

dans un strippeur extractif batch

Viktória Varga^{1,2}, Endre Rév¹, Vincent Gerbaud², Zoltán Lelkes¹

¹ Department of Chemical Engineering, BUTE, H-1521 Budapest, HONGRIE, cadvv_viki@yahoo.fr, ufo@sunrvy.vent.bme.hu, lelkes@mail.bme.hu

² LGC, INPT, 118 route de Narbonne, F-31077 Toulouse cedex 4, FRANCE, cadvv_viki@yahoo.fr, Vincent.Gerbaud@ensiacet.fr

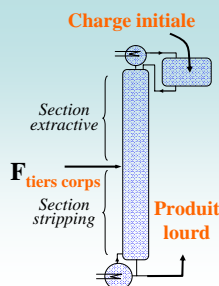


Mots clés

Distillation azéotrope / Distillation extractive / Distillation discontinue (Batch) / Colonne de distillation inverse (strippeur)

I. Objectifs

- Ne pouvant utiliser la distillation conventionnelle discontinue pour séparer des mélanges azéotropiques, nous étudions de nouveaux procédés de distillation, notamment la **distillation extractive discontinue dans un strippeur (BES)** où la charge est introduite dans un bac de tête et le produit est soutiré au bouilleur tandis qu'un tiers corps est alimenté en continu.
- BES** permet de séparer l'azéotrope de point de bulle maximum **eau (EAU) – éthylène diamine (EDA)** en ajoutant en continu un tiers corps, le **méthanol (MeOH)**. Tandis qu'un strippeur non extractif permettrait de soutirer l'azéotrope de point de bulle maximal, l'alimentation de méthanol permet de soutirer l'EDA en pied.



Outils

- équilibre liquide – vapeur :**

$$y_i \cdot P = \gamma_i \cdot x_i \cdot P_i^s(T)$$

équation modifiée de Raoult-Dalton considérant un modèle NRTL pour l'activité de la phase liquide et une phase vapeur idéale.

- calculs des Profils de composition :**

Simulis Thermodynamics® sous Excel (Prosim, 2001).



II. Etude de faisabilité

Elle s'inspire de la méthodologie employée pour la distillation extractive homogène dans une colonne de rectification (Lelkes et al., 1998).

Objectif : obtenir une pureté au résidu en EDA égale à 0,950 en fraction molaire ($x_{W,EDA}=0,95$)

Calcul de profil de composition :

$$\frac{dx_i}{dh} = \frac{V}{L} (y_i - y_i^*(x_i))$$

avec $y_i = \frac{(V-W-F) \cdot x_i - W \cdot x_{i,w} + F \cdot x_{i,f}}{V}$ et $\frac{V}{L} = \frac{V}{V+W-F}$

Critère de faisabilité :

au moins un profil de composition dans la colonne qui, à partir d'une composition dans le bac de tête $x_{T,EDA}$ atteinte la composition souhaitée dans le résidu $x_{W,EDA}$.

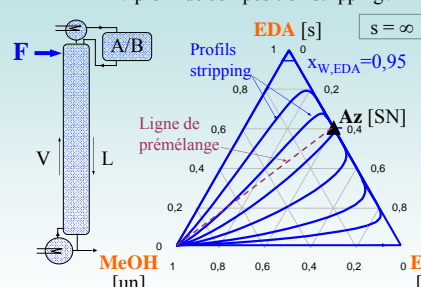
Influence des paramètres sur la faisabilité :
rechercher les paramètres limitants

Étude de la configuration de la colonne :
alimentation en tête, en pied ou au milieu de la colonne.

procédé **BES-Top**

alimentation du tiers corps dans le bac de tête

/ profil de composition stripping /

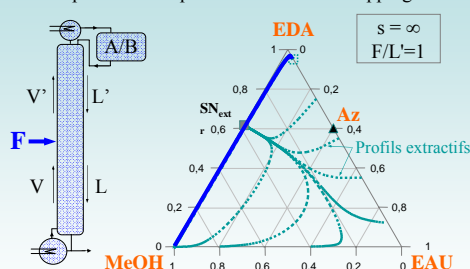


La séparation est **infaisable** à partir de la composition azéotrope même à taux de rebouillage fini, car la région faisable ne croise pas la ligne de prémélange.

