façon générale, ce sont des produits stables, inertes vis-à-vis des agents oxydants, résistants aux températures élevées.

#### ■ Elastomères de silicones

Les elastomères « *RHODORSIL* » sont des produits élastiques et souples, qui se prêtent au moulage et à l'extrusion. Le matériau est prati-

quement transparent sous faible épaisseur, pourvu qu'il n'ait pas été mélangé à des charges opaques. Il conserve sa souplesse dans une vaste gamme de température, entre  $-55$  et  $+250$  °C. Il peut être stérilisé à sec ou à la vapeur sans aucune altération. La surface est lisse, hydrophobe, peu salissante. Sans odeur ni goût par lui-même, l'élastomère n'est pas toxique, ne dégorge pas. Son contact n'irrite pas les muqueuses. Sous forme de tubes, il résiste remarquablement aux écrasements répétés, ce qui le fait utiliser très largement dans les pompes à galets.

Les elastomères de silicones « *RHODORSIL* » sont ininflammables. Ils résistent fort bien aux intempéries, et ne vieillissent pas à l'air. La résistance aux oxydants, à l'ozone, est bonne. La tenue est bonne en présence de solutions acides et alcalines, pourvu qu'elles soient peu concentrées. Certains solvants chlorés et hydrocarbures légers provoquent un gonflement qui disparaît d'ailleurs si l'on évapore le solvant. Supportant bien les stérilisations répétées, ces elastomères sont largement utilisés dans les laboratoires de biologie. Ils conviennent en présence de fluides chauds, de saumures réfrigérantes, de produits alimentaires, de liquides biologiques...

#### ■ Graisses de silicones

Les graisses « *RHODORSIL* » se présentent comme des pâtes homogènes et translucides de densité 1,1. Ce sont des produits inertes, sans danger, non toxiques. Stable entre  $-40$  et  $+200$  °C, la graisse ne coule pas, même à  $200$  °C. Elle résiste à l'oxydation et ne durcit pas à la longue. Sa tension de vapeur est faible. Elle convient pour la technique du vide. Ses emplois classiques au laboratoire sont le graissage des rodages et des robinets en verre ou en métal. Elle sert d'enduit protecteur pour empêcher le mouillage ou l'altération, pour arrêter les sels grimpants, etc.

### POLYSTYRÈNE

C'est l'une des matières plastiques les plus banales et les moins chères qui se moule avec une grande facilité. Il a une apparence homogène, transparente et incolore. Sa densité est de 1,05, son coefficient de dilatation de  $5 \cdot 10^{-5}$ . C'est un matériau dur, rigide, cassant sous faible épaisseur, mais plus solide que le verre compte tenu de sa légèreté: par exemple, une pipette en polystyrène ne risque pas de se casser si on la laisse tomber sur le sol. Les liquides ne le mouillent pas, et ne donnent pas lieu à la formation de ménisque au son contact.

Il est utilisable à chaud jusqu'à  $70$  °C normalement, et en service intermittent jusqu'à  $80$  °C. Sa résistance chimique est bonne vis-à-vis des solutions aqueuses, des acides et alcalis dilués, de l'alcool en solution; moins bonne en présence des solvants organiques.

Pratiquement, il est inerte aux réactifs utilisés dans les travaux de routine des laboratoires de biologie, de bactériologie, de virologie et de sérologie, domaine où il est très utilisé sous la forme d'ustensiles à usage unique.

### RÉSINES VINyliQUES

#### ■ Chlorure de polyvinyle rigide

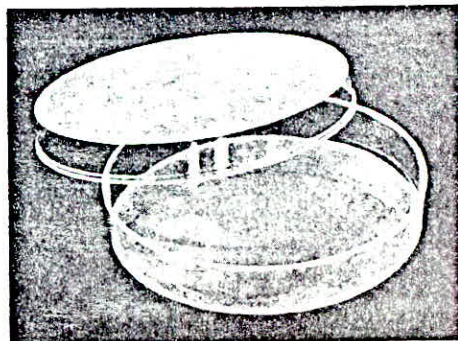
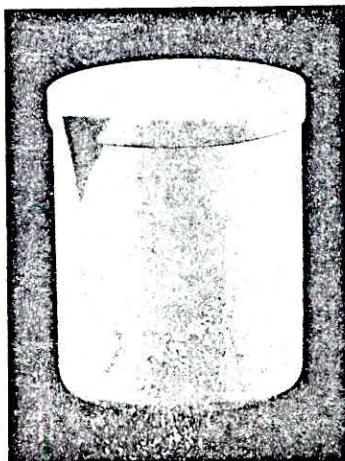
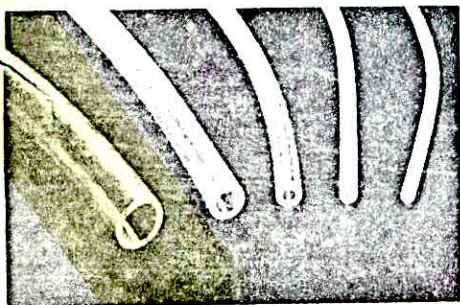
Sous forme non plastifiée, cette résine est un matériau dur et rigide, opaque et souvent de couleur brun-rouge. Elle s'usine, se moule, et se soude au chalumeau à air chaud. Sa densité est de 1,38; son coefficient de dilatation de  $6 \cdot 10^{-5}$ . Elle peut être utilisée à chaud jusqu'à  $70$  °C normalement, et jusqu'à  $90$  °C pour une exposition de courte durée. Sa résistance aux agents chimiques est remarquable: elle tient aux acides à concentration moyenne (par exemple acide sulfurique à  $30$  %), aux bases, à l'éther, au benzène, au tétrachlorure de carbone. Elle craint l'acétone et le cyclohexane. C'est l'un des meilleurs matériaux en ce qui concerne la tenue aux agents chimiques à température modérée.

#### ■ Chlorure de polyvinyle plastifié

Se présente comme une matière lisse et transparente, relativement souple et déformable sans être vraiment élastique. Sa tenue aux agents chimiques est bonne, tout en étant inférieure à celle du chlorure rigide non plastifié. Il faut éviter de l'utiliser avec les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques, les cétones et les esters. Son domaine d'emploi normal en température s'étend de  $-30$  à  $+90$  °C.

#### ■ Fibres et tissus de chlorure de vinyle

Le « *RHOVYL* » est fait de fibres de chlorure de polyvinyle tissées. Il sert à faire des tissus ininflammables et imputrescibles thermiquement isolants et remarquablement résistants aux agents chimiques, dont sont tirés des vêtements de protection.



# MATIERES PLASTIQUES

## RÉSINES ACRYLIQUES

Le polyméthacrylate de méthyle est connu en France sous la marque commerciale « **ALTUGLAS** ». Il était répandu autrefois sous la marque « **PLEXI-GLAS** ». C'est un matériau transparent, à haut indice de réfraction, qui flatte l'œil à la manière du cristal. Il est utilisable à chaud jusqu'à 90 °C. Sa densité est de 1,18, son coefficient de dilatation linéaire est de  $10^{-4}$  par degré C. De bonne résistance aux solutions alcalines, il ne tient pas à l'acide sulfurique et à l'acide nitrique, mais supporte passablement l'acide chlorhydrique, l'acide phosphorique, et l'acide acétique. Il est attaqué par les solvants organiques. De bonnes propriétés mécaniques, facile à usiner et à coller, il est utilisé pour façonner des supports, capots et écrans de protection, etc. C'est un excellent isolant électrique.

## RÉSINES POLYAMIDES

Le « **NYLON** » intervient au laboratoire sous la forme de pièces mécaniques, de boulons et de vis, d'éléments usinés ou moulés qui entrent dans la constitution des appareils. On met à profit sa facilité d'usinage et sa bonne tenue aux intempéries. C'est un matériau opaque, dur et résistant mécaniquement. Il ne se déforme pas à chaud avant 160 °C. Sa densité est de 1,13, son coefficient de dilatation linéaire atteint  $10^{-4}$ °C. Il résiste en milieu alcalin, mais ne tient pas bien aux acides forts en dessous de pH 5. Il supporte de nombreux solvants organiques : acétone, acétate d'éthyle, alcool éthylique, benzène, tétrachlorure de carbone. Il est attaqué par le phénol.

## RÉSINES CELLULOSIQUES

L'acétate de cellulose « **RHODÔID** » est une des plus anciennes matières plastiques connues, très facile à mouler, à former à chaud, etc. C'est un matériau homogène et bien transparent lorsqu'il n'est pas chargé. Il est utilisé pour construire des cloches de protection et des écrans transparents. Il tient bien aux acides et aux bases faibles, ainsi qu'aux solutions diluées des acides et bases forts. Il résiste à l'eau de mer, à l'essence de pétrole, aux huiles minérales et végétales et au trichloréthylène. Il n'est pas recommandé de le laisser en contact prolongé avec les alcools, le benzol et les acétates. Il se ramollit au contact de l'acétone, de l'acide acétique, de l'acétate d'éthyle. On le colle à l'aide d'acétone. C'est un matériau non-inflammable, de densité 1,3, rigide et très résistant aux chocs, utilisable à chaud jusqu'à 70 °C (supporte l'étuvage à 75 °C). Son coefficient de dilatation linéaire est égal à  $10^{-4}$ °C. C'est un bon isolant électrique.

## RÉSINES FLUORÉES

### ■ Polytétrafluoroéthylène

Connu sous les marques commerciales « **TEFLON** », « **SOREFLON** », etc., le polytétrafluoroéthylène est un matériau d'une excellente tenue à chaud et d'une résistance pratiquement totale à la corrosion; il rend de grands services au laboratoire là où

aucun autre matériau ne donnerait satisfaction. Il se présente comme une matière blanche à surface lisse et propre, non poreuse et hydrofuge, ne s'encrassant pas et se nettoyant facilement. Il n'absorbe pas l'humidité. Sa résistance mécanique est bonne; les objets en « **TEFLON** » résistent très bien aux chocs et sont en fait incassables. La surface du « **TEFLON** » est glissante. C'est un matériau autolubrifiant qui autorise le glissement sur d'autres matériaux sans l'emploi d'aucune graisse ou huile lubrifiante. La température d'emploi peut atteindre couramment 200 °C, et monter jusqu'à 250 °C. Les récipients en « **TEFLON** » peuvent être chauffés à l'étuve, dans un bain d'air, un bain-marie ou un bain d'huile, ou encore à l'aide d'un épiradiateur. On pourra évaporer ainsi de l'acide fluorhydrique ou d'autres produits chimiques très corrosifs. Le « **TEFLON** » n'est pas élastique, mais le chauffage le rend plastique : c'est ainsi qu'on peut monter un tube en « **TEFLON** » sur un embout en verre de manière bien étanche en chauffant le tube sur une petite flamme, puis l'introduisant sur l'embout; il se rétracte au refroidissement et vient serrer l'embout. La résistance du matériau à la corrosion est pratiquement totale. Seuls les métaux alcalins fondus et le gaz fluor parviennent à l'attaquer. Il résiste à tous les réactifs liquides, solides ou gazeux employés couramment au laboratoire.

### ■ Résines de polytrifluorochloroéthylène

Commercialisées sous les noms de « **VOLTALEF** » et de « **KEL-F** » ces résines polymérisables servent à fabriquer par moulage des objets de laboratoire durs et très résistants, transparents à la lumière sous faible épaisseur (résine amorphe non cristallisée). Les récipients en résine « **VOLTALEF** » sont utilisés en particulier pour l'analyse des métaux, des verres et des produits réfractaires, pour manipuler à chaud l'acide fluorhydrique, l'acide perchlorique, etc. La matière est lisse et imperméable, plus dure que le polytétrafluoroéthylène. Elle est incassable, ininflammable et ne vigillit pas. Son domaine d'emploi à froid et à chaud s'étend de -200 à +200 °C; on évite toutefois de dépasser 150 °C, s'il importe de conserver au produit sa structure amorphe transparente; le chauffage s'effectue à l'étuve, au bain-marie ou au bain d'huile, dans un bloc de métal conducteur, ou à l'aide d'un épiradiateur. La résistance à la corrosion est très bonne en présence de tous les acides et alcalis, même concentrés et bouillants. La résistance aux agents oxydants est aussi très bonne. Seuls certains solvants organiques provoquent un léger gonflement à chaud.

### ■ Elastomères fluorés

On obtient un matériau élastique par copolymérisation de polytrifluorochloroéthylène « **VOLTALEF** » et de fluorure de vinylidène. Le « **VITON** » est un copolymère semblable constitué d'hexafluoropropylène et de fluorure de vinylidène. Ces produits ont des propriétés analogues; ils diffèrent un peu par leur résistance mécanique, le « **VITON** » résistant mieux aux écrasements répétés; et par leur résistance à la corrosion, le « **VOLTALEF** » ayant une meilleure tenue à l'acide nitrique concentré à chaud. Les élastomères fluorés sont utilisables dans de nombreux cas où tout autre matériau souple serait rapidement détérioré. Souples et élastiques, leur surface lisse n'absorbe pas l'humidité. Ils sont incombustibles, stables et sans vieillissement. Les propriétés mécaniques sont conservées à chaud jusqu'à 200 °C, un séjour prolongé à cette température ne provoquant pas d'altération. Ce sont de bons isolants électriques. La résistance chimique est remarquable; très bonne tenue aux acides et aux alcalis, aux alcools, au glycol, aux hydrocarbures aliphatiques, au pétrole brut; résistance passable au toluène, aux solvants chlorés, au chlore gazeux; gonflement en présence de cyclohexanone, de cétones, d'esters et d'éthers cycliques. Bonne résistance aux oxy-

dants, à l'oxygène et à l'ozone. La mise en œuvre des élastomères par extrusion ou moulage se faisant parfois avec adjonction de charges variées en proportions notables, les propriétés des polymères de base risquent de se trouver altérées; il sera bon de se procurer des élastomères spéciaux auprès d'un fournisseur offrant toutes garanties.

### ■ Graisses de polytrifluorochloroéthylène

Les graisses « **VOLTALEF** » sont des pâtes lubrifiantes souvent utilisables dans les cas où aucun autre lubrifiant connu ne donne satisfaction. Elles servent au graissage des robinets de barettes (soudé ou potasse), de robinets d'ampoules à brome, d'entonnoirs et d'ampoules à décarter, au graissage des joints coniques ou sphériques exposés à la chaleur, des couvercles de dessiccateurs et de cloches à vide. Elles conviennent pour la verre et pour tous les métaux, sauf l'aluminium lorsque les forces de frottements sont élevées. La graisse de polytrifluorochloroéthylène « **VOLTALEF** » normale a une densité voisine de 2, c'est un produit homogène et translucide, de densité de vapeur très faible ( $10^{-3}$  mm de mercure à 25 °C); il s'évapore difficilement, sa perte de poids ne dépassant pas 2,2 % après 125 heures à la température de 100 °C. Sa température d'emploi va de -20 à +175 °C. Sa résistance chimique est très bonne, surtout aux réactifs minéraux; elle tient en présence d'acides et d'alcalis, de brome, d'oléum, d'eau oxygénée, d'oxychlorure de phosphore, de chlorure d'aluminium, de trichlorure d'antimoine, mais elle s'enlève au trichloréthylène. Il existe aussi une graisse « **VOLTALEF** » chargée de « **TEFLON** », constituée par une suspension homogène de poudre fine de tétrafluoroéthylène inerte dans une graisse de trifluorochloroéthylène. La poudre de « **TEFLON** », dont les résistances à la chaleur et aux agents chimiques sont supérieures à celles de la graisse « **VOLTALEF** », donne une garantie supplémentaire contre le grippage.

## POLYOLÉFINES

### ■ Polyéthylène

Le polyéthylène conventionnel, fabriqué par polymérisation sous haute pression est un matériau solide et léger, translucide, flexible, inodore. Très résistant aux chocs et à l'abrasion, c'est un matériau solide et durable. Sa densité est voisine de 0,92. Il est translucide, et lorsque son épaisseur est faible, on distingue nettement à travers la paroi le niveau d'un liquide. Sous épaisseur modérée, il est aussi flexible et sert à fabriquer des poires, pissettes, et flacons doseurs souples. Ses températures d'emploi en service continu vont de -50 à +70 °C. Il est possible de monter à la rigueur jusqu'à 80 °C pour des essais ou traitements de durée limitée. Il fond vers 105 °C. Son coefficient de dilatation linéaire est de  $18.10^{-5}$ °C. De formule chimique semblable aux paraffines, le polyéthylène est chimiquement inerte. Sa neutralité permet de le laisser en contact avec l'eau distillée sans aucune contamination. Il résiste bien aux solutions alcalines même concentrées, aux acides minéraux, sauf aux acides oxydants comme l'acide nitrique concentré et l'acide perchlorique. Il n'est pas attaqué par les huiles, par les alcools, la glycérine, l'acétone. Il ne convient pas en présence de brome, des solvants aromatiques, des solvants chlorés et du phénol. Il n'est pas totalement imperméable aux vapeurs de solvants. D'une façon générale, sa tenue est bien meilleure à froid qu'à chaud.

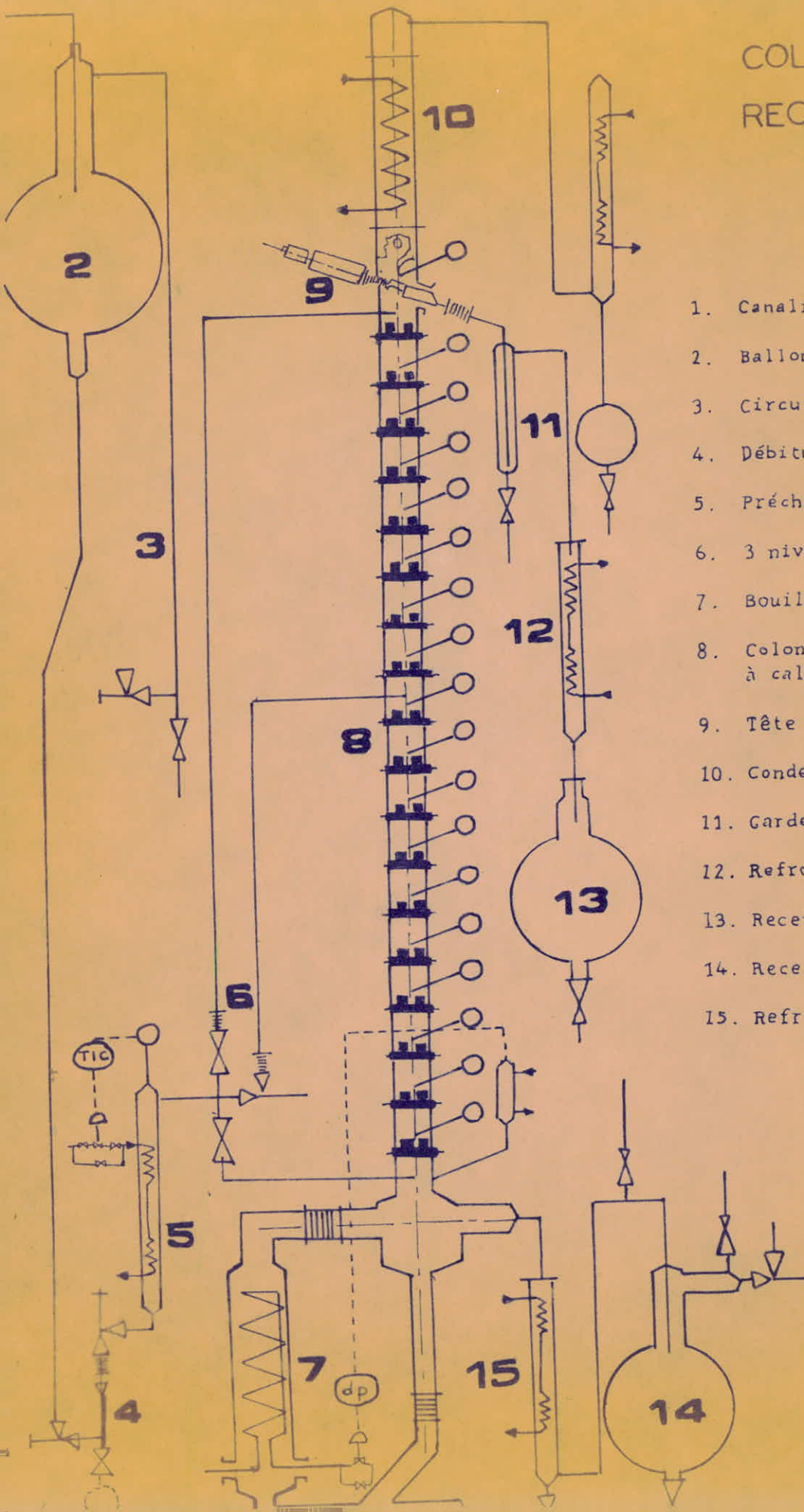
# GRUPE MOBILE DE VIDE

## DESCRIPTIF

EQUIPEMENTS	
<b>Pompes</b>	Pompe à palette à deux étages refroidie par air avec piège à vide
<b>Régulation</b> P. G. E.	Manostat à mercure, en verre S 732.01, contacts en tungstène, monté sur plaquette polyester, avec l'électro-vanne V.1.
P. I. 1	Manomètre à membrane en acier inoxydable Echelle de 760 mm/Hg à 0. Précision $\pm 5$ mm/Hg.
P. I. 2	Manomètre à colonne de mercure. Echelle de 150 mm/Hg à 0. Précision $\pm 0,5$ mm/Hg
P. C.	Relais électronique.
V. 2	Electro-vanne type à vide, 220 V. Diamètre nominal 20/27.
V. 3	Vanne à commande manuelle. Diamètre nominal 20/27.
V. 4	Electro-vanne type à vide, 220 V. Diamètre nominal 4/6.
Réservoir tampon Châssis sur roulettes	Capacité 50 litres. Largeur 450 mm, longueur 850 mm, hauteur 900 mm.
<b>Equipement électrique</b>	Blindé et étanche à la lance et aux fines poussières.

