Université d'Ahmed Zabana de Rélizane

Formation expérimentale en génie chimique

Master 2ème année

Travaux Pratiques de Génie Chimique Raffinage et Petrochimie.

2020-2021

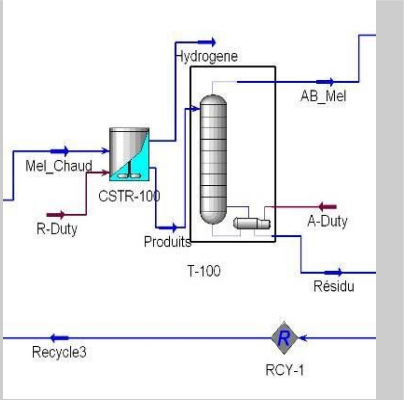
Sommaire :

TP IV : CONCEPTION D'UN PROCÉDÉ DE PRODUCTION DE CYCLOHEXANONE.....47

I. Introduction 47
II. Estimation des propriétés thermodynamiques 49
Étapes préliminaires..... 49
Génération d"un tableau de propriétés en Hysys 53
Création de la courbe de pression de vapeur..... 55
III. Conception du réacteur..... 56
IV. Séparation du gaz et des déchets 57
V. Séparation des produits et recyclage 60
Short-Cut Distillation..... 60
Calcul rigoureux de la colonne..... 61
VI. Simulation du procédé global 63
Ajouter le courant de recyclage 63
Ajout des opérations concernant l"énergie..... 64
VII. Dimensionnement des unités 65
Dimensionnement d"une colonne à plateaux..... 66
Dimensionnement d"une colonne à garnissage 66
VIII. Évaluation économique 66

TP IV : CONCEPTION D'UN PROCÉDÉ DE PRODUCTION DE CYCLOHEXANONE

Objectifs: L"objectif de ce TP est de modéliser une unité de production de cyclohexanone à l"aide du logiciel Aspen Hysys®. Le Bilan économique du procédé modélisé capital, les coûts d"opération nécessaires ainsi que la rentabilité attendue.



I. Introduction

Ce projet est adapté d"un problème proposé dans le concours de l"AIChE (American Institute of Chemical Engineers). Le problème consiste à évaluer la faisabilité pour construire une usine afin de transformer le cyclohexanol en cyclohexanone. Il est donc nécessaire d"établir un rapport de conception préliminaire contenant la conception du procédé, le capital et les coûts d"opération nécessaires ainsi que la rentabilité attendue.

Problème

Une grande compagnie chimique dispose d"un excédent d"environ 4,5x10^6 kg/an de cyclohexanol. Le département de recherche et développement (R&D) de la compagnie a développé un nouveau catalyseur pour convertir le cyclohexanol en cyclohexanone à travers la réaction :

$C_6H_{11}OH \rightarrow C_6H_{10}O + H_2$ (1)

Cependant, il se produit également une réaction secondaire non indésirable:

$C_6H_{11}OH + C_6H_{10}O \rightarrow C_{12}H_{20}(OH)_2$ (*Highboiler*) (2)

Où, le *Highboiler* est un composé qui bout à haute température. La réaction a lieu dans la phase liquide et le catalyseur est un solide granuleux de consistance proche du sable. (N.B. l"hydrogène produit par la réaction formera une phase gaz dans le réacteur). La cinétique de la réaction a été déterminée et elle est exprimée de la manière suivante :

$$r_1 = 63{,}11 e^{-E_1/RT} C_A \ \text{kmol/s.m}^3$$

$$r_2 = 1{,}13 \text{x} 10^{14} e^{-E_2/RT} C_A C_B \ \text{kmol/s.m}^3$$

où

$$E_1 = 0{,}33172 \text{x} 10^8 \ \text{J/kmol}$$

$$E_2 = 0{,}1362 \text{x} 10^9 \ \text{J/kmol}$$

C_A et C_B les concentrations molaires de A et B

Les concentrations sont exprimées dans les unités du SI (kmol/m^3). Toutes les réactions ont lieu dans la phase liquide. La concentration du catalyseur est de 3% en masse. Le catalyseur se désactive avec le temps et 0,1 kg de catalyseur frais doit être ajouté par 50 kg de cyclohexanol frais alimenté. La réaction doit être réalisée dans l"intervalle de températures de 90°C à 120°C.

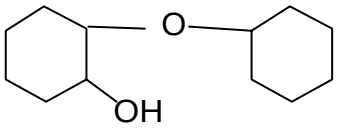
Autres spécifications

Le matériau de construction de tous les équipements est l"acier au carbone. A l"heure actuelle, il n"existe pas d"autres utilisations pour le *Highboiler* et pour l"hydrogène que comme combustibles. En conséquence, l"utilisation de ces sous-produits en tant que combustible est censée équilibrer leurs coûts de traitement. On suppose également que l"usine opère 8000 h/an.

Propriétés physiques

Les données pour le cyclohexanol et la cyclohexanone sont disponibles dans les banques de données standard. En revanche, les propriétés du *Highboiler* ne sont pas disponibles et elles doivent être estimées à partir de sa structure.

La structure moléculaire du *Highboiler* est montrée ci-après.



Les autres données expérimentales disponibles sont :

Propriété	**Cyclohexanol(A)**	**Cyclohexanone(B)**
Température critique	625 K	629 K
Pression critique	37 atm	38 atm
Point normal d"ébullition	161,1°C	156,7°C
Point de fusion	23,9°C	-45,0°C
Constantes de l'équation d'Antoine $\log_{10} P° = a + b / (c+T)$, P° en mmHg, T en °C		
a	8,0841	7,3115
b	-2064,7	-1738,8
c	235,53	236,79
Masse volumique du liquide $\rho = a+b*T$, ρ en g/cm^3, T en °C		
a	0,9627	0,9625
b	-0,0007587	-0,000852

Spécifications du courant d"alimentation

Débit d"alimentation :	450 kg/h
Composition:	99%w (A)
	1%w (B)
Température :	25°C
Pression :	1 bar

Spécifications du produit :

La cyclohexanone produite doit avoir une pureté de 95%$_{mol}$, contenir 5% de cyclohexanol et éventuellement des traces du *Highboiler*.

Coûts des matières premières et du produit

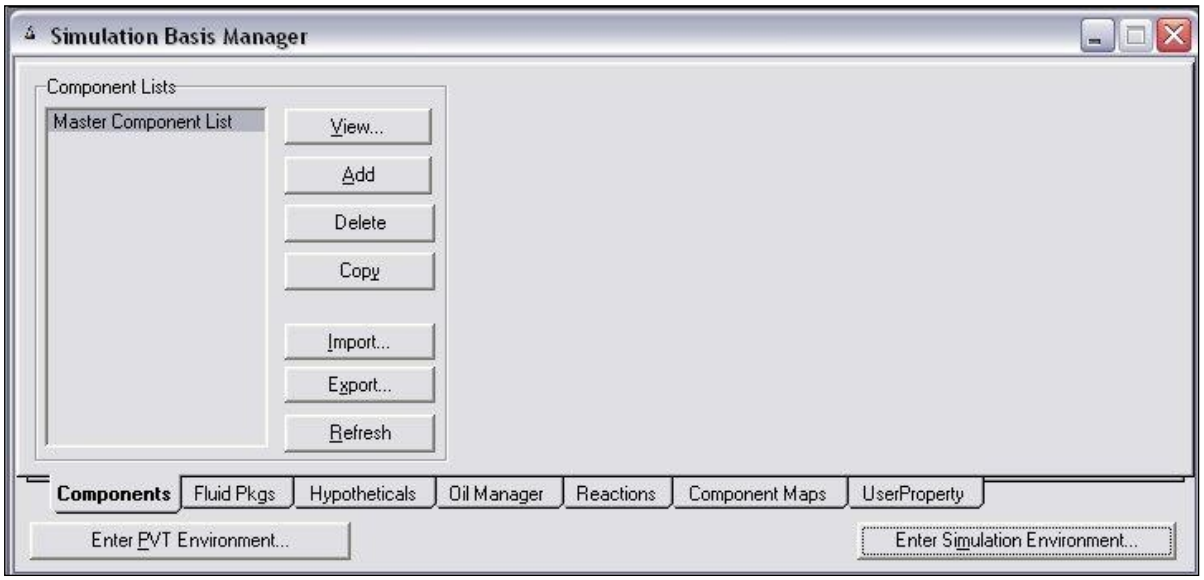
Cyclohexanol:	130,0 Euro/kmol
Cyclohexanone:	275,0 Euro/kmol

II. Estimation des propriétés thermodynamiques

Dans cette partie nous allons :
Générer des graphes de la pression de vapeur du cyclohexanol (bar), de la cyclohexanone et du *Highboiler* en fonction de la température entre 10 et 200°C. Une fois réalisés, imprimez-les et rajoutez-les à votre rapport.
Comparer les propriétés critiques des composants purs (température critique, pression critique) données dans l"énoncé du problème avec les valeurs calculées par Hysys. (Pour voir les propriétés d"un composant, affichez le `Basis Environment` et cliquez sur le composant d"intérêt). Ajoutez la comparaison dans votre rapport.
Pour accomplir cela, il sera nécessaire de choisir le modèle thermodynamique approprié, d"ajouter les composés nécessaires, et finalement de disposer les résultats soit sous forme d"un tableau, soit sous forme graphique. Il est important de signaler que le composant *Highboler* ne se trouve pas dans la `Pure Component Library`. Aussi, allons-nous créer un composé hypothétique semblable au *Highboiler* afin d"estimer ses propriétés comme un composé pur.

