

1. Quelques généralités sur le vide

1.1. Définition

Le vide est dérivé du latin «vacuo», ce terme signifie littéralement espace vidé d'air, une approche plus précise pour les applications techniques actuelles pourrait être représentée par un volume rempli de gaz dans lequel la densité (le nombre de particules par unité de volume) serait plus basse que la densité de notre milieu atmosphérique normal. D'après les normes DIN Deutsches Institut Fur Norming, le vide désigne l'état d'un gaz raréfié caractérisé par une pression ou une masse volumique inférieure à celle de l'atmosphère ambiante.

En effet, le vide absolu n'existe pas. Dans notre environnement, on en utilise le vide de manière quotidienne, du paquet de café emballé sous vide au tube cathodique ; de 0.1 atm à 10^{-9} ce qui représente l'ordre de 77 milliards de molécules/ cm^3 . Le meilleur vide obtenu jusqu'à présent est l'ultra vide qui est de 10^{-17} atm ou 270 molécules/ cm^3 .

1.2. Unité d'utilisation du vide :

Le vide qui correspond à une diminution de la quantité de gaz dans un volume donné qui est impossible de mesurer directement qu'on réalité, en mesure par la pression c'est-à-dire la force exercée par les molécules sur les parois de récipient. La pression est une force par une unité de surface qui est exprimée par le système légal en Pascal (Pa) et qui correspond à 1 Newton/ m^2 . On peut utiliser d'autres unités telles que le Torr, le bar, le mmHg, l'Atm...

En terme de conversion : 1 atm=1.013 bar = 760 mmHg

$$1 \text{ Torr} = 1 \text{ mmHg}$$

$$1 \text{ Pa} = 10^{-5} \text{ Bar}$$

1.3. Technique du vide :

La technique vide a connu durant ces dernières années un grand développement, en raison de ses applications multiples, elle est devenue une véritable discipline industrielle. Le projet d'une installation à vide dépend de deux paramètres pratiques fondamentaux qui sont la

pression du travail qui se confond souvent avec la pression limite et du temps nécessaire pour l'obtenir. Ses deux paramètres dépendent des pompes et de l'enceinte à vide.

On peut subdiviser le vide en plusieurs niveaux de pression selon les pressions recherchées en pratique :

- 1- Le vide grossier, de 10^5 à 10^2 pa
- 2- Le vide moyen (vide primaire) de 10^2 à 10^{-1} pa
- 3- Le vide poussé (vide secondaire) 10^{-1} à 10^{-5} pa
- 4- Ultra vide qui est inférieur à 10^{-5} pa

Une pompe peut fonctionner dès la pression atmosphérique ce qu'on appelle primaire et secondaire quand elle nécessite un vide moyen pour s'amorcer. Lorsque le gaz est aspiré, compressé puis refoulé, la pompe est dite d'extraction ou de transfert : par compression et réduction du volume ou par compression et entrainement moléculaire. Certaines pompes utilisent la sorption ou la condensation, ce sont des pompes de fixation.

Une pompe est caractérisée par sa pression d'amorçage, son vide limité, son débit volumique et son taux de compression dans les cas des pompes d'extraction.

1.4. Différentes type de pompes

- 1- Pompes volumétriques (pompes à palette)
- 2- Pompes à entrainement
 - a) Pompes à diffusion d'huile
 - b) Pompes turbo moléculaires
- 3- Pompes à fixation
 - a) Pompes à sorption
 - b) Pompes à sublimation de titane
 - c) Pompes ionique
 - d) Pompes cryogénique

1.5. Mesure du vide

On peut distinguer deux types de manomètres :

- 1- Les manomètres mécaniques (destiné à la mesure du vide primaire)
- 2- Les jauges électriques, destiné au vide secondaire et à l'ultravide.

2. La cryogénie

2.1. Introduction

La cryogénie est l'art de produire, de maintenir et d'utiliser les basses températures, elle a été découverte vers 1877 lorsque l'oxygène a fut être liquéfié pour la première fois par caillet et pickel a une température de 90k, donc les 1^{ers} essais cryogénique remontent à la fin du 18eme siècle ; dès ce moment, on avait aussi liquéfié le SO₂ par réfrigération en utilisant la pression. Au début du 19^{ème} siècle « Faraday », en utilisant au même temps la pression et la réfrigération, réussit à liquéfier HBr, HI, SiF₄, C₂H₄. Par contre, les fluides cryogéniques qui sont principalement des gaz, autrefois appelés gaz permanents, les essais de liquéfaction remontent au 1878 par « LINDE HAMPSON », c'était le 1^{er} qui avait liquéfié l'air en 1902 ; il a pu séparer air-liquide, O₂-liquide, et N₂-liquide.

