



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : B01J 19/00, G05D 23/19	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 96/30118 (43) Date de publication internationale: 3 octobre 1996 (03.10.96)
---	----	--

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR96/00426

(22) Date de dépôt international: 21 mars 1996 (21.03.96)

(30) Données relatives à la priorité:
95/03753 24 mars 1995 (24.03.95) FR

(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE (I.N.P.T.) [FR/FR]; Place des Hauts-Murats, F-31000 Toulouse (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (US seulement): CABASSUD, Michel [FR/FR]; 16, rue de la Polynésie, F-31650 Saint-Orens (FR). CHAMAYOU, Alain [FR/FR]; Le Belvédère, Vieille route de Roquecourbe, F-81100 Castres (FR). POLLINI, Lucien [FR/FR]; 222, route de Toulouse, F-31410 Noe (FR). LOULEH, Ziad [SY/FR]; ENSIGC, Bâtiment Essais, 18, chemin de la Loge, F-31018 Toulouse Cédex (FR). LE LANN, Marie-Véronique [FR/FR]; Chemin des Douze, F-31410 Mauzac (FR). CASAMATTA, Gilbert [FR/FR]; 65, rue des Fontaines, F-31300 Toulouse (FR).

(74) Mandataire: CABINET BARRE LAFORGUE & ASSOCIES; 95, rue des Amidonniers, F-31000 Toulouse (FR).

(81) Etats désignés: AU, CA, JP, US, brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Publiée

*Avec rapport de recherche internationale.**Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.*

(54) Title: MULTI-PURPOSE BATCH REACTOR THERMAL CONTROL METHOD USING A PLURALITY OF THERMAL FLUID SOURCES AND DEVICE FOR IMPLEMENTING SAID PROCESS

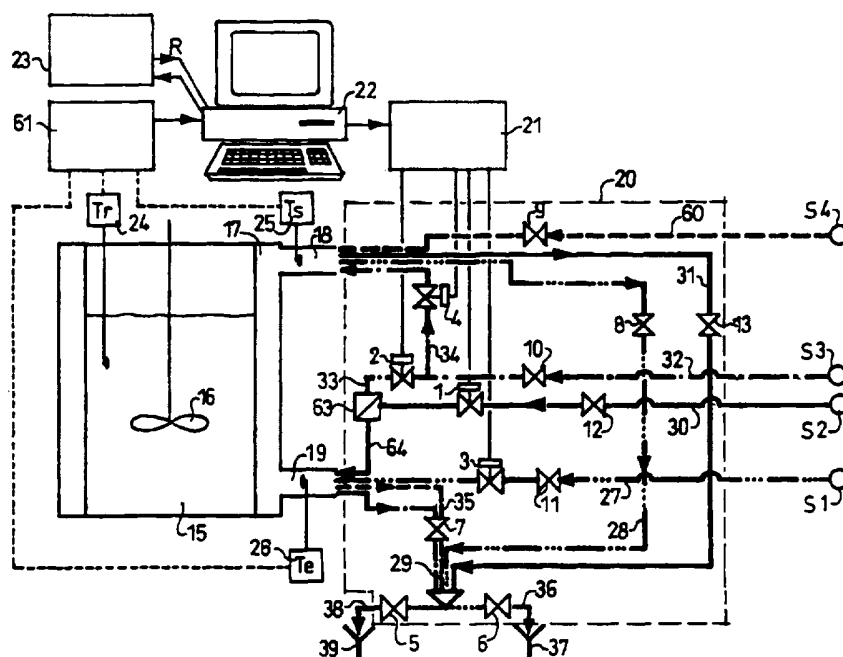
(54) Titre: PROCEDE DE CONTROLE THERMIQUE D'UN REACTEUR DISCONTINU POLYVALENT A PARTIR D'UNE PLURALITE DE SOURCES DE FLUIDES THERMIQUES, ET DISPOSITIF DE MISE EN ŒUVRE DE CE PROCEDE

(57) Abstract

A thermal control method and device for a multi-purpose batch reactor (15) using a plurality of thermal fluid sources is disclosed, which method includes, in use, the steps of selecting in real time one or more thermal fluids to form a control fluid which is circulated in a reactor thermal control circuit (17) and adjusting the useful heat of the control fluid in accordance with a first mode wherein the fluid rate is adjusted or a second mode wherein the input temperature of the circuit (17) is adjusted.

(57) Abrégé

L'invention concerne un procédé et un dispositif de contrôle thermique d'un réacteur discontinu polyvalent (15) à partir d'une pluralité de sources de fluide thermique. On sélectionne en temps réel et en fonctionnement, un ou plusieurs fluide(s) thermique(s) pour former un fluide de contrôle que l'on fait circuler dans un circuit (17) de contrôle thermique du réacteur, on ajuste la puissance calorifique du fluide de contrôle selon un premier mode dans lequel on ajuste le débit du fluide ou selon un deuxième mode dans lequel on ajuste la température à l'entrée du circuit (17).



UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Arménie	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
AT	Autriche	GE	Géorgie	MX	Mexique
AU	Australie	GN	Guinée	NE	Niger
BB	Barbade	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BE	Belgique	HU	Hongrie	NO	Norvège
BF	Burkina Faso	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BG	Bulgarie	IT	Italie	PL	Pologne
BJ	Bénin	JP	Japon	PT	Portugal
BR	Brésil	KE	Kenya	RO	Roumanie
BY	Bélarus	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CA	Canada	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CF	République centrafricaine	KR	République de Corée	SE	Suède
CG	Congo	KZ	Kazakhstan	SG	Singapour
CH	Suisse	LI	Liechtenstein	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LR	Libéria	SN	Sénégal
CN	Chine	LT	Lituanie	SZ	Swaziland
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TG	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DK	Danemark	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
EE	Estonie	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	UG	Ouganda
FI	Finlande	MN	Mongolie	US	Etats-Unis d'Amérique
FR	France	MR	Mauritanie	UZ	Ouzbékistan
GA	Gabon			VN	Viet Nam

PROCEDE DE CONTROLE THERMIQUE D'UN REACTEUR DISCONTINU
POLYVALENT A PARTIR D'UNE PLURALITE DE SOURCES DE FLUIDES
THERMIQUES, ET DISPOSITIF DE MISE EN OEUVRE DE CE PROCEDE

5 L'invention concerne un procédé de contrôle
thermique d'un réacteur discontinu polyvalent tel qu'un
réacteur destiné à l'industrie de la chimie fine de
préparation ou de transformation de produits
pharmaceutiques, cosmétiques, colorants, ..., ou à
10 l'industrie de la fabrication des polymères, ainsi qu'un
dispositif de contrôle thermique d'un tel réacteur pour la
mise en oeuvre de ce procédé.

Le contrôle thermique d'un réacteur
consiste à réguler la température du milieu réactionnel au
15 sein du réacteur au cours du temps. On désigne dans toute
la présente demande par "réacteur discontinu", tout
réacteur dans lequel on place un milieu dénommé "milieu
réactionnel" pendant un temps de séjour lors duquel une
réaction ou toute autre opération physique et/ou chimique
20 (extraction, séparation, mélange, ...) se développe, et on
recueille les produits de la réaction ou de ladite
opération à la fin du temps de séjour. Le terme "réacteur
discontinu" inclut donc les réacteurs et les autres
dispositifs mélangeurs, extracteurs, séparateurs, ...
25 discontinus ou semi-continus. Le terme "réaction" désigne
de façon générale toute opération effectuée dans le
réacteur.

Les réacteurs discontinus sont largement
utilisés dans l'industrie de la chimie fine pour la
30 préparation ou la transformation de produits divers tels
que les produits pharmaceutiques, cosmétiques, colorants,
ou autres et dans l'industrie de la fabrication des
polymères. En général, les réacteurs utilisés doivent être
polyvalents, c'est-à-dire non dédiés à une réaction
35 déterminée ou à une catégorie particulière de réactions.
Néanmoins, pour assurer la qualité des produits et la
reproductibilité des procédés chimiques, les réacteurs
doivent être contrôlés du point de vue thermique de façon

précise.

Or, les procédés de contrôle thermique de tels réacteurs posent encore divers problèmes. Tout d'abord, le procédé doit être polyvalent, comme le réacteur, c'est-à-dire applicable avec la même efficacité 5 quelle que soit la réaction ou l'opération physique et/ou chimique à contrôler dans le réacteur. Egalement, dans les procédés discontinus, les procédures de démarrage et d'interruption sont fréquentes, et la réaction chimique à 10 l'intérieur du réacteur peut subir ou nécessiter des modifications fréquentes des paramètres thermiques. Le procédé doit donc être aussi flexible.

On connaît déjà trois principaux types de procédé de contrôle thermique de tels réacteurs (cf. 15 "Adaptive control of a multipurpose and flexible semi-batch pilot plant reactor" Rafalimanana et al., Computers Chemical Engineering - Vol. 16, n° 9 pages 837-848 - 1992).

Le premier type de procédé connu dit "monofluide" consiste à faire circuler un fluide thermique 20 unique, en général obtenu à partir d'une seule source principale de fluide, à l'intérieur d'une double enveloppe du réacteur selon un débit constant et à ajuster la température de ce fluide grâce à des échangeurs et/ou des injections de ce fluide chaud ou froid dans le circuit 25 (voir par exemple DE-A-4 105 404 ; EP-A-0 516 037 ; US-A-4 744 408). Le problème qui se pose alors est celui du choix et de la mise au point du fluide thermique à utiliser.

En effet, ce fluide doit pouvoir être porté à des températures très différentes (classiquement de 30 - 20° C à 200° C ou plus) en conservant ses propriétés thermiques. De plus, les fluides caloporteurs organiques parfois utilisés sont toxiques, inflammables et visqueux à froid. Egalement, le transfert thermique est de médiocre qualité et dépend de la température. Lorsque l'on utilise 35 un fluide aqueux, l'installation comporte en général une boucle décentralisée avec un échangeur électrothermique simple ou double flux. Le contrôle thermique du réacteur nécessite alors une installation lourde, sophistiquée,

complexe, dont le coût est important et dont la logique de pilotage est mal maîtrisée, notamment si le réacteur est polyvalent.

Le deuxième type de contrôle thermique connu consiste à faire circuler un fluide chaud dans une double enveloppe et un fluide froid dans un serpentin immergé dans le réacteur. Le contrôle de la température est assuré en agissant sur l'un et/ou l'autre des débits du fluide chaud et du fluide froid. Néanmoins, un tel procédé nécessite une installation complexe et onéreuse compte-tenu de la nécessité de prévoir à la fois un serpentin et une double enveloppe. Egalement, un tel procédé induit une dépense d'énergie prohibitive qui en limite l'application aux expériences de laboratoire. Ainsi, ces procédés du deuxième type ne sont pas utilisés en pratique avec les réacteurs de taille industrielle.

Le troisième type de procédé de contrôle thermique connu, le plus répandu, dit "multifluide", consiste à faire circuler dans une double enveloppe du réacteur alternativement et directement l'un des fluides thermiques froid ou chaud disponible sur le site, chaque fluide étant fourni par une source distincte à température prédéterminée (voir par exemple FR-A-2 632 718 ou EP-A-0 400 829). Le contrôle thermique du réacteur est obtenu en choisissant pour chaque phase de la réaction, le fluide thermique approprié, et en agissant sur son débit à l'intérieur du circuit de la double enveloppe.

Les procédés multifluides présentent de nombreux inconvénients. Ainsi, les réglages du débit en fonctionnement et plus généralement la gestion dynamique du procédé, sont délicats et complexes. En effet, les coefficients d'échange thermique dépendent des caractéristiques de l'écoulement du fluide, de sorte que la corrélation entre les choix retenus à chaque phase de la réaction quant à la nature du fluide utilisé et à son débit et les effets produits par ces choix, dépend de nombreux facteurs et est difficile à maîtriser.

De plus, il est nécessaire de purger

complètement le circuit de la double enveloppe à chaque changement d'un fluide à un autre non miscible (c'est-à-dire que l'on ne souhaite pas mélanger) avec le précédent. Or, ces purges intégrales fréquentes du circuit de contrôle thermique affectent la réaction en cours dans le réacteur, limitent considérablement les performances dynamiques du procédé, et diminuent le rapport de la durée totale des réactions effectuées dans le réacteur sur la durée totale de non fonctionnement du réacteur.

10 L'invention vise à pallier ces inconvénients en proposant un nouveau type de procédé de contrôle thermique des réacteurs discontinus, qui présente tout à la fois les avantages des procédés multifluides (possibilité d'utiliser des fluides thermiques non
15 spécifiques disponibles sur le site, par exemple de l'eau liquide à température ambiante, de l'eau glycolée ou de la saumure et de la vapeur d'eau), et ceux des procédés monofluides (performances dynamiques élevées, continuité thermique du contrôle, ...).

20 L'invention vise également à proposer un tel procédé dans lequel il n'est pas nécessaire de purger le circuit de contrôle thermique dans les phases de fonctionnement les plus courantes du réacteur. L'invention vise également à proposer un tel procédé dont la logique de
25 pilotage est simple et peut être aisément maîtrisée.

L'invention vise également à proposer un tel procédé pouvant être mis en oeuvre avec un dispositif simple et peu onéreux.

30 L'invention vise également à proposer un tel dispositif pour la mise en oeuvre d'un tel procédé.

L'invention vise en outre à proposer un tel procédé et un tel dispositif qui sont compatibles avec les contraintes économiques et pratiques de l'industrie, et notamment qui peuvent être utilisés avantageusement avec
35 des réacteurs de taille industrielle.

Dans toute la présente demande deux fluides thermiques sont dits "distincts" dès lors qu'ils sont, soit de compositions chimiques différentes, soit dans des états

physiques (liquide ou gazeux) différents.

L'invention concerne donc un procédé de contrôle thermique d'un réacteur discontinu polyvalent dans lequel :

- 5 - on utilise une pluralité de sources S_i de fluides thermiques F_i dont deux au moins sont distincts, chaque source S_i étant apte à délivrer un fluide thermique F_i à une température T_i et selon un débit nominal Q_{in} prédéterminés,
- 10 - on sélectionne, en temps réel et en fonctionnement, un fluide thermique F_i ou un mélange de fluide(s) thermique(s) F_i pour former un fluide de contrôle F_c , selon une sélection choisie dans un groupe de sélections distinctes prédéterminées,
- 15 - on fait circuler le fluide de contrôle F_c dans un circuit de contrôle thermique disposé au contact du réacteur ou du milieu réactionnel dans le réacteur,
 - on mesure la température T_{rm} du milieu réactionnel à l'intérieur du réacteur,
- 20 - on ajuste la puissance calorifique du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique en fonction au moins de la température mesurée T_{rm} et d'un signal de consigne C pour la température T_r du milieu réactionnel dont la valeur et l'évolution sont
- 25 prédéterminées,
 caractérisé en ce que :
 - on élabore en temps réel la valeur d'un signal de commande R au moins en fonction du signal de consigne C et de la température mesurée T_{rm} du milieu
- 30 réactionnel,
 - on choisit une sélection en temps réel, en fonctionnement et en fonction de la valeur du signal de commande R ,
 - on ajuste automatiquement en temps réel
- 35 la puissance calorifique du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique, en fonction de la valeur du signal de commande R ,
 - pour au moins une première sélection, on

ajuste la puissance calorifique du fluide de contrôle selon un premier mode de contrôle dans lequel on ajuste en temps réel le débit du fluide de contrôle F_c dans le circuit de contrôle thermique en fonction de la valeur du signal de commande R,

- pour au moins une deuxième sélection distincte de la première sélection, on ajuste la puissance calorifique du fluide de contrôle selon un deuxième mode de contrôle pour lequel le fluide de contrôle F_c est à l'état liquide et dans lequel :

. on maintient le débit du fluide de contrôle F_c supérieur à une valeur prédéterminée,

. on ajuste en temps réel la température T_e du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique en fonction de la valeur du signal de commande R.

Selon l'invention, on active le premier mode de contrôle (ajustement du débit) lorsque le fluide de contrôle F_c est constitué d'un seul fluide thermique F_i . Et on active le deuxième mode de contrôle (ajustement de la température et débit maintenu au-dessus d'une valeur prédéterminée) lorsque le fluide de contrôle F_c est constitué ou peut être constitué d'un mélange de plusieurs fluides thermiques F_i de températures T_i distinctes, et on ajuste la température du fluide de contrôle F_c en ajustant le débit d'au moins l'un des fluides thermiques F_j constituant le mélange, le débit d'au moins un autre fluide thermique F_i , à l'état liquide, étant maintenu supérieur à une valeur prédéterminée.

