

**EXEMPLE D'APPLICATION BATCHCOLUMN**

**PURIFICATION DU THYMOL PAR DISTILLATION  
BATCH**

**OBJECTIFS DE CET EXEMPLE**

L'intérêt principal de cet exemple est de décrire deux systèmes de chauffe différents pour le bouilleur : une double-enveloppe et un serpentin. Par ailleurs, un calculateur réactif généré par Simulis Kinetics à l'issue de l'identification du schéma réactionnel de la synthèse du thymol est également utilisé. Ainsi, les constituants, le modèle thermodynamique et les réactions chimiques sont renseignés automatiquement dans la simulation BatchColumn.

<b>DIFFUSION</b>	<input checked="" type="checkbox"/> <b>Libre Internet</b>	<input type="checkbox"/> <b>Réservée aux clients ProSim</b>	<input type="checkbox"/> <b>Réduite</b>	<input type="checkbox"/> <b>Confidentielle</b>
------------------	---	---	---	--

<b>FICHER BATCHCOLUMN CORRESPONDANT</b>	<b>BATCHCOL_EX_FR - Thymol.pbpc</b>
---	-------------------------------------

*Il est rappelé au lecteur que ce cas d'utilisation est un exemple et ne doit pas être utilisé à d'autres fins. Bien que cet exemple soit basé sur un cas concret, il ne doit pas être considéré comme cas d'utilisation typique, et les données utilisées ne sont pas toujours les données disponibles les plus précises. ProSim se dégage de toute responsabilité pour tout dommage provenant de l'utilisation des résultats de calculs basés sur cet exemple.*

## TABLE DES MATIERES

<b>1. INTRODUCTION</b>	<b>3</b>
<b>2. CONSTITUANTS, MODELE THERMODYNAMIQUE</b>	<b>4</b>
<b>3. SIMULATION</b>	<b>5</b>
<b>3.1. Description du procédé</b>	<b>5</b>
3.1.1. Colonne	5
3.1.2. Condenseur	5
3.1.3. Bouilleur	6
3.1.4. Dispositif de chauffe du bouilleur	7
3.1.5. Mode opératoire	8
<b>3.2. Résultats</b>	<b>9</b>

## 1. INTRODUCTION

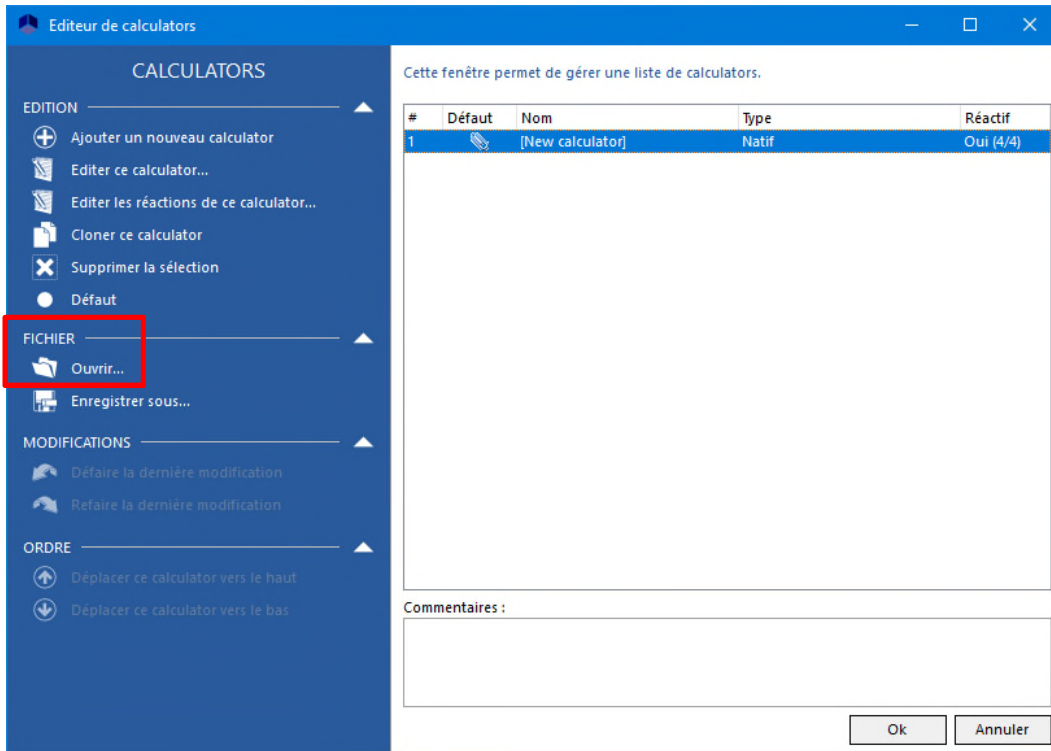
Le thymol est un phénol contenu dans l'huile de thym et dans les huiles essentielles (volatiles) de plusieurs autres plantes. Il se présente sous forme de cristaux incolores avec une odeur aromatique caractéristique. Il est soluble dans les alcools, le gras et l'huile et peu soluble dans l'eau. On l'utilise notamment pour ses propriétés antiseptiques, antibactériennes et antifongiques ainsi que pour stabiliser les préparations pharmaceutiques.

