

THESE

Présentée par
Cheikh Tidiane MBAYE
Ingénieur chimiste (ENSI Clermont Ferrand)
Ingénieur en pétroléochimie (IPSOI Marseille)

pour l'obtention du
GRADE DE DOCTEUR

FORMATION DOCTORALE : Chimie Appliquée et Génie des procédés
LABORATOIRE D'ACCUEIL : Génie et Informatique Chimiques

SUJET :
CONTRIBUTION A LA SIMULATION DYNAMIQUE
DES PROCEDES AGRO-ALIMENTAIRES
Applications au procédé d'extraction de l'huile d'arachide

Jury de soutenance

Messieurs :

Dominique DEPEYRE, Professeur à l'Ecole Centrale Paris	Président
Marc LE MAGUER, Professeur à l'université de Guelph (Canada)	Rapporteur
Gilles TRYSTRAM, Professeur à l'E.N.S.I.A	Rapporteur
Arsène ISAMBERT, Maître de Conférences à l'Ecole Centrale Paris	Examineur
Demba SOW, Maître de Conférences à l'Ecole Supérieure Polytechnique de Dakar	Examineur

1996 - 42

Remerciements

Je tiens à remercier très sincèrement Monsieur Dominique DEPEYRE, directeur du laboratoire de Génie et Informatique Chimiques à l'Ecole Centrale Paris d'avoir bien voulu m'accueillir dans son laboratoire. Je lui suis particulièrement reconnaissant de la confiance et du soutien qu'il a su me témoigner en bien de circonstances.

J'exprime toute ma gratitude à Monsieur Arsène ISAMBERT, maître de conférences à l'Ecole Centrale Paris, pour ses précieux conseils et sa grande disponibilité. J'ai été particulièrement touché par son soutien moral et ses encouragements amicaux qu'il m'a apportés tout au long de ce travail.

Tous mes remerciements à Monsieur Demba SOW, maître de conférences à l'Ecole Supérieure Polytechnique de Dakar, pour son amitié, sa confiance et le soutien sans faille qu'il m'a toujours témoigné.

J'adresse également mes sincères remerciements à Monsieur Marc LE MAGUER, Professeur à l'Université de Guelph au Canada et à Monsieur Gilles TRYSTRAM, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires (ENSIA) d'avoir accepté d'être les rapports de cette thèse.

Ce travail a pu être effectué grâce au ministère français de la coopération qui a bien voulu m'accorder une bourse pour mener à terme cette thèse.

Je garderai un bon souvenir des jours passés au laboratoire G.I.C de l'Ecole Centrale Paris et je remercie ici, tous ceux qui y ont contribué, tout particulièrement Marie Claire et René MARTIN, Sophie THIBAUT pour leur disponibilité et leur affection.

Enfin, je voudrais rappeler le soutien moral et les encouragements de toute ma famille et de tous mes amis.

*A mes parents
à ma famille
à tous mes amis...*

*" Aussi longtemps que tu ne vois
dans l'étoile qu'une étoile,
tu n'as pas la connaissance."*

(Nietzsche)

RESUME

L'objet de ce travail est de proposer une modélisation dynamique des opérations unitaires du procédé d'extraction par solvant de l'huile à partir de la graine d'arachide en vue de la simulation dynamique du procédé complet.

Les opérations unitaires du procédé d'extraction des huiles oléagineuses sont proches de celles rencontrées en génie chimique. C'est ainsi qu'il est possible d'espérer qu'une simulation dynamique du procédé complet puisse avoir des effets bénéfiques sur l'analyse de tels procédés.

De plus la littérature scientifique ne fournissait pas de méthodes générales de détermination des propriétés thermodynamiques des corps purs et des mélanges rencontrés dans les matières premières oléagineuses. Les outils de simulation dynamiques des procédés, tels que le logiciel SpeedUp, par leur possibilité d'introduire ses propres données sur les différents mélanges rencontrés sont des moyens efficaces pour la simulation des opérations unitaires de traitement des huiles végétales.

La modélisation dynamique des opérations unitaires a été effectuée avec un traitement spécifique des données thermodynamiques. La simulation dynamique du procédé complet a été effectuée en tenant compte de ces modèles dynamiques spécifiques et d'un système adapté de contrôle-commande.

A partir de la modélisation, il a été possible d'étudier un atelier de trituration comprenant les opérations unitaires d'extraction par solvant et de distillation par évaporation à double effet; une simulation dans des conditions de fonctionnement industriel avec système de contrôle-commande a pu être réalisée avec succès.

Le modèle dynamique proposé est très flexible; il peut s'adapter facilement à une amélioration du procédé ou s'intégrer à une stratégie globale de contrôle-commande.

ABSTRACT

This work deals with the dynamic modelisation of unit operations of the peanut oil extraction process as a first step towards the simulation of the whole process.

The unit operations of the process of oleaginous oil extraction are similar to those of chemical industry. So we can hope that a dynamic simulation of the complete process could give profitable results on the analysis of such a process.

The scientific literature does not provide general methods for the determination of the thermodynamic properties of pure components or mixtures in the area of oleaginous raw materials. Dynamic simulation tools like SpeedUp , are well adapted to the simulation of vegetal oil processes, especially due to the possibility that they offer to introduce user private data. The dynamic simulation of the whole process has been done by linking the specific models, and by introducing an adapted control system.

From this modelisation, a trituration plant including two unit operations (solvent extraction and distillation by double effect evaporators) is simulated.

The proposed dynamic model is very flexible. It is easily adaptable to any improvement of the process and can be integrated in any global control strategy.

INTRODUCTION 1**Première partie****LA FABRICATION DE L'HUILE D'ARACHIDE: DE LA GRAINE A L'HUILE BRUTE**

I.1 La graine d'arachide	4
I.1.1 Ecologie	
I.1.3 Cycle végétatif	
I.1.2 Composition	
I.1.2.1 La coque	
I.1.2.2 La pellicule	
I.1.2.3 Le germe	
I.1.2.4 Les cotylédons	
I.2 L'huile d'arachide	10
I.2.1 Composition	
I.2.1.1 Composition lipidique	
I.2.1.2 Composition protidique	
I.2.1.3 Composition vitaminique	
I.2.2 Propriétés physico-chimiques	
I.3 Le tourteau	16
I.4 Description du procédé de fabrication	17
I.4.1 Le Nettoyage	
I.4.2 Aplatissage de la graine	
I.4.3 Conditionnement thermique	
I.4.4 Extraction par pression	
I.4.5 Extraction par solvant	
I.4.6 Distillation du miscella	
I.4.7 Désolvantisation	
I.5 Le procédé étudié et ses caractéristiques	24
I.6 Représentation réaliste du fonctionnement du procédé	26

Deuxième partie**LA SIMULATION DYNAMIQUE DES PROCÉDES**

II.1 Principe de base de la simulation dynamique	29
II.2 Les intérêts de la simulation dynamique	29
II.2.1 De quoi a-t-on besoin pour créer un modèle dynamique	

II.2.2 Mieux connaître le procédé	
II.2.3 Le contrôle de procédé	
II.2.4 La formation des opérateurs	
II.3 Les logiciels de la simulation dynamique	31
II.3.1 Les logiciels avec intégration modulaire	
II.3.2 Les logiciels avec intégration globale	

Troisième partie

MODELISATION DES PHENOMENES

III.1 Equations de la matière	36
III.1.1 Ecriture des équations de bilan	
III.1.2 Expression de l'accumulation de la matière	
III.1.3 Hydrodynamique	
III.1.3.1 Perte de charge	
III.1.3.2 Ecoulement libre des liquides	
III.1.4 Propriétés physiques des produits	
III.2 Equations de l'énergie	43
III.3 Equations de l'information	44
III.3.1 Transmission et gestion de l'information	
III.3.2 Action sur le procédé	
III.5 Le logiciel SpeedUp	47
III.5.1 Présentation de l'outil SpeedUp	
III.5.1.1 Le langage de modélisation	
III.5.1.2 Le langage interactif	
III.5.1.3 Le système de " flowsheeting "	
III.5.1.4 Le système de résolution	
III.5.2 Organisation du logiciel	
III.6 Conditions d'application de SpeedUp au procédé	52

Quatrième partie

SIMULATION DU SYSTEME D'EXTRACTION PAR SOLVANT

IV.1 Description des extracteurs par solvant	54
IV.1.1 Les extracteurs par immersion	
IV.1.2 Les extracteurs par percolation	
IV.2 Simulation de l'opération en batch	58

IV.2.1	La diffusion moléculaire	
IV.2.2	Modèles de transfert de matière	
IV.2.2.1	Potentiel et coefficient de transfert de matière	
IV.2.2.2	Modèle de la couche limite	
IV.2.2.3	Modèle de la pénétration	
IV.2.3	Discussion sur le choix du modèle de transfert de matière	
IV.3	Simulation de l'opération continue	66
IV.3.1	Opération continue dans un extracteur unique	
IV.3.2	Opération continue dans un extracteur multi-étagé	
IV.3.3	Représentation graphique du système d'extraction	
IV.4	Résultats et discussion	76
IV.3.1	Opération en batch	
IV.3.2	Opération continue	
IV.3.2.1	Détermination du temps de séjour	
IV.3.2.2	Détermination des valeurs optimales de concentration	
IV.3.2.3	Détermination des étages d' extraction	
Conclusion		83
 Cinquième partie		
SIMULATION DU SYSTEME D'EVAPORATION		
V.1	Généralités sur la modélisation du système de distillation par évaporation	85
V.2	L'évaporation dans les procédés agro-alimentaires	
V.2.1	Elévation du point d'ébullition	
V.1.4.2	Pertes de produits volatiles	
V.2.2	Gaz non condensables	
V.2.3	Dégradation thermique	
V.2.4	Propriétés chimiques	
V.2.5	Irrégularités dans le système de transfert de chaleur	
V.3	Modélisation du système d'évaporation à double effet	90
V.3.1	Modèle d'évaporateur	
V.3.2	Modèle de pompe	
V.2.3	Modèle de vanne	
V.3.4	Modèle de régulateur PID	
V.4	Résultats et discussion	100

Sixième partie**SIMULATION DU PROCEDE GLOBAL - CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**

VI.1 Représentation du procédé global	103
VI.2 Validation de la simulation	105
VI.3 Conclusions et perspectives	109
LISTE DE FIGURES	111
LISTE DE TABLEAUX	114
BIBLIOGRAPHIE	115
ANNEXES	
Annexe A : Notations utilisées	124
Annexe B : Etude expérimentale de l'extraction par solvant	126

INTRODUCTION

L'industrie des huiles oléagineuses est une branche où il est difficile de trouver des banques de données physico-chimiques, car la matière première est constituée essentiellement de produits qui ont une composition très délicate à déterminer avec précision. C'est pourquoi, il y a peu d'études et de recherches sur la simulation des procédés de traitement des huiles. Les opérations unitaires des procédés de traitement des huiles végétales sont très proches de celles que l'on rencontre en génie chimique. D'où l'espoir qu'une simulation dynamique puisse avoir des effets bénéfiques sur l'analyse de tels procédés.

La maîtrise d'un procédé commence par une connaissance de celui-ci et notamment à travers son comportement dynamique. Le but de notre travail est d'utiliser un puissant logiciel de simulation généralisée, le logiciel SpeedUp [Sargent et coll., 1983], pour étudier la simulation dynamique du procédé d'extraction d'une huile oléagineuse, l'huile d'arachide.

Une étude a été menée au laboratoire [Chakroun, 1995] sur la simulation des opérations de raffinage des huiles végétales en utilisant les méthodes classiques thermodynamiques. Ce qui a posé des problèmes de données considérables pour déterminer les différentes propriétés des corps purs et des mélanges présents dans les matières premières oléagineuses et nécessité une thermodynamique sophistiquée.

Il a semblé donc intéressant d'utiliser une thermodynamique à façon sous forme de corrélations simplifiées en employant un modèle de connaissance basé sur les lois physiques qui gouvernent le système, les connaissances disponibles sur le procédé et sur les caractéristiques des appareils utilisés.

Le logiciel SpeedUp, par la possibilité d'introduire ses propres données sur les mélanges, peut être un outil efficace. Une simulation dynamique a été utilisée pour tenir compte du système de contrôle-commande.

Afin de faciliter la compréhension de l'exposé, la première partie est consacrée à l'étude des caractéristiques physico-chimiques de la graine et de l'huile d'arachide et dresse dans les grandes lignes le portrait de la technologie d'extraction d'huile à partir de graines oléagineuses en présentant les caractéristiques du procédé étudié.

La deuxième partie traite de la simulation dynamique des procédés, des raisons de son développement récent et des avantages qu'elle peut apporter dans la connaissance et le contrôle-commande des procédés industriels. Elle fait le point sur les logiciels développés pour la simulation dynamique.

La troisième partie s'intéresse à l'écriture des modèles. Elle expose les équations utilisées pour développer les modèles de connaissance du procédé. Les phénomènes physiques étudiés sont d'une part l'accumulation de matière, le transfert de matière, et d'autre part l'accumulation et le transfert d'énergie. Ensuite est discutée la représentation du système de contrôle et son action sur le procédé. Enfin le logiciel utilisé est présenté avec les conditions d'application au procédé.

La quatrième partie rend compte de la simulation de l'opération unitaire d'extraction par solvant. L'opération est d'abord étudiée en batch avec une validation par des expériences effectuées au laboratoire. Ensuite, on est passé à la simulation continue dans un extracteur unique. Les résultats ont permis de prévoir les conditions de fonctionnement à l'échelle industrielle : détermination du temps de séjour, détermination des valeurs optimales de fonctionnement et calcul du nombre d'étages nécessaires. Enfin, une simulation à l'échelle industrielle a été proposée avec un extracteur multi-étagé.

La cinquième partie est relative à la purification du miscella par un système de distillation par évaporation à double effet. Il s'agit d'une part de récupérer de l'huile débarrassée de solvant, et d'autre part de recueillir le solvant et de le recycler pour réalimenter l'extracteur.

La sixième partie analyse le procédé global comprenant les opérations unitaires d'extraction et de distillation à double effet en fonctionnement industriel avec son système de régulation, tel qu'on peut le trouver dans les huileries. Un schéma structural de modèle global d'extraction est proposé.

PREMIERE PARTIE

LA FABRICATION DE L'HUILE D'ARACHIDE: DE LA GRAINE A L'HUILE BRUTE

I.1 La graine d'arachide

I.1.1 Ecologie

L'arachide (*Arachis hypogaea*) appartient à la famille des Papilionacées. Originnaire de l'Amérique du Sud tropicale, cette légumineuse herbacée a été diffusée largement au XVIII^e siècle dans la plupart des pays tropicaux, en Afrique, en Asie et en Océanie. La plante est extrêmement plastique, les températures optimales se situent entre 25 et 30 degrés, la croissance est inhibée en deçà de 10° et au-delà de 45°. La résistance de la plante à la sécheresse est remarquable et les meilleurs rendements en culture pluviale sont obtenus dans les pays où la durée des pluies est très voisine de celle du cycle végétatif (de 400 mm dans le nord du Sénégal à 1400 mm et plus dans la zone forestière). Les facteurs physiques du sol interviennent surtout en raison du mode particulier de fructification de l'arachide qui requiert une pénétration aisée des gynophores et un arrachage facile de la récolte. Les conditions les plus favorables sont réalisées sur des sols meubles et bien drainés, à textures grossières ou fines mais bien structurées. L'arachide se sème en sols légers, surtout pour faciliter la récolte, les gousses étant enterrées. Selon les variétés, la densité optimale est de 80 à 170 000 pieds/hectare. L'entretien par herbicides ou sarclages est classique, seule la récolte est spécifique : soulèvement des plantes avec les gousses à maturité et séchage sur le champ jusqu'au battage manuel ou mécanique. Les cinq plus grands producteurs d'arachide sont : l'Inde, la Chine, le Nigeria, les U.S.A. et le Sénégal [Woodroof, 1983]

I.1.2 Cycle végétatif et botanique

L'arachide est une plante herbacée annuelle de la famille des légumineuses. Après fertilisation des fleurs de la plante, un pédoncule se développe et pousse jusqu'à atteindre le sol et s'élève 8 à 10 cm au-dessus de la surface où se formeront les gousses. Le cycle végétatif de l'arachide est fortement influencé par la température, il se décompose de la manière suivante :

Cycle	Durée
1. Semi-lévée	4 - 5 jours
2. Levée - 1 ^{re} fleur	18 - 25 jours
3. Floraison utile	30 - 40 jours
4. Maturation	54 - 55 jours

Si les phases 1, 2 et 3 sont faciles à définir avec une certaine précision, la phase 4, qui intéresse la durée de maturation, est une donnée assez imprécise en raison des multiples critères selon lesquels la maturité est appréciée.

Les fleurs de l'arachide sont aériennes de couleur jaune et papilionacées à 5 pétales. L'autofécondation est pratiquement absolue et après celle-ci la base de l'ovaire s'allonge pour donner naissance à un organe appelé gynophore qui peut atteindre 15 cm ou plus, pénètre dans le sol sous l'effet d'un géotropisme positif, et à l'extrémité duquel le fruit (gousse) se développe horizontalement à une profondeur de 2 à 7 cm sous la surface du sol. La gousse est composée d'une coque cellulosique et de une à quatre graines. Les graines sont rondes ou légèrement elliptiques et sont recouvertes d'un tégument séminal (pellicule) de couleur variée (blanc, rose, rouge ou même violacé).

1.1.2 Composition

La graine d'arachide est constituée d'environ 20% de coques et 80% d'amandes. L'amande est formée de 2 cotylédons et du germe, enveloppés dans une pellicule fine rouge - brun. Sa composition est d'environ 72.4% de cotylédons, 4.1% de pellicule et 3.3% de germe. On trouve approximativement autant de constituants gras que de constituants non gras dans l'amande, la relative quantité de chaque constituant dépendant de la variété et de la qualité des arachides. La plupart des constituants gras sont contenus dans les cotylédons, quelques uns se trouvent dans le germe et une petite quantité dans la pellicule.

La graine d'arachide, comme les autres oléagineux, est sujette à des variations de composition fonction en particulier du mode de culture, des origines géographiques, des variétés cultivées et des facteurs climatiques. La valeur commerciale (marchande) des graines oléagineuses est fonction d'un certain nombre de paramètres dont les principaux sont la teneur en eau, la teneur en impuretés, la teneur en huile, et l'acidité de l'huile. A ces quatre paramètres qui sont ceux généralement repris au niveau des contrats commerciaux peuvent s'ajouter un certain nombre d'autres critères permettant en particulier de mieux juger de la qualité nutritionnelle de telles ou telles graines oléagineuses. Ce peut être ainsi, la composition en acide gras de l'huile, la teneur en matière protéique, la teneur en cellulose (fibre), et les teneurs en constituants antinutritionnels (acides éruciques, glucosinolates, gossynol, aflatoxines...).

Les graines oléagineuses étant des mélanges complexes, l'analyse reposera sur la mise en oeuvre des méthodes physiques, chimiques, biochimiques et sensorielles. Les résultats obtenus rendront compte de la nature, de la pureté et de l'état de fraîcheur du produit [Ahmed E., 1982]. La détermination de l'ensemble de ces paramètres analytiques résulte de la mise en oeuvre en laboratoire de méthodes de dosage dont la majorité ont fait l'objet d'une normalisation tant au niveau de chaque pays qu'au niveau international (tableau 1).

Déterminations	AFNOR	ISO	IUCPA	FOSFA	AOCS
Réduction pour l'analyse au laboratoire	NF V 03-902	ISO 864	1.001		
Teneur en eau	NF V 03-909	NF ISO 865	1.121	ISO 865	Ab2-49
Teneur en impuretés	NF ISO 658	NF ISO 658	1.101	ISO 658	Ab2-38
Extrait à l'hexane (teneur en huile)	NF ISO 659	NF ISO 659	1.122	FOSFA	Ab3-49
Teneur en huile (NF V 03-907	ISO 5511	1.123	FOSFA	
Acidité de l'huile	NF V 03-906	ISO 729	1.151	BS 654	Ab5-49
Matière protéique	NF V 18-100	ISO 5983		ISO 5983	Ab4-50
Matière cellulosique	NF V 03-040			AOCS Ba6-84	Ba6-84

Tableau 1 : Principales méthodes normalisées pour l'analyse des graines oléagineuses [Manuel des corps gras, 1992]

AFNOR = Association Française de Normalisation
 ISO = International Standard Organisation
 IUPAC = International Union of Pure and Applied Chemistry
 FOSFA = Fédération of Oil Seeds and Fats Association
 AOCS = Association of Official Analytical Chemist

1.1.2.1 La coque

L'élément majeur de la coque est la cellulose, qui représente environ 80 %. A cette substance s'ajoutent des protéines, des lipides, des matières azotées, 2% de minéraux, du potassium et l'azote.

Procédé de fabrication de l'huile d'arachide

cellulose faible. Cependant, peu de cellulose est retirée lors de la fabrication, ce qui indique la composition moyenne de la coque.

1.1.2.2 La pellicule

La pellicule est riche en protéines, elle est pauvre en lipide et en minéraux. La présence de la pellicule dans les dérivés commerciaux de leur préparation, confère aux produits une saveur commerciale. Le tableau 2 présente la composition moyenne de la pellicule de la graine d'arachide. [Feinberg, 1987].

CONSTITUANTS	% POIDS
Eau	9,0
Protéines	12,2
Lipides	1,2
Extractif non azoté	49,2
Cellulose	19,3
Pigments	7,0
Cendres	2,1

Tableau 2 : Composition moyenne la pellicule de la graine d'arachide

1.3.2 Le germe

Le germe est une toute petite fraction de la graine (4%). Il offre un grand intérêt sur le plan lipidique, protidique, minéral et probablement vitaminique, joint à un taux de

Les études nutritionnelles sont consacrées à cette phase de la fabrication du beurre d'arachide. Le tableau 3 illustre la composition du germe [Feinberg, 1987].

CONSTITUANTS	% en poids
Humidité	4,2
Lipides	42,41
Cendres	3
Protéines	28,3
Sucres hydrolysables	12

Tableau 3: Composition moyenne du germe de la graine d'arachide

2.4 Les cotylédons

Les cotylédons constituent la partie la plus importante de la graine. Ils ont une teneur élevée (30%) en protéines diverses. Le contenu en huile des cotylédons varie de 45 à 53 %. Le tableau 4 montre la composition moyenne du cotylédon [Feinberg, 1987].

CONSTITUANTS	% en poids
Humidité	3,5
Protéines	30,5
Lipides	46,5
Cendres	2,1
Sucres hydrolysables	7,9
Cellulose	1,5

Tableau 4: Composition des cotylédons de la graine d'arachide.

I.2 L'HUILE D'ARACHIDE

I.2.1 Composition

Les graines d'arachides contiennent 44 à 56% d'huile. Cette composition varie en fonction de la maturité, du type génétique et de la localisation géographique de la graine [Spencer, 1986] - Worthington, 1987]. L'huile brute d'arachide, comme les autres huiles oléagineuses naturelles est formée essentiellement de lipides. On y trouve aussi à des teneurs très faibles des produits phosphatés et des produits insaponifiables.

I.2.1.1 Composition glycéridique

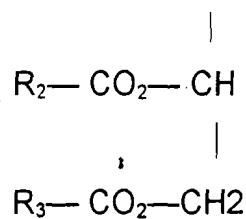
L'huile d'arachide renferme un pourcentage très élevé de triglycérides ou lipides vrais. Par rapport aux autres huiles végétales, elle est relativement pauvre en phospholipides. L'intérêt principal de l'huile d'arachide réside donc dans ses glycérides qui renferment trois acides gras principaux : la somme « acide oléique + acide linoléique représente plus de 80 % des acides gras totaux, et parmi les saturés, le plus abondant est l'acide palmitique présent au taux de 10 % environ. Ainsi, ces trois acides gras constituent 90 % du total. Les 10 % restant sont constitués de 22 acides gras, dont 14 à l'état de traces [Sonntag., 1985]. Le tableau 5 indique la répartition des glycérides dans l'huile d'arachide.

Glycérides	% des triglycérides
Tridisaturés	36 à 49
Disaturés	42 à 53
Monosaturés	7 à 11
Trisaturés	0

Tableau 5 : Répartition des glycérides dans l'huile d'arachide

Ce sont des esters d'acides gras ($R-CO_2H$) et de glycérol
 ($CH_2OH-CHOH-CH_2OH$)

Formule générale : $R_1-CO_2-CH_2$



Les multiples possibilités de combinaison des acides gras avec des molécules de glycérol font que l'huile d'arachide comme les autres huiles oléagineuses est un mélange très complexe. La nature et la proportion de chacun des chaînes grasses présentes, sont des facteurs importants quant aux propriétés physiques, à la réactivité chimique et au comportement physico-chimique de celui-ci. Ce ne sont pas cependant les seuls. La manière dont les acides gras sont associés pour former les diverses molécules de triglycérides joue également un grand rôle. En effet deux corps gras renfermant qualitativement et quantitativement les mêmes acides gras, auront, si ces acides gras sont répartis différemment dans les triglycérides des caractéristiques physiques, chimiques ou physiologiques différents. Le tableau 6 donne la composition en glycéride de l'huile d'arachide [**Bockelée-Morvan, 1983**]

acides gras	pourcentage(%)
oléique (18:1)	57.6
linoléique (18:2)	25.8
palmitique (16:0)	9.0
stéarique (18:0)	2.4
arachidique (20:0)	1.2
lignocérique (24:1)	0.8
béhénique (22:0)	1.9
eicosénique (20:1)	1.3

Tableau 6 : Composition en glycérides de l'huile d'arachide

• Les Phospholipides

Ils constituent plusieurs classes de composés où entrent les acides gras, le glycérol, l'acide phosphorique et quelques fois des bases alcooliques azotées ou des acides aminés. Ils représentent environ 0,3-0,4% de la masse de l'huile d'arachide et constituent la partie essentielle des mucilages [Singleton, 1981]. Après purification, ils sont livrés en majeure partie aux industries alimentaires : margarines, chocolaterie, boulangerie et biscuiterie, alimentaire. Leur principal intérêt réside dans leur pouvoir émulsionnant et dans leur propriété anti-oxygène qui permettent une meilleure stabilité des acides gras et de certaines vitamines .

• Les insaponifiables

On désigne sous ce nom, l'ensemble des composés qui ne sont pas des esters: alcools, vitamines liposolubles, acides gras libres. Suivant les échantillons, l'huile d'arachide contient de 0,2 à 1,8 % de matières insaponifiables dont les principaux constituants sont [Soulie, 1992] :

- des phytostérols, environ 248 mg pour 100g d'huile;
- des tocophérols à un taux allant de 40 à 50 mg d'huile;
- du squalène au taux de 8 à 49 mg.

La fraction insaponifiable comprend l'ensemble des éléments qui, après hydrolyse basique (saponification) sont très peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants des graisses : éther diéthylique, hydrocarbure aliphatique (hexane, heptane, éther pétrole...), solvant chlorés, hydrocarbures aromatiques). La proportion d'insaponifiable contenue dans un corps gras dépend de l'origine biologique de ce corps gras, des traitements qu'il a pu subir (raffinage), ainsi que de la nature du solvant d'extraction qui est un facteur particulièrement important [Schwartz, 1988] [Hamilton, 1986]

I.2.1.2 Composition protidique

Les protéines de l'huile d'arachide sont constituées au moins de 95 % de deux globulines dénommées arachine et conarachine . Ces globulines sont riches en azote. Les acides aminés indispensables constituent 47 % de la conarachine et 40 % de l'arachine [**Stalker, 1989**]. Le tableau 7 donne la composition en acides aminés de l'huile d'arachide [**Chai, 1984**]

Acides aminés	% Massique
Arginine	11,2
Cystine	1,5
Histidine	2,4
Isoleucine	3,6
Leucine	5,9
Lysine	3,8
Méthionine	1,1
Phénylalanine	4,75
Thréonine	2,7
Tryptophane	0,9
Valine	4,75

Tableau 7: Composition en acides aminés de l'huile d'arachide.

I.2.1.3 Composition vitaminique.

Bien que l'huile d'arachide soit riche en lipides, les vitamines liposolubles n'y sont pas toutes abondantes, seules les vitamines E et F se rencontrent en quantités notables. La vitamine E se rencontre dans le tocophérol tandis que la vitamine F correspond aux acides gras essentiels (acides linoléique, linoléique et arachidonique). Par contre, l'huile d'arachide est une source intéressante de vitamines hydrosolubles, surtout en vitamines B [**Dokum, 1990**].

I.2.2 Propriétés physico-chimiques.

• Viscosité

La viscosité des corps gras dépend de leur structure chimique et de la température. Pour une température donnée, elle mesure le frottement interne dans la molécule. Le coefficient de viscosité est défini comme la force par unité de surface requise pour maintenir une différence d'unité de vitesse entre deux phases parallèles. Pour tous les corps gras la viscosité décroît avec la température et croît avec l'augmentation du poids moléculaire.

• Densité

Dans le cas des huiles, on utilise surtout la densité apparente notée d_4' qui représente le rapport de la masse d'huile sur la masse d'égal volume d'eau à 4°C. La densité d'une huile est d'autant plus grande que son poids moléculaire est bas et que son degré d'insaturation est élevé. Il existe une relation empirique reliant la densité de l'huile, son indice de saponification et son indice d'iode [Ullmann's encyclopedia, 1994].

$$d_{15}^{15} = 0.8475 + 0.003 * (\text{indice de saponification}) + 0.00014 * (\text{indice d'iode})$$

Il a été aussi établi une équation générale déterminant la densité de mélange huile-solvant [Karleskind, 1992].

$$\frac{1}{d} = a - (a - b + 4k) + 4k x^2$$

d = densité du mélange huile - solvant

a, b , = inverse de la densité du solvant et de l'huile

k = constante de solvant dépendant seulement du solvant et de l'huile

• Indice de saponification

C'est le nombre de mg de potasse (KOH) nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres ou combinés d'un corps gras. Il est inversement proportionnel à la masse moléculaire principale des glycérides du corps gras.

• Indice de réfraction:

Il traduit la permittivité du milieu aux ondes électromagnétiques. Sa variation en fonction de la fréquence qui est liée aux possibilités de mouvements moléculaires induits par la polarisabilité des molécules. Elle peut donner des renseignements sur le degré de liberté des molécules ou sur la composition des mélanges.

Point de fusion	0 - 3 °C
Indice d'iode	82 - 106
Indice de saponification	188 - 195
Indice d'acétyle	8.5 - 9.5
% acides gras libres	0.02 - 0.6 %
% insaponifiable	03 - 07 %
Indice de réfraction à 20°C	1.4697-1.4719
Densité à 25°C	0.910-0.915
Viscosité à 20°C	71.07-86.15 centipoise
Titre	26 - 32°C
Chaleur de fusion	21.7 cal/g
Point de fumée	264.82 °C
Couleur visuelle	légèrement jaune

Tableau 8 :
Propriétés générales de l'huile d'arachide

La qualité nutritionnelle de l'huile d'arachide et sa stabilité à haute température ont fait de cette matière grasse, un produit alimentaire de luxe. La technologie d'extraction de l'huile à partir de la graine est relativement simple et se fait dans les pays producteurs d'arachide.

1.3 Le tourteau

Le tourteau est la fraction restante après l'extraction de l'huile. Il renferme environ 50 % de matières protéiques, aussi est-il largement utilisé pour la nourriture du bétail. La composition chimique du tourteau dépend du traitement subi par la graine. Deux éléments offrent une grande variabilité dans les tourteaux oléagineux, ce sont les éléments cellulosiques et l'huile résiduelle. Les éléments cellulosiques se trouvant essentiellement dans la coque et la pellicule de la graine, sont des matières indigestibles qui tendent à abaisser la valeur alimentaire des tourteaux.

L'opération de décorticage avant l'extraction permet d'éliminer ces éléments cellulosiques. Le tourteau peut contenir des taux variables d'huile allant de 10 à 1 % selon que celle-ci est recueillie à la presse ou extraite ensuite à l'aide d'un solvant. La présence de cette huile résiduelle influence la stabilité du tourteau au cours de sa conservation, mais améliore sa valeur énergétique. Le tableau 9 donne la composition des tourteaux en fonction de leur préparation [Flenberg, 1987].

	Humidité	Protéines	Lipides	Cellulose	Cendres
Tourteau pailleux (65 % de coques)	10,5	20,5	4,5	30,0	4,1
Tourteau de pression (décortiqué)	10	47,5	8,0	4,5	4,1
Tourteau d'extraction (décortiqué)	8,0	52,5	0,8	7,0	4,2

Tableau 9 :Composition caractéristique en matière fraîche des tourteaux en fonction de leur préparation.

I.4 Description du procédé de fabrication

L'arachide est une graine oléagineuse, c'est à dire une graine dont on peut extraire de l'huile. La Technologie de la transformation de la graine oléagineuse en huile propre à la consommation comprend 2 opérations principales : l'extraction qui aboutit à l'huile brute et au tourteau et le raffinage qui permet d'obtenir une huile consommable. Dans la présente étude, nous allons nous intéresser uniquement à l'opération d'extraction.

Il existe trois types de procédé d'extraction :

- le plus ancien ne fait appel qu'à l'énergie mécanique. C'est celui de la pression unique qui utilise dans le cas de l'arachide des pressions horizontales à vis.
- le plus récent, à l'inverse, demande exclusivement à un solvant chimique de faire le travail d'extraction. C'est celui de l'extraction directe.
- Entre ces deux extrêmes, il existe un procédé mixte qui confie à la presse la première partie du travail et laisse à un solvant le soin de le parfaire. C'est le procédé de l'extraction après prépression.