Étapes préliminaires

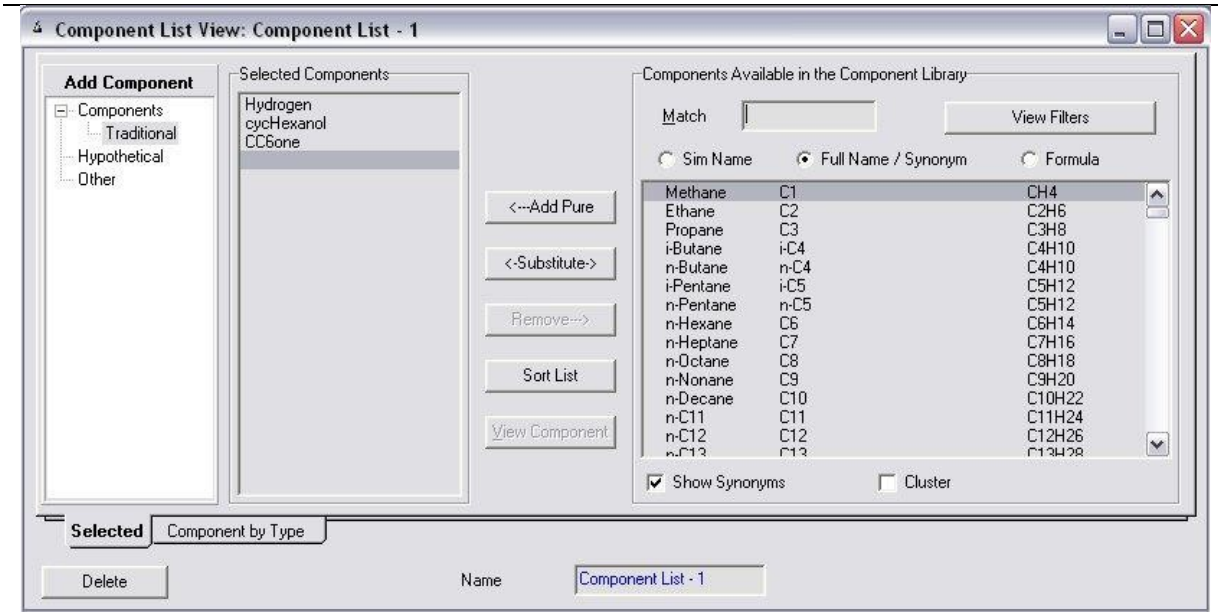
Ouvrir Hysys et dans le menu `File`, choisissez `New/Case`. Cela ouvrira le `Simulation Basis Manager`.



Simulation Basis Manager

Ajouter les composés à partir de la `Pure Component Library`

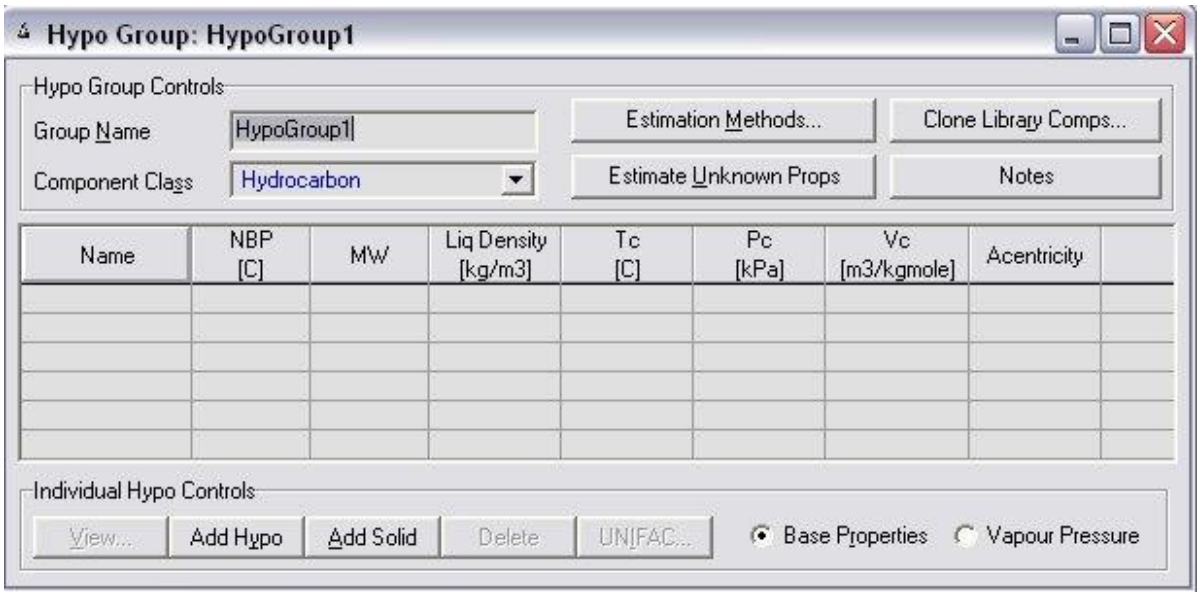
Choisissez les composés. Cela est fait en cliquant sur le bouton `Add`.
Les composés qui sont inscrits dans la bibliothèque sont le cyclohexanol, la cyclohexanone et l"hydrogène.
Ajoutez ces composés à partir de la procédure suivante :
Écrivez le nom du composé à être ajouté dans la cellule `Match`, par exemple dans le cas de l"hydrogène tapez `Hydrogen`.
L"hydrogène apparaîtra dans la boîte `Components Available`. Sélectionnez-le et cliquez sur le bouton `Add Pure`. Ceci est tout ce qui est nécessaire pour ajouter un composé qui est inscrit dans la bibliothèque de Hysys.
Suivez la même procédure pour le cyclohexanol et la cyclohexanone.



Composés choisis

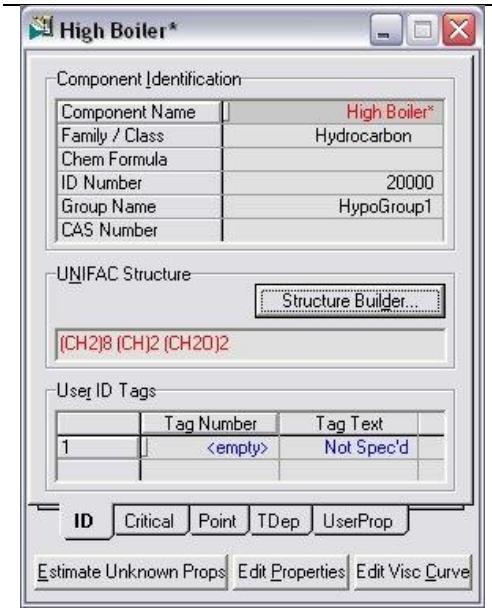
Créer le *HighBoiler*

Sélectionnez l"option `Hypothetical` et `Hypo Manager`. La fenêtre du gestionnaire des composés hypothétiques apparaîtra à l"écran et cliquer sur le bouton `Add`.



Fenêtre `Hypo Manager`.

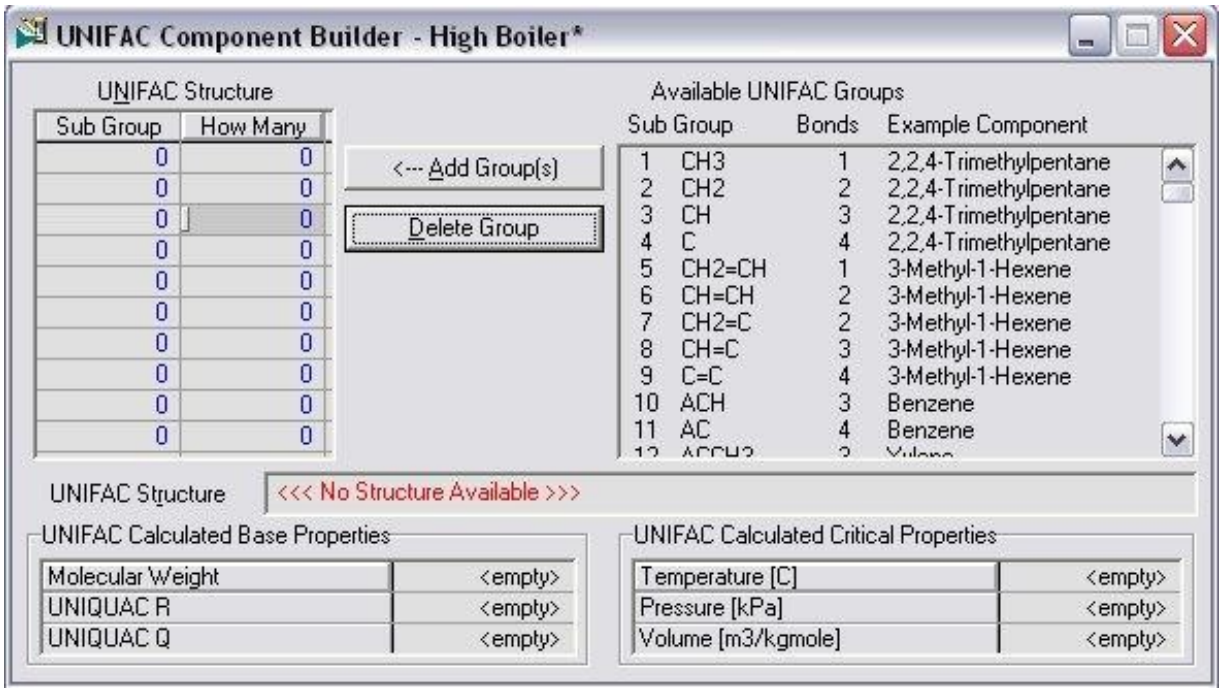
Cliquez sur le bouton `Add Hypo` and `View`. Cela affichera la fenêtre montrée ci-dessous.