En outre, selon l'invention, on sélectionne en temps réel et en fonctionnement le(les) fluide(s) thermique(s) F_i constituant le fluide de contrôle F_c en fonction du signal de commande R, de façon à minimiser le nombre de changements de fluide(s) thermique(s) F_i au cours du procédé.

Ainsi, un procédé selon l'invention est du type multifluide en ce sens qu'on utilise une pluralité de sources, à savoir en général les sources de fluides thermiques distincts généralement disponibles sur le site

industriel concerné, mais également du type monofluide dans la mesure où le contrôle thermique est effectué à débit constant et par ajustement de la température du fluide de contrôle Fc lorsque le deuxième mode de contrôle est actif, 5 notamment pendant la majeure partie de la réaction.

En particulier, avantageusement et selon l'invention, pendant la majeure partie de la durée de la réaction, on sélectionne un mélange de plusieurs fluides thermiques Fi distincts miscibles (par exemple de l'eau et 10 de la vapeur) de températures Ti distinctes, pour former le fluide de contrôle Fc et on active le deuxième mode de contrôle en ajustant la température du mélange, de sorte que le nombre de changements de sélection et de modes de contrôle est minimisé. En outre, on bénéficie, pour la plus 15 grande partie du temps de réaction, des avantages d'un contrôle thermique de type monofluide.

Avantageusement et selon l'invention, on sélectionne le(les) fluide(s) thermique(s) Fi constituant le fluide de contrôle Fc selon une sélection choisie dans 20 un groupe de sélections possibles comprenant au moins les trois sélections distinctes suivantes :

- un fluide thermique F1 froid uniquement,
- un fluide thermique F3 chaud uniquement,
- un fluide thermique F2 tiède liquide de 25 débit constant mélangé à un débit ajustable d'au moins un autre fluide thermique Fj de température Tj distincte de celle T2 du fluide thermique F2 tiède, de sorte que la température Te du fluide de contrôle Fc est ajustée selon le deuxième mode de contrôle, par ajustement du débit 30 utilisé du fluide thermique Fj. Avantageusement et selon l'invention, on utilise dans cette dernière sélection, le fluide thermique F3 chaud et/ou le fluide thermique F1 froid mélangé au fluide thermique F2 tiède.

Avantageusement et selon l'invention, le 35 fluide thermique F2 tiède est un liquide principalement constitué d'eau liquide, notamment à température ambiante, et on utilise de la vapeur d'eau à titre de fluide thermique mélangé au fluide thermique F2 tiède. En outre,

cette vapeur d'eau fait aussi office de fluide thermique F3 chaud (première sélection sus-mentionnée) utilisé seul pour former le fluide de contrôle Fc lorsque la puissance calorifique de celui-ci doit être élevée.

5 Avantageusement et selon l'invention, pour chaque sélection de fluide(s) thermique(s) Fi constituant le fluide de contrôle Fc, on détermine en temps réel en fonction de la(des) température(s) Ti et du(des) débit(s) nominal(aux) Qin du(des) fluide(s) thermique(s) Fi, une
10 borne inférieure Ra et/ou une borne supérieure Rb de valeur du signal de commande R au-dessus et/ou respectivement en-dessous de laquelle le fluide de contrôle Fc peut être constitué du(des) même(s) fluide(s) thermique(s) (c'est-à-dire de la même sélection). Selon l'invention, on ne change
15 la sélection de fluide(s) thermique(s) Fi constituant le fluide de contrôle Fc, que lorsque le signal de commande R devient inférieur et/ou respectivement supérieur à la borne inférieure Ra et/ou supérieure Rb pour obtenir la puissance calorifique correspondante, et à condition que celle-ci
20 puisse être obtenue à partir d'une sélection différente de fluide(s) thermique(s) Fi.

Il est à noter que, lorsque le fluide de contrôle Fc est constitué du mélange d'eau liquide tiède F2 et de vapeur d'eau F3 (contrôle selon le deuxième mode), si
25 le signal de commande R évolue au-delà de la borne extrême (en général la borne supérieure Rb), correspondant à la puissance calorifique maximum du fluide de contrôle Fc formé par ce mélange, il n'est pas nécessaire de purger le circuit de contrôle thermique pour passer à la sélection
30 dans laquelle la vapeur d'eau F3 est utilisée seule (selon le premier mode de contrôle). Il suffit en effet d'interrompre l'introduction de l'eau dans le circuit.

En outre, dans le cas où la sélection active est le fluide thermique F1 froid seul (qui est par exemple de l'eau glycolée ou de la saumure à basse
35 température), si le signal de commande R évolue au-delà de la borne extrême (en général, la borne inférieure Ra) correspondant à la puissance calorifique minimum (ou à la

puissance frigorifique maximum) procurée par le débit nominal Q_{1n} délivré par la source S_1 de ce fluide F_1 , on ne change pas de sélection ni de mode de contrôle puisqu'il n'existe pas de sélection procurant la puissance calorifique appropriée à ce signal de commande R . Il en va de même dans le cas où la sélection active est le fluide thermique F_3 chaud seul si le signal de commande R évolue au-delà de la borne extrême (en général borne supérieure R_b) correspondant à la puissance calorifique maximum procurée par le débit nominal Q_{3n} délivré par la source S_3 de ce fluide F_3 .

Avantageusement, dans un procédé selon l'invention :

- on mesure en temps réel la température T_{rm} régnant à l'intérieur du réacteur, la température T_{em} du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique, la température T_{sm} du fluide de contrôle F_c à la sortie du circuit de contrôle thermique,
- on fournit les valeurs mesurées de ces températures T_{rm} , T_{em} , T_{sm} à des moyens formant régulateur aptes à élaborer en temps réel un signal électrique de régulation dont la valeur dépend du signal de consigne C qu'il reçoit, desdites valeurs mesurées, et de l'évolution de ces valeurs au cours du temps,
- et on utilise directement le signal électrique de régulation élaboré par le régulateur à titre de signal de commande R .

Par exemple, le signal de commande R est le signal électrique de régulation fournit par un régulateur PID standard ou auto-ajustable.

Dans un procédé selon l'invention, on purge le circuit de contrôle thermique uniquement lorsque le signal de commande R évolue en passant par une des bornes extrêmes R_a et/ou R_b de l'intervalle $[R_a, R_b]$ du signal de commande correspondant à la sélection en cours de fluide(s) thermique(s) F_i constituant le fluide de contrôle F_c , et lorsque cette valeur du signal de commande R nécessite l'utilisation d'une sélection de fluide(s) non miscibles

(c'est-à-dire que l'on ne souhaite pas mélanger) avec la sélection de fluide(s) active. Ainsi, on diminue considérablement le nombre de purges nécessaires.

Par ailleurs, avantageusement selon
5 l'invention, on utilise directement la valeur élaborée en temps réel du signal de commande R pour ajuster automatiquement la puissance calorifique du fluide de contrôle Fc à l'entrée du circuit de contrôle thermique. Pour ce faire, dans une première variante, on considère le
10 signal de commande R élaboré comme représentatif, selon le mode de contrôle actif, de l'ouverture d'une vanne de contrôle du débit du fluide de contrôle Fc (premier mode de contrôle) ou d'un fluide thermique Fj permettant d'ajuster la température Te du fluide de contrôle Fc (deuxième mode
15 de contrôle). Dans une deuxième variante préférentielle, on considère le signal de commande R élaboré comme directement représentatif du flux thermique qu'il est nécessaire d'échanger entre le milieu réactionnel et le fluide de contrôle Fc pour atteindre et respecter le signal de
20 consigne C de la température Tr du milieu réactionnel.

Ainsi, si l'on considère le signal de commande élaboré par le régulateur comme représentatif du flux thermique devant être échangé, on calcule en temps réel, c'est-à-dire à chaque période d'échantillonnage, pour
25 la sélection de fluide(s) en cours, et de préférence pour chacune des sélections possibles, le flux minimum (correspondant à la borne inférieure Ra) et le flux maximum (correspondant à la borne supérieure Rb) pouvant être échangés compte tenu des caractéristiques du (des)
30 fluide(s) (débits, températures, propriétés physiques...) constituant ladite sélection en cours, de la température mesurée Trm du milieu réactionnel, des coefficients d'échange thermique du réacteur et de sa géométrie. En fonction de ces valeurs extrêmes du flux, on détermine si
35 la valeur courante du signal R est entre ces valeurs. Dans l'affirmative, il est possible de conserver la même sélection de fluide(s), puis on calcule, selon le mode de contrôle retenu, en temps réel, l'ajustement à effectuer

pour atteindre la valeur de consigne. Dans la négative, on modifie la sélection de fluide(s), pour autant qu'il existe une sélection permettant de procurer le flux thermique correspondant à la valeur du signal de commande R, puis on
5 procède au calcul de l'ajustement à effectuer.

Un procédé de contrôle thermique selon l'invention peut faire aussi l'objet de deux variantes selon que l'on recycle ou non le fluide de contrôle Fc circulant dans le circuit de contrôle thermique.

10 Dans une première variante on évacue hors du circuit de contrôle thermique la totalité du fluide de contrôle Fc à la sortie du circuit de contrôle thermique.

Dans une deuxième variante, on recycle au moins partiellement un débit Q_r de fluide de contrôle Fc.

15 Il est à noter que dans un procédé selon l'invention, lorsque le deuxième mode de contrôle est actif, le débit de liquide dans le circuit de contrôle thermique reste supérieur à un débit prédéterminé et les coefficients d'échange thermique entre le fluide de
20 contrôle Fc et le réacteur restent sensiblement constants, et en tout cas maîtrisés. On peut ainsi améliorer la précision et la dynamique du contrôle thermique. Avantageusement et selon l'invention lorsque le deuxième mode de contrôle est actif, on maintient le débit du fluide
25 de contrôle Fc liquide à une valeur constante. Plus exactement, dans la variante sans recyclage et lorsque la sélection active est le mélange des fluides F2 et F3, on maintient constant à sa valeur nominale Q_{2n} le débit du fluide thermique tiède F2 à l'état liquide délivré par la
30 source S2, et on fait varier la valeur du débit Q_{3e} du fluide thermique chaud F3 à l'état gazeux introduit dans le circuit de contrôle thermique, pour obtenir la température T_e du fluide de contrôle Fc souhaitée à l'entrée du circuit. Ainsi, pour une température T_e faible
35 correspondant à la valeur R_a minimum du signal de commande R dans l'intervalle $[R_a, R_b]$, on n'introduit pas de fluide F3 à l'état gazeux ($Q_{3e} = 0$) et le fluide thermique Fc est constitué du fluide F2 à l'état liquide à la température

T2. On comprend que plus on mélange de fluide à l'état gazeux F3 à la température T3 à ce fluide F2, plus la température de la phase liquide du fluide thermique Fc augmente. Néanmoins, le fluide F3 est immédiatement
5 condensé par mélange dans le fluide F2 liquide de sorte que le fluide de contrôle Fc conserve au moins substantiellement sa nature et son débit, seule la température étant ajustée en fonction de la valeur du signal de commande R.

10 Dans la variante avec recyclage, on ajuste les débits Q2e et/ou Q3e des fluides F2 et F3 pour ajuster la température Te du mélange Fc. Ainsi, on introduit du fluide F2 à l'état liquide et à la température T2 pour refroidir le fluide de contrôle Fc, et on introduit au
15 contraire du fluide F3 à l'état gazeux à la température T3 pour augmenter la température du fluide de contrôle Fc.

L'invention concerne également un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

20 Ainsi, l'invention concerne un dispositif de contrôle thermique d'un réacteur discontinu polyvalent tel qu'un réacteur destiné à l'industrie de la chimie fine, de synthèse ou de transformation de produits pharmaceutique, cosmétiques, colorants, polymères, ... , à
25 partir d'une pluralité de sources Si de fluides thermiques Fi dont deux au moins sont distincts, chaque source Si étant apte à délivrer un fluide thermique Fi à une température Ti et selon un débit nominal Qin prédéterminés, ce dispositif comprenant :

30 - des moyens de sélection en temps réel et en fonctionnement d'un fluide thermique Fi ou d'un mélange de fluide(s) thermique(s) Fi pour former un fluide de contrôle Fc, selon une sélection choisie dans un groupe de sélections distinctes,

35 - des moyens adaptés pour faire circuler le fluide de contrôle Fc dans un circuit de contrôle thermique disposé au contact du réacteur ou du milieu réactionnel dans le réacteur,

- des moyens de mesure en temps réel de la température T_{rm} du milieu réactionnel à l'intérieur du réacteur,
 - des moyens d'ajustement de la puissance calorifique du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique, en fonction au moins de la température mesurée T_{rm} et d'un signal de consigne C pour la température T_r du milieu réactionnel dont la valeur et l'évolution sont prédéterminées,
- 5 caractérisé en ce qu'il comporte :
- des moyens adaptés pour élaborer en temps réel un signal de commande R au moins en fonction du signal de consigne C et de la température mesurée T_{rm} du milieu réactionnel,
 - des moyens de détermination en temps réel et en fonctionnement, en fonction de la valeur du signal de commande R :
- . d'une sélection de fluide(s) thermique(s) circulant dans le circuit de contrôle
 - 20 thermique pour former le fluide de contrôle F_c ,
 - . d'un mode de contrôle thermique parmi :
- (i) un premier mode de contrôle dans lequel on ajuste en temps réel le débit du fluide de
 - 25 contrôle F_c dans le circuit de contrôle thermique en fonction de la valeur du signal de commande R ,
 - (ii) un deuxième mode de contrôle pour lequel le fluide de contrôle F_c est à l'état liquide, et dans lequel on maintient le débit du fluide de
 - 30 contrôle F_c supérieur à une valeur prédéterminée et on ajuste en temps réel la température T_e du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique en fonction de la valeur du signal de commande R ,
 - et en ce que les moyens d'ajustement de la puissance calorifique du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit
 - 35 de contrôle thermique sont adaptés pour ajuster automatiquement en temps réel la puissance calorifique selon le premier mode de contrôle pour au moins une

première sélection, et selon le deuxième mode de contrôle pour au moins une deuxième sélection distincte de la première sélection.

Avantageusement et selon l'invention, les
5 moyens de détermination comportent des moyens formant régulateur adaptés pour élaborer en temps réel un signal électrique de commande R dont la valeur dépend d'un signal de consigne C pour la température T_r du milieu réactionnel dont la valeur et l'évolution sont prédéterminées, et d'au
10 moins la valeur mesurée T_{rm} de la température du milieu réactionnel et de l'évolution de cette valeur au cours du temps.

En outre, avantageusement et selon l'invention, les moyens de détermination comportent des
15 moyens informatiques de calcul programmés pour déterminer en temps réel, en fonction de la(des) température(s) T_i et du(des) débit(s) nominal(aux) Q_{in} du(des) fluide(s) thermique(s) F_i , une borne inférieure R_a et/ou une borne supérieure R_b de valeur du signal de commande R au-dessus
20 et/ou respectivement en-dessous de laquelle le fluide de contrôle F_c peut être constitué du(des) même(s) fluide(s) thermique(s) F_i .

Avantageusement et selon l'invention, le dispositif comprend en outre :

- 25 - des moyens de mesure en temps réel de la température T_{em} du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique,
- des moyens de mesure en temps réel de la température T_{sm} du fluide de contrôle F_c à la sortie du
30 circuit de contrôle thermique.

Avantageusement et selon l'invention, les moyens formant régulateur sont adaptés pour élaborer en temps réel le signal de commande R en fonction du signal de consigne C, des valeurs mesurées T_{rm} , T_{em} , T_{sm} , délivrées
35 par lesdits moyens de mesure et de l'évolution de ces valeurs au cours du temps.

