

Joseph Lieto
Jean-Jacques Aune
Jacques Metzger

Spécificité de l'enseignement de génie chimique appliqué à chimie fine

1. Introduction

Les procédés chimiques discontinus ont permis de satisfaire la demande en produits chimiques jusqu'à la deuxième guerre mondiale. A cette époque, l'augmentation de la demande a conduit à la mise en place de procédés continus permettant des productions de plus gros tonnages. Cette évolution, qui s'est faite parallèlement à l'explosion des sciences informatiques, a conduit à l'élaboration de nombreux programmes informatiques pour la mise en œuvre des procédés continus.

L'industrie pétrolière, qui fait appel quasi totalement à des procédés continus, a été le fer de lance de cette évolution qui a mis

au second rang l'étude automatique des procédés discontinus. Toutefois, des changements économiques semblent renverser cette tendance.

Les transferts de technologies permettent aux pays producteurs la mise en œuvre de la transformation du pétrole sur les lieux de production. Il appartient donc aux pays industrialisés de trouver de nouvelles potentialités chimiques. Une de ces potentialités semble être la chimie fine faisant largement appel aux procédés de production discontinus.

2. Enseignement du génie chimique et de la chimie fine

La chimie fine, offrant des produits à haute valeur ajoutée, doit donc être développée. Pour cela, il faut que les ingénieurs formés dans nos écoles puissent :

- non seulement œuvrer dans le domaine des procédés continus (Objectif A),
- mais aussi réaliser des réactions discontinues aussi complexes soient-elles (Objectif B).

Notre Institut possède depuis sa création cette double spécificité :

- Pétroléochimie (Objectif A),
- Synthèse Organique Industrielle (Objectif B).

L'enseignement d'un génie chimique, à partir des concepts généraux sur les phénomènes de transport, et d'une chimie organique de haut niveau mais à vocation résolument industrielle, permet aux étudiants d'apprécier le procédé dans sa globalité en tenant compte tout autant des processus chimiques que des processus physiques. Dans cet esprit, nous fondons notre cours sur une approche systémique des sciences de l'ingénieur - l'établissement de bilans macroscopiques et microscopiques de matière, d'énergie et de quantité de mouvement - et démontrons la polyvalence de cet outil à partir d'exemples tirés de la synthèse organique fine.

3. Le projet de génie chimique

Nous nous proposons de décrire cette méthodologie du génie chimique appliquée à la chimie fine, telle qu'elle est enseignée à l'IP-SOI. Durant le troisième trimestre, nous confions aux élèves en fin de première année, un projet de génie chimique qui permet l'application globale des concepts enseignés aux cours des deux premiers trimestres. Le projet traite de la conception et du dimensionnement d'une unité polyvalente travaillant en discontinu et pouvant produire 100 kg/jour d'un produit. Un thème

général est proposé à la promotion entière (une quinzaine d'élèves), tandis que chacun des élèves a une réaction bien spécifique à étudier. Les thèmes retenus sont simples, tels que l'estérification, l'éthérification...

Les différentes étapes d'un projet industriel peuvent être représentées par la figure 1. Nous allons suivre les différentes étapes à partir d'un exemple, la fabrication de 100 kg/jour de méthoxy-4-acétophénone.

