

# Filière Energie et techniques environnementales

Orientation Energies renouvelables

## Travail de bachelor Diplôme 2017

*William Ruppen*

*Methanation de H<sub>2</sub> renouvelable avec CO<sub>2</sub>*

- *Professeur*  
Christoph Ellert
- *Expert*  
Ian van Herle
- *Date de la remise du rapport*  
18.08.2017

SYND	ETE	TEVI
X	X	X

Filière / Studiengang <b>ETE</b>	Année académique / Studienjahr <b>2016/2017</b>	No TD / Nr. DA <b>er/2017/79</b>
Mandant / Auftraggeber <input checked="" type="checkbox"/> HES—SO Valais <input type="checkbox"/> Industrie <input type="checkbox"/> Etablissement partenaire <i>Partnerinstitution</i>	Etudiant / Student <b>William Ruppen</b>  Professeur / Dozent <b>Christoph Ellert</b>	Lieu d'exécution / Ausführungsort <input checked="" type="checkbox"/> HES—SO Valais <input type="checkbox"/> Industrie <input type="checkbox"/> Etablissement partenaire <i>Partnerinstitution</i>
Travail confidentiel / vertrauliche Arbeit <input type="checkbox"/> oui / ja <sup>1</sup> <input checked="" type="checkbox"/> non / nein	Expert / Experte (données complètes) <b>Ian van Herle</b> EPFL SCI-STI-JVH, Rue de l'Industrie 17, CP 440, 1951 Sion <a href="mailto:ian.vanherle@epfl.ch">ian.vanherle@epfl.ch</a>	


Titre / Titel  
**Methanation de H2 renouvelable avec CO2**

Description / Beschreibung

L'hydrogène renouvelable est sous investigation multiple pour valoriser l'excès de l'énergie renouvelable aux heures de pointe. A part la consommation directe d'H2 par les véhicules, l'injection de l'excès d'H2 dans les réseaux de gaz naturel est limitée à quelques pourcents. Donc la transformation d'hydrogène en méthane devient un des vecteurs intéressants pour le stockage saisonnier d'énergie. Dans un réacteur dédié à cette réaction de méthanation, la température, la pression et la qualité d'un catalyseur influencent la performance. Le but du projet est de caractériser l'efficacité de la transformation en fonction des paramètres de fonctionnement et design. La comparaison d'efficacité de 2 catalyseurs différents (Nickel et RbO) ainsi que leur recyclage (par échauffement ou par plasma) devront aussi être expérimentés.

Objectifs / Ziele

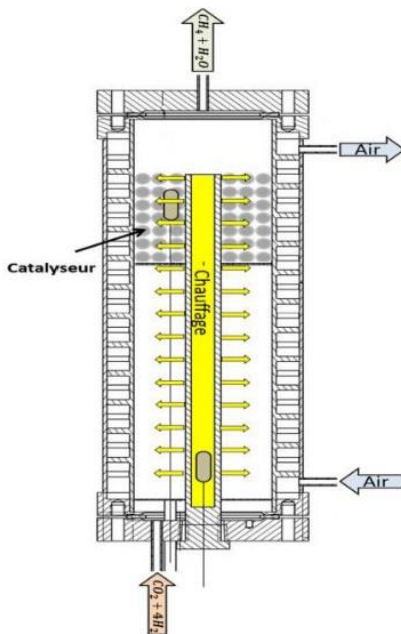
- Caractérisation du méthaniseur sur la toute la gamme des paramètres
- Amélioration du system (réacteur avec périphérie), fournir la documentation habituelle
- Evaluation économique du system et comparaison avec autre options

Signature ou visa / Unterschrift oder Visum	Délais / Termine
Responsable de l'orientation / filière <i>Leiter der Vertiefungsrichtung / Studiengang:</i>  	Attribution du thème / Ausgabe des Auftrags: <b>15.05.2017</b>
  <sup>1</sup> Etudiant / Student :  	Présentation intermédiaire / Zwischenpräsentation <b>08 – 09.06.2017</b>
	Remise du rapport / Abgabe des Schlussberichts: <b>18.08.2017 / 12h00</b>
	Expositions / Ausstellungen der Diplomarbeiten: <b>30.08 – 31.08 – 01.09.2017</b>
	Défense orale / Mündliche Verfechtung: <b>Semaine 36 / Woche 36</b>

<sup>1</sup> Par sa signature, l'étudiant-e s'engage à respecter strictement la directive DI.1.2.02.07 liée au travail de diplôme.  
Durch seine Unterschrift verpflichtet sich der/die Student/in, sich an die Richtlinie DI.1.2.02.07 der Diplomarbeit zu halten.

## Méthanation de H<sub>2</sub> renouvelable avec CO<sub>2</sub>

Diplômant/e William Ruppen



Travail de diplôme  
| édition 2017 |

Filière  
Énergie et techniques  
environnementales

Domaine d'application  
Énergie renouvelable

Professeur responsable  
Christoph Ellert  
christoph.ellert@hevs.ch

### Objectif du projet

Caractériser et améliorer le méthaniseur en fonction de tous les paramètres (température, pression, débit, ratio CO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, le catalyseur...). Fournir la documentation et faire une évaluation économique.

### Méthodes | Expériences | Résultats

La réaction de méthanation est une étape du système « power to gas » (P2G) qui permet de combiner l'hydrogène avec du dioxyde de carbone pour produire du méthane de synthèse (CH<sub>4</sub>) et de l'eau.

La concentration en méthane varie de 0 à 78% selon les paramètres testés. Les meilleurs résultats sont majoritairement obtenus avec un ratio de 0.25.

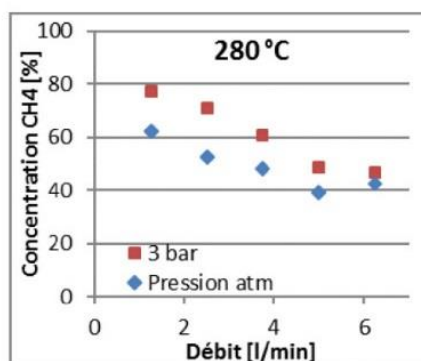
La réaction exothermique de la réaction chimique est tellement grande, que le réacteur doit être refroidi.

En augmentant la pression de 3 bar, la concentration en méthane augmente dans certains cas d'environ 18% pour atteindre au maximum 78%. Avec une surface de catalyseur plus grande, la concentration de méthane est moins sensible au variation de température et de débit. Le catalyseur au ruthénium est environ 30% plus efficace que celui au nickel avec des températures entre 240°C et 300°C.

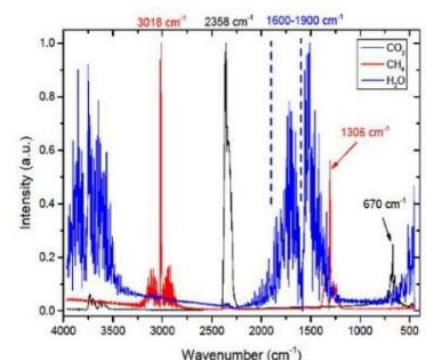
L'installation électrolyseur & méthaniseur atteint un rendement de 42.3%, ce qu'il ne lui permet pas d'être rentable.

Les améliorations suivantes sont proposées :

- Mesurer l'influence de la pression jusque à 30bar
- Mesurer l'homogénéité de la température
- Redessiner le chauffage et le refroidissement du réacteur



La pression et le débit influencent la concentration de méthane. Une pression de 3 bar à un débit de 1.25 l/min améliore de 18% la concentration.



Le spectromètre permet d'analyser le gaz sortant du méthaniseur. Ce qui permet de calculer la concentration de méthane et de CO<sub>2</sub>.

## Table des matières

<b>I. INTRODUCTION.....</b>	<b>5</b>
1.1 PROBLÉMATIQUE .....	5
1.2 PRINCIPE .....	5
1.3 BUT DU TRAVAIL .....	6
<b>II. MÉTHANATION .....</b>	<b>6</b>
<b>III. FONCTIONNEMENT .....</b>	<b>7</b>
<b>IV. PROGRAMMATION .....</b>	<b>9</b>
4.1 PRINCIPE GÉNÉRAL .....	9
4.2 INTERFACE HOMME/MACHINE.....	10
4.3 RÉGULATION .....	12
<b>V. INSTRUMENTS .....</b>	<b>14</b>
5.1 CALIBRATION DES MASS FLOW.....	14
5.2 SPECTROMÉTRIE PAR INFRAROUGE .....	16
5.2.1 Principe.....	16
5.2.2 Calibration .....	17
5.2.3 Contrôles de la calibration .....	19
5.2.4 Comparaison avec l'ancienne calibration.....	20
5.3 CARACTÉRISATION DU COMPORTEMENT THERMIQUE .....	21
5.4 CATALYSEUR.....	22
5.4.1 Fabrication.....	22
5.4.2 Poison .....	22
5.4.3 Désactivation .....	22
<b>VI. ANALYSE ET RÉSULTATS .....</b>	<b>23</b>
6.1 REFROIDISSEMENT DU RÉACTEUR.....	26
6.2 RÉSULTATS.....	27
6.2.1 Catalyseur au nickel (réacteur rempli) .....	27
6.2.2 Catalyseur au nickel (réacteur partiellement rempli) .....	31
6.2.3 Catalyseur au ruthénium (réacteur partiellement rempli).....	35
6.3 INFLUENCE DE LA PRESSION.....	39
6.4 COMPARAISON DES CATALYSEURS .....	40
6.5 RENDEMENT .....	41
6.6 ÉTUDE ÉNERGÉTIQUE .....	42
6.7 ÉTUDE ÉCONOMIQUE.....	43
<b>VII. AMÉLIORATIONS.....</b>	<b>44</b>
<b>VIII. CONCLUSION .....</b>	<b>45</b>

<b>IX. RÉFÉRENCES.....</b>	<b>46</b>
<b>X. ANNEXES .....</b>	<b>47</b>
<b>XI. REMERCIEMENTS .....</b>	<b>47</b>
<b>XII. DATE ET SIGNATURE .....</b>	<b>47</b>

# I. Introduction

## 1.1 Problématique

L'introduction massive de sources d'énergies renouvelables fluctuantes dans le réseau électrique implique des périodes durant lesquelles la production dépasse la demande. Dans le cadre de la transition énergétique, de nouveaux challenges surviennent pour le système énergétique. En effet, au lieu de débrancher du réseau des centrales solaires, éoliennes ou hydroélectriques en cas d'offre excédentaire de courant, l'électricité peut être transformée en gaz naturel synthétique avec l'aide du procédé « Power to Gas ». La transformation d'hydrogène en méthane devient un vecteur intéressant pour le stockage d'énergie.

## 1.2 Principe

Le « Power to Gas » (P2G) utilise l'électricité excédentaire des énergies renouvelables pour produire de l'hydrogène au moyen de l'électrolyse de l'eau. Cet hydrogène peut par la suite être associé à du dioxyde de carbone pour produire du méthane (voir Figure 1). Ce procédé constitue une solution pour relier le réseau d'électricité et de gaz.

Principe du Power to Gas (P2G)

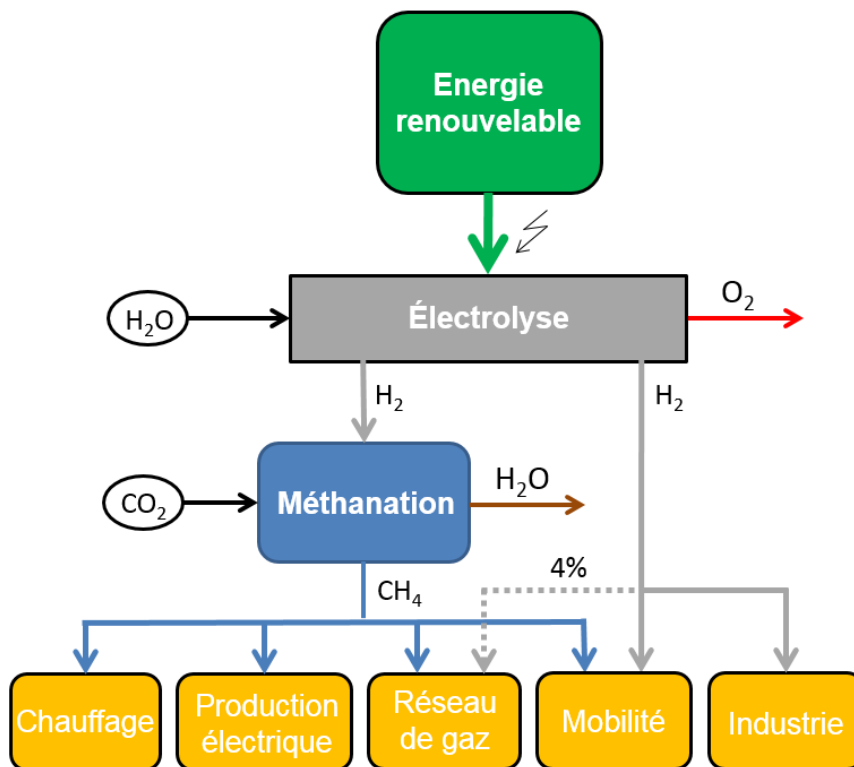


Figure 1: Schéma de principe du système Power to Gas

L'hydrogène produit par l'électrolyse peut être valorisé de plusieurs manières que ce soit pour faire le plein d'une voiture dotée d'une pile à combustible ou par un industriel qui pour ses besoins de procédé utilise de l'hydrogène. Le gaz peut également être localement stocké pour être reconverti ultérieurement. En Suisse, un pourcentage de 4% [Réf 10] peut aussi être injecté dans le réseau de gaz naturel.

La réaction de méthanation est une étape supplémentaire qui permet de combiner l'hydrogène avec du dioxyde de carbone pour produire du méthane de synthèse (CH<sub>4</sub>) et de l'eau. Le gaz produit est utilisable dans plusieurs domaines tels que la production de chaleur (chauffage résidentiel/tertiaire ou industriel, eau chaude sanitaire...) ou en tant que carburant pour la mobilité par des véhicules à moteur à explosion classique (essence ou diesel) adaptés pour fonctionner au méthane ainsi que pour la production d'électricité. Il peut également être injecté dans le réseau de gaz naturel.

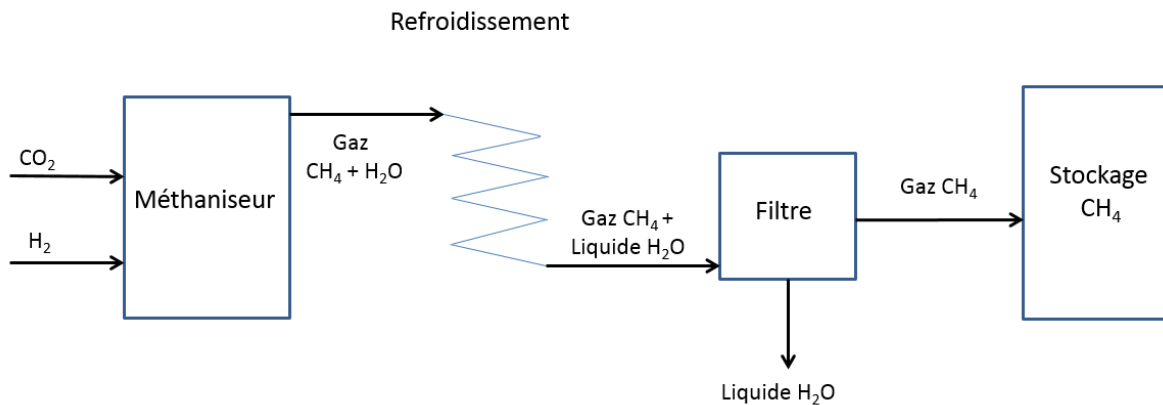


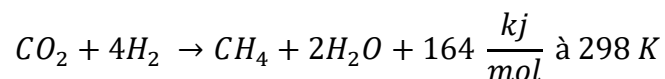
Figure 2: Schéma de principe de la méthanation

### 1.3 But du travail

Durant ce projet, les objectifs sont d'améliorer la partie méthaniseur de l'installation « Power to Gas » qui a déjà été mise en place par un autre étudiant et de caractériser tous les paramètres du réacteur. La comparaison de deux catalyseurs différents ainsi qu'une étude économique du système seront effectuées.

## II. Méthanation

La méthanation du CO<sub>2</sub> afin de produire du méthane a été étudiée dans les années 1980, elle permet de combiner de l'hydrogène et du dioxyde de carbone pour produire du méthane de synthèse et de l'eau. Ce procédé technique a été découvert par un chimiste français Paul Sabatier dans les années 1910. Il est exploité depuis de nombreuses années dans le secteur de la chimie ou par la NASA pour produire de l'eau sur la station internationale. La réaction est la suivante [Réf 2] :



L'injection d'une molécule de CO<sub>2</sub> et de quatre molécules de H<sub>2</sub> permet la réaction d'une molécule de CH<sub>4</sub>.

Ce système apportera une certaine flexibilité, car s'il est raccordé au réseau il offrira une synergie avec des infrastructures déjà existantes. Tels que le captage de CO<sub>2</sub> sur la cheminée d'une usine sidérurgique [Réf 1] ou le couplage avec une unité de méthanisation.

### III. Fonctionnement

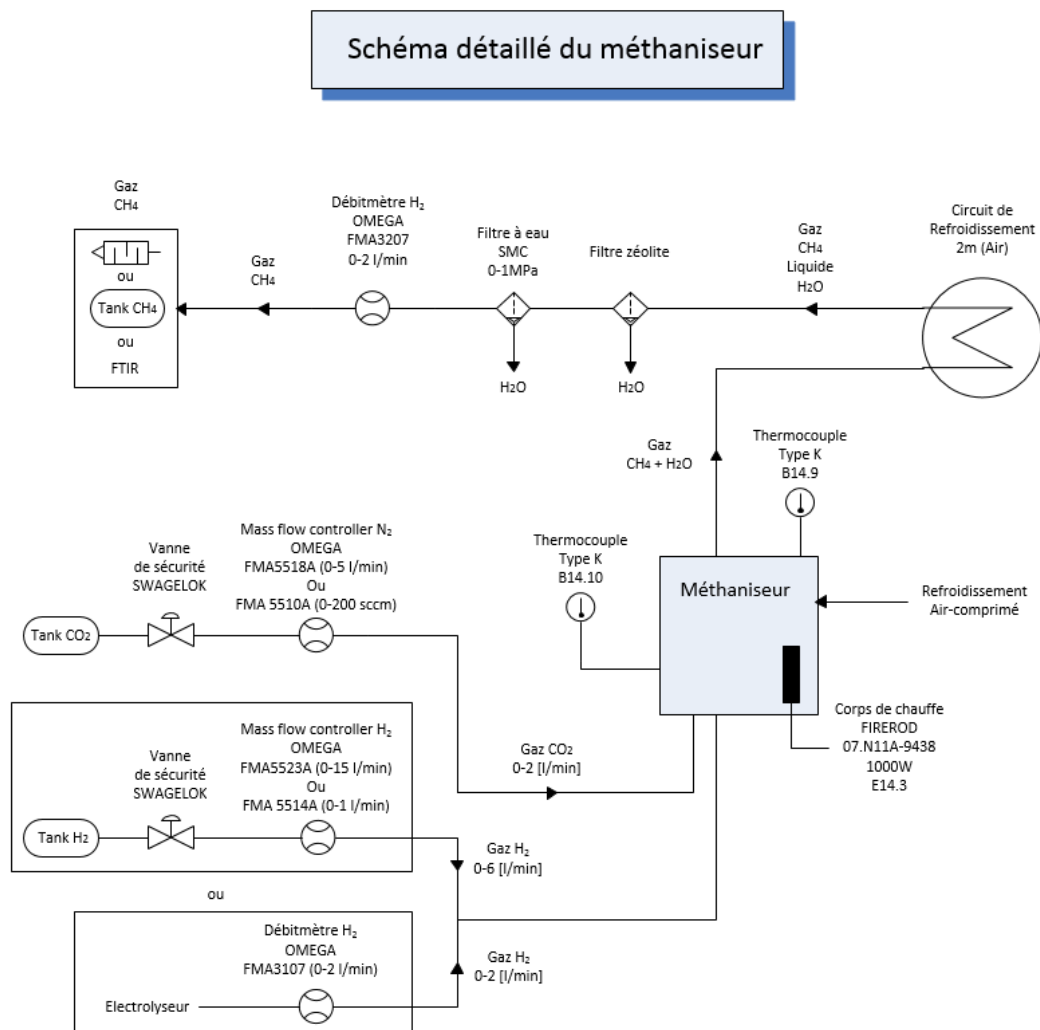


Figure 3: Schéma détaillé du méthaniseur

Le dioxyde de carbone provient d'une bonbonne. L'hydrogène peut également provenir d'une bonbonne ou directement de l'électrolyseur. Les débits des deux gaz sont régulés par les mass flow controller. Les gaz vont ensuite entrer dans le réacteur préalablement chauffé entre 200°C et 300°C et se mélanger. Ils seront en contact avec le catalyseur, ce qui provoquera une réaction chimique produisant du méthane.

Après cette réaction, le gaz est refroidi par un circuit de refroidissement. La vapeur d'eau produite par la réaction passe ainsi de l'état gazeux à l'état liquide. Deux filtres permettent d'enlever tous les résidus d'eau avant que le gaz résiduel traverse un débitmètre.

Pour terminer, le gaz est analysé grâce à un spectromètre, afin de connaître la concentration de méthane se trouvant dans celui-ci, car si la réaction ne s'est pas effectuée complètement, des résidus des gaz n'ayant pas réagi seront présents.



## Le réacteur

Le réacteur utilisé pour la production de méthane a été conçu par M. Spyridon Schoinas [Réf 3] au sein de la HEI. Les plans du réacteur se trouvent en annexe 1.

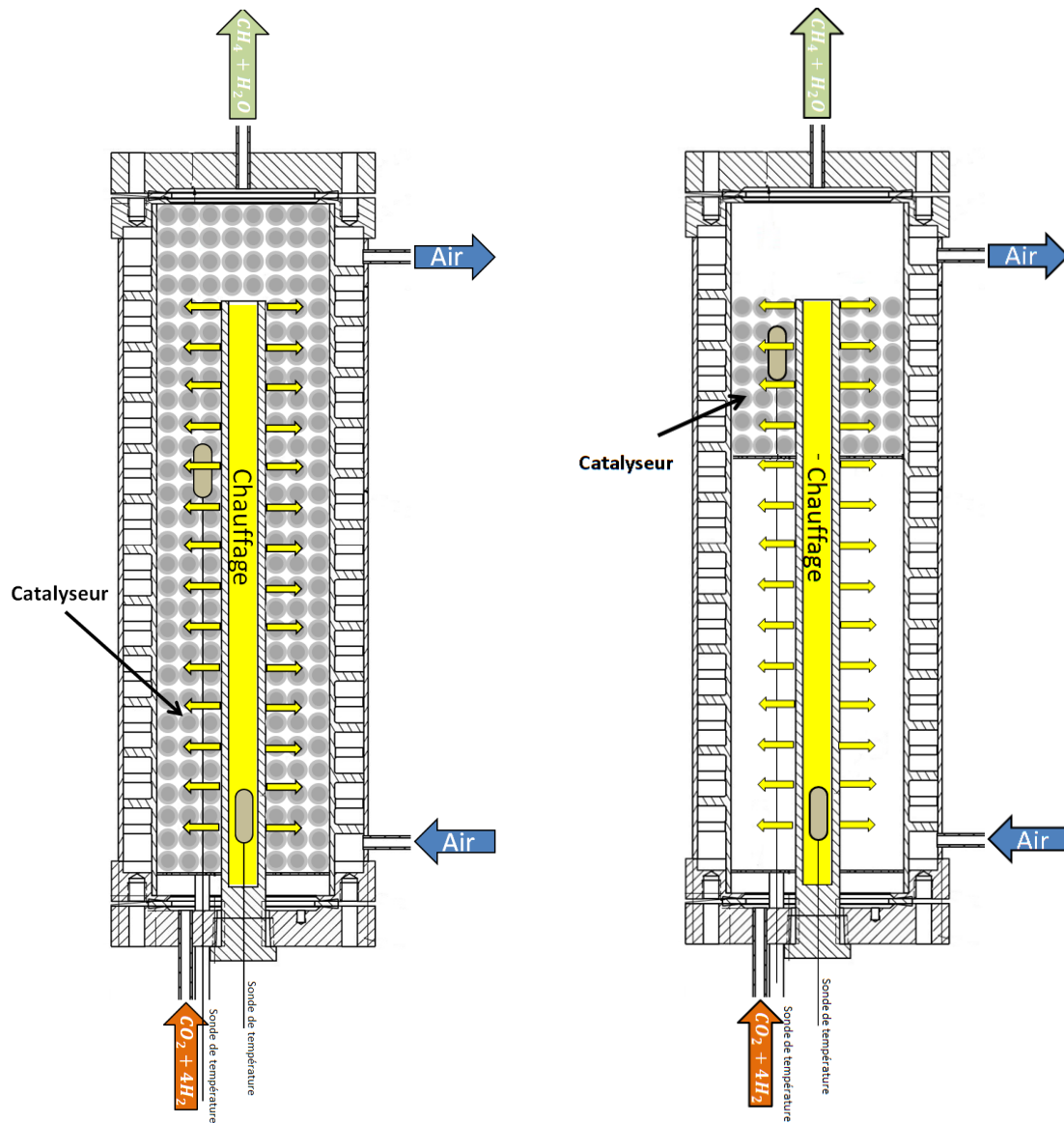


Figure 4: Coupe du méthaneur avec sur la gauche, le méthaneur rempli de catalyseur et sur la droite le méthaneur partiellement rempli.

Le réacteur est pourvu de deux entrées, la première permet l'insertion des deux gaz, ceux-ci viennent de deux réservoirs se trouvant à l'extérieur du bâtiment. Le second, est utilisé par un thermocouple type K, qui sert à contrôler la température intérieure. La sortie du réacteur permet l'évacuation du méthane créée lors du procédé. Pour que le méthaneur atteigne la température voulue, on utilise un chauffage cylindrique WATLOW FIREROD (voire descriptif en annexe 2), de l'air frais est injecté dans la paroi pour refroidir le réacteur. La chambre cylindrique est remplie avec un catalyseur afin de favoriser la réaction chimique. Le volume interne du réacteur est de 1.2 litre, il a été conçu pour un débit maximum de 12.5 l/min.

## IV. Programmation

### 4.1 Principe général

Le logiciel LabVIEW permet de contrôler l'automate cRio-9074 et de communiquer avec l'ordinateur.

La programmation est décomposée en trois classes appelées VI qui permettent d'acquérir et de transformer les données. Le traitement des données est expliqué plus précisément en [Réf 9].

- « Main\_FPGA.vi » : Ce VI permet de lire et écrire sur les entrées et les sorties. Elle permet également de stocker les valeurs dans le processeur de calculs.
- « Main\_CPU.vi » : Cette classe transforme les signaux d'entrée en valeurs physiques ou inversement. Elle permet notamment d'enclencher ou non le chauffage du méthaniseur.
- « main.vi » : Cette classe permet d'afficher l'interface homme-machine. Elle permet de visualiser toutes les valeurs physiques des capteurs et d'imposer les consignes afin de réguler le débit des Mass Flow. Toutes les données sont également gardées en mémoire durant 365 jours.

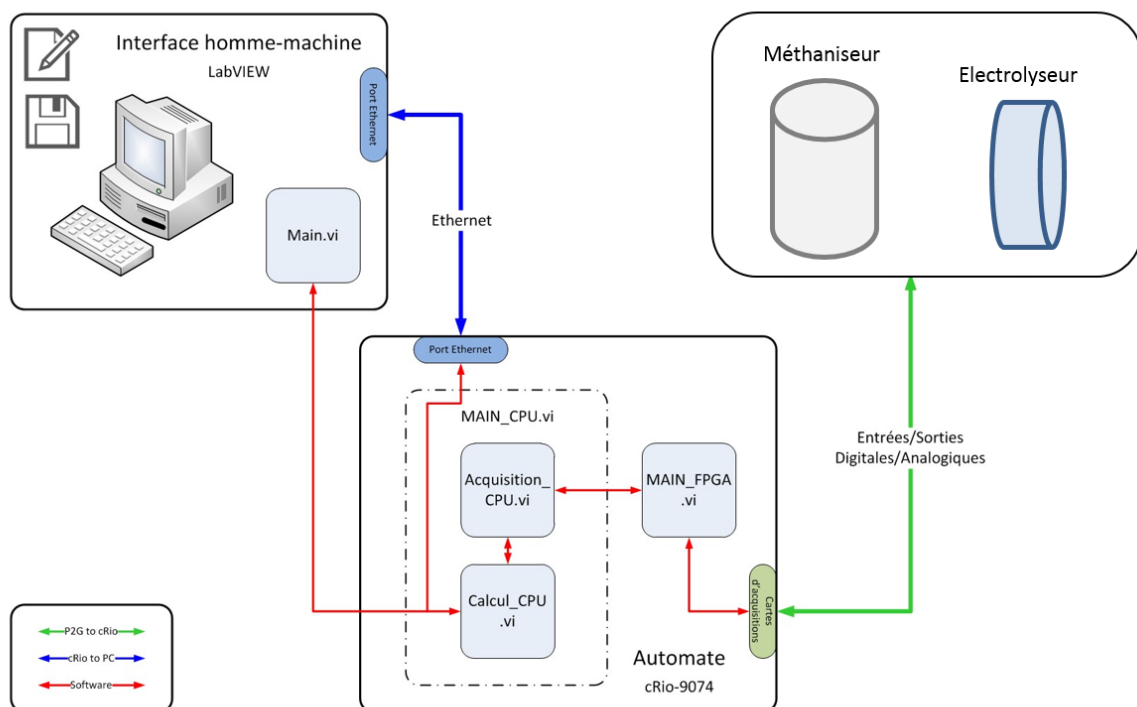


Figure 5: Schéma de principe de la programmation sur LabVIEW

## 4.2 Interface homme/machine

Pour visualiser et piloter le réacteur, les signaux des capteurs et organes de commande sont transmis sur le logiciel LabVIEW. Cela permet d'avoir une vue d'ensemble sur tout le système.