Avantageusement, et selon l'invention, le dispositif comporte un manifold interposé entre les

différentes sources S_i et le circuit de contrôle thermique, et ce manifold comprend pour chaque source S_i , une vanne de réglage proportionnel du débit Q_{ie} de fluide thermique F_i introduit dans le circuit de contrôle thermique entre une
5 valeur nulle et la valeur maximum correspondant au débit nominal Q_{in} du fluide thermique F_i délivré par la source S_i . Avantageusement, les moyens de détermination sont adaptés pour élaborer un signal d'ajustement d'ouverture de chaque vanne du manifold en fonction de la valeur du signal
10 de commande R élaborée par les moyens formant régulateur.

Ainsi, le dispositif selon l'invention est particulièrement simple, peu onéreux et fiable.

L'invention concerne aussi un procédé et un dispositif comprenant en combinaison tout ou partie des
15 caractéristiques mentionnées ci-après ou ci-dessus.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de la description suivante, de ses modes de réalisation préférentiels donnés à titre d'exemple non limitatif, et qui se réfère aux
20 figures annexées dans lesquelles :

- la figure 1 est un schéma de principe d'un dispositif selon une première variante de l'invention où le fluide thermique F_c n'est pas recyclé,

- les figures 2a à 2c sont des logigrammes
25 illustrant les étapes d'un procédé selon la première variante de l'invention,

- la figure 3 est un schéma de principe d'un dispositif selon une deuxième variante de l'invention où le fluide thermique F_c est au moins partiellement
30 recyclé,

- la figure 4 est un diagramme illustrant des courbes de variations au cours du temps du profil de consigne et de la température mesurée T_{rm} du milieu réactionnel, obtenues par simulation informatique d'un
35 procédé selon l'invention,

- la figure 5 est un diagramme illustrant les variations au cours du temps des flux thermiques maximum et minimum véhiculés par les fluides thermiques et

du signal de commande R représentant le flux thermique à échanger entre le milieu réactionnel et le fluide de contrôle Fc, obtenues par simulation informatique d'un procédé selon l'invention,

5 - la figure 6 est un diagramme illustrant un exemple de variations des valeurs extrêmes Ra et Rb du signal de commande, pour chaque sélection, en fonction de la température Trm mesurée dans le réacteur,

 - les figures 7 et 8 sont des figures
10 similaires aux figures 4 et 5 obtenues expérimentalement avec un dispositif conforme à la première variante de l'invention (sans recyclage),

 - les figures 9 et 10 sont des figures
similaires aux figures 7 et 8 obtenues expérimentalement
15 avec un dispositif conforme à la deuxième variante de l'invention (avec recyclage),

 - la figure 11 est un diagramme illustrant les variations au cours du temps des températures mesurées à l'entrée et à la sortie du circuit de contrôle thermique
20 dans l'expérience des figures 9 et 10.

Le dispositif représenté à la figure 1 comporte un réacteur discontinu 15 en forme générale de cuve apte à contenir des produits en réaction, et doté de moyens de mélange 16. La cuve du réacteur 15 est entourée
25 par une double enveloppe formant un circuit de contrôle thermique 17 doté de deux bouches d'alimentation/évacuation 18, 19 dont l'une 18 est à l'extrémité supérieure du circuit du contrôle thermique formé par la double enveloppe tandis que l'autre 19 est à l'extrémité opposée inférieure
30 de ce circuit.

Une source S1 fournit un fluide thermique F1 froid, par exemple de l'eau glycolée ou de la saumure, à une température T1 qui est par exemple de l'ordre - 15° C selon un débit nominal Q1n. Une source S2 fournit un fluide
35 thermique F2 tiède, par exemple de l'eau liquide à température T2 ambiante (par exemple de l'ordre de 20° C) selon un débit Q2n nominal. Une source S3 fournit un fluide thermique F3 chaud, par exemple de la vapeur d'eau sous

pression à la température T3 et selon un débit nominal Q3n. Une source S4 fournit de l'air comprimé pour accélérer les opérations de purge du circuit 17 de la double enveloppe. Les sources de fluides S1, S2, S3, S4 peuvent être
5 constituées d'extrémités de conduites d'un réseau d'eau glycolée ou de saumure, d'eau, de vapeur et d'air comprimé.

Le dispositif selon l'invention comporte également un manifold 20 interposé entre les sources S1, S2, S3, S4 et le circuit de contrôle thermique 17. Ce
10 manifold 20 est composé de vannes 1 à 13 adaptées pour alimenter de façon sélective le circuit de contrôle thermique 17 en fluides F1 (eau glycolée ou saumure), et/ou F2 (eau liquide à température ambiante) et/ou F3 (vapeur d'eau) et/ou F4 (air comprimé). Les différentes vannes 1 à
15 13 du manifold 20 sont pilotées par une carte de commande électronique 21 élaborant des signaux électriques d'ajustement pour ces vannes. Cette carte 21 de commande est contrôlée par un dispositif informatique 22 de calcul auquel elle est reliée. Le manifold 20 comprend pour chaque
20 source S1, S2, S3 de fluide thermique F1, F2, F3, au moins une vanne 1, 2, 3, 4 commandée de réglage proportionnel du débit Q1e, Q2e, Q3e, du fluide thermique F1, F2, F3 introduit dans le circuit de contrôle thermique 17 entre une valeur nulle et la valeur maximum correspondant au
25 débit nominal Q1n, Q2n, Q3n du fluide thermique F1, F2, F3 délivré par la source S1, S2, S3.

Chaque circuit d'alimentation de fluide thermique F1, F2, F3 entre la source S1, S2, S3 et le circuit de contrôle thermique 17 est équipé d'un débitmètre
30 (non représenté) dont le signal est transmis à une carte 61 d'acquisition et au dispositif informatique 22. Un manomètre (non représenté) associé à la source S3 de vapeur fournit aussi un signal électrique représentatif de la pression.

35 Sur la figure 1, seuls les signaux de commande pour ces vannes proportionnelles 1 à 4 sont représentés, mais il est entendu que la carte de commande 21 est également reliée aux autres vannes 5 à 13 commandées

de type tout ou rien (bistables) du manifold 20.

Le dispositif selon l'invention comporte également des moyens 23 formant régulateur. Ces moyens 23 peuvent être constitués d'un régulateur électronique matériel. Ils peuvent aussi être réalisés en tout ou partie sous forme logicielle, et donc être incorporés dans le dispositif informatique 22 programmé à cet effet. Le régulateur 23 élabore un signal de commande R à partir d'un profil de consigne C représentant l'évolution au cours du temps souhaitée pour la température T_r du milieu réactionnel, et de la mesure T_{rm} de la température du milieu réactionnel et de son évolution au cours du temps.

Avantageusement, le régulateur 23 est un régulateur PID (proportionnel intégral dérivé), ou un système de régulation et de commande avancé, par exemple du type prédictif et/ou auto-adaptatif tel que GPC. Un tel régulateur GPC tient compte de l'évolution passée et future pour élaborer le signal en temps réel, et est capable de modifier ses paramètres en temps réel en fonction des caractéristiques dynamiques du procédé.

Un tel régulateur 23 est connu en soi, et on peut utiliser par exemple le régulateur décrit dans la publication "Adaptative control of a multipurpose and flexible semi-batch pilot plant reactor", A. Rafalimanana, M. Cabassud, M.V. Le Lann, G. Casamatta, Computers Chem. Engng, Vol. 16, N° 9, Pages 837-848, 1992.

Des sondes de température 24, 25, 26 permettent de mesurer respectivement la température T_{rm} régnant à l'intérieur du réacteur, la température du fluide thermique F_c à la bouche d'alimentation/évacuation supérieure 18 et la température du fluide thermique F_c à la bouche d'alimentation/évacuation inférieure 19. Ces sondes de température 24, 25, 26 sont reliées à une carte d'acquisition 61 à laquelle elles délivrent les signaux correspondants. Cette carte d'acquisition 61 est reliée au dispositif informatique 22 auquel elle transmet les valeurs mesurées après conversion sous forme numérique.

Le signal de commande R élaboré par les

moyens 23 de régulation peut être considéré comme directement représentatif de l'ouverture d'une vanne 1, 2, 3 de contrôle du débit d'un fluide thermique introduit dans le circuit 17.

5 En variante préférentielle et selon l'invention, le signal de commande R élaboré est considéré comme représentatif d'un flux thermique à échanger entre le milieu réactionnel et le fluide de contrôle Fc circulant dans le circuit 17. Dans ce cas, le dispositif informatique
10 22 est programmé pour calculer en temps réel, en fonction de la nature du(des) fluide(s) thermique(s) sélectionné(s) pour le fluide de contrôle Fc et du signal R, la nature et la valeur du signal d'ajustement à appliquer sur le manifold 20 pour obtenir le flux thermique recherché. Ce
15 calcul prend en compte les coefficients d'échange thermique du réacteur 15.

Le manifold 20 définit des circuits d'alimentation/évacuation de chacun des fluides F1, F2, F3, F4 entre les sources S1, S2, S3, S4 et le circuit de
20 contrôle thermique 17.

Le dispositif informatique 22 et le régulateur 23 sont programmés pour fonctionner en temps réel de façon échantillonnée dans le temps selon une période d'échantillonnage appropriée déterminée de façon
25 usuelle en fonction de la dynamique du procédé. Classiquement, dans le cas d'une régulation de température, la période d'échantillonnage est comprise entre 1 s et 1 min, par exemple de l'ordre de 20 s.

A chaque période d'échantillonnage, le
30 dispositif informatique 22 et le régulateur 23 recueillent les valeurs mesurées, procèdent aux calculs décrits ci-après, élaborent le signal de commande R et le (les) signal (aux) d'ajustement pour le manifold 20 qui est (sont) appliqué (s) à la période d'échantillonnage subséquente.
35 Ainsi, le procédé et le dispositif selon l'invention sont du type fonctionnant en temps réel.

Le circuit d'eau glycolée ou de saumure (fluide F1) comporte une conduite d'alimentation 27 qui

est reliée à la source S1 en eau glycolée et, à l'opposé à la bouche inférieure 19 qui constitue la bouche d'alimentation en eau glycolée. Entre la source S1 et la bouche 19, la conduite 27 comporte une vanne tout ou rien 11 et une vanne proportionnelle 3. Une conduite d'évacuation 28 est reliée entre la bouche d'évacuation formée de la bouche supérieure 18 et une conduite commune d'évacuation 29 par l'intermédiaire d'une vanne tout ou rien 8. La vanne 3 proportionnelle permet d'ajuster le débit Q1e d'eau glycolée introduit à l'intérieur du circuit de contrôle thermique 17.

Le circuit en eau à température ambiante (fluide F2) comporte une conduite 30 d'alimentation qui est reliée à la source S2 et, à l'opposé, à un mélangeur 63 lui-même relié à la bouche d'alimentation inférieure 19 par une conduite 64 d'alimentation. La conduite 30 comporte une vanne tout ou rien 12 et une vanne proportionnelle 1. Une conduite d'évacuation 31 relie la bouche supérieure d'évacuation 18 à la conduite commune d'évacuation 29 par l'intermédiaire d'une vanne tout ou rien 13. La vanne proportionnelle 1 permet d'ajuster le débit Q2e d'eau introduit à l'entrée du circuit de contrôle thermique 17 par la bouche d'alimentation 19.

Le circuit de vapeur (fluide F3) comporte une conduite d'alimentation 32 reliée à la source S3 de vapeur et qui comprend, en aval de celle-ci, une vanne tout ou rien 10. En aval de cette vanne tout ou rien 10, la conduite 32 est dédoublée en une conduite 33 reliée par l'intermédiaire d'une vanne proportionnelle 2 au mélangeur 63 qui permet le mélange de la vapeur et de l'eau, et en une conduite 34 reliée, par l'intermédiaire d'une vanne proportionnelle 4, à la bouche d'alimentation supérieure 18.

La source S4 en air comprimé est reliée à la bouche supérieure 18 par une conduite 60 comprenant une vanne tout ou rien 9.

Une conduite d'évacuation 35 relie également la bouche inférieure 19 à la conduite commune

d'évacuation 29 par l'intermédiaire d'une vanne tout ou rien 7 située en amont du raccordement des conduites d'évacuation 28 en eau glycolée et 31 en eau à température ambiante à la conduite commune 29. La conduite d'évacuation commune 29 est dédoublée à son extrémité aval opposée en une conduite 36 reliée par l'intermédiaire d'une vanne tout ou rien 6 à une évacuation indépendante 37 en eau glycolée, et en une conduite 38 reliée par l'intermédiaire d'une vanne tout ou rien 5 à une évacuation 39 à l'égout.

La figure 2a illustre les étapes d'un procédé de contrôle thermique selon l'invention mis en oeuvre par le dispositif de la figure 1 lorsque le fluide de contrôle Fc comprend de l'eau à température ambiante (fluide F2). Les vannes 1 et 12 d'alimentation en eau à température ambiante sont ouvertes et cet état est détecté dans l'étape 40. L'étape 41 subséquente correspond à la mesure de la température Trm à l'intérieur du réacteur 15. Le régulateur 23 élabore en temps réel (c'est-à-dire à chaque période d'échantillonnage), le signal de commande R en 42 à partir du signal de consigne C qui lui est fourni en 43 par le dispositif informatique 22. Ce dispositif informatique 22 élabore en temps réel en 44 les valeurs limites Ra et Rb de l'intervalle [Ra, Rb] dans lequel le signal de commande R peut évoluer sans changement de la sélection des fluides formant le fluide de contrôle Fc, en fonction de l'interprétation qui en est faite et du(des) fluide(s) thermique(s) constituant le fluide de contrôle Fc. Ainsi, les valeurs Ra et Rb extrêmes sont les valeurs limites pouvant être atteintes avec la sélection de fluide(s) thermique(s) en cours et avec le mode de contrôle associé. Dans le cas de la figure 2a, la sélection est un mélange d'eau (F2) et de vapeur (F3) et on ajuste la température de l'eau grâce au débit de vapeur.

Dans le cas où le signal R élaboré par le régulateur est considéré comme le flux thermique à échanger et lorsque le fluide de contrôle Fc est à l'état liquide, le calcul des valeurs Ra et Rb peut être effectué à partir des équations :

$$(I) \quad R = Q_c C_p (T_e - T_s)$$

$$(II) \quad R = U A [(T_e - T_{rm}) + (T_s - T_{rm})] / 2$$

où

5 Q_c est le débit du fluide de contrôle F_c dans la double enveloppe ; C_p est la capacité calorifique du fluide de contrôle F_c ; T_e est la température d'entrée du fluide de contrôle F_c ; T_s est la température de sortie du fluide de contrôle F_c ; U est le coefficient global d'échange thermique du réacteur déterminé par les méthodes
10 de calcul thermique traditionnelles ; A est la surface d'échange thermique des parois ; T_{rm} est la température mesurée du milieu réactionnel.

Pour la sélection eau + vapeur, on obtient R_a en prenant $T_e = T_2$ et $Q_c = Q_{2e}$, et R_b en considérant
15 le débit de vapeur maximum (ouverture maximale de la vanne 2) avec le débit Q_{2e} d'eau, ce qui permet de déterminer la température T_e (qui est alors la température maximale du mélange eau + vapeur) et le débit Q_c qui est la somme de Q_{2e} et du débit de la vapeur condensée.

20 On compare ensuite en temps réel en 46 la valeur du signal de commande R élaborée en 42 aux valeurs limites R_a et R_b . Lorsque la valeur du signal de commande R est comprise dans l'intervalle $[R_a, R_b]$ on conserve la même sélection de fluides thermiques (eau et vapeur).

25 Lorsque le signal de commande R est représentatif du flux thermique, on calcule en 47 à partir des équations (I) et (II) la température T_e du fluide de contrôle F_c correspondant à ce flux thermique. Si l'on néglige le débit correspondant à la vapeur condensée, le
30 calcul donne la valeur de T_e directement. Si l'on ne néglige pas le débit, on procède par itérations successives.

La valeur du signal R doit correspondre d'une part à la variation de puissance calorifique entre
35 l'entrée et la sortie du circuit 17 de la double enveloppe, (équation (I)) et d'autre part à l'échange thermique entre le milieu réactionnel et le fluide de contrôle F_c (équation (II)).

On ajuste et on maintient en 48 le débit Q_{2e} d'eau introduit dans le circuit de contrôle thermique 17 à une valeur supérieure à une valeur Q_{lmin} prédéterminée. Avantageusement, ce débit Q_{2e} est maintenu
5 égal au débit nominal Q_{2n} délivré par la source S2 d'eau à température ambiante.