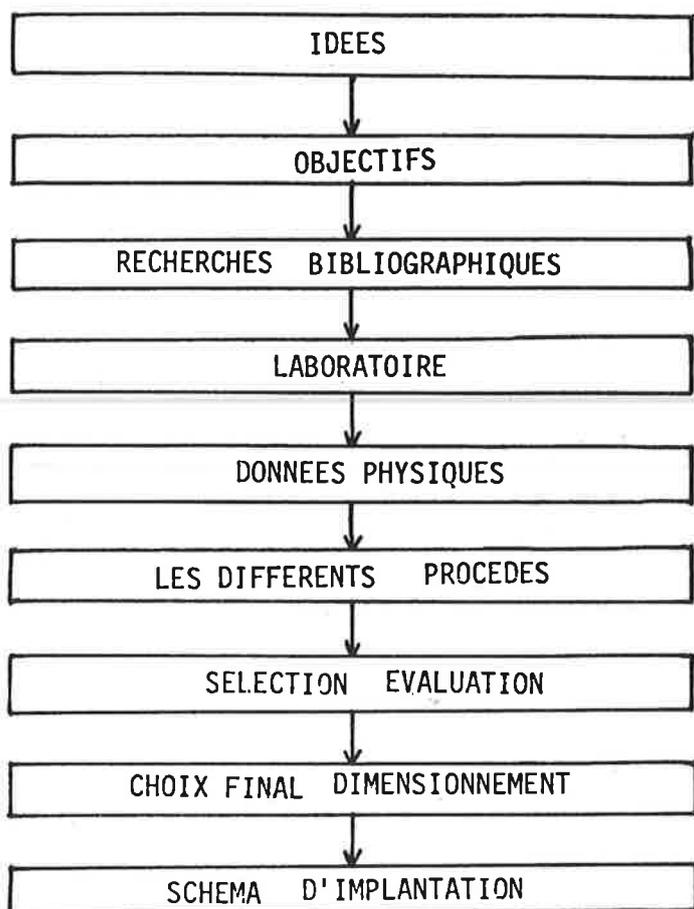
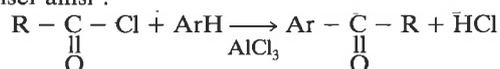


FIGURE 1. - Les différentes étapes d'un projet industriel.

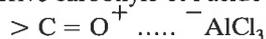
3.1. Étude bibliographique

Généralités sur la réaction

L'acylation de Friedel et Crafts est la méthode la plus utilisée pour la préparation d'arylcétone. L'acylation implique la condensation d'un chlorure d'acide et d'un aromatique en présence d'un catalyseur de Friedel et Crafts. La réaction peut se schématiser ainsi :



Le mécanisme de la réaction implique la création d'un complexe oxonium entre le dérivé carbonylé et l'acide de Lewis.



La formation de ce complexe oxonium nécessite une quantité de catalyseur équivalente à celle de l'agent acylant. Un excès de catalyseur est nécessaire pour permettre l'avancement de la réaction.

La littérature contient un mode opératoire pour la préparation de la méthoxy-4-acétophénone à partir d'anisole et de chlorure d'acétyle. Les caractéristiques principales de ce mode opératoire sont les suivantes :

- le solvant employé est le disulfure de carbone,
- la réaction est effectuée en présence d'un très large excès de catalyseur (plus du double en mole, par rapport aux réactifs).

Le mode opératoire de base proposé dans la littérature est représenté par la figure 2.

3.2. Étude au laboratoire

Nous passerons en revue les principaux paramètres étudiés.

Solvant : l'étude de la réaction a permis d'éliminer le solvant CS_2 . Ce solvant ne présente pas des propriétés physiques compatibles avec les normes d'un procédé industriel.

Catalyseur : parmi les acides de Lewis, le trichlorure d'aluminium a donné les meilleurs résultats. Toutefois, une étude du rendement de la réaction en fonction de la quantité de catalyseur et de la température a permis de diminuer la quantité de catalyseur en augmentant la température.

Rendement : la réaction a été optimisée par la méthode Simplex (cette méthode permet de trouver l'optimum d'un paramètre cible, dans ce cas le rendement, en faisant varier l'ensemble des autres paramètres ; elle ne nécessite pas l'utilisation de moyens de calcul automatique).

Cinétique de la réaction : la cinétique de la réaction a été obtenue à 3 températures.

Bilan de matière : un bilan de matière détaillé a pu être établi.

