

CHAPITRE III

LA DISTILLATION

1 - CONSTATATIONS EXPERIMENTALES

La distillation est une technique de séparation qui exploite la différence de volatilité entre les constituants d'un mélange. Elle met en jeu des transferts couplés : l'écoulement d'une vapeur et d'un liquide, le chauffage du mélange liquide au bouilleur et la condensation des vapeurs, un transfert du constituant le plus volatil dans la vapeur et le moins volatil dans le liquide. Il s'agit donc d'une opération complexe mais qui est maintenant bien comprise et très fréquemment utilisée dans l'industrie. Selon les conditions, la composition du mélange, le volume, la miscibilité du mélange et le nombre de constituants, on choisit un mode opératoire, continu ou discontinu, qui conditionne la technologie qui doit être retenue.

Même si l'on dispose actuellement de codes de calculs qui permettent un dimensionnement rapide de cette opération de séparation, il est, pour tous les utilisateurs, nécessaire et indispensable au préalable d'en comprendre les modes de fonctionnement. Des représentations graphiques s'appuyant sur les données thermodynamiques du mélange sont à notre disposition dans le cas simple d'un mélange binaire. Leurs utilisations sont limitées au fonctionnement en régime permanent mais elles ont le mérite d'accéder au dimensionnement d'une colonne et de prévoir et comprendre simplement les conséquences d'une variation, d'un paramètre de fonctionnement (composition de l'alimentation, valeur du taux de reflux, puissance de chauffe, pureté recherchée...).

Avant de détailler ces méthodes graphiques, nous allons débiter par quelques observations expérimentales et des indications sur les technologies retenues pour optimiser le fonctionnement des unités à l'échelle du laboratoire ou d'une production industrielle.

1.1. Vaporisation d'un binaire non miscible

Rappelons que lorsque l'on est en présence de constituants non miscibles cela signifie thermodynamiquement que chaque constituant tend à s'éloigner de l'autre favorisant des liaisons intramoléculaires de type 1-1 et 2-2 au dépend des liaisons intermoléculaires de type 1-2. Le diagramme d'état $P = f(T)$ des corps purs eau (1) et toluène (2) nous indique qu'à la pression atmosphérique le constituant le plus volatil est l'eau. Ces deux constituants ne sont pas miscibles et l'on se propose de suivre la variation de la température des vapeurs au cours du temps (figure 1).

CHAPITRE III

LA DISTILLATION

1- CONSTATATIONS EXPÉRIMENTALES

La distillation est une technique de séparation qui exploite la différence de volatilité entre les constituants d'un mélange. Elle met en jeu des transferts couples : l'écoulement d'une vapeur et d'un liquide, le chauffage du mélange liquide au bouilleur et la condensation des vapeurs, un transfert du constituant le plus volatil dans la vapeur et le moins volatil dans le liquide. Il s'agit donc d'une opération complexe mais qui est maintenant bien comprise et très fréquemment utilisée dans l'industrie. Selon les conditions, la composition du mélange, le volume, la miscibilité du mélange et le nombre de constituants, on choisit un mode opératoire, continu ou discontinu, qui conditionne la technologie qui doit être retenue.

Même si l'on dispose actuellement de codes de calculs qui permettent un dimensionnement rapide de cette opération de séparation, il est, pour tous les utilisateurs, nécessaire et indispensable au préalable d'en comprendre les modes de fonctionnement. Des représentations graphiques s'appuyant sur les données thermodynamiques du mélange sont à notre disposition dans le cas simple d'un mélange binaire. Leurs utilisations sont limitées au fonctionnement en régime permanent mais elles ont le mérite d'accéder au dimensionnement d'une colonne et de prévoir et comprendre simplement les conséquences d'une variation, d'un paramètre de fonctionnement (composition de l'alimentation, valeur du taux de reflux, puissance de chauffe, pureté recherchée...).

Avant de détailler ces méthodes graphiques, nous allons débiter par quelques observations expérimentales et des indications sur les technologies retenues pour optimiser le fonctionnement des unités à l'échelle du laboratoire ou d'une production industrielle.

1.1. Vaporisation d'un binaire non miscible

Rappelons que lorsque l'on est en présence de constituants non miscibles cela signifie thermodynamiquement que chaque constituant tend à s'éloigner de l'autre favorisant des liaisons intramoléculaires de type 1-1 et 2-2 au dépend des liaisons intermoléculaires de type 1-2. Le diagramme d'état $P = f(T)$ des corps purs eau (1) et toluène (2) nous indique qu'à la pression atmosphérique le constituant le plus volatil est

l'eau. Ces deux constituants ne sont pas miscibles et l'on se propose de suivre la variation de la température des vapeurs au cours du temps (figure 1).

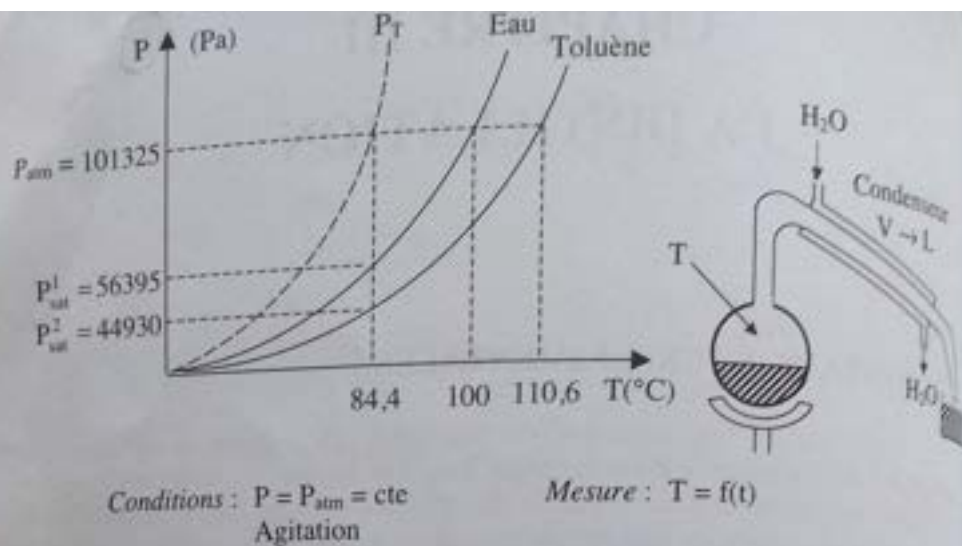


Figure 1 : Vaporisation d'un binaire non miscible.

Pour la variation de la température ($T = f(t)$), on peut distinguer deux périodes au cours de l'expérience ($t < t_1$ et $t \geq t_1$). La première ($t < t_1$) correspond à la situation où les constituants sont présents dans le ballon. Le mélange liquide est parfaitement agité, c'est-à-dire que la concentration des constituants est homogène dans le ballon. Au point d'ébullition, on observe que la température reste constante à $T = 84,4^\circ\text{C}$ quelque soit le temps t . Dans ce cas on peut vérifier que la pression totale P_T est indépendante de la composition du mélange (proportion d'eau et de toluène) et que les pressions partielles sont alors égales aux pressions de vapeur saturante de chaque constituant P_{sat}^i avec les relations :

$$P_T = \sum P_i = P_{sat}^1 + P_{sat}^2 = P_1 + P_2$$

On peut d'ailleurs vérifier la loi de Dalton pour $P_T = 1 \text{ atm}$

$$\left. \begin{aligned} y_1 &= \frac{P_1}{P_T} = \frac{56395}{101325} = 0,557 \\ y_2 &= \frac{P_2}{P_T} = \frac{44930}{101325} = 0,443 \end{aligned} \right\} \Sigma y = 1$$

Ainsi tant que les deux constituants (non miscibles) sont présents dans le ballon, la température d'ébullition est indépendante de la composition du mélange mais fixée par la nature des constituants et par la pression totale. On peut dire que chaque constituant se vaporise SIMULTANEMENT mais INDEPENDAMMENT de l'autre. Si P_T augmente, cette température augmente.

Dans un deuxième temps ($t \geq t_1$) pour lequel il n'y a plus qu'un constituant dans le ballon (le moins volatil ou le plus volatil) la température s'élève rapidement. La

Figure 1 : Vaporisation d'un binaire non miscible.

Pour la variation de la température ($T = f(t)$), on peut distinguer deux périodes cours de l'expérience ($t < t_i$ et $t > t_i$). La première ($t < t_i$) correspond à la situation où les constituants sont présents dans le ballon. Le mélange liquide est parfaitement agité, c'est-à-dire que la concentration des constituants est homogène dans le ballon. Au point d'ébullition, on observe que la température reste constante à $T = 84,4^\circ\text{C}$ quelque soit le temps t . Dans ce cas on peut vérifier que la pression totale P_r est indépendante de composition du mélange (proportion d'eau et de toluène) et que les pressions parties sont alors égales aux pressions de vapeur saturante de chaque constituant $P_i \text{ sat}$ avec les relations :

Ainsi tant que les deux constituants (non miscibles) sont présents dans le ballon, la température d'ébullition est indépendante de la composition du mélange mais fixée par la nature des constituants et par la pression totale. On peut dire que chaque constituant est vaporisé SIMULTANÉMENT mais INDEPENDAMMENT de l'autre. *autre. Si P_T augmente cette température augmente.*

Dans un deuxième temps ($t > t_i$) pour lequel il n'y a plus *qu'un constituant dans le ballon* (le moins volatil ou le plus volatil) la température s'élève rapidement. La

température passe de 84,4°C à 100°C si le ballon ne contient que de l'eau ; elle s'élève à 110,6°C si le constituant résiduel est le toluène.

1.2. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $T = \text{cte}$ (figure 2)

C'est une situation très fréquente qui se distingue du cas précédent par l'existence de liaisons intra et inter moléculaires type 1-1, 2-2 et 1-2. Les diagrammes d'état $P = f(T)$ des corps purs benzène (1) et toluène (2) indiquent que le constituant le plus volatil est le benzène puisque à T fixé on a $P_{\text{sat}}^1 > P_{\text{sat}}^2$. Il s'agit dans ce cas d'enregistrer la variation de P pour différentes compositions du mélange à T fixée.

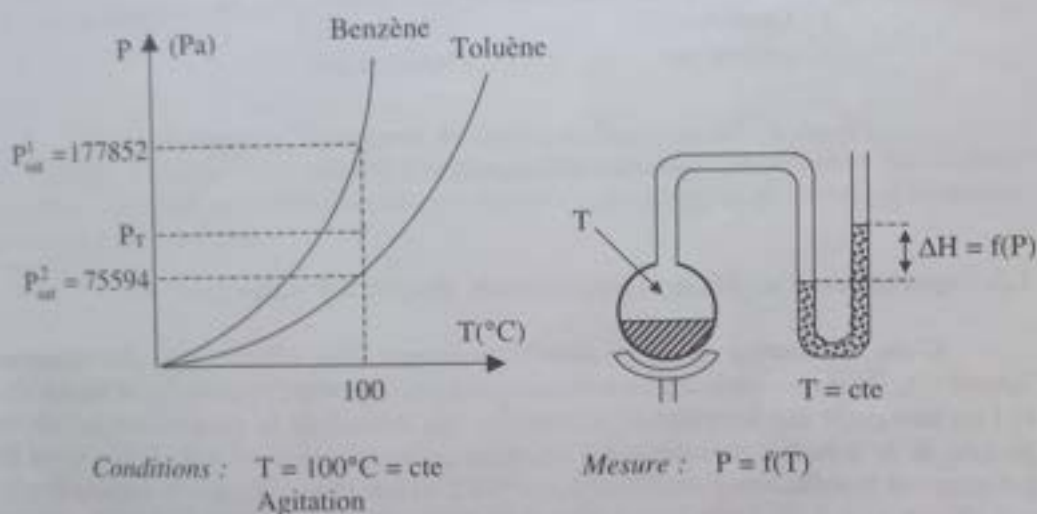


Figure 2 : Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $T = \text{cte}$.

Contrairement au mélange immiscible on obtient une pression totale P_T dont la valeur dépend de la composition du mélange

$$P_T = \sum P_i = P_{\text{sat}}^1 \cdot x_1 + P_{\text{sat}}^2 \cdot x_2$$

$$\text{avec } P_1 = P_{\text{sat}}^1 \cdot x_1 \text{ et } P_2 = P_{\text{sat}}^2 \cdot x_2$$

Les expressions des pressions partielles P_1 et P_2 sont simples car nous avons affaire à une solution idéale dont les deux molécules ont des structures et des propriétés voisines. Lorsque l'on s'écarte du mélange idéal, on pondère ces pressions par les coefficients d'activité de sorte que à T fixée on a alors :

$$P_1 = \gamma_1 \cdot P_{\text{sat}}^1 \cdot x_1$$

température passe de 84,4°C à 100°C si le ballon ne contient que de l'eau ; elle s'élève à 110.6°C si le constituant résiduel est le toluène.

1.2. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $T = \text{cte}$ (figure 2)

C'est une situation très fréquente qui se distingue du cas précédent par l'existence de liaisons intra et inter moléculaires type 1-1, 2-2 et 1-2. Les diagrammes d'état $P = f(T)$ des corps purs benzène (1) et toluène (2) indiquent que le constituant le plus volatil est le benzène puisque à T fixé on a $P_{1\text{sat}} > P_{2\text{sat}}$. Il s'agit dans ce cas d'enregistrer la variation de P pour différentes compositions du mélange à T fixée.

Figure 2 : Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $T = \text{cte}$.

Contrairement au mélange immiscible on obtient une pression totale P_T dont la valeur dépend de la composition du mélange

Les expressions à une solution idéale dont les s'écarte e a

Les expressions des pressions partielles P_1 et P_2 sont simples car nous avons affaire à une solution idéale dont les deux molécules ont des structures et des propriétés voisines. Lorsque l'on s'écarte du mélange idéal, on pondère ces pressions par les coefficients d'activité de sorte que à T fixée on a alors:...

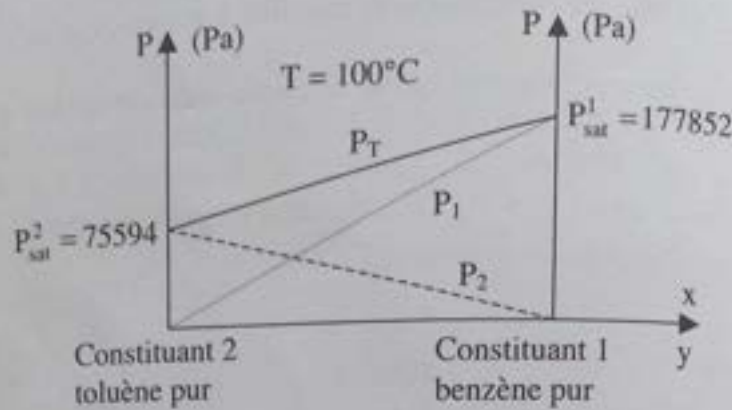


Figure 3 : Variation des pressions en fonction de la composition pour un mélange idéal à $T = cte$.

1.3. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $P = cte$ (figure 4)

C'est la situation que l'on rencontre lorsque l'on effectue une distillation en laboratoire. On considère le même mélange que précédemment, benzène (1) et toluène (2), et l'on enregistre une température d'ébullition qui dépend de la composition initiale du binaire. A la pression atmosphérique un mélange liquide avec $x_1 = 0,15$ soit $x_2 = 0,85$ présente une température d'ébullition $T_{eb} = 104^\circ C$ et une phase gazeuse de composition $y_1 = 0,30$ soit $y_2 = 0,70$. Cette température d'ébullition diminue lorsque la fraction molaire initiale (x_1) du mélange augmente. Retenons que la phase liquide de composition $x_1 = 0,15$ est en équilibre thermodynamique avec la phase vapeur de composition $y_1 = 0,30$, fixée à température d'ébullition à $104^\circ C$ pour $P = 1 \text{ atm}$.

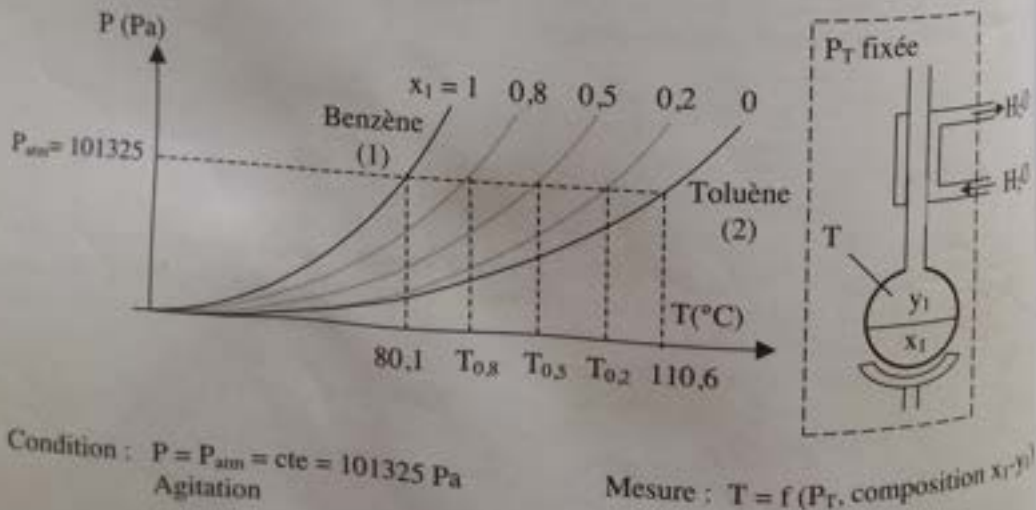


Figure 4 : Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $P = cte$.

Comme on peut le voir sur la figure 3 la pression totale P_T dépend de la composition du mélange ce que l'on assiste à une vaporisation SIMULTANÉE de chaque constituant mais PAS INDÉPENDAMMENT de l'autre

Constituant 2 toluène pur

Constituant 1 benzène pur

Figure 3 : Variation des pressions en fonction de la composition pour un mélange idéal à $T = cte$.

1.3. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $P = cte$ (figure 4)

C'est la situation que l'on rencontre lorsque l'on effectue une distillation en laboratoire. On considère le même mélange que précédemment, benzène (1) et toluène (2) et l'on enregistre une température d'ébullition qui dépend de la composition initiale du binaire. A la pression atmosphérique, un mélange liquide avec $x_1 = 0,15$ soit $X_2 = 0,85$ présente une température d'ébullition $T_{eb} = 104^\circ\text{C}$ et une phase gazeuse de composition $y_1 = 0,30$ soit $y_2 = 0,70$. Cette température d'ébullition diminue lorsque la fraction molaire initiale (X_1) du mélange augmente. Retenons que la phase liquide de composition $X_1 = 0,15$ en équilibre thermodynamique avec la phase vapeur de composition $y_1 = 0,30$, fixe la température d'ébullition à 104°C pour $P = 1 \text{ atm}$.

Figure 4 : Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $P = cte$.

1.4. Principe de la distillation fractionnée d'un mélange miscible à $P = \text{cte}$

Le dispositif de la figure 5 consiste à condenser une vapeur issue du ballon n pour la récupérer liquide dans le ballon $n + 1$ et vaporiser ce dernier pour le récupérer dans le ballon $n + 2$ etc... Moyennant quelques précautions sur les volumes prélevés et les conditions de chauffage pour obtenir l'équilibre L-V dans chaque ballon, il est intéressant de faire quelques observations :

$$* y_1 = x_2 \quad y_2 = x_3 \quad \dots \quad y_n = x_{n+1}$$

* quel que soit le ballon on a $y_n > x_n$ ce qui traduit le processus de transfert du constituant le plus volatil dans la phase vapeur

* lorsque le n° du ballon augmente, la concentration du constituant le plus volatil augmente dans les phases liquide et vapeur

$$y_1 < y_2 < y_3 \dots < y_n$$

$$x_1 < x_2 < x_3 \dots < x_n$$

Dans le jargon du génie des procédés, l'équilibre thermodynamique obtenu entre une phase liquide et sa vapeur dans chaque ballon est qualifié d'étage théorique ou encore de plateau théorique.

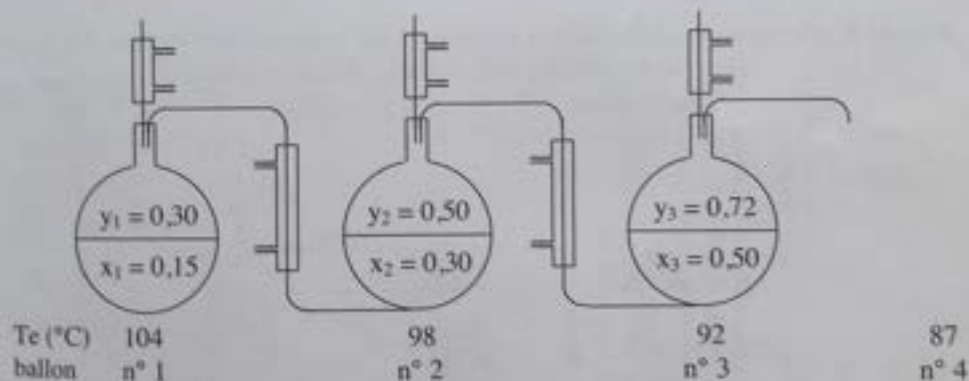


Figure 5 : Distillation fractionnée à $P = \text{cte}$.
Mise en évidence des plateaux théoriques liquide-vapeur.

Le report des valeurs des fractions x et y sur les diagrammes isobares du mélange benzène-toluène $T = f(x,y)$ (fig. 6) et $y = f(x)$ (fig. 7) indique que l'augmentation du nombre de plateaux théoriques permet d'accéder à un mélange de plus en plus pur en benzène. Néanmoins dans le cas d'une purification ultime, chaque ballon rajouté conduit à un très faible gain en pureté car la différence $y_n - x_n$ ne cesse alors de diminuer. Ceci traduit la difficulté d'obtenir des produits ultrapurs avec l'augmentation des coûts de fabrication qui en découlent. On peut retenir que la détermination du nombre de plateaux théoriques nécessaire à la séparation consiste à tracer des marches d'escalier entre la courbe de bulle et la courbe de rosée sur le diagramme $T = f(x,y)$ ou entre la courbe d'équilibre et la bissectrice sur le diagramme $y = f(x)$ lorsque le fonctionnement est comparable à un système thermodynamique fermé que nous commenterons plus loin.

1.4.Principe de la distillation fractionnée d'un mélange miscible à $P = \text{cte}$

Le dispositif de la figure 5 consiste à condenser une vapeur issue du ballon n pour la récupérer liquide dans le ballon $n + 1$ et vaporiser ce dernier pour le récupérer dans le ballon $n + 2$ etc...

Moyennant quelques précautions sur les volumes prélevés et les conditions de chauffage pour obtenir l'équilibre L-V dans chaque ballon, il est intéressant de faire quelques observations :

$$* y_1 = X_2 \quad y_2 = X_3 \quad \dots \quad Y_n = X_{n+1}$$

* quel que soit le ballon on a $y_n > X_n$ ce qui traduit le processus de transfert du constituant le plus volatil dans la phase vapeur

* lorsque le n° du ballon augmente, la concentration du constituant le plus volatil augmente dans les phases liquide et vapeur

$$y_1 < y_2 < y_3 \quad \dots < y_n$$

$$X_1 < X_2 < X_3 \quad \dots < X_n$$

Dans le jargon du génie des procédés, l'équilibre thermodynamique obtenu entre une phase liquide et sa vapeur dans chaque ballon est qualifié d'étage théorique ou encore de plateau théorique.

Figure 5 : Distillation fractionnée à $P = \text{cte}$. Mise en évidence des plateaux théoriques liquide-vapeur.

fabrification qui en déco théoriques nécessa courbe de bulle et la courbe d'équilibre et la bissectr comparable à un système the

Le report des valeurs des fractions x et y sur les diagrammes isobares du mélange benzène-toluène $T = f(x,y)$ (fig. 6) et $y = f(x)$ (fig. 7) indique que l'augmentation du nombre de plateaux théoriques permet d'accéder à un mélange de plus en plus pur en benzène.

Néanmoins dans le cas d'une purification ultime, chaque ballon rajouté conduit à un très faible gain en pureté car la différence $y_n - X_n$ ne cesse alors de diminuer. Ceci traduit la difficulté d'obtenir des produits ultrapurs avec l'augmentation des coûts de fabrication qui en découlent.

On peut retenir que la détermination du nombre de plateaux théoriques nécessaire à la séparation consiste à tracer des marches d'escalier entre la le bulle et la courbe de rosée sur le diagramme $T = f(x,y)$ ou entre la courbe d'équilibre et la bissectrice sur le diagramme $y = f(x)$ lorsque le fonctionnement est comparable à un système thermodynamique fermé que nous commenterons plus loin.

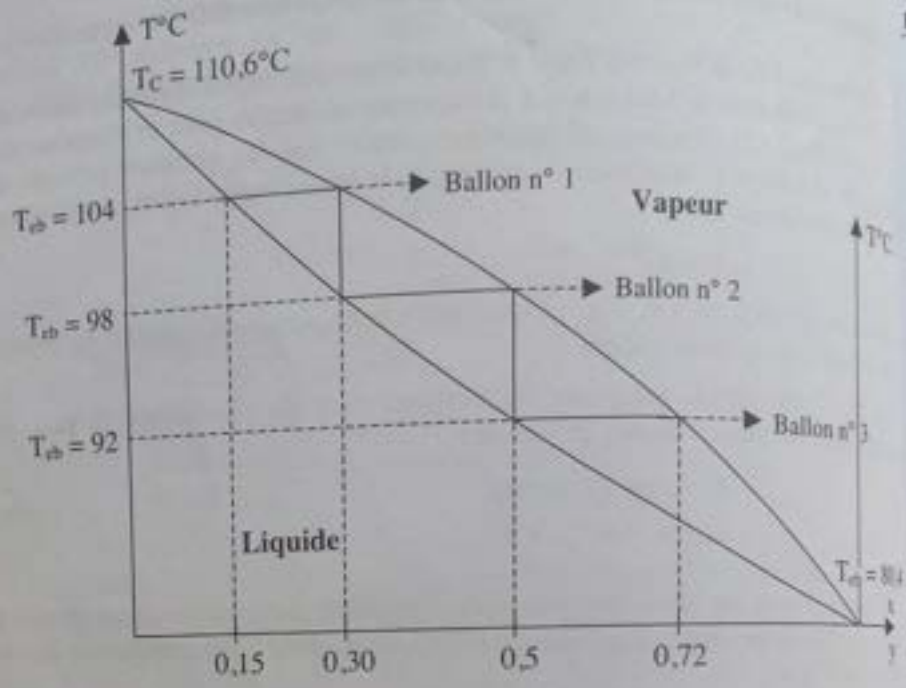
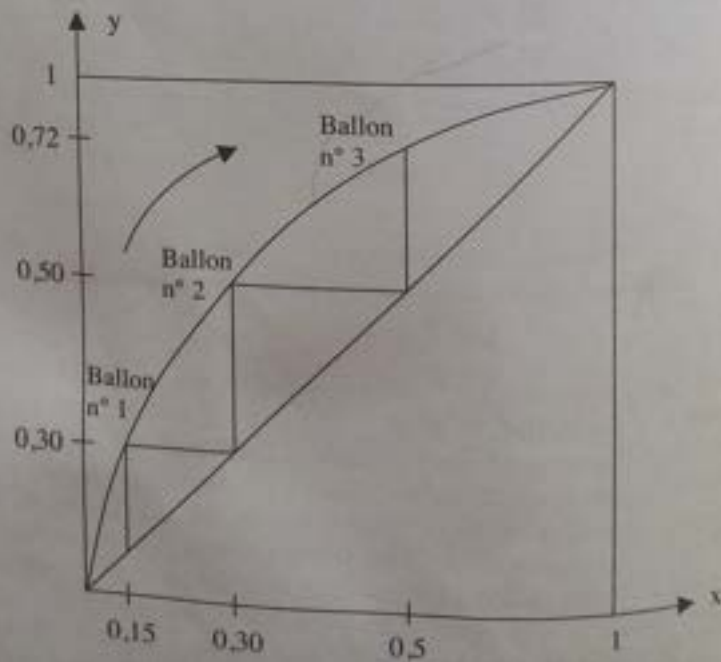


Figure 6 : Construction des plateaux théoriques sur le diagramme isobare $T = f(x)$
 Diagramme binaire L-V, mélange benzène-toluène
 $T_{eb} \text{ benzène} : 80,4^{\circ}\text{C}$
 $T_{eb} \text{ toluène} : 110,6^{\circ}\text{C}$ } à $P = 10^5 \text{ Pa}$



*Figure 6 : Construction des plateaux théoriques sur le diagramme isobare $T = f(x,y)$
Diagramme binaire L-V, mélange benzène-toluène*

*Figure 7 : Construction des plateaux théoriques sur le diagramme isobare $y = f(x)$
Mélange benzène-toluène à $P: 10^5 \text{ Pa}$*

1.5. Montage retenu et technologies disponibles

La figure 5, montrée précédemment, représente un montage de laboratoire qui est modifié sur des installations industrielles de plus grande taille avec plusieurs dizaines de plateaux théoriques. Pour que l'équilibre thermodynamique soit atteint, il est nécessaire de faire en sorte que les deux phases vapeur et liquide soient mises en contact suffisamment longtemps afin qu'à l'interface L-V les transferts de matière puissent s'établir : le constituant le plus volatil se concentre dans la phase vapeur et le constituant le moins volatil se concentre dans la phase liquide. On dispose essentiellement de deux technologies, les colonnes à plateaux et les colonnes garnies. Dans les deux cas, le liquide chauffé en bas de colonne se vaporise. La vapeur qui circule de bas en haut est ensuite condensée à l'extrémité supérieure. Le mélange liquide qui redescend croise la vapeur et la mise en contact est facilitée par des obstacles (des plateaux réels ou un garnissage) pour favoriser les transferts de matière.

Les colonnes sont garnies (fig. 8) de façon désordonnée mais de préférence ordonnée par des objets (anneaux Raschig, selles de Berl...) présentant une inertie chimique vis-à-vis du mélange, une fraction de vide élevée pour permettre l'écoulement des phases liquide et vapeur à contre-courant avec une géométrie choisie pour augmenter la surface de contact entre le liquide et la vapeur.

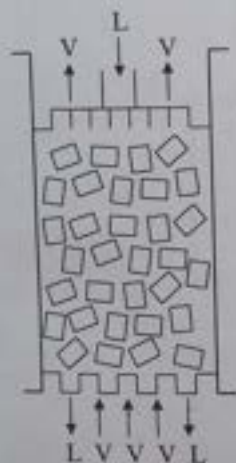


Figure 8 : Colonne garnie.

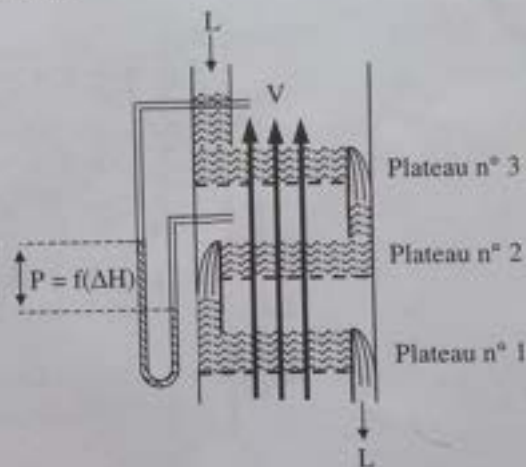


Figure 9 : Colonne à plateau perforé.

Les colonnes à plateaux (fig. 9) sont constituées par des plans horizontaux équipés d'un déversoir (un tube vertical) pour régler la hauteur de liquide sur le plateau et permettre au liquide de descendre par trop plein. Ces plateaux sont perforés et parfois équipés de calottes pour permettre l'écoulement de la vapeur de bas en haut de la colonne. Dans ce cas la nature du matériau, la tension superficielle du mélange liquide, la vitesse ascendante de la vapeur, la taille des trous du plateau déterminent la taille et le nombre de bulles qui circulent dans le liquide. Le réglage du déversoir fixe la hauteur de la couche liquide sur le plateau, associée à la vitesse des bulles dans le liquide, cette hauteur impose donc le temps de passage des bulles sur chaque plateau. C'est pendant cette période que les transferts de matière s'établissent entre les bulles de vapeur et le liquide. Pour

1.5. Montage retenu et technologies disponibles

La figure 5, montrée précédemment, représente un montage de laboratoire qui est modifié sur des installations industrielles de plus grande taille avec plusieurs dizaines de plateaux théoriques. Pour que l'équilibre thermodynamique soit atteint, il est nécessaire de faire en sorte que les deux phases vapeur et liquide soient mises en contact suffisamment longtemps afin qu'à l'interface L-V les transferts de matière puissent s'établir : le constituant le plus volatil se concentre dans la phase vapeur et le constituant le moins volatil se concentre dans la phase liquide. On dispose essentiellement de deux technologies, les colonnes à plateaux et les colonnes garnies. Dans les deux cas, le liquide chauffé en bas de colonne se vaporise. La vapeur qui circule de bas en haut est ensuite condensée à l'extrémité supérieure. Le mélange liquide qui redescend croise la vapeur et la mise en contact est facilitée par des obstacles (des plateaux réels ou un garnissage) pour favoriser les transferts de matière.

Les colonnes sont garnies (fig. 8) de façon désordonnée mais de préférence ordonnée par des objets (anneaux Raschig, selles de Berl...) présentant une inertie chimique vis-à-vis du mélange, une fraction de vide élevée pour permettre l'écoulement des phases liquide et vapeur à contre-courant avec une géométrie choisie pour la surface de contact entre le liquide et la vapeur.

Figure 8 : Colonne garnie.

Figure 9 : Colonne à plateau perforé.

Les colonnes à plateaux (fig. 9) sont constituées par des plans horizontaux équipés d'un versoir (un tube vertical) pour régler la hauteur de liquide sur le plateau et permettre au liquide de descendre par trop plein. Ces plateaux sont perforés et parfois équipés de calottes pour permettre l'écoulement de la vapeur de bas en haut de la colonne. Dans ce cas, la nature du matériau, la tension superficielle du mélange liquide, la vitesse ascendante de la vapeur, la taille des trous du plateau déterminent la taille et le nombre de bulles qui circulent dans le liquide. Le réglage du déversoir fixe la hauteur de la couche liquide sur le plateau, associée à la vitesse des bulles dans le liquide, cette hauteur impose donc le temps de passage des bulles sur chaque plateau. C'est pendant cette période que les transferts de matière s'établissent entre les bulles de vapeur et le liquide. Pour

améliorer les transferts, les déversoirs sont diamétralement opposés pour que le liquide s'écoule horizontalement sur chaque plateau et descende par la surverse vers le plateau inférieur.

En résumé le liquide s'écoule par gravité mais la vapeur doit vaincre la pression exercée par la hauteur de liquide sur chaque plateau. On vérifie d'ailleurs que nous avons un gradient de pression Δh_1 de part et d'autre du plateau (fig. 10). Si ce gradient est trop faible, on assiste à un ruissellement du liquide à travers les perforations du plateau le vidant ainsi de son liquide. Inversement un gradient de pression trop important entraîne un déplacement mécanique du liquide vers le haut de la colonne la vidant ainsi de son liquide dans sa partie inférieure : c'est ce que l'on appelle l'engorgement. Dans les deux cas l'efficacité de la colonne chute. Le réglage s'effectue à travers le débit de vapeur qui est conditionné par la puissance de chauffage au bouilleur. L'optimisation est délicate car une hauteur de liquide élevée sur le plateau, qui doit favoriser l'échange de matière entre les deux phases, doit simultanément s'accompagner d'une augmentation de pression de Δh_1 , c'est-à-dire de la vitesse des bulles. La hauteur de liquide (fig. 10) sur le plateau est irrégulière et la valeur moyenne peut être mesurée par le dispositif conduisant à la hauteur Δh_2 . Cette hauteur de liquide impose la différence de pression donnée par Δh_1 qui doit être supérieure pour éviter le ruissellement et maintenir la formation des bulles sur le plateau.

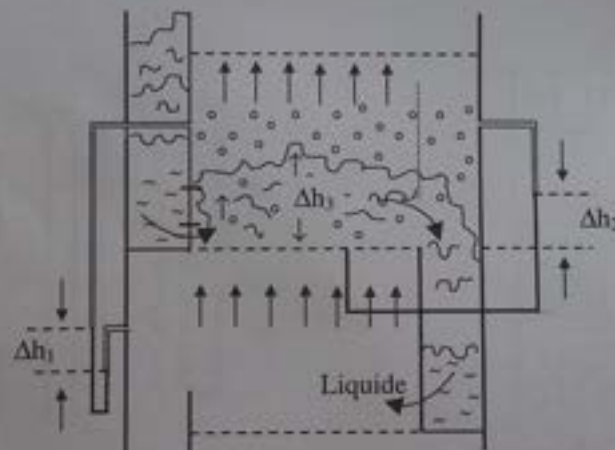


Figure 10 : Écoulements autour d'un plateau perforé. Mesure de la variation de pression Δh_1 et de la hauteur moyenne de liquide Δh_2 .

1.6. Le fonctionnement d'une colonne à plateaux

La figure 11 représente une colonne à trois plateaux avec son condenseur que l'on peut rapprocher du montage présenté en figure 5 : chaque plateau correspond à un ballon. Il n'y a pas d'apport de matière par une alimentation ou prélèvement par soutirage du mélange à un quelconque endroit de la colonne. Le système considéré est donc fermé car il n'y a pas d'échange de matière avec l'extérieur de la colonne mais il n'est pas isolé car le flux de chaleur ϕ_R apporté au bouilleur est récupéré dans l'eau du condenseur total ϕ_C . Si la colonne est adiabatique, c'est-à-dire parfaitement isolée thermiquement en fonctionnement

améliorer les transferts, les déversoirs sont diamétralement opposés pour que le liquide s'écoule horizontalement sur chaque plateau et descende par la surverse vers le pl inférieur. En résumé le liquide s'écoule par gravité mais la vapeur doit vaincre la pression exercée par la hauteur de liquide sur chaque plateau. On vérifie d'ailleurs que nous avons un gradient de pression Ah , de part et d'autre du plateau (fig. 10). Si ce gradient est trop faible, on assiste à un ruissellement du liquide à travers les perforations du plateau 1 vidant ainsi de son liquide. Inversement un gradient de pression trop important entraîne un déplacement mécanique du liquide vers le haut de la colonne la vidant ainsi de son liquide dans sa partie inférieure : c'est que ce l'on appelle l'engorgement. Dans les deux cas l'efficacité de la colonne chute. Le réglage s'effectue à travers le débit de vapeur qui est conditionné par la puissance de chauffage au bouilleur. L'optimisation est délicate car une hauteur de liquide élevée sur le plateau, qui doit favoriser l'échange de matière entre les deux phases, doit simultanément s'accompagner d'une augmentation de pression de Ah . c'est-à-dire de la vitesse des bulles. La hauteur de liquide (fig. 10) sur le plateau est irrégulière et la valeur moyenne peut être mesurée par le dispositif conduisant à la hauteur Ah_2 . Cette hauteur de liquide impose la différence de pression donnée par Ah_1 qui doit être supérieure pour éviter le ruissellement et maintenir la formation des bulles sur le plateau.

Figure 10: Écoulements autour d'un plateau perforé. Mesure de la variation de pression Ah , et de la hauteur moyenne de liquide Ah_2 .

1.6. Le fonctionnement d'une colonne à plateaux

La figure 11 représente une colonne à trois plateaux avec son condenseur que l'on peut rapprocher du montage présenté en figure 5 : chaque plateau correspond à un ballon Il n'y a pas d'apport de matière par une alimentation ou prélèvement par soutirage mélange à un quelconque endroit de la colonne. Le système considéré est donc fermé car il n'y a pas d'échange de matière avec l'extérieur de la colonne mais il n'est pas isolé car le flux de chaleur OB apporté au bouilleur est récupéré dans l'eau du condenseur total QC . Si la colonne est adiabatique, c'est-à-dire parfaitement isolée thermiquement en fonctionnant

à reflux total, on a $\phi_B = \phi_C$. Le constituant le plus volatil se concentre en haut de la colonne, x et y augmentent, avec simultanément une diminution de la température. En séparant le mélange benzène (1) - toluène (2) de composition $x_1 = 0,15$ on retrouve sur chaque plateau les compositions x_i, y_i de la figure 5. En affectant un indice i aux débits V et L et aux titres y et x correspondant à ceux du plateau i dont les phases sont issues, on doit distinguer :

- * Les phases qui quittent un même plateau i : V_i, L_i, y_i, x_i . Ces phases sont à l'équilibre mais $y_i \neq x_i$.
- * Les phases qui se croisent V_i et L_{i+1} de titre y_i et x_{i+1} . Ces phases sont telles que $y_i = x_{i+1}$.

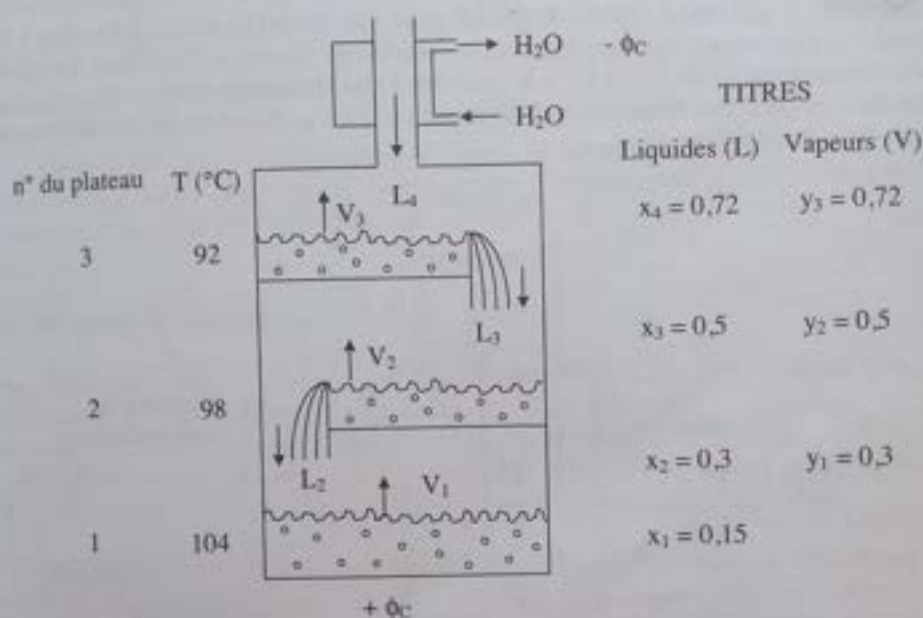


Figure 11 : Présentation des grandeurs dans une colonne à plateau fonctionnant à reflux total.

En se reportant à la figure 7, les titres des phases à l'équilibre sont repérables sur la courbe d'équilibre et dans notre cas sont celles des angles des marches. Les phases qui se croisent ont des fractions molaires représentées par des points de la bissectrice (intersection de la marche et de la contre-marche).

Ainsi, la construction qui consiste à faire des marches et des contre-marches (fig. 6 et 7) revient à considérer de façon alternée une relation entre les phases qui se croisent L_{i+1} et V_i et une relation entre les phases à l'équilibre (L_i et V_i) en se déplaçant d'une extrémité à l'autre de la colonne. A chaque fois que l'on écrit une relation entre les phases à l'équilibre, on a un plateau théorique dont le nombre doit être suffisant pour atteindre la pureté souhaitée. L'estimation du nombre de plateaux théoriques permet de prévoir la hauteur de la colonne. Soulignons que le fonctionnement proposé sur la figure 11 est pratiquement sans intérêt car nous ne soutirons aucun produit et nous transférons la puissance fournie du bouilleur ϕ_B à l'eau du condenseur $\phi_C = \phi_B$, c'est un chauffe-eau.

à reflux total, on a $OB = OC$. Le constituant le plus volatil se concentre en haut de la colonne, x et y augmentent, avec simultanément une diminution de la température. En séparant le mélange benzène (1) - toluène (2) de composition $x_1 = 0,15$ on retrouve sur chaque plateau les compositions X_i, y_i de la figure 5. En affectant un indice i aux débits V Traus titres y et x correspondant à ceux du plateau i dont les phases sont issues, on doit distinguer :

* Les phases qui quittent un même plateau i : V_i, L_i, Y_i, X_i . Ces phases sont à l'équilibre mais $y_i \neq X_i$.

* Les phases qui se croisent V_{i+1} et L_i de titre y_{i+1} et X_i . Ces phases sont telles que $y_{i+1} = X_i$.

Figure 11 : Présentation des grandeurs dans une colonne à plateau fonctionnant à reflux total.

En se reportant à la figure 7, les titres des phases à l'équilibre sont repérables sur la courbe d'équilibre et dans notre cas sont celles des angles des marches. Les phases qui se croisent ont des fractions molaires représentées par des points de la bissectrice (intersection de la marche et de la contre-marche).

Ainsi, la construction qui consiste à faire des marches et des contre-marches (fig. 6 et 7) revient à considérer de façon alternée une relation entre les phases qui se croisent (L_{i+1} et V_i) et une relation entre les phases à l'équilibre (L_i et V_i) en se déplaçant d'une extrémité à l'autre de la colonne. A chaque fois que l'on écrit une relation entre les phases à l'équilibre, on a un plateau théorique dont le nombre doit être suffisant pour atteindre la pureté souhaitée. L'estimation du nombre de plateaux théoriques permet de prévoir la hauteur de la colonne. Soulignons que le fonctionnement proposé sur la figure 11 est pratiquement sans intérêt car nous ne soutirons aucun produit et nous transférons la puissance fournie du bouilleur OB à l'eau du condenseur $OC = OB$, c'est un chauffe-eau.

Lorsque nous avons une alimentation en continu et un soutirage des produits séparés cela provoque des modifications sur les valeurs des débits et des titres des phases circulant dans la colonne. En particulier les titres des phases qui se croisent ne sont plus égaux $y_i \neq x_{i+1}$. Il va falloir trouver alors une relation entre y_i et x_{i+1} en tenant compte des nouvelles conditions opératoires.

1.7. Rectification continue – Distillation à reflux fini

Pour un système ouvert au sens thermodynamique, le schéma simple d'une colonne fonctionnant en continu est représenté sur la figure 12. L'alimentation de la colonne par le mélange à séparer de débit F et de titre global g_F peut être introduit à l'état liquide, vapeur ou un mélange biphasique (liquide + vapeur) à l'équilibre. Le débit de l'alimentation est L'' ou V'' ou $L'' + V''$, et selon l'état physique a pour titre $g_F = x_F$ et $g_F = y_F$ et dans le cas d'une alimentation biphasique les titres x_F et y_F sont les coordonnées d'un point de la courbe d'équilibre.

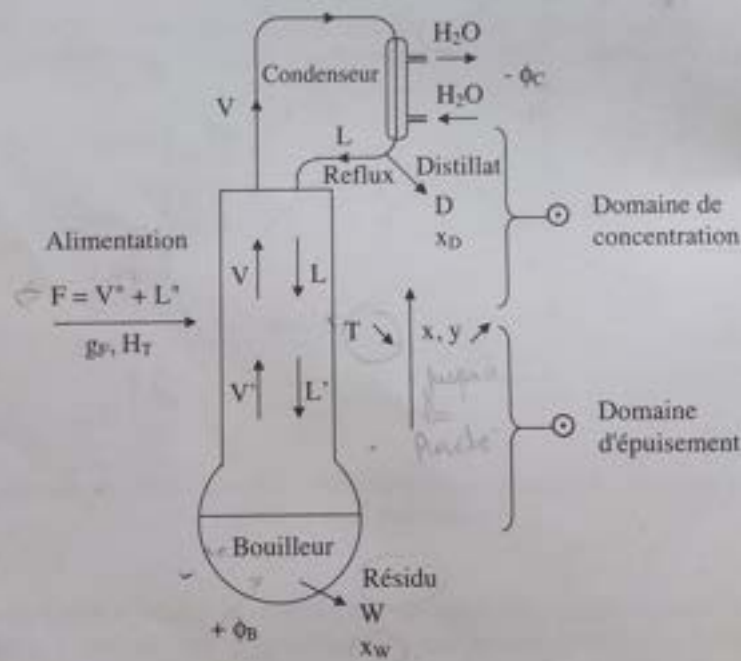


Figure 12 : Colonne de rectification continue.

Le positionnement de l'alimentation dans la colonne doit être appréhendé de façon précise compte tenu de sa composition (g_F , x_F , y_F) et de son enthalpie H_T . Cette alimentation sépare la colonne en deux domaines : au-dessus le domaine de concentration (du constituant le plus volatil) et en-dessous le domaine d'épuisement (en constituant le plus volatil).

(→)

Lorsque nous avons une alimentation en continu et un soutirage des produits séparés cela provoque des modifications sur les valeurs des débits et des titres des phases circulaire dans la colonne. En particulier les titres des phases qui se croisent ne sont plus égaux Y_i / X_{i+1} . Il va falloir trouver alors une relation entre y_i et X_{i+1} en tenant compte des nouvelles conditions opératoires.

1.7. Rectification continue - Distillation à reflux fini

Pour un système ouvert au sens thermodynamique, le schéma simple d'im colonne fonctionnant en continu est représenté sur la figure 12. L'alimentation de 1 colonne par le mélange à séparer de débit F et de titre global g_f peut être introduit à l'état liquide, vapeur ou un mélange biphasique (liquide + vapeur) à l'équilibre. Le débit de l'alimentation est L'' ou V'' ou $L'' + V''$, et selon l'état physique a pour titre $g_f = X_f$ et $g_f = y_f$ et dans le cas d'une alimentation biphasique les titres X_f et Y_f sont les coordonnées d'un point de la courbe d'équilibre.

Figure 12 : Colonne de rectification continue.

Le positionnement de l'alimentation dans la colonne doit être appréhendé de façon précise compte tenu de sa composition (g_f , X_f , Y_f) et de son enthalpie H_T . alimentation sépare la colonne en deux domaines : au-dessus le domaine de concentration (du constituant le plus volatil) et en-dessous le domaine d'épuisement (en constituant le plus volatil).

Le constituant le moins volatil se concentre dans le bouilleur qui reçoit l'apport énergétique ϕ_B . Le prélèvement du liquide (débit W et titre x_W) est le résidu. En haut de colonne la vapeur V est condensée. La puissance à récupérer (ϕ_C) doit tenir compte de V , de H_T apportée par l'alimentation et enfin de la chaleur fournie au bouilleur ϕ_B . Une partie du liquide condensé, riche en constituant volatil est prélevée à un débit D et à un titre x_D : le distillat. L'autre fraction du liquide condensée est réintroduit dans la partie supérieure de la colonne avec un débit L : le reflux. On peut fixer par des débitmètres le taux de reflux $R = \frac{L}{D}$. On peut par ailleurs écrire le bilan molaire des débits du condenseur soit $V = L + D$. On comprend déjà qu'il y a deux modes de fonctionnement limites.

Tout le liquide condensé est en reflux ($D = 0$) ; c'est le fonctionnement en reflux dit total ou infini. Tout ou une partie du liquide condensé est prélevé en D , c'est le fonctionnement à reflux partiel ou fini.

On comprend enfin que les débits de liquide et de vapeur dans la colonne peuvent être différents dans les domaines de concentration et d'épuisement $L \neq L'$ et $V \neq V'$ et qu'ils sont conditionnés par l'état thermique de l'alimentation.

1.8. Conclusions et objectifs

Dans des conditions classiques de fonctionnement il s'agit de déterminer la taille de la colonne, la chaleur à fournir au bouilleur ϕ_B et celle à récupérer au condenseur ϕ_C . Cela consiste à calculer des échangeurs de chaleur pour satisfaire les titres et les débits du distillat et du résidu (D , W , x_D , x_W) à partir d'une alimentation présentant des caractéristiques généralement imposées par une production en amont (F , g_F , H_T).

En régime permanent, des constructions graphiques permettent de prévoir le nombre de plateaux théoriques N_T pour effectuer cette séparation. Ce nombre est accessible mais suppose que l'équilibre théorique est atteint sur chaque plateau c'est-à-dire que le contact entre les bulles et le liquide soit suffisamment prolongé et la surface d'échange suffisante pour que les titres des phases qui quittent le plateau i (x_i et y_i) correspondent bien à des valeurs de la courbe d'équilibre fournie dans les ouvrages spécialisés. Si ces conditions sont satisfaisantes, l'efficacité de la colonne est $\mathcal{R} = 100\%$. Dans le cas contraire $\mathcal{R} < 100\%$, il s'agit alors de construire une colonne avec un nombre de plateaux réels $N_R > N_T$ tels que $N_R = \frac{N_T}{\mathcal{R}}$.

La première étape consiste donc à déterminer N_T au moyen de méthodes graphiques qui est le nombre minimum de plateaux nécessaires pour effectuer la séparation.

Le constituant le moins volatil se concentre dans le bouilleur qui reçoit l'apport énergétique OB. Le prélèvement du liquide (débit W et titre x_w) est le résidu. En haut de colonne la vapeur V est condensée. La puissance à récupérer (oc) doit tenir compte de V , de HT apportée par l'alimentation et enfin de la chaleur fournie au bouilleur OB. Une partie du liquide condensé, riche en constituant volatil, est prélevée à un débit D et à un titre XD : le distillat. L'autre fraction du liquide condensée est réintroduit dans la partie supérieure de la colonne avec un débit L : le reflux. On peut fixer par des débitmètres le taux de reflux $R = L/D$. On peut par ailleurs écrire le bilan molaire des débits du condenseur soit $V = L + D$. On comprend déjà qu'il y a deux modes de fonctionnement limites.

Tout le liquide condensé est en reflux ($D = 0$); c'est le fonctionnement en reflux dit total ou infini. Tout ou une partie du liquide condensé est prélevé en D , c'est le fonctionnement à reflux partiel ou fini.

On comprend enfin que les débits de liquide et de vapeur dans la colonne peuvent être différents dans les domaines de concentration et d'épuisement L/L' et V/V' et qu'ils sont conditionnés par l'état thermique de l'alimentation.

1.8. Conclusions et objectifs

Dans des conditions classiques de fonctionnement, il s'agit de déterminer la taille de la colonne, la chaleur à fournir au bouilleur OB et celle à récupérer au condenseur Oc . Cela consiste à calculer des échangeurs de chaleur pour satisfaire les titres et les débits du distillat et du résidu (D, W, XD, Xw) à partir d'une alimentation présentant des caractéristiques généralement imposées par une production en amont (F, gF, HT).

En régime permanent, des constructions graphiques permettent de prévoir le nombre de plateaux théoriques NT pour effectuer cette séparation. Ce nombre est accessible mais suppose que l'équilibre théorique est atteint sur chaque plateau c'est-à-dire que le contact entre les bulles et le liquide soit suffisamment prolongé et la surface d'échange suffisante pour que les titres des phases qui quittent le plateau i (X_i et y_i) correspondent bien à des valeurs de la courbe d'équilibre fournie dans les ouvrages spécialisés. Si ces conditions sont satisfaisantes, l'efficacité de la colonne est $R = 100\%$. Dans le cas contraire $R < 100\%$, il s'agit alors de construire une colonne avec un nombre

La première étape consiste donc à déterminer NT au moyen de méthodes graphiques qui est le nombre minimum de plateaux nécessaires pour effectuer la séparation.

RECTIFICATION CONTINUE - METHODE GRAPHIQUE DE MAC CABBIE ET THIELE

Etude de

2.1. Le principe

Selon la démarche que nous avons retenue en figure 7, nous nous appuyerons sur la courbe d'équilibre $y_i = f(x_i)$ donnant les compositions des phases vapeurs en équilibre avec les phases liquides. Dans le cas de la rectification continue, il nous faudra établir pour les conditions expérimentales retenues une relation entre les phases qui se croisent $y_i = f(x_{i+1})$ pour déterminer ensuite par construction le nombre de plateaux théoriques nécessaires à la séparation.