# COLONNE DE RECTIFICATION

schema 1.

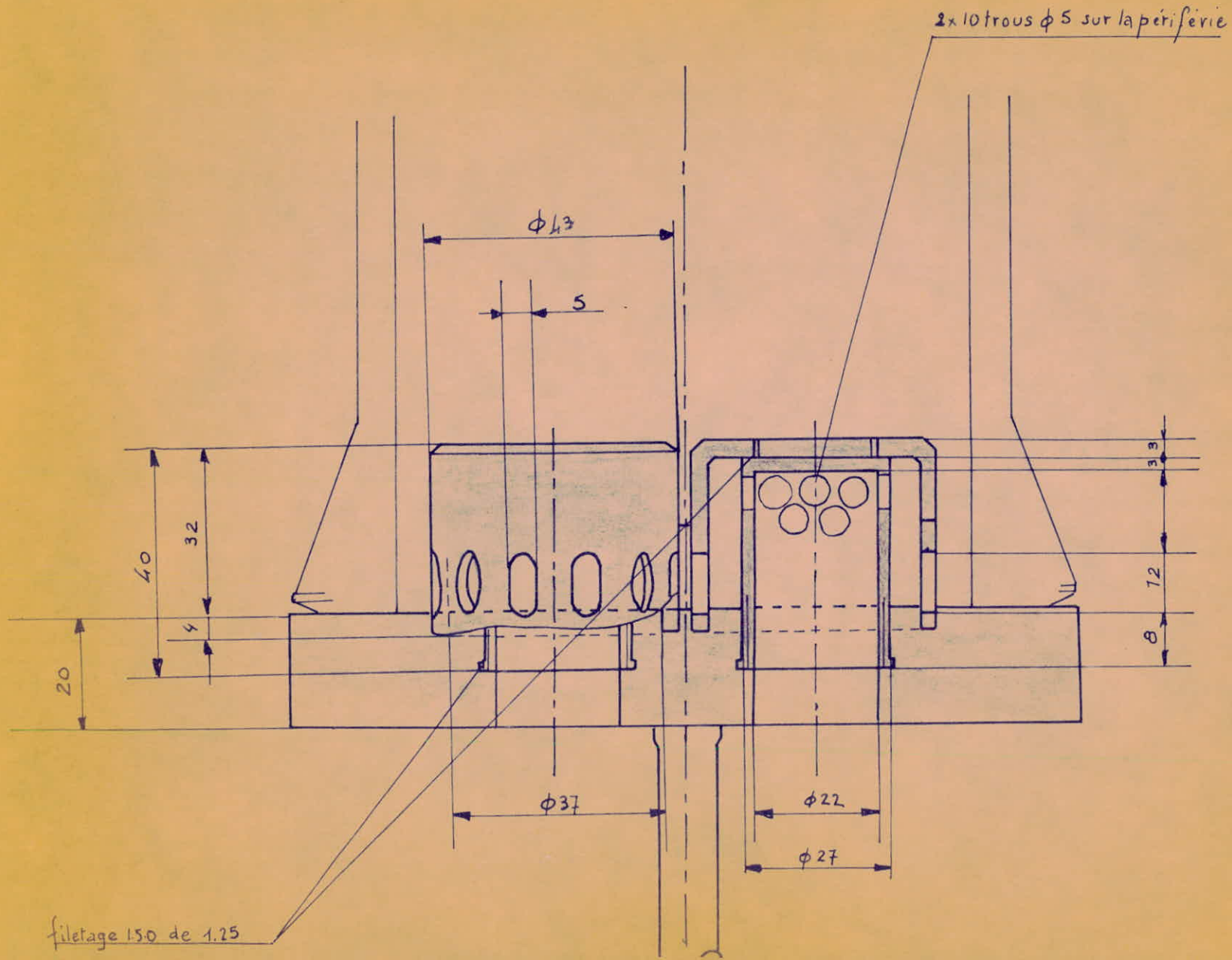


1. Canalisation d'alimentation
2. Ballon d'alimentation
3. Circuit de vide
4. Débitmètre
5. Préchauffeur
6. 3 niveaux de distribution
7. Bouilleur
8. Colonnes à plateaux PTFE à calottes
9. Tête de reflux
10. Condenseur
11. Garde hydraulique
12. Refroidisseur distillat
13. Recette distillat
14. Recette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



# PLATEAU PTFE A CALOTTES

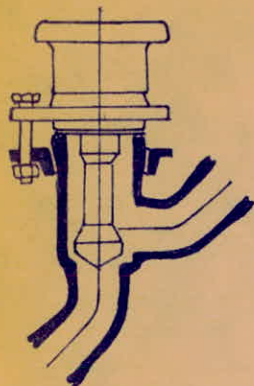
schema\_2\_



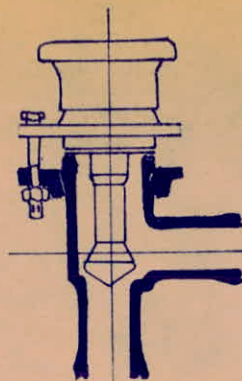
# ROBINETS SOUPE

schema .3.

Passage Direct



Passage D'équerre



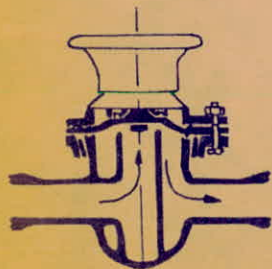
Soutirage



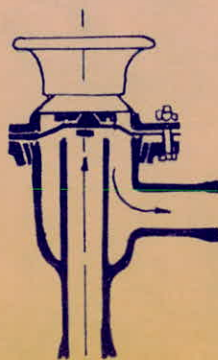
# VANNES A MEMBRANE

schema -4-

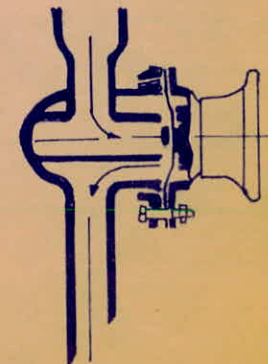
Passage Direct



Passage D'équerre

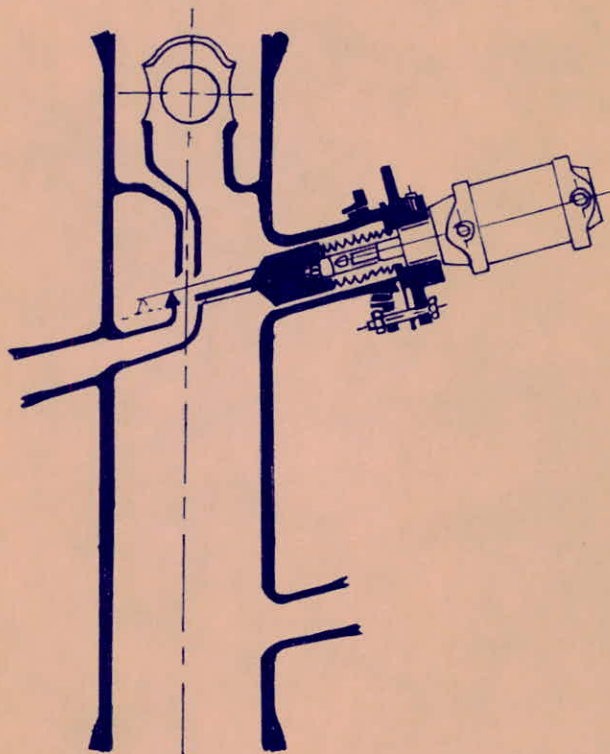


Soutirage



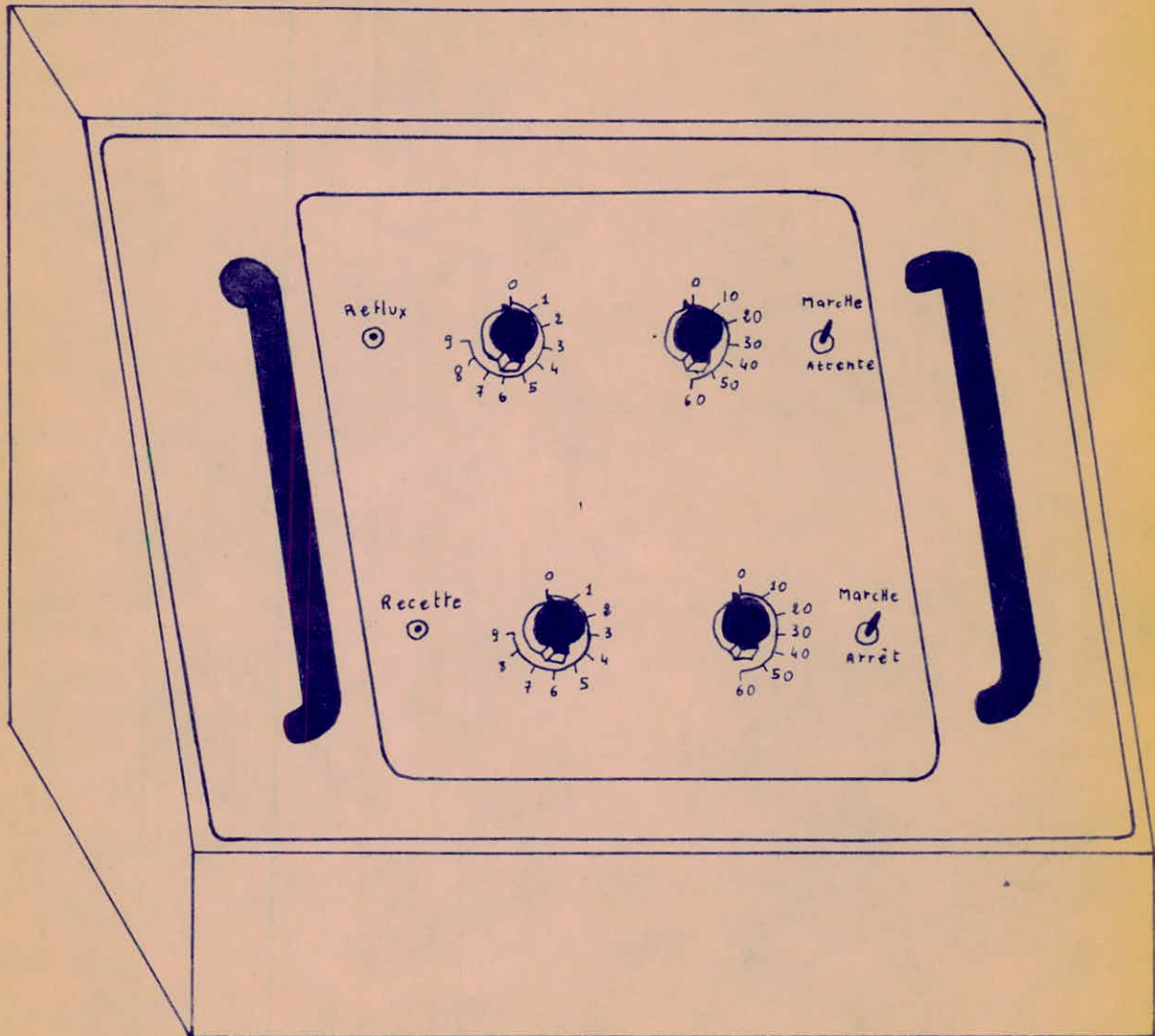
# TÊTE DE REFLUX

schema .5.



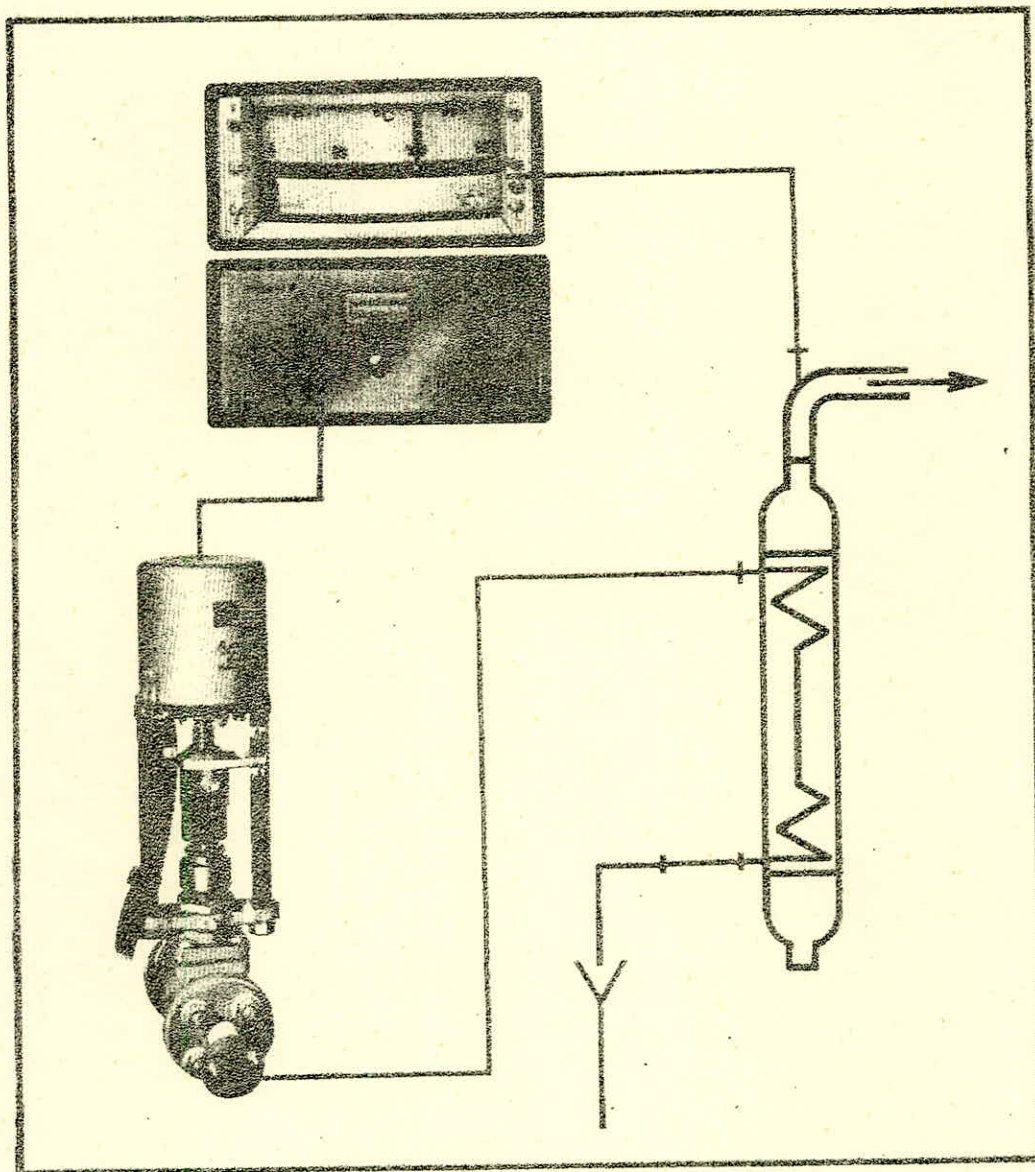
# TIMER ELECTRONIQUE

schema -6-



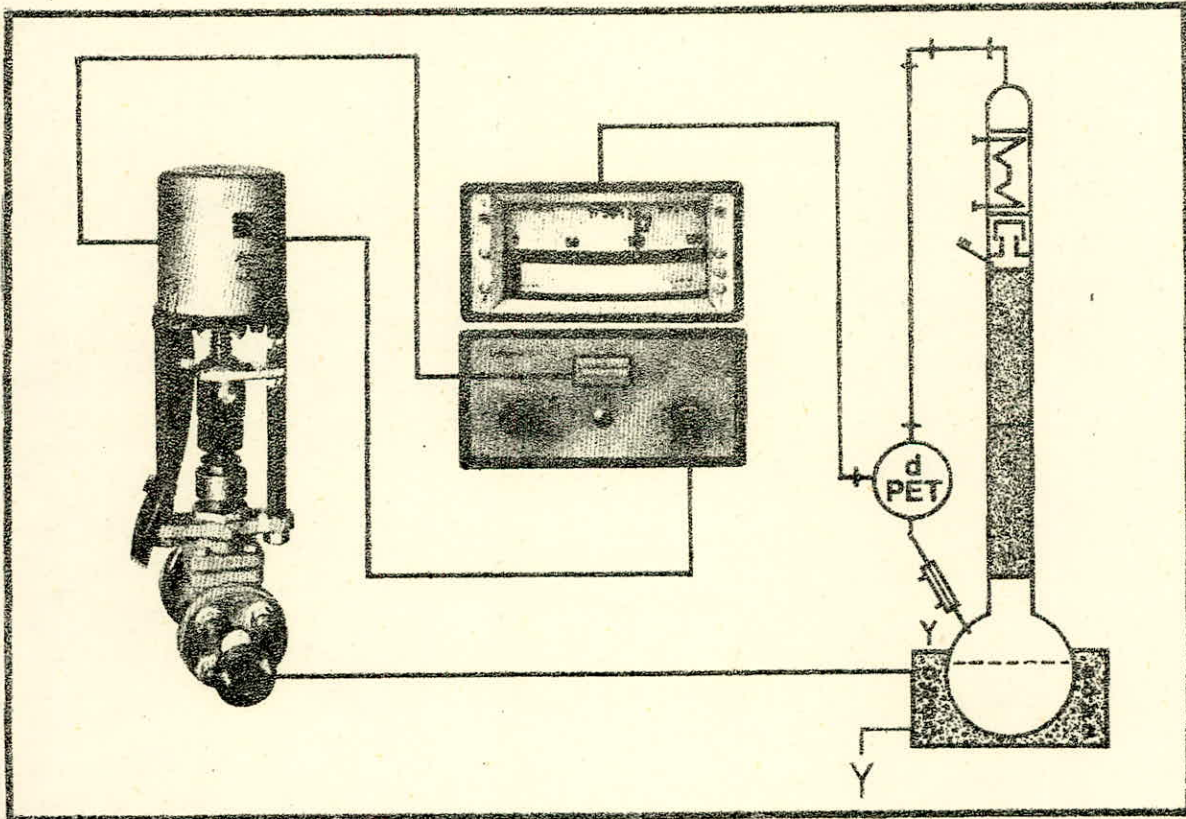
# régulation de préchauffage

schema .7.