Conclusions :

- le réactif aromatique peut être utilisé comme solvant à la place du disulfure de carbone ;
- la quantité de catalyseur mise en jeu a pu être limitée à 1,4 équivalent molaire par rapport au réactif (au lieu de 2,4) ;
- une température moyenne de 60°C est suffisante ;
- le mode opératoire a été simplifié. Il a été vérifié qu'il permettait d'obtenir des résultats reproductibles ;

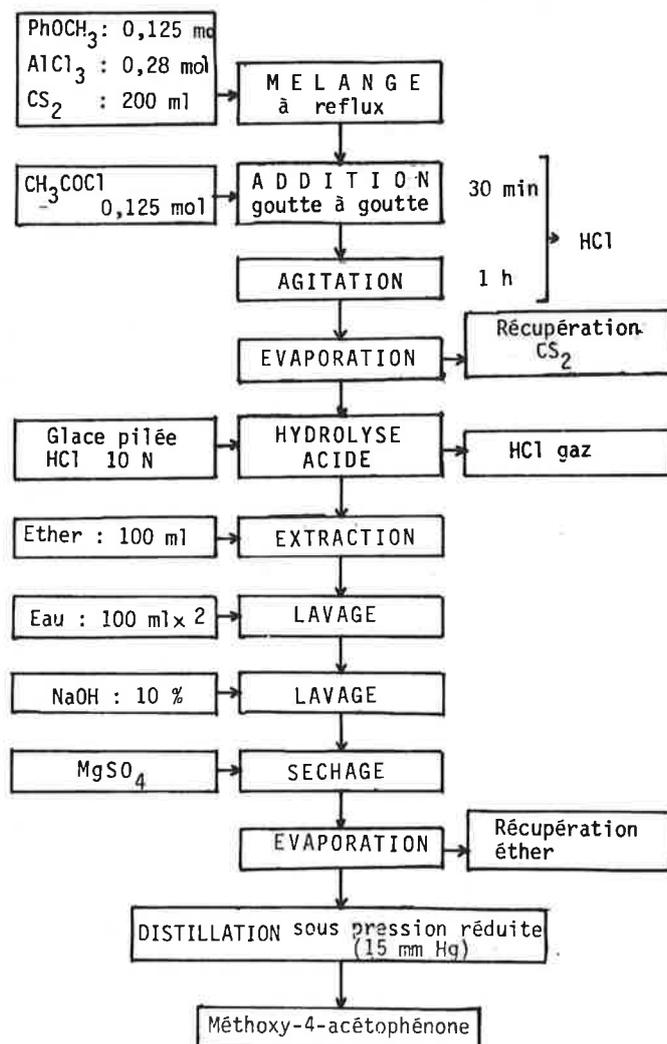


FIGURE 2. - Schéma des différentes opérations : mode opératoire initial.

- la cinétique de la réaction a été obtenue ;
- le bilan de matière a été effectué.

Nous donnons le bilan de matière obtenu pour la réaction optimisée au laboratoire dans la figure 3.

3.3. Obtention des données physiques

- La cinétique nous permet de prévoir le comportement de la réaction en cas de changement des paramètres qui régissent la réaction (température, temps, concentrations...).
- Les données thermodynamiques nous permettent de calculer la plupart des opérations unitaires.
- Le bilan de matière à l'échelle du laboratoire nous permet d'établir un bilan de matière approximatif à l'échelle de l'installation.
- Les matériels à utiliser : types de réacteurs continu-discontinu, agitation, matériaux.
- Les utilités disponibles sur le site d'implantation.
- La sécurité du procédé.
- L'estimation des prix.

3.4. Sélection du procédé

La faible production de marché (100 kg/jour) associée à la nécessité d'avoir un appareillage de production souple et interchangeable implique le choix d'un réacteur discontinu (batch).

3.5. Dimensionnement final du procédé

Il est évident qu'un bilan de matière complet au niveau industriel ne peut être établi que lorsque tous les appareillages nécessaires auront été dimensionnés, c'est-à-dire lorsque le rendement sera connu. Toutefois, pour initialiser les calculs, il est indispensable d'avoir un ordre de grandeur des débits circulants d'un appareillage à l'autre. Pour cela, nous avons affecté chacune des opérations unitaires impliquées dans le procédé d'un rendement approximatif obtenu à partir de la littérature.