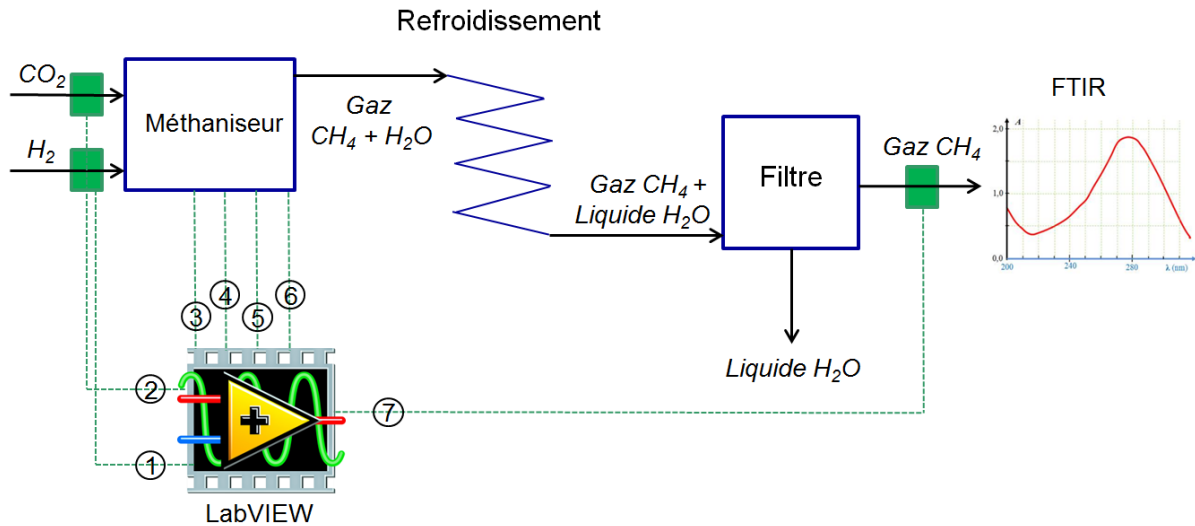


Figure 6: Schéma détaillé des composants pour produire le méthane

Légende :

Commande

- 1) Mass Flow pour l'hydrogène
- 2) Mass Flow pour le dioxyde de carbone
- 3) Commande de température

Acquisition

- 4) Thermocouple type K (intérieur du réacteur)
- 5) Thermocouple type K (extérieur du réacteur)
- 6) Thermocouple type K du chauffage WATLOW
- 7) Débitmètre  $\text{CH}_4$

L'interface est séparée en deux parties. La première partie (1) permet de piloter la température du réacteur et les débits entrants. La deuxième partie (2) représente les signaux des différents thermocouples et débitmètres permettant de contrôler le bon fonctionnement de l'installation.

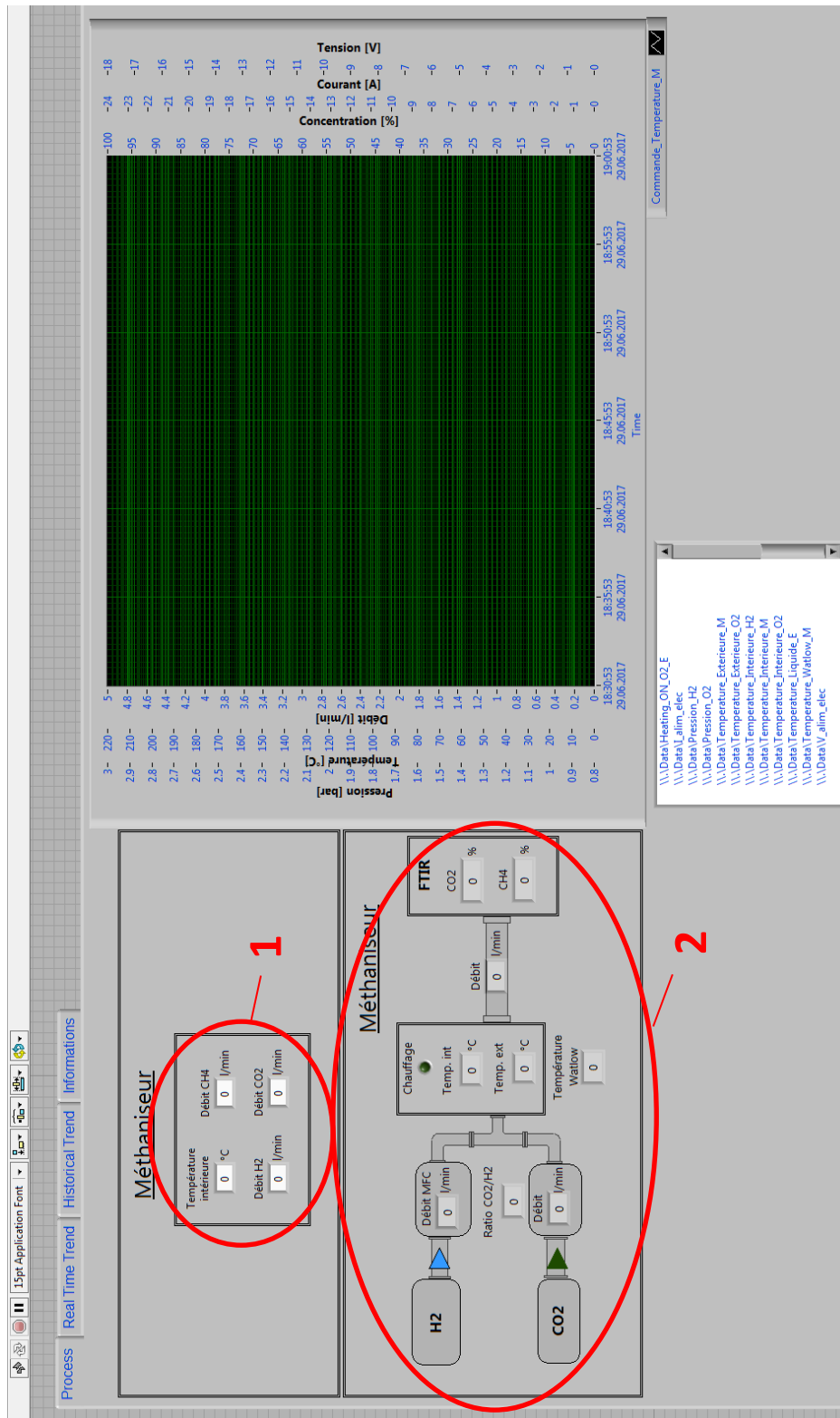


Figure 7: Interface homme-machine

Les deux Mass Flow sont pilotés par la commande de l'interface (1). Ils permettent de régler le débit de CO<sub>2</sub> et de H<sub>2</sub> injecté dans le réacteur. Cela permet de contrôler le mélange de gaz introduit dans le réacteur.

La sonde de température interne du réacteur quant à elle, permet de piloter le chauffage du réacteur grâce à une régulation. Il est important d’avoir une régulation efficace, car la température influence les résultats, de plus la réaction chimique étant exothermique, il ne faut pas que le réacteur s’emballe.

### 4.3 Régulation

La régulation du chauffage commence par une comparaison entre la température de consigne et la température interne du réacteur. Cette comparaison envoyée un signal a une « case structure ». Si la comparaison est plus grande que 20°C, un signal TRUE est envoyé à la « case structure » et si elle est inférieure à 20°C, un signal FALSE est envoyé à la « case structure ».

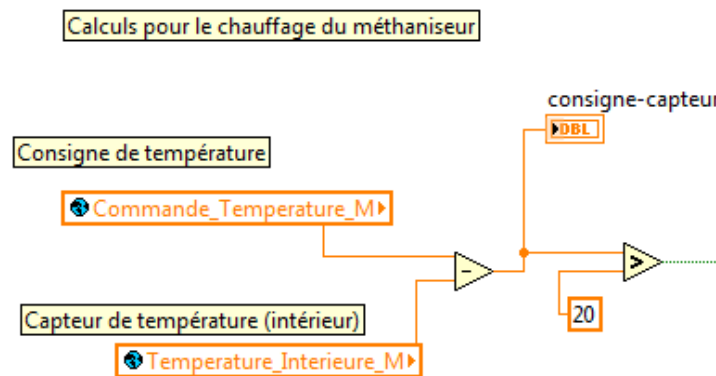


Figure 8: Comparaison de la différence de température avec une consigne de 20°C permettant de choisir la case structure.

Dans la première partie de la case structure « false » la valeur de consigne et la valeur du capteur de température sont converties en pour cent. Ensuite, le régulateur PID utilise ses données et les transforme en pour cent d’activation. Ce pourcentage d’activation permet de calculer le temps d’activation TON du chauffage en fonction de la fréquence de calcul.

$$Temps\ On\ [ms] = \frac{Temps\ de\ cycle\ [ms]}{100} * Ton[\%]$$

$$Temps\ Off\ [ms] = temps\ de\ cycle\ [ms] - Temps\ On\ [ms]$$

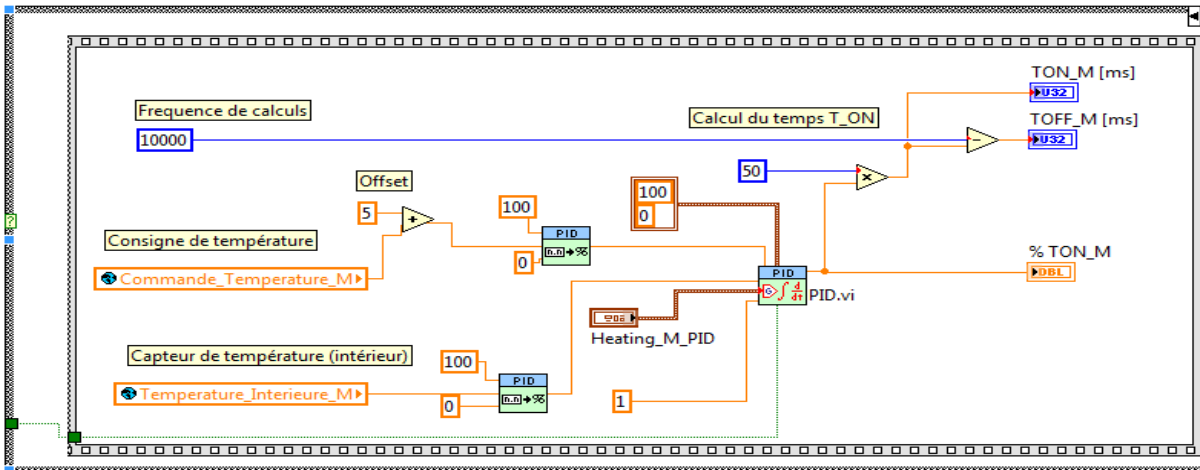


Figure 9: Première partie de la case structure "false"

La deuxième partie permet de commander le relai du chauffage, il sera activé durant un temps TON et désactivé durant un temps TOFF.

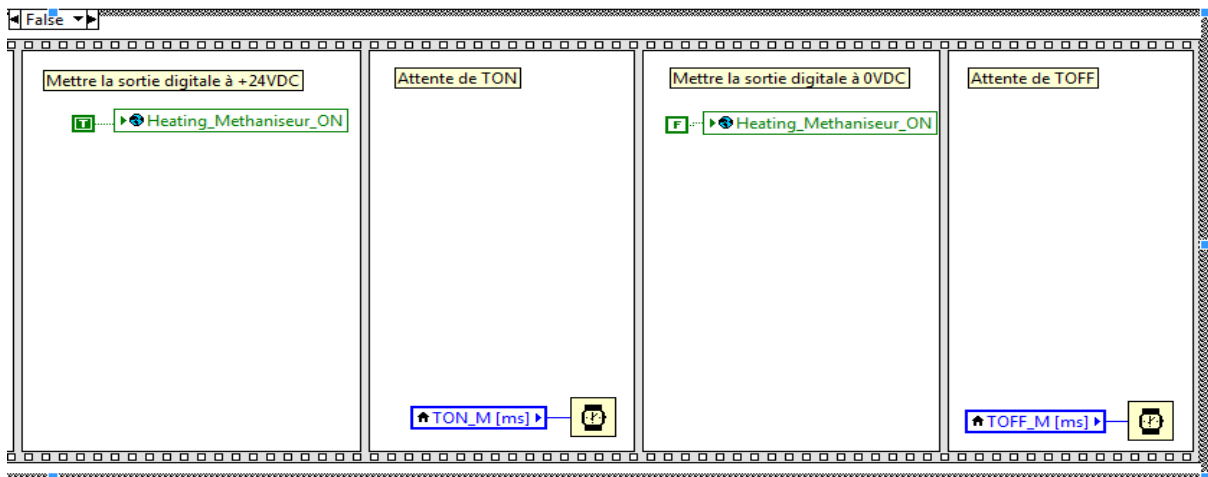


Figure 10: Deuxième partie de la case structure "false"

La case structure « true » active le relai durant 8 secondes et puis le désactive pendant 16 secondes.

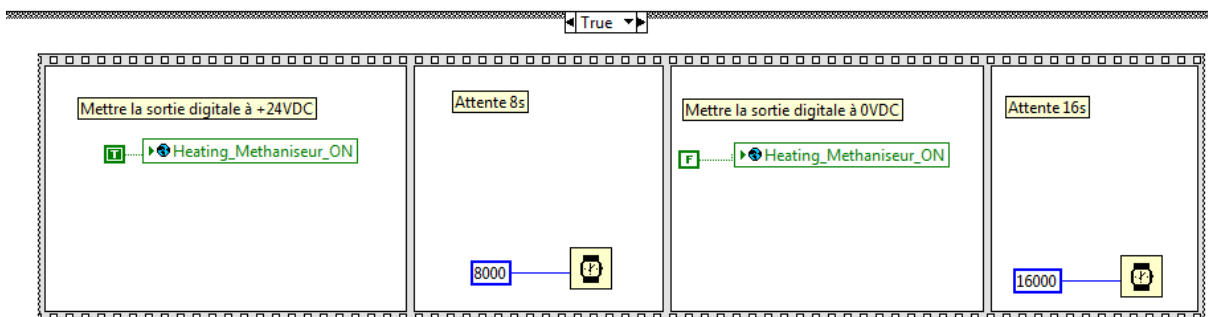


Figure 11: Case structure "true"

Cette case structure permet d'activer le chauffage régulièrement afin d'atteindre une température proche de la consigne, ensuite la case structure « false » avec la régulation PID prend le relai.

## V. Instruments

### 5.1 Calibration des Mass Flow

Les Mass Flow permettent de réguler le débit entrant dans le réacteur. Les anciens Mass Flow ont été changés, car leur plage d'utilisation n'était pas adaptée à nos besoins. C'est pourquoi deux nouveaux Mass Flow ont été installés.

- Mass Flow controller de H<sub>2</sub> FMA 5523A
- Mass Flow controller de CO<sub>2</sub> FMA 5518A

Les deux débitmètres ont l'avantage de déjà être calibrés avec le bon gaz par le constructeur. Cela nous évite de devoir corriger les valeurs par un facteur de correction.

Afin de contrôler si les appareils sont bien calibrés, le débit de gaz est contrôlé à l'aide de deux récipients et d'un chronomètre (voir Figure 12).

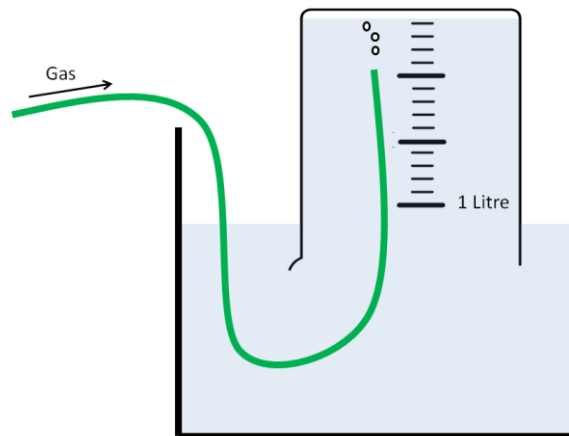


Figure 12: Méthode pour contrôler le débit sortant du Mass Flow

En mesurant le temps que le gaz met pour vider progressivement le récipient gradué, on peut calculer le débit du gaz (voir tableau ci-dessous).

Tableau 1: Débits obtenus avec la méthode des récipients.

	Débit mesuré [l/min]	Débit théorique [l/min]	Erreur relative [%]
H <sub>2</sub>	0.199	0.201	1.00
	0.202	0.201	0.50
	0.199	0.201	1.00
CO <sub>2</sub>	0.201	0.203	0.99
	0.200	0.203	1.48
	0.203	0.203	0.00

L'erreur de débit indiqué par le constructeur (voir annexe 4) est de 1%, d'après mes mesures, l'erreur peut atteindre 1.48%, cependant la méthode choisit n'étant pas la plus précise, ainsi l'erreur due au Mass Flow ne sera pas prise en compte pour nos mesures.

Ensuite pour calibrer le débitmètre 2 l/min H<sub>2</sub>, il faut mettre en série les débitmètres 15 l/min et 2 l/min. Ainsi les valeurs des débits imposés par le débitmètre 15 l/min seront comparés avec les tensions délivrées par le débitmètre 2 l/min.

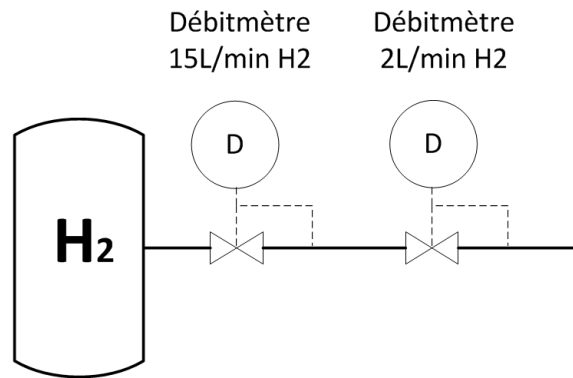
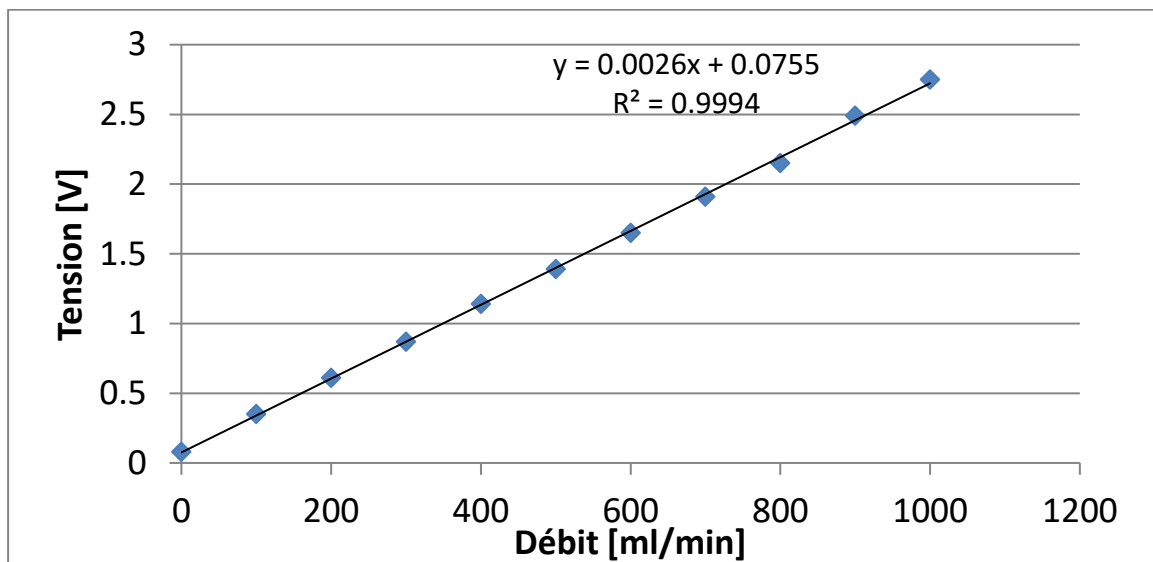


Figure 13: Protocole pour la calibration du débitmètre 2 l/min H<sub>2</sub>

Étant donné que les deux débitmètres sont calibrés pour du H<sub>2</sub>, il n'y a pas besoin de prendre en compte le facteur de correction du gaz.



Graphique 1: Courbe de calibration du débitmètre 2 l/min permettant de convertir une tension en débit mesuré.

Ce débitmètre permet de mesurer le débit sortant du réacteur.



## 5.2 Spectrométrie par infrarouge

Le spectromètre sert à définir la quantité de méthane produit par le réacteur.

### 5.2.1 Principe

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. On génère alors un spectre IR, qui permet de déterminer ces liaisons chimiques.

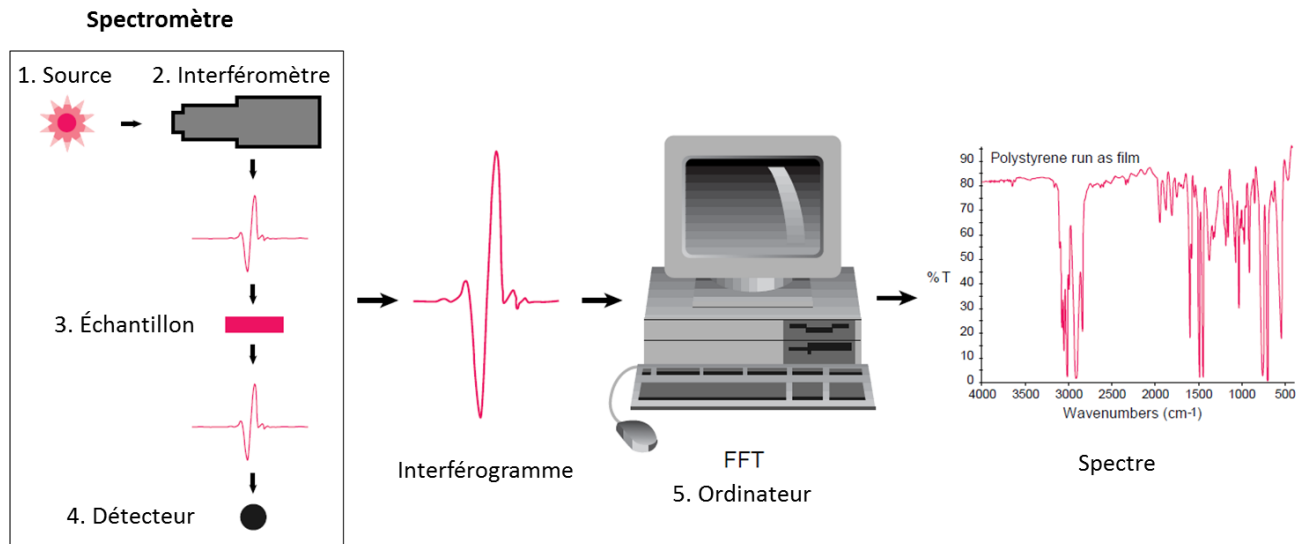
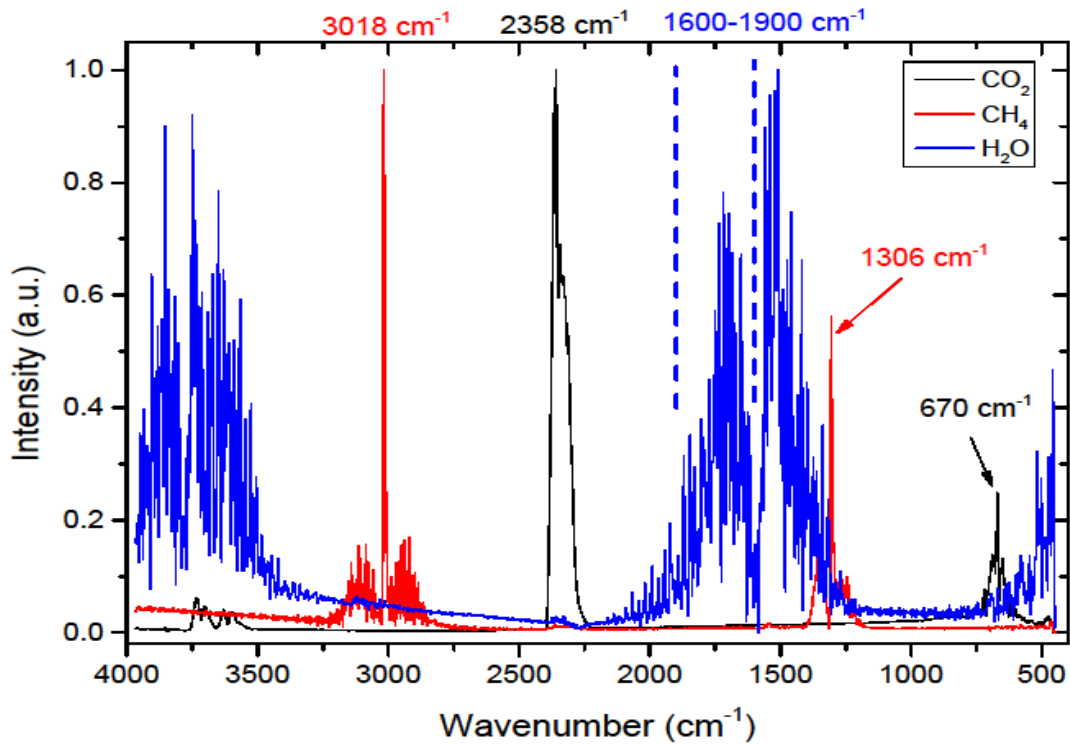


Figure 14: Principe de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier [Réf 7]

Le spectromètre nous transmet les résultats des toutes les molécules qu'il a détecté, il est donc important de connaître les courbes spectrométriques de l'eau du  $\text{CH}_4$  et du  $\text{CO}_2$  afin de les reconnaître (voir Graphique 2).



Graphique 2: Exemple des spectres infrarouges de l'eau, de l'hydrogène et du dioxyde de carbone [Réf 8]

### 5.2.2 Calibration

La dernière calibration du FTIR avait été effectuée par monsieur David Constantin en 2015. Afin de pouvoir faire des mesures précises sur le réacteur, cette calibration a été réitérée, pour ce faire, l'appareil FTIR a été installé sur un banc d'essai à l'EPFL Sion.

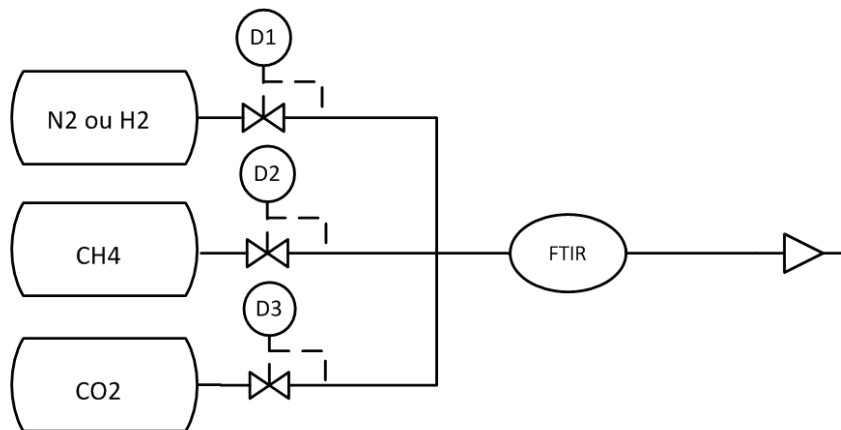


Figure 15: Banc de test pour la calibration du spectromètre infrarouge.

Le N<sub>2</sub> est mélangé et injecté avec les gaz CH<sub>4</sub> et CO<sub>2</sub> dans l'appareil avec des concentrations allant de 0 à 100% (voir exemple figure 16). Le N<sub>2</sub> est également utilisé pour faire le background, car il n'est pas détecté par l'appareil.