Nous désignons généralement les liquides cryogéniques par leur symbole chimique précédé de la lettre « L ». Exemples : LN₂ ; LO₂ ; LH₂ ; LAr

2.2. Les liquides cryogéniques :

Les principaux liquides utilisés dans le labo: N₂ liquide dans la gamme [64-104 K]; H₂ liquide [14-30K] ; He liquide [1-5K]. Cependant, dans les applications particulières dans le labo et dans l'industrie le CH₄, Ar, O₂, l'air, le F, Kr, le Xe., le deutérium et l'hélium sont des fluides dont l'usage se révèle intéressant du point de vue économique et pratique.

2.3. Procédés de séparation des gaz

La méthode la plus efficace de séparation des gaz permanents et des mélanges gazeux ou liquides et des mélanges liquide-gaz est la méthode cryogénique c'est-à-dire séparer le mélange à très basse température. La méthode employée pour séparer le mélange est celle de

la rectification, on prend par exemple l'air qui est composé de l'azote de l'oxygène, du CO₂ et de l'argon, il est nécessaire de connaître les températures d'ébullition des éléments à séparer.

Tableau 1: Exemple de température d'ébullition à p et p normale

fluide	He ₃	He ₄	H ₂	Ne	N ₂	O ₂	Ar	CH ₄
T d'eb (K)	3.2	4.2	20.4	27.1	77.1	90.2	87.3	111.7

2.4. L'importance du diagramme TS

Le diagramme TS est la base de séparation d'un mélange gazeux ou liquide-vapeur ou liquide, il nous permet de comprendre la nature de notre mélange.

- Un gaz sec qui se trouve loin de la courbe de saturation et dépourvu de son liquide.
- Un liquide sec est dépourvu de sa vapeur. Ce type de fluide se trouve aussi loin de la courbe de saturation.
- La vapeur saturante ou liquide saturé se trouve dans la courbe de saturation.

Note :

- L'entropie faible signifie que le mélange est sous forme liquide.
- L'entropie du gaz est plus importante à celui du liquide car le mouvement des molécules de gaz est plus important que celui du liquide

2.5. Paramètres de système performant

Il existe trois moyen pour indiqué les performances d'un système de liquéfaction soit par :

- Le travail requis par unité de masse du gaz compressé ($-\frac{W}{\dot{m}}$)
- Le travail requis par unité de masse de gaz liquéfié ($-\frac{W}{\dot{m}_f}$)
- La fraction totale du flux de gaz liquéfié ($y = \frac{\dot{m}_f}{\dot{m}}$)

Les deux dernières fonctions sont reliées à la première par la relation :

$$\left(-\frac{\dot{W}}{\dot{m}}\right) = \left(-\frac{\dot{W}}{\dot{m}_f}\right) y \rightarrow (1)$$

Dans tous les systèmes de liquéfaction, on doit minimiser le travail requis et augmenté au maximum la fonction du gaz liquéfié. Ses moyens de fonctionnement différent d'un gaz à un autre, pour cela on doit tenir compte d'un autre paramètre qui permettra la comparaison du même système utilisé pour différents fluides : qui est la Figure of Merit FOM. Qui est définie comme le travail théorique minimal requis pour le système :

$$FOM = \frac{\dot{W}}{\dot{W}} = \frac{-\dot{W}_i/\dot{m}_f}{-\dot{W}/\dot{m}_f}$$

Sachant que le travail de la FOM varie entre 1 et 0 elle donne la mesure au quel le système réel approche les performances du système idéal.

Il existe plusieurs paramètres de performance qui s'appliquent aux composants du système réel, cela inclut :

- L'efficacité des compresseurs et des expanders adiabatique
- Efficacité mécanique des compresseurs et des expanders
- L'efficacité des échangeurs de chaleur
- Les chutes de pression dans les canalisations, les échangeurs de chaleur, etc
- Transfert de chaleur de l'environnement ambiant vers le système

Tout au départ nous ne devrions pas parler initialement sur les performances du système et nous ne devrions pas prendre compte de ses facteurs, nous les retrouverons après avoir d'abord assuré que tout le système est efficace à 100% et que les chutes de pression sont irréversibles et les pertes de chaleur sont nulles.