Construction d'un composé

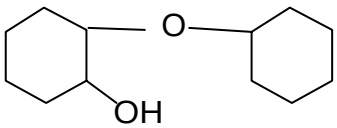
N.B. le nom du composé peut être changé en cliquant simplement sur la cellule `Component Name` et ensuite écrivez le nom du composé (*Highboiler*), appuyez sur `Enter`.

Le *Highboiler* sera défini en Hysys à partir de sa structure. Le logiciel sera capable d"estimer le propriétés pour le composé. Cliquez sur le bouton `Structure Builder`.



UNIFAC Structure Builder

Dans cet écran, on sera capable de construire une molécule en utilisant des sous-groupes. La structure chimique du *Highboiler* est montrée ci-après.



Structure moléculaire du Highboiler

Le tableau montre les sous-groupes nécessaires pour construire le *Highboiler*.

Sous-groupe	Nombre de radicaux
CH2	8
CH	2
CH2O	2

N.B. Idéalement, nous aurions dû utiliser deux groupes cycliques saturés. Cependant, comme ce groupe n"est pas disponible en Hysys, nous avons utilisé des petits sous-groupes pour construire la molécule. Cela introduira quelques inexactitudes dans nos calculs. Néanmoins, comme le *Highboiler* est présent en petites quantités dans le système, ceci ne devrait pas poser de problèmes.

Construire la molécule :

Trouvez les sous-groupes, cliquez sur le bouton `Add Groupe`. Introduisez aussi le nombre de groupes dans la molécule.

Une fois que vous avez ajouté tous les sous-groupes nécessaires, la barre en bas affichera `MultiMolecule`.

Fermez la fenêtre.

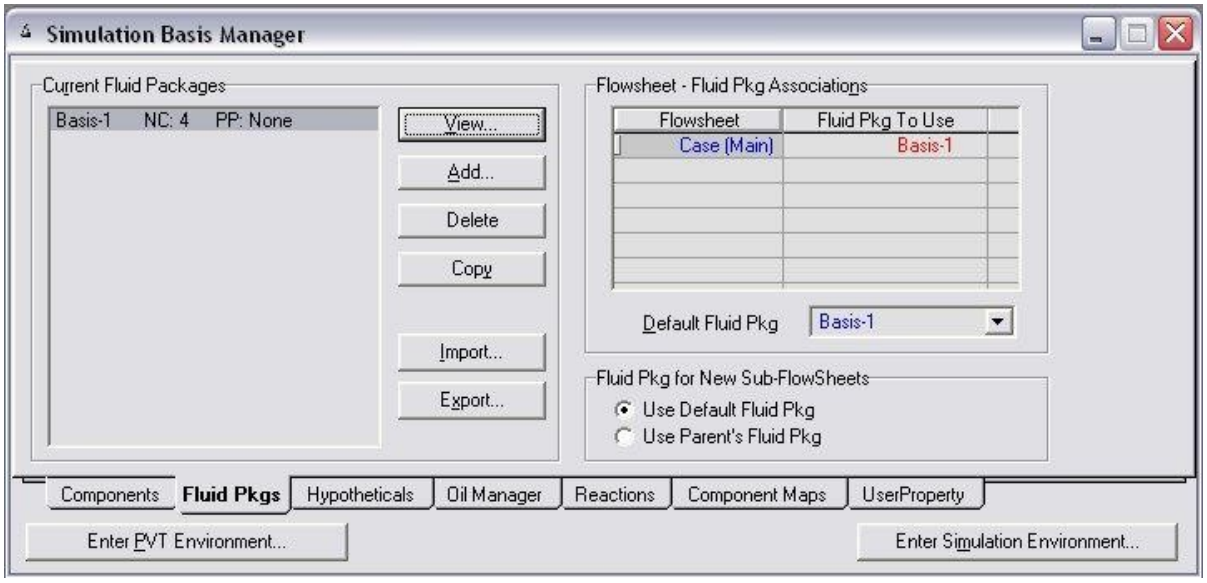
Sur la fenêtre du *Highboiler* cliquez sur `Estimate Unknown Props`.

Fermez la fenêtre et ajoutez le composé créé dans la base de données.

Les propriétés du *Highboiler* ont été estimées et maintenant leur variation être calculés en fonction de la température.

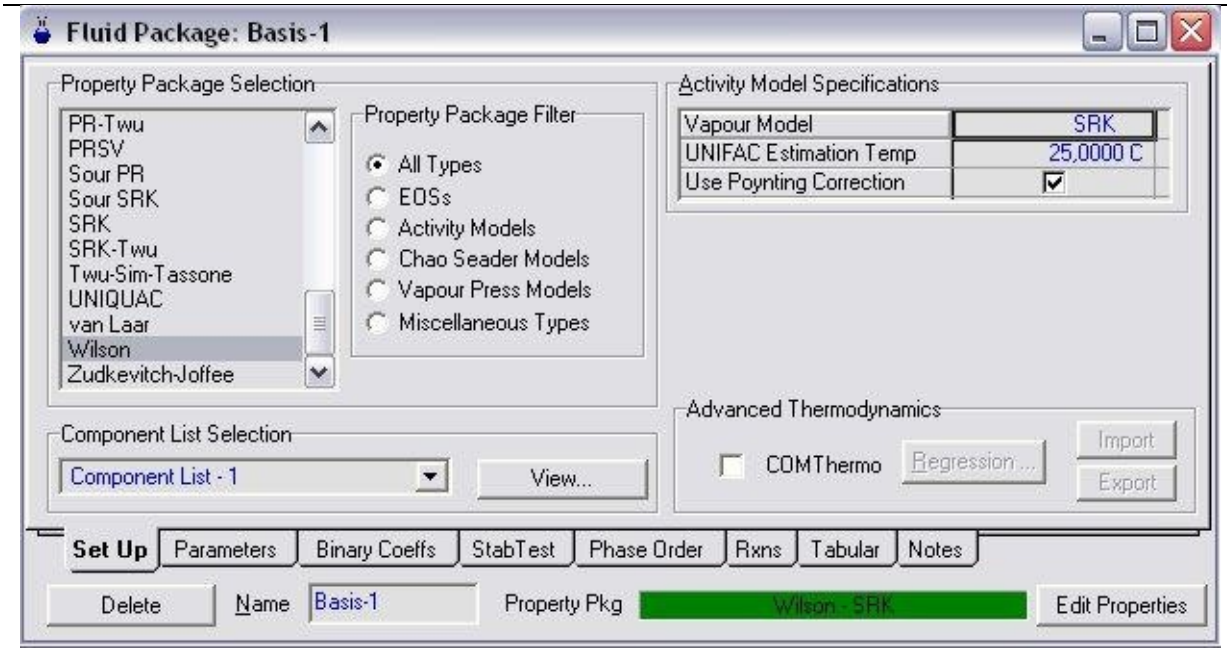
Choix du modèle thermodynamique

Choisissez le modèle thermodynamique (onglet `Fluid Pkgs`).



Simulation Basis Manager.

Cela est fait en cliquant sur le bouton `Add`. Le `Fluid Package-Base-1` apparaîtra à l"écran. Dans la liste, choisissez le modèle de `Wilson` car il est adapté à notre système. `SRK` (Soave-Redlich-Kwong) devra être sélectionné comme le modèle pour la phase vapeur car le système n"est pas idéal. Notez que par défaut le modèle sélectionné est `Ideal`.

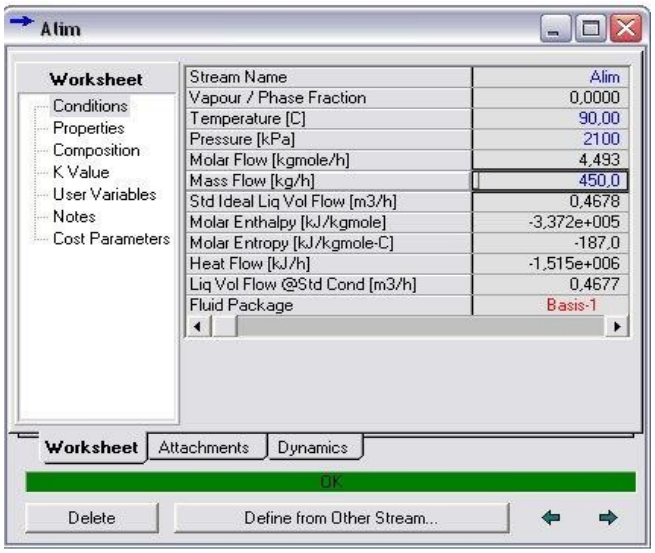


Fluid Packages Manager.

Enregistrez votre travail dans le dossier nommé **TP2A\nom_de_votre_groupe**..

Génération d'un tableau de propriétés en Hysys.

Pour générer un tableau de propriétés en Hysys, vous devez définir un courant de matière car le logiciel ne peut calculer des propriétés que pour les courants.
Dans le Simulation Basis Manager cliquez sur le bouton Enter Simulation Environment.
Donnez le nom à votre simulation en utilisant l"option `Simulation/Main Properties`. Le nom apparaîtra sur les rapports que vous réaliserez.
Dans la palette d"objets (laquelle montre tous les éléments disponibles), faites un double clic sur le courant de matière (flèche bleue). Nommez le courant d"alimentation et entrez les informations suivantes :
Température = 90°C
Pression = 21 bar
Débit massique = 450 kg/h
Entrez la composition en fraction molaire en faisant un double clic sur le débit massique. Spécifiez le courant comme du cyclohexanol pur. (Entrez la fraction du cyclohexanol comme étant égale à 1,0 et les autres comme zéro.)

