

TP n° 5

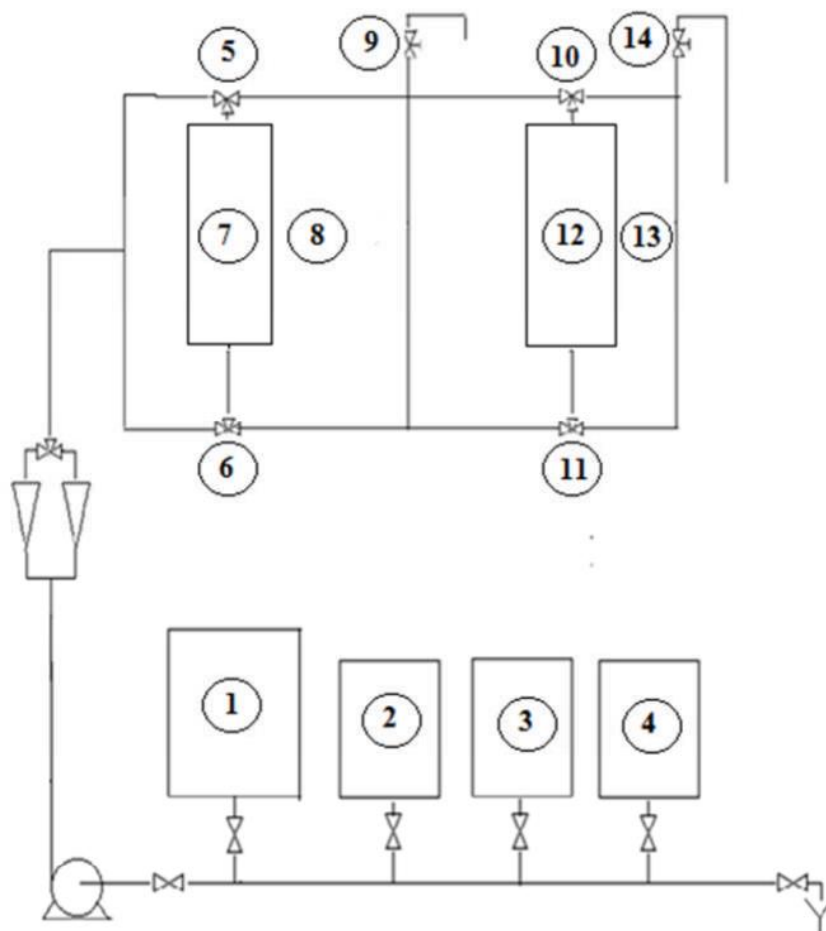
Les échangeurs d'ions

BN : C'est un TP de 6h nous le réalisons en 3h en enlevant quelques manipulations

I. But de la manipulation

L'utilisation du pilote TE100 afin de montrer le fonctionnement des résines échangeuses d'ions. Les opérations d'adoucissement et de minéralisation sont suivies en parallèle grâce à la possibilité de mesurer la conductivité en sortie de résine cationique et en sortie de résine anionique.





II Description de l'appareillage

L'appareil consiste essentiellement en deux colonnes contenant chacune un type de résine échangeuse d'ions, montées sur un panneau lui-même supporté par une charpente, ainsi que leurs organes de stockage de contrôle et de mesure.

- 1- Cuve d'alimentation d'eau brute ou de solution à traiter, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 100l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type de boisseau sphérique en PVC transparent et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
- 2- Cuve d'alimentation d'eau déminéralisée de lavage ou de réception d'eau déminéralisée ou décationisée, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 50 l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type à boisseau sphérique en PVC et joint d'étanchéité en PTFE DN 10.
- 3- Cuve d'alimentation de solution acide sulfurique ou de chlorure de sodium de régénération de la résine cationique, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 25 l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type à boisseau sphérique en PVC et joint