Dans ce qui va suivre nous effectuerons des bilans de matière et d'énergie. Nous avons le choix d'utiliser des grandeurs molaires ou massiques. Nous choisirons des grandeurs molaires de sorte que :

$D, F, W, V, V', V'', L, L', L''$: débits molaires [mol/h]

g_F, x_F, y_F, x_D : fractions molaires [-]

H_F : enthalpie molaire de l'alimentation [J/mol]

ϕ_B et ϕ_C : flux thermique ou puissance [W]

2.2. Bilans matière sur la colonne en régime permanent

Le bilan matière sur l'ensemble de la colonne (figure 12) conduit à :

* Bilan global $F = D + W$

* Bilan sur le constituant le plus volatil $F \cdot g_F = D \cdot x_D + W \cdot x_W$

Nous avons souligné que les débits de vapeur et de liquide étaient modifiés par l'introduction de l'alimentation F. Par ailleurs dans chaque domaine, colonne de concentration et colonne d'épuisement, les débits molaires des vapeurs et des liquides n'ont pas de raison d'être constants puisqu'ils s'enrichissent ou s'appauvrissent en constituant le plus volatil. Ainsi la variation des compositions conduit à une variation des débits à l'intérieur de chaque domaine.

Pour tenir compte de ces variations dans la colonne de concentration avec ses $n+1$ plateaux, les titres et les débits sont affectés d'un indice (figure 13). Le bilan matière en haut de la colonne où nous disposons de données expérimentales (valeurs de D, x_D , reflux) et un plateau n quelconque du domaine de concentration conduit :

au bilan global : $V_n = L_{n+1} + D$

au bilan sur le constituant le plus volatil : $V_n \cdot y_n = L_{n+1} \cdot x_{n+1} + D \cdot x_D$

Soit la relation :

$$y_n = \frac{L_{n+1}}{V_n} x_{n+1} + \frac{D}{V_n} x_D$$

RECTIFICATION CONTINUE - MÉTHODE GRAPHIQUE DE MAC CABE ET THIELE

2.1. Le principe

Selon la démarche que nous avons retenue en figure 7, nous nous appuierons sur la courbe d'équilibre $y_i = f(x_i)$ donnant les compositions des phases vapeurs en équilibre avec les phases liquides. Dans le cas de la rectification continue, il nous faudra établir pour les conditions expérimentales retenues une relation entre les phases qui se croisent $Y_i = f(X_{i+1})$ pour déterminer ensuite par construction le nombre de plateaux théoriques nécessaires à la séparation.

Dans ce qui va suivre nous effectuerons des bilans de matière et d'énergie. Nous avons le choix d'utiliser des grandeurs molaires ou massiques. Nous choisirons de grandeurs molaires de sorte que :

D, F, W, V, V', V'', L, L', L'' : débits molaires [mol/h]

GF, XF, YF, XD : fractions molaires [-]

HT: enthalpie molaire de l'alimentation [J/mol]

Ob et c : flux thermique ou puissance [W]

2.2. Bilans matière sur la colonne en régime permanent

Le bilan matière sur l'ensemble de la colonne (figure 12) conduit à :

* Bilan global $F=D+W$

* Bilan sur le constituant le plus volatil $F \cdot x_F = D \cdot x_D + W \cdot x_W$

Nous avons souligné que les débits de vapeur et de liquide étaient modifiés par l'introduction de l'alimentation F. Par ailleurs dans chaque domaine, colonne de concentration et colonne d'épuisement, les débits molaires des vapeurs et des liquides n'ont pas de raison d'être constants puisqu'ils s'enrichissent ou s'appauvrissent en constituant le plus volatil. Ainsi la variation des compositions conduit à une variation des débits à l'intérieur de chaque domaine.

Pour tenir compte de ces variations dans la colonne de concentration avec ses «l plateaux, les titres et les débits sont affectés d'un indice (figure 13). Le bilan matière entre le haut de la colonne où nous disposons de données expérimentales (valeurs de D, D reflux) et un plateau n quelconque du domaine de concentration conduit :

au bilan global : $V_n = L_{n+1} + D$.

au bilan sur le constituant le plus volatil : $V_n \cdot y_n = L_{n+1} \cdot x_{n+1} + D \cdot x_D$

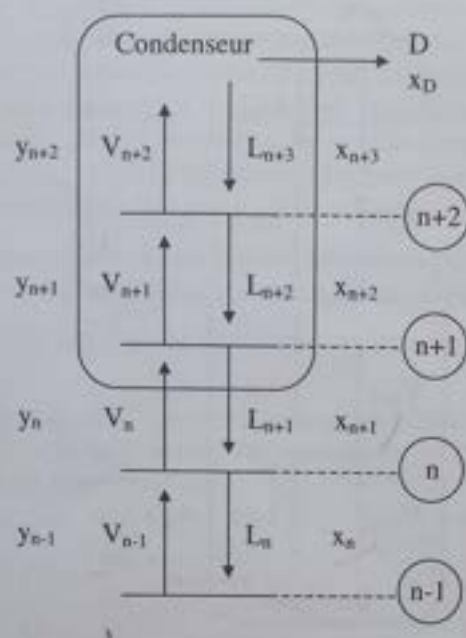


Figure 13 : Bilan matière dans la colonne de concentration.

Nous venons d'établir une relation entre des phases qui se croisent $y_n = f(x_{n+1})$ quel que soit le plateau n du domaine de concentration. C'est l'équation de la courbe opératoire de concentration qui peut se ramener à une droite moyennant des hypothèses sur les débits liquides (L) et les débits vapeur (V) dans cette colonne de concentration.

La figure 14 représente la colonne d'épuisement avec ses « m » plateaux, les débits et les titres des vapeurs et des liquides. Le bilan entre un plateau m quelconque et le bas de la colonne pour lequel nous disposons de données expérimentales (W et x_w) conduit :

au bilan global : $W + V_m = L_{m+1}$

au bilan sur le constituant le plus volatil : $W \cdot x_w + V_m \cdot y_m = L_{m+1} \cdot x_{m+1}$

Soit la relation :
$$y_m = \frac{L_{m+1}}{V_m} \cdot x_{m+1} - \frac{W}{V_m} \cdot x_w$$

Cette expression donne la relation entre des phases qui se croisent $y_m = f(x_{m+1})$ dans le domaine d'épuisement qui peut être une droite si l'on fait des hypothèses sur les débits liquide et vapeur.

Figure 13 : Bilan matière dans la colonne de concentration.

Nous venons d'établir une relation entre des phases qui se croisent $y_n = f(x_{n+1})$ quel que soit le plateau n du domaine de concentration. C'est l'équation de la courbe opératoire de concentration qui peut se ramener à une droite moyennant des hypothèses sur les débits liquides (L) et les débits vapeur (V) dans cette colonne de concentration.

La figure 14 représente la colonne d'épuisement avec ses « m » plateaux, les débits et les titres des vapeurs et des liquides. Le bilan entre un plateau m quelconque et le bas de la colonne pour lequel nous disposons de données expérimentales (W et X_w) conduit :

au bilan global : $W + V_m = L_{m+1}$

au bilan sur le constituant le plus volatil : $W.X_w + V_m.Y_m = L_{m+1} + X_{m+1}$

Cette expression donne la relation entre des phases qui se croisent $y_m = f(x_{m+1})$ dans le domaine d'épuisement qui peut être une droite si l'on fait des hypothèses sur les débits liquide et vapeur.

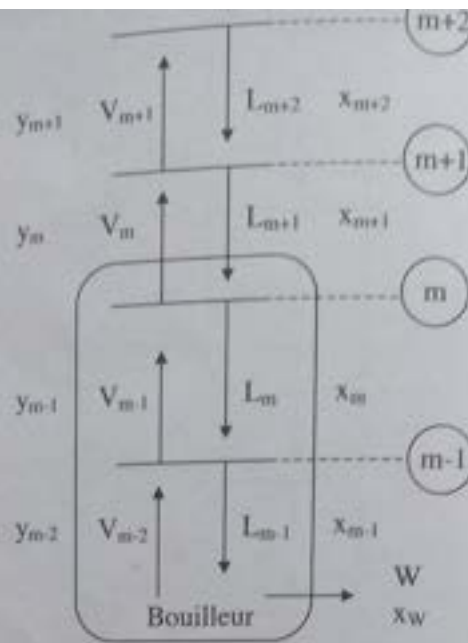


Figure 14 : Bilan matière dans la colonne d'épuisement.

2.3. Hypothèses de Mac Cabe et Thiele – Diagramme enthalpique d'un mélange

En toute rigueur, les débits molaires de vapeur et de liquide ne sont pas constants dans les domaines de concentration et d'épuisement. On peut néanmoins dans un certain nombre de cas lever cette contrainte qui simplifie la représentation graphique. Ceci revient de considérer les échanges d'énergie dans la colonne et d'analyser le diagramme enthalpique du mélange binaire à séparer. Selon la nature des constituants et les conditions opératoires retenues, des hypothèses simplificatrices peuvent être envisagées.

Pour ce qui concerne les conditions opératoires, on admet que la colonne est adiabatique et que les régimes thermiques et massiques permanents sont établis. Ceci signifie qu'il n'y a aucune perte calorifique par les parois de la colonne et que par conséquent la quantité de chaleur apportée au plateau p par la vapeur venant du plateau inférieur est celle consommée par les vapeurs produites sur ce même plateau en descendant du plateau supérieur.

Les propriétés thermodynamiques d'un mélange de 2 constituants à une pression fixée sont représentées sur un diagramme enthalpique (figure 15). Les axes des ordonnées représentent les compositions pour un corps pur. Les points C et D représentent les enthalpies des corps à l'ébullition. Les points A et B représentent les enthalpies des vapeurs saturantes. Les longueurs des segments AC et BD traduisent l'importance des enthalpies molaires de vaporisation des constituants purs. En dessous de la courbe AB (isobare d'ébullition) le liquide est froid, au-dessus de la courbe AB (isobare de rosée) la vapeur est dite surchauffée, entre les courbes CD et AB, il y a coexistence des phases liquides et vapeurs. La courbure des enthalpies molaires des liquides bouillants $h = f(x)$ et celle des enthalpies molaires des vapeurs saturantes $H = f(y)$ sont liées aux grandeurs

thermodynamiques dans le mélange. On dispose d'un quelconque des constituants prend vers un co presque parallèle.

* Les enthalpies $\Rightarrow AC \approx BD$

* Les enthalpies h_2 .

* Les enthalpies mélanges idéales courbes AB et

ΔH

Enthalpies molaires des liquides bouillants $h = f(x)$ courbe d'ébullition

Il résulte (régime permanent) ascendant de vapeur. Pour la colonne

Pour la colonne

Il faut donc dans chaque élément (donc le débit

Figure 14 : Bilan matière dans la colonne d'épuisement.

2.3. Hypothèses de Mac Cabe et Thiele - Diagramme enthalpique d'un mélange

En toute rigueur, les débits molaires de vapeur et de liquide ne sont pas constants dans les domaines de concentration et d'épuisement. On peut néanmoins dans un certain nombre de cas lever cette contrainte qui simplifie la représentation graphique. Ceci exige de considérer les échanges d'énergie dans la colonne et d'analyser le diagramme enthalpique du mélange binaire à séparer. Selon la nature des constitutions et des conditions opératoires retenues, des hypothèses simplificatrices peuvent être envisagées.

Pour ce qui concerne les conditions opératoires, on admet que la colonne est adiabatique et que les régimes thermiques et massiques permanents sont établis. Ceci signifie qu'il n'y a aucune perte calorifique par les parois de la colonne et que par conséquent la quantité de chaleur apportée au plateau par la vapeur venant du plateau inférieur est celle consommée par les vapeurs produites sur ce même plateau en direction du plateau supérieur.

Les propriétés thermodynamiques d'un mélange de 2 constituants à une pression P fixée sont représentées sur un diagramme enthalpique (figure 15). Les axes des ordonnées représentent les compositions pour un corps pur. Les points C et D représentent les enthalpies des corps à l'ébullition. Les points A et B représentent les vapeurs saturantes. Les longueurs des segments AC et BD traduisent l'importance des enthalpies molaires de vaporisation des constituants purs. En dessous de la courbe CD (isobare d'ébullition) le liquide est froid, au-dessus de la courbe AB (isobare de rosée) la vapeur est dite surchauffée, entre les courbes CD et AB, il y a liquides et vapeurs. La courbure des enthalpies molaires des liquide bouillants $h = f(x)$ et celle des enthalpies molaires des vapeurs saturantes $H = f(y)$ sont liées aux grandeurs

thermodynamiques de mélange qui dépendent des proportions x et y de chaque constituant dans le mélange et bien entendu de la nature des constituants (1 et 2) du mélange. Quand on dispose d'un tel diagramme enthalpique, on peut en déduire l'enthalpie d'un mélange quelconque dès que l'on connaît sa composition et sa température. Lorsque les deux constituants présentent une structure moléculaire proche (benzène et toluène), le mélange tend vers un comportement idéal. Le diagramme enthalpique est constitué de deux droites presque parallèles et horizontales lorsque les trois conditions suivantes sont remplies :

- * Les enthalpies molaires de vaporisation des constituants purs sont voisines $\Delta H_{v1} = \Delta H_{v2} \Rightarrow AC = BD$. Cette particularité est rare même pour des mélanges idéaux.
- * Les enthalpies molaires des liquides bouillants des constituants purs sont proches : $h_1 = h_2$.
- * Les enthalpies de mélange des liquides et des vapeurs sont nulles, ce qui est vrai pour les mélanges idéaux. Cela se traduit par des enthalpies de mélange $h^m = H^m = 0$. Les courbes AB et CD sont alors des droites.

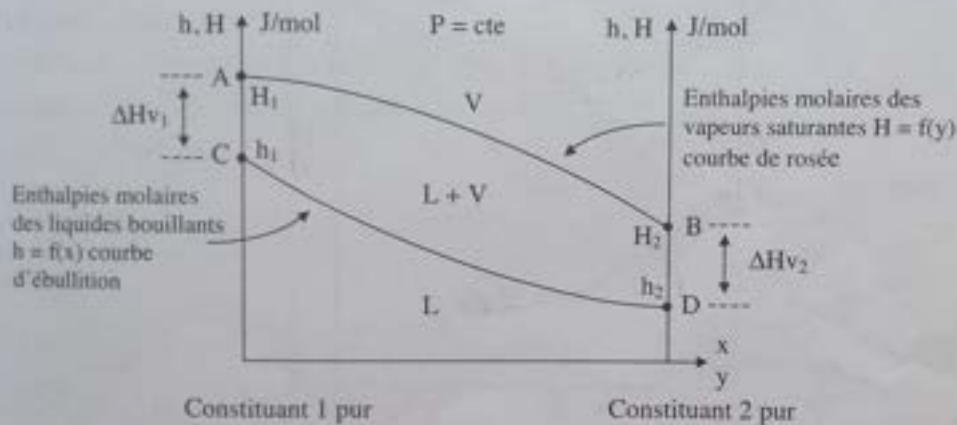


Figure 15 : Diagramme enthalpique d'un binaire.

Il résulte de ces hypothèses thermodynamiques et des conditions opératoires (régime permanent et adiabaticité) que les débits molaires descendant de liquide et ascendant de vapeur sont constants, soit :

Pour la colonne de concentration

$$V_{n+1} = V_n = V_{n-1} = \dots V$$

$$L_{m+1} = L_m = L_{m-1} = \dots L$$

Pour la colonne d'épuisement

$$V_{m+1} = V_m = V_{m-1} = V'$$

$$L_{n+1} = L_n = L_{n-1} = L'$$

Il faut donc conclure que si les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont acceptables dans chaque élément de volume liquide ou vapeur de la colonne, le nombre de moles (donc le débit molaire) est constant. En revanche, comme il y a un gradient de

thermodynamiques de mélange qui dépendent des proportions x et y de chaque constituant dans le mélange et bien entendu de la nature des constituants (1 et 2) du mélange. Quand on dispose d'un tel diagramme enthalpique, on peut en déduire l'enthalpie d'un mélange quelconque dès que l'on connaît sa composition et sa température. Lorsque les deux Constituants présentent une structure moléculaire proche (benzène et toluène), le mélange tend vers un comportement idéal. Le diagramme enthalpique est constitué de deux droites presque parallèles et horizontales lorsque les trois conditions suivantes sont remplies :

- * les enthalpies molaires de vaporisation des constituants purs sont voisins $AH_1 = AH_2$

-AC-BD. Cette particularité est rare même pour des mélanges idéaux.

- * Les enthalpies molaires des liquides bouillants des constituants purs sont proches : $h_1 = h_2$.

- * Les enthalpies de mélange des liquides et des vapeurs sont nulles, ce qui est vrai pour les mélanges idéaux. Cela se traduit par des enthalpies de mélange $h_m = H_m = 0$. Les courbes AB et CD sont alors des droites.

Enthalpies molaires des vapeurs saturantes $H = f(y)$ courbe de rosée

Enthalpies molaires des liquides bouillants $h = f(x)$ courbe d'ébullition

Figure 15 : Diagramme enthalpique d'un binaire.

Il résulte de ces hypothèses thermodynamiques et des conditions opératoires (régime permanent et adiabaticité) que les débits molaires descendant de liquide et ascendant de vapeur sont constants, soit :

Il faut donc conclure que si les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont acceptables dans chaque élément de volume liquide ou vapeur de la colonne, le nombre de moles (donc le débit molaire) est constant. En revanche, comme il y a un gradient de

concentration sur chaque tronçon (concentration et épuisement), car la fraction molaire constituant le plus volatil augmente en haut de colonne, la masse (donc le débit molaire) d'un élément de volume n'est pas constant le long de la colonne.

→ 2.4. Construction de Mac Cabe et Thiele

Lorsque les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont satisfaisantes, les équations opératoires sont simplifiées en éliminant les indices sur les débits (figure 16).

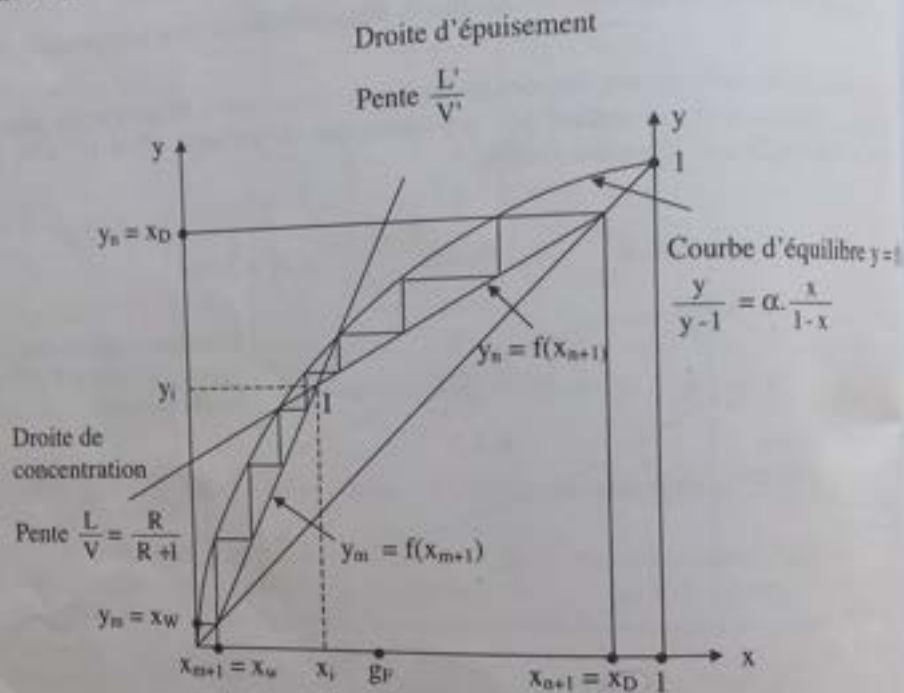


Figure 16 : Concentration de type Mac Cabe et Thiele.

Le bilan matière dans le domaine de concentration se ramène à l'équation d'une droite

$$y_n = \frac{L}{V} x_{n+1} + \frac{D}{V} x_D \quad (1)$$

Au condenseur nous avons les deux relations $V = L + D$ et $R = \frac{L}{D}$ qui conduisent à :

$$y_n = \frac{R}{R+1} x_{n+1} + \frac{1}{R+1} x_D \quad (2)$$

concentration sur chaque tronçon (concentration et épuisement), car la fraction molaire du constituant le plus volatil augmente en haut de colonne, la masse (donc le débit massique) d'un élément de volume n'est pas constant le long de la colonne.

2.4. Construction de Mac Cabe et Thiele

Lorsque les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont satisfaisantes, les équations des courbes opératoires sont simplifiées en éliminant les indices sur les débits (figure 16).

Figure 16 : Concentration de type Mac Cabe et Thiele.

Cette droite de concentration qui donne les compositions (x_{n+1}, y_n) des phases qui se croisent pour des conditions expérimentales données $(x_D$ et $R)$ a pour pente $\frac{L}{V} = \frac{R}{R+1} \leq 1$ et passe par le point (x_D, x_D) .

Le bilan matière dans le domaine d'épuisement se ramène également à l'équation d'une droite :

$$y_m = \frac{L'}{V'} x_{m+1} - \frac{W}{V'} x_W \quad (3)$$

Au bouilleur nous avons les deux relations $L' = V' + W$ et $R' = \frac{V'}{W}$ (taux de rebouillage) on obtient :

$$y_m = \frac{R'+1}{R'} x_{m+1} - \frac{1}{R'} x_W \quad (4)$$

Cette droite d'épuisement qui donne les compositions des (x_{m+1}, y_m) des phases qui se croisent pour des conditions expérimentales données (x_W, R') a pour pente $\frac{L'}{V'} = \frac{R'+1}{R'} \geq 1$ et passe par le point (x_W, x_W) .

Les deux droites opératoires se coupent en un point $I(x_i, y_i)$ qui se situe entre deux positions extrêmes et correspond au passage du domaine de concentration ou domaine d'épuisement.

* Lorsque le point I est sur la bissectrice du diagramme isobare $y = f(x)$, on a l'égalité des pentes $\frac{L}{V} = \frac{L'}{V'} = 1 \Rightarrow L = L' = V = V'$.

L'égalité $y_i = \frac{L}{V} x_i + \frac{D}{V} x_D = \frac{L'}{V'} x_i - \frac{W}{V'} x_W$ conduit à $Dx_D + Wx_W = 0$ puisque $x_D \neq 0$ et $x_W \neq 0$ on obtient $D = W = 0$ donc $F = 0$. C'est le fonctionnement à reflux total.

* Lorsque le point I est sur la courbe d'équilibre, on peut montrer alors que $(x_i, y_i) = (x_F, y_F)$ c'est-à-dire les coordonnées des fractions molaires des phases de l'alimentation F . C'est le fonctionnement à reflux minimum.

Nous verrons plus loin la signification et les conséquences pratiques de ces deux situations. Nous pouvons d'ores et déjà retenir que le lieu des points d'intersection des deux droites de concentration et d'épuisement est lié à la composition globale de l'alimentation (g_F) et à son état thermique (x_F, y_F) .

La connaissance des deux droites opératoires suffit pour évaluer le nombre de plateaux théoriques (figure 16). Le tracé du nombre de plateaux peut être débuté soit au point (x_D, x_D) , soit au point (x_W, x_W) . Le schéma de la colonne montre que $y_n = x_D = x_{n+1}$ et que $y_m = x_W = x_{m+1}$.

Cette droite de concentration qui donne les compositions (X_{n+1} , y_n) des phases qui se croisent pour des conditions expérimentales données (X_D et R) a pour pente $L/V = R/R+1 + 1$ et passe par le point (X_D , X_D).

Le bilan matière dans le domaine d'épuisement se ramène également à l'équation d'une droite :
(3)

Au bouilleur nous avons les deux relations $L' = V' + W$ et $R' = V'/W$ (taux de rebouillage)

Cette droite d'épuisement qui donne les compositions des (X_{m+1} , Y_m) des phases qui se croisent pour des conditions expérimentales données (X_w , R') a pour pente $L'/V' = R' + 1/R' + 1$ et passe par le point (X_w , X_w).

Les deux droites opératoires se coupent en un point $I(X_i, y_i)$ qui se situe entre deux positions extrêmes et correspond au passage du domaine de concentration ou domaine d'épuisement.

* Lorsque le point I est sur la bissectrice du diagramme isobare $y = f(x)$, on a l'égalité des pentes $L/V = L'/V' = 1 \Rightarrow L = L' = V = V'$.

Lorsque le point I est sur la courbe d'équilibre, on peut montrer alors que $(X_i, y_i) = (X_F, Y_F)$ c'est-à-dire les coordonnées des fractions molaires des phases de l'alimentation F . C'est le fonctionnement à reflux minimum.

Nous verrons plus loin la signification et les conséquences pratiques de ces deux situations. Nous pouvons d'ores et déjà retenir que le lieu des points d'intersection des deux droites de concentration et d'épuisement est lié à la composition globale de l'alimentation (g_F) et à son état thermique (X_F , Y_F).

La connaissance des deux droites opératoires suffit pour évaluer le nombre de plateaux théoriques (figure 16). Le tracé du nombre de plateaux peut être débuté soit au point (X_D , X_D), soit au point (X_w , X_w). Le schéma de la colonne montre que $y_n = X_D = X_{n+1}$

et que $y_m = X_w = X_{m+1}$.

Le principe consiste à faire des marches d'escalier en s'appuyant alternativement sur les droites opératoires puis sur la courbe d'équilibre c'est-à-dire de se déplacer récurrence le long de la colonne en écrivant alternativement la relation entre les phases se croisent $y_n = f(x_{n+1})$ et celles à l'équilibre $y_n = f(x_n)$.

Lorsque l'on franchit le point I on passe du domaine de concentration au domaine d'épuisement, on s'appuie sur l'autre droite opératoire. Le nombre de plateaux correspond au nombre de marches qui peut être fractionnaire. Rappelons qu'à la surface du liquide dans le bouilleur un équilibre s'établit entre les deux phases, il s'agit donc d'un plateau

2.5. Droite d'alimentation - Etat thermique de l'alimentation de la colonne

2.5.1. Etat thermique de l'alimentation de la colonne

L'alimentation de débit F et de composition globale g_F est introduite à la température telle qu'elle va agir sur les débits en terme de liquide et de vapeur dans la colonne. En effet, celle-ci peut être constituée uniquement de vapeur V'' , uniquement de liquide L'' , ou d'un mélange biphasique $L'' + V''$. La figure 17 envisage 5 situations distinctes sur le diagramme isobare. La situation dépendra de sa température par rapport à la température d'ébullition T_{LB} et la température de la vapeur saturante T_{VS} pour la composition g_F considérée.

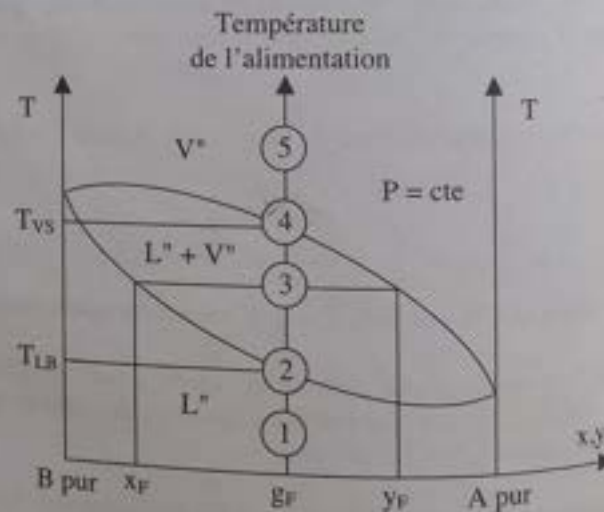


Figure 17 : Représentation de l'alimentation de composition g_F selon son état thermique

Etude de la distillation

Cas	Température de l'alimentation
1	$T < T_{LB}$
2	$T = T_{LB}$
3	$T_{LB} < T < T_{VS}$
4	$T = T_{VS}$
5	$T > T_{VS}$

Les fractions molaires sont les suivantes :

$$x_F = \frac{n_A}{n_A + n_B}$$

avec n : nombre de moles

Dans le cas de l'équilibre thermodynamique, on a :

2.5.2. Position de la droite d'alimentation

Comme on connaît son état thermique, on peut tracer la droite d'alimentation.

On sait que la température de la colonne est constante.

Fig

Le principe consiste à faire des marches d'escalier en s'appuyant alternativement sur les droites opératoires puis sur la courbe d'équilibre c'est-à-dire de se déplacer par récurrence le long de la colonne en écrivant alternativement la relation entre les phases qui se croisent $y_n = f(x_{n+1})$ et celles à l'équilibre $y_n = f(x)$.

Lorsque l'on franchit le point I on passe du domaine de concentration au domaine d'épuisement, on s'appuie sur l'autre droite opératoire. Le nombre de plateaux correspond au nombre de marches qui peut être fractionnaire. Rappelons qu'à la surface du liquide dans le bouilleur un équilibre s'établit entre les deux phases, il s'agit donc d'un plateau.

2.5. Droite d'alimentation - Etat thermique de l'alimentation de la colonne

2.5.1. Etat thermique de l'alimentation de la colonne

L'alimentation de débit F et de composition globale gF est introduite à une température telle qu'elle va agir sur les débits en terme de liquide et de vapeur de la colonne. En effet, celle-ci peut être constituée uniquement de vapeur V'' uniquement de liquide L'' , ou d'un mélange biphasique $L'' + V''$. La figure 17 envisage 5 cm distincts sur le diagramme isobare. La situation dépendra de sa température par rapport à la température d'ébullition T_{lb} et la température de la vapeur saturante T_{vs} pour la composition gF considérée.

Figure 17 : Représentation de l'alimentation de composition gF selon son état thermique.

Cas	Température de l'alimentation T	Nature des fluides	Débits de l'alimentation	Composition de(s) phase(s)
1	$T < T_{LB}$	Liquide froid	$F = L^*$ froid	$g_F = x_F$
2	$T = T_{LB}$	Liquide bouillant	$F = L^*$	$g_F = x_F$
3	$T_{LB} < T < T_{VS}$	Liquide bouillant + vapeur saturante	$F = L^* + V^*$	$L^* : x_F$ et $V^* : y_F$
4	$T = T_{VS}$	Vapeur saturante	$F = V^*$	$g_F = y_F$
5	$T > T_{VS}$	Vapeur surchauffée	$F = V^*$ surchauffée	$g_F = y_F$

Les fractions molaires des phases en constituant le plus volatil (A) sont les suivantes :

$$x_F = \frac{n_A^L}{n_A^L + n_B^L} \quad y_F = \frac{n_A^V}{n_A^V + n_B^V} \quad g_F = \frac{n_A^V + n_A^L}{n_A^V + n_A^L + n_B^V + n_B^L} = \frac{n_A}{n_A + n_B}$$

avec n : nombre de moles ; A : constituant A ; B : constituant B ; L : liquide ; V : vapeur

Dans le cas d'une alimentation biphasique, les phases liquide et vapeur sont à l'équilibre thermodynamique de sorte que le point (x_F, y_F) se trouve sur la courbe d'équilibre du mélange.

2.5.2. Position de l'alimentation dans la colonne

Comme nous venons de le voir, l'alimentation se caractérise par sa composition et son état thermique (sa température T).

On sait qu'une colonne en fonctionnement (fig. 18) fait apparaître un gradient de température et de concentration en constituant le plus volatil entre les 2 extrémités de la colonne.

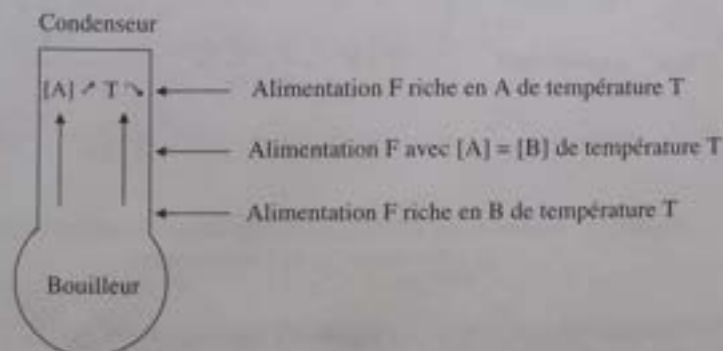


Figure 18 : Gradients de concentration en constituant le plus volatil (A) et de température de la colonne T'.

Cas

Température de l'alimentation T

Nature des fluides

Débits de l'alimentation

Composition de(s) phase(s)

1 Liquide froid

2 Liquide bouillant

3 Liquide bouillant + vapeur saturante

4 Vapeur saturante

5 Vapeur surchauffée

Les fractions molaires des phases en constituant le plus volatil (A) sont les suivantes :...

avec n : nombre de moles ; A: constituant A; B: constituant B; L: liquide ; V: vapeur

Dans le cas d'une alimentation biphasique, les phases liquide et vapeur sont à l'équilibre thermodynamique de sorte que le point (XF, YF) se trouve sur la courbe d'équilibre du mélange.

2.5.2. Position de l'alimentation dans la colonne

Comme nous venons de le voir, l'alimentation se caractérise par sa composition et son état thermique (sa température T).

On sait qu'une colonne en fonctionnement (fig. 18) fait apparaître un gradient de température et de concentration en constituant le plus volatil entre les 2 extrémités de la colonne.

Condenseur

Alimentation F riche en A de température T

Alimentation F avec $[A] = [B]$ de température T

Alimentation F riche en B de température T

Bouilleur

Figure 18: Gradients de concentration en constituant le plus volatil (A) et de température de la colonne T .

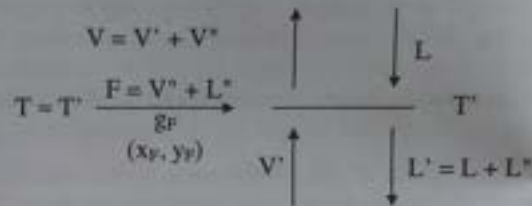
On cherchera à positionner l'alimentation de manière à perturber le moins possible ces gradients. Le principe retenu consiste à ne pas perturber la composition locale c'est-à-dire que la hauteur d'introduction du mélange de l'alimentation sera choisi en faisant coïncider le mieux possible la fraction molaire du constituant le plus volatil de l'alimentation avec celle de la colonne en fonctionnement.

Ce choix a pour conséquence que l'alimentation modifiera les conditions thermiques de la colonne dans les proportions qui dépendra de l'écart de température ($T - T'$) entre l'alimentation et celle de la colonne au lieu d'introduction. C'est ainsi que l'état thermique de l'alimentation modifiera les débits liquide ou vapeur de la colonne.

On comprend bien (fig. 19) que si l'alimentation est un mélange biphasique, la perturbation thermique dans la colonne sera faible ($T = T'$) puisque tout au long de la colonne le mélange est biphasique. Les débits vapeurs et liquides en aval du plateau d'alimentation seront $V = V' + V^*$ et $L' = L + L^*$.

Alimentation biphasique

$$T_{VS} < T < T_{LB}$$

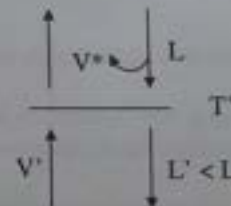


Alimentation monophasique

$T \geq T_{VS}$ Vapeur surchauffée :

$$V = V' + V^* + V^*$$

$$T > T' \quad \frac{F = V^*}{g_F = y_F}$$



$T \leq T_{LB}$ Liquide froid :

$$T < T' \quad \frac{F = L^*}{g_F = x_F}$$

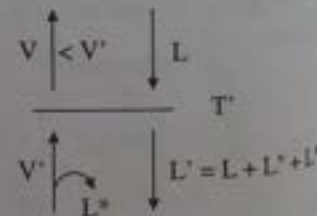


Figure 19 : Variation des débits vapeur et liquide de la colonne en fonction de l'état thermique de l'alimentation.

Lorsque l'alimentation est à l'état vapeur saturante ($T = T_{LS}$), seul le débit vapeur est modifié $V = V' + V^*$ avec $L = L'$.

On cherchera à positionner l'alimentation de manière à perturber le moins possible ces gradients. Le principe retenu consiste à ne pas perturber la composition locale c'est-à-dire que la hauteur d'introduction du mélange de l'alimentation sera choisi en faisant coïncider le mieux possible la fraction molaire du constituant le plus volatil de l'alimentation avec celle de la colonne en fonctionnement.

Ce choix a pour conséquence que l'alimentation modifiera les conditions thermiques de la colonne dans les proportions qui dépendra de l'écart de température ($T - T'$) entre l'alimentation et celle de la colonne au lieu d'introduction. C'est ainsi que le thermique de l'alimentation modifiera les débits liquide ou vapeur de la colonne.

On comprend bien (fig. 19) que si l'alimentation est un mélange biphasique, la perturbation thermique dans la colonne sera faible ($T = T'$) puisque tout au long de la colonne le mélange est biphasique. Les débits vapeurs et liquides en aval du plateau d'alimentation seront $V = V' + V''$ et $L' = L + L''$.

* Alimentation biphasique

* Alimentation monophasique...

Vapeur surchauffée :...

Liquide froid :...

Figure 19 : Variation des débits vapeur et liquide de la colonne en fonction de l'état thermique de l'alimentation.

Lorsque l'alimentation est à l'état vapeur saturante ($T = T_{ls}$), seul le débit vapeur est modifié $V = V' + V''$ avec $L = L'$.

Lorsque l'alimentation est à l'état de liquide bouillant ($T = T_{LB}$), seul le débit liquide est modifié $L' = L + L^*$ avec $V = V'$.

Si l'alimentation est une vapeur surchauffée, le débit vapeur au dessus de l'alimentation sera égal à $V = V' + V^* + V^*$. Le débit V^* est issu de la vaporisation partielle du liquide L qui descend du plateau supérieur produit par l'énergie en excès ($T - T'$) contenue dans l'alimentation surchauffée avec corrélativement $L' < L$.

Si l'alimentation est un liquide froid, elle condense en partie la vapeur V' en un liquide de débit L^* dont la valeur dépendra de l'écart de température $T' - T$ avec pour conséquence $V < V'$. Le débit de liquide en dessous de l'alimentation sera donc $L' = L + L^* + L^*$.

Pour connaître la valeur des débits de liquide et de vapeur circulant dans la colonne, il est nécessaire de considérer les bilans matière et énergie au niveau du plateau d'alimentation.

2.5.3. Bilan sur le plateau d'alimentation

Une alimentation de composition g_F est introduite sur le plateau i dont la composition (x_i, y_i) est la plus proche possible de celle de l'alimentation liquide (x_F), vapeur (y_F) ou biphasique (x_F, y_F).

En toute rigueur les débits de vapeur V et V' et liquide L et L' ont des compositions et des enthalpies distinctes de part et d'autre du plateau i (figure 20) au niveau $i + \epsilon$ et au niveau $i - \epsilon$.

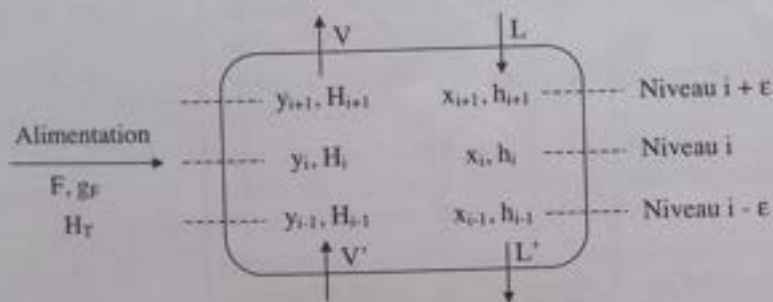


Figure 20 : Bilan matière et énergie sur le plateau d'alimentation.

• Bilan matière sur le plateau d'alimentation

$$F + L + V' = V + L' \text{ soit } F = (L' - L) + (V - V')$$

Si on considère qu'au voisinage du niveau i d'alimentation les compositions ne sont pas ou peu modifiées entre $i + \epsilon$ et $i - \epsilon$, on peut écrire les égalités :

- pour les liquides : $x_{i+\epsilon} = x_{i-\epsilon} = x_i$
- pour les vapeurs : $y_{i+\epsilon} = y_{i-\epsilon} = y_i$

Lorsque l'alimentation est à l'état de liquide bouillant ($T = T_{lb}$), seul le débit liquide est modifié $L' = L + L''$ avec $V = V'$.

Si l'alimentation est une vapeur surchauffée, le débit vapeur au dessus de l'alimentation sera égal à $V = V' + V'' + V^*$. Le débit V^* est issu de la vaporisation partielle du liquide L qui descend du plateau supérieur produit par l'énergie en excès $(T - T')$ contenue dans l'alimentation surchauffée avec corrélativement $L' < L$.

Si l'alimentation est un liquide froid, elle condense en partie la vapeur V' en un liquide de débit L^* dont la valeur dépendra de l'écart de température $T' - T$ avec pour conséquence $V < V'$. Le débit de liquide en dessous de l'alimentation sera donc $L' = L + L'' + L^*$.

Pour connaître la valeur des débits de liquide et de vapeur circulant dans la colonne, il est nécessaire de considérer les bilans matière et énergie au niveau du plateau d'alimentation.

2.5.3. Bilan sur le plateau d'alimentation

Une alimentation de composition g_f est introduite sur le plateau i dont la composition (X_i, y_i) est la plus proche possible de celle de l'alimentation liquide (X_F), vapeur (y_p) ou biphasique (X_f, Y_F).

En toute rigueur les débits de vapeur V et V' et liquide L et L' ont des compositions et des enthalpies distinctes de part et d'autre du plateau i (figure 20) au niveau $i + \epsilon$ et au niveau $i - \epsilon$.

Figure 20 : Bilan matière et énergie sur le plateau d'alimentation.

• Bilan matière sur le plateau d'alimentation

$$F + L + V' = V + L' \text{ soit } F = (L' - L) + (V - V')$$

Si on considère qu'au voisinage du niveau i d'alimentation les compositions ne sont pas ou peu modifiées entre $i + \epsilon$ et $i - \epsilon$, on peut écrire les égalités : - pour les liquides : $X_{i-\epsilon} = X_{i+\epsilon} = X_i$ - pour les vapeurs : $Y_{i-\epsilon} = Y_{i+\epsilon} = Y_i$

Le bilan sur le constituant le plus volatil devient alors :

$$Fg_F = (L' - L) x_i + (V - V') y_i$$

Soit : $[(L' - L) + (V - V')] g_F = (L' - L) x_i + (V - V') y_i$

ou encore : $\frac{y_i - g_F}{x_i - g_F} = \frac{L' - L}{V' - V} = \beta$ (5)

Il apparaît donc que le point I (figure 21) de coordonnées x_i et y_i est situé sur une droite qui passe par le point F de coordonnées (g_F, g_F) avec une pente $\beta = \frac{L' - L}{V' - V}$. C'est la droite d'alimentation.

Le point I (x_i, y_i) donne donc les compositions des phases qui se croisent sur le plateau d'alimentation. Il est le point d'intersection des 3 droites : droites de concentration, d'épuisement et d'alimentation.

Comme nous l'avons vu en 2.5.1. et 2.5.2. l'état thermique de l'alimentation modifie les débits vapeurs (V et V') et/ou liquides (L , L'). Cet état thermique fixera donc la valeur de la pente β qui peut être évaluée en effectuant le bilan d'énergie sur le plateau d'alimentation.

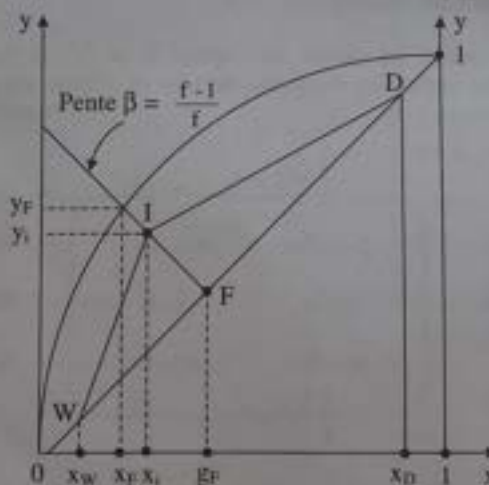


Figure 21 : Droite d'alimentation : lieu des points d'intersection des droites de concentration et d'épuisement.

• Bilan d'énergie sur le plateau d'alimentation

De la même façon que pour le bilan matière on peut considérer que les enthalpies sont faiblement modifiées de part et d'autre du plateau d'alimentation i (figure 20).

Etude de la distillation

On a pour les

pour les

Le bilan matière

Soit :

avec H_T :

h_i :

H_i :

s

• Signification

Pour considérer le

inférieure à la
Une pa
dans la colonne
d'enrichissement

Ainsi : $L' - L$

$V - V'$

$\frac{V - V'}{F}$

$\frac{L' - L}{F}$

La pente de la

Le bilan d'énergie

Le bilan sur le constituant le plus volatil devient alors :

$$F_{gp} = (L' - L) x_i + (V - V') y_i$$

$$\text{Soit : } [(L' - L) + (V - V')] g_f = (L' - L) x_i + (V - V') y_i$$

$$\text{ou encore : } y_i - g_f / x_i - g_f = L' - L / V' - V = B \quad (5)$$

Il apparaît donc que le point I (figure 21) de coordonnées x_i et y_i est situé sur une droite qui passe par le point F de coordonnées (g_F, g_F) avec une pente $B = L' - L / V' - V$. C'est la droite d'alimentation.

Le point I (X_i, Y_i) donne donc les compositions des phases qui se croisent sur le plateau d'alimentation. Il est le point d'intersection des 3 droites : droites de concentration, d'épuisement et d'alimentation.

Comme nous l'avons vu en 2.5.1. et 2.5.2. l'état thermique de l'alimentation modifie les débits vapeurs (V et V') et/ou liquides (L, L'). Cet état thermique fixera donc la valeur de la pente B qui peut être évaluée en effectuant le bilan d'énergie sur le plateau d'alimentation.

Figure 21 : Droite d'alimentation : lieu des points d'intersection des droites de concentration et d'épuisement.

- Bilan d'énergie sur le plateau d'alimentation

De la même façon que pour le bilan matière on peut considérer que les enthalpies sont faiblement modifiées de part et d'autre du plateau d'alimentation i (figure 20).

On a pour les liquides $h_{i,c} = h_{i,e} = h_i$

pour les vapeurs $H_{i,c} = H_{i,e} = H_i$

Le bilan matière global pondéré par les enthalpies de chaque courant conduit à :

$$F.H_T + L.h_i + V'.H_i = L'.h_i + V.H_i$$

Soit :

$$H_T = \frac{L' - L}{F} h_i + \frac{V - V'}{F} H_i \quad (6)$$

avec H_T : enthalpie molaire globale de l'alimentation

h_i : enthalpie molaire du liquide de composition x_i à la température d'ébullition

H_i : enthalpie molaire de la vapeur de composition y_i à la température de vapeur saturante qui croise le liquide d'enthalpie h_i

• Signification des grandeurs

Pour comprendre la signification physique de chaque terme du bilan d'énergie, considérons le cas particulier d'une alimentation sous forme liquide à une température inférieure à la température du mélange sur le plateau i d'alimentation.

Une partie de l'alimentation introduite dans la colonne reste liquide et descend dans la colonne d'épuisement, le complément est vaporisé et monte dans la colonne d'enrichissement.

Ainsi : $L' - L$ représente l'excédent de liquide qui s'écoule en-dessous du niveau de l'alimentation

$V - V'$ représente l'excédent de vapeur qui s'écoule au-dessus du niveau de l'alimentation.

$\frac{V - V'}{F} = f$ représente la fraction vapeur de l'alimentation qui s'écoule au-dessus du niveau de l'alimentation plus communément appelé fraction de l'alimentation à l'état vapeur

$\frac{L' - L}{F} = 1 - f$ représente la fraction liquide de l'alimentation qui s'écoule en-dessous du niveau de l'alimentation plus communément appelée fraction de l'alimentation à l'état liquide

La pente de la droite d'alimentation est donc :

$$\beta = \frac{L' - L}{V - V'} = \frac{1 - f}{f} \quad (7)$$

Le bilan d'énergie (6) peut donc s'écrire :

$$F.H_T = (1 - f) h_i + f H_i \text{ soit } f = \frac{H_T - h_i}{H_i - h_i}$$

On a pour les liquides $h_{i+e} = h_{i-e} = h_i$

pour les vapeurs $H_{i+e} = H_{i-e} = H_i$

Le bilan matière global pondéré par les enthalpies de chaque courant conduit à :

$$F.H_T + L.h_i + V'.H_i = L'.h_i + V.H_i$$

$$\text{Soit : } H_T = (L'/F)h_i + (V-V')/F.H_i \quad (6)$$

avec:

H_T : enthalpie molaire globale de l'alimentation

h_i : enthalpie molaire du liquide de composition x_i à la température d'ébullition

H_i : enthalpie molaire de la vapeur de composition y_i à la température de vapeur saturante qui croise le liquide d'enthalpie h_i

• Signification des grandeurs

Pour comprendre la signification physique de chaque terme du bilan d'énergie, considérons le cas particulier d'une alimentation sous forme liquide à une température inférieure à la température du mélange sur le plateau i d'alimentation.

Une partie de l'alimentation introduite dans la colonne reste liquide et descend dans la colonne d'épuisement, le complément est vaporisé et monte dans la colonne d'enrichissement.

Ainsi :

$L'-L$ représente l'excédent de liquide qui s'écoule en-dessous du niveau de l'alimentation

$V-V'$ représente l'excédent de vapeur qui s'écoule au-dessus du niveau de l'alimentation.

$V-V'/F$ représente la fraction vapeur de l'alimentation qui s'écoule au dessus du niveau de l'alimentation plus communément appelé fraction de l'alimentation à l'état vapeur

$L'-L/F = 1-f$ représente la fraction liquide de l'alimentation qui s'écoule au dessous du niveau de l'alimentation plus communément appelée fraction de l'alimentation à l'état liquide

La pente de la droite d'alimentation est donc :

$$B = (L'-L)/(V-V') = (1-f)/f \quad (7)$$

Le bilan d'énergie (6) peut donc s'écrire :

$$F.H_T = (1-f)h_i + fH_i \text{ soit } f = (H_T - h_i)/(H_i - h_i)$$

La figure 22 permet d'indiquer les valeurs de f dans les différentes zones du diagramme enthalpique en fonction de l'état thermique de l'alimentation. Le point F se trouve sur une droite $A''B''$ qui lie les 2 phases vapeur A'' (y_i, H_i) et B'' (x_i, h_i) qui se croisent sur le plateau d'alimentation.

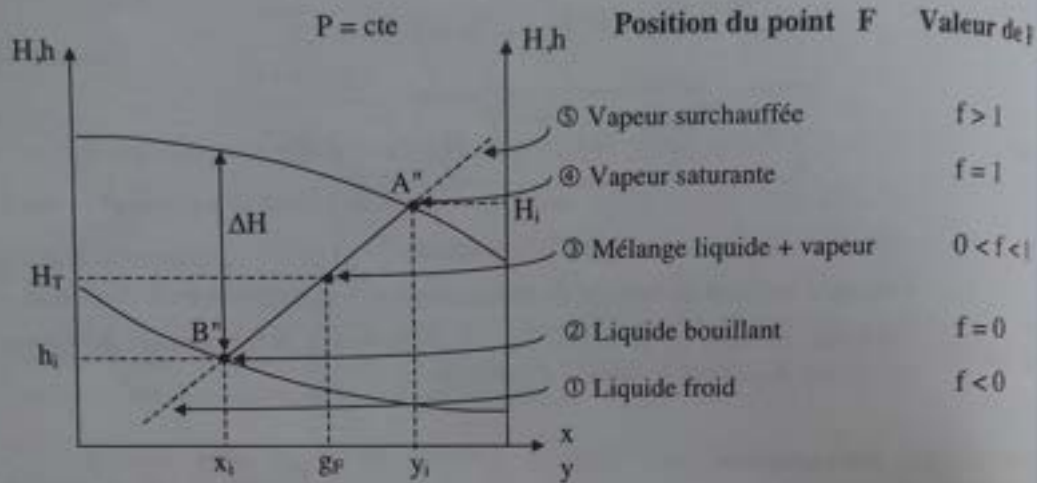


Figure 22 : Relation entre l'état thermique de l'alimentation, la position du point F et la valeur de f introduite sur le plateau d'alimentation à la composition (x_i, y_i).

Pour terminer, il est intéressant de revenir sur la signification de l'expression

$$f = \frac{H_T - h_i}{H_i - h_i}$$

On a porté également sur la figure 22 la valeur de ΔH_V . Cette grandeur est l'enthalpie molaire latente de vaporisation du mélange liquide bouillant de composition x_i . Cette grandeur correspond à l'énergie molaire nécessaire pour vaporiser le liquide de composition x_i à la température initiale d'ébullition et température finale de vapeur saturante.

On remarque que selon le profil des isobares de bulle et de rosée, on peut parfois considérer que $H_i - h_i = \Delta H_V$ mais que ce n'est pas toujours le cas.

La figure 23 présente les pentes des droites d'alimentation $\beta = \frac{f-1}{f}$ et les valeurs de f selon leurs états thermiques. La droite pivote autour du point F dans le sens trigonométrique lorsque la température T de l'alimentation augmente.

La figure 22 permet d'indiquer les valeurs de f dans les différentes zones du diagramme enthalpique en fonction de l'état thermique de l'alimentation. Le point F se trouve sur une droite A"B" qui lie les 2 phases vapeur A" (y_i, H_i) et B" (x_i, h_i) qui se croisent sur le plateau d'alimentation.

. Position du point F

Vapeur surchauffée

Vapeur saturante

Mélange liquide + vapeur

Liquide bouillant

Liquide froid

Figure 22 : Relation entre l'état thermique de l'alimentation, la position du point F et la valeur de f introduite sur le plateau d'alimentation à la composition (X_i, y_i).

Pour terminer, il est intéressant de revenir sur la signification de l'expression $f = (H_T - h_i) / (H_i - h_i)$

On a porté également sur la figure 22 la valeur de AH_v . Cette grandeur est l'enthalpie molaire latente de vaporisation du mélange liquide bouillant de composition X_i . Cette grandeur correspond à l'énergie molaire nécessaire pour vaporiser le liquide à composition x_i à la température initiale d'ébullition et température finale de vapeur saturante.

On remarque que selon le profil des isobares de bulle et de rosée, on peut parfois considérer que $H_i - h_i = AH_v$ mais que ce n'est pas toujours le cas.

La figure 23 présente les pentes des droites d'alimentation $B = f - 1/f$ et les valeurs de f selon leurs états thermiques. La droite pivote autour du point F dans le sens trigonométrique lorsque la température T de l'alimentation augmente.

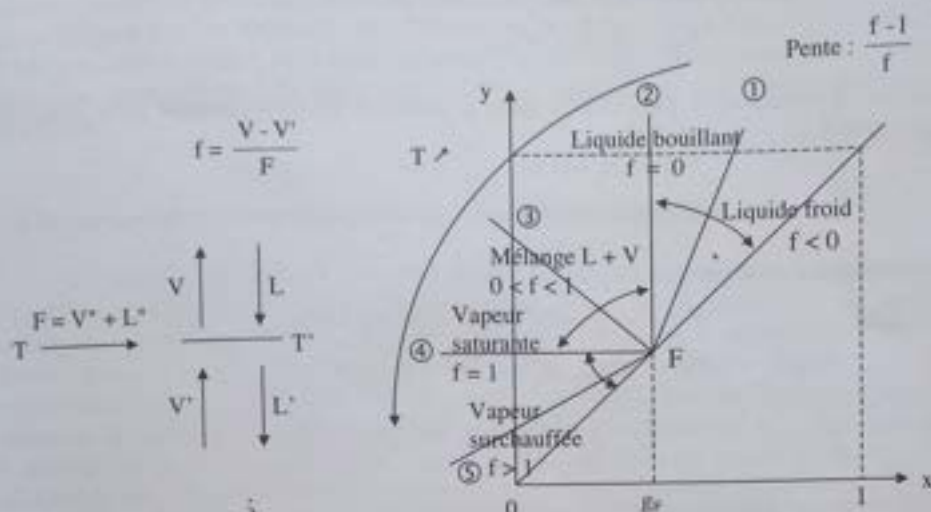


Figure 23 : Les pentes des droites d'alimentation selon son état thermique.