Plusieurs facteurs sont à considérer lors du choix d'un procédé d'extraction : tonnage des graines à traiter, rendement en huile, coût récupération des protéines pour l'alimentation humaine. Dans le cas de la trituration industrielle, si on veut traiter un tonnage de graines d'arachide supérieur à 100 tonnes / jour jusqu'à un taux d'huile résiduelle inférieur à 5%, le procédé le plus approprié est l'extraction par prépression (figure 1). La pression unique n'est pas envisageable à cause de la capacité des presses qui n'excède pas 40 tonnes d'arachides par jour. L'utilisation de plusieurs presses en même temps exige une telle contrainte énergétique que ce n'est pas rentable économiquement. En outre le procédé d'extraction directe implique un volume d'extracteur et une surface d'installation de distillation tellement grands que les besoins en vapeur de chauffage et les pertes en hexane rendent l'opération non viables.

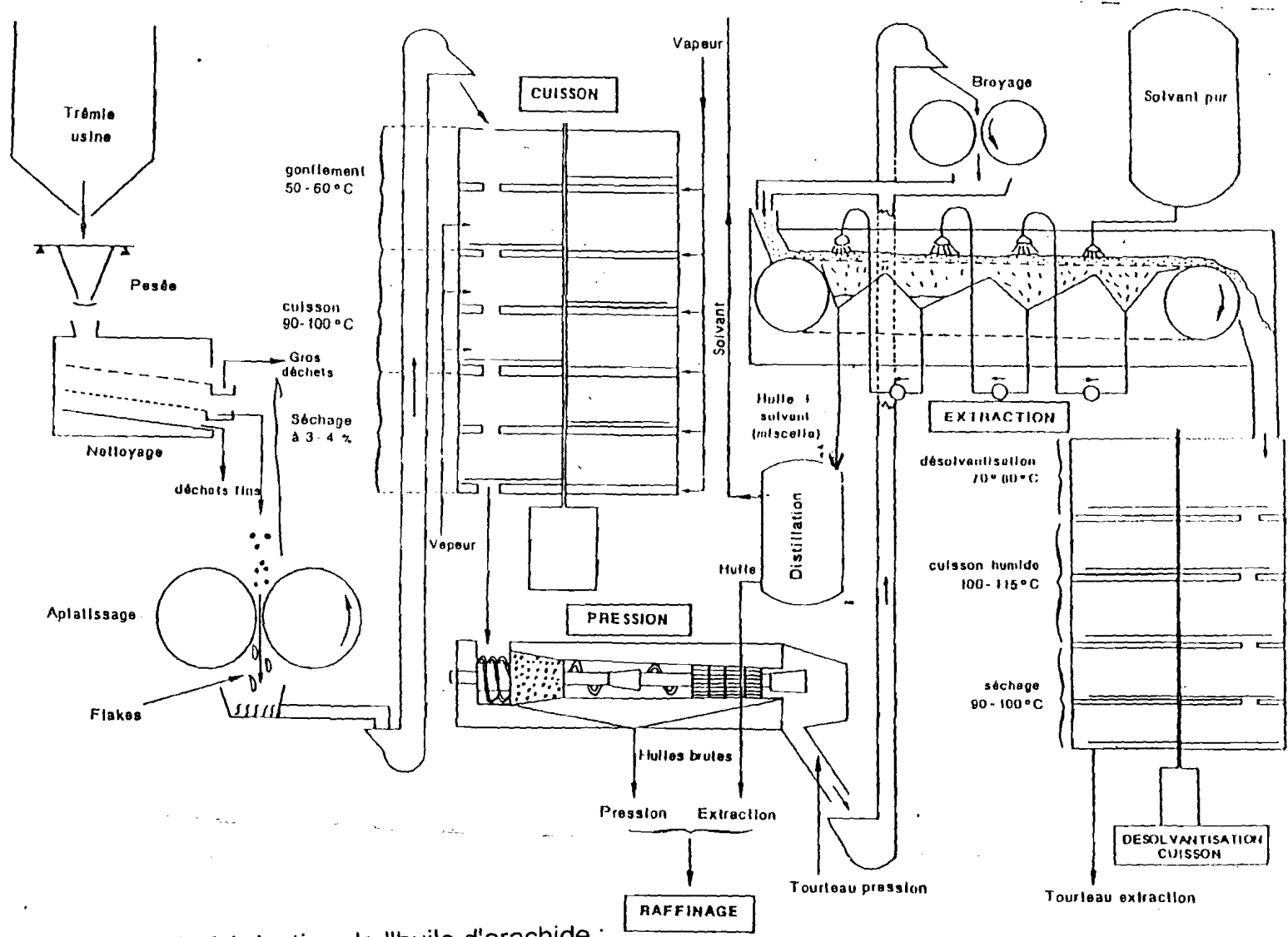


Figure 1 : chaîne de fabrication de l'huile d'arachide : de la graine à l'huile brute.

1.4.1 Le nettoyage

Il permet d'éliminer les éléments durs ayant pu contaminer le lot (caillou, pierre, sable...) pour éviter l'usure des presses et des aplatisseurs. Les grosses impuretés sont éliminées par tamisage. Pour les éléments légers, on utilise la ventilation. Il existe des trieuses magnétiques pour les éléments ferreux et des trieuses électroniques qui permettent aussi la détoxification de la graine. Les graines doivent être au préalable débarrassées de leur enveloppe ou coque pour à la fois augmenter l'efficacité de l'extraction et éviter les pertes en huile dues aux absorptions par la coque

La gamme des nettoyeurs à arachide offerte par les constructeurs est assez large. Les plus gros peuvent avoir une capacité approchant 500 tonnes / jour. Si besoin est, l'action du nettoyeur est complétée par un épierreur densimétrique.

Le décortiquage de la graine d'arachide est également une opération facile. Elle est d'ailleurs souvent effectuée au niveau des centres de collecte et non à l'huilerie. Ce qui diminue l'importance des tonnages à transporter. Séduisante de ce fait, la formule n'est cependant pas bénéfique car l'huilier perd alors les coques qui peuvent lui assurer son autonomie énergétique et les amandes brisées au cours de l'opération sont ensuite le siège de fermentations qui en élèvent l'acidité et sont cause de produits dangereux, tels l'aflatoxine. Le rendement des décortiqueurs à arachide est excellent, de l'ordre de 98 % et il est facile d'en vérifier visuellement le bon fonctionnement.

1.4.2 L'aplatissage de la graine

Le but de cette opération est de former des flocons de quelques dizaines de millimètre d'épaisseur afin de faciliter le travail des presses ou l'action du solvant. La graine doit être aplatie sans être broyée. Il ne faut donc pas qu'elle soit trop humide (trop élastique), ni trop sèche (formation de farinettes). La bonne humidité se situe entre 6 et 9 % d'eau. La figure 2 montre le schéma de principe d'une floconneuse. En jouant sur la longueur des cylindres, il est possible de faire varier la capacité de la floconneuse. Sur le marché on peut trouver des floconneuses traitant jusqu'à 150 tonnes / jour

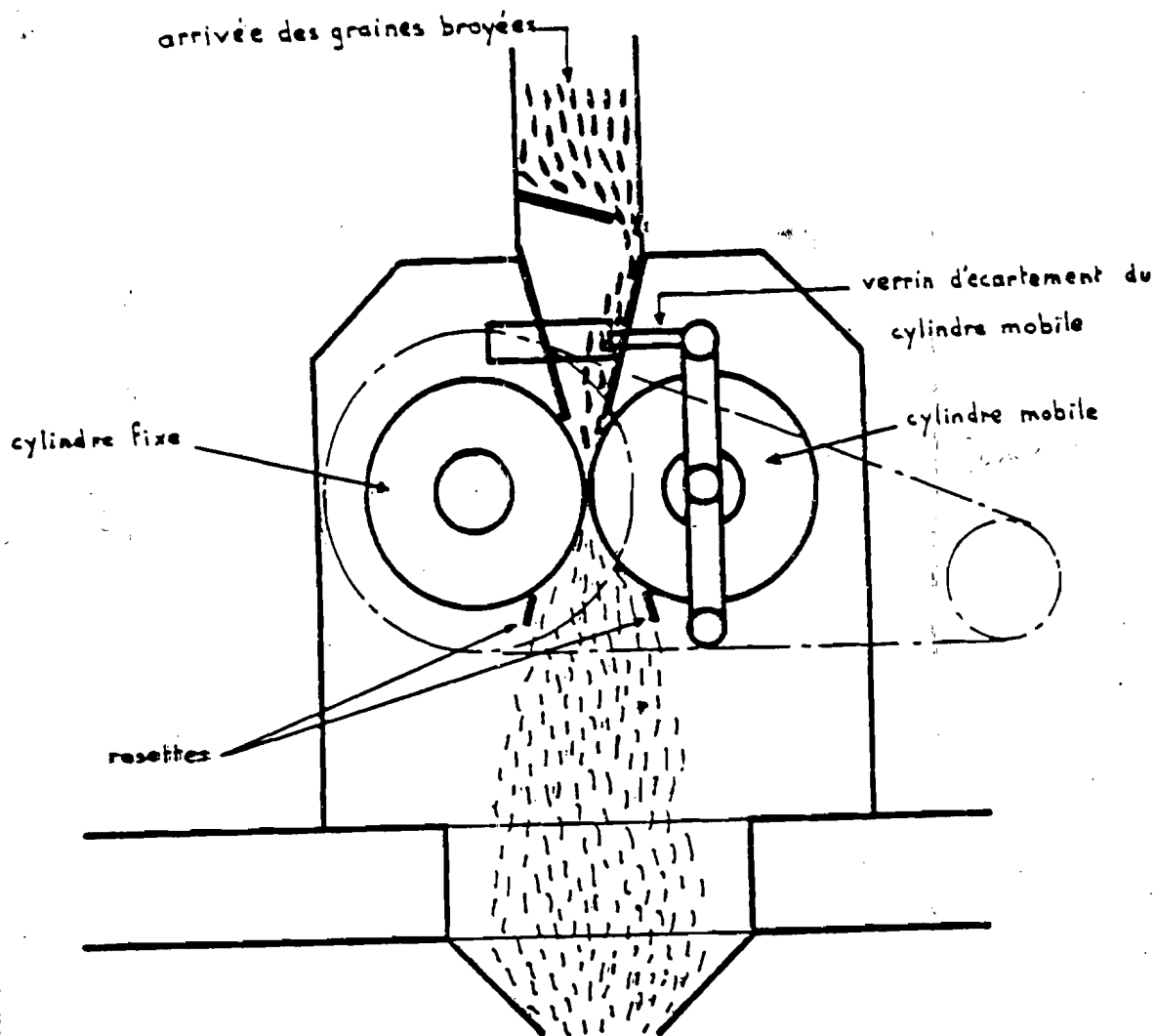


Figure 2 : schéma de principe d'une floconneuse de graine oléagineuse.

1.4.3 Le conditionnement thermique

C'est une opération fondamentale qui permet l'extraction maximale d'huile quel que soit le moyen d'extraction : pression ou extraction par solvant. Le traitement thermique se fait dans des cuiseurs. L'opération dure de 20 à 30 minutes à 90 ou 100°C. Par une alternance de chauffage humide et de cuisson sèche, les cellules oléifères se dilatent et les membranes se durcissent. Il existe deux types de cuiseurs : les cuiseurs tubulaires constitués par des tubes horizontaux à doubles enveloppes chauffées à la vapeur avec brassage de la graine par palettes et les cuiseurs à plateaux avec agitation par un arbre central muni de pales. La graine chemine du plateau supérieur au plateau inférieur par une série de trappes. De la

qualité du traitement thermique, vont dépendre le rendement, la qualité de l'huile (odeur, coloration) et du tourteau. La figure 3 représente le schéma de principe d'un appareil de traitement thermique.

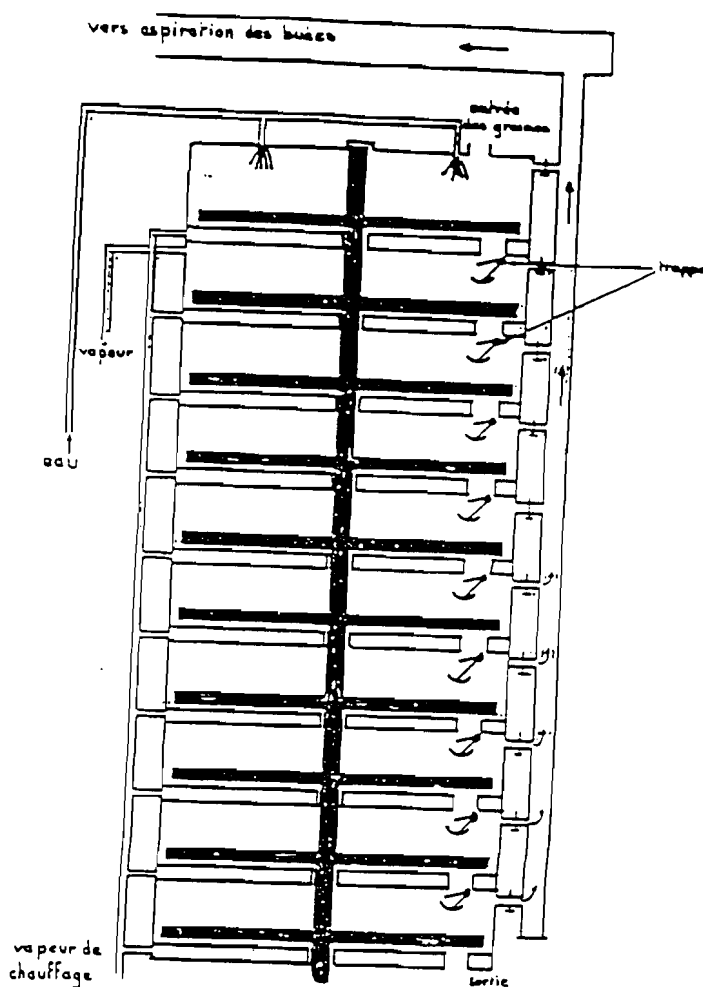


Figure 3 : schéma de principe d'un appareil de traitement thermique.

1.4.4 L'extraction par pression

Pour les graines ayant une teneur en huile supérieure à 20%, on fait une extraction par pression suivie d'une extraction par solvant. L'extraction par pression permet d'extraire entre 80 et 85 % de l'huile brute totale. Les facteurs importants sont : la

nature de la graine, la teneur en huile, et les caractéristiques structurales telles que la taille, la dureté. A la sortie de la presse, on obtient l'huile brute de pression et les écailles de tourteaux.

Une presse à vis moderne (figure 4) est constituée :

- extérieurement d'une coquille cylindrique dont la base est formée d'une juxtaposition de barreaux disposés de façon à permettre la sortie de l'huile dans les interstices, l'ensemble formant une cage.
- Intérieurement d'une vis centrale que l'on désigne sous le nom d'arrangement car elle est en fait constituée d'une succession d'éléments de vis de pas différents et de diamètre croissant, séparés les uns des autres par des bagues qui freinent l'écoulement de la matière dans la cage et favorisant l'extrusion de l'huile.

Le bon fonctionnement d'une presse résulte du jeu combiné de la réduction du volume engendré par les éléments de vis allant de l'amont à l'aval et de la progression simultanée du rapport entre le volume engendrée par chaque élément de vis et la section de passage de la bague qui lui fait suite.

La presse à vis est limitée dans ces résultants puisque plus on recherche un déshuilage poussé, plus on doit apporter d'énergie et réduire la vitesse de travail. A ceci s'ajoute le fait que plus on presse, plus l'huile a du mal à s'échapper, ce qui conduit à réincorporer 5 à 10 % de coques dans les amandes pour conserver à la matière pressée une perméabilité suffisante. Pratiquement on peut admettre qu'il est difficile d'obtenir par pression mécanique un épuisement des amandes tombant à moins de 6 % d'huile résiduelle. Les contraintes de vitesse et de puissance font qu'il n'est pas possible de construire des presses de débit considérables.

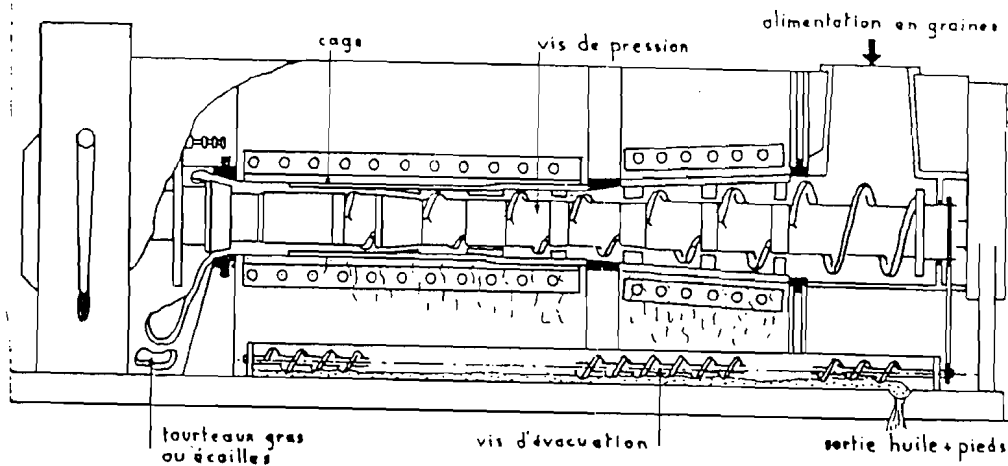


Figure 4 : schéma de principe d'une presse d'extraction.

1.4.5 L'extraction par solvant

L'objectif est d'extraire des écailles de tourteaux de pression le maximum d'huile en un temps raisonnablement court. En général on utilise des solvants à point d'ébullition bas, ce qui nécessite moins d'énergie pour la distillation. Le solvant doit avoir aussi une viscosité suffisamment basse pour circuler librement. L'hexane est le solvant le plus utilisé. Il a l'avantage d'être sélectif et de dissoudre peu de mucilages, gommages, pigments colorés contenus dans les graines. Il existe d'autres types de solvant [Hron, 1982 - Mangold, 1982]. On peut utiliser aussi des alcools comme l'éthanol ou l'isopropanol. Mais industriellement leur emploi est limité à cause de leur prix de revient assez élevé. Plus ou moins hydraté, l'acétone est également utilisée avec succès dans certains procédés, surtout dans le cas où la graine a un taux d'humidité élevé. L'extraction peut se faire par percolation, le déshuilage consistant en un lavage de la matière solide par ruissellement à grand débit, ou par immersion c'est à dire en noyant la matière solide dans le solvant. L'efficacité de l'extraction dépend aussi de la température. Du point de vue purement thermodynamique, l'équation de diffusion moléculaire montre que l'élévation de la

température entraîne une augmentation du taux d'extraction par diminution des coefficients de viscosité de l'huile et du solvant. Cependant, l'élévation de température a des limites car elle peut provoquer une ébullition dans l'extracteur, ce qui peut rendre difficile un bon contact solvant - particules. Une température très élevée peut aussi entraîner beaucoup de perte par évaporation. En général, on utilise des températures assez élevées, mais en dessous du point d'ébullition du solvant.

1.4.6 La distillation du miscella

Cette opération a pour objet la séparation de l'huile dissoute (extraite) du solvant qui a servi à son extraction. Le miscella est distillé dans un appareil à un ou plusieurs effets et l'huile brute obtenue est envoyée dans une colonne finisseuse dans laquelle elle se débarrasse des dernières traces de solvant par l'action conjointe du vide et d'une injection de vapeur d'eau.

1.4.7 La desolvantisation

Le tourteau sortant de l'extraction est imprégné de solvant, environ 30 % en poids. Il s'agit par des séries de chauffage-humidification-séchage de récupérer du solvant d'une part, mais aussi d'en éliminer le plus possible pour que le tourteau produit ne présente pas de danger d'inflammation et d'explosion. Le tourteau déshuilé est très riche en matière grasse. C'est un aliment de choix pour le bétail.

1.5 Le procédé étudié et ses caractéristiques.

Dans cette étude, nous allons nous intéresser à un atelier d'extraction fonctionnant de façon continue et comprenant un extracteur par solvant et une installation de distillation par évaporation à multiple effet pour récupérer tout le solvant contenu dans le miscella et produire une huile brute prête pour le raffinage [figure 5].

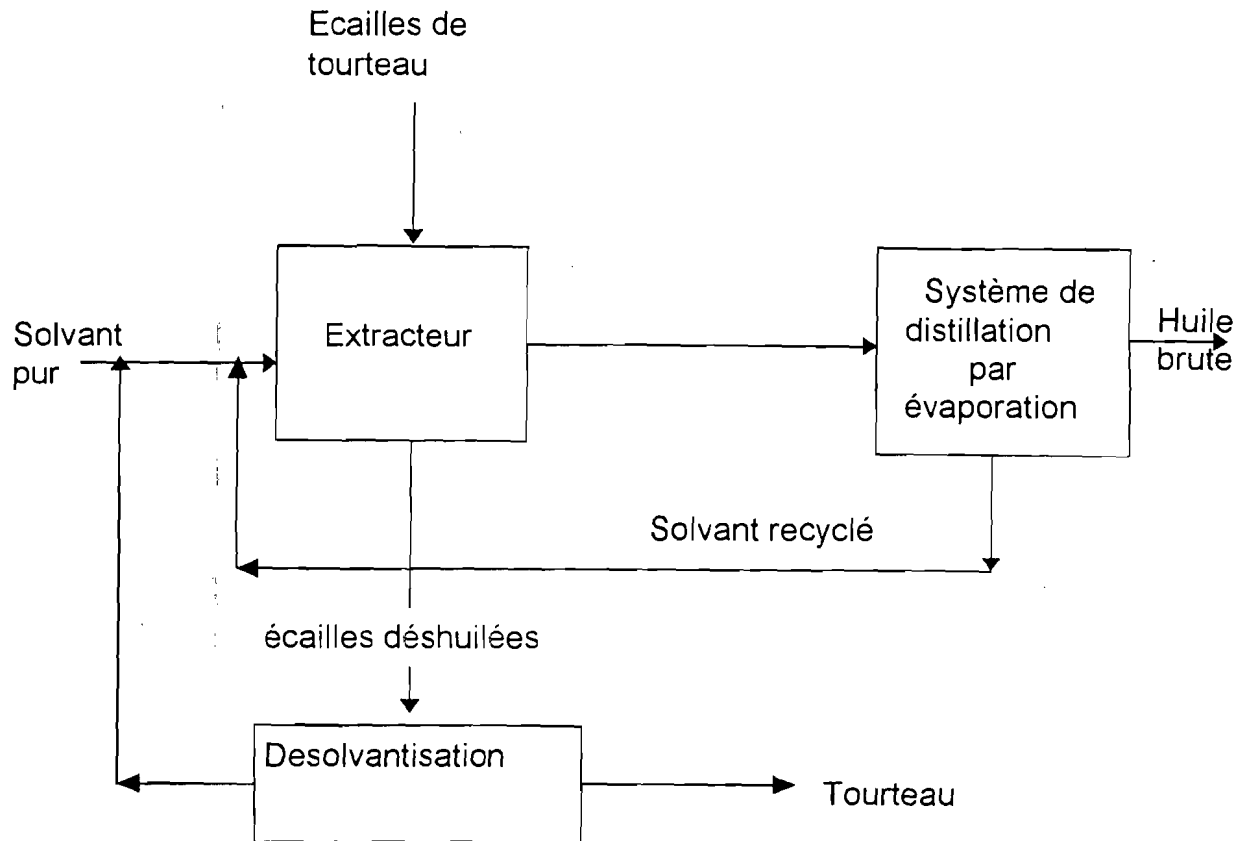


Figure 5 : Schéma de base de l'atelier d'extraction par solvant

Le procédé doit réaliser un certain nombre d'objectifs économiques dont les principaux sont :

- traiter la quantité de matière correspondant aux impératifs de l'amont (contraintes de matières premières) et de l'aval (contraintes de production);
- fournir des produits respectant les spécifications demandées (huile brute exempte de solvant);
- assurer les opérations d'extraction au coût prévu par l'exploitant.

La conduite du procédé doit assurer le fonctionnement dans des conditions de sécurité, c'est à dire :

- maintenir les conditions de fonctionnement dans un domaine acceptable;
- disposer de procédures d'urgence en cas d'atteinte de conditions anormales.

L'opération d'extraction se fait à température peu élevée (en dessous du point d'ébullition) et à pression atmosphérique. L'extracteur peut fonctionner par immersion de la matière ou utiliser la percolation par surface filtrante. A l'heure actuelle, les appareils industriels travaillent avec un système d'auto-équilibrage de recyclage de solvant. Le lavage des flocons ou écailles se fait à contre-courant sans aucun réglage. La matière prend tout le solvant qu'elle est capable d'absorber par sa perméabilité. Le surplus déborde pour passer du miscella pauvre vers le miscella riche dont le niveau est régulé par le débit de sortie du miscella concentré de l'extracteur. Finalement, le seul réglage consiste à ajuster le débit de solvant à l'entrée par rapport au débit d'écailles à déshuiler.

Le miscella sortant de l'extracteur est distillé par un système d'évaporation à double effet. Le premier évaporateur est chauffé à l'aide de la vapeur d'eau fournie par un système d'alimentation et qui va entraîner la vaporisation du solvant, assurant ainsi une première concentration du miscella. Cette vapeur de solvant issue de l'évaporateur 1 est utilisée pour chauffer l'évaporateur 2 et achever ainsi la séparation de l'huile et du solvant. La vapeur de solvant ainsi récupérée est condensée et recyclée pour alimenter l'extracteur. Un corps d'évaporateur se présente sous la forme d'une enceinte cylindrique. L'intérieur de l'enceinte accueille un système de chauffage. Au sommet de l'évaporateur est évacuée la vapeur de solvant, tandis que la solution concentrée est récupérée par le bas.

1.6 Représentation réaliste du fonctionnement du procédé

La simulation dynamique du procédé d'extraction exige la représentation de deux types de phénomènes qui agissent l'un sur l'autre, à savoir la physique du système et la régulation nécessaire pour contrôler le système. Il paraît donc utile de dégager les grandes lignes de la modélisation qu'il sera souhaitable de mettre en place. Deux types de modèles peuvent être développées pour étudier le régime transitoire du procédé d'extraction.

Un modèle de connaissance se base sur la représentation des phénomènes (physiques, chimiques ...) concourant à réaliser la fonction d'un système et fait appel

principalement aux connaissances du génie chimique, de la thermodynamique, de la mécanique des fluides. Un modèle de « boîte noire » s'appuie sur des relations empiriques entre variables d'entrée et variables de sortie obtenues par des procédés d'identification et souvent écrites sous la forme de fonctions de transfert.

Le présent travail s'appuie sur des modèles de connaissance construite à partir d'hypothèses de travail, sur la physique du système et de la connaissance disponible sur le procédé. Nous utiliserons aussi directement que possible les caractéristiques des appareils utilisés sur le procédé.

Le calcul du régime transitoire se distingue fortement de celui du régime stationnaire par le fait que l'on doit représenter l'exploitation du procédé et son état physique. Aussi débouche-t-il sur l'écriture d'équations différentielles et donc la prise en compte des conditions limites imposées par la physique du système et sa régulation. Dans le calcul du régime transitoire, on doit à priori fixer les variables d'entrée du système. Aussi imposera-t-on les débits, températures et composition en amont du système, c'est à dire dans les flux d'entrée. En revanche la pression sera imposée en aval. Par ailleurs, on ne fixera pas des variables de contrôle mais toujours des variables de commande, c'est à dire essentiellement des ouvertures de vanne ou des consignes de régulateur. Les valeurs de mesure accessibles à l'opérateur ne sont pas toujours les valeurs réelles des variables. Souvent, l'action ne porte pas exactement sur la variable que l'opérateur croit commander. L'organe final de l'action peut être par exemple une simple ouverture de vanne, et c'est elle qui, permet en dernier lieu de satisfaire la demande de l'opérateur sur une autre variable telle que le débit.

DEUXIEME PARTIE

LA SIMULATION DYNAMIQUE DES PROCÉDES

II.1 Principes de base de la simulation dynamique

En génie des procédés, la simulation est la résolution numérique d'un ensemble d'équations représentant une opération unitaire ou un procédé. Elle peut être stationnaire ou dynamique, c'est-à-dire prenant en compte les équations différentielles par rapport au temps. Le choix de l'outil de simulation est fonction des détails de description qu'on veut avoir en relation avec le coût de la simulation.

La simulation statique est utilisée pour la conception, le développement et l'optimisation des procédés. Par exemple, pour un procédé donné, on fait appel à elle pour étudier comment on peut intégrer une opération unitaire testée en pilote dans un ensemble plus large. Elle sert aussi à l'amélioration des procédés par la recherche des conditions opératoires optimales.

La simulation dynamique, par sa capacité de décrire le comportement transitoire des procédés, impose une caractérisation plus rigoureuse que la simulation statique. Elle est plus proche de la réalité. Elle constitue un outil de choix pour les questions d'implémentation de technologies: étude du comportement d'un procédé régulé d'un réseau d'échangeurs de chaleur [Papastratos, 1992], suivi d'une unité de production [Zeghal, 1992], caractérisation d'un système de sécurité de procédé [Brown-Brulant, 1994].

II.2 Les intérêts de la simulation dynamique de procédé

II.2.1 De quoi a-t-on besoin pour créer un modèle dynamique ?

Pour simuler un régime stationnaire, il est courant de passer sous silence toutes les caractéristiques géométriques des appareils; elles n'interviennent pas ou peu. En simulation dynamique, elles sont souvent indispensables. Les approximations que l'on faisait alors ne sont plus valables.

La description physique des appareils peut se faire de deux manières. La première consiste à décrire l'appareil en se rapprochant au mieux de la réalité et en négligeant le moins de détails possibles. Cette méthode est longue et fastidieuse, de plus elle risque de coûter fort cher en temps de calcul et le résultat peut être décevant. La deuxième approche est plus globale: on fait intervenir certains concepts, temps de séjour par exemple, qui ont l'avantage de simplifier considérablement les calculs mais ont l'inconvénient de rendre quasi-obligatoire des essais expérimentaux pour valider les expériences faites.

Les phénomènes physico-chimiques du procédé étudié peuvent être décrits de la même façon. Nous aboutissons donc à deux types de modèles : l'un relativement simple mais nécessitant un " calage " expérimental, l'autre plus complexe mais plus facilement validables. Ce sera au concepteur du modèle de trancher entre les deux approches ou d'opter pour une solution intermédiaire. Une autre tactique peut être adoptée pour les procédés comportant un grand nombre d'opérations unitaires: utiliser une approche détaillée pour chacune des opérations puis lorsqu'on passe progressivement à la description du procédé dans son intégralité utiliser une certaine approximation afin d'alléger le modèle.

II.2.2 Une meilleure connaissance du procédé

C'est le besoin de mieux connaître un procédé qui pousse à le modéliser. L'élaboration du modèle oblige à se poser de nombreuses questions. Ainsi le fait de réfléchir à sa description " mathématique " met en évidence des aspects jusqu'alors masqués du procédé. Il est perçu d'un regard neuf et souvent critique: il n'est pas

rare qu'à cette occasion l'on découvre des aberrations dans sa conduite ou dans son contrôle.

Une fois le modèle achevé, selon la description choisie on va le tester ou à l'adapter. A ce stade, on apprend à connaître le procédé; on peut remarquer que telle mesure n'a pas ou peu d'influence.

C'est évidemment dans cette dernière partie du travail que l'on va retirer le plus d'information du modèle. Nous citerons ici quelques points qui nous semblent intéressants et découlant directement de la mise au point et de l'utilisation d'une simulation dynamique.

- Le test des schémas de contrôle de commande existant sur le site, si l'unité simulée existe déjà;
- L'amélioration des schémas de contrôle : il est plus sécurisant d'essayer un nouveau schéma sur un modèle que sur l'unité réelle.
- L'étude du comportement transitoire, que ce soit au démarrage, à l'arrêt ou lors du changement de point de consigne;
- Le test d'une nouvelle stratégie de contrôle: il est plus facile de remettre en cause la conduite d'un procédé sur un modèle que directement sur le site industriellement.
- L'optimisation de la conduite du procédé par rapport à des critères inaccessibles par des mesures en lignes: l'optimisation par rapport à ce type de variables peut mettre en évidence des corrélations entre la variable non mesurable et d'autre tout à fait accessibles;
- Le calcul de fonctions de transfert qui pourra servir à la mise au point d'algorithmes de commandes plus sophistiqués : il n'est pas possible, en règle générale, d'exciter le procédé de façon à calculer des fonctions de transfert, le modèle le permet en toute sécurité;
- La création d'un modèle simplifié qui peut être suffisant pour un algorithme de commande par modèle.

II.2.3 Mieux contrôler le procédé

C'est presque toujours le but recherché lors de l'élaboration d'un modèle de simulation dynamique. Il présente divers aspects.

Le premier aspect est la sécurité du procédé qui devient de plus en plus à l'ordre du jour avec les préoccupations d'ordre écologiques et les préventions des catastrophes industrielles. Lorsque l'on conçoit un procédé, avec une certaine marge de sécurité, il n'est pas évident que les automatismes et sécurités étudiés pour un fonctionnement normal, soient efficaces lors d'un emballement. D'autre part, il n'est pas concevable de tester en grandeur réelle un incident pouvant mener à une catastrophe. Or, les comportements lors de tels accidents sont fortement transitoires, ils ne peuvent être décrits par un modèle statique. L'apport de la simulation dynamique peut être d'une grande utilité dans la mesure où l'on sait décrire le procédé jusqu'aux frontières de son domaine de fonctionnement.

