EXEMPLE D'APPLICATION BATCHCOLUMN

PURIFICATION DU THYMOL PAR DISTILLATION BATCH

INTERET DE L'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.

DIFFUSION	☑ Libre Internet	☐ Réservée clients	☐ Restreinte	☐ Confidentielle

FICHIER BATCHCOLUMN CORRESPONDANT	*BATCHCOL_EX_FR - Thymol.pbpc*

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 réel il ne doit pas être considéré comme un modèle de ce type de procédé et les données utilisées ne sont pas toujours les plus exactes disponibles. Fives ProSim ne pourra en aucun cas être tenu pour responsable de l'application qui pourra être faite des calculs basés sur cet exemple.

Fives ProSim
Siège social : Immeuble Stratège A - 51 rue Ampère - 31670 Labège - FRANCE
Tél. : +33 (0)5 62 88 24 30
S.A.S. au capital de 147 800 € - 350 476 487 R.C.S. Toulouse - Siret 350 476 487 00037 - APE 5829C - N° TVA FR 10 350 476 487
www.fivesgroup.com / www.fives-prosim.com

TABLE DES MATIERES

1. INTRODUCTION 3

2. CONSTITUANTS, MODELE THERMODYNAMIQUE 4

3. SIMULATION 5

3.1. Description du procédé 5

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

3.2. Résultats 9

Copyright © 2025 Fives ProSim, Labège, France –Tous droits réservés

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.

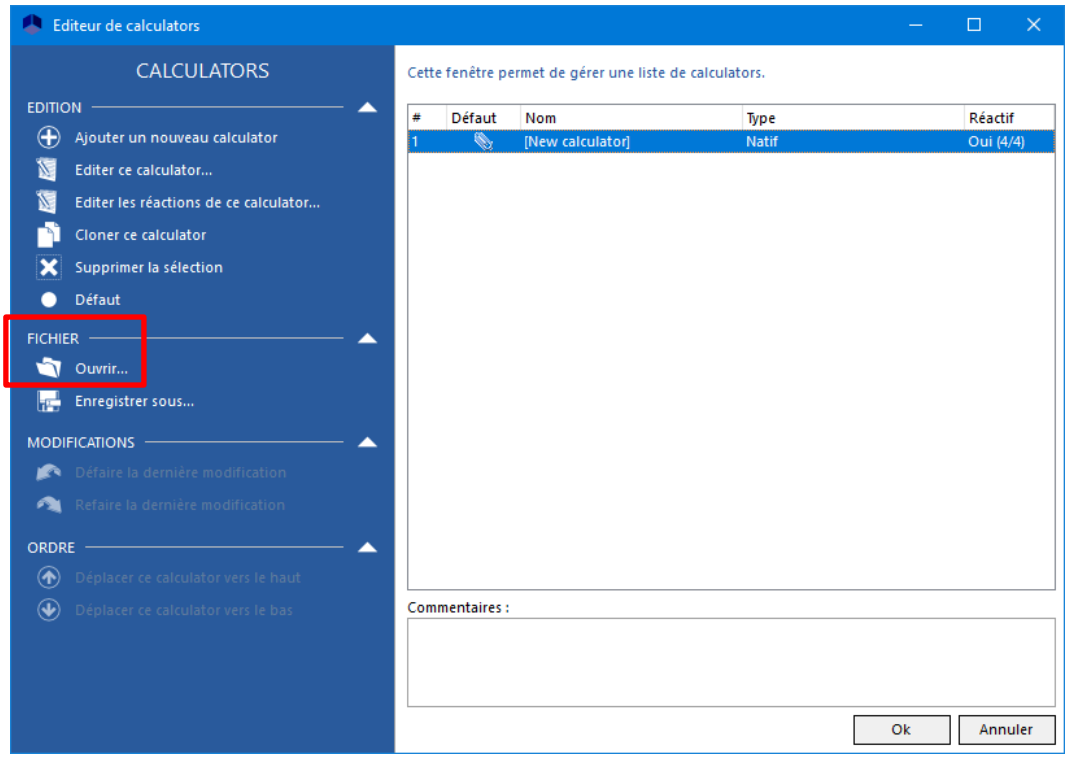
Cet exemple traite de la purification du thymol et de la récupération du m-crésol n'ayant pas réagi par une distillation batch. Le mode opératoire comprend cinq étapes : remplissage de la colonne, classement des produits par un reflux total, coupe m-crésol, inter-coupe et coupe thymol. Les éléments technologiques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

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.