Cet exemple traite de la purification du thymol et de la récupération du m-crésol n'ayant pas réagi par une distillation batch. Le mode opératoire comprend cinq étapes : remplissage de la colonne, classement des produits par un reflux total, coupe m-crésol, inter-coupe et coupe thymol. Les éléments technologiques liés aux systèmes de chauffe du bouilleur sont pris en compte (double-enveloppe et serpentín).

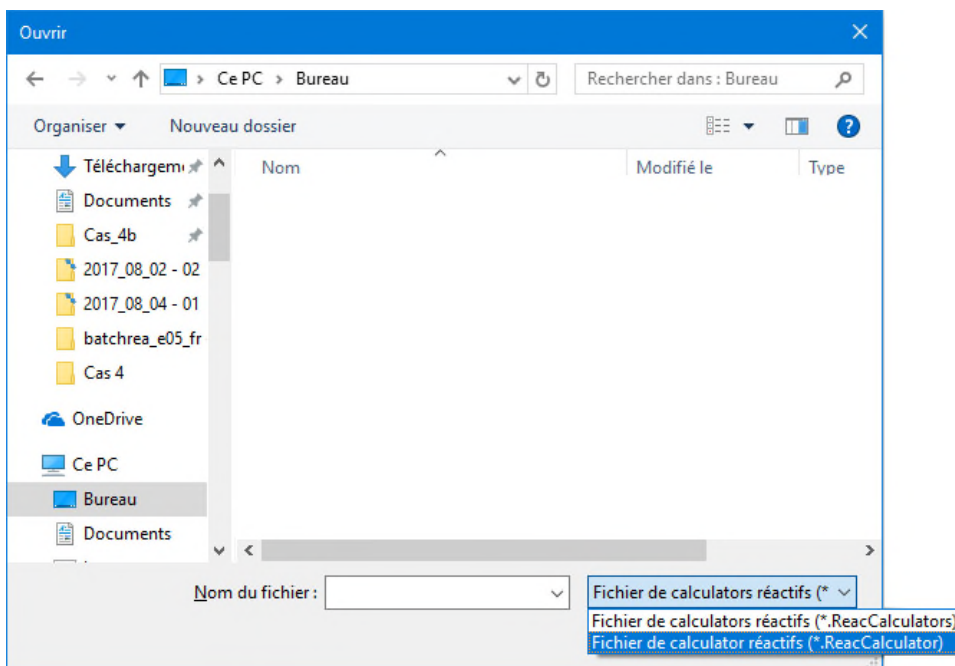
Il est le troisième d'une série de trois exemples traitants de la synthèse et de la purification du thymol. Le premier exemple « SIMKIN\_EX\_FR - Thymol » permet d'identifier les paramètres des réactions chimiques. Le second exemple « BATCHREA\_EX\_FR - Thymol » traite de la synthèse du thymol.

