Introduction : les opérations unitaires

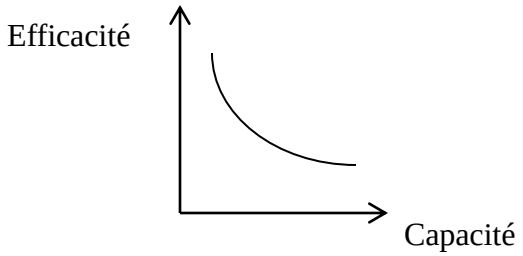
Introduction

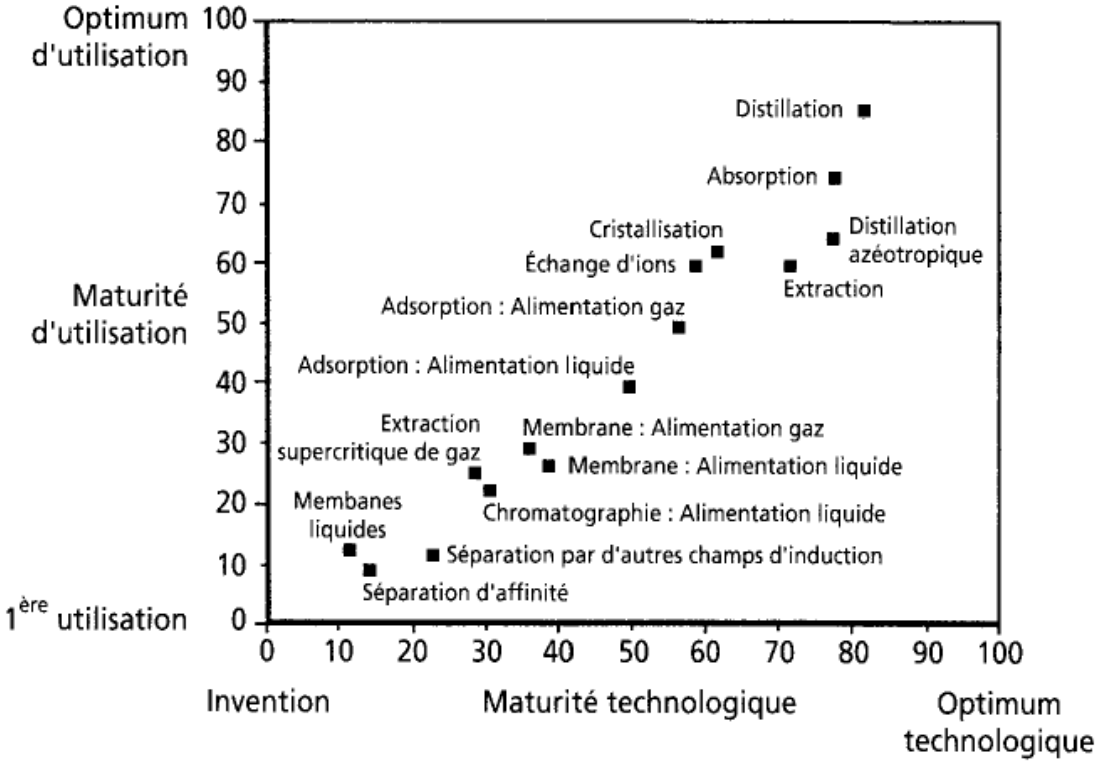
La technologie mise en place devra répondre à deux critères.

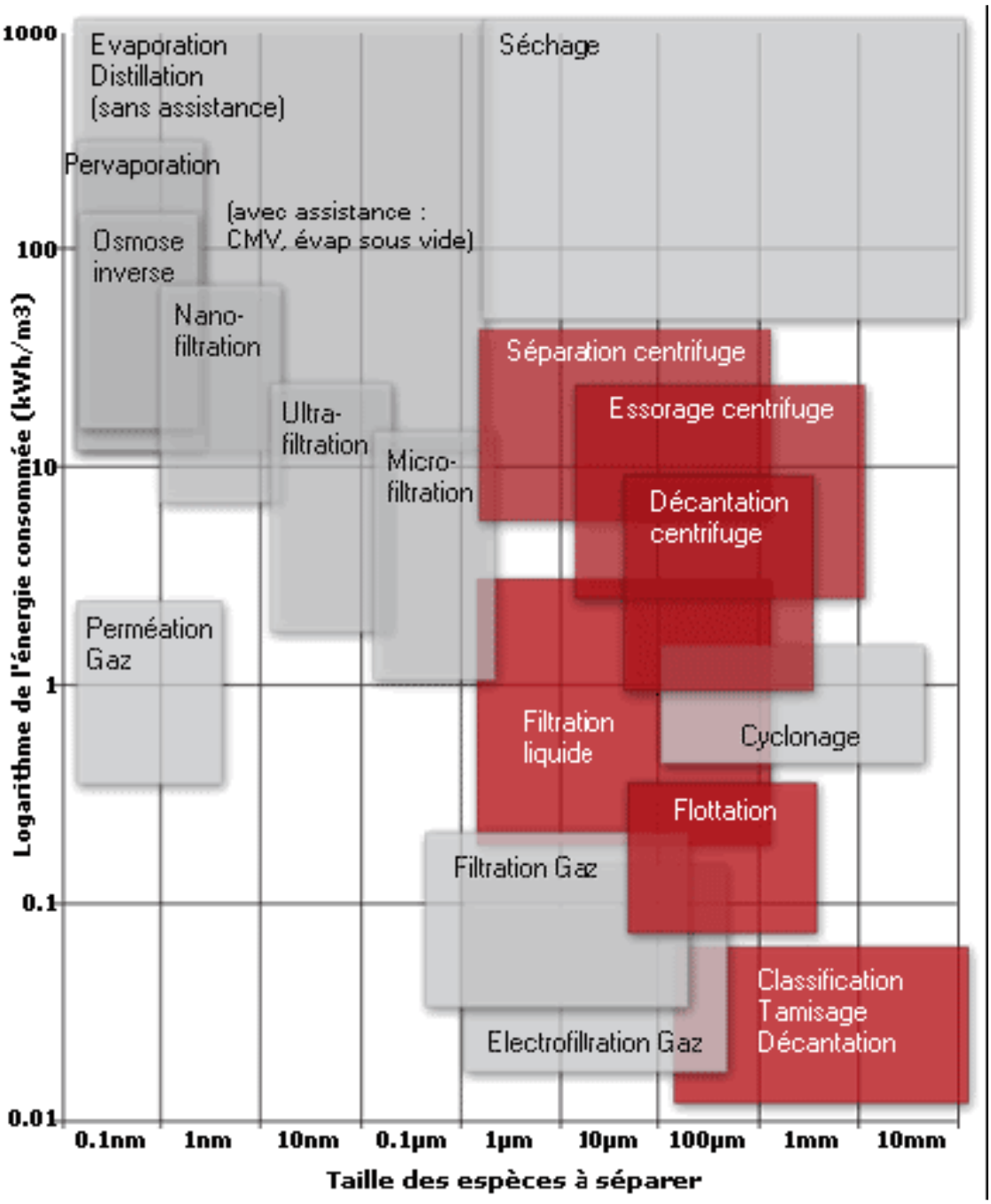
Efficacité contre capacité ➔ compromis

efficacité : pureté, rendement

capacité : débit







Consommation d'énergie relative des procédés de séparation

Source: ADEME/DABEE/département Industrie et Agriculture (2006)

Cahier des charges

CONTEXTE :

L'économie circulaire est à la croisée des enjeux environnementaux et économiques, et est porteuse d'emploi. Dans un contexte de raréfaction et de fluctuation du coût des matières premières, l'économie circulaire contribue à diminuer le prélèvement des ressources, à réduire la production de déchets et restreindre la consommation d'énergie. Outre les bénéfices écologiques, cette activité émergente est créatrice de richesses et d'emplois non délocalisables (y compris via l'économie sociale et solidaire).

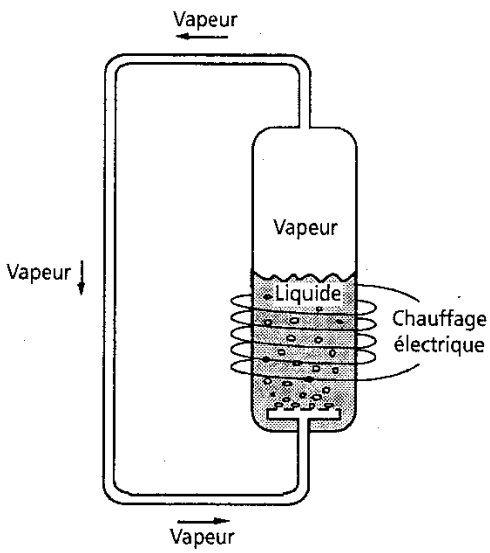
L'économie circulaire désigne un concept économique qui s'inscrit dans le cadre du développement durable et dont l'objectif est de produire des biens et des services tout en limitant la consommation et le gaspillage des matières premières, de l'eau et des sources d'énergie. Il s'agit de déployer, une nouvelle économie, circulaire, et non plus linéaire, fondée sur le principe de « refermer le cycle de vie » des produits, des services, des déchets, des matériaux, de l'eau et de l'énergie.

Elle repose sur 7 principes :

1. l'éco conception : accompagner les entreprises dans la création et le développement de produits éco-conçus (qui tiennent compte de tous les impacts environnementaux sur l'ensemble du cycle de vie du produit)
2. l'écologie industrielle : encourager les opérateurs économiques d'un territoire à entreprendre une démarche intégrée et pérenne de diminution de leur empreinte environnementale
3. l'économie de la fonctionnalité : inciter à privilégier l'usage, le partage des produits plutôt que leur possession
4. le réemploi : favoriser la remise dans le circuit économique des produits ne répondant plus aux besoins du premier consommateur
5. la réparation : faire en sorte que les biens retrouvent une deuxième vie par ce biais
6. la réutilisation : soutenir les projets d'innovations et de solutions industrielles visant à augmenter la réutilisation des produits usagés
7. le recyclage : favoriser le développement des écotechnologies du recyclage (nouvelles techniques – nouveaux procédés – nouveaux matériaux) en élaborant des projets de R&D et ainsi aider les entreprises de la région Centre à valoriser leurs déchets ou utiliser de nouvelles matières premières.

Introduction : opération unitaire

2 La distillation : les équilibres de phases



Si t = 80°C ??
Conséquence sur la pression
elle augm. Jusqu'à l'equi

Dés que, l'énergie électrique est fournie, que se passe-t-il ?

« d'équilibre », « théorique », ou « idéal » théière

⇒ Etage théorique : c'est un appareil qui permet lors d'un contact entre deux phases, l'établissement de l'équilibre thermodynamique. (potentiels chimiques égaux pour la phase vapeur et la phase liquide)

2.1 Equilibre - Rappel : la variance

Une phase est homogène lorsqu'il a toujours la même composition

- Règle des phases :

Il existe une loi générale que l'on peut établir qui permet de relier le nombre de phase (φ), et le nombre de constituants (c) au nombre de paramètres v (variance) que l'on peut faire varier indépendamment l'un de l'autre (paramètre opératoire).

(Dans un gaz, même force intermoléculaire => 1 φ

Dans un liquide, force intermoléculaire différente => plusieurs φ possible)

- Exemple :

NaCl (excès) + eau => v = …… Eau + Glace + vapeur => V= ? Que représente ce système ?

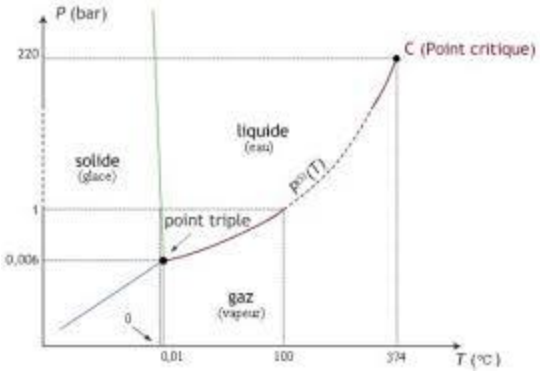
2.2 Equilibre entre un liquide et sa vapeur

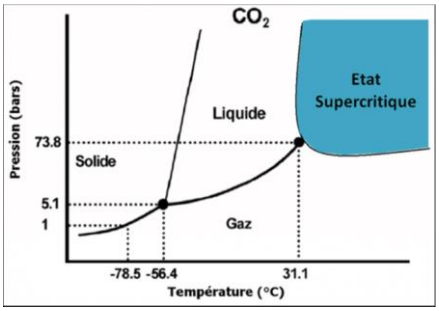
- 2.2.1 le liquide est pur

Supposons que l'on mette en présence un liquide et sa vapeur, il y a d'abord égalisation des pressions et des Températures ensuite :
trois cas possible : -

Vaporisation : endothermique
Condensation exothermique

IV.2.1 équilibre liquide/vapeur – liquide pur





- Point critique : température critique d'un fluide est la température au-dessus de laquelle ce fluide ne peut être liquéfié (plus d'équilibre)

- Comme cela a été cité auparavant :
  - Teb = f (force intermoléculaire)

    $\Rightarrow$ règle de Trouton : $\Delta H_v = 20{,}5 * Eb$

    (cal/mol) (°K)

    Condition d'application : composé ayant une P_c<50 bars ou <50*0,98 atm= 49 atm

    $\Rightarrow$ Formule de Giacolone :

    $\Delta H_v = (R.T_{eb760}.T_c.\text{Ln } P_c)/(T_c-T_e)$

Nom	Eb (760) (°C)	Tc (°K)	Pc (Atm)	ΔHv (cal/mol)	ΔHv Trouton	ΔHv (Giacolone)
MeOH	65,15	513,2	81,5	8420	6932,075	8660
Hexane	69	508	29,5	7541	7011	7031
CCl4	76,5	556,3	45	7137	7164,75	7104
Eau	100	647,2	217,7	9666	7646,5	9408

Question :
Quelle est la valeur de l'entalpie de vaporisation de l'eau ?
Pourquoi la formule de Giacolone est à utiliser pour le méthanol ?

2.2.1 équilibre liquide/vapeur – liquide pur

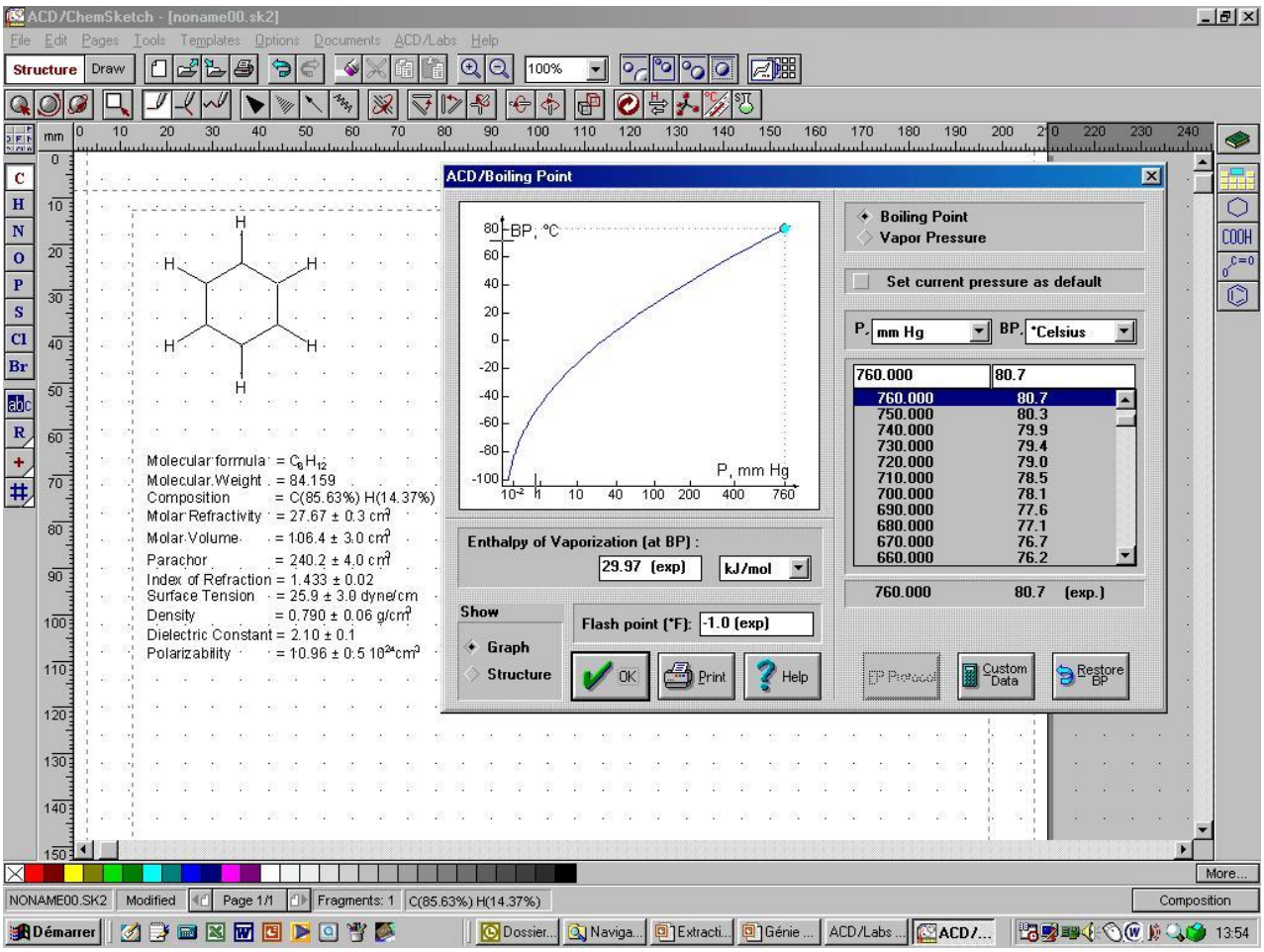
- Quelques formules :

Calcul d'une chaleur latente de vaporisation connaissant une valeur (ΔH1) à une température (T1).

$$\frac{\Delta H_{V1}}{\Delta H_{V2}} = \frac{T_c - T_2}{T_c - T_1}$$

Loi d'Antoine :

$$\log p^{\circ} = A - B/(T + C)$$



Logiciel gratuit : ChemSketch

Site :http://www.sigmaaldrich.com/chemistry/solvents/learning-center/nomograph.html

2.2.2 équilibre liquide/vapeur – le liquide est un mélange homogène de deux liquides I et J miscibles

⇒ **v= 2**

⇒ signification : si on fixe comme conditions opératoires la P et la température alors la composition dans les deux phases est fixée)

⇒ OU si on fixe que la pression ou la température et que l'on choisisse la composition en composé le plus volatil (par convention I)

Alors la composition dans l'autre phase sera imposée

ainsi que la température ou la pression d'équilibre

⇒ Cas particulier Si l'on fixe la pression

⇒T = f (yi) : Courbe de Rosée c'est l'équilibre d'une vapeur avec un liquide condensé

⇒T = f(xi) : Courbe d'Ebullition c'est l'équilibre d'un liquide avec une vapeur

2.2.2.1 mélange de deux liquides idéaux

Qu'est qu'un mélange idéal ?

- Loi de Raoult :
  - P_i : pression partielle dans la phase vapeur
  - P_i°: tension de vapeur (composé pur)
  - x_i : titre molaire

Il s'agit d'un mélange idéal lorsque pression du gaz en équilibre est égale à la somme des pressions partielles de chaque espèce. Elle même proportionnelle à leur titre molaire.

Pour cela il ne faut pas d'association entre les molécules (pas de liaison hydrogène, pas de phénomène thermique) exemple mélange methyl-hexane / n-heptane fortement dilué.

- Loi de Dalton :

$\Rightarrow$

- Relation entre xi et yi ? Oui la constante d'équilibre K_i

$\Rightarrow K_i = y_i/x_i = P_i^\circ/P_t$ intérêt?