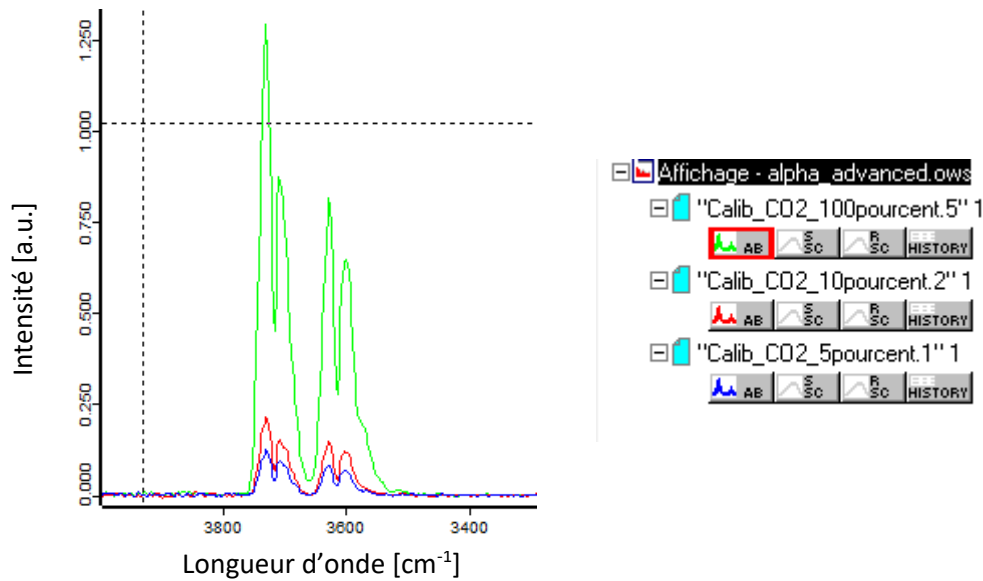
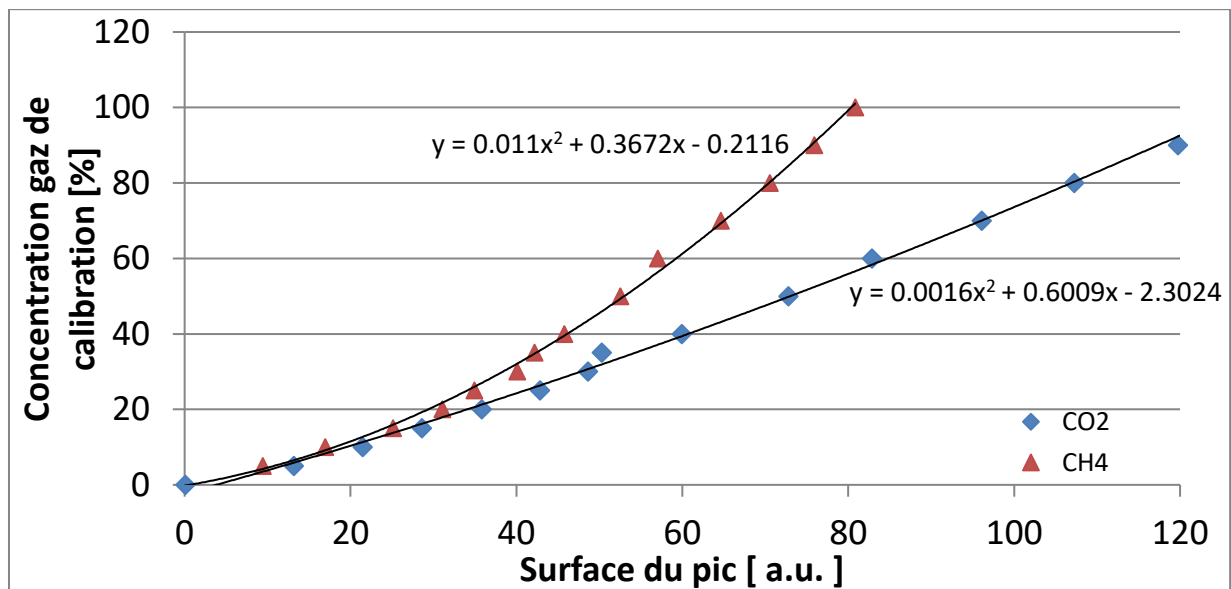


Figure 16: Exemple d'une partie du spectre pour des concentrations de 5%, 10% et 100% de CO<sub>2</sub>

Le dioxyde de carbone et d'autres produits chimiques dans l'air vibrent également lorsqu'ils sont frappés par un rayonnement IR, ils apparaîtront également sur le spectre. Afin d'éviter cela, une mesure de background (spectre d'arrière-plan) est effectuée. Pour effectuer ce background, de l'hydrogène indétectable par l'appareil est injecté au préalable pour évacuer l'air ou des gaz résiduels.

Le système étant incapable d'extrapoler, l'échantillonnage de calibration doit donc couvrir au mieux le domaine d'analyse.

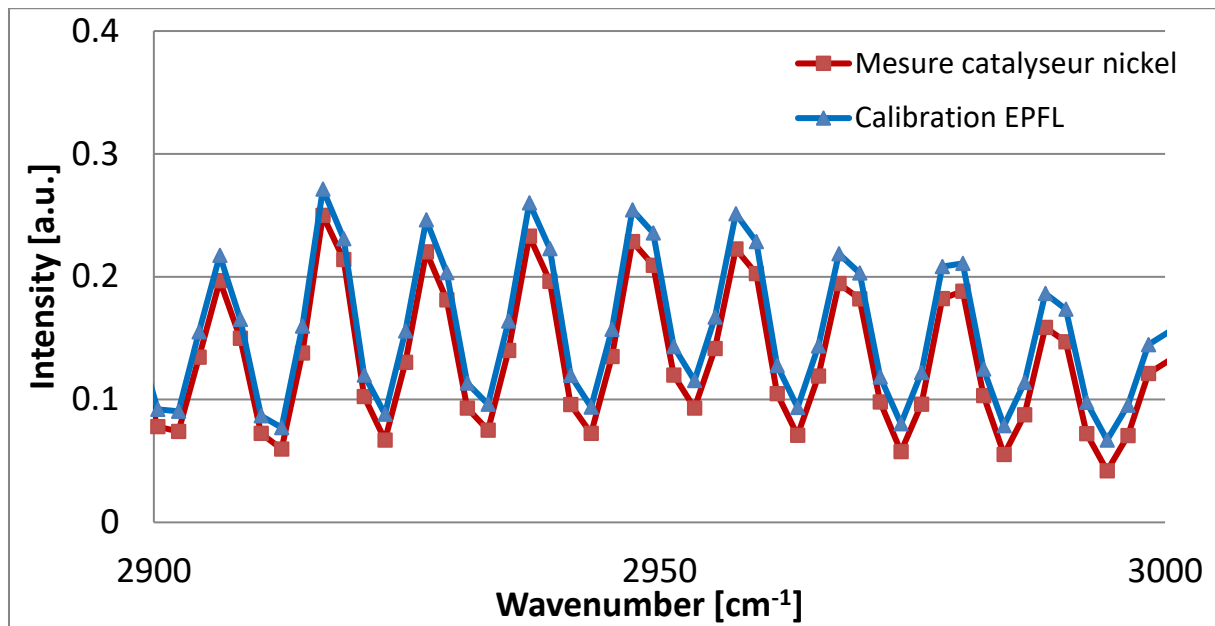


Graphique 3: Équations permettant de calculer la concentration de gaz traversant le spectromètre

Les résultats de l'échantillonnage permettent d'obtenir les équations (voir Graphique 3), qui seront utilisées afin de déterminer la concentration (en pour cent) des gaz obtenus suite à la réaction.

### 5.2.3 Contrôles de la calibration

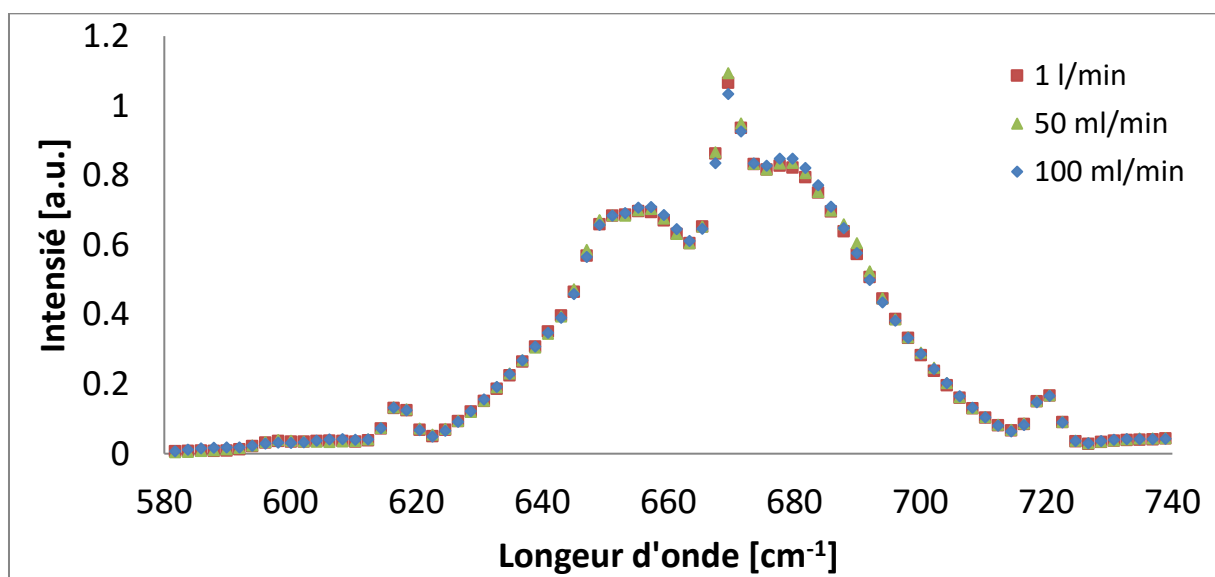
Pour contrôler si les équations fournissent un résultat fiable, on peut comparer un résultat avec une courbe de calibration (voir Graphique 4).



Graphique 4: Comparaison des résultats obtenus avec l'équation (30.3%) et la courbe de calibration à 30%

Sur le graphique ci-dessus, on observe un résultat obtenu grâce à l'équation et une courbe de calibration. Nous remarquons que l'équation qui permet de calculer la concentration de méthane correspond à la calibration.

Afin de savoir si le débit du gaz influence la mesure du FTIR, une analyse avec plusieurs débits a été effectuée. Un gaz composé de 70% de H<sub>2</sub> et de 30% de CO<sub>2</sub> est injecté à différents débits, afin de voir si le débit influence le résultat obtenu.



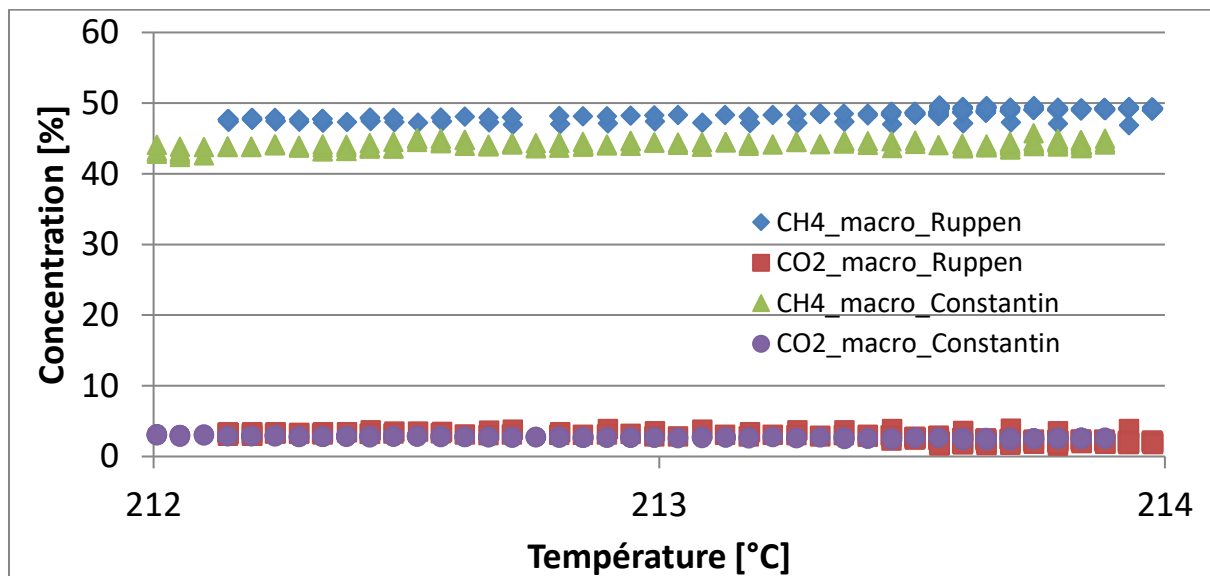
Graphique 5: Exemple d'une partie du spectromètre, pour l'injection de gaz constitué à 70% H<sub>2</sub> et à 30% de CO<sub>2</sub>

Suite à cette analyse, nous remarquons une légère différence sur la courbe spectroscopique, cependant son influence sur le résultat est minime, moins de 1% (voir **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Nous négligeons donc cette variation.

Tableau 2: Influence du débit d'entrée sur le résultat.

CO <sub>2</sub>		
Débit [ml/min]	Intégration du pic [-]	Concentration [%]
50	48.0	30.3
100	47.5	29.9
1000	48.6	30.7

### 5.2.4 Comparaison avec l'ancienne calibration

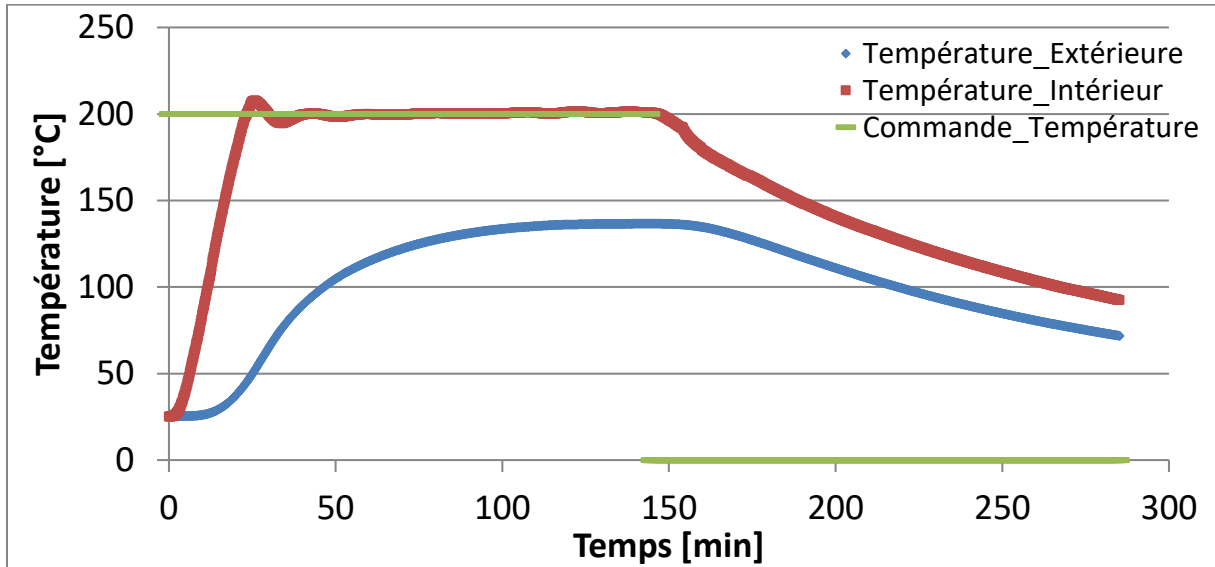


Graphique 6: Comparaison des deux calibrations avec un débit est de 5 l/min et un ratio H<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> correspondant à 0.25.

Les concentrations de CO<sub>2</sub> correspondent bien, cependant on remarque une différence entre les deux calibrations de CH<sub>4</sub>. Le fait est que l'ancienne calibration de 2015 (celle de monsieur David Constantin) était moins précise à cause d'un manque de gaz [Réf 8], surtout dans la plage de 30 à 100%. Cela explique cet écart.

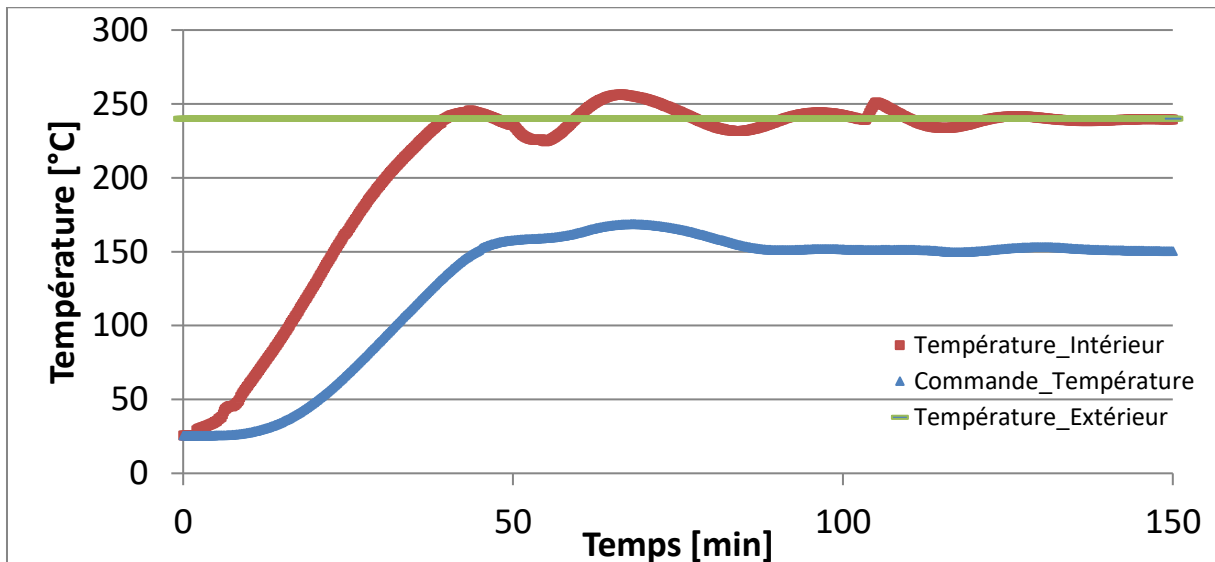
### 5.3 Caractérisation du comportement thermique

Afin de déterminer le temps de chauffe, il est important d’effectuer des essais. Le réacteur ayant une très grande inertie, il est essentiel de réguler le méthaniseur en fonction de la température interne. Le régulateur optimal a été choisi par essais, le résultat le plus concluant a été avec un gain du PID à 3.5.



Graphique 7: Caractéristiques du chauffage avec le réacteur complètement rempli de catalyseur au nickel

Le Graphique 7 montre qu’il faut environ 40 minutes pour atteindre une température de 200°C quand le réacteur est complètement rempli avec un catalyseur au nickel, cependant pour que le réacteur arrive à une température homogène (température extérieure du réacteur stable), il faut attendre environ 2 heures.



Graphique 8: Caractéristiques du chauffage avec 250g de catalyseur au ruthénium

Avec le catalyseur au ruthénium, il faut également 40 minutes pour atteindre la température de consigne.

Pour refroidir le réacteur, il faut plus de 2 heures (voir Graphique 7), ce temps peut être réduit en injectant de l’air comprimé autour du réacteur.

## 5.4 Catalyseur

Un catalyseur permet d'augmenter la vitesse d'une réaction, il n'apparaît pas dans l'équation de cette réaction, il n'est également pas consommé et il se retrouve inaltéré à la fin de la réaction.

La plupart des procédés de synthèse industriels emploient des catalyseurs. Leur utilisation permet une augmentation de la vitesse de réaction et évite aux entreprises des coûts énergétiques trop importants. En effet, une hausse de la température du milieu a le même effet cinétique que l'utilisation d'un catalyseur. Cependant, l'élévation de température est nettement plus coûteuse, c'est pourquoi le choix du catalyseur est financièrement plus approprié.

Pour la méthanation, les catalyseurs sont généralement constitués d'une phase active métallique qui est dispersée sur un support de nature oxyde, comme l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ou la silice ( $\text{SiO}_2$ ). Les matériaux de transition du groupe VIII B comme le ruthénium, le rhodium, le cobalt ou encore le nickel sont utilisés pour la phase active du catalyseur. Le catalyseur le plus largement utilisé est le nickel à cause de son faible coût.

### 5.4.1 Fabrication

Le support du catalyseur peut influencer le comportement catalytique. Ainsi, si l'activité des métaux non supportés se classe  $\text{Fe} > \text{Co} > \text{Ni} > \text{Rh} > \text{Ru}$  [Réf 5], ses catalyseurs une fois déposés, peuvent avoir des comportements très variés. Sur alumine, l'ordre d'activité serait  $\text{Ru} > \text{Fe} > \text{Ni} > \text{Co} > \text{Rh}$  alors que sur de la silice elle donnerait plutôt  $\text{Co} > \text{Fe} > \text{Ru} > \text{Ni} > \text{Rh}$  [Réf 6].

### 5.4.2 Poison

Le catalyseur peut être contaminé par différents éléments qui le rendraient inefficace. Les principaux poisons des catalyseurs de la synthèse de Fischer – Tropsch (SFT) sont le soufre et les halogènes qui doivent donc être exclus des composés employés au cours de la synthèse du catalyseur. Le plomb et l'antimoine, ainsi que le bismuth à forte concentration peuvent aussi être catalogués comme poisons. Une fois le catalyseur contaminé, il est inutilisable.

### 5.4.3 Désactivation

L'efficacité d'un catalyseur peut être compromise par une désactivation de celui-ci, donc il sera moins efficace. L'origine d'une telle désactivation est le dépôt de carbone sur les catalyseurs, décrite par la réaction de Boudouard. Cependant, en opérant en dessous de  $270^\circ\text{C}$ , le dépôt de carbone peut être évité. La désactivation du catalyseur est réversible.

## VI. Analyse et résultats

Afin de garantir des résultats fiables, certaines précautions et opérations préalables ont dû être effectuées.

### Modifications effectuées sur le système

Les premiers résultats montrent une grande présence d'eau dans l'analyse des gaz. Afin de diminuer celle-ci, un filtre zéolite a été ajouté (voir Figure 17) sur le système.

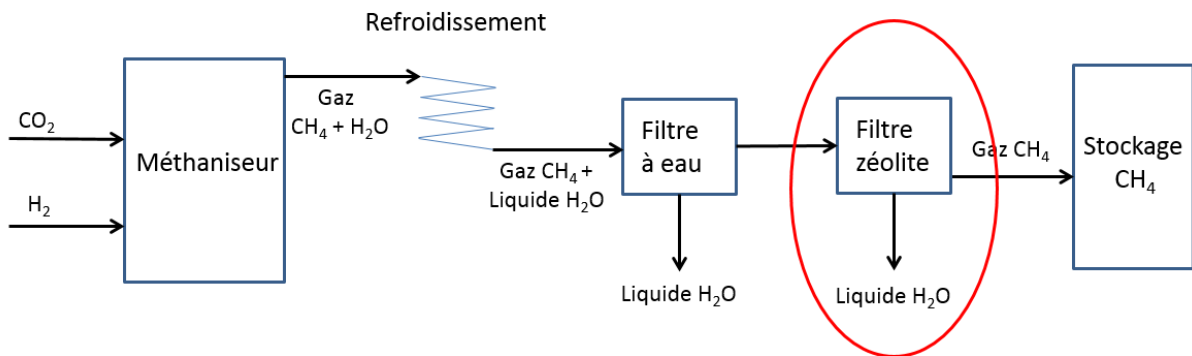
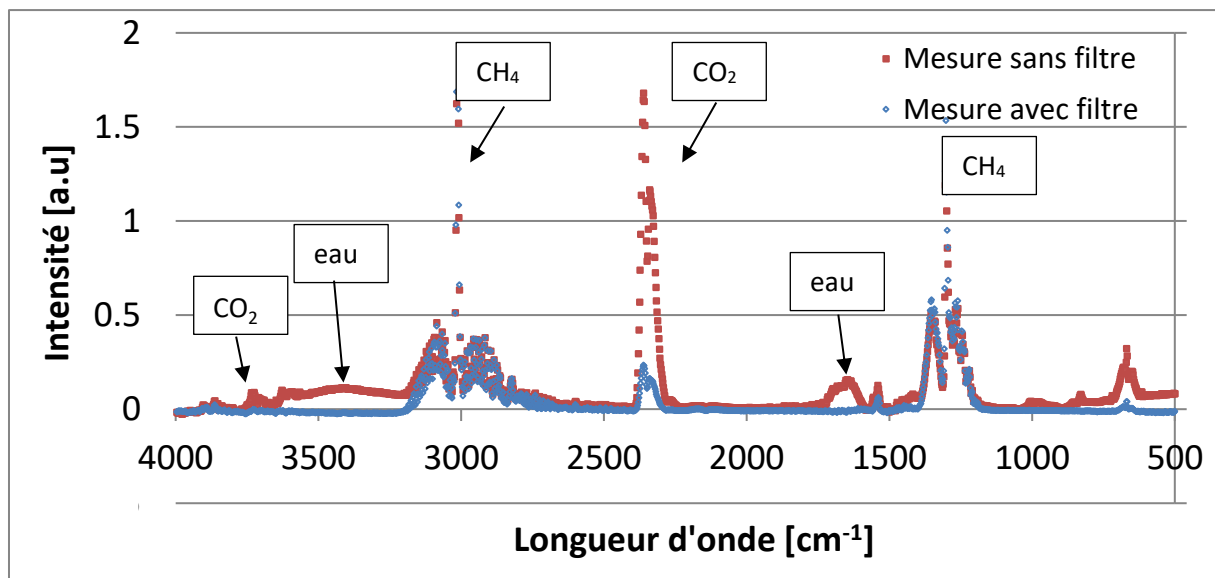


Figure 17: Schéma du système avec le nouveau filtre zéolite sur le système

Le filtre zéolite permet de piéger toute l'eau résiduelle se trouvant dans le gaz. La zéolite va absorber l'eau, si elle est saturée d'eau, le filtre ne pourra plus remplir sa fonction. Afin que le filtre remplisse sa fonction, il faut quotidiennement chauffer le filtre avant son utilisation pour évaporer l'eau se trouvant à l'intérieur.



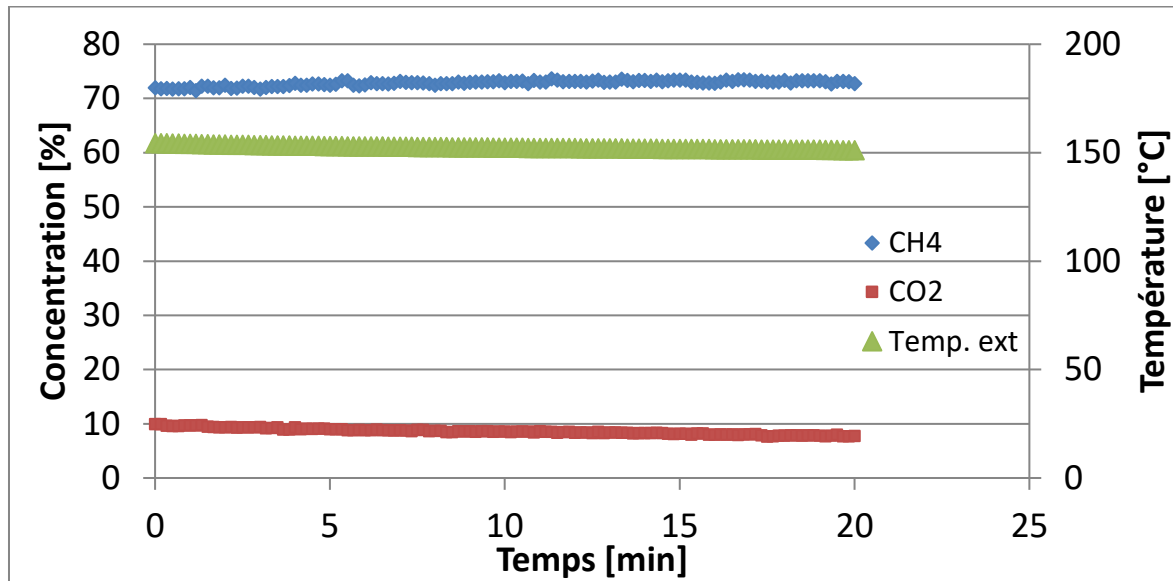
Graphique 9: Influence du filtre zéolite ajouté sur le système afin de supprimer l'eau résiduelle.

Sur le graphique, nous remarquons une grande différence entre les deux courbes. Ses différences sont principalement dues à la présence d'eau dans le gaz. Grâce au filtre zéolite, cette eau ne traverse plus le spectromètre. Les mesures sont ainsi plus précises. Pour que le filtre remplisse sa fonction, il est chauffé au bout de deux jours d'utilisation afin que l'eau emmagasinée s'évapore.



### Systématique pour la prise des mesures

Les concentrations obtenues sont des valeurs moyennées sur environ 15 minutes (voir Graphique 10).



Graphique 10: Exemple du résultat obtenu avec le catalyseur au nickel à une température de 200°C, 1 l/min H<sub>2</sub> et 0.25 l/min de CO<sub>2</sub>

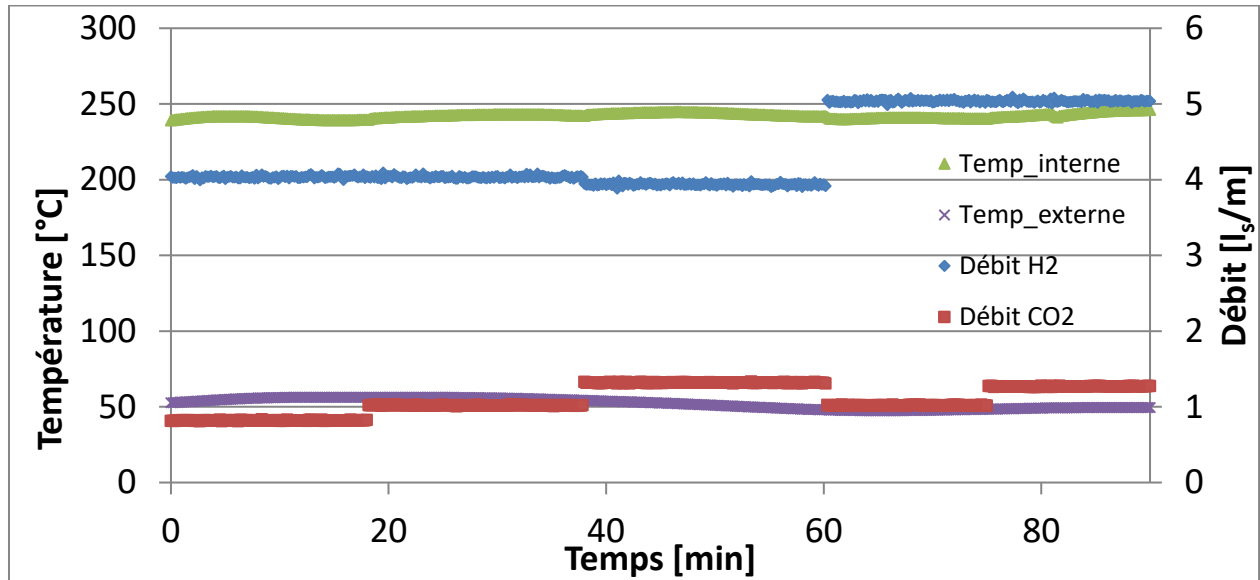
La température extérieure du réacteur doit également être stable, car cela indique que le réacteur à une température homogène.