Un autre aspect est le contrôle-commande du procédé [Garcia, 1982]. Les régulations classiques de type PI ou PID réagissent avec un certain retard qui est d'autant plus grand que la dynamique du système est lente ou que la détermination de la grandeur réglante demande un certain délai. Lorsque l'on est capable à l'aide d'un modèle dynamique de prédire la réaction du système étudié à une perturbation, il est possible de corriger cette perturbation avant que celle-ci ne soit détectée dans les grandeurs de sortie.

II.3 Logiciels de simulation dynamique

Le choix de l'outil de simulation est fonction des détails de description qu'on veut avoir en relation avec le coût de la simulation. Le besoin de mieux connaître un procédé explique le passage de la simulation statique à la simulation dynamique avec une description du comportement transitoire qui impose une caractérisation plus proche de la réalité.

Les calculs du régime transitoire sont relativement récents. Au début, il y a eu surtout des programmes développés pour des applications spécifiques : DYFLO

[Francks, 1972], DYNYSYS [Barney, 1975], PRODYC [INGELS, 1970], REMUS [Ham, 1971], DYSCO [Briggs et coll., 1974] et IMP [Brandon, 1972]. Ensuite, on a voulu résoudre une gamme étendue de problèmes, qu'il s'agisse des produits manipulés ou des procédés représentés. Ceci conduit à développer des logiciels à portée générale [Shacham et coll., 1982], [Patterson et Rozsa, 1980], [Fletcher et coll., 1982], [Stainthorp et Juval, 1982].

Certains travaux choisissent un langage de simulation générale des systèmes continus, tels que ACSL [Chen et coll., 1984], pour représenter leurs problèmes, bien que de tels langages n'aient pas été développés spécifiquement pour la simulation des industries de procédé. Nous nous intéressons ici aux logiciels développés spécifiquement pour le calcul du régime transitoire des procédés. Ils incluent en général leur propre macro-langage pour la formulation des problèmes et utilisent des langages scientifiques comme FORTRAN ou PASCAL.

Les progrès de l'informatique (machine plus rapide, grande capacité de stockage et meilleure technique numérique) ont permis de mettre au point des logiciels de plus en plus performants pour une analyse globale de procédés complexes : SpeedUp, DPS [Thambynayagam, 1987].

Un logiciel de simulation dynamique peut fonctionner avec une résolution globale ou avec une approche séquentielle. Dans l'approche en résolution globale, on tente de décrire le procédé en un seul bloc. On écrit les équations de chaque module, puis on les regroupe pour les résoudre globalement en un système. Par contre dans l'approche séquentielle, pour décrire une opération unitaire simple, on écrit les équations différentielles ou algébriques qui régissent son évolution et la résolution est effectuée par un moyen mathématique approprié. Si on désire agencer deux opérations unitaires, il suffit de décrire les liens les unissant pour simuler l'ensemble. Cette opération peut ainsi se répéter à l'infini.

On peut classer les logiciels de simulation dynamique en fonction de la résolution des programmes de calcul du régime transitoire des procédés: logiciels avec résolution modulaire et logiciel avec résolution globale.

II.3.1 Les logiciels avec intégration modulaire

Dans la résolution modulaire le système transmet les entrées à chaque module qui lui retourne alors les sorties et les modules sont liés conformément à la topologie du procédé. Ces techniques permettent d'adapter les méthodes numériques à chaque type d'unité. Ces modules sont en général des sous programmes très structurés qui ne contiennent pas seulement des équations en rapport avec l'unité mais qui arrangent aussi les séquences de calcul pour les équations. Une des conséquences de l'approche modulaire est que l'utilisateur doit porter une grande attention tant à la structuration des équations algébriques dans une séquence de calcul, qu'au choix des méthodes appropriées pour résoudre les systèmes.

Dés les premiers développements de ces logiciels, deux approches ont été confrontées, l'une « **simultanée modulaire** » où l'intégration de tous les modules est effectuée simultanément, c'est à dire avec constamment le même pas d'intégration, l'autre « **indépendante modulaire** » où tous les modules sont calculés individuellement sur un même intervalle de temps. C'est ainsi qu'en 1971, DYNISIS existe en deux versions, l'une appliquant l'intégration globale, l'autre l'intégration modulaire [Bobrow et coll., 1971].

L'intégration simultanée modulaire est utilisée [Trevino et coll., 1987] pour mettre à profit les algorithmes de calcul des sorties en fonctions des entrées. Dans le cas de la résolution indépendante modulaire, un algorithme de coordination doit assurer la communication entre les modules et l'interpolation des variables d'entrée. Les algorithmes de coordination dans lesquels des itérations sur les variables d'entrées sont effectuées à chaque intervalle de temps, doivent respecter des critères de convergence et de stabilité [Liu et Brosilow, 1987]. Ces algorithmes ont été notamment validés sur l'étude d'une colonne de distillation représentée comme un

procédé dont chaque étage serait une opération unitaire indépendante [Cook et coll., 1987]. Les variables d'entrées d'un module étant supposées constantes pendant chaque intervalle de calcul, la précision du calcul exige que celui-ci soit petit [Ponton, 1983]. En revanche, l'algorithme de coordination utilise des interpolations polynomiales pour les entrées des modules [Hillestad et Hertzberg, 1986].

Par ailleurs, les schémas de procédé doivent être « déchirés » de façon à rompre des cycles et permettre un calcul séquentiel. Ce procédé revient à négliger la dynamique rapide liée à ces recyclages, par exemple rompre dans un cycle les flux quittant l'unité de plus grande capacité ou de plus grande constante de temps [Hillestad et Hertzberg, 1986].

En outre les qualités de convergence de la résolution indépendante modulaire diminuent lorsque le couplage du système augmente [Hillestad et Hertzberg, 1988]. Cette approche est inadaptée pour traiter des problèmes où les flux dépendent d'informations en aval et en amont comme cela est le cas des écoulements commandés par la pression [Ponton, 1983]. Sur un même système de deux modules interconnectés, la stabilité des variantes d'intégration séquentielle et parallèle correspond respectivement à celle des schémas implicite et explicite d'intégration [Hillestad et Hertzberg, 1988].

II.3.2 Les logiciels avec intégration globale

L'intégration globale opère sur l'ensemble des équations indépendamment des modules qu'elles décrivent et fait l'objet d'un intérêt croissant [Lann et coll., 1987]. Une partition du système par sous-ensembles physiques ou selon la dynamique propre à chaque équation peut s'avérer utile. Cette méthode représentée concrètement par FLOWSIM, DPS et SpeedUp, exige le développement de techniques numériques générales et robustes pouvant traiter des problèmes de grande taille et exploiter les spécificités des systèmes raides et creux.

Dans le logiciel DPS [**Sebastian et Coll., 1981**], les équations différentielles sont converties en équations algébriques selon un schéma dépendant de leur nature. Le système ainsi obtenu est résolu après analyse de sa structure. Le choix d'un pas d'intégration fixé par l'utilisateur pour la totalité de la simulation limite la précision du calcul.

SpeedUp [**SpeedUp User Manuel, 1988**] applique une méthode d'intégration inspirée de Gear [**Gear, 1984**], exploite la structure creuse du système et effectue sur option la différentiation symbolique. A chaque pas d'intégration, l'histoire du système est conservée non pas, grâce aux valeurs des variables sur n pas précédents, mais celles de n dérivées de ces variables au pas considéré.

Le logiciel DIVA utilise les techniques de matrices creuses [**Holl et coll., 1988**]. L'intégration se fait dans le cas général avec une méthode inspirée de celle de Gear, et pour certains systèmes à indice de nilpotence $m \geq 2$ une autre méthode. Il existe une extension du programme de calcul en régime stationnaire FLOWSIM en régime transitoire. Les équations différentielles doivent être écrites sous forme ordinaire EDO [**Babcock, 1982**]. Il existe aussi des programmes destinés à simuler les procédés discontinus et semi-continus qui ont la particularité de détecter le changement d'état (actif ou passif) de chaque unité et de tenir compte de cet état dans l'intégration [**Joglekar et Reklaitis, 1984**].

TROISIEME PARTIE

MODELISATION DES PHENOMENES

En génie des procédés, pour représenter le comportement d'un système, il convient d'écrire pour chaque unité, les équations de bilan, les équilibres et les transferts entre phase, les transferts thermiques et les propriétés physiques des fluides en présence. Si on veut s'intéresser à ce qui constitue la dynamique d'un procédé, on doit en plus écrire dans les équations de bilan non seulement les accumulations de matière et d'énergie, mais aussi les lois qui régissent les écoulements des fluides et enfin les organes de conduite, c'est à dire la circulation et le traitement de l'information sur le procédé.

III.1 Equations de la matière

III.1.1 Ecriture des équations de bilan

Etant donné que les unités étudiées effectuent des séparations physiques sans réaction chimique, les phénomènes d'accumulation sont représentés de manière générale par une équation différentielle de type:

$$\frac{d A}{d t} = E - S$$

où : A est la quantité accumulée de la grandeur considérée.

E et S sont les débits d'entrée et de sortie de cette même variable.

Ces d'équations sont écrits pour différents types d'accumulation:

- pour un nombre de moles (bilan global);
- pour un nombre de moles en un constituant (bilan par constituant);
- pour une enthalpie (bilan enthalpique).

Le plus souvent, les systèmes physiques sont supposés parfaitement mélangés, c'est-à-dire que les grandeurs intensives caractérisant l'accumulation et la sortie du système sont considérées égales. Par exemple, le bilan par constituant peut s'écrire :

$$\frac{d(A \cdot x^i)}{dt} = L_e \cdot x_e^i - L_s \cdot x_s^i$$

avec $x_s^i = x_i$

où A est le nombre de moles accumulées dans le système (retenue),

x_i la fraction molaire du constituant i dans la retenue,

x_i et x_e celles des flux d'entrée et de sortie

L_e et L_s les flux molaires d'entrée et de sortie

Pour un tel système pris isolément, les données sont L_e et x_e tandis que les inconnues sont A , L_s , x_i et x_s^i .

De façon générale, il a été choisi de caractériser les retenues de matière par le vecteur des nombres de moles par constituant, c'est à dire d'écrire :

$$\frac{d A^i}{dt} = L_e \cdot x_e^i - L_s \cdot x_e^i$$

$$\sum_i x_e^i = 1.0$$

où : A_i est la retenue molaire du constituant

III.1.2 Expression de l'accumulation de la matière

Le nombre de moles accumulées dans un système doit être relié aux variables d'état (composition, température) du système. Si le système considéré est formé de deux phases (solide et liquide pour l'extraction ou liquide et vapeur pour l'évaporation), on peut écrire :

$$A^i = A_1 \cdot x^i + A_2 \cdot y^i$$

où : A_1 et A_2 sont respectivement les retenues molaires totales des phases (1) et (2)

Quand aux retenues molaires par phase, elles sont le plus souvent reliées, au volume pour la phase considérée, par exemple pour la phase liquide :

$$A_L \cdot M_{w,L} = \rho_L \cdot w_L$$

où : $M_{w,L}$ est la masse du liquide (dépend de x^i)
 ρ_L la masse volumique du liquide (dépend des x^i et de la température)
 w_L le volume disponible pour la phase liquide.

Ensuite le volume de la phase doit respecter les contraintes géométriques (niveau d'un réservoir, volume disponible) ou hydrauliques (lois d'écoulement). Si le réservoir est cylindrique avec un axe vertical, comme dans le cas des évaporateurs, il y a une relation linéaire entre le niveau et le volume du fluide. Si par contre, il a un axe horizontal, comme pour certains extracteurs, la relation est plus complexe.

III.1.3 Hydrodynamique

Pour représenter la dynamique d'un système physique, il est important de traduire le déplacement des fluides. Cet écoulement est exprimé par une relation entre le niveau du fluide et le débit volumique de ce fluide. Les relations sont empiriques et dépendent beaucoup de la technologie utilisée.

III.1.3.1 Pertes de charge

On admet que l'écoulement des liquides et des gaz dans les canalisations fermées peut s'écrire avec les lois classiques de mécanique de fluide concernant les pertes de charge. Introduisons la charge définie par :

$$P = p + \rho \cdot g \cdot z + \rho \cdot u^2 / 2$$

où P est la charge (en Pascal);
 p la pression;
 z la cote;
 ρ la masse volumique du fluide.

Aucun travail extérieur n'étant fourni au système, la perte de charge se réduit à la dissipation des forces visqueuses, soit dans un tube de courant, où l'orientation de l'axe est celle de la circulation du fluide :

$$dP = -f \cdot dl$$

où dP est la perte de charge sur l'élément de longueur dl ;
 f est la force visqueuse par unité de longueur.

On en déduit donc:

$$-dp = d(\rho \cdot g \cdot z) + d(\rho \cdot u^2 / 2) + f \cdot dl$$

Considérons d'abord la circulation monophasique des fluides dans les conduites cylindriques. La variation des masses volumiques étant lente, les fluides sont supposés incompressibles, même pour les gaz dont la vitesse reste petite devant la vitesse du son. Le long d'une longueur L de tuyauterie, les pertes de charge par frottement s'écrivent sous la forme [**Hetsroni, 1982**] :

$$Dp = f \cdot dl = k \cdot (L / D) \cdot (\rho \cdot u^2 / 2)$$

où Dp est la perte de charge par frottement;
 k un coefficient dépendant du nombre de Reynolds et de la rugosité relative (sans dimension);
 L la longueur sur laquelle est calculée la perte de charge équivalente de la singularité;
 D une longueur caractéristique de la canalisation;
 u la vitesse du fluide;
 ρ la masse volumique du fluide.

La viscosité du fluide en chaque point de l'installation variant peu, on admet que k ne dépend pas de la rugosité relative. Ensuite compte tenu du fait que l'écoulement est en générale dans la zone de turbulence complète (nombre de Reynolds grands entre 10^5 et 10^6), les variations de k en fonction du nombre de Reynolds sont faibles. Aussi considéra-t-on que le coefficient k ne dépend pas du fluide qui traverse le système, c'est-à-dire qu'il est un invariant de l'installation.

On voit ainsi que, sous les hypothèses retenues, la variation de pression hors hydrostatique dépend linéairement de la densité d'énergie cinétique $\rho \cdot u^2 / 2$, qu'elle provienne de singularités (rétrécissements , élargissements bifurcations) ou de la dissipation visqueuse à la paroi :

$$-d(p + \rho \cdot g \cdot z) = d(\rho \cdot u^2 / 2) + k \cdot (dz/D) \cdot ((\rho \cdot u^2 / 2))$$

En outre les fluides étant supposés incompressibles, ces termes locaux ne dépendent que de la géométrie de l'installation et de la vitesse du fluide en un point fixe de la tuyauterie. Aussi a-t-il été retenu d'écrire globalement la variation arithmétique de la pression entre deux points de cote z_1 et z_2 d'une canalisation de la façon suivante :

$$-D(p + \rho \cdot g \cdot z) = k_{f,s} \cdot \rho \cdot u^2$$

où $D(p + \rho \cdot g \cdot z) = p_2 + \rho \cdot g \cdot z_2 - p_1 - \rho \cdot g \cdot z_1$

$k_{f,s}$ est un coefficient global de perte de charge par frottement visqueux et singularités entre deux points (sans dimension);

u est la vitesse en un point de référence de la canalisation.

La traduction de cette relation avec les variables classiques décrivant un fluide conduit à :

$$-D(p + \rho \cdot g \cdot z) = (k_{f,s} / S^2) \cdot (L \cdot M_w)^2 / \rho$$

où S est la section de passage du fluide en un point de référence;

L le débit molaire;

M_w la masse molaire;

ρ la masse volumique.

Cette expression globale d'une perte de charge entre deux points est utilisée dans les tuyauteries en globalisant le coefficient $(k_{f,s} / S^2)$ mais aussi dans les vannes pour lesquelles S représente l'ouverture.

Dans un évaporateur on a un écoulement biphasique. Les hypothèses déjà formulées ci-dessus (homogénéité, même vitesse d'écoulement des deux phases, etc...) permettent encore d'utiliser la loi :

$$-dp = d(\rho \cdot g \cdot z) + d(\rho \cdot u^2 / 2) + f \cdot dl$$

où les grandeurs sont celles d'un fluide homogène.

Aussi exprimera-t-on la différence de pression entre l'entrée et la sortie d'un évaporateur :

$$P_e - p = \rho_{L,V} \cdot g \cdot l + (-Dp_{fr}) + (-Dp_{ex})$$

où P_e et p sont les pressions à l'entrée et à la sortie de l'évaporateur;

$\rho_{L,V}$ la masse volumique aérée du liquide;

g l'accélérateur de la pesanteur;

l la longueur de l'évaporateur;

Dp_{fr} la perte de charge par frottement et dans les singularités;

Dp_{ex} la perte de charge par expansion (ou accélération).

La perte de charge par frottement est exprimée comme ci-dessus :

$$-Dp_{fr} = (k_{f,s} / S^2) \cdot (L \cdot M_w)^2 / \rho_L$$

La variation de pression par expansion est entre z et dz :

$$-dp_{ex} = d(\rho_{L,V} \cdot u^2 / 2)$$

où u est la vitesse du fluide à la cote z .

Par conservation de la matière et en négligeant la variation de son accumulation, on peut écrire :

$$\rho_{L,V} \cdot u \cdot S = L_e \cdot M_{w,L}$$

d'où :

$$-dp_{ex} = (L_e \cdot M_{w,L} / S)^2 \cdot X_s \cdot (1/\rho_{L,V} - 1/\rho_L)$$

où X_s est le taux massique de vaporisation à la sortie de l'évaporateur

III.1.3.2 Ecoulement libre des liquides

L'écoulement libre des liquides est donnée par une relation entre le niveau de liquide et le débit volumique de ce liquide. Les relations sont empiriques et dépendent de la technologie utilisée.

Pour l'opération unitaire d'extraction, on exprime l'écoulement du flux liquide d'un étage à un autre, en utilisant des équations de type " déversoir " [Nagar, 1975]. Le surplus de liquide déversé d'un étage à un autre est donné par :

$$P = 73.5 \cdot (V - V_0)^{1.5}$$

où P = flux du liquide déversé
 V = volume d'accumulation
 V_0 = volume utile de l'extracteur

III.1.4 Propriétés physiques des produits

Outre la connaissance de la masse molaire, des température et pression critique, des corrélations en fonction de la température sont disponibles pour les propriétés physiques suivantes des corps purs :

- pression de vapeur saturante;
- chaleur latente;
- capacité calorifique et enthalpie molaire;
- . masse volumique.

Pour le calcul des enthalpies, l'état de référence choisi est l'état dans lequel se trouve le corps pur sous un bar et à vingt-cinq degrés celsius.

Les propriétés du mélange sont exprimées en fonction de la température, de la pression et de leur composition molaire. Si on considère par exemple le phénomène d'évaporation, l'hypothèse des mélanges idéaux conduit à l'écriture suivante :

$$K'(t,p) = P^s(T) / P$$

$$h(T, x^i) = \sum x^i \cdot h^i(T)$$

$$H(T, y^i) = \sum y^i \cdot H^i(T)$$

$$L(T, y^i) = \sum y^i \cdot L^i(T)$$

$$(\rho_L(T, x^i))^{-1} = \frac{\sum x^i \cdot M_w^i \cdot (\rho_L^i(T))^{-1}}{\sum x^i \cdot M_w^i}$$

où T est la température du système

K^i est la constante d'équilibre du constituant i

p est la pression totale du système

h, H, L les enthalpie molaires du liquide, vapeur et vaporisation

x^i et y^i les fractions molaires du constituant i en phase liquide et vapeur

ρ_L la masse volumique du liquide.

Pour le calcul de la masse volumique des gaz, pression et volume sont liés à la température à l'aide du facteur de compressibilité Z :

$$\rho = M_w / v$$

avec $p \cdot v = Z \cdot R \cdot T$

et $Z = 1 - p_r / (a + b \cdot T_r)$

qui utilise le calcul des pressions réduites et températures réduites

où v est le volume molaire

R la constante des gaz parfaits

p_r la pression réduite du système

T_r la température réduite du système

a et b des paramètres accessibles par la littérature [Reid et coll., 1977]

III.2 Equations de l'énergie

Nous admettrons que dans tous les systèmes étudiés l'énergie interne peut être confondue avec l'enthalpie.

Le bilan enthalpique d'un système s'écrit de la manière suivante :

$$\frac{dH_a}{dt} = L_e \cdot h_e - L_s \cdot h_s + Q_+ - Q_-$$

où H_a est l'enthalpie accumulée

h_e et h_s l'enthalpie molaire des flux d'entrée et de sortie

Q_+ et Q_- sont respectivement l'apport de chaleur et les pertes thermiques

Le système étant supposé à l'équilibre thermique, l'expression de la retenue d'enthalpie se déduit de la retenue de matière.

$$H_a = A_1 \cdot H_1 + A_2 \cdot H_2$$

A_1 et H_1 sont respectivement la retenue de matière et l'enthalpie molaire de la phase (1).

III.3 Equations de l'information

III.3.1 Transmission et gestion de l'information

Toutes les variables manipulées entre la saisie de la mesure et l'action finale sont normées, c'est-à-dire ramenées entre 0 et 1 d'après l'échelle réelle existant sur le procédé. Les contrôleurs de type PI (proportionnel-intégral) ou PID (proportionnel-intégral-dérivé) sont représentés respectivement par :

$$a = G \cdot (Z_m - Z_c + T_i^{-1} \cdot I)$$

$$a = G \cdot (Z_m - Z_c + T_i^{-1} \cdot I + T_d \cdot D)$$

avec $\frac{dI}{dt} = Z_m - Z_c$

$$D = \frac{dZ_m}{dt} \quad \text{ou} \quad D = \frac{d(Z_m - Z_c)}{dt}$$

où a l'action du contrôleur

Z_m et Z_c la mesure normée et sa consigne

G le gain du contrôleur

T_i le temps d'intégrale

T_d le temps de la dérivée

III.3.2 Action sur le procédé

Les actionneurs sont des vannes de type proportionnel dont la caractéristique est la relation qui existe entre la position et l'ouverture de la vanne en grandeurs normées. Ce qui conduit respectivement aux caractéristiques suivantes :

$$w = a$$

$$w = c^{(a-1)}$$

où w est l'ouverture relative de la vanne

a est la position de l'actionneur

c un paramètre inverse de l'ouverture minimale de la vanne

Ensuite la perte de charge dans la vanne détermine le débit qui la traverse. Elle est écrite en fonction de l'ouverture sous la forme :

$$Dp = (K_v / w^2) \cdot (L \cdot M_w)^2 / \rho$$

où K_v est le coefficient de perte de charge dans la vanne (en m^{-2})

L est le débit molaire

M_w la masse molaire

ρ la masse volumique

On suppose que la réponse des vannes est instantanée

III.4 Choix du système de contrôle-commande

Un système complexe peut être caractérisé par la grande variété des informations qu'il met en jeu tant pour la compréhension que pour la modélisation de son fonctionnement. Or, la mise en oeuvre pose de nombreux problèmes, dus notamment à l'imprécision sur le rôle des différentes variables et sur la nature des relations entre elles.

L'état d'un système est représenté par l'ensemble des variables qui, à chaque instant, résument l'évolution passée du système. Mais connaître un système à un instant donné c'est aussi avoir l'ensemble des variables suffisantes pour sa description. Leur liste ne sera pas donnée a priori, car telle ou telle d'entre elles sera ou ne sera pas nécessaire pour décrire le système étudié. Mais pour un

système quelconque une condition spécifique doit être toujours satisfaite : l'équilibre thermique, massique, mécanique et / ou électrique. Il faut donc toujours satisfaire les conditions suivantes, nécessaire à l'équilibre :

- l'uniformité de température pour réaliser l'équilibre thermique;
- l'uniformité de concentration pour réaliser l'équilibre massique;
- l'uniformité de pression (ou de niveau) pour réaliser l'équilibre mécanique;
- l'uniformité du potentiel électrique pour réaliser l'équilibre électrique.

Toutes les grandeurs (variables) dont l'uniformité est nécessaire pour réaliser l'équilibre d'un système physique sont appelées variables intensives ou variables d'état du système. D'autres variables telles que le débit massique, la charge électrique, l'énergie interne... sont des variables extensives. En effet, la réunion de plusieurs systèmes caractérisés par ces variables donne un système nouveau dont les variables sont maintenant la somme des variables individuelles.

Dans la détermination de la structure du système de régulation, il faut choisir les variables de contrôle, c'est-à-dire celles qui permettent de caractériser l'état du système par rapport à un état de référence du système souhaité, les variables de commande, c'est-à-dire celles par quoi l'opérateur agira sur le procédé et enfin la relation entre les deux types de variables. Pour cela il convient d'abord d'identifier le nombre de degrés de liberté du système, c'est-à-dire le nombre d'actions indépendantes de l'opérateur. Ces degrés de liberté sont représentés par des variables de contrôle qui peuvent être : la pression, le niveau du réservoir, la composition...

Les réponses induites par ces diverses variables de contrôle sont très différentes. En première approximation, les réponses liées au niveau et à la pression peuvent être considérées comme rapides (quelques secondes ou minutes) devant celles qui sont liées à la composition (au moins quelques dizaines de minutes). Aussi de nombreux auteurs ([Roats et coll., 1986], [Bartell et coll., 1986], [Gani et coll., 1987]) différencient les différents types de contrôle, et plus particulièrement les régulations de niveau et de pression de celles de pureté. En effet les mesures de composition sont difficiles et coûteuses et elles ont un temps de réponse important.

Aussi leur préfère-t-on souvent des variables indirectes de contrôle telles que des températures dites « sensibles ». Les actions sont souvent effectuées par l'intermédiaire de cascade. Par exemple, le niveau dans le fond d'un réservoir peut commander la consigne du débit de soutirage, celui-ci commandant à son tour la vanne placée sur ce flux.

Le premier mode de contrôle que l'on peut imaginer est une régulation multi-variable où une variable de contrôle agit sur une variable de commande. Des critères systématiques ont été développés dans la littérature à partir du calcul du régime stationnaire pour choisir le meilleur couplage entre variables ([Stephanopoulos, 1984], [Skogestad, 1987], [Niederlinski, 1971], [Mijares, 1986]). Ces critères portent sur la qualité du couplage et de la stabilité du système.

III.5 Le logiciel SpeedUp

III.5.1 Présentation de l'outil SpeedUp

SpeedUp est un logiciel de simulation généralisée à approche séquentielle; sa large gamme d'application ainsi que la flexibilité de description qu'il offre à l'utilisateur font de lui un logiciel puissant et ambitieux. Sa structure comprend à la fois des méthodes numériques efficaces, souvent mises en oeuvre sans l'intervention de l'utilisateur, et une interface étendue et conviviale.

SpeedUp considère un procédé comme un ensemble de spécifications, d'équations et de procédures. Ce qui lui permet de traiter avec la même méthode de base des problèmes de différentes natures [Aspen Tech, 1991] :

- résoudre des problèmes de simulation de procédés en régime stationnaire et de conception (design);
- optimiser les solutions en régime stationnaire par l'utilisation de fonctions objectifs et de contraintes imposées par l'opérateur ;
- réaliser des simulations dynamiques de procédés par l'incorporation d'équations différentielles mais aussi par l'adoption de consignes et de valeurs opérationnelles dépendant du temps suivant des formes prédéterminées ;

- effectuer des « calages » de modèles et de paramètres par rapport à des données expérimentales provenant du laboratoire ou de l'industrie. Ceci peut être utilisé en particulier pour le développement de modèles empiriques pour des procédés complexes;
- travailler en conjonction avec des programmes externes grâce à des possibilités d'interfaces étendues. En particulier, SpeedUp permettra de se connecter à des contrôleurs en temps réel de manière à avoir des simulations contrôlées comme de véritables installations industrielles, ce qui facilitera l'entraînement d'opérateurs, la discussion des stratégies de contrôle ou encore l'investigation des effets des modifications de consignes et de conditions opératoires ;
- offrir un environnement où les procédés les plus divers peuvent être décrits et modélisés par un ensemble d'équations et de procédures, qu'il est aisé de modifier et d'améliorer par la suite.

III.5.1.1 Le langage de modélisation

Le logiciel SpeedUp utilise un langage de modélisation qui permet d'écrire des modèles mathématiques représentant des procédés complexes. Ce langage est un assemblage de mots clefs, de termes de liaison, d'identificateurs fournis par l'utilisateur, d'opérateurs mathématiques et de valeurs numériques. Il utilise des structures typées, de manière à aider le programmeur à garder une description cohérente et robuste numériquement.

III.5.1.2 Le langage interactif

Le logiciel SpeedUp utilise un langage interactif. Une fois dans l'environnement SpeedUp, on peut modifier le problème et l'exécuter à souhait. On peut afficher les résultats à l'écran ou le garder dans un fichier. Il est donc possible d'effectuer un grand nombre d'exécutions sans avoir à traduire le problème à chaque fois. On peut passer simplement du calcul en dynamique ou encore, à l'optimisation ou l'estimation des paramètres.

III.5.1.3 Le système de " flowsheeting "

Le logiciel SpeedUp est un système de " flowsheeting ", ce qui signifie qu'il a été conçu pour modéliser les procédés tels qu'on les rencontre dans l'environnement du génie chimique : un ensemble d'opérations reliées entre elles par des flux. Il peut représenter tout procédé pouvant être écrit par un système d'équations différentielles ordinaires et d'équations algébriques. Tout type de flux est admissible par SpeedUp. Un flux peut transporter des fluides de procédé, de l'information ou encore du courant électrique.

III.5.1.6 Le système de résolution

Il contient diverses méthodes d'analyse numérique : analyse symbolique, résolution de systèmes algébriques (méthode de Newton et variantes), résolution de systèmes algébriques et différentiels (méthode de Gear) , optimisation. Le calcul peut faire appel à des programmes en FORTRAN comme des procédures ou fonctions externes, ou bien encore, à des bases de données thermodynamiques. SpeedUp sélectionne toujours des méthodes par défaut pour la résolution des systèmes qu'on lui demande, il est toutefois possible de le « forcer » à adopter une méthode particulière.

III.5.2 Organisation du logiciel

L'architecture du logiciel SpeedUp est représentée par la figure 6. Le noyau central est l'exécutif-traducteur dont le rôle est de constituer la base de données à partir des fichiers d'entrée et vice versa, de vérifier sa cohérence, de communiquer avec le système mathématique de résolution et de gérer l'accès aux résultats stockés sur la base de données. Le traducteur permet en outre l'écriture d'un problème sous forme modulaire avec un macro langage approprié.

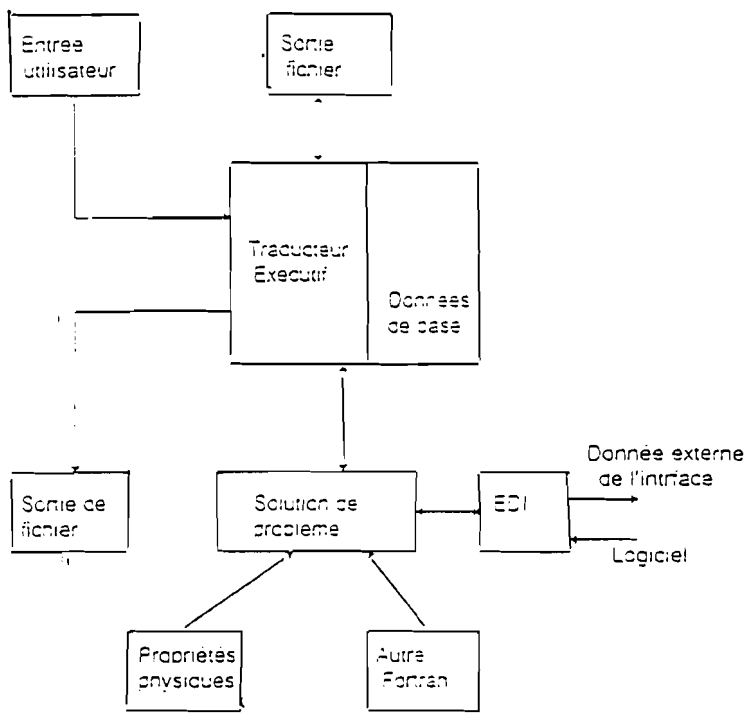


Figure 6 : Description schématique de SpeedUp [manuel SpeedUp, 1991]

Un programme de simulation utilisant SpeedUp peut être écrit sous n'importe quel éditeur. Il doit ensuite être chargé dans la base de données SpeedUp pour être traduit en code exécutable. Ce problème doit être subdivisé en sections dont les principales sont les suivantes :

- TITLE : fournit un titre au problème ;
- OPTIONS : détermine le niveau de sortie de déroulement du calcul, les méthodes numériques choisies et les critères de convergence;
- DECLARE : déclare dans la sous-section TYPE les types de variables utilisées (nom, unités, valeurs initiales par défaut, intervalles de variation) et dans la sous-section STREAM les types de flux du schéma de procédé;
- PROCEDURE (suivi d'un identificateur) : déclare les types de variables d'entrée et de sortie pour l'appel d'un sous - programme FORTRAN ;
- MODEL (suivi d'un identificateur) : définit un modèle d'opération. Cette section contient principalement les sous-sections suivantes :

* SET :déclaration des paramètres du modèle.