- Expressions principales :
  - $P_t = f(xi)$
  - $P_t = f(yi)$
  - Enfin yi = f(xi)

- **$P_t = f(yi)$**

$P_i = P_t . y_i = P_i^\circ x_i = P_i^\circ (1-x_j)$

$P_t . y_j = P_j^\circ x_j \Rightarrow x_j = (P_t . y_j)/P_j^\circ = (P_t . (1-y_i))/P_j^\circ$

$P_t . y_i = P_i^\circ (1- (P_t . (1-y_i))/P_j^\circ) = P_i^\circ - (P_i^\circ P_t)/ P_j^\circ + (P_i^\circ P_t y_i)/P_j^\circ$

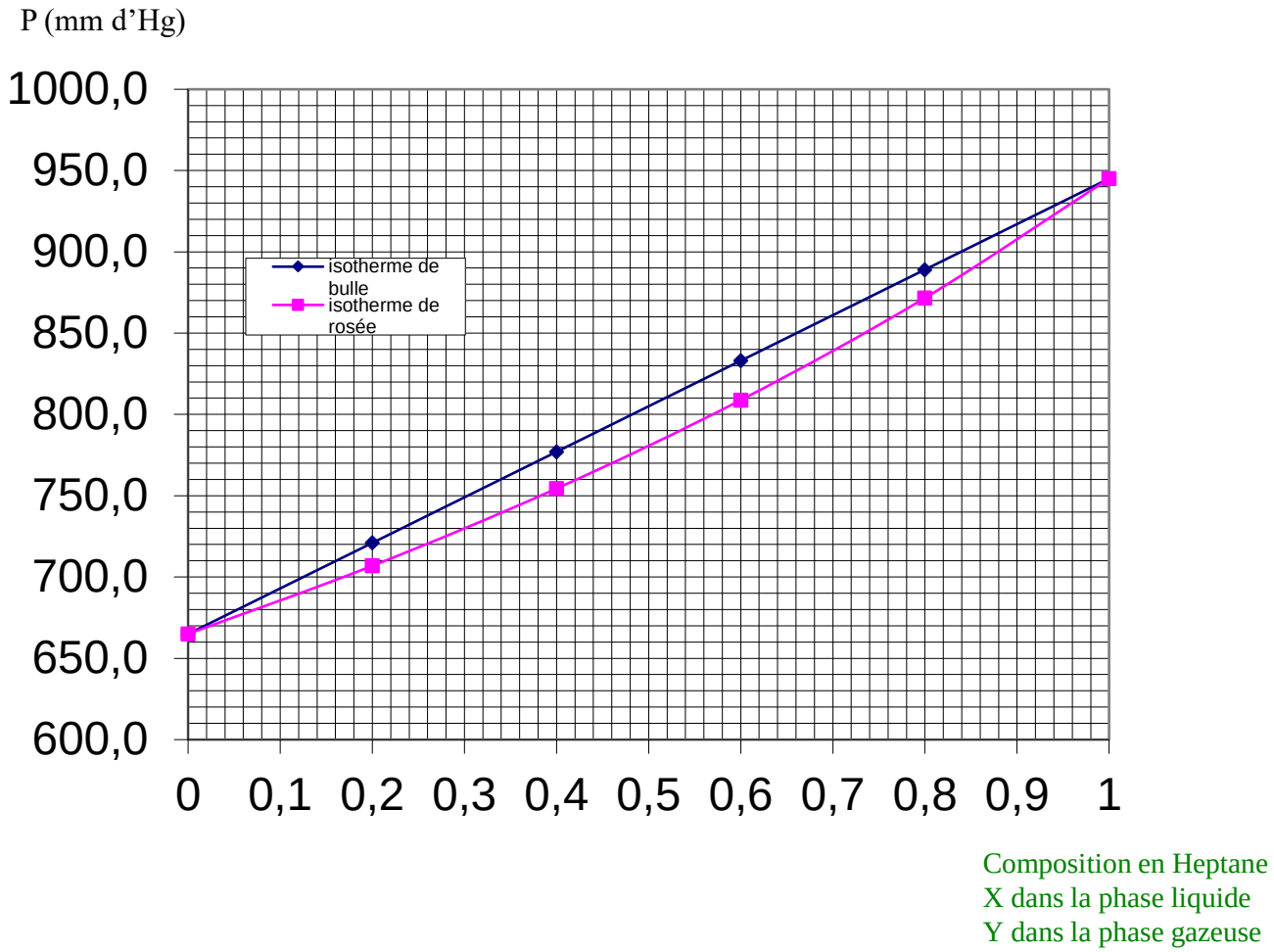
$$p_t = \frac{p_j^\circ}{(1 + y_i \times (\frac{p_j^\circ}{p_i^\circ} - 1)}$$

Que vaut Pt si yi = 0 et si yi = 1

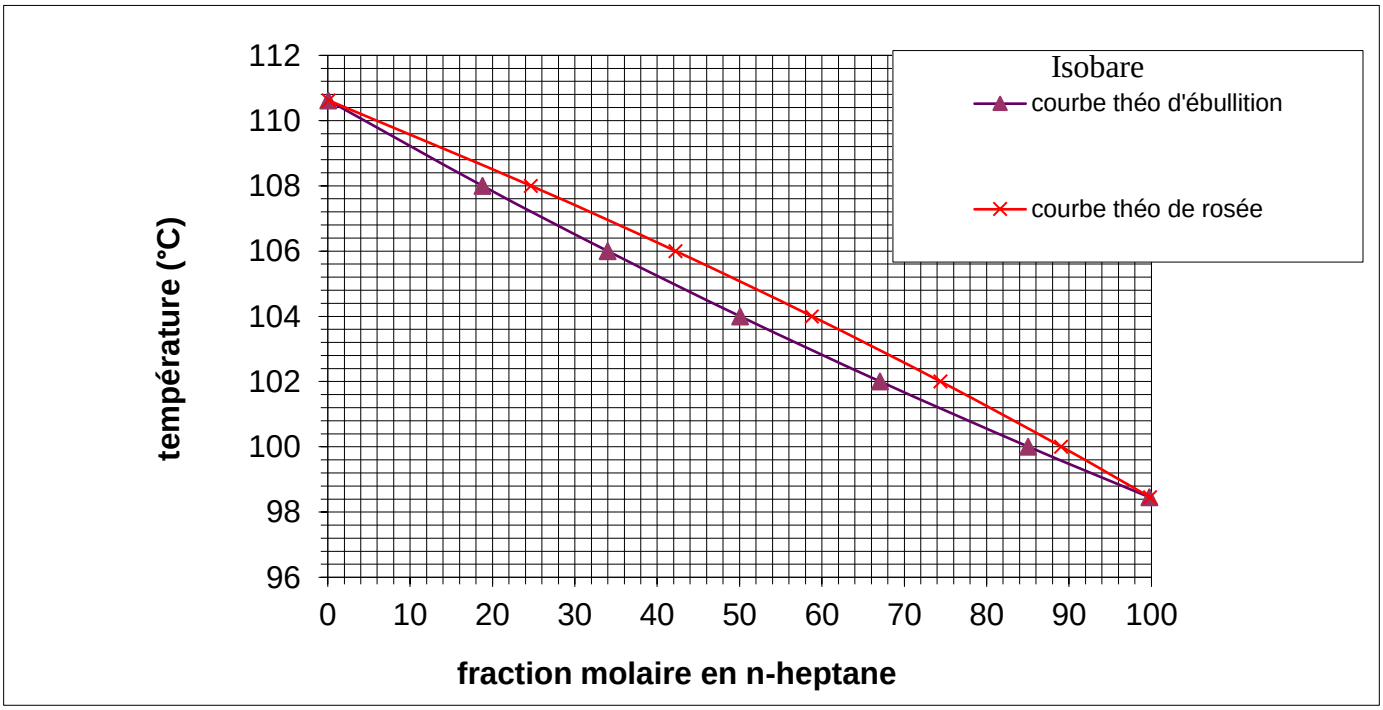
Yi = f(xi) sera décrite plus loin

Fichier : tracé système ideal.xls

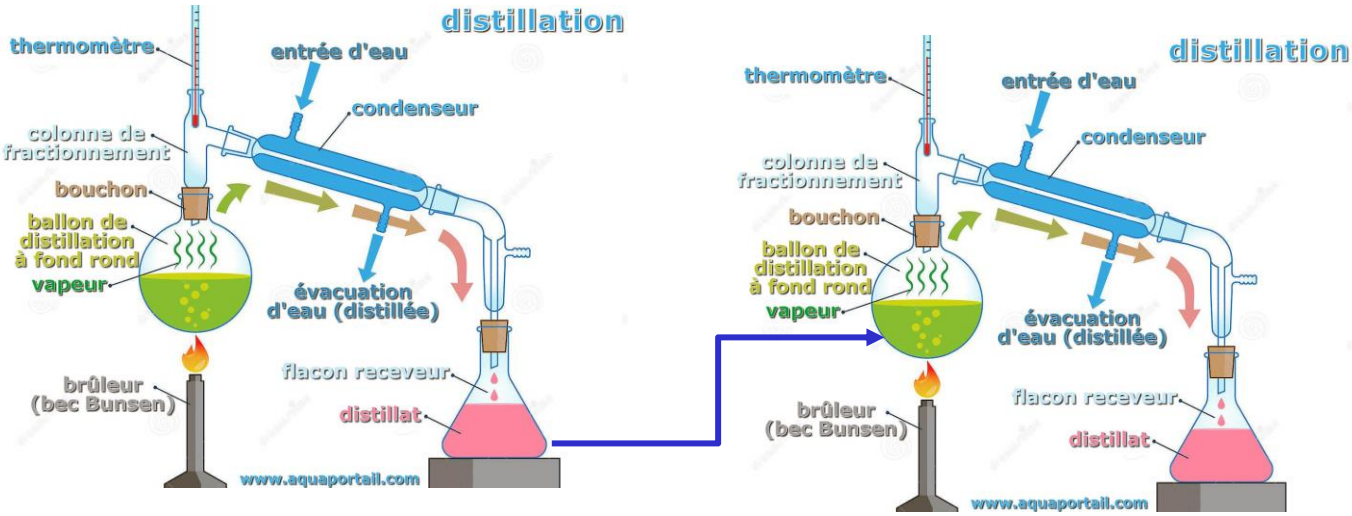
Equilibre liquide /vapeur du binaire Heptane - Toluène



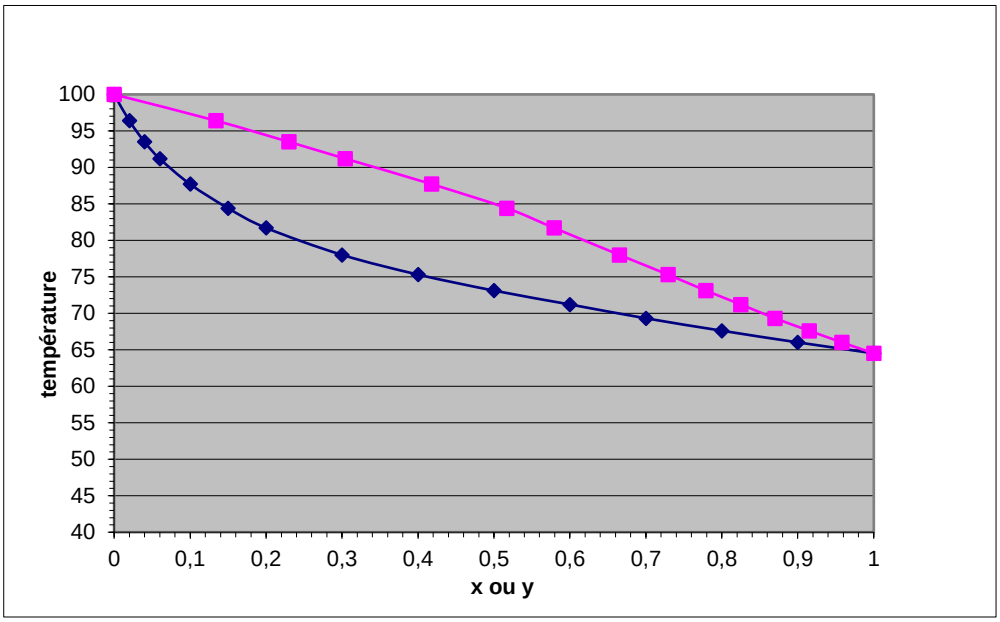
Composition en Heptane
X dans la phase liquide
Y dans la phase gazeuse



Lien de la figure précédente avec un montage réel.



Imaginons que ce liquide soit introduit à nouveau dans un deuxième ballon quelle est la conséquence ? Nous allons considérons que nous distillons un Mélange méthanol – eau avec une concentration initiale de 0,3 molaire (x0)

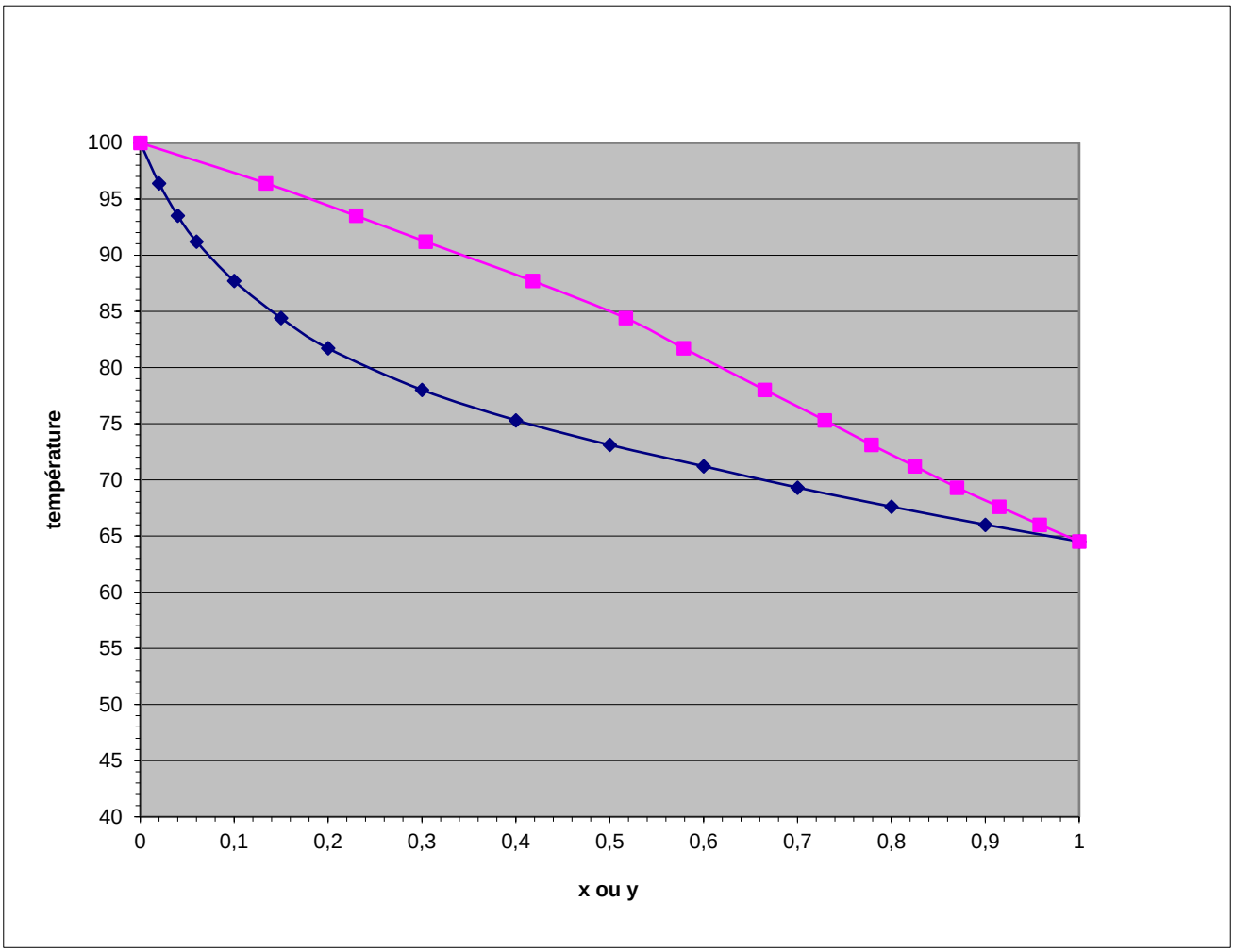


Nous allons donner les valeurs de x1,y1 et de x2,y2

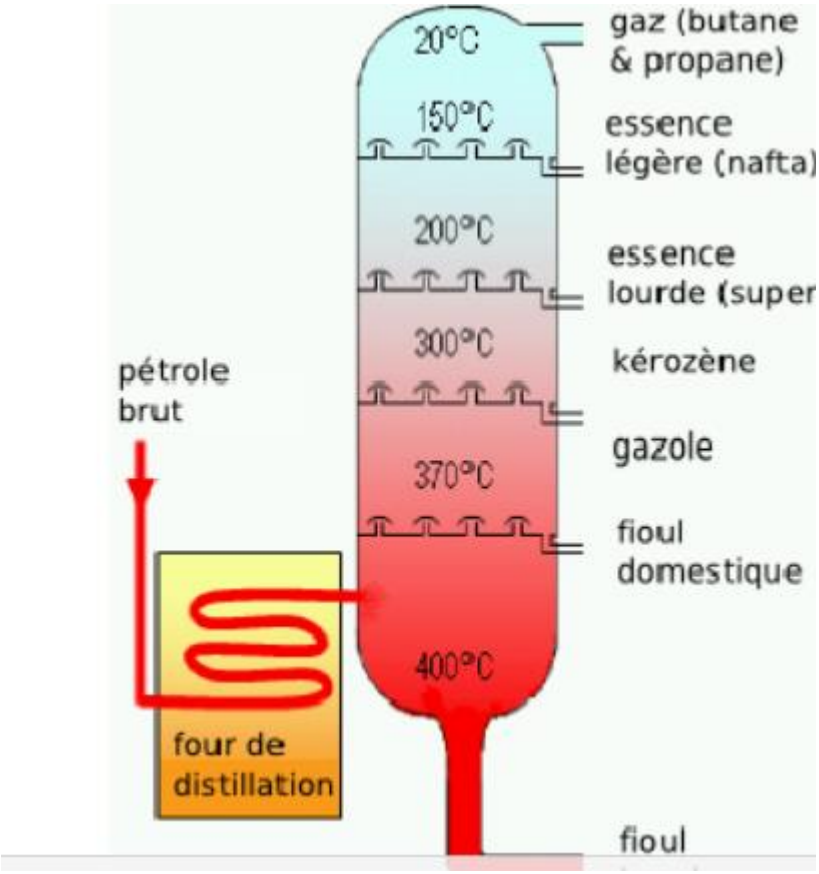
Par ailleurs, retenez qu'au fur et à mesure de l'enrichissement en méthanol la température diminue

Nous avons un mélange à 0,1
A quelle température ce mélange bouillera ?
combien d'étage seront nécessaire pour obtenir un distillat à 0,85 ?

Cette construction est une construction à **taux de reflux infini** (logiciel distillation)



Cette évolution de la température est observée dans la distillation du pétrole Brut



2.2.2.1.1mélange de liquide idéaux - volatilité

- Volatilité relative : $\alpha_{i,j} = P_i^\circ / P_j^\circ$= cste pour une T° donnée

  grandeur essentielle, pour la distillation

$$y_i = \frac{P_i^o x_i}{P_i^o x_i + P_j^o (1 - x_i)}$$

Divisée par $P_j°$

$$y_i = \frac{\frac{P_i^o}{P_j^o} x_i}{\frac{P_i^o}{P_j^o} x_i + \frac{P_j^o}{P_j^o}(1 - x_i)} \quad \Rightarrow \quad y_i = \frac{\alpha_{i,j} . x_i}{1 + x_i(\alpha_{i,j} - 1)}$$

Cas particulier :
$\alpha_{i,j} = 1$ alors $y_i = x_i$

- Résumé :
  - Pour une Température donnée

    ⇒Équation d'Antoine => Tensions de vapeur

    ⇒Volatilité relative

    ⇒ yi = f(xi)

2.2.2.1.1mélange de liquides idéaux - volatilité

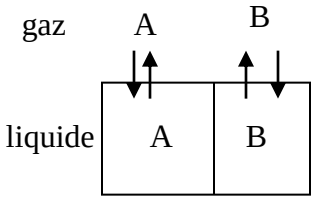
- Autre écriture de la volatilité relative

Son intérêt est de l’exprimer par rapport aux fractions molaires en composé le plus volatil dans les deux phases

2.2.2.2 Mélange d'un liquide constitué de deux composants non complètement miscibles ou non miscibles

- Quelle est la variance ? V =

Alors Si on fixe un paramètre : la température =>



Le mélange agit comme si chaque constituant liquide était seul
Alors $x_i = 1$

Alors $y_i=(P_i°.x_i)/ P$ et ici xi = 1 Alors $y_i= P_i°/\Sigma P_i°$

Extraction d'une huile essentielle (clou de girofle)

par entraînement à la vapeur(ou hydrodistillation).