2.6. Le système thermodynamique idéal :

Le système idéal est un procédé de performance qui représente un système réversible, l'énergie employée pour séparer un mélange est la même pour les réunir une autre fois.

Afin d'avoir un moyen de comparaison des systèmes de liquéfaction par rapport à la FOM, on doit premièrement analyser le système idéal thermodynamique.

On dit qu'un système est idéal thermodynamiquement, mais pratiquement il n'est pas idéal, Le cycle le plus parfait en thermodynamique est le cycle de Carnot.

La liquéfaction est un processus d'un système ouvert donc pour le système idéal de liquéfaction nous allons choisir le premier processus du cycle de Carnot.

La liquéfaction est un processus d'un système ouvert donc pour le système idéal de liquéfaction nous allons choisir les premiers processus du cycle de Carnot, une compression isotherme réversible suivie d'une détente isentropique réversible, le cycle idéal est indiqué sur le diagramme TS avec le schéma du système :

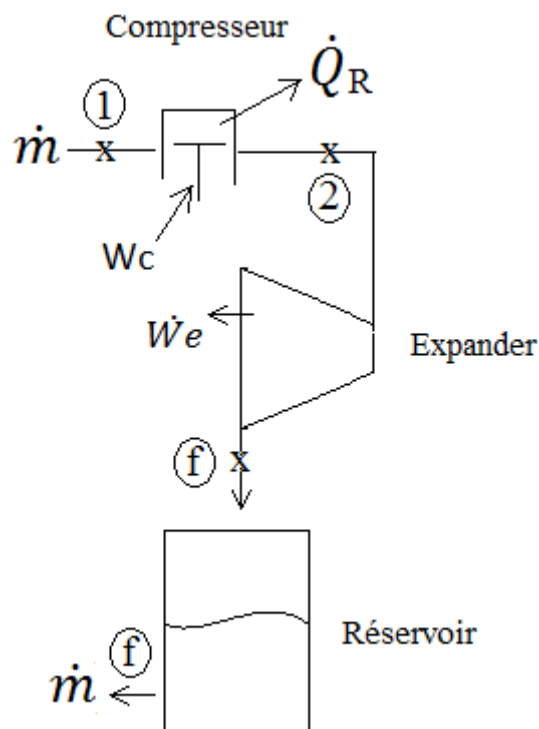


Figure 1: Système de liquéfaction thermodynamique idéal

Le gaz à liquéfié est comprimé réversiblement et iso thermiquement de l'état ambiante point 1 à une certaine pression point 2 cette pression est choisit du sorte que le gaz devient liquide saturé sur une détente isentropique réversible par l'expander au point f l'état finale au point f est prise à la même pression que la pression initiale au point 1 la pression attente à la fin de la compression isotherme est extrêmement haute de l'ordre de 70 à 80 Gpas pour l' N_2 ce qui est impossible pratiquement d'attendre ses pression dans un système de liquéfaction , ce qui est la raison à la quelle il ne peut pas être un système idéal pratiquement.

Dans l'analyse des systèmes de liquéfaction nous appliquons la première loi de la thermodynamique pour le flux stationnaire, écrit en générale comme :

$$\dot{Q}_{net} - \dot{w}_{net} = \sum_{sortie} \dot{m}h - \sum_{entree} \dot{m}h \rightarrow (3)$$

$$\dot{Q}_R - \dot{W}_i = \dot{m}(h_f - h_1) = -\dot{m}(h_1 - h_f) \rightarrow (4)$$

Etant le processus de transfert de chaleur réversible et isothermique dans le cycle de carnot on appliquant la seconde loi de la thermodynamique

$$\dot{Q}_R = \dot{m}T_1(S_2 - S_1) = \dot{m}T_1(S_1 - S_f) \rightarrow (5)$$

Car le processus du point 2 au point f est isentropique $S_2=S_1$ ou s est l'entropie du fluide en combinaison de l'eq (5) dans (4) on peut déterminer le travail requis pour le système idéal :

$$\frac{\dot{W}_i}{\dot{m}} = T_1(S_1 - S_f) - (h_1 - h_f) = \frac{\dot{W}_i}{\dot{m}_f} \rightarrow (6)$$

Dans le système idéal 100% du gaz est compressé et liquéfié ou $\dot{m} = \dot{m}_f$, ce qui implique que $Y=1$.