2.5.4. Equation de la droite d'alimentation

On a montré que les deux droites opératoires d'enrichissement et d'épuisement se coupaient en un point I (figure 21). La droite d'alimentation de pente $\frac{f-1}{f}$ passe par le point F(g_F, g_F) et ce point I puis intercepte la courbe d'équilibre au point de coordonnées (x_F, y_F) qui donne la composition de chaque phase de l'alimentation biphasique à la température du plateau d'alimentation. En fonction de l'état thermique de l'alimentation (liquide, vapeur ou mixte), on peut fixer le point d'intersection des droites opératoires des deux sections de la colonne. Nous allons maintenant chercher l'ensemble de ces points d'intersection selon l'état de la charge à l'aide de la figure 24.

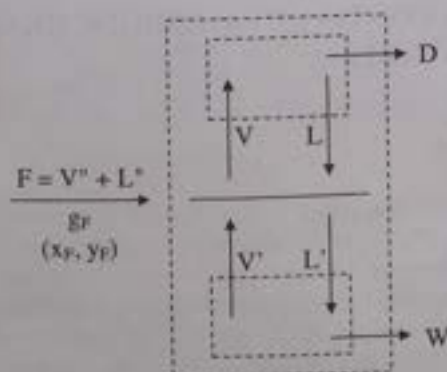


Figure 24 : Schéma pour établir l'équation de la droite d'alimentation.

Figure 23 : Les pentes des droites d'alimentation selon son état thermique.

2.5.4. Equation de la droite d'alimentation

On a montré que les deux droites opératoires d'enrichissement et d'épuisement se coupaient en un point I (figure 21). La droite d'alimentation de pente $f-1/f$ passe par le point F(g_F , g_F) et ce point I puis intercepte la courbe d'équilibre au point de coordonnées (X_F , Y_F) qui donne la composition de chaque phase de l'alimentation biphasique à la température du plateau d'alimentation. En fonction de l'état thermique de l'alimentation (liquide, vapeur ou mixte), on peut fixer le point d'intersection des droites opératoires des deux sections de la colonne. Nous allons maintenant chercher l'ensemble de ces points d'intersection selon l'état de la charge à l'aide de la figure 24.

Figure 24 : Schéma pour établir l'équation de la droite d'alimentation.

Bilan sur le composé le plus volatil sur l'ensemble de la colonne :

$$F.g_F = D.x_D + W.x_W$$

Bilan sur le composé le plus volatil dans le domaine de concentration et le domaine d'épuisement :

$$V.y = L.x + D.x_D$$

$$V'.y = L'.x - W.x_W$$

Par soustraction on obtient :

$$(V' - V) y = (L' - L) x - (W.x_W + D.x_D)$$

$$(V' - V) y = (L' - L) x - F.g_F$$

Soit :

$$y = \frac{L' - L}{V' - V} x - \frac{F}{V' - V} g_F$$

Compte tenu des définitions précédemment établies :

$$\frac{L' - L}{V' - V} = \frac{f - 1}{f} \text{ et } \frac{F}{V' - V} = -\frac{1}{f}$$

On obtient l'équation de la droite d'alimentation :

$y = \frac{f - 1}{f} x + \frac{g_F}{f}$

 (8)

C'est une droite qui passe par $F(g_F, g_F)$, $I(x_i, y_i)$ et (x_F, y_F) . C'est le lieu des points d'intersection des droites de concentration et d'épuisement lorsque les conditions de fonctionnement aux extrémités de la colonne changent et lorsque l'état thermique et la composition de l'alimentation sont constants.

3 – RECTIFICATION CONTINUE – METHODE GRAPHIQUE DE PONCHON ET SAVARIT

3.1. Le domaine d'utilisation

La méthode graphique que nous avons étudiée précédemment nécessite des données enthalpiques pour vérifier si le mélange a un comportement proche de l'idéalité. L'évaluation du nombre de plateaux théoriques par la méthode de Mac Cabe et Thiele est obtenue en s'appuyant sur la courbe d'équilibre $y = f(x)$ et sur les droites opératoires. Elle nécessite d'adopter des hypothèses qui ne peuvent être validées que dans le cas de mélanges présentant un comportement proche de l'idéalité. La méthode graphique de Ponchon et Savarit consiste à s'appuyer sur le diagramme enthalpique et ne nécessite aucune approximation. Elle est donc valable quelque soit la nature du mélange (idéal ou non idéal). Les principes et la méthode restent identiques. Il s'agit de s'appuyer

Etude de la

alternatives
qui se croisent
d'une ext
théorique
recherché

3.2. Repr

La
l'équilibre
enthalpiq
droites d
coordonn
abscisses
L'interse
d'enthalp
donne le
l'équilibre
Quelque
 H_1, h_1 don
pour la va

Ce
 $y = f(x)$. L
des pentes

3.3. Bilan

3.3.1. Bila

- Bilan m
- Bilan mol
- Bilan mol
- Bilan mol

(9) et (10)

- Bilan d'

Bilan sur le composé le plus volatil sur l'ensemble de la colonne :

$$F.g_F = D.X_d + W.X_w$$

Etude de la

Bilan sur le composé le plus volatil dans le domaine de concentration et le do d'épuisement :

$$V.y = L.x + D.X_d$$

$$V'.y = L'.x - W.X_w$$

Par soustraction on obtient :

$$(V' - V) y = (L' - L) x - (W.X_w + D.X_d)$$

$$(V' - V) y = (L' - L) x - F.g_f$$

Soit :

$$y = L' - L/V' - V.x - F/V' - V.g_f$$

Compte tenu des définitions précédemment établies :

$$L - L/V' - V = f - 1/f \text{ et } F/V' - V = -1/f$$

On obtient l'équation de la droite d'alimentation :

$$y = f - 1/f.x + g_f/f \quad (8)$$

C'est une droite qui passe par $F(g_F, g_F)$, $I(x_i, y_i)$ et (x_F, y_F) . C'est le lieu des points d'intersection des droites de concentration et d'épuisement lorsque les conditions de fonctionnement aux extrémités de la colonne changent et lorsque l'état thermique et la composition de l'alimentation sont constants.

3 – RECTIFICATION CONTINUE - MÉTHODE GRAPHIQUE DE PONCHON ET SAVARIT

3.1. Le domaine d'utilisation

La méthode graphique que nous avons étudiée précédemment nécessite des données enthalpiques pour vérifier si le mélange a un comportement proche de l'idéalité. L'évaluation du nombre de plateaux théoriques par la méthode de Mac Cabe et Thiele est obtenue en s'appuyant sur la courbe d'équilibre $y = f(x)$ et sur les droites opératoires mais elle nécessite d'adopter des hypothèses qui ne peuvent être validées que dans le cas des mélanges présentant un comportement proche de l'idéalité. La méthode graphique de Ponchon et Savarit consiste à s'appuyer sur le diagramme enthalpique et ne nécessite aucune approximation. Elle est donc valable quelque soit la nature du mélange (idéal ou non idéal). Les principes et la méthode restent identiques. Il s'agit *de s'appuyer*

alternativement sur des phases à l'équilibre (qui quittent le même plateau) et des phases qui se croisent dont les relations sont obtenues par des bilans enthalpiques. Par récurrence d'une extrémité à l'autre de la colonne on est capable d'accéder au nombre de plateaux théoriques pour effectuer la séparation des deux constituants du mélange à la pureté recherchée.

3.2. Représentation des équilibres sur un diagramme enthalpique

Le diagramme isobare $y = f(x)$ donne toutes les compositions des phases à l'équilibre $y_i = f(x_i)$. En plaçant en-dessous de la courbe d'équilibre le diagramme enthalpique du mélange avec ses courbes de rosée et de bulle, il est possible d'accéder aux droites d'équilibre sur le diagramme enthalpique : les conodales (figure 25). Les coordonnées (x_1, y_1) d'un point 1 de la courbe d'équilibre sont reportées sur l'axe des abscisses du diagramme enthalpique en utilisant la bissectrice de $y = f(x)$ pour y_1 . L'intersection de la verticale en y_1 avec l'isobare de rosée $H = f(y)$ donne le point d'enthalpie H_1 . L'intersection de la verticale en x_1 avec l'isobare d'ébullition $h = f(x)$ donne le point d'enthalpie h_1 . Ces deux phases liquide (x_1, h_1) et vapeur (y_1, H_1) sont à l'équilibre thermodynamique. La droite qui joint ces deux points est une conodale. Quelque soit le mélange de composition globale x et d'enthalpie H se situant sur la droite $H_1 h_1$ donnera deux phases qui à l'équilibre conduiront à (x_1, h_1) pour le liquide et (y_1, H_1) pour la vapeur.

Cette construction peut être réalisée avec l'ensemble des points de la courbe $y = f(x)$. Le résultat avec les points 2 et 3 montre que ces conodales n'ont pas forcément des pentes identiques.

3.3. Bilans de matière et d'énergie : relation entre les phases qui se croisent

3.3.1. Bilans sur l'ensemble de la colonne (figure 26)

- Bilan matière [mole/h]

$$\text{Bilan molaire global : } F = D + W \quad (9)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F g_F = D x_D + W x_W \quad (10)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F g_F = D x_D + W x_W \quad (10)$$

$$(9) \text{ et } (10) \text{ conduisent à } \boxed{\frac{D}{W} = \frac{g_F - x_W}{x_D - g_F}} \quad (11)$$

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$$F H_T + \phi_B = D h_D + \phi_C + W h_W$$

alternativement sur des phases à l'équilibre (qui quittent le même plateau) et des phases qui se croisent dont les relations sont obtenues par des bilans enthalpiques. Par récurrence d'une extrémité à l'autre de la colonne on est capable d'accéder au nombre de plateaux théoriques pour effectuer la séparation des deux constituants du mélange à la pureté recherchée.

3.2. Représentation des équilibres sur un diagramme enthalpique

Le diagramme isobare $y = f(x)$ donne toutes les compositions des phases à l'équilibre $y_i = f(x_i)$. En plaçant en-dessous de la courbe d'équilibre le diagramme enthalpique du mélange avec ses courbes de rosée et de bulle, il est possible d'accéder aux droites d'équilibre sur le diagramme enthalpique : les conodales (figure 25). Les coordonnées (x_1, y_1) d'un point 1 de la courbe d'équilibre sont reportées sur l'axe des abscisses du diagramme enthalpique en utilisant la bissectrice de $y = f(x)$ pour y_1 . L'intersection de la verticale en y_1 avec l'isobare de rosée $H = f(y)$ donne le point d'enthalpie H_1 . L'intersection de la verticale en x_1 avec l'isobare d'ébullition $h = f(x)$ donne le point d'enthalpie h_1 . Ces deux phases liquide (x_1, h_1) et vapeur (y_1, H_1) sont à l'équilibre thermodynamique. La droite qui joint ces deux points est une conodale. Quelque soit le mélange de composition globale x et d'enthalpie H se situant sur la droite $H_1 h_1$, donnera deux phases qui à l'équilibre conduiront à (x_1, h_1) pour le liquide et (y_1, H_1) pour la vapeur.

Cette construction peut être réalisée avec l'ensemble des points de la courbe $y = f(x)$. Le résultat avec les points 2 et 3 montre que ces conodales n'ont pas forcément des pentes identiques.

3.3. Bilans de matière et d'énergie : relation entre les phases qui se croisent

3.3.1. Bilans sur l'ensemble de la colonne (figure 26)

- Bilan matière (mole/h)

$$\text{Bilan molaire global : } F=D+W \quad (9)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F.g_f = D.X_d + W.X_w \quad (10)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F.g_f = D.X_D + W.X_w \quad (10)$$

$$(9) \text{ et } (10) \text{ conduisent à : } D/W = g_f - x_w / x_d - g_f \quad (11)$$

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$$F.H_T + O_B = D.h_d + O_C + W.h_w$$

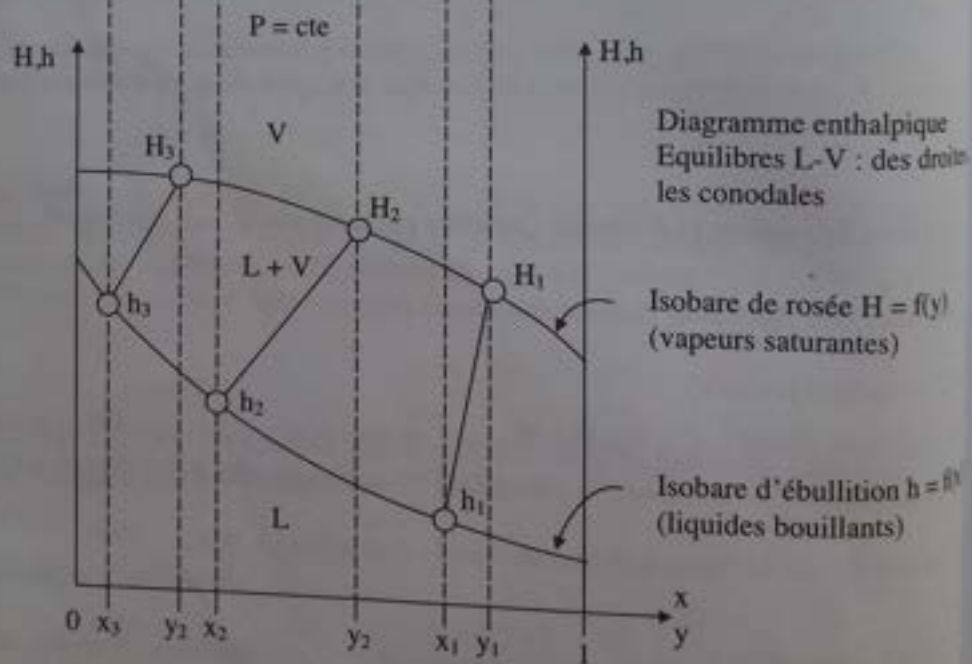
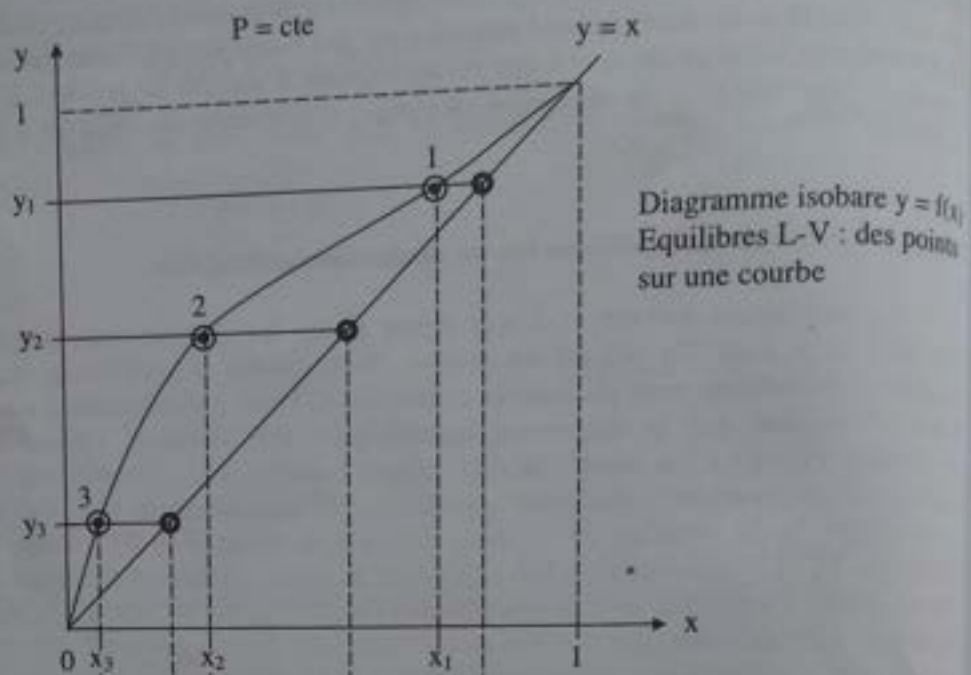


Figure 25 : Construction des droites d'équilibre (les conodes) à partir du diagramme isobare $y = f(x)$ et des données enthalpiques $h = f(x)$ et $H = f(y)$.

Diagramme isobare $y = f(x)$ Équilibres L-V : des points sur une courbe

Diagramme enthalpique Equilibres L-V: des droites, les conodales

Isobare de rosée $H = f(y)$ (vapeurs saturantes)

Isobare d'ébullition $h = f(x)$ (liquides bouillants)

Figure 25 : Construction des droites d'équilibre (les conodales) à partir du diagramme isobare $y = f(x)$ et des données enthalpiques $h = f(x)$ et $H = f(y)$.

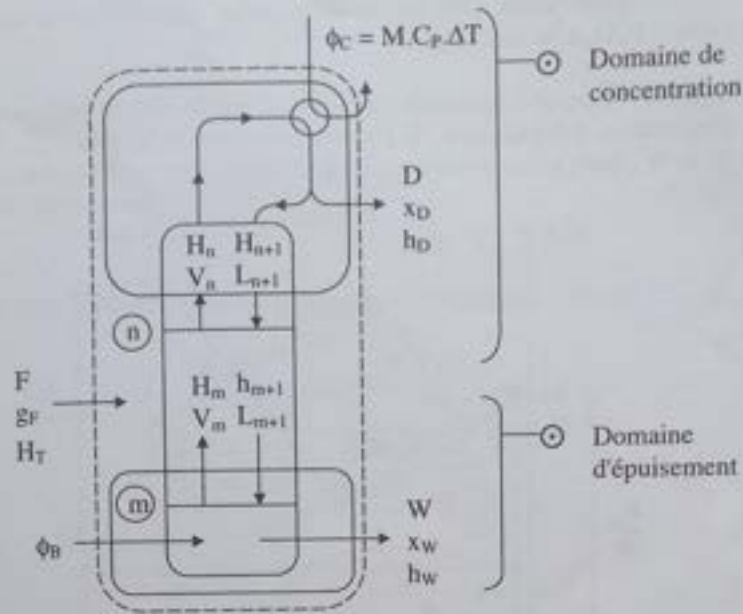


Figure 26 : Schéma des courants de la colonne avec les débits, les titres et les enthalpies.

Soit :

$$F.H_T = \left(h_D + \frac{\Phi_C}{D} \right) D + \left(h_W - \frac{\Phi_B}{W} \right) W \quad (12)$$

On pose

$$M_D = h_D + \frac{\Phi_C}{D} \quad (13)$$

et

$$M_W = h_W - \frac{\Phi_B}{W} \quad (14)$$

avec

$$F = D + W \quad (8)$$

(9), (12), (13), (14) conduisent à

$$\frac{D}{W} = \frac{H_T - M_W}{M_D - H_T} \quad (15)$$

L'équation de bilan sur la colonne est telle que (11) = (15).

Soit :

$$\frac{\begin{matrix} F & W \\ \text{---} & \text{---} \\ g_F & x_W \\ \text{---} & \text{---} \\ x_D & g_F \end{matrix}}{\begin{matrix} D & F \\ \text{---} & \text{---} \\ H_T & M_W \\ \text{---} & \text{---} \\ M_D & H_T \end{matrix}} = \quad (16)$$

Domaine de concentration

Domaine d'épuisement

Figure 26 : Schéma des courants de la colonne avec les débits, les titres et les enthalpies.

La relation géométrique (16) sur un diagramme enthalpie-composition permet de dire que les points F, D et W sont alignés.

La figure 27 reprend l'ensemble des données sur les bilans de la colonne pour le cas d'une alimentation F biphasique. Si l'alimentation est un liquide froid, le point F se situe entre B* et W ; dans le cas d'une vapeur surchauffée le point F se situe entre A* et W.

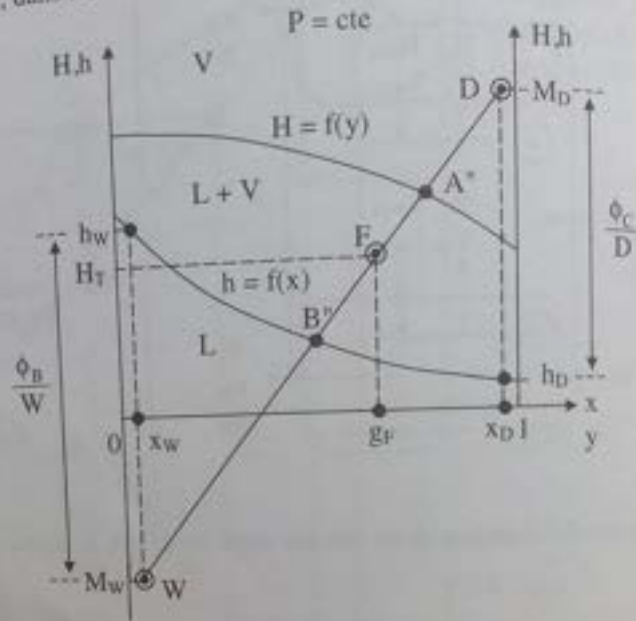


Figure 27 : Représentation de l'alignement des points D, F et W.

3.3.2. Bilans sur la colonne de concentration

Les bilans sont effectués entre un plateau n quelconque du domaine de concentration et l'extrémité supérieure de la colonne (figure 26).

- Bilan matière [mole/h]

$$\text{Bilan molaire global : } V_n = L_{n+1} + D \quad (17)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } V_n y_n = L_{n+1} x_{n+1} + D x_D \quad (18)$$

$$(16) \text{ et } (17) \text{ conduisent à } \boxed{\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{x_D - y_n}{x_D - y_{n+1}}} \quad (19)$$

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$$V_n H_n = L_{n+1} h_{n+1} + D h_D + \dot{Q}_C$$

Soit :

$$V_n H_n = L_{n+1} h_{n+1} + \left(h_D + \frac{\dot{Q}_C}{D} \right) D \quad (20)$$

Etude de la distillation

On pose

avec

(17), (21), (20) c

L'équation de bi

Soit :

C'est une concentration (f composition con du domaine de c M_D) qui est un supérieure de la $h_{n+1} = h_D$ et cond

Il est donc le dernier plateau relations dans l quelconque on p

Il est égal concentration m $h = f(x)$ on peut e

Cette rela débits molaire Ponchon et Savat

La relation géométrique (16) sur un diagramme enthalpie-composition revient à dire que les points F, D et W sont alignés.

La figure 27 reprend l'ensemble des données sur les bilans de la colonne pour le cas d'une alimentation F biphasique. Si l'alimentation est un liquide froid, le point F se situe entre B" et W; dans le cas d'une vapeur surchauffée le point F se situe entre A" et D.

Figure 27 : Représentation de l'alignement des points D, F et W.

3.3.2. Bilans sur la colonne de concentration

Les bilans sont effectués entre un plateau n quelconque du domaine de concentration et l'extrémité supérieure de la colonne (figure 26).

- Bilan matière (mole/h)

Bilan molaire global : $V_n = L_{n+1} + D$ (17)

Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : $V_n \cdot Y_n = L_{n+1} \cdot X_{n+1} + D \cdot X_d$ (18)

(16) et (17) conduisent à $L_{n+1}/V_n = x_d - y_n / x_d - y_{n+1}$ (19)

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$V_n \cdot H_n = L_{n+1} \cdot h_{n+1} + D \cdot h_d + \dot{Q}_C$

Soit : $V_n \cdot H_n = L_{n+1} \cdot h_{n+1} + (h_b + \dot{Q}_C/h_d) D$ (20)

$$\text{On pose} \quad h_D + \frac{\phi_C}{D} = M_D \quad (21)$$

$$\text{avec} \quad D = V_n - L_{n+1} \quad (17)$$

$$(17), (21), (20) \text{ conduisent à } \boxed{\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{M_D - H_n}{M_D - h_{n+1}}} \quad (22)$$

L'équation de bilan sur la colonne de concentration est telle que (19) et (22) sont égales:

Soit :

$$\frac{x_D - y_n}{x_D - x_{n+1}} = \frac{M_D - H_n}{M_D - h_{n+1}} \quad (23)$$

C'est une relation entre des phases qui se croisent (A et B) dans le domaine de concentration (figure 28). La relation géométrique (23) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points D, A et B. Ainsi, quelque soit le plateau n du domaine de concentration, les points A(y_n, H_n) et B(x_{n+1}, h_{n+1}) sont alignés avec D(x_D, M_D) qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est sur la partie supérieure de la colonne, la droite DAB est verticale. Ainsi pour $x_{n+1} = x_D$ alors $H_n = H_D$ et $h_{n+1} = h_D$ et conduit donc à

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{M_D - H_D}{M_D - h_D} = \frac{DG}{DI} \quad (24)$$

Il est donc possible de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent sur le dernier plateau de la colonne en mesurant les longueurs DG et DI. Compte tenu des relations dans les triangles semblables, on peut remarquer que pour un plateau n quelconque on peut écrire :

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{M_D - H_n}{M_D - h_{n+1}} = \frac{DA}{DB} = \frac{DC}{DF} \quad (25)$$

Il est également possible de connaître la variation de $\frac{L_{n+1}}{V_n}$ dans le domaine de concentration mesurant les longueurs DA et DB. Compte tenu des profils de $H = f(y)$ et $h = f(x)$ on peut effectivement constater que $\frac{DC}{DF} \neq \frac{DG}{DI}$.

Cette relation entre les phases qui se croisent prend en compte les variations des débits molaires des phases vapeur et liquide de sorte que la méthode graphique de Ponchon et Savarit ne nécessite aucune approximation.

L'équation de bilan sur la colonne de concentration est telle que (19) et (22) sont égales.

C'est une relation entre des phases qui se croisent (A et B) dans le domaine de concentration (figure 28). La relation géométrique (23) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points D, A et B. Ainsi, quelque soit le plateau n du domaine de concentration, les points A(y_n , H_n) et B(x_{n+1} , h_{n+1}) sont alignés avec D(x_d , h_d) qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est sur la partie supérieure de la colonne, la droite DAB est verticale. Ainsi pour $x_{n+1} = x_d$ alors $H_n = H_d$ et $h_{n+1} = h_d$ et conduit donc à

$$L_{n+1}/V_n = (H_d - H_n)/(H_d - h_{n+1}) = DG/DI \quad (24)$$

Il est donc possible de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent sur le dernier plateau de la colonne en mesurant les longueurs DG et DI. Compte tenu des relations dans les triangles semblables, on peut remarquer que pour un plateau n quelconque on peut écrire :

$$L_{n+1}/V_n = (H_d - H_n)/(H_d - h_{n+1}) = DA/DB = DC/DF \quad (25)$$

Il est également possible de connaître la variation de L_{n+1}/V_n dans le domaine de concentration mesurant les longueurs DA et DB. Compte tenu des profils de $H=f(y)$ et $h=f(x)$ on peut effectivement constater que $DC/DF = DG/DI$.

Cette relation entre les phases qui se croisent prend en compte les variations des débits molaires des phases vapeur liquide de sorte que la méthode graphique de Ponchon et Savarit ne nécessite aucune approximation.

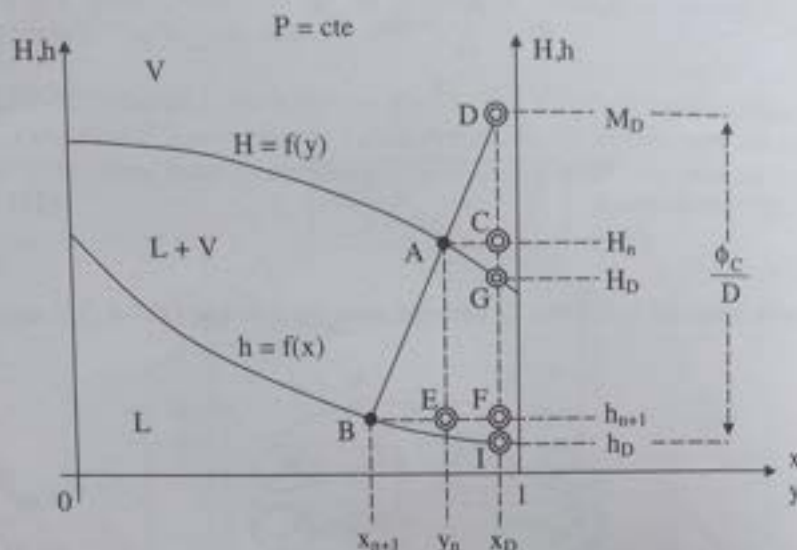


Figure 28 : Représentation de l'alignement des points D, A, B dans le domaine de concentration.

3.3.3. Bilans sur la colonne d'épuisement

Les bilans sont effectués entre un plateau m quelconque du domaine d'épuisement et l'extrémité inférieure de la colonne (figure 26).

• Bilan matière [mole/h]

Bilan molaire global : $W + V_m = L_{m+1}$ (26)

Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : $L_{m+1} x_{m+1} = W x_w + V_m y_m$ (27)

(26) + (27) conduit à
$$\frac{L_{m+1}}{V_m} = \frac{x_w - y_m}{x_w - x_{m+1}}$$
 (28)

• Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$$\phi_0 + L_{m+1} h_{m+1} = V_m H_m + W h_w$$

Soit : $L_{m+1} h_{m+1} = V_m H_m + \left(h_w - \frac{\phi_0}{W} \right) W$ (29)

On pose $h_w - \frac{\phi_0}{W} = M_w$ (30)

avec $W = L_{m+1} - V_m$ (26)

Soit :

C'est d'épuisement composition du domaine M_w qui est mélange dans $H_m = H_w$ et h

Figure 28 : Représentation de l'alignement des points D, A, B dans le domaine de concentration.

3.3.3. Bilans sur la colonne d'épuisement

Les bilans sont effectués entre un plateau m quelconque du domaine d'épuisement et l'extrémité inférieure de la colonne (figure 26).

- Bilan matière [mole/h]

Bilan molaire global : $W + V_m = L_{m+1}$ (26)

Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : $L_{m+1}.X_{m+1} = W.x_w + V_m.y_m$ (27)

(26)+(27) conduit à $L_{m+1}/V_m = (x_w - y_m) / (X_{m+1} - y_m)$ (28)

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]...

(26), (30), (29) conduisent à
$$\frac{L_{m+1}}{V_m} = \frac{M_w - H_m}{M_w - h_{m+1}} \quad (31)$$

Les équations de bilan sur la colonne d'épuisement sont telles que (28) = (31).

Soit :

$$\frac{\begin{array}{c} W \\ \text{---} x_w \text{---} y_m \text{---} A' \\ \text{---} M_w \text{---} H_m \end{array}}{\begin{array}{c} W \\ \text{---} x_w \text{---} x_{m+1} \text{---} B' \\ \text{---} M_w \text{---} h_{m+1} \end{array}} = \quad (32)$$

C'est la relation entre des phases qui se croisent (A' et B') dans le domaine d'épuisement (figure 29). La relation géométrique (32) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points W , A' et B' . Ainsi quelque soit le plateau m du domaine d'épuisement, les points $A'(y_m, H_m)$ et $B'(x_{m+1}, h_{m+1})$ sont alignés avec $W(x_w, M_w)$ qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est la surface du mélange dans le bouilleur, la droite $WA'B'$ est verticale. Ainsi pour $x_{m+1} = x_w$, alors $H_m = H_w$ et $h_{m+1} = h_w$, ce qui conduit à :

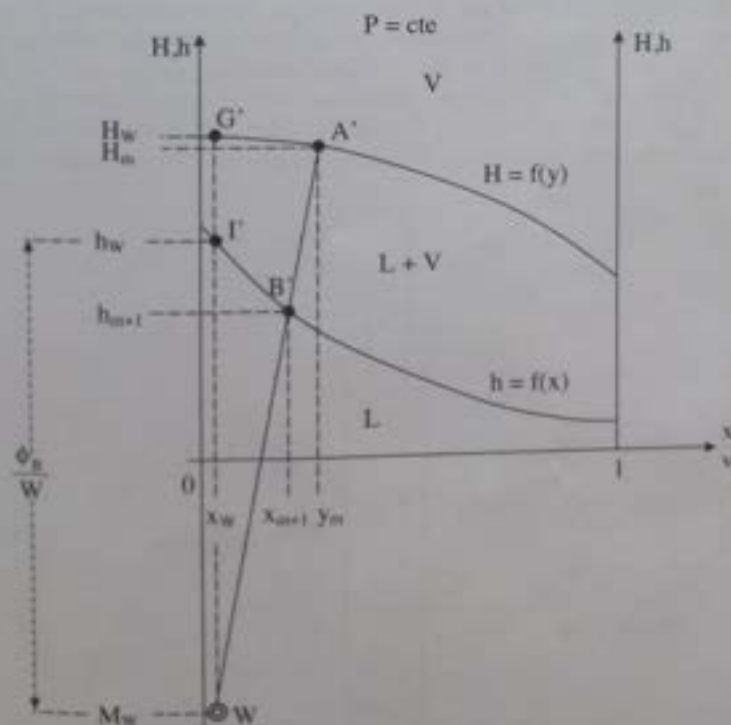


Figure 29 : Représentation de l'alignement des points W , A' et B' dans le domaine d'épuisement.

(26).(30). (29) conduisent à $L_{m+1}/V_m = (M_w - H_m) / (M_w - h_{m+1})$ (31)

Les équations de bilan sur la colonne d'épuisement sont telles que (28) = (31).

C'est la relation entre des phases qui se croisent (A' et B') dans le domaine d'épuisement (figure 29). La relation géométrique (32) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points W, A' et B'. Ainsi quelque soit le plateau m du domaine d'épuisement, les points A'(y_m, H_m) et B'(X_{m+1}, h_{m+1}) sont alignés avec W(x_w, M_w) qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est la surface du mélange dans le bouilleur, la droite WA'B' est verticale. Ainsi pour X_{m+1} = x_w, alors H_m = H_w et h_{m+1} = h_w, ce qui conduit à :...

Figure 29 : Représentation de l'alignement des points W, A' et B' dans le domaine d'épuisement

$$\frac{L_{m+1}}{V_m} = \frac{M_W \cdot H_W}{M_W \cdot h_W} = \frac{WG'}{WT} \quad (33)$$

Cette relation permet de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent quelque soit le plateau considéré dans le domaine d'épuisement.

3.3.4. Conclusion

Toutes les droites issues de D et W coupent les courbes de bulle et de rosée en deux points A et B qui donnent les compositions et les enthalpies des phases qui se croisent le long de la colonne. C'est en particulier le cas de la droite qui joint D et W qui donne les compositions et les enthalpies des phases qui se croisent sur le plateau d'alimentation i : Aⁱ(H_i, y_i) et Bⁱ(h_i, x_i).

3.4. Construction de Ponchon et Savarit

Sur la figure 30 nous avons présenté une colonne à 4 plateaux numérotés du haut en bas avec les débits, les titres et les enthalpies (grandeur molaire) de chaque courant affecté de l'indice du numéro du plateau dont la phase est issue. On peut remarquer qu'une phase vapeur (A) et liquide (B) en équilibre, c'est-à-dire quittant le même plateau ont le même indice. Les titres des phases en équilibre peuvent être obtenus à l'aide de la courbe d'équilibre disponible dans des ouvrages spécialisés (figure 31). Les phases qui se croisent (A₁ - B₀, A₂ - B₁ ...) ont un indice d'une unité d'écart. En haut de colonne le titre molaire de la phase vapeur quittant le plateau 1 (y₁) est égal au titre molaire de cette phase vapeur condensée, soit récupéré comme distillat (x_D), soit recyclé dans la colonne (x₀) : y₁ = x_D = x₀.

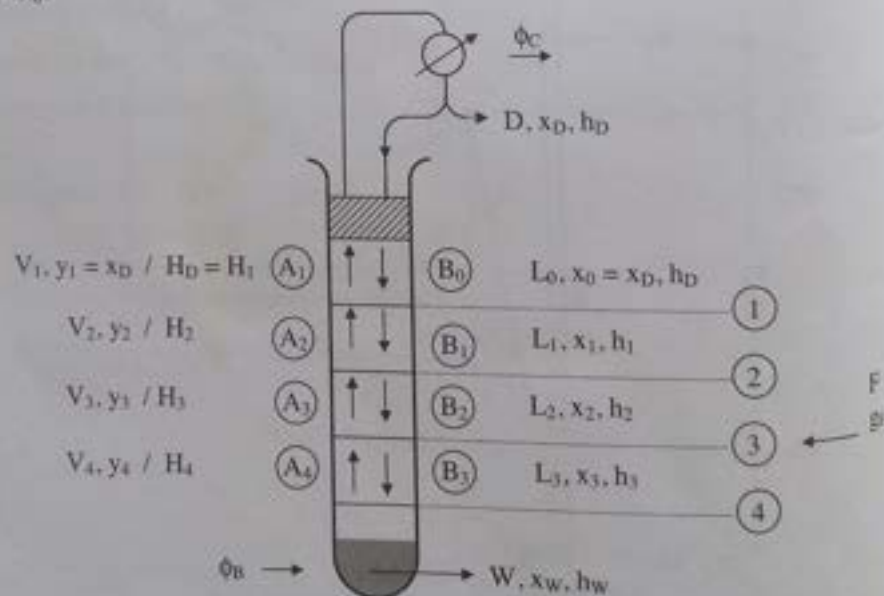


Figure 30 : Schéma d'une colonne à 4 plateaux.

$$L_{m+1}/V_m = M_w - H_w / M_w - h_w = W G' / W I' \quad (33)$$

Cette relation permet de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent quelque soit le plateau considéré dans le domaine d'épuisement.

3.3.4. Conclusion

Toutes les droites issues de D et W coupent les courbes de bulle et de rosée en deux points A et B qui donnent les compositions et les enthalpies des phases qui croisent le long de la colonne. C'est en particulier le cas de la droite qui joint D et W qui donne les compositions et les enthalpies des phases qui se croisent sur le plateau d'alimentation i: A"(H_i, y_i) et B"(h_i, x_i).

3.4. Construction de Ponchon et Savarit

Sur la figure 30 nous avons présenté une colonne à 4 plateaux numérotés du haut en bas avec les débits, les titres et les enthalpies (grandeur molaire) de chaque courant affecté de l'indice du numéro du plateau dont la phase est issue. On peut remarquer qu'une phase vapeur (A) et liquide (B) en équilibre, c'est-à-dire quittant le même plateau. ont le même indice. Les titres des phases en équilibre peuvent être obtenus à l'aide de la courbe d'équilibre disponible dans des ouvrages spécialisés (figure 31). Les phases qui se croisent (A1 - B₀, A2-B1 ...) ont un indice d'une unité d'écart. En haut de colonne le titre molaire de la phase vapeur quittant le plateau 1 (y₁) est égal au titre molaire de cette phase vapeur condensée, soit récupéré comme distillat (x_d), soit recyclé dans la colonne (x₀): y₁ = x_d = x₀...

Figure 30 : Schéma d'une colonne à 4 plateaux.

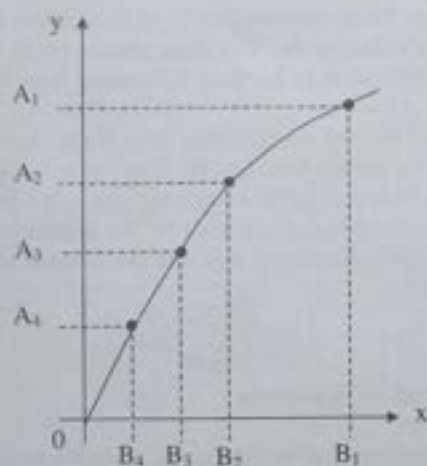


Figure 31 : Courbe d'équilibre du mélange binaire à séparer dans la colonne de la figure 30.

Sur la figure 32 les points D, A₁ et B₀ sont sur la même verticale d'abscisse x_D : D est le pôle de construction et la vapeur saturante A₁ croise le liquide bouillant B₀.

La vapeur saturante A₁ de composition y_1 est en équilibre avec le liquide bouillant B₁ de composition x_1 qui est accessible par la courbe de la figure 31. La droite A₁B₁ (figure 32) est une conodale.

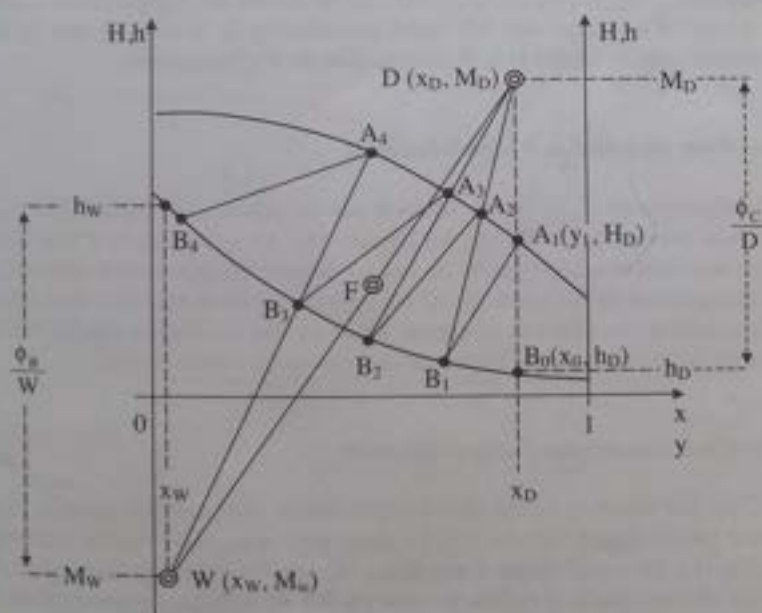


Figure 32 : Séparation du mélange F en continu. Construction des quatre plateaux par la méthode de Ponchon et Savarit.

Figure 31 : Courbe d'équilibre du mélange binaire à séparer dans la colonne de la figure 30.

Sur la figure 32 les points D, A1 et Bo sont sur la même verticale d'abscisse x_d : D est le pôle de construction et la vapeur saturante A, croise le liquide bouillant Bo.

La vapeur saturante A1 de composition y_1 est en équilibre avec le liquide bouillant B1 de composition x_1 qui est accessible par la courbe de la figure 31. La droite A1B1 (figure 32) est une conodale...

Figure 32 : Séparation du mélange F en continu. Construction des quatre plateaux par la méthode de Ponchon et Savarit.

de composition sont alignées avec D. Le tracé B_1D donne donc le point $A_2(y_2, H_2)$.

Cette phase $A_2(y_2, H_2)$ est en équilibre avec $B_2(x_2, h_2)$ dont la composition est donnée par la courbe 31. Le liquide bouillant B_2 aligné avec le point D donne le point A. La conodale A_3B_3 coupe la droite DFW ce qui signifie que l'on passe dans le domaine d'épuisement. Le pôle de construction est alors W. La séparation peut être réalisée en 4 plateaux (4 conodales) et l'alimentation F doit être positionnée sur le 3^e plateau compte à partir du haut de la colonne.

3.5. La zone d'alimentation de la colonne

Nous avons démontré que sur le diagramme enthalpique le point $F(g_F, H_T)$ se situe sur la droite DW et qu'il se déplace de W vers D lorsque la température de l'alimentation augmente. Rappelons que l'alimentation F doit être positionnée également dans une zone de la colonne de composition (x_i, y_i) proche de celle de l'alimentation (g_F) . Qu'en est-il exactement ?

3.5.1. Cas d'une alimentation F biphasique (L + V)

L'alimentation $F(g_F, H_T)$ a une composition globale et une enthalpie comprise entre les deux phases liquide $B''(x_i, h_i)$ et vapeur $A''(y_i, H_i)$ qui se croisent sur le plateau d'alimentation (figure 33). Cette alimentation biphasique L + V comprend un liquide $T(h_F)$ en équilibre avec une vapeur $K(y_F, H_F)$. La proximité des compositions x_i avec x_F et y_F permet d'envisager une très faible perturbation de la colonne lors du mélange de l'alimentation avec la vapeur et le liquide du plateau d'alimentation.

3.5.2. Cas d'une alimentation F liquide bouillant

L'alimentation $F(g_F, H_T)$ ne contient pas de vapeur et le point $F(g_F = x_F, H_T = h_F)$ est confondu avec le point $B''(x_i, h_i)$ (figure 34). La composition d'une phase vapeur $K(y, H)$ en équilibre avec un liquide (x_F, h_F) est obtenue par la conodale passant par $F = B'' = T$. La composition de la vapeur (y, H) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation $F(x_F, h_F)$ si celle-ci contenait de la vapeur. Parce qu'elle ne contient que du liquide, seul le débit liquide de la colonne sera augmenté en-dessous de l'alimentation.

3.5.3. Cas d'une alimentation F vapeur saturante

C'est une situation comparable à la précédente avec une alimentation $F(g_F, H_T)$ qui ne contient pas de liquide (figure 35). Le point $F(g_F = y_F, H_T = H_F)$ est confondu avec le point $A''(y_i, H_i)$. La composition d'une phase liquide $T(x, h)$ en équilibre avec une vapeur (y_F, H_F) est obtenue par la conodale passant par $F = A'' = K$. La composition du liquide (x, h) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation $F(y_F, H_F)$ si celle-ci contenait du

Figure

Le liquide bouillant B1 de composition x_1 et d'enthalpie h_1 croise la phase vapeur A2 de composition y_2 et d'enthalpie H_2 . Ces deux phases qui se croisent dans le domaine de concentration sont alignées avec D. Le tracé B1D donne donc le point A2(y_2 , H_2).

Cette phase A2(y_2 , H_2) est en équilibre avec B2(x_2 , h_2) dont la composition est donnée par la courbe 31. Le liquide bouillant B2 aligné avec le point D donne le point A3. La conodale A3B3 coupe la droite DFW ce qui signifie que l'on passe dans le domaine d'épuisement. Le pôle de construction est alors W. La séparation peut être réalisée en 4 plateaux (4 conodales) et l'alimentation F doit être positionnée sur le 3^e plateau compté à partir du haut de la colonne.

3.5. La zone d'alimentation de la colonne

Nous avons démontré que sur le diagramme enthalpique le point F(g_f , H_t) se situe sur la droite DW et qu'il se déplace de W vers D lorsque la température de l'alimentation augmente.

Rappelons que l'alimentation F doit être positionnée également dans une zone de la colonne de composition (x_i , y_i) proche de celle de l'alimentation (g_f). Qu'en est-il exactement ?

3.5.1. Cas d'une alimentation F biphasique (L + V)

L'alimentation F(g_f , H_t) a une composition globale et une enthalpie comprise entre les deux phases liquide B"(x_i , h_i) et vapeur A"(y_i , H_i) qui se croisent sur le plateau i d'alimentation (figure 33). Cette alimentation biphasique L + V comprend un liquide T(x_f , h_f) en équilibre avec une vapeur K(y_f , H_f). La proximité des compositions x_i avec x_f et y_i avec y_f permet d'envisager une très faible perturbation de la colonne lors du mélange l'alimentation avec la vapeur et le liquide du plateau d'alimentation.

3.5.2. Cas d'une alimentation F liquide bouillant

L'alimentation F(g_f , H_t) ne contient pas de vapeur et le point F($g_f = x_f$, $H_t = h_f$) est confondu avec le point B" (x_i , h_i) (figure 34). La composition d'une phase vapeur K(y , H) en équilibre avec un liquide (x_f , h_f) est obtenue par la conodale passant par F = B" = T.. La composition de la vapeur (y , H) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation F(x_f , h_f) si celle-ci contenait de la vapeur. Parce qu'elle ne contient que du liquide, seul le débit liquide de la colonne sera augmenté en-dessous de l'alimentation.

3.5.3. Cas d'une alimentation F vapeur saturante

C'est une situation comparable à la précédente avec une alimentation F(g_f , H_t) qui ne contient pas de liquide (figure 35). Le point F($g_f = y_f$, $H_t = H_f$) est confondu avec le point A"(y_i , H_i). La composition d'une phase liquide T(x , h) en équilibre avec une (y_f , H_f) est obtenue par la conodale passant par F = A" = K. La composition du liquide (x , h) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation F(y_f , H_f) si celle-ci contenait du

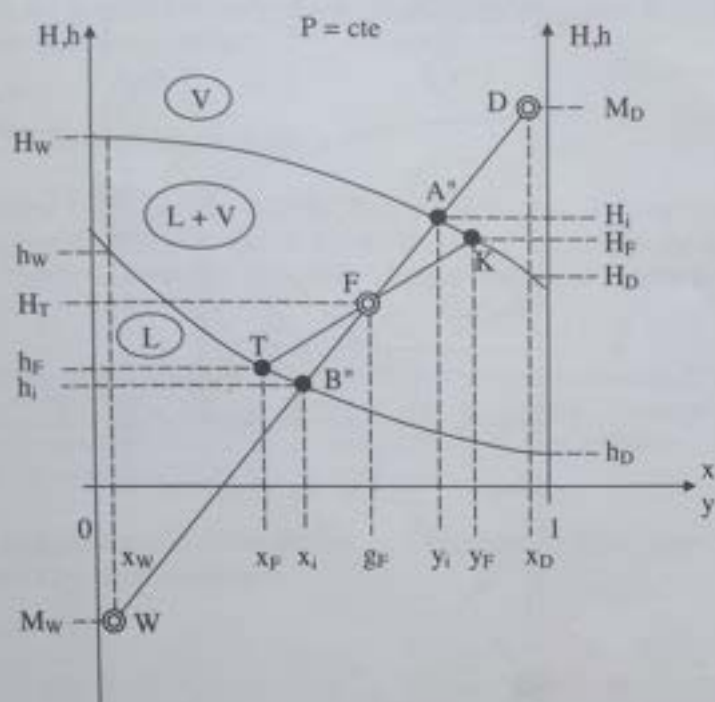


Figure 33 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état biphasique (L + V).

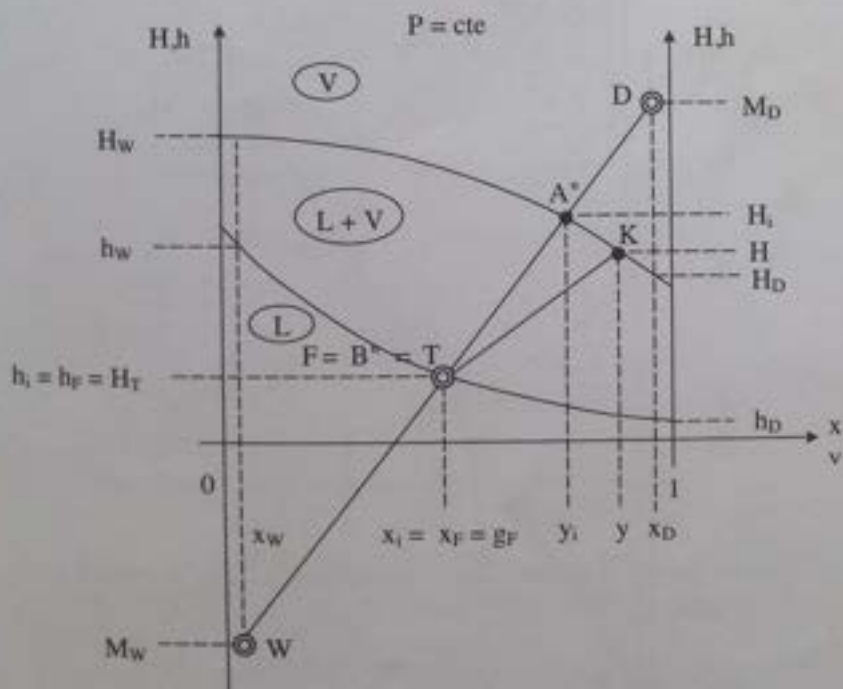


Figure 34 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état liquide bouillant.

Figure 33 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état biphasique ($L + V$).

Figure 34 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état liquide bouillant.

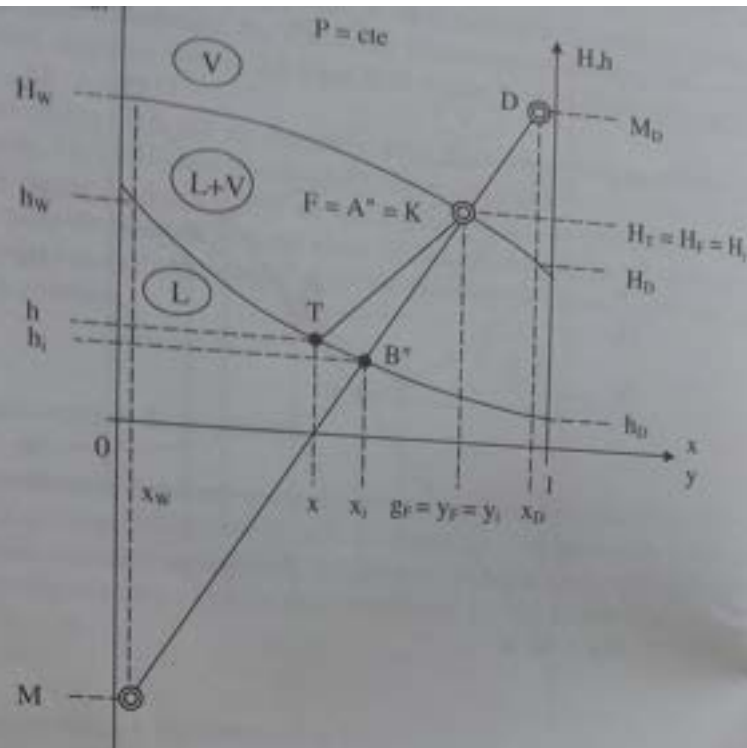
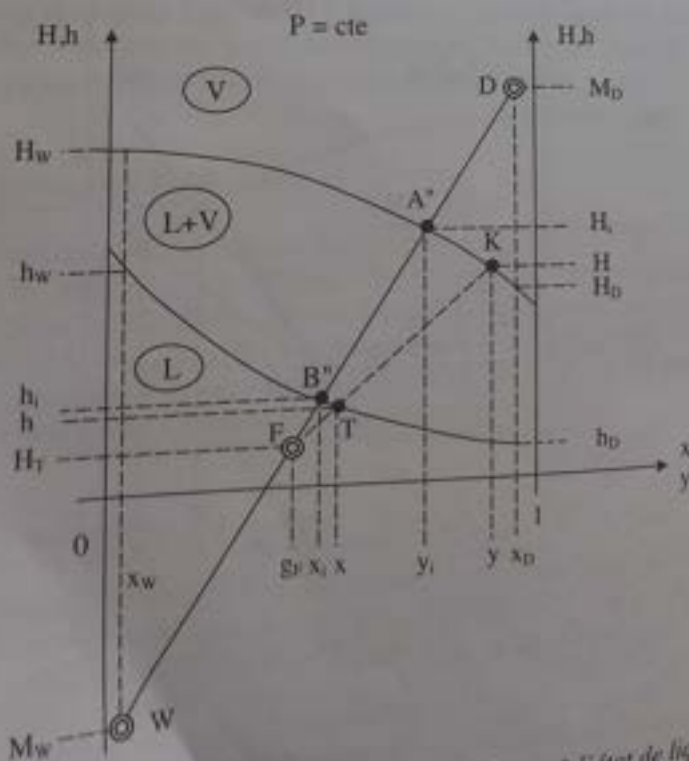


Figure 35 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur saturante.



Etude de la distillation

liquide. Puis augmenté au

3.5.4. Cas d'

L'alimentaire inférieure au qui passe par seraient en é

L'alimentaire vapeur saturée simultanément rapprochent

Il y a d'autre de l'a

Figure 35 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur saturante.

Figure 35 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de liquide froid.

liquide. Puisqu'elle ne contient que de la vapeur, seul le débit de vapeur de la colonne sera augmenté au-dessus de l'alimentation.

3.5.4. Cas d'une alimentation F liquide froid

L'alimentation $F(g_F, H_F)$ ne contient que du liquide et la composition g_F est inférieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i, y_i) (figure 36). La conodale kT qui passe par F permet de connaître des phases liquide $T(x, h)$ et vapeur $K(y, H)$ qui seraient en équilibre.

L'alimentation de liquide froid sera chauffée par le liquide bouillant $B''(x_i, h_i)$ et la vapeur saturante $A''(y_i, H_i)$ qui se trouvent sur le plateau d'alimentation avec simultanément une variation locale de la composition et de l'enthalpie : F et T se rapprochent de B'' , K se rapproche de A'' .

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de part et d'autre de l'alimentation dans la colonne.