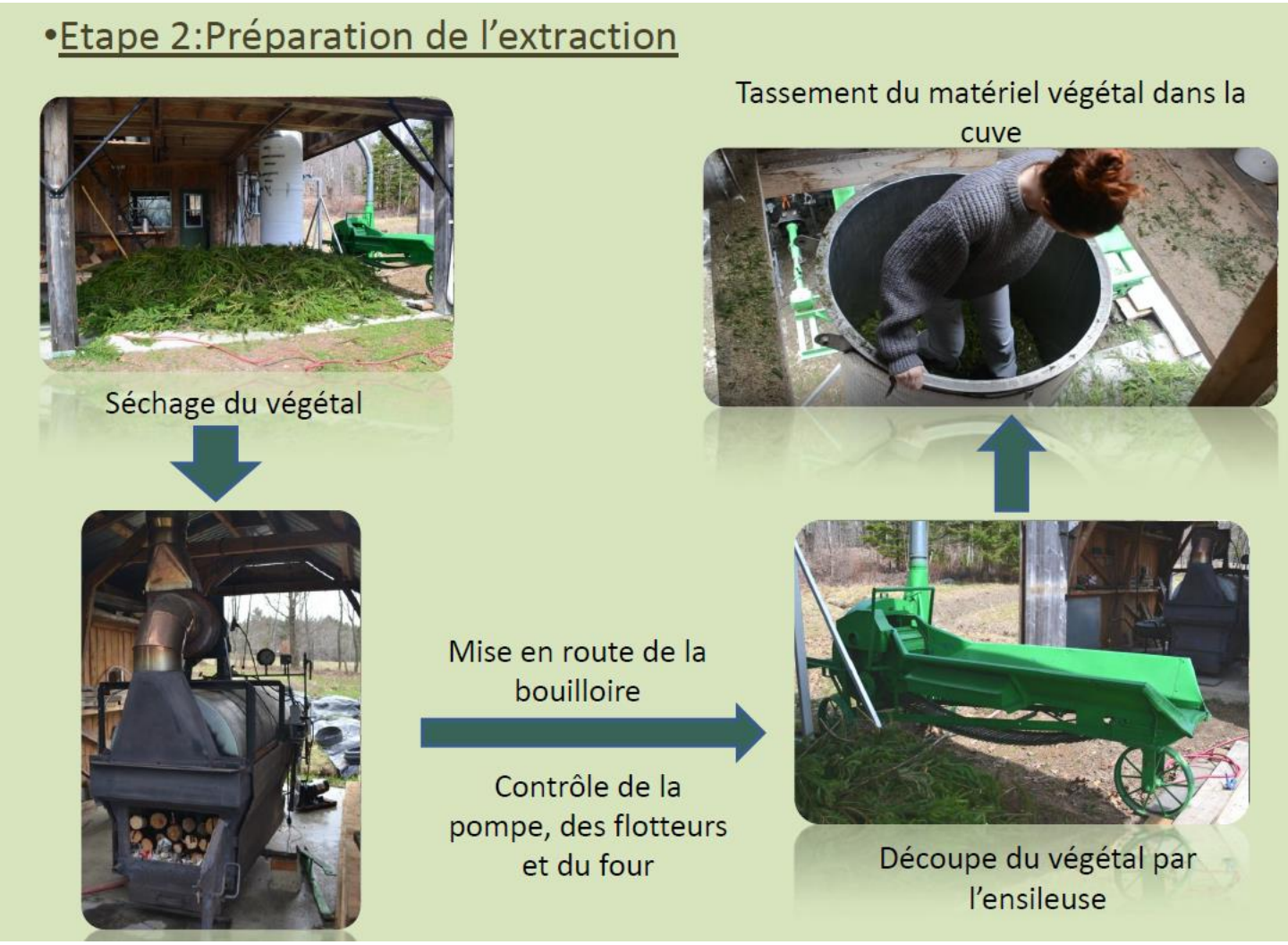
Vue du montage

IV. Manipulation:

On place, dans le ballon, 150mL d'eau déminéralisée et 10g de clous de girofle préalablement broyés dans un mortier.

Ces deux phases sont intimement mélangées car l'huile essentielle et l'eau ont des densités très voisines. Pour recueillir l'huile essentielle, il est nécessaire d'alourdir la phase aqueuse avec NaCl.

- Stage Océane Gaillet



•Etape 3: Entrainement à la vapeur

Haut du condenseur

Col de cygne en cornue dégressive

Chapiteau

- Cuve de 1250 litres
- Basse pression (entre **0.05 et 0.1 bar**) et basse température (**100°C**)
- Durée longue d'extraction (4h30 pour les conifères)

➢ **Extraction des molécules aromatiques d'huiles essentielles**

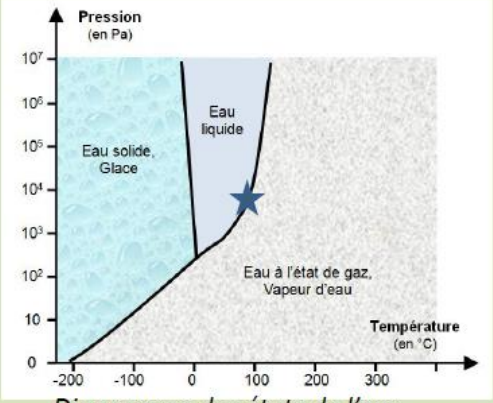


Diagramme des états de l'eau

Hydro distillateur de 900L de la société Terre de Rose

150 kg de rose donnent 2-3 mL d’huile essentielle

2.2.3 Les azéotropes

Jusqu'à présent, nous avons considéré des mélanges idéaux c'est à dire qu'il n'y avait pas d'interaction I-J ou éventuellement identiques à I-I J-J.

Maintenant dans le cas où il y a effectivement des interactions cela va engendrer une modification des équilibres liq/vap et ainsi modifier l'allure de la courbe de rosée et d'équilibre.

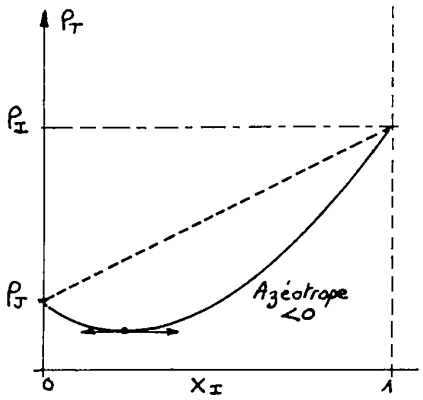
=> ZEOTROPIE

2.2.3.1 : Interaction I-J plus forte

=> ZEOTROPIE NEGATIVE

Diminution de la pression totale due à la diminution de la pression partielle du composé le plus volatile engagé dans les interactions I-J

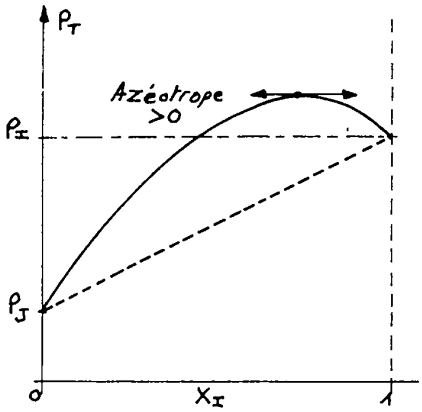
Si phénomène amplifié
Alors AZEOTROPIE NEGATIVE ou AZEOTROPIE À MAXIMUM



2.2.3 Les azéotropes

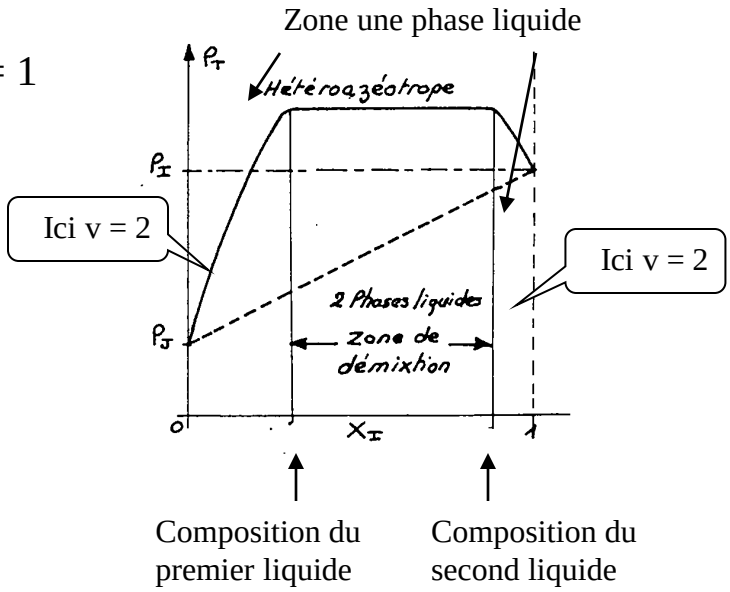
2.2.3.2 Interactions I-J plus faibles que I-I et J-J

=> ZEOTROPIE POSITIVE, AZEOTROPIE POSITIVE ou AZEOTROPIE à MINIMUM



2.2.3.3 cas particulier ou I et J sont partiellement miscible pratiquement pas d'interaction I-J

Pour rappel, 3 phases, v = 1

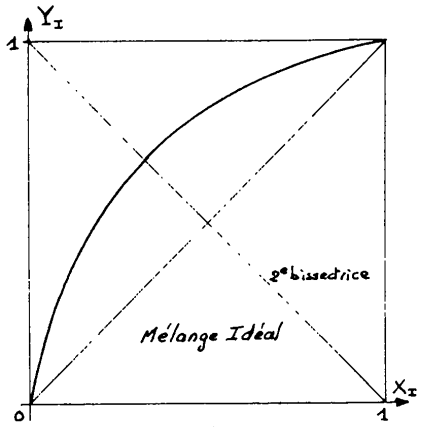


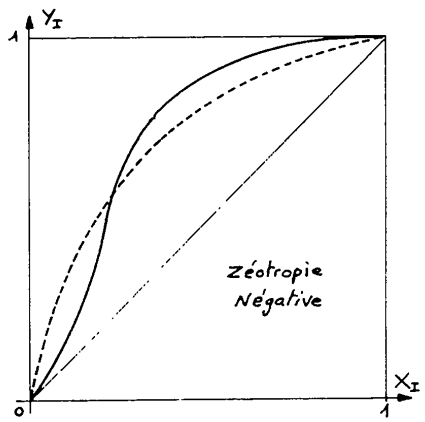
HETEROAZEOTROPE

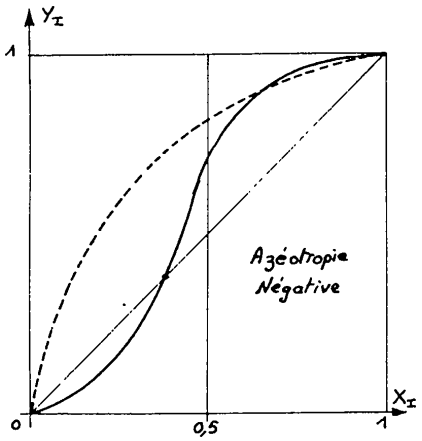
En opposition avec les HOMOAZEOTROPE

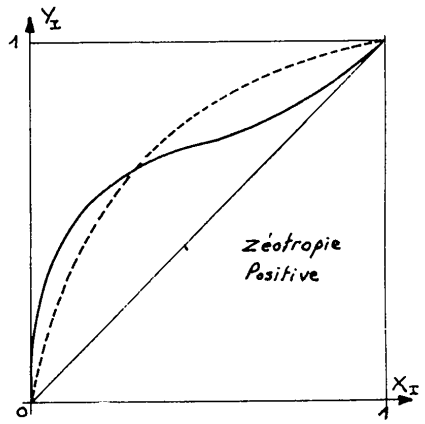
$$CH_3\text{-}COO\text{-}C_4H_9 + Na^+ + HO^- \leftrightarrow C_4H_9\text{-}OH + CH3COO^- + Na^+$$

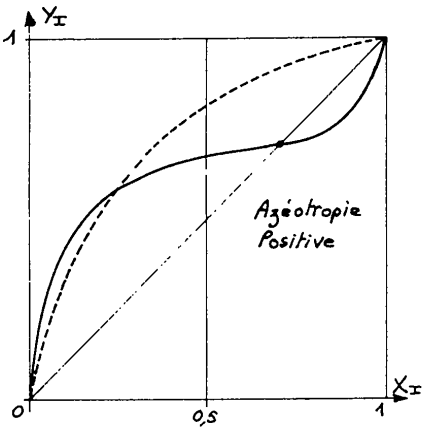
2.2.3.4 les azéotropes – courbes isobares de distribution

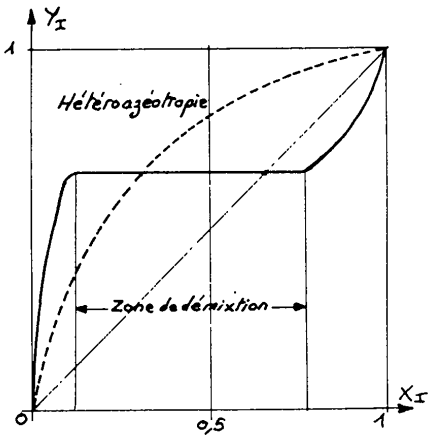




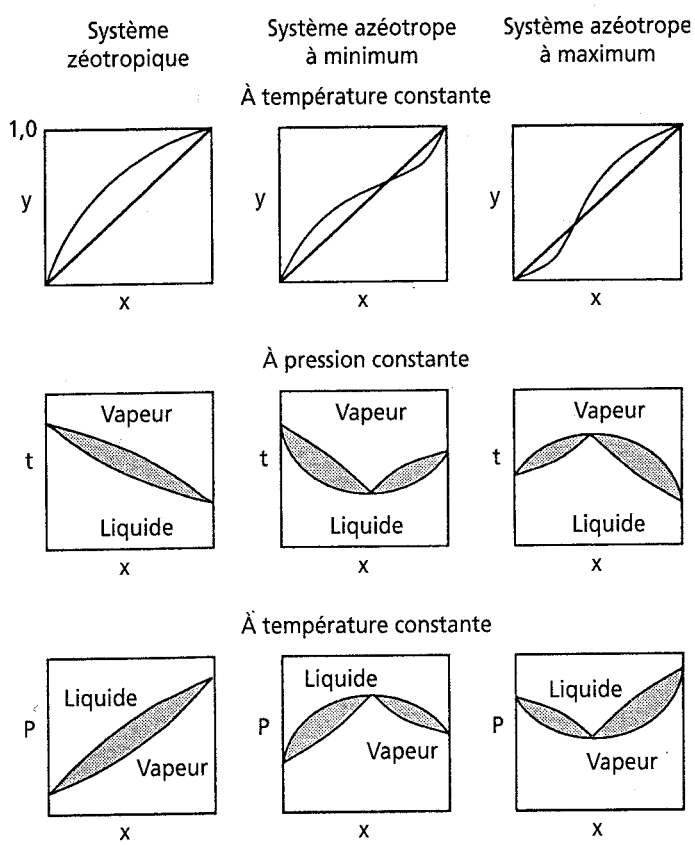








2.2.3.5 Conclusion sur les azéotropes



Les surfaces ombrées représentent les régions où cœxistent les phases liquide et vapeur.

- Propriétés des azéotropes:
  - Il y a une composition ou $x_i = y_i$
    - confusion avec un corps pur, si autre pression ce $x_i \neq y$
    - de plus, si $\alpha_{i,j} = 1$ alors $x_i = y_i$ alors plus de séparation possible au delà de la composition de l'azéotrope.
    - Azéotrope positive permet d'avoir une Teb < au Teb des produits pur utilisé en distillation : DISTILLATION AZEOTROPIQUE

3 La distillation : généralité

Pour rappel : grandeur utilisée la volatilité relative (supérieure à 2)

$$\alpha_{i,j} = \frac{P_i^0}{P_j^0}$$

- Avantage :
  - Installation simple
  - Faible risque

- Inconvénient :
  - Rendement énergétique faible
  - Composé thermiquement stable
  - Azéotrope
  - Si composé à haut point d'ébullition

- Application :
  - Obtention des huiles essentielles
  - Obtention des alcools à partir de vin
  - Obtention des alcanes, cyclanes, hydrocarbures aromatiques du pétrole
  - Obtention des peracides (distillation azéotropique élimination de l'eau)
  - Métallurgie des non ferreux (Al,Ni,SI) basé sur la pyrométallurgie

- Principe de conception :
  - Déterminer les transferts de quantité de mouvement
  - Déterminer les transferts de chaleur
  - Déterminer les transferts de matière

3.1 les étapes de conception

↓

↓

↓

↓

↓

↓

7. Réaliser les calculs de transfert de matière (pour déterminer l'efficacité de plateau ou de garnissage)

↓

8. Déterminer la hauteur de la colonne

3.2 cas particulier détermination plateaux théoriques sur une rectification continue par la méthode de Mac Cabe et Thiele

- **Hypothèses de Lewis :**

- **Hypothèse d'utilisation de McCabe-Thiele conséquente des hypothèses de Lewis**

  Les débits molaires sont constants dans la phase liquide et vapeur :

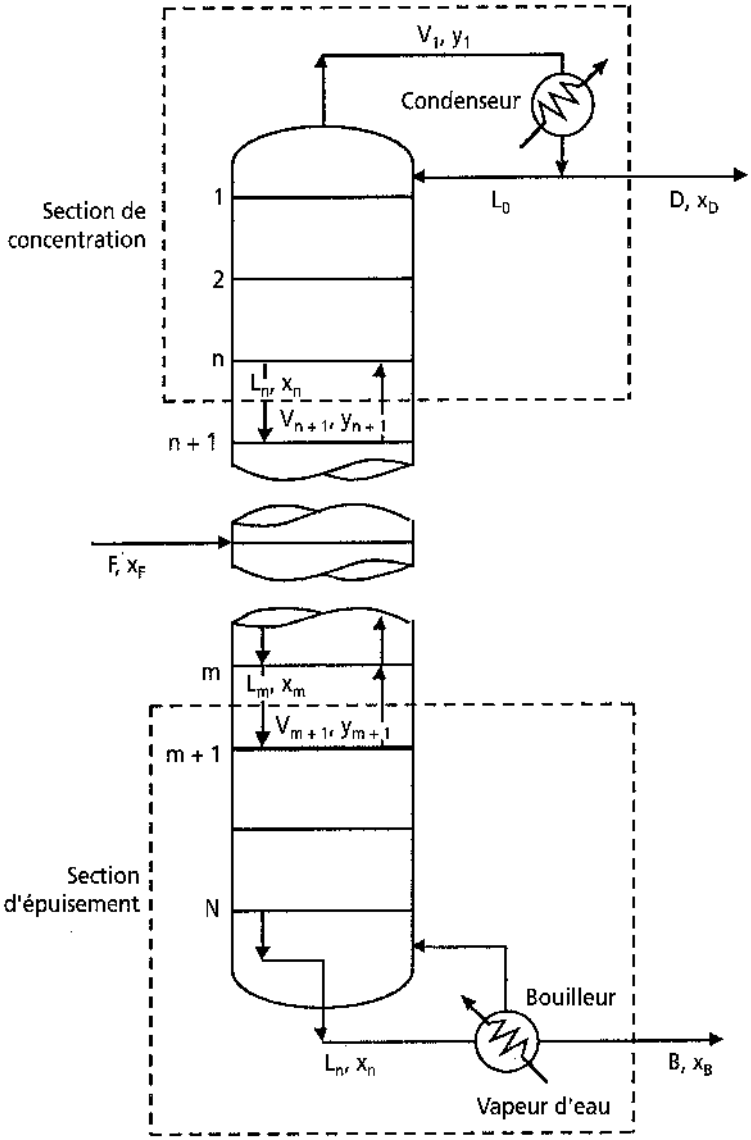
  - **Depuis le plateau d'alimentation jusqu'au plateau supérieur (1)**