L'équation (6) nous donne le travail minimum requis pour liquéfaction d'un gaz.

Le travail idéal requis dépend uniquement de la pression et de la température au point 1 et du type de gaz à liquéfié, en générale on prend le point (1) dans les conditions ambiante.

Dans le tableau suivant on trouve la liste de quelques travail requit idéal pour quelques gaz pour un point (1) pris a 101.3 Kpas et a 300K.

Tableau 2 : Point d'ébullition et le travail idéal de liquéfaction de quelques gaz

gaz	Pt d'ébullition (K)	Travail idéal de liquéfaction ($-w_i/m_f$) (Kj/Kg)
He ₃	3.19	8178
He ₄	4.21	6819
H ₂	20.27	12019
N ₂	77.36	768.1
Air	78.8	738.9
CH ₄	111.7	1091
O ₂	90.18	635.6

3. Système de séparation de l'air :

Il existe plusieurs systèmes de séparation de l'air qui passe par plusieurs étapes :

- La compression à l'aide d'un compresseur
- Refroidissement en utilisant des échangeurs de chaleur
- La séparation des mélanges en passant à la fin à travers la colonne de séparation.

Le système le plus simple connu est le système de LIND Hampson simple dont sa simplicité réside dans le nombre de compresseur, d'échangeur, résistance de la J.T, et les turbines à gaz utilisées.

3.1. Système de LIND Hampson à colonne simple

Le système de LIND Hampson à colonne simple est utilisé pour la liquéfaction des gaz spécialement l'air. Il est composé d'un compresseur, d'un échangeur de chaleur, d'une vanne de JT et d'une seule colonne.

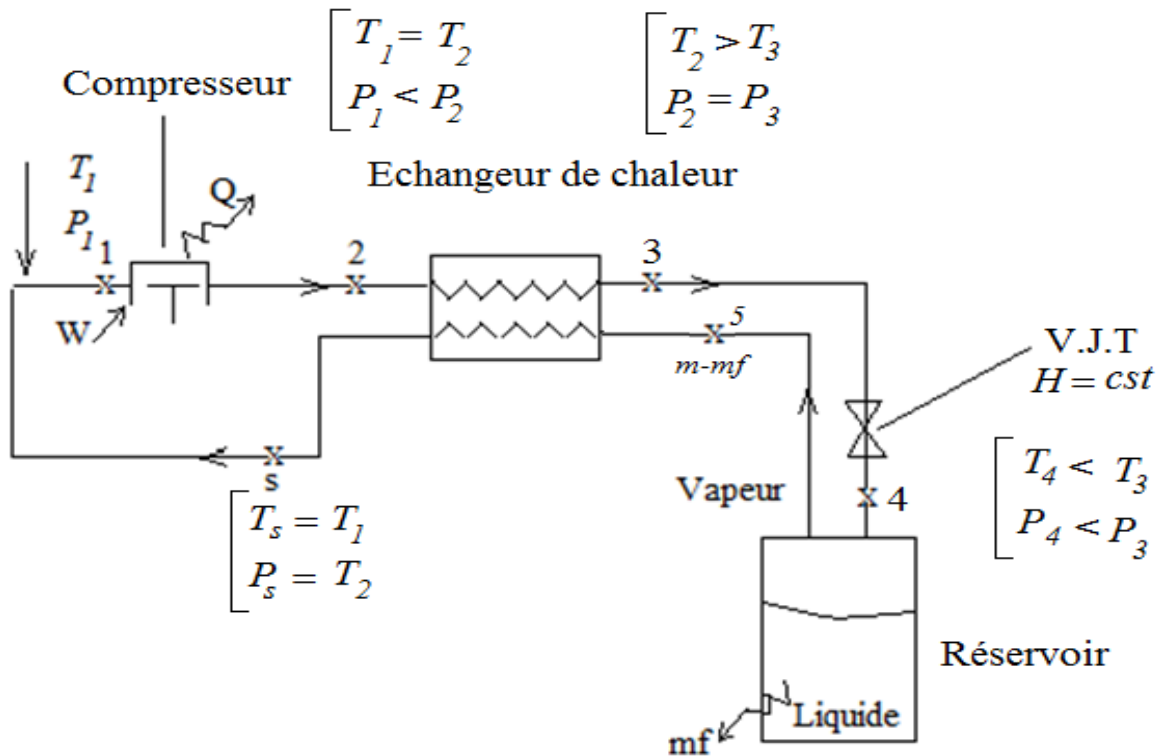


Figure 2: procédé de LIND Hampson à colonne simple.