Tableau 3: Résultats obtenus avec le catalyseur au nickel et une température de 200°C, 1 l/min de H<sub>2</sub> et 0.25 l/min de CO<sub>2</sub>.

	CH <sub>4</sub> [%]	CO <sub>2</sub> [%]
Moyenne	72.8	8.6
Écart type	0.5	0.6

Toutes les moyennes mesurées ont un écart type standard qui ne dépasse pas 1%. Un récapitulatif des résultats se trouve en annexe 3.

Durant les phases de mesures, une fois le premier débit injecté, les débits suivants sont crescendo, le but étant d'éviter un changement de débit brusque, qui impliquera une énergie exothermique beaucoup plus élevée. Le réacteur aura besoin de beaucoup plus de temps pour se stabiliser à la suite du changement brusque.



Graphique 11: Changement des débits durant les mesures afin de ne pas perturber la réaction à une température de 240°C.

Sur le Graphique 11, nous observons que la température reste stable pendant que les débits de H<sub>2</sub> et de CO<sub>2</sub> augmentent.

### Reproductibilité des mesures

Il est important de savoir si les mesures effectuées sont reproductibles dans le temps. Pour ce faire, une mesure de concentration de méthane a été effectuée à des jours différents.

Tableau 4: Mesures permettant de montrer la reproductibilité sur plusieurs jours des résultats obtenus avec un réacteur à 240°C.

Température [°C]	Ratio CO <sub>2</sub> /H <sub>2</sub>	Mesure	Concentration CH <sub>4</sub> [%]	Écart type [%]
240	0.2	02.08.2017	19.61	0.69
		31.07.2017	19.16	
		04.08.2017	20.51	
240	0.25	02.08.2017	25.40	2.29
		31.07.2017	20.98	
		04.08.2017	24.25	

Nous remarquons grâce à ses mesures, que les concentrations obtenues ont un écart type de 2.29%. Il est important d'effectuer les mesures en utilisant rigoureusement les mêmes valeurs et de laisser le temps au réacteur de se stabiliser.

## 6.1 Refroidissement du réacteur

Le refroidissement du réacteur perturbe l'homogénéité de la température à l'intérieur du réacteur.

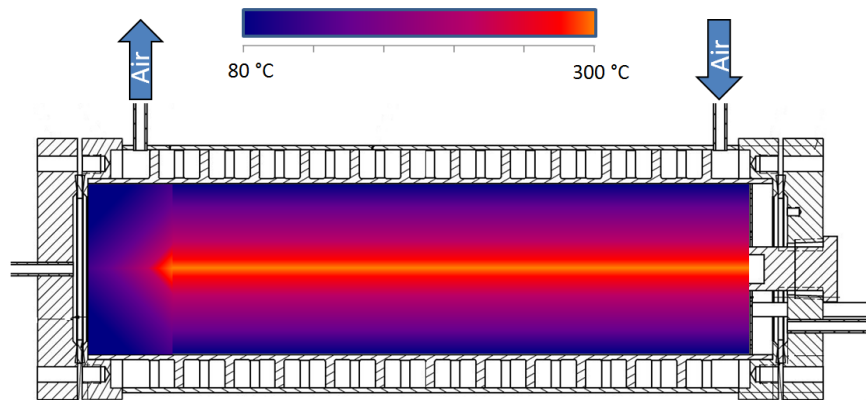
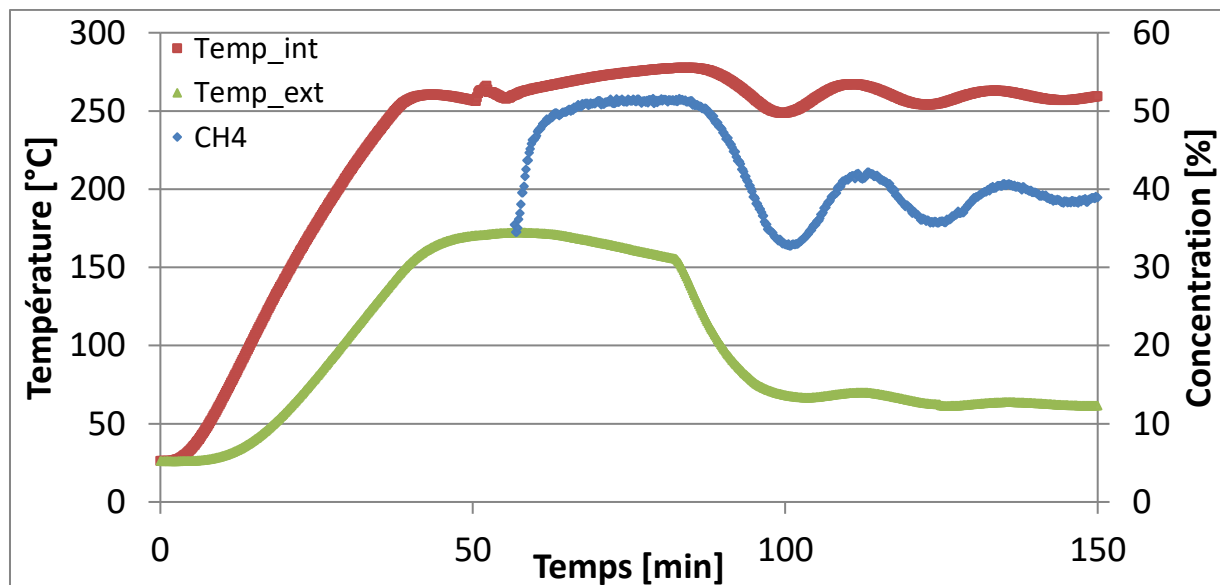


Figure 18: Estimation de la température à l'intérieur du réacteur en refroidissant la carcasse avec de l'air.

En effet, le catalyseur se trouvant proche de la paroi extérieure sera influencé par sa température, tout comme la partie du catalyseur se trouvant contre le chauffage. La figure 18 représente une estimation de la répartition de chaleur dans le réacteur. Il faudrait pouvoir mesurer l'écart des températures pour en avoir la servitude.



Graphique 12: Influence du refroidissement sur une mesure effectuée avec une température de 260°C un débit H<sub>2</sub> de 3 l/min et un débit CO<sub>2</sub> de 1 l/min.

Dans l'exemple choisi ci-dessus, le refroidissement est enclenché au bout de 80 minutes, car nous remarquons que la température interne ne cesse d'augmenter. Le réacteur a par la suite besoin d'environ 50 minutes pour se stabiliser. La production de méthane est réduite d'environ 10%. Cette baisse est due au refroidissement non uniforme (voir Figure 18).

## 6.2 Résultats

Pour caractériser au mieux le réacteur, plusieurs paramètres ont été modifiés afin de mesurer leur influence sur la production de méthane.

- La température
- Le débit de gaz
- Le rapport  $\text{CO}_2 / \text{H}_2$  (0.20, 0.25, 0.33)

La réaction chimique ne sera pas complète, c'est-à-dire que des résidus de  $\text{H}_2$ , de la vapeur d'eau et du  $\text{CO}_2$  seront perceptibles par le spectromètre.

### 6.2.1 Catalyseur au nickel (réacteur rempli)

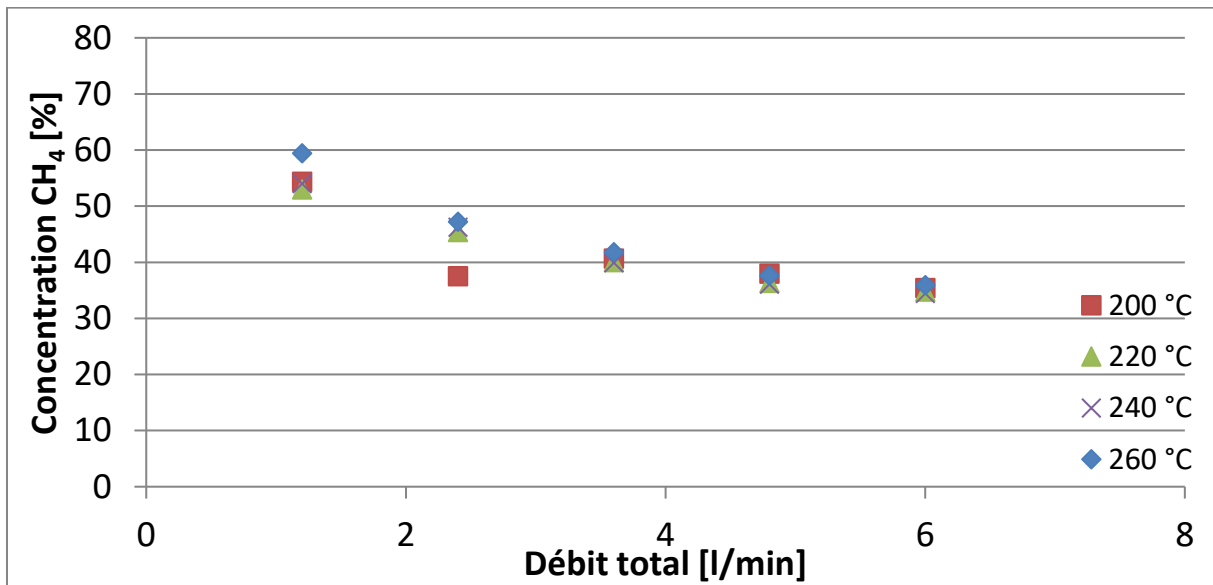
Les premières mesures ont été réalisées avec un mélange de catalyseur au nickel. Le réacteur était complètement rempli.

Tableau 5: Caractéristiques des catalyseurs au nickel utilisé quand le réacteur est rempli

Fournisseur	Catalyseur	Poids [g]	Surface totale [cm <sup>2</sup> ]
EMPA	ST53	645.2	5.52E-01
HALDOR TOPSOE	R-67R-7H	313.6	2.26E-01
Total		958.8	7.78E-01

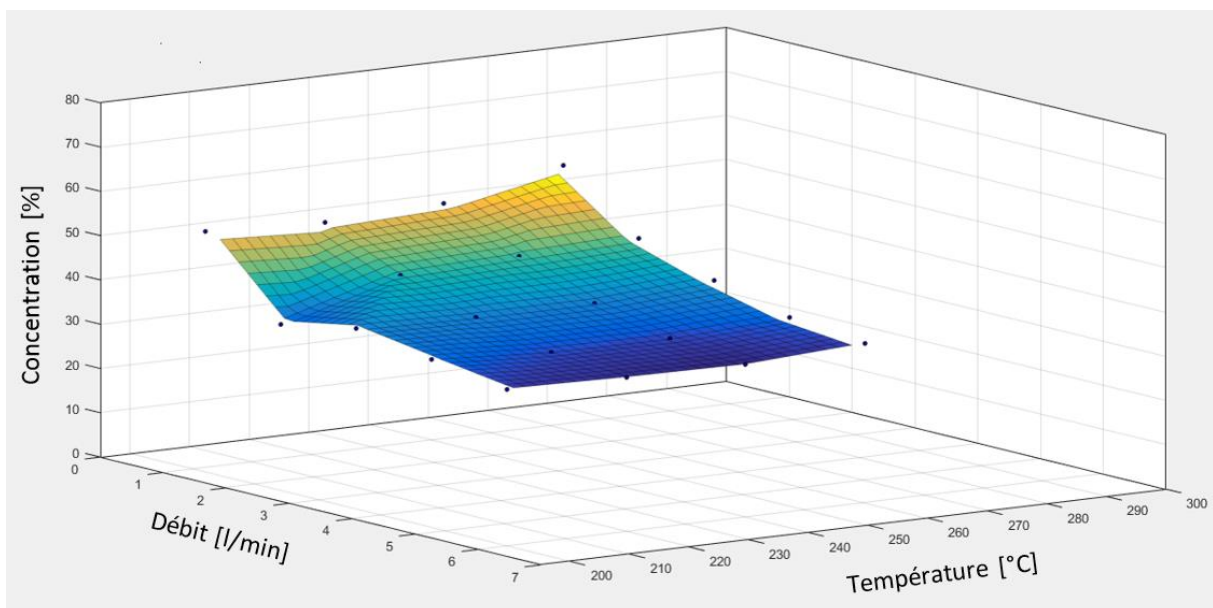
Les catalyseurs proviennent de deux fournisseurs différents.

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.2$**



Graphique 13: Comparaison des concentrations de méthane avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.2$  obtenu en fonction du débit et de la température en utilisant un catalyseur au nickel avec une surface de  $0.78 \text{ cm}^2$

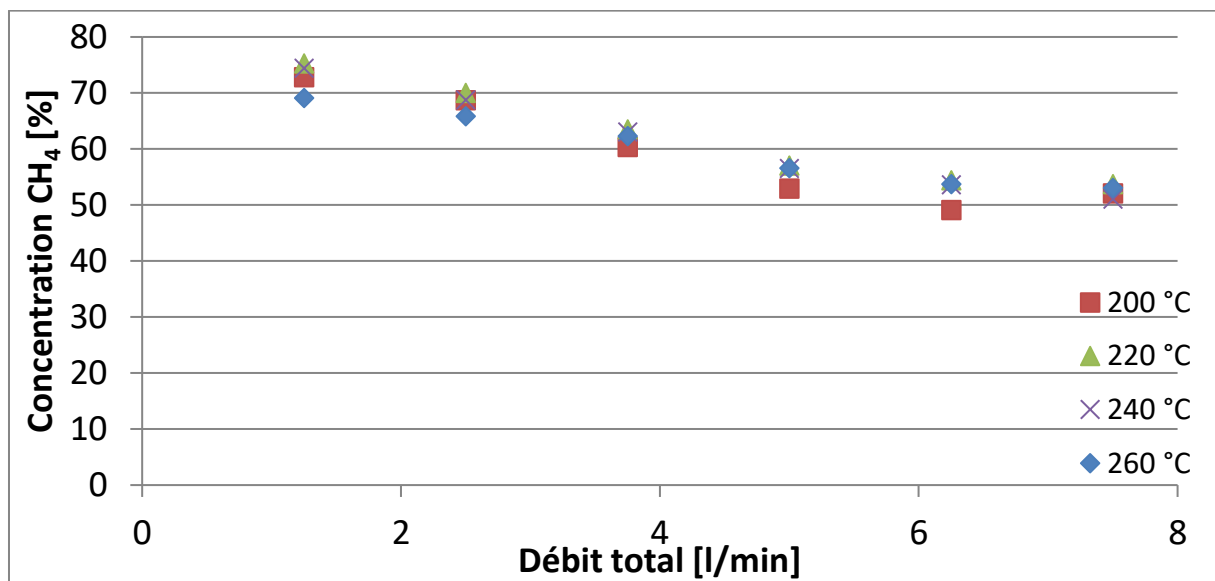
Sur le graphique ci-dessus, nous remarquons que la concentration de méthane diminue en fonction du débit de gaz injecté en entrée du réacteur. La tendance est la même pour les quatre températures testées.



Graphique 14: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au nickel d'une surface de  $0.78 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.20$  en fonction du débit et de la température

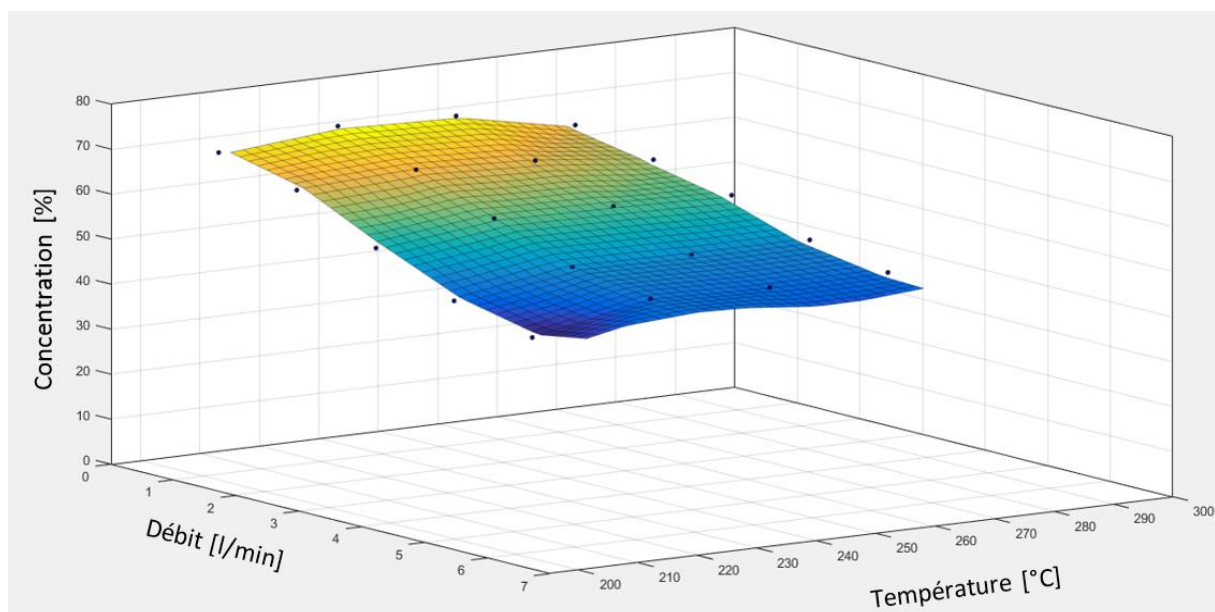
Le Graphique 14 nous permet de visualiser plus simplement les résultats obtenus sur les différentes plages mesurées. Nous observons que les concentrations les plus élevées, environ 55% sont atteints avec un débit de 1.25 l/min.

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.25$**



Graphique 15: Concentrations de méthane obtenu avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.25 en fonction du débit et de la température en utilisant un catalyseur au nickel avec une surface de  $0.78 \text{ cm}^2$

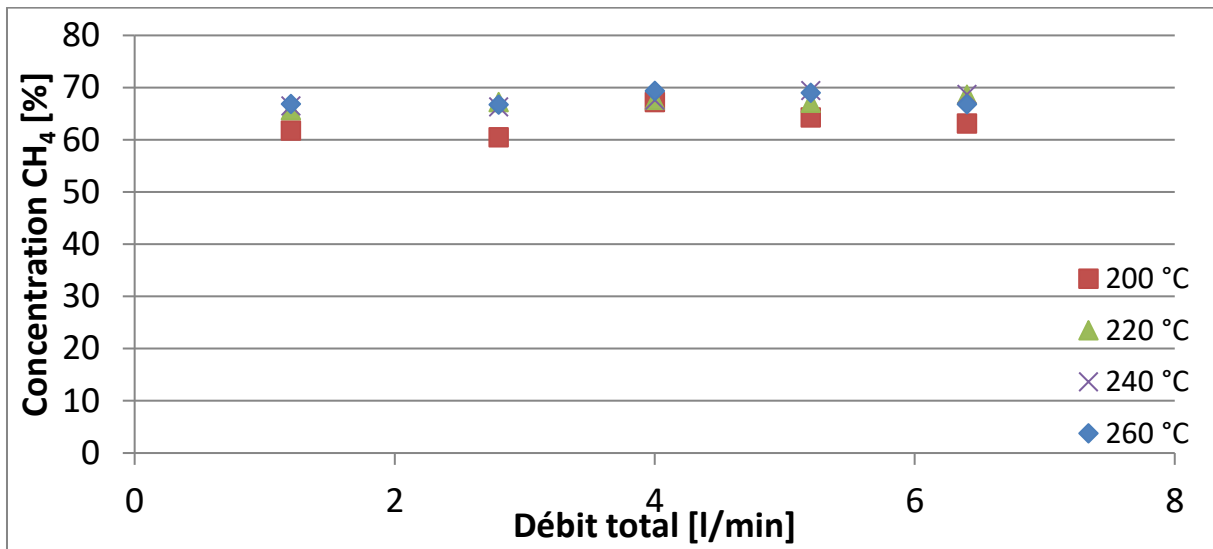
La concentration de méthane produit avec ce ratio est la plus élevée (75.3%). Cela correspond avec la théorie, car selon l'équation de Sabatier (voir chapitre 2) il faut une molécule de  $\text{CO}_2$  et quatre molécules de  $\text{H}_2$  pour obtenir une molécule de  $\text{CH}_4$ .



Graphique 16: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au nickel d'une surface de  $0.78 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.25$  en fonction du débit et de la température

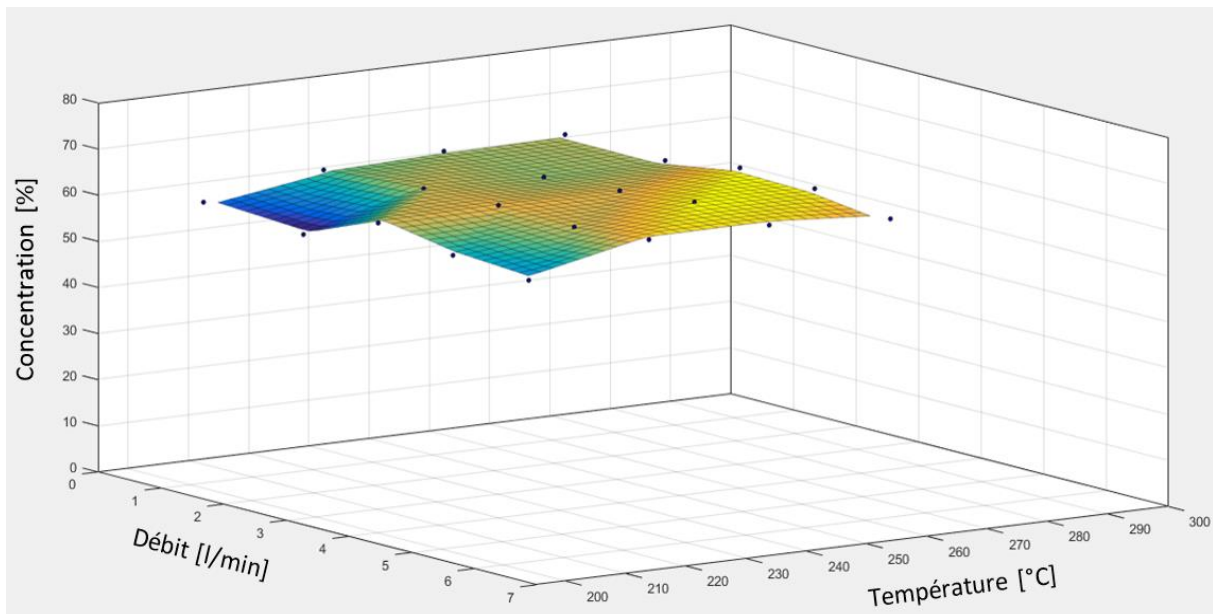
Les concentrations de méthane ne varient que très peu selon la température du réacteur, cependant les concentrations les plus élevées sont comme les précédentes obtenues avec des débits faibles (1.25 l/min).

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.33$**



Graphique 17: Concentrations de méthane obtenu avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.33 en fonction du débit et de la température en utilisant un catalyseur au nickel avec une surface de  $0.78 \text{ cm}^2$ .

Contrairement aux ratios précédents, la concentration de méthane avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.33 n'est pas vraiment influencée par le débit.



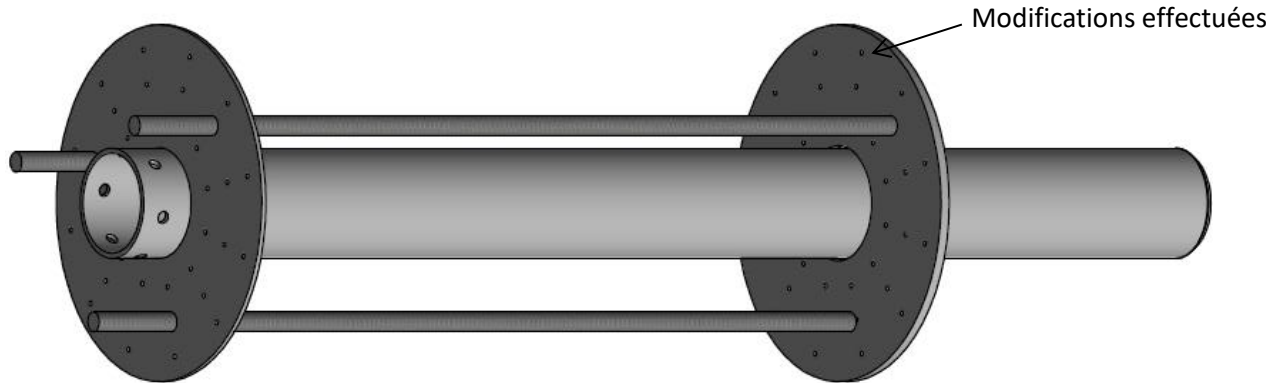
Graphique 18: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au nickel d'une surface de  $0.78 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.33$  en fonction du débit et de la température.

Grâce au Graphique 18, on peut affirmer que la production de méthane est supérieure avec un débit et une température élevée.

Nous observons que la concentration de méthane obtenu ne varie que très peu en fonction du débit d'entrée. En remplissant le réacteur, le catalyseur a une surface suffisamment grande pour que la réaction chimique se fasse avec de grands débits.

### 6.2.2 Catalyseur au nickel (réacteur partiellement rempli)

Afin d'utiliser une quantité moins importante de catalyseur dans le réacteur, une modification de celui-ci a été effectuée (voir plans en annexe 1). Un disque en acier inox soutenu par trois tiges filetées également en acier inox a été ajouté autour de la protection du corps de chauffe.



**Figure 19: Modification apportée au réacteur pour que le catalyseur se trouve dans la partie supérieure**

Un disque soutenu par trois tiges filetées a été ajouté à l'intérieur du réacteur. Cette modification permet de placer le catalyseur dans la partie supérieure du réacteur, car c'est à cet endroit que la sonde de température se trouve.

Des mesures ont été réalisées uniquement avec 130g de catalyseur au nickel ST53.

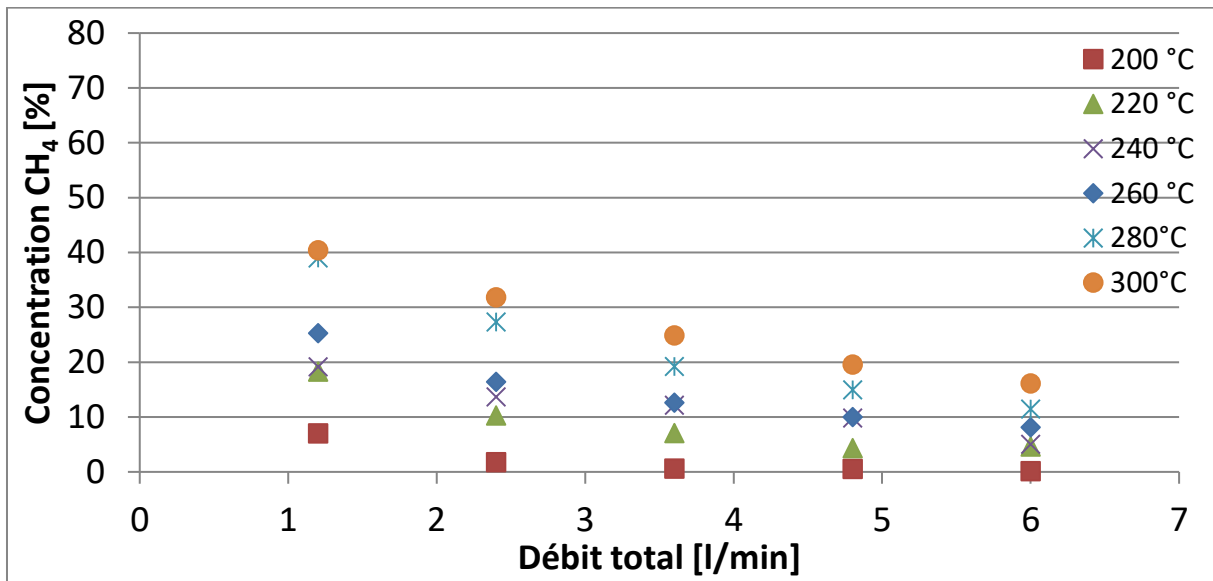
**Tableau 6: Caractéristique du catalyseur au nickel utilisé pour le réacteur partiellement rempli**

Fournisseur	Catalyseur	Poids [g]	Surface totale [cm <sup>2</sup> ]
EMPA	ST53	130	1.113E-01

Ces mesures ont été effectuées afin de comparer les résultats avec le catalyseur au ruthénium. En effet, c'est la surface qui sera en contact avec le gaz, donc plus la surface en contact avec le gaz est grande, plus elle influencera la réaction.