    $\Rightarrow V_0 = V_{n+1}$; $L_0 = L_{n+1}$

  - **Depuis le plateau d'alimentation jusqu'au plateau inférieur (avant le bouilleur)**

    $\Rightarrow V_m = V_{N+1}$; $L_m = L_{N+1}$ **(quelque fois noté V et L)**

La méthode de MacCabe et Thiele

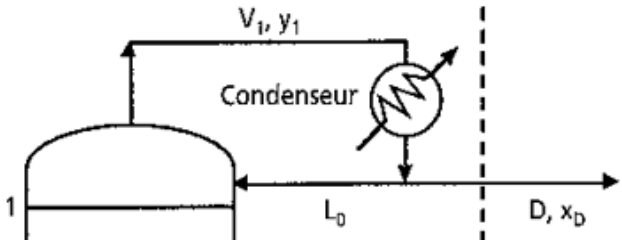


Film : cours chartres/ cours

Alors trois sections :

3.2.1 La section de concentration ou d'enrichissement

- Bilan :



Alors équation de la droite opératoire

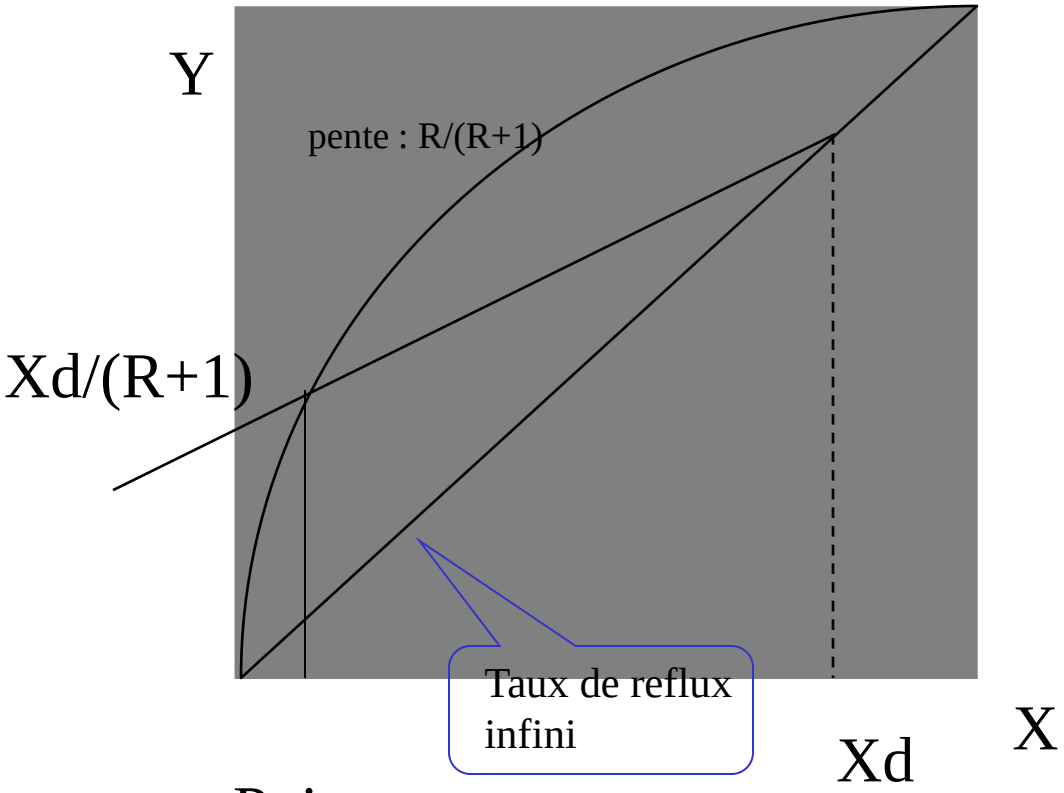
$$y_{n+1}=(L_n/(L_n+D))x_n+(D/(L_n+D))x_d \text{ (i)}$$

Avec taux de reflux : R= L/D

- Conditions opératoires particulières :
  1. Cas R =1+α alors ?
  2. Cas R ≠ +α alors la pente de plus en plus inférieure à 1

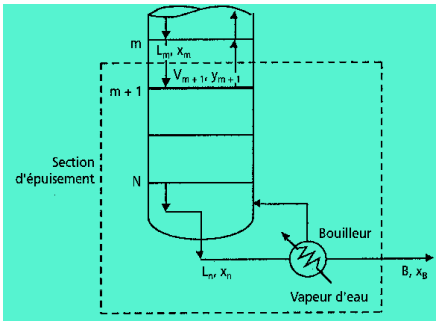
Isobare de distribution
Droite de concentration

mac cabe distillation.xls



Point
Limite appartenant
à cette droite

3.2.3 La section d'appauvrissement ou d'épuisement



Bilan

Par ailleurs, la seule chose que l'on peut éventuellement contrôler c'est V_{N+1} qui dépend du chauffage

Point particulier :

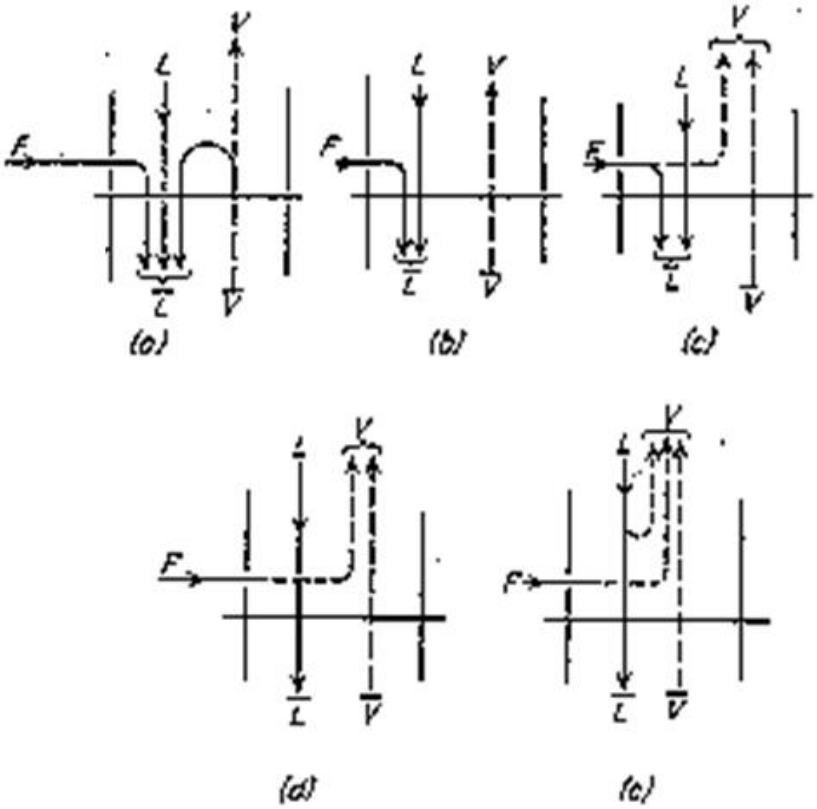
$$\text{Si } L_N/V_{N+1} = 1 \text{ alors } L_N = V_{N+1} \text{ et } B = 0$$

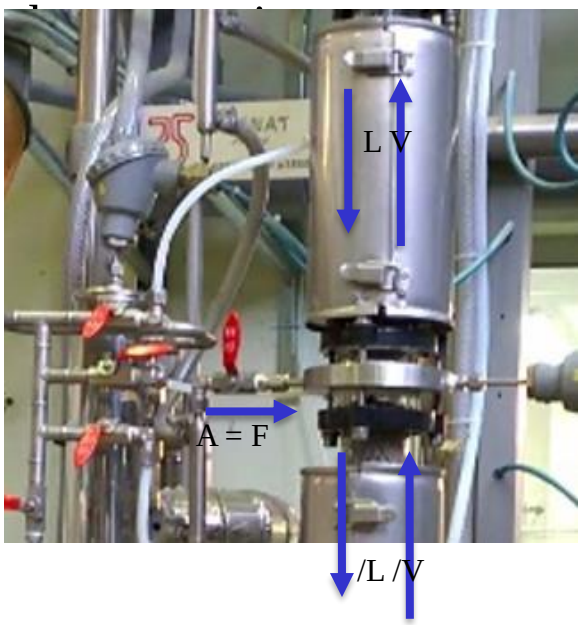
Donc $y_B = x_B$ (premier point de la droite)

3.2.4 Le plateau d'alimentation

Attention : les débits L_{inf},V_{inf} et L_{sup},V_{sup} dépendent de l'alimentation et ne sont pas indépendants

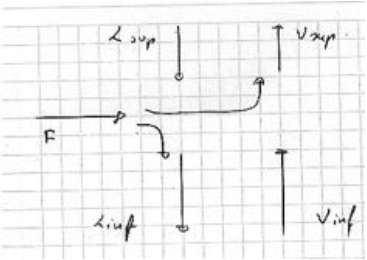
Le débit, la température et la composition de l'alimentation détermine la relation entre les débits de la vapeur et du liquide dans





II.1.3 Le plateau d'alimentation

L'alimentation F n'est pas introduite forcément sous la seule forme d'un liquide mais d'un mélange de liquide et de vapeur



Alors : **$A = F = L_F + V_F = q.F + (1-q).F$**

II.1.3.1 la droite d'alimentation

Équation de la droite d'alimentation

(à savoir)

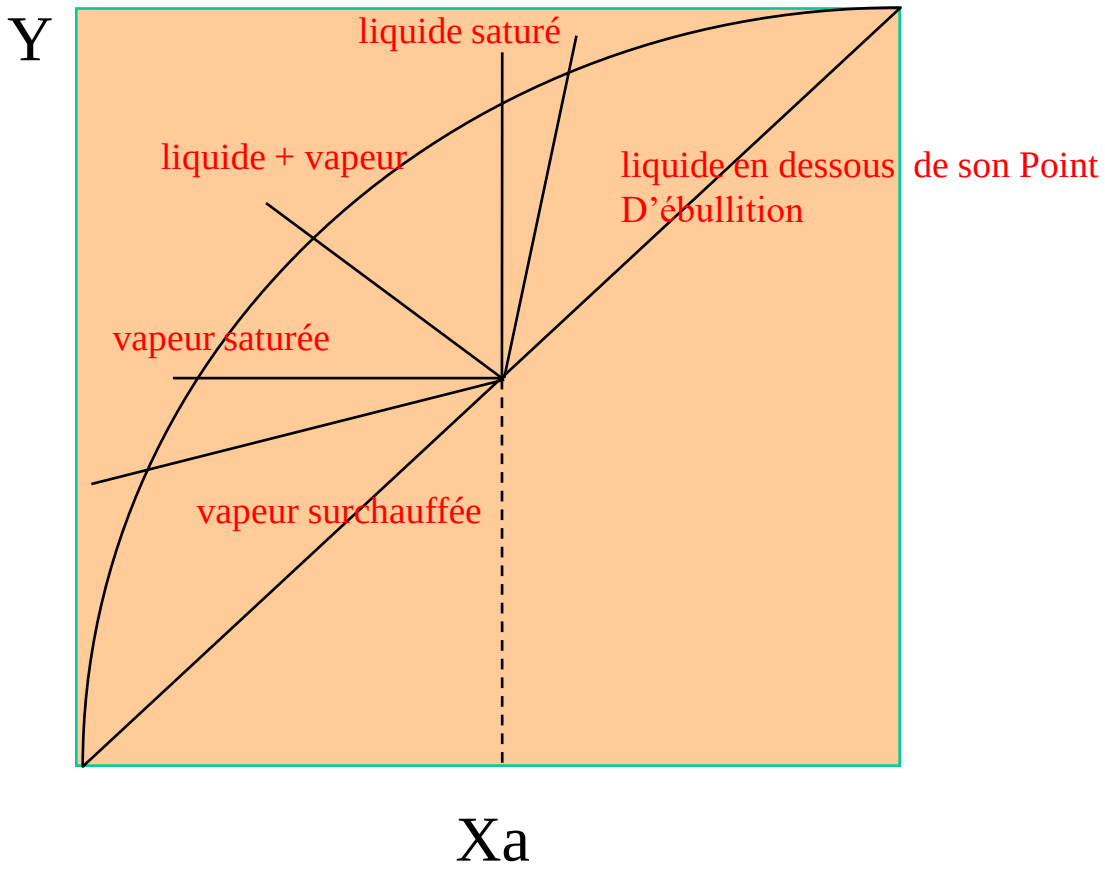
Si la température d'alimentation est comprise entre Teb et Trosée alors 0<q<1 mélange d'un liquide avec sa vapeur

Si q = 1 => **. Cette situation sera observée si Ta est à la température d'ébullition**

Si q = 0 => **. Cette situation sera observée si Ta est à la température de rosée**

En conclusion : vous devez maîtrisez les courbes d'ébullition et de rosée

Variation de la droite d'alimentation
en fonction de q



Mettez la valeur de q pour chaque situation

3.2.4.1.1 signification de q

q= ———————————————————————————

$$q = \frac{H_V - H_F}{H_v - H_L}$$

1. Si liquide en dessous de son point d'ébullition

$$q = \frac{\sum\left(C_{p_i} q_i\right) \times (Teb - Ta) + \Delta H_{vap}}{\Delta H_{vap}} > 1$$

Avec : cpi chaleur spécifique molaire du liquide
ΔHvap enthalpie molaire de vaporisation du mélange

2. Si utilisation de la vapeur surchauffée

$$q = \frac{-\sum\left(C_{pg_i} q_i\right) \times (Ta - Trosée)}{\Delta H_{vap}} < 0 = \frac{\sum\left(C_{pg_i} q_i\right) \times (Trosée - Ta)}{\Delta H_{vap}}$$

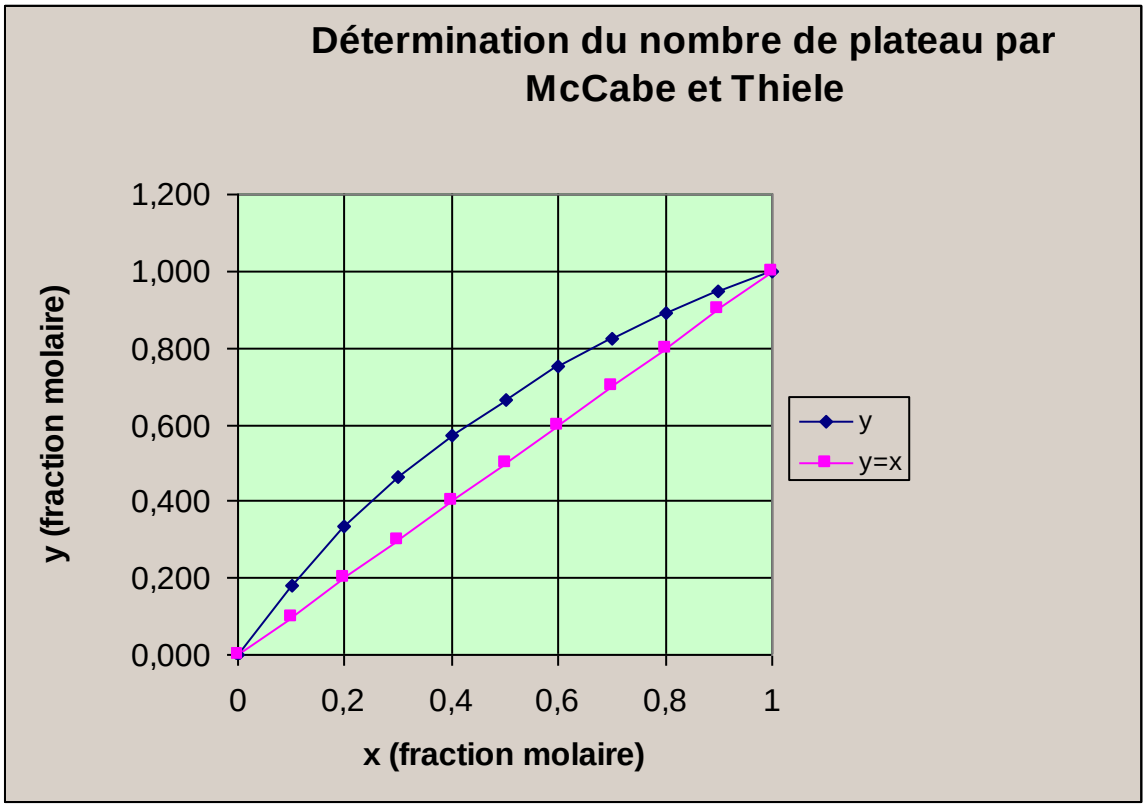
Avec cp_g : chaleur spécifique molaire du gaz

Conclusion :

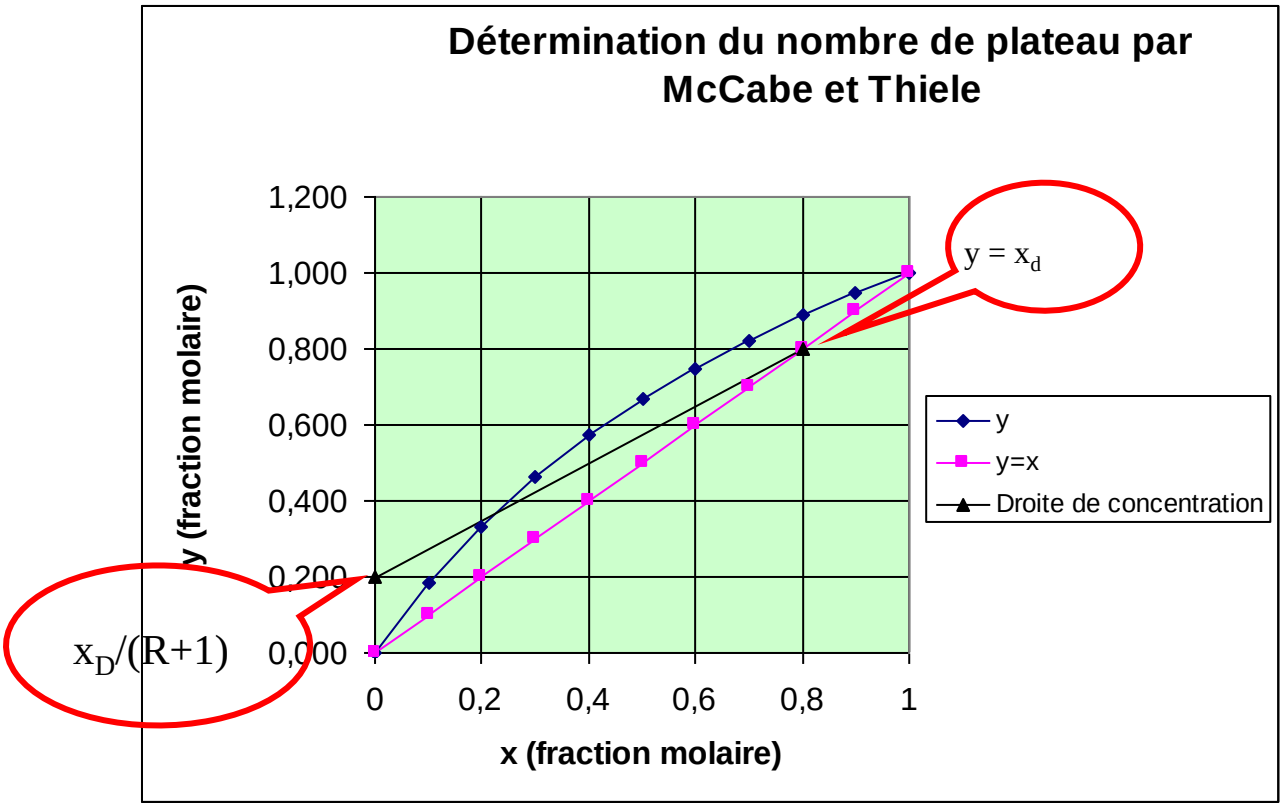
3.2.5 détermination du nombre de plateaux

