

Étude comparative de l'automatisation de chromatographes en ligne et de chromatographes pour analyses répétitives en laboratoire

par A. Isambert (*Laboratoire de génie et informatique chimiques, École Centrale des Arts et Manufactures, 92290 Chatenay-Malabry.*)

Introduction

Nous présentons ici une étude comparative des problèmes que nous avons rencontrés dans l'automatisation de deux séries de chromatographes en phase gazeuse destinés, respectivement, à l'analyse des produits à 3 niveaux de soutirage d'une colonne de distillation, et à l'analyse des produits (liquides et gazeux) provenant de fours de craquage thermique de produits pétroliers.

Le premier cas correspond à une analyse « en ligne » ; le second est du type « analyse répétitive en laboratoire ». La comparaison que nous proposons a été facilitée par le choix que nous avons fait, de réaliser l'automatisation des chromatographes d'analyse des produits de craquage en s'appuyant sur l'expérience acquise à partir de chromatographes « en ligne », les deux études étant réalisées sur un même ordinateur : un IBM 1800

Trois chromatographes « en ligne »

Notre laboratoire dispose d'une unité-pilote semi-industrielle de distillation sur laquelle une étude d'automatisation en mode « guide-opérateur » a été réalisée pour des mélanges binaires. Pour de tels mélanges, la seule connaissance des températures suffisait au calcul des concentrations des produits aux différents niveaux. Nous avons depuis entrepris l'extension du modèle existant à la distillation de mélanges multiples. Dans ces conditions, la mesure des compositions par chromatographie était un outil indispensable pour avoir une précision suffisante. Nous avons donc réalisé l'automatisation en ligne de 3 chromatographes analysant les mélanges en tête et en fond de colonne ainsi qu'au niveau d'un soutirage latéral situé à proximité du plateau d'alimentation.

Le fonctionnement « en ligne » de ces chromatographes rendait obligatoire un degré élevé d'intégration dans leur automatisation : d'où la commande automatique de l'injection. Les produits sont récupérés à la sortie des condenseurs des soutirages dans une boucle d'échantillonnage à faible débit qui les recycle au même niveau après passage dans la chambre d'injection du chromatographe. L'injection est à commande pneumatique, actionnée par un relais directement reliés aux sorties digitales de l'ordinateur.

La collecte des données se fait à l'aide des entrées analogiques de l'ordinateur par l'intermédiaire d'interfaces organisées autour d'amplificateurs à gains commutables. Les gains de ces amplificateurs sont commandés par les sorties digitales de l'ordinateur, de manière à situer constamment les valeurs

expérimentales dans la plage efficace de tension des entrées analogiques.

L'automatisation et le traitement des données sont gérés par un ensemble de programmes organisé autour d'un programme rapide, SCANE, qui effectue les tâches essentielles de validation et de traitement des données.

Le principe général de fonctionnement est celui d'analyses cadencées (ici toutes les 5 minutes). Mais l'opérateur dispose de la faculté de lancer une analyse à tout moment en provoquant une interruption de haut niveau de priorité.

Deux chromatographes d'analyse répétitive de laboratoire

Dans le cadre de ses recherches sur l'étude et la modélisation du craquage thermique d'hydrocarbures pétroliers, notre laboratoire dispose de plusieurs fours de petite taille destinés à l'obtention de valeurs expérimentales. Les produits obtenus en sortie de ces fours sont analysés sur des chromatographes affectés respectivement aux mélanges gazeux et liquides. Le caractère strictement répétitif de ces analyses a conduit à automatiser le processus. La réalisation est en cours de finition, mais les premiers tests ont permis d'en valider les conclusions.

L'injection a été maintenue sous sa forme manuelle, étant donné le caractère aléatoire de la présentation des échantillons (aléatoire dans le temps, mais aussi du fait des quantités disponibles ou du mode de présentation). Par contre, l'essentiel des éléments relatifs à la collecte des données et aux programmes de gestion de l'automatisation a pu être repris, avec un certain nombre de modifications dont nous parlerons plus loin. L'analyse se fait à la demande de l'opérateur. Elle s'arrête soit dès que le nombre de pics annoncés a été traité, soit à la demande de l'opérateur. Les temps de rétention et les surfaces des pics sont affichés de manière à laisser à l'opérateur la plus large marge d'interprétation des résultats.