- d'étanchéité en PTFE, DN 10.
- 4- Cuve d'alimentation de solution de soude de régénération de la résine anionique, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 25 l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type à boisseau sphérique en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 5- Vanne trois voies de choix d'alimentation ou de sortie haute de la résine échangeuse de cations, de type de boisseau sphérique en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 6- Vanne trois voies de choix d'alimentation de sortie ou de « by-pass » de la résine échangeuse de cations, de type de boisseau sphérique en L en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 7- Colonne contenant la résine de type cationique en altuglas ; diamètre inférieur 50 mm, hauteur 450 mm ; grilles de supportage et d'arrêt de la résine en acier inoxydable 304 L, maille 0.5 mm ; volume total de résine utile 0.81.
 - 8- Colonne contenant la résine de type cationique en altuglas ; diamètre inférieur 50 mm, hauteur 125 mm ; grilles de supportage et d'arrêt de la résine en acier inoxydable 304 L, maille 0.5 mm ; volume total de résine utile 0.21.
-
- 9- Cuve d'alimentation d'eau brute ou de solution à traiter, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 100l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type de boisseau sphérique en PVC transparent et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 10- Cuve d'alimentation d'eau déminéralisée de lavage ou de réception d'eau déminéralisée ou décationisée, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 50 l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type à boisseau sphérique en PVC et joint d'étanchéité en PTFE DN 10.
 - 11- Cuve d'alimentation de solution acide sulfurique ou de chlorure de sodium de régénération de la résine cationique, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 25 l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type à boisseau sphérique en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 12- Cuve d'alimentation de solution de soude de régénération de la résine anionique, en PVC transparent, parallélépipédique, capacité utile 25 l, avec une vanne d'arrêt et de vidange de type à boisseau sphérique en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 13- Vanne trois voies de choix d'alimentation ou de sortie haute de la résine échangeuse de cations, de type de boisseau sphérique en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 14- Vanne trois voies de choix d'alimentation de sortie ou de « by-pass » de la résine échangeuse de cations, de type de boisseau sphérique en L en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
 - 15- Colonne contenant la résine de type cationique en altuglas ; diamètre inférieur 50 mm, hauteur 450 mm ; grilles de supportage et d'arrêt de la résine en acier inoxydable 304 L, maille 0.5 mm ; volume total de résine utile 0.81.
 - 16- Colonne contenant la résine de type cationique en altuglas ; diamètre inférieur 50 mm, hauteur 125 mm ; grilles de supportage et d'arrêt de la résine en acier inoxydable 304 L, maille 0.5 mm ; volume total de résine utile 0.21.
 - 17- Robinet de réglage du débit d'alimentation du circuit de la résine échangeuse de cations de type à membrane en PVC et membrane en Viton, DN 10.
 - 18- Vanne trois voies de choix d'alimentation ou de sortie de la résine échangeuse d'anions, de

- type à boisseau sphérique en L en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
- 19- Vanne trois voies de choix d'alimentation ou de sortie de la résine échangeuse d'anions, de type à boisseau sphérique en L, en PVC et joint d'étanchéité en PTFE, DN 10.
- 20- Colonne contenant la résine de type anionique en altuglas ; diamètre inférieur 50 mm, hauteur 450 mm ; grille de supportage et d'arrêt de la résine en acier inoxydable 304 L, maille 0.5 mm ; volume totale de résine utile 0.21.
- 21- Robinet de réglage du débit d'alimentation de circuit des résines échangeuses d'ions de type à membrane en PVC et membrane en Viton, DN 10.
- 22- Charpente de supportage en tube carrés en acier inoxydable 304 L et plateau support en PVC ; L X P X H : 1.4m X 0.75mX 1.19m.