- Les étapes à suivre pour déterminer le nombre de plateau théorique par la méthode graphique de MacCabe et Thiele :

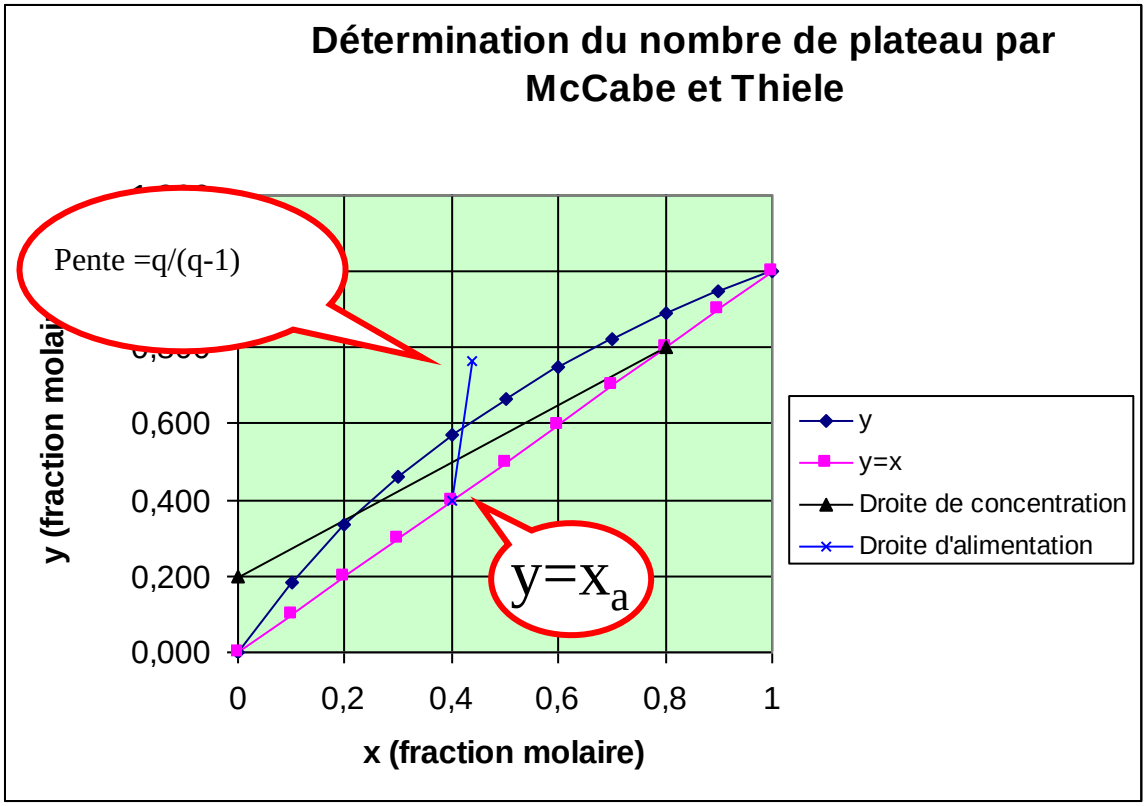
1. Tracer l'isobare de distribution qui dépend de la volatilité



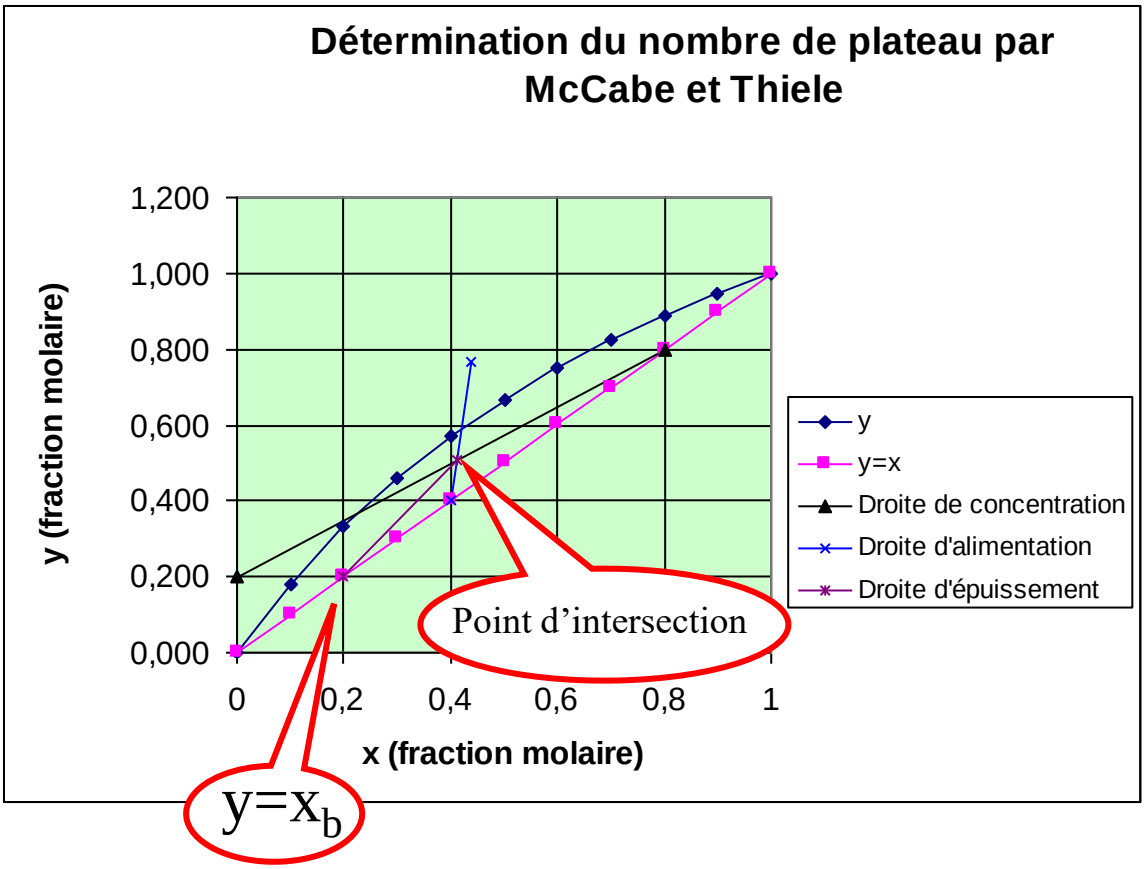
2 Tracer la droite de concentration qui dépend : du taux de reflux et de x_d



3 Tracer la droite d'alimentation qui dépend de Ta et de Xa

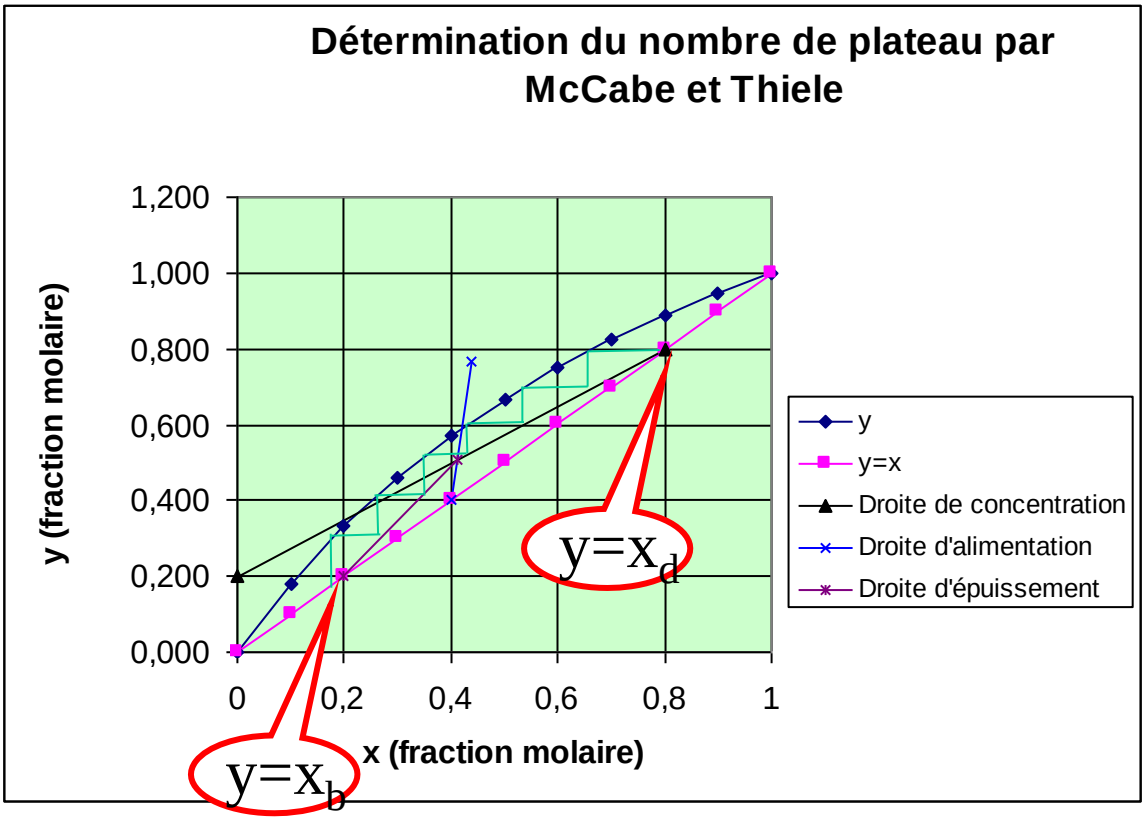


4 Enfin Tracer la droite d'épuisement consécutive d'un taux de reflux, d'un débit d'alimentation et d'une perte de charge



5 tracer les gradins entre xd et xn

Ici nous avons 6 gradins soit (6-1) plateaux théoriques



3.2.5.1 Détermination du taux de reflux infini (nombre minimal de plateaux)

- Taux de reflux infini

  ⇒ Pente droite de concentration = 1

  ⇒ elle est confondue avec y = x

  ⇒ intersection droite de concentration et droite d'alimentation

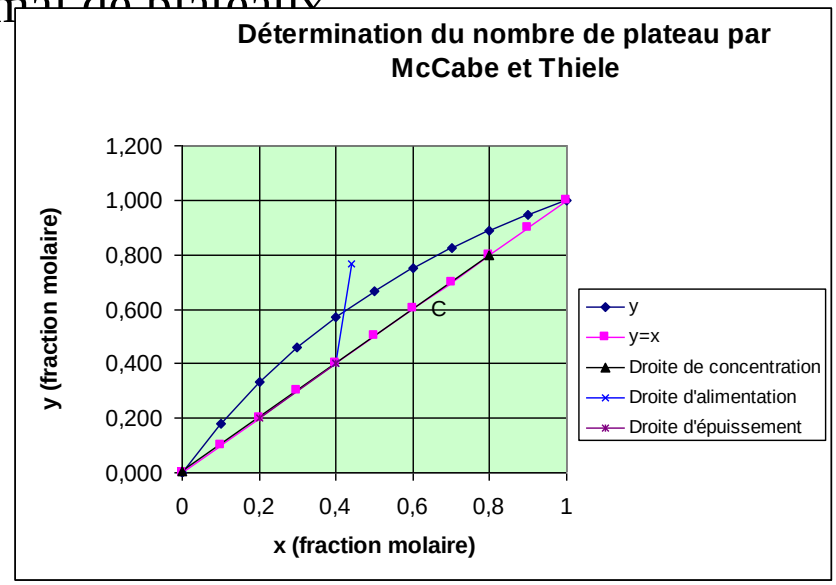
  ⇒ point : ya = xa

  ⇒ droite d'épuisement est confondue avec la droite y = x

- Dans ce cas là, D = 0 ; toutes les vapeurs condensées sont envoyées dans la colonne

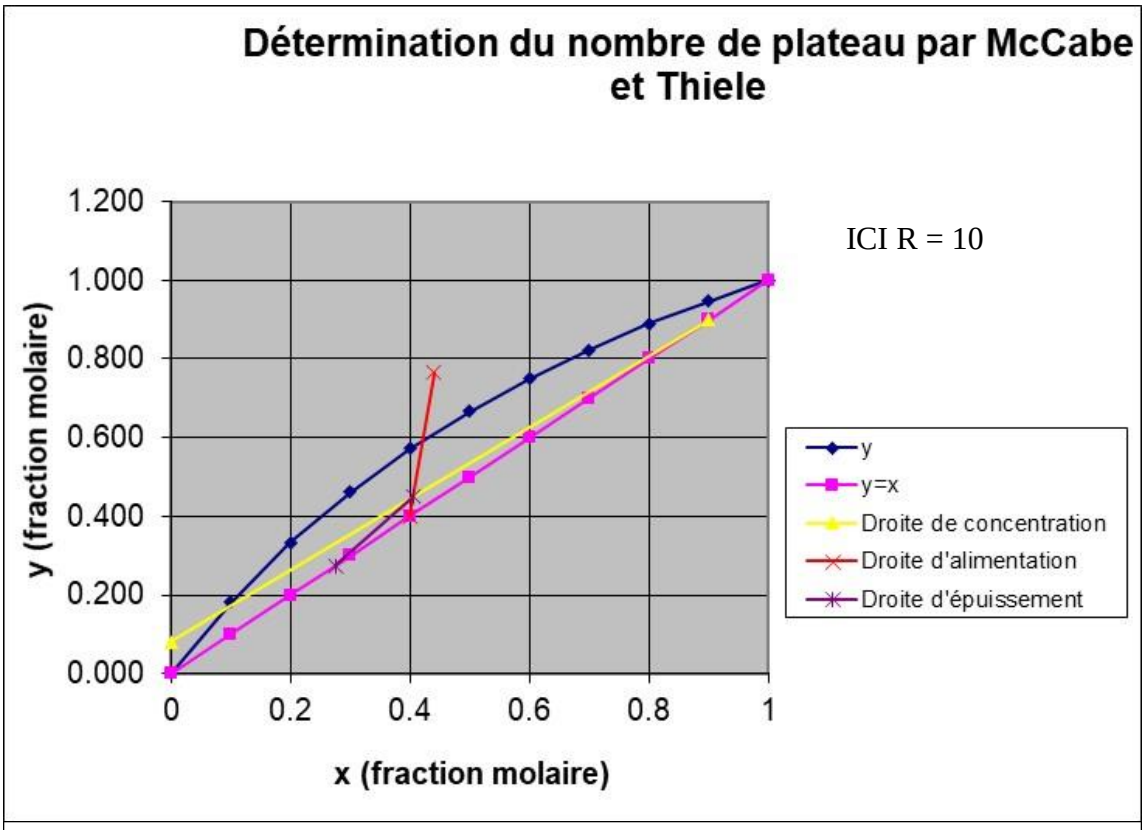
  ⇒ A = B + D = B alors situation absurde

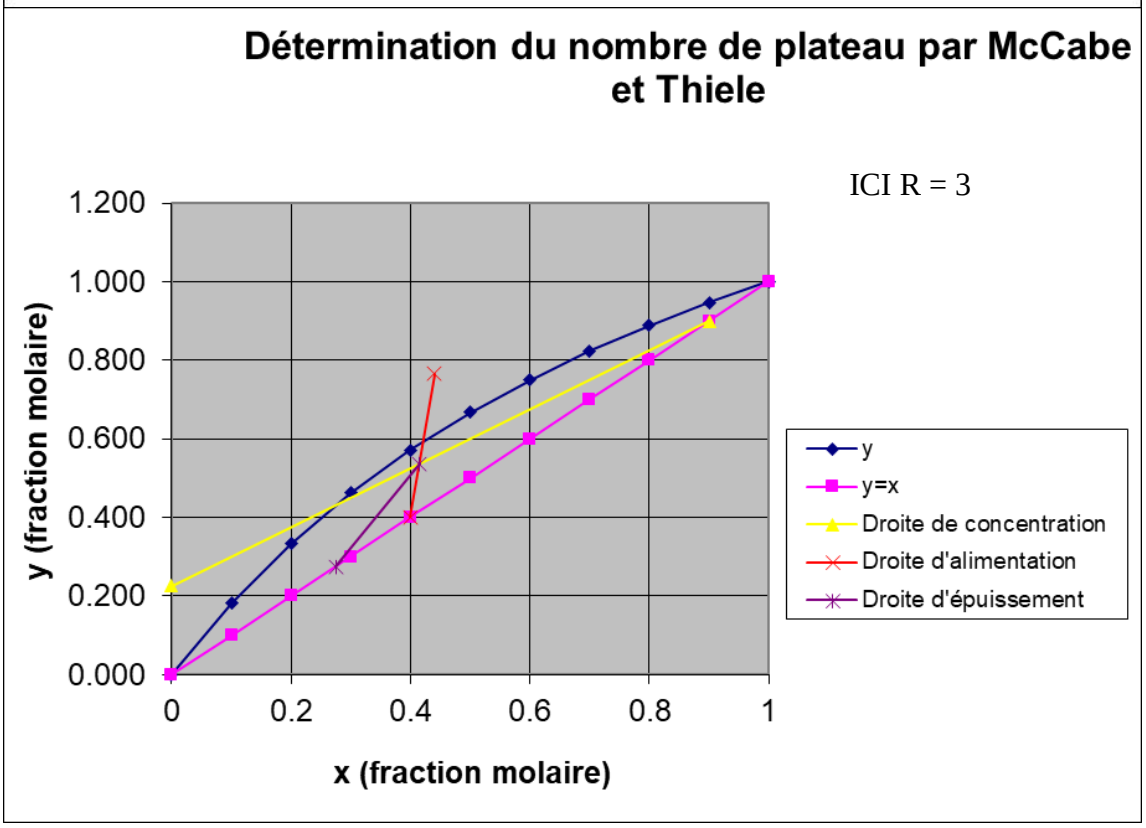
- Cette situation donne une indication sur le nombre minimal de plateaux



INFLUENCE du taux de reflux sur le Nombre de Plateaux Théorique

fichier : cours GPTC\mac cabe distillation.xls





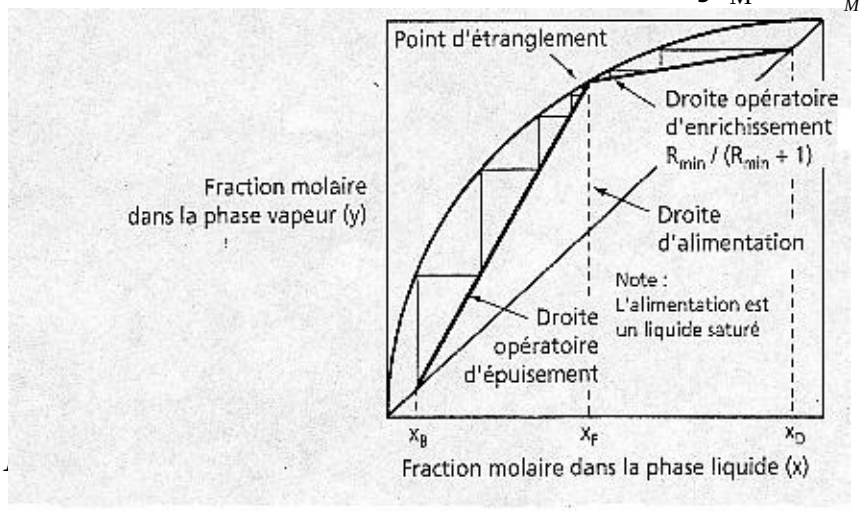
3.2.5.2 Détermination du taux de reflux minimal (nombre infini de plateaux théoriques)

- **Au taux de reflux minimum, le nombre de plateaux sera infini donc irréalisable.**

- Si R diminue alors pente tend vers 0
  - ⇒ Point extrême d'intersection avec la droite d'alimentation : (xa;$y_{equilibre}$)
  - ⇒ Déduction graphique de $R_{min}/(R_{min}+1)$
  - ⇒ Déduction algébrique :

$$R_{min} = \frac{x_D - y^*_M}{y^*_M - x_M}$$

M point
Où a lieu
L'étranglement



-

$$\sum_{i=1}^{n} \frac{\alpha_i . x_{Fi}}{\alpha_i - \sigma} = 1 - q \qquad \sum_{i=1}^{n} \frac{\alpha_i . x_{Di}}{\alpha_i - \sigma} = R_{min} + 1$$

σ: coefficient à déterminer par itérations successives

3.2.5.3 Reflux optimum

Pour une séparation donnée, le taux de reflux sera compris entre le reflux minimum et le reflux infini, à une valeur qui sera la plus économique

En général il se situe à une valeur de 1,2 à 1,5 Rm

3.2.5.4 Détermination du nombre de plateaux minimum par la méthode de Fenske

- Si système multicomposant, MacCabe et Thiele n'est pas applicable.