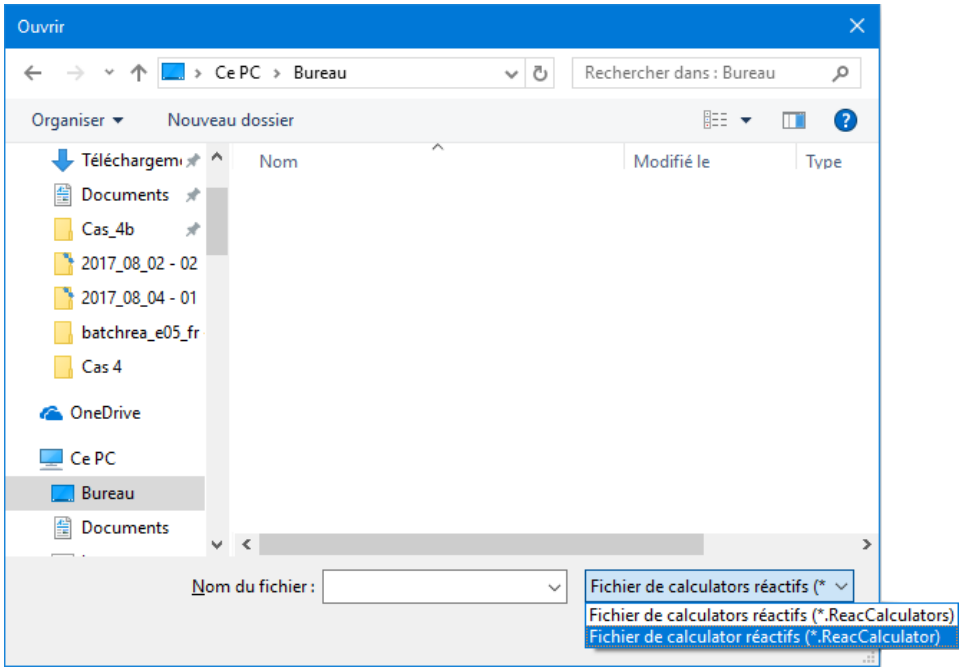
Copyright © 2025 Fives ProSim, Labège, France –Tous droits réservés

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.