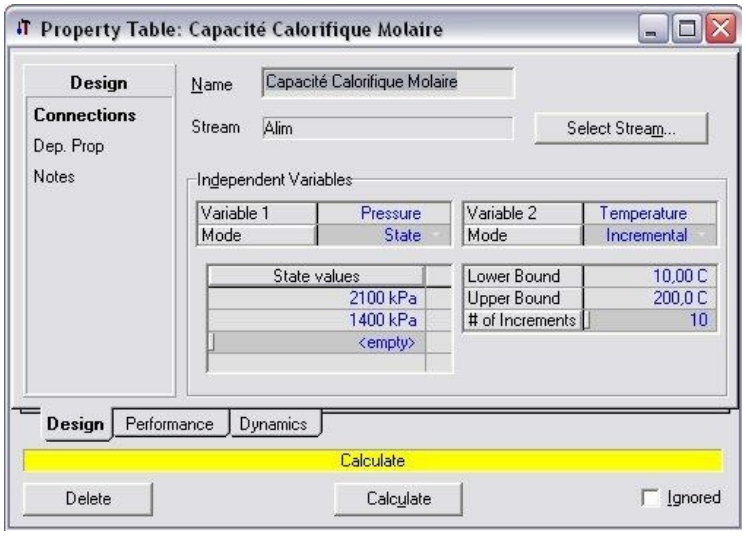


Courant d'alimentation

Générer le tableau des propriétés (`Property Table`) :

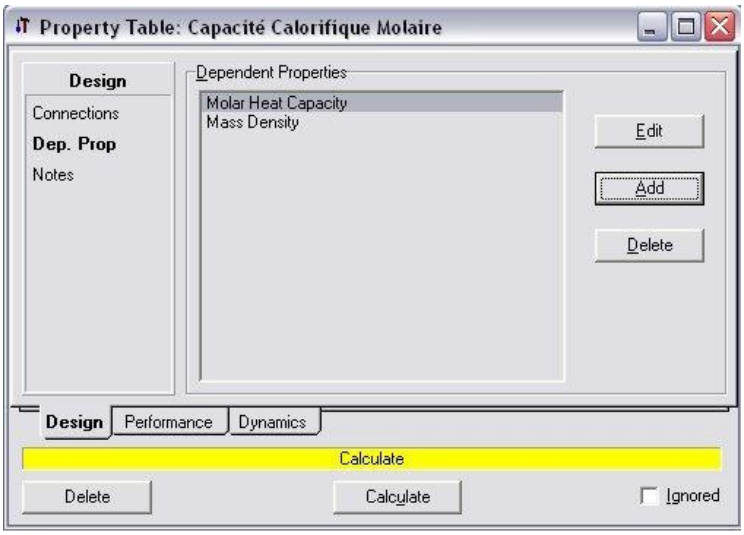
Tout d"abord, nous estimerons la capacité calorifique molaire et la masse volumique du courant d"alimentation en fonction de la température.

- Dans le menu Tools/Utilities, choisissez l"option Property table dans la liste des utilités disponibles et cliquez sur le bouton `Add Utility`.
- Nommez l"utilité `Capacité Calorifique Molaire` et sélectionnez le courant d"alimentation.
- Mettez la pression comme Variable 1 en mode State. Le mode détermine si vous voulez utiliser des valeurs constantes ou utiliser un intervalle de valeurs entre les limites supérieure et inférieure spécifiées. Entrez la valeur de 21 bar pour la pression. Vous pouvez introduire plus d"une valeur de pression si vous le souhaitez (introduisez aussi la valeur de 14 bar pour la pression). Ensuite, mettez la température comme `Variable 2`, le mode est `Incremental` avec les limites 10-200°C et un incrément de 10°C.



Property Table : Capacité Calorifique molaire

- Ensuite choisissez sur le menu à gauche `Dep.Prop`. Appuyez sur le bouton `Add` et dans la liste affichée choisissez les propriétés `Molar Heat Capacity` et `Mass Density`.

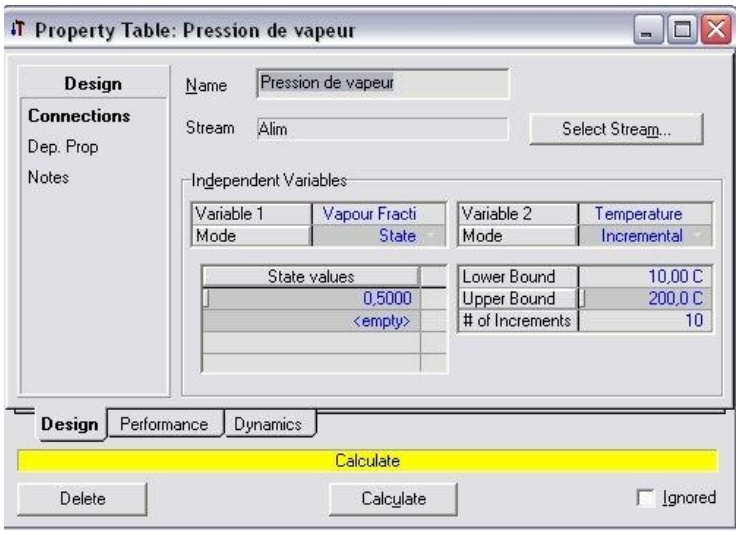


Property Table : Dep.Prop

Pour générer le tableau cliquez sur le bouton `Calculate`. Les résultats peuvent être affichés en cliquant sur l"onglet `Performance`. Vous pouvez imprimer le graphe en faisant un clic droit sur le graphe affiché, dans le menu qui apparaît vous pouvez également contrôler les propriétés du graphique

Mettez dans votre rapport le tableau des propriétés créé en choisissant l"option `Tools/Reports` et en cliquant sur le bouton `Create`. Ensuite, cliquez sur le bouton `Insert Datasheet`. Finalement, sélectionnez le tableau des propriétés que vous avez créé (Capacité calorifique molaire) et cliquez sur le bouton `Add`. Vous pouvez regarder le rapport avant d"imprimer.

Création de la courbe de pression de vapeur



Property Table : Pression de Vapeur

Créer un tableau de pression de vapeur en suivant la même procédure. Choisissez `Vapour Fraction` comme `Variable 1` et mettez la valeur 0,5 (50% de vapeur). Dans la liste des variables dépendantes (`Dep. Prop`) choisissez `Pressure`. Cela nous donnera la pression à laquelle 50% de l"alimentation est vaporisée à la température spécifiée. Nous avons utilisé 50% de vapeur mais vous auriez pu utiliser toute fraction de vapeur entre 0 et 1 pour obtenir le même résultat.

III. Conception du réacteur

La capacité de production du procédé est de 4,5x10^6 kg/an. En conséquence, il est préférable de concevoir un procédé continu. Le seul risque est que la vitesse de la réaction élevée peut provoquer un emballement dans le réacteur continu. Afin d"estimer le risque, nous allons faire une conception préliminaire du réacteur en utilisant les données cinétiques.

Nous devons prendre également d"autres décisions. Quel genre de réacteur utiliserons-nous ? Un réacteur agité (CSTR) ou un réacteur piston (PFR) ? Le réacteur agité est préférable dans le cas d"un taux de conversion faible nécessitant un grand temps de séjour. En revanche, le PFR est préférable en cas d"un taux de conversion élevé et un temps séjour faible. Nous ne pouvons pas choisir sans faire un calcul préliminaire. Essayons, tout d"abord, un CSTR pour faire une évaluation préliminaire.

En plus, à ce point nous n"avons aucune idée de la température de réaction (sauf qu"elle doit être entre 90 et 120°C), de la pression de travail ni du volume à utiliser. Dans ce cas, il est conseillé d"essayer les différentes combinaisons possibles et ainsi nous pourrons obtenir les intervalles intéressants à considérer.

Le modèle du réacteur en Hysys

Le CSTR est un modèle de réacteur parfaitement agité, le bloc considère une alimentation continue et deux phases peuvent coexister dans le réacteur. En conséquence, il existe deux courants de sortie : liquide et vapeur. Les bilans de matière et d"énergie sont résolus simultanément pour calculer les débits des courants de sortie ainsi que leurs compositions. Le réacteur peut être adiabatique (pas de courant d"énergie) ou isotherme (calcul de la quantité de la chaleur). La pression de sortie ou la perte de charge doivent être spécifiées.

La cinétique sera exprimée sous la forme d"une loi exponentielle (Loi d"Arrhenius).

La loi cinétique

Une façon d"introduire l"expression de la vitesse de réaction en Hysys est la loi cinétique. L"équation est représentée sous la forme :

$$r = k\, C_1^{a1} C_1^{a2} \ldots C_n^{an} \left(e^{-E/RT}\right)(T)^n$$

où *C1, C2*.... sont les concentrations des espèces exprimées en kmol/m^3. Il est important à signaler que le facteur pre-exponentiel *k* est exprimé dans les unités du SI. a_1, a_2,... sont les ordres de la réaction et *n* est un exposant correctif par rapport à la température.