- Simplification du système :
  - On réduit ce système à un système à 2 composants

  En considérant le constituant majoritaire du distillat (léger) et le constituant majoritaire du résidu (lourd)

  Puis on détermine leurs compositions dans le D et le R

- Equation de Fenske

L : léger
H : lourd
Ici
Nmin = bouilleur
Exclu ou = nb de plateaux

$$N_{min} = \frac{Ln\left[\left(\frac{x_l}{x_h}\right)_D \cdot \left(\frac{x_h}{x_l}\right)_B\right]}{Ln\left(\alpha_{l,h}\right)_m} - 1$$

avec $\alpha_{l,h}$: moyenne géométrique de la volatilité relative au sein de la colonne.

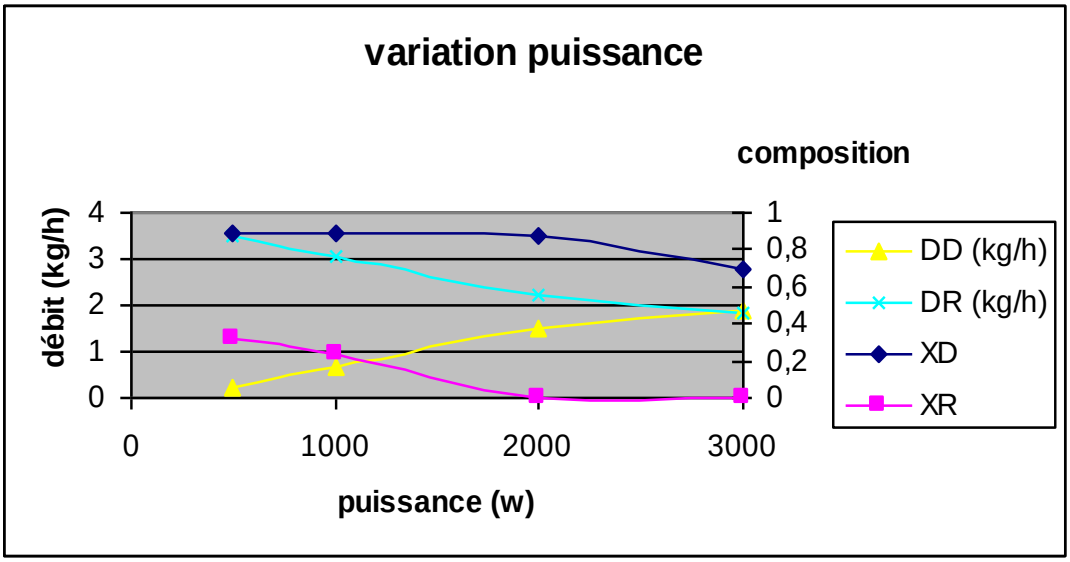
- Tête de colonne : $T = T_D \Rightarrow \alpha_{(l,h)D}$
- Pied de colonne : $T = T_R \Rightarrow \alpha_{(l,h)R}$

$$\Rightarrow \alpha_{(l,h)m} = SQR\,(\alpha_{(l,h)D} \cdot \alpha_{(l,h)R})$$

Influence de la puissance de chauffe

Donnée : R = 3 ; plateaux = 10 ; Plateau d'alimentation = 5 ; Débit du mélange Eau-Ethanol = 3,7 kg/h ; titre de l'alimentation = 0,35 ; Ta = 20°C

Puissance (w)	X_D	X_R	D_D (kg/h)	D_R (kg/h)
3000	0,6945	3,38E-07	1,865	1,8353
2000	0,8748	1,29E-05	1,48	2,219
1000	0,8875	0,2338	0,657	3,0425
500	0,8855	0,3159	0,2212	3,478

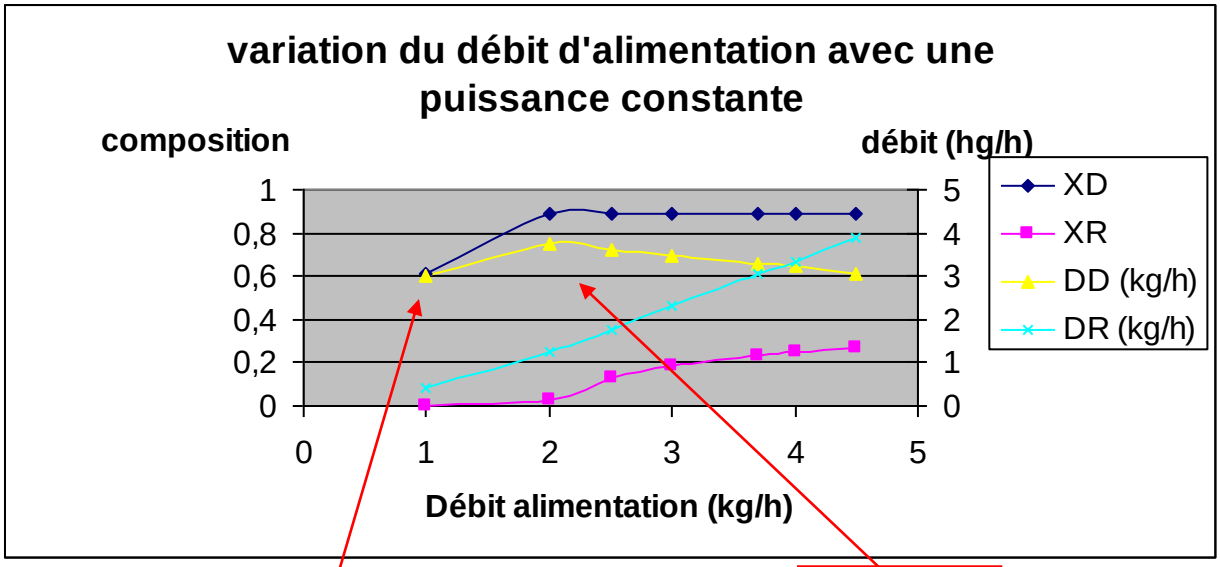


Si recherche de pureté alors 1000 w, la plus efficace mais si recherche de capacité 2000 w préférable puis pour un facteur 2 en Puissance on a un facteur de 2,25 en débit

Influence du débit d'alimentation

Données: R = 3 ; plateaux = 10 ; Plateau d'alimentation = 5 ; Débit du mélange Eau-Ethanol = 3,7 kg/h ; titre de l'alimentation = 0,35 ; Ta = 20°C, puissance = 1000 w

Débit alim (kg/h)	X_D	X_R	D_D (kg/h)	D_R (kg/h)
4,5	0,886	0,265	0,61	3,89
4	0,8872	0,247	0,65	3,35
3,7	0,8875	0,2338	0,657	3,043
3	0,888	0,1868	0,69	2,31
2,5	0,889	0,1296	0,72	1,78
2	0,889	0,0264	0,75	1,25
1	0,609	$1,6^{e}$-5	0,60	0,40



Débit trop faible la chaleur
Permet de volatiliser de l'eau

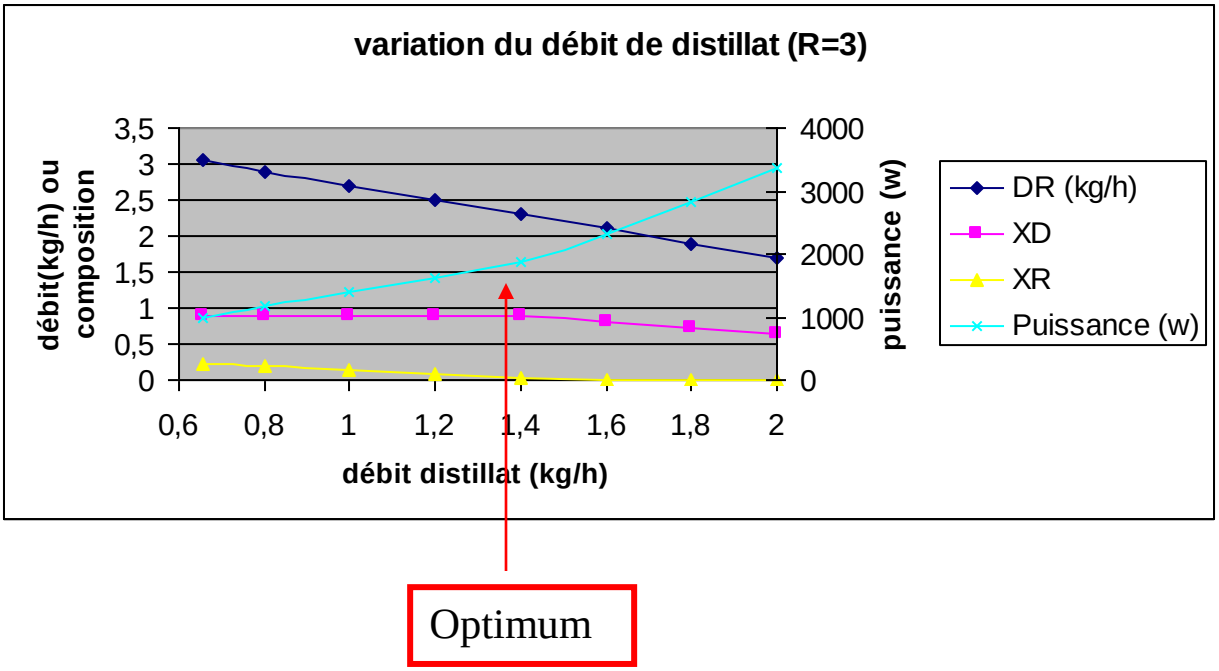
optimum

Influence du débit de distillat

Donnée : R = 3 ; plateaux = 10 ; Plateau d'alimentation = 5 ; Débit du mélange Eau-Ethanol = 3,7 kg/h ; titre de l'alimentation = 0,35 ; Ta = 20°C

Dans ce cas la puissance est ajustée pour avoir le débit distillat demandé

D_D (kg/h)	D_R (kg/h)	X_D	X_R	Puissance (w)
0,657	3,047	0,8875	0,2339	1000
0,8	2,9	0,888	0,2	1164
1	2,7	0,888	0,15	1394
1,2	2,5	0,889	0,091	1628
1,4	2,3	0,89	0,02	1867
1,6	2,1	0,809	1,21E-06	2310
1,8	1,9	0,719	5,00E-07	2831
2	1,7	0,647	2,70E-07	3352



3.4 Bilan sur la distillation continue

- Débit de distillat fixé

Débit constant

Influence d'une diminution :	X_d	X_b	T_D	T_B	ΔP
Chauffage*	-	+	+	-	-
Débit d'alimentation	-	-	+	+	-
Titre de l'alimentation	-	-	+	+	cst
Débit de distillat**	+	+	-	-	+

+ : augmentation
-: diminution
* Si p augmente et D cst alors R augmente alors xd augmente
** alors R augmente

- Taux de reflux fixé

Taux de reflux constant

Influence d'une diminution :	X_d	X_b	T_D	T_B	ΔP	D
Chauffage	+	+	-	-	-	-
Pression dans le condenseur	-	-	+	+	+	+
Débit d'alimentation*	-	-	+	+	-	cst
Titre de l'alimentation	-	-	+	+	cst	cst
Température de l'alimentation	cst	cst	cst	cst	cst	cst
Taux de reflux	-	-	+	+	cst	+

+ : augmentation
-: diminution
*: dépend de la puissance de chauffe

3.5 Les plateaux

- les plateaux perforés à courants croisés

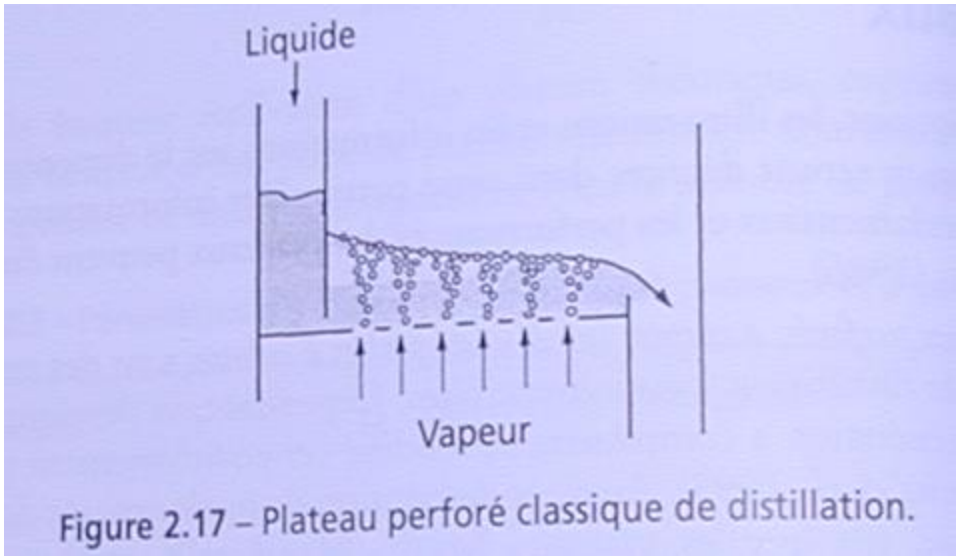


Figure 2.17 – Plateau perforé classique de distillation.

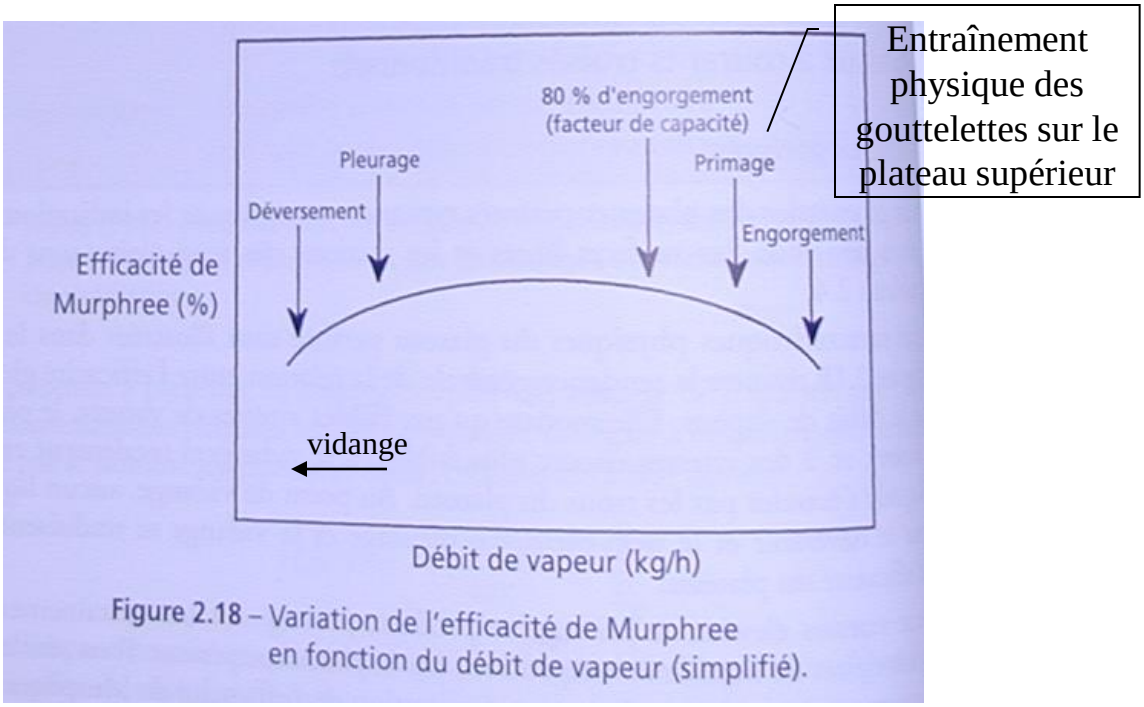
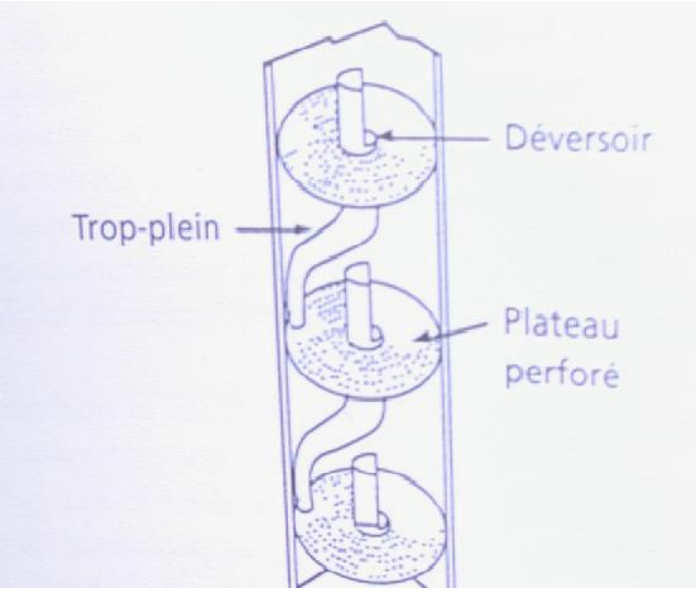
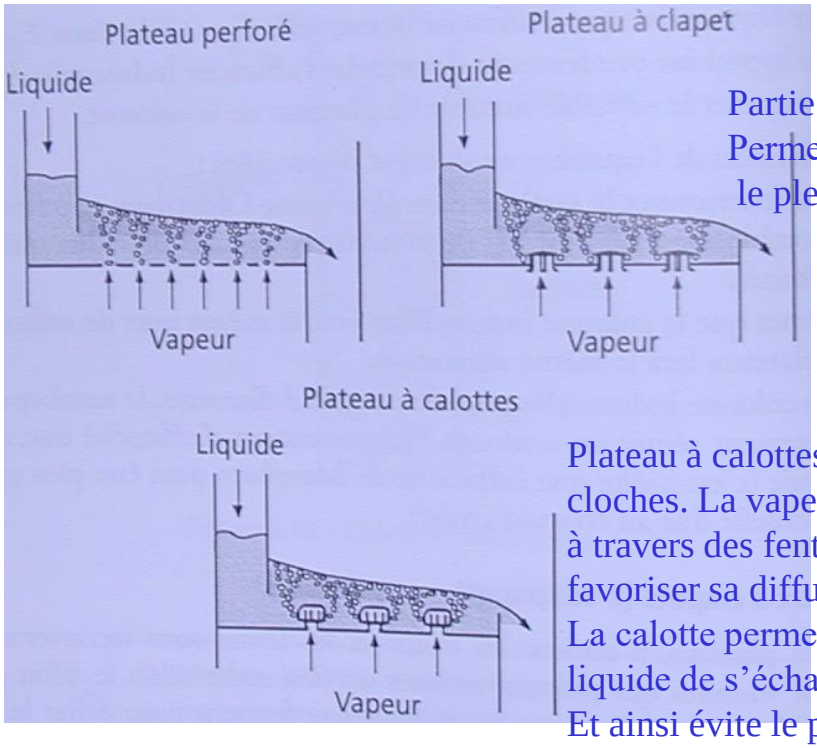


Figure 2.18 – Variation de l'efficacité de Murphree en fonction du débit de vapeur (simplifié).

3.5.1 les plateaux perforés à courants croisés





Partie mobile
Permettant d'éviter
le pleurage

Plateau à calottes ou à cloches. La vapeur passe à travers des fentes pour favoriser sa diffusion.
La calotte permet d'éviter au liquide de s'échapper par l'orifice
Et ainsi évite le pleurage.

3.5.2 les garnissages

Afin de faciliter les échanges de matières entre les deux phases, le garnissage doit permettre au liquide de se propager le long de sa paroi. C'est le phénomène de mouillage. Ainsi le garnissage doit avoir une grande surface de contact par unité de volume.