Copyright © 2025 Fives ProSim, Labège, France –Tous droits réservés

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

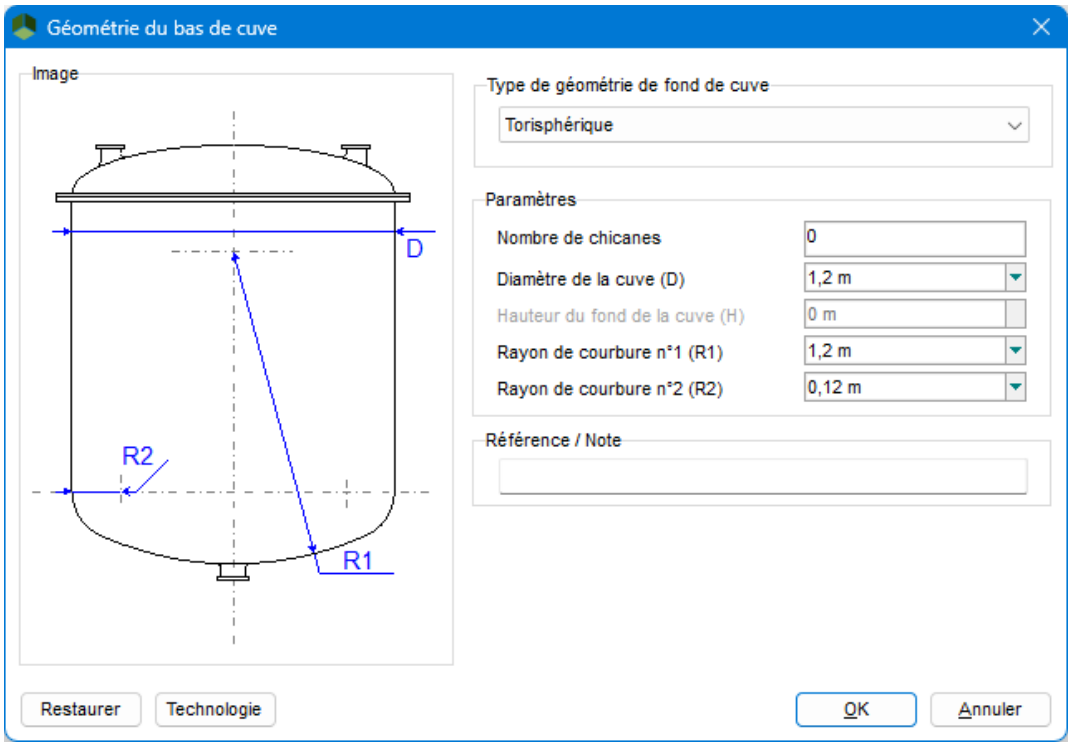
3.1.2. Condenseur

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

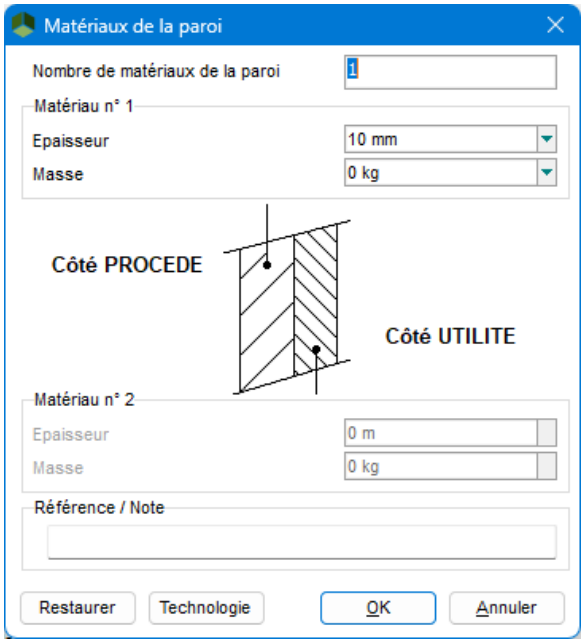
Copyright © 2025 Fives ProSim, Labège, France –Tous droits réservés

3.1.3. Bouilleur

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



La paroi du bouilleur est définie ainsi :

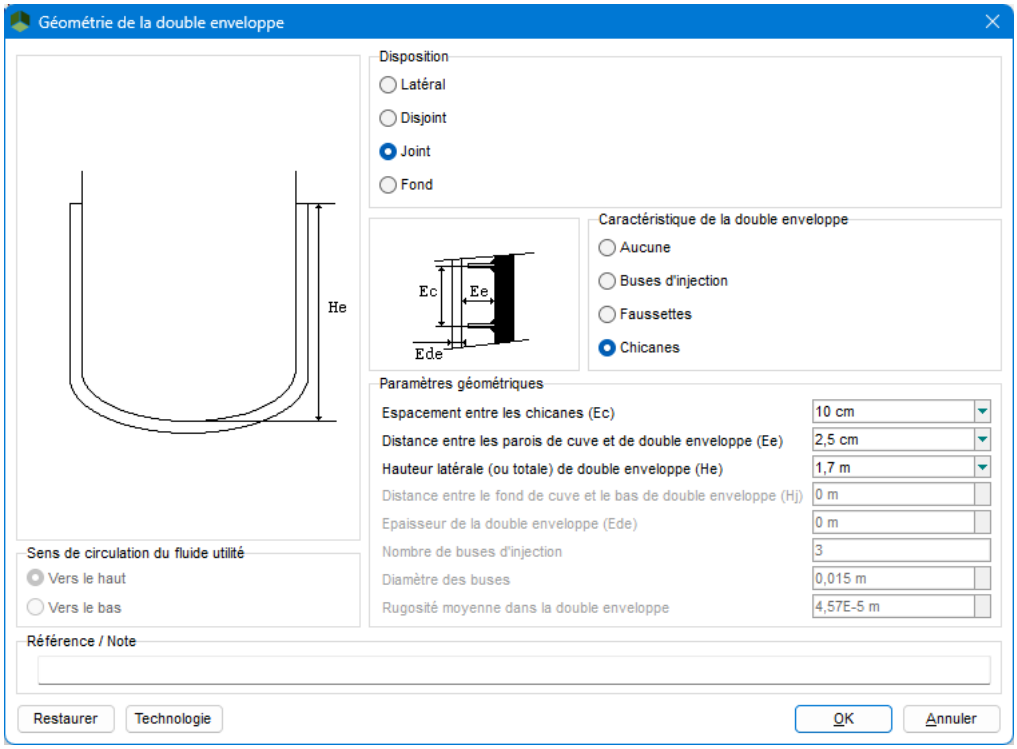


La conductivité thermique de la paroi est considérée comme étant égale à 19 $W.m^{-1}.K^{-1}$. La conductivité thermique est spécifiée pour chaque étape.