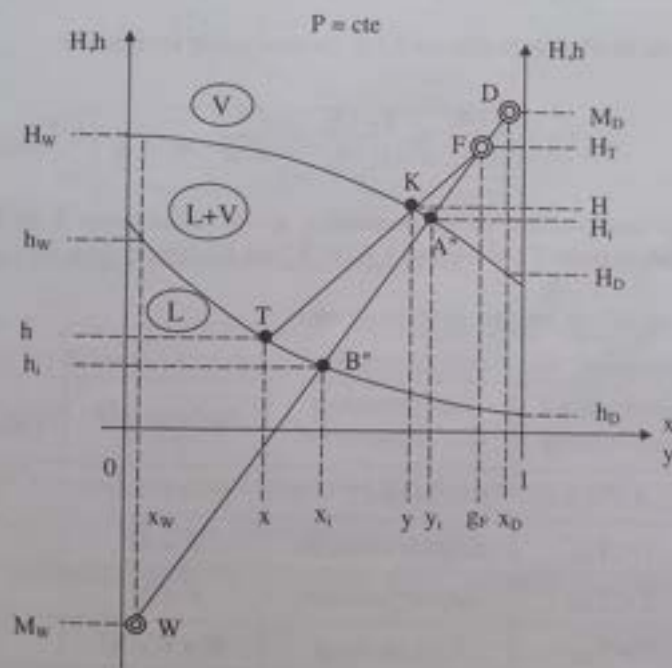


Figure 37 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur surchauffée.

liquide. Puisqu'elle ne contient que de la vapeur, seul le débit de vapeur de la colonne sera augmenté au-dessus de l'alimentation.

3.5.4. Cas d'une alimentation F liquide froid

L'alimentation F(g_f , H_f) ne contient que du liquide et la composition g_f est inférieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i , y_i) (figure 36). La conodale kT qui passe par F permet de connaître des phases liquide $T(x, h)$ et vapeur $K(y, H)$ qui seraient en équilibre.

L'alimentation de liquide froid sera chauffée par le liquide bouillant $B''(x_i, h_i)$ et la vapeur saturante $A''(y_i, H_i)$ qui se trouvent sur le plateau d'alimentation avec simultanément une variation locale de la composition et de l'enthalpie : F et T se rapprochent de B'' , K se rapproche de A'' .

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de part et d'autre de l'alimentation dans la colonne.

Figure 37 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur surchauffée.

3.5.5. Cas d'une alimentation F vapeur surchauffée

L'alimentation F (g_F , H_T) ne contient que de la vapeur surchauffée. La composition g_F est supérieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i , 37). La conodale KT qui passe par F permet de connaître les phases liquide et vapeur K(y, H) qui seraient en équilibre.

L'alimentation de vapeur surchauffée réchauffera le liquide bouillant B" et la vapeur saturante A" (y_i , H_i) qui se trouvent sur le plateau d'alimentation. simultanément une variation locale de la composition et de l'enthalpie : F se rapprochent de A", T se rapproche de B".

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de l'autre du niveau de l'alimentation dans la colonne.

3.6. Utilisation des données enthalpiques

3.6.1. Calcul de l'excédent de débit vapeur ou liquide provoqué par l'alimentation

A partir de la relation établie en 2.5.3, on peut écrire les égalités

$$f = \frac{H_T - h_i}{H_i - h_i} = \frac{g_F - x_i}{y_i - x_i} = \frac{\overline{FB''}}{\overline{A''B''}} \quad (35)$$

Pour une composition de l'alimentation g_F , la température T de l'alimentation définit la position du point F par rapport à A" et B" sur les figures 33 à 37.

Le tableau suivant permet de résumer ceci :

Figure	Température T du mélange g_F	Etat thermique de l'alimentation	Position de F	Valeur de f
33	$T_{LB} < T < T_{VS}$	Biphasique L + V	$B'' < F < A''$	$0 < f < 1$
34	$T = T_{LB}$	Liquide bouillant	$F = B''$	$f = 0$
35	$T = T_{VS}$	Vapeur saturante	$F = A''$	$f = 1$
36	$T < T_{LB}$	Liquide froid	$W < F < A''$	$f < 0$
37	$T > T_{VS}$	Vapeur surchauffée	$A'' < F < D$	$f > 1$

La mesure de la longueur des segments $\overline{FB''}$ et $\overline{A''B''}$ sur le diagramme enthalpique permet donc de connaître la valeur de f. Puisque le débit de l'alimentation est généralement connu ou mesurable, on peut conclure sur les valeurs :

Etude de la distillation

Ces valeurs : faire le choix du garnissage

3.6.2. Puissance à évaporer

Il s'agit de calculer le bilan d'énergie à l'échelle de la colonne

Compte-tenu ; du bilan de la colonne

on obtient :

Le bilan molaire sur la colonne

(36) et (37) donne

3.7.3. Calcul de l'excédent de débit

Le flux de matière en phase (V → L), c'est-à-dire le débit molaire suivant la colonne

Φ_c : obtenu par l'équation (36)

C_p : capacité calorifique

ΔT : écart de température [°C]

3.7.4. Puissance à évaporer

On compare les courants entrants et sortants de la colonne

Bilan d'énergie à l'échelle de la colonne

3.5.5. Cas d'une alimentation F vapeur surchauffée

L'alimentation F (g_f , H_t) ne contient que de la vapeur surchauffée et la composition g_f est supérieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i , y_i) (figure 37). La conodale KT qui passe par F permet de connaître les phases liquide T(x , h) et vapeur K(y , H) qui seraient en équilibre.

L'alimentation de vapeur surchauffée réchauffera le li la vapeur saturante A"(y_i , H_i) qui se trouve sur le plateau simultanément une variation locale de la composition et de rapprochent de A", T se rapproche de B".

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de part et d'autre du niveau de l'alimentation dans la colonne.

3.6. Utilisation des données enthalpiques

3.6.1. Calcul de l'excédent de débit vapeur ou liquide provoqué par l'alimentation

A partir de la relation établie en 2.5.3. on peut écrire les égalités

$$f = \frac{H_t - h_i}{H_i - h_i} = \frac{g_f - x_i}{y_i - x_i} = \frac{FB''}{A''B''} \quad (35)$$

Pour une composition de l'alimentation g_f , la température T de l'alimentation définit la position du point F par rapport à A" et B" sur les figures 33 à 37.

Le tableau suivant permet de résumer ceci :...

La mesure de la longueur des segments FB" et A"B" sur le diagramme enthalpique permet donc de connaître la valeur de f. Puisque le débit de l'alimentation est généralement connu ou mesurable, on peut conclure sur les valeurs: $V - V' = fF$ et $L - L' = F(1 - f)$

Ces valeurs sont importantes car elles permettent de dimensionner la colonne et faire le choix du garnissage ou la taille et le nombre de trous sur les plateaux.

3.6.2. Puissance à évacuer au condenseur ϕ_c

Il s'agit de condenser la vapeur saturante $H_n = H_D$ en un liquide bouillant $h_{n+1} = h_D$. Le bilan d'énergie au niveau du condenseur conduit à l'expression (figure 26)

$$VH_D = L h_D + D h_D + \phi_c$$

Compte-tenu : du bilan sur le condenseur $V = L + D$

de la valeur du taux de reflux $R = \frac{L}{D}$

on obtient :

$$\phi_c = (R + 1).D.(H_D - h_D) \quad (36)$$

Le bilan molaire sur le constituant le plus volatil conduit à

$$D = \frac{F(x_W - g_F)}{x_W - x_D} \quad (37)$$

(36) et (37) donne

$$\phi_c = (R + 1) \frac{F(g_F - x_D)}{x_W - x_D} .(H_D - h_D) \quad (38)$$

3.7.3. Calcul de l'échangeur thermique : le condenseur

Le flux de chaleur ϕ_c est évacué au condenseur. Pour réaliser ce changement de phase ($V \rightarrow L$), on utilise un échangeur de chaleur dont le fluide caloporteur doit avoir le

débit molaire suivant : $M = \frac{\phi_c}{C_p \Delta T}$

ϕ_c : obtenu par les conditions opératoires et les données enthalpiques [W] (36) et (38)

C_p : capacité calorifique du fluide caloporteur [J/mol.°C]

ΔT : écart de température du fluide caloporteur entre l'entrée et la sortie de l'échangeur [°C]

3.7.4. Puissance à fournir au bouilleur ϕ_n

On comprend que la puissance à fournir au bouilleur est dépendante de l'ensemble des courants entrants ou sortants de la colonne.

Bilan d'énergie sur l'ensemble de la colonne

$$F.H_T + \phi_n = D.h_D + \phi_c + W.h_w$$

Ces valeurs sont importantes car elles permettent de dimensionner la colonne et faire le choix du garnissage ou la taille et le nombre de trous sur les plateaux.

3.6.2. Puissance à évacuer au condenseur oC

Il s'agit de condenser la vapeur saturante $H_n = H_d$ en un liquide bouillant $h_{n+1} = h_d$. Le bilan d'énergie au niveau du condenseur conduit à l'expression (figure 26)

$$V H_d = L h_d + D h_d + oC$$

Compte-tenu : du bilan sur le condenseur $V=L+D$

de la valeur du taux de reflux $R = L/D$

on obtient : $oC = (R+ 1).D(H_d - h_d)$ (36)

Le bilan molaire sur le constituant le plus volatil conduit à...(37)

(36) et (37) donne...(38)

3.7.3. Calcul de l'échangeur thermique : le condenseur

Le flux de chaleur oC est évacué au condenseur. Pour réaliser ce changement de phase ($V^* L$), on utilise un échangeur de chaleur dont le fluide caloporteur doit avoir le débit molaire suivant : $M= \Phi_c/ C_p.AT$

O_c : obtenu par les conditions opératoires et les données enthalpiques [W] (36) et (38)

C_p : capacité calorifique du fluide caloporteur (J/mol.°C]

AT : écart de température du fluide caloporteur entre l'entrée et la sortie de l'échangeur [°C]

3.7.4. Puissance à fournir au bouilleur OB

On comprend que la puissance à fournir au bouilleur est dépendante de l'ensemble des courants entrants ou sortants de la colonne.

bilan d'énergie sur l'ensemble de la colonne $F.H_t + OB = D.h_d + oC + W.h_w$

avec $F = D + W$ il vient :

$$\phi_B = \phi_C + D (h_D - H_T) + W (h_W - H_T) \quad (39)$$

ou encore avec $\phi_C = (R + 1) D (H_D - h_D)$

$$\phi_B = (R + 1) D (H_D - h_D) + D (h_D - H_T) + W (h_W - H_T) \quad (40)$$

Le bilan au niveau du bouilleur conduit à $\phi_B = V' (H_W - h_W)$ (41)

Cette expression (41) traduit que la puissance dissipée dans le liquide bouillant (h_W) pour obtenir la vapeur saturante de même composition (H_W) définira le débit de vapeur V' de la colonne d'épuisement.

Le bilan matière de la colonne donne $W = \frac{F(g_F - x_D)}{x_W - x_D}$ (42)

Le taux de rebouillage est $R' = \frac{V'}{W}$ (43)

(41), (42), (43) donnent $\phi_B = R' \frac{F(g_F - x_D)}{x_W - x_D} (H_W - h_W)$ (44)

Les 2 expressions (40) et (44) permettent d'accéder au taux de rebouillage c'est-à-dire au débit V' .

4. FONCTIONNEMENT D'UNE COLONNE DE RECTIFICATION

Nous avons vu précédemment que ϕ_B et ϕ_C sont des fonctions linéaires croissantes du taux de reflux. Nous savons que la séparation des constituants s'améliore lorsque le taux de reflux augmente, avec un coût énergétique plus élevé, mais simultanément le débit du distillat sera plus faible. On comprend bien qu'il faudra trouver le compromis qui tient compte de la pureté du produit recherché mais aussi de l'optimum économique. Il est donc nécessaire de s'attarder sur la notion d'efficacité - coût qui fixe le taux de reflux le plus économique.

4.1. Analyse des échanges de matière sur un plateau réel : PR

Les transferts de matière dans la colonne peuvent être analysés à l'aide de la figure 38. Lorsque l'on se déplace de bas en haut de la colonne, la vapeur s'enrichit en constituant le plus volatil, $y_{n-1} < y_n < y_{n+1}$ et le liquide s'appauvrit en constituant le plus volatil $x_n > x_{n+1}$. Ce transfert a lieu dans la couche liquide de hauteur h sur le plateau.

avec $F=D+W$ il vient : $O_b = O_c + D(h_d - H_t) + W(h_w - H_t)$ (39)

ou encore avec $O_c = (R+1) D(H_d - h_d)$

$$O_b = (R+1) D(H_d - h_d) + D(h_d - H_t) + W(h_w - H_t) \quad (40)$$

Le bilan au niveau du bouilleur conduit à $O_b = V'(H_w - h_w)$ (41)

Cette expression (41) traduit que la puissance dissipée dans le liquide bouillant (h_w) pour obtenir la vapeur saturante de même composition (H_w) définira le débit de vapeur V' dans la colonne d'épuisement.

Le bilan matière de la colonne donne $W = \dots$ (42)

Le taux de rebouillage est $R' = \dots$ (43)

(41), (42), (43) donnent $O_b = R' \dots$ (44)

Les 2 expressions (40) et (44) permettent d'accéder au taux de rebouillage R' c'est-à-dire au débit V' .

4. FONCTIONNEMENT D'UNE COLONNE DE RECTIFICATION

Nous avons vu précédemment que O_b et O_c sont des fonctions linéaires croissantes du taux de reflux. Nous savons que la séparation des constituants s'améliore lorsque le taux de reflux augmente, avec un coût énergétique plus élevé, mais simultanément le débit du distillat sera plus faible. On comprend bien qu'il faudra trouver le compromis qui devra tenir compte de la pureté du produit recherché mais aussi de l'optimum économique. Il est donc nécessaire de s'attarder sur la notion d'efficacité - coût qui fixe le taux de reflux le plus économique.

4.1. Analyse des échanges de matière sur un plateau réel : PR

Les transferts de matière dans la colonne peuvent être analysés à l'aide de la figure 38.

Lorsque l'on se déplace de bas en haut de la colonne, la vapeur s'enrichit en constituant le plus volatil, $Y_{n-1} < y_n < y_{n+1}$ et le liquide s'appauvrit en constituant le plus volatil $x_n > x_{n+1}$. Ce transfert a lieu dans la couche liquide de hauteur h sur plateau à

l'interface entre les bulles et le liquide. Si l'équilibre thermodynamique arrive à s'établir $y_n = y_n^*$ et $x_n = x_n^*$ avec $y^* = \frac{\alpha x_n^*}{1 + (\alpha - 1) x_n^*}$.

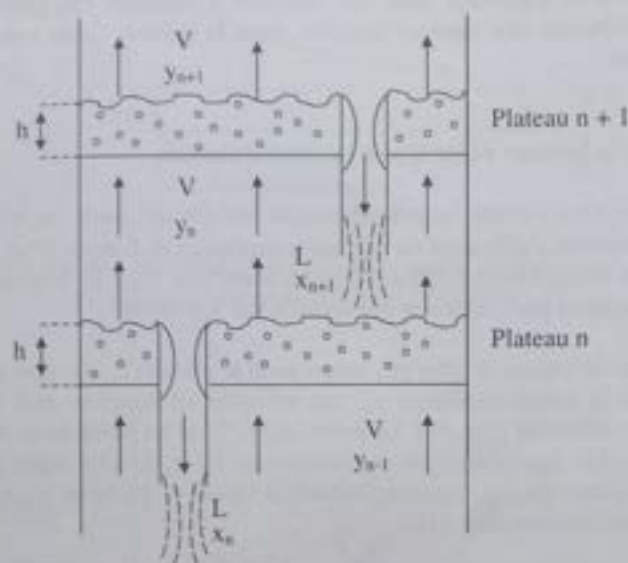


Figure 38 : Analyse des échanges sur des plateaux réels.

On dit que l'efficacité de l'échange est maximal soit 100 %. Dans ce cas le nombre de plateaux réels (NPR) nécessaire pour faire la séparation recherchée est égale au nombre de plateaux théoriques (NPT) : $NPR = NPT$.

La réalité est tout autre, car l'équilibre thermodynamique n'est pas atteint c'est-à-dire que $y_n < y_n^*$ et $x_n > x_n^*$. L'efficacité de l'échange est inférieure à 100 % et le nombre de plateaux réels nécessaires est supérieur au nombre de plateaux théoriques obtenus par les constructions graphiques $NPR > NPT$.

Pour améliorer l'efficacité de l'échange de matière ($y_n \rightarrow y_n^*$ et $x_n \rightarrow x_n^*$) il y a deux méthodes.

1 - Augmenter le temps de contact entre la bulle et le liquide : $\tau \nearrow$
 Ce temps de passage de la bulle sera augmenté en augmentant la hauteur de liquide ($h \nearrow$) ou en diminuant la vitesse (u) des bulles : $u \searrow \Rightarrow$ débit de vapeur $\searrow \Rightarrow$ chauffage $\phi_0 \searrow$

2 - Augmenter la surface d'échange entre les bulles et le liquide : $S \nearrow$

Pour un volume de gaz donné, il est préférable d'avoir des petites bulles que des grosses bulles. Lorsque l'on divise une grosse bulle en 10 petites bulles, on obtient une surface d'échange qui est multipliée par 2,15.

l'interface entre les bulles et le liquide. Si l'équilibre thermodynamique arrive à s'établir...

Figure 38 : Analyse des échanges sur des plateaux réels.

On dit que l'efficacité de l'échange est maximal soit 100 %. Dans ce cas, le nombre de plateaux réels (NPR) nécessaire pour faire la séparation recherchée est égale au nombre de plateaux théoriques (NPT) : $NPR = NPT$.

La réalité est tout autre, car l'équilibre thermodynamique n'est pas atteint c'est-à dire que $y_n < y_n^*$ et $x_n > x_n^*$. L'efficacité de l'échange est inférieure à 100 % et le nombre de plateaux réels nécessaires est supérieur au nombre de plateaux théoriques obtenus par les constructions graphiques $NPR > NPT$.

Pour améliorer l'efficacité de l'échange de matière ($y_n...$) il y a deux méthodes.

1 - Augmenter le temps de contact entre la bulle et le liquide : 1 Ce temps de passage de la bulle sera augmenté en augmentant la hauteur de liquide ($h...$) ou en diminuant la vitesse (u) des bulles : - u -débit de vapeur -chauffage Ob

2 - Augmenter la surface d'échange entre les bulles et le liquide: S

Pour un volume de gaz donné, il est préférable d'avoir des petites bulles que des grosses bulles. Lorsque l'on divise une grosse bulle en 10 petites bulles, on obtient une surface d'échange qui est multiplié par 2,15.

On sait néanmoins que lorsque la hauteur de liquide augmente, on risque le phénomène de ruissellement si le débit de vapeur est insuffisant pour exercer une pression de bas en haut au niveau des trous du plateau. Inversement si les bulles sont trop petites, le débit vapeur trop important, on risque le phénomène d'engorgement dans les colonnes de garnissage et de moussage dans les colonnes à plateaux. On admet que la vitesse linéaire d'écoulement des vapeurs comptée dans la section d'une colonne vide est de l'ordre de 1 m/s.

4.2. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne à plateau

Comme nous l'avons vu précédemment lorsque un, deux, ou les trois paramètres (h , τ , S) augmentent, l'efficacité du plateau augmente. Les figures 39 et 40 permettent de comprendre la définition de l'efficacité selon Murphree (E_M) en analysant les variations des valeurs des titres des vapeurs et des liquides sur le plateau n .

Lorsque la vapeur de titre y_{n-1} rentre sous le plateau n , son titre augmentera au fur et à mesure de le quitter à la valeur maximale y_n^* qui est celle en équilibre avec le liquide x_n qui s'écoule par le déversoir (fig. 39). Le point (x_n, y_n^*) est un point de la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h , τ , Z) sont telles que la vapeur ne peut atteindre cette valeur y_n^* mais seulement la valeur y_n . Le point (x_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour la vapeur est exprimée par un rapport

$$E_{M_y} = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}} = \frac{\Delta y_{exp}}{\Delta y_{th}} \quad (45)$$

avec Δy_{exp} : différence expérimentale des titres entrée-sortie de la vapeur

Δy_{th} : différence théorique des titres entrée-sortie de la vapeur si l'équilibre thermodynamique était établi

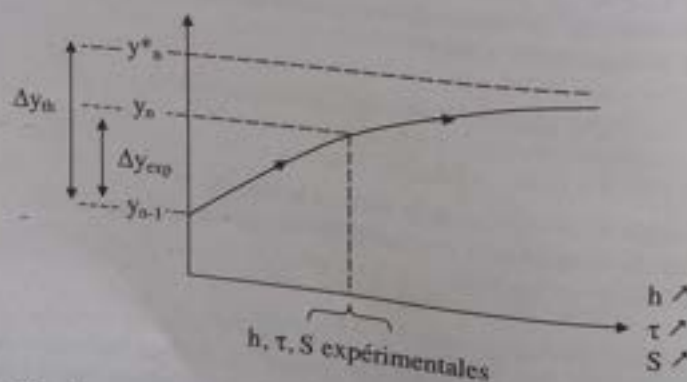


Figure 39 : Variation du titre de la vapeur sur un plateau

On sait néanmoins que lorsque la hauteur de liquide augmente, on risque le phénomène de ruissellement si le débit de vapeur est insuffisant pour exercer une pression de bas en haut au niveau des trous du plateau. Inversement si les bulles sont trop petites et le débit vapeur trop important, on risque le phénomène d'engorgement dans les colonnes de garnissage et de moussage dans les colonnes à plateaux, On admet que la vitesse linéaire d'écoulement des vapeurs comptée dans la section d'une colonne vide est de l'ordre de 1 m/s.

4.2. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne à plateau

Comme nous l'avons vu précédemment lorsque un, deux, ou les trois paramètres (h , T , S) augmentent, l'efficacité du plateau augmente. Les figures 39 et 40 permettent de comprendre la définition de l'efficacité selon Murphree (E_m) en analysant les variations des valeurs des titres des vapeurs et des liquides sur le plateau n .

Lorsque la vapeur de titre y_{n-1} rentre sous le plateau n , son titre augmentera avant de le quitter à la valeur maximale y_n^* qui est celle en équilibre avec le liquide x_n qui s'écoule par le déversoir (fig. 39). Le point (X_n, y_n^*) est un point de la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h , T , Z) sont telles que la vapeur ne peut atteindre cette valeur y_n^* mais seulement la valeur y_n . Le point (X_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour la vapeur est exprimée par un rapport ... (45)

avec A_{yexp} : différence expérimentale des titres entrée-sortie de la vapeur

A_{yth} : différence théorique des titres entrée-sortie de la vapeur ! thermodynamique était établi

Figure 39 : Variation du titre de la vapeur sur un plateau avec les paramètres du transfert de matière.

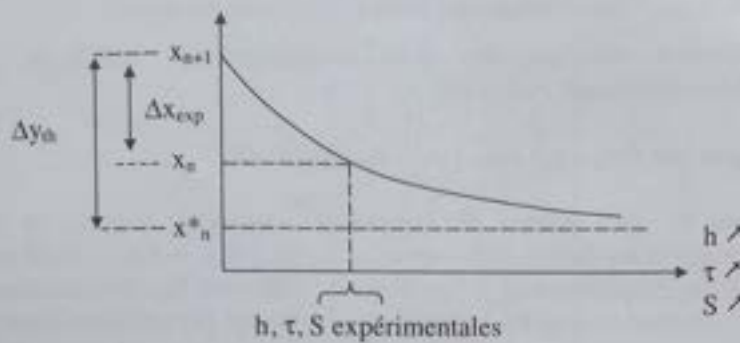


Figure 40 : Variation du titre du liquide sur un plateau avec les paramètres du transfert de matière.

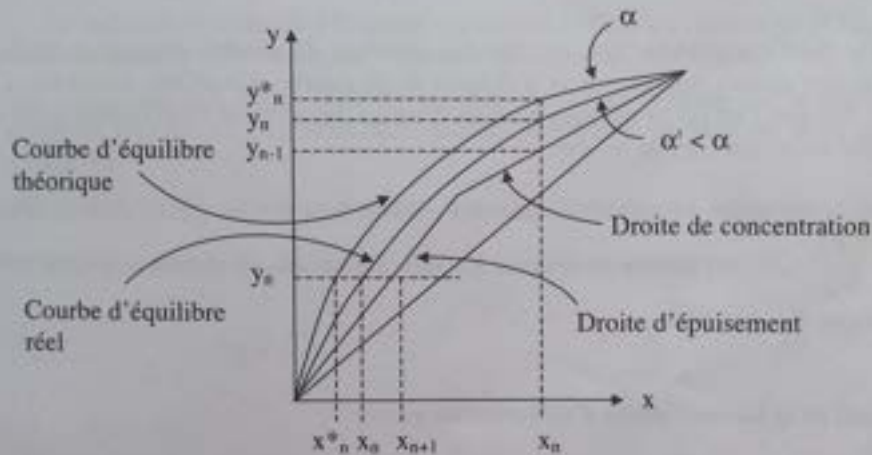


Figure 41 : Courbe d'équilibre théorique et courbe d'équilibre réel.
Efficacité de Murphree.

Lorsque le liquide de titre x_{n+1} arrive sur le plateau n , son titre diminuera avant de le quitter à la valeur minimale x_n^* qui est en équilibre avec la vapeur y_n (fig. 40). Le point (x_n^*, y_n) se trouve sur la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h, τ, S) sont telles que le liquide ne peut atteindre cette valeur avant de s'écouler dans le déversoir ; son titre diminuera seulement à la valeur x_n . Le point (x_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour le liquide est exprimé par le rapport

$$E_{MX} = \frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_n^*} = \frac{\Delta x_{exp}}{\Delta x_{th}} \quad (46)$$

Figure 40 : Variation du titre du liquide sur un plateau avec les paramètres du transfert de matière.

Courbe d'équilibre théorique

Droite de concentration

Courbe d'équilibre réel

Droite d'épuisement

Figure 41 : Courbe d'équilibre théorique et courbe d'équilibre réel.

Efficacité de Murphree.

Lorsque le liquide de titre x_{n+1} arrive sur le plateau n , son titre diminuera avant de le quitter à la valeur minimale x_n^* qui est en équilibre avec la vapeur y_n (fig. 40). Le point (X_n^*, y_n) se trouve sur la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h , T , S) sont telles que le liquide ne peut atteindre cette valeur avant de s'écouler dans le déversoir, son titre diminuera seulement à la valeur x_n . Le point (X_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour le liquide est exprimé par le rapport ... (46)

Δx_n : ... thermodynamique et en ...

On peut remarquer que si $y_n = y_n^*$ et $x_n = x_n^*$, on a $E_M = 100\%$.

La figure 41 nous permet de comprendre comment, à partir de la courbe d'équilibre théorique et les droites opératoires ($y_{n-1} = f(x_n)$ et $y_n = f(x_{n+1})$), il est possible de construire la courbe d'équilibre réel si l'on connaît l'efficacité E_M . Généralement on a $0\% < E_M < 80\%$. On peut trouver les ordonnées y_n en traçant des verticales à des abscisses

x_n et en appliquant l'expression $\frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}} = E_{M_y}$. De la même façon en traçant des

horizontales à différentes ordonnées y_n on peut trouver les valeurs de x_n en appliquant

l'expression $\frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_n^*} = E_{M_x}$.

On peut comprendre que lorsque E_M diminue, la courbe d'équilibre réelle se rapproche des droites opératoires et s'éloigne de la courbe d'équilibre théorique. Cela revient à dire que l'on est en pratique avec un mélange de volatilité relative plus faible que la volatilité relative théorique $\alpha' < \alpha$.

La construction du nombre de plateaux conduit donc à $NPR > NPT$ avec la relation $NPR = \frac{NPT}{E_M}$. Si l'on connaît la distance h' entre 2 plateaux, on obtient la hauteur réelle de la colonne $H_R = h' \cdot NPR$.

4.3. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne garnie

Si dans le cas d'une colonne à plateau il est facile de se représenter un plateau théorique ($E_M = 100\%$), il en est autrement dans le cas d'une colonne garnie. Dans ce cas l'échange se fait de manière continue tout au long de la colonne (fig. 42). On définit ce que l'on appelle la hauteur équivalente à un plateau théorique : la HEPT. C'est la distance linéaire qui sépare le point de la colonne de titre $x_n = x_n^*$ à celui ayant la composition d'équilibre théorique correspondante $y_n = y_n^*$. Le point (x_n^*, y_n^*) se situe sur la courbe d'équilibre théorique du binaire qui circule dans la colonne. Cette distance obtenue expérimentalement : $HEPT = f(\text{mélange, garnissage})$. Le nombre de plateaux théoriques (NPT) est accessible par les méthodes graphiques (MCT et PS) avec $NPT = \frac{H_T}{HEPT}$ ($f(\text{mélange, conditions opératoires})$).

Ainsi la hauteur théorique $H_T = NPT \cdot HEPT$. On remarque que si $HEPT$ décroît, cela signifie que les conditions technologiques (garnissage, plateaux...) sont meilleures, alors $H_T \searrow$.

Pour ce qui concerne la hauteur réelle de la colonne à garnissage H_R , un développement important sera consacré à ce calcul dans le chapitre V.

perm
où H
p
g
N

4.4. R

plateau
reflux
par la r
la biss
concern
signifie
donc W

l'on ne
colonne
prélèven
obtient l

avec AX_{exp} : différence expérimentale des titres entrée-sorties du liquide

AX_{th} : différence théorique des titres entrée-sorties du liquide si l'équilibre thermodynamique était établi

On peut remarquer que si $y_n = y_n^$ et $X_n = X_n^*$, on a $E_m = 100\%$*

La figure 41 nous permet de comprendre comment, à partir de la courbe d'équilibre théorique et les droites opératoires ($y_{n-1} = f(x_n)$ et $y_n = f(x_{n+1})$), il est possible de construire la courbe d'équilibre réel si l'on connaît l'efficacité E_m . Généralement on a $60\% < E_m < 80\%$. On peut trouver les ordonnées y_n en traçant des verticales à des abscisses x_n et en appliquant l'expression $y_n - y_{n-1} / y_n^* - y_{n-1} = E_{my}$. De la même façon, en traçant des horizontales à différentes ordonnées y_n on peut trouver les valeurs de x_n en appliquant l'expression $x_{n+1} - x_n / x_{n+1} - x_n = E_{mx}$.

On peut comprendre que lorsque E_m diminue, la courbe d'équilibre réelle se rapproche des droites opératoires et s'éloigne de la courbe d'équilibre théorique. Ceci revient à dire que l'on est en pratique avec un mélange de volatilité relative plus faibles que la volatilité relative théorique $d' < 0...$

La construction du nombre de plateaux conduit donc à $NPR > NPT$ avec la relation $NPR = NPT / E_m$. Si l'on connaît la distance h' entre 2 plateaux, on obtient la hauteur réelle de la colonne $H_r = h' \cdot NPR$.

4.3. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne garnie

Si dans le cas d'une colonne à plateau il est facile de se représenter un plateau réel ou théorique ($E_m = 100\%$), il en est autrement dans le cas d'une colonne garnie. Dans ce cas l'échange se fait de manière continue tout au long de la colonne (fig. 42). on définit ce que l'on appelle la hauteur équivalente à un plateau théorique : la HEPT. C'est la distance linéaire qui sépare le point de la colonne de titre $X_n = X_n^*$ à celui ayant la composition d'équilibre théorique correspondante $y_n = y_n^*$. Le point (X_n^*, y_n^*) se situe sur la courbe d'équilibre théorique du binaire qui circule dans la colonne. Cette distance est obtenue expérimentalement : $HEPT = f(\text{mélange, garnissage})$. Le nombre de plateaux théoriques (NPT) est accessible par les méthodes graphiques (MCT et PS) avec $NPT = f(\text{mélange, conditions opératoires})$.

Ainsi la hauteur théorique $H_t = NPT \cdot HEPT$. On remarque que si HEPT décroît cela signifie que les conditions technologiques (garnissage, plateaux....) sont meilleures alors HT .

Pour ce qui concerne la hauteur réelle de la colonne à garnissage H_R , un développement important sera consacré à ce calcul dans le chapitre V.

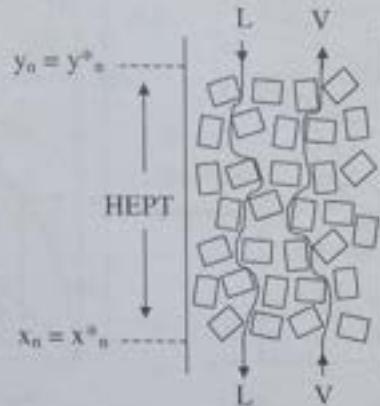


Figure 42 : Définition de la hauteur équivalente à un plateau théorique : HEPT.

Le caractère continu de l'échange conduira à définir les notions de HTU et NTU permettant d'accéder à la hauteur par l'expression $H_R = NTU \times HTU$

où HTU est la hauteur d'une unité de transfert qui est déterminée par le calcul et qui prend en compte les caractéristiques physico-chimiques du mélange et la nature du garnissage.

NTU est le nombre d'unité de transfert. Il est déterminé par une intégration graphique.

On se contentera ici d'exprimer l'efficacité de la séparation par

$$\eta = \frac{H_T}{H_R}$$

4.4. Rectification à reflux total

La figure 43 montre que la séparation d'un mélange de composition g_s nécessite 3 plateaux théoriques avec un reflux fini alors que 2 suffisent à reflux infini. Le passage du reflux fini R au reflux total ou infini R_∞ se traduit sur le diagramme de McCabe et Thiele par la rotation autour des points D et W des droites de concentration et d'épuisement vers la bissectrice. Le point I est confondu avec le point F , les pentes des droites de concentration et d'épuisement sont telles que $\frac{L}{V} = \frac{L'}{V'} = 1$ soit $L = L' = V = V'$ qui signifie que $F = 0$; comme $R = R_\infty$, cela signifie que $D = 0$. Enfin puisque $F = L + W$ on a donc $W = 0$.

On est alors dans un système fermé qui ne présente pas d'intérêt pratique puisque l'on ne fait aucun prélèvement en D ou W . Fréquemment dans la phase de démarrage de la colonne, on travaille à R_∞ afin de mettre la colonne en régime pour effectuer ensuite les prélèvements D et W . Il s'agit d'une condition limite de fonctionnement pour laquelle on obtient le nombre minimal de plateaux N_{min} .

Figure 42 : Définition de la hauteur équivalente à un plateau théorique : HEPT.

Le caractère continu de l'échange conduira à définir les notions de HTU et NTU permettant d'accéder à la hauteur par l'expression $H_r = NTU \times HTU$ où HTU est la hauteur d'une unité de transfert qui est déterminée par le calcul et qui prend en compte les caractéristiques physico-chimiques du mélange et la nature du garnissage.

NTU est le nombre d'unité de transfert. Il est déterminé par une intégration graphique.

On se contentera ici d'exprimer l'efficacité de la séparation par : $\eta = H_t/H_r$

4.4. Rectification à reflux total

La figure 43 montre que la séparation d'un mélange de composition g_f nécessite 3 plateaux théoriques avec un reflux fini alors que 2 suffisent à reflux infini. Le passage du reflux fini R au reflux total ou infini R se traduit sur le diagramme de McCabe et Thiele par la rotation autour des points D et W des droites de concentration et d'épuisement vers la bissectrice. Le point I est confondu avec le point F, les pentes des droites de concentration et d'épuisement sont telles que $L/V = L'/V' = 1$ soit $L = L' = V = V'$ qui signifie que $F = 0$; comme $R=R_{\infty}$ cela signifie que $D=0$. Enfin puisque $F = L + W$ on a donc $W=0$.

On est alors dans un système fermé qui ne présente pas d'intérêt pratique puisque l'on ne fait aucun prélèvement en D ou W. Fréquemment dans la phase de démarrage de la colonne, on travaille à R afin de mettre la colonne en régime pour effectuer ensuite les prélèvements D et W. Il s'agit d'une condition limite de fonctionnement pour laquelle on obtient le nombre minimal de plateaux N_{min} .

Figure 43 : Passage du reflux fini R au reflux total R. sur le diagramme de Mac Cabe et Thiele.

Sur le diagramme de Ponchon et Savarit (fig. 44), la même séparation nécessite trois plateaux (3 conodales) à reflux fini, n'en nécessite que deux à R.. Les ordonnées du point D et W qui sont respectivement M_d et M_w se retrouvent à $+\infty$ et -0 , en effet ...

Les droites représentant les phases qui se croisent sont toutes verticales.

En conclusion la condition limite de fonctionnement à R.. se traduit par N_{min} qui est le nombre minimal de plateaux théoriques de la colonne *en-dessous duquel la séparation envisagée* $g_f \rightarrow X_d$ et X_w n'est plus possible.

4.5. Détermination de N_{min} - Équation de Fenske

A l'équilibre thermodynamique tous les points (x,y) sont *liés par la relation*

$$y = \frac{\alpha x}{(\alpha - 1)x + 1} \text{ soit } \frac{y}{1-y} = \frac{\alpha(x/1-x)}$$

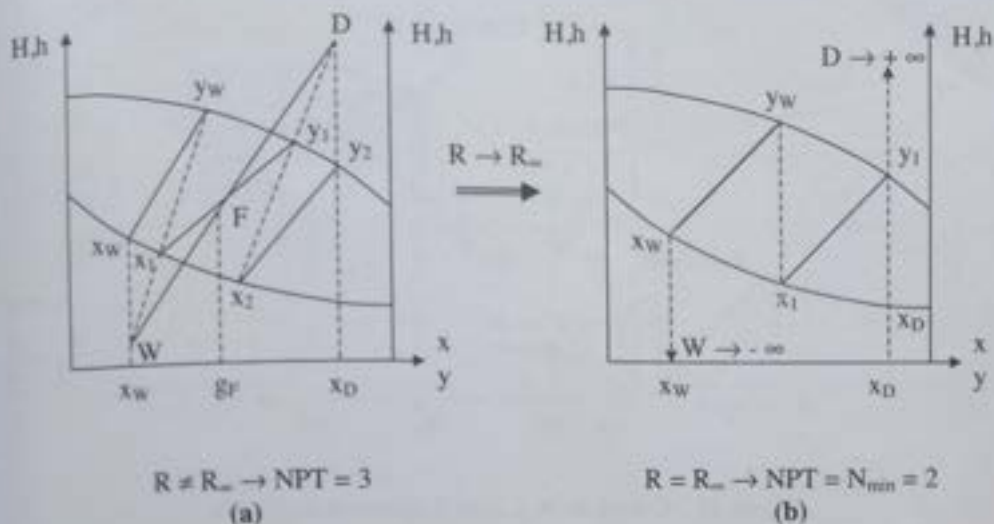


Figure 44 : Passage du reflux fini R au reflux total R_{∞} sur le diagramme de Ponchon et Savarit.

Si l'on considère une solution idéale, α est constant sur tout le domaine de concentration ($x_w - x_D$). A l'aide de la figure 45 on peut écrire

pour le bouilleur $\frac{y_w}{1-y_w} = \alpha \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)$

pour le plateau n° 1 $\frac{y_1}{1-y_1} = \alpha \left(\frac{x_1}{1-x_1} \right)$

à $R = R_{\infty}$ on a $x_1 = y_w$ soit $\frac{y_1}{1-y_1} = \alpha^2 \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)$

pour le n^{ème} plateau $\frac{y_n}{1-y_n} = \alpha^{n+1} \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)$

puisque $y_n = x_D$ et à $R = R_{\infty}$ on a $n + 1 = N_{\min} + 1$ qui nous donne l'équation de Fenske

$$\boxed{\frac{x_D}{1-x_D} = \alpha^{N_{\min}+1} \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)} \quad (47)$$

Soit $N_{\min} + 1 = \frac{\ln \left(\frac{x_D}{1-x_D} / \frac{x_w}{1-x_w} \right)}{\ln \alpha}$

avec $N_{\min} + 1 =$ le bouilleur + nombre minimum de plateaux

Figure 44 : Passage du reflux fini R au reflux total R . sur le diagramme de Ponchon et Savarit...

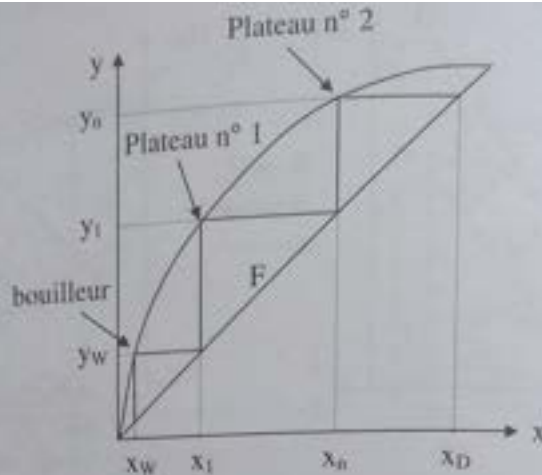


Figure 45 : Calcul de N_{min} avec l'équation de Fenske.

Si la volatilité relative α varie dans le domaine d'étude ($x_W - x_D$) on peut prendre des valeurs moyennes

soit avec $\alpha_{moy} = \sqrt{\alpha_W \alpha_D}$

soit plus précisément $\alpha_{moy} = \sqrt[\alpha_W \alpha_1 \alpha_2 \dots \alpha_D]$

4.6. Rectification à reflux minimum R_{min}

La figure 46 montre que le reflux minimum R_{min} est obtenu lorsque le point I se trouve sur la courbe d'équilibre. Le déplacement du point I sur le prolongement de la droite d'alimentation se traduit par une diminution de la pente de la droite d'alimentation avec la valeur limite

$$\left(\frac{L}{V} \right)_{min} = \frac{R_{min}}{R_{min} + 1} \quad (48)$$

Les coordonnées du point I sont alors celles des phases liquide (x_F) et vapeur (y_F) de l'alimentation (g_F). Le tracé des plateaux conduit à un nombre de plateaux théoriques infini : NPT_{∞} . Ces plateaux sont regroupés au-dessus de l'alimentation dans la colonne à concentration. Cela signifie que l'alimentation F est introduite près du bouilleur qui a pour composition $x_W = x_F$.

Figure 45 : Calcul de N_{min} avec l'équation de Fenske.

Si la volatilité relative a varie dans le domaine d'étude ($X_w - X_d$) on peut prendre des valeurs moyennes ...

4.6. Rectification à reflux minimum R_{min}

La figure 46 montre que le reflux minimum R_{min} est obtenu lorsque le point 1 se trouve sur la courbe d'équilibre. Le déplacement du point I sur le prolongement de la droite d'alimentation se traduit par une diminution de la pente de la droite d'alimentation avec la valeur limite ...

Les coordonnées du point I sont alors celles des phases liquide (x_f) et vapeur (y_f) de l'alimentation (g_f). Le tracé des plateaux conduit à un nombre de plateaux *théoriques* infini : NPT... Ces plateaux sont regroupés au-dessus de l'alimentation dans la colonne de concentration. Cela signifie que l'alimentation F est introduite près du *bouilleur qui a pour* composition $X_w = X_f$.

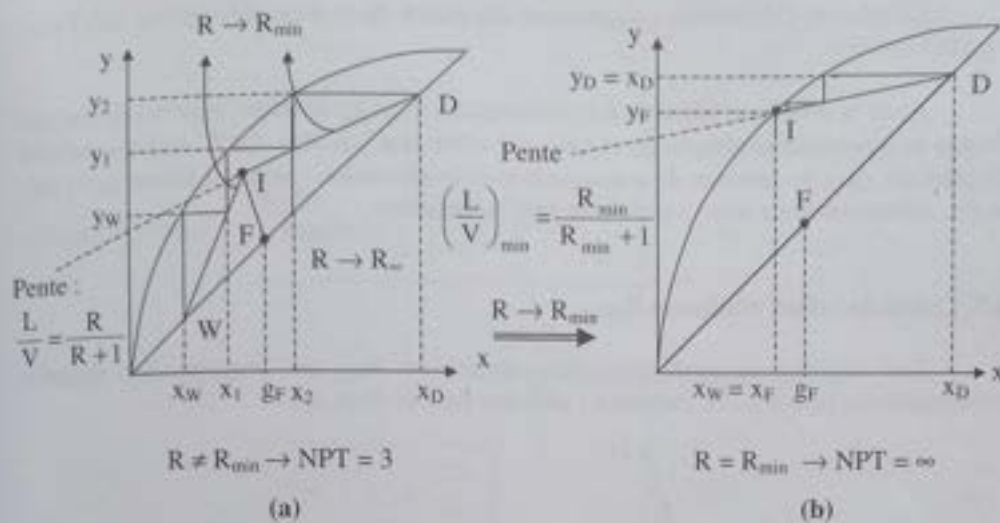


Figure 46 : Passage du reflux R au reflux minimum R_{min} sur le diagramme de Mac Cabe et Thiele.

Dans le cas de la construction de Ponchon et Savarit (figure 47), on constate qu'à $R = R_{min}$ le point D s'est rapproché de la courbe des vapeurs saturantes sans l'atteindre alors que le point W se trouve sur la courbe des liquides bouillants. On retrouve l'égalité $x_W = x_F$. La construction conduit à une infinité de plateaux dans le domaine de concentration (NPT_{∞}) et la conodale qui passe par le point F ($A'B'$) est alors confondue avec la droite DW.

Remarque : Pour bien marquer le déplacement D et W lors du passage de R_{fini} à R_{min} , nous avons exagéré les positions de D et W à R_{fini} sur la figure 47. En toute rigueur la figure 47-a devrait être la même que la figure 44-a.

Les équations générales de $A'B'$ et DW sont :

Pour la conodale de l'alimentation $\frac{g_F - x_F}{y_F - x_F} = \frac{H_T - h_F}{H_F - h_F}$ (49)

Pour la droite d'alimentation $\frac{g_F - x_W}{x_D - g_F} = \frac{H_T - M_W}{M_D - H_T}$ (50)

Lorsque le reflux tend vers R_{min} alors $W(x_W, M_W) \rightarrow B'(x_F, h_F)$ ce qui se traduit par la relation : (50)/(49)

à R_{min} $\frac{y_F - x_F}{x_D - g_F} = \frac{H_F - h_F}{M_D - H_T}$ (51)

Figure 46 : Passage du reflux R au reflux minimum R_{min} sur le diagramme de Mac Cabe et Thiele.

Dans le cas de la construction de Ponchon et Savarit (figure 47), on constate qu'à $R = R_{min}$ le point D s'est rapproché de la courbe des vapeurs saturantes sans l'atteindre alors que le point W se trouve sur la courbe des liquides bouillants. On retrouve l'égalité $X_w = X_f$. La construction conduit à une infinité de plateaux dans le domaine de concentration (NPT.) et la conodale qui passe par le point F ($A'B'$) est alors confondue avec la droite DW.

Remarque : Pour bien marquer le déplacement D et W lors du passage de R_{fini} à R_{min} , nous avons exagéré les positions de D et W à R_{fini} sur la figure 47. En toute rigueur la figure 47-a devrait être la même que la figure 44-a...(50)

Lorsque le reflux tend vers R_{min} alors $W(X_w, M_w) \rightarrow B'(X_f, h_f)$ ce qui se traduit par la relation : (50)/(49)...(51).

La relation (37) est
 M_D) et $F(g_F, H_T)$.

Ainsi la condition limite de fonctionnement (R_{min}) est le reflux minimal en-dessous duquel la séparation envisagée $g_F \rightarrow (x_W, x_D)$ n'est plus possible. On a alors une infinité de plateaux dans le domaine de concentration et la séparation est moins bonne $g_F \rightarrow (x_W, x_D)$. L'alimentation est alors positionnée près du bouilleur.

4.7. Calcul du reflux minimum R_{min}

Les expressions permettant de calculer le R_{min} en fonction des données expérimentales peuvent être établies à l'aide des figures 46 et 47.

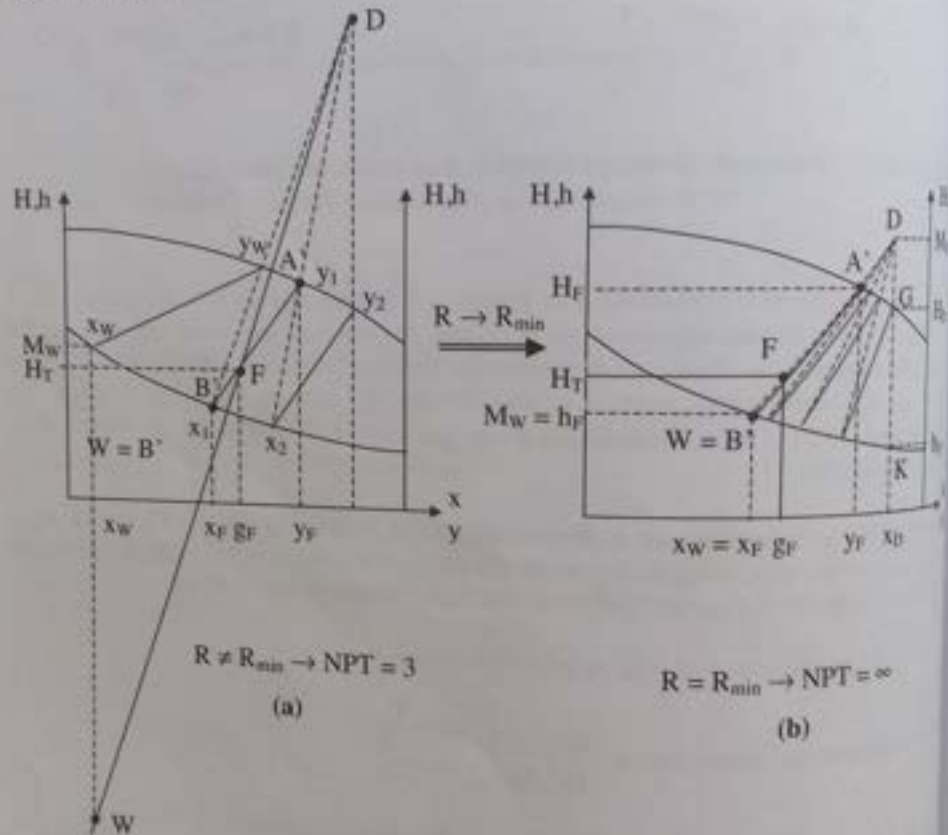


Figure 47 : Passage du reflux R au reflux minimum R_{min} sur le diagramme de Ponchon et Savarit.

La figure 46 du diagramme de Mac Cabe et Thiele à $R = R_{min}$ nous indique que la pente de la droite de concentration a pour valeur :

$$\frac{R_{min}}{R_{min} + 1} = \left(\frac{L}{V} \right)_{min} = \frac{y_D - x_F}{x_D - x_F} \quad (52)$$

La relation (51) traduit l'alignement des points $W = A'(y_f, H_f)$, $B'(x_f, h_f)$, $D(x_d, M_d)$ et $F(g_f, H_t)$.

Ainsi la condition limite de fonctionnement ($R_{\min}$) est le reflux minimal en-dessous duquel la séparation envisagée $g_f \rightarrow (X_w, X_p)$ n'est plus possible. On a alors une infinité de plateaux dans le domaine de concentration et la séparation est moins bonne $g_f \rightarrow (X_f, X_d)$. L'alimentation est alors positionnée près du bouilleur.

4.7. Calcul du reflux minimum $R_{\min}$

Les expressions permettant de calculer le $R_{\min}$ en fonction des données expérimentales peuvent être établies à l'aide des figures 46 et 47.

Figure 47 : Passage du reflux R au reflux minimum sur le diagramme de Ponchon et Savarit.

La figure 46 du diagramme de McCabe et Thiele à $R = R_{\min}$ nous indique que la pente de la droite de concentration a pour valeur : ... (52)

La relation entre les phases à l'équilibre est :

$$y_F = \frac{\alpha x_F}{(\alpha - 1)x_F + 1} \quad (53)$$

(52) et (53) donne :

$$R_{\min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left[\frac{x_D}{x_F} - \alpha \frac{(1 - x_D)}{(1 - x_F)} \right] \quad (54) \quad \text{avec } x_F = x_W$$

Lorsque $x_D \gg x_F \Rightarrow \frac{x_D}{x_F} \gg \alpha \frac{(1 - x_D)}{(1 - x_F)}$ ce qui donne par approximation

$$R_{\min} = \frac{1}{\alpha - 1} \cdot \frac{x_D}{x_F} \quad (55)$$

Puisque les pentes de la conodale et de la droite d'alimentation sont égales à $R = R_{\min}$ (fig. 47), on obtient :

$$\frac{x_D - y_F}{y_F - x_F} = \frac{M_D - H_F}{H_F - h_F} \quad (56)$$

Nous avons établi (36) $\frac{\phi_C}{D} = (R + 1)(H_D - h_D)$

On a par ailleurs $M_D = \frac{\phi_C}{D} + h_D$ (57)

(36) et (57) donne $R = \frac{M_D - H_D}{H_D - h_D}$ (58)

Si on peut considérer (figure 47 à $R = R_{\min}$) que les triangles DA'G et DB'K sont semblables :

$$\frac{M_D - H_D}{H_D - h_D} = \frac{M_D - H_F}{H_F - h_F} \quad (59)$$

(56), (58), (59) conduit alors à $R_{\min} = \frac{x_D - y_F}{y_F - x_F}$ (60) avec $x_F = x_W$

Les expressions (55) et (60) ont donné lieu à des hypothèses ($x_D \gg x_F$ et les triangles semblables sur le diagramme enthalpique) qui sont parfois satisfaites mais la seule expression rigoureuse est la (54).

La relation entre les phases à l'équilibre est : ... (53)

(52) et (53) donne : ... (54) avec $X_F = X_W$

Lorsque $x_D \gg x_F \gg 0$... ce qui donne par approximation ... (55)

Puisque les pentes de la conodale et de la droite d'alimentation sont égales à $R = R_{\min}$ (fig. 47), on obtient : ... (56)

Nous avons établi (36) ... On a par ailleurs ... (57)

(36) et (57) donne ... (58)

Si on peut considérer (figure 47 à $R = R_{\min}$) que les triangles $DA'G$ et $DB'K$ sont semblables: ... (59)

(56), (58), (59) conduit alors à ... (60) avec $X_f = X_w$

Les expressions (55) et (60) ont donné lieu à des hypothèses ($x_D \gg x_F$ et les triangles semblables sur le diagramme enthalpique) qui sont parfois satisfaites mais la seule expression rigoureuse est la (54).

4.8. Conditions optimales de fonctionnement

Nous avons regardé précédemment deux conditions limites de fonctionnement en agissant sur le taux de reflux. Pour aller plus loin, la recherche de la meilleure solution passe par des considérations économiques avec les frais de fonctionnement et les frais d'investissement.

Les frais d'investissement (F_i) comportent les frais fixes indépendants de la taille de la colonne et les frais variables proportionnels au volume de la colonne c'est-à-dire au nombre de plateaux et du diamètre de la colonne, soit $F_i = f \nearrow (R)$ (NPT, diamètre).

Les frais de fonctionnement (F_f) comprennent une partie à peu près constante (salaires, entretien...) mais la part principale est constituée par le fonctionnement du condenseur (ϕ_c) et les frais d'énergie pour le chauffage du bouilleur ϕ_b . A partir des connaissances sur le fonctionnement, on peut écrire : $F_f = f \nearrow (R)$.

La solution optimale reste un compromis entre des considérations économiques et des considérations techniques comme le montre la figure 48.