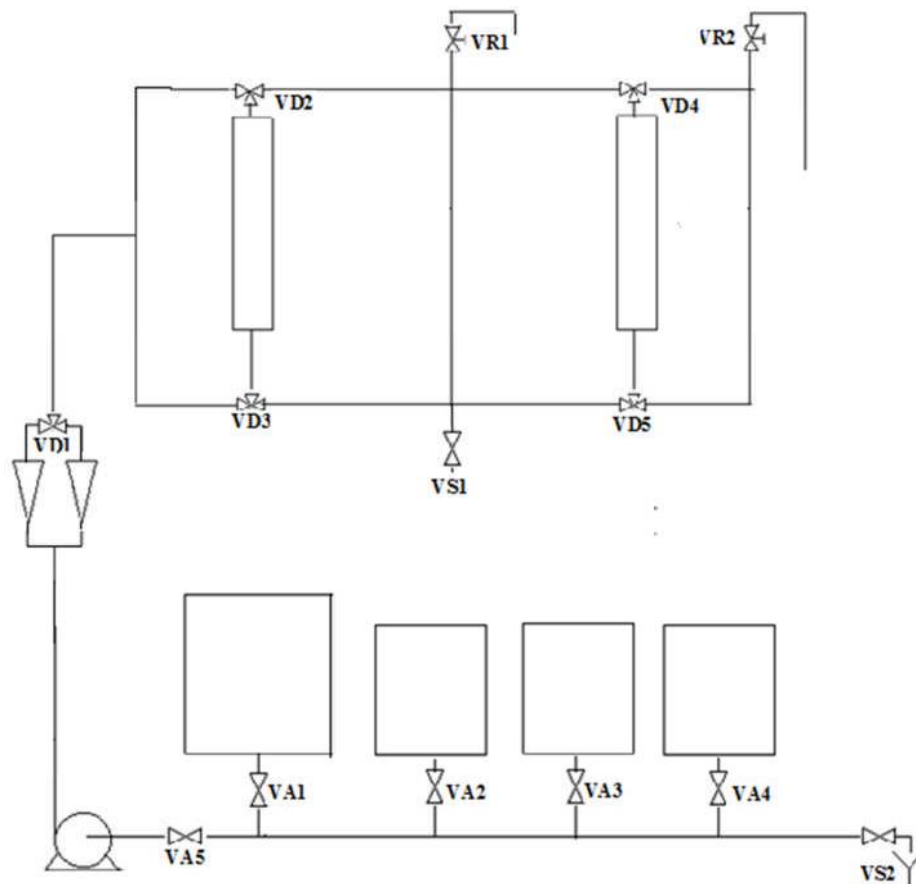


Figure 26: schéma de la liste des vannes

Liste des vannes :

Figure 26: schéma de la liste des vannes

- VA1 : vanne manuelle d'alimentation d'eau brute,
- VA2 : vanne manuelle d'alimentation d'eau déminéralisée,
- VA3 : vanne manuelle d'alimentation de régénération acide,
- VA4 : vanne manuelle d'alimentation de régénération basique,
- VA5 : vanne manuelle d'alimentation générale,

VD1 : vanne manuelle de distribution débitmètre,
VD2 : vanne manuelle à haute distribution résine cationique, VD3 : vanne manuelle à basse distribution résine cationique, VD4 : vanne manuelle à haute distribution résine anionique, VD5 : vanne manuelle à basse distribution résine anionique,
VS1 : vanne manuelle de sortie canalisation résine,
VS2 : vanne manuelle de sortie canalisation alimentation,
VR1 : vanne manuelle de réglage débit résine cationique,
VR2 : vanne manuelle de réglage débit résine anionique.

Instrumentation :

A : sonde de mesure de conductivité en plastique ; électrodes de mesure en graphite spécial ; gamme de service 0-100°C ; sonde de correction de température incluse.

B : transmetteurs de conductivité ; gamme de mesure 0-2000 μs ; fréquence de mesure 3 KHz ; écart de mesure +/- 2% ; correction automatique de la température de mesure ; sortie analogique 4-20 mA.

C : débitmètre à flotteur du circuit d'alimentation des résines échangeuses d'ion en PVC transparent, DN 10 ; échelle 5-60 l/h et 2.5-25 l/h ; précision 5%.

D : pompe centrifuge d'alimentation ; corps et aubage en polypropylène ; joint torique d'étanchéité Viton ; 1300 l/s à 3 mcE ; entraînement magnétique ; moteur électrique monophasé, 220 V, 50 Hz, 0.4 A.

E : détecteur de débit d'alimentation, de type détecteur de niveau à flotteur magnétique, en plastique.

F : afficheur digital multivoies de la conductivité de la solution de sortie des résines échangeuses de cations et d'anions ; entrée 4-20 mA ; alimentation électrique monophasé, 220 V, 50 Hz.

G : armoire de contrôle et de commande située sur charpente comprenant :

- Arrêt/marche général ;
- Fusibles de protection de tous les appareils électrique ;
- Arrêt/marche de la pompe d'alimentation avec protection parthermique de sécurité ;
- Alimentation stabilisées 220 V 50 Hz/ 5VDC des transmetteurs de conductivité ;
- Alimentation stabilisées 220 V 50 Hz/ 24VDC des transmetteurs de conductivité ;
- Transmetteurs de conductivité ;
- Afficheur digital de conductivité

III. Manipulation :

III.1. Présentation et fonctionnement du pilote :

L'unité se compose de deux types de colonnes réalisées en altuglas, de diamètre intérieur 50 mm contenant divers types de résines échangeuse d'ions.