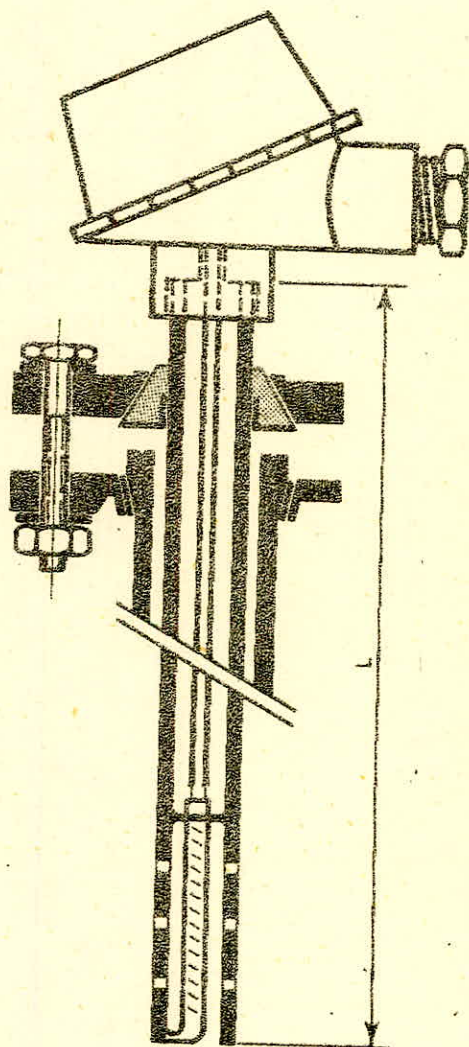
# régulation de perte de charge

schema .8.



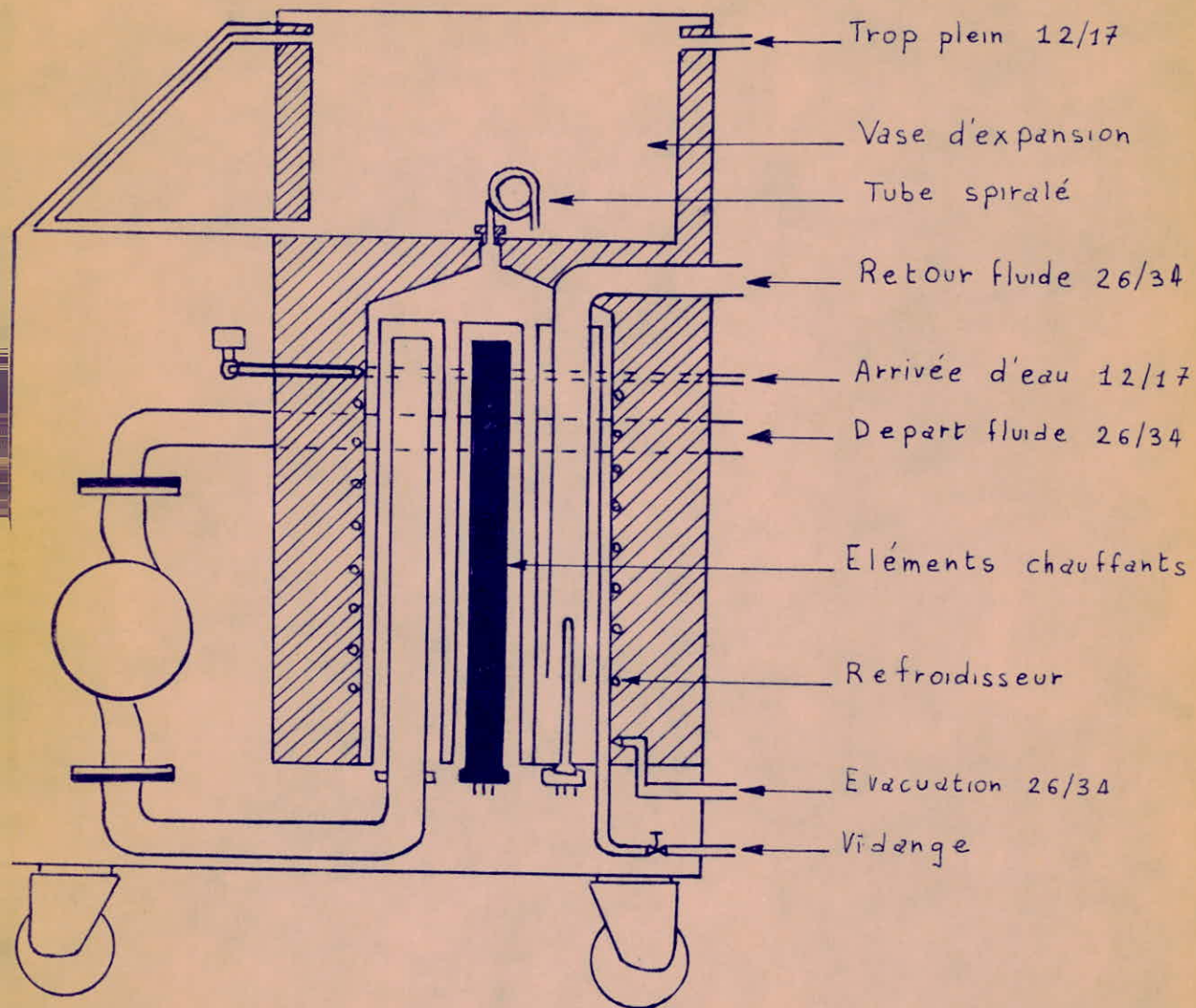
# sonde thermométrique

schema -9-



# POSTE STABILISATEUR DE TEMPERATURE

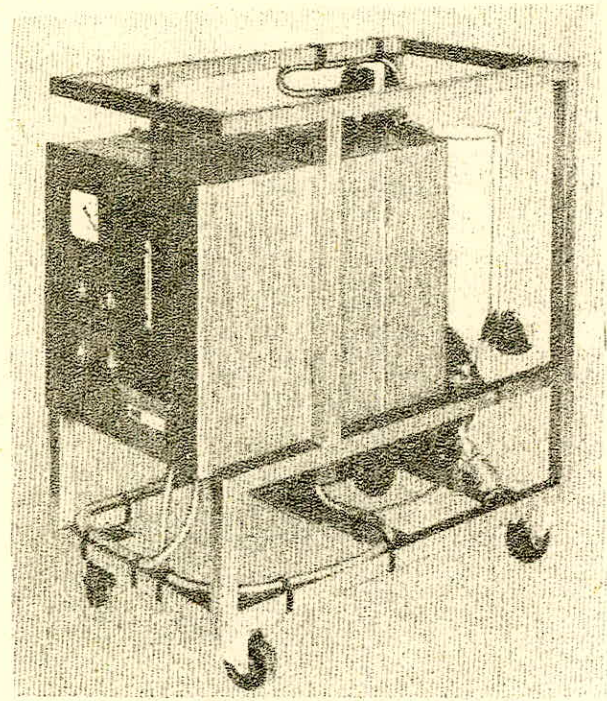
schema -10-



Caractéristiques	
Température maxi	300°C
Puissance thermique	5 et 10 kW
Volume de la chaudière	16 litres
Débit de la pompe et hauteur manométrique	4 m <sup>3</sup> /h 9 m
Poids du poste	160 kg

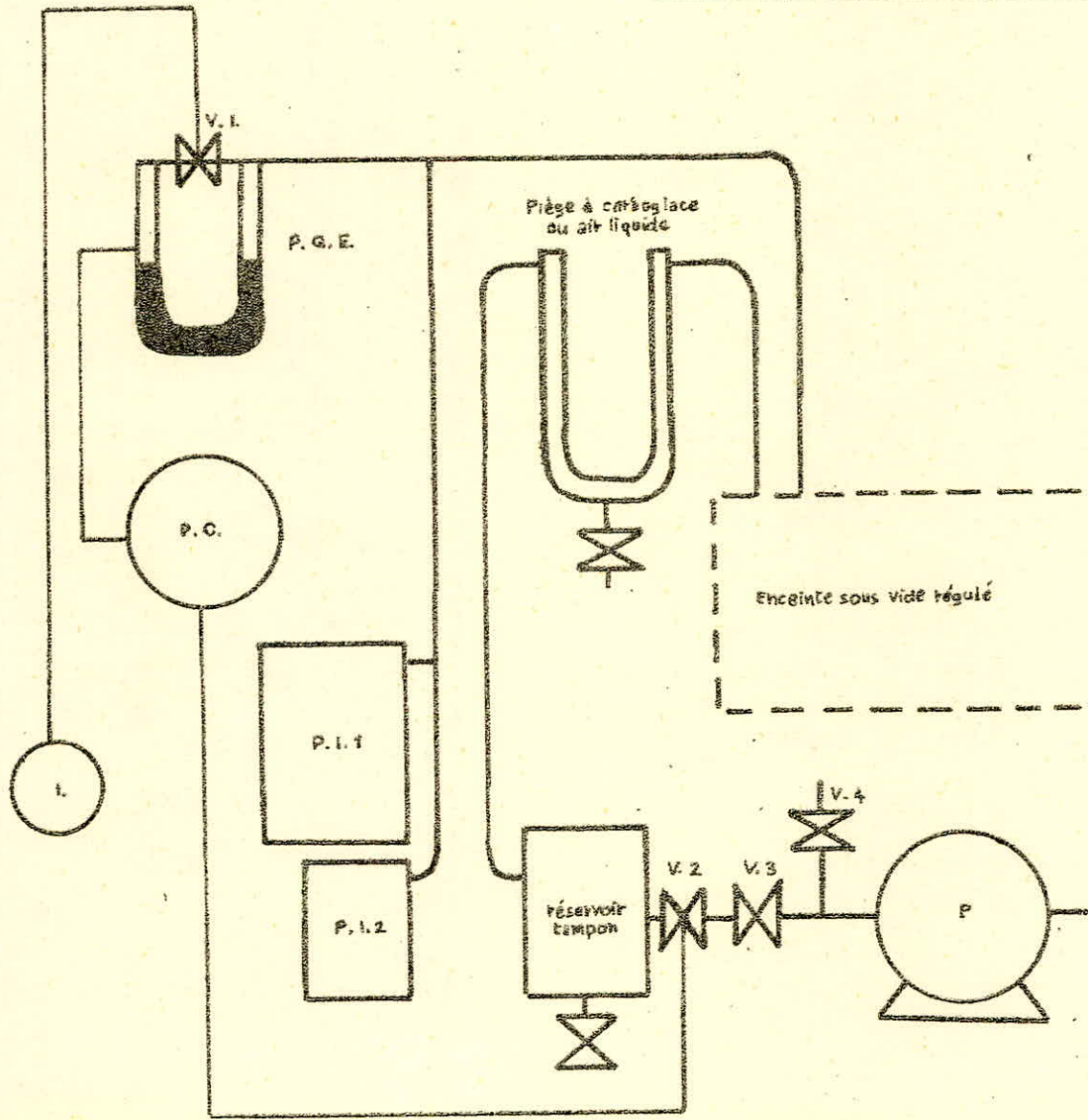


# ROUPE MOBILE DE VIDE



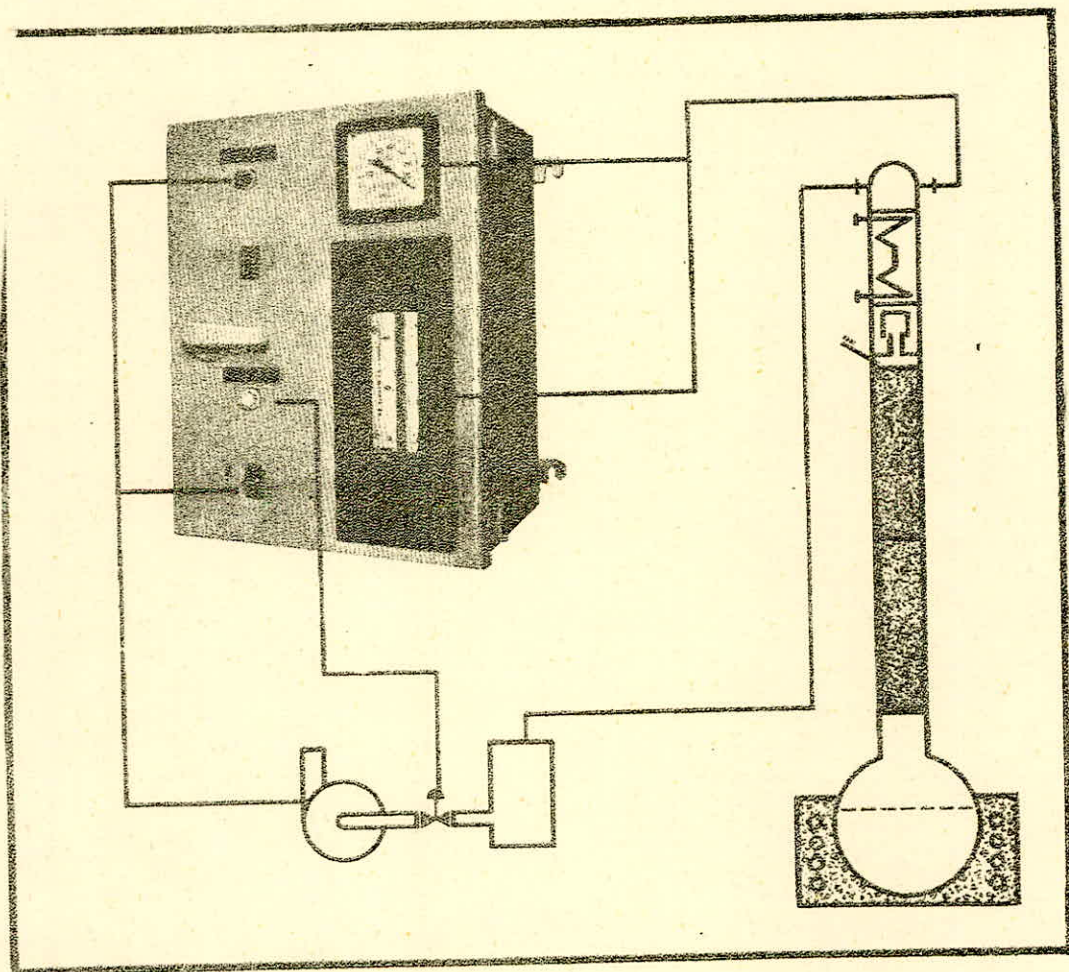
SCHEMA DE PRINCIPE

schema -11-



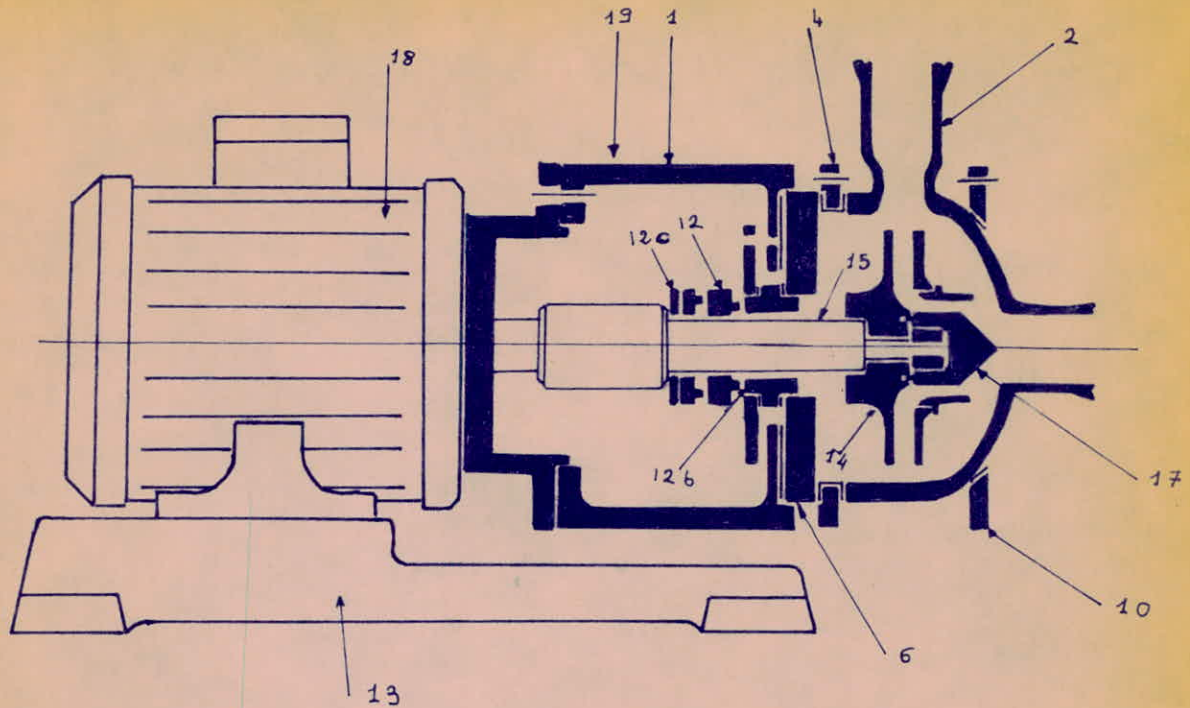
# régulation de vide

schema -12-



# POMPE CENTRIFUGE

schema -13-



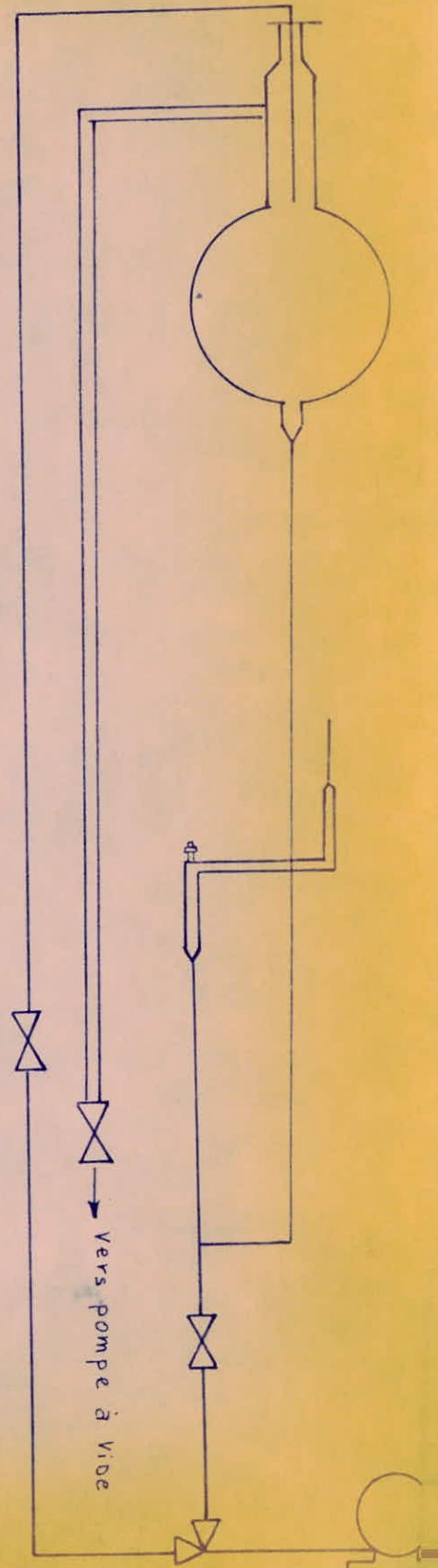
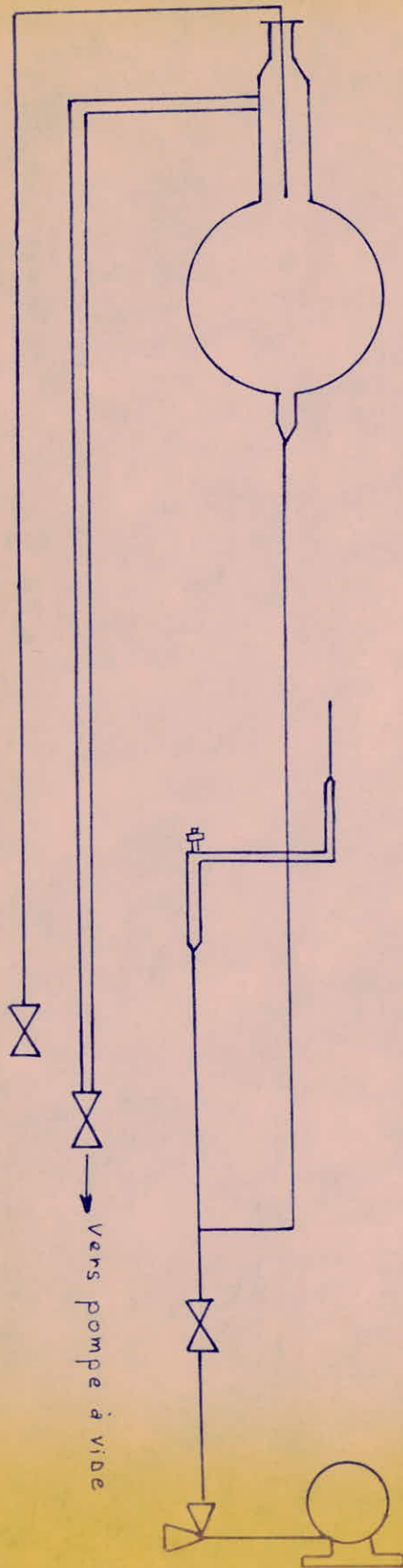
Designation	Réf.
Socle de pompe .....	13
moteur BE 1,5 CV 2.800 tr/mn .....	18
moteur AD 1,8 CV 2.800 tr/mn .....	18
Support de pompe .....	1
Flâsque avant .....	4
Bride de serrage du corps de pompe .....	10
Arbre de pompe .....	15
Turbine de pompe .....	14
Cône avant de la turbine .....	17
Garniture mobile taille 29,8 .....	12
Bague de friction taille 32 .....	12 b
Bague de blocage de la garniture... ..	12 c
Corps de pompe .....	2
Disque de centrage .....	6
Capot de protection .....	19