Facteur d'extrapolation

Rendement global en méthoxy-4-acétophénone = 77,4 %

Quantité de produit utilisée au laboratoire = 0,125 mole

Quantité de produit attendue = 665,9 moles (soit 100 kg)

Facteur d'extrapolation : $F = \frac{665,9}{0,774 \times 0,125} = 6882,7$

Ce facteur d'extrapolation permet l'établissement d'un bilan de matière approximatif.

A partir de ce bilan préliminaire, on peut calculer la taille approximative des équipements et établir un diagramme qualitatif du procédé (figure 4). Les éléments composant l'installation sont choisis parmi le matériel de catalogue (réacteurs, verrerie industrielle, pompes, etc.). Les calculs nécessaires au dimensionnement des appareillages peuvent maintenant être effectués.

La cinétique de l'acylation permet de connaître le temps et la température nécessaires au déroulement de la réaction. Un bilan de chaleur tenant compte de la chaleur de réaction devra être pris en considération en même temps que la cinétique. Un bilan de chaleur dans la double enveloppe du réacteur tenant compte des pertes thermiques est établi.

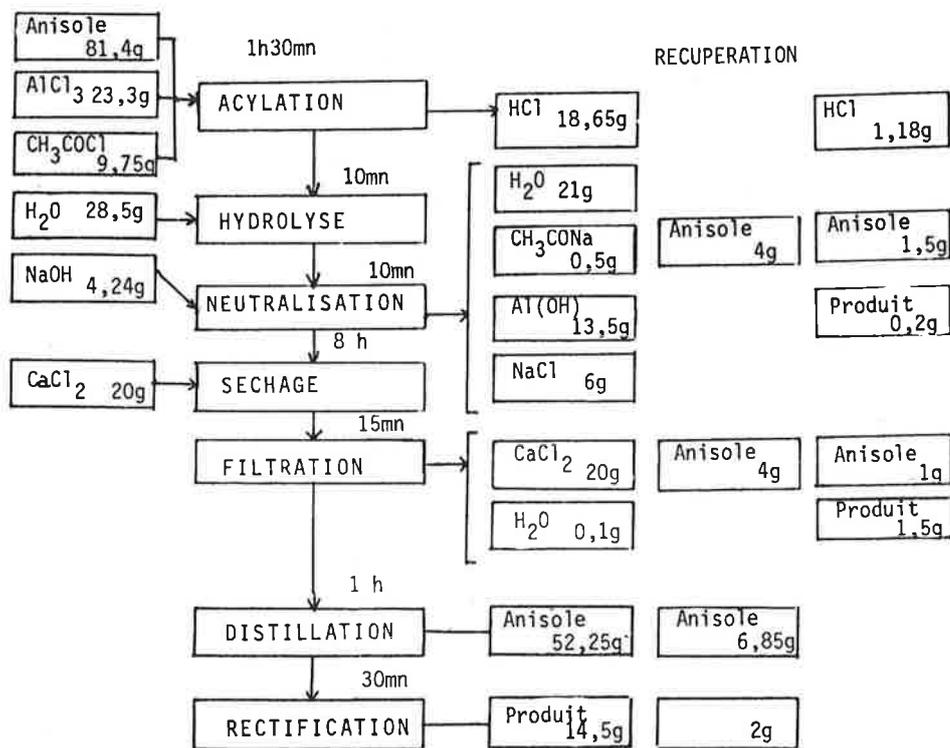
L'hydrolyse et la neutralisation sont aussi des réactions chimiques produisant de la chaleur. Une cinétique associée à un bilan thermique doivent être simultanément prises en compte. La chaleur dégagée en fonction du temps sera donc connue et le bilan thermique dans la double enveloppe du réacteur pourra être effectué.

Les puissances d'agitation nécessaires, le temps de vidange sont alors calculés, ainsi que les temps de séchage et de filtration.

La distillation peut être enfin dimensionnée (diamètre, hauteur, calorifugeage).