Le dispositif informatique 22 calcule à chaque période d'échantillonnage la valeur Q_{3e} du débit de vapeur à introduire en fonction de la différence entre la
10 température T_e déterminée par calcul à partir du signal de commande R, et la température T2 de l'eau à l'entrée (étape 49). L'ajustement du débit de vapeur Q_{3e} permet d'ajuster la température T_e d'entrée du mélange formant le fluide de contrôle Fc, en fonction de la valeur du signal R.

On ajuste donc à la prochaine période d'échantillonnage la valeur du débit Q_{3e} de vapeur introduit dans le circuit de contrôle thermique 17 en agissant sur la vanne proportionnelle 2 d'alimentation en vapeur, ce qui permet d'ajuster la température T_e du fluide
20 de contrôle Fc à l'entrée du circuit de contrôle thermique 17. Ce faisant, le débit Q_{3e} de vapeur est mélangé au débit Q_{2e} d'eau dans le mélangeur 63 et ce mélange est introduit à l'entrée de la bouche d'alimentation 19 inférieure.

Le fluide de contrôle Fc résultant du
25 mélange de l'eau et de la vapeur qui sort de la bouche d'évacuation 18 après circulation dans le circuit 17 est évacué en dehors du circuit de contrôle thermique 17 par la conduite d'évacuation 31.

La valeur extrême inférieure R_a est la
30 puissance calorifique minimum du fluide de contrôle Fc. Lorsqu'on utilise la sélection formée du mélange d'eau et de vapeur, cette valeur R_a est en pratique le flux thermique véhiculé par le débit Q_{lmin} (notamment le débit nominal Q_{2n}) d'eau, le débit de vapeur étant nul. La valeur
35 extrême supérieure R_b est la puissance calorifique maximum du fluide de contrôle Fc, c'est-à-dire le flux thermique véhiculé par le mélange du débit Q_{lmin} d'eau et d'un débit Q_{3e} de vapeur maximum admissible pour cette sélection,

correspondant en pratique par exemple à une température T_e de l'ordre de 70°C pour le mélange.

Si l'on détermine dans l'étape de comparaison 46 que la valeur du signal de commande R est inférieure à la borne inférieure R_a de l'intervalle $[R_a, R_b]$, il est nécessaire de changer la sélection pour un fluide thermique plus froid. On effectue une étape de purge du circuit de contrôle thermique 17 en fermant toutes les vannes à l'exception de la vanne 9 d'alimentation en air comprimé et des vannes 7 et 5 d'évacuation. On referme les vannes 5, 7 et 9, et on alimente ensuite le circuit de contrôle thermique en eau glycolée ou saumure conformément au procédé décrit ci-après et représenté à la figure 2c, en ouvrant les vannes 11 et 3 d'alimentation en eau glycolée et les vannes 8 et 6 d'évacuation lors de l'étape 51.

Si l'on détecte en 46 que la valeur du signal de commande R est supérieure à la borne supérieure R_b de l'intervalle $[R_a, R_b]$, on doit aussi modifier la sélection et utiliser un fluide thermique plus chaud. Pour ce faire, on alimente le circuit de contrôle thermique 17 en vapeur uniquement en ouvrant les vannes d'alimentation 10 et 4 en vapeur dans la bouche supérieure 18 et les vannes d'évacuation 7 et 5, et en refermant les autres vannes lors de l'étape 52. On contrôle ensuite le réacteur par le procédé décrit ci-après et représenté sur la figure 2b.

Lorsque l'on détecte l'ouverture des vannes d'alimentation 10, 4 en vapeur seule (par exemple par l'étape 52), le procédé représenté figure 2b reprend les étapes 41 à 45 préalablement décrites lors desquelles on élabore à chaque instant en temps réel la valeur du signal de commande R et les bornes inférieure R_a et supérieure R_b de l'intervalle $[R_a, R_b]$.

Avec cette sélection (vapeur seule), la borne inférieure R_a est égale à zéro, et correspond à la puissance calorifique d'un débit nul de vapeur. La borne supérieure R_b correspond à la puissance calorifique du débit nominal Q_{3n} de vapeur seule.

Cette valeur est aussi calculée à partir des bilans thermiques qui, dans le cas de la vapeur sèche et si R est le flux thermique, s'expriment par les équations suivantes :

5 (III) $R = Q_{3e} L \sqrt{P_3 - P_c}$

(IV) $R = U A (T_3 - T_{rm})$

où L est la chaleur latente de condensation de la vapeur et P_c est la pression dans la double-enveloppe.

10 En outre, la loi d'Antoine donne :

(V) $P_c = P_a + \exp [A - B / (T_3 + C)]$

où P_a est la pression des éventuels gaz incondensables dans la double-enveloppe, c'est-à-dire une constante connue (pression de l'air utilisé pour la purge)
15 et A, B, C sont les coefficients connus de la loi d'Antoine.

En prenant $Q_{3e} = Q_{3n}$, on obtient R_b et T_3 pour la vapeur sèche à l'aide des équations (III) (IV) et (V).

20 On compare ensuite en 53 la valeur du signal R à la borne inférieure R_a de l'intervalle $[R_a, R_b]$. Si cette valeur R est supérieure à la borne inférieure R_a , on ne modifie pas la sélection de fluide thermique.

Dans le cas où le signal R représente le
25 flux thermique, on calcule en 54 le débit Q_{3e} de façon itérative en fonction de cette valeur de R à partir des bilans thermiques et des coefficients d'échange thermique de l'installation (équations (III), (IV) et (V)). On ajuste ensuite à la prochaine période d'échantillonnage le débit
30 Q_{3e} de vapeur introduit dans la bouche d'alimentation supérieure 18 en agissant sur la vanne proportionnelle 4, en fonction du calcul précédent.

Si au contraire, la valeur du signal de commande R est inférieure à la borne inférieure R_a , il est
35 nécessaire de modifier la sélection de fluide(s) thermique(s) utilisé(s), de façon à former un fluide de contrôle F_c plus froid. Pour ce faire, on passe à l'étape 40 de sélection du mélange d'eau et de vapeur en

introduisant un débit Q_{2e} d'eau à température ambiante par ouverture des vannes 12 et 1. On revient ensuite à l'étape 41 et aux étapes subséquentes du procédé préalablement décrites en référence à la figure 2a. Pour ce faire, on ferme la vanne 4 et on ouvre les vannes 1, 12 et 2 comme indiqué précédemment.

Il est à noter que lorsque le circuit de contrôle thermique 17 est alimenté uniquement en gaz, notamment en vapeur, (mais aussi en air comprimé), le fluide de contrôle F_c gazeux circule depuis la bouche supérieure 18 vers la bouche inférieure 19. Au contraire, lorsque le fluide de contrôle F_c est liquide, notamment lorsqu'il est constitué du mélange d'eau et de vapeur, il est introduit dans la bouche inférieure 19 et évacué par la bouche supérieure 18, c'est-à-dire en sens contraire. Le fluide de contrôle à l'état gazeux circule dans le circuit 17 à contre-courant du fluide de contrôle F_c à l'état liquide, ce qui améliore la dynamique du procédé.

Lorsque de l'eau glycolée ou de la saumure (fluide F_1 froid) circule dans le circuit de contrôle thermique 17, par exemple à la suite de l'étape 51, le procédé suivi est celui représenté à la figure 2c. On effectue encore les étapes 41 à 45 permettant d'élaborer la valeur du signal de commande R et les valeurs des bornes inférieure et supérieure de l'intervalle $[R_a, R_b]$, à partir des équations (I) et (II).

La valeur R_a inférieure correspond au flux thermique véhiculé par le débit nominal Q_{1n} maximum d'eau glycolée où le fluide de contrôle F_c véhicule le plus de puissance frigorifique. La valeur R_b supérieure est nulle et correspond au flux thermique d'un débit nul d'eau glycolée.

On compare ensuite en 55 la valeur du signal R à la borne supérieure R_b de l'intervalle $[R_a, R_b]$.

Tant que le signal de commande R reste inférieur à cette borne supérieure R_b , on calcule en 56 le débit Q_{1e} d'eau glycolée à introduire dans le circuit de contrôle thermique 17 et on ajuste ce débit à la prochaine

période d'échantillonnage en réglant l'ouverture de la vanne proportionnelle 3 d'alimentation en eau glycolée. Dans le cas où le signal R représente un flux thermique, on calcule le débit Q_{1e} d'eau glycolée (ou saumure) à introduire dans le circuit 17 de façon itérative à partir des bilans thermiques et des coefficients d'échange thermique de l'installation (équations (I) et (II)).

Si au contraire, le signal de commande R devient supérieur à la borne supérieure R_b , on réalise une nouvelle étape de purge 57 à l'air comprimé, puis on introduit de l'eau à température ambiante lors de l'étape 40 subséquente en ouvrant les vannes d'alimentation en eau 12 et 1. Le procédé suit ensuite les étapes représentées à la figure 2a.

Le dispositif informatique 22 est programmé de façon appropriée pour réaliser l'ensemble de ces étapes.

Avantageusement, on calcule à chaque période d'échantillonnage les valeurs R_a et R_b limites correspondant à chaque sélection possible en fonction de T_{rm} , c'est-à-dire $R_a (F_1)$, $R_b (F_1)$, $R_a (F_2+F_3)$, $R_b (F_2+F_3)$, $R_a (F_3)$ et $R_b (F_3)$. En effet, il est à noter qu'à chaque valeur de la température du milieu réactionnel T_{rm} , on peut calculer les flux thermiques minimum et maximum pouvant être échangés pour toutes les sélections possibles. La figure 6 donne un exemple de courbes illustrant le résultat de ces calculs. Sur la figure 6, l'ordonnée est la température T_{rm} du milieu en °C et l'abscisse est le flux thermique en Watts (c'est-à-dire la valeur de R). La plage Z1 correspond à la sélection eau glycolée et est limitée par les droites représentant $R_a (F_1)$ et $R_b (F_1) = 0$; la plage Z3 correspond à la vapeur seule et est limitée par les droites $R_a (F_3) = 0$ et $R_b (F_3)$; la plage Z2 comprise entre les droites $R_a (F_2+F_3)$ et $R_b (F_2+F_3)$ correspond au mélange eau + vapeur et chevauche à gauche la plage Z1 et à droite la plage Z3. Dans la plage Z2, ou plus généralement lorsque plusieurs sélections correspondent au couple T_{rm} , R, on privilégie la sélection active en cours, c'est-à-dire que l'on ne change pas la sélection.

Le tableau 1 suivant donne l'état des vannes 1 à 13 dans les différents modes de fonctionnement du manifold 20 rencontrés au cours du procédé selon l'invention. Les vannes sont identifiées par leurs 5 références numériques représentées sur les figures.

TABLEAU 1

Vannes	Type	Action	Sélection en cours				
			I	II	III	IV	V
1	Proportionnelle	Débit eau	X	-	-	-	-
2	Proportionnelle	Débit vapeur pour le mélange à l'eau	X	-	-	-	-
3	Proportionnelle	Débit eau glycolée	-	-	X	-	-
4	Proportionnelle	Débit vapeur seule	-	X	-	-	-
5	Tout ou rien	Sortie vers égout	X	X	-	-	X
6	Tout ou rien	Sortie eau glycolée vers évacuation	-	-	X	X	-
7	Tout ou rien	Canalisation évacuation vers égout	-	X	-	xx	X
8	Tout ou rien	Evacuation eau glycolée	-	-	X	xx	-
9	Tout ou rien	Entrée air comprimé	-	-	-	X	X
10	Tout ou rien	Entrée vapeur	X	X	-	-	-
11	Tout ou rien	Entrée eau glycolée	-	-	X	-	-
12	Tout ou rien	Entrée eau	X	-	-	-	-
13	Tout ou rien	Sortie eau vers égout	X	-	-	-	-

- : Vanne fermée
- X : Vanne ouverte
- xx : Ouverture de la vanne temporisée
- I : Alimentation en eau et vapeur
- 5 II : Alimentation en vapeur seule
- III: Alimentation en eau glycolée
- IV : Purge de l'eau glycolée (étape 57)
- V : Purge de l'eau (étape 50)

La figure 4 est un diagramme illustrant un
10 exemple de profil de température T_r obtenu par simulation
dans un procédé selon l'invention. Sur cette figure, la
courbe en pointillés représente le profil de consigne C de
la température T_r souhaitée au cours du temps. La courbe en
trait plein représente le profil de la température mesurée
15 T_{rm} du milieu réactionnel qui a pu être obtenu par un
modèle de simulation de réacteur discontinu tel que celui
décrit dans la publication "A General Simulation Model Of
Batch Chemical Reactors For Thermal Control
Investigations", Michel CABASSUD, Marie-Véronique LE LANN,
20 Boaz ETTEDEGUI and Gilbert CASAMATTA, Chem. Eng. Technol.
17 (1994) 255-268. Le modèle décrit dans cette publication
pour un procédé multi-fluide a cependant été adapté à un
procédé conforme à l'invention.

Le profil de température est donc formé
25 dans cet exemple d'une montée linéaire jusqu'à 60°C
en 1 750 s, d'un palier à 60°C de 4 000 s, puis d'un
refroidissement progressif jusqu'à 30°C en moins
de 1 500 s.

La figure 5 représente un exemple de la
30 valeur du signal de commande R élaboré par un régulateur
GPC, ainsi que les puissances calorifiques extrêmes
(minimum et maximum) pouvant être obtenues respectivement
avec chaque sélection de fluides thermiques, à savoir : la
puissance calorifique maximum $R_b(F3)$ du débit Q_{3n} de vapeur
35 seule ; la puissance calorifique maximum $R_b(F2+F3)$ du
mélange d'eau et de vapeur ; la valeur nulle correspondant
aux puissances calorifiques maximum $R_b(F1)$ de l'eau
glycolée et minimum $R_a(F3)$ de la vapeur seule ; la

puissance calorifique minimum $Ra(F2+F3)$ du mélange d'eau et de vapeur ; la puissance calorifique minimum $Ra(F1)$ de l'eau glycolée. On constate que le procédé selon l'invention n'impose qu'un nombre minimum de changement de
5 sélections et deux purges P1 et P2 du circuit. Au démarrage, le circuit est alimenté en vapeur seule et selon le premier mode de contrôle. En C1, le signal R passe en dessous de $Ra(F3)$. Le procédé passe alors à la sélection du mélange eau et vapeur selon le deuxième mode de contrôle,
10 et ce jusqu'en C2 où R devient supérieur à $Rb(F2+F3)$ et où l'on repasse à la sélection de vapeur seule. En C3, le signal R devient à nouveau inférieur à $Ra(F3)$ et on passe à nouveau au mélange eau et vapeur. En P1, le signal R devient inférieur à $Ra(F2+F3)$ de sorte que l'on passe à
15 l'eau glycolée et au premier mode de contrôle, et ce jusqu'en P2 où R devient supérieur à $Rb(F1)$.

Les figures 7 et 8 sont similaires aux figures 4 et 5 mais expriment des résultats obtenus expérimentalement avec un réacteur de 16 l et un palier de
20 température à 70°C sans réaction chimique dans le réacteur. Comme on le voit, la courbe de la température mesurée Trm suit de près le profil de consigne C. Sur la figure 7, on a aussi tracé la courbe représentant le signal d'ajustement β fournit au manifold 20 par le dispositif informatique 22 et
25 la carte de commande 21, sous la forme du taux d'ouverture β d'une vanne (taux d'ouverture $\beta2$ de la vanne 2 réglant le débit $Q3e$ de vapeur mélangé à l'eau pour la sélection eau+vapeur ; taux d'ouverture $\beta4$ de la vanne 4 réglant le débit $Q3e$ de vapeur pour la sélection vapeur seule ; taux
30 d'ouverture $\beta3$ de la vanne 3 réglant le débit $Q1e$ d'eau glycolée pour la sélection eau glycolée).

Sur la figure 8, on note en C1 un passage à la sélection vapeur seule, en C2 un retour à la sélection eau + vapeur, en P1 une purge et un passage à la sélection
35 eau glycolée et en P2 une purge et un retour à la sélection eau + vapeur. La sélection eau + vapeur est utilisée pendant la majeure partie du temps et le nombre de purges est minimisé.

