

EXEMPLE D'APPLICATION BATCHCOLUMN

REGENERATION DE SOLVANTS

INTERET DE L'EXEMPLE

Cet exemple permet d'appréhender la simulation avec BatchColumn d'une régénération de solvants. Un scénario est proposé permettant la séparation du méthanol, de l'acétone, du dichlorométhane et du diacétone alcool.

DIFFUSION	<input checked="" type="checkbox"/> Libre Internet	<input type="checkbox"/> Réservée clients	<input type="checkbox"/> Restreinte	<input type="checkbox"/> Confidentielle
-----------	--	---	-------------------------------------	---

FICHIER BATCHCOLUMN CORRESPONDANT

BATCHCOL_EX_FR-Regeneration-de-solvant.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.

Energy

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.....	5
3.	MODELE THERMODYNAMIQUE.....	5
4.	SIMULATION	6
4.1.	Description du procédé	6
4.1.1.	Colonne	6
4.1.2.	Condenseur	6
4.1.3.	Bouilleur.....	6
4.2.	Mode opératoire	7
5.	RESULTATS	9
5.1.	Profils	9
5.2.	Résultats tabulés.....	10
6.	BIBLIOGRAPHIE	11

1. INTRODUCTION

De la production de médicaments à la fabrication de gants en caoutchouc ménagers, les solvants jouent un rôle essentiel dans la société moderne. Cependant, ils ont une chose en commun : l'utilisation intensive de solvants. La présence de solvant dans les produits finaux est négligeable [SMA02]. Il est donc nécessaire de se poser la question de leur régénération pour éviter leur rejet ou leur incinération. La distillation discontinue (batch) est l'un des moyens utilisés pour régénérer ces solvants.

La distillation discontinue est un procédé fréquemment utilisé dans la chimie fine et l'industrie pharmaceutique car elle peut être utilisée pour traiter des mélanges de quantité et de composition variables. Pour la distillation discontinue, plusieurs coupes peuvent être réalisées, ce qui est particulièrement utile lorsqu'un mélange de solvants est traité, car les composants de ce mélange forment souvent des azéotropes les uns avec les autres. Les composants principaux à récupérer sont obtenus dans la ou les coupes principales, tandis que les composants et les azéotropes ayant un point d'ébullition inférieur ou supérieur à celui du composant principal sont éliminés dans, respectivement, les avant-coupes ou les après-coupes (inter-coupes) [NEM20]. Dans l'industrie, il arrive fréquemment qu'une quantité donnée de solvant résiduel doive être traitée dans un intervalle de temps donné ; dans le cas contraire, la quantité non traitée est incinérée. Par conséquent, l'augmentation de la capacité de traitement des déchets par solvant pourrait être cruciale afin de rendre l'ensemble de la production plus propre, ce qui signifie que moins de déchets sont produits, plus de solvant est récupéré et recyclé, et que l'empreinte environnementale de l'ensemble du processus est réduite [NEM20].

BatchColumn, le logiciel de simulation de colonne de distillation discontinues de Fives ProSim, permet notamment de simuler les procédés de régénération de solvant. Il permet entre-autre d'adapter le scénario au mélange à traiter, d'optimiser les événements d'arrêt pour maximiser la pureté des produits d'intérêt, diminuer les inter-coupes, réduire la durée opératoire, la consommation énergétique, etc.

Dans cet exemple un mélange de méthanol, d'acétone, de dichlorométhane et de diacétone alcool est considéré. La régénération est effectuée sous pression réduite : 100 mmHg. Le tableau ci-dessous présente, dans l'ordre croissant des températures de bulle, les 4 corps purs et les deux azéotropes homogènes que le méthanol forme avec l'acétone et le dichlorométhane.

Constituant		T _{bulle} ou T _{azéotrope} (°C)	Fraction molaire du constituant 1	Type du système
1	2			
Méthanol	Dichlorométhane	-7,98	0,0754	Homogène
Dichlorométhane	-	-7,14	-	-
Méthanol	Acétone	7,16	0,0345	Homogène
Acétone	-	7,18	-	-
Méthanol	-	20,63	-	-
Diacétone alcool	-	107,15	-	-

A partir du tableau précédent, il est proposé un découpage en 5 parties du scénario afin de récupérer chaque solvant avec une pureté acceptable :

1) Remplissage de la colonne

Cette étape permet de chauffer la charge initiale de la colonne de sa température de stockage (0°C) à sa température d'ébullition puis de remplir les retenus liquides des internes et du condenseur.