# CANALISATION D'ALIMENTATION

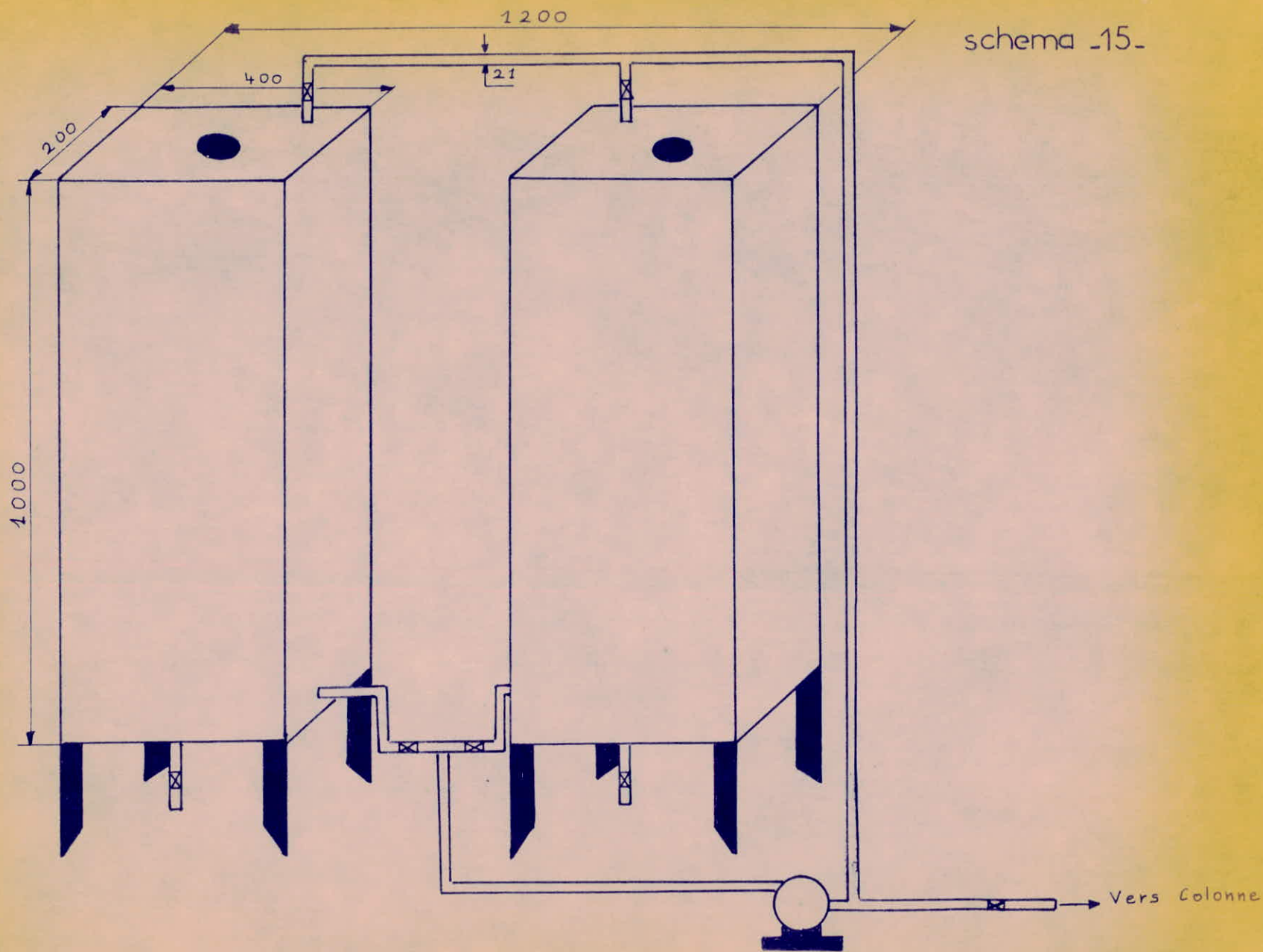
AVANT

schema .14-

APRES

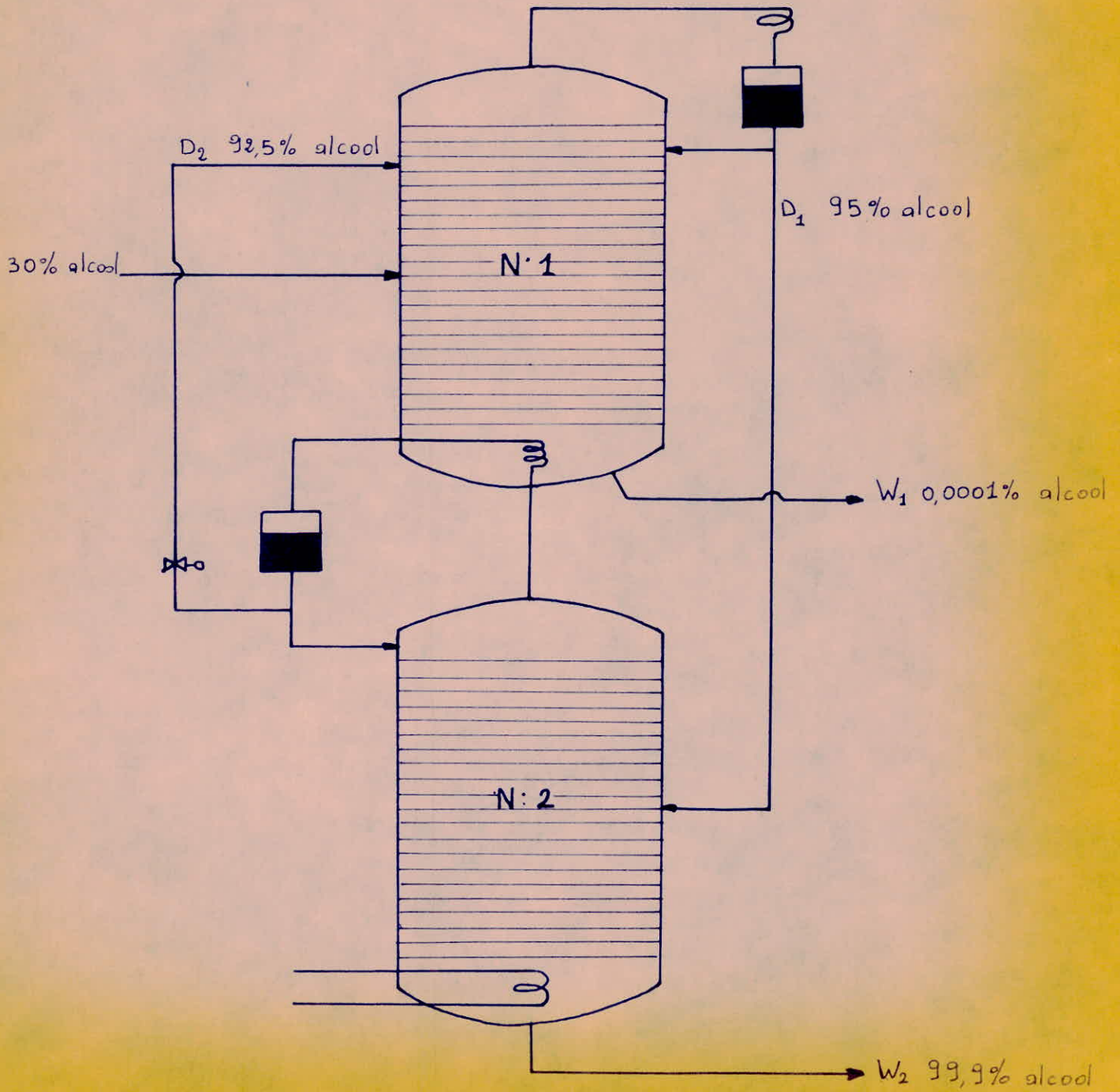


# CUVES D'ALIMENTATION



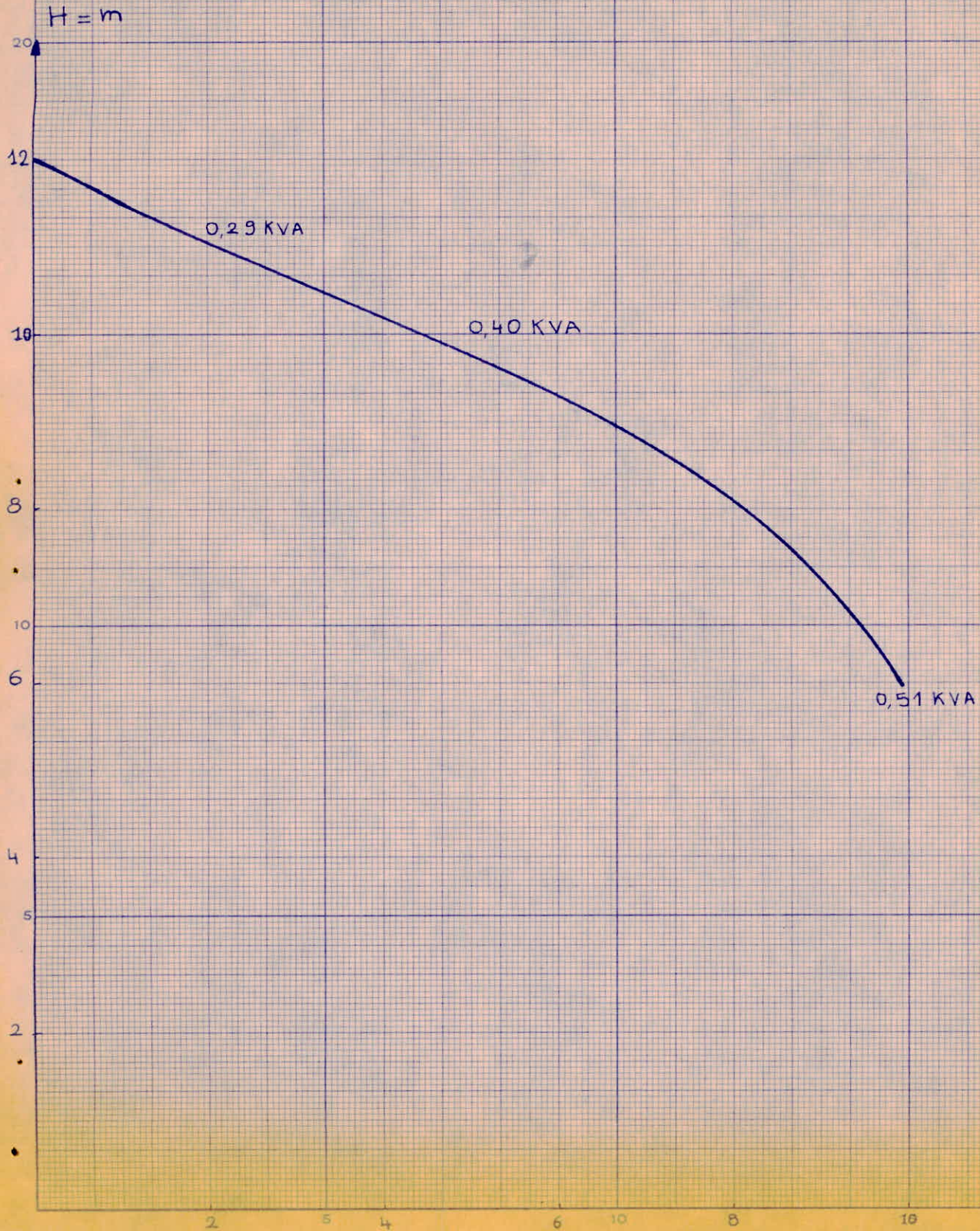
# RECTIFICATION DE L'ALCOOL

schema -16-



# CARACTERISTIQUES DE LA POMPE

courbe -1-



# COURBE D'EQUILIBRE EAU-ETHANOL

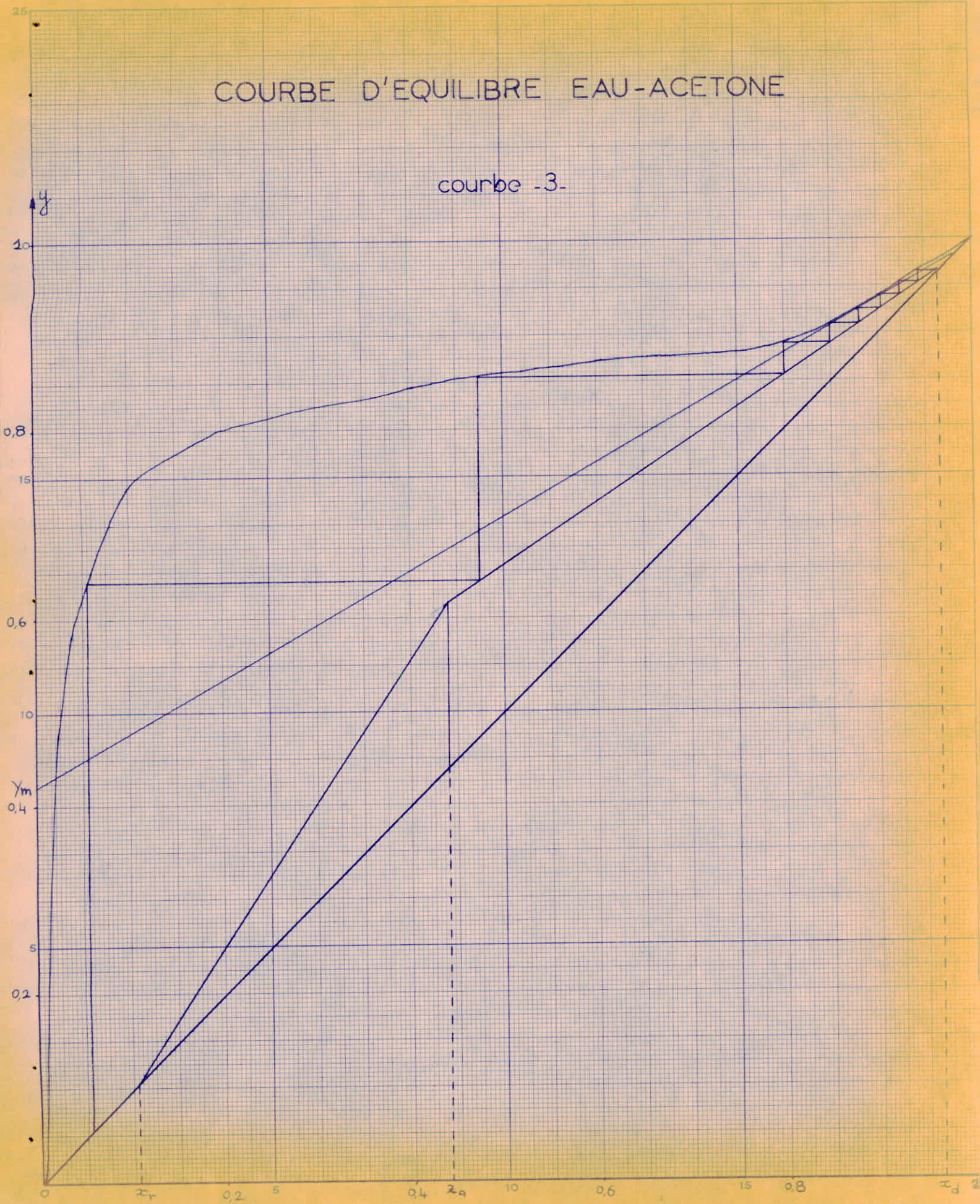
courbe -2-





# COURBE D'EQUILIBRE EAU-ACETONE

courbe -3-

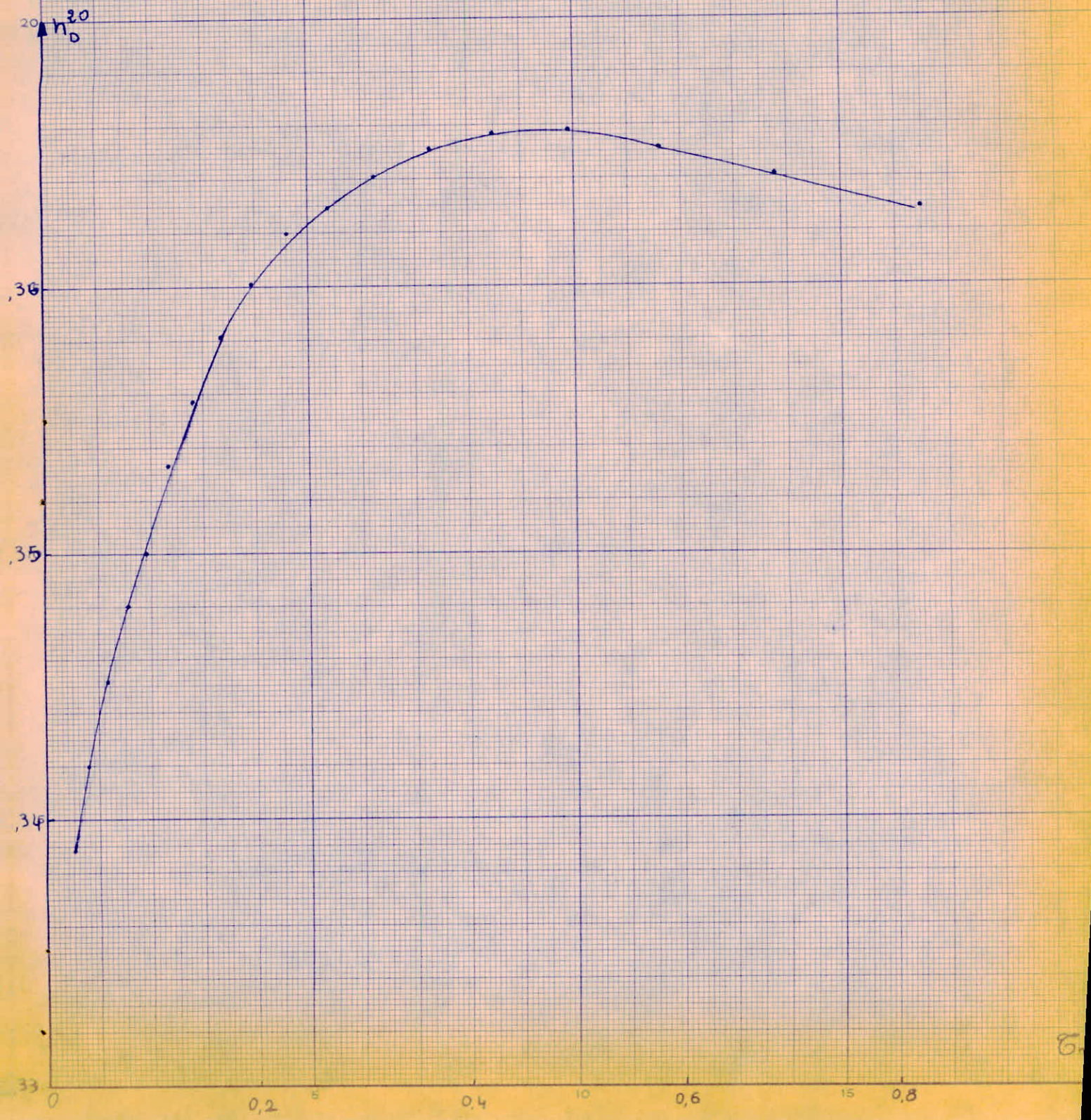


# COURBE D'ETALONNAGE

$$n_D^{20} = f(\text{fraction molaire d'acetone})$$

courbe-4-

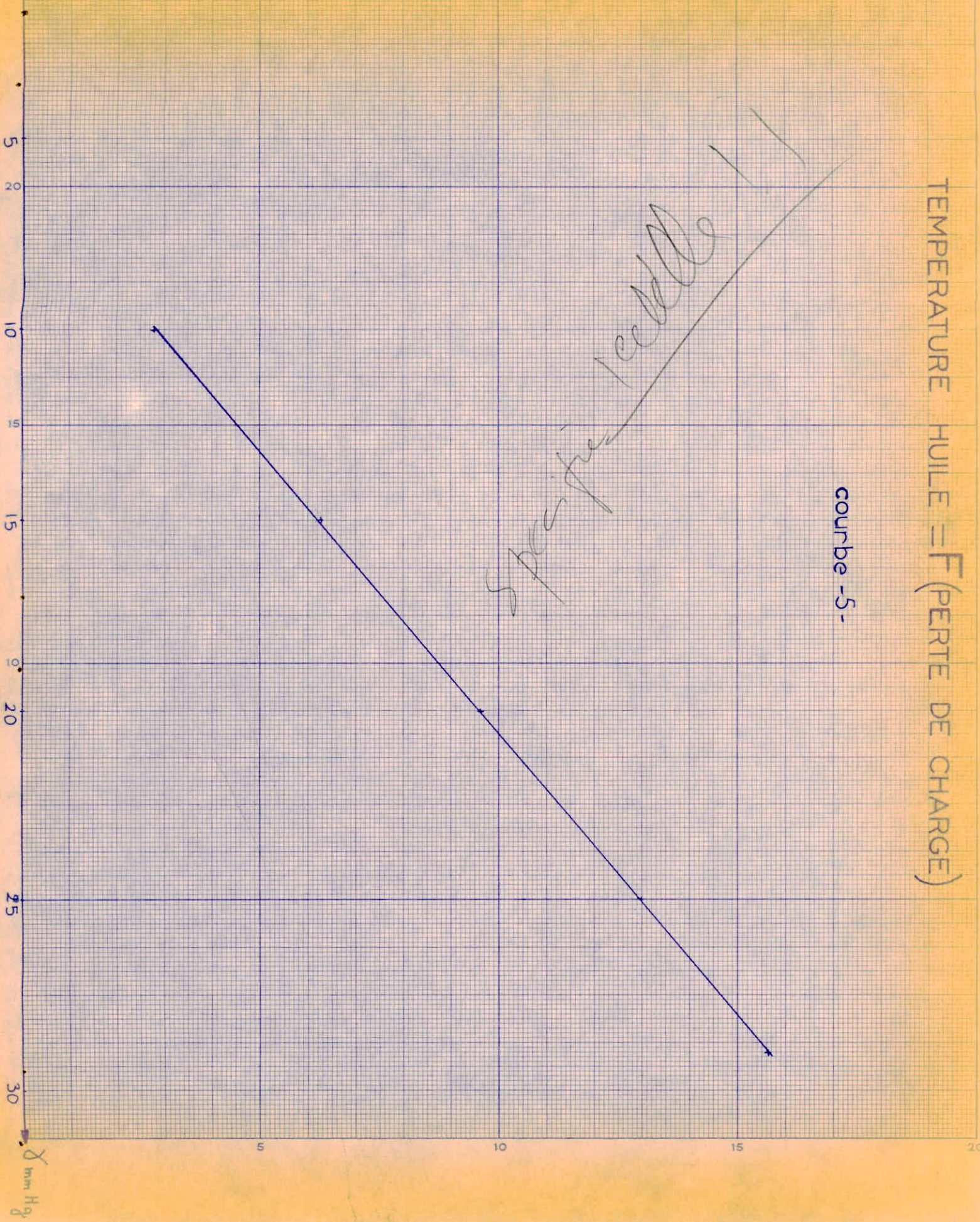
$n_D^{20}$



TEMPERATURE HUILE = F (PERTE DE CHARGE)