- * **TYPE** : déclaration des variables utilisées dans ce modèle avec leur type.
 - * **RESULT** : indique les variables retenues pour un certain stockage en mémoire d'un point de vue de calcul.
 - * **STREAM** : définit les liaisons de ce modèle avec l'extérieur (**INPUT** et **OUTPUT** : flux d'entrée et de sortie , **CONNEXION** : échange d'information) .
 - * **EQUATION** : où sont répertoriées les équations du modèle.
 - * **PROCEDURES** : où sont rassemblés les calculs explicites de variables par des sous - programmes en fortran.
- **MACRO** (suivi d'un identificateur) : déclare le schéma d'un sous-système composé à partir de modèles développés dans des sections **MODE** ;
 - **UNIT** (suivi d'un identificateur) : déclare le nom de chaque unité de procédé, le modèle qui la représente et la valeur numérique des paramètres éventuels ;
 - **FLowsHEET** : déclare le schéma de procédé du problème à traiter, avec d'une part les liens en termes d'entrées et de sortie des unités, et d'autre part, les échanges d'information entre les unités ;
- **OPERATION** : déclare les conditions opératoires de la simulation :
 - * **SET** : donne les valeurs numériques (en fonction du temps) des variables fixées.
 - * **Preset** : fournit éventuellement les valeurs d'initialisation du calcul pour les variables (en remplacement possible des valeurs octroyées dans la section **DECLARE**).
 - * **INITIAL** : donne les conditions initiales d'un calcul en régime transitoire et doit introduire autant de contraintes qu'il y a de variables différentielles.

On notera que dans cette formulation, la notion de conditions aux limites n'apparaît pas. Elles se retrouvent dans les variables fixées (**SET** sous **OPERATION**) ou peuvent pour certaines d'entre elles être intégrées dans les équations elles mêmes.

III.6 Conditions d'application du logiciel au procédé

La difficulté avec le logiciel SpeedUp est que l'utilisateur ne maîtrise pas les méthodes numériques de résolution. Il peut donc s'intéresser pleinement au génie chimique et à la modélisation, mais les systèmes qu'il écrit doivent se plier aux exigences inconnues des méthodes numériques.

SpeedUp permet de résoudre, non seulement des problèmes dits d'équations différentielles ordinaires (EDO) se présentant sous la forme $\dot{x} = f(t,x,u)$, mais aussi et plus généralement des problèmes d'équations différentielles et algébriques (EDA), se présentant sous la forme plus complexe $f(t,x,\dot{x},y,u)$:

x désignant vecteurs des inconnues

\dot{x} le vecteur par rapport au temps

u le vecteur des commandes

y le vecteur des variables algébriques

t le temps

L'indice de nilpotence d'un système EDA est défini comme étant le nombre minimal de différentiations successives qu'il faut lui faire subir pour le ramener à une formulation ordinaire de type EDO. En particulier, l'indice de nilpotence d'un système EDO est nul.

Les méthodes numériques utilisées par SpeedUp ne peuvent aboutir que pour des systèmes dont l'indice de nilpotence est inférieur ou égal à l'unité, sinon on se trouve confronté à un problème mal posé qui nécessite une reformulation des équations.

Pantelides [**Pantelides, 1988**], montre que pour un système EDA de la forme :

$$f(x,\dot{x},y,u,t) = 0$$

$$g(x,y,u) = 0$$

l'indice de nilpotence est supérieur à 1 si et seulement si la matrice Jacobienne

$$J = \begin{bmatrix} \overline{f_x} & \overline{f_y} \\ 0 & \overline{g_y} \end{bmatrix} \quad \text{est singulière}$$

Il est donc évident que les méthodes numériques utilisées ne peuvent aboutir dans ce cas.

Il est donc nécessaire, au départ, d'écrire des problèmes bien posés. Toutefois, on ne retrouve aucune règle permettant de le faire d'une manière efficace dans la littérature. Certains auteurs ont proposé des algorithmes pour détecter des systèmes d'indice de nilpotence supérieure à l'unité et de les ramener à des systèmes d'indice 1, mais la pratique a montré la faiblesse de ces méthodes. Cependant deux règles sont nécessaires pour que la Jacobienne obtenue soit inversible :

- le nombre d'équations différentielles doit être supérieur ou égal au nombre de variables différentielles;
- tout sous - système de p équations doit faire intervenir p variables ou plus dans le sous ensemble (x, y) ;

Cependant on peut contourner une mauvaise formulation du problème au départ en différenciant une ou plusieurs équations du système. En effet, sachant que q l'indice de nilpotence est le nombre minimal de différenciations pour passer d'un système EDA à un système EDO, il est clair qu'une telle opération ne peut abaisser l'indice de nilpotence, et au pire des cas, le laisser inchangé.

QUATRIEME PARTIE

SIMULATION DU SYSTEME D'EXTRACTION PAR SOLVANT

IV.1 Description des extracteurs par solvant

Le principe de l'extraction est d'assurer le déplacement de la matière solide et du solvant de telle sorte que la matière solide s'appauvrisse régulièrement en huile, tandis que le solvant se transforme en miscella de plus en plus concentré. Ce résultat est atteint par une marche entièrement en contre-courant. Il est difficile de classer les extracteurs car certains d'entre eux utilisent plusieurs principes de marche. On peut cependant, sans que ce soit absolu, distinguer les appareils fonctionnant par immersion de la matière à déshuiler de ceux utilisant la percolation par surface filtrante.

IV.1.1 Les extracteurs à immersion

Elle consiste en une colonne à l'intérieur de laquelle la matière à déshuiler descend par gravité, tandis que le solvant introduit à la partie inférieure, s'élève en contre-courant en s'enrichissant en huile (figure 7). Le miscella qui en résulte, après passage dans les surfaces filtrantes, s'écoule à la partie supérieure. Ce type d'extracteur ne peut pas fonctionner avec les solvants lourds, étant donné que leur poids spécifique ne permettrait pas la descente de la matière et ne peut traiter les matières oléagineuses pulvérulentes et légères (son de riz, germes de maïs, etc...). La plupart de ces colonnes, dont la hauteur est de 15 à 20 m, sont pourvues d'un arbre central et d'un dispositif destiné à faciliter la descente de la matière en même temps que l'action du solvant.

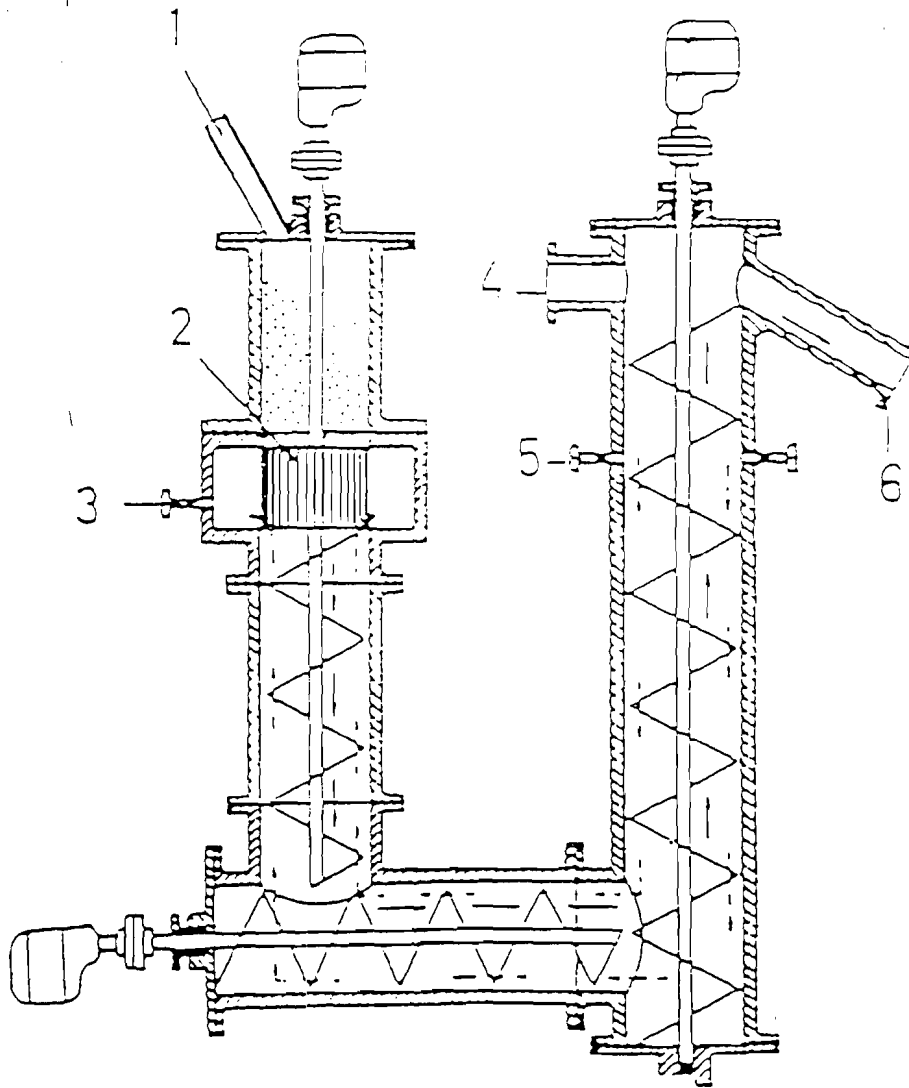


Figure 7 : Extracteur à immersion

- | | |
|-------------------------|-----------------------------------|
| 1. Entrée des tourteaux | 4. Respiration de l'appareil |
| 2. Filtre | 5. Entrée du solvant |
| 3. Sortie de miscella | 6. Sortie des tourteaux déshuilés |

IV.1.2 Les extracteurs à percolation

Le déshuilage par percolation consiste en un lavage de la matière à traiter par un ruissellement à grand débit. Les extracteurs par percolation comportent tous une surface filtrante généralement mobile sur laquelle repose la matière à déshuiler, en couches d'une épaisseur variable. Des arrosages de miscellas de diverses concentrations permettent d'obtenir un miscella de très bonne concentration (environ 30 %), ne contenant que très peu de farinettes, du fait de l'auto-filtration du liquide sur la matière solide. On examinera successivement, les extracteurs à bande de type de SMET et les extracteurs à panier type BOLLMANN.

- **Extracteur à bande de type de SMET**

Le principe de base consiste à extraire la matière sous forme d'une couche d'épaisseur moyenne sur une bande continue sans cloison, afin de minimiser la surface de paroi en contact avec la matière.

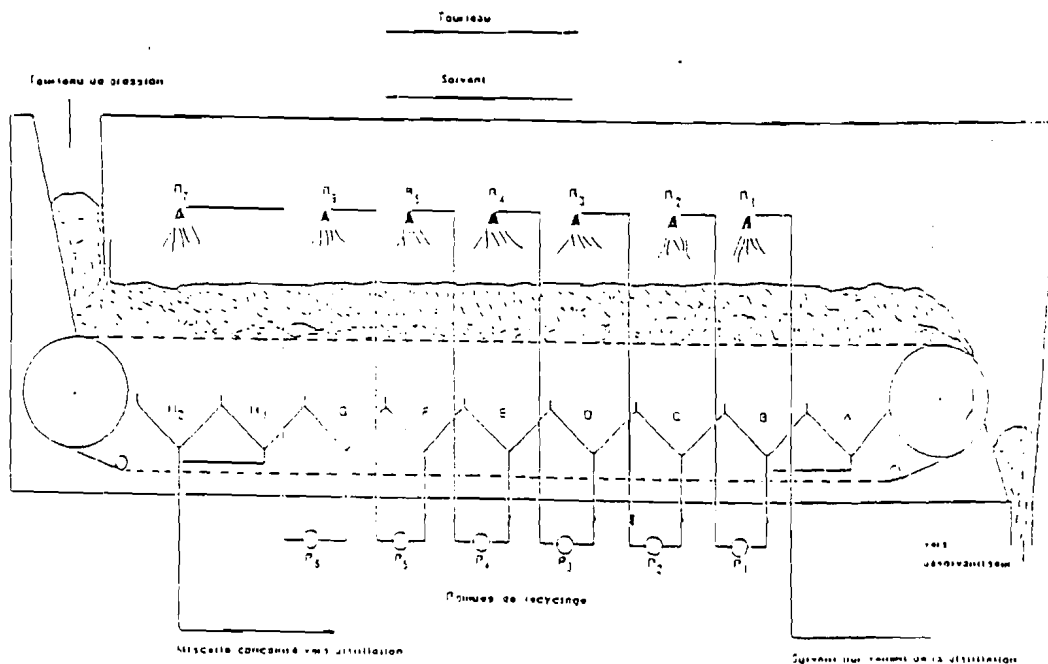


Figure 8 : Schéma de principe de l'extracteur type de SMET

Au cours de son déplacement, la couche de matière à déshuiler est soumise, grâce à une série de rampes d'arrosage placées à la partie supérieure de l'appareil, à l'action de miscella de concentration décroissante, le dernier arrosage étant effectué avec un solvant pur. Une série de trémies placées les unes à côté des autres, permettent de recevoir, séparément au dessous de chaque rampe d'arrosage, le liquide qui a traversé la couche de matière. Ce liquide est repris à l'aide d'une pompe dans chaque trémie et ramené à la rampe d'arrosage situé au dessous. Le liquide étant filtré automatiquement à chaque passage sur la couche de matière en cours de déshuilage, le miscella final ne contient pas de matière solide.

- **Extracteur à panier de type BOLLMANN**

La matière à déshuiler se trouve dans des paniers perforés et soumise à deux genres d'arrosage, l'un avec un miscella semi-concentré, l'autre avec le solvant pur (figure 9). On effectue alors un déshuilage par percolation en utilisant les avantages de l'extraction par immersion, par remplissage de solvant de tous les espaces restés libres entre les écailles pour améliorer le contact solvant-matière. L'arrosage à l'aide du miscella semi-concentré se fait au sommet de la partie descendante de l'extracteur, et le liquide s'écoule d'un panier sur celui en dessous jusqu'au bas de l'appareil où est pompé le miscella concentré. Dans la partie ascendante, la matière continue à être déshuilée au contact du solvant pur introduit à la partie supérieure, et c'est le demi-miscella recueilli au bas de cette partie de l'extracteur qui est refoulé en haut de l'autre partie. Au sommet de la partie ascendante, les paniers sont vidés. Le fonctionnement de la chaîne ne nécessite qu'un moteur de très faible puissance.

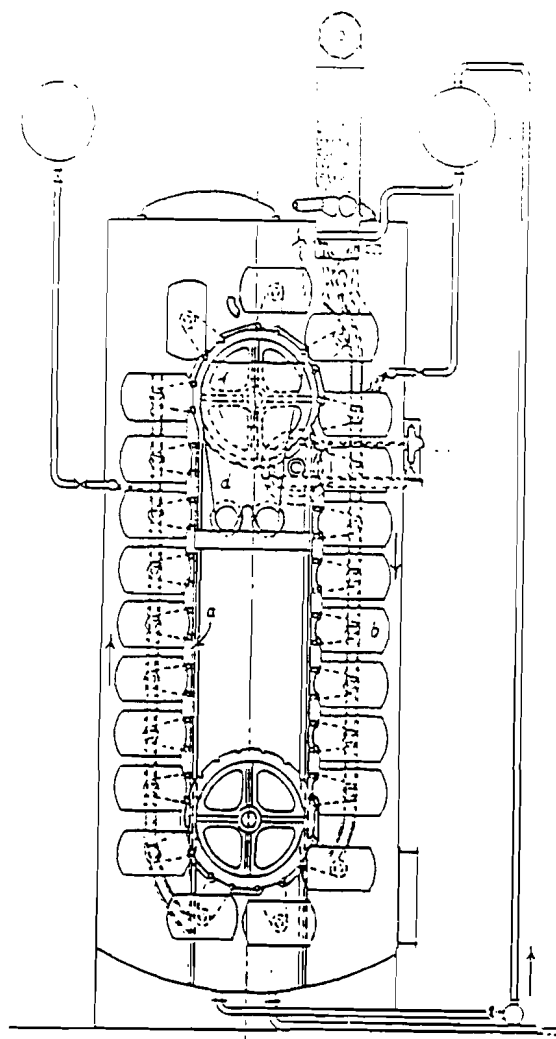


Figure 9 : Extracteur à panier type BOLLMANN

IV.2 Simulation de l'opération en batch

IV.2.1 La diffusion moléculaire

Pour un fluide en mouvement, ne contenant que les constituants A et B, l'équation de continuité de la mécanique des fluides s'écrit :

$$\rho \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + u_x \cdot \frac{\partial \rho}{\partial x} + u_y \cdot \frac{\partial \rho}{\partial y} + u_z \cdot \frac{\partial \rho}{\partial z} + \frac{\partial \rho}{\partial t} = 0$$

avec u_x , u_y , u_z , composantes du vecteur vitesse U en un point du fluide de coordonnées (x, y, z) , t le temps et ρ la masse volumique.

Pour un fluide incompressible, il vient :

$$\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} = 0$$

Le bilan relatif au seul constituant A, en supposant qu'il ne se produit pas de réaction chimique est : vitesse de sortie + vitesse d'accumulation = vitesse d'entrée ou encore

$$\left(\frac{\partial N_{Ax}}{\partial x} + \frac{\partial N_{Ay}}{\partial y} + \frac{\partial N_{Az}}{\partial z} \right) + \frac{\partial C_A}{\partial t} = 0 \quad N_{ax} = \text{flux de A rapporté au repère } x$$

La première loi de Fick donne l'expression de flux de matière dû à la diffusion moléculaire pour un mélange binaire de constituants A et B :

$$J_A = -D_{AB} \cdot \text{grad}(C_A)$$

avec J_A = flux molaire de A

C_A = concentration de A

D_{AB} = coefficient de diffusion de A dans B

L'expression de A rapporté à un repère fixe est : $N_{Ax} = C_A \cdot u_x + J_{Ax}$

L'équation (1) peut donc s'écrire sous la forme suivante :

$$u_x \cdot \frac{\partial C_A}{\partial x} + u_y \cdot \frac{\partial C_A}{\partial y} + u_z \cdot \frac{\partial C_A}{\partial z} + \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) \cdot C_A - D_{AB} \left(\frac{\partial^2 C_A}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial z^2} \right) + \frac{\partial C_A}{\partial t} = 0$$

Pour un fluide immobile ($U = 0$) et en considérant seulement l'axe des x, l'équation de continuité devient donc :

$$\frac{\partial C_A}{\partial t} = D_{AB} \left(\frac{\partial^2 C_A}{\partial x^2} \right)$$

V.2.2 Modèles de transfert de matière

Les opérations de séparation par transfert de matière constituent un des problèmes les plus complexes de la physico-chimie macroscopique. Elles se font le plus souvent le avec des écoulements turbulents et presque toujours diphasiques. A ceux-ci s'ajoutent des phénomènes de transfert de chaleur et de matière qui dépendant eux mêmes des écoulements, peuvent en retour les modifier.

Or, la mécanique des fluides elle-même ne connaît pas des solutions exactes des équations de Navier-Stokes dans le cas général d'un fluide en écoulement turbulent. On a donc été conduit à utiliser des modèles pour décrire ces écoulements.

IV.2.2.1 Potentiel et coefficient de transfert

Considérons deux phases qui contiennent un soluté A à des concentrations C_1 et C_2 et supposons que seul A est susceptible d'être échangé entre ces deux phases. Lorsque le contact des deux phases est réalisé, deux cas sont possibles :

- aucun échange de matière n'a lieu. Nous admettons que celui-ci est décrit par la relation :

$$C_2 = K C_1$$

où K est un coefficient de distribution généralement fonction des concentrations;

- si les conditions d'équilibre ne sont pas réalisées, une des faces cède du soluté à l'autre de façon que le système se rapproche de l'équilibre. Si, à un instant quelconque, les concentrations moyennes de 1 et 2 sont C_1 et C_2 respectivement, et notant $C_1^* = C_2 / K$ et $C_2^* = K.C_1$, on conçoit que l'écart à l'équilibre peut être mesuré par $(C_1 - C_1^*)$ ou $(C_2^* - C_2)$ dans le cas où l'échange a lieu de la phase 1 vers 2.

La vitesse de transfert par le flux de matière par unité de temps et par unité de surface d'interface, dépend directement des écarts appelés potentiels de transfert globaux. Le transfert de matière dans chaque phase entraîne, dans celle-ci, l'existence de gradients de concentrations. Pour que le transfert de A ait lieu de la phase 1 vers la phase 2, il faut que l'inégalité suivante soit vérifiée :

$$C_1^i \geq C_1^{i*}$$

avec C_1^i : Concentration de A dans la phase 1 à l'interface

C_1^{i*} : Concentration de A dans la phase 1 à l'interface, qui serait en équilibre avec la concentration de A dans la phase 2 à l'interface ($C_1^{i*} = C_2^{i*} / K$)

A toute expression définissant le potentiel de transfert correspond un coefficient de transfert :

$$\xi = \frac{\varphi}{C_1 - C_1^i} \qquad \xi^g = \frac{\varphi}{C_1 - C_1^{i*}}$$

avec ξ : coefficient de transfert particulier

ξ^g : coefficient de transfert global

Les coefficients de transfert de matière dépendent évidemment des propriétés physico-chimiques du système et des conditions hydrodynamiques. Plusieurs modèles de prévision des coefficients de transfert de matière entre deux phases ont été élaborés [Cranck, 1956], [Sherwood, 1975], [Treybal, 1980], [Azbel, 1981].

IV.2.2.2 Modèle de la couche limite

Ce modèle a été par Lewis [Lewis, 1924]. Il repose sur les hypothèses suivantes :

- La phase considérée est partagée en deux régions distinctes (figure 10) :
 - le coeur de la phase où l'agitation turbulente homogénéise selon la direction normale à l'axe de transfert ; les concentrations y sont constantes suivant la direction précisée ;
 - une couche mince au voisinage de l'interface, dite couche limite, où le fluide est en écoulement laminaire.
- Dans la couche limite le transfert de matière est gouverné par une diffusion unidimensionnelle stationnaire.
- L'équilibre est réalisé à l'interface.

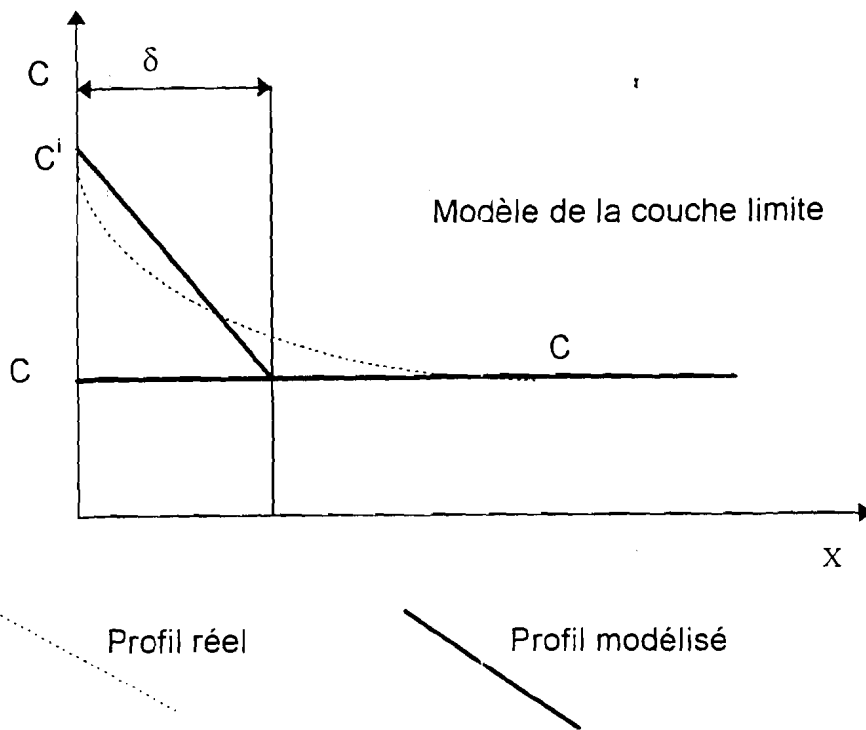


Figure 10 : Profil de la courbe C du soluté suivant la direction du transfert

Le coefficient de transfert est donné par :

$$\xi = \frac{C_t}{C_t - C} \cdot \frac{D}{\delta}$$

avec C : Coefficient de A dans la phase considérée

C_t : Concentration totale

D : coefficient de diffusion de A dans la phase considérée

δ : épaisseur de la couche limite

Le modèle de la couche limite fournit un coefficient de transfert proportionnel à D . C'est un cas limite, puisque pour les phénomènes de diffusion sans réaction chimique, les coefficients de transfert sont proportionnels à D^n avec n compris entre 0,5 et 0,9.

IV.2.2.3 Modèle de la pénétration

Ce modèle a été établi par Higbie [Higbie, 1935]. Il est fondé sur les hypothèses suivantes :

- le coeur de la phase à laquelle on applique le modèle est parfaitement agité
- des tourbillons issus du coeur viennent à l'interface ; ils y séjournent tous un temps identique au cours duquel ils échangent de la matière avec l'autre phase par des mécanismes de diffusion moléculaire unidirectionnelle avant de retourner se mélanger avec le coeur de la phase;
- les temps de contact sont tels que le profil stationnaire de concentrations n'est pas établi;
- l'équilibre est réalisé à l'interface.

La figure 11 schématise le cycle suivi par un élément et la figure 11 représente l'évolution des concentrations dans l'élément d'épaisseur δ , pendant sa participation au transfert, en supposant la concentration à l'interface constante

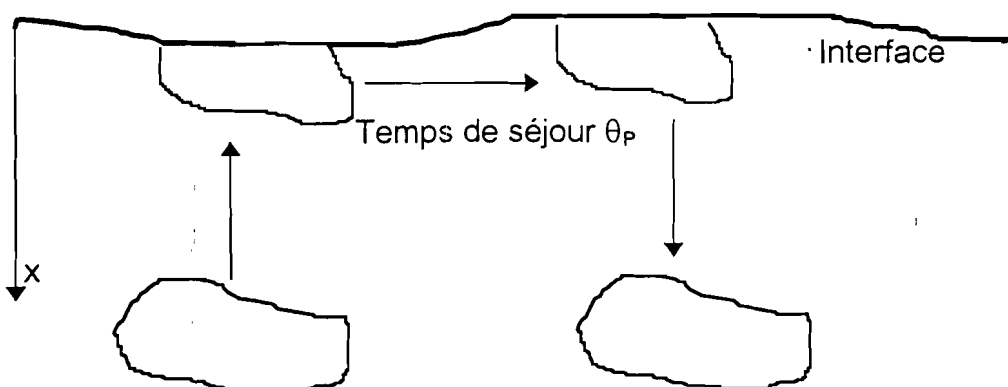


Figure 11 : Cycle suivi par un élément pour le modèle de la pénétration

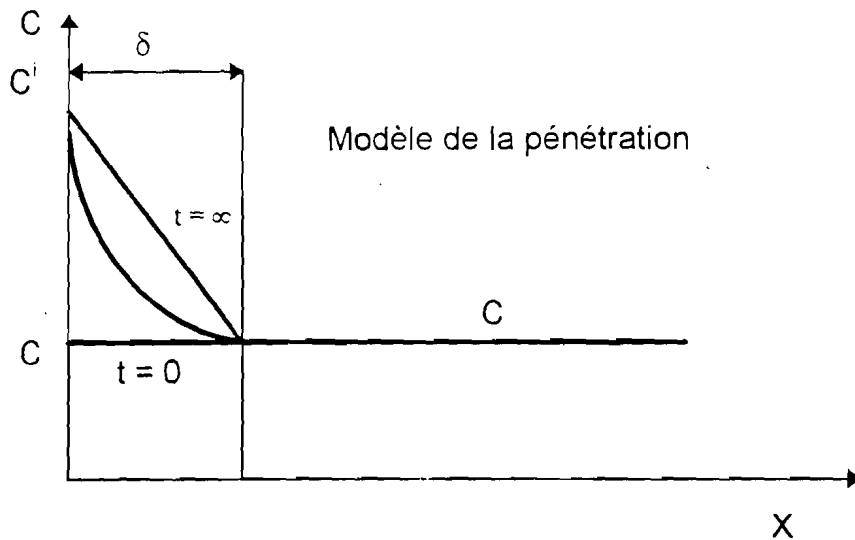


Figure 12 : Profil de la concentration C du soluté suivant la direction du transfert

Si nous considérons le cas où la concentration du constituant est suffisamment faible pour que la contre-diffusion soit sans influence, le transfert est alors décrit par la seconde loi de Fick :

$$\frac{\partial C(t,x)}{\partial t} = D \cdot \left(\frac{\partial^2 C(t,x)}{\partial x^2} \right)$$

avec t : temps

x : distance dans la direction du transfert (le milieu étant supposé semi-infini)

Les conditions aux limites appropriés sont :

$$C(t,0) = C^i, \forall t \geq 0, \text{ ce qui caractérise l'équilibre à l'interface}$$

$$C(0,Z) = C, \forall Z > 0$$

$$C(t, \infty) = C, \forall t \geq 0, \text{ car la profondeur de l'élément est supposée infinie devant la distance concernée par la pénétration du soluté}$$

L'intégration de l'équation ci-dessus conduit à :

$$C(t,x) = C + (C^i - C) \cdot \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2 \cdot \sqrt{D \cdot t}} \right) \right]$$

$$\text{avec } \operatorname{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \int_0^x \exp(-x^2) \cdot dx$$

Le coefficient de transfert moyen est donné par :

$$\xi = 2 \cdot \sqrt{\frac{D}{\pi \cdot \theta_p}}$$

Le modèle de pénétration fournit un coefficient de transfert proportionnel à $D^{1/2}$. Il est caractéristique des systèmes dans lesquels les échanges s'effectuent par des contacts de courte durée.

IV.2.3 Discussion sur le choix du modèle de transfert de matière

Dans le modèle de la couche limite, la vitesse de diffusion de A dans le fluide au contact de l'interface est grande de telle sorte que le gradient de concentrations gouvernant le transfert est établi instantanément.

Dans le modèle de la pénétration à l'inverse, ce gradient ne cesse de changer durant l'exposition de l'élément de fluide à l'interface du fait d'une vitesse de diffusion lente dans ces éléments en regard du temps caractéristique.

Ces deux modèles donnent des résultats qui encadrent les données expérimentales. Le modèle de la couche limite fournit un coefficient de transfert proportionnel à D , tandis que celui de la pénétration donne un coefficient proportionnel à $D^{1/2}$. Or, quand seuls des phénomènes de diffusion limitent le transfert, les coefficients expérimentaux de diffusion sont proportionnels à D^n avec n compris entre 0,5 et 0,9.

Il s'agit donc de trouver un modèle qui fasse apparaître le modèle de la couche limite et le modèle de la pénétration comme des cas limites pour rendre compte des

observations expérimentales. Le modèle utilisé est une synthèse des modèles de la couche limite et de la pénétration. Il a été établi par Toor [Toor, 1958]

Le modèle synthétique **couche limite / pénétration** est réalisable en admettant une pénétration moyenne, ce qui revient à donner à l'élément participant au transfert par diffusion moléculaire une épaisseur finie Δx . La condition aux limites $C(t, \infty) = C_1$, devient $C(t, \Delta x) = C_1$

En posant : $E =$ quantité d'huile extractible

$$E = \frac{C - C_1^*}{C_0 - C_1^*}$$

avec C : Concentration en huile en tout point x du solide

C_0 : C_0 concentration dans le solide au temps $t = 0$

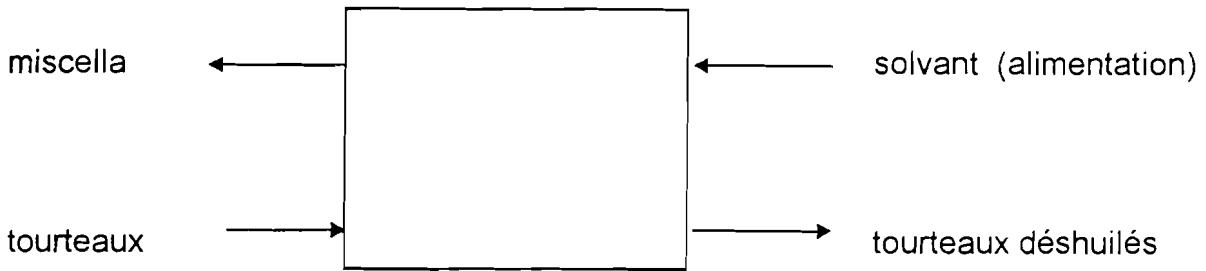
Boucher [Boucher, 1942] donne la solution de cette équation de diffusion comme étant :

$$E = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp \left[-(2n+1)^2 \pi^2 \frac{Dt}{(2a)^2} \right]$$

IV.3 Simulation de l'opération continue

IV.3.1 Opération continue dans un extracteur unique

Nous considérons un extracteur de longueur L , la phase solide et la phase liquide circulant à contre-courant. L'entrée de l'extracteur ($x = 0$) coïncide avec l'alimentation en écailles de tourteaux à déshuiler et la sortie du miscella. Tandis qu'à la sortie de l'extracteur ($x = L$), il y a la récupération des tourteaux déshuilés et l'alimentation en solvant pur.



La phase liquide est constituée par le miscella.

La phase solide est composée des écailles de tourteaux et de la solution drainée.

Le modèle utilisé repose sur les équations de bilan, les transferts entre phase solide et phase liquide et les expressions d'accumulation de matière.