Ces colonnes sont alimentées en fluide par une pompe centrifuge à entraînement magnétique. Une vanne de réglage permet de caler son débit à une valeur déterminée en fonction de l'étape considérée. La lecture du débit se fait grâce à un débitmètre à flotteur. Le pilote est fourni avec les bacs d'alimentation en liquide à traiter et avec les solutions de régénération et de lavage.

On peut suivre l'avancement du procédé grâce à des capteurs de conductivité situés en aval des colonnes.

Les colonnes sont interchangeables pour pouvoir changer la quantité de résine si nécessaire ; les colonnes sont alimentées toujours par le haut ; elles peuvent être régénérées soit par le haut (fonctionnement à co-courant), soit par le bas (fonctionnement à contre-courant), selon le cycle retenu. Les vannes à 3 voies permettent une grande souplesse d'utilisation.

III.1.A.Fonctionnement rapide du pilote :

✓ Alimentation par le haut :

Cas du fonctionnement en déminéralisation, décationisation ou en régénération à co-courant :

La solution est alimentée dans chaque colonne par la vanne trois voies hautes (L positionné vers la gauche).

La solution à l'entrée de la colonne traverse un filtre grossier (maille 0.5 mm), avant de pénétrer sur le lit de billes de résines échangeuses d'ions.

A la base de colonnes, des grilles inox (maille 0.5 mm) sont positionnées et permettent de retenir les résines sans toutefois augmenter les pertes de charge.

La solution traverse alors la vanne trois voies inférieures de la colonne (T positionné vers la droite) avant d'atteindre l'électrode de mesure de conductivité ; elle est ensuite évacuée.

✓ Alimentation par le bas :

Cas du fonctionnement en régénération à contre-courant :

La solution est alimentée dans chaque colonne par la vanne trois voies inférieure (T positionné vers la gauche (résine cationique) ou L positionné vers la gauche (résine anionique)).

En régime normal de fonctionnement, on placera les mêmes grilles que précédemment de manière à éviter les entrainements intempestifs des billes de résine échangeuse d'ions.

La solution traverse alors la vanne trois voies supérieures de la colonne (L positionné vers la droite) ; elle est ensuite évacuée.

La pompe est montée en charge car elle ne doit pas fonctionner à sec. Quatre bacs soudés sur une même plate-forme alimentent le pilote. Ils sont en PVC transparent, ce qui permet de visualiser leur niveau.

Deux sondes sont prévues sur l'unité. Les transmetteurs correspondant sont situés dans le coffret de commande l'unité. La gamme de mesure choisie en standard pour ce procédé est 0-2000 $\mu\text{s/cm}$.

III.2. Procédure de mise en marche du pilote :

- Mettre en marche le pilote ;
- Vidanger si nécessaire les cuves d'alimentation des résines échangeuses d'ions ;
- Il convient alors de nettoyer les cuves d'alimentation de la résine échangeuse de cations ;
- Fermer les vannes d'alimentation des cuves d'alimentation des résines échangeuses d'ions VA1, VA2, VA3, VA4 ;
- Fermer les vannes de sortie des cuves d'alimentation VS2 des résines échangeuses d'ions VS1 ;
- Remplir la cuve d'alimentation de solution à traiter,
- Ouvrir la vanne d'alimentation de la cuve d'eau brute VA1 ;
- Fermer la vanne de réglage de débit VR1 ;
- Mettre en marche la pompe d'alimentation ;
- Ouvrir la vanne d'alimentation générale VA5 ;
- Positionner la vanne trois voies haute de la colonne de résine échangeuse de cations VD2 de manière à ne pas alimenter la colonne (L orienté à droite) ;
- Positionner la vanne trois voies basse de la colonne de résine échangeuse de cations VD3 de manière à ne pas alimenter la colonne (T orienté en position verticale « normale ») ;
- Positionner la vanne trois voies haute de la colonne de résine échangeuse d'anions VD4 de manière à ne pas alimenter la colonne (L orienté à droite) ;
- Positionner la vanne trois voies basse de la colonne de résine échangeuse d'anions VD5 de manière à ne pas alimenter la colonne (L orienté à droite) ;
- Positionner le tuyau de sortie de la colonne résine échangeuse d'anions dans la cuve de la solution à traiter ;
- Alimenter la solution sans passer par les colonnes de résines échangeuses

d'ions en ouvrant au maximum la vanne de réglage VR2 de manière à amorcer la pompe d'alimentation ;