Le gaz introduit au point 1 dans les conditions ambiante T_1 , P_1 passe par un compresseur dans cette première étape ce nécessite une utilisation importante d'énergie suivi par un dégagement de chaleur à la sortie d'un compresseur au point 2 : $P_2 > P_1$, le gaz passe ensuite à travers un échangeur de chaleur où il subira une détente isobare dont ses condition à la sortie au point 3 : $T_3 < T_2$. En suite il traversera la vanne de J.T ou il va subir une détente isenthalpique $H=Cst$ ou le gaz sera liquéfié partiellement et on aura à la sortie (point 4) un mélange (L+G) après la décantation au niveau du bac de stockage le liquide sera récupéré en bas du bac et la vapeur froide sera retourné dans le procédés de nouveau, il repassera par l'échangeur de chaleur où il subira une détente isobare ou sa température revient à son état initial, et le gaz sera recyclé introduit avec le gaz du départ.

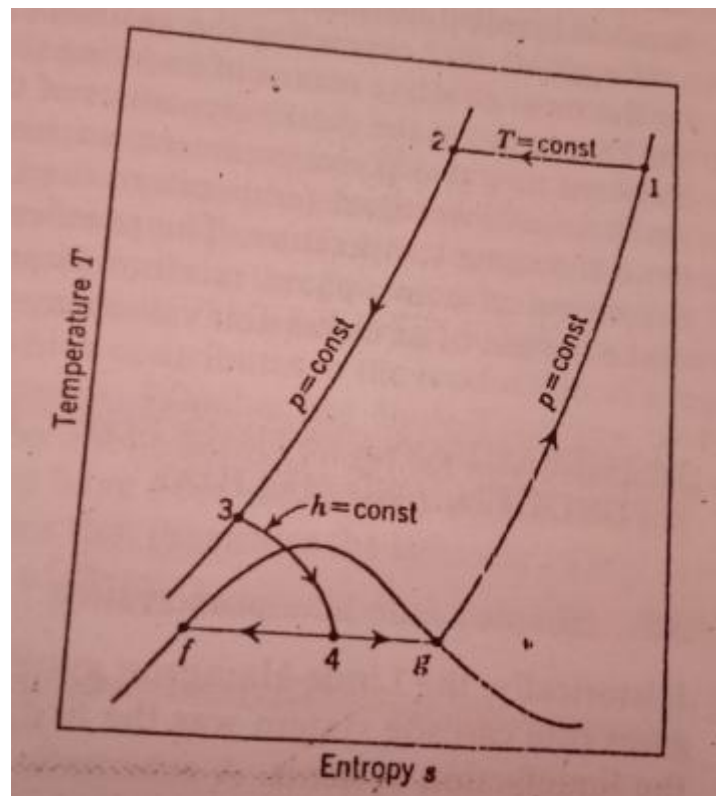


Figure 3 : Diagramme TS du procédé de LIND Hampson à colonne simple.

On appliquant la première loi de la thermodynamique en supposant que le travail se fait dans des conditions idéales :

- Pas de chute de pression
- Pas de perte de chaleur
- Echangeur de chaleur efficace à 100%

$$\begin{aligned}\dot{Q}_{net} - \dot{w}_{net} &= \sum_{sortie} \dot{m}h - \sum_{entree} \dot{m}h \\ &= (\dot{m} - \dot{m}_f)h_1 + \dot{m}_f h_f - \dot{m}h_2\end{aligned}$$

La fraction du gaz liquide est donnée par l'expression suivante

$$y = \frac{\dot{m}_f}{\dot{m}} = \frac{h_1 - h_2}{h_1 - h_f}$$

3.2. Système de Linde à colonne de rectification:

La colonne simple de Linde présente 2 sérieux inconvénients :

- Seulement de l'oxygène pur peut être produit
- Une large quantité d'O₂ est perdue dans le N₂.