Ceci est caractérisé par la surface spécifique volumique (m2/m3).

Par ailleurs, ce garnissage doit permettre le passage des deux phases en évitant des phénomènes d'engorgement. Ainsi, il faut que l'espace libre ou le volume mort fractionnaire ou la fraction de l'espace vide soit suffisamment important.

3.2.5.1 les garnissage en vrac

Type de matériaux utilisés :

- Verre, céramique, grès (risque de brisure)
- Métaux (risque de corrosion)
- Plastique (léger mais limité aux basses températures)

Attention au capacité de mouillage

Grandeurs caractéristiques :

3.5.2.1 garnissage en vrac

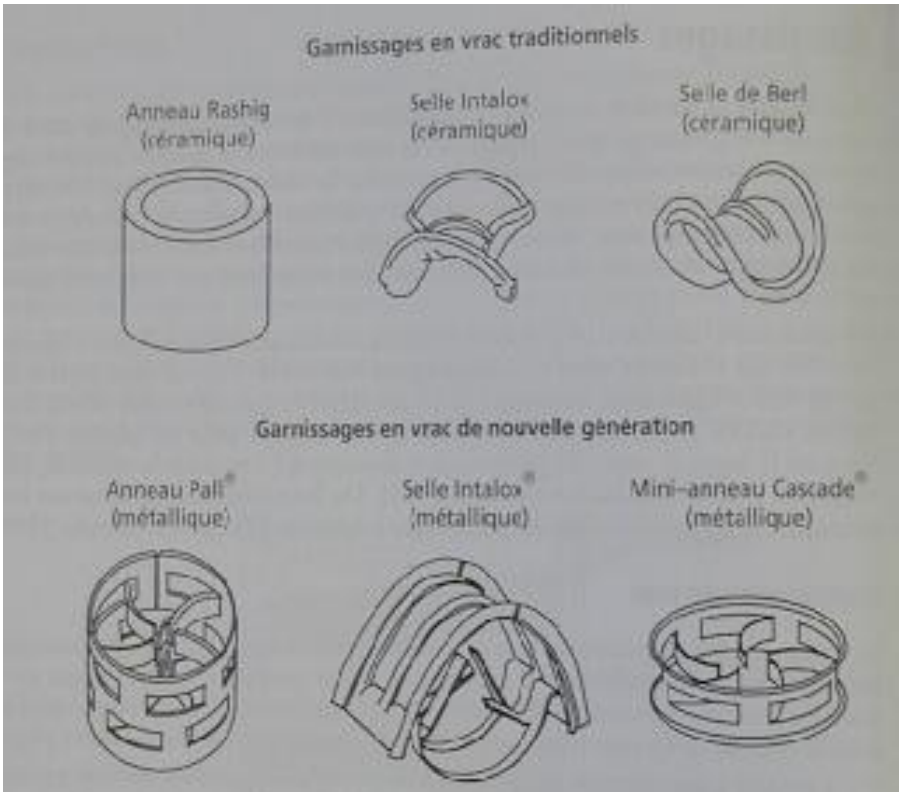


Figure 2.27 – Exemples de garnissages en vrac

Tableau 2.6 – Géométrie des garnissages en vrac.

Garnissage, en mm (ft)	Surface volumique de garnissage en m^2/m^3 (ft^2/ft^3)	Fraction de vide
Anneaux Raschig en céramique de 25,4 mm (1 in)	190 (58)	0,74
Selles Intalox en céramique de 25,4 mm (1 in)	256 (78)	0,74
Anneaux Pall métallique de 25,4 mm (1 in)	207 (63)	0,94
Anneaux Hiflow de 50 mm	108 (33)	0,93
Norpac (NSW) de 50 mm	102 (31)	0,94
Anneaux Pall en plastique de 25 mm	207 (63)	0,94

3.5.2.2 garnissage en toiles et feuilles métalliques structurées

- Garnissages structurés et adaptés au dimensionnement de la colonne
- Utilisation : distillation sous vide ou sous basse pression
- Matériaux : métaux, plastiques,céramique, et carbone
- Inconvénient : coût

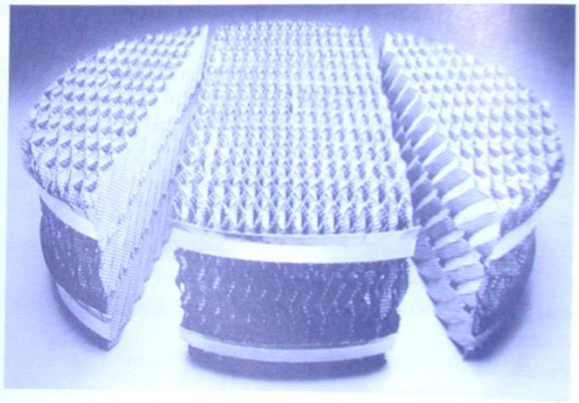


Figure 2.28 – Garnissage à feuille métallique structurée (fourni par Norton Chemical Process Products Corp.).

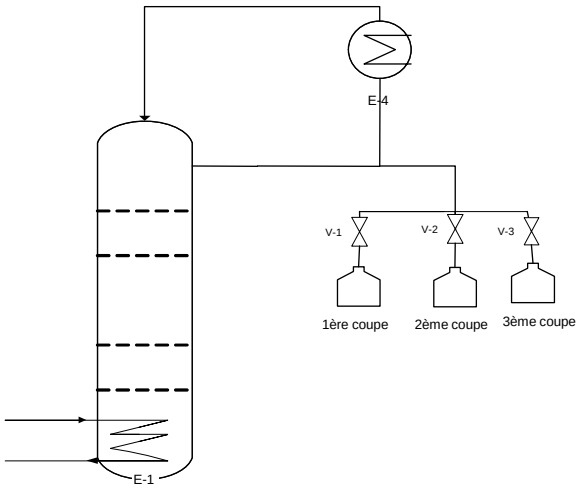
Avantages :

elle permet d'obtenir plusieurs constituant à partir d'une charge. Le mélange peut éventuellement contenir des boues et des solides.

elle permet le travail sur de faibles quantités (labo)

Inconvénient : équipement plus important (f(charge)). Plus difficile à contrôler

Schéma d'une rectification discontinue fractionnée



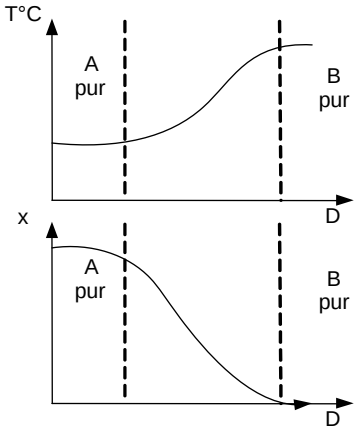
ATTENTION :

Il s'agit d'un procédé dynamique contrairement à la continue donc plus de surveillance

I y a :

Evolution des titres, des températures

Evolution du Volume du bouilleur



Les fractions pures sont appelées cœurs
Les fractions intermédiaires sont appelées Têtes
La dernière fraction est appelée culot

La concentration du liquide dans le bouilleur varie de xf à xw (concentration finale). xf>xw

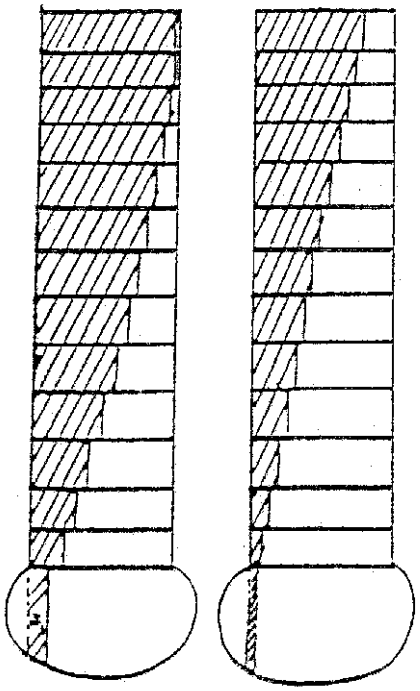
- Une caractéristique importante des colonnes discontinues, mais peu intéressante pour les colonnes continues, est celle de la rétention ou « hold up ».

Le « hold up » est la quantité de liquide et de vapeur retenues dans la colonne.

Alors quantité minimale de travail

Préférence pour les colonnes à garnissages

- Hold up opératoire : quantité de matière se trouvant dans la colonne durant le travail.
- Hold up statique : quantité de matière de trouvant dans la colonne au repos.



4.2 Distillation Discontinue

- Droite de concentration seulement

Le problème à résoudre consiste à rectifier une quantité donnée de mélange binaire de titre initial x_A, pour obtenir un distillat dont les titres initial et final sont respectivement x_{Di} et X_{Df} dont le titre moyen est X_{Dm}

$y_{n+1}=(R/(R+1))x_n+(1/(R+1))x_d$ ou analogie

$$y_s=y_2=\frac{L_s}{V_s}x_s+\frac{V_0 y_0-L_0 x_0}{V_s}$$

- 4.2.1 Distillation à taux de reflux constant (X_D varie)

Conditions opératoires :

- Choix du taux de reflux
- Contrainte :Colonne ayant un nombre de plateaux déterminés

- 4.2.2 Distillation à composition constante du distillat

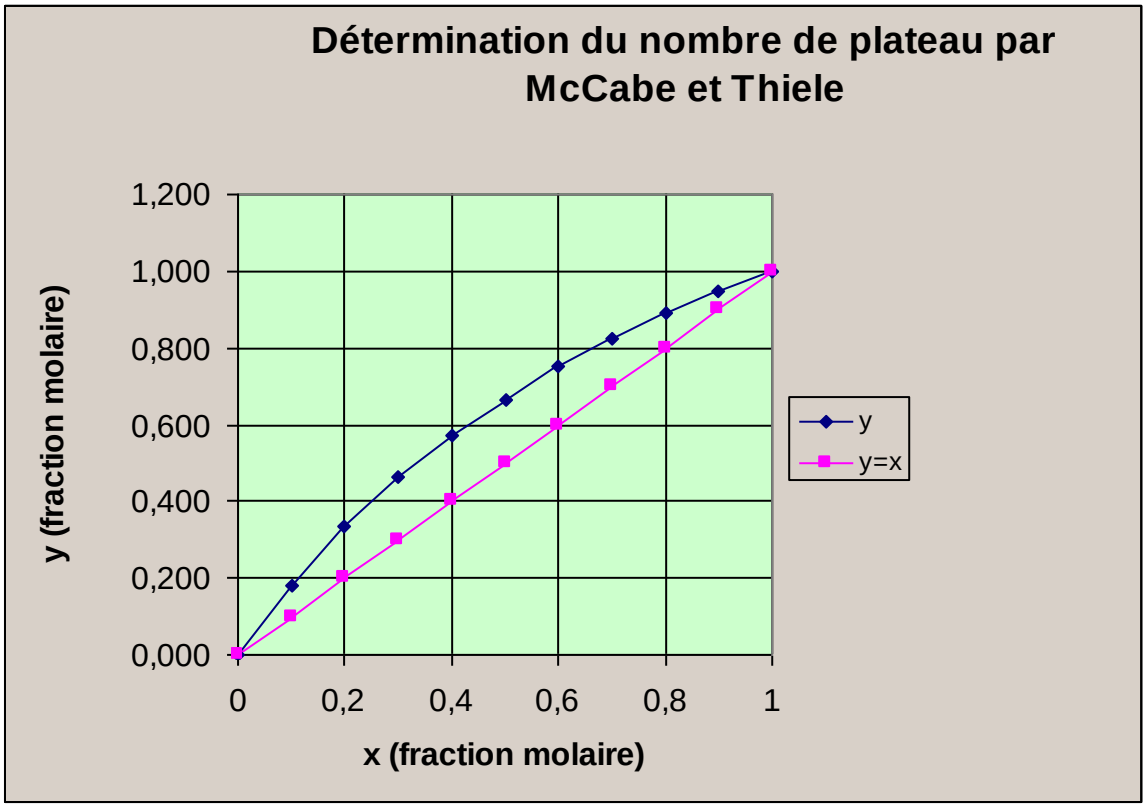
Conditions opératoires :

- Choix d'un X_D
- Contrainte : Colonne ayant un nombre de plateaux déterminés

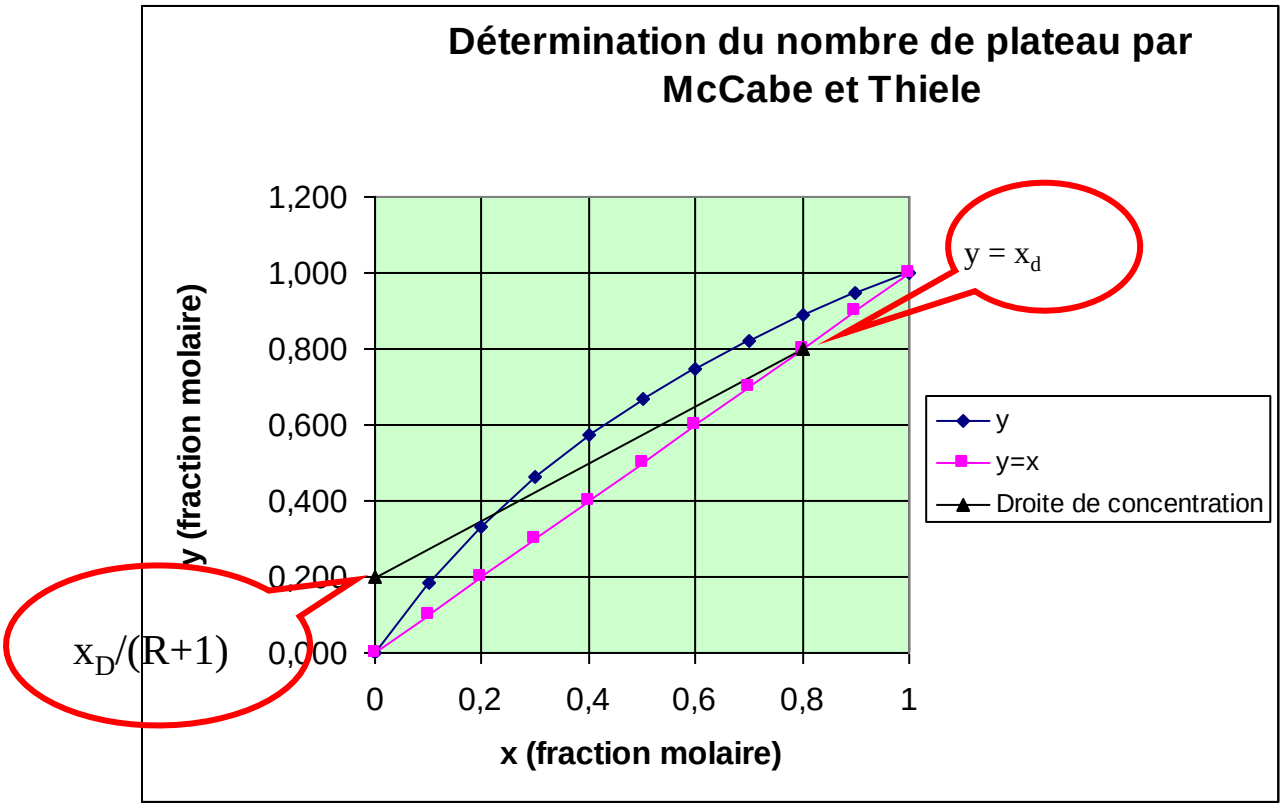
III.2 détermination du nombre de plateaux

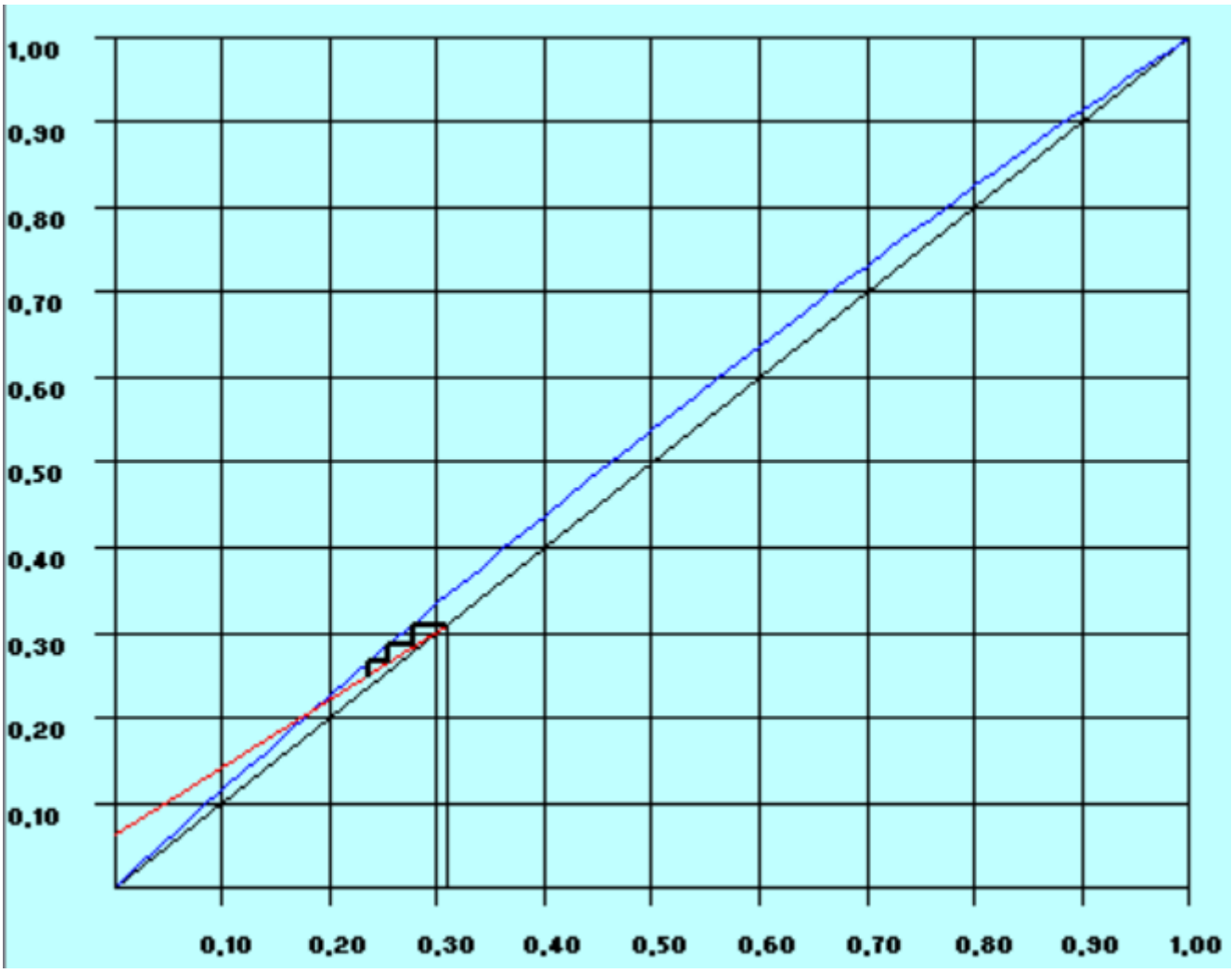
- Les étapes à suivre pour déterminer le nombre de plateau théorique par la méthode graphique de MacCabe et Thiele :
  1.
  2.
  3.
  4.
  5. Déterminer le nombre de plateaux en sachant que le nombre de plateaux est égal au nombre de gradins moins un (il y a toujours au moins un étage théorique le bouilleur)