- Arrêter la pompe d'alimentation ;
- Lorsque les bulles d'air contenues dans la canalisation d'alimentation sont remontées, mettre en marche la pompe d'alimentation ;
- Recommencer la manipulation jusqu'à ce que la pompe d'alimentation soit amorcée ;
- Fermer la vanne de réglage de débit VR2 ;
- Positionner la vanne trois voies haute de la colonne de résine échangeuse de cations VD2 de manière à alimenter cette colonne par le haut (L orienté à gauche) ;
- Positionner la vanne trois voies basse de la colonne de résine échangeuse de cations VD3 de manière à permettre la sortie du fluide par le bas (T orienté à droite) ;
- Positionner la vanne trois voies haute de la colonne de résine échangeuse d'anions VD4 de manière à alimenter cette colonne par le haut (L orienté à gauche) ;
- Positionner la vanne trois voies basse de la colonne de résine échangeuse d'anions VD5 de manière à permettre la sortie du fluide par le bas (T orienté à droite) ;
- Positionner le tuyau de sortie de la colonne de résine échangeuse d'anions dans la cuve de réception d'eau déminéralisée ;
- Alimenter la solution à traiter dans les colonnes de résine échangeuse d'ions à 30 l/h avec la vanne de réglage VR2 et noter toutes les 15 min les valeurs de la solution sortante de chaque résine sur l'afficheur (C11 et C12) ;
- La conductivité de la solution sortante de la colonne de résine échangeuse de cations va d'abord augmenter jusqu'à atteindre un palier (les ions H^+ permutés sont les plus mobiles donc plus conducteurs de courant électrique que les ions Na^+ , Ca^+ ,...), puis diminuer lorsque la résine commencera à être saturée (on dit que la résine « percé ») ;

- La conductivité de la solution sortante de la colonne de résine échangeuse d'anion va d'abord augmenter jusqu'à atteindre un palier (les molécules d'eau formées sont moins conductrices de courant électrique que les ions permutés de la solution originale), puis augmenter et atteindre un deuxième palier lorsque la résine échangeuse de cations commencera à être saturée (on dit que la résine « perce »), et enfin augmenter régulièrement lorsque la résine échangeuse d'anions sera saturée à son tour ;
- Lorsque la conductivité de la solution sortante augmente régulièrement, les résines sont saturées et la manipulation est finie ;
- Fermer la vanne de réglage de débit VR1 ;
- Arrêter la pompe d'alimentation ;
- Arrêter le pilote.

Remarques:

1. Le pilote utilisé représente un « prototype ». Les manipulations décrites ci-dessus vont être effectuées avec des résines échangeuses d'ions de capacité théorique d'échange différentes des autres. Les volumes des résines mis en jeu sont également différents dans le cas d'un travail de recherche plus approfondi.

2. Les résines livrées avec le pilote ne sont pas sous forme active ; il convient donc de les régénérer puis de les laver avant toute manipulation.

III.3. Régénération et lavage des résines :

Bien que la régénération et le lavage des résines soient des opérations assez longues qui ne peuvent être faites par les étudiants, vous trouverez ci-dessous les différentes étapes de leur réalisation.

a) Résine cationique :

La régénération de cette résine ne peut être faite que par passage de solution d'acide à concentrations progressives.

Pour cette opération, positionner les vannes correctement et noter la conductivité de l'eau de rinçage.

Les conditions sont (débit fixé entre 5 et 10 l/h) :

- Passage de H₂SO₄ à 1% (0.2 mol/l de H⁺) pendant une demi-heure,
 - Passage de H₂SO₄ à 2% (0.4 mol/l de H⁺) pendant une demi-heure,
 - Passage de H₂SO₄ à 5% (1 mol/l de H⁺) pendant une demi-heure,
 - Passage de H₂SO₄ à 10% (2 mol/l de H⁺) pendant une demi-heure,
- ✓ Pour la régénération à co-courant, le mode opératoire est le suivant :
- Mettre le pilote en marche ;
 - Vidanger et nettoyer si nécessaire les cuves d'alimentation des résines échangeuses d'ions ;
 - Positionner la vanne VD4 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine anionique par le haut (L orienté à droite) ;
 - Positionner la vanne VD5 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine anionique par le haut (L orienté à droite) ;
 - Ouvrir les vannes VA3 qui contient le produit de régénération et VA5 ;
 - Ouvrir la vanne VD1 (L orienté à droite) ;
 - Ouvrir la vanne VD2 de manière à alimenter la colonne de résine cationique par le haut (L orienté à gauche) ;
 - Positionner la vanne VD3 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine

cationique par le bas (T orienté à droite) ;