## 2. CONSTITUANTS, MODELE THERMODYNAMIQUE

Les constituants, le modèle thermodynamique ainsi que le modèle cinétique (schéma réactionnel et paramètres des réactions) vont être chargés directement à partir du fichier « .ReacCalcultor » généré à la fin de l'exemple « SIMKIN\_EX\_FR - Thymol ». Pour cela, dans l'éditeur de calculators, supprimez le calculator créé par défaut puis utilisez le menu « Fichier/Ouvrir... »



Dans la fenêtre « Ouvrir », sélectionnez « Fichier de calculator réactifs (.ReacCalculator) » comme type de fichier.



Note : Le propylène restant en fin de synthèse est éliminé par dégazage et donc non transféré dans le bouilleur de la colonne. Le constituant « propylène » peut donc être supprimé de la liste des constituants. De par l'absence de propylène, les réactions chimiques n'auront pas lieu. Celles-ci peuvent donc être supprimées ou rendues inactives.

### 3. SIMULATION

#### 3.1. Description du procédé

##### 3.1.1. Colonne

La colonne comporte 56 étages théoriques, bouilleur et condenseur compris.

Trois bacs de recette seront utilisés lors de l'opération de distillation.

La charge initiale est détaillée ci-dessous. Elle correspond au contenu du réacteur de synthèse à la fin de la réaction moins le propylène (cf. exemple « BATCHREA\_EX\_FR - Thymol »).

✓	Température	25°C
✓	Masse totale	1 825 kg
✓	Composition	m-crésol 27,9541% pds.
		Thymol 24,3378% pds.
		3M2P 18,7774% pds.
		3M5P 2,3200% pds.
		3M4P 26,6107% pds.

Les retenues liquides sont supposées constantes tout au long de la distillation :

✓	Condenseur	5 l
✓	Colonne	4 l par étage théorique

Le profil de pression est également supposé constant tout au long de la distillation

✓	Condenseur	40 mmHg
✓	Perte de charge	10 mmHg

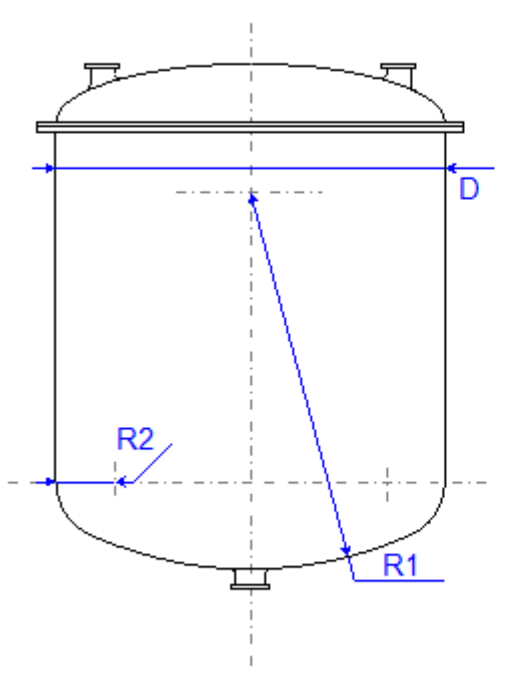
##### 3.1.2. Condenseur

Le condenseur est supposé idéal total tout au long de la distillation.

### 3.1.3. Bouilleur

Les caractéristiques du fond du bouilleur sont présentées ci-dessous.

Image



Type de géométrie de fond de cuve  
Torisphérique

Paramètres

Nombre de chicanes	0
Diamètre de la cuve (D)	1,2 m
Hauteur du fond de la cuve (H)	0 m
Rayon de courbure n°1 (R1)	1,2 m
Rayon de courbure n°2 (R2)	0,12 m

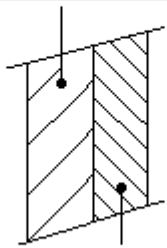
La paroi du bouilleur est définie ainsi :

Nombre de matériaux de la paroi 1

Matériau n° 1

Epaisseur	10 mm
Masse	0 kg

Côté PROCEDE



Côté UTILITE

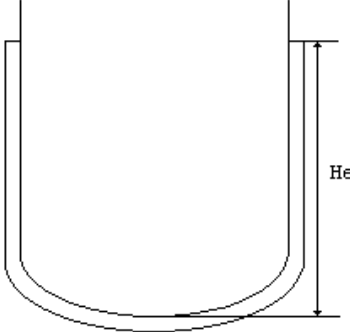
Matériau n° 2

Epaisseur	0 m
Masse	0 kg

La conductivité thermique de la paroi est considérée comme étant égale à  $19 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . La conductivité thermique est spécifiée pour chaque étape.

