

Génie chimique et des procédés

Procédés de séparation et de réaction

Stéphane Bostyn

Olivier Chedeville

Henri Fauduet

2^e année

DUNOD

Illustration de couverture : © Savushkin – istockphoto.com

© Dunod, 2019
11 rue Paul Bert, 92240 Malakoff
www.dunod.com
ISBN 978-2-10-080337-8

Le Code de la propriété intellectuelle n'autorisant, aux termes de l'article L. 122-5, 2° et 3° a), d'une part, que les « copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective » et, d'autre part, que les analyses et les courtes citations dans un but d'exemple et d'illustration, « toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite » (art. L. 122-4).

Cette représentation ou reproduction, par quelque procédé que ce soit, constituerait donc une contrefaçon sanctionnée par les articles L. 335-2 et suivants du Code de la propriété intellectuelle.

Table des matières

Avant-propos

VII

Partie 1

Opérations unitaires

1

Chapitre 1 Procédés de séparation avec équilibre entre phases

3

1. Rappels sur les procédés et les bilans

3

2. Fonctions d'équilibre et bilans opératoires

9

3. Notion de plateau théorique et d'unité de transfert

19

L'essentiel

24

Entraînez-vous

25

Chapitre 2 Distillation

27

1. Équilibres liquide-vapeur des mélanges binaires

28

2. Applications de l'équilibre liquide-vapeur

40

3. Rectification discontinue

53

4. Rectification continue

58

L'essentiel

68

Entraînez-vous

69

Chapitre 3 Extraction liquide-liquide

71

1. Généralités

71

2. Équilibres liquide-liquide des mélanges ternaires

74

3. Extraction liquide-liquide à contact unique

81

4. Extraction liquide-liquide à contacts multiples à courants croisés

85

5. Extraction liquide-liquide à contre-courants

88

L'essentiel

93

Entraînez-vous

94

Chapitre 4	Notions sur les autres procédés de séparation	97
1.	Absorption	98
2.	Adsorption	103
3.	Extraction solide-liquide	109
4.	Échange d'ions	114
5.	Cristallisation	120
6.	Séchage des solides et déshydratation	126
7.	Procédés membranaires	133
	L'essentiel	138
	Entraînez-vous	139

Partie 2 ---

Réacteurs et commandes automatisées 141

Chapitre 5	Calcul des réacteurs	143
1.	Généralités sur les réacteurs	143
2.	Rappels de cinétique chimique	150
3.	Calcul des réacteurs idéaux	152
	L'essentiel	163
	Entraînez-vous	164

Chapitre 6	Automatisation des procédés chimiques	169
1.	Généralités	170
2.	Le GRAFCET	173
	L'essentiel	182
	Entraînez-vous	183

Chapitre 7	Initiation à la régulation	185
1.	Présentation et concepts de base	185
2.	La régulation Tout Ou Rien	189
3.	La régulation PID	191
4.	Réglage des paramètres d'une régulation PID	194
	L'essentiel	198
	Entraînez-vous	199
	Solutions	201
	Annexes	255
	Bibliographie	259
	Index	261

Avant-propos

Cet ouvrage fait suite à *Génie chimique et des procédés – Écoulement des fluides, bilans et transferts thermiques* qui a traité des fluides seuls (mécanique des fluides) ou associés à des solides (séparation des milieux diphasiques) ainsi que des bilans massiques et thermiques et des transferts thermiques. L'étude de ces chapitres est au programme des étudiants de première année préparant un DUT chimie. Ce second livre couvre le programme de deuxième année et se rapporte aux procédés de séparation se produisant avec équilibre entre phases (distillation, extraction liquide-liquide, absorption, cristallisation, etc.). Ces procédés de séparation sont utilisés, après les réactions chimiques, pour séparer et purifier les produits synthétisés dans les réacteurs chimiques. Ils peuvent être utilisés aussi dans les purifications de matières premières ou de produits semi-finis ou encore dans les opérations de dépollution d'effluents industriels. Parmi les opérations unitaires, seules la distillation et l'extraction liquide-liquide seront développées. Les autres opérations seront seulement présentées. L'étudiant pourra ainsi acquérir les fondamentaux qui lui permettront de perfectionner ensuite ses connaissances.