La figure 3 représente une autre variante d'un dispositif selon l'invention dans laquelle le fluide Fc circulant dans le circuit de contrôle thermique 17 est au moins partiellement recyclé. Le dispositif de la figure 3 diffère de celui de la figure 1 par le fait que la conduite d'évacuation 31 de l'eau à température ambiante à partir de la bouche supérieure 18 n'est plus connectée à la conduite d'évacuation commune 29 mais est reliée par l'intermédiaire de la vanne tout ou rien 13 et d'une pompe 58 au mélangeur 63, immédiatement en amont de la bouche inférieure 19 de façon à recycler le fluide thermique Fc. Une conduite d'évacuation 59 est connectée à l'aval de la pompe 58 et comprend une vanne 14 de purge ou un purgeur permettant de stabiliser le débit du fluide thermique Fc en compensant le débit de fluide thermique (eau ou vapeur) introduit dans le circuit pour ajuster la température. Cette conduite 59 est reliée à l'égout 39. Le procédé mis en oeuvre dans ce dispositif est identique à celui préalablement décrit dans la première variante à l'exception de l'étape 48 qui est supprimée et de l'étape 49 qui est modifiée. En effet, on ajuste alors le débit Q_{3e} de vapeur et/ou le débit Q_{2e} de l'eau à température ambiante à l'entrée du circuit de contrôle thermique 17 selon que l'on souhaite réchauffer ou refroidir le fluide de contrôle Fc circulant dans le circuit.

Les valeurs des débits Q_{2e} et Q_{3e} sont calculées par le dispositif informatique 22 en fonction de la différence entre la température T_e à obtenir, déterminée par calcul à partir du signal de commande R, de la température T_{sm} du fluide de contrôle Fc mesurée en sortie à la bouche d'évacuation 18 par la sonde thermique 25 et de la température T_{rm} du milieu réactionnel (équations (I) et (II)).

Le tableau 2 ci-après est un tableau similaire au tableau 1 correspondant à cette deuxième variante de l'invention.

TABLEAU 2

Vannes	Type	Action	Sélection en cours				
			I	II	III	IV	V
1	Proportionnelle	Débit eau	X	-	-	-	-
2	Proportionnelle	Débit vapeur pour le mélange à l'eau	X	-	-	-	-
3	Proportionnelle	Débit eau glycolée	-	-	X	-	-
4	Proportionnelle	Débit vapeur	-	X	-	-	-
5	Tout ou rien	Sortie vers égout	-	X	-	-	X
6	Tout ou rien	Sortie eau glycolée vers évacuation	-	-	X	X	-
7	Tout ou rien	Canalisation évacuation vers égout	-	X	-	xx	X
8	Tout ou rien	Evacuation eau glycolée	-	-	X	xx	-
9	Tout ou rien	Entrée air comprimé	-	-	-	X	X
10	Tout ou rien	Entrée vapeur	X	X	-	-	-
11	Tout ou rien	Entrée eau glycolée	-	-	X	-	-
12	Tout ou rien	Entrée eau	X	-	-	-	-
13	Tout ou rien	Réticulation	X	-	-	-	-
14	Tout ou rien	Sortie eau (purge) vers égout	xx	-	-	-	-

- : Vanne fermée
- X : Vanne ouverte
- xx : Ouverture de la vanne temporisée
- I : Alimentation en eau et vapeur
- 5 II : Alimentation en vapeur seule
- III: Alimentation en eau glycolée
- IV : Purge de l'eau glycolée (étape 57)
- V : Purge de l'eau (étape 50)

La vanne 14 de purgeur ou le purgeur permet
10 de maintenir le débit Q_1 de la phase liquide dans le
circuit de contrôle thermique 17 au moins sensiblement
constant en évacuant hors de ce circuit un débit Q_{ls} de
liquide correspondant au débit du liquide introduit par le
débit Q_{2e} d'eau et/ou Q_{3e} de vapeur à l'entrée du circuit
15 de contrôle thermique 17.

Cette variante avec recyclage du fluide de
contrôle F_c permet de réaliser des économies d'énergie
substantielles.

Les figures 9 et 10 sont similaires aux
20 figures 7 et 8 mais expriment des résultats obtenus
expérimentalement avec un dispositif selon la deuxième
variante de l'invention (recyclage) avec un réacteur de 16
l et un palier de température à 45°C sans réaction chimique
dans le réacteur. Sur la figure 9, le signal d'ajustement β
25 fourni au manifold 20 par le dispositif informatique 22 et
la carte de commande 21 est le taux d'ouverture β_2 de la
vanne 2 réglant le débit Q_{3e} de vapeur mélangé à l'eau
lorsque $R > 0$, et le taux d'ouverture β_1 de la vanne 1
réglant le débit Q_{2e} d'eau lorsque $R < 0$. Comme on le voit,
30 la sélection eau + vapeur est utilisée pendant tout le
procédé et aucune purge n'est nécessaire. En outre, les
valeurs de β_2 et β_1 restent faibles.

La figure 11 représente l'allure des
courbes des variations au cours du temps des températures
35 T_{em} d'entrée et T_{sm} de sortie du mélange (fluide de
contrôle) telles que mesurées. La différence entre T_s et T_e
dépend de l'échange thermique qui a eu lieu avec le milieu
réactionnel.

D'autres variantes de l'invention sont possibles. En particulier, on peut utiliser une sélection d'un mélange d'un fluide froid F1 et d'un fluide tiède F2, selon le deuxième mode de contrôle, à la place ou en plus
5 de la sélection du mélange d'eau (F2) et de vapeur (F3), dans les applications où un fluide froid F1 et un fluide tiède F2 sont disponibles à moindre coût sur le site. Dans le cas où le fluide froid F1 est de l'eau glycolée, dont le prix est élevé, on évite cependant de mélanger ce fluide
10 aux autres fluides F1 et/ou F3.

Le choix des composants des dispositifs décrits et représentés et la programmation du dispositif informatique 22, qui n'est qu'un simple micro-ordinateur, peuvent être effectués selon les applications de façon
15 traditionnelle, notamment à partir des algorithmes décrits dans les publications sus-mentionnées.

REVENDECATIONS

1/ - Procédé de contrôle thermique d'un réacteur discontinu polyvalent dans lequel :

- on utilise une pluralité de sources S_i de fluides thermiques F_i dont deux au moins sont distincts, chaque source S_i étant apte à délivrer un fluide thermique F_i à une température T_i et selon un débit nominal Q_{in} prédéterminés,

- on sélectionne, en temps réel et en fonctionnement, un fluide thermique F_i ou un mélange de fluide(s) thermique(s) F_i pour former un fluide de contrôle F_c , selon une sélection choisie dans un groupe de sélections distinctes prédéterminées,

- on fait circuler le fluide de contrôle F_c dans un circuit de contrôle thermique (17) disposé au contact du réacteur (15) ou du milieu réactionnel dans le réacteur,

- on mesure la température T_{rm} du milieu réactionnel à l'intérieur du réacteur (15),

- on ajuste la puissance calorifique du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique (17) en fonction au moins de la température mesurée T_{rm} et d'un signal de consigne C pour la température T_r du milieu réactionnel dont la valeur et l'évolution sont prédéterminées, caractérisé en ce que :

- on élabore en temps réel la valeur d'un signal de commande R au moins en fonction du signal de consigne C et de la température mesurée T_{rm} du milieu réactionnel,

- on choisit une sélection en temps réel, en fonctionnement et en fonction de la valeur du signal de commande R ,

- on ajuste automatiquement en temps réel la puissance calorifique du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique (17) en fonction de la valeur du signal de commande R ,

- pour au moins une première sélection, on

ajuste la puissance calorifique du fluide de contrôle selon un premier mode de contrôle dans lequel on ajuste en temps réel le débit du fluide de contrôle F_c dans le circuit de contrôle thermique en fonction de la valeur du signal de commande R,

- pour au moins une deuxième sélection distincte de la première sélection, on ajuste la puissance calorifique du fluide de contrôle selon un deuxième mode de contrôle pour lequel le fluide de contrôle F_c est à l'état liquide et dans lequel :

. on maintient le débit du fluide de contrôle F_c supérieur à une valeur prédéterminée,

. on ajuste en temps réel la température T_e du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique (17) en fonction de la valeur du signal de commande R.

2/ - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on active le premier mode de contrôle lorsqu'on sélectionne un seul fluide thermique F_i constituant le fluide de contrôle F_c .

3/ - Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'on active le deuxième mode de contrôle lorsqu'on sélectionne un mélange de plusieurs fluides thermiques F_i de températures T_i distinctes constituant ou pouvant constituer le fluide de contrôle F_c , et en ce qu'on ajuste la température T_e du fluide de contrôle F_c à l'entrée du circuit de contrôle thermique (17) en ajustant le débit d'au moins l'un des fluides thermiques F_j constituant le mélange, le débit d'au moins un autre fluide thermique F_i à l'état liquide étant maintenu supérieur à une valeur prédéterminée.

4/ - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on sélectionne en temps réel et fonctionnement le(les) fluide(s) thermique(s) F_i constituant le fluide de contrôle F_c en fonction du signal de commande R de façon à minimiser le nombre de changements de fluide(s) thermique(s) F_i au cours du procédé.

5/ - Procédé selon l'une des revendications

1 à 4, caractérisé en ce que pour chaque sélection de fluide(s) thermique(s) F_i constituant le fluide de contrôle F_c , on détermine en temps réel en fonction de la(des) température(s) T_i et du(des) débit(s) nominal(aux) Q_{in} du(des) fluide(s) thermique(s) F_i , une borne inférieure R_a et/ou une borne supérieure R_b de valeur du signal de commande R au-dessus et/ou respectivement en-dessous de laquelle le fluide de contrôle F_c peut être constitué du(des) même(s) fluide(s) thermique(s), et en ce qu'on ne
10 change la sélection du(des) fluide(s) thermique(s) F_i constituant le fluide de contrôle F_c , que lorsque le signal de commande R devient inférieur et/ou respectivement supérieur à la borne inférieure R_a et/ou supérieure R_b , pour obtenir la puissance calorifique correspondante, et à
15 condition que celle-ci puisse être obtenue à partir d'une sélection différente de(s) fluide(s) thermique(s) F_i .

6/ - Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on élabore le signal de commande R à l'aide de moyens (23) formant régulateur aptes
20 à élaborer en temps réel un signal électrique de régulation, et en ce qu'on utilise directement ce signal électrique de régulation à titre de signal de commande R .

7/ - Procédé selon l'une des revendications 1 et 6, caractérisé en ce que :

25 - on mesure la température T_{rm} régnant à l'intérieur du réacteur (15), la température T_{em} du fluide de contrôle F_c à l'entrée (19) du circuit de contrôle thermique (17), la température T_{sm} du fluide de contrôle F_c à la sortie (18) du circuit de contrôle thermique (17),

30 - on fournit les valeurs mesurées de ces températures T_{rm} , T_{em} , T_{sm} à des moyens (23) formant régulateur aptes à élaborer en temps réel un signal électrique de régulation dont la valeur dépend du signal de consigne C qu'il reçoit, desdites valeurs mesurées, et de
35 l'évolution de ces valeurs au cours du temps,

- et en ce qu'on utilise directement le signal électrique de régulation élaboré par le régulateur à titre de signal de commande R .

8/ - Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on ajuste automatiquement la puissance calorifique du fluide de contrôle Fc en considérant le signal de commande R élaboré comme
5 représentatif de l'ouverture d'une vanne (1, 2, 3) de contrôle du débit du fluide de contrôle Fc et/ou d'un fluide thermique Fj permettant d'ajuster la température Te du fluide de contrôle Fc.

9/ - Procédé selon l'une des revendications
10 1 à 7, caractérisé en ce qu'on ajuste automatiquement la puissance calorifique du fluide de contrôle Fc en considérant le signal de commande R élaboré comme représentatif du flux thermique qu'il est nécessaire d'échanger entre le milieu réactionnel et le fluide de
15 contrôle Fc pour respecter le signal de consigne c de la température Tr du milieu réactionnel.

10/ - Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que ledit groupe de sélections distinctes comprend au moins les trois
20 sélections distinctes suivantes :

- un fluide thermique F1 froid uniquement,
- un fluide thermique F3 chaud uniquement,
- un fluide thermique F2 tiède liquide de débit constant mélangé à un débit ajustable d'au moins un
25 autre fluide thermique Fj de température Tj distincte de celle T2 du fluide thermique F2 tiède, de sorte que la température Te du fluide de contrôle Fc est ajustée selon le deuxième mode de contrôle, par ajustement du débit utilisé du fluide thermique Fj.

30 11/ - Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'on utilise le fluide thermique F3 chaud et/ou le fluide thermique F1 froid mélangé au fluide thermique F2 tiède.

12/ - Procédé selon l'une des
35 revendications 10 et 11, caractérisé en ce que le fluide thermique F2 tiède est un liquide au moins principalement constitué d'eau liquide et en ce qu'on utilise de la vapeur d'eau à titre de fluide thermique Fj mélangé au fluide

thermique F2 tiède.

13/ - Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce qu'on évacue hors du circuit de contrôle thermique (17) la totalité du fluide de contrôle Fc à la sortie du circuit de contrôle thermique (17).

14/ - Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce qu'on recycle au moins partiellement un débit Qr de fluide de contrôle Fc.

15/ - Dispositif de contrôle thermique d'un réacteur discontinu polyvalent tel qu'un réacteur destiné à l'industrie de la chimie fine, de synthèse ou de transformation de produits pharmaceutiques, cosmétiques, colorants, polymères, ..., à partir d'une pluralité de sources Si de fluides thermiques Fi dont deux au moins sont distincts, chaque source Si étant apte à délivrer un fluide thermique Fi à une température Ti et selon un débit nominal Qin prédéterminés, ce dispositif comprenant :

- des moyens (20) de sélection en temps réel et en fonctionnement d'un fluide thermique Fi ou d'un mélange de fluide(s) thermique(s) Fi pour former un fluide de contrôle Fc, selon une sélection choisie dans un groupe de sélections distinctes,

- des moyens (20) adaptés pour faire circuler le fluide de contrôle Fc dans un circuit de contrôle thermique (17) disposé au contact du réacteur (15) ou du milieu réactionnel dans le réacteur (15),

- des moyens (24) de mesure de la température Trm du milieu réactionnel à l'intérieur du réacteur (15),

- des moyens (20, 21) d'ajustement de la puissance calorifique du fluide de contrôle Fc à l'entrée du circuit de contrôle thermique (17), en fonction au moins de la température mesurée Trm et d'un signal de consigne C pour la température Tr du milieu réactionnel dont la valeur et l'évolution sont prédéterminées, caractérisé en ce qu'il comporte :

- des moyens (23) adaptés pour élaborer en

temps réel un signal de commande R au moins en fonction du signal de consigne C et de la température mesurée Trm du milieu réactionnel,

5 - des moyens (22, 23) de détermination en temps réel et en fonctionnement, en fonction de la valeur du signal de commande R :

. d'une sélection de fluide(s) thermique(s) circulant dans le circuit de contrôle thermique (17) pour former le fluide de contrôle Fc,

10 . d'un mode de contrôle thermique parmi :

(i) un premier mode de contrôle dans lequel on ajuste en temps réel le débit du fluide de contrôle Fc dans le circuit de contrôle thermique (17) en
15 fonction de la valeur du signal de commande R,

(ii) un deuxième mode de contrôle pour lequel le fluide de contrôle Fc est à l'état liquide, et dans lequel on maintient le débit du fluide de contrôle Fc supérieur à une valeur prédéterminée et on
20 ajuste en temps réel sa température Te du fluide de contrôle Fc à l'entrée du circuit de contrôle thermique (17) en fonction de la valeur du signal de commande R, et en ce que les moyens (20, 21) d'ajustement de la puissance calorifique du fluide de contrôle Fc à l'entrée
25 du circuit de contrôle thermique (17) sont adaptés pour ajuster automatiquement en temps réel la puissance calorifique selon le premier mode de contrôle pour au moins une première sélection, et selon le deuxième mode de contrôle pour au moins une deuxième sélection distincte de
30 la première sélection.

16/ - Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que les moyens (22, 23) de détermination comportent des moyens (23) formant régulateur adaptés pour élaborer en temps réel un signal électrique de commande R
35 dont la valeur dépend d'un signal de consigne C pour la température Tr du milieu réactionnel, dont la valeur et l'évolution sont prédéterminées, et d'au moins la valeur mesurée Trm de la température du milieu réactionnel et de

l'évolution de cette valeur au cours du temps.