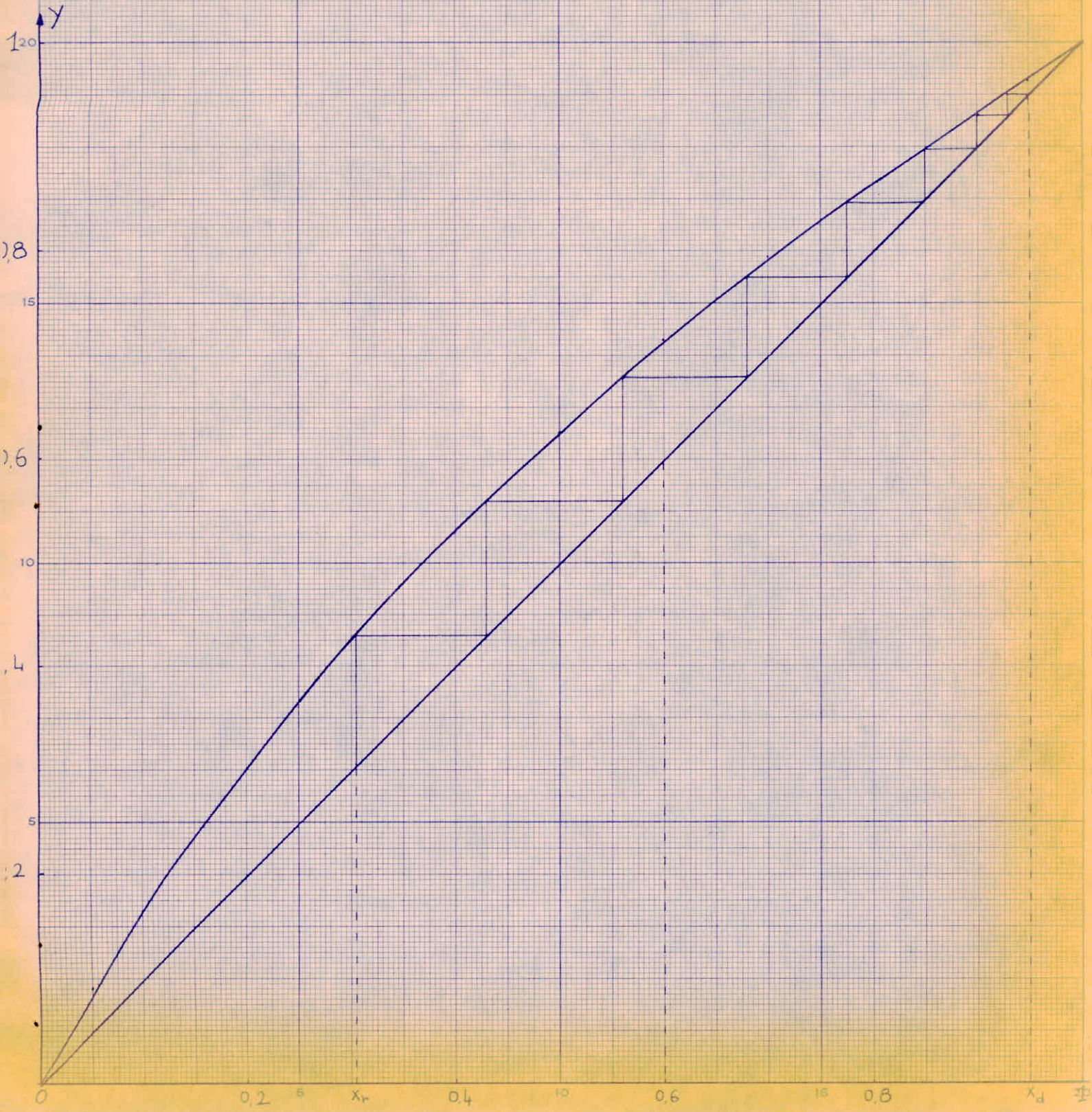
courbe -5-

Spécifie cellule



# COURBE D'EQUILIBRE EAU-ACIDE ACETIQUE

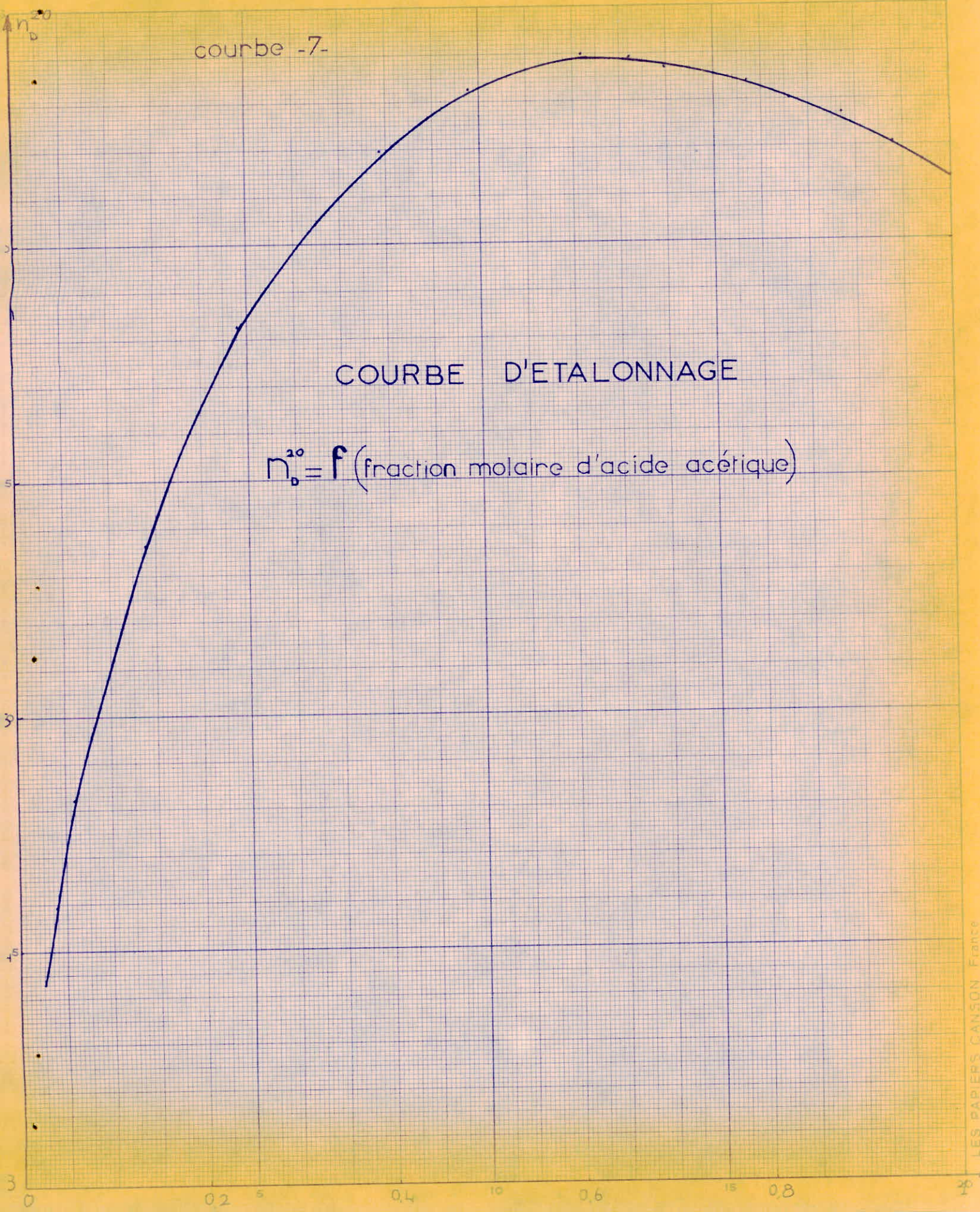
courbe -6-



courbe -7-

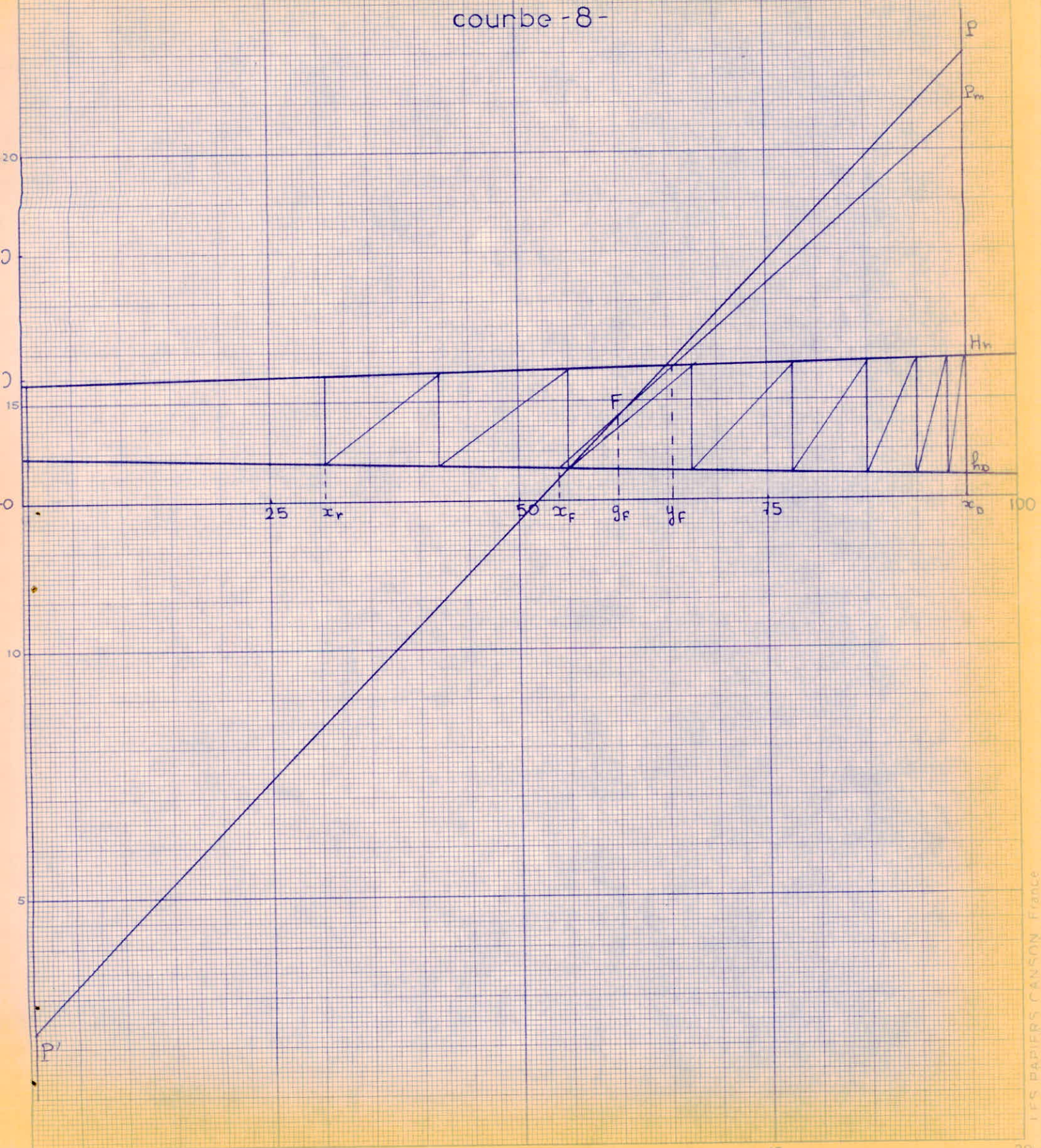
COURBE D'ETALONNAGE

$$n_D^{20} = f(\text{fraction molaire d'acide acétique})$$



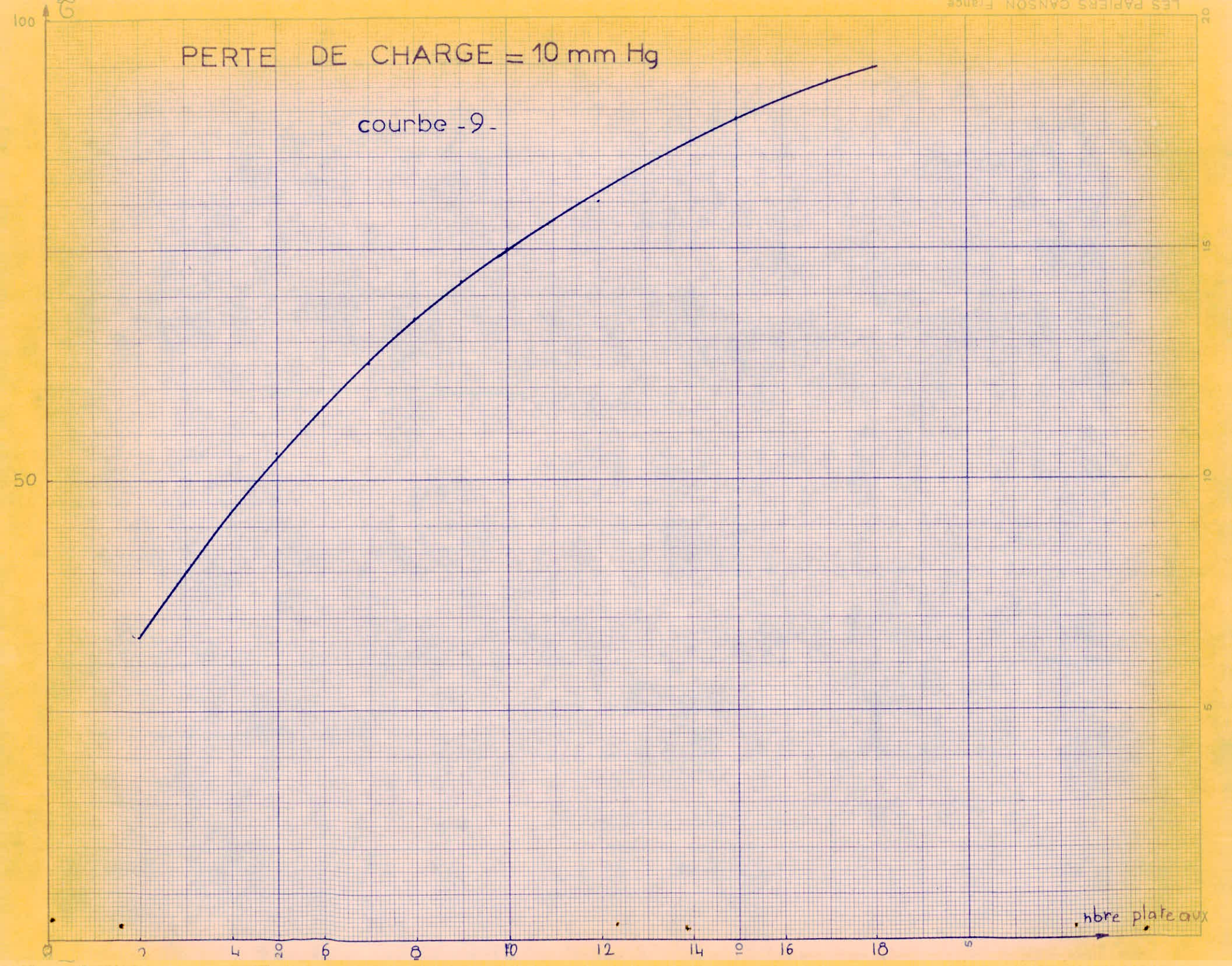
# DIAGRAMME ENTHALPIQUE EAU-ACIDE ACETIQUE

courbe -8-



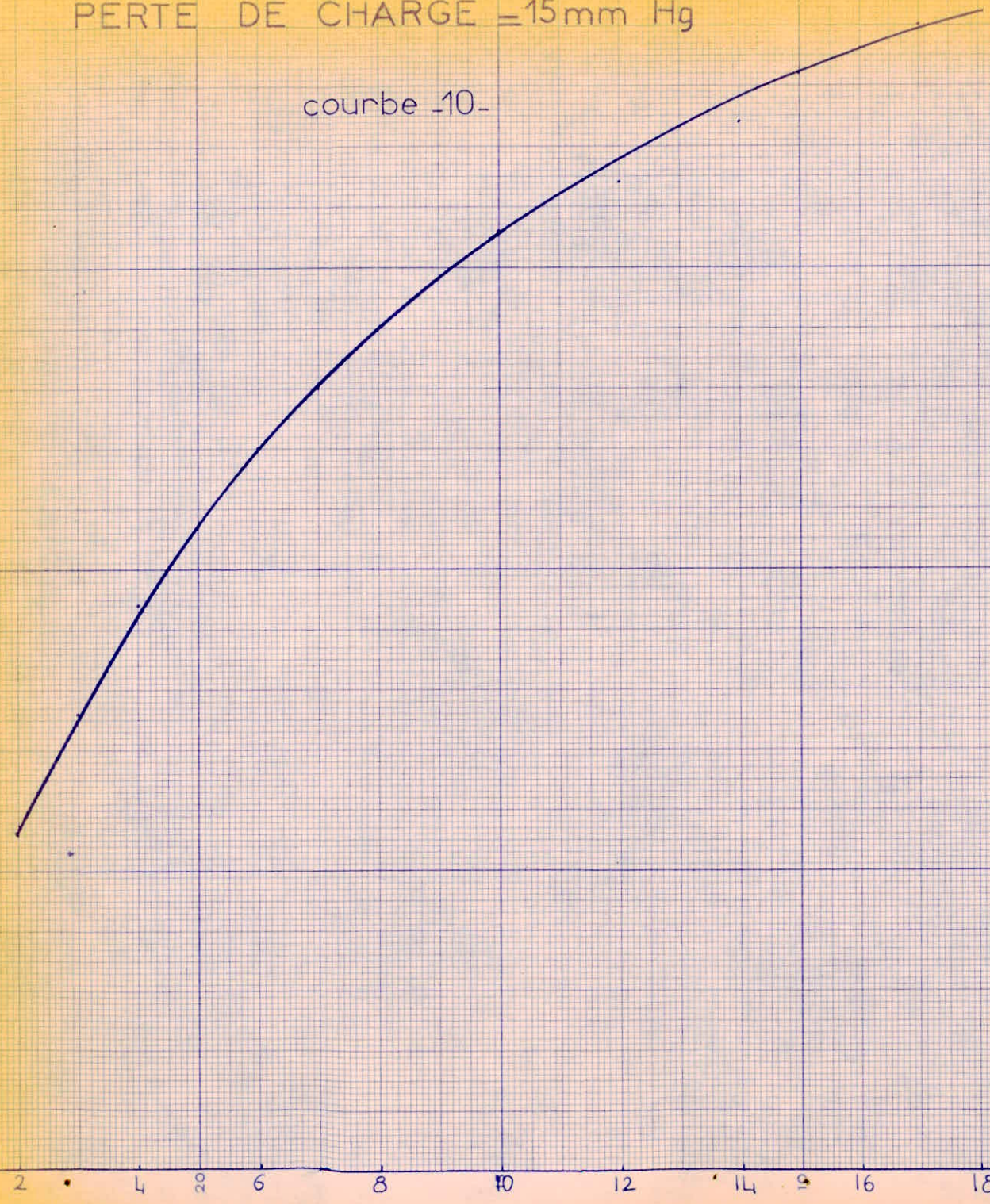
PERTE DE CHARGE = 10 mm Hg

courbe -9-



PERTE DE CHARGE = 15 mm Hg

courbe -10-

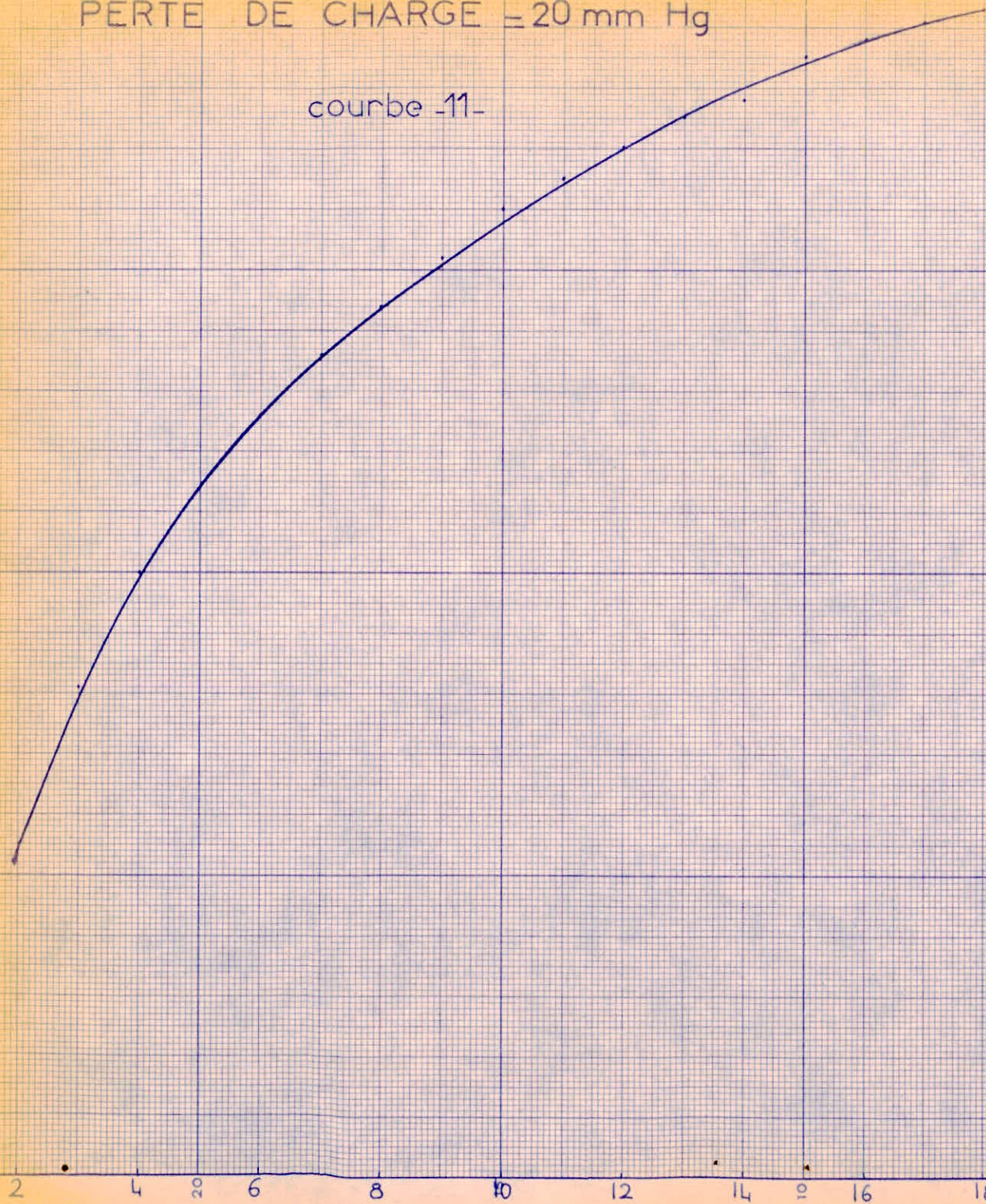


nombre plateaux



PERTE DE CHARGE = 20 mm Hg

courbe -11-



nombre plateaux.

PERTE DE CHARGE = 25 mm Hg

courbe -12-

50

2 4 6 8 10 12 14 16 18 20

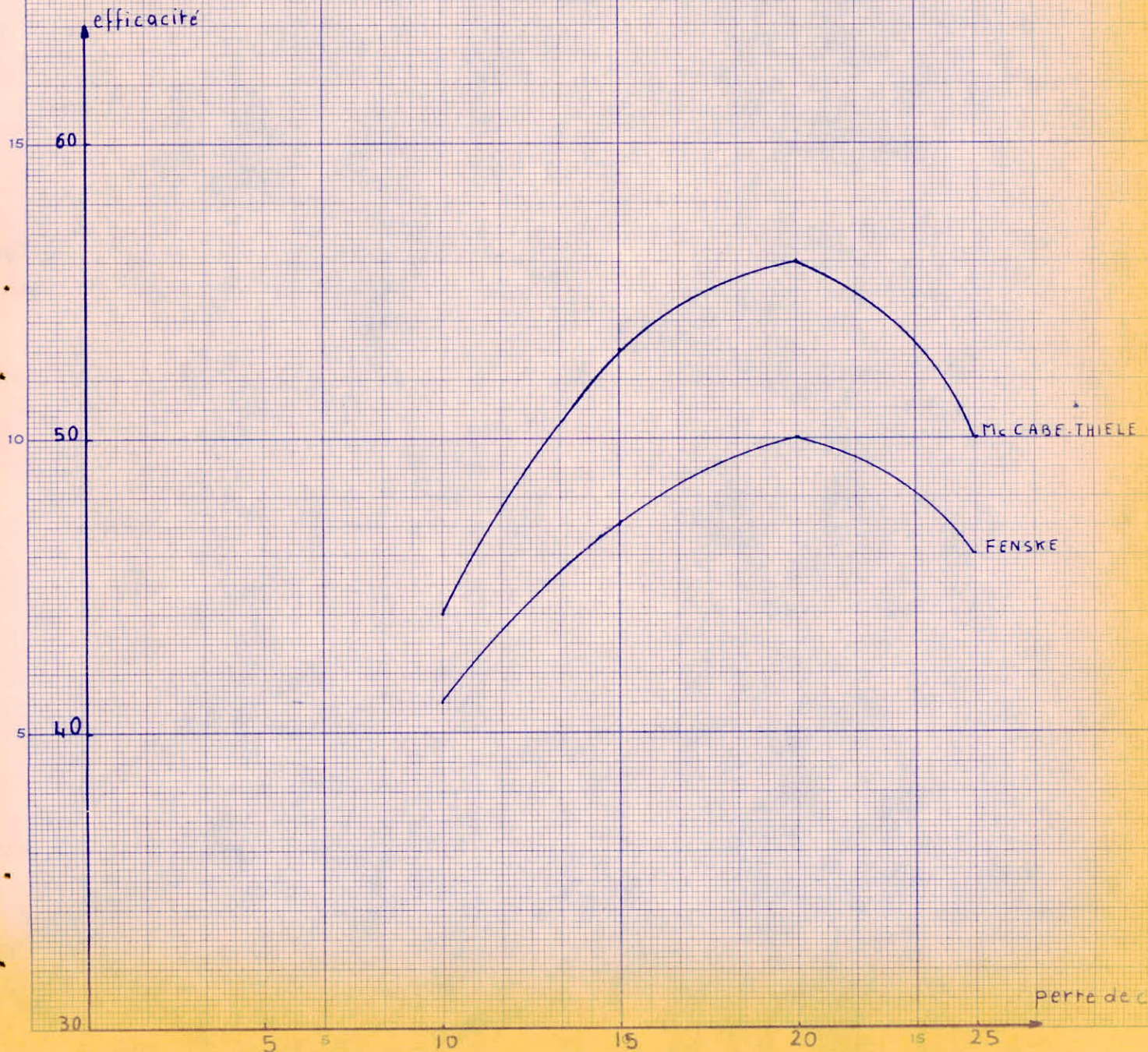
nombre plateaux

5 10 15

# EFFICACITE et PERTE DE CHARGE

courbe -13-

efficacite



perte de charge

tableau -1-

$V_1$ : volume d'acetone  
 $n_1$ : nombre de moles d'acetone

$V_2$ : volume d'eau  
 $n_2$ : nombre de moles d'eau

$$\phi = \frac{n_1}{n_1 + n_2}$$

$V_1$ cm <sup>3</sup>	$n_1$	$V_2$ cm <sup>3</sup>	$n_2$	$n_1+n_2$	$\phi$	$n_D^{20}$
10	0,136	90	5	5,136	0,026	1,3389
15	0,204	85	4,722	4,926	0,041	1,3420
20	0,273	80	4,444	4,717	0,058	1,3451
25	0,341	75	4,166	4,507	0,076	1,3480
30	0,409	70	3,888	4,297	0,095	1,3505
35	0,477	65	3,611	4,088	0,117	1,3533
40	0,545	60	3,333	3,878	0,140	1,3557
45	0,614	55	3,055	3,669	0,167	1,3581
50	0,682	50	2,777	3,459	0,197	1,3601
55	0,750	45	2,500	3,250	0,231	1,3620
60	0,818	40	2,222	3,040	0,269	1,3629
65	0,886	35	1,944	2,830	0,313	1,3641
70	0,955	30	1,666	2,621	0,364	1,3651
75	1,023	25	1,388	2,411	0,424	1,3657
80	1,091	20	1,111	2,202	0,495	1,3658
85	1,159	15	0,833	1,992	0,582	1,3651
90	1,227	10	0,555	1,782	0,688	1,3641
95	1,296	5	0,277	1,573	0,824	1,3629

tableau -2-

x = fraction molaire d'acétone dans le liquide  
 Y = fraction molaire d'acétone dans la vapeur  
 $\alpha$  = volatilité relative

$$\frac{y}{1-y} = \alpha \frac{x}{1-x}$$

x	$\frac{x}{1-x}$	y	$\frac{y}{1-y}$	T °C	$\alpha$
0,00	0,00	0,000	0,000	100,0	—
0,01	0,01	0,253	0,339	91,7	33,53
0,02	0,02	0,425	0,739	86,5	36,23
0,05	0,05	0,624	1,659	75,7	31,55
0,10	0,11	0,755	3,082	66,6	27,74
0,15	0,17	0,798	3,950	63,4	22,38
0,20	0,25	0,815	4,405	62,2	17,62
0,30	0,43	0,830	4,882	61,0	11,39
0,40	0,66	0,839	5,211	60,4	7,82
0,50	1,00	0,849	5,622	60,0	5,62
0,60	1,50	0,859	6,092	59,5	0,61
0,70	2,33	0,874	6,936	58,9	2,97
0,80	4,00	0,898	8,804	58,2	2,20
0,90	9,00	0,935	14,385	57,5	1,60
0,95	19,00	0,963	26,027	57,0	1,37
1,00	$\infty$	1,000	$\infty$	56,5	—

tableau -3-

x : fraction molaire d'eau dans le liquide  
 y : fraction molaire d'eau dans la vapeur  
 $\alpha$  : volatilité relative

$$\frac{y}{1-y} = \alpha \frac{x}{1-x}$$

x	$\frac{x}{1-x}$	y	$\frac{y}{1-y}$	T°C	$\alpha$
0,00	0,00	0,000	0,000	118,1	—
0,05	0,05	0,092	0,101	115,4	1,92
0,10	0,11	0,167	0,200	113,8	1,80
0,20	0,25	0,302	0,433	110,1	1,73
0,30	0,43	0,425	0,739	107,5	1,72
0,40	0,66	0,530	1,128	105,8	1,69