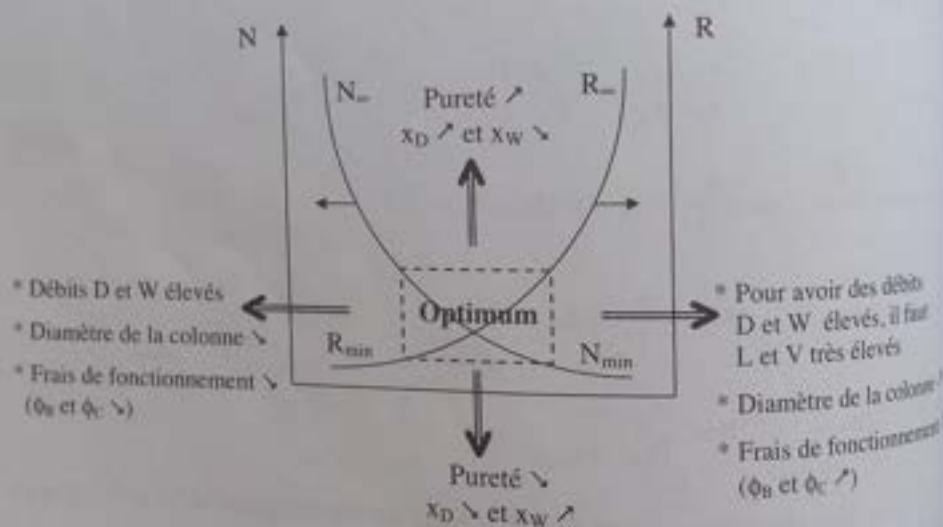


Figure 48 : Considérations techniques et économiques pour choisir l'optimum de fonctionnement d'une colonne.

Dans le cas du taux de reflux infini (R_{∞}) avec un nombre de plateaux théoriques minimum (NPT_{min}), les frais de fonctionnement sont très élevés (R_{∞}). Les frais de construction pourraient, à première vue, paraître minimaux puisque NPT est minimal et la hauteur de la colonne est donc minimale. A la vérité compte tenu que $L = D \cdot R$, pour conserver un débit D significatif avec $R \rightarrow R_{\infty}$ il faut un débit de reflux L et un débit de vapeur V infiniment grand. En effet il faut bien considérer que les frais se rapportent à l'unité de masse de distillat et de soutirage.

4.8. Conditions optimales de fonctionnement

Nous avons regardé précédemment deux conditions limites de fonctionnement en agissant sur le taux de reflux. Pour aller plus loin, la recherche de la meilleure solution passe par des considérations économiques avec les frais de fonctionnement les frais d'investissement

Les frais d'investissement (F_i) comportent les frais fixes indépendants de la taille de la colonne et les frais variables proportionnels au volume de la colonne c'est-à-dire du nombre de plateaux et du diamètre de la colonne, soit $F_i = f_{..}(R)$ (NPT, diamètre).

Les frais de fonctionnement (F_f) comprennent une partie à peu près constante (salaires, entretien...) mais la part principale est constituée par le le fonctionnement du condenseur ($^{\circ}C$) et les frais d'énergie pour le chauffage du bouilleur ($^{\circ}B$). A partir de de connaissances sur le fonctionnement, on peut écrire : $F_f = f_{..}(R)$.

La solution optimale reste un compromis entre des considérations économiques et des considérations techniques comme le montre la figure 48.

- * Débits D et W élevés
- * Diamètre de la colonne
- * Frais de fonctionnement (Ob et Oc)
- * Pour avoir des débits D et W élevés, il faut L et V très élevés
- * Diamètre de la colonne
- * Frais de fonctionnement (Ob et Oc ")
- Pureté X_d et X_w

Figure 48 : Considérations techniques et économiques pour choisir l'optimum de fonctionnement d'une colonne.

Dans le cas du taux de reflux infini ($R_{..}$) avec un nombre de *plateaux théorique minimum* (NPT min), les frais de fonctionnement sont très élevés ($R_{..}$). Les frais de construction pourraient, à première vue, paraître minimaux puisque NPT est *minimal* et la hauteur de la colonne est donc minimale. A la vérité compte tenu que $L = D.R$. Pour conserver un débit D significatif avec $R \rightarrow R_{..}$, il faut un débit de reflux L et un débit de vapeur V infiniment grand. En effet, il faut bien considérer que les frais se rapportent à l'unité de masse de distillat et de soutirage.

Nous savons que nous sommes limités pour les débits L et V pour éviter le ruissellement, l'engorgement ou le moussage. On admet par exemple que la vitesse limite de la vapeur est de 1 m/s. Seule l'augmentation importante du diamètre de la colonne permettra un fonctionnement à $R_{\min}$. C'est pour cette raison que les frais d'investissement augmentent simultanément $F_i = f(NPT, \text{diamètre})$.

Dans le cas du reflux minimum ($R_{\min}$) le nombre de plateaux théoriques est infiniment grand NPT_{∞} . La section de la colonne a par contre une valeur minimale de sorte que les frais de fonctionnement sont donc minimaux mais les frais d'installation sont très élevés.

Le prix de revient est le cumul des frais de fonctionnement et l'investissement avec l'amortissement des capitaux investis.

En portant le coût en fonction du taux de reflux, la somme de frais de fonctionnement et d'investissement conduit à la courbe du prix de revient qui donne le reflux optimum R_{opt} (figure 49).

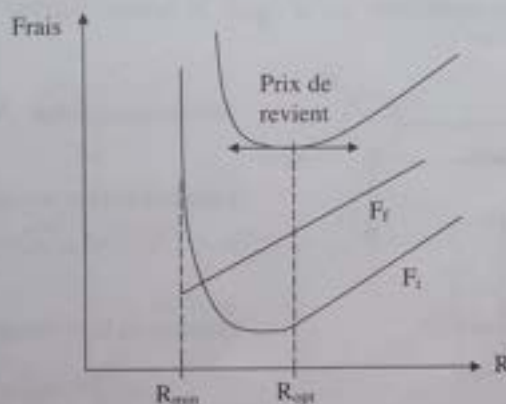


Figure 49 : Calcul du reflux optimal à partir des frais d'investissement (F_i) et des frais de fonctionnement (F_f).

Cette démarche longue et complexe peut être remplacée par des règles semi-empiriques avec :

$$R_{\text{opt}} = (1,2 \text{ à } 1,6) R_{\min}$$

et
$$NPT_{\text{opt}} = (1,5 \text{ à } 2) NPT_{\min}$$

On dispose également de la relation semi-empirique :

$$\left(\frac{NPT + 1}{NPT_{\min} + 1} \right) \left(\frac{R + 1}{R_{\min} + 1} \right) = 2,5$$

Lorsque l'on a déterminé R_{opt} , on en déduit NPT_{opt} ainsi que les flux de chaleur Q_c et Q_R .

Nous savons que nous sommes limités pour les débits L et V pour éviter le ruissellement, l'engorgement ou le moussage. On admet par exemple que la vitesse limite de la vapeur est de 1 m/s. Seule l'augmentation importante du diamètre de la colonne permettra un fonctionnement à Ro . C'est pour cette raison que les frais d'investissement augmentent simultanément $F_i = f(NPT, \text{diamètre})$.

Dans le cas du reflux minimum (R_{min}) le nombre de plateaux théoriques est infiniment grand $NPT \rightarrow \infty$. La section de la colonne a par contre une valeur minimale de sorte que les frais de fonctionnement sont donc minimaux mais les frais d'installation sont très élevés.

Le prix de revient est le cumul des frais de fonctionnement et l'investissement avec l'amortissement des capitaux investis.

En portant le coût en fonction du taux de reflux, la somme de frais de fonctionnement et d'investissement conduit à la courbe du prix de revient qui donne le reflux optimum R_{opt} (figure 49)...

Figure 49 : Calcul du reflux optimal à partir des frais d'investissement (F_i) et des frais de fonctionnement (F_f).

Cette démarche longue et complexe peut être remplacée par des règles semi empiriques avec : ...

On dispose également de la relation semi-empirique : ...

Lorsque l'on a déterminé R_{opt} , on en déduit NPT_{opt} ainsi que les flux de chaleur Q_c et Q_b .

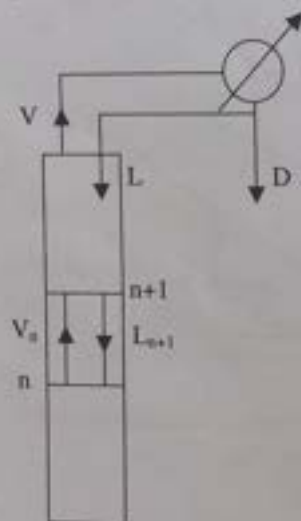
5 - DISTILLATION DISCONTINUE D'UN BINAIRE AVEC RECTIFICATION

5.1. Introduction

Dans ce mode opératoire la totalité du mélange liquide est introduit dans le bouilleur. Il est généralement retenu lorsque l'on souhaite séparer de petites quantités de matière lorsque la charge initiale contient des particules solides susceptibles d'obstruer une colonne de type continu. La colonne est dans un premier temps portée à reflux total pour la mise en équilibre du mélange. En régime permanent la séparation a lieu avec $F = W = 1$ et $D \neq 0$. Ainsi les titres et le volume du mélange dans la colonne diminuent en fonction du temps.

5.2. Bilan matière

La colonne représentée sur la figure 50 permet d'établir une relation entre les phases qui se croisent.



- Bilan matière global $V_n = L_{n+1} + D$

- Bilan matière sur le constituant le plus volatil

$$V_n y_n = L_{n+1} x_{n+1} + D x_D$$

- Equation de la droite opératoire

$$y_n = \frac{L_{n+1}}{V_n} x_{n+1} + \frac{D}{V_n} x_D$$

avec $R = \frac{L}{D}$ et $V = L + D$

Figure 50 : Colonne de distillation discontinue avec rectification.

Si les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont vérifiées :

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{L}{V}$$

$$y_n = \frac{R}{R+1} x_{n+1} + \frac{1}{R+1} x_D \quad (61)$$

5 - DISTILLATION DISCONTINUE D'UN BINAIRE AVEC RECTIFICATION

5.1. Introduction

Dans ce mode opératoire, la totalité du mélange liquide est introduit dans le bouilleur. Il est généralement retenu lorsque l'on souhaite séparer des petites quantités ou lorsque la charge initiale contient des particules solides susceptibles d'obstruer une colonne de type continu. La colonne est dans un premier temps portée à reflux total pour la mise en équilibre du mélange. En régime permanent la séparation a lieu avec $F = W = 0$ et $D \neq 0$. Ainsi les titres et le volume du mélange dans la colonne diminuent en fonction du temps.

5.2. Bilan matière

La colonne représentée sur la figure 50 permet d'établir une relation entre les phases qui se croisent.

- Bilan matière global ...
- Bilan matière sur le constituant le plus volatil ...
- Equation de la droite opératoire ...

Figure 50 : Colonne de distillation discontinue avec rectification

Si les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont vérifiées : ... (61)

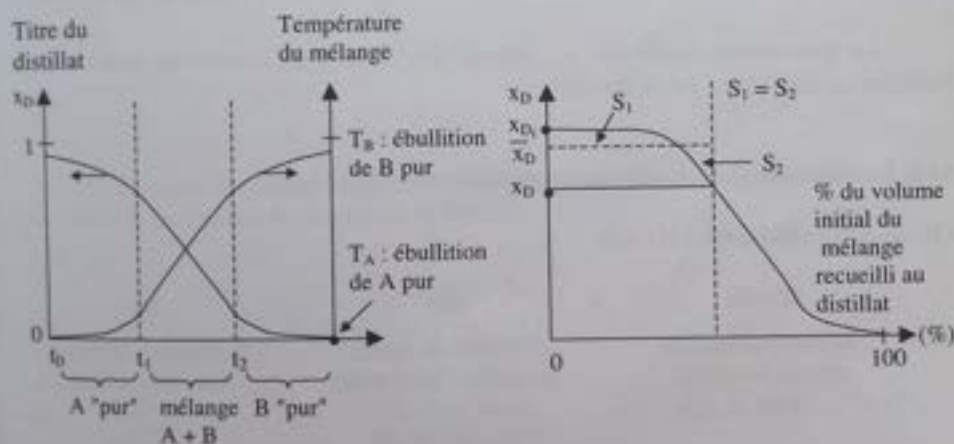
5.3. Mode de fonctionnement de la colonne

La colonne peut fonctionner selon plusieurs modes opératoires

- $R = \text{cte}$, le distillat a une composition variable avec le temps $x_D \neq \text{cte}$
- R variable, dans un intervalle de temps limité la composition du distillat peut être fixée $x_D = \text{cte}$
- Fonctionnement cyclique avec Δt faible

$$\begin{array}{llll} t_1 < t < t_2 & R = 0 & \text{soit } L = 0 & D \neq 0 \\ t_2 < t < t_3 & R = \infty & \text{soit } L \neq 0 & D = 0 \end{array}$$

Ainsi quelque soit le mode opératoire le titre du distillat x_D tend à décroître au cours de la distillation. Ceci se traduit par une augmentation de la température en haut de colonne car dans ce cas le constituant le moins volatil a sa concentration qui augmente au distillat. Ces processus peuvent être représentés par les figures 51 et 52 sachant que $x_D = f(t)$ et $x_B = f(t)$.



Figures 51 et 52 : Suivi de la distillation discontinue du mélange A-B avec :
 A : constituant le plus volatil
 x_D : titre molaire instantané du distillat au temps t
 $\bar{x}_D$: titre molaire moyen du distillat
 x_B : titre molaire instantané du bouilleur au temps t
 indice i : état initial
 indice F : état final

5.4. Détermination du titre du distillat à l'aide des bilans matière

Contrairement à la distillation continue, le nombre de moles n'est plus constant dans la colonne. Nous adopterons donc la notation suivante :

53. Mode de fonctionnement de la colonne

La colonne peut fonctionner selon plusieurs modes opératoires

- $R = \text{cte}$, le distillat a une composition variable avec le temps $X_d \neq \text{cte}$
- R variable, dans un intervalle de temps limité la composition du distillat peut être fixée $X_d = \text{cte}$
- Fonctionnement cyclique avec A_t faible ...

Ainsi quelque soit le mode opératoire le titre du distillat x_d tend à décroître au cours de la distillation. Ceci se traduit par une augmentation de la température en haut de colonne car dans ce cas le constituant le moins volatil à sa concentration qui augmente au distillat. Ces processus peuvent être représentés par les figures 51 et 52 sachant que $X_d = f(t)$ et $X_b = f(t)$.

Titre du distillat

Température du mélange

TB: ébullition de B pur

TA: ébullition de A pur

% du volume initial du mélange recueilli au distillat

Figures 51 et 52 : Suivi de la distillation discontinue du mélange A-B avec :

A: constituant le plus volatil

x_d/x_d : titre molaire instantané du distillat au temps t : titre molaire moyen du distillat

X_b : titre molaire instantané du bouilleur au temps t

indice i : état initial

indice F : état final

5.4. Détermination du titre du distillat à l'aide des bilans matière

Contrairement à la distillation continue, le nombre de moles n'est plus constant dans la colonne. Nous adopterons donc la notation suivante :

D : nombre de moles récupérées au distillat
 B : nombre de moles présentes dans le bouilleur

5.4.1. Titre moyen du distillat $\bar{x}_D$

- Bilan global à $t \neq t_0$

$$\begin{array}{rcl} \text{Nombre total de moles} & = & \text{Nombre total de moles} - \text{Nombre total de moles} \\ \text{dans le distillat à } t & & \text{dans le bouilleur à } t = t_0 \quad \text{dans le bouilleur à } t \\ D_F & = & B_i - B_F \end{array}$$

- Bilan sur le constituant le plus volatil à $t \neq t_0$

$$D_F \cdot \bar{x}_D = B_i \cdot x_{B_i} - B_F \cdot x_{B_F}$$

$$\boxed{\frac{B_i}{B_F} = \frac{x_{B_F} - \bar{x}_D}{x_{B_i} - \bar{x}_D}} \quad (62)$$

Le titre moyen du distillat $\bar{x}_D$ dépend des titres et du nombre de moles dans le bouilleur en début et en fin de distillation.

5.4.2. Titre instantané du distillat x_D - Relation de Lord Rayleigh

- Bilan différentiel entre t et $t + dt$

$$\begin{array}{rcl} B - dB & + & dD = B \\ \text{Nombre de moles} & & \text{Nombre de moles} \quad \text{Nombre de moles} \\ \text{dans le bouilleur} & & \text{recueillies au distillat} \quad \text{dans le bouilleur à } t \\ \text{à } t + dt & & \text{entre } t \text{ et } t + dt \\ & & \text{avec } dD = dB \end{array}$$

- Bilan différentiel sur le constituant le plus volatil

$$(B - dB)(x_B - dx_B) + dD \cdot x_D = B \cdot x_B$$

Si on néglige la différentielle du 2^{ème} ordre $dB \cdot dx_B$, on obtient :

$$B \, dx_B = (x_D - x_B) \, dB$$

$$\text{soit} \quad \frac{dB}{B} = \frac{dx_B}{x_D - x_B}$$

En intégrant entre le début (indice i) et la fin (indice F) de la distillation, on obtient l'expression de Lord Rayleigh.

D: nombre de moles récupérées au distal

B: nombre de moles présentes dans le bouilleur

5.4.1. Titre moyen du distillat x_d

- Bilan global à t .. t_o

Nombre total de moles dans le distillat à t . D_f

Nombre total de mole dans le bouilleur à $t = t_o$. B_i

Nombre total de moles dans le bouilleur à t . B_f

- Bilan sur le constituant le plus volatil à $t \# t_o$... (62)

Le titre moyen du distillat x_d dépend des titres et du nombre de moles dans le bouilleur en début et en fin de distillation.

5.4.2. Titre instantané du distillat X_d - Relation de Lord Rayleigh

- Bilan différentiel entre t et $t + dt$

$B - dB$ Nombre de moles dans le bouilleur à $t + dt$

dD Nombre de moles recueillies au distillat entre t et $t + dt$ avec $dD = dB$

B Nombre de moles dans le bouilleur à t

- Bilan différentiel sur le constituant le plus volatil

$$(B - dB) (X_b - dx_b) + dD.x_d = B x_b$$

Si on néglige la différentielle du 2ème ordre $dB.dx_b$, on obtient:

$$B dx_b = (x_d - x_b) dB \text{ soit } \dots$$

En intégrant entre le début (indice i) et la fin (indice F) de la distillation, on obtient l'expression de Lord Rayleigh.

$$\boxed{\text{Ln} \left[\frac{B_i}{B_F} \right] = \int_F^i \frac{dx_B}{x_D - x_B}} \quad (63) \quad \begin{array}{l} \text{avec } x_D = f(t) \\ x_B = f(t) \end{array}$$

Cette relation est satisfaite si

- le volume de liquide retenu dans la colonne (hold up) est très supérieur au volume cumulé de la recette au distillat
- le temps de prélèvement est tel que $t \ll t_1$ pour lequel la variation du titre du distillat avec le temps devient alors importante.

5.5. Etude de la distillation à reflux élevé constant

Il s'agit d'un cas particulier ($R = R_\infty$ et $N \rightarrow N_{\min}$) pour lequel le nombre de moles prélevé au distillat est très faible ($D \rightarrow 0$). C'est la situation rencontrée lorsque l'on effectue une séparation maximale des constituants.

Dans ces conditions la pente de la droite opératoire est confondue avec la bissectrice sur la courbe $y = f(x)$.

$$\frac{R}{R+1} = \frac{1}{1 + \frac{1}{R}} \xrightarrow{R \rightarrow \infty} 1$$

Si la volatilité relative α est considérée comme constante sur tout le domaine de concentration on dispose de la relation de Fenske

$$\frac{x_D}{1-x_D} = \alpha^{N_{\min}+1} \left(\frac{x_B}{1-x_B} \right)$$

soit
$$x_D = \frac{\alpha^{N_{\min}+1} x_B}{1 + x_B(\alpha^{N_{\min}+1} - 1)} \quad \text{avec } \alpha > 1 \quad \text{donc } \alpha^{N_{\min}+1} \gg 1$$

On obtient

$$\boxed{\text{Ln} \left[\frac{B_i x_{B_i}}{B_F x_{B_F}} \right] = \alpha^{N_{\min}+1} \text{Ln} \left[\frac{B_i(1-x_{B_i})}{B_F(1-x_{B_F})} \right]} \quad (64)$$

Cette relation relie la quantité du constituant B x_B et celle de l'autre $B(1-x_B)$ en début et en fin de distillation. La valeur $\alpha^{N_{\min}+1}$ fixe donc la qualité de la séparation (fig. 53).

Cette relation est satisfaite si

- le volume de liquide retenu dans la colonne (hold up) est très supérieur au volume cumulé de la recette au distillat
- le temps de prélèvement est tel que $t \ll t_1$ pour lequel la variation du titre du distillat avec le temps devient alors importante.

55. Etude de la distillation à reflux élevé constant

Il s'agit d'un cas particulier ($R = R_{\infty}$ et $N \rightarrow N_{\min}$) pour lequel le nombre de moles prélevé au distillat est très faible ($D \rightarrow 0$). C'est la situation rencontrée lorsque l'on effectue une séparation maximale des constituants.

Dans ces conditions la pente de la droite opératoire est confondue avec la bissectrice sur la courbe $y = f(x)$...

Si la volatilité relative α est considérée comme constante sur tout le domaine de concentration on dispose de la relation de Fenske ...

Cette relation relie la quantité du constituant B, X_b et celle de l'autre B, $(1 - X_b)$ en début et en fin de distillation. La valeur $\alpha N_{\min} + 1$ fixe donc la qualité de la séparation (fig. 53).

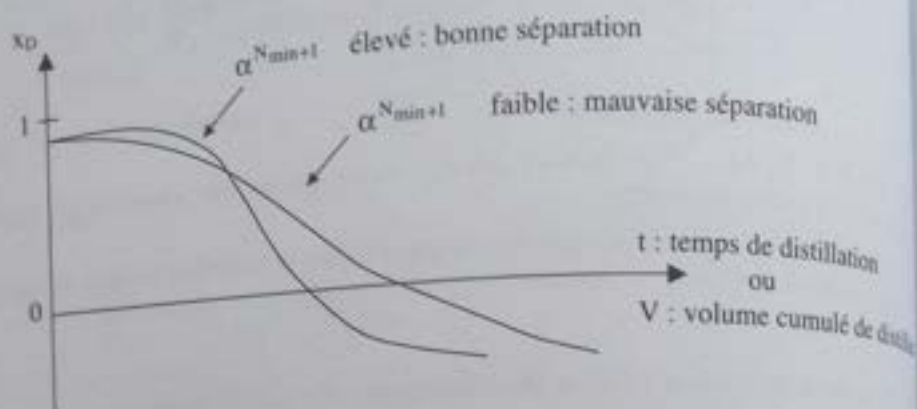


Figure 53 : Rôle de $\alpha^{N_{min}+1}$ sur la séparation des constituants par distillation à $R = cte \rightarrow R_m$

5.6. Etude de la distillation discontinue à reflux constant

La condition du reflux constant impose la pente de la droite opératoire $\frac{R}{R+1}$ qui se déplace au cours du temps selon la variation des titres du distillat x_D et du bouilleur x_B . Soit un mélange donné et une colonne à 2 plateaux théoriques fonctionnant à $R = cte$. La figure 54 donne la représentation graphique pour l'état initial et l'état final.

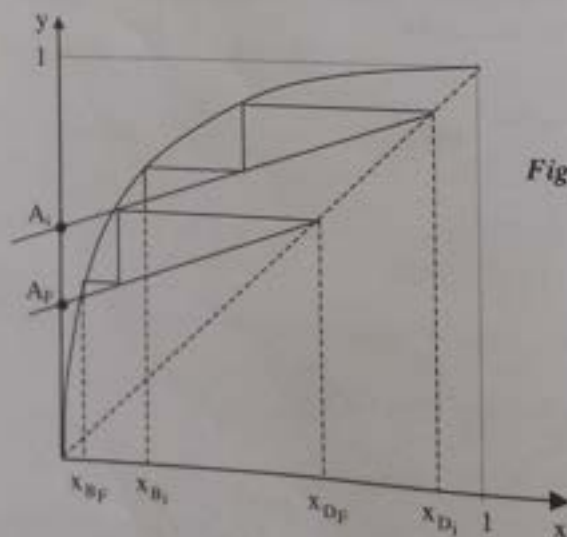


Figure 54 : Distillation à $R = cte$

$$x_{D_i} \xrightarrow{x_D = f(t)} x_{D_f}$$

$$x_{B_i} \xrightarrow{x_B = f(t)} x_{B_f}$$

$$A_i = \frac{x_{D_i}}{R+1}$$

$$A_f = \frac{x_{D_f}}{R+1}$$

Le tracé des courbes $\frac{1}{x_D - x_B} = f(x_B)$ et le calcul de la surface représentée par l'intégrale $\int_{x_{B_f}}^{x_{B_i}} \frac{dx_B}{x_D - x_B}$ entre x_{B_f} et x_{B_i} nous donne la valeur B_i/B_f de la relation de

*Figure 53 : Rôle de a_{Nmin+1} sur la séparation des constituants
par distillation à $R = cte \rightarrow R..$*

5.6. Etude de la distillation discontinue à reflux constant

La condition du reflux constant impose la pente de la droite opératoire $R/R+1$ qui se déplace au cours du temps selon la variation des titres du distillat x_d et du bouilleur x_b . Soit un mélange donné et une colonne à 2 plateaux théoriques fonctionnant à $R = cte$. La figure 54 donne la représentation graphique pour l'état initial et l'état final.

Figure 54 : Distillation à $R = cte$

Le tracé des courbes $1/x_d - x_b = f(x_b)$ et le calcul de la surface *représentant* l'intégrale...

Rayleigh. Si B_i est fixé, des bilans de matière nous donnent accès à toute les autres valeurs B_F, D_F, x_D .

- Calcul de la chaleur à fournir au bouilleur à $R = \text{cte}$ en régime permanent massique

$$\left. \begin{aligned} dQ_B &= \Delta H_{\text{vap}} dV = \Delta H_{\text{vap}} d(L + D) \\ R &= \frac{dL}{dD} \end{aligned} \right\} \begin{aligned} dQ_B &= \Delta H_{\text{vap}} (R dD + dD) \\ dQ_B &= \Delta H_{\text{vap}} (R + 1) dD \end{aligned}$$

- Si on admet $\Delta H_{\text{vap}} = \text{cte} \quad \forall$ les compositions

$$Q_B = \Delta H_{\text{vap}} \int_0^F (R + 1) dD$$

- Si on admet ΔH_{vap} et $R = \text{cte}$

$$Q_B = \Delta H_{\text{vap}} (R + 1) \int_0^F dD \xrightarrow{D_i = 0} \boxed{Q_B = \Delta H_{\text{vap}} (R + 1) D_F} \quad (65)$$

- Calcul du nombre de moles vaporisées V à $R = \text{cte}$

$$\left. \begin{aligned} dV &= d(L + D) \\ R &= \frac{L}{D} \end{aligned} \right\} dV = (R + 1) dD$$

$$\begin{aligned} \text{soit } V &= \int_0^D (R + 1) dD \\ V &= D + \int_0^D R dD \end{aligned}$$

- Si $R = \text{cte}$

$$\boxed{V = D (R + 1)} \quad (66)$$

- Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à $R = \text{cte}$

- Le bilan sur le nombre de moles est $B_i - B_F = D$

- Les débits vapeurs V_n et liquide L_{n+1} dans la colonne donnent $(V_n - L_{n+1})t = D$

- Le temps t est de la forme $t = \frac{B_i - B_F}{V_n \left(1 - \frac{L_{n+1}}{V_n}\right)}$

Sachant que $\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{R}{R + 1}$ et si $V_n = \text{cte}$ dans la colonne

$$\left. \begin{aligned} t &= \frac{B_i - B_F}{V_n \left(1 + \frac{R}{R + 1}\right)} \\ \text{soit la relation de Rayleigh avec } q &= L_n \left[\frac{B_i}{B_F} \right] \end{aligned} \right\} \boxed{t = (R + 1) \frac{B_i (e^q - 1)}{V_n e^q}} \quad (67)$$

Rayleigh. Si B_i est fixé, des bilans de matière nous donnent accès à toutes les autres valeurs B_f , D_f , X_d .

Calcul de la chaleur à fournir au bouilleur à $R = \text{cte}$ en régime permanent massique ...

- Si on admet $AH_{\text{vap}} = \text{cte}$...

- Si on admet AH_{vap} et $R = \text{cte}$...

• Calcul du nombre de moles vaporisées V à $R = \text{cte}$ soit ...

• Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à $R = \text{cte}$

- Le bilan sur le nombre de moles est $B_i - B_f = D$

- Les débits vapeurs V_n et liquide L_{n+1} dans la colonne donnent $(V_n - L_{n+1}) t = D$

- Le temps t est de la forme $t = \dots$

Sachant que ...

soit la relation de Rayleigh avec ... (67)

5.7. Etude de la distillation discontinue à reflux variable

En évitant d'affecter le rendement économique de la distillation on cherche à maintenir le titre x_D constant en ajustant le taux de reflux R .

Soit pour un mélange fixé $y = f(x)$, une colonne qui fonctionne à 2 plateaux théoriques et R variable. La figure 55 donne la représentation graphique au cours du temps.

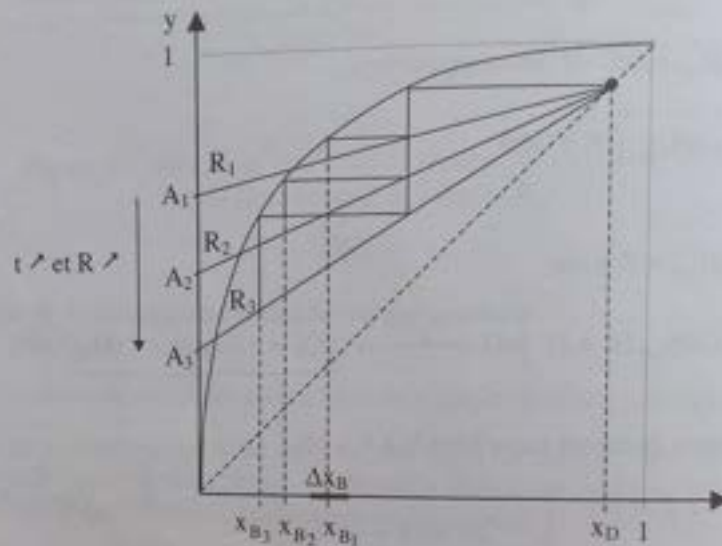


Figure 55 : distillation discontinue à R variable.

$$x_{B1} \xrightarrow{R_1 \rightarrow R_2} x_{B2} \xrightarrow{R_2 \rightarrow R_3} x_{B3}$$

$$A = \frac{x_D}{R+1}$$

$$R = \frac{x_D}{A} - 1$$

$$\text{pour } x_D = \text{cte} \Rightarrow \begin{cases} R = f(A) \\ R = f(x_B) \end{cases}$$

La valeur de x_B peut être mesurée en ligne pour contrôler la distillation et fixer le taux de reflux R de manière à maintenir x_D constant.

- Bilan matière pour chaque R fixé

$$\text{Soit } x_D = \text{cte et } \Delta x_B = x_{B_i} - x_{B_F}$$

5.7. Etude de la distillation discontinue à reflux variable

En évitant d'affecter le rendement économique de la distillation on cherche à maintenir le titre x_d constant en ajustant le taux de reflux R .

Soit pour un mélange fixé $y = f(x)$, une colonne qui fonctionne à 2 plateaux théoriques et R variable. La figure 55 donne la représentation graphique au cours du temps.

Figure 55 : distillation discontinue à R variable.

La valeur de X_b peut être mesurée en ligne pour contrôler la distillation en fixer le taux de reflux R de manière à maintenir X_d constant.

- Bilan matière pour chaque R fixé

Soit $x_d = \text{cte}$ et $A_{xb} = x_{bi} - x_{bf}$

$$\begin{aligned}
 & \left. \begin{aligned} B_F &= B_i - D_F \\ \frac{B_i}{B_F} &= \frac{x_{B_i} - x_D}{x_{B_i} - x_D} \end{aligned} \right\} \boxed{D_F = B_i \left(\frac{x_{B_i} - x_{B_F}}{x_D - x_{B_F}} \right)} \quad \text{et} \quad D_F = \sum_{R=R_1}^{R=R_2} D \quad (68)
 \end{aligned}$$

$$\ln \left[\frac{B_i}{B_F} \right] = \int_{x_{B_F}}^{x_{B_i}} \frac{dx_B}{x_D - x_B} \quad \text{avec } x_D = \text{cte}$$

- Estimation du nombre de moles vaporisées V à $x_D = \text{cte}$ et R variable

Nous avons déjà démontré la relation

$$Q_B = \Delta H_{\text{vap}} \int_1^F (R+1) dD \quad \text{pour } \Delta H_{\text{vap}} = \text{cte}$$

La surface $S_2 + S_3 + S_4$ sous la courbe $R+1 = f(D)$ représente l'intégrale $V = \int_1^F (R+1) dD$ entre $D = D_1$ et $D = D_F$.

On accède également à la valeur de $\bar{R}$ en s'assurant que $S_1 = S_2$ sur la figure 56.

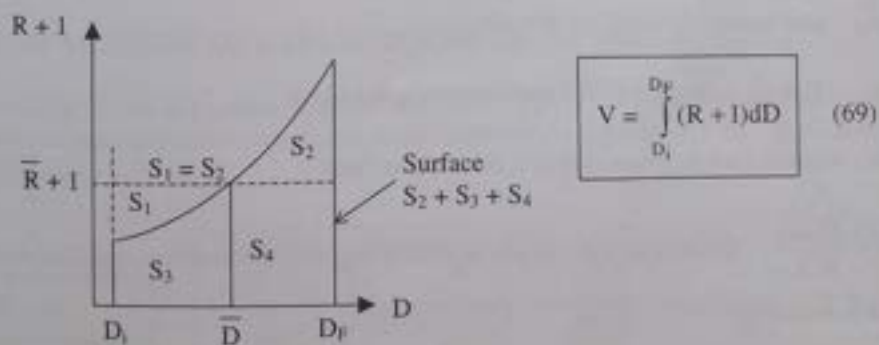


Figure 56 : Evaluation graphique de $\bar{R} + 1$.

- Calcul de la chaleur fournie au bouilleur Q_B

$$\boxed{Q_B = \Delta H_{\text{vap}} \cdot V} \quad (70) \quad \text{avec } \Delta H_{\text{vap}} = \text{cte}$$

. Estimation du nombre de moles vaporisées V à $x_d = \text{cte}$ et R variable

Nous avons déjà démontré la relation $Q_B = A H_{\text{vap}} [(R+1) dD]$ pour $A H_{\text{vap}} = \text{cte}$

La surface $S_2 + S_3 + S_4$ sous la courbe $R + 1 = f(D)$ représente l'intégrale ...

On accède également à la valeur de R en s'assurant que $S_1 = S_2$ sur la figure 56...

Figure 56 : Evaluation graphique de $R + 1$.

- Calcul de la chaleur fournie au bouilleur Q_B / $Q_B = A H_{\text{vap}} . V$ (70) avec $A H_{\text{vap}} = \text{cte}$

$$\overline{Q_B} = \overline{\Delta H_{vap}} (\overline{R} + 1) \overline{D}$$

(71) $R = \overline{R}$ déterminé graphiquement : figure 2
 $D = \overline{D}$ déterminé graphiquement : figure 3

- Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à R variable

Dans ce cas le bilan doit considérer que $x_D = \text{cte}$

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{R}{R+1} \quad \text{et} \quad x_{BF} < x_B < x_{Bi} \quad \text{et on obtient}$$

$$t = \frac{B_i(x_D - x_{Bi})}{V_n} \int_{x_{BF}}^{x_{Bi}} \left[\frac{1}{(1 - L_{n+1}/V_n)(x_D - x_B)^2} \right] dx_B \quad (72)$$

5.8. Remarques sur le mode opératoire

- Conditions opératoires

Le titre du distillat dépend de nombreux paramètres $\overline{x_D} = f(x_{Bi}, \alpha, R, N, t)$ et ceux généralement fixés sont :

$\overline{x_D}$: titre moyen du distillat à obtenir

x_{Bi} : titre du mélange initial à purifier dans le bouilleur

B_i : nombre total de moles introduit dans le bouilleur

$\tau = \frac{D_F \overline{x_D}}{B_i x_{Bi}}$: fraction du constituant le plus volatil dans le bouilleur que l'on récupère dans le distillat

Ces conditions imposent d'autres valeurs :

- le nombre de moles recueillies dans le distillat $D_F = \tau \cdot \frac{B_i x_{Bi}}{\overline{x_D}}$
- le nombre total de moles du bouilleur en fin de distillation $B_F = B_i - D_F$
- le titre du mélange dans le bouilleur en fin de distillation x_{BF}

$$\frac{B_i}{B_F} = \frac{x_{BF} - \overline{x_D}}{x_{Bi} - \overline{x_D}}$$

- Calcul de la chaleur moyenne fournie au bouilleur $Q_b/$

$R=R/$ déterminé graphiquement: figure 56

$D=D/$ déterminé graphiquement: figure 56

- Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à R variable

Dans ce cas le bilan doit considérer que $x_d = \text{cte} \dots$

5.8. Remarques sur le mode opératoire

- Conditions opératoires

Le titre du distillat dépend de nombreux paramètres $x_d/ = \dots$ et ceux généralement fixés sont :

$X_d/$: titre moyen du distillat à obtenir

X_{bi} : titre du mélange initial à purifier dans le bouilleur

B_i : nombre total de moles introduit dans le bouilleur

$T=$: fraction du constituant le plus volatil dans le bouilleur que *l'on récupèrera* dans le distillat

Ces conditions imposent d'autres valeurs :

- le nombre de moles recueillies dans le distillat $D_f=t \dots$
- le nombre total de moles du bouilleur en fin de distillation $B_f= \dots$
- le titre du mélange dans le bouilleur en fin de distillation $X_{bf} \dots$

Le choix du taux de reflux fixe ou variable ($\bar{R}$) impose alors :

- la chaleur fournie au bouilleur $Q_B = \Delta H_{vap} \int_1^P (R+1) dD$

- le nombre de moles vaporisées $V = \int_1^P (R+1) dD$

Le choix d'un débit de vapeur dans la colonne impose

- le temps "t" nécessaire à la séparation

- la puissance à fournir pour la séparation $P = \frac{Q_B}{t}$

• Choix de la technique de séparation par distillation

Une distillation discontinue est toujours coûteuse en temps pour obtenir un produit de haute pureté. Il faut éviter d'opérer avec une colonne de fort diamètre sur un ballon de faible volume.

La quantité de liquide retenu entre le bouilleur et le condenseur ne doit pas dépasser 5 à 20 % du volume de la charge du bouilleur.

Contrairement à la distillation continue en régime permanent, la distillation discontinue a des gradients de concentration dans la colonne qui varient avec le temps.

6 - COMPARAISON DES TECHNIQUES DE DISTILLATION

Afin de donner des ordres de grandeurs, nous avons donné quelques valeurs à des paramètres de fonctionnement dans le cas du mélange benzène-toluène (30 % - 70 %) avec $B_1 = 100$ moles et $x_{D1} = 98$ %

	Continue	Discontinue à R = cte	Discontinue à R variable
Taux de récupération de C_6H_6 (%)	98 %	80 % intermédiaire à 50 %	80 % intermédiaire à 50 %
Dépense énergétique (en mole de vapeur)	126	324	260
Reflux	3,2	8	Variable 3,2 à 8
Nombre de plateaux	16,3	7,7	7,7
Section de passage de la colonne	1	2,5	2,5
Taille des bouilleurs	faible	important	important
Coût total	0,7	1	1

Tableau 1 : Comparaison des techniques de distillation . Le choix de la colonne et du mode de fonctionnement dépendent des priorités retenues : économiques ou techniques.

Le choix du taux de reflux fixe ou variable (R) impose alors :

- la chaleur fournie au bouilleur $Q_b = AH_{vap} ((R+1) dD$
- le nombre de moles vaporisées $V = ((R+1) dD$

Le choix d'un débit de vapeur dans la colonne impose

- le temps " t " nécessaire à la séparation
- la puissance à fournir pour la séparation $P = Q_b/t$
- Choix de la technique de séparation par distillation

Une distillation discontinue est toujours coûteuse en temps pour obtenir un produit de haute pureté. Il faut éviter d'opérer avec une colonne de fort diamètre sur un ballon de faible volume.

La quantité de liquide retenu entre le bouilleur et le condenseur ne doit pas dépasser 5 à 20 % du volume de la charge du bouilleur.

Contrairement à la distillation continue en régime permanent, la distillation discontinue a des gradients de concentration dans la colonne qui varient avec le temps.

6 - COMPARAISON DES TECHNIQUES DE DISTILLATION

Afin de donner des ordres de grandeurs, nous avons donné quelques valeurs à des paramètres de fonctionnement dans le cas du mélange benzène-toluène (30 % - 70 %) avec $B_i = 100$ moles et $x_d = 98$ %

Tableau 1 : Comparaison des techniques de distillation. Le choix de la colonne et du fonctionnement dépendent des priorités retenues : économiques ou techniques.

7 - DISTILLATION DES

7.1. Analyse des gradients le long de la colonne

L'analyse des compositions chimiques le long de la colonne dans le cas de la distillation du pétrole montre que les produits légers se concentrent au-dessus de l'alimentation alors que les produits lourds se concentrent en bas de colonne (figure 56). C'est ainsi que l'on récupère au distillat le gaz de pétrole liquéfié (GPL) alors qu'au résidu le prélevement est constitué des fractions lourdes (les paraffines ou oléfines lourdes). Dans la zone intermédiaire on retrouve de bas en haut successivement le gazole, le kérosène, le naphta, les essences. On peut ainsi positionner l'ordre de sortie des constituants en fonction de leur température d'ébullition. En haut de colonne on concentre les constituants les plus volatils et la température diminue, simultanément le bas de colonne se concentre en constituants les moins volatils et la température augmente.

La puissance de chauffage utilisée définira le gradient de température dans la colonne c'est-à-dire sa température en tête et celle de son bouilleur et par là même la répartition des concentrations de chaque constituant dans la colonne : $x_i = f(T)$.

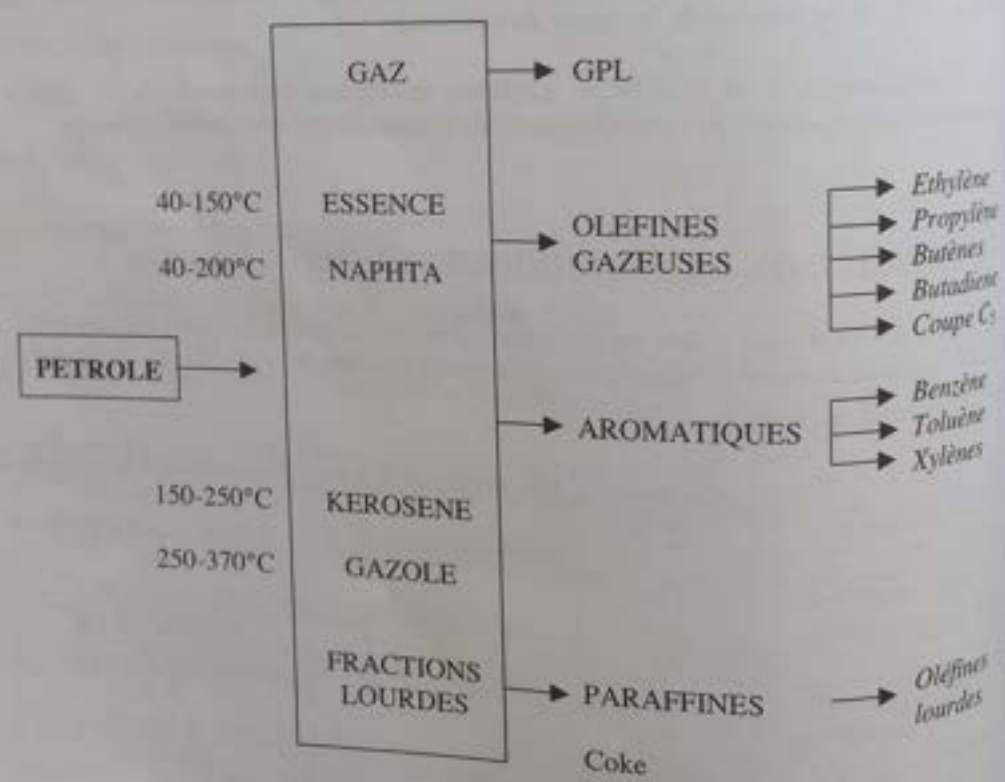


Figure 56 : Distillation du pétrole.

17 - DISTILLATION DES MÉLANGES MULTICOMPOSANTS

7.1. Analyse des gradients le long de la colonne

L'analyse des compositions chimiques le long de la colonne dans le cas de la distillation du pétrole montre que les produits légers se concentrent au-dessus de l'alimentation alors que les produits lourds se concentrent en bas de colonne (figure 56). C'est ainsi que l'on récupère au distillat le gaz de pétrole liquéfié (GPL) alors qu'au résidu le prélèvement est constitué des fractions lourdes (les paraffines ou oléfines lourdes). Dans la zone intermédiaire on retrouve de bas en haut successivement le gazole, le kérosène, le naphta, les essences. On peut ainsi positionner l'ordre de sortie des constituants en fonction de leur température d'ébullition. En haut de colonne on concentre les plus constituants le plus volatils et la température diminue, simultanément le bas de colonne se concentre en constituants les moins volatils et la température augmente.

La puissance de chauffage utilisée définira le gradient de température dans la colonne c'est-à-dire sa température en tête et celle de son bouilleur et par là même répartition des concentrations de chaque constituant dans la colonne : $X_i = f(T)$.

Figure 56 : Distillation du pétrole.

7.2. Définition des constituants clefs

Sur la colonne on enregistre des variations de concentration selon trois situations (figure 57) :

- maximum de concentration dans le distillat (a, b et c)
- maximum de concentration dans le résidu (f et g)
- maximum au cœur de la colonne (d et e)

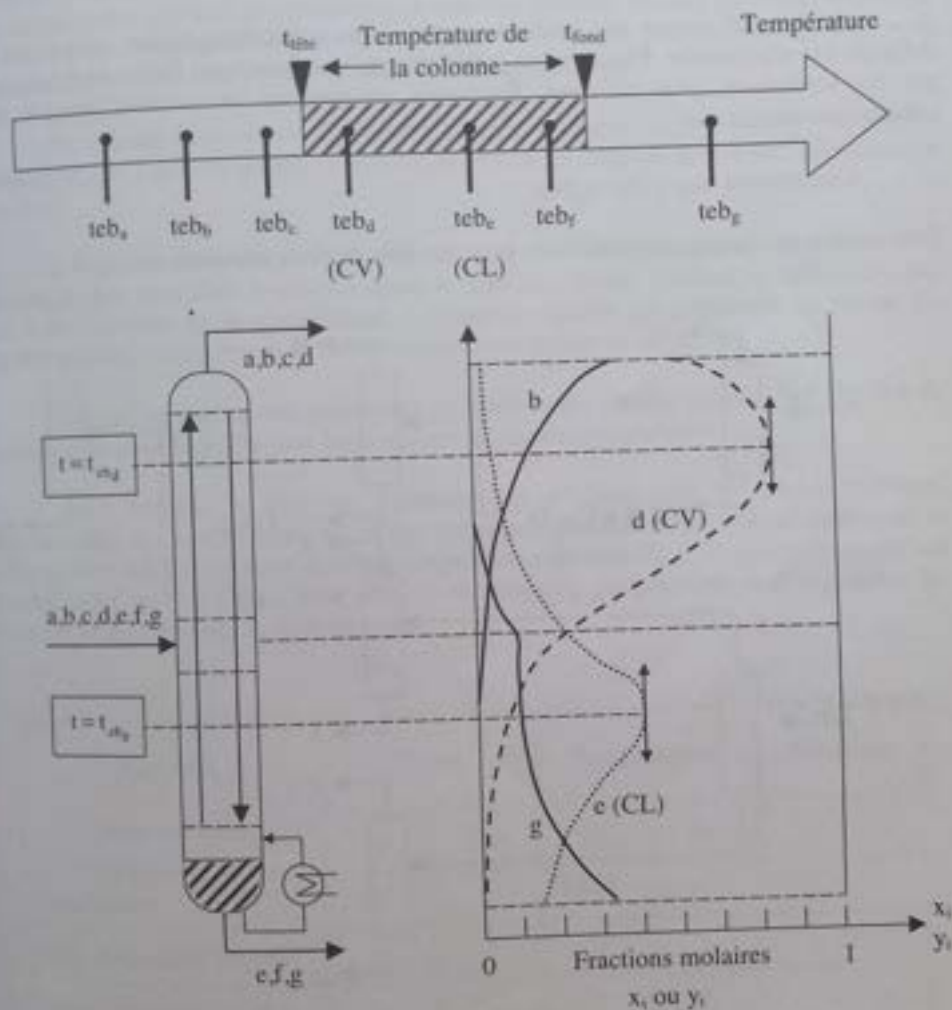


Figure 57 : Profils des concentrations de chaque constituant dans la colonne ; identification de la clef légère et la clef lourde.

Le constituant « d » est la clef volatile ou clef légère, soit le constituant le plus lourds parmi les légers.

7.2. Définition des constituants clefs

Sur la colonne on enregistre des variations de concentration selon trois situations (figure 57):

- maximum de concentration dans le distillat (a, b et c)
- maximum de concentration dans le résidu (f et g)
- maximum au cour de la colonne (d et e)

Figure 57 : Profils des concentrations de chaque constituant dans la colonne : identification de la clef légère et la clef lourde.

Le constituant «d» est la clef volatile ou clef légère, soit le constituant le plus lourds parmi les légers.

Le constituant « e » est la clef lourde, soit le constituant le plus léger parmi les lourds.

Ce sont ces constituants clefs qui gouvernent la méthode de séparation d'un mélange multicomposant.

7.3. Choix de la méthode de séparation

La prise en compte des investissements et des coûts énergétiques montre que la méthode est séquentielle. Elle consiste à débiter par les séparations faciles pour terminer par les séparations plus délicates. Pour cela on compare la volatilité relative des constituants en présence.

Considérons $\alpha_{AB} > \alpha_{BC} > \alpha_{CD}$

Pour séparer ces quatre constituants on peut procéder de deux manières :

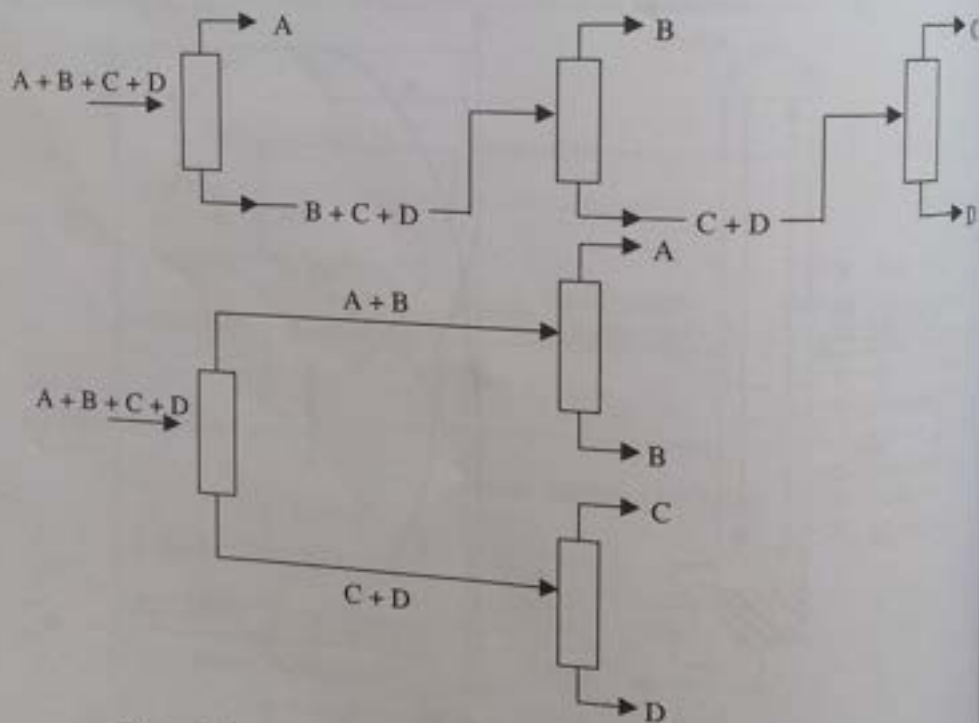


Figure 58 : Principe de la séparation d'un mélange multicomposant.

Le choix de la méthode dépendra des valeurs respectives des volatilités relatives

Le constituant «e » est la clef lourde, soit le constituant le plus léger parmi les lourds.

Ce sont ces constituants clefs qui gouvernent la méthode de séparation d'un mélange multicomposant.

7.3. Choix de la méthode de séparation

La prise en compte des investissements et des coûts énergétiques montre que la méthode est séquentielle. Elle consiste à débiter par les séparations faciles pour terminer par les séparations plus délicates. Pour cela on compare la volatilité relative des constituants en présence.

Considérons $O_{ab} > O_{bc} > O_{cd}$

Pour séparer ces quatre constituants on peut procéder de deux manières : ...

Figure 58 : Principe de la séparation d'un mélange multicomposant

Le choix de la méthode dépendra des valeurs respectives des volatilités *relatives*.

8 - REGULATION DE LA COLONNE

L'étude du fonctionnement de la colonne montre que de nombreux paramètres sont dépendants mais que dans tous les cas leur variation modifie les titres (x_D , x_W) et les températures (t_D , t_W) aux extrémités de la colonne.

Le tableau 2 montre que la diminution de la puissance de chauffage ($P \searrow$) ou la diminution du débit du distillat ($R \nearrow$) se traduit par les mêmes variations des titres ($\nearrow$) et des températures ($\searrow$) aux extrémités de la colonne. Lorsque le taux de reflux augmente ($R \nearrow$) il est en revanche nécessaire d'augmenter la puissance de chauffage ($P \nearrow$) afin de réchauffer le fluide condensé dont le débit en reflux augmente.

Par ailleurs on remarque également un effet analogue sur les titres ($\searrow$) et sur les températures ($\nearrow$) aux extrémités de la colonne lorsque le débit ou le titre de l'alimentation diminue.

L'évolution des températures des plateaux avec les paramètres (taux de reflux, chauffage) fait apparaître le plateau sensible dans la colonne. Celui-ci se caractérise par une forte variation de la température. Lorsque le capteur est positionné au-dessus du plateau sensible, la régulation se fait en agissant sur le taux de reflux (R).

Lorsque le capteur est positionné en-dessous du plateau sensible on agit sur la puissance de chauffage. On peut aussi utiliser les deux simultanément.

Ainsi lorsque le titre de l'alimentation diminue cela se traduit par une augmentation des températures (t_D et t_W). Le régulateur doit réagir soit en diminuant le débit du distillat ($R \nearrow$), soit en diminuant la puissance de chauffage ($P \searrow$), soit en modifiant les deux ($R \nearrow$ et $P \searrow$). Cela a pour effet de diminuer les températures et d'augmenter les titres ; il réagit bien dans le sens souhaité.

Variation des paramètres	Titres		Températures		Puissance
	x_D	x_W	t_D	t_W	P
Chauffage $\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\searrow$
Débit du distillat $\searrow \Rightarrow R \nearrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\nearrow$
Débit de l'alimentation $\searrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$
Titre de l'alimentation $\searrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$

Tableau 2 : Influence de la diminution des paramètres sur le sens de variation des titres du distillat x_D , du résidu x_W et des températures du distillat t_D et du résidu t_W .

8- RÉGULATION DE LA COLONNE

L'étude du fonctionnement de la colonne montre que de nombreux paramètres sont dépendants mais que dans tous les cas leur variation modifie les titres (x_d , x_w) et les températures (t_d , t_w) aux extrémités de la colonne.

Le tableau 2 montre que la diminution de la puissance de chauffage (P -) ou la diminution du débit du distillat (R -) se traduit par les mêmes variations des titres(-) et des températures (\) aux extrémités de la colonne. Lorsque le taux de reflux augmente (R -) il est en revanche nécessaire d'augmenter la puissance de chauffage (P -) afin de réchauffer le fluide condensé dont le débit en reflux augmente.

Par ailleurs on remarque également un effet analogue sur les titres (») et sur les températures (-) aux extrémités de la colonne lorsque le débit ou le titre de l'alimentation diminue.

L'évolution des températures des plateaux avec les paramètres (taux de reflux, chauffage) fait apparaître le plateau sensible dans la colonne. Celui-ci se caractérise par une forte variation de la température. Lorsque le capteur est positionné au-dessus du plateau sensible, la régulation se fait en agissant sur le taux de reflux (R).