17/ - Dispositif selon la revendication 16, caractérisé en ce que les moyens (22, 23) de détermination comportent des moyens (22) informatiques de calcul
5 programmés pour déterminer en temps réel, en fonction de la(des) température(s) T_i et du(des) débit(s) nominal(aux) Q_{in} du(des) fluide(s) thermique(s) F_i , une borne inférieure R_a et/ou une borne supérieure R_b de valeur du signal de commande R au-dessus et/ou respectivement en-dessous de
10 laquelle le fluide de contrôle F_c peut être constitué du(des) même(s) fluide(s) thermique(s) F_i .

18/ - Dispositif selon l'une des revendications 15 à 17, caractérisé en ce qu'il comprend en outre :

15 - des moyens (26) de mesure de la température T_{em} du fluide de contrôle F_c à l'entrée (19) du circuit de contrôle thermique (17),

- des moyens (25) de mesure de la température T_{sm} du fluide de contrôle F_c à la sortie (18)
20 du circuit de contrôle thermique (17),

et en ce que les moyens (23) formant régulateur sont adaptés pour élaborer en temps réel le signal de commande R en fonction du signal de consigne C , des valeurs mesurées T_{rm} , T_{em} , T_{sm} délivrées par les moyens (24, 25, 26) de
25 mesure et de l'évolution de ces valeurs au cours du temps.

19/ - Dispositif selon l'une des revendications 15 à 18, caractérisé en ce qu'il comporte un manifold (20) interposé entre les sources S_i et le circuit de contrôle thermique (17), ce manifold (20) comprenant
30 pour chaque source S_i , au moins une vanne (1 à 4) de réglage proportionnel du débit Q_{ie} de fluide thermique F_i introduit dans le circuit de contrôle thermique (17) entre une valeur nulle et la valeur maximum correspondant au débit nominal Q_{in} du fluide thermique F_i délivré par la
35 source S_i .

20/ - Dispositif selon l'une des revendications 16 à 19, caractérisé en ce que les moyens (22, 23) de détermination sont adaptés pour élaborer un

signal d'ajustement d'ouverture de chaque vanne (1 à 14) du manifold (20) en fonction de la valeur du signal de commande R élaborée par les moyens (23) formant régulateur.