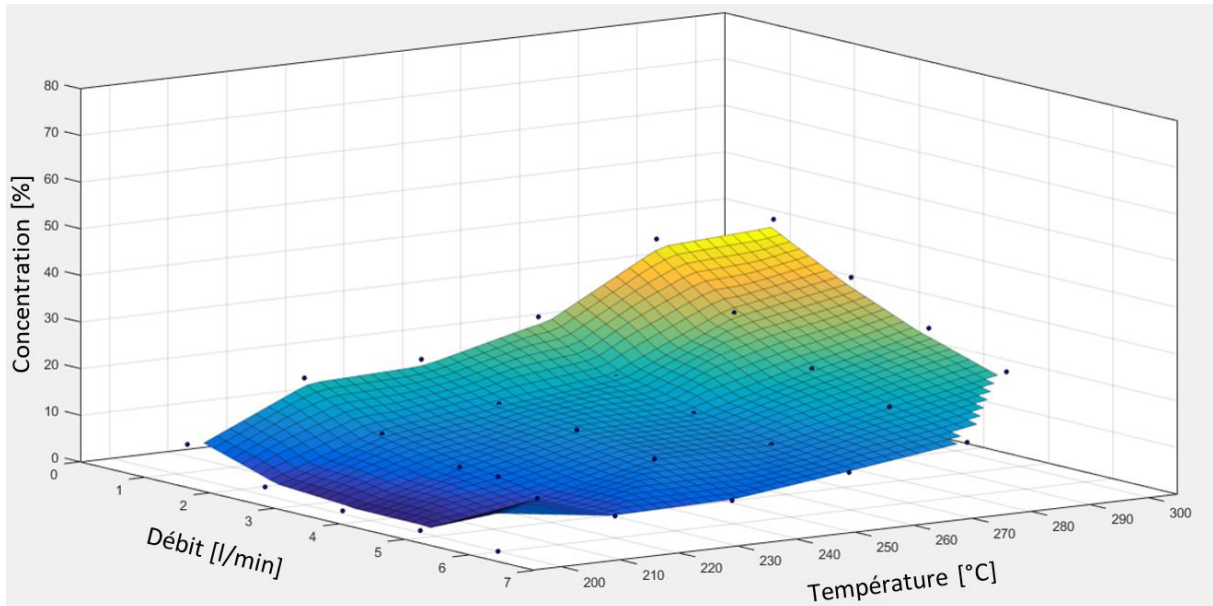


**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.20$**



Graphique 19: Concentrations de méthane obtenu avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.20 en fonction du débit et de la température, en utilisant un catalyseur au nickel avec une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$ .

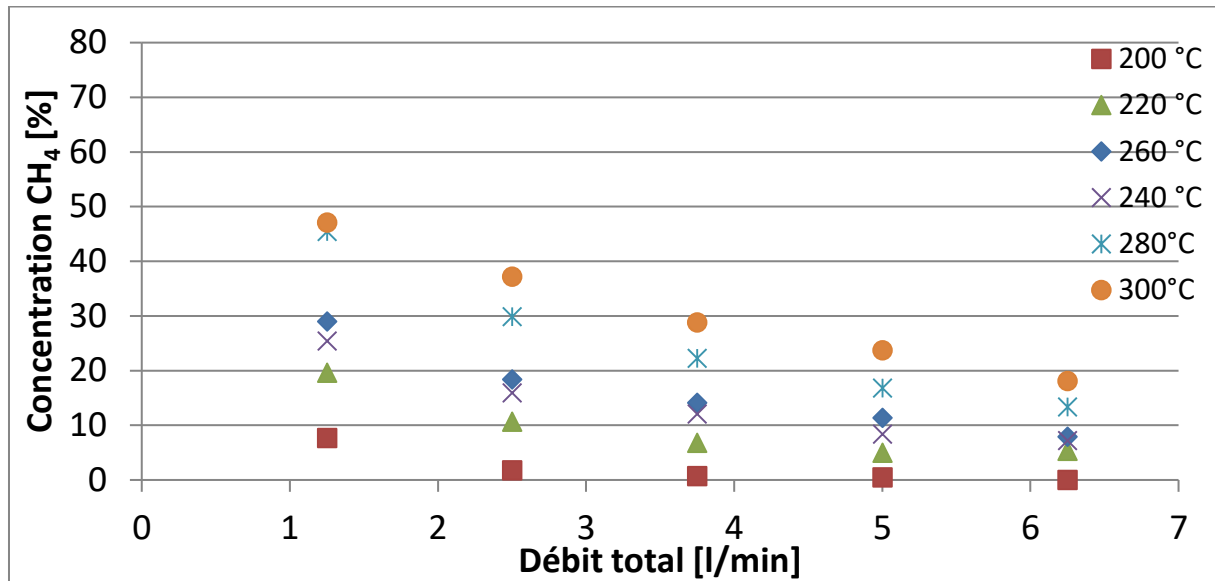
Nous observons qu'avec une surface de catalyseur plus petit, les concentrations de méthane sont très distinctes en fonction des températures.



Graphique 20: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au nickel d'une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.20$  en fonction du débit et de la température.

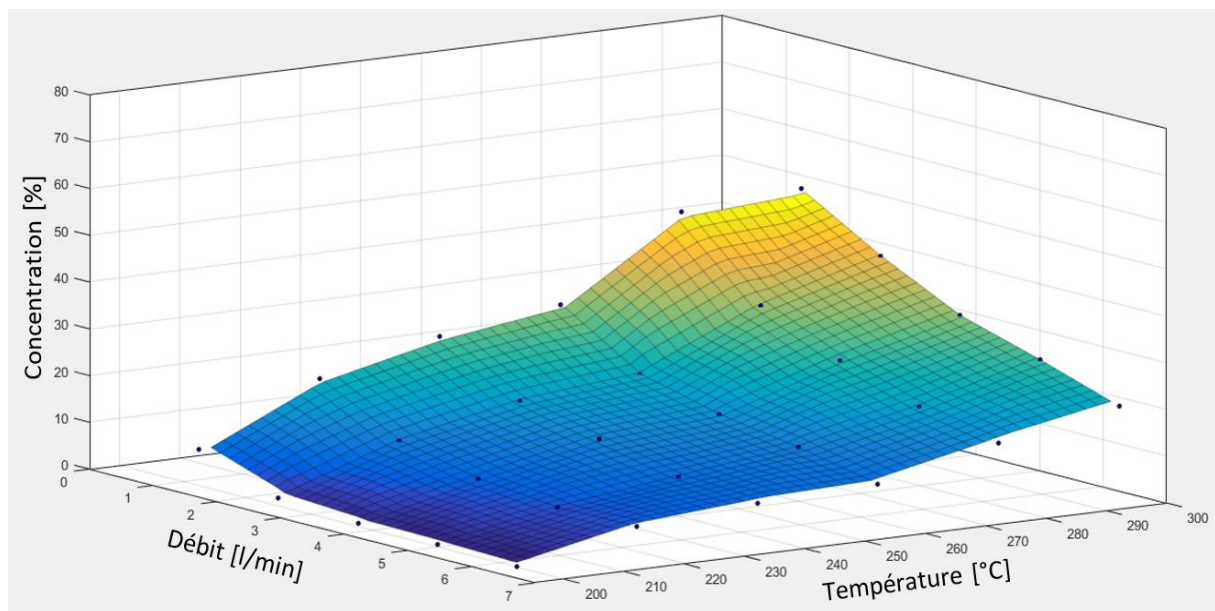
La production de méthane augmente en fonction de la température comme nous le prouve le Graphique 20: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au nickel d'une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.20$  en fonction du débit et de la température. Le débit total le plus favorable est  $1.25 \text{ l/min}$ .

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.25$**



Graphique 21: Concentrations de méthane obtenues avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.25 en fonction du débit et de la température, en utilisant un catalyseur au nickel avec une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$ .

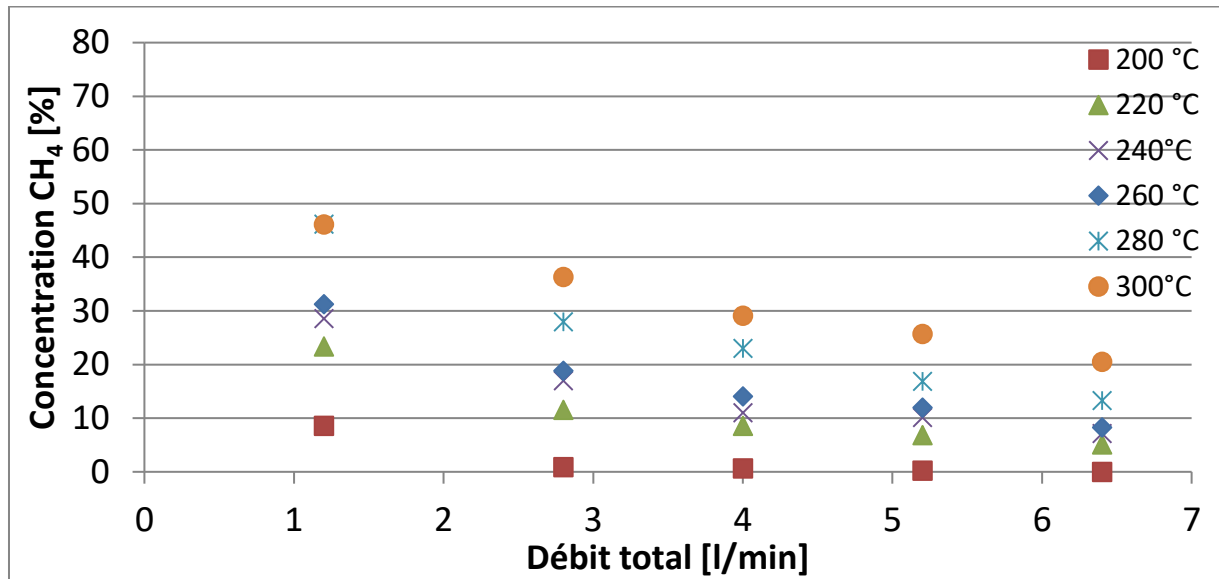
Les résultats obtenus avec ce ratio sont très similaires aux résultats précédents, cependant les concentrations de méthane sont un peu plus hautes.



Graphique 22: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au nickel d'une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.25$  en fonction du débit et de la température.

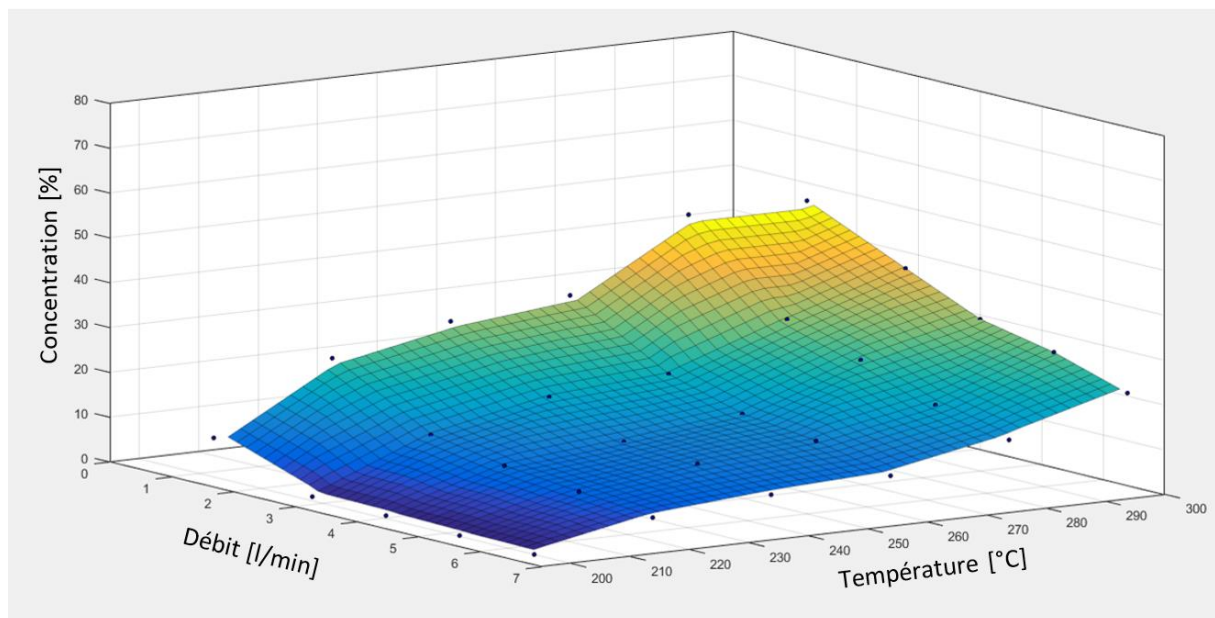
Ce graphique nous permet d'affirmer les mêmes conclusions que celles obtenues avec le ratio précédent  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.20$ .

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.33$**



Graphique 23: Concentrations de méthane obtenu avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.33 en fonction du débit et de la température, en utilisant un catalyseur au nickel avec une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$ .

Malgré des concentrations généralement plus élevées avec le ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.33$ , le meilleur résultat est obtenu avec le ratio précédent (0.25).



Graphique 24: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au nickel d'une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.33$  en fonction du débit et de la température.

Les tendances sont identiques aux deux ratios précédents.

### 6.2.3 Catalyseur au ruthénium (réacteur partiellement rempli)

Le deuxième catalyseur utilisé est un catalyseur au ruthénium (détails en annexe 5). Afin d'utiliser ce catalyseur, il faut également utiliser la modification apportée au réacteur (voir plans en annexe 1).

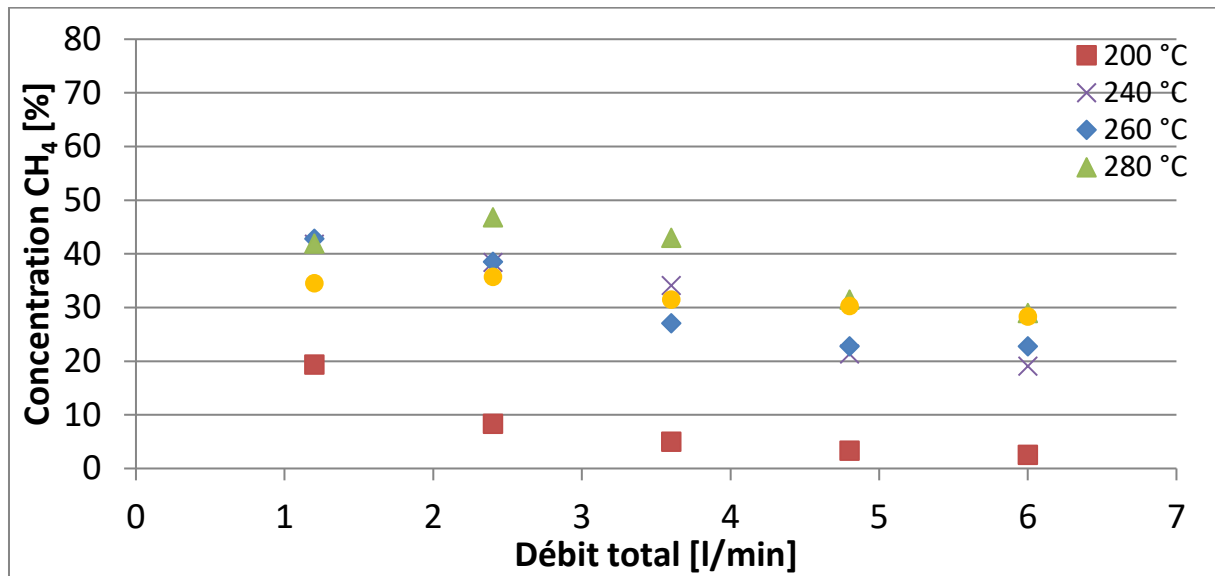
Tableau 7: Caractéristiques du catalyseur au ruthénium utilisé

Fournisseur	Catalyseur	Poids [g]	Surface totale [cm <sup>2</sup> ]
SIGMA ALDRICH	206199	252.7	9.68E-02

La surface du catalyseur au ruthénium est environ huit fois moins grande que la surface du catalyseur au nickel quand celui-ci est rempli.

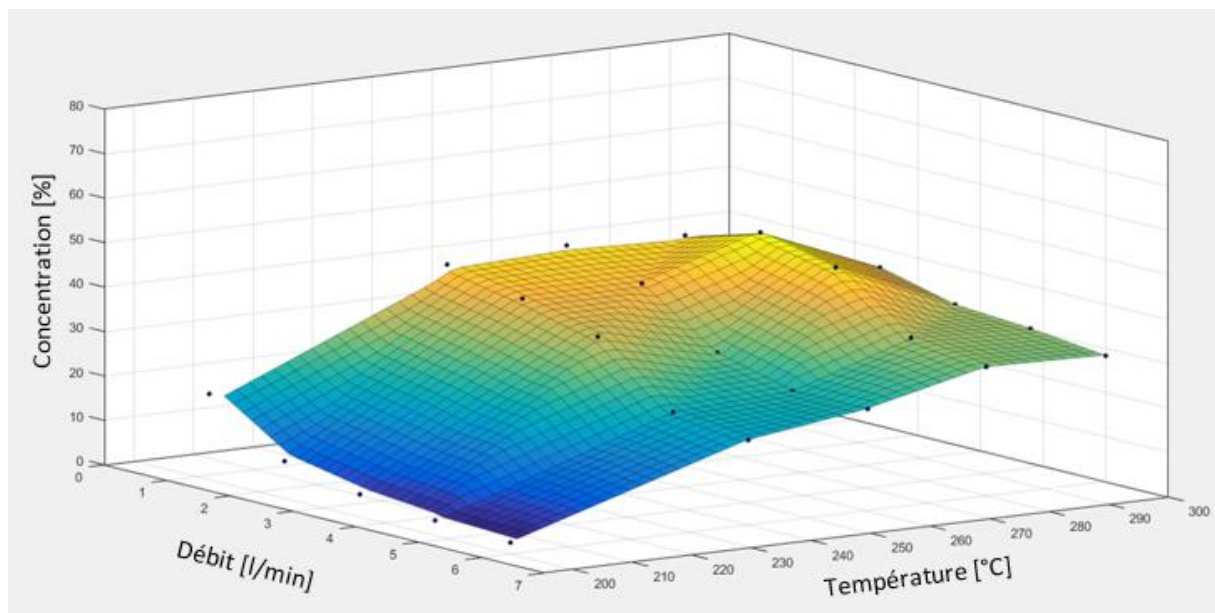
Le refroidissement du réacteur a dû être enclenché pour les températures excédent 260°C, cette obligation abaisse la production de méthane à cause de la répartition de la température dans le réacteur (explication chapitre 6.1).

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.20$**



Graphique 25: Concentrations de méthane obtenu avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.20 en fonction du débit et de la température, en utilisant un catalyseur au ruthénium avec une surface de  $0.09 \text{ cm}^2$ .

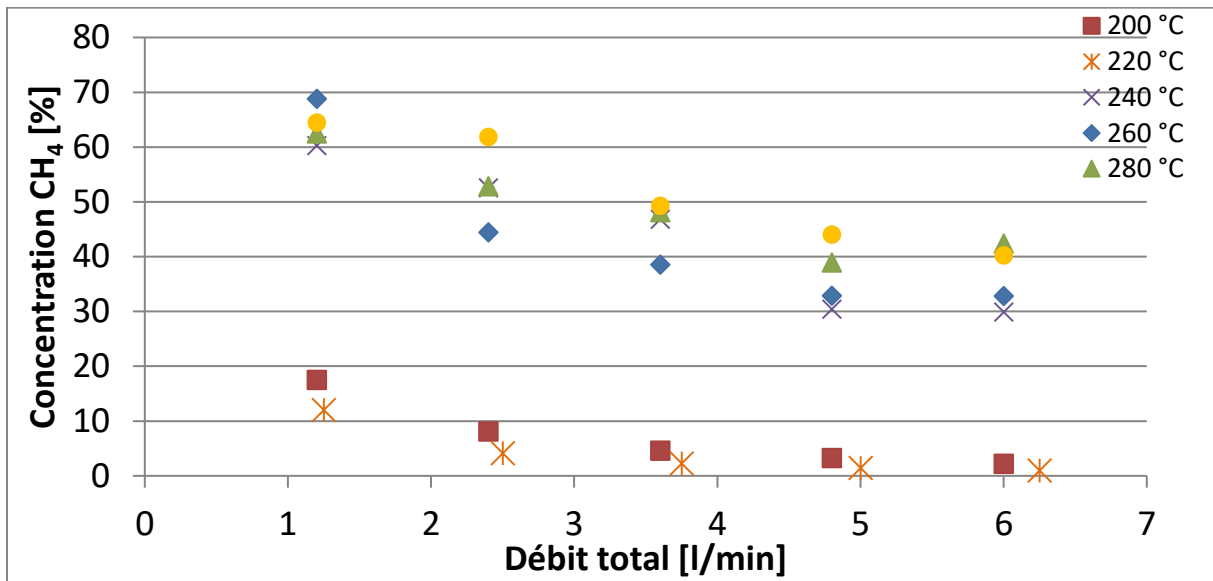
Les meilleures concentrations en méthane sont obtenues à une température de  $280^\circ\text{C}$ . Le débit permettant d'obtenir la meilleure concentration est  $2.5 \text{ l/min}$ , dont  $2 \text{ l/min}$  de  $\text{H}_2$ . En augmentant le débit total en entrée, la concentration diminue.



Graphique 26: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au ruthénium d'une surface de  $0.09 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.20$  en fonction du débit et de la température.

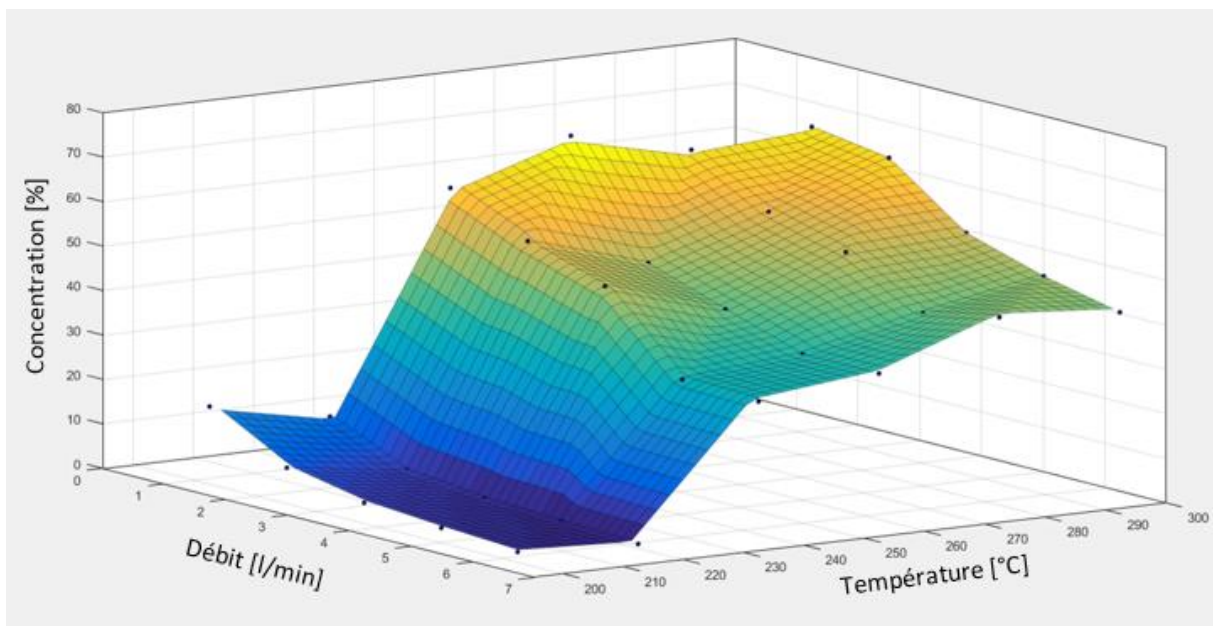
Les concentrations de méthane ont une tendance à la baisse dans les hautes températures.

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.25$**



Graphique 27: Concentrations de méthane obtenu avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.25 en fonction du débit et de la température, en utilisant un catalyseur au ruthénium avec une surface de  $0.09 \text{ cm}^2$ .

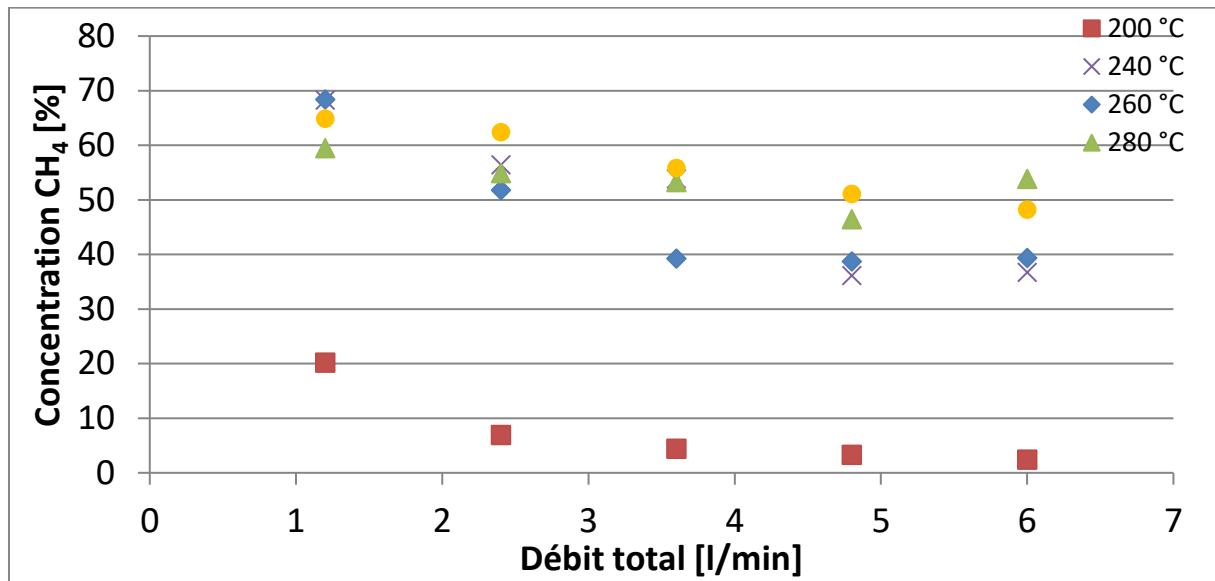
Les mesures effectuées avec un ratio idéal (selon l'équation de Sabatier au chapitre 2) permettent d'obtenir des concentrations en méthane beaucoup plus élevées (environ 69%) qu'avec le ratio précédent (0.2). La concentration baisse avec la même tendance en fonction du débit.



Graphique 28: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au ruthénium d'une surface de  $0.09 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.25$  en fonction du débit et de la température.

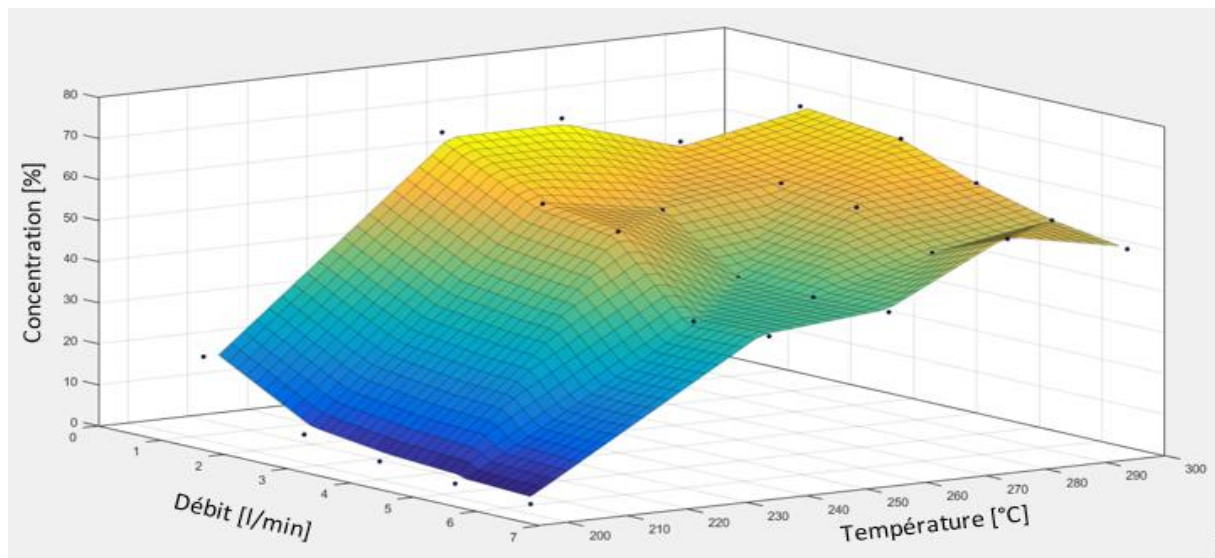
La concentration de méthane chute drastiquement (moins 35% entre 240 et 220°C) avec des températures plus basses que 240°C.

**Résultats obtenus avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.33$**



Graphique 29: Concentrations de méthane obtenu avec un ratio de  $\text{CO}_2/\text{H}_2$  de 0.33 en fonction du débit et de la température, en utilisant un catalyseur au ruthénium avec une surface de  $0.09 \text{ cm}^2$ .