Étude comparative

1. Les principales différences qui apparaissent, selon notre expérience, entre ces deux types de réalisation sont très liées aux fonctions que doivent réaliser les chromatographes dans les deux cas. Dans l'analyse en ligne, ils effectuent une analyse répétitive cadencée d'un mélange de produits connus ; la précision demandée n'est pas exigeante ; l'objectif est le contrôle de la qualité des produits obtenus et l'obtention de données destinées à établir les bilans de fonctionnement. Il s'agit donc principalement d'une analyse quantitative.

Dans le cas de l'analyse en laboratoire, les conditions expérimentales rendent difficile et non nécessaire un fractionnement cadencé. Leur plus grande exigence de précision conduit aussi souvent à la recherche de produits présents en petites quantités, parfois absents. Dans notre cas, par exemple, un temps de séjour trop important conduit à la formation en quantités non négligeables de composés cycliques ou de noyaux benzéniques ; leur détection est indispensable à la connaissance des mécanismes réactionnels. On a donc affaire à une analyse partiellement qualitative et plus exigeante en précision quant au quantitatif.

Ces différences de fonctions recoupent celles qui avaient conduit au choix des appareils lors de leur installation : robustes et fiables pour les appareils « en ligne » ; sensibles et souples d'utilisation pour les appareils de laboratoire.

2. La première remarque principale porte sur les choix de l'automatisation : dans l'analyse « en ligne », l'automatisation doit être intégrée (ici injection automatique) ; dans le cas de l'analyse en laboratoire, le rôle de manipulateur reste fondamental.

3. L'analyse « en ligne » est, dans la mesure où elle est effectuée sur un procédé continu, nécessairement cadencée, à un rythme compatible avec les temps de réponse du processus. Au laboratoire au contraire, c'est le manipulateur qui lance la manipulation. Dans les deux cas, toutefois, il doit avoir la possibilité d'intervenir (demande d'analyse de confirmation par exemple pour une analyse « en ligne »).

4. Les mélanges analysés « en ligne » sont connus qualitativement (en principe). En laboratoire, par contre, le fonctionnement doit être plus souple pour aider le manipulateur et non le gêner : nous avons choisi pour notre part de laisser au manipulateur la possibilité soit d'annoncer le nombre de corps attendus (avec arrêt du traitement lorsque tous ont été détectés), soit de décider lui-même de l'arrêt du traitement des données (dans la limite du nombre de corps maximal prévu actuellement, soit 20 corps). Les résultats fournis sont beaucoup plus explicites puisqu'ils indiquent, outre les compositions, les temps de rétention et les surfaces des pics, permettant ainsi au manipulateur une interprétation manuelle directe en cas, par exemple, d'absence d'un des corps attendus.

Conclusion

Ces expériences nous ont montré le caractère spécifique de chaque automatisation, malgré les apparences très semblables. Nous en

tirons la conclusion, à l'heure où les appareils automatiques (avec microprocesseur intégré) se multiplient sur le marché, qu'il est difficile, dans un domaine pourtant aussi connu que la chromatographie en phase gazeuse, d'offrir un mode d'automatisation unique quelle que soit la fonction effectuée par l'appareil. Nous sommes arrivés pour notre part à conserver une architecture

commune à nos différentes expériences, mais avec trop de différences au niveau du traitement de détail pour pouvoir unifier totalement nos systèmes. Des systèmes automatisés « multi-usages » doivent donc, nous semble-t-il, être envisagés avec prudence surtout s'ils se présentent sous une forme non modulaire, non adaptable par l'utilisateur en fonction de ses besoins.

Signalons pour terminer que cette expérience nous aura été très utile sur le plan de l'enseignement, puisqu'une part importante de l'étude a été réalisée avec la collaboration successive de groupes d'élèves-ingénieurs, dans le cadre de projets d'initiation à l'informatique industrielle.

Automatisation du contrôle de la composition et du calcul des caractéristiques des gaz naturels Système COCAGNE

par M. Charron, J.-P. Coquand et J.-J. Chéron

(Centre d'Essais et de Recherches sur les Installations Gazières, Direction des études et techniques nouvelles, Gaz de France, La Plaine Saint-Denis).

Dans le cahier des charges type pour la concession des distributions publiques de gaz sont définis les droits et obligations de l'autorité concédante (en général une municipalité) et de l'établissement public concessionnaire (Gaz de France). On trouve au chapitre IV une clause « qualité du gaz distribué » qui définit les paramètres à contrôler. Ils sont au nombre de quatre :

- la pression, dont on fixe la fourchette de variation ;
- le pouvoir calorifique,
- les caractéristiques de combustion, qui doivent rester sensiblement constantes dans un appareil d'utilisation conforme aux normes françaises et en bon état de fonctionnement,
- l'odeur, qui doit toujours être suffisante et caractéristique pour que les fuites soient immédiatement perceptibles à l'odorat et qui doit disparaître par la combustion complète du gaz.

