

---

# TABLE DES MATIERES

---

|   |    |
|---|----|
| Liste des Figures.....                                    | 4  |
| Liste des Tableaux.....                                   | 7  |
| Notations.....  | 8  |
| Introduction.....   | 12 |
| I.- Description de l'installation pilote.....             | 15 |
| I.1.-Equipements.....                                     | 17 |
| I.1.1.- Présentation de l'installation.....               | 17 |
| I.1.2.- Système de chauffage-refroidissement.....         | 19 |
| I.1.3.- Le réacteur et son équipement.....                | 26 |
| I.1.4.- Instruments de mesure.....                        | 29 |
| II.- Automatisation de l'installation pilote.....         | 32 |
| II.1.- Automatisation de l'installation pilote.....       | 33 |
| II.1.1.- Le superviseur industriel PROCESSYN.....         | 34 |
| II.1.2.- L'automate programmable FESTO FPC 405.....       | 41 |
| II.1.3.- Le calculateur de simulation et de commande..... | 44 |
| II.1.4.- Modes de fonctionnement de l'installation.....   | 48 |

|  |            |
|--|------------|
| II.2.- Régulation de la température.....   | 51         |
| II.2.1.- Asservissement géré par le superviseur.....   | 52         |
| II.2.2.- Asservissement géré par l'automate.....   | 57         |
| II.2.3.- Les programmes de régulation.....   | 61         |
| <b>III. Modélisation dynamique du réacteur et de son contenu.....</b>  | <b>66</b>  |
| III.1.- Principe du modèle de simulation.....  | 67         |
| III.1.1.- Bilan de matière.....  | 67         |
| III.1.2.- Bilan d'énergie.....   | 72         |
| III.2.- Le modèle de simulation.....   | 97         |
| III.2.1.- Identification des coefficients partiels de transferts thermiques<br>à l'aide du modèle de simulation..... | 97         |
| III.2.2.- Validation du modèle avec une réaction chimique.....   | 104        |
| <b>IV. Acétylation du résorcinol. Etude cinétique et thermique .<br/>Réalisation au niveau du pilote.....</b>        | <b>108</b> |
| IV.1.- Etude cinétique.....  | 109        |
| IV.1.1.- Méthodologie.....   | 109        |
| IV.1.2.- Partie expérimentale.....   | 113        |
| IV.2.- Etude thermique.....  | 131        |
| IV.2.1.- Détermination des paramètres thermodynamiques.....  | 131        |
| IV.2.2.- Partie expérimentale.....   | 133        |
| IV.3.- Réalisation au niveau pilote.....   | 142        |
| IV.3.1.- Conditions de réaction.....   | 142        |
| IV.3.2.- Résultats.....  | 143        |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Conclusion</b> .....   | 146 |
| <b>Bibliographie</b> .....  | 149 |
| <b>Annexes</b> .....  | 153 |
| Annexe A : Documentation. Constructeurs des différents organes de l'installation..... | 154 |
| Annexe B : Propriétés physico-chimiques du fluide.....                                | 156 |
| Annexe C : Programmes implantés sur l'automate.....                                   | 159 |
| Annexe D : Fichiers utilisés par le modèle de simulation.....                         | 174 |
| Annexe E : Résultats des essais sur réacteur calorimétrique.....                      | 201 |

---

## RESUME

---

La première partie du travail présenté concerne la conception et le montage d'un réacteur pilote émaillé d'un volume de 5 litres, équipé d'un système de chauffage-refroidissement à fluide unique. Les différents composants ont été choisis dans l'optique d'une automatisation totale de l'installation.

La deuxième partie décrit l'automatisation et la mise en route de l'installation. Un superviseur industriel permet le dialogue entre l'opérateur et l'installation ainsi que le déroulement et la gestion des sécurités du procédé et des équipements. L'opérateur peut ainsi travailler en mode automatique ou reprendre le contrôle du procédé en cas de besoin. Un automate assure la liaison entre le superviseur et l'installation au même temps qu'il comporte les programmes de régulation de température. Ceux-ci sont, pour l'instant, des régulateurs simples qui donnent des résultats tout à fait satisfaisants. Un logiciel destiné à la simulation, à l'estimation paramétrique et à la commande de procédés a été incorporé au système.

La troisième partie traite de l'adaptation du modèle de simulation au réacteur pilote et de sa validation. Des essais de chauffage-refroidissement d'inertes ont permis d'identifier les coefficients nécessaires au calcul des échanges thermiques au niveau du réacteur. Une vérification par différentes méthodes de calcul a été réalisée. Les coefficients ont été validés par la réalisation de la réaction de saponification de l'acétate d'éthyle par la soude.

La dernière partie de ce travail, porte sur l'étude de la réaction d'acétylation du résorcinol. Les paramètres thermodynamiques ont d'abord été déterminés par calorimétrie dans un réacteur de 2 litres et les constantes cinétiques à l'échelle du laboratoire. La réalisation des essais au niveau du pilote a montré que les résultats des simulations étaient en accord avec ceux de l'expérience.