Les réacteurs à deux phases

Pour les réacteurs biphasiques, vous devez spécifier la phase dans laquelle la réaction a lieu. Les taux de conversion sont calculés par rapport au volume de la phase spécifiée. Ceci est particulièrement important s"il y a un produit en phase gaz qui pourrait occuper un volume important du réacteur. La présence du gaz réduirait le temps de séjour dans la phase liquide considérablement.

$$\text{V(Phase réactive)} = \text{Volume du réacteur} * \left(\frac{V_L}{V_G + V_L} \right)$$

$$V_G = \frac{m^3}{kmol} pour_la_phase_gaz$$

$$V_L = \frac{m^3}{kmol} pour_la_phase_liquide$$

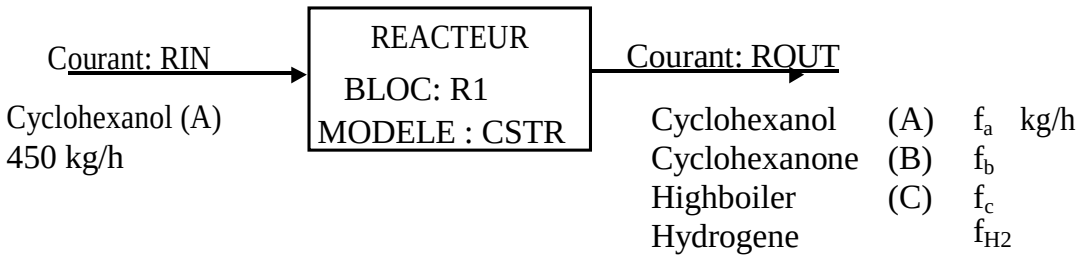
Conception préliminaire du réacteur

Faites une conception préliminaire du CSTR en utilisant les données cinétiques du problème. Calculez le potentiel économique du procédé défini comme suit :

EP = Potentiel économique

= Valeur des produits vendus - Coût des matières premières

Supposons un débit d"alimentation de 450 kg/h de cyclohexanol dans le réacteur.



En supposant que le cyclohexanol qui ne réagit pas peut être séparé et recyclé dans le procédé, nous pouvons calculer le potentiel économique comme :

$$EP = f_b * c_b - (f_{a0} - f_a) * c_a \text{ Euro/hr}$$

$$c_a = \text{coût A, 130 Euro/kmol}$$

$$c_b = \text{coût B, 275 Euro/kmol}$$

Examinez l"EP comme une fonction des conditions d"opération du réacteur tels que la température, la pression et le volume du réacteur. En utilisant vos résultats suggérez des conditions convenables pour le fonctionnement d"un réacteur isotherme (Conseil : faites varier la température entre 40 et 160°C, dans cet intervalle la fonction présente un maximum).

Questions :

1. Utilisez les données du problème pour simuler le réacteur. Créez un graphe du potentiel économique en fonction de la température du réacteur. Qu"est-ce que vous concluez par rapport aux conditions d"opération souhaitées ? Pourquoi le potentiel économique présente un maximum ? Devons-nous opérer le réacteur au point maximum de potentiel économique ? Pourquoi ?

Examinez la sensibilité du taux de conversion et le potentiel économique par rapport au volume du réacteur. Faites un graphe pour montrer la variation du potentiel économique en fonction du volume. (N.B. Lorsque vous changez une variable indépendante, assurez-vous que les autres restent à leurs valeurs de base).

En fonction de vos résultats, déterminez les conditions de fonctionnement du réacteur (température, pression et volume).

Estimez le temps de séjour dans le réacteur aux conditions établies. Le temps de séjour est égal au volume du réacteur divisé par le débit d"alimentation volumétrique. Pensez-vous qu"il est possible d"utiliser un réacteur tubulaire ? Supposez que nous devrions maintenir une vitesse dans les tuyaux à 1,0 m/s afin de prévenir la désactivation du catalyseur, quelle serait la longueur nécessaire pour un réacteur piston ?

Rajoutez les graphes générés dans votre rapport.

IV. Séparation du gaz et des déchets

Pour cette simulation et les prochaines considérez un réacteur qui opère à 90°C et 21 bar.

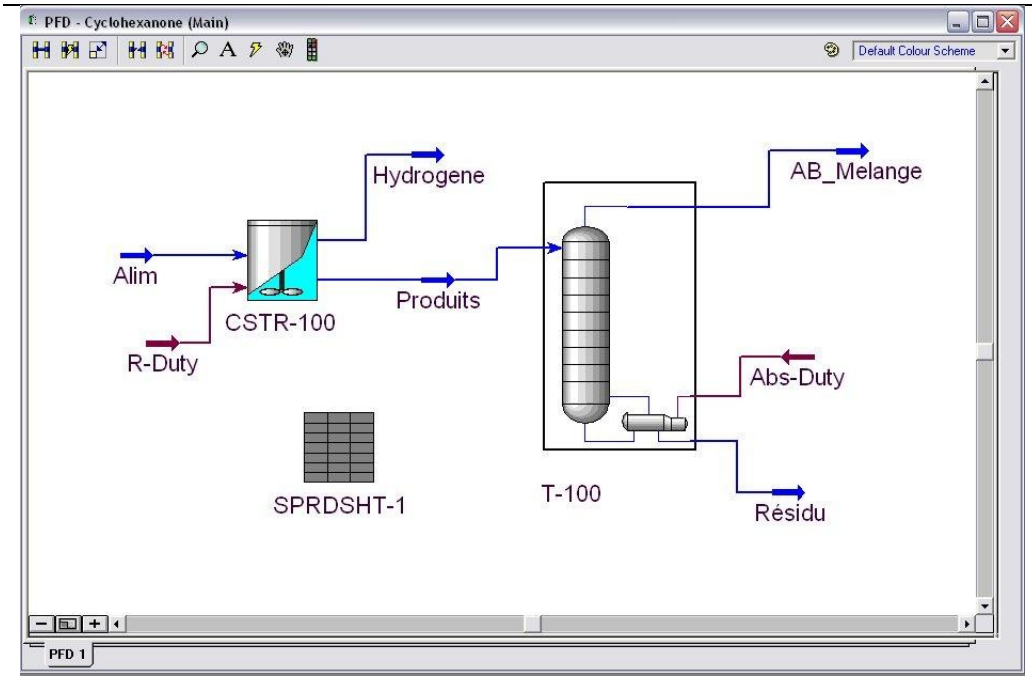


Schéma du procédé

La prochaine étape dans la conception est de réfléchir à la façon de séparer le gaz ainsi que la manière de séparer les liquides. Dans notre problème, l"hydrogène produit dans le réacteur sera séparé directement dans le réacteur comme un gaz. Le modèle CSTR nous permet de spécifier les courants gaz et liquide à séparer. Le courant liquide restant est constitué principalement de A, de B et une petite quantité de *Highboiler*. La séparation entre A et B sera difficile car ces deux composés ont des propriétés physiques similaires. En revanche, la séparation du *Highboiler* est simple en raison de son point d"ébullition élevé, d"après nos calculs de la pression de vapeur réalisés en 2.1. En se basant sur ces résultats, nous pouvons conclure de manière certaine que la meilleure stratégie pour enlever le *Highboiler* consiste à faire évaporer A et B. Pour obtenir la pureté désirée, nous utiliserons un absorbeur avec un bouilleur (`Reboiled absorber`).
Afin de diminuer le point d"ébullition nous pouvons diminuer la pression à une valeur proche de la pression atmosphérique (1 atm). La figure montrée ci-dessus représente le schéma du procédé de séparation.

La conception de l'absorbeur avec bouilleur

- Utilisez le fichier de la section précédente, vérifiez la température et la pression du réacteur. Ajoutez l"unité `Reboiled Absorber` en cliquant sur elle dans la palette d"objets de simulation.
- Spécifiez les noms du courant de fond, du courant de tête et du courant d"énergie tel qu"il est montré sur le schéma du procédé. Spécifiez le nombre d"étages de séparation égale à 2. Nous pourrons changer ce paramètre plus tard.
- Cliquez sur le bouton `Next` et spécifiez la valeur de 1 atm pour les pressions de la tête et du bouilleur.
- Cliquez sur le bouton `Next` et introduisez les valeurs de 90°C et 150°C pour les températures estimées de tête et de fond respectivement.
- Cliquez sur le bouton `Next` et fixez le taux d"ébullition (ratio entre le débit du fond et le débit de vapeur) à 1,00.Ceci est une première estimation.
- Cliquez sur `Done`
- Hysys ouvre une fenêtre, cliquez sur le bouton `Column Environment`. Vous êtes dans une section où seulement la colonne est visible. Nous compléterons la conception de la colonne et nous reviendrons ensuite dans `Process Environment`. Allez dans la page `Specs`.

- Nous allons spécifier le taux de récupération d"un composant (Component Recovery) dans le courant AB_Melange. Faites un clic sur le bouton Add et choisissez Column Component Recovery. Spécifiez les valeurs suivantes :

  Draw : AB_Melange
  Spec Value : 0,95
  Components : Cyclohexanone
  Cette spécification signifie que nous voulons récupérer 95% de cyclohexanone dans le courant de tête, AB_Melange.
- Dans la page Design, vérifiez que la spécification Component Recovery est active. Il ne doit pas avoir d"autres spécifications actives. Le calcul pour la colonne doit démarrer automatiquement, en cas contraire cliquez sur le bouton Run. Ceci complète la simulation

Ajoutez un résumé des courants (Stream Summary) dans votre rapport.

Questions

1. Quelle quantité de A et de B est perdue dans le courant gazeux d"hydrogène ? Calculez la valeur en Euro/an en utilisant les coûts donnés dans l"énoncé du problème. La perte est-elle acceptable ? Pour répondre à la question comparez la perte avec le potentiel économique calculé dans la section 2.2..