### 3.1.4. Dispositif de chauffe du bouilleur

Le bouilleur de la colonne est équipé d'un dispositif d'échange par la paroi (double enveloppe) dont les caractéristiques sont données ci-dessous :



**Disposition**

Latéral

Disjoint

Joint

Fond

**Caractéristique de la double enveloppe**

Aucune

Buses d'injection

Faussettes

Chicanes

**Paramètres géométriques**

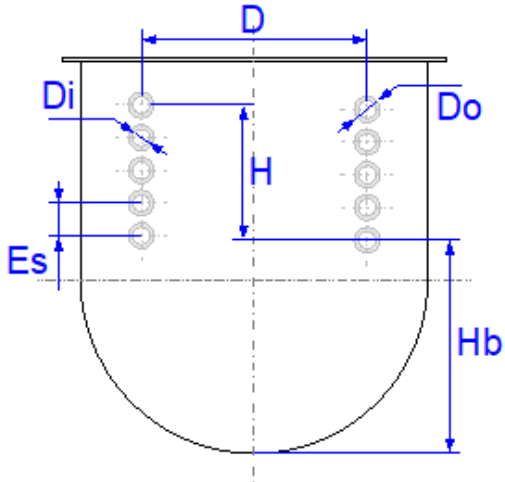
Espacement entre les chicanes (Ec)	10 cm
Distance entre les parois de cuve et de double enveloppe (Ee)	2,5 cm
Hauteur latérale (ou totale) de double enveloppe (He)	1,7 m
Distance entre le fond de cuve et le bas de double enveloppe (Hj)	0 m
Epaisseur de la double enveloppe (Ede)	0 m
Nombre de buses d'injection	3
Diamètre des buses	0,015 m
Rugosité moyenne dans la double enveloppe	4,57E-5 m

**Sens de circulation du fluide utilisé**

Vers le haut

Vers le bas

Ainsi que d'un échangeur de chaleur immergé (serpentin) dont les caractéristiques sont :



**Paramètres**

Diamètre du serpentin (D)	1 m
Hauteur du serpentin (H)	1,4 m
Diamètre extérieur du tube (Do)	56,34 mm
Diamètre intérieur du tube (Di)	50,8 mm
Espacement du serpentin (Es)	10 cm
Distance serpentin-fond de cuve (Hb)	30 cm

Le fluide thermique utilisé est le même pour les deux systèmes, il est décrit dans le tableau ci-dessous :