- Condition de continuité de l'extraction : pour que le miscella à l'intérieur de la graine soit drainé hors de celle-ci et remplacé par du solvant frais, il faut que sa concentration en huile soit la même que celle du mélange extrait :

$$x_i = x_e$$

- Bilan de matière global : conservation globale de la matière.

$$\frac{dM}{dt} = (\dot{m}_1 + \dot{m}_1') - (\dot{m}_2 + \dot{m}_2')$$

- Bilan de la matière solide :

$$\frac{d(M \cdot c_2')}{dt} = \dot{m}_1' \cdot c_1' - \dot{m}_2' \cdot c_2$$

- Bilan en huile : toute l'huile disponible dans le système d'extraction, provient des tourteaux entrant dans l'extracteur. L'huile va être emportée par le miscella dans la phase liquide ou par les tourteaux déshuilés dans la phase solide.

$$\frac{d(M \cdot x_2)}{dt} = \dot{m}_1' \cdot x_1' - \dot{m}_2' \cdot x_2' - \dot{m}_2 x_2$$

- Bilan en solvant : tout le solvant est fourni par l'alimentation. Une partie va se retrouver dans le miscella et une autre partie dans la solution drainée par la phase solide.

$$\frac{d[M_2]}{dt} = m_1 - m_2 y_2 - m_2' \cdot y_2$$

IV.3.2 Opération continue dans un extracteur industriel : extracteur multi-étagé à contre-courant

En plus de la physique du système, le modèle doit tenir compte de la régulation nécessaire pour contrôler le système. L'opération d'extraction se fait à température peu élevée (en dessous du point d'ébullition du solvant) et à pression atmosphérique. L'extracteur peut fonctionner par immersion de la matière ou utiliser la percolation par surface filtrante. A l'heure actuelle, les appareils industriels travaillent avec un système d'auto-équilibrage de recyclage de solvant. Le lavage des flocons ou écailles se fait à contre-courant sans aucun réglage. La matière prend tout le solvant qu'elle est capable d'absorber par sa perméabilité. Le surplus déborde pour passer du miscella pauvre vers le miscella riche dont le niveau est régulé par le débit de sortie du miscella concentré de l'extracteur. Finalement le seul réglage consiste à ajuster le débit de solvant par rapport au débit d'écailles à déshuiler..

- Pour exprimer l'écoulement du flux liquide d'un étage à un autre, on utilise des équations de type « déversoir » [Nagar, 1975]. Le surplus de liquide déversé d'un étage à un autre est donné par :

$$P = 73.5 * (V - V_0)^{1.5}$$

P = flux de liquide déversé

V, V₀ = volume d'accumulation, volume utile de l'extracteur

- Si l'extraction se fait avec une certaine agitation, comme c'est le cas de l'extraction par immersion, il faut tenir compte d'un flux de rétrodiffusion, c'est à dire considérer que la vitesse de diffusion dans le sens des concentrations décroissantes n'est pas

négligeable devant le courant de solvant. On considère que le coefficient de rétrodiffusion est le même pour tous les étages. Les étages d'alimentation du solvant et des tourteaux ne sont pas concernés, car le flux de rétrodiffusion n'entre pas et ne sort pas du système.

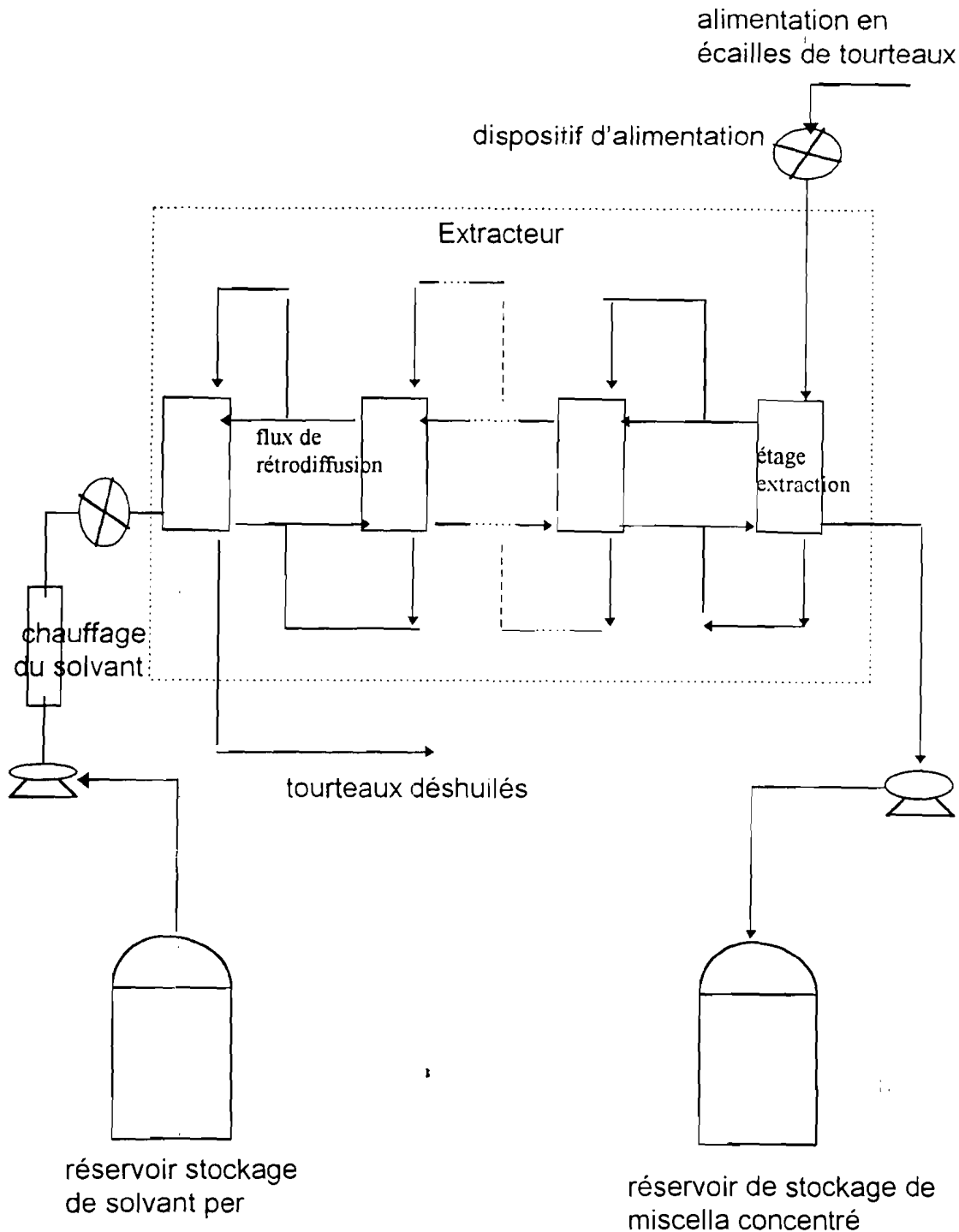


Figure 13 : schéma de principe de l'unité d'extraction par solvant étudiée

Le schéma de procédé comporte un extracteur qui peut être de type immersion ou de type percolation, deux unités d'alimentation l'une pour le solvant et l'autre pour les écailles de tourteaux, une pompe pour soutirer le miscella concentré de l'extracteur et le stocker dans la cuve d'alimentation du système de distillation par évaporation et une autre pompe pour l'alimentation en solvant pur.

Modèle SpeedUp d'extracteur

```

TYPE
  SOLN                AS HOLDUP
  S_IN, S_OUT         AS FLOWRATE
  X_IN, Y_IN, X_OUT, Y_OUT AS CONCENTRATION
  W_IN, W_OUT         AS VOL_FLOW
  M3_OIL_IN, M3_OIL_OUT AS VOL_FLOW
  M3_SOLVENT_IN, M3_SOLVENT_OUT AS VOL_FLOW
  M3_SOLN_OUT         AS VOL_FLOW
  W_MIX_IN, W_MIX_OUT AS VOL_FLOW
  Y_MIX_IN, Y_MIX_OUT AS CONCENTRATION
  ALPHA, ALPHA_CON   AS FRACTION

STREAM
  INPUT 1  W_IN, Y_IN
  INPUT 2  S_IN, M3_OIL_IN, M3_SOLVENT_IN, X_IN
  INPUT 3  W_MIX_IN, Y_MIX_IN
  OUTPUT 1 W_OUT, Y_OUT
  OUTPUT 2 S_OUT, M3_OIL_OUT, M3_SOLVENT_OUT, X_OUT
  OUTPUT 3 W_MIX_OUT, Y_MIX_OUT
  CONNECTION 1001 ALPHA
  CONNECTION 1002 ALPHA_CON

EQUATION
# allow alpha to be passed to other model #
  ALPHA_CON = ALPHA ;
# dilution in solvent phase and entrained liquor is identical #
  Y_OUT = X_OUT ;
# solids in plug flow #
  S_IN = S_OUT ;
# get flowrate of entrained solution and component flows #
  M3_SOLN_OUT = S_OUT * F_OUT ;
  M3_SOLN_OUT = M3_OIL_OUT + M3_SOLVENT_OUT ;
  M3_OIL_OUT = X_OUT * M3_SOLN_OUT ;
# get back mixing flows wmix=alpha.w, ignore mixing in solids stream #
  W_MIX_OUT = ALPHA * W_IN ;
  Y_MIX_OUT = Y_OUT ;
# oil balance #
  M3_OIL_OUT + Y_OUT * ( W_OUT * (1.0+ALPHA) + W_MIX_OUT ) =
  M3_OIL_IN + W_IN * Y_IN * (1.0+ALPHA) + W_MIX_IN * Y_MIX_IN ;
# solution balance #
  $SOLN = M3_OIL_IN + M3_SOLVENT_IN + W_IN - M3_SOLN_OUT - W_OUT ;
# flow to next stage governed by weir type equation #
  W_OUT = 73.55 * ( SOLN - 2.1818 ) ^ 1.5 ;

```


L'extracteur est multi-étagé et chaque étage est considéré comme une unité de séparation. Cependant on distingue un modèle d'étage à dilution générale où on retrouve à la fois des phénomènes de diffusion et des phénomènes de rétrodiffusion et des modèles d'étages modifiés représentant l'entrée de solvant pur et de tourteaux, du fait que le flux de rétrodiffusion n'entre pas et ne sort pas du système.

IV.3.3 Représentation graphique du système d'extraction par solvant à partir de graines oléagineuses

On considère que le système de l'extraction comprend 3 composantes qui sont : le solvant, l'huile et la matière inerte qui est constituée par la matière solide de la graine.

L'huile se partage entre la phase solide et la phase liquide, de telle façon qu'il y ait équilibre entre la concentration en huile associée à la phase solide et la concentration en huile dans la phase liquide. Pour décrire les relations entre les 3 composantes du système, on utilise un diagramme de phase triangulaire. Chaque sommet du triangle représente 100 % d'une des 3 composantes, inerte, solvant ou huile.

Le pourcentage de solvant est mesuré le long de la ligne AC où le point A représente 100 % et le point C zéro pour cent en solvant. Les points sur la droite AC, représentent des mélanges de composés A et C seulement, c'est-à-dire solvant et inerte. Par exemple le point D, représente un mélange de 40 % de solvant et 60 % de l'inerte.

Le pourcentage d'inerte est noté le long des droites parallèles à l'hypoténuse du triangle, où l'hypoténuse représente zéro % d'inerte. La droite AB, représente des mélanges des composés A et B seulement., tandis que la droite BC représente des mélanges en inerte et huile seulement.

Un mélange de 3 composants sera représenté par un point à l'intérieur du triangle. Par exemple, le point W représente un mélange de 40 % de solvant, de 40% d'inerte et 20% d'huile.

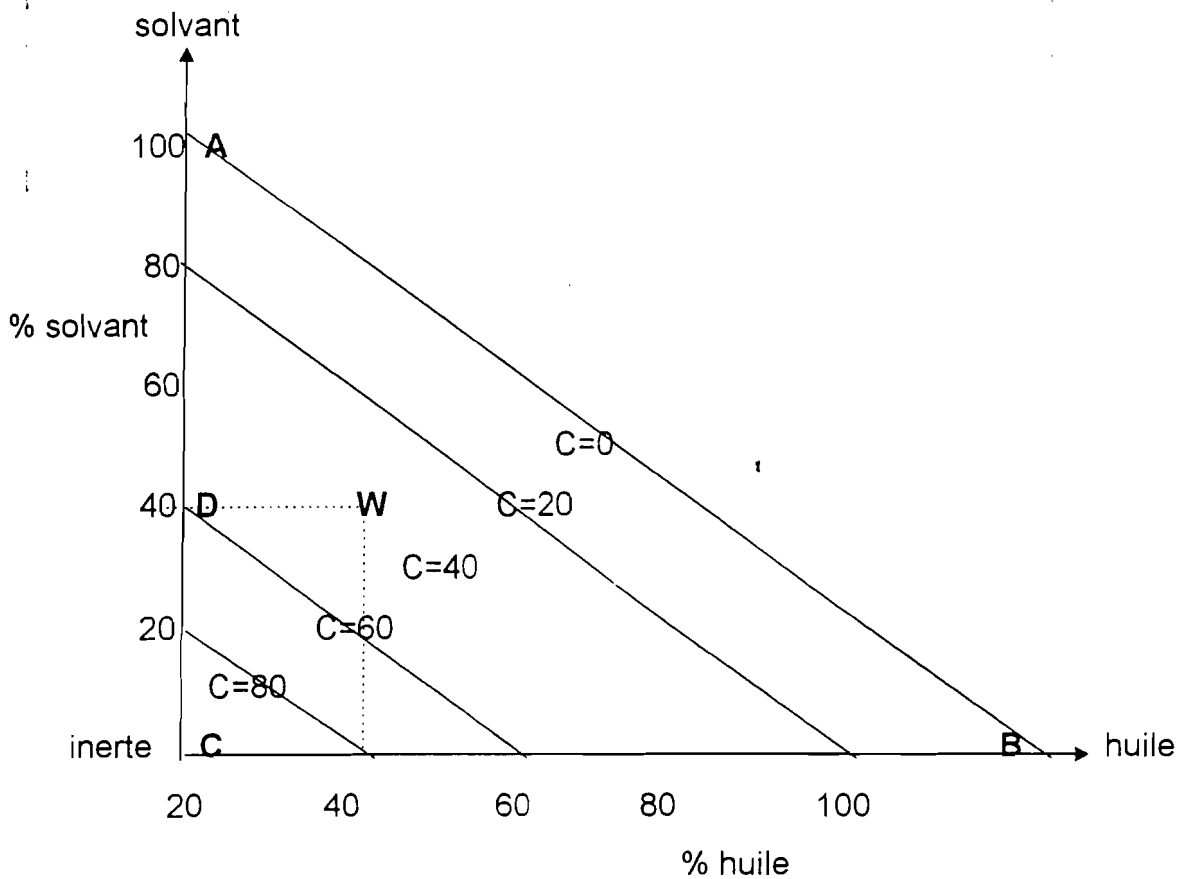


Figure 14 : diagramme de phase triangulaire de l'extraction d'huile à partir de graine d'arachide

Dans un système d'extraction à contre-courant, il est possible de représenter, les phases solide et liquide dans un diagramme triangulaire de phase.

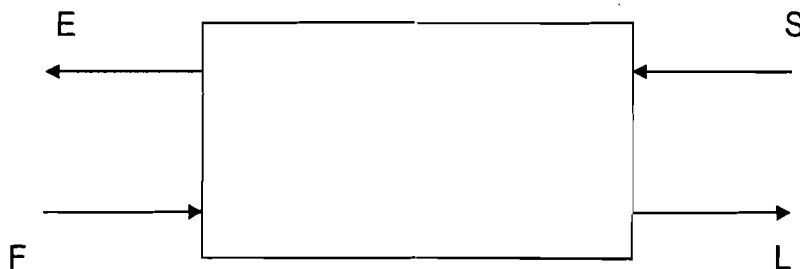


Figure 15 : Schéma de principe d'un extracteur continu à contre-courant

E = proportion du flux liquide sortant

L = proportion du flux solide sortant

S = proportion de flux de solvant entrant

F = proportion de flux solide entrant

Si chaque mole d'inerte, retient K moles de solution dans la phase solide, le pourcentage de mole d'inerte dans la phase solide est constant.

$$\frac{\text{moles d'inerte}}{\text{moles de solution}} = \frac{1}{K} = \text{constante}$$

La fraction molaire de l'inerte dans la solution est donc :

$$x_c = \frac{\text{moles d'inertes}}{\text{moles d'inerte} + \text{moles de solution}} = \frac{1}{K+1} = \text{constante}$$

Dans le diagramme de phase, tous les points représentant la phase solide doivent être sur la droite représentant $1 / (K+1)$ % de moles d'inerte, donc parallèle à l'hypoténuse.

De même le flux liquide contenant zéro % de mole d'inerte, tous les points représentant la phase liquide doivent se trouver sur la droite de zéro % d'inerte qui est l'hypoténuse.

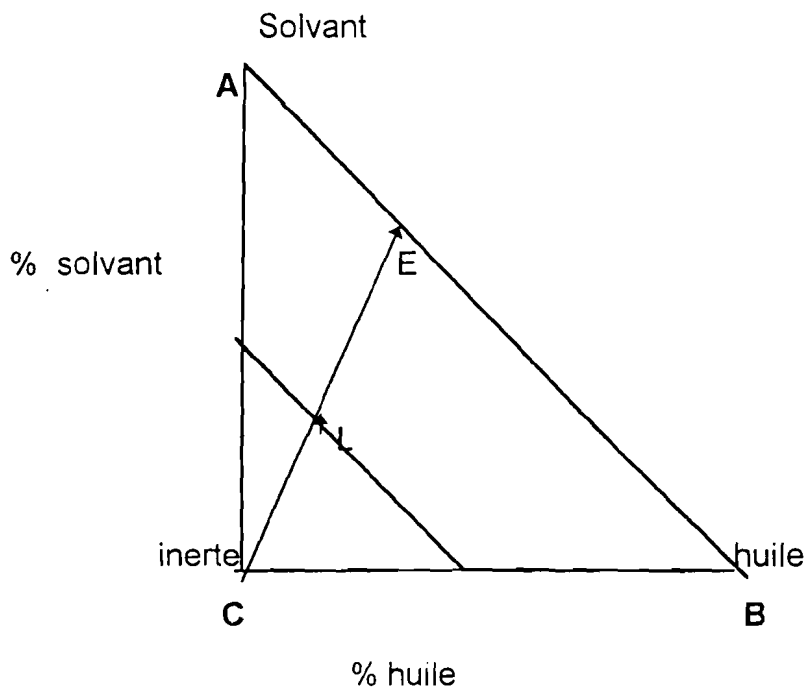


Figure 16 : diagramme de phase d'un extracteur continu à contre-courant

Dans le flux liquide :

- le point E est composé de A et B dans des proportions telles que

$$\frac{AE}{BE} = \frac{\text{moles de B}}{\text{moles de A}}$$

- le point S_2 est du solvant pure, il se confond donc avec A

Dans le flux solide :

- le point L est constitué d'inerte et de solution de composition E.

Il se trouve donc sur la droite EC.

\Rightarrow L est l'intersection de EC et de la droite $x_c = \frac{1}{K+1} = \text{constante}$

$$\frac{LC}{LE} = \frac{\text{moles de solution}}{\text{moles d'inerte}}$$

Soit un système d'extraction à contre-courant. multi-étagé

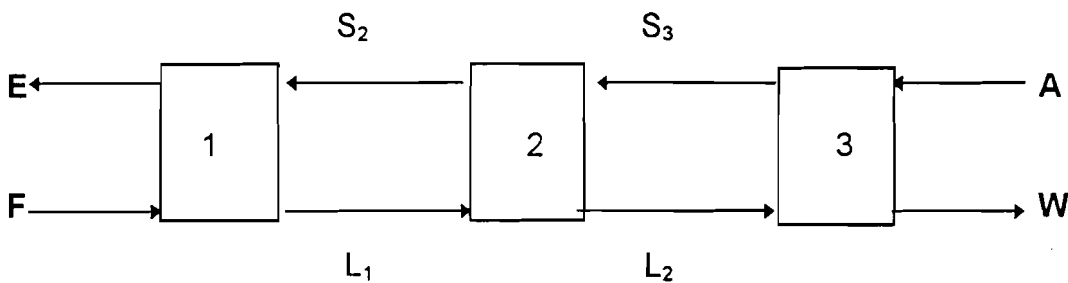


Figure 17 : Schéma de principe d'un extracteur multi-étagé continu à contre-courant

Un bilan de masse autour des 3 étages donne :

$$E - F = S_2 - L_1 = S_3 - L_2 = A - W = \text{constante} = \Delta \quad \Delta = \text{point de différence}$$

On peut localiser graphiquement Δ

$$\Delta + F = E$$

$$\Delta + W = A$$

Δ doit se trouver aussi bien, sur le prolongement de la droite liant W et A que sur celui de la droite liant F et E.

$\Rightarrow \Delta =$ intersection de ces 2 droites

Les points A , S₁ , S₂ et E de la phase liquide se trouvent sur la droite AB (x_c = 0)

Les points L₁ , L₂, W de la phase solide sont donc respectivement les intersections

de $x_c = \frac{1}{K+1}$ avec CE , CS₂ et CS₃.

Si les conditions à l'entrée et à la sortie des différents flux liquides et solides sont connus, on peut ainsi déterminer les valeurs optimales de fonctionnement d'un extracteur et le nombre d'étages d'extracteurs nécessaires .

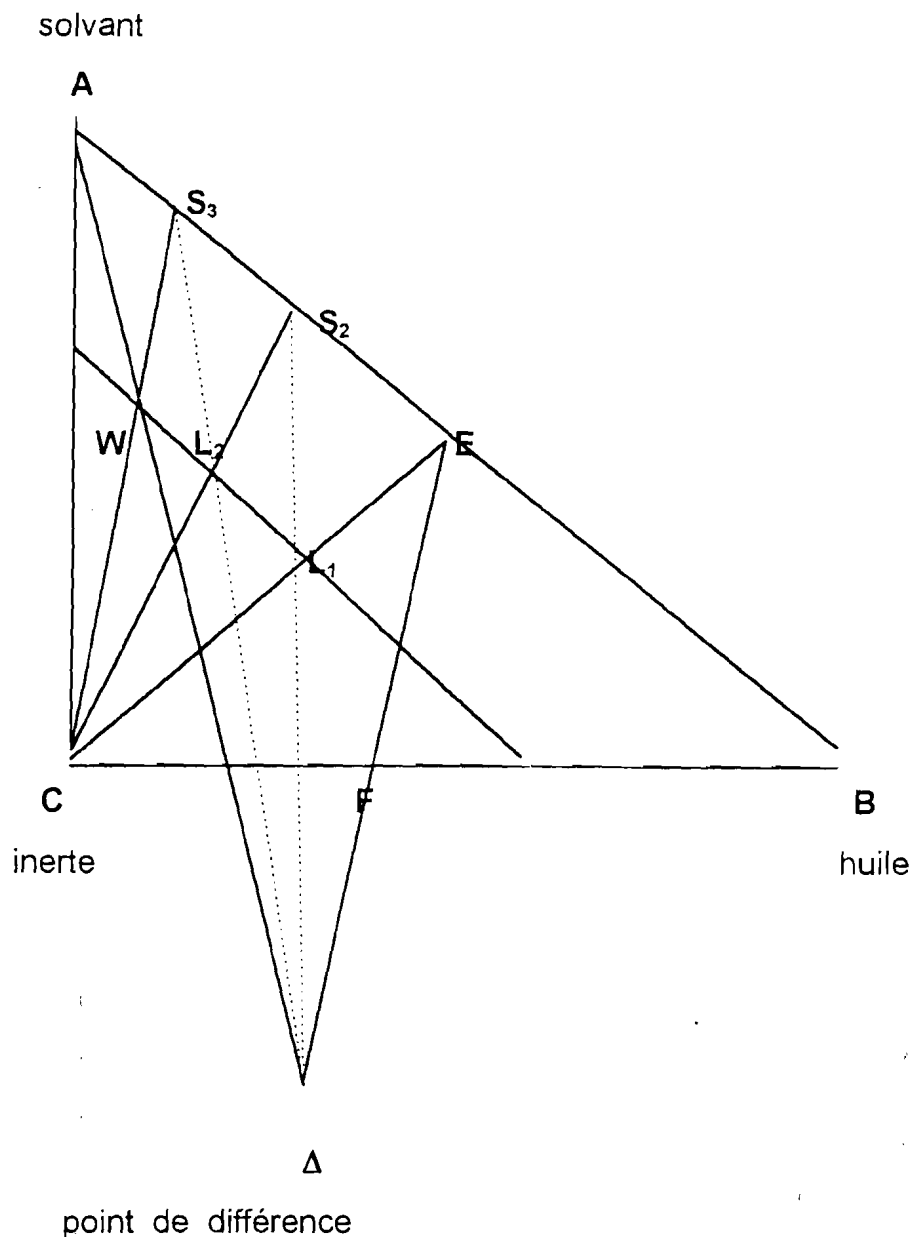


Figure 18 : Diagramme de phase d'un extracteur continu multi-étage.

IV.4 Résultats et discussion

IV.4.1 Opération en batch

La procédure de l'échantillonnage et le protocole expérimental de l'extraction des écailles d'arachide effectués au laboratoire (annexe B), ont été réalisés de façon à retrouver les conditions requises par la loi de Fick :

- coefficient de diffusion D indépendante de l'épaisseur de l'écaille;
- structure de l'amande homogène et isotropique;
- distribution de l'huile dans les cellules uniforme;
- épaisseur de l'écaille petite comparée aux dimensions de surface;
- épaisseur uniforme et la même pour toutes les écailles extraites en même temps.

Les extractions ont été effectuées avec trois séries d'échantillons.

- Série 1 : épaisseur écaille $2a = 0,020\text{cm}$
- Série 2 : épaisseur écaille $2a = 0,025\text{cm}$
- Série 3 : épaisseur écaille $2a = 0,030\text{cm}$

La figure 19 montre l'allure de la courbe expérimentale et de la courbe de simulation basée sur la loi de Fick. On peut remarquer que malgré une déviation au tout début de l'extraction, les deux courbes sont sensiblement parallèles. La déviation pendant les dix premières de l'extraction, s'explique par le fait qu'en plus du phénomène de diffusion, de l'huile est récupérée par lavage des blessures occasionnées à l'amande lors de la préparation de l'échantillon.

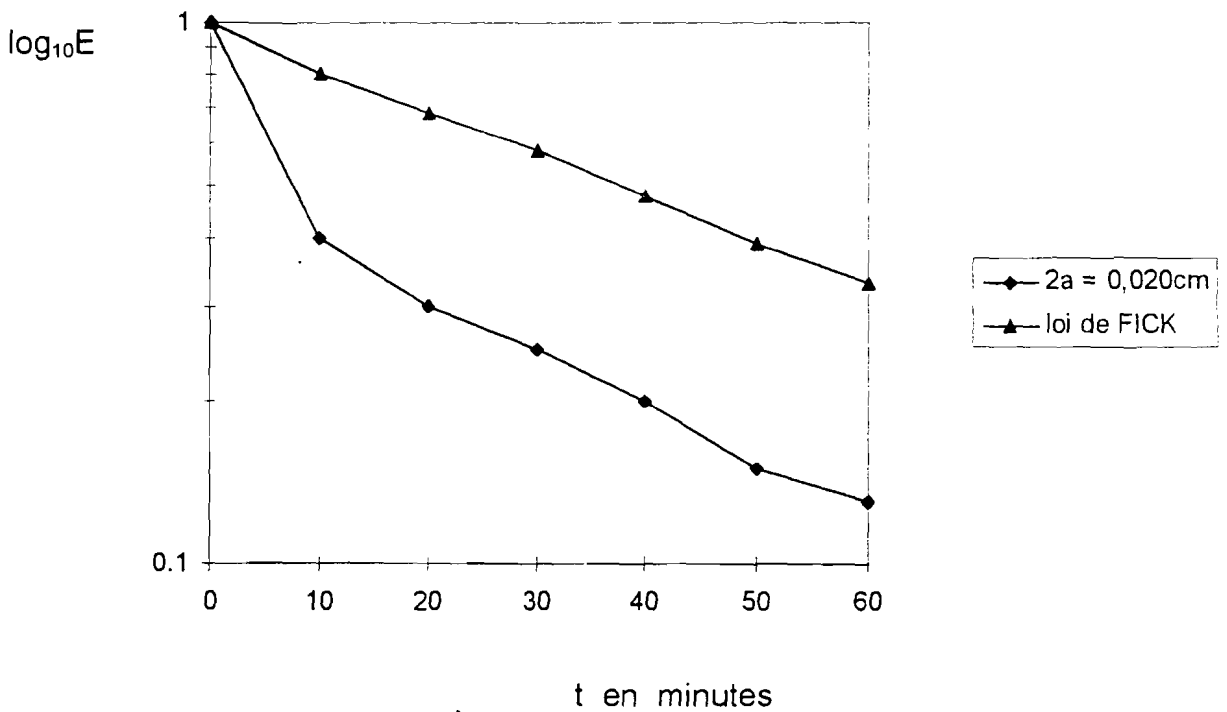


Figure 19: $\log_{10}E = f(t)$

Comparaison de la courbe expérimentale et de la courbe de simulation

La détermination du coefficient de diffusion des différents échantillons à partir des courbes expérimentales (figure 20), donne les résultats suivants (tableau 16) :

Echantillon	Epaisseur en cm	Coefficient de diffusion (en $\text{cm}^2 / \text{seconde}$)
série 1	0,020cm	$6,9 \cdot 10^{-9}$
série 2	0,025cm	$7 \cdot 10^{-9}$
série 3	0,030cm	$6,5 \cdot 10^{-9}$

Tableau 16 ; coefficient de diffusion tirés des courbes expérimentales

On peut remarquer que la valeur des coefficients de diffusion est constante et donc indépendante de l'épaisseur de l'écaïlle en accord avec de Fick.

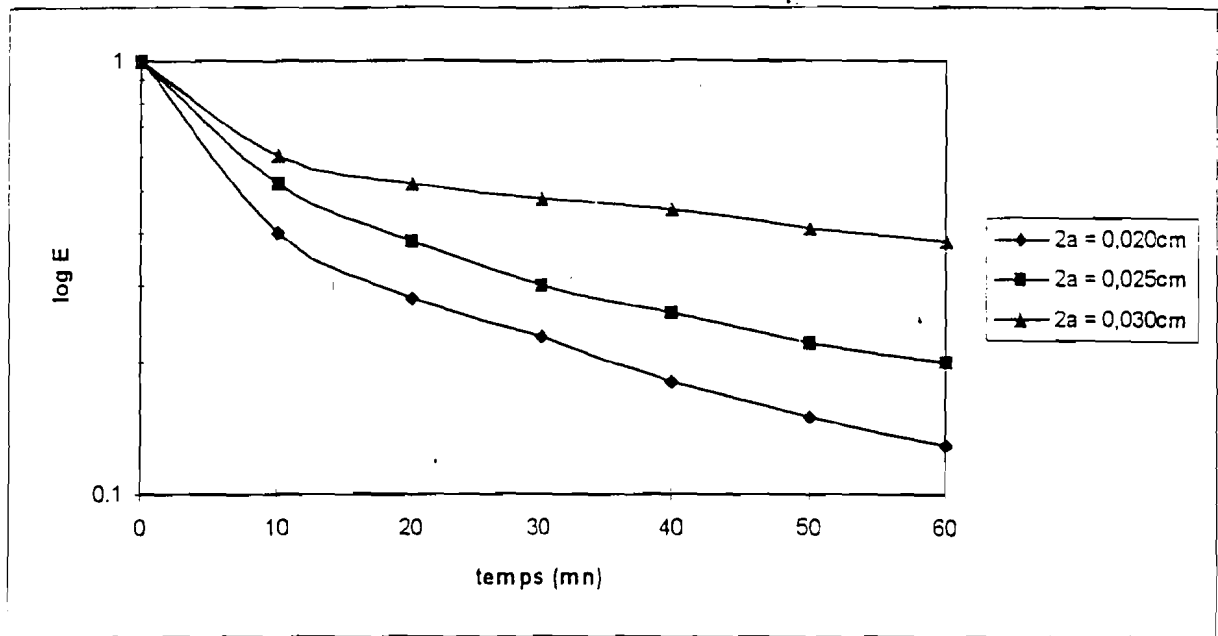


Figure 20 : Courbes expérimentales

La figure 21, montre que plus l'épaisseur de l'écaïlle est grande, moins la loi de Fick est respectée. L'erreur dans la détermination du coefficient de diffusion augmente donc avec l'épaisseur de l'écaïlle.

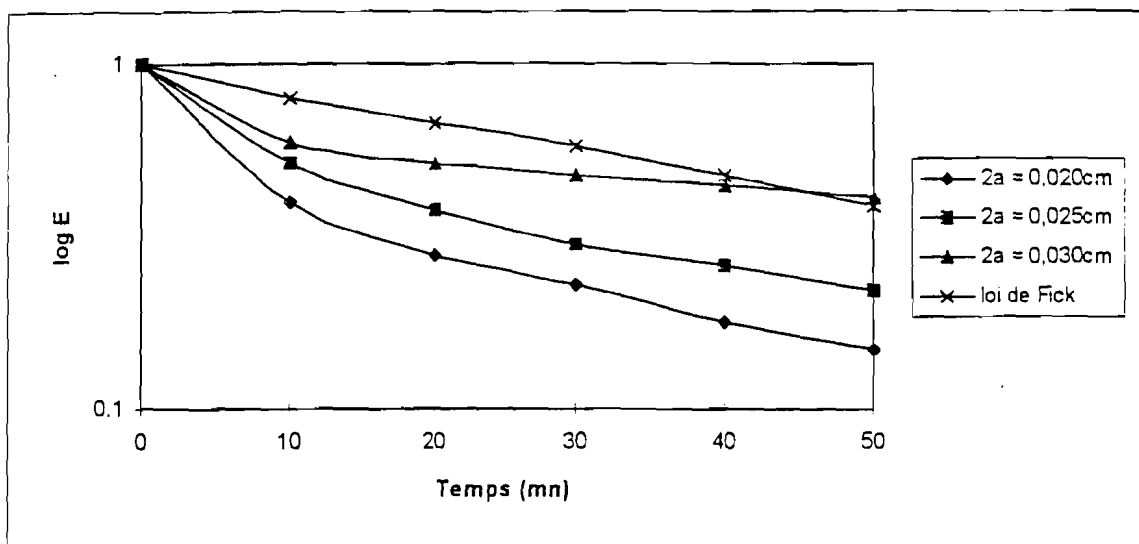


Figure 21 : la loi de Fick n'est pas respectée avec les grosses écaïlles

IV.4.2 Opération continue

La simulation nous donne les variations des flux liquide et solide en fonction du temps. Ce qui nous permet de prévoir les conditions de fonctionnement à l'échelle industrielle.