1 / 13

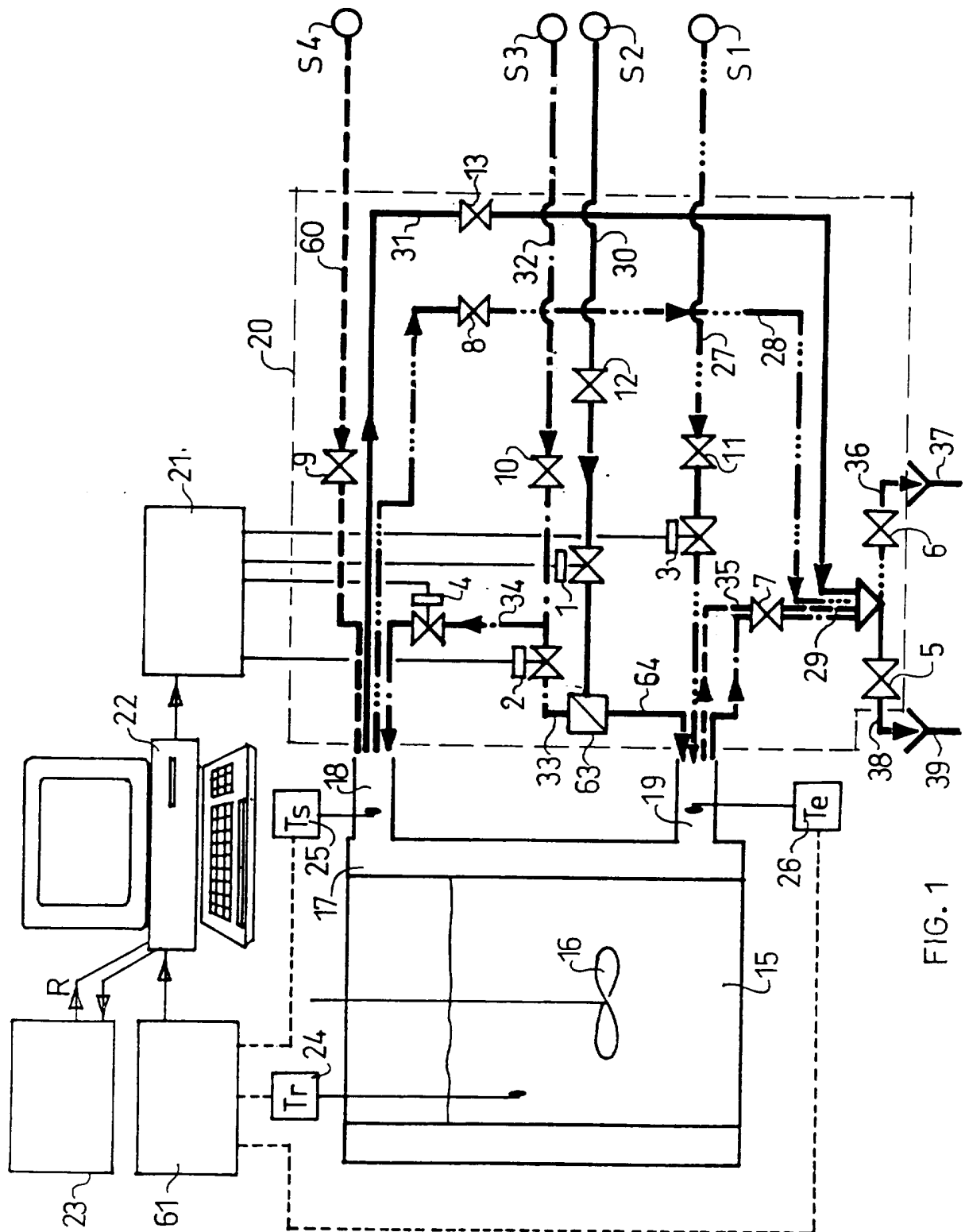


FIG. 1

2/13

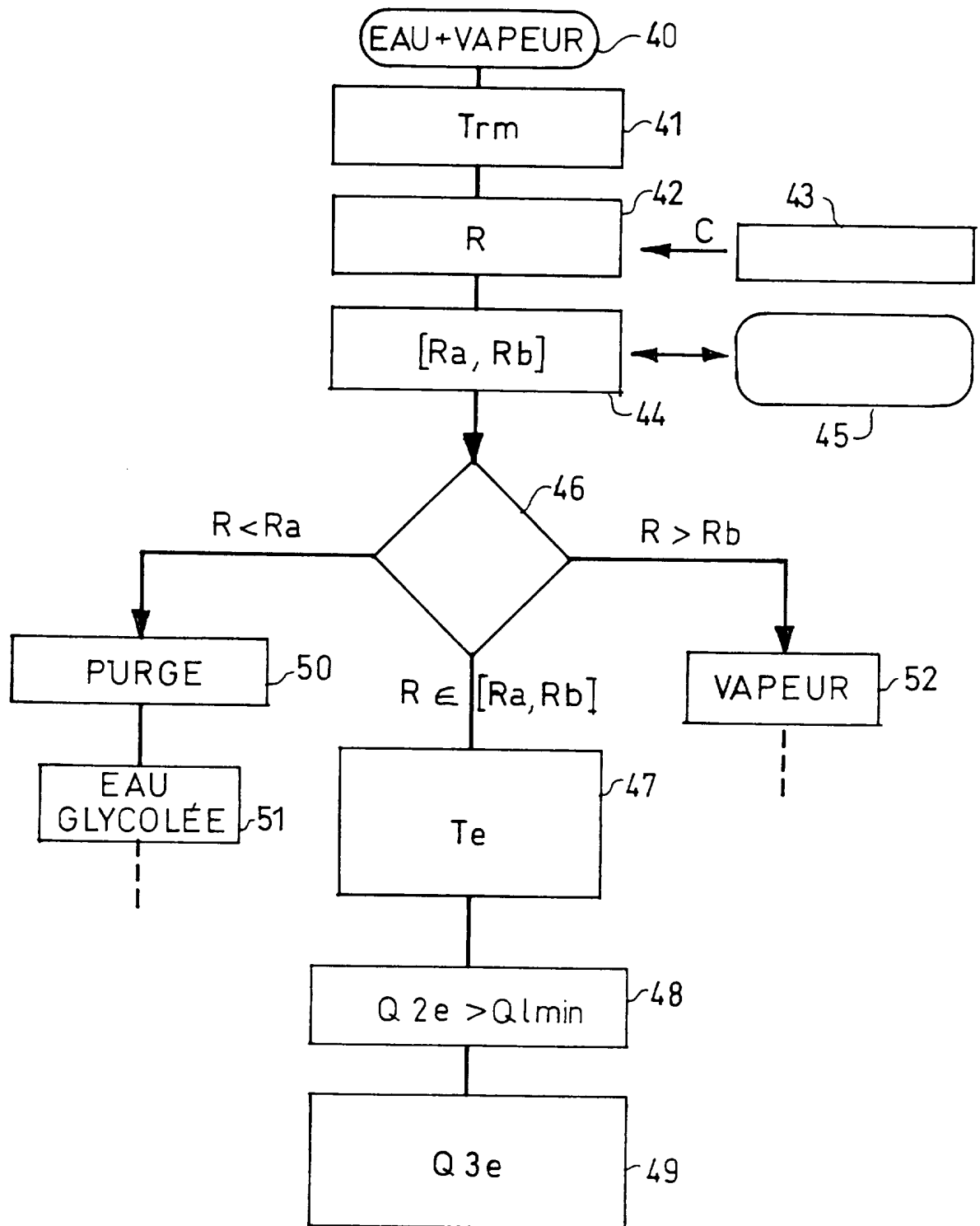


FIG. 2a

3/13

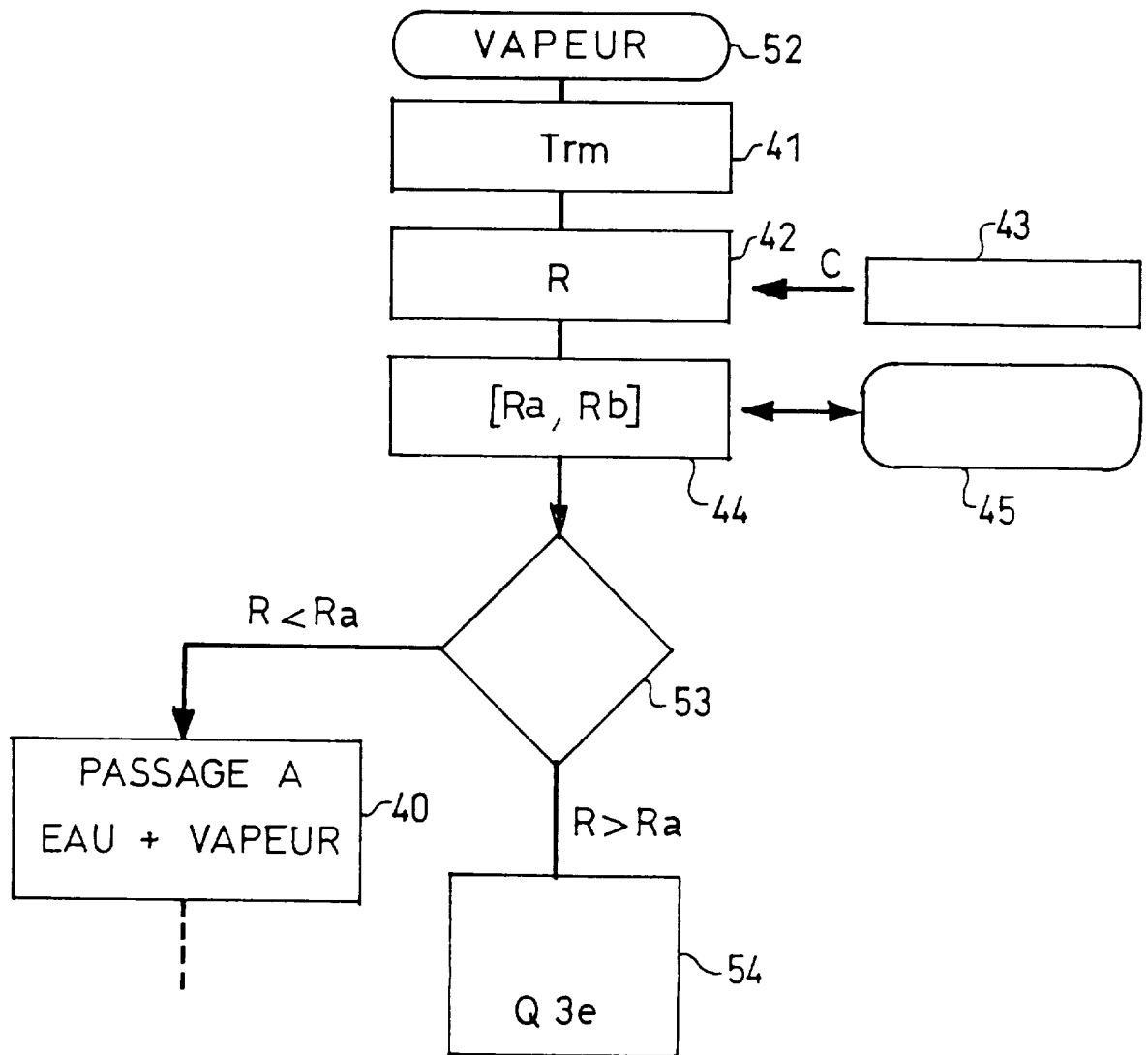


FIG.2b

4 / 13

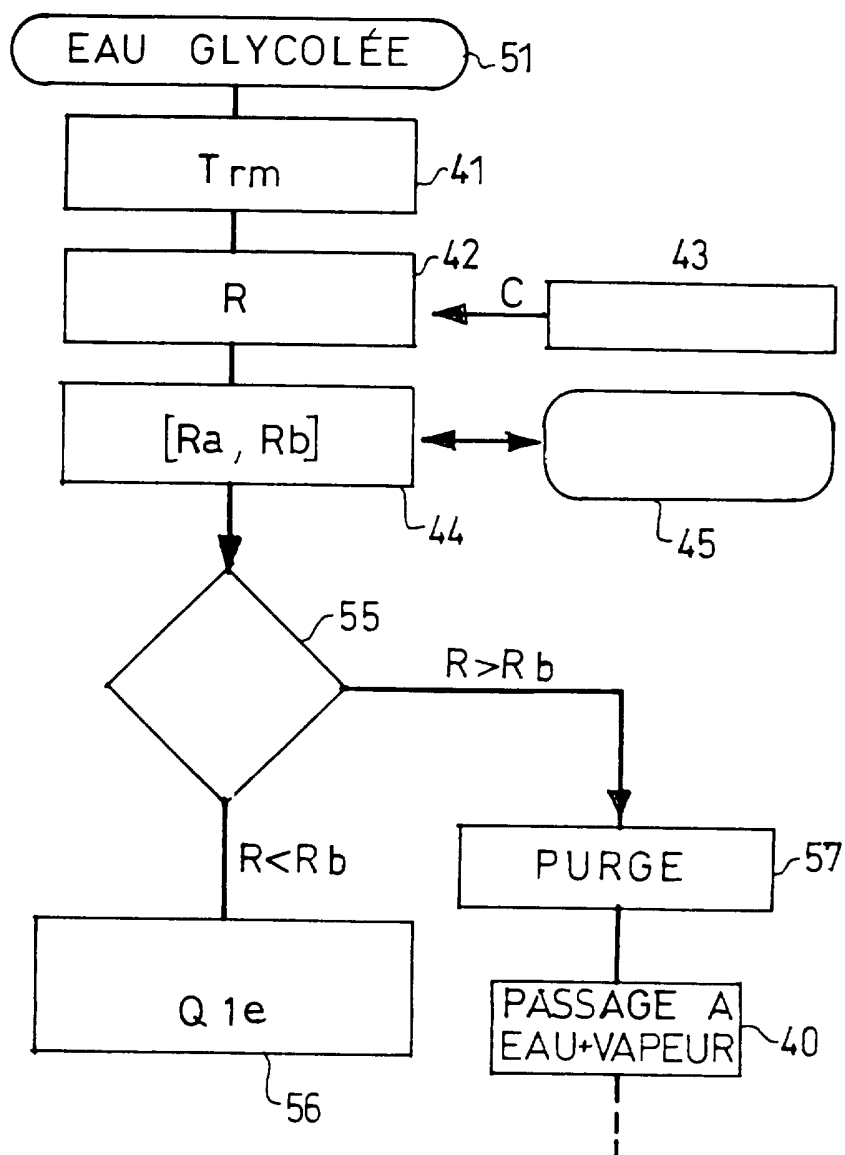


FIG. 2c

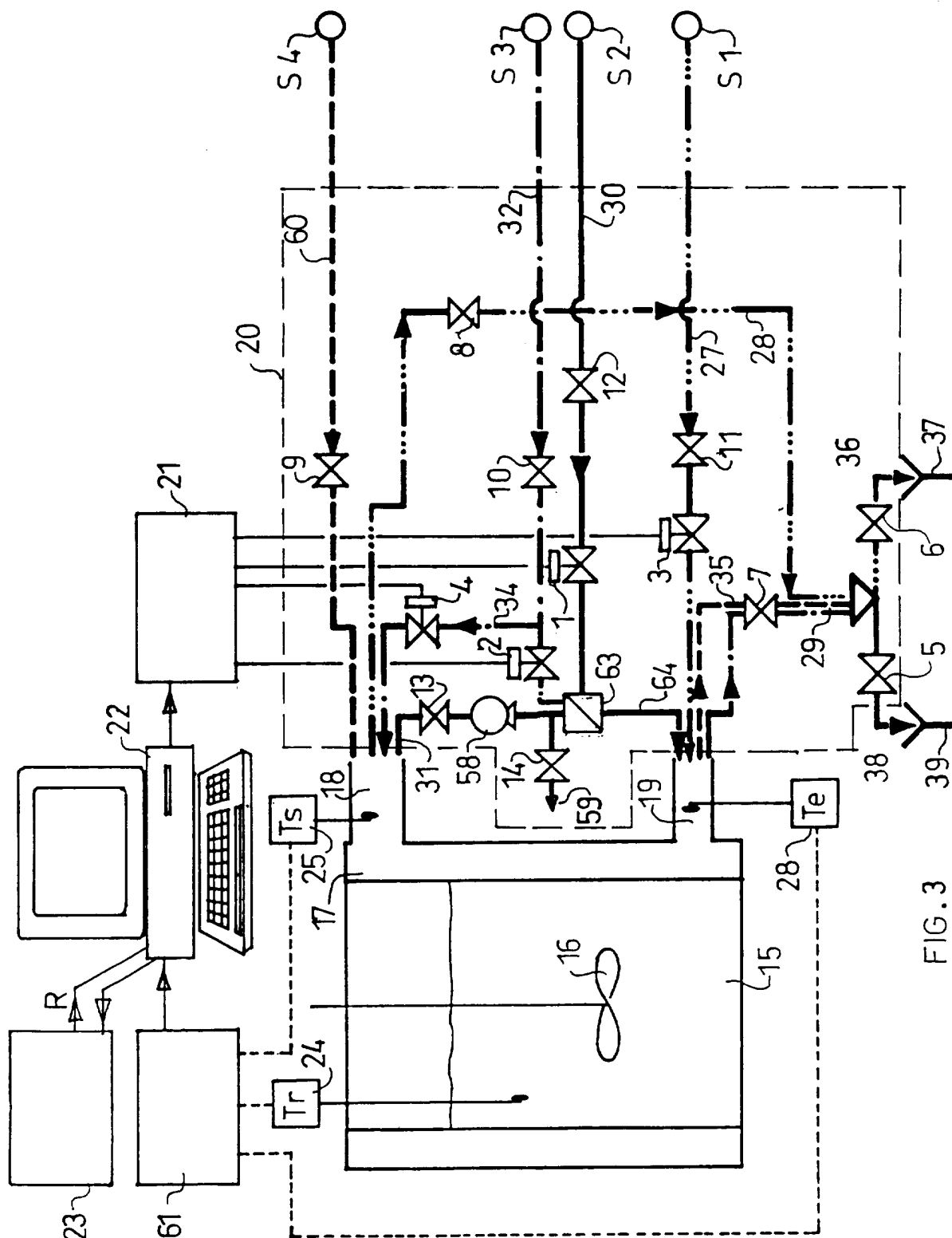


FIG. 3

6/13

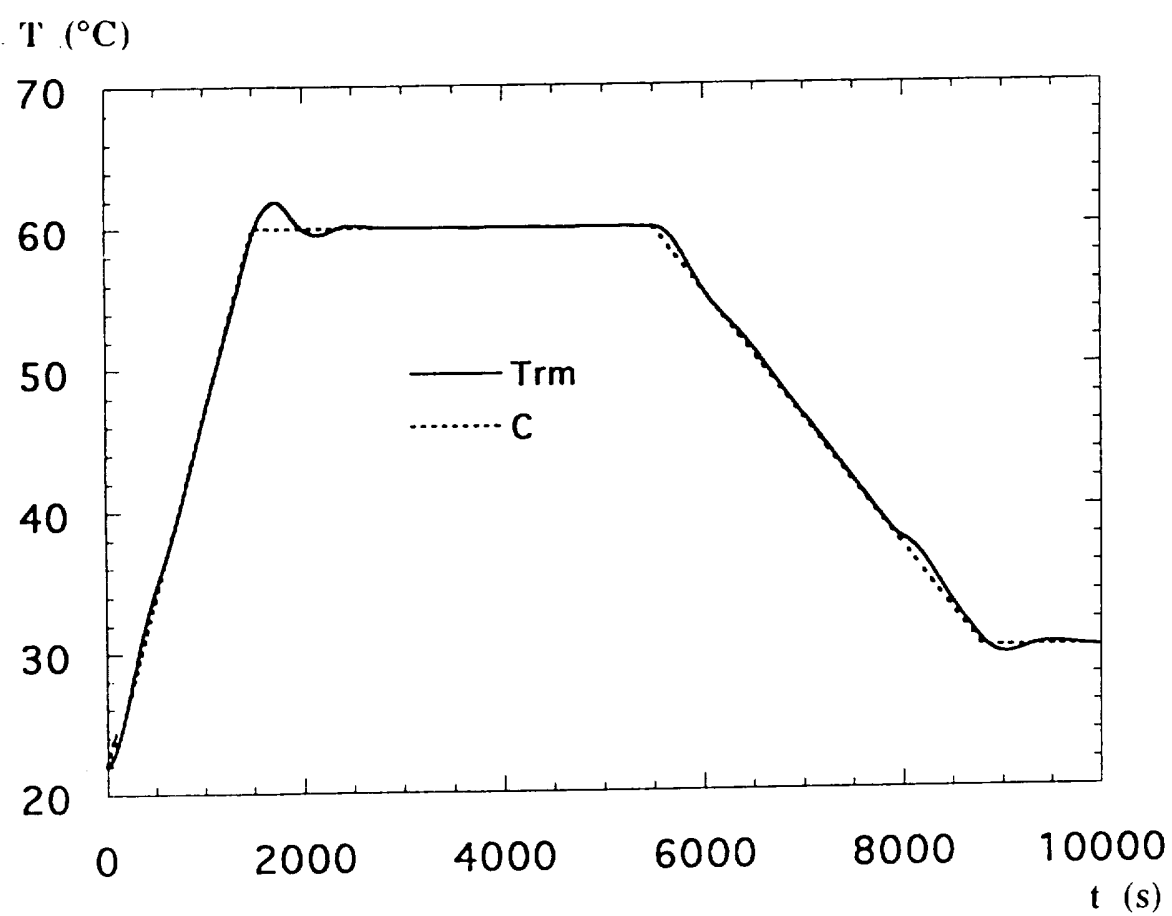


Fig. 4

7/13

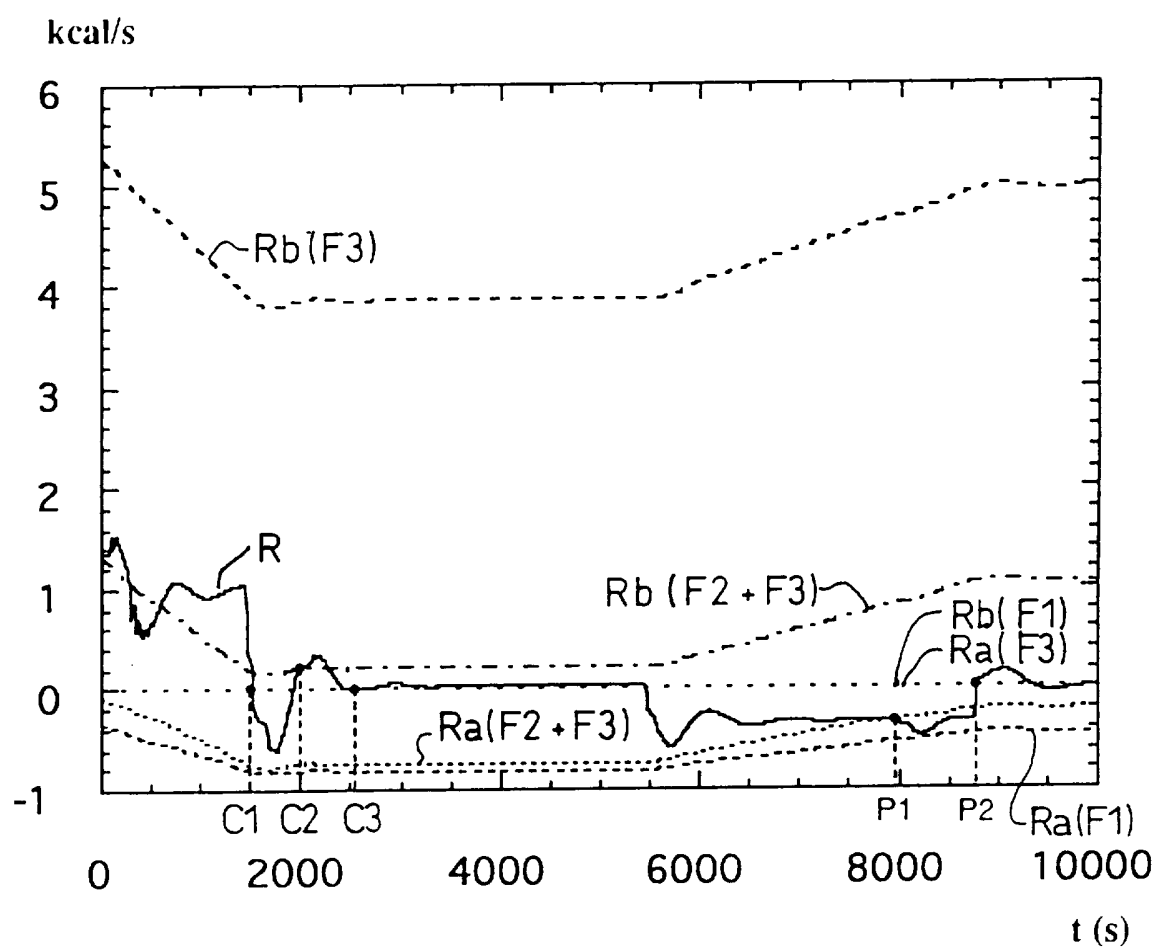


Fig. 5

8 / 13

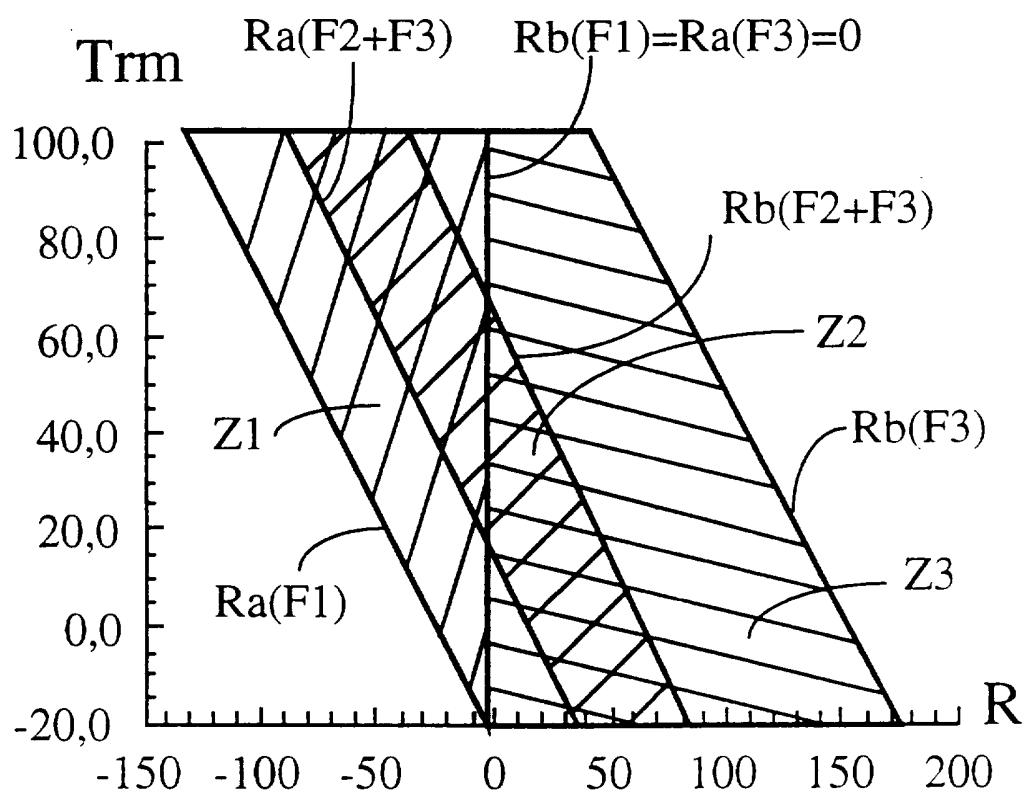


Fig. 6

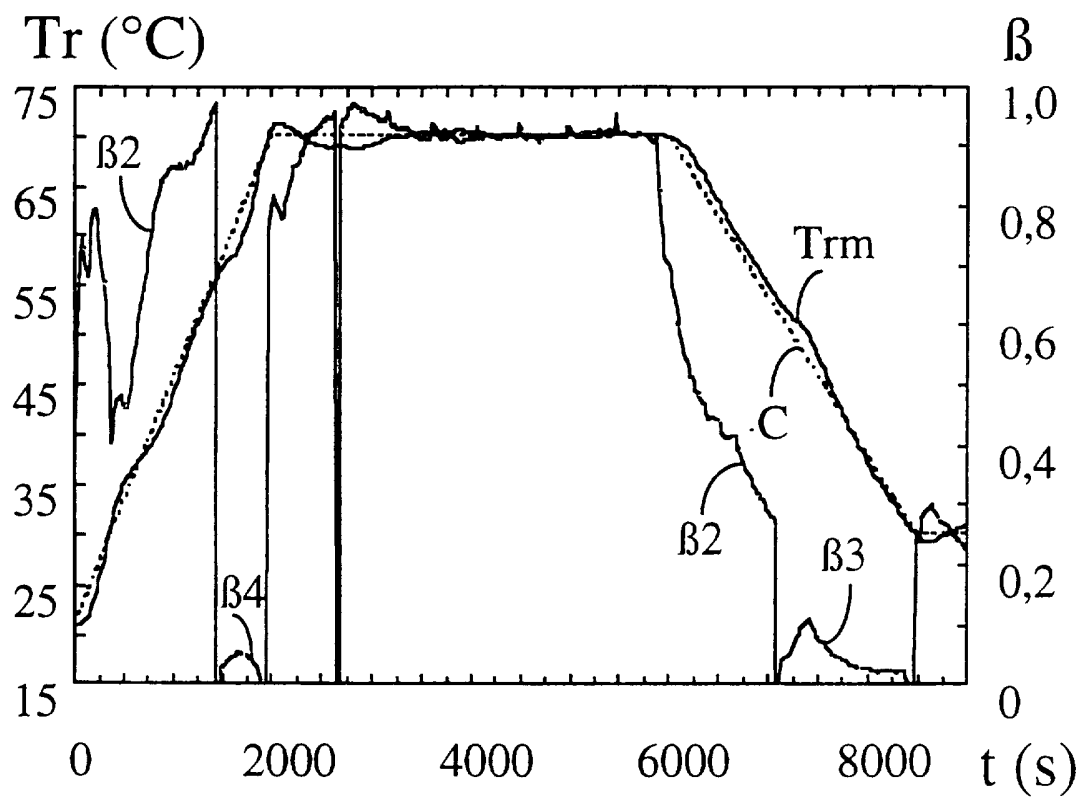


Fig. 7

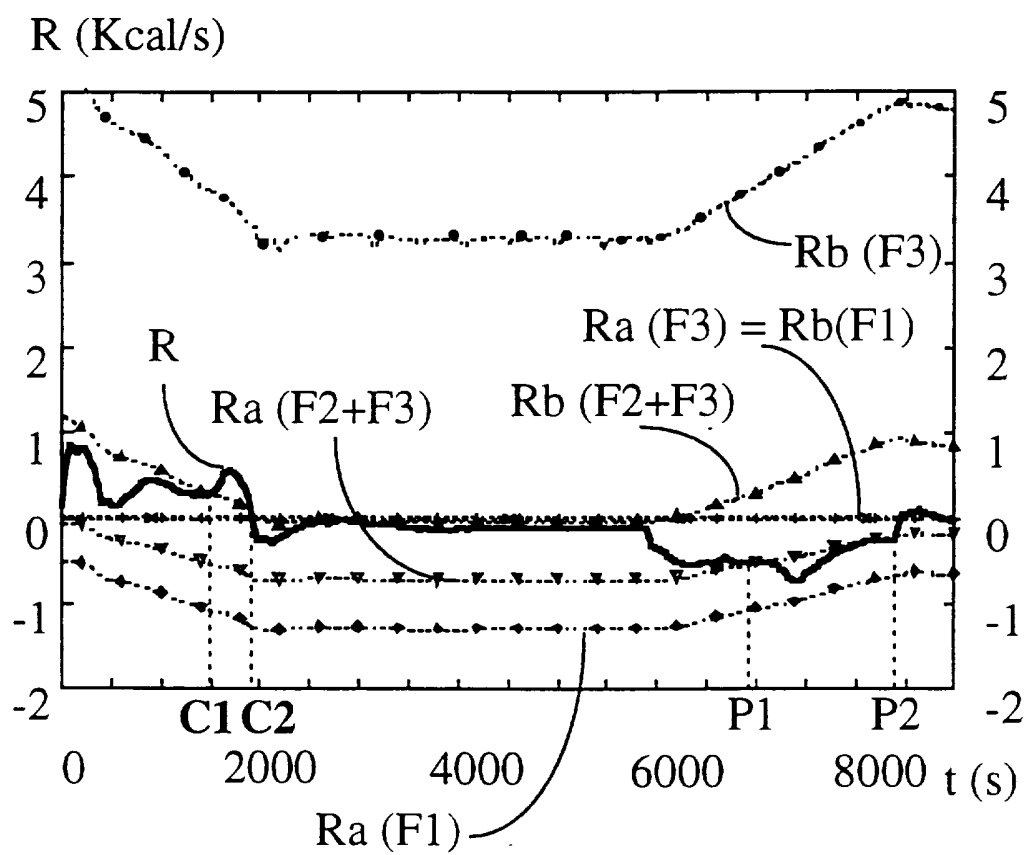


Fig. 8

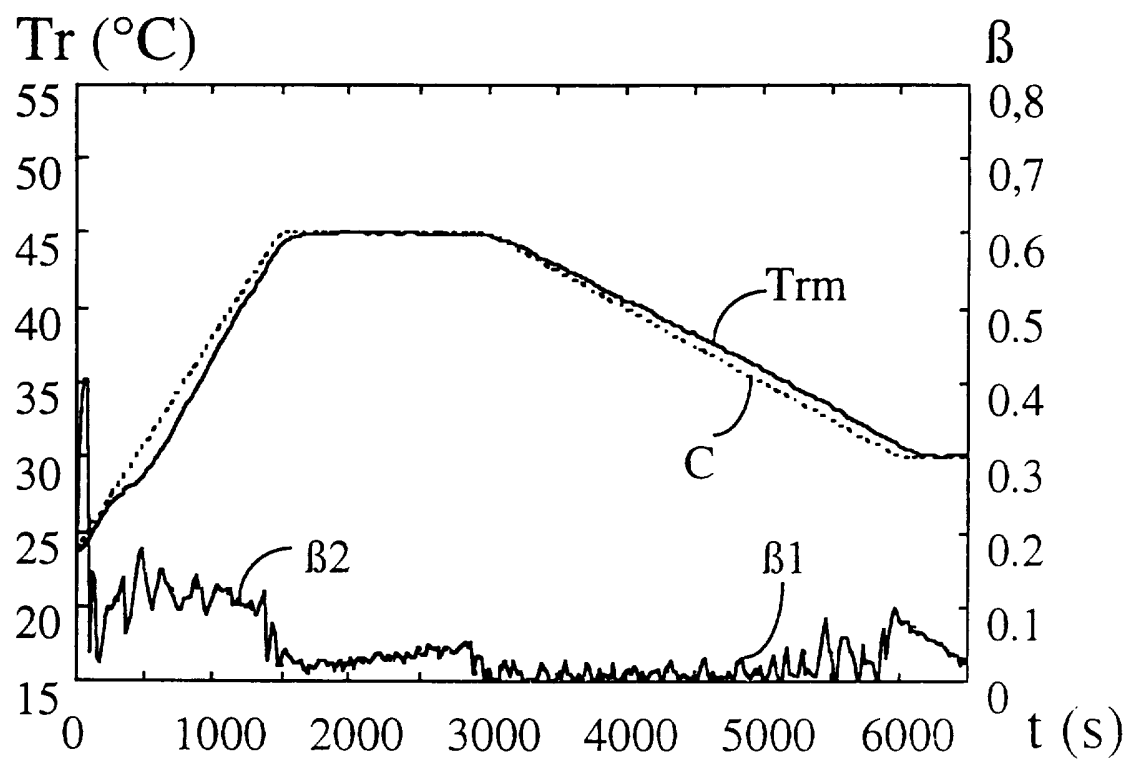


Fig. 9

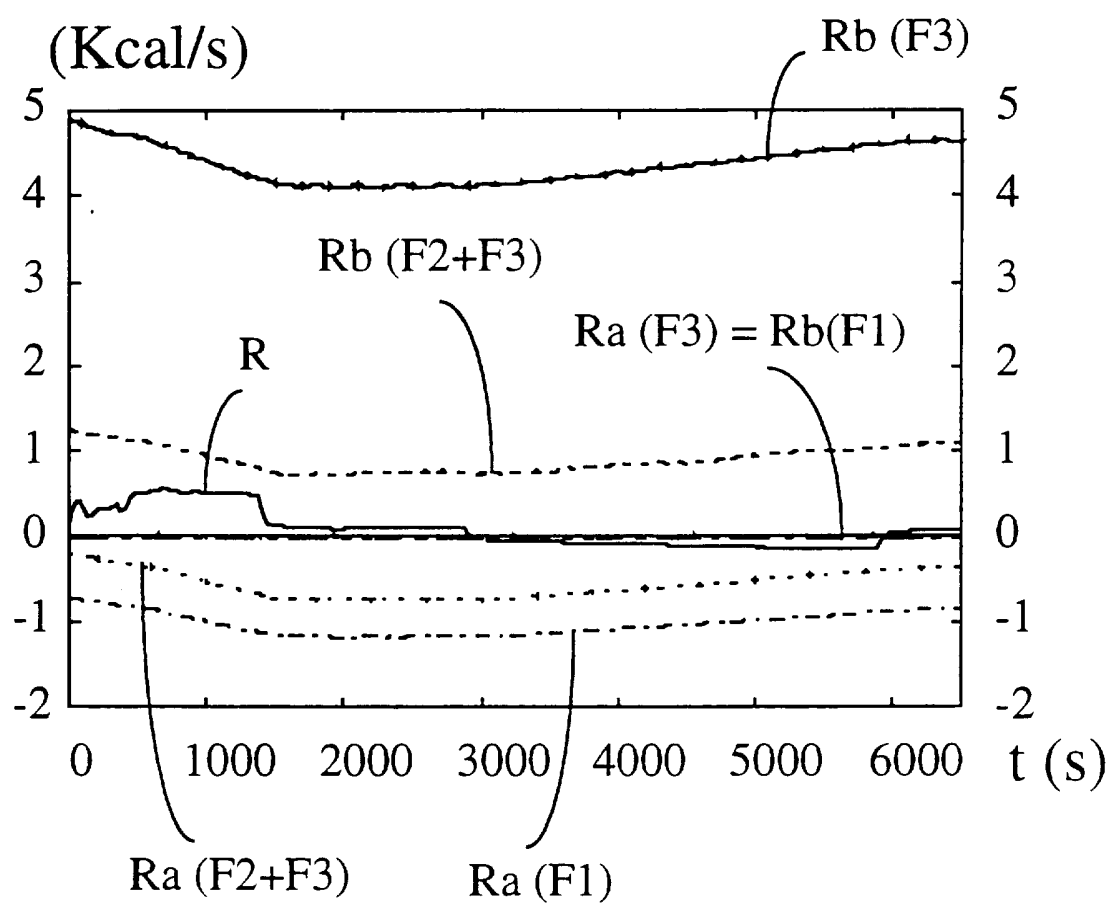


Fig. 10

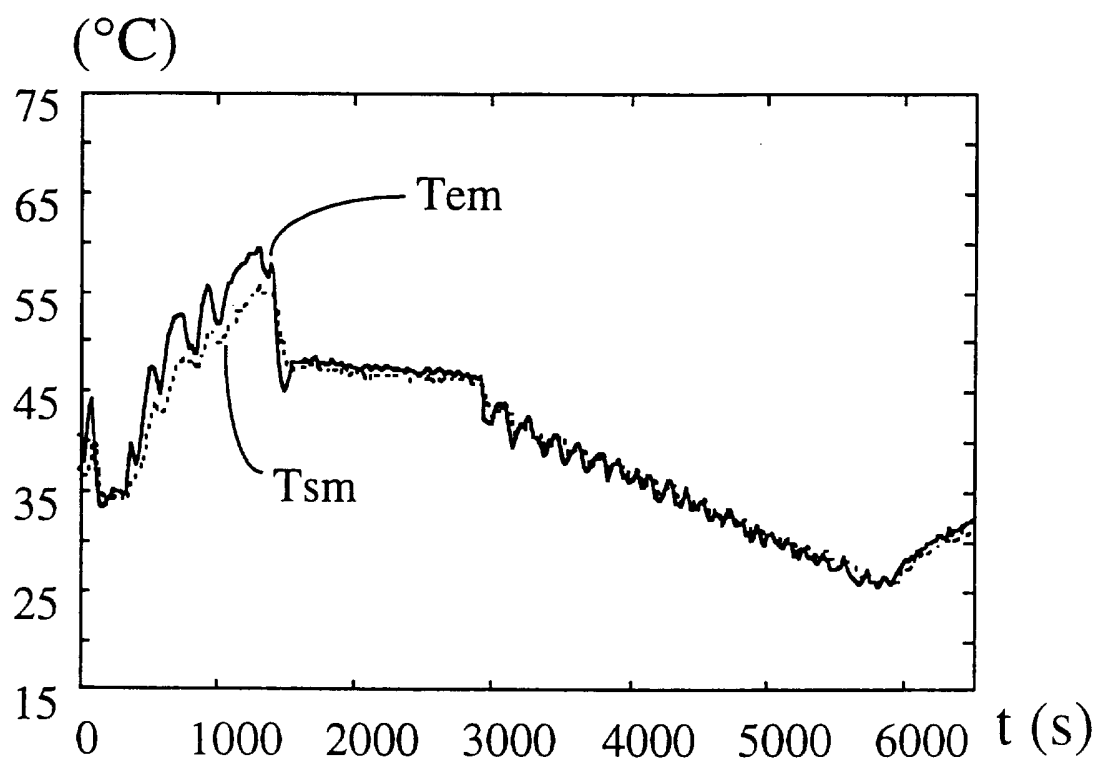


Fig. 11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/FR 96/00426

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 B01J19/00 G05D23/19

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 6 C12M B01J G05D B01F B01L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE,A,41 05 404 (THIER) 27 August 1992 cited in the application * whole the document *	1,3,6-8, 10-16, 18-20
A	EP,A,0 516 037 (NESTE OY) 2 December 1992 cited in the application * abstract; column 1, line 40 - column 3, line 34; figures 1,2 *	1,15,19, 20
A	FR,A,2 632 718 (CHINOIN) 15 December 1989 cited in the application * abstract; page 7, line 30 - page 11, line 5; figure 1 *	1,15
	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

5 August 1996

Date of mailing of the international search report

2 6. 08. 96

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Beitner, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/FR 96/00426

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP,A,0 400 829 (NGK INSULATORS, LTD.) 5 December 1990 cited in the application *abstract; column 1, line 53 - column 2, line 50 - figures 1,2 *	1,15,19, 20
A	US,A,4 744 408 (PEARSON ET AL.) 17 May 1988 cited in the application * abstract; column 5, line 36 - column 11, line 18; figures 3-6 *	1,15,19, 20
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 68 (C-686) [4011] , 8 February 1990 & JP,A,01 288332 (KANEKAFUCHI CHEM IND CO LTD), 20 November 1989, * abstract *	1,9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR 96/00426

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE-A-4105404	27-08-92	NONE	