L'étude des réacteurs est particulièrement importante puisqu'elle est au cœur de la fabrication. La sélection du réacteur est complémentaire du choix du schéma réactionnel et doit permettre de conduire au taux de conversion optimal tout en minimisant la formation de produits secondaires et en évitant des purifications toujours contraignantes. Cette recherche de la qualité ne peut être conduite qu'avec une automatisation poussée des réacteurs et des séparateurs ainsi qu'une régulation des paramètres influents qui permettront d'avoir une qualité durable tout en préservant la sécurité. Le choix d'une instrumentation adaptée influe considérablement sur la qualité du produit, la sécurité des opérateurs et la préservation de l'environnement. C'est pourquoi la présentation des grandes méthodes d'automatisation et de régulation terminera cet ouvrage.

Partie 1

Opérations unitaires

Introduction

Une opération unitaire est un élément de la chaîne de production d'un composé. En effet, l'élaboration de tout produit industriel se fait selon une suite coordonnée d'opérations individuelles qui vont, pour la chimie, de la préparation et la purification des matières premières jusqu'au conditionnement des produits finis. Il est connu que les mêmes opérations unitaires peuvent être utilisées dans plusieurs industries : chimie, pharmacie, agroalimentaire, etc. Certaines opérations unitaires sont des techniques purement mécaniques (broyage par exemple), des procédés de séparation mécaniques (criblage, filtration, décantation, etc.). Certaines ont été décrites dans le manuel de première année. Les opérations unitaires étudiées dans cette partie sont des opérations de séparation par diffusion qui sont mises en œuvre avec un équilibre entre deux phases : liquide-vapeur (distillation), liquide-liquide (extraction), liquide-solide (cristallisation, adsorption, extraction), liquide-gaz (absorption), solide-gaz (séchage, adsorption). Toutes ces séparations sont régies par des fonctions thermodynamiques qui peuvent être plus ou moins favorables à la séparation mise en œuvre. Quoi qu'il en soit, il est toujours possible d'agir sur les conditions opératoires pour faire évoluer la séparation dans le sens souhaité par l'opérateur. Cependant, ce cheminement nécessite de connaître les lois de base et les techniques qui en découlent.

Procédés de séparation avec équilibre entre phases

Introduction

En génie chimique, un procédé de séparation est une technique qui permet d'enrichir un mélange de deux ou plusieurs composés en produit recherché. L'objectif de cette séparation peut être la purification du composé d'intérêt, la concentration d'une solution, ou le fractionnement d'un mélange avec enrichissement d'un composé. La facilité à la séparation repose sur les différences de propriétés entre le composé cible et le reste du mélange. Plus cette différence de propriété est grande et plus la séparation plus facile. Cependant, il est toujours possible d'agir sur les conditions opératoires pour modifier la diffusion dans le sens favorable. Quoi qu'il en soit, une bonne connaissance des propriétés du mélange et du procédé est indispensable à la conduite de l'opération. L'objectif de ce chapitre est de présenter les divers équilibres étudiés dans les chapitres suivants ainsi que les bilans opératoires. L'évaluation de l'efficacité de la technique sera ensuite étudiée avec les notions de plateau théorique et d'unité de transfert.

Objectifs

- Connaître** les diverses lois thermodynamiques qui régissent les équilibres entre phases.
- Vérifier** que les conditions opératoires sont adaptées aux équilibres.
- Savoir** interpréter un diagramme d'équilibre et de distribution.
- Connaître** les méthodes d'évaluation d'une colonne à plateaux ou à garnissages.

Plan

- 1 Rappels sur les procédés et les bilans
- 2 Fonctions d'équilibre et bilans opératoires
- 3 Notion de plateau théorique et d'unité de transfert

1 Rappels sur les procédés et les bilans

1.1 Introduction

Les opérations de diffusion d'espèces entre phases sont nécessaires pour purifier le composé (élimination d'impuretés), pour le concentrer (élimination d'un solvant) ou pour fractionner le mélange (molécules en quantités équivalentes). L'enrichissement d'un composé, par rapport à sa composition dans l'alimentation est obtenu, après passage

par un « agent de séparation ». La difficulté consiste à trouver l'agent de séparation le mieux adapté. La séparation se produit quand :

- les composés possèdent des propriétés physiques différentes (masses volumiques, tailles ou propriétés particulières) qui permettront une séparation mécanique ;
- un équilibre se produit entre deux phases ;
- les vitesses de transfert sont différentes.