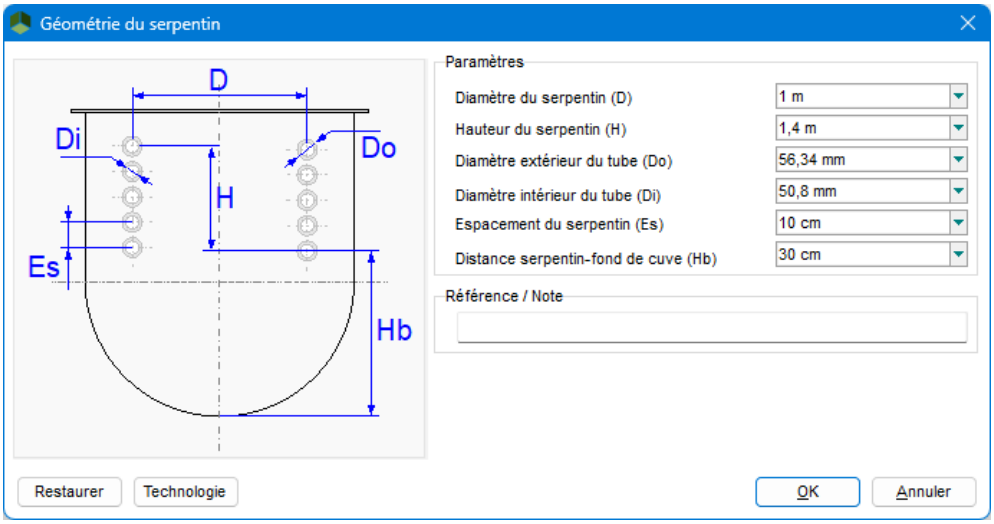
Copyright © 2025 Fives ProSim, Labège, France –Tous droits réservés

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 :



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



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	

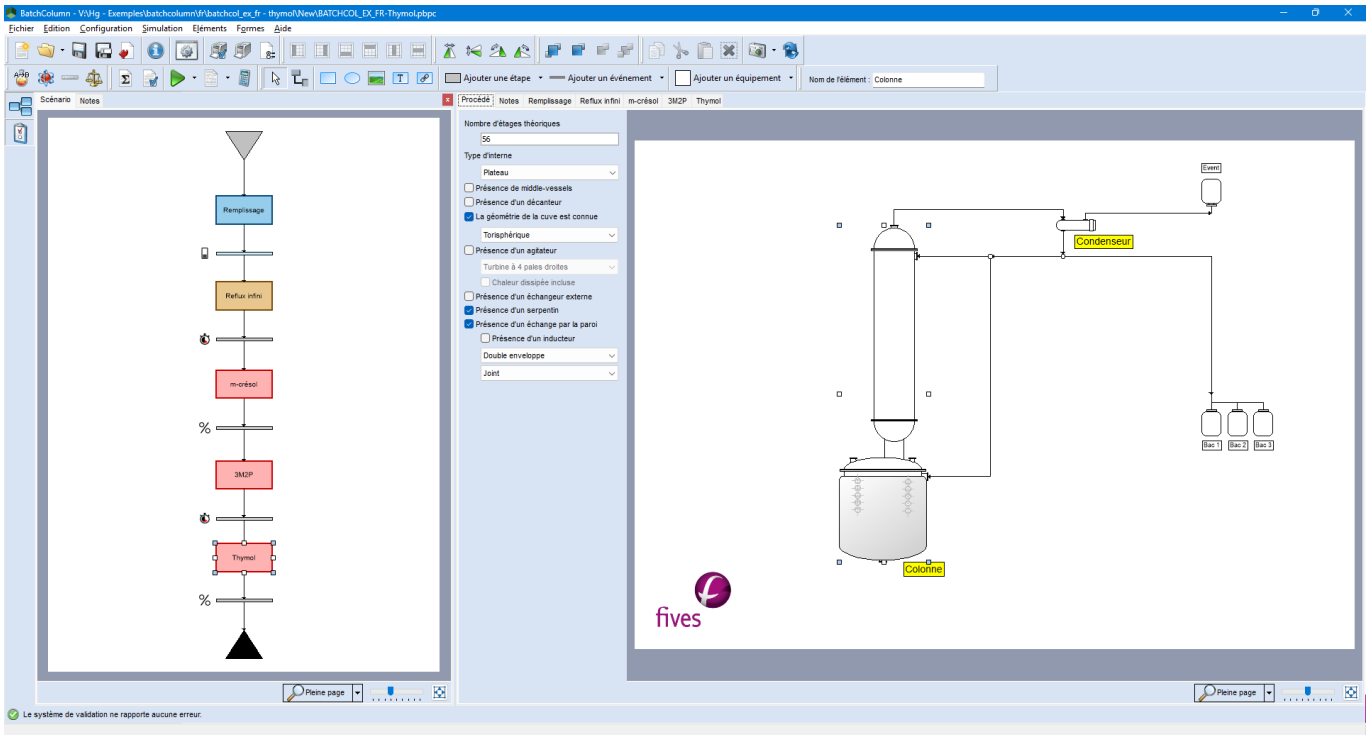
Copyright © 2025 Fives ProSim, Labège, France –Tous droits réservés