Lorsque le capteur est positionné en-dessous du plateau sensible, on agit sur la puissance de chauffage. On peut aussi utiliser les deux simultanément.

Ainsi lorsque le titre de l'alimentation diminue cela se traduit par une augmentation des températures (t_d et t_w). Le régulateur doit réagir soit en diminuant le débit du distillat (R -), soit en diminuant la puissance de chauffage (P /), soit en modifiant les deux (R - et P »). Cela a pour effet de diminuer les températures et d'augmenter les titres ; il réagit bien dans le sens souhaité.

Titres

Températures

Puissance

Variation des paramètres

Chauffage

Débit du distillat »= R

Débit de l'alimentation

Titre de l'alimentation

Tableau 2 : Influence de la diminution des paramètres sur le sens de variation des titres du distillat x_d , du résidu x_w et des températures du distillat t_p et du résidu t_w .

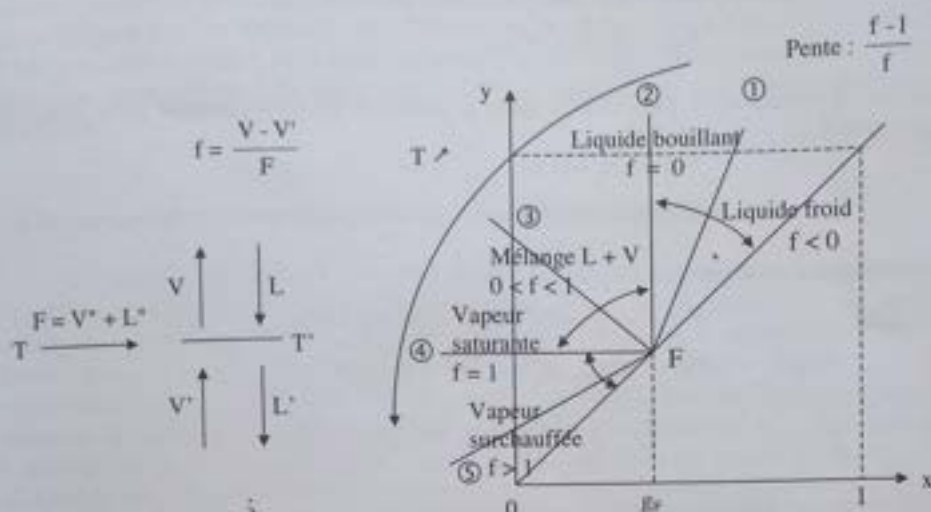


Figure 23 : Les pentes des droites d'alimentation selon son état thermique.

2.5.4. Equation de la droite d'alimentation

On a montré que les deux droites opératoires d'enrichissement et d'épuisement se coupaient en un point I (figure 21). La droite d'alimentation de pente $\frac{f-1}{f}$ passe par le point F(g_F, g_F) et ce point I puis intercepte la courbe d'équilibre au point de coordonnées (x_F, y_F) qui donne la composition de chaque phase de l'alimentation biphasique à la température du plateau d'alimentation. En fonction de l'état thermique de l'alimentation (liquide, vapeur ou mixte), on peut fixer le point d'intersection des droites opératoires des deux sections de la colonne. Nous allons maintenant chercher l'ensemble de ces points d'intersection selon l'état de la charge à l'aide de la figure 24.

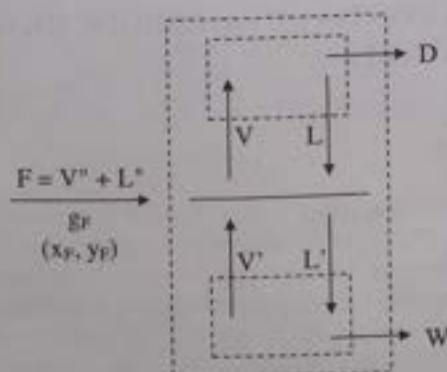


Figure 24 : Schéma pour établir l'équation de la droite d'alimentation.

Figure 23 : Les pentes des droites d'alimentation selon son état thermique.

2.5.4. Equation de la droite d'alimentation

On a montré que les deux droites opératoires d'enrichissement et d'épuisement se coupaient en un point I (figure 21). La droite d'alimentation de pente $f-1/f$ passe par le point F(g_F , g_F) et ce point I puis intercepte la courbe d'équilibre au point de coordonnées (X_F , Y_F) qui donne la composition de chaque phase de l'alimentation biphasique à la température du plateau d'alimentation. En fonction de l'état thermique de l'alimentation (liquide, vapeur ou mixte), on peut fixer le point d'intersection des droites opératoires des deux sections de la colonne. Nous allons maintenant chercher l'ensemble de ces points d'intersection selon l'état de la charge à l'aide de la figure 24.

Figure 24 : Schéma pour établir l'équation de la droite d'alimentation.

Bilan sur le composé le plus volatil sur l'ensemble de la colonne :

$$F.g_F = D.x_D + W.x_W$$

Bilan sur le composé le plus volatil dans le domaine de concentration et le domaine d'épuisement :

$$V.y = L.x + D.x_D$$

$$V'.y = L'.x - W.x_W$$

Par soustraction on obtient :

$$(V' - V)y = (L' - L)x - (W.x_W + D.x_D)$$

$$(V' - V)y = (L' - L)x - F.g_F$$

Soit :

$$y = \frac{L' - L}{V' - V} x - \frac{F}{V' - V} g_F$$

Compte tenu des définitions précédemment établies :

$$\frac{L' - L}{V' - V} = \frac{f - 1}{f} \text{ et } \frac{F}{V' - V} = -\frac{1}{f}$$

On obtient l'équation de la droite d'alimentation :

$$y = \frac{f - 1}{f} x + \frac{g_F}{f} \quad (8)$$

C'est une droite qui passe par $F(g_F, g_F)$, $I(x_i, y_i)$ et (x_F, y_F) . C'est le lieu des points d'intersection des droites de concentration et d'épuisement lorsque les conditions de fonctionnement aux extrémités de la colonne changent et lorsque l'état thermique et la composition de l'alimentation sont constants.

3 – RECTIFICATION CONTINUE – METHODE GRAPHIQUE DE PONCHON ET SAVARIT

3.1. Le domaine d'utilisation

La méthode graphique que nous avons étudiée précédemment nécessite des données enthalpiques pour vérifier si le mélange a un comportement proche de l'idéalité. L'évaluation du nombre de plateaux théoriques par la méthode de Mac Cabe et Thiele est obtenue en s'appuyant sur la courbe d'équilibre $y = f(x)$ et sur les droites opératoires. Elle nécessite d'adopter des hypothèses qui ne peuvent être validées que dans le cas de mélanges présentant un comportement proche de l'idéalité. La méthode graphique de Ponchon et Savarit consiste à s'appuyer sur le diagramme enthalpique et ne nécessite aucune approximation. Elle est donc valable quelque soit la nature du mélange (idéal ou non idéal). Les principes et la méthode restent identiques. Il s'agit de s'appuyer

Etude de la

alternatives
qui se croisent
d'une ext
théorique
recherché

3.2. Repr

La
l'équilibre
enthalpiq
droites d
coordonn
abscisses
L'interse
d'enthalp
donne le
l'équilibre
Quelque
 H_1, h_1 don
pour la va

Ce
 $y = f(x)$.
des pentes

3.3. Bilan

3.3.1. Bila

- Bilan m
- Bilan mol
- Bilan mol
- Bilan mol

(9) et (10)

- Bilan d'

Bilan sur le composé le plus volatil sur l'ensemble de la colonne :

$$F.g_F = D.X_d + W.X_w$$

Etude de la

Bilan sur le composé le plus volatil dans le domaine de concentration et le do d'épuisement :

$$V.y = L.x + D.X_d$$

$$V'.y = L'.x - W.X_w$$

Par soustraction on obtient :

$$(V' - V) y = (L' - L) x - (W.X_w + D.X_d)$$

$$(V' - V) y = (L' - L) x - F.g_f$$

Soit :

$$y = L' - L/V' - V.x - F/V' - V.g_f$$

Compte tenu des définitions précédemment établies :

$$L - L/V' - V = f - 1/f \text{ et } F/V' - V = -1/f$$

On obtient l'équation de la droite d'alimentation :

$$y = f - 1/f.x + g_f/f \quad (8)$$

C'est une droite qui passe par $F(g_F, g_F)$, $I(x_i, y_i)$ et (x_F, y_F) . C'est le lieu des points d'intersection des droites de concentration et d'épuisement lorsque les conditions de fonctionnement aux extrémités de la colonne changent et lorsque l'état thermique et la composition de l'alimentation sont constants.

3 – RECTIFICATION CONTINUE - MÉTHODE GRAPHIQUE DE PONCHON ET SAVARIT

3.1. Le domaine d'utilisation

La méthode graphique que nous avons étudiée précédemment nécessite des données enthalpiques pour vérifier si le mélange a un comportement proche de l'idéalité. L'évaluation du nombre de plateaux théoriques par la méthode de Mac Cabe et Thiele est obtenue en s'appuyant sur la courbe d'équilibre $y = f(x)$ et sur les droites opératoires mais elle nécessite d'adopter des hypothèses qui ne peuvent être validées que dans le cas des mélanges présentant un comportement proche de l'idéalité. La méthode graphique de Ponchon et Savarit consiste à s'appuyer sur le diagramme enthalpique et ne nécessite aucune approximation. Elle est donc valable quelque soit la nature du mélange (idéal ou non idéal). Les principes et la méthode restent identiques. Il s'agit *de s'appuyer*

alternativement sur des phases à l'équilibre (qui quittent le même plateau) et des phases qui se croisent dont les relations sont obtenues par des bilans enthalpiques. Par récurrence d'une extrémité à l'autre de la colonne on est capable d'accéder au nombre de plateaux théoriques pour effectuer la séparation des deux constituants du mélange à la pureté recherchée.

3.2. Représentation des équilibres sur un diagramme enthalpique

Le diagramme isobare $y = f(x)$ donne toutes les compositions des phases à l'équilibre $y_i = f(x_i)$. En plaçant en-dessous de la courbe d'équilibre le diagramme enthalpique du mélange avec ses courbes de rosée et de bulle, il est possible d'accéder aux droites d'équilibre sur le diagramme enthalpique : les conodales (figure 25). Les coordonnées (x_1, y_1) d'un point 1 de la courbe d'équilibre sont reportées sur l'axe des abscisses du diagramme enthalpique en utilisant la bissectrice de $y = f(x)$ pour y_1 . L'intersection de la verticale en y_1 avec l'isobare de rosée $H = f(y)$ donne le point d'enthalpie H_1 . L'intersection de la verticale en x_1 avec l'isobare d'ébullition $h = f(x)$ donne le point d'enthalpie h_1 . Ces deux phases liquide (x_1, h_1) et vapeur (y_1, H_1) sont à l'équilibre thermodynamique. La droite qui joint ces deux points est une conodale. Quelque soit le mélange de composition globale x et d'enthalpie H se situant sur la droite $H_1 h_1$ donnera deux phases qui à l'équilibre conduiront à (x_1, h_1) pour le liquide et (y_1, H_1) pour la vapeur.

Cette construction peut être réalisée avec l'ensemble des points de la courbe $y = f(x)$. Le résultat avec les points 2 et 3 montre que ces conodales n'ont pas forcément des pentes identiques.

3.3. Bilans de matière et d'énergie : relation entre les phases qui se croisent

3.3.1. Bilans sur l'ensemble de la colonne (figure 26)

- Bilan matière [mole/h]

$$\text{Bilan molaire global : } F = D + W \quad (9)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F g_F = D x_D + W x_W \quad (10)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F g_F = D x_D + W x_W \quad (10)$$

$$(9) \text{ et } (10) \text{ conduisent à } \boxed{\frac{D}{W} = \frac{g_F - x_W}{x_D - g_F}} \quad (11)$$

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$$F H_T + \phi_B = D h_D + \phi_C + W h_W$$

alternativement sur des phases à l'équilibre (qui quittent le même plateau) et des phases qui se croisent dont les relations sont obtenues par des bilans enthalpiques. Par récurrence d'une extrémité à l'autre de la colonne on est capable d'accéder au nombre de plateaux théoriques pour effectuer la séparation des deux constituants du mélange à la pureté recherchée.

3.2. Représentation des équilibres sur un diagramme enthalpique

Le diagramme isobare $y = f(x)$ donne toutes les compositions des phases à l'équilibre $y_i = f(x_i)$. En plaçant en-dessous de la courbe d'équilibre le diagramme enthalpique du mélange avec ses courbes de rosée et de bulle, il est possible d'accéder aux droites d'équilibre sur le diagramme enthalpique : les conodales (figure 25). Les coordonnées (x_1, y_1) d'un point 1 de la courbe d'équilibre sont reportées sur l'axe des abscisses du diagramme enthalpique en utilisant la bissectrice de $y = f(x)$ pour y_1 . L'intersection de la verticale en y_1 avec l'isobare de rosée $H = f(y)$ donne le point d'enthalpie H_1 . L'intersection de la verticale en x_1 avec l'isobare d'ébullition $h = f(x)$ donne le point d'enthalpie h_1 . Ces deux phases liquide (x_1, h_1) et vapeur (y_1, H_1) sont à l'équilibre thermodynamique. La droite qui joint ces deux points est une conodale. Quelque soit le mélange de composition globale x et d'enthalpie H se situant sur la droite $H_1 h_1$, donnera deux phases qui à l'équilibre conduiront à (x_1, h_1) pour le liquide et (y_1, H_1) pour la vapeur.

Cette construction peut être réalisée avec l'ensemble des points de la courbe $y = f(x)$. Le résultat avec les points 2 et 3 montre que ces conodales n'ont pas forcément des pentes identiques.

3.3. Bilans de matière et d'énergie : relation entre les phases qui se croisent

3.3.1. Bilans sur l'ensemble de la colonne (figure 26)

- Bilan matière (mole/h)

$$\text{Bilan molaire global : } F = D + W \quad (9)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F \cdot g_f = D \cdot x_d + W \cdot x_w \quad (10)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } F \cdot g_f = D \cdot x_d + W \cdot x_w \quad (10)$$

$$(9) \text{ et } (10) \text{ conduisent à : } D/W = (g_f - x_w) / (x_d - g_f) \quad (11)$$

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$$F \cdot H_T + O_B = D \cdot h_d + O_C + W \cdot h_w$$

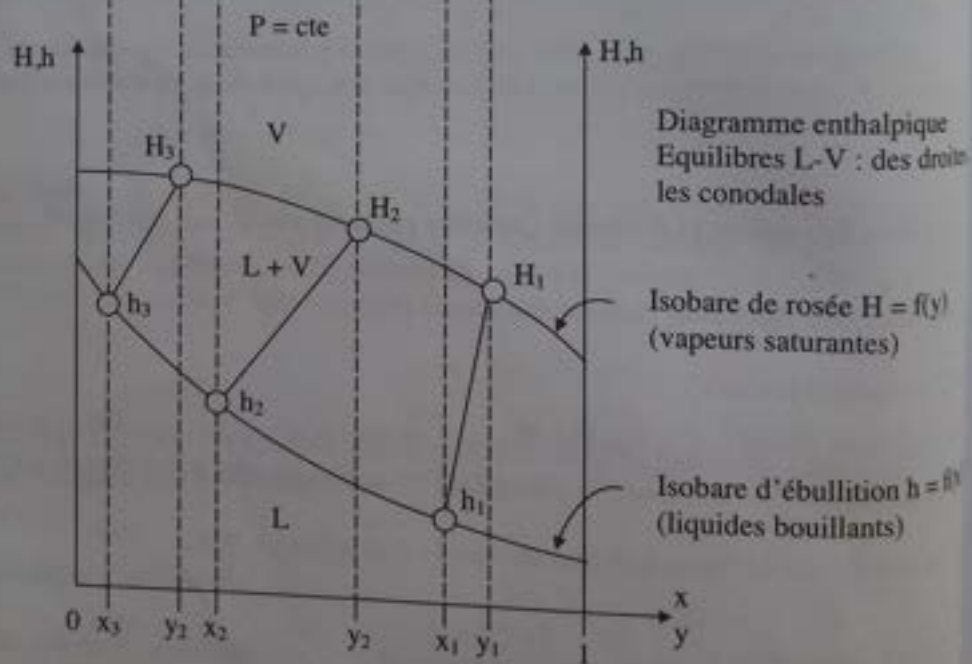
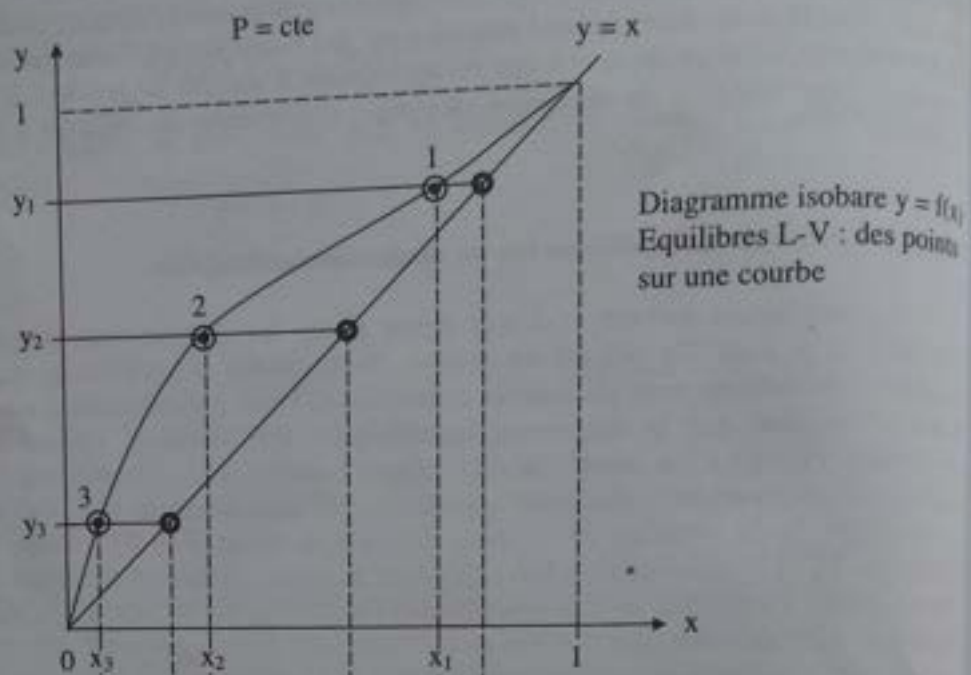


Figure 25 : Construction des droites d'équilibre (les conodales) à partir du diagramme isobare $y = f(x)$ et des données enthalpiques $h = f(x)$ et $H = f(y)$.

Diagramme isobare $y = f(x)$ Équilibres L-V : des points sur une courbe

Diagramme enthalpique Equilibres L-V: des droites, les conodales

Isobare de rosée $H = f(y)$ (vapeurs saturantes)

Isobare d'ébullition $h = f(x)$ (liquides bouillants)

Figure 25 : Construction des droites d'équilibre (les conodales) à partir du diagramme isobare $y = f(x)$ et des données enthalpiques $h = f(x)$ et $H = f(y)$.

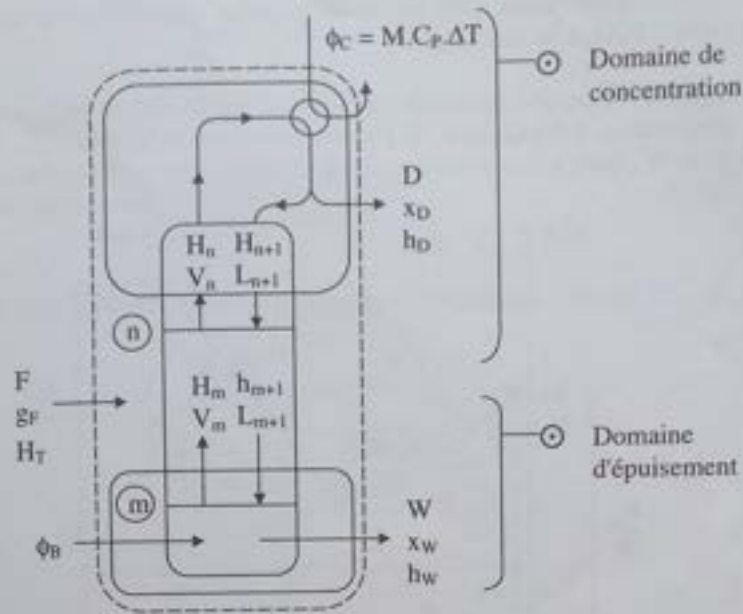


Figure 26 : Schéma des courants de la colonne avec les débits, les titres et les enthalpies.

Soit :

$$F.H_T = \left(h_D + \frac{\Phi_C}{D} \right) D + \left(h_W - \frac{\Phi_B}{W} \right) W \quad (12)$$

On pose

$$M_D = h_D + \frac{\Phi_C}{D} \quad (13)$$

et

$$M_W = h_W - \frac{\Phi_B}{W} \quad (14)$$

avec

$$F = D + W \quad (8)$$

(9), (12), (13), (14) conduisent à

$$\frac{D}{W} = \frac{H_T - M_W}{M_D - H_T} \quad (15)$$

L'équation de bilan sur la colonne est telle que (11) = (15).

Soit :

$$\frac{\begin{matrix} F \\ g_F - x_W \\ x_D - g_F \end{matrix}}{\begin{matrix} W \\ H_T - M_W \\ M_D - H_T \end{matrix}} = \frac{\begin{matrix} D \\ h_D + \frac{\Phi_C}{D} \\ h_W - \frac{\Phi_B}{W} \end{matrix}}{\begin{matrix} W \\ H_T - M_W \\ M_D - H_T \end{matrix}} \quad (16)$$

Domaine de concentration

Domaine d'épuisement

Figure 26 : Schéma des courants de la colonne avec les débits, les titres et les enthalpies.

La relation géométrique (16) sur un diagramme enthalpie-composition permet de dire que les points F, D et W sont alignés.

La figure 27 reprend l'ensemble des données sur les bilans de la colonne pour le cas d'une alimentation F biphasique. Si l'alimentation est un liquide froid, le point F se situe entre B* et W ; dans le cas d'une vapeur surchauffée le point F se situe entre A* et W.

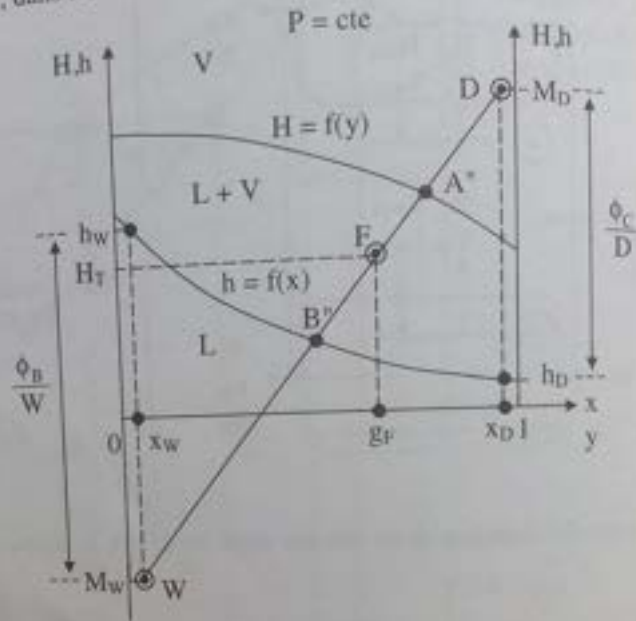


Figure 27 : Représentation de l'alignement des points D, F et W.

3.3.2. Bilans sur la colonne de concentration

Les bilans sont effectués entre un plateau n quelconque du domaine de concentration et l'extrémité supérieure de la colonne (figure 26).

- Bilan matière [mole/h]

$$\text{Bilan molaire global : } V_n = L_{n+1} + D \quad (17)$$

$$\text{Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : } V_n y_n = L_{n+1} x_{n+1} + D x_D \quad (18)$$

$$(16) \text{ et } (17) \text{ conduisent à } \boxed{\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{x_D - y_n}{x_D - y_{n+1}}} \quad (19)$$

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$$V_n H_n = L_{n+1} h_{n+1} + D h_D + \dot{Q}_C$$

Soit :

$$V_n H_n = L_{n+1} h_{n+1} + \left(h_D + \frac{\dot{Q}_C}{D} \right) D \quad (20)$$

On pose

avec

(17), (21), (20) c

L'équation de bi

Soit :

C'est une concentration (f composition con du domaine de c M_D) qui est un supérieure de la $h_{n+1} = h_D$ et cond

Il est donc le dernier plateau relations dans l quelconque on p

Il est égal concentration m $h = f(x)$ on peut e

Cette rela débits molaire Ponchon et Savat

La relation géométrique (16) sur un diagramme enthalpie-composition revient à dire que les points F, D et W sont alignés.

La figure 27 reprend l'ensemble des données sur les bilans de la colonne pour le cas d'une alimentation F biphasique. Si l'alimentation est un liquide froid, le point F se situe entre B" et W; dans le cas d'une vapeur surchauffée le point F se situe entre A" et D.

Figure 27 : Représentation de l'alignement des points D, F et W.

3.3.2. Bilans sur la colonne de concentration

Les bilans sont effectués entre un plateau n quelconque du domaine de concentration et l'extrémité supérieure de la colonne (figure 26).

- Bilan matière (mole/h)

Bilan molaire global : $V_n = L_{n+1} + D$ (17)

Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : $V_n.Y_n = L_{n+1}.X_{n+1} + D.X_d$ (18)

(16) et (17) conduisent à $L_{n+1}/V_n = x_d - y_n / x_d - y_{n+1}$ (19)

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]

$V_n.H_n = L_{n+1}.h_{n+1} + D.h_d + \dot{Q}_C$

Soit : $V_n.H_n = L_{n+1}.h_{n+1} + (h_b + \dot{Q}_C/h_d) D$ (20)

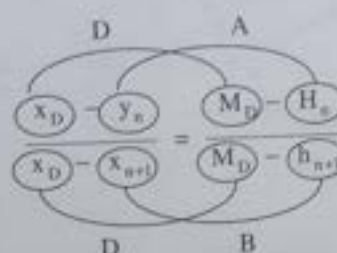
On pose
$$h_D + \frac{\phi_C}{D} = M_D \quad (21)$$

avec
$$D = V_n - L_{n+1} \quad (17)$$

(17), (21), (20) conduisent à
$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{M_D - H_n}{M_D - h_{n+1}} \quad (22)$$

L'équation de bilan sur la colonne de concentration est telle que (19) et (22) sont égales:

Soit :

$$\frac{x_D - y_n}{x_D - x_{n+1}} = \frac{M_D - H_n}{M_D - h_{n+1}} \quad (23)$$


C'est une relation entre des phases qui se croisent (A et B) dans le domaine de concentration (figure 28). La relation géométrique (23) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points D, A et B. Ainsi, quelque soit le plateau n du domaine de concentration, les points A(y_n, H_n) et B(x_{n+1}, h_{n+1}) sont alignés avec D(x_D, M_D) qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est sur la partie supérieure de la colonne, la droite DAB est verticale. Ainsi pour x_{n+1} = x_D alors H_n = H_D et h_{n+1} = h_D et conduit donc à

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{M_D - H_D}{M_D - h_D} = \frac{DG}{DI} \quad (24)$$

Il est donc possible de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent sur le dernier plateau de la colonne en mesurant les longueurs DG et DI. Compte tenu des relations dans les triangles semblables, on peut remarquer que pour un plateau n quelconque on peut écrire :

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{M_D - H_n}{M_D - h_{n+1}} = \frac{DA}{DB} = \frac{DC}{DF} \quad (25)$$

Il est également possible de connaître la variation de $\frac{L_{n+1}}{V_n}$ dans le domaine de concentration mesurant les longueurs DA et DB. Compte tenu des profils de H = f(y) et h = f(x) on peut effectivement constater que $\frac{DC}{DF} \neq \frac{DG}{DI}$.

Cette relation entre les phases qui se croisent prend en compte les variations des débits molaires des phases vapeur et liquide de sorte que la méthode graphique de Ponchon et Savarit ne nécessite aucune approximation.

L'équation de bilan sur la colonne de concentration est telle que (19) et (22) sont égales.

C'est une relation entre des phases qui se croisent (A et B) dans le domaine de concentration (figure 28). La relation géométrique (23) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points D, A et B. Ainsi, quelque soit le plateau n du domaine de concentration, les points A(y_n , H_n) et B(x_{n+1} , h_{n+1}) sont alignés avec D(x_d , h_d) qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est sur la partie supérieure de la colonne, la droite DAB est verticale. Ainsi pour $x_{n+1} = x_d$ alors $H_n = H_d$ et $h_{n+1} = h_d$ et conduit donc à

$$L_{n+1}/V_n = (H_d - H_n) / (H_d - h_{n+1}) = DG/DI \quad (24)$$

Il est donc possible de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent sur le dernier plateau de la colonne en mesurant les longueurs DG et DI. Compte tenu des relations dans les triangles semblables, on peut remarquer que pour un plateau n quelconque on peut écrire :

$$L_{n+1}/V_n = (H_d - H_n) / (H_d - h_{n+1}) = DA/DB = DC/DF \quad (25)$$

Il est également possible de connaître la variation de L_{n+1}/V_n dans le domaine de concentration mesurant les longueurs DA et DB. Compte tenu des profils de $H=f(y)$ et $h=f(x)$ on peut effectivement constater que $DC/DF = DG/DI$.

Cette relation entre les phases qui se croisent prend en compte les variations des débits molaires des phases vapeur liquide de sorte que la méthode graphique de Ponchon et Savarit ne nécessite aucune approximation.

Figure 28 : Représentation de l'alignement des points D, A, B dans le domaine de concentration.

3.3.3. Bilans sur la colonne d'épuisement

Les bilans sont effectués entre un plateau m quelconque du domaine d'épuisement et l'extrémité inférieure de la colonne (figure 26).

- Bilan matière [mole/h]

Bilan molaire global : $W + V_m = L_{m+1}$ (26)

Bilan molaire sur le constituant le plus volatil : $L_{m+1}.X_{m+1} = W.x_w + V_m.y_m$ (27)

(26)+(27) conduit à $L_{m+1}/V_m = (x_w - y_m) / (x_w - X_{m+1})$ (28)

- Bilan d'énergie : bilan molaire enthalpique [W]...

(26), (30), (29) conduisent à
$$\frac{L_{m+1}}{V_m} = \frac{M_w - H_m}{M_w - h_{m+1}} \quad (31)$$

Les équations de bilan sur la colonne d'épuisement sont telles que (28) = (31).

Soit :

$$\frac{\begin{array}{c} W \\ \text{---} x_w \text{---} y_m \text{---} A' \\ \text{---} M_w \text{---} H_m \end{array}}{\begin{array}{c} W \\ \text{---} x_w \text{---} x_{m+1} \text{---} B' \\ \text{---} M_w \text{---} h_{m+1} \end{array}} = \quad (32)$$

C'est la relation entre des phases qui se croisent (A' et B') dans le domaine d'épuisement (figure 29). La relation géométrique (32) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points W , A' et B' . Ainsi quelque soit le plateau m du domaine d'épuisement, les points $A'(y_m, H_m)$ et $B'(x_{m+1}, h_{m+1})$ sont alignés avec $W(x_w, M_w)$ qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est la surface du mélange dans le bouilleur, la droite $WA'B'$ est verticale. Ainsi pour $x_{m+1} = x_w$, alors $H_m = H_w$ et $h_{m+1} = h_w$, ce qui conduit à :

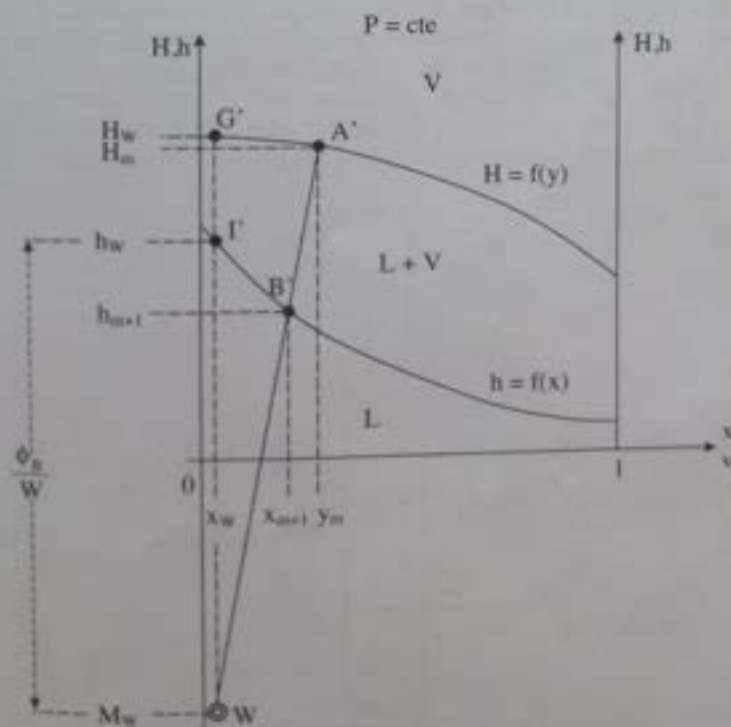


Figure 29 : Représentation de l'alignement des points W , A' et B' dans le domaine d'épuisement.

(26).(30). (29) conduisent à $L_{m+1}/V_m = (M_w - H_m) / (M_w - h_{m+1})$ (31)

Les équations de bilan sur la colonne d'épuisement sont telles que (28) = (31).

C'est la relation entre des phases qui se croisent (A' et B') dans le domaine d'épuisement (figure 29). La relation géométrique (32) sur le diagramme enthalpie-composition conduit à l'alignement des points W, A' et B'. Ainsi quelque soit le plateau m du domaine d'épuisement, les points A'(y_m, H_m) et B'(X_{m+1}, h_{m+1}) sont alignés avec W(x_w, M_w) qui est un pôle de construction. Lorsque le plateau considéré est la surface du mélange dans le bouilleur, la droite WA'B' est verticale. Ainsi pour X_{m+1} = x_w, alors H_m = H_w et h_{m+1} = h_w, ce qui conduit à :...

Figure 29 : Représentation de l'alignement des points W, A' et B' dans le domaine d'épuisement

$$\frac{L_{m+1}}{V_m} = \frac{M_W \cdot H_W}{M_W \cdot h_W} = \frac{WG'}{WT} \quad (33)$$

Cette relation permet de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent quelque soit le plateau considéré dans le domaine d'épuisement.

3.3.4. Conclusion

Toutes les droites issues de D et W coupent les courbes de bulle et de rosée en deux points A et B qui donnent les compositions et les enthalpies des phases qui se croisent le long de la colonne. C'est en particulier le cas de la droite qui joint D et W qui donne les compositions et les enthalpies des phases qui se croisent sur le plateau d'alimentation i : Aⁱ(H_i, y_i) et Bⁱ(h_i, x_i).

3.4. Construction de Ponchon et Savarit

Sur la figure 30 nous avons présenté une colonne à 4 plateaux numérotés du haut en bas avec les débits, les titres et les enthalpies (grandeur molaire) de chaque courant affecté de l'indice du numéro du plateau dont la phase est issue. On peut remarquer qu'une phase vapeur (A) et liquide (B) en équilibre, c'est-à-dire quittant le même plateau ont le même indice. Les titres des phases en équilibre peuvent être obtenus à l'aide de la courbe d'équilibre disponible dans des ouvrages spécialisés (figure 31). Les phases qui se croisent (A₁ - B₀, A₂ - B₁ ...) ont un indice d'une unité d'écart. En haut de colonne le titre molaire de la phase vapeur quittant le plateau 1 (y₁) est égal au titre molaire de cette phase vapeur condensée, soit récupéré comme distillat (x_D), soit recyclé dans la colonne (x₀) : y₁ = x_D = x₀.

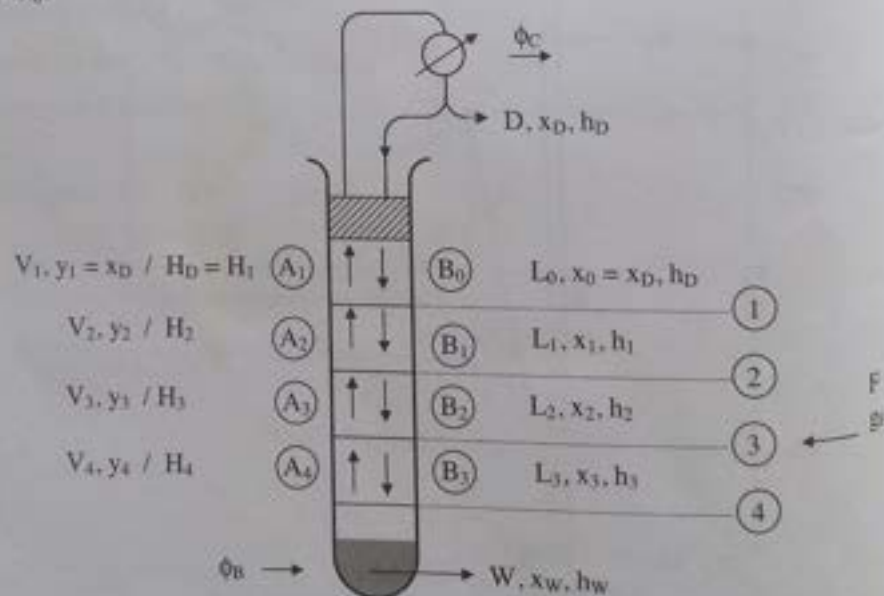


Figure 30 : Schéma d'une colonne à 4 plateaux.

$$L_{m+1}/V_m = M_w - H_w / M_w - h_w = W G' / W I' \quad (33)$$

Cette relation permet de connaître le rapport des débits des phases qui se croisent quelque soit le plateau considéré dans le domaine d'épuisement.

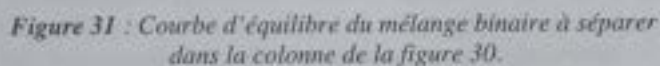
3.3.4. Conclusion

Toutes les droites issues de D et W coupent les courbes de bulle et de rosée en deux points A et B qui donnent les compositions et les enthalpies des phases qui croisent le long de la colonne. C'est en particulier le cas de la droite qui joint D et W qui donne les compositions et les enthalpies des phases qui se croisent sur le plateau d'alimentation i: A"(H_i, y_i) et B"(h_i, x_i).

3.4. Construction de Ponchon et Savarit

Sur la figure 30 nous avons présenté une colonne à 4 plateaux numérotés du haut en bas avec les débits, les titres et les enthalpies (grandeur molaire) de chaque courant affecté de l'indice du numéro du plateau dont la phase est issue. On peut remarquer qu'une phase vapeur (A) et liquide (B) en équilibre, c'est-à-dire quittant le même plateau. ont le même indice. Les titres des phases en équilibre peuvent être obtenus à l'aide de la courbe d'équilibre disponible dans des ouvrages spécialisés (figure 31). Les phases qui se croisent (A1 - B₀, A2-B1 ...) ont un indice d'une unité d'écart. En haut de colonne le titre molaire de la phase vapeur quittant le plateau 1 (y₁) est égal au titre molaire de cette phase vapeur condensée, soit récupéré comme distillat (x_d), soit recyclé dans la colonne (x₀): y₁ = x_d = x₀...

Figure 30 : Schéma d'une colonne à 4 plateaux.



La vapeur saturante A_1 de composition y_1 est en équilibre avec le liquide bouillant B_1 de composition x_1 qui est accessible par la courbe de la figure 31. La droite A_1B_1 (figure 32) est une conodale.

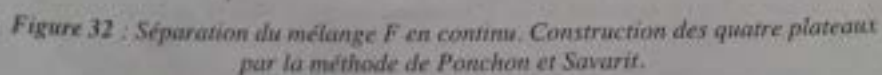


Figure 31 : Courbe d'équilibre du mélange binaire à séparer dans la colonne de la figure 30.

Sur la figure 32 les points D, A1 et Bo sont sur la même verticale d'abscisse x_d : D est le pôle de construction et la vapeur saturante A, croise le liquide bouillant Bo.

La vapeur saturante A1 de composition y_1 est en équilibre avec le liquide bouillant B1 de composition x_1 qui est accessible par la courbe de la figure 31. La droite A1B1 (figure 32) est une conodale...

Figure 32 : Séparation du mélange F en continu. Construction des quatre plateaux par la méthode de Ponchon et Savarit.

de composition $A_2(y_2, H_2)$ sont alignées avec D. Le tracé B_1D donne donc le point $A_2(y_2, H_2)$.

Cette phase $A_2(y_2, H_2)$ est en équilibre avec $B_2(x_2, h_2)$ dont la composition est donnée par la courbe 31. Le liquide bouillant B_2 aligné avec le point D donne le point A. La conodale A_3B_3 coupe la droite DFW ce qui signifie que l'on passe dans le domaine d'épuisement. Le pôle de construction est alors W. La séparation peut être réalisée en 4 plateaux (4 conodales) et l'alimentation F doit être positionnée sur le 3^e plateau compte à partir du haut de la colonne.

3.5. La zone d'alimentation de la colonne

Nous avons démontré que sur le diagramme enthalpique le point $F(g_F, H_T)$ se situe sur la droite DW et qu'il se déplace de W vers D lorsque la température de l'alimentation augmente. Rappelons que l'alimentation F doit être positionnée également dans une zone de la colonne de composition (x_i, y_i) proche de celle de l'alimentation (g_F) . Qu'en est-il exactement ?

3.5.1. Cas d'une alimentation F biphasique (L + V)

L'alimentation $F(g_F, H_T)$ a une composition globale et une enthalpie comprises entre les deux phases liquide $B''(x_i, h_i)$ et vapeur $A''(y_i, H_i)$ qui se croisent sur le plateau d'alimentation (figure 33). Cette alimentation biphasique L + V comprend un liquide $T(h_F)$ en équilibre avec une vapeur $K(y_F, H_F)$. La proximité des compositions x_i avec x_F et y_F permet d'envisager une très faible perturbation de la colonne lors du mélange de l'alimentation avec la vapeur et le liquide du plateau d'alimentation.

3.5.2. Cas d'une alimentation F liquide bouillant

L'alimentation $F(g_F, H_T)$ ne contient pas de vapeur et le point $F(g_F = x_F, H_T = h_F)$ est confondu avec le point $B''(x_i, h_i)$ (figure 34). La composition d'une phase vapeur $K(y, H)$ en équilibre avec un liquide (x_F, h_F) est obtenue par la conodale passant par $F = B'' = T$. La composition de la vapeur (y, H) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation $F(x_F, h_F)$ si celle-ci contenait de la vapeur. Parce qu'elle ne contient que du liquide, seul le débit liquide de la colonne sera augmenté en-dessous de l'alimentation.

3.5.3. Cas d'une alimentation F vapeur saturante

C'est une situation comparable à la précédente avec une alimentation $F(g_F, H_T)$ qui ne contient pas de liquide (figure 35). Le point $F(g_F = y_F, H_T = H_F)$ est confondu avec le point $A''(y_i, H_i)$. La composition d'une phase liquide $T(x, h)$ en équilibre avec une vapeur (y_F, H_F) est obtenue par la conodale passant par $F = A'' = K$. La composition du liquide (x, h) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation $F(y_F, H_F)$ si celle-ci contenait du

Figure

Le liquide bouillant B1 de composition x_1 et d'enthalpie h_1 croise la phase vapeur A2 de composition y_2 et d'enthalpie H_2 . Ces deux phases qui se croisent dans le domaine de concentration sont alignées avec D. Le tracé B1D donne donc le point A2(y_2 , H_2).

Cette phase A2(y_2 , H_2) est en équilibre avec B2(x_2 , h_2) dont la composition est donnée par la courbe 31. Le liquide bouillant B2 aligné avec le point D donne le point A3. La conodale A3B3 coupe la droite DFW ce qui signifie que l'on passe dans le domaine d'épuisement. Le pôle de construction est alors W. La séparation peut être réalisée en 4 plateaux (4 conodales) et l'alimentation F doit être positionnée sur le 3^e plateau compté à partir du haut de la colonne.

3.5. La zone d'alimentation de la colonne

Nous avons démontré que sur le diagramme enthalpique le point F(g_f , H_t) se situe sur la droite DW et qu'il se déplace de W vers D lorsque la température de l'alimentation augmente.

Rappelons que l'alimentation F doit être positionnée également dans une zone de la colonne de composition (x_i , y_i) proche de celle de l'alimentation (g_f). Qu'en est-il exactement ?

3.5.1. Cas d'une alimentation F biphasique (L + V)

L'alimentation F(g_f , H_t) a une composition globale et une enthalpie comprise entre les deux phases liquide B"(x_i , h_i) et vapeur A"(y_i , H_i) qui se croisent sur le plateau i d'alimentation (figure 33). Cette alimentation biphasique L + V comprend un liquide T(x_f , h_f) en équilibre avec une vapeur K(y_f , H_f). La proximité des compositions x_i avec x_f et y_i avec y_f permet d'envisager une très faible perturbation de la colonne lors du mélange l'alimentation avec la vapeur et le liquide du plateau d'alimentation.

3.5.2. Cas d'une alimentation F liquide bouillant

L'alimentation F(g_f , H_t) ne contient pas de vapeur et le point F($g_f = x_f$, $H_t = h_f$) est confondu avec le point B" (x_i , h_i) (figure 34). La composition d'une phase vapeur K(y , H) en équilibre avec un liquide (x_f , h_f) est obtenue par la conodale passant par F = B" = T.. La composition de la vapeur (y , H) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation F(x_f , h_f) si celle-ci contenait de la vapeur. Parce qu'elle ne contient que du liquide, seul le débit liquide de la colonne sera augmenté en-dessous de l'alimentation.

3.5.3. Cas d'une alimentation F vapeur saturante

C'est une situation comparable à la précédente avec une alimentation F(g_f , H_t) qui ne contient pas de liquide (figure 35). Le point F($g_f = y_f$, $H_t = H_f$) est confondu avec le point A"(y_i , H_i). La composition d'une phase liquide T(x , h) en équilibre avec une (y_f , H_f) est obtenue par la conodale passant par F = A" = K. La composition du liquide (x , h) est celle qui serait en équilibre avec l'alimentation F(y_f , H_f) si celle-ci contenait du

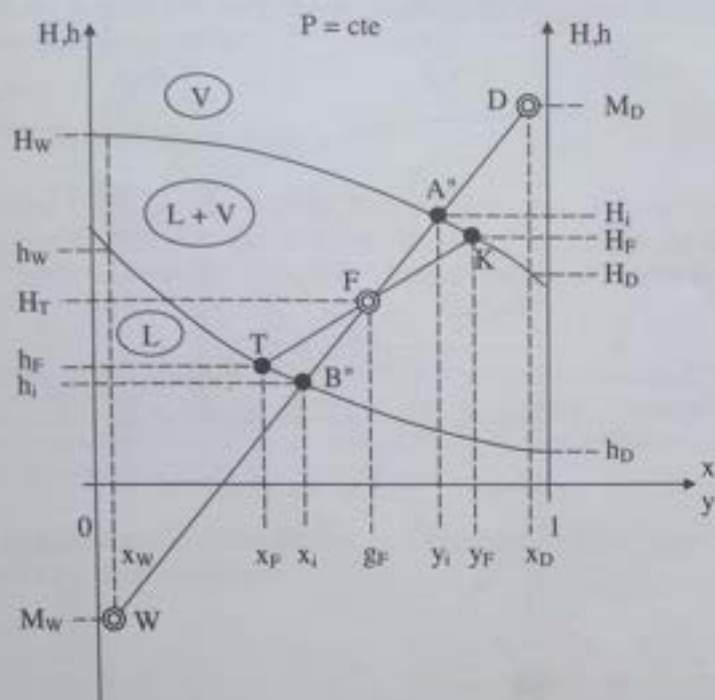


Figure 33 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état biphasique ($L + V$).

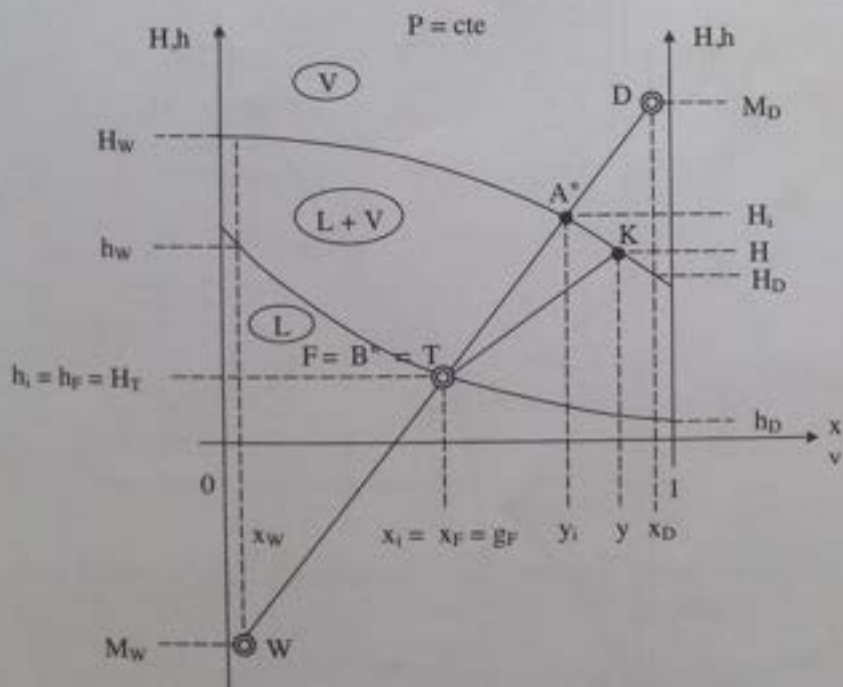


Figure 34 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état liquide bouillant.

Figure 33 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état biphasique ($L + V$).

Figure 34 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état liquide bouillant.

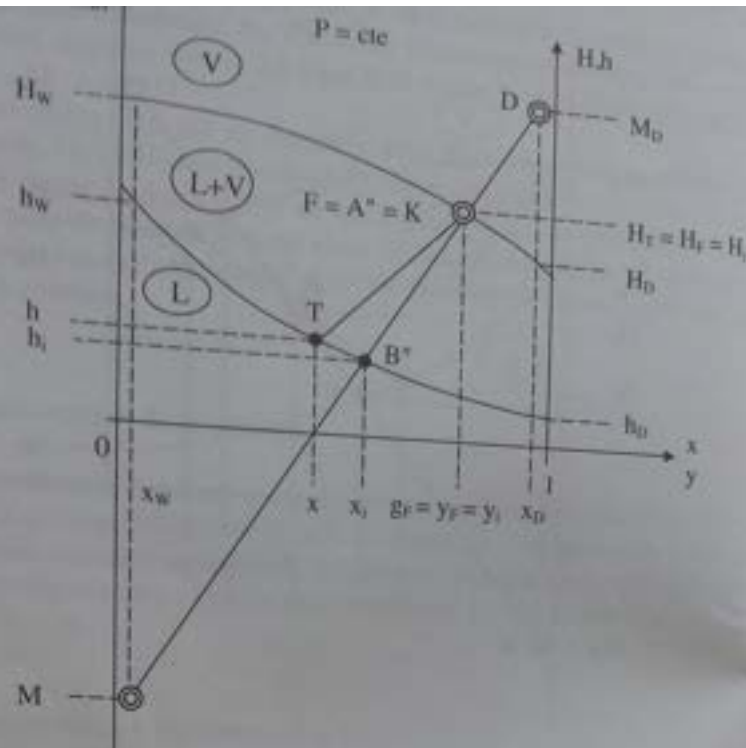
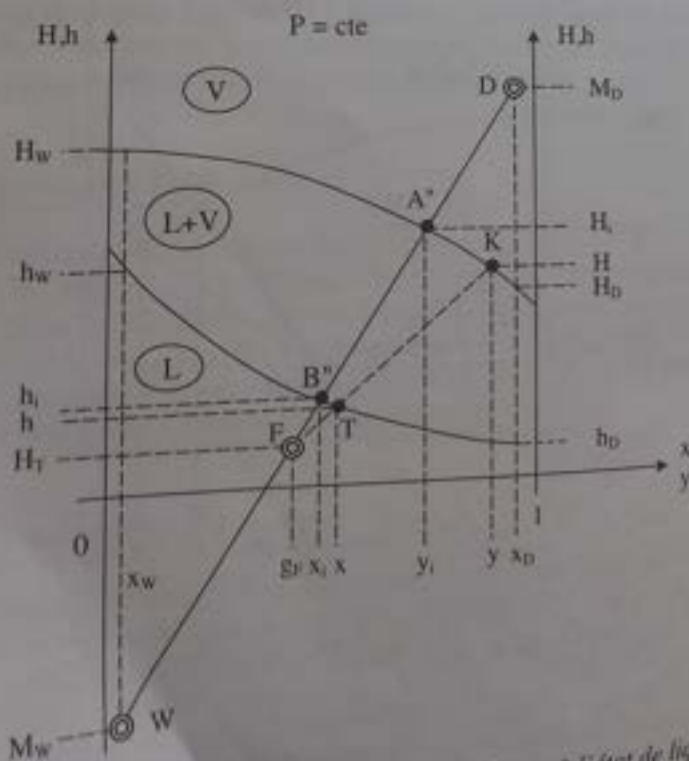


Figure 35 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur saturante.



Etude de la distillation

liquide. Puis augmenté au

3.5.4. Cas d'

L'alimentation inférieure au qui passe par seraient en é

L'alimentation vapeur saturée simultanément rapprochent

Il y a d'autre de l'a

Figure 35 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur saturante.

Figure 35 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de liquide froid.

liquide. Puisqu'elle ne contient que de la vapeur, seul le débit de vapeur de la colonne sera augmenté au-dessus de l'alimentation.

3.5.4. Cas d'une alimentation F liquide froid

L'alimentation $F(g_F, H_F)$ ne contient que du liquide et la composition g_F est inférieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i, y_i) (figure 36). La conodale kT qui passe par F permet de connaître des phases liquide $T(x, h)$ et vapeur $K(y, H)$ qui seraient en équilibre.

L'alimentation de liquide froid sera chauffée par le liquide bouillant $B''(x_i, h_i)$ et la vapeur saturante $A''(y_i, H_i)$ qui se trouvent sur le plateau d'alimentation avec simultanément une variation locale de la composition et de l'enthalpie : F et T se rapprochent de B'' , K se rapproche de A'' .

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de part et d'autre de l'alimentation dans la colonne.

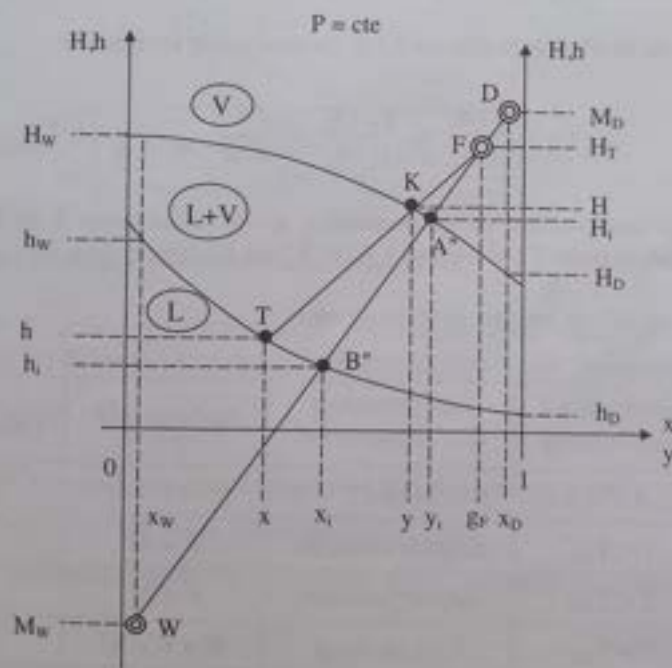


Figure 37 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur surchauffée.

liquide. Puisqu'elle ne contient que de la vapeur, seul le débit de vapeur de la colonne sera augmenté au-dessus de l'alimentation.