   N.B. si la perte de A et de B dans le courant gazeux était importante, alors on pourrait remédier à cette situation par plusieurs techniques :

   (a) Refroidissement et condensation
   (b) Absorption dans un solvant
   (c) Adsorption sur un solide

   Si le courant gazeux doit être envoyé dans l"atmosphère, nous pourrions avoir besoin d"un système de récupération pour être en conformité avec la réglementation environnementale. Pour l"instant considérer que l"hydrogène peut être utilisé comme combustible.

Quelle est la quantité de A et de B perdus dans le courant Résidu ? Exprimez le résultat en Euro/an. La perte est-elle importante ? Commentez les différentes possibilités pour récupérer une quantité plus importante de A et de B ? Faites une liste des options possibles. Essayez une possibilité avec le logiciel de simulation et ajoutez les résultats dans le rapport.

Quelle est la perte provoquée par la production de C ? Est-elle considérable? Pouvez-vous réduire la perte provoquée par C en changeant les conditions d"opération du réacteur. Nous ferons cela plus tard dans l"optimisation du réacteur.

Imaginez que nous utilisons une colonne à distiller pour séparer la cyclohexanone du cyclohexanol. Le cyclohexanol sera ensuite recyclé au réacteur. Qu"est-ce qui se passera avec le Highboiler emporté avec le courant AB_Melange ? Apparaîtra-il dans le courant du produit ? Expliquez votre réponse.

Étudiez l"effet d"un changement dans le taux de récupération dans la colonne (N.B. Nous avons spécifié que 95% de A devait être récupéré en AB_Melange) sur :

La quantité de A et de B perdue dans le courant Residu (calculez la perte en Euro/an)

La quantité de Highboiler contenue dans le courant `AB_Melange`. Variez le taux de récupération entre 0,93 et 0,98 avec un intervalle de 0,01. Utilisez un `Case Study`, mettez le résultat sous forme graphique et ajoutez-le au rapport.

Étudiez l"effet d"un changement dans le nombre d"étages de l"absorbeur. Quelle est la signification économique de cette variable ?

Essayez d"utiliser une séparation de type « flash » pour enlever le Highboiler. Est-ce possible d"accomplir la séparation souhaitée ? Pourquoi ? N"oubliez pas qu"un séparateur flash est moins cher qu"un absorbeur.

V. Séparation des produits et recyclage

L"étape suivante consiste à concevoir une colonne de séparation pour purifier le produit et récupérer le cyclohexanol non-réagi afin de le recycler.

Pour séparer le mélange A-B nous utiliserons d"abord la distillation. Si l"opération s"avère infaisable alors nous essayerons autre chose. En raison de la similitude entre la structure moléculaire de A et de B, ils auront des propriétés physiques similaires. Comme nous l"avons vu précédemment, leurs pressions de vapeur sont presque identiques et il est fort probable qu"ils présentent un azéotrope. Si c"est le cas, alors la distillation sera impossible. Nous commencerons en faisant quelques calculs préliminaires à partir du modèle simplifié `Short-Cut Distillation` (calcul approximatif). Ensuite, nous vérifierons nos évaluations préliminaires en les testant dans un modèle de calcul rigoureux pour la colonne.

Short-Cut Distillation

Commencez en ouvrant votre fichier de simulation créé dans la section 2.3. Le modèle de type Short-Cut est fourni par Hysys pour estimer le nombre d"étages nécessaires pour une séparation par distillation.

<u>Etape 1 :</u> Cliquez sur le bouton `Short-Cut Distillation` dans la palette d"objets de simulation. Complétez l"écran comme il est montré sur la figure suivante. Soyez sûr de sélectionner le produit de tête à l"état vapeur.

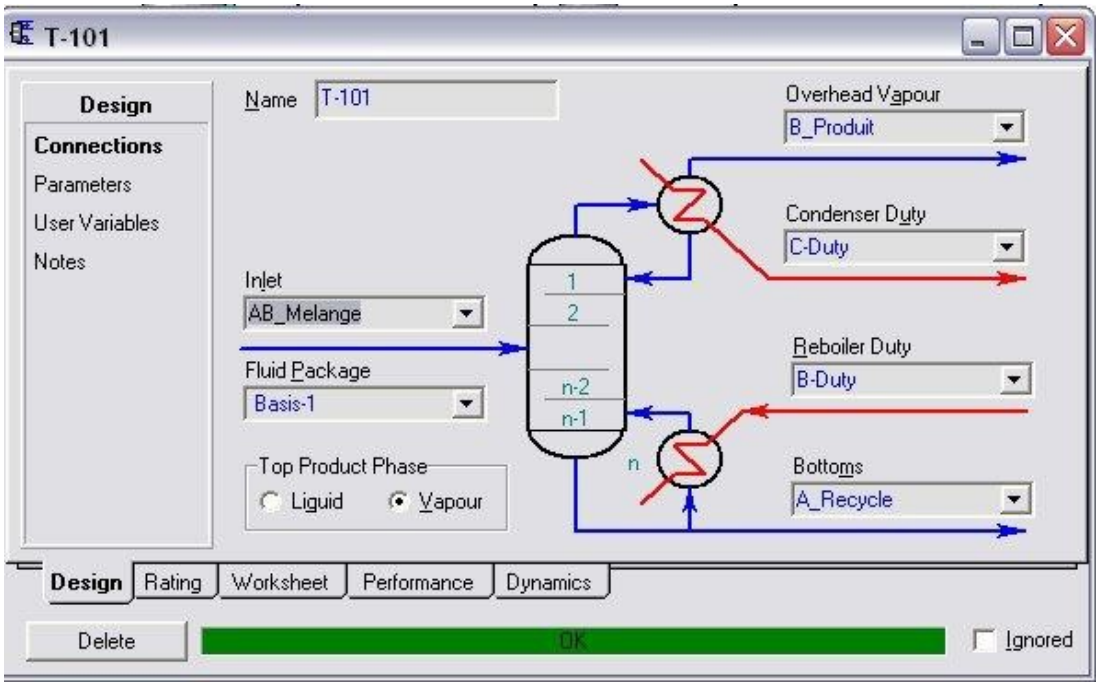


Schéma de conception pour la Short-Cut Distillation

Etape 2 : Choisissez l"option `Parameters` dans l"onglet `Design`. Introduisez l"information suivante :
Ligh key in bottoms (Cyclohexanone) = 0,05
Heavy key in distillate (Cyclohexanol) = 0,05
Condenser pressure = 1 atm
Reboiler pressure = 1 atm
`External reflux ratio` = 1,4 fois le taux de reflux minimum

Ceci complète la conception de la distillation Short-Cut. Les résultats pour le nombre d"étages nécessaires ainsi que les flux de chaleur impliqués sont affichés dans l"onglet `Performance`.

Questions :

1. Ajoutez un `Stream Summary` dans votre rapport.
2. Combien d"étages sont nécessaires pour la séparation ?
3. Comme la colonne nécessite un nombre d"étages exceptionnellement élevé, nous essaierons de réduire ceci en changeant la pression de la colonne. Essayez une pression d"opération de 0,2 atm. Combien d"étages sont nécessaires maintenant ? Pourquoi avons-nous une telle différence ?
4. Quelle est l"implication économique d"opérer la colonne sous vide ?
5. A 0,2 atm, quelle est la quantité de chaleur fournie au bouilleur ? Et pour le condenseur ? Notez aussi les températures du bouilleur et du condenseur.
6. Quel est l"effet d"une augmentation de la pureté du produit sur le nombre d"étages nécessaires ? Regardez le changement dans le nombre de plateaux si nous changeons la pureté à 96, 97, 98 et 99%.

Calcul rigoureux de la colonne

Comme nous l"avons mentionné auparavant, les résultats de la distillation Short-Cut sont préliminaires, et doivent être vérifiés en utilisant un modèle de simulation rigoureux en Hysys. Les spécifications nécessaires pour ce modèle sont différentes. La complexité du modèle exige que vous spécifiiez l"alimentation avec une réflexion sur les difficultés de calcul. Un problème très courant est l"incapacité de la méthode de calcul de la colonne pour converger. L"échec dans la convergence peut être provoqué par plusieurs raisons :

1. Spécifications de la colonne inexactes, telle qu"un gradient de pression incorrect, une pureté impossible à obtenir...

Valeurs initiales estimées loin des valeurs réelles.
La méthode de calcul utilisée n"est pas adaptée.
La séparation spécifiée n"est pas possible du point de vue de la thermodynamique.

Etape 1 : Enregistrez votre simulation précédente sous un autre nom.
Effacez la colonne de type Short-Cut et ajoutez une colonne à distiller (Column Distillation) dans votre simulation comme il est montré sur la figure suivante.

Enregistrez votre simulation actuelle en changeant le nom.