0,50	1,00	0,626	1,674	104,4	1,67
0,60	1,50	0,716	2,521	103,2	1,68
0,70	2,33	0,795	3,878	102,1	1,66
0,80	4,00	0,864	6,353	101,3	1,59
0,90	9,00	0,930	13,286	100,6	1,47
0,95	19,00	0,963	26,027	100,3	1,37
1,00	$\infty$	1,000	$\infty$	100,0	—

Tableau -4-

Données d'équilibre

% mole liquide	d'eau vapeur	T°c
0	0	118,1
5	9,2	115,4
10	16,7	113,8
20	30,2	110,1
30	42,5	107,5
40	53,0	105,8
50	62,6	104,4
60	71,6	103,2
70	79,5	102,1
80	86,4	101,3
90	93,0	100,6
95	96,3	100,3
100	100	100,0

Données thermodynamiques

	Eau	Acide Acétique
C <sub>p</sub> cal/g°c	1,00	0,53
chaleur latente btu/lb	965	153

Tableau - 5 -

$m_1$ : masse d'acide acétique  
 $n_1$ : nombre de moles d'acide

$m_2$ : masse d'eau  
 $n_2$ : nombre de moles d'eau

$$\mathcal{C} = \frac{n_1}{n_1 + n_2}$$

$m_1$ g	$n_1$	$m_2$ g	$n_2$	$n_1 + n_2$	$\mathcal{C}$	$n_0^{20}$
12,59	0,210	88	4,889	5,099	0,041	1,3419
17,70	0,295	82	4,572	4,867	0,061	1,3464
34,93	0,582	65	3,615	4,197	0,139	1,3575
43,34	0,722	56	3,147	3,869	0,187	1,3620
51,72	0,862	48	2,682	3,544	0,243	1,3665
59,94	1,000	40	2,225	3,225	0,310	1,3705
68,06	1,134	32	1,774	2,908	0,390	1,3740
76,07	1,268	24	1,329	2,597	0,488	1,3765
84	1,400	16	0,889	2,289	0,612	1,3780
90	0,150	14	0,078	0,228	0,658	1,3778
92	0,154	12	0,067	0,221	0,697	1,3774
94	0,157	10	0,055	0,212	0,740	1,3772
96	0,161	8	0,044	0,205	0,785	1,3768
98	0,164	6	0,033	0,197	0,832	1,3761
101	0,168	4	0,022	0,190	0,884	1,3754
103	1,715	2	0,111	1,826	0,939	1,3741
104	1,732	1	0,055	1,787	0,969	1,3733



tableau - 6 -

$\delta$  : Perte de charge en mm de Hg  
 $X_d$  : Pourcentage molaire d'eau du distillat  
 $X_r$  : Pourcentage molaire d'eau du résidu

	$\delta$	10	15	20	25
	$X_d$	95	96.5	97	96
	$X_r$	30.5	26	25	26.5
Mac Cabe - Thiele	plateaux théoriques	8	9.5	10.1	9
	Efficacité	44%	53%	56%	50%
Fenske	plateaux théoriques	7.4	8.5	9	8.2
	Efficacité	41%	47%	50%	46%
Ponchon - Savarit	plateaux théoriques	8	9.6	10.2	9
	Efficacité	44%	53%	56%	50%

tableau -7-

$\sigma$  : Pourcentage molaire d'eau  
 $\delta$  : Perte de charge

$\delta = 15 \text{ mm Hg}$

$\delta = 20 \text{ mm Hg}$

$n_D^{20}$	$\sigma$	Plateaux
1,3774	28	2
1,3780	38	3
1,3772	47	4
1,3760	53,5	5
1,3743	60	6
1,3724	65	7
1,3700	70	8
1,3675	74	9
1,3646	78	10
1,3622	81	11
1,3613	82	12
1,3570	86,5	13
1,3564	87	14
1,3516	91	15
1,3484	93	16
1,3444	95	17
1,3420	96	18

$n_D^{20}$	$\sigma$	Plateaux
1,3774	27	2
1,3779	40,5	3
1,3768	50	4
1,3752	57	5
1,3732	63	6
1,3710	68	7
1,3687	72	8
1,3662	76	9
1,3630	80	10
1,3608	82,5	11
1,3586	85	12
1,3558	87,5	13
1,3539	89	14
1,3492	92,5	15
1,3464	94	16
1,3432	95,5	17
1,3410	96,5	18

tableau -8-

$\bar{C}$  = Pourcentage molaire d'eau  
 $\gamma$  = Perte de charge

$\gamma = 10 \text{ mm Hg}$

$\gamma = 25 \text{ mm Hg}$

$n_D^{20}$	$\bar{C}$	Plateaux
1,3778	33	2
1,3779	40	3
1,3773	46,5	4
1,3762	53	5
1,3749	58	6
1,3734	62,5	7
1,3710	67,5	8
1,3690	71,5	9
1,3670	75	10
1,3646	78	11
1,3630	80	12
1,3596	84	13
1,3570	86,5	14
1,3539	89	15
1,3516	91	16
1,3484	93	17
1,3454	94,5	18