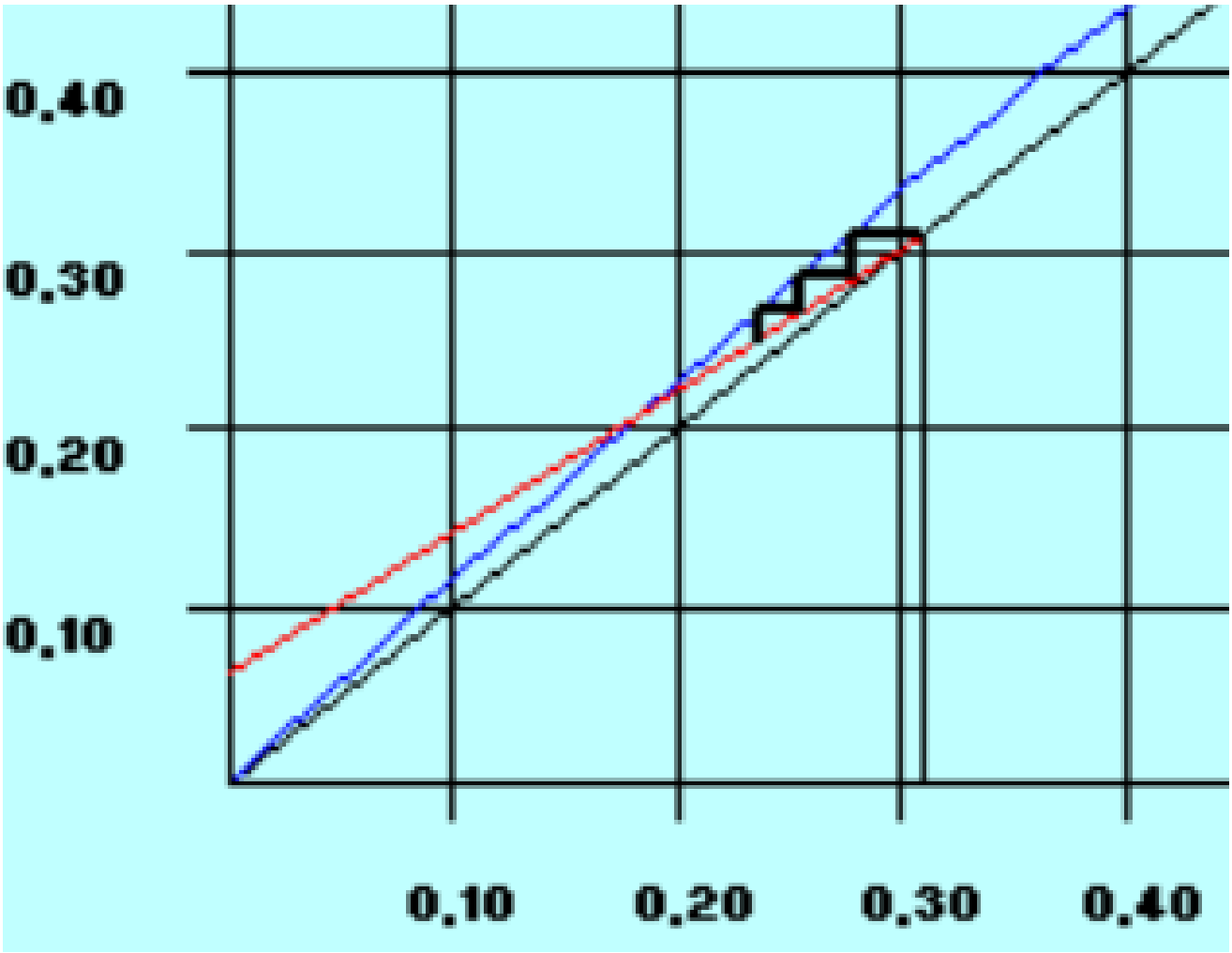
1. Tracer l'isobare de distribution qui dépend de la volatilité



2 Tracer la droite de concentration qui dépend : du taux de reflux et de x_d




1,00
0,90
0,80
0,70
0,60
0,50
0,40
0,30
0,20
0,10
0,10
0,20
0,30
0,40
0,50
0,60
0,70
0,80
0,90
1,00

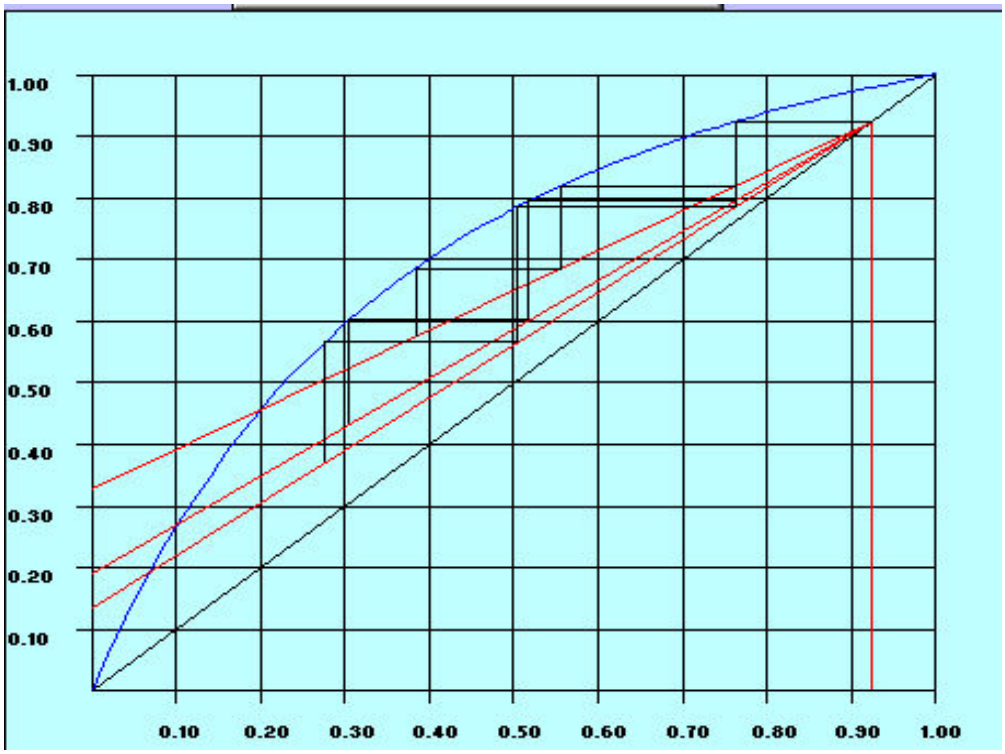


Ceci représente la distillation en discontinue avec R = 4 d'un mélange initial à 0,23 dont la titre du distillat est de 0,31

Pour cela, nous avons calculer xd/(R+1) = 0,31 /5 = 0,062

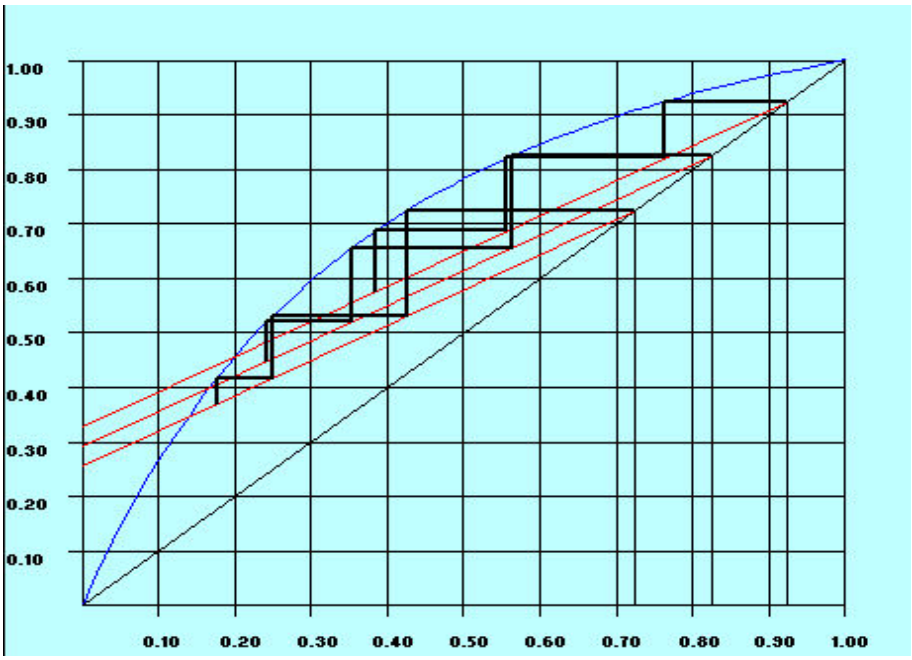
Le résultat donne 3 gradins soit 2 plateaux théoriques

DISTILLATION A COMPOSITION CONSTANTE



ALORS LE TAUX DE REFLUX VARIE

DISTILLATION A TAUX DE REFLUX CONSTANT

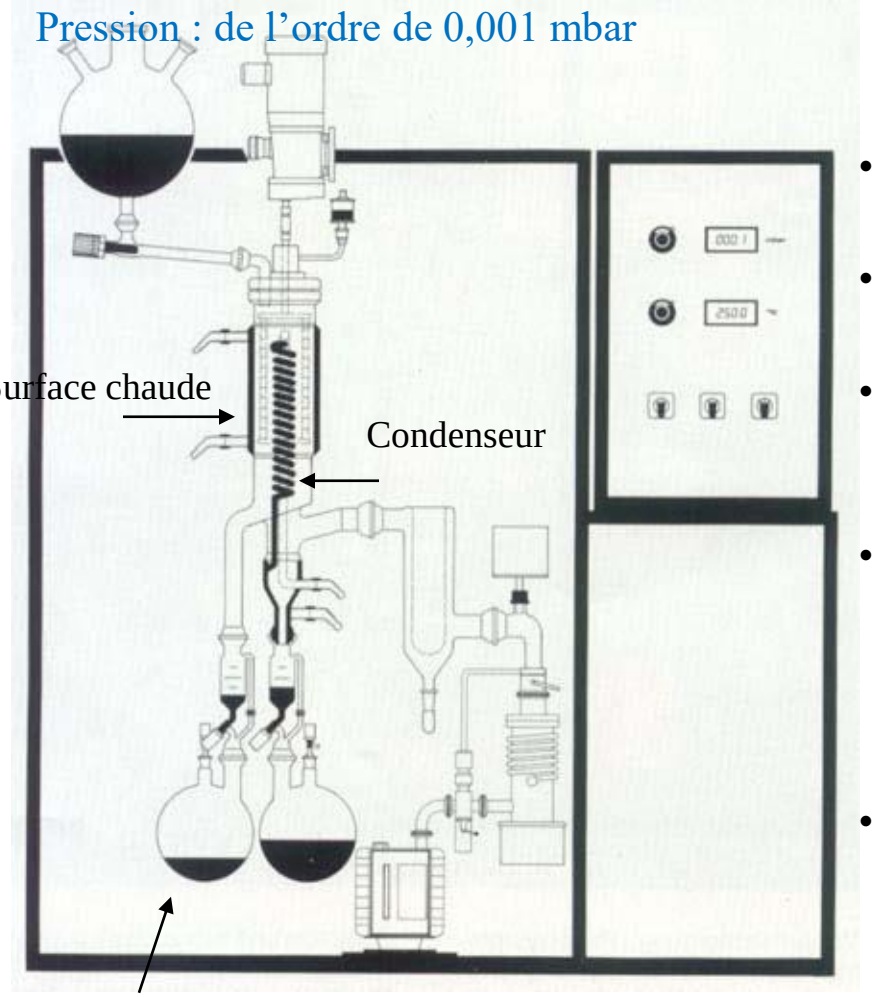


ALORS LA COMPOSITION VARIE

Distillation moléculaire

Technique de l'évaporation sous vide
Application : si molécules thermosensibles
si molécules à haut point d'ébullition (acide oléique ($C_{18}H_{34}0_2$– oméga 9) : 360°C , acide linoléique C18:2 n-6 : 230°C

Pression : de l'ordre de 0,001 mbar



- Le liquide rentre sous forme de couche mince
- Il rencontre la surface chaude d'un échangeur
- Le composé le plus volatil forme une vapeur
- Ces molécules rencontrent la surface froide d'un condenseur, elles se condensent
- Récupérations dans une recette

Débit suivant produit : 50 à 1000 ml/heure
Surface d'évaporation : 200 cm2
Température de fonctionnement jusqu'à 250°C

Appareillage de distillation moléculaire

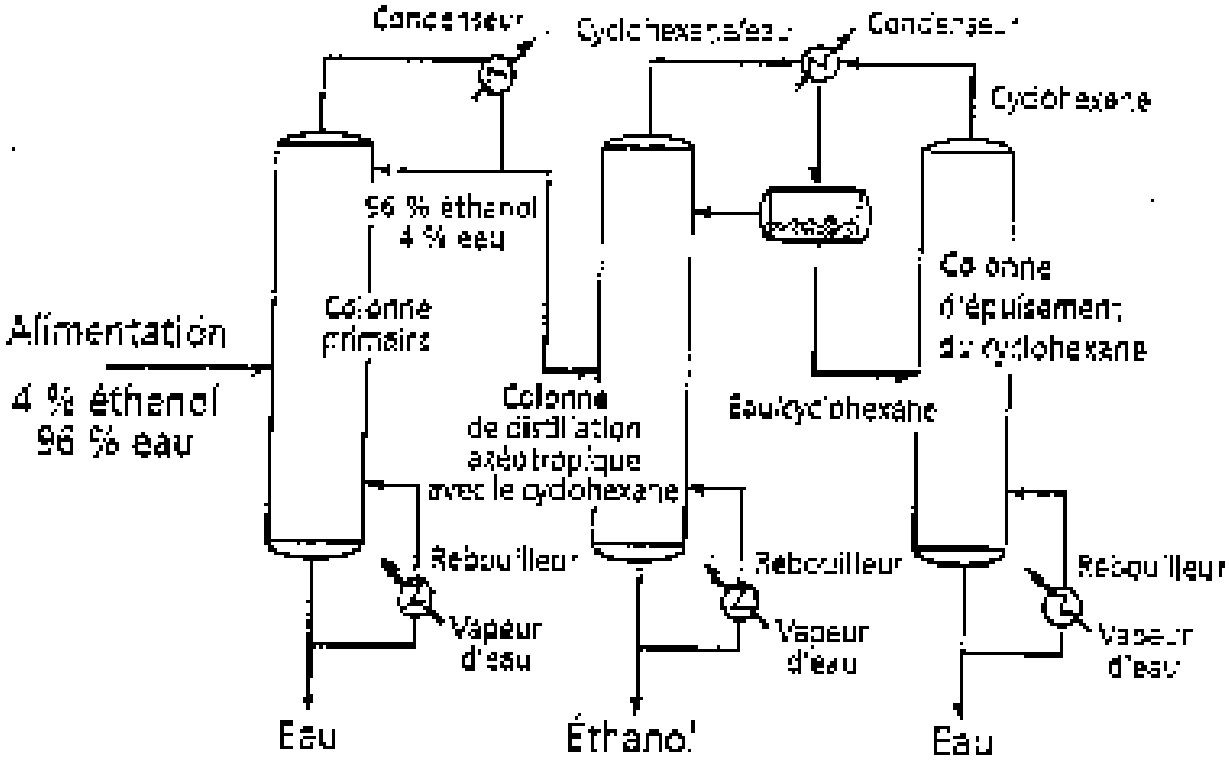


Figure 2.42 – Procédé de distillation azéotropique traditionnel de séparation du mélange eau-éthanol.

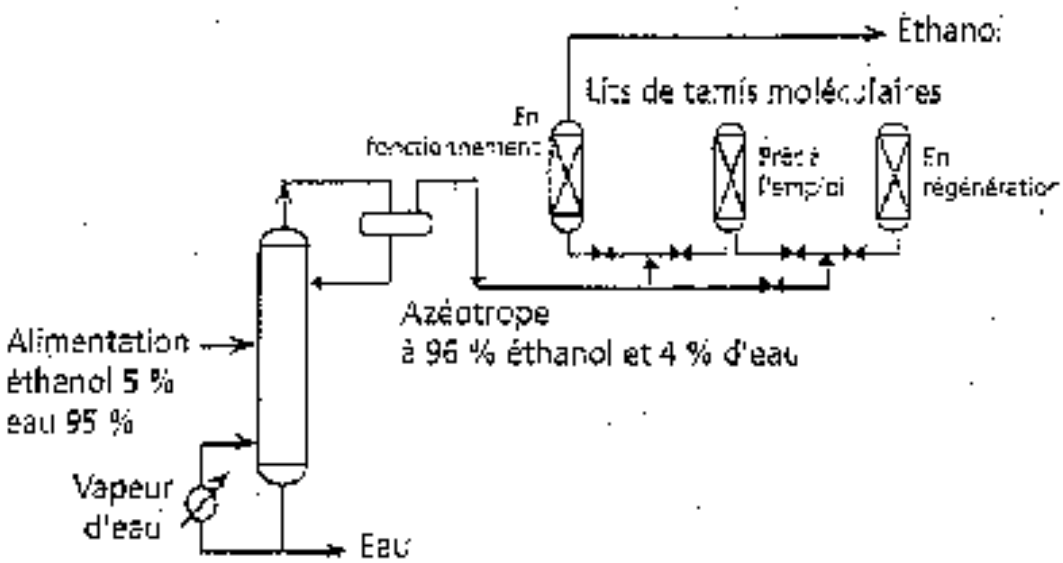
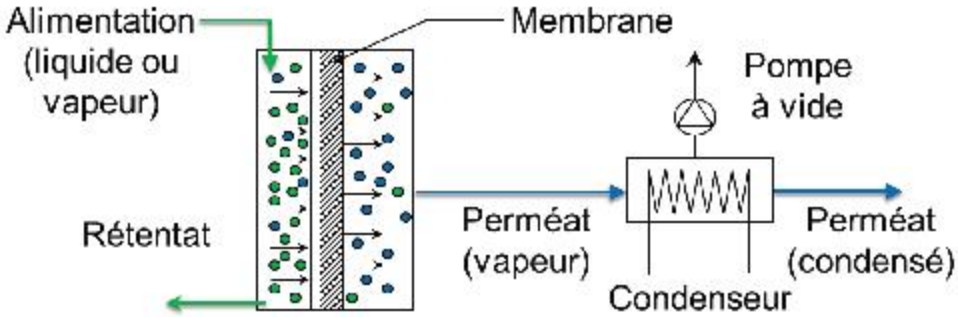
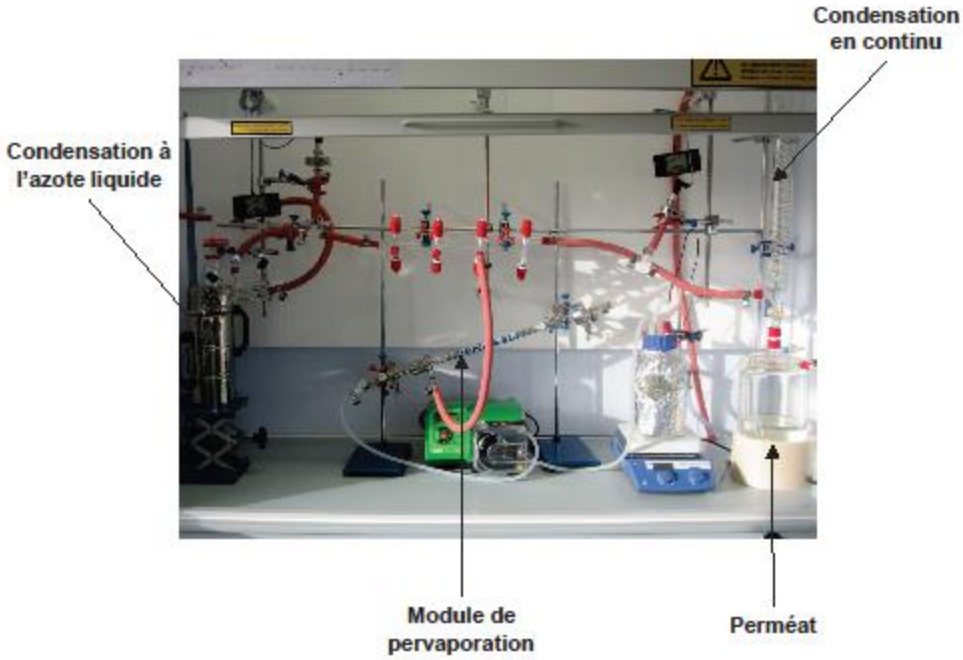


Figure 2.57 – Système hybride d'adsorption-distillation pour la production d'éthanol.

Avantage par l'utilisation de Solvant.

PERVAPORATION

Schéma de principe de la pervaporation



Réalisation d'un pilote