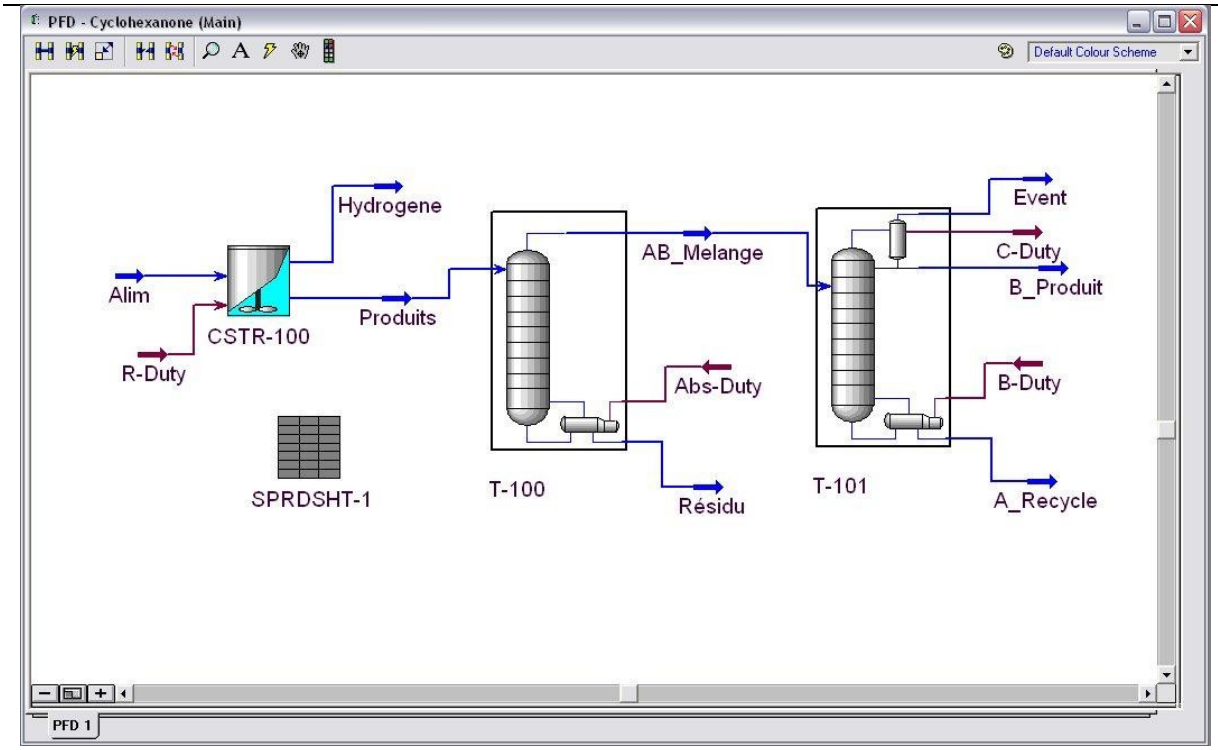


Schéma de conception avec une colonne à distiller.

N.B. T-101 dispose d"un condenseur partiel. Il est nécessaire d"utiliser ce type de condenseur afin d"éviter la condensation de l"hydrogène qui pourrait encore être présent. Donc, le courant étiqueté Hydrogene contient ce gaz non-condensé.

<u>Etape 2 :</u> Introduisez les informations suivantes obtenues à partir du calcul préliminaire :

Sur la page `Connections` :

- Nommez tous les courants par rapport au schéma présenté.
- Nombre d"étages = 33
- Etage de l"alimentation = 11
- Type de condenseur = Partial Vapour
- `Pressure` (Page2) :

La pression dans le bouilleur et dans le condenseur doit être spécifiée à 0,2 atm.

Sur la page `Temperature Estimate` :
Spécifiez les valeurs de 115°C et 100°C pour les températures de fond et de tête respectivement.

Sur la page `Specifications` :
Si les spécifications suivantes ne sont pas incluses dans la fenêtre `Specifications` vous devrez les rajouter. Nous devrons spécifier : le taux de reflux, le débit de vapeur en tête et la fraction de cyclohexanone dans le courant `B_Produit`. Les valeurs numériques des spécifications précitées sont indiquées ci-dessous :

- Reflux ratio = 10,00
- `Overhead vapour rate ou Event rate` = 0,2 kmol/h (Cela devrait enlever tout l"hydrogène et une petite partie de cyclohexanone)
- Comp Fraction on Condenser (Cyclohenaxone) = 0,95

Sur la page `Design` :
S"assurer que les trois spécifications précitées sont sélectionnées comme `Active`.

Si le calcul ne démarre pas automatiquement, cliquez sur le bouton Run.

Questions :

2. Ajoutez un Stream Summary et une copie de votre schéma de procédé au rapport.

Quelle est le taux de récupération du composé léger dans le distillat ?

Quelles sont les compositions des courants B_Produit et A_Recycle ? Est-ce que la pureté de 95% fixée est respectée ? Combien de composé C est recyclé ?

Combien de produit est perdu dans le courant Event qui sort la colonne? Quelle est sa valeur annuelle en Euro/an?

Nous souhaiterions réduire la perte de produit dans le courant Event. Ajoutez une spécification à la colonne en indiquant que le courant Event doit contenir 99,5% de l"hydrogène alimenté. Faites attention aux degrés de liberté du problème. Calculez la perte de produit dans le courant Hydrogene en Euro/an.

Enregistrez votre simulation

Supposez que vous voulez récupérer tout le produit comme un liquide. Changez le type de colonne à condenseur total. Faites une simulation. Quel est le résultat ? Pourquoi ? Revenez en arrière en ouvrant le fichier enregistré précédemment.

Dans le cas du fonctionnement sous vide, un peu d"air rentrera dans le système sous la forme de fuite. Supposez que le débit de fuite est de 4,5 kg/h d"air. Commentez sur les conséquences de la fuite sur le fonctionnement de la colonne. Par où sortira l"air ? Comment affectera-t-il du point de vue économique ? Devons-nous nous inquiéter à cause de cette fuite ?

Incorporez le courant d"air dans l"alimentation et ajoutez un condenseur après le courant de vapeur sortant de la colonne. (N.B. Utilisez la spécification Overhead vapour rate ou Event rate = 0,2 kmol/h). Avec de l"eau de refroidissement à 20°C, nous pouvons refroidir facilement le produit à environ 40°C. Regardez le courant qui sort du condenseur. Quelle est la fraction vaporisée ? Séparez le produit liquide de l"air et l"hydrogène non-condensables en utilisant une opération flash. Quelle est la valeur du produit perdu dans le courant non-condensé en Euro/an ? Comment est-ce que nous pouvons réduire cette perte ?

VI. Simulation du procédé global

Nous sommes prêts à incorporer le système de recyclage dans notre simulation. Nous avons choisi de le faire à la fin car le recyclage implique des calculs itératifs en Hysys. Typiquement, pour faire ce type de calcul, le logiciel suppose une valeur pour le courant de recyclage (pour cette raison il est nécessaire de définir un courant intermédiaire) ensuite les calculs se font bloc par bloc. Ceci est appelé « simulation modulaire séquentielle ». Une fois que tous les blocs ont été calculés, la valeur du courant de recyclage est comparée avec la valeur supposée. Si les valeurs sont différentes, une nouvelle estimation est produite et le cycle de calcul est répété. Cela peut demander plusieurs itérations avant de trouver la valeur correcte.

Ajouter le courant de recyclage.

Commencez avec la simulation développée dans la section 2.4. Ajoutez un mélangeur (MIX-100) et une pompe de recyclage (P-100). La pompe est nécessaire pour augmenter la pression du courant de recyclage à 21 bar.

Questions :

1. Combien d"itérations faut-il pour faire converger le calcul de recyclage ?

2. Quel est l"effet d"un changement dans la température du réacteur de 90°C à 80°C sur le débit de recyclage ? Quelle est la meilleure température du fonctionnement ? Pourquoi ?