$n_D^{20}$	$\bar{C}$	Plateaux
1,3775	28,5	2
1,3780	38	3
1,3774	46	4
1,3762	53	5
1,3746	59	6
1,3728	64	7
1,3707	68,5	8
1,3687	72	9
1,3666	75,5	10
1,3642	78,5	11
1,3622	81	12
1,3586	85	13
1,3564	87	14
1,3528	90	15
1,3500	92	16
1,3464	94	17
1,3444	95	18

tableau -9-

Propriétés du Mélange Eau-Acétone

$x$ : fraction molaire d'acétone dans le liquide	chaleur totale de solution à 59°F en Btu/lb mole de solut.	$y^*$ : fraction molaire d'acétone dans vapeur	température en °F vapeur - liquide	chaleur spécifique à 63°F en Btu/lb solut. °F
0.00	0	0.000	212.0	1.000
0.01	-----	0.253	197.1	0.998
0.02	-81.0	0.425	187.8	0.994
0.05	-192.3	0.624	168.3	0.985
0.10	-287.5	0.755	151.9	0.960
0.15	-331.0	0.798	146.2	0.930
0.20	-338.0	0.815	143.9	0.910
0.30	-309.0	0.830	141.8	0.850
0.40	-219.0	0.839	140.8	0.800
0.50	-150.5	0.849	140.0	0.750
0.60	-108.6	0.859	139.1	0.700
0.70	-----	0.874	138.1	0.660
0.80	-----	0.898	136.8	0.610
0.90	-----	0.935	135.5	0.570
0.95	-----	0.963	134.6	0.550
1.00	-----	1.000	133.7	-----

Propriétés de l'acétone pure

temperature °F	chaleur spécifique Btu/lb °F	chaleur latente de vap Btu/lb
68	0.53	242
100	0.54	233
150	0.56	219
200	0.58	206
212	-	203

TRANSFERTS THERMIQUES  
ET  
REFRIGERATION

	Voyant allumé	Voyant éteint
temps en secondes	341	223
	344	224
	340	222
	342	222
	343	224
temps moyen en secondes	342	223

Tableau A-1

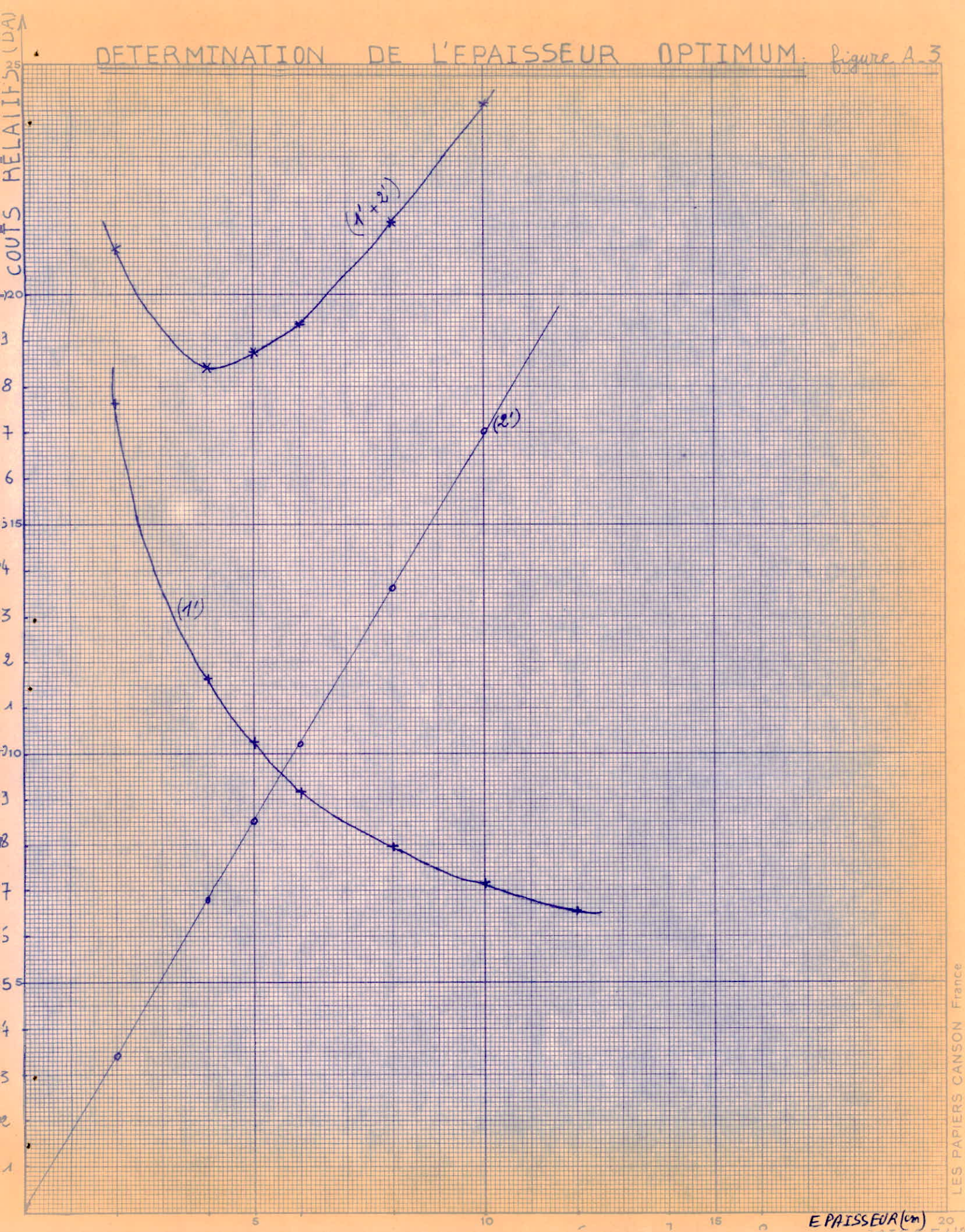
Détermination expérimentale de la puissance moyenne de chauffage.

épaisseur en cm	$\frac{\ln R_3/R_2}{\lambda_2}$ $\text{mh}^\circ\text{C kcal}^{-1}$	$1/R_3 h_c$ $\text{mh}^\circ\text{C kcal}^{-1}$	H $\text{mh}^\circ\text{C kcal}^{-1}$	$\phi$ $\text{kcal/h}$	(1') DA	(2') DA	(1'+2') DA
1	18,48	2,76	21,28	232	17,61	3,40	21,01
2	30,30	1,94	32,28	153	11,61	6,80	18,41
2,5	34,93	1,69	36,66	135	10,25	8,50	18,75
3	39,00	1,49	40,53	121	9,19	10,20	19,39
4	45,90	1,21	47,15	105	7,97	13,60	21,57
5	51,61	1,02	52,67	94	7,14	17,00	24,14
6	56,49	0,88	57,41	86	6,53	20,40	26,93

Tableau A-2

Calcul économique de l'épaisseur optimum de calorifugeage.

DETERMINATION DE L'ÉPAISSEUR OPTIMUM. Figure A.3





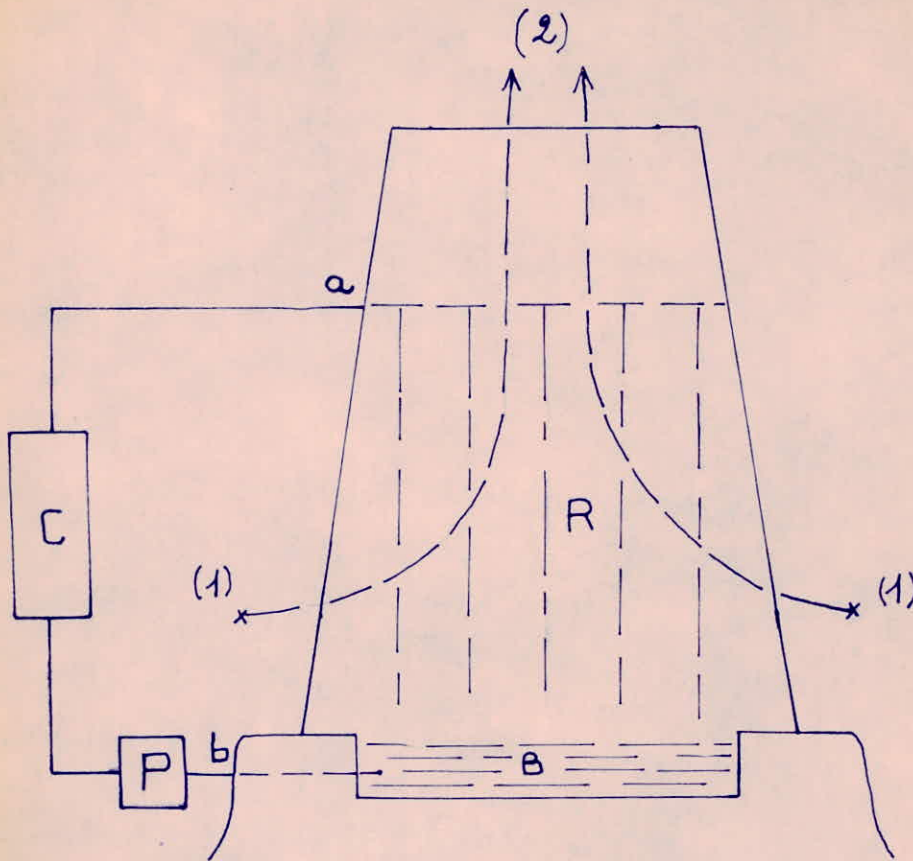


figure B-1

schéma général d'un système permettant le refroidissement et la circulation de l'eau en circuit fermé.

Figure B-2

# REFRIGERANT A GRADINS

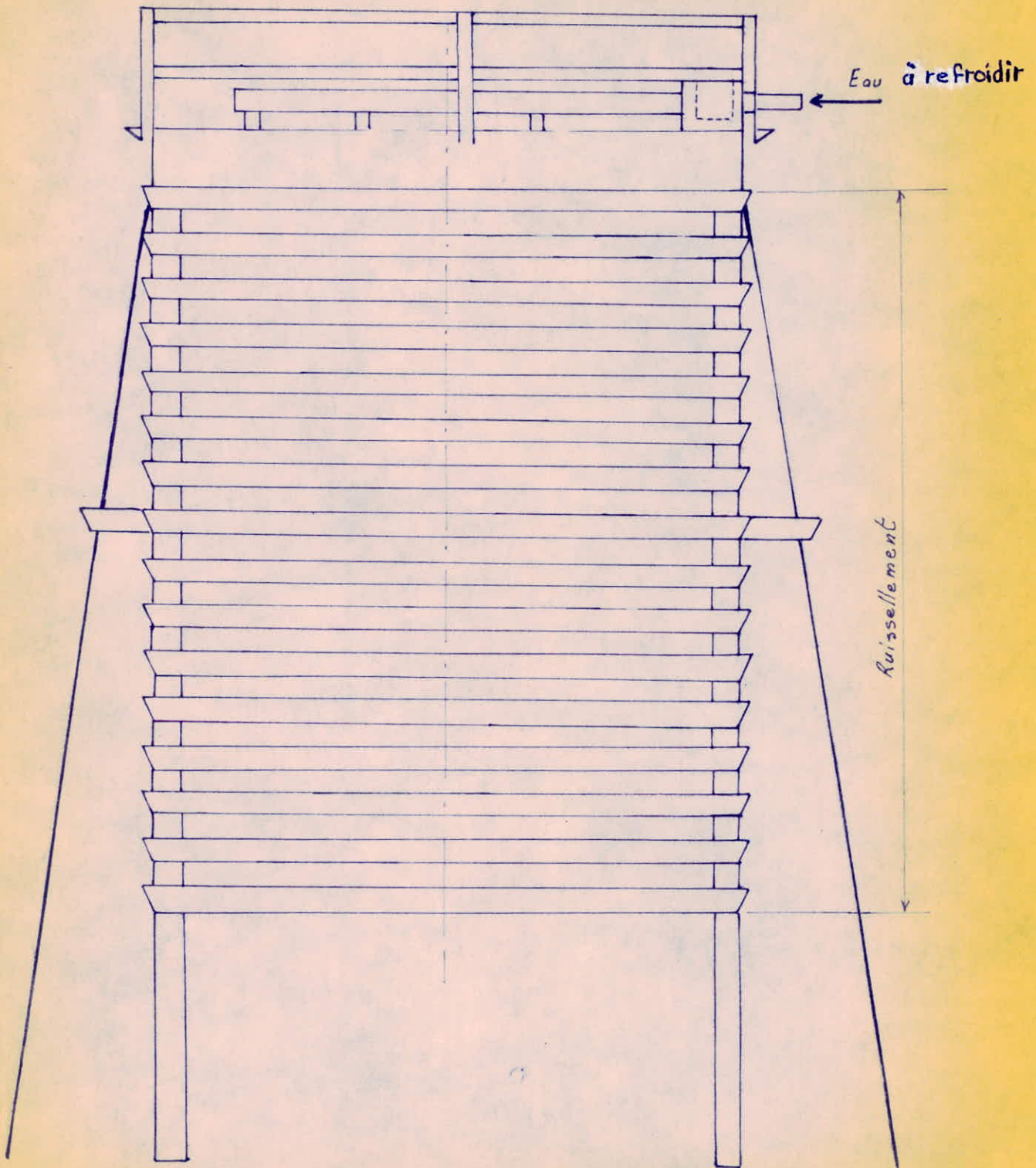
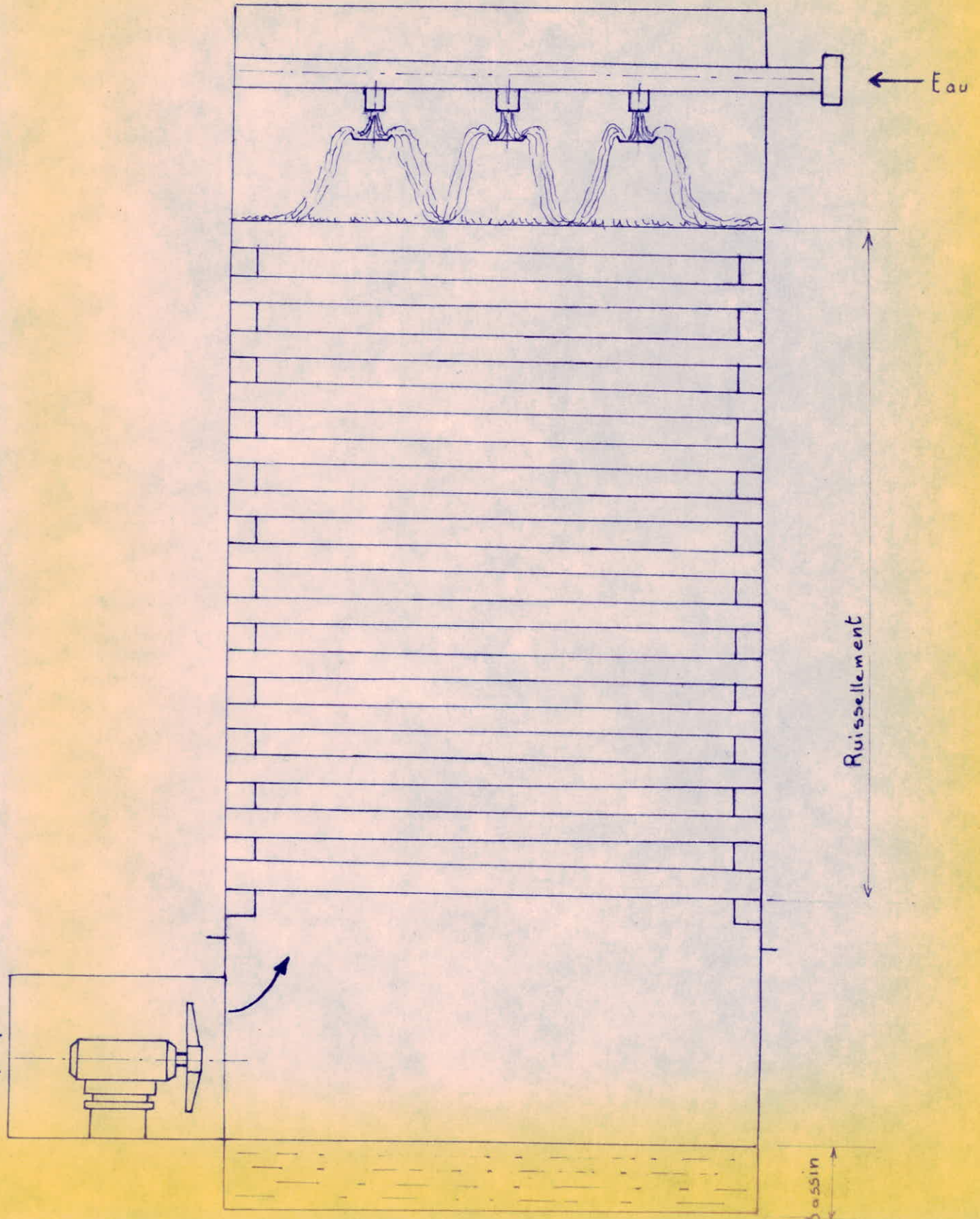