Les résultats obtenus avec ce ratio sont très similaires aux résultats précédents (0.25)

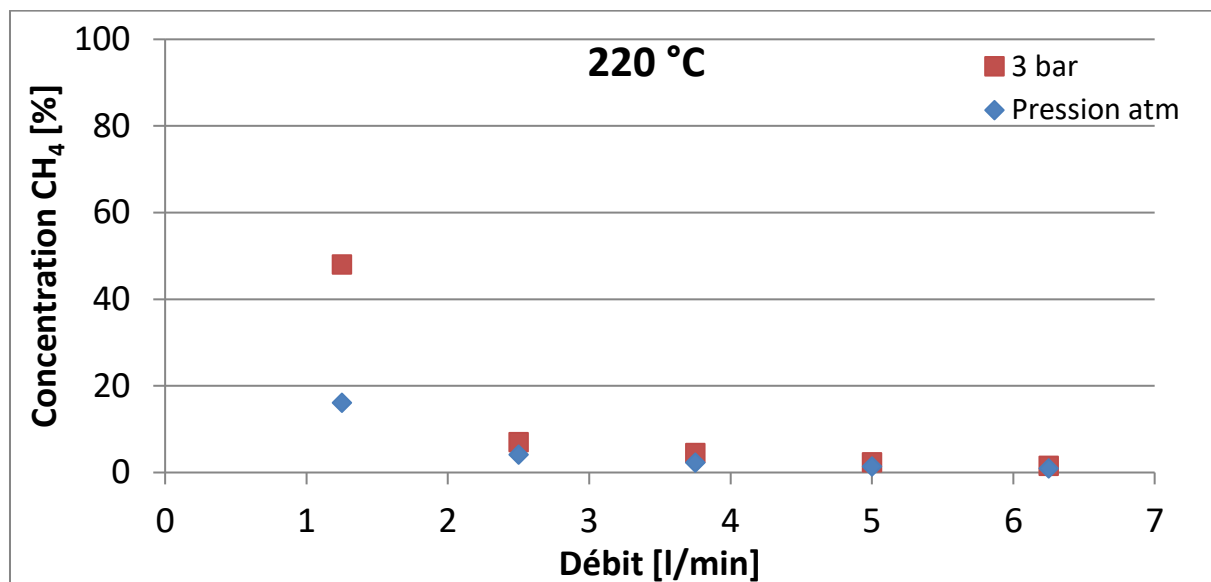


Graphique 30: Représentation graphique des résultats obtenus en utilisant le catalyseur au ruthénium d'une surface de  $0.09 \text{ cm}^2$  avec un ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2 = 0.33$  en fonction du débit et de la température.

Toutes les mesures effectuées permettent d'affirmer que les températures basses (200-220°C) ne conviennent pas du tout au catalyseur au ruthénium.

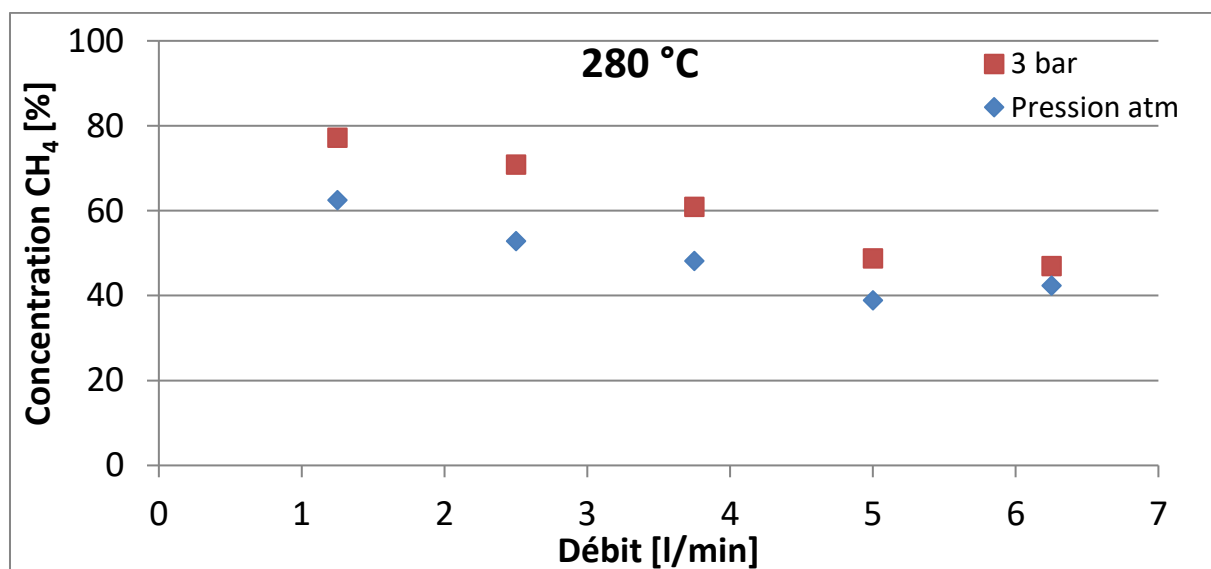
### 6.3 Influence de la pression

La pression choisie pour mesurer l'influence est de 3 bars, même si le réacteur est supposé supporter plus, on ne peut pas atteindre des pressions plus élevées avec le système actuel à cause de fuites au niveau du condenseur.



Graphique 31: Concentration de méthane obtenu avec un catalyseur au ruthénium d'une surface de 0.09 cm<sup>2</sup> en faisant varier la pression à une température de 220°C

La pression a une grande influence sur le débit 1.2 l/min, la concentration augmente de 32%, par contre pour des débits plus élevés, elle améliore que très peu la concentration de méthane (3%).

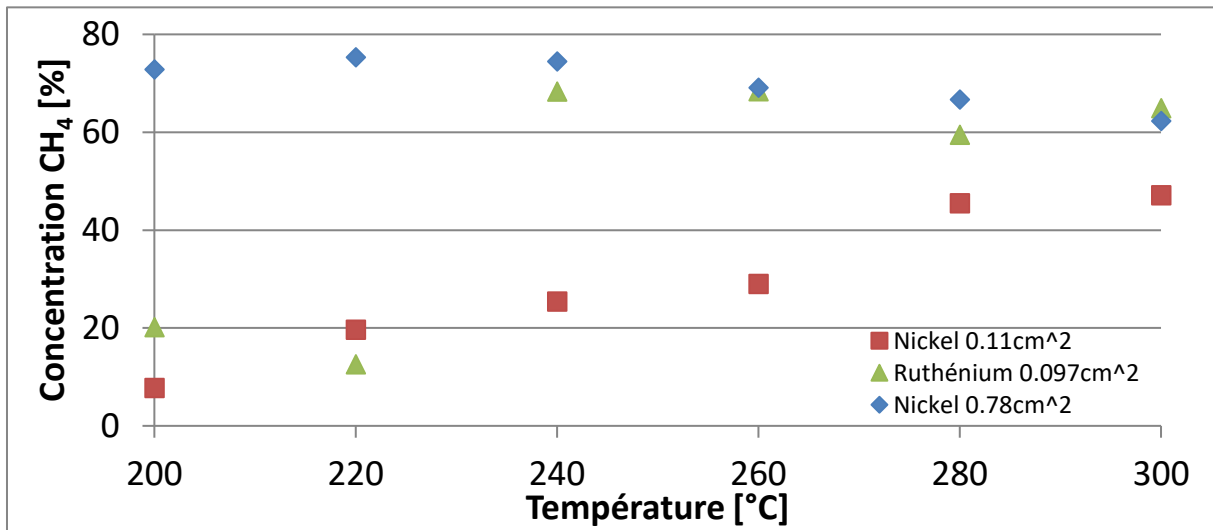


Graphique 32: Concentration de méthane obtenu avec un catalyseur au ruthénium d'une surface de 0.09 cm<sup>2</sup> en faisant varier la pression à une température de 280°C

Pour une température de 280°C, l'influence de la pression sur la concentration se remarque sur tous les débits. La pression améliore la concentration de maximum 18% pour atteindre 77.2% de méthane.



## 6.4 Comparaison des catalyseurs



Graphique 33: Comparaison des catalyseurs au meilleur point de fonctionnement en fonction du débit et de la température

Le catalyseur au nickel ayant une grande surface a une concentration de méthane beaucoup plus homogène en fonction de la température.

Comme le montre le Graphique 33, le catalyseur au ruthénium est efficace à des températures supérieures à 240°C. Les concentrations obtenues équivalent à celle obtenue avec le catalyseur au nickel de 0.78 cm<sup>2</sup>, malgré leur différence de surfaces. La concentration de méthane diminue avec des températures supérieures à 260°C à cause du refroidissement du réacteur.

La concentration en méthane du catalyseur au nickel ayant une petite surface augmente régulièrement en fonction de la température.

## 6.5 Rendement

Le calcul de rendement permet de comparer la production de méthane avec d'autres systèmes.

Pour ce calcul, uniquement la consommation du chauffage est prise en compte.

Le débitmètre utilisé afin de mesurer la quantité de gaz en sortie est calibré avec de l'hydrogène. Selon le gaz passant dans le débitmètre, il faut appliquer un facteur de correction.

Tableau 8: Facteurs de correction.

Gaz	Symbole	Facteur k
Air	-	1.000
Méthane	CH <sub>4</sub>	0.721
Dioxyde de carbone	CO <sub>2</sub>	0.739
Nitrogène	H <sub>2</sub>	1.000

Pour savoir la quantité de chaque gaz présent à la sortie du méthaniseur, les calculs suivants sont appliqués.

$$\text{Débit CH}_4 = k * \text{débit mesuré} * \text{concentration mesuré}$$

$$\text{Débit CO}_2 = k * \text{débit mesuré} * \text{concentration mesuré}$$

$$\text{Débit H}_2 = \text{débit mesuré} - \text{débit CH}_4 - \text{débit CO}_2$$

Le rendement est calculé avec les paramètres suivants :

Débit H<sub>2</sub>: 1 l/min  
 Ratio CO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>: 0.25  
 Température : 280°C  
 Pression : 3 bar

Tableau 9: Calcul des débits de gaz en sortie du méthaniseur.

Gaz	Concentration [%]	Facteur K	Débit réel [l/min]	Débit [l/h]	Débit [m <sup>3</sup> /h]
CO <sub>2</sub>	3.4	0.721	0.01	0.81	8.15E-04
CH <sub>4</sub>	77.2	0.739	0.31	18.83	1.88E-02
H <sub>2</sub>	19.4	-	0.22	13.36	1.34E-02

En sachant la quantité de méthane produit, il est possible de calculer l'énergie produite.

Tableau 10: Calcul de la consommation et de la production d'énergie du système power to gas.

Énergie produite		Énergie consommée	
Débit méthane	0.02 m <sup>3</sup>	Energie chauffage	0.14 kWh
Pouvoir calorifique	9.94 kWh/m <sup>3</sup>	Energie electrolyseur	0.30 kWh
<b>Energie méthane</b>	<b>0.19 kWh</b>	<b>Energie total</b>	<b>0.44 kWh</b>

$$\text{Rendement} = \frac{\text{Énergie produite}}{\text{Énergie consommée}} = \frac{0.19}{0.44} = 42.3\%$$

Le rendement obtenu est de 42.3%, ce rendement est assez bon, étant donné que théoriquement il peut atteindre 51% [Réf 10]. Afin d'améliorer ce rendement, il faudrait améliorer la concentration de méthane en sortie du réacteur.

## 6.6 Étude énergétique

La réaction chimique des deux gaz  $H_2$  et  $CO_2$  produit de l'énergie, c'est pour cela, qu'elle est appelée exothermique.

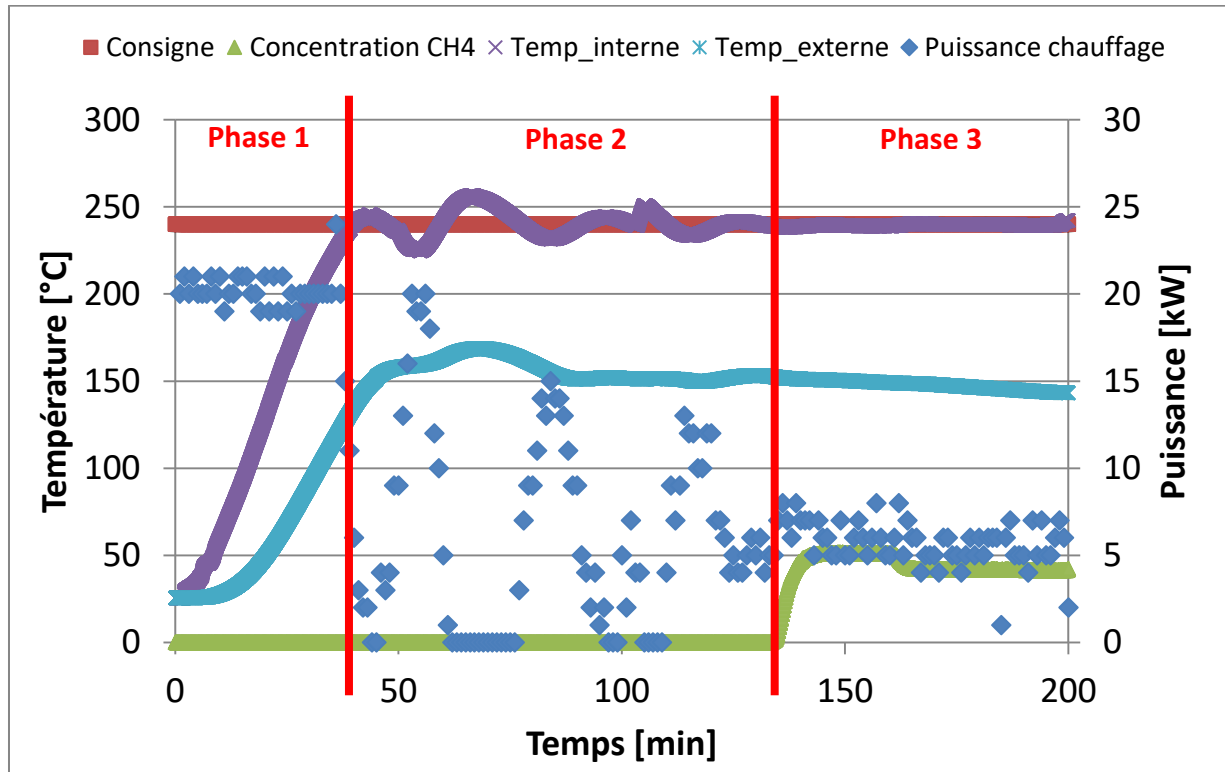


Figure 20: Visualisation du chauffage du réacteur en trois phases pour une température de 260°C

Sur le graphique ci-dessus, nous observons cette production d'énergie. En effet, l'énergie nécessaire pour maintenir le réacteur à sa température de consigne diminue une fois que le gaz est injecté.

Tableau 11: Comparaison des énergies nécessaires pour atteindre la consigne, pour stabiliser la température et après injection du gaz.

Phase	Description	Énergie [kWh]	Énergie [MJ]
1	Énergie pour chauffer	0.325	1.170
2	Énergie pour stabiliser	0.100	0.361
3	Énergie après réaction	0.097	0.349

En injectant des débits totaux supérieurs à 4 l/min, la réaction exothermique est tellement importante qu'elle doit être refroidie, il n'y a donc plus besoin de chauffer le réacteur pour le maintenir à une température de consigne. Il n'a donc plus de consommation d'énergie pendant la réaction.

## 6.7 Étude économique

L'avantage du P2G est qu'il ne nécessite aucune modification des installations existantes. Pour le calcul économique, nous utilisons les dimensions de l'installation existante dans le laboratoire. La taille de l'installation conviendrait à une petite exploitation.

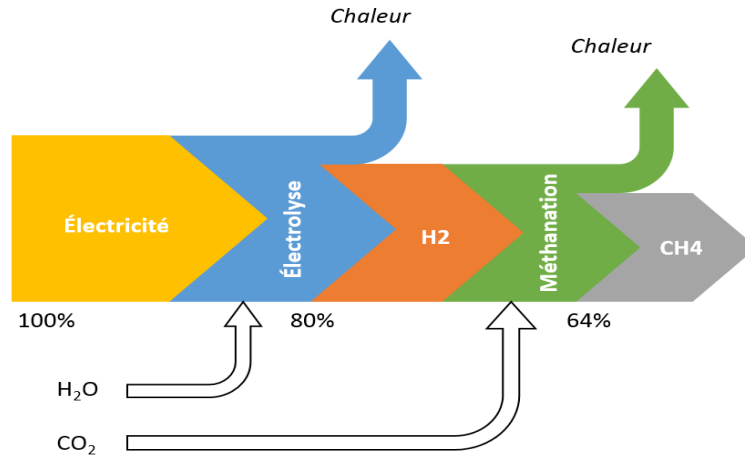


Figure 21: Rendement de la chaîne power to gas

Le rendement d'une telle installation atteint 51%. Pour que le P2G soit plus intéressant, nous devons inclure la valorisation de la chaleur dans le calcul.

Tableau 12: Calcul des coûts du système power to gas.

Consommation			
Source	Énergie [kWh]	Prix [cts//kWh]	Coût [CHF]
PV	4998	6.3	315
Coût total			315

Pour ce calcul, nous prenons en compte une revalorisation des rejets thermiques. L'énergie thermique représente 90% des pertes du système.

Tableau 13: Calcul du gain du système power to gas.

Production			
Source	Énergie [kWh]	Prix vente [cts/kWh]	Gain [CHF]
Méthane	2549	14.35	366
Chaleur	2204	14.35	316
Gain total			682

Une installation power to gas s'avère difficilement rentable, même en valorisant 90% des rejets thermiques de l'électrolyseur et du méthaniseur, l'écart de prix doit au minimum être de 13cts.

Dans ce calcul, l'exploitation de la source CO<sub>2</sub> n'a pas été prise en compte. Il faudrait donc encore compter les frais d'installation et de maintenance afin d'exploiter celle-ci.

Contrairement à une pile, ce système permettrait de stocker de l'énergie sur une plus longue période. Par exemple, la surproduction PV en été pourrait être transformée en gaz et être consommée en hiver.

## VII. Améliorations

**La pression** : Le méthaniseur peut être mis sous pression à 3 bars, si l'on dépasse cette pression, il y a des fuites de gaz à la sortie du condenseur. Afin de pouvoir analyser plus en détail l'influence de celle-ci sur la production de méthane, un nouveau récipient pouvant résister à 10 bars devra être installé. Le récipient devrait pouvoir contenir 0.6 litre, cela correspond à la production d'eau avec des débits totaux d'environ 7 l/min durant une journée.

**Sonde de pression** : Une sonde de pression doit être ajoutée afin de connaître précisément la pression du réacteur.

**Vanne pilotée** : La vanne pilotée permettrait de contrôler le débit en sortie de manière automatique, ce qui permettrait de contrôler la pression du réacteur.

**Sondes de température** : Ajouter des sondes de température multipoints (MST) à l'intérieur du réacteur permettrait de contrôler sa température à différents endroits.

**Refroidissement** : Nous avons remarqué que le refroidissement à l'extérieur du réacteur influence sa production de méthane. Un nouveau concept de refroidissement devra être utilisé afin de refroidir le réacteur de façon homogène.

**Interface** : L'interface homme-machine est un moyen simple de visualiser le système, cependant au fil du temps beaucoup de modifications ont été apportées par chaque étudiant, ce qui rend le code compliqué et non uniforme. Il faudrait refaire une programmation simplifiée en uniformisant le programme et en enlevant les parties obsolètes.

**Sécurité** : Afin d'améliorer la sécurité du système, il faut mettre en place une sécurité si la température ou la pression dépassent les valeurs de consignes.

## VIII. Conclusion

Au terme de ce projet, le méthaniseur a pu être caractérisé d'après une grande gamme de paramètres.

Le meilleur point de fonctionnement avec le réacteur partiellement rempli d'un catalyseur au nickel avec une surface de  $0.11 \text{ cm}^2$  est le suivant :

Débit  $\text{H}_2$ : 1 l/min  
Ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2$ : 0.25  
Température :  $300^\circ\text{C}$   
Concentration de méthane 47.1 %

La surface du catalyseur au nickel en remplissant le réacteur est de  $0.78 \text{ cm}^2$ . Son meilleur point de fonctionnement est obtenu avec les paramètres :

Débit  $\text{H}_2$ : 1 l/min  
Ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2$ : 0.25  
Température :  $220^\circ\text{C}$   
Concentration de méthane 75.3 %

Avec un catalyseur au ruthénium d'une surface de  $0.09 \text{ cm}^2$ , le meilleur point de fonctionnement est atteint avec les paramètres suivants

Débit  $\text{H}_2$ : 1 l/min  
Ratio  $\text{CO}_2/\text{H}_2$ : 0.25  
Température :  $260^\circ\text{C}$   
Concentration de méthane 68.8 %

Nous remarquons que les meilleures concentrations de méthane ont toutes été obtenues avec le même ratio. Un point également important est l'influence du catalyseur et de la quantité utilisée. Avec une même surface, le catalyseur au ruthénium produit 20% de méthane en plus que le catalyseur au nickel. Toutes ses mesures ont permis d'estimer le rendement de l'installation qui se situe environ à 42%.

Il est donc possible d'affirmer que si la surface du catalyseur est petite, la température devra être plus grande dans le réacteur afin d'obtenir une production de méthane plus importante.

L'influence de la pression a pu être démontrée sur plusieurs mesures effectuées. Elle peut améliorer de plus de 32% la production de méthane dans certaines conditions.

Tout au long de ce projet, des éléments ont été ajoutés sur le système pour améliorer son fonctionnement et l'interface homme-machine a été améliorée. Afin de faciliter la future prise en main d'une personne tierce, tous les documents nécessaires concernant le système ont été mis à jour.

## IX. Références

- [1] Jean-Christophe Barla, *Ascometal projette une unité "Power to Gas" à Fos-sur-Mer*, **septembre 2016**  
<http://www.usinenouvelle.com/article/ascometal-projette-une-unite-power-to-gas-a-fos-sur-mer.N432257>
- [2] K. Büker, *Nutzung von CO2 in fossilen Energieumwandlungskreisläufen*, 13. *Brandenburger Energietag*, **septembre 2011**
- [3] Spyridon Schoinas, *Project for the spring semester 2016 – Power to Gas – Master of Science in Engineering*, HES-SO, **09.06.2016**
- [4] Nickel provenant de l'Empa (Andreas Borgschulte) et envoyé à l'EPFL (Prof. Jan Van Herle EPFL )
- [5] Fischer F., Tropsch H., Dilthey P., *Brennst. Chem.*, **1925**
- [6] Vannice M.A., *J. Catal.*, **1975**
- [7] Thermo Nicolet, *Intoduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*, **2001**
- [8] David Constantin, *Travail de Bachelor « Power to gas » HES-SO*, **2015**
- [9] Vincent Giachino, *Master of Science HES-SO in Engineering « Power to gas »*, **2017**
- [10] Méziane Boudellal, *Le power to gas stockage de l'électricité d'origine renouvelable*, p.102, ©Dunod, **2016**

## X. Annexes

1. Plans du réacteur
2. Sonde Watlow
3. Mesures
4. Mass Flow
5. Catalyseur au ruthénium
6. Schémas électriques
7. Mode d'emploi
8. Détails des catalyseurs

## XI. Remerciements

Je remercie Dr Christoph Ellert pour tous ses conseils et son suivi tout au long du projet.

Merci aussi à M. David Martinet pour son soutien lors des modifications du système ainsi que durant la prise des mesures.

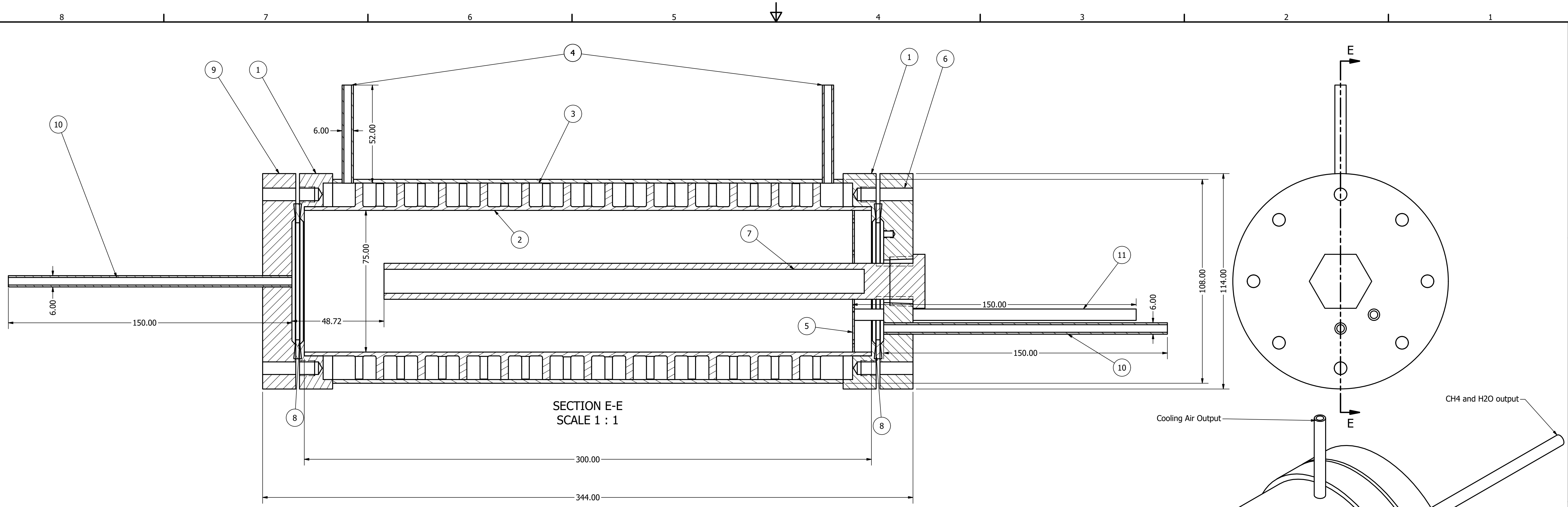
Enfin, merci à M. David Constantin pour son aide durant ma visite à L'EPFL.

## XII. Date et signature

Sion, le 17 août 2017

William Ruppen





SECTION E-E  
SCALE 1 : 1

PARTS LIST			
ITEM	QTY	PART NUMBER	DESCRIPTION
1	2	CF welded flange F63WF66-316	bottom flange DN63
2	1		inner tube L300
3	1		outer shell
4	2		air tube
5	1		mixing part
6	1	Flange DN63 Blank F63-316	Top external lid DN63
7	1		Watlow Heater 3/4 inch diameter 11 inches length
8	2	CU63	copper ring DN63
9	1	Flange DN63 Blank F63-316	bottom external lid DN63
10	2		input and output tube
11	1		temperature sensor tube

DRAWN Schoinas S.	22.03.2016	HES-SO Valais	
CHECKED			
QA		TITLE	
MFG		Methanation Reactor	
APPROVED		SIZE	DWG NO
TEL: +41(0)786751230		D	Methanation reactor assembled
		SCALE	1 : 1
			SHEET 1 OF 3

H2 and CO2 input  
Temperature Sensor Input

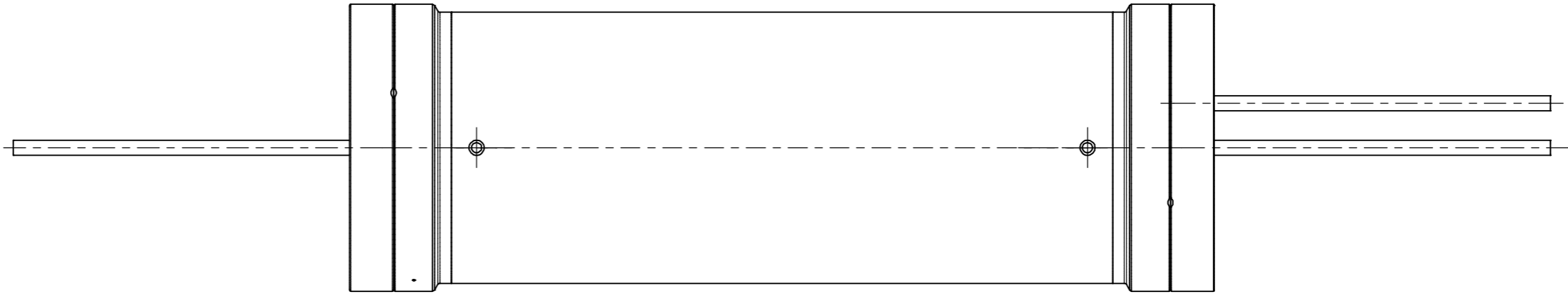
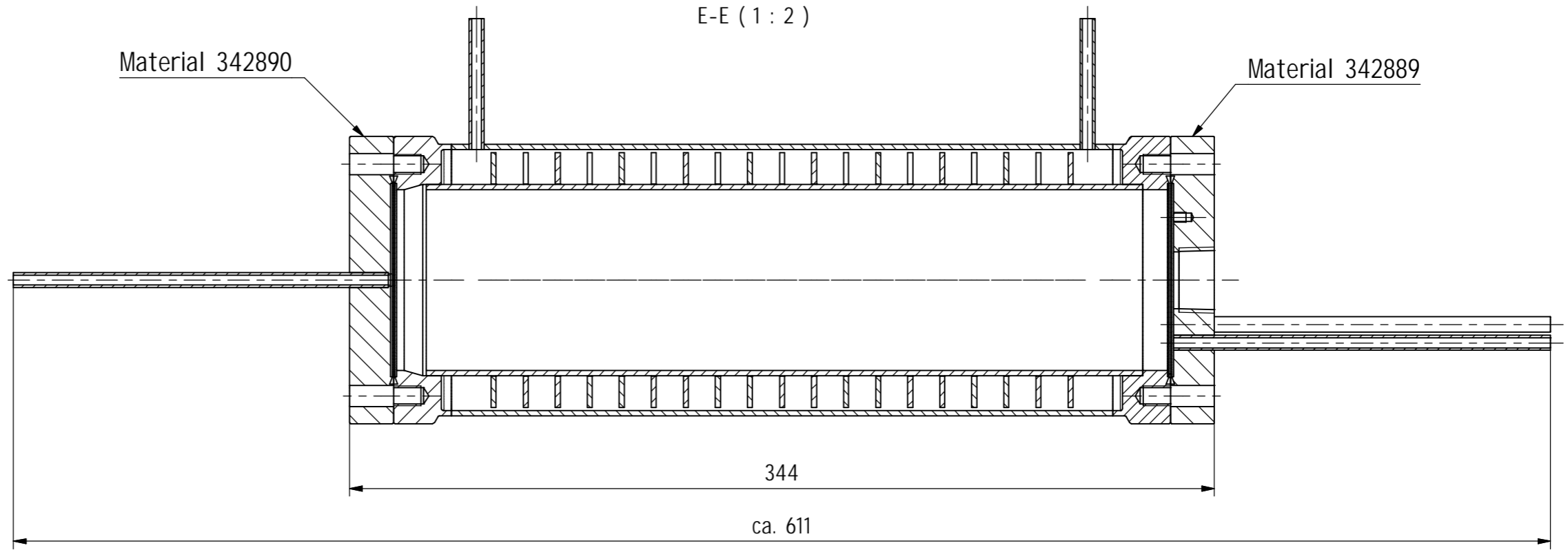
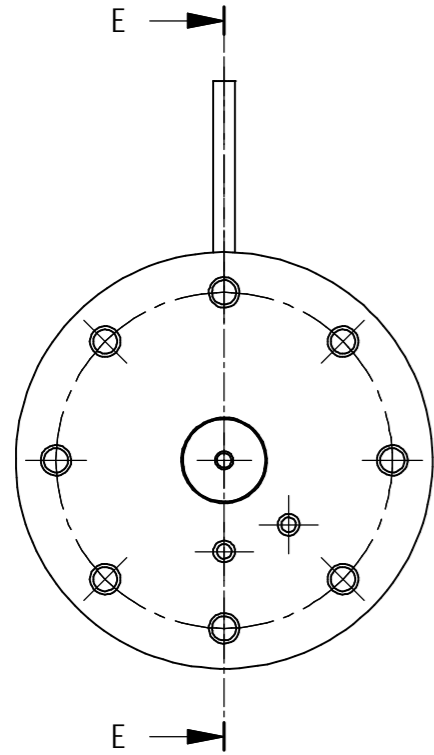
Cooling Air Output