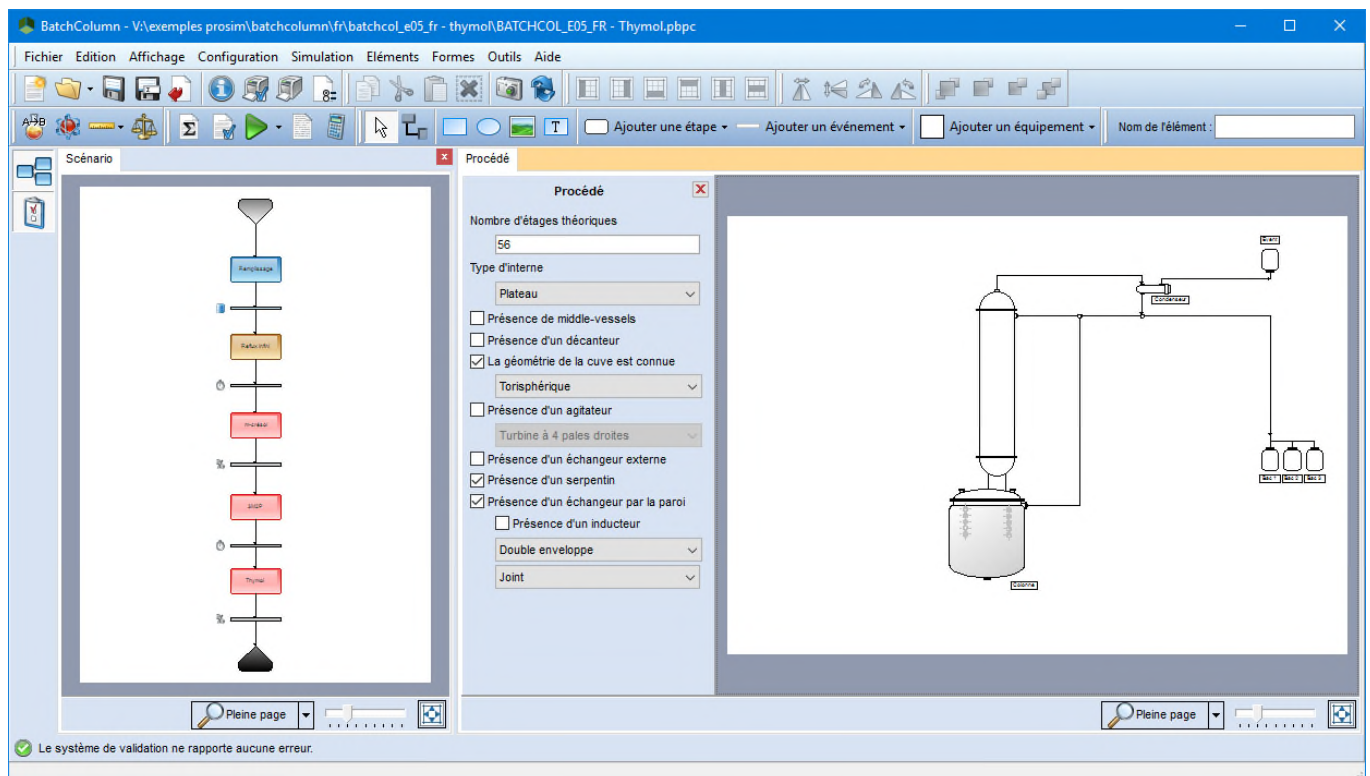
Fluide caloporteur (identique pour toutes les étapes)		
Echangeur	Par la paroi	Serpentin
Fluide	Gilotherm DO RP (150 300)	
Débit	400 kg/h	1 350 kg/h
Température d'entrée	300°C	

### 3.1.5. Mode opératoire

Le mode opératoire est constitué de cinq étapes. Au cours de la première étape, la colonne est remplie. Une seconde étape, à reflux infini, permet de classer les produits dans la colonne. La troisième étape permet de récupérer un maximum de m-crésol en vue de son recyclage. L'étape suivante, une inter-coupe, permet d'éliminer essentiellement le 3M2P. La dernière étape est la production du thymol. Les paramètres opératoires de ces étapes sont précisés dans le tableau suivant :

Paramètre	Etape 1 Remplissage	Etape 2 Reflux infini	Etape 3 Coupe m-crésol	Etape 4 Elimination du 3M2P	Etape 5 Coupe thymol
Type	Remplissage	Reflux infini	Distillation		
Fonctionnement	Flux thermique variable				
Taux de reflux	-	-	2,5	50	
Bac de recette	-	-	Bac 1	Bac 2	Bac 3
Evènement d'arrêt	Colonne remplie	Durée de l'étape = 40 min	Teneur en m-crésol dans le bac 1 < 99,9% pds.	Durée de l'étape = 26 h	Teneur en thymol dans le bac 3 < 87% pds.