Figure B-3

# REFRIGERANT A VENTILATEUR SOUFFLANT



# RUISSELLEMENT A FILM PUR

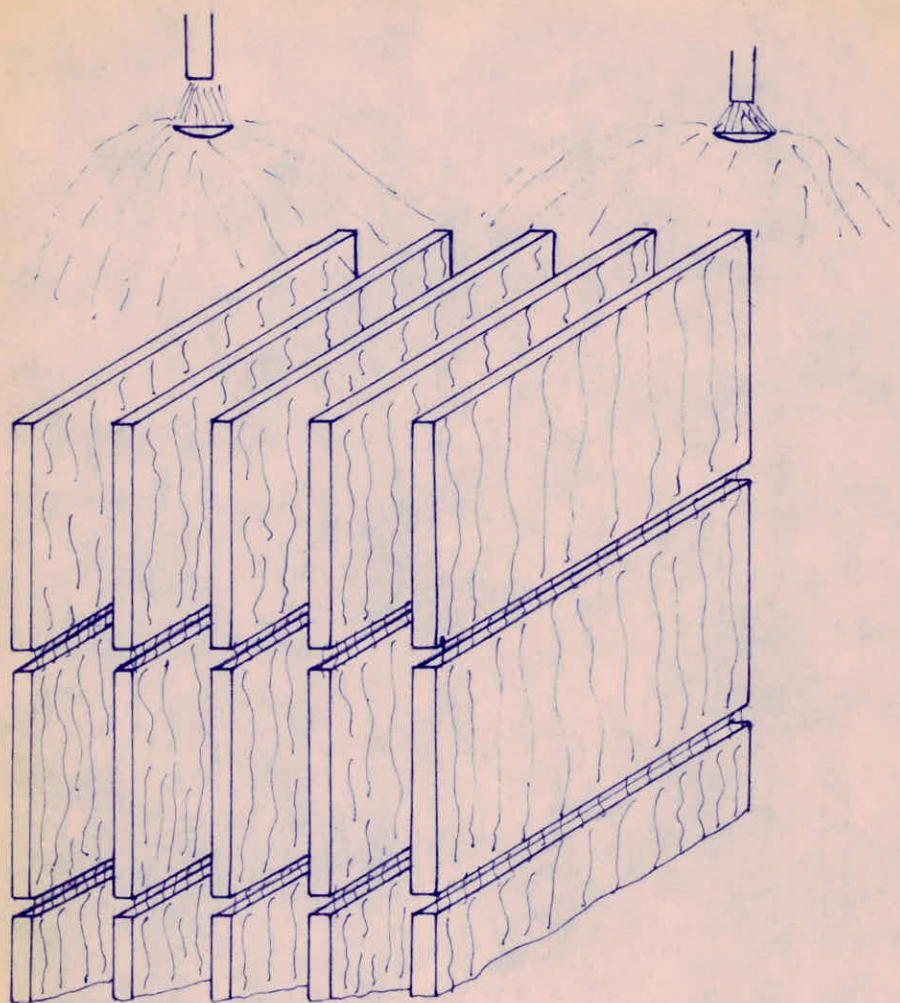


Figure B-4

\_ RUISSELLEMENT A GOUTTES \_

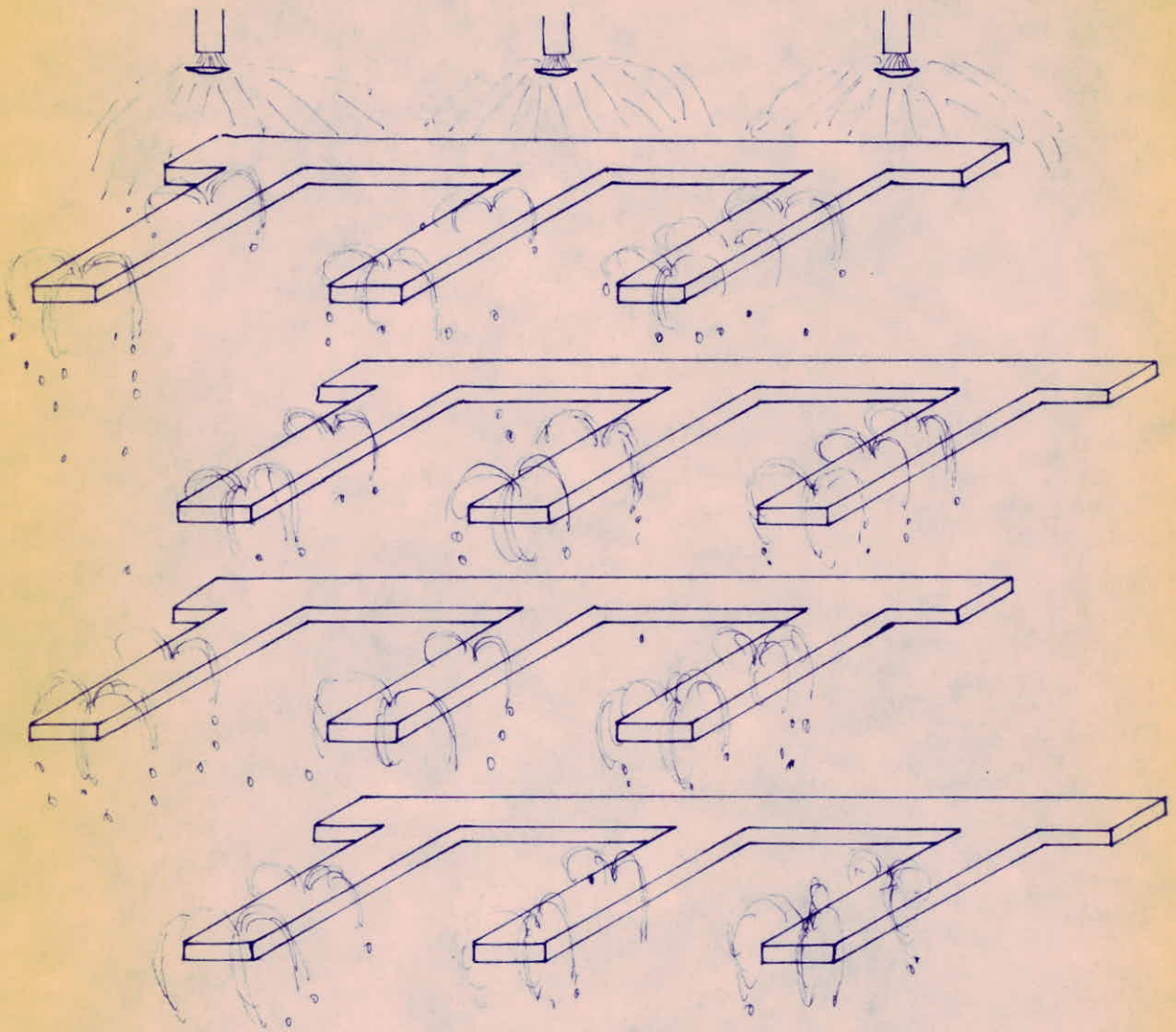


Figure B-5

# Schéma du système de réfrigération.

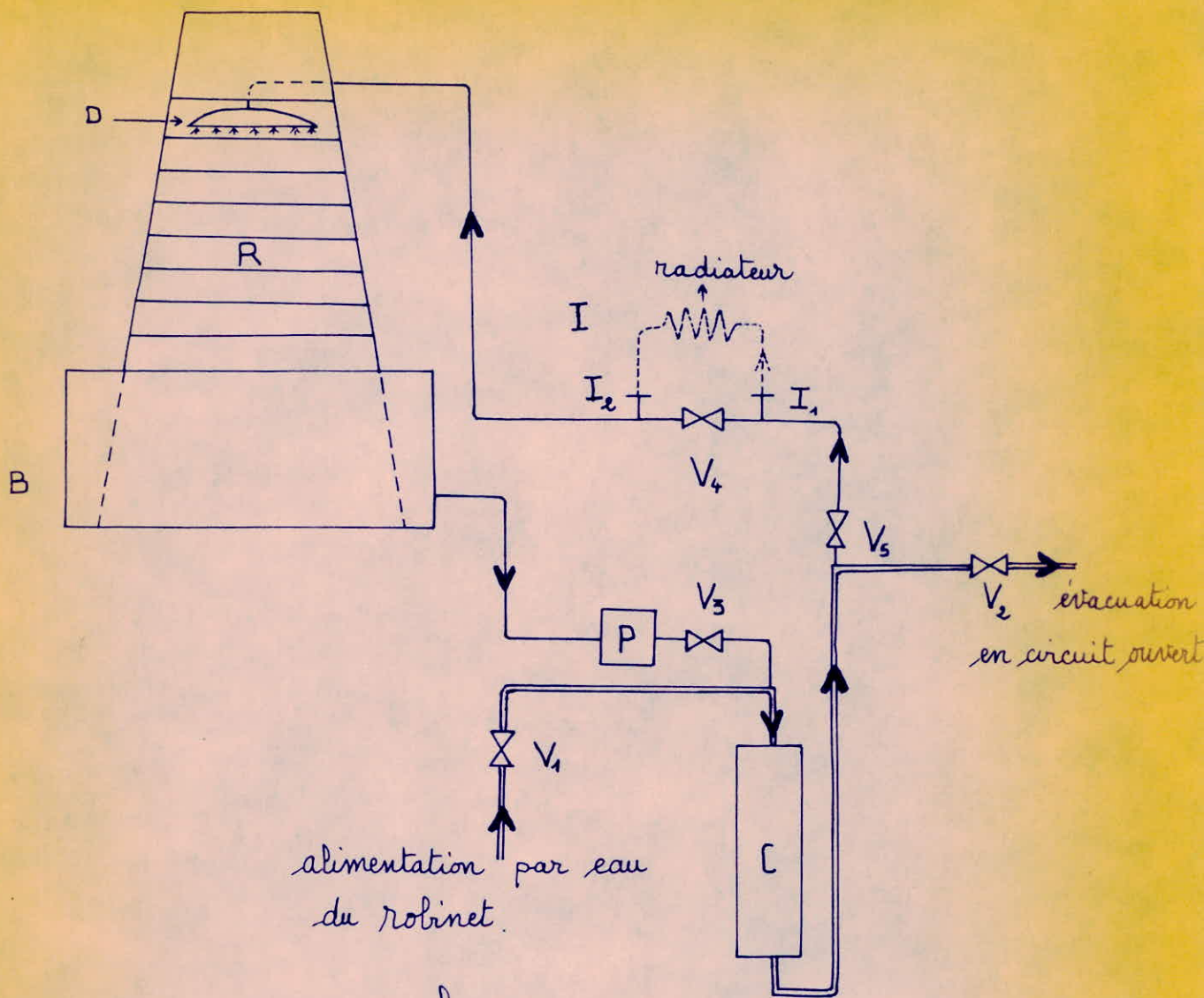


figure B-7.

R : réfrigérant à gradins.

D : système de distribution d'eau chaude.

P : pompe

C : échangeurs

$V_i$  : Vannes

I : dérivation -  $I_1$  et  $I_2$  sont des bouchons d'arrêt.

Le trait double schématise le système de réfrigération en circuit ouvert.

Le trait simple schématise notre réalisation (circuit fermé).

systeme de distribution

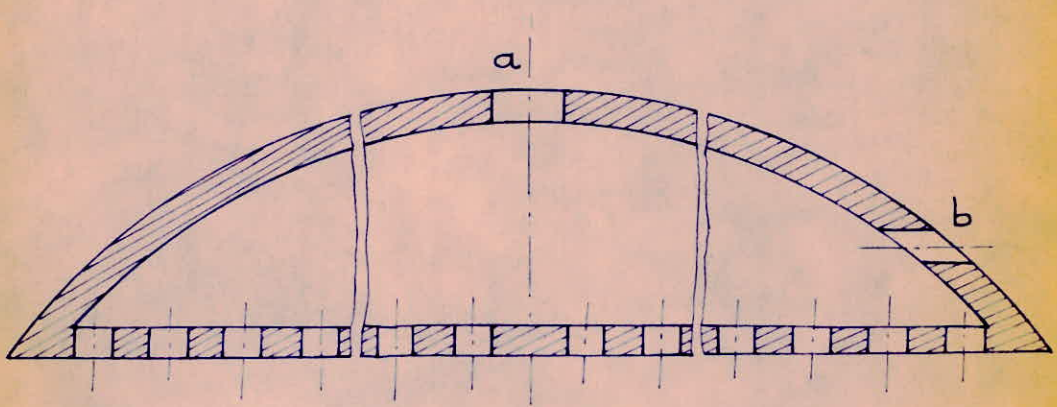


figure B.8

a - arrivée d'eau chaude.

b - prise de sa température.

## Bac de récupération

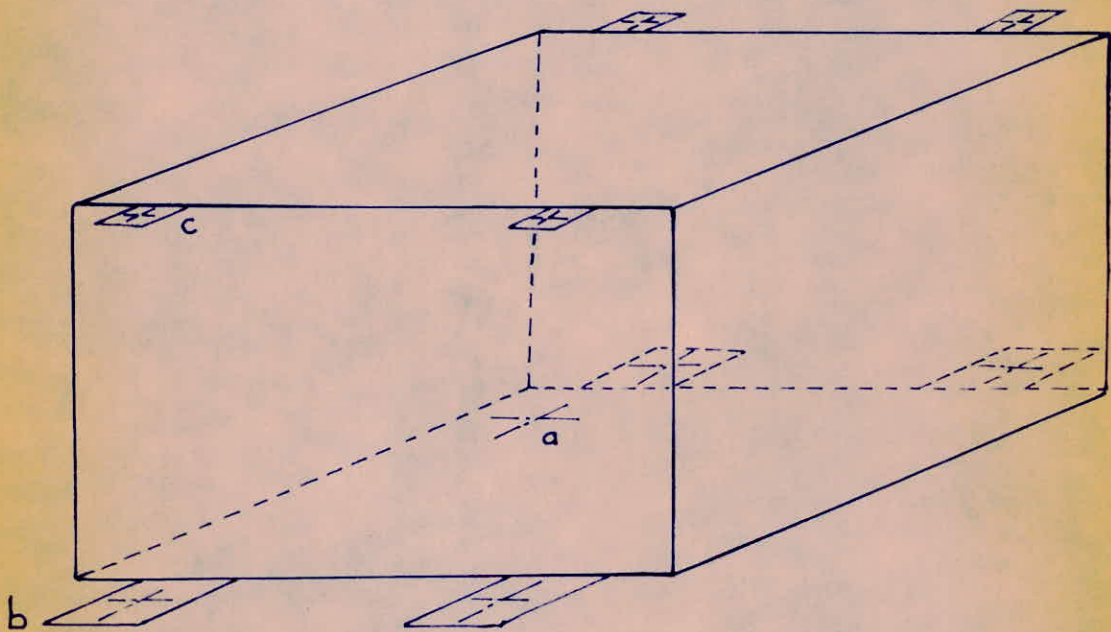


Figure B-9

- a- Vidange.
- b- fixation du bac.
- c- fixation du réfrigérant au bac.



Première série d'essais : pas de chauffage supplémentaire sur la canalisation d'amenée d'eau.

température d'eau chaude (°C)	température d'eau froide (°C)
27	23
27,5	23,5
27,5	22,5
27	23
27,5	22,5
28	23
28,5	23,5
28	23
température moyenne d'eau chaude $t_c = 27,6^\circ\text{C}$	température moyenne d'eau froide $t_f = 23^\circ\text{C}$
$\Delta T = t_c - t_f = 4,6^\circ\text{C}$ débit d'eau de circulation $G = 720 \text{ kg/h}$ perte d'eau : $8 \text{ l/h}$	

Tableau B.10

Deuxième série d'essais: avec chauffage supplémentaire sur la canalisation d'amencée d'eau.

température d'eau chaude (°C)	température d'eau froide (°C)
30	25,2
30,1	25,3
29,8	25,4
29,5	25,4
29	25,6
28,8	25,5
température moyenne $t_c = 29,5^\circ\text{C}$	température moyenne $t_f = 25,4^\circ\text{C}$
$\Delta T = t_c - t_f = 4,1^\circ\text{C}$	
débit d'eau de circulation $G = 1578 \text{ kg/h}$	
puissance calorifique $\Phi = 6469 \text{ kcal/h}$	
perte d'eau: $10 \text{ l/h}$	
humidité relative $E = 84\%$	

Tableau B-11

Deuxième série d'essais : avec chauffage supplémentaire sur la canalisation d'amener d'eau.

température d'eau chaude (°C)	température d'eau froide (°C)
26,8	23,2
27	23,2
27,3	23,5
27,5	23,4
28	23,5
28,3	23,6
28,5	23,7
28,2	23,8
température moyenne $t_c = 27,7^\circ\text{C}$	température moyenne $t_f = 23,5^\circ\text{C}$
$\Delta T = t_c - t_f = 4,2^\circ\text{C}$	
débit d'eau de circulation $G = 1578 \text{ kg/h}$	
puissance calorifique $Q = 6627 \text{ kcal/h}$	
perte d'eau = $8 \text{ l/h}$ .	
humidité relative $\varepsilon = 82 \%$	

Tableau B-12

Deuxième série d'essais : avec chauffage supplémentaire sur la canalisation d'aménée d'eau.

température d'eau chaude (°C)	température d'eau froide (°C)
24,3	21,5
24,5	21,6
24,6	21,7
24,6	21,6
24,5	21,6
24,6	21,6
température moyenne $t_c = 24,5^\circ\text{C}$	température moyenne $t_f = 21,6^\circ\text{C}$
$\Delta T = t_c - t_f = 2,9^\circ\text{C}$	
débit d'eau de circulation $G = 1578 \text{ kg/h}$	
puissance calorifique $Q = 4576 \text{ kcal/h}$	
perte d'eau = $15 \text{ l/h}$	
humidité relative $\epsilon = 91\%$	

Tableau B-13

Deuxième série d'essais : avec chauffage supplémentaire sur la canalisation d'amenee d'eau.

temperature d'eau chaude (°C)	temperature d'eau froide (°C)
25,5	23
25,7	23,1
25,9	23,1
26	23,2
26,2	23,3
26,3	23,4
26,4	23,5
temperature moyenne $t_c = 26^\circ\text{C}$	temperature moyenne $t_f = 23,2^\circ\text{C}$
$\Delta T = t_c - t_f = 2,8^\circ\text{C}$	
debit d'eau de circulation $G = 1578 \text{ kg/h}$	
puissance calorifique $Q = 4418 \text{ kcal/h}$	
perte d'eau : 12 l/h	
humidite' relative $\epsilon = 92\%$	

Tableau B-14.

Deuxième série d'essais : avec chauffage supplémentaire sur la canalisation d'amener d'eau.

température d'eau chaude (°C)	température d'eau froide (°C)
26,8	23,2
26,5	23,1
26,6	23,0
26,8	23,3
26,7	23,0
température moyenne $t_c = 26,7^\circ\text{C}$	température moyenne $t_f = 23,1^\circ\text{C}$
$\Delta T = t_c - t_f = 3,6^\circ\text{C}$	
débit d'eau de circulation $G = 1578 \text{ kg/h}$	
puissance calorifique $Q = 5680 \text{ kcal/h}$	
perte d'eau : $10 \text{ l/h}$	
humidité relative $\epsilon = 86\%$	

Tableau B.15

Étude de la puissance calorifique en fonction de l'humidité relative.

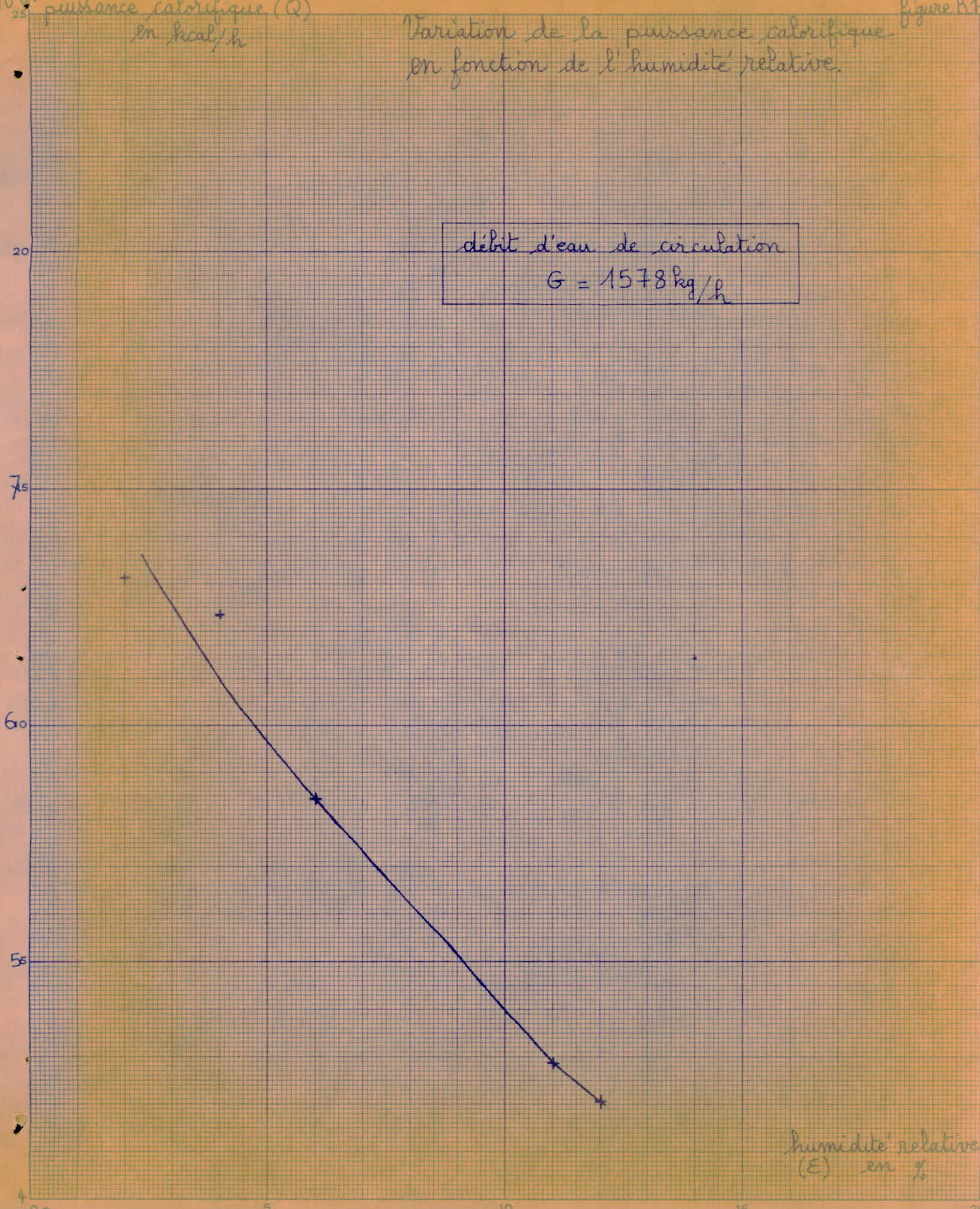
débit d'eau de circulation $G = 1578 \text{ kg/h}$	
puissance calorifique ( $\Phi$ ) kcal/h	humidité relative ( $E$ ) (%)
6627	82
6469	84
5680	86
4576	91
4418	92

Tableau B-16

Variation de la puissance calorifique en fonction de l'humidité relative.

$10^3 \times$   
puissance calorifique (Q)  
en kcal/h

débit d'eau de circulation  
 $G = 1578 \text{ kg/h}$



humidité relative (E) en %