2) Récupération du dichlorométhane

Le dichlorométhane est récupéré dans un bac dédié au cours d'une succession d'étapes de distillation alternant avec des étapes à reflux total. Les étapes à reflux total permettent de reclasser la colonne en faisant redescendre les lourds en fond de colonne.

3) Inter-coupe

Un bac dédié permet de finir de récupérer le méthanol, le dichlorométhane et l'azéotrope méthanol – acétone afin d'obtenir le maximum d'acétone à la pureté voulue dans la partie suivante.

4) Récupération de l'acétone

L'acétone est récupérée en une étape dans un bac dédié.

5) Récupération du méthanol

Le méthanol est récupéré en une étape dans un bac dédié.

Le diacétone alcool étant le plus lourds, il sera récupéré dans le bouilleur à la fin des opérations.

2. CONSTITUANTS

Les constituants pris en compte dans la simulation sont les suivants :

Nom	Formule	Numéro CAS ¹
Méthanol	CH ₄ O	67-56-1
Acétone	C ₃ H ₆ O	67-64-1
Dichlorométhane	CH ₂ Cl ₂	75-09-2
Diacétone alcool	C ₆ H ₁₂ O ₂	123-42-2

Les constituants proviennent de la base de données standard de Simulis Thermodynamics, serveur de calculs de propriétés physico-chimiques et d'équilibres entre phases utilisé dans BatchColumn. Les propriétés physico-chimiques stockées dans cette base de données sont issues de la base DIPPR [ROW24].

3. MODELE THERMODYNAMIQUE

Du fait du niveau de pression dans ce procédé (100 mmHg) et de la nature polaire des constituants, le profil thermodynamique NRTL [REN68] est retenu. Ce modèle repose sur une approche dite hétérogène. Ce modèle non prédictif nécessite des paramètres d'interaction binaire. Ceux pris en compte sont listés ci-après.

Binaires	C _{ij}	C _{ji}	α _{ij}	C _{ij} ^T	C _{ji} ^T	α _{ij} ^T
Méthanol – Acétone	167,81	320,05	0,3	1,4923	-2.6727	0
Méthanol – Dichlorométhane	74,14	1517,35	0,4830	0	0	0
Méthanol – Diacétone alcool	454,65	477,58	0,3	-2,2325	1,0086	0
Acétone – Dichlorométhane	-725,20	641,70	0,3500	0	0	0
Acétone – Diacétone alcool	2127,96	-1624,17	0,2908	0	0	0
Dichlorométhane – Diacétone alcool	1892,81	-765,46	0,3	-21,796	10,905	0

¹ CAS Registry Numbers® are the intellectual property of the American Chemical Society and are used by Fives ProSim SAS with the express permission of ACS. CAS Registry Numbers® have not been verified by ACS and may be inaccurate.

4. SIMULATION

4.1. Description du procédé

4.1.1. Colonne

La colonne comporte 32 étages théoriques, bouilleur et condenseur compris.

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

La charge initiale est détaillée ci-dessous :

- ✓ Température 0°C
- ✓ Masse totale 6 090 kg
- ✓ Composition

Méthanol	19,45% pds.
Acétone	21,96% pds.
Dichlorométhane	56,29% pds.
Diacétone alcool	2,30% pds.

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

- ✓ Condenseur 15 l
- ✓ Colonne 2,5 l par étage théorique

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

- ✓ Condenseur 100 mmHg
- ✓ Perte de charge 10 mmHg

L'efficacité des étages est supposée égale à 1 (chaque étage est supposé être un étage théorique).

4.1.2. Condenseur

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

4.1.3. Bouilleur

Dans cet exemple, la géométrie du système de chauffe du bouilleur, et l'utilité correspondante, ne sont pas définies.

Le système de chauffe est défini directement dans les étapes opératoires par la quantité de chaleur mise en jeu.