CH4 and H2O output

Cooling Air Input



zur Darstellung 342453, 342889, 342890



Spannd. Toleranz ISO 2768-m	0.5..3	± 0.1		
	>3..6	± 0.1		
	>6..30	± 0.2		
	>30..120	± 0.3		
	>120..400	± 0.5		
	>400..1000	± 0.8		
	Schweißtoleranz ISO 13920 B	2..30	± 1	
		>30..400	± 2	
		Schweißtoleranz ISO 13920 F	30..120	1.0
			>120..400	1.5
>400..1000	3.0			

Oberflächen nach DIN EN ISO 1302		Kanten nach DIN ISO 13715			Maßstab: $1 = 2$	Masse: 10,551 kg
$\sqrt{Ra3,2}$ ( $\sqrt{Ra0,8}$ )		$1-0,2$ $1+0,4$			Oberfläche: 671073,926 mm <sup>2</sup>	Werkstoff: 304 / 1.4301
149mm x 611mm x 179mm	Datum: 11.04.2016	Name: Winkelhardt			<b>SPE - 10078382 - 10</b>	
gezeichnet:					"METHANATION REACTOR" NACH KUNDENZEICHNUNG	
KND-Freigabe:					342453	
geprüft:					Dok. Art: IKN	Version: 00
freigegeben:				Bauteilnummer: 20000042215		A3

**Materialstückliste / Material BOM**

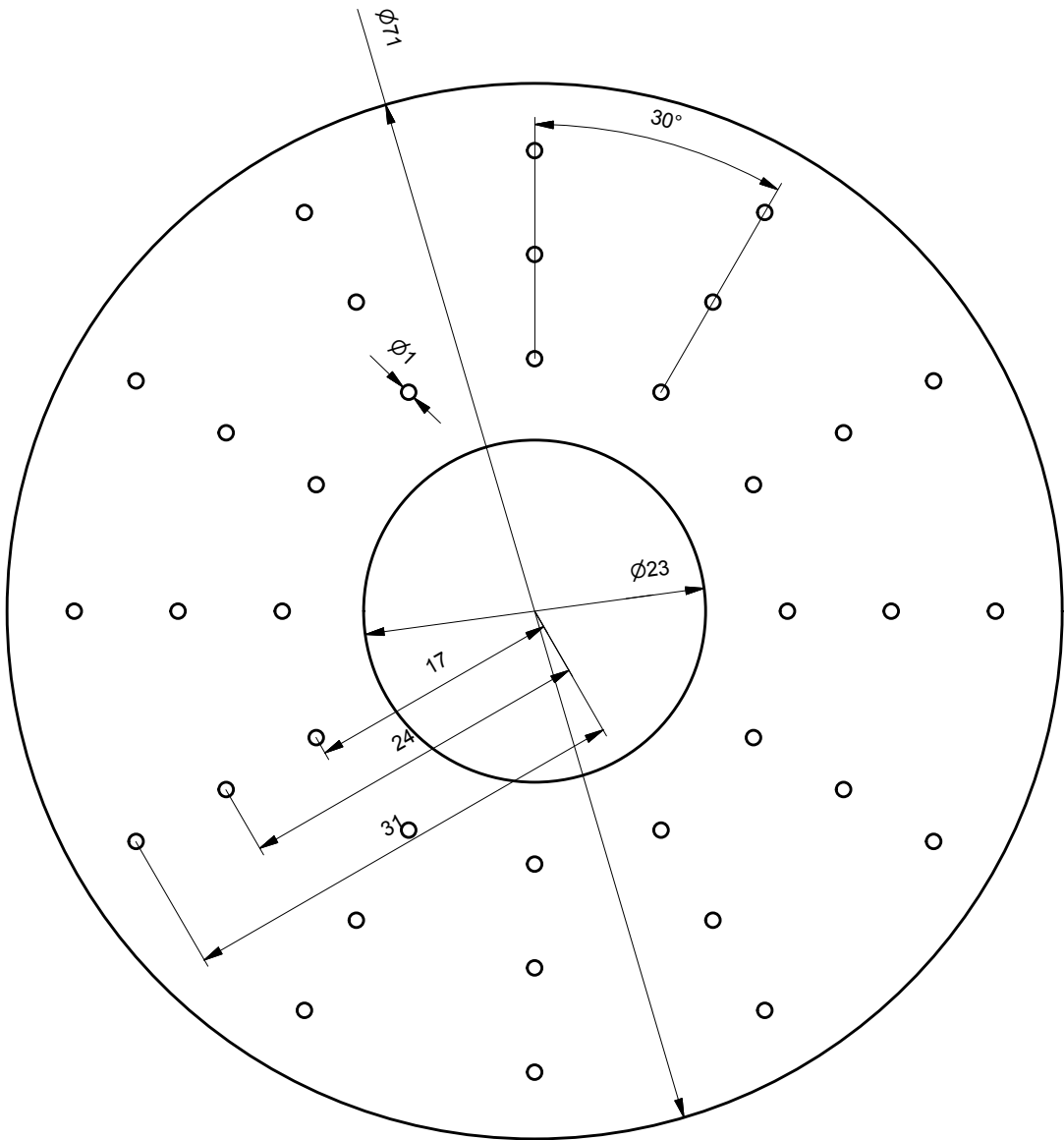
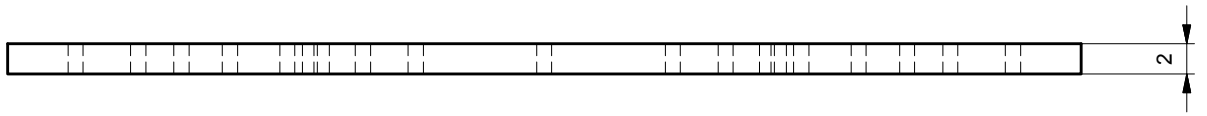
Material / Material **342453** *SPE-10078382-10*  
 StücklStatus / BOM status **01**

Werk / Plant  
 Verwendung / Usage **1** *Fertigung / Production*  
 Alternative / Alternative **1**  
 Basismenge / Base quantity **1,000** *ST*



Precision & Purity  
 UHV ■ XHV ■ UCV

Pos. / Item	PTp / lct	OTp / OTp	Komponente / Component	Komponentenbezeichnung / Component description	Menge / Quantity	ME / Un	BGr / Asm	Werkstoff / Basic material	Werksüb. MatSt / MS
0010	L	1	<b>100644</b>	<b>R316-108X2.0</b>	270	MM / MM		316L / 1.4404	61
0020	L	1	<b>101281</b>	<b>R14404-76X2.0-11866</b>	295	MM / MM		316L / 1.4404	61
0030	L	1	<b>100676</b>	<b>R316-6X1.0NAHTLOS</b>	150	MM / MM		316L / 1.4404	61
0040	L	1	<b>213851</b>	<b>FE-SPE-10078382-10-LEITBLECH02</b>	1	ST / PCS		304 / 1.4301	20
0050	L	1	<b>213850</b>	<b>FE-SPE-10078382-10-LEITBLECH01</b>	19	ST / PCS		304 / 1.4301	20
0060	L	1	<b>342889</b>	<b>SPE-10078382-30</b>	1	ST / PCS			20
0070	L	1	<b>342890</b>	<b>SPE-10078382-40</b>	1	ST / PCS			20
0080	T	2		<b>Spezial CF63-01</b>	1	ST / PCS			
0090	T	2		<b>Spezial CF63-02</b>	1	ST / PCS			



"Power to gaz"  
Disque supérieur

Dessiné  
Gezeichnet

william.ruppen

04.07.2017

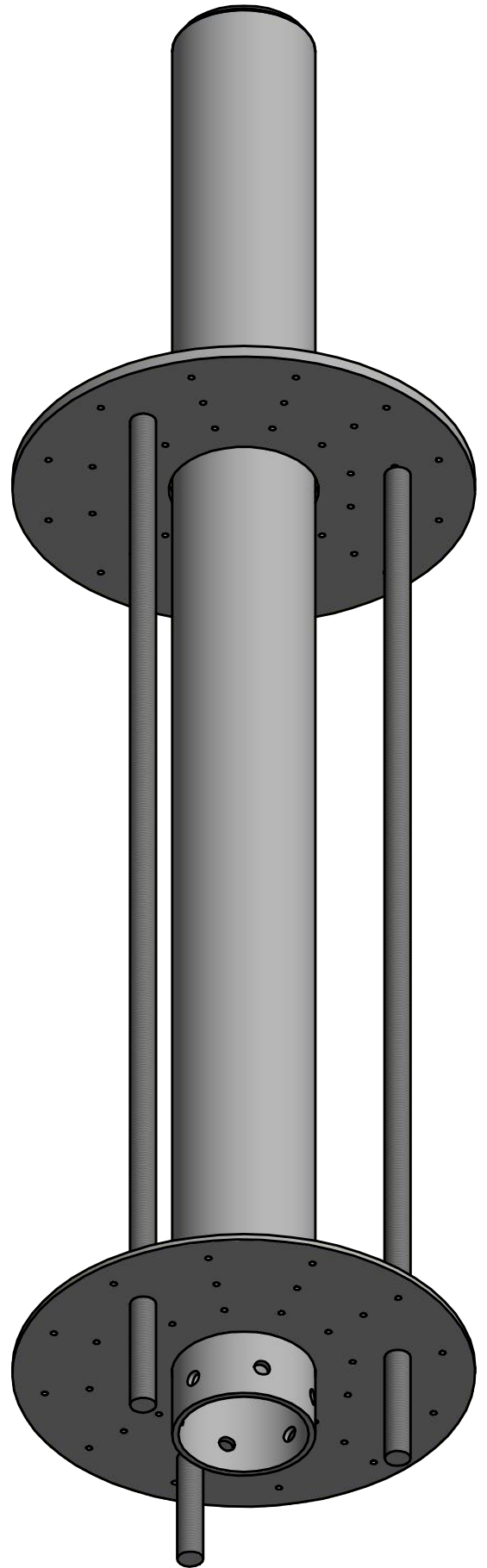
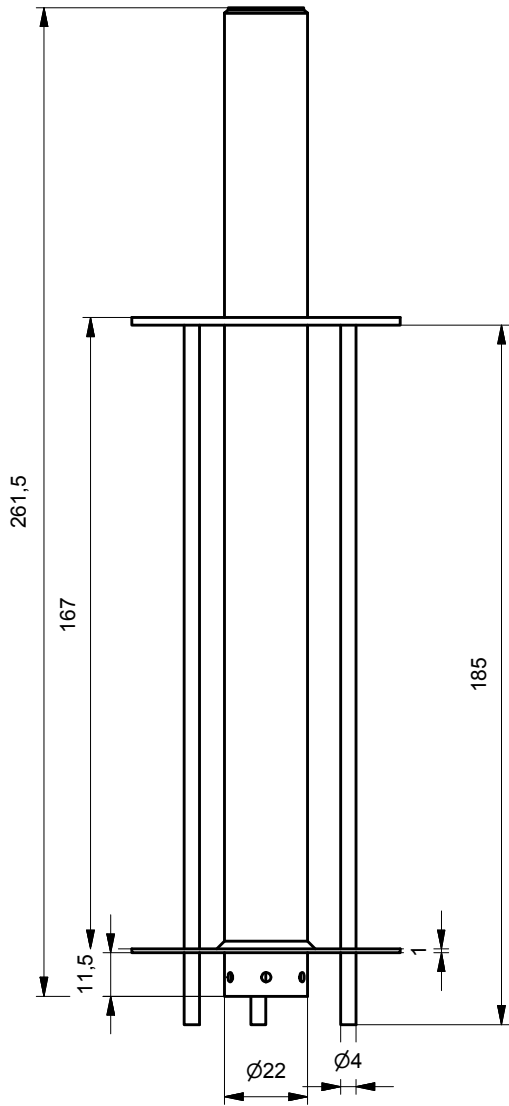
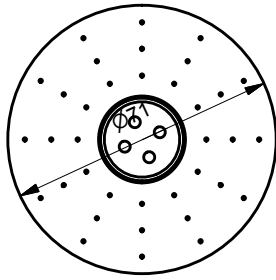
Echelle  
Massstab

Contrôle  
Geprüft

2:1

Fichier  
Datei

I:\38\_WilliamRuppen\12.Plans mécaniques\Methaniseur\Protection du corps de chauffe\M102\_disque\_supérieur-1.idw



Power to gaz

Protection corps de chauffe avec disque supérieure

Dessiné  
Gezeichnet

william.ruppen

04.07.2017

Echelle  
Massstab

Contrôlé  
Geprüft

1:1

Fichier  
Datei

I:\38\_WilliamRuppen\12.Plans mécaniques\Methaniseur\Protection du corps de chauffe\M100\_Protection\_Corps\_Chau

## Compact Heater Enables Versatile Heating System Design

FIREROD® cartridge immersion heaters are ideal for replacing large screw-plug immersion heaters. The heater packages up to 300 W/in<sup>2</sup> (46.5 W/cm<sup>2</sup>) in a compact unit, enabling a versatile heating system design.

These heaters include a brass or stainless steel ¾ inch National Pipe Thread Taper (NPT) double threaded fitting, which allows conduit boxes to be added. Also, FIREROD immersion heaters are sealed at the lead end with silicone rubber potting.

Solid copper leads with silicone rubber sleeves are provided for heavy-duty wiring. These units are recommended for immersion in water or 90+ percent water soluble solutions.

### Performance Capabilities

- Maximum operating temperature in water to 212°F (100°C) at atmospheric pressure
- Maximum watt density to 300 W/in<sup>2</sup> (46.5 W/cm<sup>2</sup>)
- Maximum voltage to 480VAC

### Features and Benefits

#### Nickel-chromium resistance wire precisely centered in the unit

- Ensures even, efficient distribution of heat to the sheath

#### MgO insulation compacted to the proper density

- Results in high dielectric strength and contributes to faster heat-up

#### Incoloy® sheath

- Resists corrosion from water

#### Metallurgically-bonded conductor pins

- Overlaps the resistance wire inside the core, ensuring trouble-free electrical continuity

#### Lead end with silicone rubber seal

- Protects the heater from moisture contamination

#### Optional stainless steel fittings

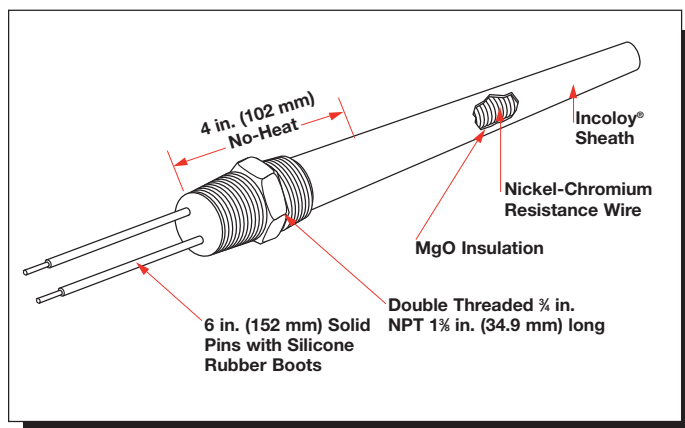
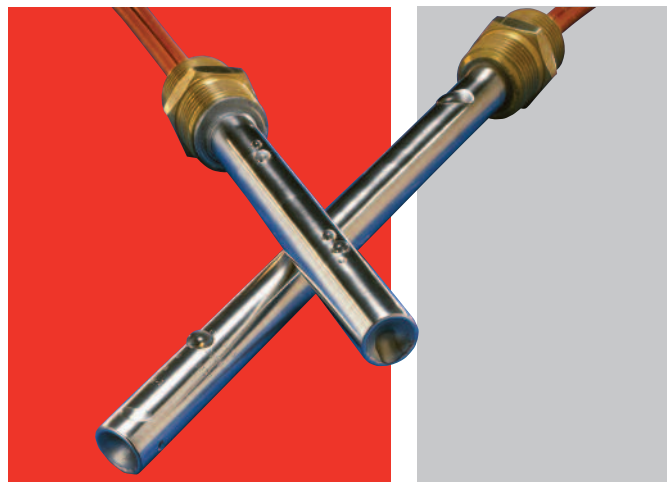
- Offers availability for use in corrosive applications

#### Horizontal through the wall tank mounting

- Provides faster set-up

#### 240 and 480VAC

- Allows flexibility in wiring the heater for use in your specific applications



### Typical Applications

- Plastic reclamation
- Food preparation
- Lab equipment

## Applications and Technical Data

The small size and large capacity of FIREROD cartridge heating units make them ideal immersion heaters for cramped spaces. When heating liquids of low viscosity, FIRERODs have the high watt density to pack more heat into tight spots. For water heating applications, a rating of 150 to 300 W/in<sup>2</sup> is recommended. (Laboratory tests indicate that under certain conditions ratings as high as 700 W/in<sup>2</sup> are safe.)

For longer life at high watt densities:

- The FIREROD unit should be positioned in the main body of the liquid and not in a restricted space
- The FIREROD heater should be covered with liquid at all times
- The heater should not be allowed to cycle on and off too frequently
- Scale should not form on the FIREROD heater

When heating viscous liquids, such as oils, watt densities must be kept low to prevent carbonization at the heater sheath. FIREROD cartridges offer advantages for heating viscous materials when long life and high quality outweigh economic considerations. As with all immersion applications, scale build-up on the sheath and sludge on the bottom of the tank must be carefully controlled to ensure long heater life.

Equipped with smaller threaded fittings than conventional immersion heaters, FIRERODs leave room for more units in the same space. Replacing a single FIREROD unit in multiheater assemblies is fast and easy, and avoids discarding the complete assembly.

Moisture resistant seals are available to protect damp atmospheres outside the tank.

Threaded fittings are furnished in stainless steel or brass. FIRERODs are designed with Incoloy® sheaths, but other sheath materials can be provided on made-to-order FIRERODs.

Fittings and sheath material should be appropriate for the specific liquid material being heated.

## Sheath Material Compositions

Sheath Material	Chemical Composition															
	Al	C	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	P	S	Si	Ta	Ti	V	W
<b>Stainless Steels</b>																
304		0.08 <sup>①</sup>		18-20		Bal	2 <sup>①</sup>		8-12			1 <sup>①</sup>				
316		0.08 <sup>①</sup>		16-18		Bal	2 <sup>①</sup>	2-3	10-14			1 <sup>①</sup>				
<b>Nickel Alloys</b>																
Incoloy® 800	0.15-0.6	0.1		19-23	0.75	Bal	1.5		30-35		0.015	1.0		0.15-0.6		

① Maximum

See application guide for additional sheath material composition.

FIREROD® is a registered trademark of Watlow Electric Manufacturing Company.

Incoloy® is a registered trademark of Special Metals Corporation.

To be automatically connected to the nearest North American Technical Sales Office:

**1-800-WATLOW2 • www.watlow.com • inquiry@watlow.com**

**International Technical Sales Offices:** Australia, +61 3 9335 6449 • China, +86 21 3381 0188 • France, +33 1 41 32 79 70  
 Germany, +49 (0) 72 53 / 94 00-0 • Italy, +39 024588841 • Japan, +81 3 3518 6630 • Korea, +82 2 2628 5770  
 Malaysia, +60 3 8076 8745 • Mexico, +52 442 217 6235 • Singapore, +65 6773 9488 • Spain, +34 91 675 12 92  
 Taiwan, +886 7 288 5168 • United Kingdom, +44 (0) 115 964 0777



MAPAG Maschinen AG, 3008 Bern

HES-SO Valais-Wallis  
 Haute Ecole Spécialisée Suisse occident.  
 Rue du Rawyl 47  
 1950 Sion

## Confirmation de commande 1640872 / 13737

Berne, le 04.01.2017

Livraison à	: HES-SO Valais-Wallis	Route du Rawyl 47	1950 Sion	Votre référence	: Christophe Truffer
Notre référence	: Rubin Markus /			Votre commande du	: 14.12.2016 / TRC_ER_16173
Tél. direct / e-mail	: 031 380 86 27, m.rubin@mapag.ch				
No. de client.	: 201106				
Date de livraison	: 31.01.2017 / DDP			Paiement	: 30 jours net
	: par poste				

Nous vous remercions de votre commande et vous la confirmons comme ci-après:

Pos	Désignation	Quantité	Unité	Prix	Montant
1	07.N11A-9437 Cartridge heater WATLOW FIREROD Ø18.95 mm (3/4") ±0.05 mm x 279 mm (11") ±2% 240 V, 2000 W +5% / -10% Lead End No Heat: 1.25" Nominal Disc End No Heat: 0.25" Nominal 3/4" NPTF Single Threaded Fitting, 304SS Flush with Lead End Thermocouple type K (NiCr/Ni) Style A (Center) 12" -1/2" / +1-1/2" Fiberglass Leads (max. 450C) Swaged in  No. tarifaire: 8516.8092 Origine: US	1	pce	198.50	198.50
2	07.N11A-9438 Cartridge Heater WALTLOW FIREROD Ø18.95 mm (3/4") ±0.05 mm x 279 mm (11") ±2% 240 V, 1000 W +5% / -10% Lead End No Heat: 1.25" Nominal Disc End No Heat: 0.25" Nominal 3/4" NPTF Single Threaded Fitting, 304SS Flush with Lead End Thermocouple type K (NiCr/Ni) Style A (Center) 12" -1/2" / +1-1/2" Fiberglass Leads (max. 450C) Swaged in  No. tarifaire: 8516.8092 Origine: US	1	pce	198.50	198.50

*installé*

HES-SO Valais  
Herrn Christoph Ellert  
Systemes Industriels  
Route Du Rawyl 47  
CH-1950 Sion

## Angebot

Tel. 0041 27 606 8742  
Fax 0041 27 606 8815  
e-mail christoph.ellert@hevs.ch

Ihre E-Mail Anfrage vom 20.12.2016

<b>Angebots-Nr</b>	<b>UST-ID Nr.:</b>	<b>Kunden-Nr.</b>	<b>Angebotsgültigkeit</b>	<b>Datum</b>
6/1220/MK3	DE145171759		18.02.2017	20.12.2016

Sehr geehrter Herr Ellert,  
über Ihre Anfrage haben wir uns sehr gefreut, wie gewünscht bieten wir an:

Pos.	Modellbezeichnung Beschreibung	Menge	Einzelpreis	Rabatt	Gesamtpreis
1	<b>FMA5523A</b> Masse Durchflußregler, Anzeige, 0-15 sl/min, ±1,5%, Alu-Gehäuse, Ausg. 0-5 VDC/4-20 mA, Anschluss 1/4", Vers. 12-26 VDC	1	1.085,00 EUR	10%	976,50EUR
2	<b>Fracht, Verpackung, Bank, CH</b> Fracht-, Verpackungs- und Bank-Kosten für den Versand per DPD-Standard-Paket bis 5 kg die Schweiz.	1	40,00 EUR		40,00EUR
<b>Gesamtangebotssumme:</b>					<b>1.016,50EUR</b>

<b>Lieferzeit:</b>	ca. 2 Wochen, exkl. KW52 / KW1
<b>Versandart:</b>	DPD
<b>Lieferbedingungen:</b>	ab Werk Deckenpfronn zuzüglich Versandkosten
<b>Zahlungsbedingungen:</b>	innerhalb 30 Tagen ohne Abzug
<b>Mangelhaftung:</b>	2 Jahre ab Auslieferungsdatum
<b>Preisstellung:</b>	rein netto zzgl. MwSt.

Für dieses Angebot sind unsere allgemeinen Liefer- und Zahlungsbedingungen gültig.  
Wir hoffen, daß unser Angebot Ihre Zustimmung findet und würden uns über Ihren Auftrag freuen.  
Für eventuelle Fragen stehen wir gerne zu Ihrer Verfügung.

Mit freundlichen Grüßen  
Omega Engineering GmbH



### Ihr Ansprechpartner

Marius Kessler  
Tel. +49 (0) 7056 9398-17  
E-Mail: mkessler@omega.com

i. A. Marius Kessler

Schnellstmögliche Bestellung: e-mail an [Bestellungen@omega.com](mailto:Bestellungen@omega.com)

# ECONOMICAL GAS MASS FLOW CONTROLLERS

For Clean Gases  
With Optional Integral Display

## FMA5400A Series



Standard

- ✓ NIST-Traceable Calibration
- ✓ Reads and Controls Gas Mass Flow Without Temperature or Pressure Compensation
- ✓ Available in Economical Aluminum or Corrosion-Resistant 316 SS
- ✓ Tiltable LCD for Easy Reading

The FMA5400A/5500A Series electronic gas mass flow controllers can control the flow of a wide variety of gases from 10 SCCM up to 100 SLM. Utilizing heat transfer through a heated tube, the FMA5400A/5500A measures gas mass flow rate directly, without needing to compensate for variations in gas temperature or pressure (within stated limits). They are available in an economical aluminum/brass construction for typical gas flows and a 316 SS construction for applications that require more corrosion resistance. The FMA5400A Series without integral display is supplied with both an analog 0 to 5 Vdc and 4 to 20 mA output for remote monitoring; the FMA5500A Series features an integral 3½ digit display and an analog output. The display is tiltable over 90 degrees for viewing convenience and is calibrated to read out directly in SCCM or SLM for nitrogen (other gas calibrations available by special order).

The FMA5400A/5500A mass flow controllers feature a built-in electromagnetic valve for maintaining a constant flow rate regardless of variations in inlet or outlet pressures. The setpoint is controlled either locally via a potentiometer accessible through a window in the case or remotely via an analog 0 to 5 Vdc or 4 to 20 mA signal (field selectable).

The FMA5400A/5500A Series controllers require 12 to 26 Vdc power @ 800 mA maximum, which can be supplied by the FMA545PW wall plug-in socket power supply. The electronics are reverse-polarity protected and have a resettable fuse. Model number FMA545C (supplied separately) provides a mating 15-pin "D" connector with 2.4 m (8') of shielded cable for accessing the analog output signals and power input connections. The LCD for the FMA5500A Series is connected to the lower electronics via a modular plug. The LCD can be remotely located by purchasing an FMA18RC remote cable assembly—you must then build your own assembly for panel mounting the LCD.

### SPECIFICATIONS

**Accuracy:** ±1.5% FS, including linearity over 15 to 25°C (59 to 77°F) and 0.7 to 4.2 kg/cm<sup>2</sup> (10 to 60 psia)  
**Repeatability:** ±0.5% of full scale  
**Temperature Coefficient:** 0.15% FS/°C  
**Pressure Coefficient:** 0.01% FS per psi (0.07 bar)  
**Maximum Pressure Drop:** 50 psid  
**Response Time:** 5 seconds to within ±2% of set flow rate over 25 to 100% FS



FMA5512A, shown smaller than actual size.

FMA5402A-ST mass flow controller without display, 316 SS body, shown smaller than actual size.

**Maximum Gas Pressure:** 35 kg/cm<sup>2</sup> gage (500 psig); 70 kg/cm<sup>2</sup> gage (1000 psig) for ranges up to 100 SLM.