L'imperfection du système de Linde à simple colonne a été remédié par un autre système qui est le système de Linde à colonne de rectification. Dont la colonne de bas fonctionne à 1 P égale à 5 à 6 atm et celle de haut est opérationnelle à 1 atm. Sachant que à 5 atm est le point d'ébullition de N₂ pure qui est supérieure à celui du O₂ à 1 atm donc une réfrigération est requise par le N₂ en haut de la colonne du bas.

De l'air est comprimé la vapeur d'H₂O et le dioxyde de carbone est rejeté à l'extérieur l'air chaud est alors passé à travers un échangeur pour être refroidi l'échangeur. La chaleur peut-être à 3 courants si l'O₂ désiré est un gaz ou à 2 courants si il est liquide, l'air pré refroidi sera refroidi une seconde fois lorsqu'il passera dans le bouilleur de la colonne du bas, l'air refroidi est détendu à travers la vanne de JT et le mélange liquide-vapeur est introduit au milieu de la colonne du bas, le liquide va couler le long des plateaux à contre courant avec la vapeur qui monte du bouilleur, elle sera condensée lorsqu'elle atteindra le condenseur bouilleur en haut de la colonne du bas en ce point la vapeur est condensée, une partie du liquide N₂ remonte de la colonne d'en haut et l'autre partie coulera le long de la colonne du bas comme un reflux le N₂ liquide récupéré du bas de la colonne du bas sera le LN₂ pur, l'air liquéfié enrichi de l'azote est récupéré en bas de la colonne du bas détendu à travers une VJT une partie du liquide est vaporisée le tout est introduit au milieu de la colonne d'en haut cette vapeur continue de monter de la colonne du haut et s'enrichir au fur et à mesure d'O₂ alors que le liquide coule le long de la colonne du haut s'enrichit en O₂.

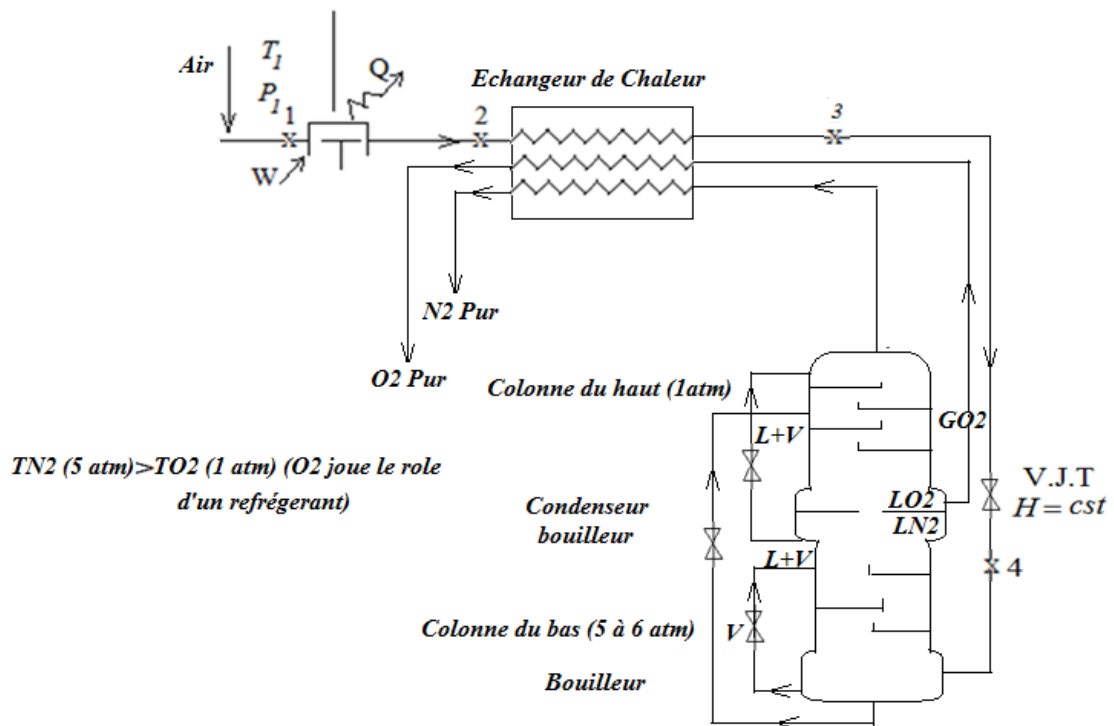


Figure 4: procédé de LIND Hampson à colonne de rectification

3.3. Colonne de rectification

Une rectification est une cascade de plusieurs évaporations et condensations, les 2 se trouvent dans un contrecourant. Une colonne de rectification est une colonne qui permet la séparation d'un mélange contenant 2 corps ou plus.