3.5.4. Cas d'une alimentation F liquide froid

L'alimentation F(g_f , H_f) ne contient que du liquide et la composition g_f est inférieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i , y_i) (figure 36). La conodale kT qui passe par F permet de connaître des phases liquide $T(x, h)$ et vapeur $K(y, H)$ qui seraient en équilibre.

L'alimentation de liquide froid sera chauffée par le liquide bouillant $B''(x_i, h_i)$ et la vapeur saturante $A''(y_i, H_i)$ qui se trouvent sur le plateau d'alimentation avec simultanément une variation locale de la composition et de l'enthalpie : F et T se rapprochent de B'' , K se rapproche de A'' .

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de part et d'autre de l'alimentation dans la colonne.

Figure 37 : Cas d'une alimentation F introduite dans la colonne à l'état de vapeur surchauffée.

3.5.5. Cas d'une alimentation F vapeur surchauffée

L'alimentation F (g_F , H_T) ne contient que de la vapeur surchauffée. La composition g_F est supérieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i , 37). La cordale KT qui passe par F permet de connaître les phases liquide et vapeur K(y, H) qui seraient en équilibre.

L'alimentation de vapeur surchauffée réchauffera le liquide bouillant B" et la vapeur saturante A" (y_i , H_i) qui se trouvent sur le plateau d'alimentation. simultanément une variation locale de la composition et de l'enthalpie : F se rapprochent de A", T se rapproche de B".

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de l'autre du niveau de l'alimentation dans la colonne.

3.6. Utilisation des données enthalpiques

3.6.1. Calcul de l'excédent de débit vapeur ou liquide provoqué par l'alimentation

A partir de la relation établie en 2.5.3, on peut écrire les égalités

$$f = \frac{H_T - h_i}{H_i - h_i} = \frac{g_F - x_i}{y_i - x_i} = \frac{\overline{FB''}}{\overline{A''B''}} \quad (35)$$

Pour une composition de l'alimentation g_F , la température T de l'alimentation définit la position du point F par rapport à A" et B" sur les figures 33 à 37.

Le tableau suivant permet de résumer ceci :

Figure	Température T du mélange g_F	Etat thermique de l'alimentation	Position de F	Valeur de f
33	$T_{LB} < T < T_{VS}$	Biphasique L + V	$B'' < F < A''$	$0 < f < 1$
34	$T = T_{LB}$	Liquide bouillant	$F = B''$	$f = 0$
35	$T = T_{VS}$	Vapeur saturante	$F = A''$	$f = 1$
36	$T < T_{LB}$	Liquide froid	$W < F < A''$	$f < 0$
37	$T > T_{VS}$	Vapeur surchauffée	$A'' < F < D$	$f > 1$

La mesure de la longueur des segments $\overline{FB''}$ et $\overline{A''B''}$ sur le diagramme enthalpique permet donc de connaître la valeur de f. Puisque le débit de l'alimentation est généralement connu ou mesurable, on peut conclure sur les valeurs :

Étude de la distillation

Ces valeurs : faire le choix du garnissage

3.6.2. Puissance à évaporer

Il s'agit de calculer le bilan d'énergie à l'échelle de la colonne

Compte-tenu ; du bilan de la colonne

on obtient :

Le bilan molaire sur la colonne

(36) et (37) donne

3.7.3. Calcul de l'écoulement

Le flux de phase (V → L), c'est-à-dire le débit molaire suivant la colonne

Φ_c : obtenu par l'équation (36)

C_p : capacité calorifique

ΔT : écart de température [°C]

3.7.4. Puissance à évaporer

On compare les courants entrants et sortants

Bilan d'énergie

3.5.5. Cas d'une alimentation F vapeur surchauffée

L'alimentation F (g_f , H_t) ne contient que de la vapeur surchauffée et la composition g_f est supérieure aux compositions du plateau i de la colonne (x_i , y_i) (figure 37). La conodale KT qui passe par F permet de connaître les phases liquide T(x , h) et vapeur K(y , H) qui seraient en équilibre.

L'alimentation de vapeur surchauffée réchauffera le li la vapeur saturante A"(y_i , H_i) qui se trouve sur le plateau simultanément une variation locale de la composition et de rapprochent de A", T se rapproche de B".

Il y aura augmentation du débit liquide et diminution du débit vapeur de part et d'autre du niveau de l'alimentation dans la colonne.

3.6. Utilisation des données enthalpiques

3.6.1. Calcul de l'excédent de débit vapeur ou liquide provoqué par l'alimentation

A partir de la relation établie en 2.5.3. on peut écrire les égalités

$$f = \frac{H_t - h_i}{H_i - h_i} = \frac{g_f - x_i}{y_i - x_i} = \frac{FB''}{A''B''} \quad (35)$$

Pour une composition de l'alimentation g_f , la température T de l'alimentation définit la position du point F par rapport à A" et B" sur les figures 33 à 37.

Le tableau suivant permet de résumer ceci :...

La mesure de la longueur des segments FB" et A"B" sur le diagramme enthalpique permet donc de connaître la valeur de f. Puisque le débit de l'alimentation est généralement connu ou mesurable, on peut conclure sur les valeurs: $V - V' = fF$ et $L - L' = F(1 - f)$

Ces valeurs sont importantes car elles permettent de dimensionner la colonne et faire le choix du garnissage ou la taille et le nombre de trous sur les plateaux.

3.6.2. Puissance à évacuer au condenseur ϕ_C

Il s'agit de condenser la vapeur saturante $H_n = H_D$ en un liquide bouillant $h_{n+1} = h_D$. Le bilan d'énergie au niveau du condenseur conduit à l'expression (figure 26)

$$VH_D = L h_D + D h_D + \phi_C$$

Compte-tenu : du bilan sur le condenseur $V = L + D$

de la valeur du taux de reflux $R = \frac{L}{D}$

on obtient :

$$\phi_C = (R + 1).D.(H_D - h_D) \quad (36)$$

Le bilan molaire sur le constituant le plus volatil conduit à

$$D = \frac{F(x_W - g_F)}{x_W - x_D} \quad (37)$$

(36) et (37) donne

$$\phi_C = (R + 1) \frac{F(g_F - x_D)}{x_W - x_D} .(H_D - h_D) \quad (38)$$

3.7.3. Calcul de l'échangeur thermique : le condenseur

Le flux de chaleur ϕ_C est évacué au condenseur. Pour réaliser ce changement de phase ($V \rightarrow L$), on utilise un échangeur de chaleur dont le fluide caloporteur doit avoir le

débit molaire suivant : $M = \frac{\phi_C}{C_p \Delta T}$

ϕ_C : obtenu par les conditions opératoires et les données enthalpiques [W] (36) et (38)

C_p : capacité calorifique du fluide caloporteur [J/mol.°C]

ΔT : écart de température du fluide caloporteur entre l'entrée et la sortie de l'échangeur [°C]

3.7.4. Puissance à fournir au bouilleur ϕ_B

On comprend que la puissance à fournir au bouilleur est dépendante de l'ensemble des courants entrants ou sortants de la colonne.

Bilan d'énergie sur l'ensemble de la colonne

$$F.H_T + \phi_B = D.h_D + \phi_C + W.h_W$$

Ces valeurs sont importantes car elles permettent de dimensionner la colonne et faire le choix du garnissage ou la taille et le nombre de trous sur les plateaux.

3.6.2. Puissance à évacuer au condenseur oC

Il s'agit de condenser la vapeur saturante $H_n = H_d$ en un liquide bouillant $h_{n+1} = h_d$. Le bilan d'énergie au niveau du condenseur conduit à l'expression (figure 26)

$$V H_d = L h_d + D h_d + oC$$

Compte-tenu : du bilan sur le condenseur $V=L+D$

de la valeur du taux de reflux $R = L/D$

on obtient : $oC = (R+ 1).D(H_d - h_d)$ (36)

Le bilan molaire sur le constituant le plus volatil conduit à...(37)

(36) et (37) donne...(38)

3.7.3. Calcul de l'échangeur thermique : le condenseur

Le flux de chaleur oC est évacué au condenseur. Pour réaliser ce changement de phase ($V \cdot L$), on utilise un échangeur de chaleur dont le fluide caloporteur doit avoir le débit molaire suivant : $M = \Phi_c / C_p \cdot AT$

O_c : obtenu par les conditions opératoires et les données enthalpiques [W] (36) et (38)

C_p : capacité calorifique du fluide caloporteur (J/mol.°C]

AT : écart de température du fluide caloporteur entre l'entrée et la sortie de l'échangeur [°C]

3.7.4. Puissance à fournir au bouilleur OB

On comprend que la puissance à fournir au bouilleur est dépendante de l'ensemble des courants entrants ou sortants de la colonne.

bilan d'énergie sur l'ensemble de la colonne $F.H_t + OB = D.h_d + oC + W.h_w$

avec $F = D + W$ il vient :

$$\phi_B = \phi_C + D (h_D - H_T) + W (h_W - H_T) \quad (39)$$

ou encore avec $\phi_C = (R + 1) D (H_D - h_D)$

$$\phi_B = (R + 1) D (H_D - h_D) + D (h_D - H_T) + W (h_W - H_T) \quad (40)$$

Le bilan au niveau du bouilleur conduit à $\phi_B = V' (H_W - h_W)$ (41)

Cette expression (41) traduit que la puissance dissipée dans le liquide bouillant (h_W) pour obtenir la vapeur saturante de même composition (H_W) définira le débit de vapeur V' de la colonne d'épuisement.

Le bilan matière de la colonne donne $W = \frac{F(g_F - x_D)}{x_W - x_D}$ (42)

Le taux de rebouillage est $R' = \frac{V'}{W}$ (43)

(41), (42), (43) donnent $\phi_B = R' \frac{F(g_F - x_D)}{x_W - x_D} (H_W - h_W)$ (44)

Les 2 expressions (40) et (44) permettent d'accéder au taux de rebouillage c'est-à-dire au débit V' .

4. FONCTIONNEMENT D'UNE COLONNE DE RECTIFICATION

Nous avons vu précédemment que ϕ_B et ϕ_C sont des fonctions linéaires croissantes du taux de reflux. Nous savons que la séparation des constituants s'améliore lorsque le taux de reflux augmente, avec un coût énergétique plus élevé, mais simultanément le débit du distillat sera plus faible. On comprend bien qu'il faudra trouver le compromis qui tient compte de la pureté du produit recherché mais aussi de l'optimum économique. Il est donc nécessaire de s'attarder sur la notion d'efficacité - coût qui fixe le taux de reflux le plus économique.

4.1. Analyse des échanges de matière sur un plateau réel : PR

Les transferts de matière dans la colonne peuvent être analysés à l'aide de la figure 38. Lorsque l'on se déplace de bas en haut de la colonne, la vapeur s'enrichit en constituant le plus volatil, $y_{n-1} < y_n < y_{n+1}$ et le liquide s'appauvrit en constituant le plus volatil $x_n > x_{n+1}$. Ce transfert a lieu dans la couche liquide de hauteur h sur le plateau.

avec $F=D+W$ il vient : $O_b = O_c + D(h_d - H_t) + W(h_w - H_t)$ (39)

ou encore avec $O_c = (R+1) D(H_d - h_d)$

$$O_b = (R+1) D(H_d - h_d) + D(h_d - H_t) + W(h_w - H_t) \quad (40)$$

Le bilan au niveau du bouilleur conduit à $O_b = V'(H_w - h_w)$ (41)

Cette expression (41) traduit que la puissance dissipée dans le liquide bouillant (h_w) pour obtenir la vapeur saturante de même composition (H_w) définira le débit de vapeur V' dans la colonne d'épuisement.

Le bilan matière de la colonne donne $W = \dots$ (42)

Le taux de rebouillage est $R' = \dots$ (43)

(41), (42), (43) donnent $O_b = R' \dots$ (44)

Les 2 expressions (40) et (44) permettent d'accéder au taux de rebouillage R' c'est-à-dire au débit V' .

4. FONCTIONNEMENT D'UNE COLONNE DE RECTIFICATION

Nous avons vu précédemment que O_b et O_c sont des fonctions linéaires croissantes du taux de reflux. Nous savons que la séparation des constituants s'améliore lorsque le taux de reflux augmente, avec un coût énergétique plus élevé, mais simultanément le débit du distillat sera plus faible. On comprend bien qu'il faudra trouver le compromis qui devra tenir compte de la pureté du produit recherché mais aussi de l'optimum économique. Il est donc nécessaire de s'attarder sur la notion d'efficacité - coût qui fixe le taux de reflux le plus économique.

4.1. Analyse des échanges de matière sur un plateau réel : PR

Les transferts de matière dans la colonne peuvent être analysés à l'aide de la figure 38.

Lorsque l'on se déplace de bas en haut de la colonne, la vapeur s'enrichit en constituant le plus volatil, $Y_{n-1} < y_n < y_{n+1}$ et le liquide s'appauvrit en constituant le plus volatil $x_n > x_{n+1}$. Ce transfert a lieu dans la couche liquide de hauteur h sur plateau à

l'interface entre les bulles et le liquide. Si l'équilibre thermodynamique arrive à s'établir $y_n = y_n^*$ et $x_n = x_n^*$ avec $y^* = \frac{\alpha x_n^*}{1 + (\alpha - 1) x_n^*}$.

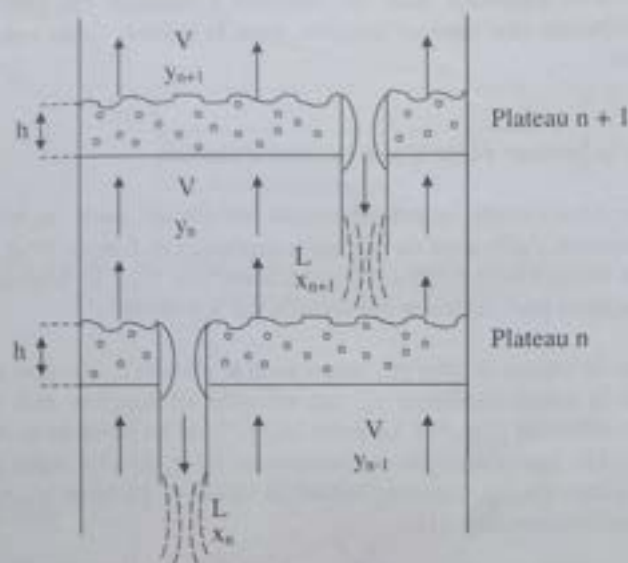


Figure 38 : Analyse des échanges sur des plateaux réels.

On dit que l'efficacité de l'échange est maximal soit 100 %. Dans ce cas le nombre de plateaux réels (NPR) nécessaire pour faire la séparation recherchée est égale au nombre de plateaux théoriques (NPT) : $NPR = NPT$.

La réalité est tout autre, car l'équilibre thermodynamique n'est pas atteint c'est-à-dire que $y_n < y_n^*$ et $x_n > x_n^*$. L'efficacité de l'échange est inférieure à 100 % et le nombre de plateaux réels nécessaires est supérieur au nombre de plateaux théoriques obtenus par les constructions graphiques $NPR > NPT$.

Pour améliorer l'efficacité de l'échange de matière ($y_n \rightarrow y_n^*$ et $x_n \rightarrow x_n^*$) il y a deux méthodes.

1 - Augmenter le temps de contact entre la bulle et le liquide : $\tau \nearrow$
 Ce temps de passage de la bulle sera augmenté en augmentant la hauteur de liquide ($h \nearrow$) ou en diminuant la vitesse (u) des bulles : $u \searrow \Rightarrow$ débit de vapeur $\searrow \Rightarrow$ chauffage $\phi_0 \searrow$

2 - Augmenter la surface d'échange entre les bulles et le liquide : $S \nearrow$

Pour un volume de gaz donné, il est préférable d'avoir des petites bulles que des grosses bulles. Lorsque l'on divise une grosse bulle en 10 petites bulles, on obtient une surface d'échange qui est multipliée par 2,15.

l'interface entre les bulles et le liquide. Si l'équilibre thermodynamique arrive à s'établir...

Figure 38 : Analyse des échanges sur des plateaux réels.

On dit que l'efficacité de l'échange est maximal soit 100 %. Dans ce cas, le nombre de plateaux réels (NPR) nécessaire pour faire la séparation recherchée est égale au nombre de plateaux théoriques (NPT) : $NPR = NPT$.

La réalité est tout autre, car l'équilibre thermodynamique n'est pas atteint c'est-à dire que $y_n < y_n^*$ et $x_n > x_n^*$. L'efficacité de l'échange est inférieure à 100 % et le nombre de plateaux réels nécessaires est supérieur au nombre de plateaux théoriques obtenus par les constructions graphiques $NPR > NPT$.

Pour améliorer l'efficacité de l'échange de matière ($y_n...$) il y a deux méthodes.

1 - Augmenter le temps de contact entre la bulle et le liquide : 1 Ce temps de passage de la bulle sera augmenté en augmentant la hauteur de liquide ($h...$) ou en diminuant la vitesse (u) des bulles : - u -débit de vapeur -chauffage Ob

2 - Augmenter la surface d'échange entre les bulles et le liquide: S

Pour un volume de gaz donné, il est préférable d'avoir des petites bulles que des grosses bulles. Lorsque l'on divise une grosse bulle en 10 petites bulles, on obtient une surface d'échange qui est multiplié par 2,15.

On sait néanmoins que lorsque la hauteur de liquide augmente, on risque le phénomène de ruissellement si le débit de vapeur est insuffisant pour exercer une pression de bas en haut au niveau des trous du plateau. Inversement si les bulles sont trop petites, le débit vapeur trop important, on risque le phénomène d'engorgement dans les colonnes de garnissage et de moussage dans les colonnes à plateaux. On admet que la vitesse linéaire d'écoulement des vapeurs comptée dans la section d'une colonne vide est de l'ordre de 1 m/s.

4.2. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne à plateau

Comme nous l'avons vu précédemment lorsque un, deux, ou les trois paramètres (h , τ , S) augmentent, l'efficacité du plateau augmente. Les figures 39 et 40 permettent de comprendre la définition de l'efficacité selon Murphree (E_M) en analysant les variations des valeurs des titres des vapeurs et des liquides sur le plateau n .

Lorsque la vapeur de titre y_{n-1} rentre sous le plateau n , son titre augmentera au fur et à mesure de le quitter à la valeur maximale y_n^* qui est celle en équilibre avec le liquide x_n qui s'écoule par le déversoir (fig. 39). Le point (x_n, y_n^*) est un point de la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h , τ , Z) sont telles que la vapeur ne peut atteindre cette valeur y_n^* mais seulement la valeur y_n . Le point (x_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour la vapeur est exprimée par un rapport

$$E_{M_y} = \frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}} = \frac{\Delta y_{exp}}{\Delta y_{th}} \quad (45)$$

avec Δy_{exp} : différence expérimentale des titres entrée-sortie de la vapeur

Δy_{th} : différence théorique des titres entrée-sortie de la vapeur si l'équilibre thermodynamique était établi

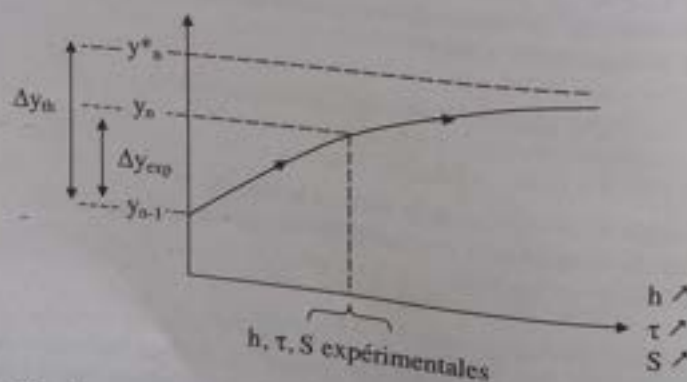


Figure 39 : Variation du titre de la vapeur sur un plateau

On sait néanmoins que lorsque la hauteur de liquide augmente, on risque le phénomène de ruissellement si le débit de vapeur est insuffisant pour exercer une pression de bas en haut au niveau des trous du plateau. Inversement si les bulles sont trop petites et le débit vapeur trop important, on risque le phénomène d'engorgement dans les colonnes de garnissage et de moussage dans les colonnes à plateaux, On admet que la vitesse linéaire d'écoulement des vapeurs comptée dans la section d'une colonne vide est de l'ordre de 1 m/s.

4.2. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne à plateau

Comme nous l'avons vu précédemment lorsque un, deux, ou les trois paramètres (h , T , S) augmentent, l'efficacité du plateau augmente. Les figures 39 et 40 permettent de comprendre la définition de l'efficacité selon Murphree (E_m) en analysant les variations des valeurs des titres des vapeurs et des liquides sur le plateau n .

Lorsque la vapeur de titre y_{n-1} rentre sous le plateau n , son titre augmentera avant de le quitter à la valeur maximale y_n^* qui est celle en équilibre avec le liquide x_n qui s'écoule par le déversoir (fig. 39). Le point (X_n, y_n^*) est un point de la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h , T , Z) sont telles que la vapeur ne peut atteindre cette valeur y_n^* mais seulement la valeur y_n . Le point (X_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour la vapeur est exprimée par un rapport ... (45)

avec A_{yexp} : différence expérimentale des titres entrée-sortie de la vapeur

A_{yth} : différence théorique des titres entrée-sortie de la vapeur ! thermodynamique était établi

Figure 39 : Variation du titre de la vapeur sur un plateau avec les paramètres du transfert de matière.

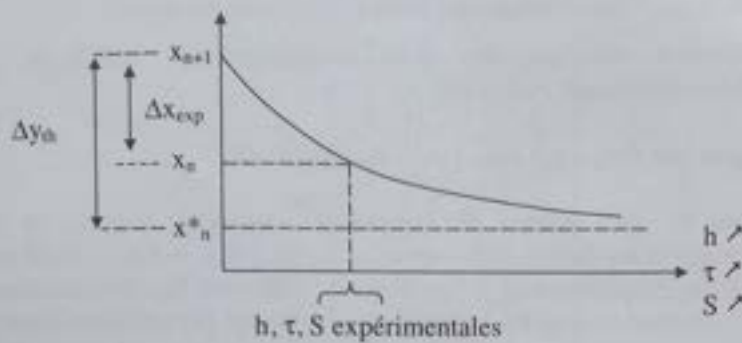


Figure 40 : Variation du titre du liquide sur un plateau avec les paramètres du transfert de matière.

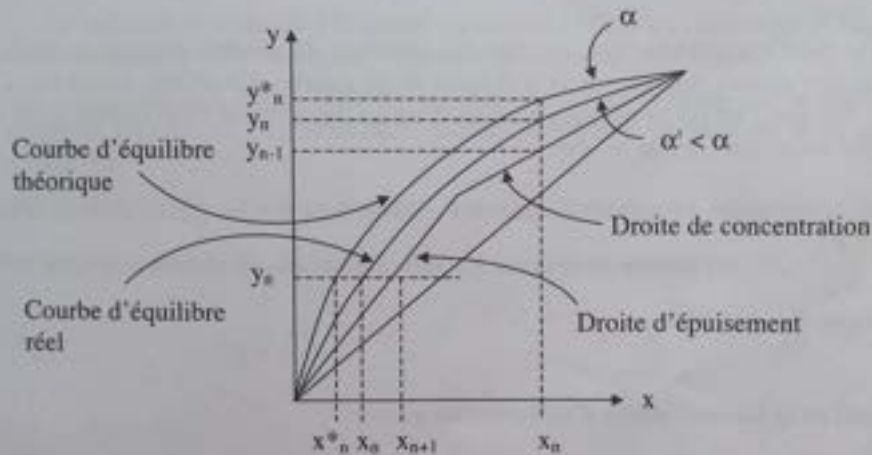


Figure 41 : Courbe d'équilibre théorique et courbe d'équilibre réel.
Efficacité de Murphree.

Lorsque le liquide de titre x_{n+1} arrive sur le plateau n , son titre diminuera avant de le quitter à la valeur minimale x_n^* qui est en équilibre avec la vapeur y_n (fig. 40). Le point (x_n^*, y_n) se trouve sur la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h, τ, S) sont telles que le liquide ne peut atteindre cette valeur avant de s'écouler dans le déversoir ; son titre diminuera seulement à la valeur x_n . Le point (x_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour le liquide est exprimé par le rapport

$$E_{MX} = \frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_n^*} = \frac{\Delta x_{exp}}{\Delta x_{th}} \quad (46)$$

Figure 40 : Variation du titre du liquide sur un plateau avec les paramètres du transfert de matière.

Courbe d'équilibre théorique

Droite de concentration

Courbe d'équilibre réel

Droite d'épuisement

Figure 41 : Courbe d'équilibre théorique et courbe d'équilibre réel.

Efficacité de Murphree.

Lorsque le liquide de titre x_{n+1} arrive sur le plateau n , son titre diminuera avant de le quitter à la valeur minimale x_n^* qui est en équilibre avec la vapeur y_n (fig. 40). Le point (X_n^*, y_n) se trouve sur la courbe d'équilibre théorique (fig. 41). Les conditions expérimentales (h, T, S) sont telles que le liquide ne peut atteindre cette valeur avant de s'écouler dans le déversoir, son titre diminuera seulement à la valeur x_n . Le point (X_n, y_n) est un point de la courbe d'équilibre réel (fig. 41).

L'efficacité de Murphree pour le liquide est exprimé par le rapport ... (46)

Δx_n : ... thermodynamique et ...

On peut remarquer que si $y_n = y_n^*$ et $x_n = x_n^*$, on a $E_M = 100\%$.

La figure 41 nous permet de comprendre comment, à partir de la courbe d'équilibre théorique et les droites opératoires ($y_{n-1} = f(x_n)$ et $y_n = f(x_{n+1})$), il est possible de construire la courbe d'équilibre réel si l'on connaît l'efficacité E_M . Généralement on a $0\% < E_M < 80\%$. On peut trouver les ordonnées y_n en traçant des verticales à des abscisses

x_n et en appliquant l'expression $\frac{y_n - y_{n-1}}{y_n^* - y_{n-1}} = E_{M_y}$. De la même façon en traçant des

horizontales à différentes ordonnées y_n on peut trouver les valeurs de x_n en appliquant

l'expression $\frac{x_{n+1} - x_n}{x_{n+1} - x_n^*} = E_{M_x}$.

On peut comprendre que lorsque E_M diminue, la courbe d'équilibre réelle se rapproche des droites opératoires et s'éloigne de la courbe d'équilibre théorique. Cela revient à dire que l'on est en pratique avec un mélange de volatilité relative plus faible que la volatilité relative théorique $\alpha' < \alpha$.

La construction du nombre de plateaux conduit donc à $NPR > NPT$ avec la relation $NPR = \frac{NPT}{E_M}$. Si l'on connaît la distance h' entre 2 plateaux, on obtient la hauteur réelle de la colonne $H_R = h' \cdot NPR$.

4.3. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne garnie

Si dans le cas d'une colonne à plateau il est facile de se représenter un plateau théorique ($E_M = 100\%$), il en est autrement dans le cas d'une colonne garnie. Dans ce cas l'échange se fait de manière continue tout au long de la colonne (fig. 42). On définit ce que l'on appelle la hauteur équivalente à un plateau théorique : la HEPT. C'est la distance linéaire qui sépare le point de la colonne de titre $x_n = x_n^*$ à celui ayant la composition d'équilibre théorique correspondante $y_n = y_n^*$. Le point (x_n^*, y_n^*) se situe sur la courbe d'équilibre théorique du binaire qui circule dans la colonne. Cette distance obtenue expérimentalement : $HEPT = f(\text{mélange, garnissage})$. Le nombre de plateaux théoriques (NPT) est accessible par les méthodes graphiques (MCT et PS) avec $NPT = \frac{H_T}{HEPT}$ ($f(\text{mélange, conditions opératoires})$).

Ainsi la hauteur théorique $H_T = NPT \cdot HEPT$. On remarque que si $HEPT$ décroît, cela signifie que les conditions technologiques (garnissage, plateaux...) sont meilleures, alors $H_T \searrow$.

Pour ce qui concerne la hauteur réelle de la colonne à garnissage H_R , un développement important sera consacré à ce calcul dans le chapitre V.

avec AX_{exp} : différence expérimentale des titres entrée-sorties du liquide

AX_{th} : différence théorique des titres entrée-sorties du liquide si l'équilibre thermodynamique était établi

On peut remarquer que si $y_n = y_n^$ et $X_n = X_n^*$, on a $E_m = 100\%$*

La figure 41 nous permet de comprendre comment, à partir de la courbe d'équilibre théorique et les droites opératoires ($y_{n-1} = f(x_n)$ et $y_n = f(x_{n+1})$), il est possible de construire la courbe d'équilibre réel si l'on connaît l'efficacité E_m . Généralement on a $60\% < E_m < 80\%$. On peut trouver les ordonnées y_n en traçant des verticales à des abscisses x_n et en appliquant l'expression $y_n - y_{n-1} / y_n^* - y_{n-1} = E_{my}$. De la même façon, en traçant des horizontales à différentes ordonnées y_n on peut trouver les valeurs de x_n en appliquant l'expression $x_{n+1} - x_n / x_{n+1} - x_n = E_{mx}$.

On peut comprendre que lorsque E_m diminue, la courbe d'équilibre réelle se rapproche des droites opératoires et s'éloigne de la courbe d'équilibre théorique. Ceci revient à dire que l'on est en pratique avec un mélange de volatilité relative plus faibles que la volatilité relative théorique $d' < 0...$

La construction du nombre de plateaux conduit donc à $NPR > NPT$ avec la relation $NPR = NPT / E_m$. Si l'on connaît la distance h' entre 2 plateaux, on obtient la hauteur réelle de la colonne $H_r = h' \cdot NPR$.

4.3. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne garnie

Si dans le cas d'une colonne à plateau il est facile de se représenter un plateau réel ou théorique ($E_m = 100\%$), il en est autrement dans le cas d'une colonne garnie. Dans ce cas l'échange se fait de manière continue tout au long de la colonne (fig. 42). on définit ce que l'on appelle la hauteur équivalente à un plateau théorique : la HEPT. C'est la distance linéaire qui sépare le point de la colonne de titre $X_n = X_n^*$ à celui ayant la composition d'équilibre théorique correspondante $y_n = y_n^*$. Le point (X_n^*, y_n^*) se situe sur la courbe d'équilibre théorique du binaire qui circule dans la colonne. Cette distance est obtenue expérimentalement : $HEPT = f(\text{mélange, garnissage})$. Le nombre de plateaux théoriques (NPT) est accessible par les méthodes graphiques (MCT et PS) avec $NPT = f(\text{mélange, conditions opératoires})$.

Ainsi la hauteur théorique $H_t = NPT \cdot HEPT$. On remarque que si HEPT décroît cela signifie que les conditions technologiques (garnissage, plateaux....) sont meilleures alors HT .

Pour ce qui concerne la hauteur réelle de la colonne à garnissage H_R , un développement important sera consacré à ce calcul dans le chapitre V.

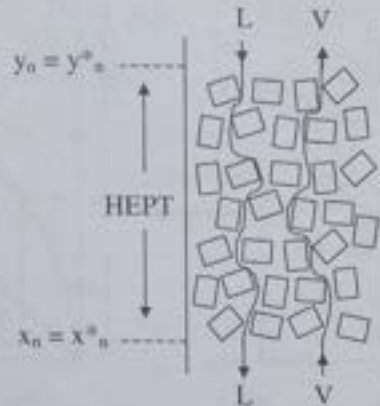


Figure 42 : Définition de la hauteur équivalente à un plateau théorique : HEPT.

Le caractère continu de l'échange conduira à définir les notions de HTU et NTU permettant d'accéder à la hauteur par l'expression $H_R = NTU \times HTU$

où HTU est la hauteur d'une unité de transfert qui est déterminée par le calcul et qui prend en compte les caractéristiques physico-chimiques du mélange et la nature du garnissage.

NTU est le nombre d'unité de transfert. Il est déterminé par une intégration graphique.

On se contentera ici d'exprimer l'efficacité de la séparation par

$$\eta = \frac{H_T}{H_R}$$

4.4. Rectification à reflux total

La figure 43 montre que la séparation d'un mélange de composition g_s nécessite 3 plateaux théoriques avec un reflux fini alors que 2 suffisent à reflux infini. Le passage du reflux fini R au reflux total ou infini R_∞ se traduit sur le diagramme de McCabe et Thiele par la rotation autour des points D et W des droites de concentration et d'épuisement vers la bissectrice. Le point I est confondu avec le point F , les pentes des droites de concentration et d'épuisement sont telles que $\frac{L}{V} = \frac{L'}{V'} = 1$ soit $L = L' = V = V'$ qui signifie que $F = 0$; comme $R = R_\infty$, cela signifie que $D = 0$. Enfin puisque $F = L + W$ on a donc $W = 0$.

On est alors dans un système fermé qui ne présente pas d'intérêt pratique puisque l'on ne fait aucun prélèvement en D ou W . Fréquemment dans la phase de démarrage de la colonne, on travaille à R_∞ afin de mettre la colonne en régime pour effectuer ensuite les prélèvements D et W . Il s'agit d'une condition limite de fonctionnement pour laquelle on obtient le nombre minimal de plateaux N_{min} .

Figure 42 : Définition de la hauteur équivalente à un plateau théorique : HEPT.

Le caractère continu de l'échange conduira à définir les notions de HTU et NTU permettant d'accéder à la hauteur par l'expression $H_r = NTU \times HTU$ où HTU est la hauteur d'une unité de transfert qui est déterminée par le calcul et qui prend en compte les caractéristiques physico-chimiques du mélange et la nature du garnissage.

NTU est le nombre d'unité de transfert. Il est déterminé par une intégration graphique.

On se contentera ici d'exprimer l'efficacité de la séparation par : $\eta = H_t/H_r$

4.4. Rectification à reflux total

La figure 43 montre que la séparation d'un mélange de composition g_f nécessite 3 plateaux théoriques avec un reflux fini alors que 2 suffisent à reflux infini. Le passage du reflux fini R au reflux total ou infini R se traduit sur le diagramme de McCabe et Thiele par la rotation autour des points D et W des droites de concentration et d'épuisement vers la bissectrice. Le point I est confondu avec le point F, les pentes des droites de concentration et d'épuisement sont telles que $L/V = L'/V' = 1$ soit $L = L' = V = V'$ qui signifie que $F = 0$; comme $R=R_{\infty}$ cela signifie que $D=0$. Enfin puisque $F = L + W$ on a donc $W=0$.

On est alors dans un système fermé qui ne présente pas d'intérêt pratique puisque l'on ne fait aucun prélèvement en D ou W. Fréquemment dans la phase de démarrage de la colonne, on travaille à R afin de mettre la colonne en régime pour effectuer ensuite les prélèvements D et W. Il s'agit d'une condition limite de fonctionnement pour laquelle on obtient le nombre minimal de plateaux N_{min} .

Figure 43 : Passage du reflux fini R au reflux total R. sur le diagramme de Mac Cabe et Thiele.

Sur le diagramme de Ponchon et Savarit (fig. 44), la même séparation nécessite trois plateaux (3 conodales) à reflux fini, n'en nécessite que deux à R.. Les ordonnées du point D et W qui sont respectivement Md et Mw se retrouvent à $+\infty$ et $- \infty$, en effet ...

Les droites représentant les phases qui se croisent sont toutes verticales.

En conclusion la condition limite de fonctionnement à R.. se traduit par Nmin qui est le nombre minimal de plateaux théoriques de la colonne *en-dessous duquel la* séparation envisagée $g \rightarrow$ Xd et Xw n'est plus possible.

4.5. Détermination de Nmin - Équation de Fenske

A l'équilibre thermodynamique tous les points (x,y) sont *liés par la relation*

$$y = \frac{\alpha x}{(\alpha - 1)x + 1} \text{ soit } \frac{y}{1-y} = \frac{\alpha(x)}{1-x}$$

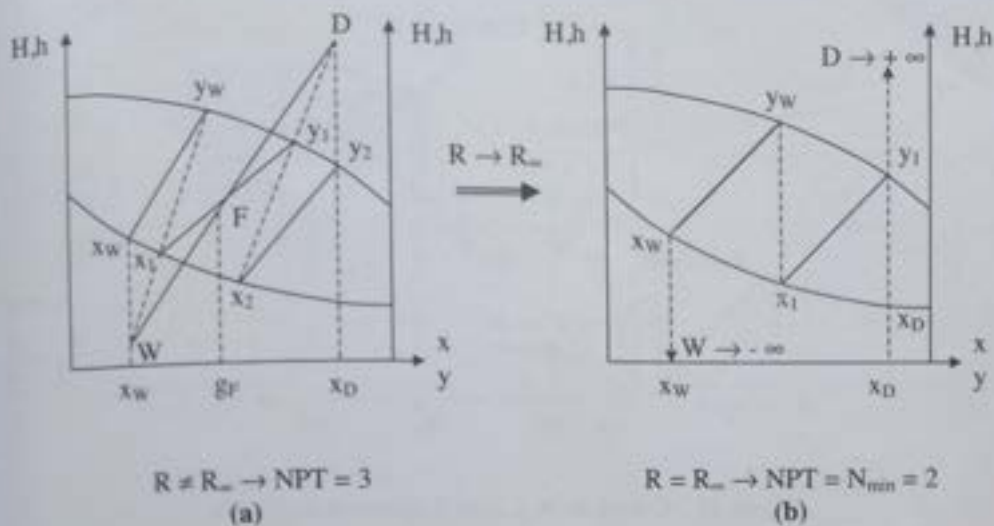


Figure 44 : Passage du reflux fini R au reflux total R_{∞} sur le diagramme de Ponchon et Savarit.

Si l'on considère une solution idéale, α est constant sur tout le domaine de concentration ($x_w - x_D$). A l'aide de la figure 45 on peut écrire

pour le bouilleur $\frac{y_w}{1-y_w} = \alpha \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)$

pour le plateau n° 1 $\frac{y_1}{1-y_1} = \alpha \left(\frac{x_1}{1-x_1} \right)$

à $R = R_{\infty}$ on a $x_1 = y_w$ soit $\frac{y_1}{1-y_1} = \alpha^2 \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)$

pour le n^{ème} plateau $\frac{y_n}{1-y_n} = \alpha^{n+1} \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)$

puisque $y_n = x_D$ et à $R = R_{\infty}$ on a $n + 1 = N_{\min} + 1$ qui nous donne l'équation de Fenske

$$\boxed{\frac{x_D}{1-x_D} = \alpha^{N_{\min}+1} \left(\frac{x_w}{1-x_w} \right)} \quad (47)$$

Soit $N_{\min} + 1 = \frac{\ln \left(\frac{x_D}{1-x_D} / \frac{x_w}{1-x_w} \right)}{\ln \alpha}$

avec $N_{\min} + 1 =$ le bouilleur + nombre minimum de plateaux

Figure 44 : Passage du reflux fini R au reflux total R . sur le diagramme de Ponchon et Savarit...

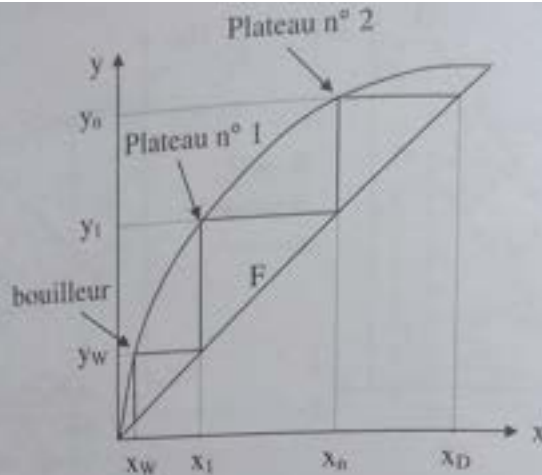


Figure 45 : Calcul de N_{min} avec l'équation de Fenske.

Si la volatilité relative α varie dans le domaine d'étude ($x_W - x_D$) on peut prendre des valeurs moyennes

soit avec $\alpha_{moy} = \sqrt{\alpha_W \alpha_D}$

soit plus précisément $\alpha_{moy} = \sqrt[\alpha_W \alpha_1 \alpha_2 \dots \alpha_D]{}$

4.6. Rectification à reflux minimum R_{min}

La figure 46 montre que le reflux minimum R_{min} est obtenu lorsque le point I se trouve sur la courbe d'équilibre. Le déplacement du point I sur le prolongement de la droite d'alimentation se traduit par une diminution de la pente de la droite d'alimentation avec la valeur limite

$$\left(\frac{L}{V} \right)_{min} = \frac{R_{min}}{R_{min} + 1} \quad (48)$$

Les coordonnées du point I sont alors celles des phases liquide (x_F) et vapeur (y_F) de l'alimentation (g_F). Le tracé des plateaux conduit à un nombre de plateaux théoriques infini : NPT_{∞} . Ces plateaux sont regroupés au-dessus de l'alimentation dans la colonne à concentration. Cela signifie que l'alimentation F est introduite près du bouilleur qui a pour composition $x_W = x_F$.

Figure 45 : Calcul de N_{min} avec l'équation de Fenske.

Si la volatilité relative a varie dans le domaine d'étude ($X_w - X_d$) on peut prendre des valeurs moyennes ...

4.6. Rectification à reflux minimum R_{min}

La figure 46 montre que le reflux minimum R_{min} est obtenu lorsque le point 1 se trouve sur la courbe d'équilibre. Le déplacement du point I sur le prolongement de la droite d'alimentation se traduit par une diminution de la pente de la droite d'alimentation avec la valeur limite ...

Les coordonnées du point I sont alors celles des phases liquide (x_f) et vapeur (y_f) de l'alimentation (g_f). Le tracé des plateaux conduit à un nombre de plateaux *théoriques* infini : NPT... Ces plateaux sont regroupés au-dessus de l'alimentation dans la colonne de concentration. Cela signifie que l'alimentation F est introduite près du *bouilleur qui a pour* composition $X_w = X_f$.

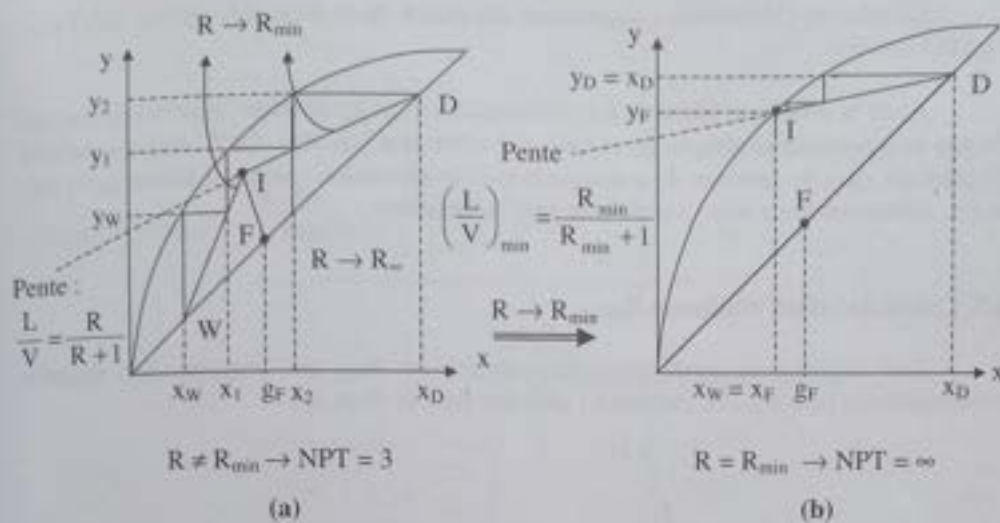


Figure 46 : Passage du reflux R au reflux minimum R_{min} sur le diagramme de Mac Cabe et Thiele.

Dans le cas de la construction de Ponchon et Savarit (figure 47), on constate qu'à $R = R_{min}$ le point D s'est rapproché de la courbe des vapeurs saturantes sans l'atteindre alors que le point W se trouve sur la courbe des liquides bouillants. On retrouve l'égalité $x_W = x_F$. La construction conduit à une infinité de plateaux dans le domaine de concentration (NPT_{∞}) et la conodale qui passe par le point F ($A'B'$) est alors confondue avec la droite DW.

Remarque : Pour bien marquer le déplacement D et W lors du passage de R_{fini} à R_{min} , nous avons exagéré les positions de D et W à R_{fini} sur la figure 47. En toute rigueur la figure 47-a devrait être la même que la figure 44-a.

Les équations générales de $A'B'$ et DW sont :

Pour la conodale de l'alimentation $\frac{g_F - x_F}{y_F - x_F} = \frac{H_T - h_F}{H_F - h_F}$ (49)

Pour la droite d'alimentation $\frac{g_F - x_W}{x_D - g_F} = \frac{H_T - M_W}{M_D - H_T}$ (50)

Lorsque le reflux tend vers R_{min} alors $W(x_W, M_W) \rightarrow B'(x_F, h_F)$ ce qui se traduit par la relation : (50)/(49)

à R_{min} $\frac{y_F - x_F}{x_D - g_F} = \frac{H_F - h_F}{M_D - H_T}$ (51)

Figure 46 : Passage du reflux R au reflux minimum R_{min} sur le diagramme de Mac Cabe et Thiele.

Dans le cas de la construction de Ponchon et Savarit (figure 47), on constate qu'à $R = R_{min}$ le point D s'est rapproché de la courbe des vapeurs saturantes sans l'atteindre alors que le point W se trouve sur la courbe des liquides bouillants. On retrouve l'égalité $X_w = X_f$. La construction conduit à une infinité de plateaux dans le domaine de concentration (NPT.) et la conodale qui passe par le point F ($A'B'$) est alors confondue avec la droite DW.

Remarque : Pour bien marquer le déplacement D et W lors du passage de R_{fini} à R_{min} , nous avons exagéré les positions de D et W à R_{fini} sur la figure 47. En toute rigueur la figure 47-a devrait être la même que la figure 44-a...(50)

Lorsque le reflux tend vers R_{min} alors $W(X_w, M_w) \rightarrow B'(X_f, h_f)$ ce qui se traduit par la relation : (50)/(49)...(51).

La relation (37) est
 M_D) et $F(g_F, H_T)$.

Ainsi la condition limite de fonctionnement (R_{min}) est le reflux minimal en-dessous duquel la séparation envisagée $g_F \rightarrow (x_W, x_D)$ n'est plus possible. On a alors une infinité de plateaux dans le domaine de concentration et la séparation est moins bonne $g_F \rightarrow (x_W, x_D)$. L'alimentation est alors positionnée près du bouilleur.

4.7. Calcul du reflux minimum R_{min}

Les expressions permettant de calculer le R_{min} en fonction des données expérimentales peuvent être établies à l'aide des figures 46 et 47.

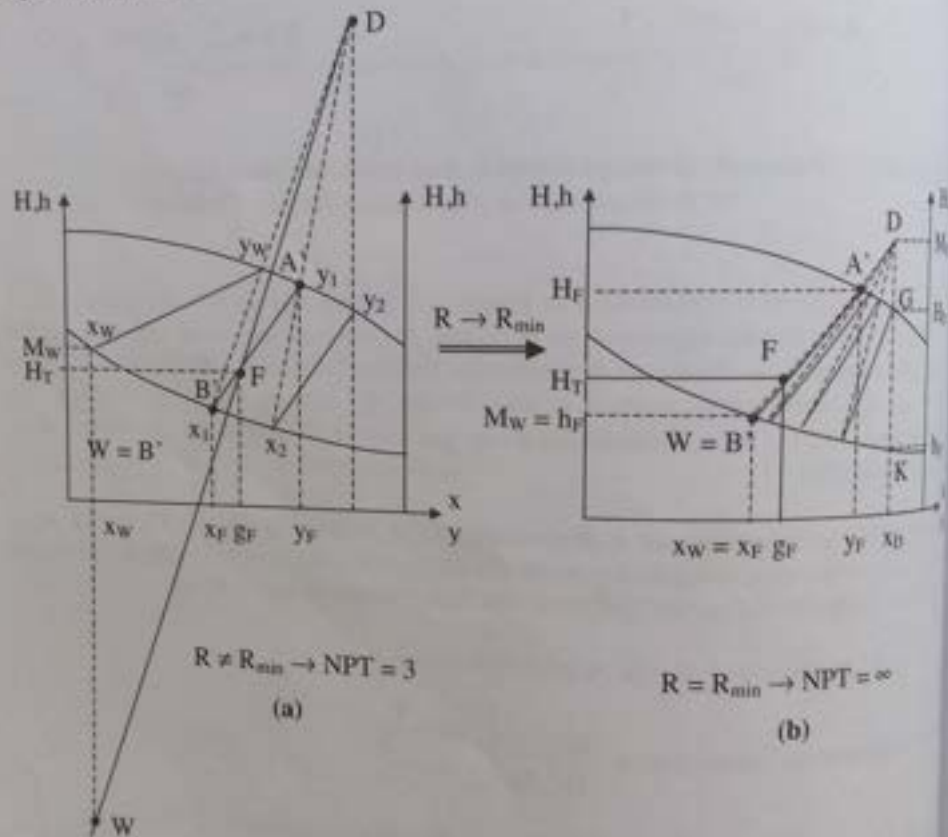


Figure 47 : Passage du reflux R au reflux minimum R_{min} sur le diagramme de Ponchon et Savarit.

La figure 46 du diagramme de Mac Cabe et Thiele à $R = R_{min}$ nous indique que la pente de la droite de concentration a pour valeur :

$$\frac{R_{min}}{R_{min} + 1} = \left(\frac{L}{V} \right)_{min} = \frac{y_D - x_F}{x_D - x_F} \quad (52)$$

La relation (51) traduit l'alignement des points $W = A'(y_f, H_f)$, $B'(x_f, h_f)$, $D(x_d, M_d)$ et $F(g_f, H_t)$.

Ainsi la condition limite de fonctionnement ($R_{\min}$) est le reflux minimal en-dessous duquel la séparation envisagée $g_f \rightarrow (X_w, X_p)$ n'est plus possible. On a alors une infinité de plateaux dans le domaine de concentration et la séparation est moins bonne $g_f \rightarrow (X_f, X_d)$. L'alimentation est alors positionnée près du bouilleur.

4.7. Calcul du reflux minimum $R_{\min}$

Les expressions permettant de calculer le $R_{\min}$ en fonction des données expérimentales peuvent être établies à l'aide des figures 46 et 47.

Figure 47 : Passage du reflux R au reflux minimum sur le diagramme de Ponchon et Savarit.

La figure 46 du diagramme de McCabe et Thiele à $R = R_{\min}$ nous indique que la pente de la droite de concentration a pour valeur : ... (52)

La relation entre les phases à l'équilibre est :

$$y_F = \frac{\alpha x_F}{(\alpha - 1)x_F + 1} \quad (53)$$

(52) et (53) donne :

$$R_{\min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left[\frac{x_D}{x_F} - \alpha \frac{(1 - x_D)}{(1 - x_F)} \right] \quad (54) \quad \text{avec } x_F = x_W$$

Lorsque $x_D \gg x_F \Rightarrow \frac{x_D}{x_F} \gg \alpha \frac{(1 - x_D)}{(1 - x_F)}$ ce qui donne par approximation

$$R_{\min} = \frac{1}{\alpha - 1} \cdot \frac{x_D}{x_F} \quad (55)$$

Puisque les pentes de la conodale et de la droite d'alimentation sont égales à $R = R_{\min}$ (fig. 47), on obtient :

$$\frac{x_D - y_F}{y_F - x_F} = \frac{M_D - H_F}{H_F - h_F} \quad (56)$$

Nous avons établi (36) $\frac{\phi_C}{D} = (R + 1)(H_D - h_D)$

On a par ailleurs $M_D = \frac{\phi_C}{D} + h_D$ (57)

(36) et (57) donne $R = \frac{M_D - H_D}{H_D - h_D}$ (58)

Si on peut considérer (figure 47 à $R = R_{\min}$) que les triangles DA'G et DB'K sont semblables :

$$\frac{M_D - H_D}{H_D - h_D} = \frac{M_D - H_F}{H_F - h_F} \quad (59)$$

(56), (58), (59) conduit alors à $R_{\min} = \frac{x_D - y_F}{y_F - x_F}$ (60) avec $x_F = x_W$

Les expressions (55) et (60) ont donné lieu à des hypothèses ($x_D \gg x_F$ et les triangles semblables sur le diagramme enthalpique) qui sont parfois satisfaites mais la seule expression rigoureuse est la (54).

La relation entre les phases à l'équilibre est : ... (53)

(52) et (53) donne : ... (54) avec $X_F = X_W$

Lorsque $x_D \gg x_F \gg 0$... ce qui donne par approximation ... (55)

Puisque les pentes de la conodale et de la droite d'alimentation sont égales à $R = R_{\min}$ (fig. 47), on obtient : ... (56)

Nous avons établi (36) ... On a par ailleurs ... (57)

(36) et (57) donne ... (58)

Si on peut considérer (figure 47 à $R = R_{\min}$) que les triangles $DA'G$ et $DB'K$ sont semblables: ... (59)

(56), (58), (59) conduit alors à ... (60) avec $X_f = X_w$

Les expressions (55) et (60) ont donné lieu à des hypothèses ($x_D \gg x_F$ et les triangles semblables sur le diagramme enthalpique) qui sont parfois satisfaites mais la seule expression rigoureuse est la (54).

4.8. Conditions optimales de fonctionnement

Nous avons regardé précédemment deux conditions limites de fonctionnement agissant sur le taux de reflux. Pour aller plus loin, la recherche de la meilleure solution passe par des considérations économiques avec les frais de fonctionnement et les frais d'investissement.

Les frais d'investissement (F_i) comportent les frais fixes indépendants de la taille de la colonne et les frais variables proportionnels au volume de la colonne c'est-à-dire au nombre de plateaux et du diamètre de la colonne, soit $F_i = f \nearrow (R)$ (NPT, diamètre).

Les frais de fonctionnement (F_f) comprennent une partie à peu près constante (salaires, entretien...) mais la part principale est constituée par le fonctionnement du condenseur (ϕ_c) et les frais d'énergie pour le chauffage du bouilleur ϕ_b . A partir des connaissances sur le fonctionnement, on peut écrire : $F_f = f \nearrow (R)$.

La solution optimale reste un compromis entre des considérations économiques et des considérations techniques comme le montre la figure 48.

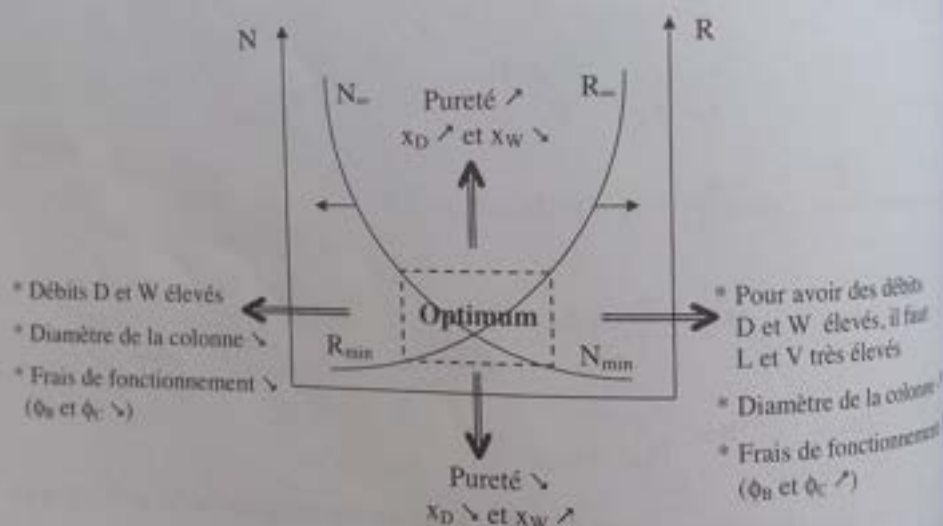


Figure 48 : Considérations techniques et économiques pour choisir l'optimum de fonctionnement d'une colonne.