IV.4.2.1 Détermination du temps de séjour

Au début le miscella varie rapidement. Au fur et à mesure que le temps augmente, le rapport M / I diminue et finit par atteindre une valeur constante. La concentration de l'huile à l'intérieur de l'écaïlle est alors égale à la concentration de l'huile sur la surface de l'écaïlle. Le temps nécessaire pour atteindre une valeur constante de M / I peut être considéré comme le temps de séjour de l'extraction pour un extracteur donné, car c'est le temps que met le miscella pour s'écouler de l'entrée à la sortie de l'extracteur.

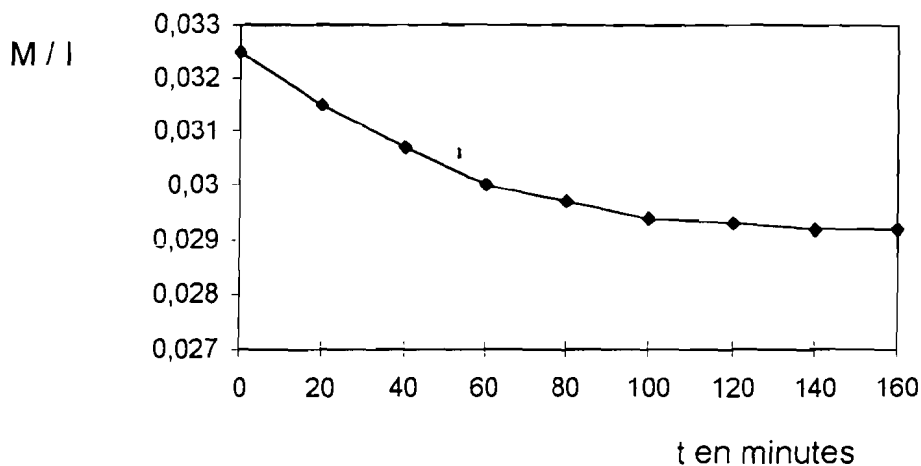


Figure 22 : $M / I = f (t)$: détermination du temps de séjour

M = masse de miscella (huile + solvant) à l'intérieur de l'écaïlle

I = masse de la matière solide insoluble

IV.4.2.2 Détermination des valeurs optimales de concentration

La simulation nous fournit la variation de la concentration en huile et en solvant en fonction du temps, tant pour la phase liquide que pour la phase solide. Ce qui nous permet de déterminer les valeurs optimales de concentration pour une extraction.

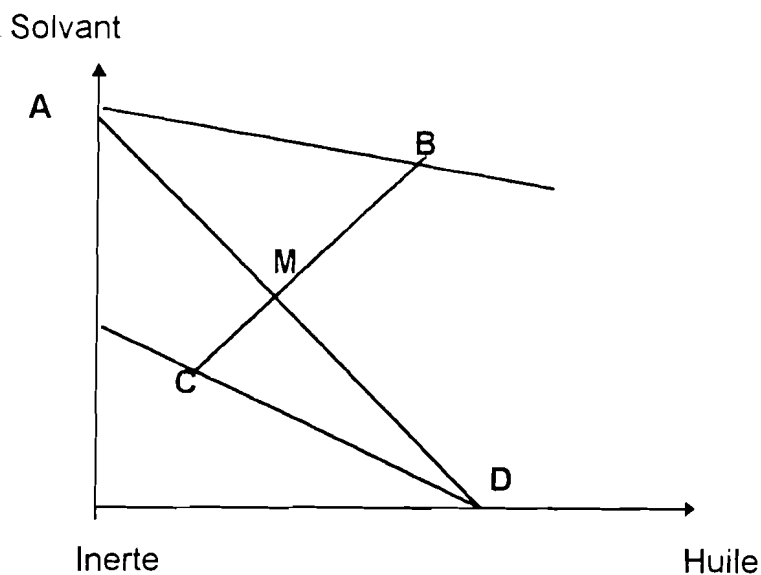


Figure 23: détermination par méthode graphique des valeurs optimales de concentration

A , B = alimentation et décharge du flux liquide

D , C = alimentation et décharge du flux solide

AM/AD = poids alimentation du flux solide sur poids alimentation du flux liquide

Les valeurs optimales de concentration correspondent au cas où les 3 points B , M et C sont alignés

IV.4.2.3 Détermination des étages d'extraction

Le nombre d'étages nécessaires pour une extraction peut être déterminé soit par méthode analytique [Perry, 1984], soit par méthode de diagramme de phases

Le modèle de simulation d'un extracteur industriel à 8 étages, avec un débit d'alimentation en matière solide de 22 000 tonnes/heure, une alimentation en solvant (hexane) de 25 000 m³/heure et un coefficient de rétrodiffusion de 0,8, donne la variation des flux de solvant et de l'huile tant pour la phase liquide que pour la phase solide pour tous étages.

Sur la figure 24, on remarque que le flux de l'huile dans le miscella augmente avec le numéro d'étage sauf pour le huitième étage. Ceci s'explique par le fait que c'est au huitième étage que se fait l'alimentation en écailles de tourteaux. Ce qui va modifier la teneur en huile du miscella concentré. En fait, dans la pratique, le miscella concentré est collecté à partir de l'avant dernier étage. L'allure des courbes indique aussi que la teneur en huile augmente si on tient compte du phénomène de rétrodiffusion.

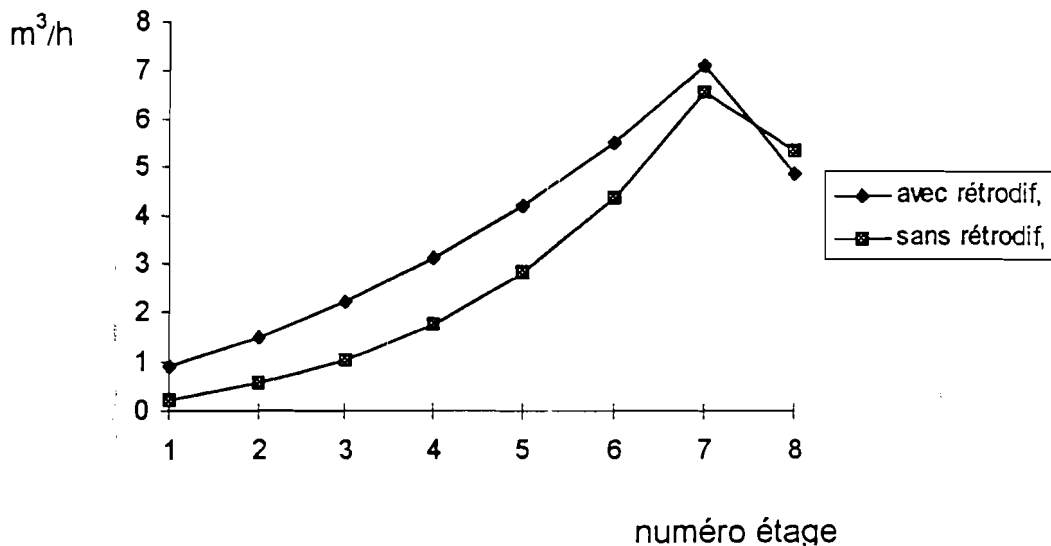


Figure 24 : Courbes de simulation flux huile dans le miscella en fonction du numéro d'étage

Par contre (figure 25), la quantité de solvant dans le miscella est constante avec ou sans phénomène de rétrodiffusion car le flux de rétrodiffusion ne sort pas du système.

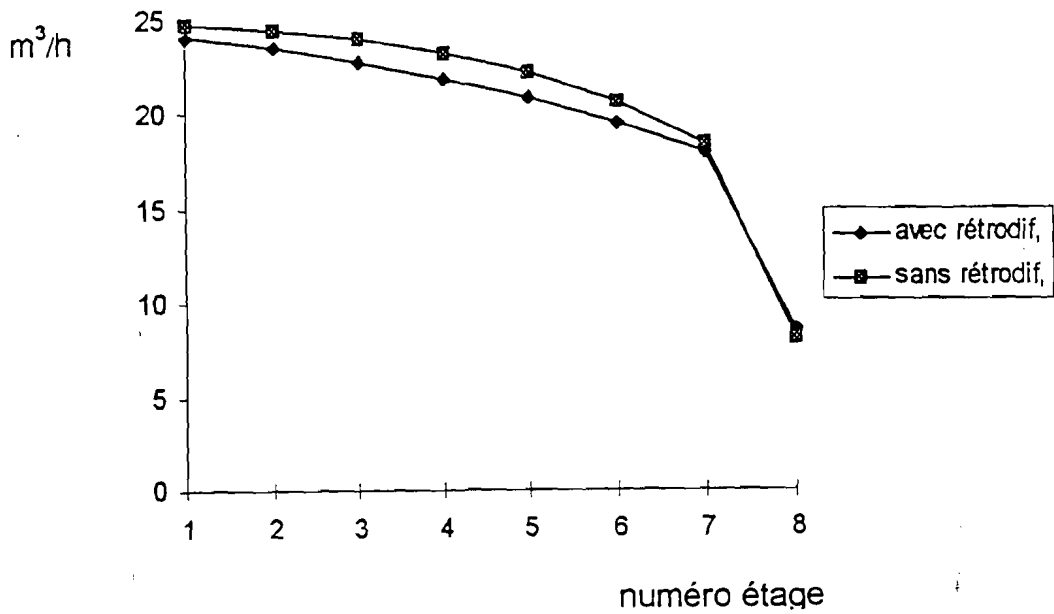


Figure 25: Courbes de simulation : flux de solvant dans le miscella en fonction du numéro d'étage.

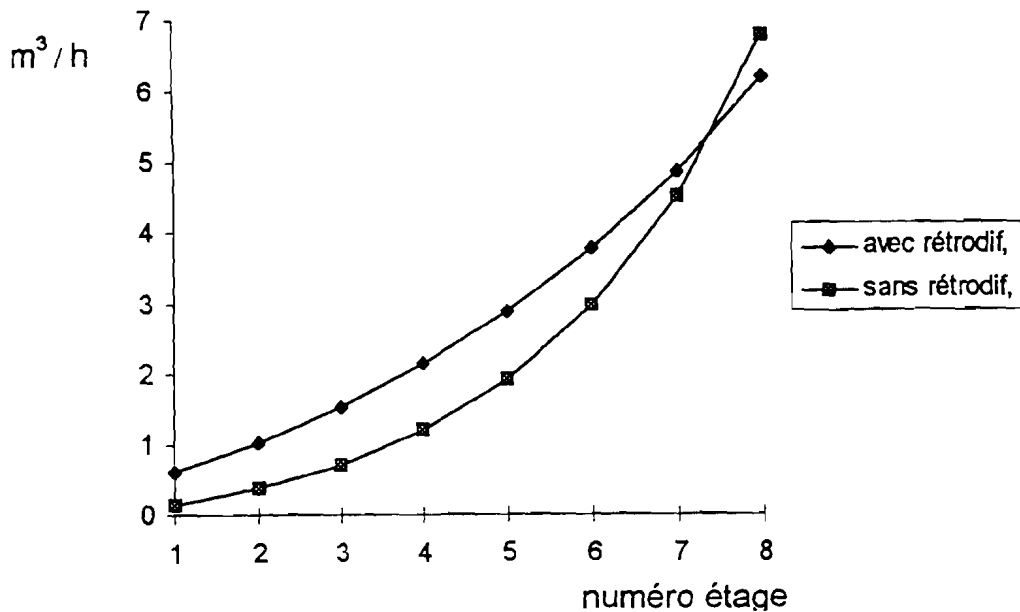


Figure 26 : Courbes de simulation : flux d'huile dans la phase solide en fonction du numéro d'étage.

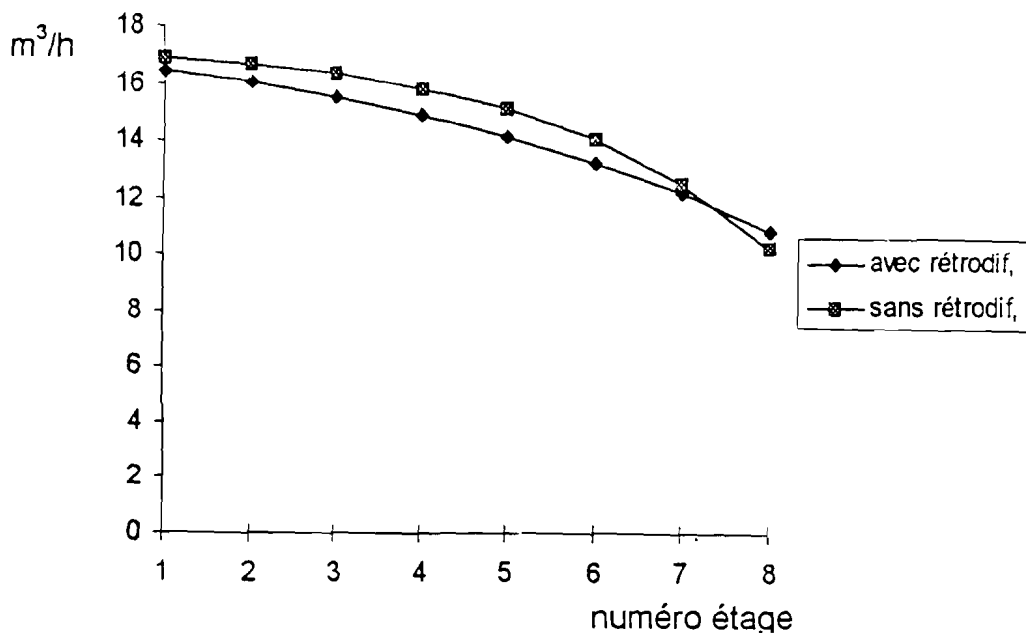


Figure 27 : Courbes de simulation : flux de solvant dans la phase solide en fonction du numéro d'étage

Conclusion

La simulation de l'opération d'extraction requiert deux sortes de calculs distincts : le dimensionnement de l'étage unitaire, la détermination et l'arrangement optimal de ces étages unitaires.

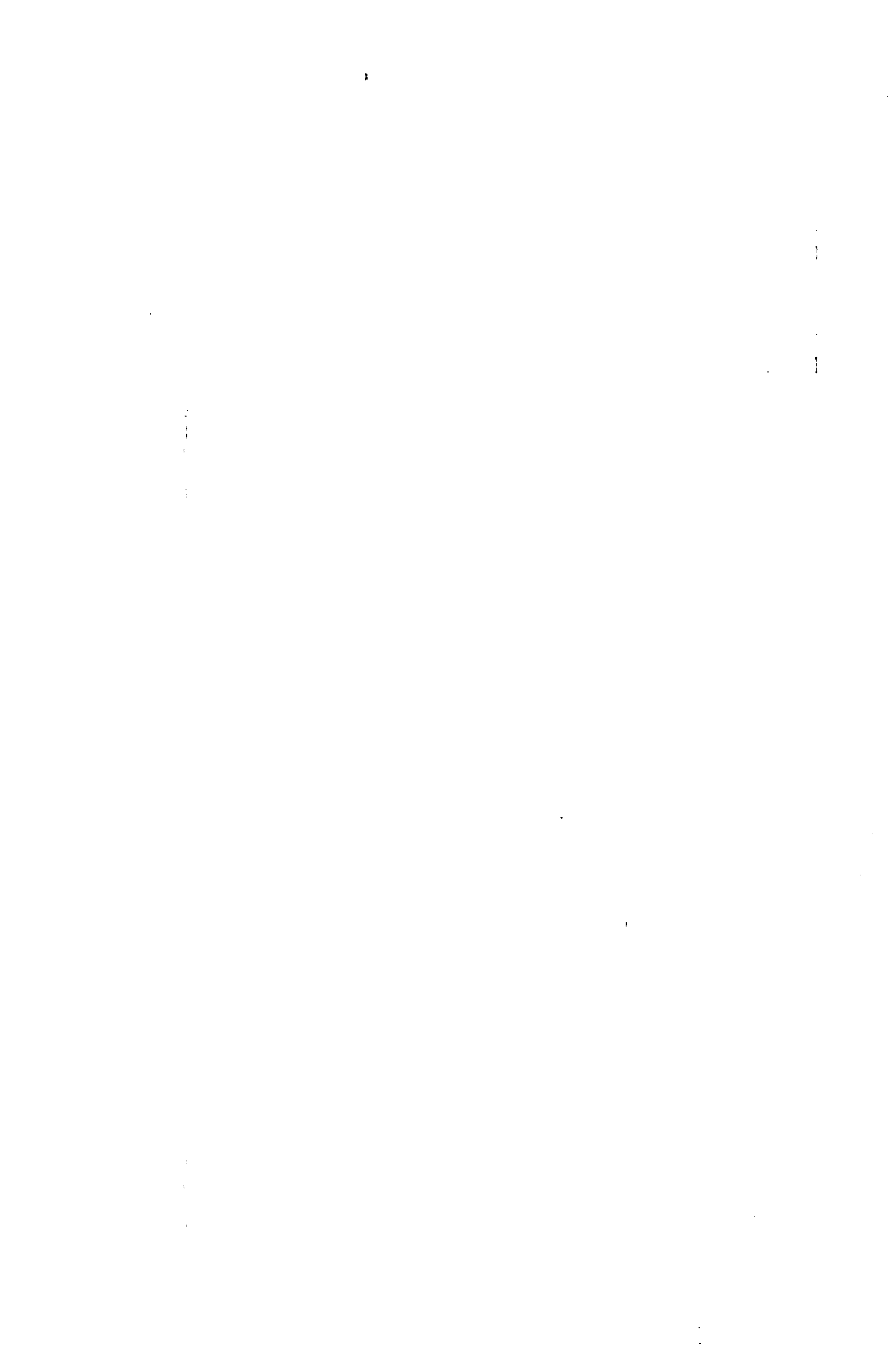
Dans la pratique de telles simulations peuvent aider à traiter deux types de problèmes :

- le dimensionnement d'une installation nouvelle

Les grandeurs d'entrée sont définies, le rapport des débits ainsi que la fraction du constituant privilégié (soluté) que l'on accepte de perdre sont fixés. L'opération est elle possible ? Si oui quel nombre d'extracteurs faut-il lui consacrer ?

- l'adaptation d'une installation existante

Les grandeurs d'entrée sont définies, le nombre d'extracteurs est connu. Quel rapport de débit doit-on choisir pour garantir une perte de soluté inférieure à la perte admissible ? Ou quelle perte observera-t-on pour un rapport donné ?



CINQUIEME PARTIE

SIMULATION DU SYSTEME DE DISTILLATION PAR EVAPORATION

V.1 Généralités sur la modélisation des opérations de transfert de chaleur

De nombreux modèles dynamiques d'échangeurs de chaleur ont été présentés dans la littérature. Ils sont toutefois très complexes pour un usage raisonnable en simulation dynamique, surtout dans une simulation où les échangeurs n'interviennent que comme équipements auxiliaires. On obtient des équations différentielles couplées en temps et en espace.

Dolezal [**Dolezal et Rolf,1981**], propose un modèle qui prend en compte la dimension spatiale du système et intègre les unités de transfert thermique grâce à un découpage par tranche.

Steiner [**Steiner, 1987**] présente une étude comparative des différents modèles simplifiés. Il compare aussi les simulations à celles obtenues à partir d'un modèle de référence à constantes réparties. Il démontre qu'il est possible d'obtenir un modèle relativement simple, donnant des résultats proches du modèle de référence, sans avoir à différentier par rapport à l'espace. En effet, il décompose l'échangeur en deux sections parfaitement agitées. (côté fluide et côté caloporteur), et utilise la différence de température moyenne logarithmique comme force motrice de l'échange thermique.

Dans la présente étude, nous proposons un modèle ponctuel d'évaporation et la représentation d'un système d'évaporation multi-étagée dans lequel chaque étage est un évaporateur.

V.2 L'évaporation dans les procédés agro-alimentaires

V.2.1 Elévation du point d'ébullition

La présence de molécules de soluté modifie la pression de vapeur de la solution et affecte ainsi l'équilibre du point d'ébullition. Ceci est surtout significatif pour les solutés à faible poids moléculaire.

Il existe une table d'élévation du point d'ébullition pour certains produits agro-alimentaires. Moore [Moore, 1982] a utilisé les principes d'équilibre thermodynamique pour estimer l'élévation du point d'ébullition.

$$\ln (1 - x_B) = \frac{\lambda_v}{R} \left(\frac{1}{T_{AO}} - \frac{1}{T_A} \right)$$

λ_v = chaleur latente molaire d'évaporation

R = constante de gaz parfait

T_A = température d'ébullition de la solution

T_{AO} = température d'ébullition du solvant pur

x_B = fraction molaire du soluté

Pour les solutions diluées, cette formule peut être simplifiée à :

$$\Delta T_B = \frac{R T_{AO}^2 W_A}{1000 L_v} m$$

ΔT_B = élévation du point d'ébullition (en °C)

W_A = masse moléculaire du soluté

m = molalité du soluté

L_v = chaleur latente de vaporisation

V.2.2 Perte des produits volatils

Beaucoup de produits agro-alimentaires contiennent des parfums et des composés aromatiques relativement volatils, qui seront perdus lors de l'évaporation du solvant . Cette volatilité peut être exprimée par la loi de Dalton [François, 1974] :

$$\frac{mE}{mV} = \frac{pE}{pV}$$

où PV = pression de produit volatil

PE = pression d'équilibre

mV = nombre de moles de produit volatil

mE = nombre de moles de produit non volatil

Dans le cas de l'huile brute d'arachide, le nombre de mole de produit volatil représente moins de 0,1 % du nombre de moles de produit volatil. Cette volatilité n'est donc pas pris en compte dans les calculs

V.2.3 Gaz non condensables

La formation de gaz non condensable dans un évaporateur cause une perte d'efficacité due à l'abaissement de l'énergie effective des vapeurs. Ces gaz peuvent provenir de plusieurs sources telles que les fuites d'air ou des gaz d'ammoniaque causés par la réaction de dégradation des protéines. La présence de gaz incondensables, dont le plus important est l'azote, n'est importante qu'après un incident de fonctionnement. En revanche, on peut admettre qu'en régime normal, ils ont un effet négligeable sur le fonctionnement thermodynamique voire hydraulique du système. Aussi n'ont-ils pas été pris en compte dans les mélanges circulant dans le procédé.

V.2.4 Dégradation thermique

Durant l'évaporation, il peut avoir une dégradation thermique des produits, comme la dénaturation des protéines ou des réactions chimiques indésirable. Les techniques pour minimiser ces dégradations thermiques lors de l'évaporation des produits agro-alimentaires sont de deux catégories [Gray, 1984] :

- opérer en basse pression pour permettre l'évaporation du solvant à basse température.

- travailler à haute température en un temps très court pour minimiser les réactions cinétiques de dégradation dans des conditions de taux de réaction élevé.

Dans l'unité étudié, c'est la première technique qui est utilisée.

V.2.5 Propriétés physico-chimiques

La viscosité est une grandeur très importante dans les opérations d'évaporation. La viscosité de la solution augmente, au fur et mesure que l'évaporation se fait, entraînant des variations de densité, de conductivité thermique et de capacité calorifique, ce qui peut limiter le flux de transfert de chaleur. Des relations ont été établies pour décrire la dépendance de la viscosité à la température pour les huiles oléagineuses [Toro-Vazquez, 1993]

$$\ln(\mu) = -4,7965 + 2525,92962 (1 / T^0) + 1,6144 (I_s)^2 / (T^0)^2 - 101,06 \cdot 10^{-7} (I_i)^2$$

où T^0 est la température absolue en degré Kelvin

I_i l'indice d'iode. Il exprime le degré d'insaturation de la chaîne

I_s l'indice de saponification. Il est associé à la longueur de la chaîne.

Pour l'huile d'arachide : $I_i = 85$ et $I_s = 190$

Le tableau 17 donne la valeur calculée de la viscosité en fonction de la température pour l'huile d'arachide

Température en ° K	Viscosité en dynes. Sec / cm ²
25	65
35	45
45	30
55	23
70	20

Tableau 17 : viscosité en fonction de la température

La figure 28 donne l'allure de η à variation de la viscosité en fonction de la température :

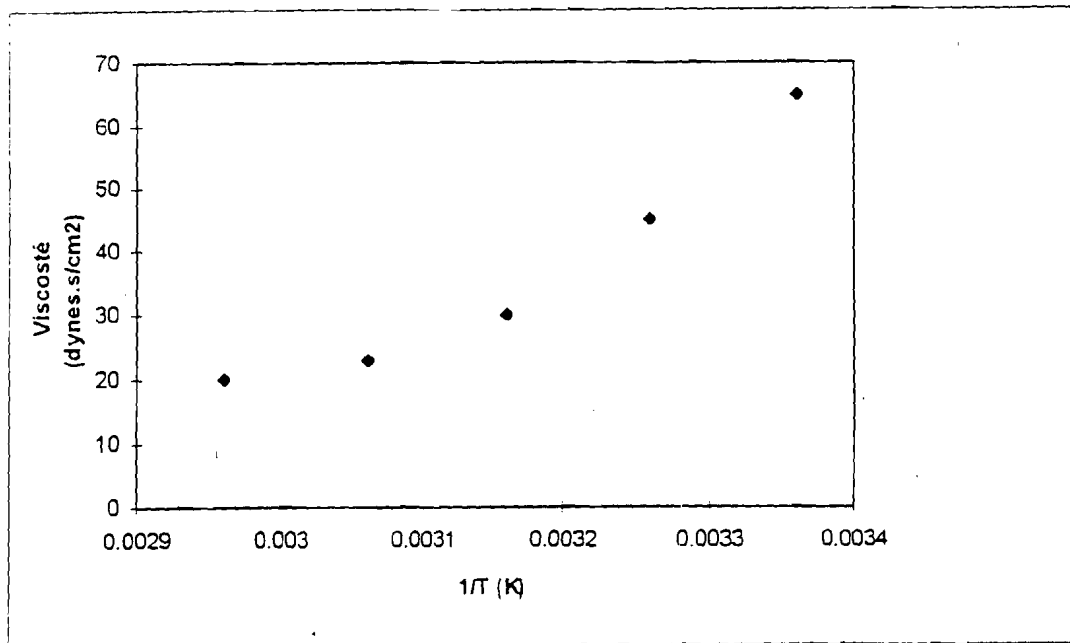


Figure 28 : la viscosité en fonction de la température pour l'huile d'arachide

V.2.6 Irrégularités dans les surfaces de transfert de chaleur

La chaleur peut provoquer dans les produits agro-alimentaires, des réactions qui peuvent entraîner la formation de composés qui créent des surfaces de transfert de chaleur [Hansen, 1985 - Payne, 1982 - Hugot, 1986]. Ce qui peut limiter le flux de transfert de chaleur et réduire la capacité des évaporateurs. Selon le système de contrôle de l'évaporation, ces irrégularités vont soit augmenter la consommation de vapeur de chauffage, soit diminuer la concentration finale du produit. Dans notre étude nous avons considéré que les surfaces de transfert de chaleur étaient homogènes et ne présentaient aucune irrégularité.

V.3 Modélisation du système d'évaporation à double effet

Le schéma du procédé considéré comporte un évaporateur bi-étagé, un système de régulation (régulation de niveau, de pression et de qualité), des pompes et des vannes. Ces unités sont connectées à flux de nature différente : un flux d'information et un flux de matière physique. Les flux d'information sont utilisés pour la régulation. Ils véhiculent en général une seule variable et sont définis comme des connexions. Il existe deux types de flux de matière physiques : le flux matière procédé et le flux de caloporteur.

Le flux matière procédé comporte deux constituants, l'huile et l'hexane. Dans la définition de ce flux, on a choisi de préciser son débit massique et sa composition massique. Il faut aussi préciser la température du flux, ce qui permet de calculer les enthalpies spécifiques, les capacités calorifiques... ainsi que les valeurs moyennes de ces grandeurs correspondant à la composition que l'on s'est donnée.

Les flux de caloporteurs sont utilisés pour le chauffage des évaporateurs. Qu'il s'agisse d'eau pour le premier évaporateur ou d'hexane pour le deuxième, on a affaire à un seul composé dont les propriétés sont données. Il n'y a donc pas de fractions massiques à tenir en compte. Le flux de caloporteur est caractérisé par débit massique et sa température.

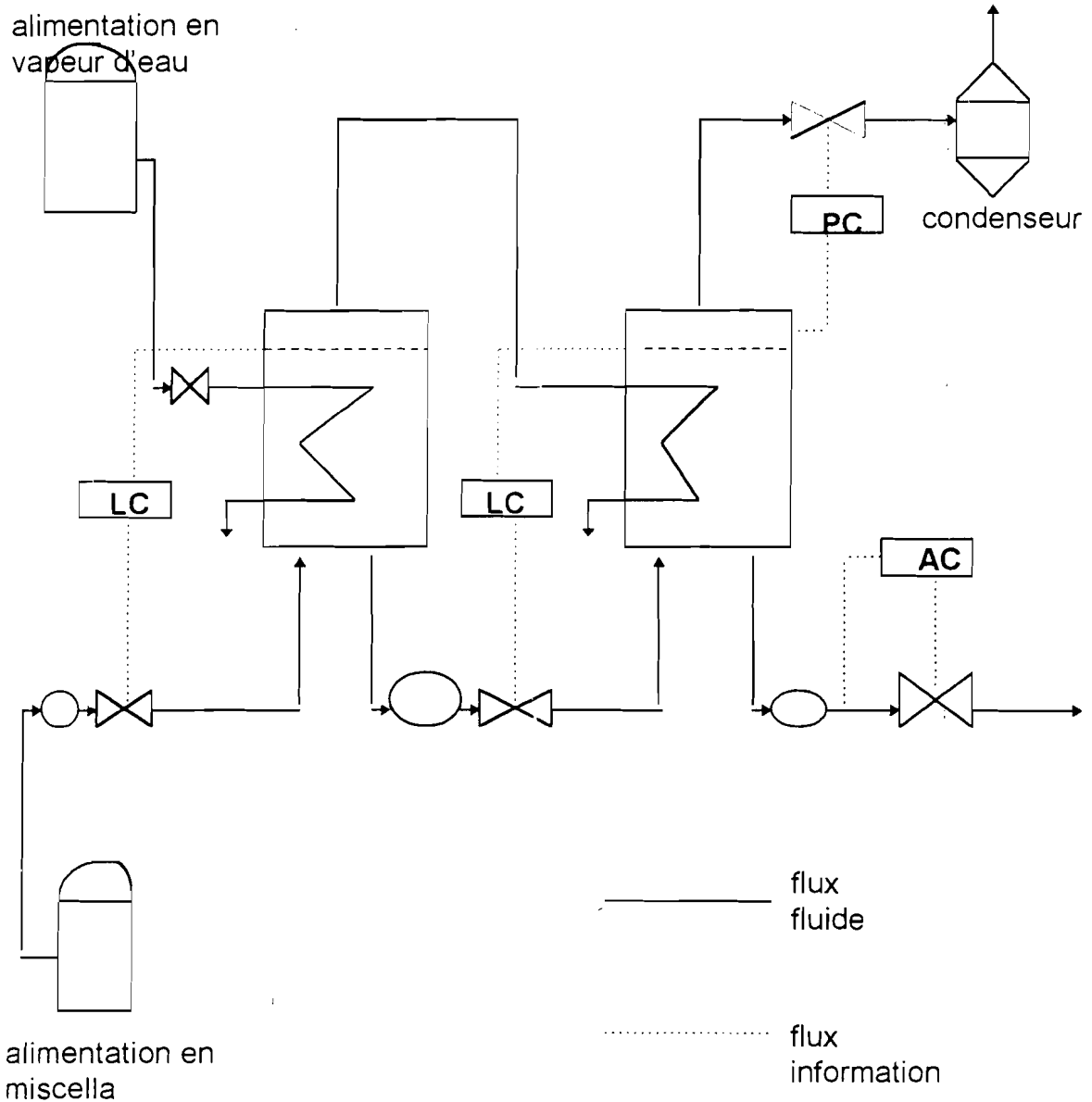
Les variables principales du système de régulation sont :

- la stabilité de la qualité du produit final;
- l'intégration de l'évaporation dans le réseau vapeur de l'ensemble de l'atelier;
- le contrôle de fonctionnement des caisses d'évaporation

La qualité du produit final est déterminée à partir de mesures de concentration en continu sur le miscella concentré sortant de la dernière caisse.

L'intégration dans le réseau vapeur comporte les actions sur le débit vapeur primaire et les conditions du travail du condenseur barométrique. Le contrôle du

L'intégration dans le réseau vapeur comporte les actions sur le débit vapeur primaire et les conditions du travail du condenseur barométrique. Le contrôle du fonctionnement des caisses d'évaporation est réalisé à partir des mesures de niveaux individuels, avec l'action sur le débit du miscella.