EP-A-516037	02-12-92	JP-A- 5230107	07-09-93
FR-A-2632718	15-12-89	HU-B- 210018	30-01-95
		CH-A- 679128	31-12-91
		DE-A- 3915915	14-12-89
		JP-A- 2071833	12-03-90
EP-A-400829	05-12-90	JP-A- 2299578	11-12-90
		JP-B- 2502149	29-05-96
		DE-D- 69006916	07-04-94
		DE-T- 69006916	11-08-94
US-A-4744408	17-05-88	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No
PCT/FR 96/00426

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 B01J19/00 G05D23/19

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 C12M B01J G05D B01F B01L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	DE,A,41 05 404 (THIER) 27 Août 1992 cité dans la demande * le document entier * ---	1,3,6-8, 10-16, 18-20
A	EP,A,0 516 037 (NESTE OY) 2 Décembre 1992 cité dans la demande * abrégé; colonne 1, ligne 40 - colonne 3, ligne 34; figures 1, 2 * ---	1,15,19, 20
A	FR,A,2 632 718 (CHINOIN) 15 Décembre 1989 cité dans la demande * abrégé; page 7, ligne 30 - page 11, ligne 5; figure 1 * --- -/--	1,15

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

5 Août 1996

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

26.08.96

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Beitner, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Li ationale No
PCT/FR 96/00426

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP,A,0 400 829 (NGK INSULATORS, LTD.) 5 Décembre 1990 cité dans la demande * abrégé; colonne 1, ligne 53 - colonne 2, ligne 50; figures 1, 2 * ---	1,15,19, 20
A	US,A,4 744 408 (PEARSON ET AL.) 17 Mai 1988 cité dans la demande * abrégé; colonne 5, ligne 36 - colonne 11, ligne 18; figures 3-6 * ---	1,15,19, 20
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 68 (C-686) [4011] , 8 Février 1990 & JP,A,01 288332 (KANEKAFUCHI CHEM IND CO LTD), 20 Novembre 1989, * abrégé * -----	1,9

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande nationale No

PCT/FR 96/00426

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE-A-4105404	27-08-92	AUCUN	
EP-A-516037	02-12-92	JP-A- 5230107	07-09-93
FR-A-2632718	15-12-89	HU-B- 210018	30-01-95
		CH-A- 679128	31-12-91
		DE-A- 3915915	14-12-89
		JP-A- 2071833	12-03-90
EP-A-400829	05-12-90	JP-A- 2299578	11-12-90
		JP-B- 2502149	29-05-96
		DE-D- 69006916	07-04-94
		DE-T- 69006916	11-08-94
US-A-4744408	17-05-88	AUCUN	