Les calculs relèvent du génie chimique et sont bien sûr complètement automatisés. L'évaluation économique est alors effectuée.

Un bilan de matière définitif et un diagramme de procédé quantitatif peuvent alors être établis (figure 5). Un schéma d'implantation peut alors être effectué.



Le bilan de matière massique :

Entrées : 167,21 ± 0,5 g

Sorties : 146,95 ± 0,5 g

Pertes : 18,68 ± 0,5 g

Bilan :

$$\frac{146,95 \times 100}{167,21} = 87,8\%$$

- Le bilan de matière est bouclé à 88 %.

- Les pertes sont évaluées par différence.

Rendement en produit final :

$$\frac{14,5}{18,77} \times 100 = 77,4 \%$$

ENTREES 167,21 ± 0,5 g 146,95 SORTIES 12,8 PERTES 5,83

FIGURE 3. - Bilan de matière massique obtenu au laboratoire.

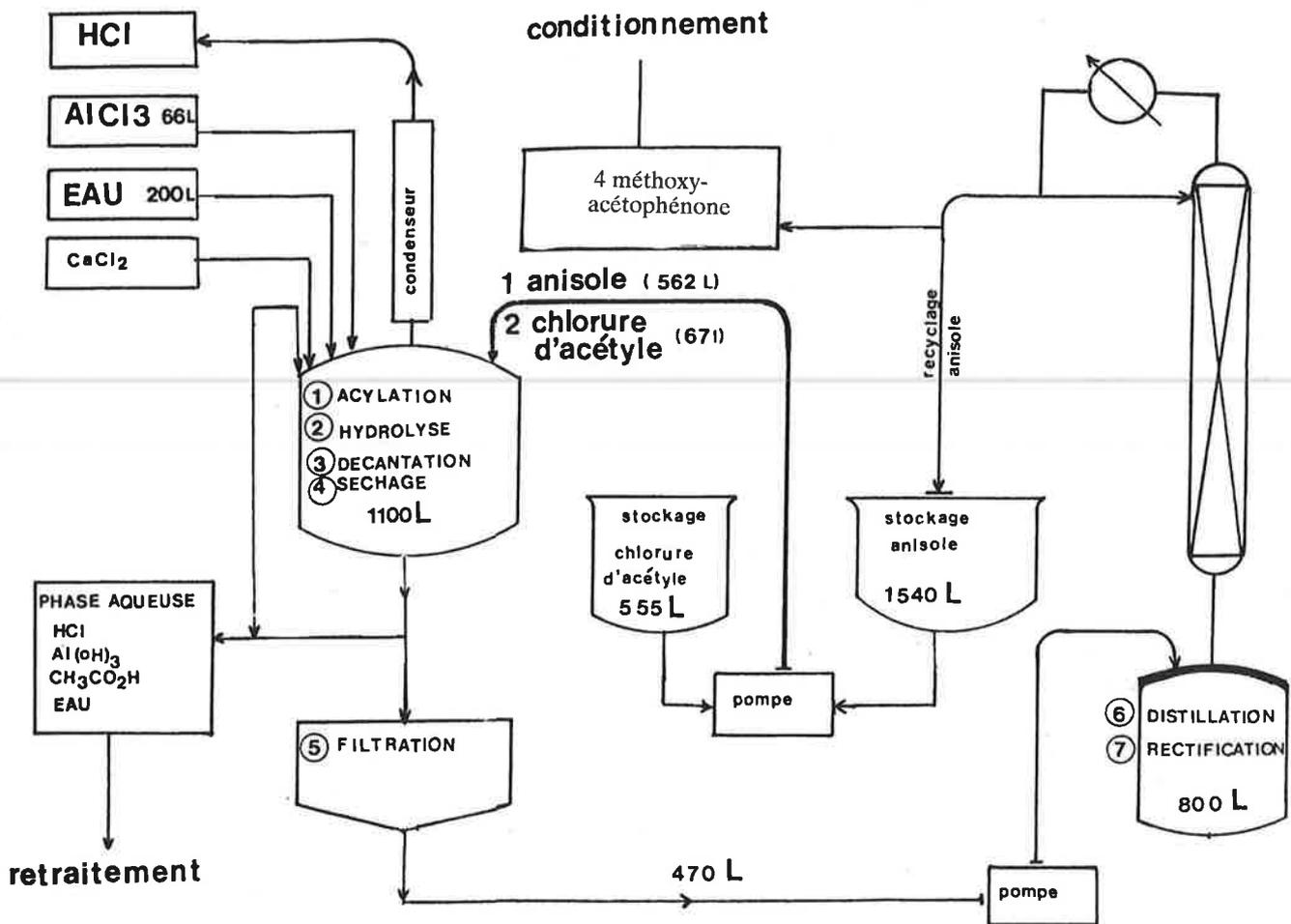
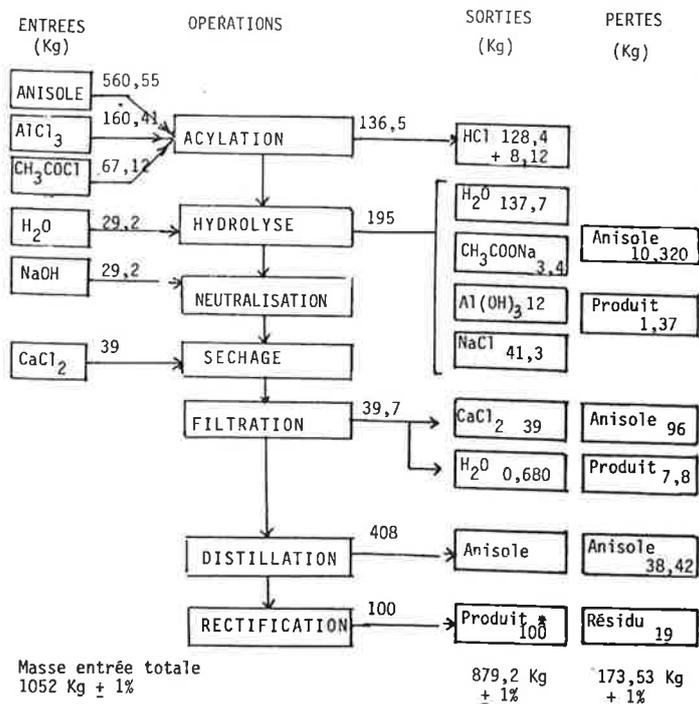