L'esprit du texte est d'assurer la régularité de la transaction commerciale et la sécurité du public.

Établi à l'époque où l'on distribuait essentiellement du gaz de houille, le cahier des charges est le reflet des soucis de l'industrie gazière de l'époque. Malgré la profonde mutation de celle-ci, il n'en demeure pas moins valable à quelques aménagements ou mises à jour près.

La pression liée à la qualité de la distribution ne nous intéressera pas dans la suite, qui concernera uniquement les trois autres facteurs, représentant réellement la qualité du gaz.

Au départ, pouvoir calorifique et caractéristiques de combustion ont été mesurés par des appareillages normalisés simples. Dans certaines petites exploitations, par exemple pour contrôler le pouvoir calorifique, on mesurait le volume de gaz nécessaire pour évaporer une masse d'eau connue dans un système brûleur - récipient bien défini. Ces déterminations rendaient compte de la

conformité aux spécifications mais ne constituaient pas de véritables mesures.

Les appareils de mesure, cependant, existent, mais leur coût et les contingences qu'ils imposent les ont réservés pendant longtemps aux exploitations importantes.

Avec le calorimètre automatique Cutler-Hammer, on mesure le pouvoir calorifique en transférant la chaleur obtenue par la combustion du gaz à un courant d'air et en mesurant l'élévation de température de cet air. Les débits de gaz et d'air sont dans un rapport fixe, à une température qui est celle d'un bain d'eau. Les gaz de combustion sont isolés de l'air chargé d'absorber la chaleur et refroidis de façon à être à une température à peine supérieure de quelques degrés à la température de l'air et du gaz entrants. Dans ces conditions, l'eau formée dans la combustion se condense et l'élévation de température est proportionnelle au pouvoir calorifique du gaz. Celle-ci est mesurée par un thermomètre à résistance.

Cet appareil nécessite une climatisation soignée car, si sa lecture est une fonction linéaire de la résistance du thermomètre, cette dernière est, elle, une fonction quadratique de la température ; par conséquent, en ambiance non contrôlée, la réponse ne sera pas une fonction linéaire du pouvoir calorifique. De même, lorsque la température extérieure se modifie, les débits de gaz et d'air entrants changent ainsi que leur teneur en vapeur d'eau. Enfin, la maintenance d'un tel matériel impose une visite hebdomadaire. Il s'agit cependant là d'un appareil de base de l'industrie gazière.

Les caractéristiques de combustion (indice de Wobbe * essentiellement peuvent être

* L'indice de Wobbe repère le débit calorifique d'un appareil donné alimenté sous pression constante auquel il est proportionnel. Il s'exprime en kilowatts-heures par mètre cube normal.

mesurées à l'aide du brûleur-contrôleur, type Gaz de France. La détermination est précise, certes, mais délicate pour les gaz naturels, avec lesquels de multiples précautions sont nécessaires pour éliminer les erreurs dues aux conditions ambiantes. Une forme analytique, issue d'études théoriques, a été trouvée pour l'indice de Wobbe : ce dernier est égal au pouvoir calorifique divisé par la racine carrée de la densité du gaz :

$$W = \frac{PCS}{\sqrt{d}}$$

On préfère donc aujourd'hui, pour l'obtenir, associer au calorimètre dont il a été question plus haut un densimètre.

En ce qui concerne l'odeur, le contrôle se faisait par des équipes spécialement entraînées. La mesure a d'abord été celle d'un pouvoir odorant, puis celle d'une intensité d'odeur.

En dehors de ces paramètres qu'elle a obligation de contrôler, l'industrie gazière a également ses propres besoins : elle souhaite disposer des caractéristiques physiques des gaz qu'elle achète, transporte, stocke et distribue, ne serait-ce que pour établir ses bilans. Les caractéristiques essentielles sont le facteur de compressibilité (Z) pour le calcul des débits, la viscosité qui intervient dans le calcul des pertes de charge, le rapport des chaleurs spécifiques à pression et à volume constants pour la compression, les températures de rosée eau et hydrocarbures pour la sécurité du transport.

En fait, chacun des paramètres envisagés ci-dessus est fonction de la composition des gaz. Il importe donc, dans un premier temps, de faire l'analyse du gaz de façon simple. Comment se pose le problème ? La composition d'un gaz naturel épuré est donnée dans le tableau I.

A l'examen de ce tableau, on se rend compte que seule la chromatographie permettra