procédé **BES-Intermédiaire**

alimentation du tiers corps au milieu

/ profil de composition extractif et stripping /

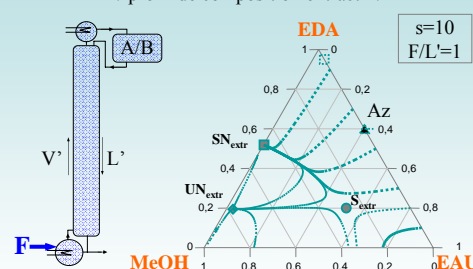


La séparation est **faisable** à partir de la composition azéotrope à taux de rebouillage infini. Il existe s_{Min} ; F/L'_{Min} ; $N_{Extr,Min}$; $N_{Str,Min}$; $N_{Str,Max}$.

procédé **BES-Bottom**

alimentation du tiers corps au pied

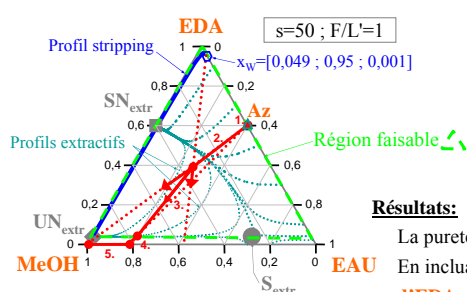
/ profil de composition extractif /



La séparation est **infaisable** même à taux de rebouillage fini, car le noeud stable (SN_{extr}) ne permet pas d'obtenir un produit concentré en EDA.

III. Etapes du procédé et validation par simulation

Validation par simulation rigoureuse (ProsimBatch®).



Résultats:

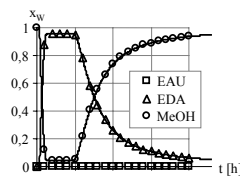
La pureté souhaitée est obtenue après 3 hr et est maintenue pendant 8 hrs (étape 3 : $x_{W,EDA} = 0,9500$; ~34 mol% **EDA** récupéré)

En incluant l'étape 4, ~80 mol% du constituant **EDA** est récupéré en $t = 46$ hr avec 6546 moles de méthanol et une pureté moyenne de 36% d'**EDA** avec moins de 0,03% d'eau. La séparation **EAU - EDA** par le procédé **BES-I** avec ajout de **MeOH** est un succès.

1. Remplissage	$s=\infty$; $F=0$
2. Alimentation tiers corps MeOH	$s=\infty$; $F>0$
3. Soutirage EDA	$s<\infty$; $F>0$
4. Coupe intermédiaire	$s<\infty$; $F=0$
5. Récupération de EAU	$s<\infty$; $F=0$
Tiers corps (MeOH) dans le résidu	

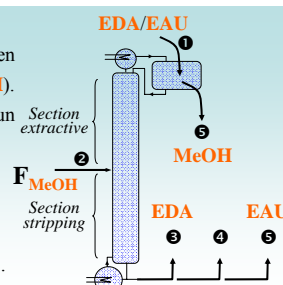
Paramètres:

$N=40$; $N_F=36$;
 $x_{initial}=[0,4 ; 0,6 ; 0,0]$
 $F/L'=2$; $x_f=[0 ; 0 ; 1]$
 $s \sim 55$.



IV. Conclusions

- La séparation du mélange azéotrope à point de bulle maximum **EAU / EDA** est possible en distillation extractive discontinue inverse (**BES**) avec un tiers corps léger, le méthanol (**MeOH**). Le processus approprié pour obtenir un produit de 95% EDA est d'alimenter le tiers corps à un point intermédiaire de la colonne (**BES-I**) mais pas en bas (**BES-B**) ni en tête (**BES-T**).
- Les **paramètres limitant** la faisabilité sont :
 - Le taux de rebouillage : s_{Min}
 - Le débit d'alimentation en tiers corps : F/L'_{Min}
 - Le nombre d'étages dans les différentes sections de la colonne : $N_{Extr,Min}$; $N_{Str,Min}$; $N_{Str,Max}$.



- Procédé retenu : **BES-I** = alimentation de MeOH à un point intermédiaire de la colonne.
- Objectif : $x_{W,EDA} > 95\%$
- Etapes opératoires :
 - remplissage ($F/L'=0$; $s=\infty$)
 - nettoyage ($F/L'>0$; $s=\infty$)
 - production **EDA** ($F/L'>0$; $s<\infty$)
 - coupe intermédiaire
 - Séparation **EAU + MeOH** ($F/L'=0$; $s<\infty$).
- Rendement : ~12% **EDA** récupéré

Références

Lelkes Z., Lang P., Benadda B. et Moszkowicz P., Feasibility of extractive distillation in batch rectification, AIChE J., 44, 4, 810 (1998).
 ProSim SA, 2001, <http://www.prosim.net>.