3.4. Explication du procédé au sein d'une Colonne de rectification:

Les vapeurs saturées entrent dans la colonne de rectification directement dans le plateau d'alimentation la bulle d'air soumise à la température du plateau la quantité de chaleur de bouilleur va traverser les plateaux se trouvant au-dessus du plateau d'alimentation (la partie volatile au fur et à mesure et à mesure qu'elle remonte dans cette section elle s'enrichit de l'élément N₂ azote et s'appauvrit de l'élément O₂.

Elle gagne une quantité de vapeur N₂ et perd une quantité condensée d'O₂, cette section est dite section riche en azote. L'azote ayant un point d'ébullition non élevé se volatilise plus vite et plus tôt que l'O₂, la quantité de chaleur qui permet l'ébullition de la bulle au-dessous du plateau d'alimentation va subir le même mécanisme c'est-à-dire

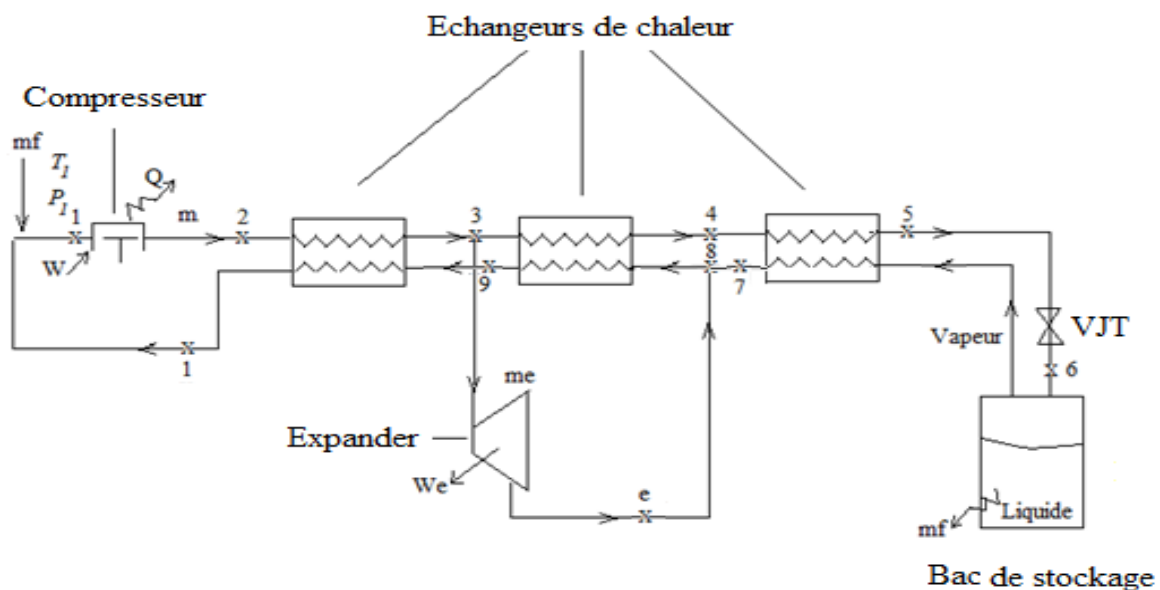
condensation et évaporation partielle du niveau de chaque plateau, la quantité de chaleur dégagée par chaque condensation sera récupérée en haut de la colonne la bulle d'air plus elle descend plus elle s'appauvrit de N_2 et s'enrichit de O_2 elle est dite section pauvre.

3.5. Système de CLAUDE

L'expansion à travers une vanne est un processus irréversible thermodynamiquement parlant pour cela on veut s'approcher au maximum du système idéal, à cet effet pour un meilleur processus de production de basse température dans le système de Claude l'expander a été introduit pour atteindre les plus basses températures possible.

Dans le système de Claude, le gaz est comprimé à l'aide du compresseur à 24 Mpa (40 atm) Puis passe dans le premier échangeur de chaleur ou 60 à 80% du gaz est dévillé de son chemin principale pour qu'il soit étendu dans un expander et pour qu'il soit retourné avec le flux de retour après le deuxième échangeur de chaleur. La vapeur parcourue vers le 2ème et le 3ème échangeur pour se liquéfier et étendu par la VJT. La vapeur froide est retournée dans l'échangeur de chaleur pour qu'elle soit encore refroidie.