1.76 kg/cm (25 psig) optimum

**Gas and Ambient Temperature:** 5 to 50°C (41 to 122°F)

**Leak Integrity:** 1 x 10<sup>-7</sup> cc/sec of helium max to outside environment

**Materials in Fluid Contact:**

**Aluminum Models:**

Anodized aluminum, 316 SS, brass and FKM O-rings

**Stainless Steel Models:**

316 SS and FKM O-rings

**Output Signal:**

**Linear 0 to 5 Vdc:** 1000 Ω minimum load

**4 to 20 mA:** 50 to 500 Ω loop resistance, ±20 mV max noise

**Transducer Power:** 12 to 15 Vdc power @ 800 mA maximum (sizes 43, 44 and 45 ONLY)

**Turndown Ratio:** 40:1

**Shipping Weight:** 1.8 kg (4 lb)

**Compliance:** EN55011 class 1, class B; EN50082-1

SLM	psid
Up to 9	1.1
10 to 30	3.9
50	8
60 to 100	18.9

**Altitude Sensitivity:** With horizontal flow path, no shift in calibration up to +20 degree pitch

**Gas Relative Humidity:** 0 to 70% RH

**Dimensions: cm (inch)**

Unit Maximum Flow Rate	Lay Length with Fittings	Maximum Height	Maximum Width	Connection-Compression Fitting
10 SCCM to 10 SLM	16.0 (6.29)	14.2 (5.60)	2.5 (1.00)	¼"
15 to 50 SLM	18.3 (7.21)	15.2 (5.98)	3.2 (1.25)	¼"
60 to 100 SLM	18.6 (7.33)	15.2 (5.98)	3.2 (1.25)	⅜"

**To Order**

Model No. Aluminum/Brass Body with Display	Model No. Stainless Steel Body with Display	Model No. Aluminum/Brass Body without Display	Model No. Stainless Steel Body without Display	Maximum Flow Rate
FMA5502A	FMA5502A-ST	FMA5402A	FMA5402A-ST	10 SCCM
FMA5504A	FMA5504A-ST	FMA5404A	FMA5404A-ST	20 SCCM
FMA5506A	FMA5506A-ST	FMA5406A	FMA5406A-ST	50 SCCM
FMA5508A	FMA5508A-ST	FMA5408A	FMA5408A-ST	100 SCCM
FMA5510A	FMA5510A-ST	FMA5410A	FMA5410A-ST	200 SCCM
FMA5512A	FMA5512A-ST	FMA5412A	FMA5412A-ST	500 SCCM
FMA5514A	FMA5514A-ST	FMA5414A	FMA5414A-ST	1 SLM
FMA5516A	FMA5516A-ST	FMA5416A	FMA5416A-ST	2 SLM
FMA5518A	FMA5518A-ST	FMA5418A	FMA5418A-ST	5 SLM
FMA5520A	FMA5520A-ST	FMA5420A	FMA5420A-ST	10 SLM
FMA5523A	FMA5523A-ST	FMA5423A	FMA5423A-ST	15 SLM
FMA5524A	FMA5524A-ST	FMA5424A	FMA5424A-ST	20 SLM
FMA5526A	FMA5526A-ST	FMA5426A	FMA5426A-ST	30 SLM
FMA5527A	FMA5527A-ST	FMA5427A	FMA5427A-ST	40 SLM
FMA5528A	FMA5528A-ST	FMA5428A	FMA5428A-ST	50 SLM
FMA5540A	FMA5540A-ST	FMA5440A	FMA5440A-ST	60 SLM
FMA5541A	FMA5541A-ST	FMA5441A	FMA5441A-ST	80 SLM
FMA5542A	FMA5542A-ST	FMA5442A	FMA5442A-ST	100 SLM
FMA5543	FMA5543-ST	FMA5443	FMA5443-ST	200 SLM
FMA5544	FMA5544-ST	FMA5444	FMA5444-ST	500 SLM
FMA5545	FMA5545-ST	FMA5445	FMA5445-ST	1000 SLM

**Accessories**

Model No.	Description
FMA545C	Female 15-pin D-connector, 2.4 m (8') of shielded cable
FMA545PW	Socket plug-in power supply for 100 to 240 Vac
FMA545PW-220VAC	Socket plug-in power supply for 220 Vac, European plug type
FMA18RC10	3.0 m (10') cable for remote LCD mounting
FMA18RC25	7.6 m (25') cable for remote LCD mounting

\* Comes with ¼ FNPT connections instead of compression fittings.

Comes complete with compression fittings, NIST certificate and operator's manual. Power supplies sold separately.

Flow ranges specified are for nitrogen or air at 20 psig inlet (up to 50 SLM) or 25 psig inlet 60 to 100 SLM units) and 0 psig outlet. When used with other gases, a multiplication factor is used to determine the flow rate, and the digital display must be rescaled in the field.

To request a custom calibration add the gas abbreviation and inlet pressure/outlet pressure as a suffix to the model number.

Calibration are done at ambient temperatures only, 20°C (70°F)

For oxygen cleaned units, add suffix "-C" to model number for additional cost.

**Ordering Examples:** FMA5410A-ARGON, 50/0 psig, 70°F calls for an AL/BR body flow controller without an integral display, calibrated for Argon at 50 psig inlet pressure, 0 psig outlet pressure, 70°F gas temperature, powered by 12 Vdc.

FMA5516A, N<sub>2</sub> controller with display, and FMA545PW, power supply.



FMA5512A, shown smaller than actual size.

Omega Engineering Certificate of Calibration

Model: FMA3107  
Serial Number: 9895  
Calibration Date: 04-20-2017  
Next Calibration Due: 04-20-2018

CALIBRATION DATA...

Actual Flow (L/min)	Output (VDC)	Error (F.S.)
2	5.00	+0.00%
1.6	4.00	-0.00%
1.2	3.03	+0.60%
.4	1.01	+0.20%

Flow rates indicated are at STP.

Maximum allowable error (specification):  $\pm 1.5\%$  F.S.

Calibrated For: H2  
Calibrated Using: AIR  
Test Temperature: 23°C  
Test Barometric Pressure: 740 mm Hg  
Power Supply Voltage: 12.8 VDC

Technician: ACS

# CALIBRATION CERTIFICATE

Calibration No.: 161208438044-1\_000.dat

Page 1 of 1

*This report shall not be reproduced except in full, without the written approval of the laboratory.*

<b>Customer :</b>	
<b>Customer Po :</b>	<b>Calibration Date :</b> Dec 8 2016

<b>DEVICE UNDER TEST-DUT:</b> New		<b>TEST CONFIGURATION :</b> As Left		
DUT Model :	FMA5523A	Calibration Fluid :	N2	
DUT Serial Number :	438044-1	Calibration Pressure/ Temp.:	101.3 kPa_abs	21.1 C
Flow Sensor :	Thermal	Correlation Factor (if applies) :	N/A	
Flow Sensor Serial Number :	N/A	Reference Standard :	Calibrator	Multimeter
Flow Range :	0.0 to 15.0 slm@70.0F *	Manufacturer :	Fluke	Fluke
Output Range :	0.000 to 5.000 V	Model Number :	molbox1+/ A700	8808a
DUT Tolerance :	1 %Span	Serial Number :	2208	1819002
Operating Fluid :	N2	Calibration due Date :	May 6 2017	April 14, 2018
Operating Pressure :	14.69 psi_abs.	Tolerance :	0.2 %Rdg	0.065%Range
Operating Temperature :	70.0 F	DUT Set Point (if applies) / Test :	LOCAL	DIRMAN10_5
Flow Attitude :	Horizontal	Notes :	None	

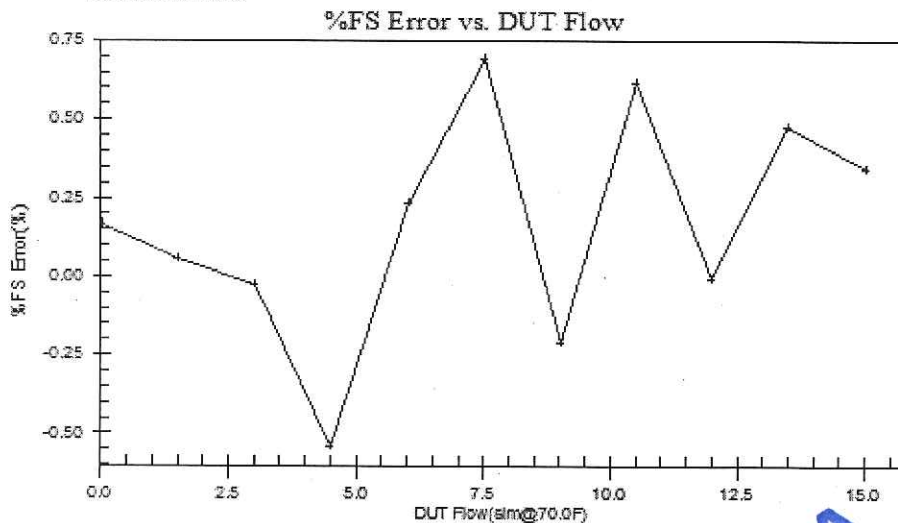
Calibration Lab Ambient Conditions: Pressure 14.67 psi\_abs., Temperature 67.7 F, Relative Humidity does not exceed 70%.

This DUT is calibrated against Manufacturing Procedures according to Quality System Manual 04-001 rev. 08, which conforms to ISO9001-2008 and ANSI/ISO17025. Calibration is performed by passing calibrated flow through the calibrated DUT. The Reference Standards used in the calibration are traceable to NIST. The collective uncertainty of Reference Standards used in this calibration does not exceed 25% of the DUT accuracy.

**NOTE:** Calibration results relate only to the calibrated DUT and to conditions at the time of this test. Calibration lab does not provide the specific calibration due date unless requested by the customer however it is recommended by manufacturer to re-calibrate the DUT no later than after 12 months of frequent operation.

DUT Flow*	DUT Output	Reference Flow*	Deviation	Status
0.03 slm@70.0F	0.008 V	0.0000 slm@70.0F	0.17 %	Pass
1.50 slm@70.0F	0.501 V	1.4947 slm@70.0F	0.06 %	Pass
3.01 slm@70.0F	1.003 V	3.0130 slm@70.0F	-0.03 %	Pass
4.50 slm@70.0F	1.501 V	4.5838 slm@70.0F	-0.54 %	Pass
6.02 slm@70.0F	2.007 V	5.9865 slm@70.0F	0.23 %	Pass
7.51 slm@70.0F	2.505 V	7.4103 slm@70.0F	0.69 %	Pass
9.02 slm@70.0F	3.007 V	9.0528 slm@70.0F	-0.21 %	Pass
10.51 slm@70.0F	3.502 V	10.4129 slm@70.0F	0.62 %	Pass
12.01 slm@70.0F	4.004 V	12.0125 slm@70.0F	-0.01 %	Pass
13.51 slm@70.0F	4.502 V	13.4342 slm@70.0F	0.48 %	Pass
15.02 slm@70.0F	5.006 V	14.9674 slm@70.0F	0.34 %	Pass

Minor Adjustment  
Test result: Pass



Technician: mkaplan

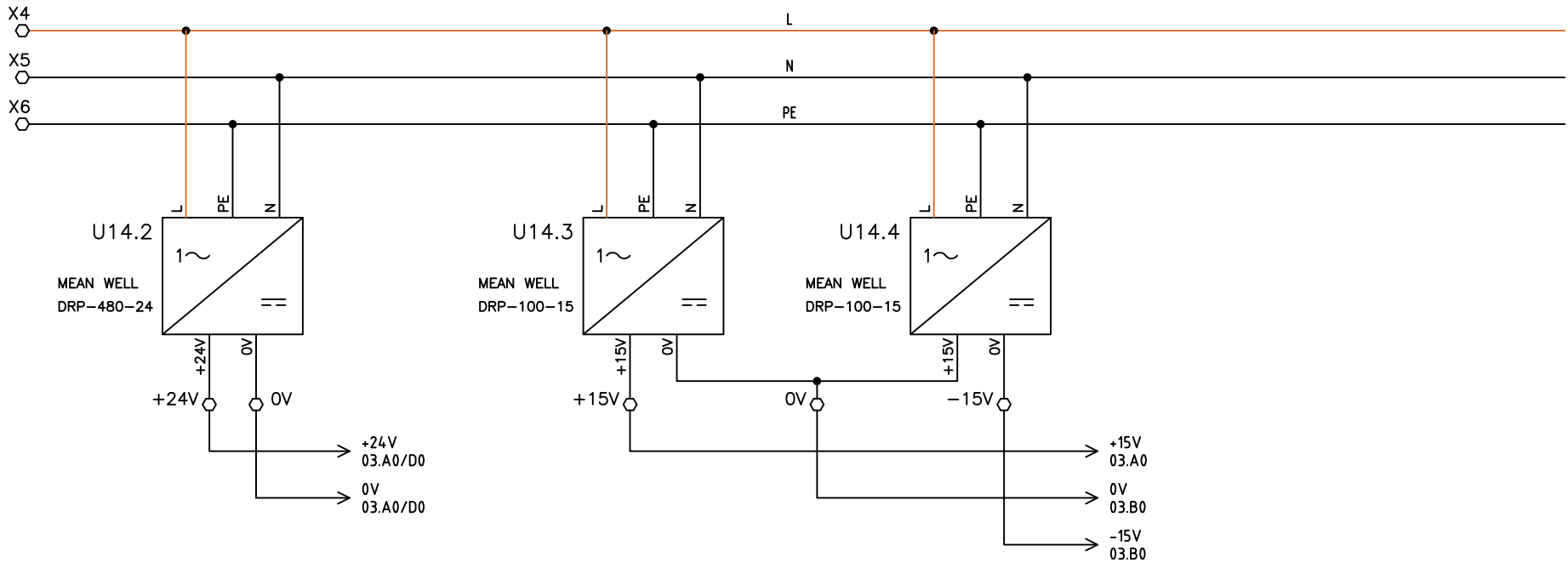
Approved by:

Cal Due Date: (SEE NOTE)

\* Customer Flow Units are represented by primary SI Flow Units, which are consistent with the International System of Units - CGPM, Sevres 1960. See the NIST publication no. 811 - 1995 edition. (Typically smL/min=ccm@70F)

Calibrated for **Omega Engineering, Inc.**  
by 010034

Issue Date: 8 Dec 2016



**Alimentation  
24VDC**

**Alimentation  
+15VDC  
-15VDC**

Dates :	Contrôlé par :	Approuvé par :
11.11.16	Giachino Vincent	

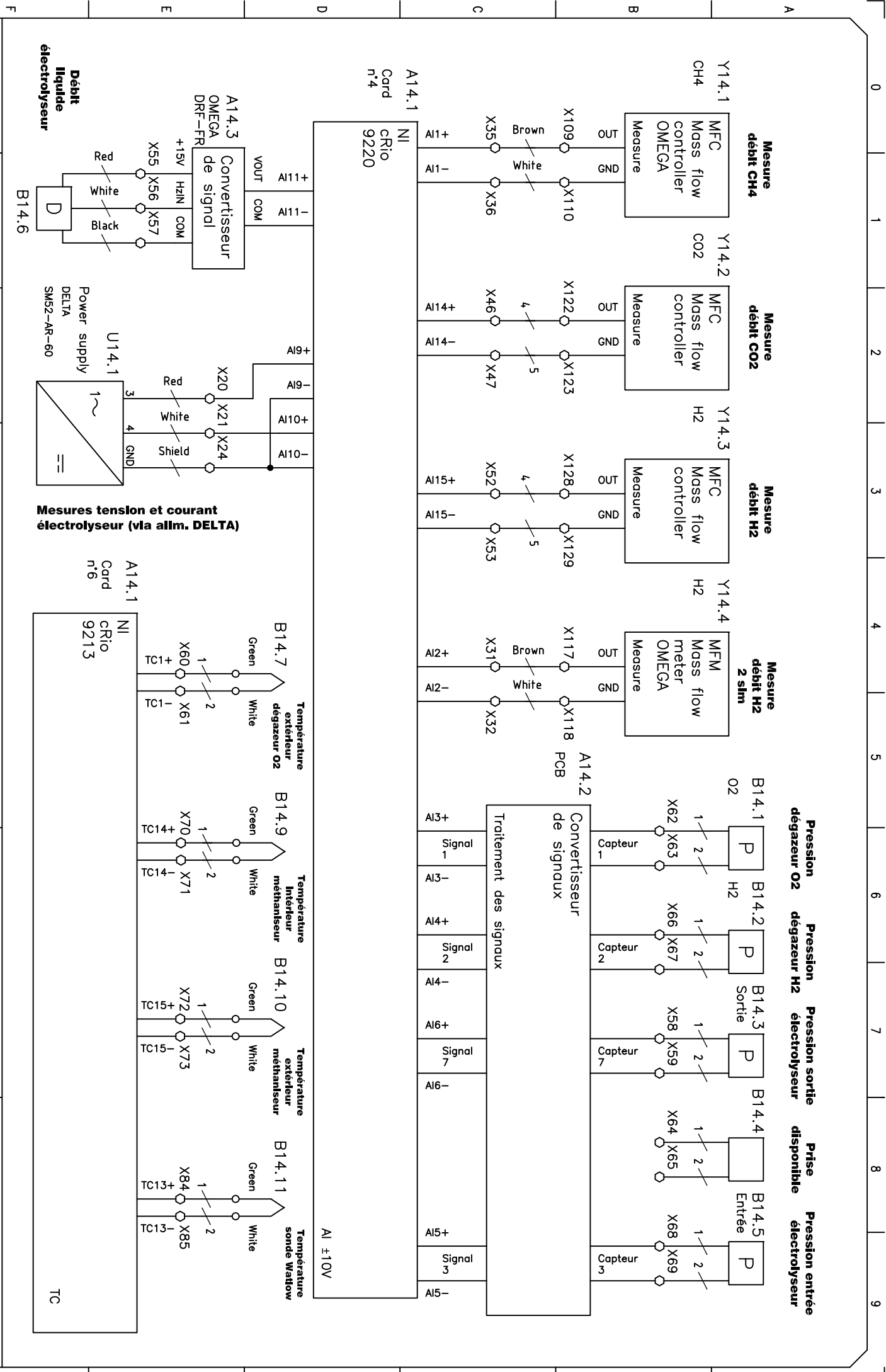
**PROJET: Power to gas**

Titre 1: Niveaux de tension  
Titre 2:

**HES-SO Valais/Wallis**  
Haute Ecole d'Ingénierie

Page: 02 / 05

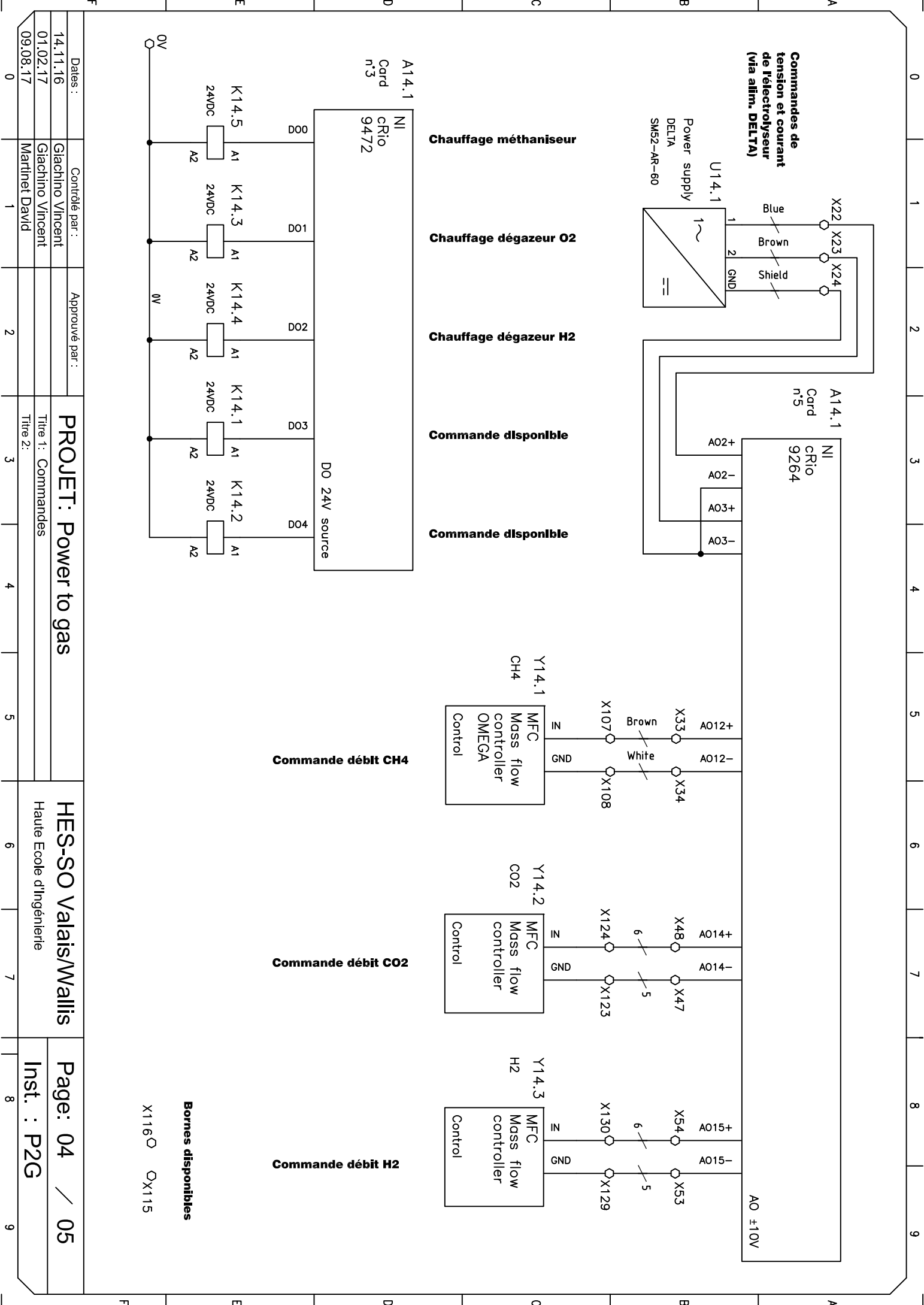
Inst. : P2G



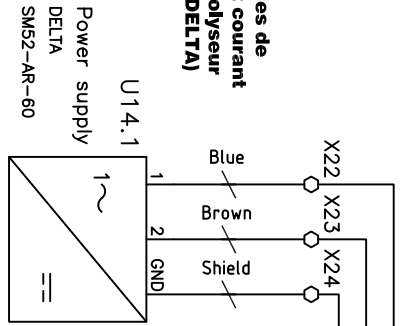
Dates :		Contrôle par :		Approuvé par :	
01.02.17		Giachino Vincent		PROJET: Power to gas	
30.05.17		William Rippen		Titre 1: Mesures	
09.08.17		Marinnet David		Titre 2:	
				HES-SO Valais/Wallis	
				Haute Ecole d'Ingénierie	
				Page: 05 / 05	
				Inst. : P2G	



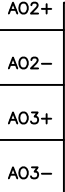




Commandes de tension et courant de l'électrolyseur (via alim. DELTA)



A14.1  
Card n°5  
NI CRIO 9264



Chauffage méthaniseur

Chauffage dégazeur O2

Chauffage dégazeur H2

Commande disponible

Commande disponible

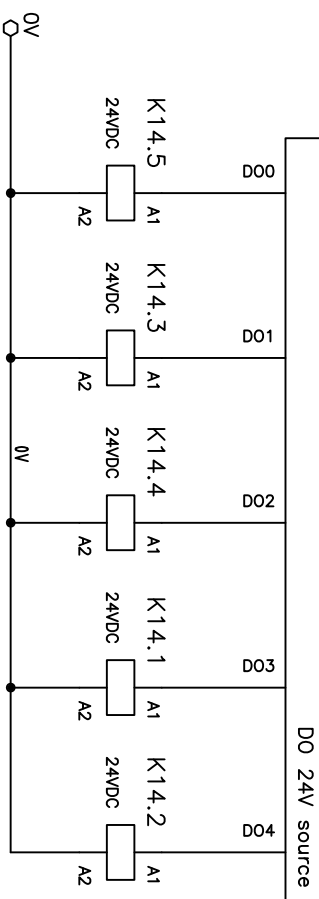
Commande débit CH4

Commande débit CO2

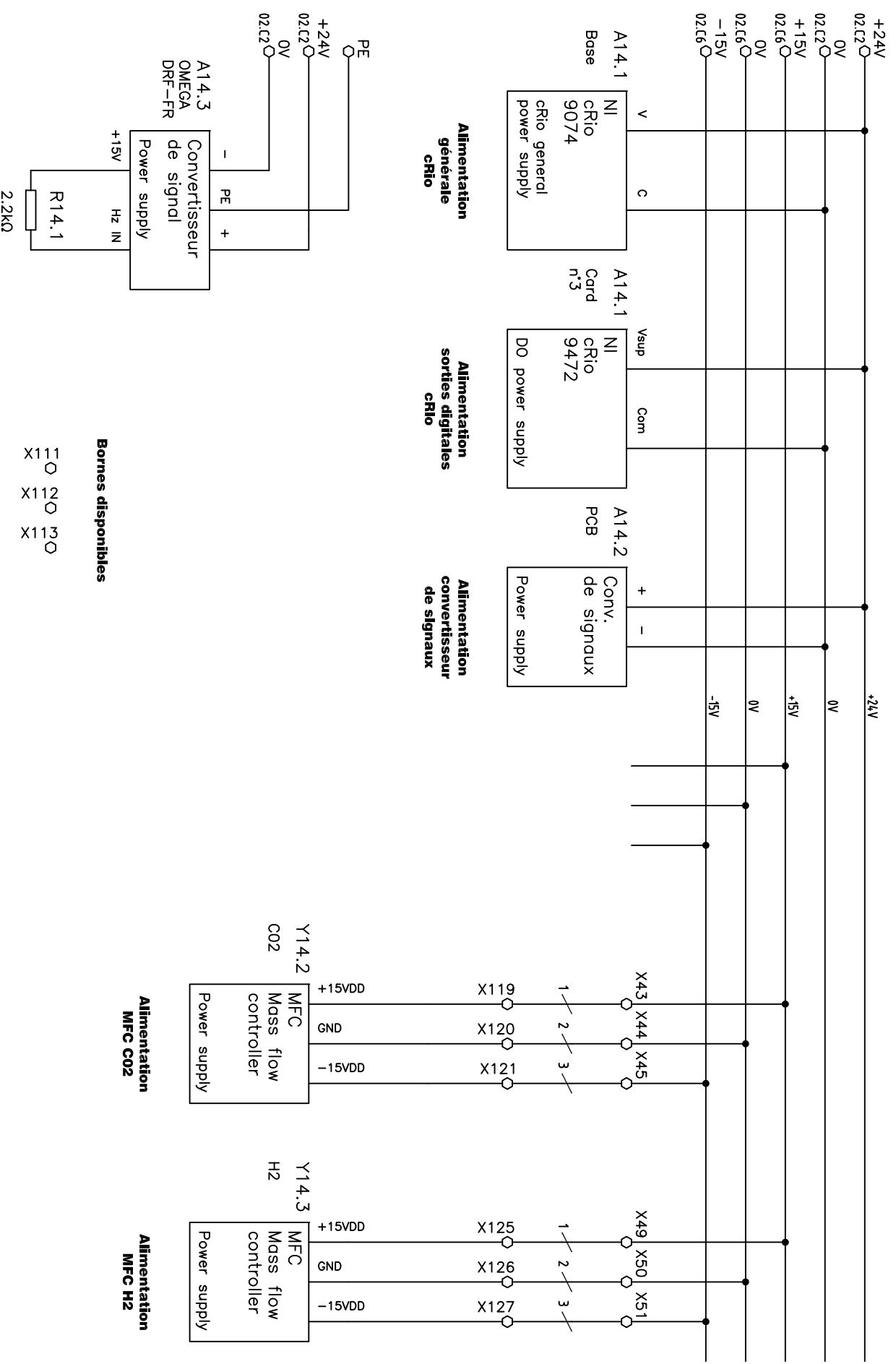
Commande débit H2

Bornes disponibles  
X116 □ □X115

A14.1  
Card n°3  
NI CRIO 9472



Dates :		Contrôlé par :		Approuvé par :	
14.11.16	01.02.17	Giachino Vincent	Giachino Vincent		
09.08.17	0	Martinet David			
<b>PROJET: Power to gas</b>			Titre 1: Commandes		
			Titre 2:		
<b>HES-SO Valais/Wallis</b>			Haute Ecole d'Ingénierie		
Page: 04 / 05			Inst. : P2G		



**Bornes disponibles**

EO	NO	PO
X	X	X

Dates :		Contrôlé par :	
11.11.16	Giachino Vincent	Approuvé par :	
01.02.17	Giachino Vincent		
09.08.17	Martinet David		
0	1	2	3

**PROJET: Power to gas**

HES-SO Valais/Wallis  
Haute Ecole d'Ingénierie

Page: 03 / 05  
Inst. : P2G

Switzerland Accueil 206199 - Ruthenium on alumina

**SIGMA-ALDRICH**

206199 ALDRICH

# Ruthenium on alumina

extent of labeling: 0.5 wt. % loading, pellets, 3.2 mm

FDS SIMILAR PRODUCTS

EC Number [215-691-6](#) MDL number [MFCD00011207](#) PubChem Substance ID [24852385](#)POPULAR DOCUMENTS: [SPECIFICATION SHEET \(PDF\)](#)

# Ru

Ru



## Propriétés

Related Categories	<a href="#">Alternative Energy, Catalysis and Inorganic Chemistry, Chemical Synthesis, Enabling Products, Fuel Cell Catalysts, Plus...</a>
InChI Key	<a href="#">KJTLSVCANCCWHF-UHFFFAOYSA-N</a>
form	pellets
greener alternative product characteristics	<b>Design for Energy Efficiency</b> <a href="#">Learn more about the Principles of Green Chemistry.</a>
extent of labeling	0.5 wt. % loading
particle size	3.2 mm

## Description

### Packaging

50, 250 g in glass bottle

### General description

Sigma Life Science is committed to bringing you Greener Alternative Products, which adhere to one or more of The 12 Principles of Greener Chemistry. This product has been enhanced for energy efficiency. Find details [here](#).

## Prix et disponibilité

Conditionnement - SKU	Disponibilité	Prix (CHF)	Quantité
206199-50G	Seulement 4 en stock (d'autres en cours d'arrivage) - <a href="#">A PARTIR DE</a>	199.50	<input type="text" value="0"/>
206199-250G	Seulement 2 en stock (d'autres en cours d'arrivage) - <a href="#">A PARTIR DE</a>	744.00	<input type="text" value="0"/>

Commandes Bulk?



**THINK OUTSIDE THE GLOVEBOX**

KitAlysis™ - Increasing Catalysis Productivity

[Learn More](#)