4.2. Mode opératoire

Le mode opératoire est constitué de dix étapes. Les paramètres opératoires de ces étapes sont précisés dans les tableaux ci-après. Les paramètres suivants sont les mêmes pour toutes les étapes :

- ✓ Type de fonctionnement : Flux thermique fixé
- ✓ Quantité de chaleur au bouilleur : 500 000 kcal/h
- ✓ Condenseur : Idéal total

Paramètre	Etape 1	Etape 2	Etape 3	Etape 4	Etape 5
	Remplissage	Récupération du dichlorométhane			
Type	Remplissage	Distillation		Marche à reflux infini	Distillation
Taux de reflux	-	2	5	-	5
Bac de recette	-	Bac 1		-	Bac 1
Événement d'arrêt	Colonne remplie	Production totale dans le bac 1 = 2 000 kg	Production totale dans le bac 1 = 2 800 kg	Durée de l'étape = 30 min	Pureté massique en dichlorométhane dans bac 1 < 0,96

Paramètre	Etape 6	Etape 7	Etape 8	Etape 9	Etape 10
	Récupération du dichlorométhane		Inter-coupe	Récupération de l'acétone	Récupération du méthanol
Type	Marche à reflux infini	Distillation			
Taux de reflux	-	5			
Bac de recette	-	Bac 1	Bac 2	Bac 3	Bac 4
Événement d'arrêt	Durée de l'étape = 30 min	Pureté massique en dichlorométhane dans bac 1 < 0,95	Production totale dans le bac 2 = 560 kg	Pureté massique en acétone dans bac 3 < 0,9	Charge massique au bouilleur < 150 kg

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

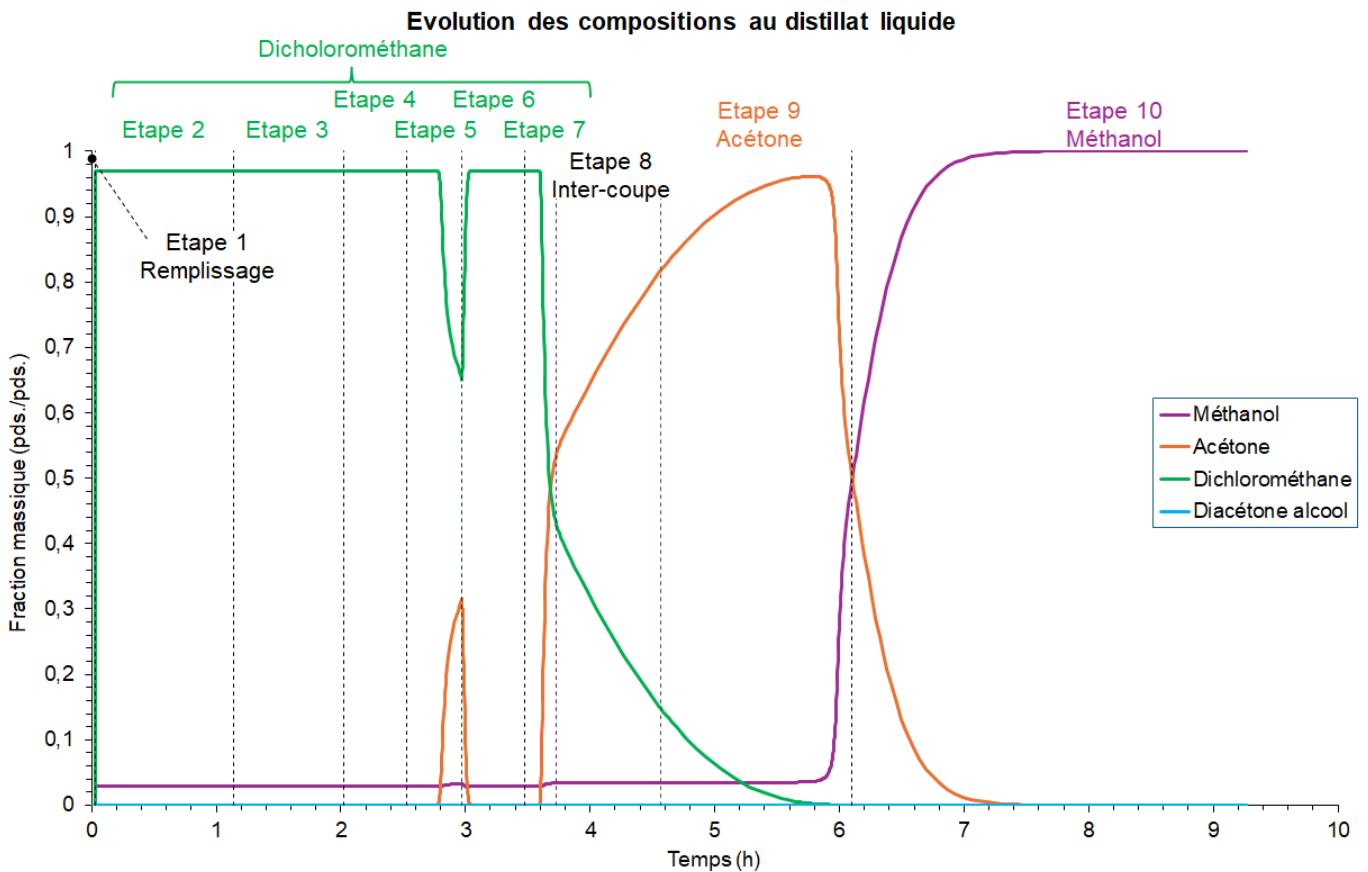
The screenshot displays the Fives ProSim software interface. On the left, the 'Scénario' (Scenario) window shows a flowchart with 10 stages (Etape 1 to Etape 10) connected by lines, indicating a sequential process. The stages are color-coded: Etape 1 is blue, Etape 2 is red, Etape 3 is red, Etape 4 is yellow, Etape 5 is red, Etape 6 is yellow, Etape 7 is red, Etape 8 is red, Etape 9 is red, and Etape 10 is red. On the right, the 'Procédé' (Process) window shows a detailed schematic of the process. It includes a large vertical column labeled 'Colonne', a condenser labeled 'Condenseur', and three smaller columns labeled 'MAC1', 'MAC2', and 'MAC3'. The interface also features a central control panel with various settings and checkboxes, and a status bar at the bottom indicating 'Le système de validation ne rapporte aucune erreur.'