FIGURE 4. - Implantation. Fabrication de 100 kg/jour de méthoxy-4-acétophénone.



* Méthoxy-4-acétophénone

FIGURE 5. - Représentation schématique du bilan massique au pilote.

3.6. Présentation du projet

Les élèves doivent rédiger leur rapport sous forme de trois mémoires :

Mémoire Laboratoire : l'étude expérimentale qui permet de faire l'adéquation entre la chimie et les contraintes industrielles y est présentée.

Mémoire Calcul : ce mémoire rassemble tous les calculs des éléments du diagramme de procédés ainsi que les programmes informatiques nécessaires au dimensionnement.

Mémoire Descriptif et Schéma d'Implantation : ce dernier mémoire permet de connaître le type d'appareillage choisi et sa mise en place dans le futur atelier.

4. Conclusion

La principale caractéristique de notre enseignement sur la mise en œuvre industrielle de la chimie fine repose sur l'indissociabilité du génie chimique et de la chimie. L'élève-ingénieur apprend à considérer la chimie sous un angle résolument industriel et à dimensionner des appareillages discontinus par des méthodes faisant largement appel à l'informatique.

Le dimensionnement de l'unité à vocation polyvalente que nous demandons d'effectuer à nos élèves-ingénieurs devrait intégrer les problèmes d'automatisation des procédés. Or, par suite de contraintes d'emploi du temps, il n'est pas possible d'effectuer un enseignement sur l'automatisation en première année. Toutefois, les élèves de première année sont conscients de cette lacune qu'ils combleront lors de leur deuxième année.