Une vanne de détente est encore nécessaire dans le système de Claude car le liquide à une compression plus faible que le gaz, par conséquent, si le liquide est formé dans le cylindre d'un moteur d'expansion ca entraîne des contraintes momentanées élevées.



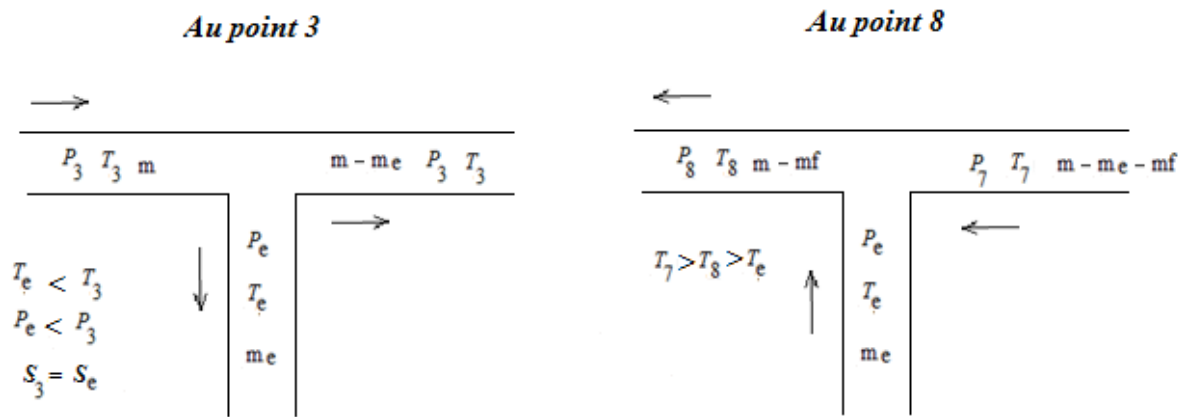


Figure 5: Procédé de Claude

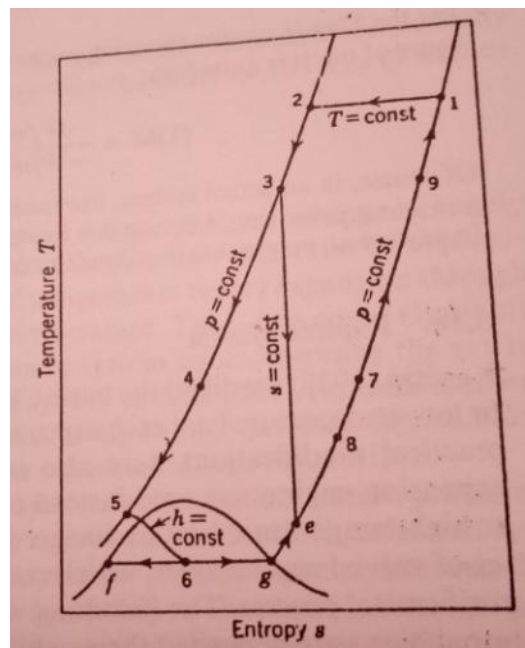


Figure 6: Diagramme TS du procédé de Claude.

Pour analyser les performances du système de Claude on doit d'abord travailler dans les conditions idéal :

$$\dot{Q}_{net} - \dot{w}_{net} = \sum_{sortie} \dot{m}h - \sum_{entree} \dot{m}h$$

$$= (\dot{m} - \dot{m}_f)h_1 + \dot{m}_e h_3 + \dot{m}_f h_f - (\dot{m}h_2 - \dot{m}_e h_e)$$

La fraction totale du flux qui passe à travers l'expander

$$x = \frac{\dot{m}_e}{\dot{m}}$$

$$y = \frac{\dot{m}_f}{\dot{m}} = \frac{h_1 - h_2}{h_1 - h_f} + x \frac{h_3 - h_e}{h_1 - h_f}$$

$$-\frac{\dot{w}}{\dot{m}} = -\frac{\dot{w}_c}{\dot{m}} - \frac{\dot{m}_e}{\dot{m}}$$

$$\dot{w}_e = \dot{m}_e (h_3 - h_e)$$