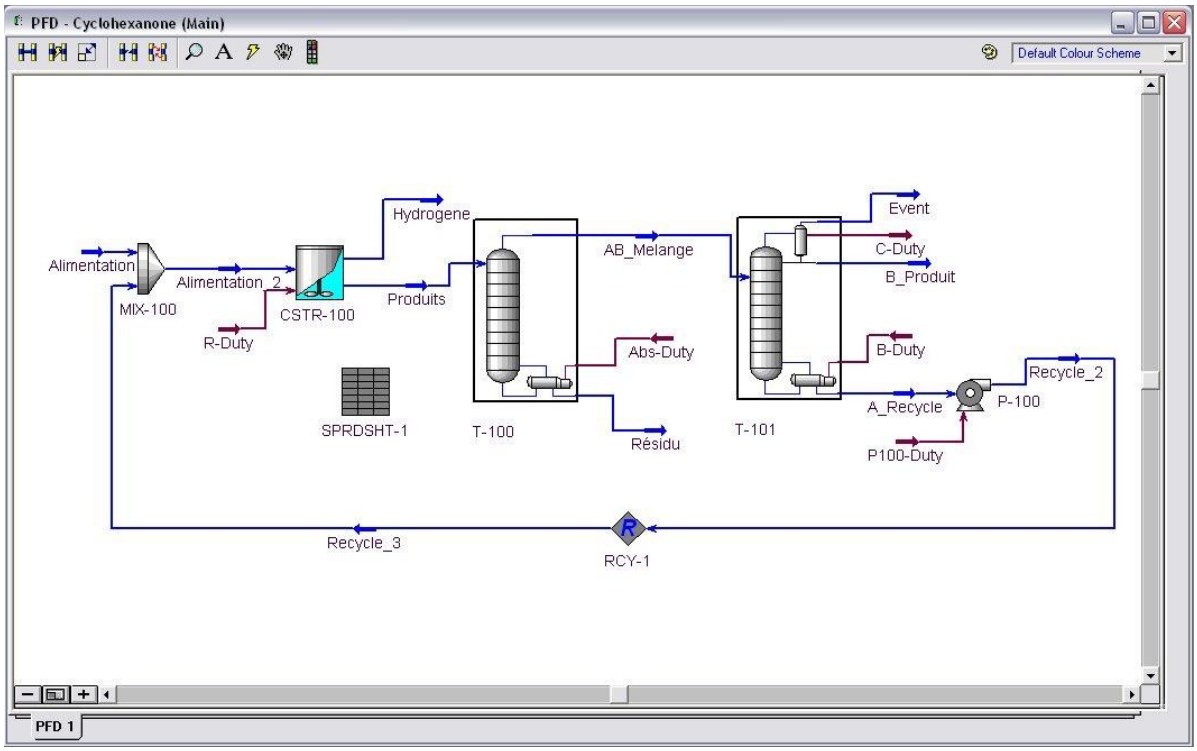


Schéma du procédé avec le courant de recyclage

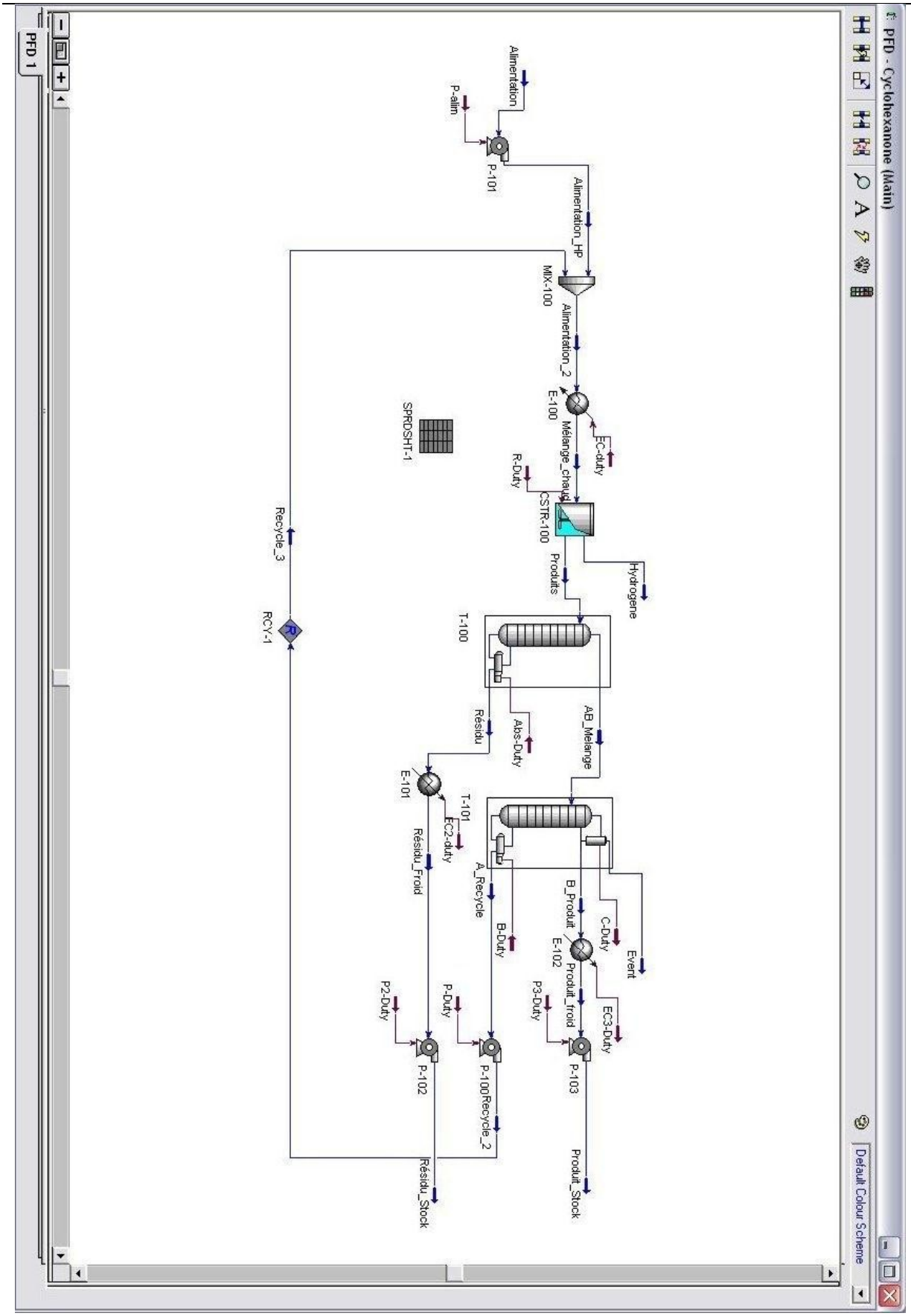
Ajout des opérations concernant l'énergie

Cette étape consiste à ajouter dans la simulation les opérations impliquant un changement d"énergie. Regardez le schéma suivant et dressez une liste de toutes les pompes, échangeurs de chaleur et autres unités incorporées. Une description de chaque unité est donnée ci-dessous. Utilisez les informations données pour compléter votre feuille du procédé.

Nom du bloc	Modèle	Description de l'action
P_Alim	PUMP	Cette POMPE est utilisée pour augmenter la pression du courant d"alimentation de 1 bar à 21 bar, pression nécessaire dans le réacteur. Dans le menu des courants, assurez-vous d"avoir spécifié l"alimentation à 20°C et 1 bar.
P_Recyc	PUMP	Augmenter la pression du courant de recyclage à 21 bar.
E-100	HEATER	Chauffer l"alimentation du réacteur à 95°C.
E-101	COOLER	Refroidir le courant d"effluent à 40°C avant de l"envoyer en stockage. La pression devrait à la sortie est de 1 bar.
P_Residu	PUMP	Augmenter la pression du courant de l"effluent liquide à 2 bar
E-102	COOLER	Refroidir le produit à 40°C (si nécessaire)
P_Prod	PUMP	Pomper le produit à 1,4 bar

Tableau 1. Description des Éléments du Processus

Réaliser la simulation globale du procédé. Spécifiez les données manquantes. Enregistrez votre fichier et montrez-le à l"enseignant. Analysez les résultats.



Simulation du procédé avec l'intégration des opérations d'énergie

VII. Dimensionnement des unités

Hysys a une capacité limitée pour dimensionner et estimer le coût des équipements. Il dispose des outils pour dimensionner des réservoirs, des colonnes à plateaux et des colonnes à garnissage. Nous allons mettre en pratique ces fonctionnalités.

Dimensionnement d'une colonne à plateaux

Allez au menu `Tools/Utilities`. Ajoutez une utilité de type `Tray Sizing`. Cliquez sur `Select TS` (Section de plateaux). Sélectionnez la colonne de séparation de A et B et cliquez sur `OK`. Maintenant, vous êtes dans le module de dimensionnement.
Cliquez sur `Add section`. Répondez `Oui` à la question sur le type de plateaux à utiliser. Cliquez sur l"onglet `Specs`. Notez que l"espacement entre plateaux est fixé à 24 in. Ceci est en accord. Maintenant, choisissez l"onglet `Performance` et l"option `Results`. Regardez le diamètre de plateau calculé par Hysys.

Dimensionnement d'une colonne à garnissage

Allez au menu `Tools/Utilities`. Ajoutez une utilité de type `Tray Sizing`. Cliquez sur `Select TS` (Section de plateaux). Sélectionnez la colonne de séparation du *Highboiler* et cliquez sur `OK`. Hysys vous indique que le diamètre estimé est inférieur à 1 ft et vous conseille d"utiliser une colonne à garnissage. Cliquez l"option `Specs`. Changez l"option à `Internal` en `Packed`. Cliquez sur l"option `Packing type` et sélectionnez comme type de garnissage des anneaux Pall métalliques de 5/8 in. Regardez le HETP. (Hauteur Équivalente du Plateau Théorique). Allez à l"onglet des `Results`. et regardez le diamètre de plateau calculé par Hysys.

Questions :

1. Quels sont les dimensions des colonnes (hauteur et diamètre) ?.
2. Quel est le taux d"engorgement (`Flooding`). Quel est la signification de ce paramètre ?
3. Commentez vos résultats.

VIII. Évaluation économique

Les résultats seront utilisés pour compléter le dimensionnement des équipements et réaliser l"analyse économique du procédé.

- Utilisez le logiciel Icarus pour estimer le coût des équipements ainsi que le capital est les investissements nécessaires.
- Préparez un tableau indiquant les exigences au niveau énergétique : électricité (kW), chauffage (débits, conditions de la vapeur) et refroidissement (débit d"eau, température).

Calculez :

3. Le coût de l"électricité
Le coût de vapeur
Le coût de l"eau de refroidissement
Le coût de matières premières
Le revenu attendu par les ventes
Le coût de la main d"œuvre
Le coût total de fabrication
Le Net cash Flow du projet un supposant un taux d"impôts de 35% et un amortissement sur 10 ans.

Soit le coût de l"équipement pour un an :

$$C_{equip} = C_{invest} \times \left[\frac{i(1+i)^n}{(1+i)^n - 1}\right]$$

Avec :

i=taux d"intérêt (ici 15%)

n= nombre d"années (ici 10ans)

Coûts des utilités :

Vapeur	Pression (kPa)	Coût (€/1000kg)
Low pressure steam	618	5,22
Medium pressure steam	1135	5,75
High pressure steam	4237	6,81
Electricité		0.047 €/kWh
Eau		
Eau de refroidissement	5,1bar et 30°C/ ΔT_{max}= 15°C	0,126 €/GJ
Eau froide	5,2bar et 10°C/ ΔT_{max}= 20°C	1,26 €/GJ

La valeur de la matière première et du produit perdus en Euro/an en chaque ligne de sous-produits.

Basé sur l"étude de vos résultats suggérez des améliorations dans la conception qui conduiraient à une réduction considérable des coûts. Par exemple : Est-il nécessaire d"ajouter un système de récupération de produits dans l"évent de la colonne à distiller, changer les conditions dans le réacteur, changement du système de séparation par un système flash…

Concluez sur la faisabilité technique et économique du procédé.