- Fermer les vannes VR1, VR2 et ouvrir la vanne VS1 et par ces étapes là la régénération à co-courant ça commence.
 - ✓ Pour la régénération à contre-courant, le mode opératoire est le suivant :
- On refaire les mêmes 5 premières étapes précédentes ;
- Ouvrir la vanne VD2 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine cationique par le haut (L orienté à droite) ;
- Positionner la vanne VD3 de manière à alimenter la colonne de résine cationique par le bas (T orienté à gauche) ;
- ouvrir la vanne VR1 ;
- fermer la vanne VR2 et la vanne VS1 ;
- la régénération à contre-courant ça commence.

La résine peut se laver avec de l'eau déminéralisée ou avec de l'eau décationisée. Le mode opératoire est:

- Passage de l'eau à co-courant pendant 5 à 10 minutes (pour éliminer le maximum d'acide sulfurique) ;
- Passage lent de l'eau entre 5 à 10 l/h à contre-courant pendant 10 minutes ;
- Passage rapide de l'eau entre 15 à 30 l/h à co-courant ou à contre-courant jusqu'à que la conductivité de l'eau de sortie de résine soit environ la conductivité de l'eau d'entrée à (+) ou (-5) μs ;

b) résine anionique :

Cette résine est régénérée par la soude.

Mesurer la conductivité de l'eau de rinçage, positionner correctement les vannes de pilote. Passage d'une solution de NaOH à 4 % (1 mol/l) pendant une heure.

- ✓ Pour la régénération à co-courant, le mode opératoire est le suivant :
- Mettre le pilote en marche ;
- Vidanger et nettoyer si nécessaire les cuves d'alimentation des résines échangeuses d'ions ;
- Positionner la vanne VD2 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine cationique par le haut (L orienté à droite) ;
- Positionner la vanne VD3 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine cationique par le bas (T orienté à droite) ;
- Ouvrir les vannes VA4 qui contient le produit de régénération et VA5 ;
- Ouvrir la vanne VD1 (L orienté à droite) ;
- Ouvrir la vanne VD4 de manière à alimenter la colonne de résine anionique par le haut (L orienté à gauche) ;
- Positionner la vanne VD5 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine

- anionique par le bas (L orienté à droite) ;
 - Fermer les vannes VR1 et VS1;
 - Ouvrir la vanne VR2
 - la régénération à co-courant ça commence.
- ✓ Pour la régénération à contre-courant, le mode opératoire est le suivant :
- Refaire les mêmes six premier étapes précédentes ;
 - Ouvrir la vanne VD4 de manière à ne pas alimenter la colonne de résine anionique par le haut (L orienté à droite) ;
 - Positionner la vanne VD5 de manière à alimenter la colonne de résine anionique par le bas (L orienté à gauche) ;
 - Fermer les vannes VR1 et VS1;
 - Ouvrir la vanne VR2 ;
 - la régénération à contre-courant ça commence.

Le lavage des résines peut se faire suivant ces étapes :

- passage de l'eau pendant 5 à 10 minutes à co-courant entre 5 et 10 l/h (pour éliminer le maximum de soude) ;
- passage de l'eau pendant 20 minutes ou plus à contre-courant à un débit de 10 l/h.
- ✓ dès que la régénération des résines cationique et anionique est faite on termine par les étapes suivantes :
- Fermer la vanne de réglage de débit VR1 et VR2 ;
- Fermer les vannes VD1, VA4 et VA5;
- Arrêter la pompe d'alimentation ;
- Arrêter le pilote.

Questions

Quelles sont les types de résines utilisées?

Tracer la conductivité en fonction du temps.

Sachant que la masse volumique de la résine est de 0,85 g/l :

Mesurer la hauteur de la résine (diamètre de la colonne est de 5 cm)

Calculer le volume (masse) de rétention L/g.

Quelle est la quantité d'eau traitée par g de résine ou par ml de résine.

Bon Courage