5. RESULTATS

5.1. Profils

Plusieurs profils sont disponibles en fin de simulation (températures, compositions au distillat liquide et au bouilleur, compositions dans les bacs, etc.), avec notamment la figure ci-dessous. Celle-ci montre l'évolution des fractions massiques au distillat liquide. Les solvants se retrouvent en tête au fur et à mesure de l'évolution du scénario en fonction de leur température de bulle. Ces profils permettent de visualiser, entre-autres :

- ✓ L'effet du reflux total de l'étape 6 qui permet de réaugmenter la teneur en dichlorométhane suite au début d'épuisement en fin d'étape 5.
- ✓ L'effet de l'inter-coupe de l'étape 8 qui permet d'accélérer l'épuisement du dichlorométhane et la montée de l'acétone.



5.2. Résultats tabulés

Le rapport Word généré à la fin de la simulation contient des tableaux récapitulatifs, entre-autre, le tableau ci-dessous. Celui-ci présente le contenu des bacs de recette, du bouilleur et des retenues liquides (condenseur et plateaux) en fin d'opération. Ce tableau montre que les différents solvants sont correctement séparés dans des bacs dédiés.

	Bac 1	Bac 2	Bac 3	Bac 4	Bouilleur	Retenues liquides
Coupe	Dichlorométhane	Inter-coupe	Acétone	Méthanol	Diacétone alcool	-
Masse (kg)	3 403	560	926	980	150	71
Composition (% massique)						
Méthanol	3,00	3,45	5,71	94,83	6,50	99,23
Acétone	2,00	68,69	90,00	5,17	0	0
Dichlorométhane	95,00	27,86	4,29	0	0	0
Diacétone alcool	0	0	0	0	93,50	0,77

6. BIBLIOGRAPHIE

- [NEM20] NEMETH B., LANG P., HEGELY L., "Optimisation of Solvent Recovery in Two Batch Distillation Columns of Different Size", J. Cleaner Production, 275, 122746 (2020).
- [REN68] RENON H., J.M. PRAUSNITZ, "Local Compositions in Thermodynamic Excess Functions for Liquid Mixtures", AIChE J., 14(3), 135-144 (1968).
- [ROW24] ROWLEY R.L., WILDING W.V., OSCARSON J.L., GILES N.F., "DIPPR® Data Compilation of Pure Chemical Properties", Design Institute for Physical Properties, AIChE (2023).
- [SMA02] SMALLWOOD I.M., "Solvent Recovery Handbook", 2nd ed., CRC Press (2002).