Les principaux procédés de séparation sont regroupés dans le tableau 1.1. Lorsque ces séparations ne se font pas par équilibre, la force motrice de la séparation est indiquée à la place de la fonction thermodynamique.

Tableau 1.1 – Principaux procédés de séparation.

Procédé	Agent de séparation	Force motrice ou fonction thermodynamique	Applications
Tamissage, criblage	Tamis, crible	Taille des particules	Séparation de solides pulvérulents ($d > 100 \mu\text{m}$)
Flottation	Liquide	Mouillabilité de surface	Séparation des minerais de leur gangue
Filtration	Membrane poreuse	Taille des particules	Séparation de solides en suspension dans un liquide ou un gaz ($d > 10 \mu\text{m}$)
Triage magnétique	Source magnétique	Mobilité magnétique	Séparation magnétique des métaux ferreux
Triage électrique	Source électrique	Mobilité électrique	Séparation de solides conducteurs
Décantation	Liquide	Masse volumique	Décantation des eaux usées ou de rivière
Centrifugation	Énergie centrifuge	Masse volumique	Séparation de solides en suspension dans un liquide ou un gaz ($d > 1 \mu\text{m}$)
Distillation	Chaleur	Volatilité relative	Séparation de mélanges liquides et gazeux (sous pression)
Évaporation	Chaleur	Volatilité relative	Concentration d'une solution par évaporation du solvant
Cristallisation	Refroidissement	Solubilité	Formation de cristaux par refroidissement d'une solution
Extraction liquide-liquide	Solvant	Coefficient de partage	Séparation d'un soluté d'une solution par un solvant
Extraction solide-liquide	Solvant	Coefficient de partage	Séparation d'un soluté d'une matrice solide par un solvant
Absorption	Solvant	Coefficient de transfert	Élimination d'un soluté d'un mélange gazeux

Procédé	Agent de séparation	Force motrice ou fonction thermodynamique	Applications
Adsorption	Solide poreux	Coefficient de transfert	Fixation d'une molécule sur un solide adsorbant
Procédés membranaires	Membrane poreuse	Taille des molécules	Tri sélectif de molécules à travers une membrane
Échange d'ions	Solide poreux ionique	Coefficient d'affinité	Échange d'ions entre une solution et une résines échangeuses d'ions

1.2 Divers types de procédés

La séparation d'un composé C après un équilibre entre deux phases, L et V , se fait après avoir effectué un contact efficace entre ces phases. Ce contact peut se faire en continu ou en discontinu en procédant à une circulation des phases à :

- co-courants (courants parallèles ou antiméthodique) (cf. Fig. 1.1 A) ;
- contre-courants (méthodique) (cf. Fig. 1.1 B) ;
- courants croisés (courants étagés) (cf. Fig. 1.1 C).

Le bilan opératoire d'une opération s'établit toujours, après avoir déterminé les frontières du système, en effectuant un bilan :

- *global*, c'est-à-dire en évaluant les échanges de matière (et parfois d'énergie) qui se font avec l'extérieur. Il y a toujours égalité entre la somme des masses entrantes (ou débits) et des masses sortantes (ou débits). Pour les bilans thermiques on parle d'énergie (en discontinu) ou de flux thermique (en continu) ;
- *par rapport au composé clé* (soluté, composé volatil, etc.). Le même bilan est reconduit en évaluant les quantités de ce composé pur présent dans chaque courant.

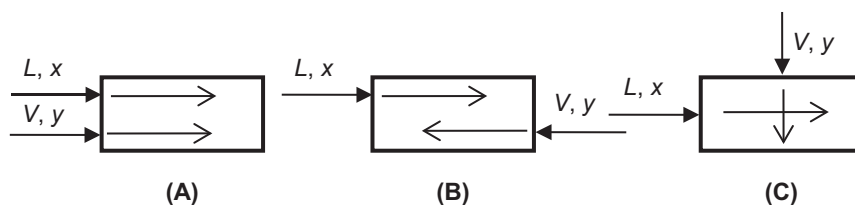


Figure 1.1 – Divers modes de circulation des courants dans une opération de séparation.

(A) À co-courants. (B) À contre-courants. (C) À courants croisés.

a) Procédés à co-courants

Le *procédé à co-courants* se déroule par une succession d'équilibres qui s'enchaînent dans le même sens. Il faut envisager deux cas : le soluté C diffuse de la phase L