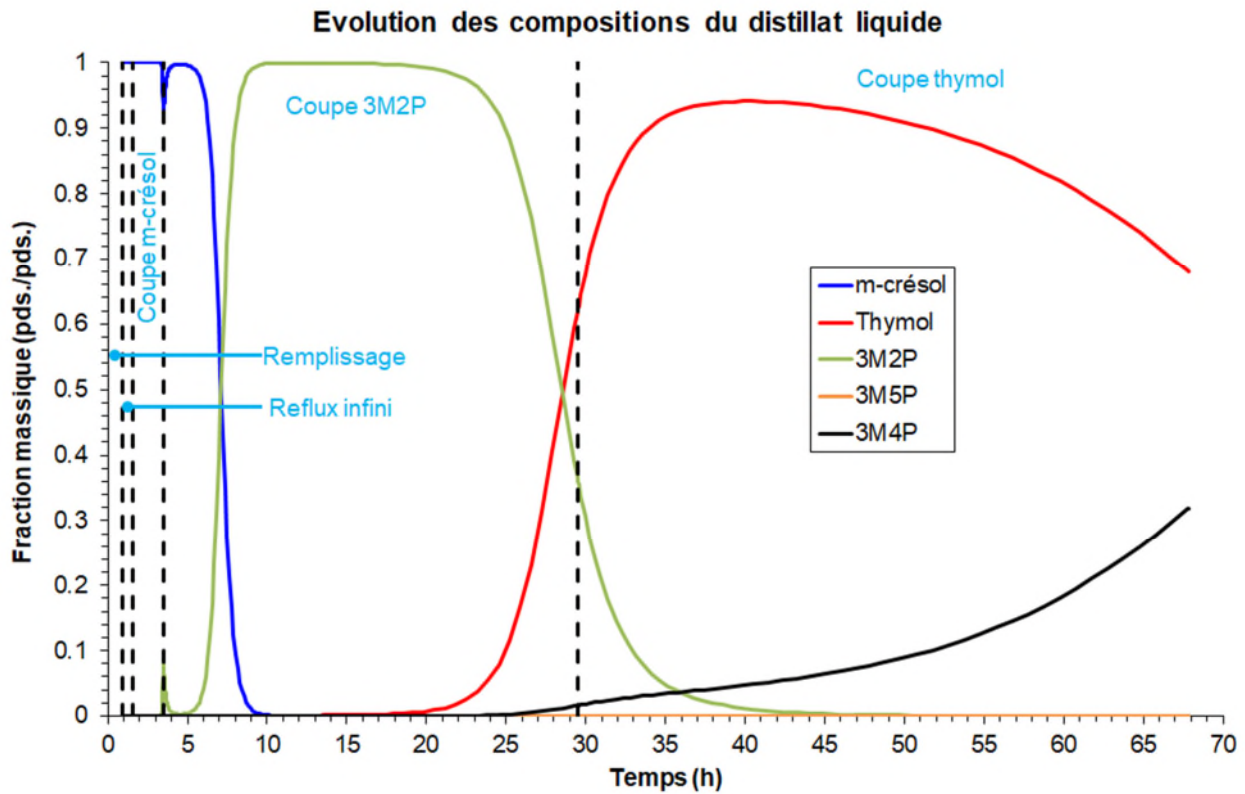
Le scénario est présenté à gauche de l'écran, et le schéma procédé sur la droite.





### 3.2. Résultats

Lors de l'étape de remplissage, il n'y a pas de distillat liquide. Lors de l'étape 3, le distillat liquide se compose quasi-exclusivement de m-crésol. La coupe m-crésol est arrêtée dès que du 3M2P commence à être présent à une teneur significative. La coupe 3M2P contient le 3M2P, le m-crésol restant et le thymol qui commence à être présent en tête de la colonne. La coupe thymol est arrêtée lorsque le bac de recette est à la spécification souhaitée.



Le tableau ci-dessous présente le contenu des bacs de recette, du bouilleur et des retenues liquides (condenseur et plateaux) en fin d'opération. Le 3M5P et le 3M4P restent majoritairement dans le bouilleur et les retenues liquides dans la colonne.

	Bac 1	Bac 2	Bac 3	Bouilleur	Retenues liquides
<b>Masse (kg)</b>	405	408	401	376	184
<b>Composition (% massique)</b>					
<b>m-crésol</b>	99,90	13,51	0	0	0
<b>Thymol</b>	8 ppm pds.	5,89	87,00	5,69	27,01
<b>3M2P</b>	0,10	80,47	3,43	0,1 ppm pds.	1 ppm pds.
<b>3M5P</b>	0	Traces	Traces	10,89	0,75
<b>3M4P</b>	0,4 ppm pds.	0,13	9,57	83,42	72,24