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 :

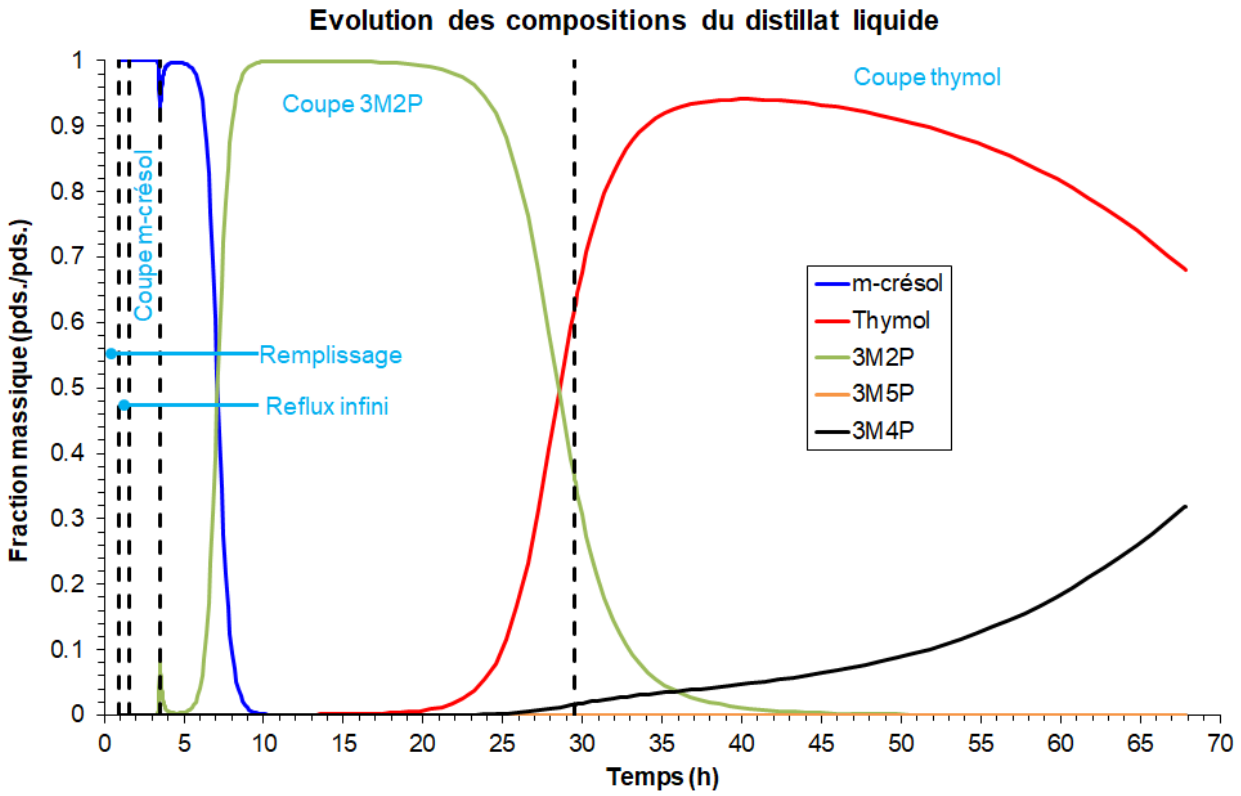
Paramètre	Etape 1 Remplissage	Etape 2 Reflux infini	Etape 3 Coupe m-crésol	Etape4 Elimination du 3M2P	Etape 5 Coupe thymol
Type	Remplissage	Reflux infini	Distillation		
Fonctionnement	Flux thermique variable				
Taux de reflux	-		2,5	50	
Bac de recette	-		Bac 1	Bac 2	Bac 3
Evènement d'arrêt	Colonne remplie	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 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
Masse (kg)	405	408	401	376	184
Composition (% massique)					
m-crésol	99,90	13,51	0	0	0
Thymol	8 ppm pds.	5,89	87,00	5,69	27,01
3M2P	0,10	80,47	3,43	0,1 ppm pds.	1 ppm pds.
3M5P	0	Traces	Traces	10,89	0,75
3M4P	0,4 ppm pds.	0,13	9,57	83,42	72,24

Copyright © 2025 Fives ProSim, Labège, France –Tous droits réservés