LC

régulateur de niveau

PC

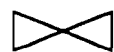
régulateur de pression

AC

régulateur de qualité



pompe



vanne

Figure 29 : schéma du procédé de distillation par évaporation

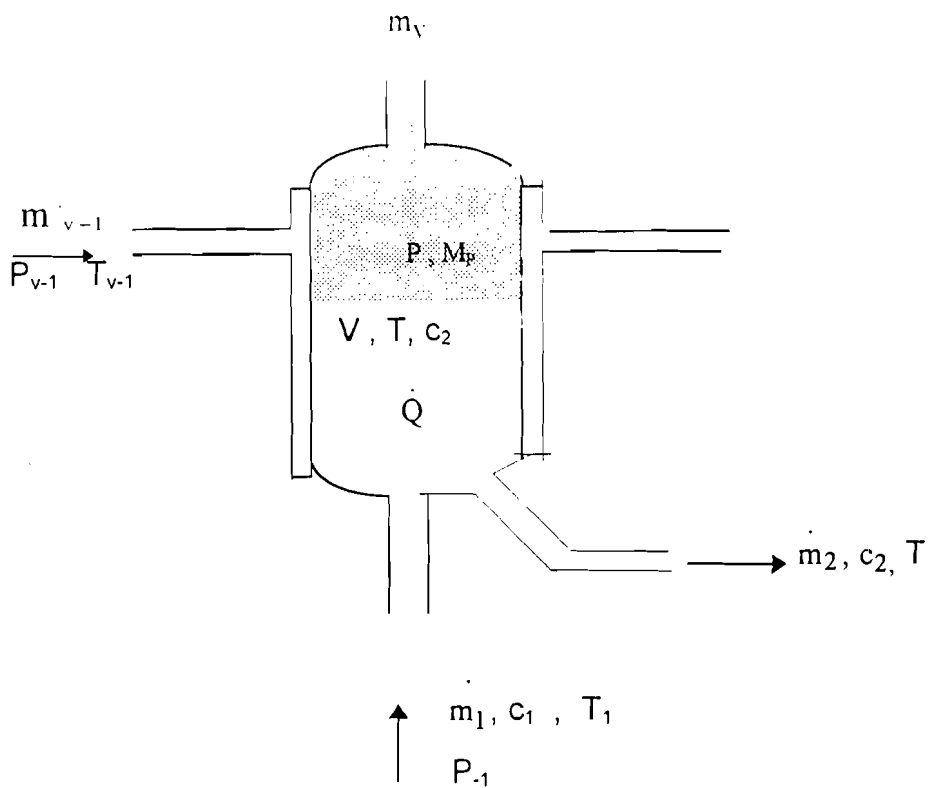
Le système contient seulement les boucles simples de régulation. La productivité d'évaporation dans ce système dépend strictement du débit de vapeur primaire à l'entrée de l'installation. L'augmentation de ce débit provoque la chute des niveaux dans toutes les caisses, et en conséquence, l'action sur les vannes réglant le débit du miscella. La qualité du produit final dépend directement et indirectement de la valeur du débit du miscella à la sortie de l'installation. Dans les conditions de débit de vapeur constant, la chute du débit du miscella provoque l'augmentation lente de la concentration. Mais l'accroissement de niveau dans la dernière caisse implique la chute du débit sortant de la caisse précédente. Cette action sera ensuite répétée dans les autres caisses précédentes, et en conséquence il y aura des changements de concentrations dans toutes les caisses. Finalement, le miscella avec la concentration augmentée arrivera vers la dernière caisse en renforçant la réaction initiale du système de régulation. Les réactions secondaires auront lieu avec un certain retard. Dans ce système l'action permettant d'intégrer le système vapeur est la boucle de stabilisation de la pression dans la dernière caisse et la stabilisation du débit de vapeur primaire. Ce système de commande est très sensible aux changements des paramètres de la vapeur.

Le contrôle de l'évaporation se fait en maintenant constante la concentration du produit final en huile. A chaque évaporateur est connecté un contrôleur. La quantité de matière dans chaque évaporateur est directement transmise au contrôleur qui la compare avec une valeur consigne préalablement fixée. La différence de ces 2 valeurs est alors transformée en signal qui va commander le système d'ouverture d'une vanne, permettant ainsi le contrôle du flux d'alimentation.

V.3.1 Modèle d'évaporateur

On considère que l'évaporateur est une cuve contenant du miscella (huile et solvant). Il est déterminé par deux systèmes :

- système vapeur
- système miscella



m_1	débit massique du miscella à l'entrée
m_2	débit massique du miscella en sortie de l'évaporateur
m_p, m_v, m_{v-1}	débit massique de vapeur
c_1, c_2	concentration en huile
Q	flux de chaleur
T, T_1, T_v	température
V	volume de la phase liquide
M_p	masse de vapeur dans l'évaporateur

Figure 30: schéma d'un modèle évaporateur [Depeyre, 1986]

Les équations fondamentales du modèle dynamique de l'évaporateur sont :

- le bilan massique global

$$\frac{dM}{dt} = \dot{m}_1 - \dot{m}_2 - \dot{m}_v$$

- Le bilan de matière en huile.

$$\frac{d(M \cdot x)}{dt} = \dot{m}_1 \cdot x_1 - \dot{m}_2 \cdot x_2$$

- la masse accumulée de miscella dans la cuve

$$M = \rho \cdot V$$

- le bilan énergétique

$$\frac{d(M \cdot h_2 \cdot T_2)}{dt} = \dot{m}_1 \cdot h_1 \cdot T_1 - \dot{m}_2 \cdot h_2 \cdot T_2 + \dot{Q}$$

- l'enthalpie de la vapeur

$$h_p = r_w(p) + h_0 \cdot (T_2 - T_v(p))$$

- l'enthalpie de la solution

Le calcul de l'enthalpie de la solution de la solution revient à déterminer l'enthalpie d'un mélange contenant une fraction massique x d'huile et $(1 - x)$ de solvant.

$$h = (T_2 \cdot T_1) [(1 - x) C_p + x C'_p]$$

C_p = chaleur spécifique de l'hexane

C'_p = chaleur spécifique de l'huile

- L'enthalpie de vapeur est calculée en faisant la somme de la chaleur apportée par la vapeur de chauffage et la vaporisation du solvant.

$$h_p = C_p (T_2 - T_v(p)) + r_w(p)$$

$r_w(p)$ = enthalpie de vaporisation de l'eau

- température saturante

La température de vapeur saturée est donnée par l'équation de ANTOINE.

$$\ln \frac{P_i}{P_C} = A_1 - \frac{A_2}{T + A_3}$$

P_i = pression partielle

P_C = pression critique

T = température de vapeur saturée

A_1, A_2, A_3 , sont des valeurs propres à chaque constituant

Pression de sortie de la solution :

$$P = \frac{\frac{1-x}{M_{SOLVANT}}}{\frac{1-x}{M_{SOLVANT}} + \frac{x}{M_{HUILE}}} 10^{\left(A_1 - \frac{A_2}{T + A_3}\right)}$$

M = masse molaire

$$\text{Pression de sortie de la vapeur : } P = 10^{\left(A_1 - \frac{A_2}{T + A_3}\right)}$$

Pour établir ces équations fondamentales, un certain nombre d'hypothèses sont prises en considération :

- le système biphasique miscella - vapeur est en équilibre;
- la vapeur est saturée à une température qui dépend de la pression. Théoriquement la vapeur est surchauffée à la température d'ébullition du miscella, mais on suppose que cette surchauffe est négligeable par rapport à la chaleur de vaporisation;
- les pertes d'énergie à l'environnement sont négligeables;
- la chaleur de concentration est négligeable;
- l'autoévaporation du condensât est négligée;

Figure 31 : Modèle SpeedUp d'un évaporateur

```
Set NOCOMP
```

```
Type
```

```
FLOWIN, FLOWOUT      as ARRAY(NOCOMP) of FLOWRATE
HT_COEFF             as H_T_COEFF
VAPOUT, STEAMIN, LIQOUT as FLOWRATE
CON, CONCIN, CONCOUT as MASSFRACTION
ENTH, ENTHIN, ENTHOUT1 as LIQENTH
LAMBDA1, LAMBDA2, ENTHOUT2 as VAPENTH
TEMP, TCHEST        as TEMPERATURE
MAX_HTAREA, HTAREA  as AREA
COVERED, HOLD, HOLDUP as HOLDUP
PRESSIN, PRESSOUT, PVAPOUT, PCHEST as PRESSURE
KVAPLINE           as VALVE_COEFF
```

```
Stream
```

```
Input 1 is FLOWIN, ENTHIN, PRESSIN
Input 2 is STEAMIN, PCHEST
Output 1 is FLOWOUT, ENTHOUT1, PRESSOUT
Output 2 is VAPOUT, PVAPOUT
Connection 13 is HOLDUP
```

```
Equation # Model equations for dynamics #
```

```
$HOLD = SIGMA(FLOWIN) - SIGMA(FLOWOUT) - VAPOUT ;
$CON = (FLOWIN(1) - CON*(SIGMA(FLOWIN) - VAPOUT)) / HOLD;
$ENTH = (SIGMA(FLOWIN) * (ENTHIN - ENTH) + VAPOUT * (ENTH - ENTHOUT2)
        + STEAMIN * LAMBDA2) / HOLD;
ENTH = ENTHOUT1;
CON = CONCOUT;
```

```
# Equations common to ss and dynamic models #
```

```
ENTHOUT1 = (TEMP - 25) * ((1 - CONCOUT) * 2.5 + CONCOUT * 1.8);
STEAMIN*LAMBDA1 = HT_COEFF * HTAREA * (TCHEST - TEMP);
ENTHOUT2 = (TEMP - 25) * 2.5 + LAMBDA2;
FLOWIN(1) = CONCIN * SIGMA(FLOWIN);
FLOWOUT(1) = CONCOUT * SIGMA(FLOWOUT);
PRESSOUT = 1 * ((1 - CON)/86.18)/((1 - CON)/86.18 + CON/282)
          * 10.0 ' (5.2692 - 1228.44/(TEMP + 230.44));
PRESSIN = PRESSOUT;
PCHEST = 1
          * 10.0 ' (5.2692 - 1228.44/(TCHEST + 230.44));
VAPOUT * VAPOUT = KVAPLINE * (PRESSOUT - PVAPOUT);
LIQOUT = SIGMA(FLOWOUT);
HOLDUP = HOLD;
If HOLD > COVERED Then
  HTAREA = MAX_HTAREA
Else
  HTAREA * COVERED = MAX_HTAREA * HOLD
Endif
```

V.3.2 Modèle de pompes

Les pompes sont utilisées pour jouer le rôle d'actionneur dans les boucles de régulations. Elles subissent l'action des régulateurs qui agissent sur leur perte de charge. Le débit est alors calculé à partir de cette consigne de perte de charge, du débit par tour et de l'efficacité volumétrique de la pompe. Le débit par tour est une caractéristique de la pompe qu'il est facile de relever. Toutefois, l'efficacité volumétrique est plus difficile à estimer. Elle peut varier en fonction des paramètres d'utilisation de la pompe, soit sa vitesse, sa température, la viscosité du fluide pompé.

Figure 32 : Modèle SpeedUp de pompe

```
Set NOCOMP

Type
  FLOW, FLOW1, LEAK           as ARRAY(NOCOMP) of FLOWRATE
  TOTFLOW, MAXFLOW, TOTLEAK  as FLOWRATE
  PRESS_IN, PRESS_OUT        as PRESSURE
  DELP, DELP_MAX, DELP_MIN   as PRESS_DROP
  ENTH, ENTH1                as LIQENTH

Stream
  Input  is FLOW, ENTH, PRESS_IN
  Output is FLOW1, ENTH1, PRESS_OUT

Equation
  DELP           = PRESS_OUT - PRESS_IN;
  TOTFLOW        = SIGMA(FLOW);
  FLOW1 + LEAK   = FLOW;
  ENTH           = ENTH1;
  TOTLEAK        = SIGMA(LEAK);
  LEAK(1) * TOTFLOW = FLOW(1) * TOTLEAK;

Procedure
  (TOTFLOW) CENTRIFUGAL_PUMP (DELP_MAX, DELP_MIN, DELP, MAXFLOW)
```

V.3.3 Modèles de vannes

La modélisation de la vanne nécessite la prise en compte d'un certain nombre de données qui lui sont relatives et qui permet de relier le débit qui la traverse à l'action du régulateur qui la commande. Une description de la vanne suppose la

connaissance des relations signal de commandement-ouverture mécanique et débit-ouverture.

Les vannes utilisées sont des vannes à commande pneumatique. Ils sont de deux types : vanne pour flux de procédé et pour flux caloporteur

Figure 33 : Modèle SpeedUp de vanne pour flux caloporteur

```
Type
  FLOW_IN, FLOW_OUT      as FLOWRATE
  PRESS_IN, PRESS_OUT   as PRESSURE
  KVALVE                 as VALVE_COEFF

Stream
  Input  is FLOW_IN , PRESS_IN
  Output is FLOW_OUT, PRESS_OUT

Equation
  FLOW_IN * FLOW_IN = KVALVE * (PRESS_IN - PRESS_OUT);
  FLOW_OUT          = FLOW_IN
```

Figure 34 : Modèle SpeedUp de vanne pour flux de procédé

```
Set NOCOMP

Type
  TOTFLOW      as FLOWRATE
  FLOW, FLOW1  as ARRAY(NOCOMP) of FLOWRATE
  PRESS_IN, PRESS_OUT as PRESSURE
  KVALVE       as VALVE_COEFF
  ENTH, ENTH1  as LIQENTH

Stream
  Input      is FLOW , ENTH , PRESS_IN
  Output     is FLOW1, ENTH1, PRESS_OUT
  Connection 11 is KVALVE

Equation
  TOTFLOW = SIGMA(FLOW);
  TOTFLOW * TOTFLOW = KVALVE * (PRESS_IN - PRESS_OUT);
  FLOW1 = FLOW;
  ENTH1 = ENTH
```

V.3.4 Modèles de régulateurs PID

Les équations d'un régulateur PID sont simples et regroupent un nombre de variables assez modeste. En effet on a des variables d'entrées- sorties qui sont la mesure, l'action et la consigne. Il ya des grandeurs qui seront fixées par l'opérateur et qui sont des paramètres de réglage du PID. : biais, gain, temps d'intégrale, temps de dérivation. IL y a enfin, des grandeurs intermédiaires de calcul qui sont l'écart(entre la mesure et la consigne), le terme intégral (intégrale de l'écart par rapport au temps), le terme dérivé (dérivée de l'écart par rapport au temps). L'action du régulateur est donc une somme d'effets comme présentés dans l'équation suivante :

$$\text{Action} = \text{Biais} + \text{gain} \cdot (\text{écart} + \text{intégrale} / \text{Temps_intégrale} + \text{Dérivée} \cdot \text{Temps_dérivée})$$

Le biais correspond à la valeur que l'on voudrait donner par défaut à la variable manipulée. Il est choisi de manière à ce que l'action du régulateur lui soit égale pour un écart nul par rapport à une consigne donnée. Le gain permet de pondérer la partie calculée de l'action du régulateur par rapport au biais. Les temps d'intégrale et de dérivée permettent de fixer l'importance relative des termes intégral(prenant en compte l'histoire de l'écart par rapport à la consigne), dérivé(anticipant sur le futur de cet écart) et proportionnel(représentant le présent de l'écart).

Modèle 35 : Modèle SpeedUp de régulateur PID

```
Type
  KC, INVTORI, SPOINT, ERROR, INTTERM, SIGSS  as NOTYPE
  SIGNAL, MAX_SIGNAL, SIG_CALC, MEASVAR      as NOTYPE

Stream
  Connection 11 is MEASVAR
  Connection 12 is SIGNAL

Equation
  ERROR      = SPOINT - MEASVAR;
  $INTTERM   = ERROR;
  SIG_CALC   = SIGSS + KC * (ERROR + INVTORI * INTTERM);
  SIGNAL     = FUNCTION BOUND1(SIG_CALC, MAX_SIGNAL);
```

V.4 Résultats et discussion

La simulation doit permettre de vérifier si l'installation de distillation par évaporation et son système de contrôle-commande respecte l'objectif principal qui est la stabilité de la qualité du produit final : la concentration en huile. Pour cela nous allons étudier l'influence de la variation du débit d'alimentation en miscella qui est la perturbation essentielle de l'installation.

La figure 36 montre qu'une diminution du débit du flux d'alimentation amène le régulateur à actionner la vanne d'alimentation jusqu'à la régularisation du débit.

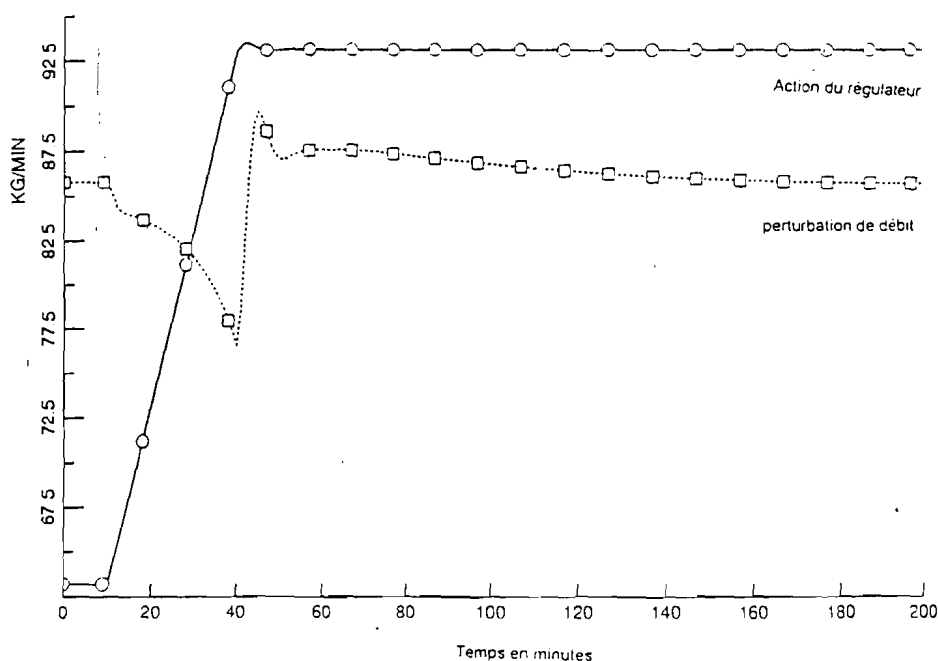


Figure 36: Courbes de contrôle du flux d'alimentation

La figure 37 indique la réponse du système à une perturbation du débit d'alimentation. La baisse du flux d'alimentation s'accompagne d'une augmentation de la concentration en huile du miscella, car la quantité de chaleur entrant dans l'évaporateur 1 ne diminue pas aussi rapidement que le débit d'alimentation (a). En outre le débit de sortie de la solution de l'évaporateur 1 diminue avec le flux d'alimentation (b).

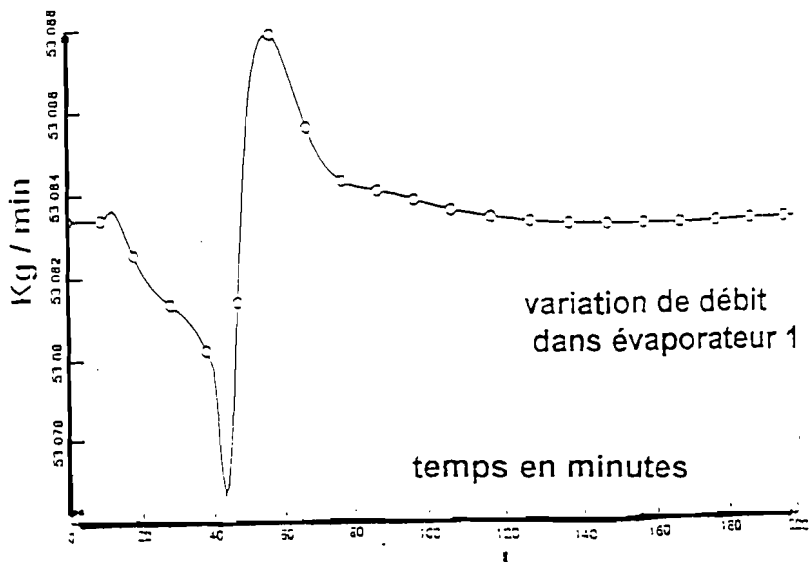
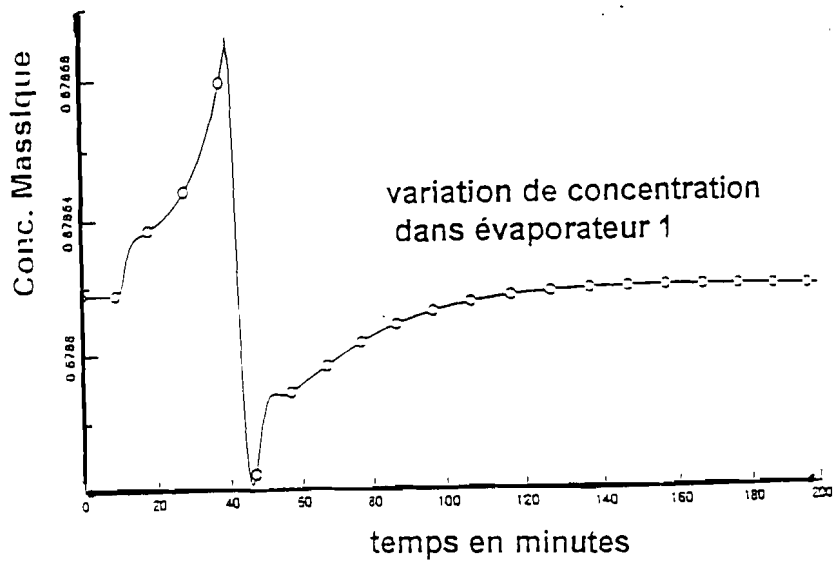
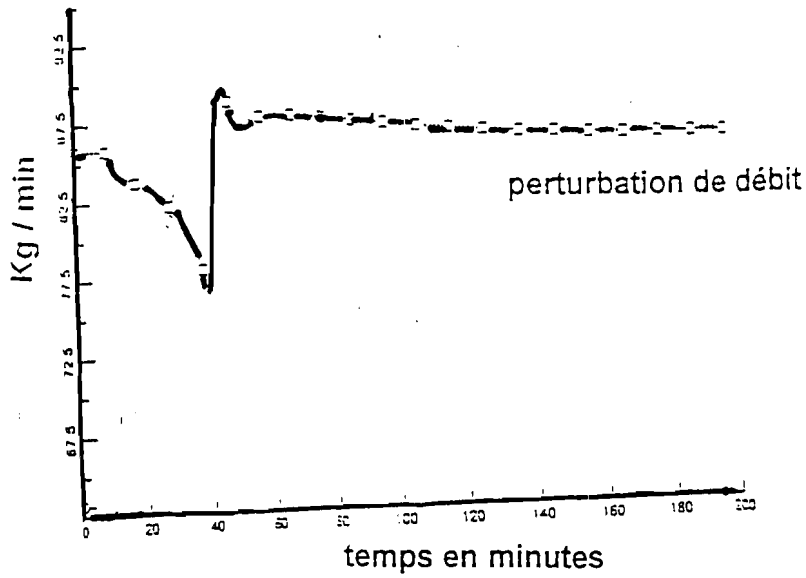


Figure 37: Réponse du système à une perturbation du débit d'alimentation

Le système de contrôle commande assure la stabilité de la qualité du produit final (figure 38). Les perturbations n'affectent pas la concentration en huile du produit final qui sort pratiquement exempte de solvant (concentration en huile supérieure à 99%).

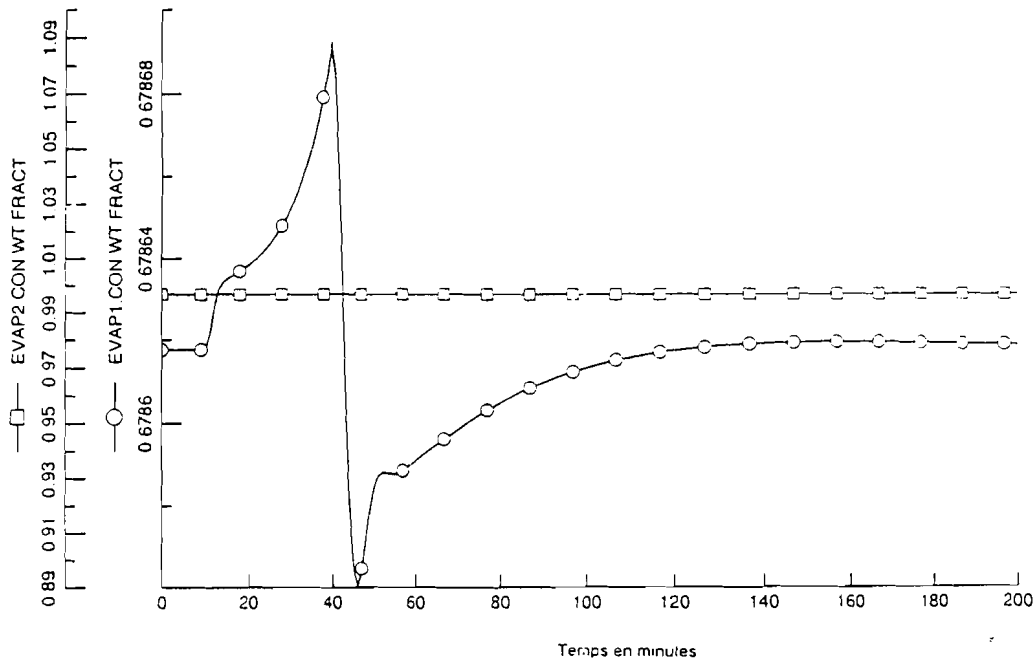


Figure 38 : Courbes de concentration en huile dans les évaporateurs

EXTRACTION

EVAPORATION

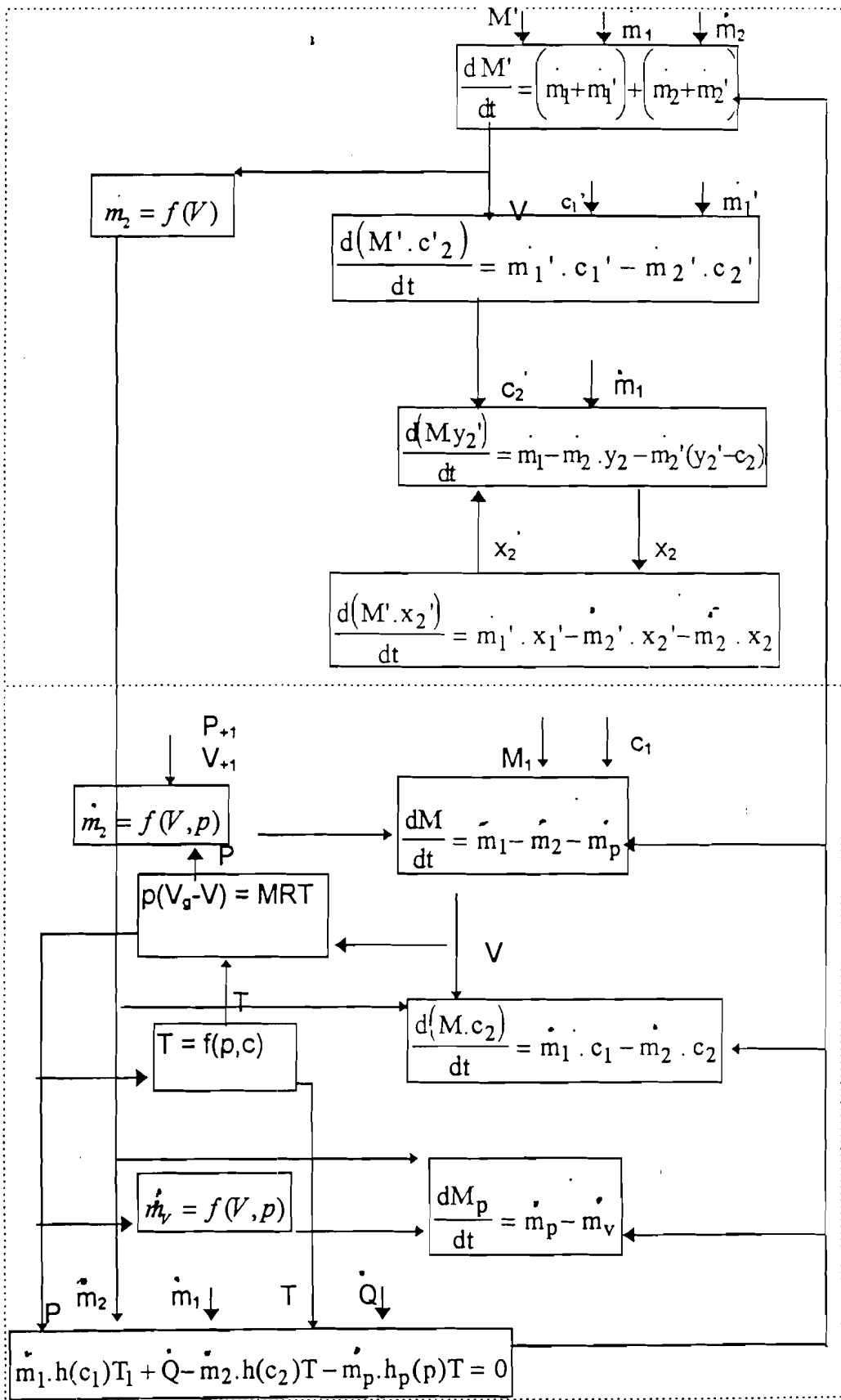


Figure 40 : Schéma structural du modèle du procédé global d'extraction

VI.2 Validation de la simulation

Ne disposant pas de résultats expérimentaux mesurés sur des sites existants, nous ne pouvons disposer de perturbations réelles pour valider le modèle. Cependant on peut utiliser des perturbations académiques pour s'assurer de la robustesse numérique du modèle, même si nous n'avons pas de base expérimentale comparative.

Ainsi, nous nous proposons d'analyser la réaction du système à une augmentation de débit d'alimentation en solution (réservoir R_1) de 14,5 % pendant une période de 20 minutes, entre les dates $t = 10$ minutes et $t = 30$ minutes.

Au bout de 35 minutes, la perturbation atteint l'évaporateur 2 (figure 41) qui voit alors sa masse totale de solution subir une légère oscillation dans le sens de la perturbation. Toutefois la variation de masse reste insignifiante en valeur relative. Ce test a donc essentiellement un intérêt qualitatif.

La figure 42 indique une baisse de température en réponse à une augmentation du débit du flux d'alimentation. La quantité de chaleur cédée par le flux caloporteur (température fixée) à l'évaporateur 1 est constante. L'augmentation du débit de l'alimentation (température ambiante) va entraîner une diminution de l'enthalpie de la solution, donc une baisse de sa température. Et aussi une diminution de la quantité de solvant vaporisé (figure 43).