Dans le cas du taux de reflux infini (R_{∞}) avec un nombre de plateaux théoriques minimum (NPT_{min}), les frais de fonctionnement sont très élevés (R_{∞}). Les frais de construction pourraient, à première vue, paraître minimaux puisque NPT est minimal et la hauteur de la colonne est donc minimale. A la vérité compte tenu que $L = D \cdot R$, pour conserver un débit D significatif avec $R \rightarrow R_{\infty}$ il faut un débit de reflux L et un débit de vapeur V infiniment grand. En effet il faut bien considérer que les frais se rapportent à l'unité de masse de distillat et de soutirage.

4.8. Conditions optimales de fonctionnement

Nous avons regardé précédemment deux conditions limites de fonctionnement en agissant sur le taux de reflux. Pour aller plus loin, la recherche de la meilleure solution passe par des considérations économiques avec les frais de fonctionnement les frais d'investissement

Les frais d'investissement (F_i) comportent les frais fixes indépendants de la taille de la colonne et les frais variables proportionnels au volume de la colonne c'est-à-dire du nombre de plateaux et du diamètre de la colonne, soit $F_i = f_{..}(R)$ (NPT, diamètre).

Les frais de fonctionnement (F_f) comprennent une partie à peu près constante (salaires, entretien...) mais la part principale est constituée par le le fonctionnement du condenseur ($^{\circ}C$) et les frais d'énergie pour le chauffage du bouilleur ($^{\circ}B$). A partir de de connaissances sur le fonctionnement, on peut écrire : $F_f = f_{..}(R)$.

La solution optimale reste un compromis entre des considérations économiques et des considérations techniques comme le montre la figure 48.

- * Débits D et W élevés
- * Diamètre de la colonne
- * Frais de fonctionnement (Ob et Oc)
- * Pour avoir des débits D et W élevés, il faut L et V très élevés
- * Diamètre de la colonne
- * Frais de fonctionnement (Ob et Oc ")
- Pureté X_d et X_w

Figure 48 : Considérations techniques et économiques pour choisir l'optimum de fonctionnement d'une colonne.

Dans le cas du taux de reflux infini ($R_{..}$) avec un nombre de *plateaux théorique minimum* (NPT min), les frais de fonctionnement sont très élevés ($R_{..}$). Les frais de construction pourraient, à première vue, paraître minimaux puisque NPT est *minimal* et la hauteur de la colonne est donc minimale. A la vérité compte tenu que $L = D.R$. Pour conserver un débit D significatif avec $R \rightarrow R_{..}$, il faut un débit de reflux L et un débit de vapeur V infiniment grand. En effet, il faut bien considérer que les frais se rapportent à l'unité de masse de distillat et de soutirage.

Nous savons que nous sommes limités pour les débits L et V pour éviter le ruissellement, l'engorgement ou le moussage. On admet par exemple que la vitesse limite de la vapeur est de 1 m/s. Seule l'augmentation importante du diamètre de la colonne permettra un fonctionnement à $R_{\min}$. C'est pour cette raison que les frais d'investissement augmentent simultanément $F_i = f(NPT, \text{diamètre})$.

Dans le cas du reflux minimum ($R_{\min}$) le nombre de plateaux théoriques est infiniment grand NPT_{∞} . La section de la colonne a par contre une valeur minimale de sorte que les frais de fonctionnement sont donc minimaux mais les frais d'installation sont très élevés.

Le prix de revient est le cumul des frais de fonctionnement et l'investissement avec l'amortissement des capitaux investis.

En portant le coût en fonction du taux de reflux, la somme de frais de fonctionnement et d'investissement conduit à la courbe du prix de revient qui donne le reflux optimum R_{opt} (figure 49).

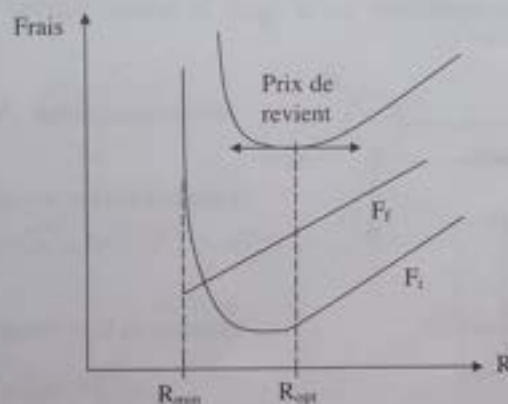


Figure 49 : Calcul du reflux optimal à partir des frais d'investissement (F_i) et des frais de fonctionnement (F_f).

Cette démarche longue et complexe peut être remplacée par des règles semi-empiriques avec :

$$R_{\text{opt}} = (1,2 \text{ à } 1,6) R_{\min}$$

et
$$NPT_{\text{opt}} = (1,5 \text{ à } 2) NPT_{\min}$$

On dispose également de la relation semi-empirique :

$$\left(\frac{NPT + 1}{NPT_{\min} + 1} \right) \left(\frac{R + 1}{R_{\min} + 1} \right) = 2,5$$

Lorsque l'on a déterminé R_{opt} , on en déduit NPT_{opt} ainsi que les flux de chaleur Q_c et Q_R .

Nous savons que nous sommes limités pour les débits L et V pour éviter le ruissellement, l'engorgement ou le moussage. On admet par exemple que la vitesse limite de la vapeur est de 1 m/s. Seule l'augmentation importante du diamètre de la colonne permettra un fonctionnement à Ro . C'est pour cette raison que les frais d'investissement augmentent simultanément $F_i = f \dots(NPT, \text{diamètre})$.

Dans le cas du reflux minimum (R_{min}) le nombre de plateaux théoriques est infiniment grand $NPT \dots$ La section de la colonne a par contre une valeur minimale de sorte que les frais de fonctionnement sont donc minimaux mais les frais d'installation sont très élevés.

Le prix de revient est le cumul des frais de fonctionnement et l'investissement avec l'amortissement des capitaux investis.

En portant le coût en fonction du taux de reflux, la somme de frais de fonctionnement et d'investissement conduit à la courbe du prix de revient qui donne le reflux optimum R_{opt} (figure 49)...

Figure 49 : Calcul du reflux optimal à partir des frais d'investissement (F_i) et des frais de fonctionnement (F_f).

Cette démarche longue et complexe peut être remplacée par des règles semi empiriques avec : ...

On dispose également de la relation semi-empirique : ...

Lorsque l'on a déterminé R_{opt} , on en déduit NPT_{opt} ainsi que les flux de chaleur O_c et O_b .

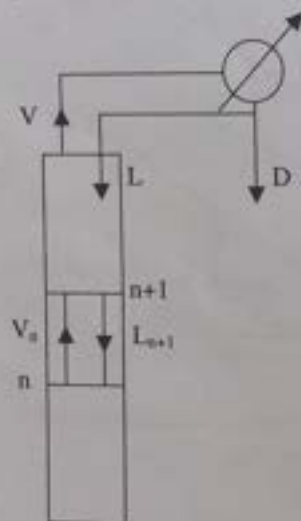
5 - DISTILLATION DISCONTINUE D'UN BINAIRE AVEC RECTIFICATION

5.1. Introduction

Dans ce mode opératoire la totalité du mélange liquide est introduit dans le bouilleur. Il est généralement retenu lorsque l'on souhaite séparer de petites quantités de matière lorsque la charge initiale contient des particules solides susceptibles d'obstruer une colonne de type continu. La colonne est dans un premier temps portée à reflux total pour la mise en équilibre du mélange. En régime permanent la séparation a lieu avec $F = W = 1$ et $D \neq 0$. Ainsi les titres et le volume du mélange dans la colonne diminuent en fonction du temps.

5.2. Bilan matière

La colonne représentée sur la figure 50 permet d'établir une relation entre les phases qui se croisent.



- Bilan matière global $V_n = L_{n+1} + D$

- Bilan matière sur le constituant le plus volatil

$$V_n y_n = L_{n+1} x_{n+1} + D x_D$$

- Equation de la droite opératoire

$$y_n = \frac{L_{n+1}}{V_n} x_{n+1} + \frac{D}{V_n} x_D$$

avec $R = \frac{L}{D}$ et $V = L + D$

Figure 50 : Colonne de distillation discontinue avec rectification.

Si les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont vérifiées :

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{L}{V}$$

$$y_n = \frac{R}{R+1} x_{n+1} + \frac{1}{R+1} x_D \quad (61)$$

5 - DISTILLATION DISCONTINUE D'UN BINAIRE AVEC RECTIFICATION

5.1. Introduction

Dans ce mode opératoire, la totalité du mélange liquide est introduit dans le bouilleur. Il est généralement retenu lorsque l'on souhaite séparer des petites quantités ou lorsque la charge initiale contient des particules solides susceptibles d'obstruer une colonne de type continu. La colonne est dans un premier temps portée à reflux total pour la mise en équilibre du mélange. En régime permanent la séparation a lieu avec $F = W = 0$ et $D \neq 0$. Ainsi les titres et le volume du mélange dans la colonne diminuent en fonction du temps.

5.2. Bilan matière

La colonne représentée sur la figure 50 permet d'établir une relation entre les phases qui se croisent.

- Bilan matière global ...
- Bilan matière sur le constituant le plus volatil ...
- Equation de la droite opératoire ...

Figure 50 : Colonne de distillation discontinue avec rectification

Si les hypothèses de Mac Cabe et Thiele sont vérifiées : ... (61)

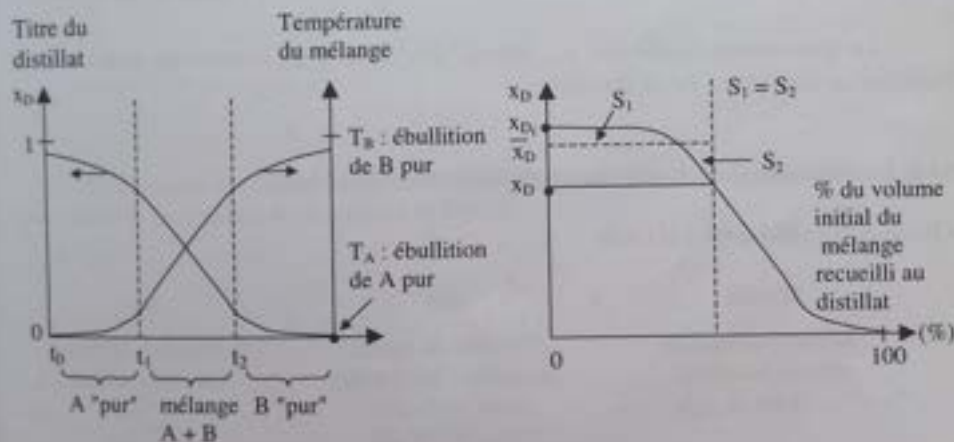
5.3. Mode de fonctionnement de la colonne

La colonne peut fonctionner selon plusieurs modes opératoires

- $R = \text{cte}$, le distillat a une composition variable avec le temps $x_D \neq \text{cte}$
- R variable, dans un intervalle de temps limité la composition du distillat peut être fixée $x_D = \text{cte}$
- Fonctionnement cyclique avec Δt faible

$$\begin{array}{llll} t_1 < t < t_2 & R = 0 & \text{soit } L = 0 & D \neq 0 \\ t_2 < t < t_3 & R = \infty & \text{soit } L \neq 0 & D = 0 \end{array}$$

Ainsi quelque soit le mode opératoire le titre du distillat x_D tend à décroître au cours de la distillation. Ceci se traduit par une augmentation de la température en haut de colonne car dans ce cas le constituant le moins volatil a sa concentration qui augmente au distillat. Ces processus peuvent être représentés par les figures 51 et 52 sachant que $x_D = f(t)$ et $x_B = f(t)$.



Figures 51 et 52 : Suivi de la distillation discontinue du mélange A-B avec :
 A : constituant le plus volatil
 x_D : titre molaire instantané du distillat au temps t
 $\bar{x}_D$: titre molaire moyen du distillat
 x_B : titre molaire instantané du bouilleur au temps t
 indice i : état initial
 indice F : état final

5.4. Détermination du titre du distillat à l'aide des bilans matière

Contrairement à la distillation continue, le nombre de moles n'est plus constant dans la colonne. Nous adopterons donc la notation suivante :

53. Mode de fonctionnement de la colonne

La colonne peut fonctionner selon plusieurs modes opératoires

- $R = \text{cte}$, le distillat a une composition variable avec le temps $X_d \neq \text{cte}$
- R variable, dans un intervalle de temps limité la composition du distillat peut être fixée $X_d = \text{cte}$
- Fonctionnement cyclique avec A_t faible ...

Ainsi quelque soit le mode opératoire le titre du distillat x_d tend à décroître au cours de la distillation. Ceci se traduit par une augmentation de la température en haut de colonne car dans ce cas le constituant le moins volatil à sa concentration qui augmente au distillat. Ces processus peuvent être représentés par les figures 51 et 52 sachant que $X_d = f(t)$ et $X_b = f(t)$.

Titre du distillat

Température du mélange

TB: ébullition de B pur

TA: ébullition de A pur

% du volume initial du mélange recueilli au distillat

Figures 51 et 52 : Suivi de la distillation discontinue du mélange A-B avec :

A: constituant le plus volatil

x_d/x_d : titre molaire instantané du distillat au temps t : titre molaire moyen du distillat

X_b : titre molaire instantané du bouilleur au temps t

indice i : état initial

indice F : état final

5.4. Détermination du titre du distillat à l'aide des bilans matière

Contrairement à la distillation continue, le nombre de moles n'est plus constant dans la colonne. Nous adopterons donc la notation suivante :

D : nombre de moles récupérées au distillat
 B : nombre de moles présentes dans le bouilleur

5.4.1. Titre moyen du distillat $\bar{x}_D$

- Bilan global à $t \neq t_0$

$$\begin{array}{rcl} \text{Nombre total de moles} & = & \text{Nombre total de moles} - \text{Nombre total de moles} \\ \text{dans le distillat à } t & & \text{dans le bouilleur à } t = t_0 \quad \text{dans le bouilleur à } t \\ D_F & = & B_i - B_F \end{array}$$

- Bilan sur le constituant le plus volatil à $t \neq t_0$

$$D_F \cdot \bar{x}_D = B_i \cdot x_{B_i} - B_F \cdot x_{B_F}$$

$$\boxed{\frac{B_i}{B_F} = \frac{x_{B_F} - \bar{x}_D}{x_{B_i} - \bar{x}_D}} \quad (62)$$

Le titre moyen du distillat $\bar{x}_D$ dépend des titres et du nombre de moles dans le bouilleur en début et en fin de distillation.

5.4.2. Titre instantané du distillat x_D - Relation de Lord Rayleigh

- Bilan différentiel entre t et $t + dt$

$$\begin{array}{rcl} B - dB & + & dD = B \\ \text{Nombre de moles} & & \text{Nombre de moles} \quad \text{Nombre de moles} \\ \text{dans le bouilleur} & & \text{recueillies au distillat} \quad \text{dans le bouilleur à } t \\ \text{à } t + dt & & \text{entre } t \text{ et } t + dt \\ & & \text{avec } dD = dB \end{array}$$

- Bilan différentiel sur le constituant le plus volatil

$$(B - dB)(x_B - dx_B) + dD \cdot x_D = B \cdot x_B$$

Si on néglige la différentielle du 2^{ème} ordre $dB \cdot dx_B$, on obtient :

$$B \, dx_B = (x_D - x_B) \, dB$$

$$\text{soit} \quad \frac{dB}{B} = \frac{dx_B}{x_D - x_B}$$

En intégrant entre le début (indice i) et la fin (indice F) de la distillation, on obtient l'expression de Lord Rayleigh.

D: nombre de moles récupérées au distal

B: nombre de moles présentes dans le bouilleur

5.4.1. Titre moyen du distillat x_d

- Bilan global à $t \rightarrow t_0$

Nombre total de moles dans le distillat à t . D_f

Nombre total de mole dans le bouilleur à $t = t_0$. B_i

Nombre total de moles dans le bouilleur à t . B_f

- Bilan sur le constituant le plus volatil à $t \rightarrow t_0$... (62)

Le titre moyen du distillat x_d dépend des titres et du nombre de moles dans le bouilleur en début et en fin de distillation.

5.4.2. Titre instantané du distillat x_d - Relation de Lord Rayleigh

- Bilan différentiel entre t et $t + dt$

$B - dB$ Nombre de moles dans le bouilleur à $t + dt$

dD Nombre de moles recueillies au distillat entre t et $t + dt$ avec $dD = dB$

B Nombre de moles dans le bouilleur à t

- Bilan différentiel sur le constituant le plus volatil

$$(B - dB) (x_b - dx_b) + dD \cdot x_d = B x_b$$

Si on néglige la différentielle du 2ème ordre $dB \cdot dx_b$, on obtient:

$$B dx_b = (x_d - x_b) dB \text{ soit } \dots$$

En intégrant entre le début (indice i) et la fin (indice F) de la distillation, on obtient l'expression de Lord Rayleigh.

$$\boxed{\text{Ln} \left[\frac{B_i}{B_F} \right] = \int_F^i \frac{dx_B}{x_D - x_B}} \quad (63) \quad \begin{array}{l} \text{avec } x_D = f(t) \\ x_B = f(t) \end{array}$$

Cette relation est satisfaite si

- le volume de liquide retenu dans la colonne (hold up) est très supérieur au volume cumulé de la recette au distillat
- le temps de prélèvement est tel que $t \ll t_1$ pour lequel la variation du titre du distillat avec le temps devient alors importante.

5.5. Etude de la distillation à reflux élevé constant

Il s'agit d'un cas particulier ($R = R_\infty$ et $N \rightarrow N_{min}$) pour lequel le nombre de moles prélevé au distillat est très faible ($D \rightarrow 0$). C'est la situation rencontrée lorsque l'on effectue une séparation maximale des constituants.

Dans ces conditions la pente de la droite opératoire est confondue avec la bissectrice sur la courbe $y = f(x)$.

$$\frac{R}{R+1} = \frac{1}{1 + \frac{1}{R}} \xrightarrow{R \rightarrow \infty} 1$$

Si la volatilité relative α est considérée comme constante sur tout le domaine de concentration on dispose de la relation de Fenske

$$\frac{x_D}{1-x_D} = \alpha^{N_{min}+1} \left(\frac{x_B}{1-x_B} \right)$$

soit
$$x_D = \frac{\alpha^{N_{min}+1} x_B}{1 + x_B(\alpha^{N_{min}+1} - 1)} \quad \text{avec } \alpha > 1 \quad \text{donc } \alpha^{N_{min}+1} \gg 1$$

On obtient

$$\boxed{\text{Ln} \left[\frac{B_i x_{B_i}}{B_F x_{B_F}} \right] = \alpha^{N_{min}+1} \text{Ln} \left[\frac{B_i(1-x_{B_i})}{B_F(1-x_{B_F})} \right]} \quad (64)$$

Cette relation relie la quantité du constituant B x_B et celle de l'autre $B(1-x_B)$ en début et en fin de distillation. La valeur $\alpha^{N_{min}+1}$ fixe donc la qualité de la séparation (fig. 53).

Cette relation est satisfaite si

- le volume de liquide retenu dans la colonne (hold up) est très supérieur au volume cumulé de la recette au distillat
- le temps de prélèvement est tel que $t \ll t_1$ pour lequel la variation du titre du distillat avec le temps devient alors importante.

55. Etude de la distillation à reflux élevé constant

Il s'agit d'un cas particulier ($R = R_{\infty}$ et $N \rightarrow N_{\min}$) pour lequel le nombre de moles prélevé au distillat est très faible ($D \rightarrow 0$). C'est la situation rencontrée lorsque l'on effectue une séparation maximale des constituants.

Dans ces conditions la pente de la droite opératoire est confondue avec la bissectrice sur la courbe $y = f(x)$...

Si la volatilité relative α est considérée comme constante sur tout le domaine de concentration on dispose de la relation de Fenske ...

Cette relation relie la quantité du constituant B, X_b et celle de l'autre B, $(1 - X_b)$ en début et en fin de distillation. La valeur $\alpha N_{\min} + 1$ fixe donc la qualité de la séparation (fig. 53).

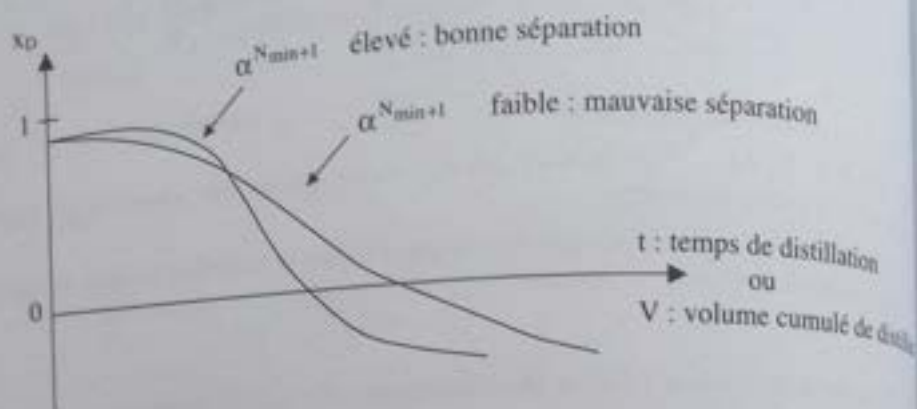


Figure 53 : Rôle de $\alpha^{N_{min}+1}$ sur la séparation des constituants par distillation à $R = cte \rightarrow R_m$

5.6. Etude de la distillation discontinue à reflux constant

La condition du reflux constant impose la pente de la droite opératoire $\frac{R}{R+1}$ qui se déplace au cours du temps selon la variation des titres du distillat x_D et du bouilleur x_B . Soit un mélange donné et une colonne à 2 plateaux théoriques fonctionnant à $R = cte$. La figure 54 donne la représentation graphique pour l'état initial et l'état final.

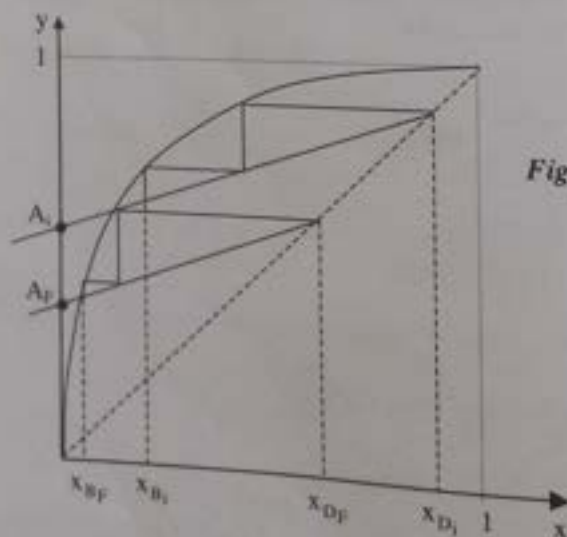


Figure 54 : Distillation à $R = cte$

$$x_{D_i} \xrightarrow{x_D = f(t)} x_{D_f}$$

$$x_{B_i} \xrightarrow{x_B = f(t)} x_{B_f}$$

$$A_i = \frac{x_{D_i}}{R+1}$$

$$A_f = \frac{x_{D_f}}{R+1}$$

Le tracé des courbes $\frac{1}{x_D - x_B} = f(x_B)$ et le calcul de la surface représentée par l'intégrale $\int_{x_{B_f}}^{x_{B_i}} \frac{dx_B}{x_D - x_B}$ entre x_{B_f} et x_{B_i} nous donne la valeur B_i/B_f de la relation de

*Figure 53 : Rôle de a_{Nmin+1} sur la séparation des constituants
par distillation à $R = cte \rightarrow R..$*

5.6. Etude de la distillation discontinue à reflux constant

La condition du reflux constant impose la pente de la droite opératoire $R/R+1$ qui se déplace au cours du temps selon la variation des titres du distillat x_d et du bouilleur x_b . Soit un mélange donné et une colonne à 2 plateaux théoriques fonctionnant à $R = cte$. La figure 54 donne la représentation graphique pour l'état initial et l'état final.

Figure 54 : Distillation à $R = cte$

Le tracé des courbes $1/x_d - x_b = f(x_b)$ et le calcul de la surface *représentant* l'intégrale...

Rayleigh. Si B_i est fixé, des bilans de matière nous donnent accès à toute les autres valeurs B_F, D_F, x_D .

- Calcul de la chaleur à fournir au bouilleur à $R = \text{cte}$ en régime permanent massique

$$\left. \begin{aligned} dQ_B &= \Delta H_{\text{vap}} dV = \Delta H_{\text{vap}} d(L + D) \\ R &= \frac{dL}{dD} \end{aligned} \right\} \begin{aligned} dQ_B &= \Delta H_{\text{vap}} (R dD + dD) \\ dQ_B &= \Delta H_{\text{vap}} (R + 1) dD \end{aligned}$$

- Si on admet $\Delta H_{\text{vap}} = \text{cte} \quad \forall$ les compositions

$$Q_B = \Delta H_{\text{vap}} \int_0^F (R + 1) dD$$

- Si on admet ΔH_{vap} et $R = \text{cte}$

$$Q_B = \Delta H_{\text{vap}} (R + 1) \int_0^F dD \xrightarrow{D_i = 0} \boxed{Q_B = \Delta H_{\text{vap}} (R + 1) D_F} \quad (65)$$

- Calcul du nombre de moles vaporisées V à $R = \text{cte}$

$$\left. \begin{aligned} dV &= d(L + D) \\ R &= \frac{L}{D} \end{aligned} \right\} dV = (R + 1) dD$$

$$\begin{aligned} \text{soit } V &= \int_0^D (R + 1) dD \\ V &= D + \int_0^D R dD \end{aligned}$$

- Si $R = \text{cte}$

$$\boxed{V = D (R + 1)} \quad (66)$$

- Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à $R = \text{cte}$

- Le bilan sur le nombre de moles est $B_i - B_F = D$

- Les débits vapeurs V_n et liquide L_{n+1} dans la colonne donnent $(V_n - L_{n+1})t = D$

- Le temps t est de la forme $t = \frac{B_i - B_F}{V_n \left(1 - \frac{L_{n+1}}{V_n}\right)}$

Sachant que $\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{R}{R + 1}$ et si $V_n = \text{cte}$ dans la colonne

$$\left. \begin{aligned} t &= \frac{B_i - B_F}{V_n \left(1 + \frac{R}{R + 1}\right)} \\ \text{soit la relation de Rayleigh avec } q &= L_n \left[\frac{B_i}{B_F} \right] \end{aligned} \right\} \boxed{t = (R + 1) \frac{B_i (e^q - 1)}{V_n e^q}} \quad (67)$$

Rayleigh. Si B_i est fixé, des bilans de matière nous donnent accès à toutes les autres valeurs B_f , D_f , X_d .

Calcul de la chaleur à fournir au bouilleur à $R = \text{cte}$ en régime permanent massique ...

- Si on admet $AH_{\text{vap}} = \text{cte}$...

- Si on admet AH_{vap} et $R = \text{cte}$...

• Calcul du nombre de moles vaporisées V à $R = \text{cte}$ soit ...

• Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à $R = \text{cte}$

- Le bilan sur le nombre de moles est $B_i - B_f = D$

- Les débits vapeurs V_n et liquide L_{n+1} dans la colonne donnent $(V_n - L_{n+1}) t = D$

- Le temps t est de la forme $t = \dots$

Sachant que ...

soit la relation de Rayleigh avec ... (67)

5.7. Etude de la distillation discontinue à reflux variable

En évitant d'affecter le rendement économique de la distillation on cherche à maintenir le titre x_D constant en ajustant le taux de reflux R .

Soit pour un mélange fixé $y = f(x)$, une colonne qui fonctionne à 2 plateaux théoriques et R variable. La figure 55 donne la représentation graphique au cours du temps.

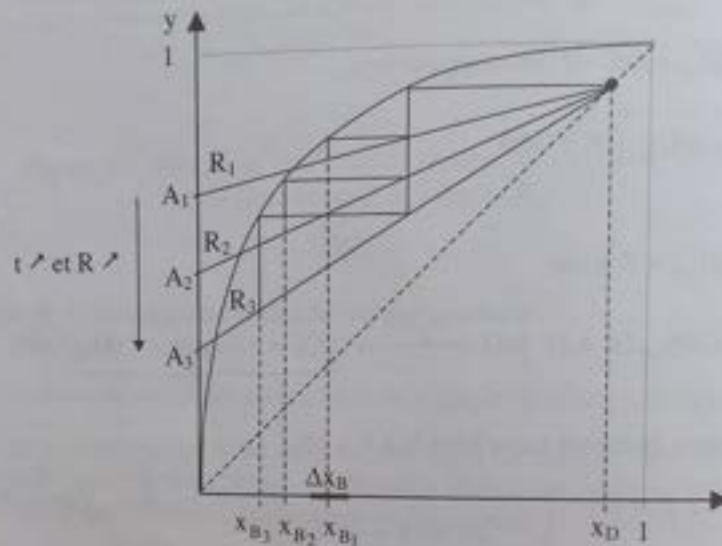


Figure 55 : distillation discontinue à R variable.

$$x_{B1} \xrightarrow{R_1 \rightarrow R_2} x_{B2} \xrightarrow{R_2 \rightarrow R_3} x_{B3}$$

$$A = \frac{x_D}{R+1}$$

$$R = \frac{x_D}{A} - 1$$

$$\text{pour } x_D = \text{cte} \Rightarrow \begin{cases} R = f(A) \\ R = f(x_B) \end{cases}$$

La valeur de x_B peut être mesurée en ligne pour contrôler la distillation et fixer le taux de reflux R de manière à maintenir x_D constant.

- Bilan matière pour chaque R fixé

$$\text{Soit } x_D = \text{cte et } \Delta x_B = x_{B1} - x_{B2}$$

5.7. Etude de la distillation discontinue à reflux variable

En évitant d'affecter le rendement économique de la distillation on cherche à maintenir le titre x_d constant en ajustant le taux de reflux R .

Soit pour un mélange fixé $y = f(x)$, une colonne qui fonctionne à 2 plateaux théoriques et R variable. La figure 55 donne la représentation graphique au cours du temps.

Figure 55 : distillation discontinue à R variable.

La valeur de X_b peut être mesurée en ligne pour contrôler la distillation en fixer le taux de reflux R de manière à maintenir X_d constant.

- Bilan matière pour chaque R fixé

Soit $x_d = \text{cte}$ et $A_{xb} = x_{bi} - x_{bf}$

$$\begin{aligned}
 & \left. \begin{aligned} B_F &= B_i - D_F \\ \frac{B_i}{B_F} &= \frac{x_{B_i} - x_D}{x_{B_i} - x_D} \end{aligned} \right\} \boxed{D_F = B_i \left(\frac{x_{B_i} - x_{B_F}}{x_D - x_{B_F}} \right)} \quad \text{et} \quad D_F = \sum_{R=R_1}^{R=R_2} D \quad (68)
 \end{aligned}$$

$$\ln \left[\frac{B_i}{B_F} \right] = \int_{x_{B_F}}^{x_{B_i}} \frac{dx_B}{x_D - x_B} \quad \text{avec } x_D = \text{cte}$$

- Estimation du nombre de moles vaporisées V à $x_D = \text{cte}$ et R variable

Nous avons déjà démontré la relation

$$Q_B = \Delta H_{\text{vap}} \int_1^F (R+1) dD \quad \text{pour } \Delta H_{\text{vap}} = \text{cte}$$

La surface $S_2 + S_3 + S_4$ sous la courbe $R+1 = f(D)$ représente l'intégrale $V = \int_1^F (R+1) dD$ entre $D = D_1$ et $D = D_F$.

On accède également à la valeur de $\bar{R}$ en s'assurant que $S_1 = S_2$ sur la figure 56.

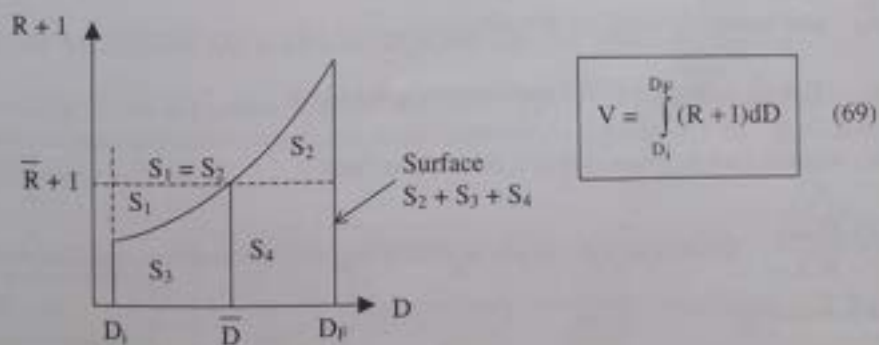


Figure 56 : Evaluation graphique de $\bar{R} + 1$.

- Calcul de la chaleur fournie au bouilleur Q_B

$$\boxed{Q_B = \Delta H_{\text{vap}} \cdot V} \quad (70) \quad \text{avec } \Delta H_{\text{vap}} = \text{cte}$$

. Estimation du nombre de moles vaporisées V à $x_d = \text{cte}$ et R variable

Nous avons déjà démontré la relation $Q_B = A H_{\text{vap}} [(R+1) dD]$ pour $A H_{\text{vap}} = \text{cte}$

La surface $S_2 + S_3 + S_4$ sous la courbe $R + 1 = f(D)$ représente l'intégrale ...

On accède également à la valeur de R en s'assurant que $S_1 = S_2$ sur la figure 56...

Figure 56 : Evaluation graphique de $R + 1$.

- Calcul de la chaleur fournie au bouilleur Q_B / $Q_B = A H_{\text{vap}} . V$ (70) avec $A H_{\text{vap}} = \text{cte}$

$$\overline{Q_B} = \overline{\Delta H_{vap}} (\overline{R} + 1) \overline{D_f}$$

(71) $R = \overline{R}$ déterminé graphiquement : figure 2
 $D = \overline{D}$ déterminé graphiquement : figure 3

- Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à R variable

Dans ce cas le bilan doit considérer que $x_D = cte$

$$\frac{L_{n+1}}{V_n} = \frac{R}{R+1} \quad \text{et} \quad x_{BF} < x_B < x_{Bi} \quad \text{et on obtient}$$

$$t = \frac{B_i(x_D - x_{Bi})}{V_n} \int_{x_{BF}}^{x_{Bi}} \left[\frac{1}{(1 - L_{n+1}/V_n)(x_D - x_B)^2} \right] dx_B \quad (72)$$

5.8. Remarques sur le mode opératoire

- Conditions opératoires

Le titre du distillat dépend de nombreux paramètres $\overline{x_D} = f(x_{Bi}, \alpha, R, N, t)$ et ceux généralement fixés sont :

$\overline{x_D}$: titre moyen du distillat à obtenir

x_{Bi} : titre du mélange initial à purifier dans le bouilleur

B_i : nombre total de moles introduit dans le bouilleur

$\tau = \frac{D_f \overline{x_D}}{B_i x_{Bi}}$: fraction du constituant le plus volatil dans le bouilleur que l'on récupère dans le distillat

Ces conditions imposent d'autres valeurs :

- le nombre de moles recueillies dans le distillat $D_f = \tau \frac{B_i x_{Bi}}{\overline{x_D}}$
- le nombre total de moles du bouilleur en fin de distillation $B_f = B_i - D_f$
- le titre du mélange dans le bouilleur en fin de distillation x_{BF}

$$\frac{B_i}{B_f} = \frac{x_{BF} - \overline{x_D}}{x_{Bi} - \overline{x_D}}$$

- Calcul de la chaleur moyenne fournie au bouilleur $Q_b/$

$R=R/$ déterminé graphiquement: figure 56

$D=D/$ déterminé graphiquement: figure 56

- Calcul du temps nécessaire pour effectuer la distillation à R variable

Dans ce cas le bilan doit considérer que $x_d = \text{cte}$...

5.8. Remarques sur le mode opératoire

- Conditions opératoires

Le titre du distillat dépend de nombreux paramètres $x_d/ = \dots$ et ceux généralement fixés sont :

$X_d/$: titre moyen du distillat à obtenir

X_{bi} : titre du mélange initial à purifier dans le bouilleur

B_i : nombre total de moles introduit dans le bouilleur

$T=$: fraction du constituant le plus volatil dans le bouilleur que *l'on récupèrera* dans le distillat

Ces conditions imposent d'autres valeurs :

- le nombre de moles recueillies dans le distillat $D_f=t \dots$
- le nombre total de moles du bouilleur en fin de distillation $B_f= \dots$
- le titre du mélange dans le bouilleur en fin de distillation $X_{bf} \dots$

Le choix du taux de reflux fixe ou variable ($\bar{R}$) impose alors :

- la chaleur fournie au bouilleur $Q_B = \Delta H_{vap} \int_1^P (R+1) dD$

- le nombre de moles vaporisées $V = \int_1^P (R+1) dD$

Le choix d'un débit de vapeur dans la colonne impose

- le temps "t" nécessaire à la séparation

- la puissance à fournir pour la séparation $P = \frac{Q_B}{t}$

• Choix de la technique de séparation par distillation

Une distillation discontinue est toujours coûteuse en temps pour obtenir un produit de haute pureté. Il faut éviter d'opérer avec une colonne de fort diamètre sur un ballon de faible volume.

La quantité de liquide retenu entre le bouilleur et le condenseur ne doit pas dépasser 5 à 20 % du volume de la charge du bouilleur.

Contrairement à la distillation continue en régime permanent, la distillation discontinue a des gradients de concentration dans la colonne qui varient avec le temps.

6 - COMPARAISON DES TECHNIQUES DE DISTILLATION

Afin de donner des ordres de grandeurs, nous avons donné quelques valeurs à des paramètres de fonctionnement dans le cas du mélange benzène-toluène (30 % - 70 %) avec $B_1 = 100$ moles et $x_{D1} = 98$ %

	Continue	Discontinue à R = cte	Discontinue à R variable
Taux de récupération de C_6H_6 (%)	98 %	80 % intermédiaire à 50 %	80 % intermédiaire à 50 %
Dépense énergétique (en mole de vapeur)	126	324	260
Reflux	3,2	8	Variable 3,2 à 8
Nombre de plateaux	16,3	7,7	7,7
Section de passage de la colonne	1	2,5	2,5
Taille des bouilleurs	faible	important	important
Coût total	0,7	1	1

Tableau 1 : Comparaison des techniques de distillation . Le choix de la colonne et du mode de fonctionnement dépendent des priorités retenues : économiques ou techniques.

Le choix du taux de reflux fixe ou variable (R) impose alors :

- la chaleur fournie au bouilleur $Q_b = AH_{vap} ((R+1) dD$
- le nombre de moles vaporisées $V = ((R+1) dD$

Le choix d'un débit de vapeur dans la colonne impose

- le temps " t " nécessaire à la séparation
- la puissance à fournir pour la séparation $P = Q_b/t$
- Choix de la technique de séparation par distillation

Une distillation discontinue est toujours coûteuse en temps pour obtenir un produit de haute pureté. Il faut éviter d'opérer avec une colonne de fort diamètre sur un ballon de faible volume.

La quantité de liquide retenu entre le bouilleur et le condenseur ne doit pas dépasser 5 à 20 % du volume de la charge du bouilleur.

Contrairement à la distillation continue en régime permanent, la distillation discontinue a des gradients de concentration dans la colonne qui varient avec le temps.

6 - COMPARAISON DES TECHNIQUES DE DISTILLATION

Afin de donner des ordres de grandeurs, nous avons donné quelques valeurs à des paramètres de fonctionnement dans le cas du mélange benzène-toluène (30 % - 70 %) avec $B_i = 100$ moles et $x_d = 98$ %

Tableau 1 : Comparaison des techniques de distillation. Le choix de la colonne et du fonctionnement dépendent des priorités retenues : économiques ou techniques.

7 - DISTILLATION DES

7.1. Analyse des gradients le long de la colonne

L'analyse des compositions chimiques le long de la colonne dans le cas de la distillation du pétrole montre que les produits légers se concentrent au-dessus de l'alimentation alors que les produits lourds se concentrent en bas de colonne (figure 56). C'est ainsi que l'on récupère au distillat le gaz de pétrole liquéfié (GPL) alors qu'au résidu le prélevement est constitué des fractions lourdes (les paraffines ou oléfines lourdes). Dans la zone intermédiaire on retrouve de bas en haut successivement le gazole, le kérosène, le naphta, les essences. On peut ainsi positionner l'ordre de sortie des constituants en fonction de leur température d'ébullition. En haut de colonne on concentre les constituants les plus volatils et la température diminue, simultanément le bas de colonne se concentre en constituants les moins volatils et la température augmente.

La puissance de chauffage utilisée définira le gradient de température dans la colonne c'est-à-dire sa température en tête et celle de son bouilleur et par là même la répartition des concentrations de chaque constituant dans la colonne : $x_i = f(T)$.

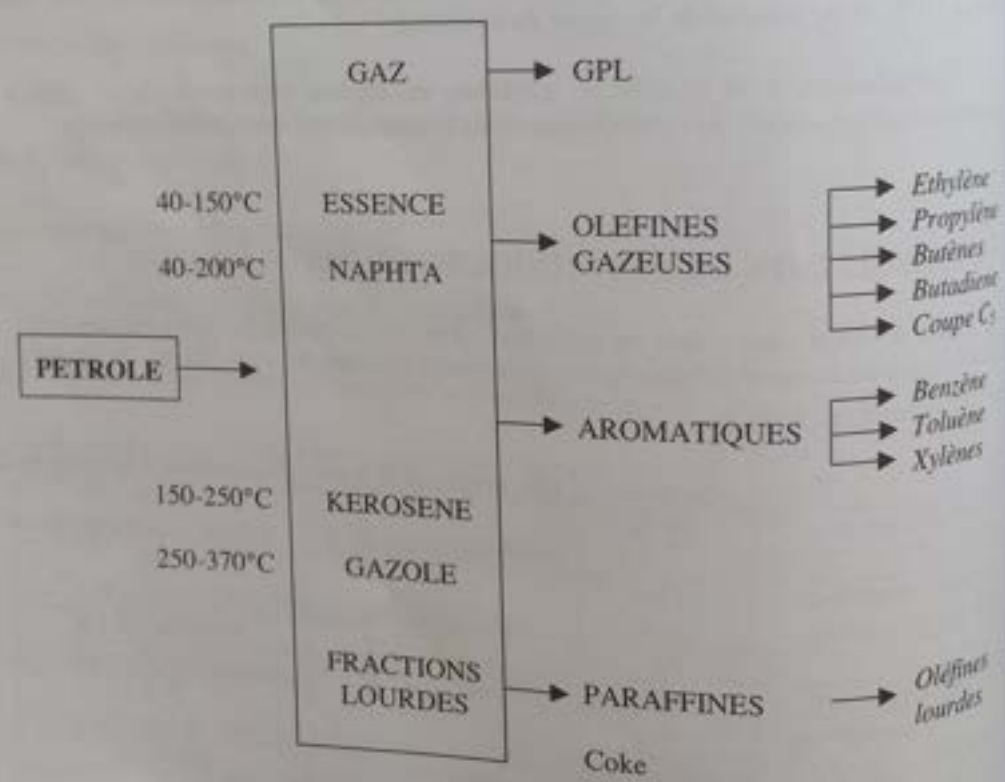


Figure 56 : Distillation du pétrole.

17 - DISTILLATION DES MÉLANGES MULTICOMPOSANTS

7.1. Analyse des gradients le long de la colonne

L'analyse des compositions chimiques le long de la colonne dans le cas de la distillation du pétrole montre que les produits légers se concentrent au-dessus de l'alimentation alors que les produits lourds se concentrent en bas de colonne (figure 56). C'est ainsi que l'on récupère au distillat le gaz de pétrole liquéfié (GPL) alors qu'au résidu le prélèvement est constitué des fractions lourdes (les paraffines ou oléfines lourdes). Dans la zone intermédiaire on retrouve de bas en haut successivement le gazole, le kérosène, le naphta, les essences. On peut ainsi positionner l'ordre de sortie des constituants en fonction de leur température d'ébullition. En haut de colonne on concentre les plus constituants le plus volatils et la température diminue, simultanément le bas de colonne se concentre en constituants les moins volatils et la température augmente.

La puissance de chauffage utilisée définira le gradient de température dans la colonne c'est-à-dire sa température en tête et celle de son bouilleur et par là même répartition des concentrations de chaque constituant dans la colonne : $X_i = f(T)$.

Figure 56 : Distillation du pétrole.

7.2. Définition des constituants clefs

Sur la colonne on enregistre des variations de concentration selon trois situations (figure 57) :

- maximum de concentration dans le distillat (a, b et c)
- maximum de concentration dans le résidu (f et g)
- maximum au cœur de la colonne (d et e)

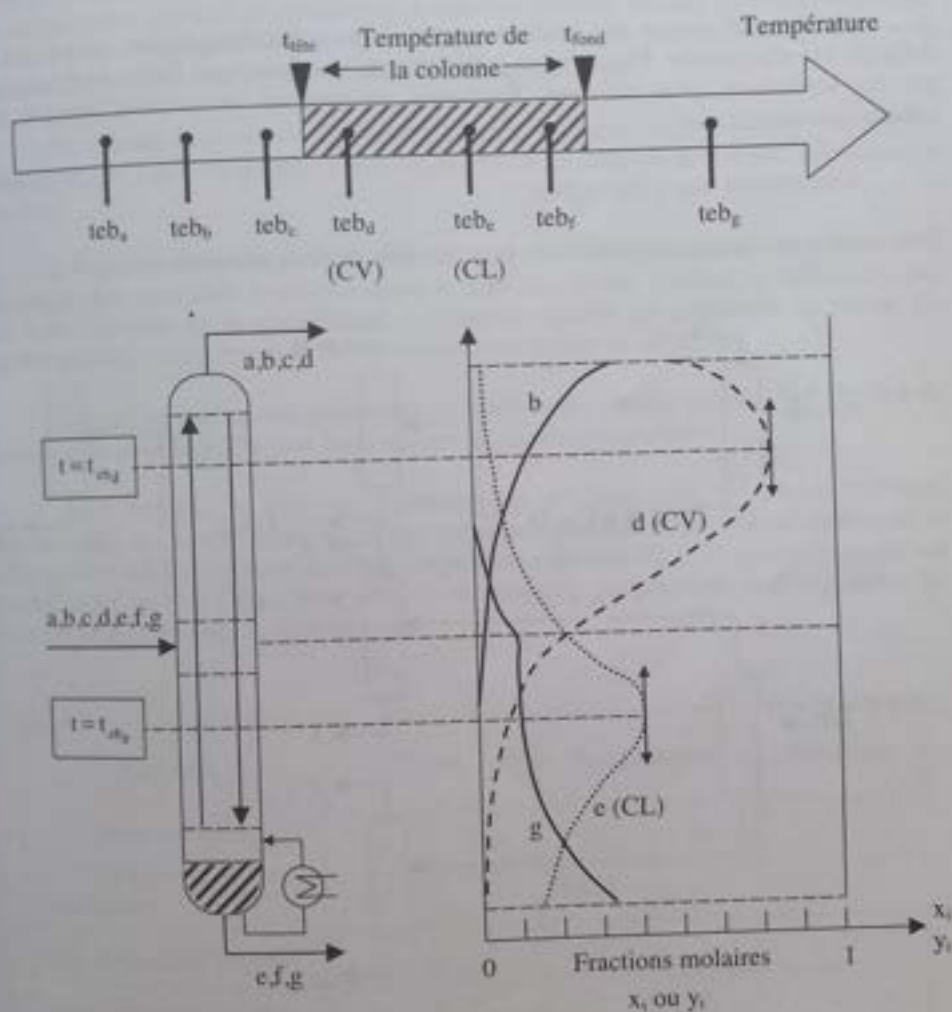


Figure 57 : Profils des concentrations de chaque constituant dans la colonne ; identification de la clef légère et la clef lourde.

Le constituant « d » est la clef volatile ou clef légère, soit le constituant le plus lourds parmi les légers.

7.2. Définition des constituants clefs

Sur la colonne on enregistre des variations de concentration selon trois situations (figure 57):

- maximum de concentration dans le distillat (a, b et c)
- maximum de concentration dans le résidu (f et g)
- maximum au cour de la colonne (d et e)

Figure 57 : Profils des concentrations de chaque constituant dans la colonne : identification de la clef légère et la clef lourde.

Le constituant «d» est la clef volatile ou clef légère, soit le constituant le plus lourds parmi les légers.

Le constituant « e » est la clef lourde, soit le constituant le plus léger parmi les lourds.

Ce sont ces constituants clefs qui gouvernent la méthode de séparation d'un mélange multicomposant.

7.3. Choix de la méthode de séparation

La prise en compte des investissements et des coûts énergétiques montre que la méthode est séquentielle. Elle consiste à débiter par les séparations faciles pour terminer par les séparations plus délicates. Pour cela on compare la volatilité relative des constituants en présence.

Considérons $\alpha_{AB} > \alpha_{BC} > \alpha_{CD}$

Pour séparer ces quatre constituants on peut procéder de deux manières :

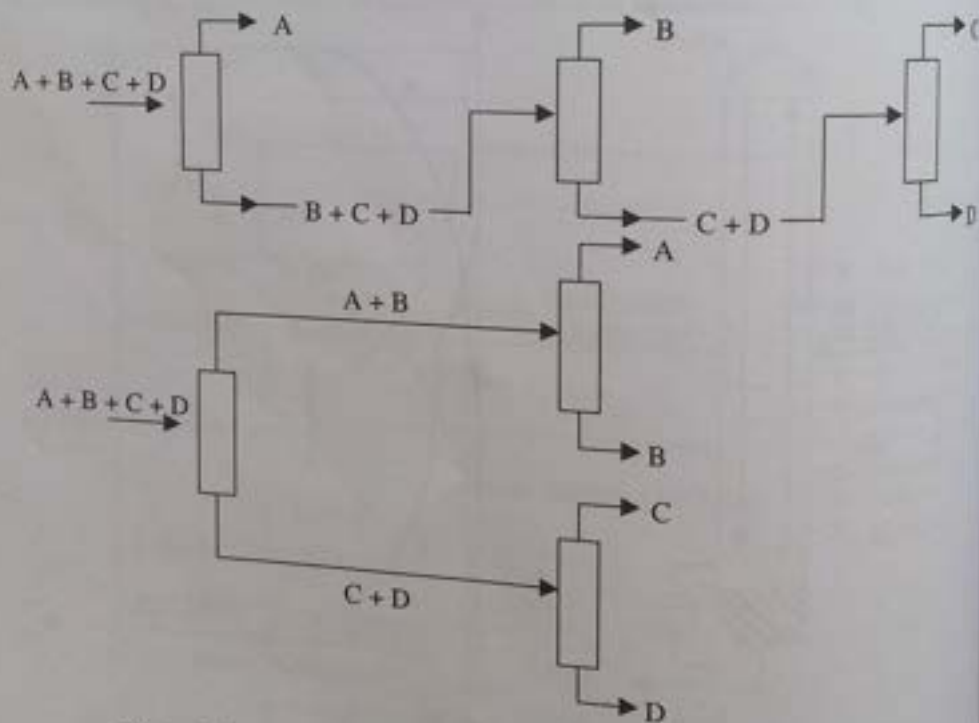


Figure 58 : Principe de la séparation d'un mélange multicomposant.

Le choix de la méthode dépendra des valeurs respectives des volatilités relatives

Le constituant «e » est la clef lourde, soit le constituant le plus léger parmi les lourds.

Ce sont ces constituants clefs qui gouvernent la méthode de séparation d'un mélange multicomposant.

7.3. Choix de la méthode de séparation

La prise en compte des investissements et des coûts énergétiques montre que la méthode est séquentielle. Elle consiste à débiter par les séparations faciles pour terminer par les séparations plus délicates. Pour cela on compare la volatilité relative des constituants en présence.

Considérons $O_{ab} > O_{bc} > O_{cd}$

Pour séparer ces quatre constituants on peut procéder de deux manières : ...

Figure 58 : Principe de la séparation d'un mélange multicomposant

Le choix de la méthode dépendra des valeurs respectives des volatilités *relatives*.

8 - REGULATION DE LA COLONNE

L'étude du fonctionnement de la colonne montre que de nombreux paramètres sont dépendants mais que dans tous les cas leur variation modifie les titres (x_D , x_W) et les températures (t_D , t_W) aux extrémités de la colonne.

Le tableau 2 montre que la diminution de la puissance de chauffage ($P \searrow$) ou la diminution du débit du distillat ($R \nearrow$) se traduit par les mêmes variations des titres ($\nearrow$) et des températures ($\searrow$) aux extrémités de la colonne. Lorsque le taux de reflux augmente ($R \nearrow$) il est en revanche nécessaire d'augmenter la puissance de chauffage ($P \nearrow$) afin de réchauffer le fluide condensé dont le débit en reflux augmente.

Par ailleurs on remarque également un effet analogue sur les titres ($\searrow$) et sur les températures ($\nearrow$) aux extrémités de la colonne lorsque le débit ou le titre de l'alimentation diminue.

L'évolution des températures des plateaux avec les paramètres (taux de reflux, chauffage) fait apparaître le plateau sensible dans la colonne. Celui-ci se caractérise par une forte variation de la température. Lorsque le capteur est positionné au-dessus du plateau sensible, la régulation se fait en agissant sur le taux de reflux (R).

Lorsque le capteur est positionné en-dessous du plateau sensible on agit sur la puissance de chauffage. On peut aussi utiliser les deux simultanément.

Ainsi lorsque le titre de l'alimentation diminue cela se traduit par une augmentation des températures (t_D et t_W). Le régulateur doit réagir soit en diminuant le débit du distillat ($R \nearrow$), soit en diminuant la puissance de chauffage ($P \searrow$), soit en modifiant les deux ($R \nearrow$ et $P \searrow$). Cela a pour effet de diminuer les températures et d'augmenter les titres ; il réagit bien dans le sens souhaité.

Variation des paramètres	Titres		Températures		Puissance
	x_D	x_W	t_D	t_W	P
Chauffage $\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\searrow$
Débit du distillat $\searrow \Rightarrow R \nearrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\nearrow$
Débit de l'alimentation $\searrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$
Titre de l'alimentation $\searrow$	$\searrow$	$\searrow$	$\nearrow$	$\nearrow$	$\searrow$

Tableau 2 : Influence de la diminution des paramètres sur le sens de variation des titres du distillat x_D , du résidu x_W et des températures du distillat t_D et du résidu t_W .

8- RÉGULATION DE LA COLONNE

L'étude du fonctionnement de la colonne montre que de nombreux paramètres sont dépendants mais que dans tous les cas leur variation modifie les titres (x_d , x_w) et les températures (t_d , t_w) aux extrémités de la colonne.

Le tableau 2 montre que la diminution de la puissance de chauffage (P -) ou la diminution du débit du distillat (R -) se traduit par les mêmes variations des titres(-) et des températures (\) aux extrémités de la colonne. Lorsque le taux de reflux augmente (R -) il est en revanche nécessaire d'augmenter la puissance de chauffage (P -) afin de réchauffer le fluide condensé dont le débit en reflux augmente.

Par ailleurs on remarque également un effet analogue sur les titres (») et sur les températures (-) aux extrémités de la colonne lorsque le débit ou le titre de l'alimentation diminue.

L'évolution des températures des plateaux avec les paramètres (taux de reflux, chauffage) fait apparaître le plateau sensible dans la colonne. Celui-ci se caractérise par une forte variation de la température. Lorsque le capteur est positionné au-dessus du plateau sensible, la régulation se fait en agissant sur le taux de reflux (R).

Lorsque le capteur est positionné en-dessous du plateau sensible, on agit sur la puissance de chauffage. On peut aussi utiliser les deux simultanément.

Ainsi lorsque le titre de l'alimentation diminue cela se traduit par une augmentation des températures (t_d et t_w). Le régulateur doit réagir soit en diminuant le débit du distillat (R -), soit en diminuant la puissance de chauffage (P /), soit en modifiant les deux (R - et P »). Cela a pour effet de diminuer les températures et d'augmenter les titres ; il réagit bien dans le sens souhaité.

Titres

Températures

Puissance

Variation des paramètres

Chauffage

Débit du distillat »= R

Débit de l'alimentation

Titre de l'alimentation

Tableau 2 : Influence de la diminution des paramètres sur le sens de variation des titres du distillat x_d , du résidu x_w et des températures du distillat t_p et du résidu t_w .