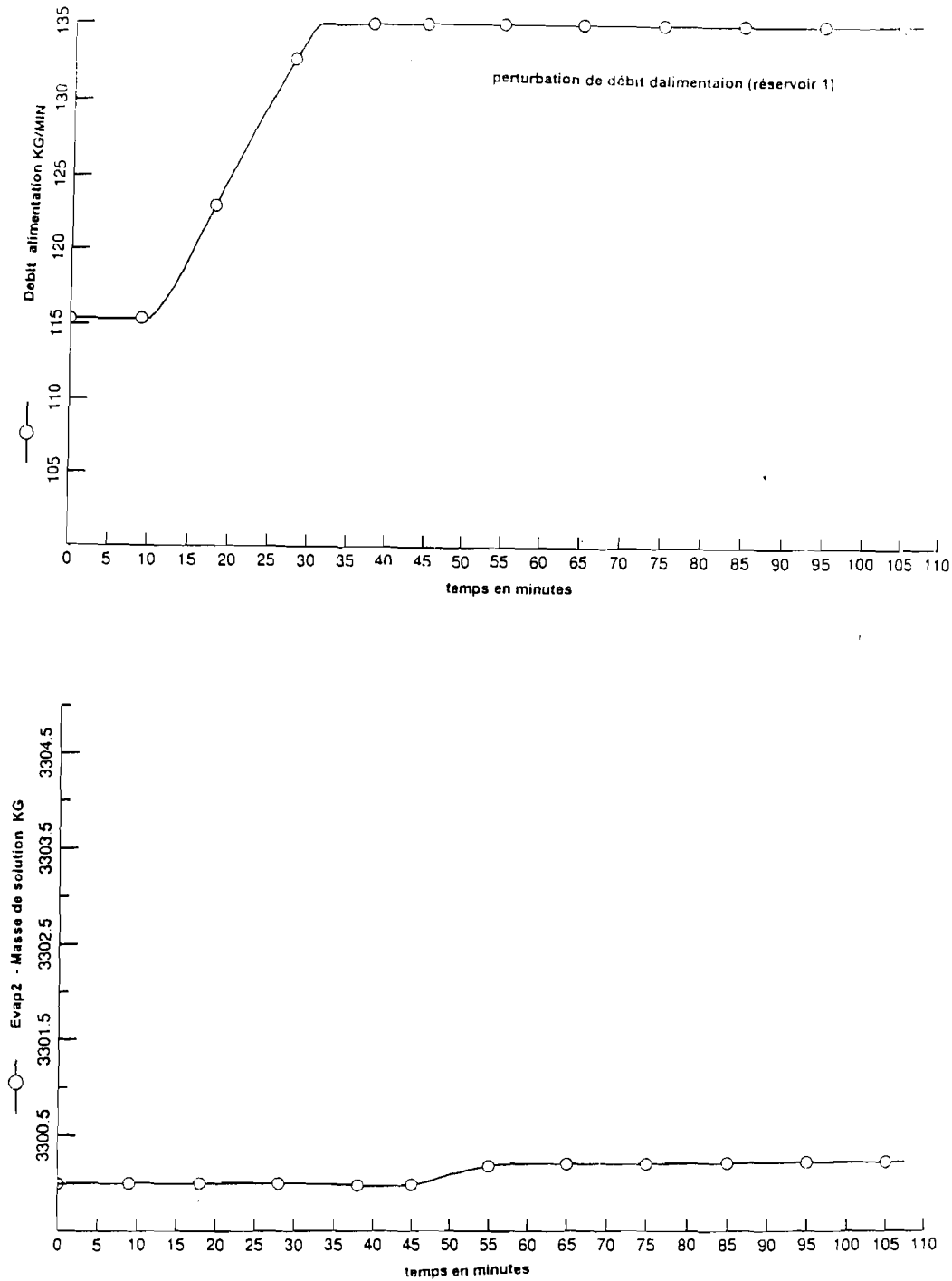


Figure 41: réponse à une perturbation du flux d'alimentation : masse de solution dans l'évaporateur 2

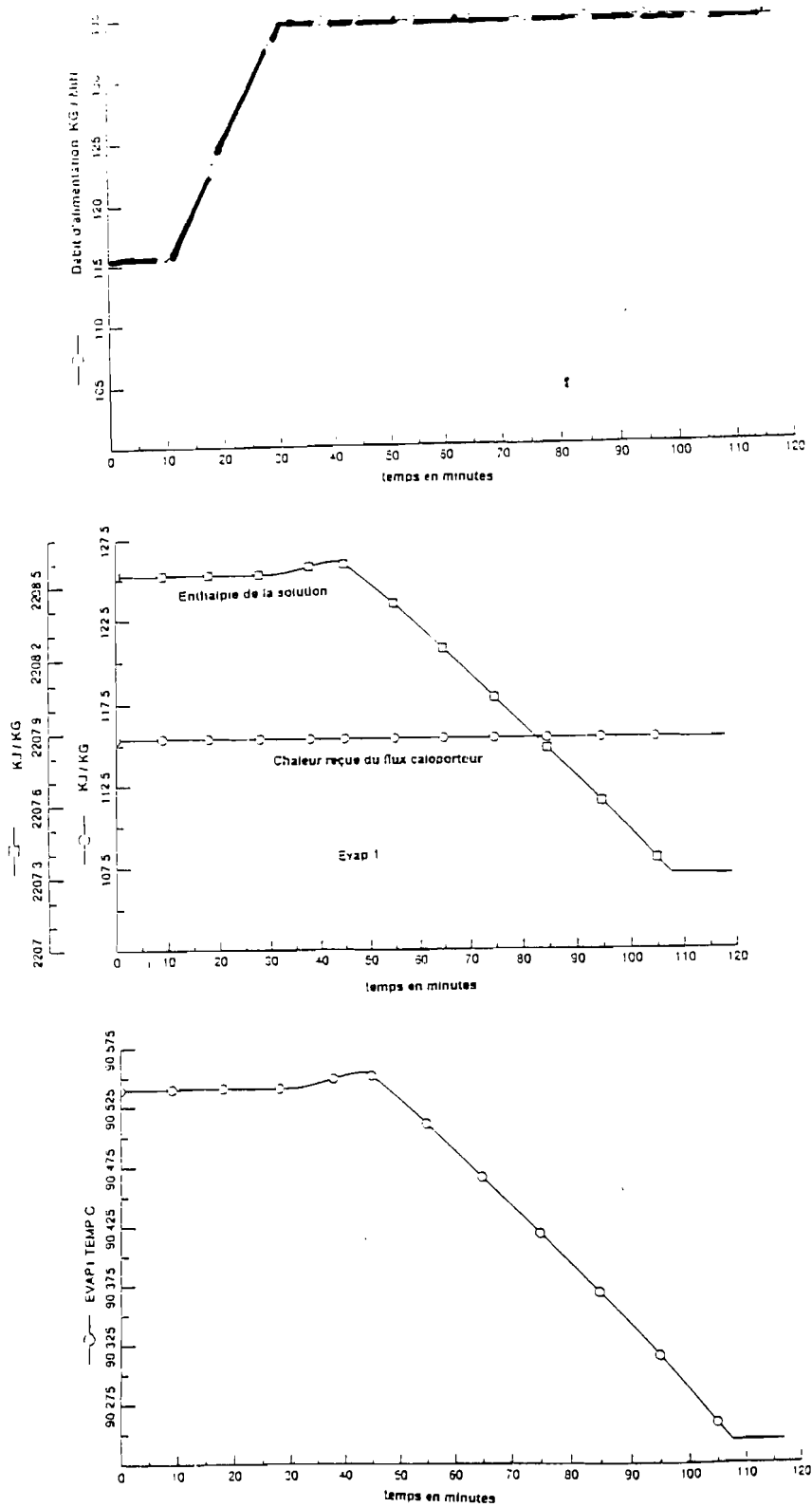


Figure 42 : réponse à une perturbation du flux d'alimentation : enthalpie et température de l'évaporateur 1

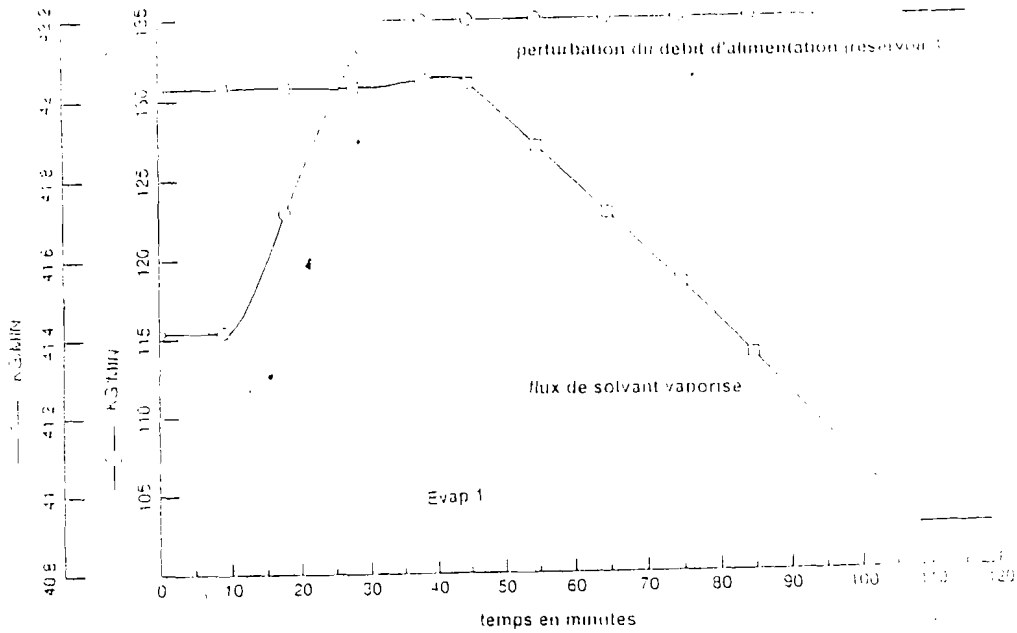


Figure 43 : réponse à une perturbation du flux d'alimentation : flux de vapeur de solvant sortant de l'évaporateur 1

On peut aussi comparer le bilan global de l'extraction, à défaut de résultats expérimentaux sur site réel, à ceux trouvés dans la littérature [Canat, 1978]. On remarque des valeurs de mêmes grandeurs sur les teneurs en huile, mais avec des quantités beaucoup moins importantes en hexane. Il est évident que la rentabilité d'une extraction par solvant exige une bonne maîtrise du ratio hexane - écailles de tourteau.

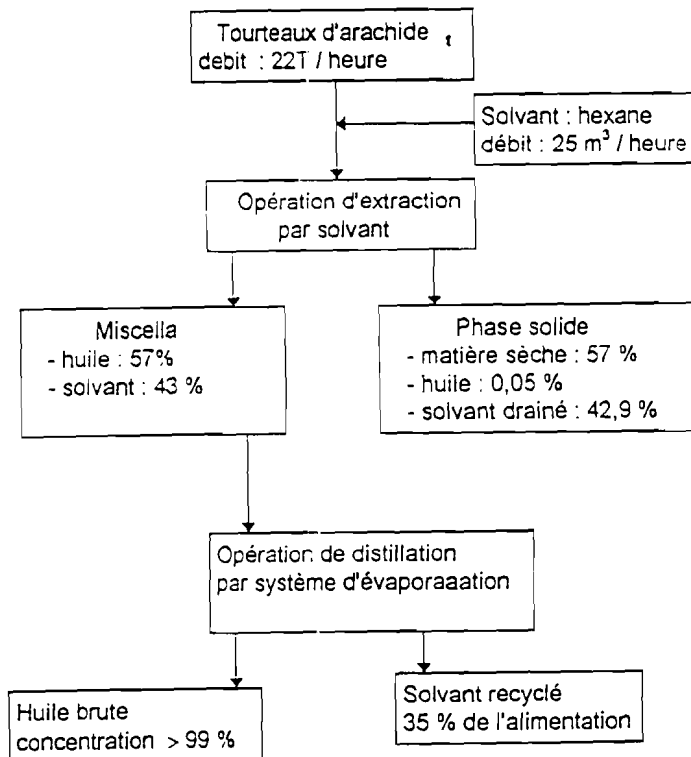


Figure 44 : bilan du procédé global

VI.3 Conclusions et perspectives

Cette étude a essayé d'aboutir à la modélisation et à la simulation dynamique d'un atelier trituration de graine d'arachide. Pour cela des modèles dynamiques d'opérations unitaires ont été développés et assemblés.

Dans une première étape, l'opération d'extraction par solvant a été étudiée en batch avec une validation par des expériences effectuées au laboratoire, avant de passer à la simulation d'une extraction bi-étagée à contre-courant fonctionnant à l'échelle industrielle.

Ensuite, l'opération de distillation du miscella issu de l'extraction est étudiée par un système d'évaporation à double effet. L'optimisation d'une telle installation a amené à concevoir un système de régulation dont l'objectif essentiel est la qualité du produit final.

Enfin un modèle du procédé global a été simulé en reliant les opérations unitaires par des fluides de procédé et par des flux d'information. Ce qui permet de représenter le procédé tel qu'on peut le trouver dans un environnement génie chimique.

Le principal intérêt de cette approche réside dans le fait qu'elle peut utiliser une thermodynamique à façon sous forme de corrélations simplifiées. Avec un logiciel tel que SpeedUp qui peut introduire ses propres données sur les mélanges et en employant les connaissances disponibles sur le procédé, cette méthode peut être une alternative pour étudier la simulation de systèmes nécessitant des données thermodynamiques difficilement maîtrisables, comme le raffinage des huiles végétales. Mais il est évident que des progrès dans la détermination des données thermodynamiques plus rigoureuses sont indispensables pour une meilleure compréhension de ces procédés.

Un autre avantage est que le simulateur peut intégrer toute modification ou amélioration technologique et s'adapter facilement aux stratégies globales de contrôle-commande.

Les modèles utilisés sont relativement simples. L'emploi de tels modèles n'est pas seulement une commodité, mais aussi une nécessité économique. L'accroissement de précision d'un modèle peut générer des gains réels sur le plan technique, notamment sur la définition des appareils, mais il faut que cela représente un intérêt appréciable au plan de l'estimation économique : rien ne sert de préciser le dimensionnement, si l'estimation du coût n'y gagne pas en précision.

Dans l'avenir ce type d'approche doit servir à analyser toute la chaîne de traitement des huiles en particulier les opérations unitaires de raffinage : démulcination, raffinage caustique, raffinage physique, décoloration, désodorisation et hydrogénation. Ceci pourrait aider à l'entraînement des opérateurs, à la discussion des stratégies de contrôle ou encore à l'investigation des effets des modifications de consignes et de conditions opératoires dans les industries de l'huilerie

Liste des Figures

Chaîne de fabrication de l'huile d'arachide, de la graine à l'huile brute.....	18
Schéma de principe d'une floconneuse de graine oléagineuse.....	20
Schéma de principe de l'appareil de traitement thermique.....	21
Schéma de principe d'une presse d'extraction.....	23
Schéma de base de l'atelier d'extraction par solvant.....	25
Description schématique de SpeedUp.....	50
Extracteur par immersion.....	55
Extracteur par percolation type Smet.....	56
Extracteur à panier type Bollmann.....	58
Méthode de la couche limite : profil de la courbe de concentration du soluté suivant la direction de transfert.....	62
Modèle de pénétration : cycle suivi par un élément.....	63
Modèle de pénétration : profil de concentration du soluté suivant la direction de transfert.....	64
Schéma de principe de l'unité d'extraction par solvant étudiée.....	69
Diagramme de phase triangulaire de l'extraction d'huile à partir de la graine d'arachide.....	72
Schéma de principe d'un extracteur continu	73
Schéma de principe d'un extracteur continu multi-étagé.....	74
Diagramme de phase d'un extracteur multi-étagé.....	75

Log ₁₀ E = f(t) : Comparaison de la courbe expérimentale et de la courbe de simulation.....	77
+ Courbes d'extraction expérimentales.....	78
Courbes expérimentales d'extraction et loi de Fick.....	78
Détermination graphique du temps de séjour.....	79
Détermination graphique des valeurs optimales de concentration.....	80
Flux d'huile de la phase solide en fonction du numéro d'étage.....	81
Flux de solvant de la phase solide en fonction du numéro d'étage.....	82
Flux d'huile dans le miscella en fonction du numéro d'étage.....	82
Flux de solvant dans le miscella en fonction du numéro d'étage.....	83
Viscosité en fonction de la température.....	89
Schéma de principe d'un évaporateur.....	76
Système d'évaporateur à multiple effets.....	80
Schéma du procédé de distillation par évaporation.....	91
Schéma d'un modèle d'évaporateur.....	93
Modèle SpeedUP d'évaporateur.....	96
Modèle SpeedUP de pompe.....	97
Modèle SpeedUp de vanne pour flux caloporteur.....	98
Modèle SpeedUp de vanne pour flux de procédé.....	98
Modèle SpeedUp de régulateur PID.....	99
Courbes de contrôle du flux d'alimentation.....	100
Réponse du système à une perturbation du débit d'alimentation.....	101
Courbes de concentration en huile à la sortie des évaporateurs.....	102
Schéma de principe de l'atelier d'extraction.....	103

Schéma structural du modèle du procédé global d'extraction.....	104
Reponse à perturbation de l'alimentaion.....	106
Reponse à perturbation de l'alimentaion.....	107
Reponse à perturbation de l'alimentaion.....	108
Bilan du procédé.....	109

Liste des tableaux

Principales méthodes normalisées pour l'analyse graines oléagineuses.....	7
Composition de la pellicule de l'arachide	8
Composition moyenne du germe de l'arachide	9
Composition des cotylédons de l'arachide	9
Composition en glycérides de l'huile d'arachide.....	10
Composition en acides aminés de l'huile d'arachide.....	14
Propriétés générales de l'huile d'arachide.....	15
Composition caractéristique en matières fraîches des tourteaux en fonction de leur préparation.....	16
Viscosité en fonction de la température.....	88

BIBLIOGRAPHIE

Ahmed E.M., Young C.T., " Composition, quality and flavour of peanuts ", *Peanut Science and Technology*, Yoakum, APRES, P. 655-688, (1982).

Aspen Tech., *SpeedUp : manuel de l'utilisateur*, (1991).

Azbel D., *Two phase flows in chemical engineering*, Cambridge University press, Cambridge, (1981).

Babcock P.D., [A₁]" Application of an equation-oriented flowsheet simulation to dynamic simulation of chemical processes.", *Sum.Comp.Sim.Conf.*, P. 537-541, (1982).

Barkley R.W., Motard R.L., *Chem.Eng.J.*, Vol. 3, P. 265, (1972).

Bartuel J-J., Bardin M-C., Paradousky H., Corso V., Morizar J., " Modélisation de l'installation de distillation en régime dynamique.", *Colloque Simulation Dynamique des procédés.*, Paris, (1986).

Bobrow S., Ponton J.W., Johnson A.I., " Simulation of the transient behaviour of complex chemical plant using a modular approach.", *Can.J.Chem.Eng.*, Vol 49, P.391-397, (1971).

Bockelee-Morvan A., " Les différentes variétés d'arachide ", *Oleagineux*, numéro spécial, vol. 38 (2), P. 73-116, (1983).

Bockelee-Morvan, Fanguin J., Schilling R., " Sémences et arachide de bouche, technologie et installations industrielles, *Oléagineux*, Vol. 44, P. 365-373, (1986).

Boucher D.F., Brier J.C., Osburn J.O., *Trans. Am. Inst. Chem. Engrs.*, Vol. 36, P. 967-993, (1942).

Brown-Brulant D., " Contribution à l'étude de la sécurité des procédés par simulation dynamique des écoulements.", *Thèse de doctorat*, Ecole Centrale Paris, (1994).

Canat E., Conférence internationale sur 'ies industries des plantes oléagineuses dans les pays en développement, Paris, (1978)

Chaï R., Yu J., Kim M., Ahn O., *J.Pharm.Soc.Korea*, Vol. 5, P. 27, (1980).

Chackroun , I., *Thèse de doctorat*, Ecole Centrale Paris, 1995

Chen T.C., Gardner A.R., Yu T.M., Syi J.L., Cadman T.W., "Maryland University dynamic simulator for chemical processes.", *Sum.Comp. Simul.Conf.*, (1984).

Cook W.J., Klatt J., Brosilow C.B., " Simulation of large scale dynamic systems.", *Comp.Chem.Eng.*, vol. 11, n° 3, P. 255-264, (1987).

Cranck J., *The mathematics diffusion*, Oxford University press, Ely house, London, (1956).

Depeyre D., Isambert A., Gomolka W., Dauvois P., Présentation d'un modèle de simulation dynamique d'un atelier d'évaporation à multiple effet. Application à la proposition de schémas de conduite de l'atelier. Colloque "Simulation dynamique des procédés", Paris, 30 Sept. (1986)

Dokkum W., De Vos R.A., *J.Agric.Food Chem.*, Vol. 38, P. 211-216, (1990).

Dolézal, R., Rolf A., Méthode de simulation semi-analytique et sans itération. Etude dynamique d'un processus non linéaire, *Rev. Gen. Ther. Fr.*, n°231, pp 169, 1981.

Downes M.J., King B., Rossel J.B., " Quality aspect of groundnut," Symposium proceeding n° 30 , *Food RA*, (1984).

Feinberg M., Faver J.C., Ireland-Ripert J., Répertoire general des aliments, Paris, Lavoisier, (1987).

Fletcher J.P., Ogbonda J.E., Sing L., Fele L., " The application of dynamic simulation to chemical plant control systems.", *Congrès " the use of computer in chemical engineering."*, Göteborg, P. 489, (1988).

France D.W., " Process operator training using dynamic digital simulator.", *Chem.Symposium Series.*, n° 79, (1983).

Francks O., " In practical aspect of heat transfer.", *Proc.of 1976 fall lecture series of New Jersey, North Jersey sections of AIChE, AIChE, NewYork*, P. 1-25, (1978).

Formo M.W., " Physical properties of fat and fatty acids.", *Bailey's industrial oil and fat products*, 3th edition, Vol 2, P. 178, (1985).

François R., *Les Industries des Corps Gras*, I.T.E.R.G, 1974

Gani R., Ruis C.A., Cameron I.T., " Studies in the dynamic of startup and shutdown operations of distillation columns.", *Congrès : the use of computers in chemical engineerings.*, Giardini Naxos, P. 541-546, (1987),

Garcia C.E., Morari M., " Internal model control.", *I.Proc.Design Dev.*, Vol 21, P.308-323, (1982).

Gear C.W., Petzold L.R., " ODE methods for the résolution of differential / algebraic systems ", *SIAM J. Numer. Anal.*, Vol. 21, n° 24, P. 716-728.

Gomolka W., Depeyre D., Isambert A., Dauvois P., " Présentation d'un modèle de simulation dynamique d'un atelier d'évaporation à multiple effet.", *Colloque Simulation Dynamique des procédés.*, Paris, (1986).

Gray R.M., " Evaporation : quality with economy.", *I.Chem.Eng.*, P. 259, London, (1984).

Hamilton R.J., Rossel J.B., Analysis of oils and fats, Elsevier applied science publisher, London and New York, (1986).

Hansen R., "Evaporation, membrane filtration and spray drying.", *North European Dairy Journal*, Chap 6, Copenhagen, (1983).

Hestroni G., Handbook of multiphase systems, McGraw, (1982)

Higbie R., *Trans. A.I.Ch.E.J*, Vol 31, P. 1215, (1935)

Hillestad M., Hertzberg T., " Dynamic simulation of chemical engineering systems by the sequential modular approach.", *Comp.Chem.Eng.*, Vol 10, n° 4, P. 377-388, (1986).

Hillestad M., Hertzberg T., " Convergency and stability of the sequential-modular approach to dynamic process simulation.", *Comp.Chem.Eng.*, Vol. 12, P. 407-414, (1988).

Holl P., Marquardt W., Gilles E.D., " DIVA : a powerful tool for dynamic process simulation.", *Comp.Chem.Eng.*, Vol 12, n° 5, P. 421-426, (1988).

Holland C.D., Liapis A.I., " Computer method for solving dynamic separation problems.", Mac Graw-Hill, (1983).

- Hron R.J., Koltran S.P., Gracci A., *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, Vol. 59, P. 673A, (1982).
- Hugot E., *Handbook of cane sugar engineering*, 3th edition, Elsevier. Amsterdam, P.1141, (1986).
- Joglekar G.S., Reklatis G.V. " Simulator for batch and semi-continuous processes.", *Comp.Chem.Eng.*, Vol 8. n° 6. P. 315-327, (1984).
- Karleskind A., " Détermination des caractéristiques physiques des corps gras.", *Mauel des corps gras*, tome 2, P. 1290, (1992).
- Lann J.M., Koelret B., " Programme de simulation de la dynamique des colonnes de rectification.", *Info.Chimie*, n° 2, P. 189-193, (1987).
- Lewis W.K., Whitman W.G., *Ind. Eng.Chem.*, Vol 16, P. 1215, (1924)
- Liu Y.C., Brosilow C.B., " Simulation of large scale dynamic systems.", *Comp. Chem. Eng.*, Vol. 11, P. 241-253, (1987).
- Locke M.h., Kuru S., Clark P.A., et Westerberg, ASCEND II : "An Advanced System for Chemical Engineeering Design," 11^e conférence annuelle de Pittsburg sur la modélisatoin et la simulation. Université de pittsburg, (1980)
- Lucas P., Depeyre D., Isambert A., " Dynamic simulation and control strategy of a continuous separation system with insteady inputs.", *The Use of Comp. In Chem.Eng. Conference*, Gothenburg, (1988).
- Mangold H.K., *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, Vol. 59, P. 673A, (1982).
- Modret F., " Détermination de la constitution des corps gras.", *Manuel des corps gras, Lavoisier*, tome 2, P. 1148, (1992).

Minton P.E., Handbook of evaporation technology, Noyes, Park Ridges, P. 963, (1985)

Mijares G., Cole J.D., Nangle N.W., Preisig H.A, Holland C.D., " A new criterion for the pairing of control and manipulated variables.", *AIChE J.*, Vol. 32, n° 9, P. 1449, (1986).

Nagar S., Lakshmana R., *Advances in hydroscience*, Vol. 10, Academic, New York, (1975).

Niederlinski A., " A heuristic approach to the design of linear multivariables interacting control system, *Automatica*, Vol. 7, P. 691-701, (1975).

Norris F.A., " Extraction fo fats and oils.", *Bailey's Industrial oil and fat products.*", Vol. 2, 3th edition, P. 215, (1985).

Othmer D.F. and Agarwal W.A., *Ing.Eng.Chem.*, Vol. 51, P. 543-546, (1950).

Pantelides C.C., Griters D., Morisson K.R., Sargent R.W.H., "The mathematical modeling of transient systems using differential algebraic equation.", *Comp.Chem.Eng.*, Vol 12 n° 5, P.449-454, (1988).

Patterson G.K. an Rozsa R.B., *Comput. Chem.Eng.*, Vol. 4, P.1, (1980)

Papastratos S., Depyre D., Isambert A., " Computerized optimum design and dynamic simulation of heat exchanger networks, Toulouse, *Escape*, Vol. 2, P. 283-286, (1992).

Perry R.H. and Chilton C.H., *Chem.Engineer's Handbook*, 6th edition, Mac Graw Hill, New York, Chapt. 3, (1984).

Perry R.H. and Chilton C.H., *Chem.Engineer's Handbook*, 6th edition, Mac Graw Hill, New York, Chapt. 13, (1984).

Ponton J.W., " Dynamic process simulation using flowsheeting structure.", *Comp.Chem.Eng.*, Vol. 7, n° 1, P.13-17, (1983).

Reid R.C., Prausnitz J.M., " The properties of gases and liquids.", Mac Graw Hill, (1975).

Road S.D., Downs J.J., Vogel E.F., Doss J.E., " The¹ integration of rigorous dynamic modeling and control system synthesis for distillation columns : an industrial approach, *Congres CPC3, Asilamar*, (1986).

Sargent R.W. and Perkins J.D., " SpeedUp : a new computer system for steady state and dynamic simulation of chemical processes.", *11th Australian Conference of Chemical Engineering, Brisbane*, p. 141-149, (1983).

Schwartz D.P., *J. Am. Oil Chem. Soc.*, Vol. 65 P. 246-251, (1988).

Sebastian D.J.G., Noblr R.G., Thalbynaygamators R.K., Wood R.K., " DPS : a unique tool for process simulation.", *2nd World Congres. Chem.Eng.*, Montreal, P.473-480, (1981).

Shaham M., "Equation-oriented approach to process flowsheeting.", *Comp.Chem.Eng.*, Vol. 6, P. 79-95, (1982).

Sherwood T.K., Pigford R.L., Wilke C.R., *Mass transfer*, Mac Graw Hill, New York, (1975).

Singleton J.A., Patte-H.E., *J.Am. Oil.Chem.Soc.*, Vol. 58, p. 873, (1981)

- Skogestad S., " disturbance injection", *Congres : the use of computers in chemical engineering.*, Göteborg, P. 365-371, (1988).
- Sonntag N.O.V., *Bailey's industrial fats and oils products*, Vol. 2, P. 94, (1986)
- Soulier J., Farines M., " Constituants mineurs des corps gras.", *Manuel des corps gras*, Tome 1, P. 94, (1992).
- Spencer G.F., Herb S.F., Grominsky P.J., *J.Am.Oil.Soc.*, Vol. 53, P. 94, (1986).
- Stalker H.T., Young C.T., " The fatty acids of peanuts.", *Oleagineux*, Vol. 44, n° 8-9, P. 419-424, (1989).
- Steiner M., Dynamic Models for Heat Exchangers, "XIIIth CEF Congress, 1987
- Stephanopoulos G., " Chemical process control, an introduction to theory and practice, Prentice-Hall, (1984).
- Swern D., ed. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, 3rd ed, Interscience Publishers, 1985
- Tandy D.C., " Introduction to fats and oil Technology, *American Oil Chemists' Society*, P. 59-84, (1991).
- Toro-Vazquez J.F., Infante-Guerrero R., *JAOCs*, Vol 70, n° 11, (1993.)
- Toor H.L., Marchello J.M., *A.I.Ch.J.*, Vol 16, P. 1, 97, (1958)
- Trevino R.A., Evans L.B., Britt H.I., Boston J.F., " Integrated simultaneous modular calculation.", *Congres : the use of computers in chemical engineering.*, Giardini Naxos, P. 343-346, (1987).

Treybal R.E., Mass transfer operation 3rd edition, Mac Graw Hill. New York, Toronto, London, (1980).

Ullsmann V., *encyclopedia of industrial chemistry*, VCH, Allemagne, P. 325, (1994).

Vignerot P.Y., Audegond M., Delvoye P., Levacq M., Monsigny A., Stoclin B., *Rev. Fse. Corps gras*, P. 359-368, (1986)

Wingard M.R., Coats H.B., *J.Am.Oil.Chemists' Society*, Vol. 27, P. 93-96, (1950)

Wolff J.P., Manuel d'analyse des corps gras, Azoulay, Paris, (1968).

Worthmington R.E., *J.Am.Oil.Soc.*, Vol. 54, P. 167, (1987).

Woodroof J., Peanut : production, processing, products, 3rd ed., Wesport : AVI Publishing Company, (1983).

Zeghal S., " Simulation dynamique de la polymérisation du styrène : développement et validation de modèles.", Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, (1992).

Annexe A

NOTATIONS UTILISEES

a	= l'épaisseur de l'écaille
$C_{1,2}$	= la concentration à l'entrée ou à la sortie de la phase liquide;
$C'_{1,2}$	= la concentration à l'entrée ou à la sortie de la phase solide;
c, c_d, c_i	= les vecteurs de consigne;
C_p, C_p'	= les chaleurs spécifiques de solvant et de l'huile;
C^*	= la concentration à l'équilibre;
C	= la concentration moyenne;
D	= le coefficient de diffusion de Fick;
G	= le gain du contrôleur;
$h_{1,2}$	= les enthalpies à l'entrée ou à la sortie;
h_p	= l'enthalpie de la vapeur;
H	= l'enthalpie molaire vapeur;
J	= le flux de diffusion moléculaire;
K	= la constante d'équilibre;
L	= l'enthalpie molaire liquide;
$m_{1,2}$	= le débit de la phase liquide à l'entrée ou à la sortie;
$m'_{1,2}$	= le débit de la phase solide à l'entrée ou à la sortie;
m_p	= le débit de vapeur d'eau;
M, M_p, M'	= les masses accumulées;
p_i	= la pression dans l'extracteur i ;
P_r	= la pression réduite
$Q_{1,2}$	= la chaleur de chauffage à l'entrée ou à la sortie de l'évaporateur;
r_w	= la chaleur de vaporisation;
R	= la constante gazeuse;
S	= débit de sortie;

$T_{1,2}, T$	= la température;
U	= le coefficient de transfert de chaleur;
V, V_g	= le volume;
W	= le flux de vapeur de chauffage
$x_{1,2}$	= la fraction massique de l'huile dans la phase liquide
$x'_{1,2}$	= la fraction massique de l'huile dans la phase solide
$y_{1,2}$	= la fraction massique du solvant dans la phase liquide
$y'_{1,2}$	= la fraction massique du solvant dans la phase solide
ξ	= le coefficient particulier de transfert de matière;
ξ^g	= le coefficient global de transfert de matière;
ϕ	= le flux de matière transféré par unité de temps et par unité de surface;
θ	= le temps de séjour;
δ	= l'épaisseur de la couche limite;
ρ	= la masse volumique;
λ	= la chaleur latente de condensation

ANNEXE B

EXPERIMENTATION

I - Préparation de l'échantillon

Les extractions ont été effectuées avec des graines d'arachide cultivées au Sénégal. Les graines sont décortiquées et les amandes avec la peau, sont entassées verticalement dans un paquet en papier. Le paquet d'arachide est d'abord mis au réfrigérateur pendant une heure. Ensuite, on le charge de paraffine ordinaire pour imbiber les amandes. La réfrigération a pour but de protéger les amandes contre tout effet de chaleur quand elles sont en contact avec la paraffine en fusion (56°C).

Il en résultera un bloc compact d'où seront prélevées, à l'aide d'un microtome réglable, des couches de différentes épaisseurs. Seules les sections coupées au milieu de l'amande seront utilisées pour l'expérimentation. Ceci pour optimiser la surface de contact et pour avoir des écailles les plus homogènes possibles. Les échantillons sont imbibés d'une grande quantité de paraffine. La paraffine doit donc être infiniment soluble dans le solvant utilisé, pour pouvoir l'éliminer par lavage rapide de quelques secondes.

II - Conduite de l'extraction

L'extracteur utilisé est un extracteur de SOXHLET de 70 ml de volume, renfermant une cartouche d'extraction poreuse en cellulose¹ de 25 × 80 mm qui va contenir l'échantillon. A l'extrémité inférieure de l'extracteur, il y a un ballon rond de 250 ml, tandis qu'à l'extrémité supérieure, est montée une ampoule cylindrique à robinet de 100 ml, par laquelle se fera l'alimentation du solvant. Le solvant va donc traverser

la matière solide et descendre par gravimétrie. Le miscella est recueilli dans le ballon rond.

Au bout d'un temps t d'extraction, on enlève la cartouche et la fait sécher avec l'échantillon, d'abord pendant 1 heure sous la hotte pour enlever toute trace de solvant et ensuite dans un four à 130°C pendant 3 heures pour éliminer toutes traces d'humidité. Afin d'achever le déshuilage, la cartouche et l'échantillon sont d'abord plongés dans une bouteille à col large contenant une grande quantité de solvant frais pendant 24 heures, et ensuite séchés sous la hotte et au four.

Le solvant utilisé est l'hexane commercial qui a une densité $d_{20} = 0.686$ et une température d'ébullition $E_b = 68^{\circ}\text{C}$. Toute les expériences ont été effectuées à la température ambiante, $27 - 28^{\circ}\text{C}$.

3 séries d'expériences ont été réalisées avec 3 groupes d'échantillons d'épaisseurs différentes :

- série 1 : échantillon ayant une épaisseur de $0,020\text{ cm}$
- série 2 : échantillon ayant une épaisseur de $0,025\text{ cm}$
- série 3 : échantillon ayant une épaisseur de $0,030\text{ cm}$