

Kevin ROUDAUT

Ingénieur d'études en procédés

Tél. : (33) 06 71 56 90 06

kevin.roudaut@ensc-rennes.fr

Cahier des Clauses Techniques Particulières

*Pilote expérimental d'un procédé continu pour l'étude d'une production
de biodiesel à base de déchets gras d'origine animale*

Contact technique :

Kevin ROUDAUT

Tel : 06-71-56-90-06

kevin.roudaut@ensc-rennes.fr

Contact scientifique :

Dominique WOLBERT

Tel : 02-23-23-80-49

dominique.wolbert@ensc-rennes.fr

Contact administratif :

Ronan POUSSIN

Tel : 02-23-23-80-08

ronan.poussin@ensc-rennes.fr

Annabelle COUVERT

Tel : 02-23-23-80-48

annabelle.couvert@ensc-rennes.fr

1. Objet de la consultation

Le présent marché concerne la conception, la construction et la mise en service d'un pilote expérimental d'un procédé continu de production de biodiesel. Cet équipement devra permettre le mélange de trois réactifs liquides, stockés dans des cuves et transférés par des pompes dans au moins un réacteur chimique chauffé à une température fixe, ainsi que la collecte du milieu réactionnel. Plusieurs options de matériel, impliquant des étapes supplémentaires du procédé, doivent être comprises dans la demande et pourraient, selon les coûts, ne pas être comprises lors de la prise de commande finale.

L'équipement sera implanté au sein d'un des laboratoires de l'équipe CIP (Chimie et Ingénierie des Procédés) de l'ISCR situé à l'école de Chimie (ENSCR) sur le Campus de Beaulieu, 11 Allée de Beaulieu. Le matériel acquis sera géré par le personnel de l'ENSCR.

2. Caractéristiques techniques :

Pour la mise en place d'un procédé chimique continu de transestérification, **la solution de base** de l'assemblage doit au moins permettre l'apport de trois réactifs dans un réacteur agité continu avec des pompes volumétriques, le milieu réactionnel est alors collecté dans un récipient de stockage. Ce pilote expérimental doit inclure un système de contrôle-commande dont les capteurs et régulateurs permettront de suivre et contrôler, par le biais d'une interface, les proportions et débits des réactifs ainsi que les températures de réaction.

L'option « **Avec réacteurs en série** » (éléments en bleu sur les figures n°1 p.3 et n°2 p.7) qui consiste en l'ajout d'un second réacteur positionné en série avant la cuve de collecte proposée. Il faudrait aussi pouvoir faire des ajouts de méthanol dans ce réacteur.

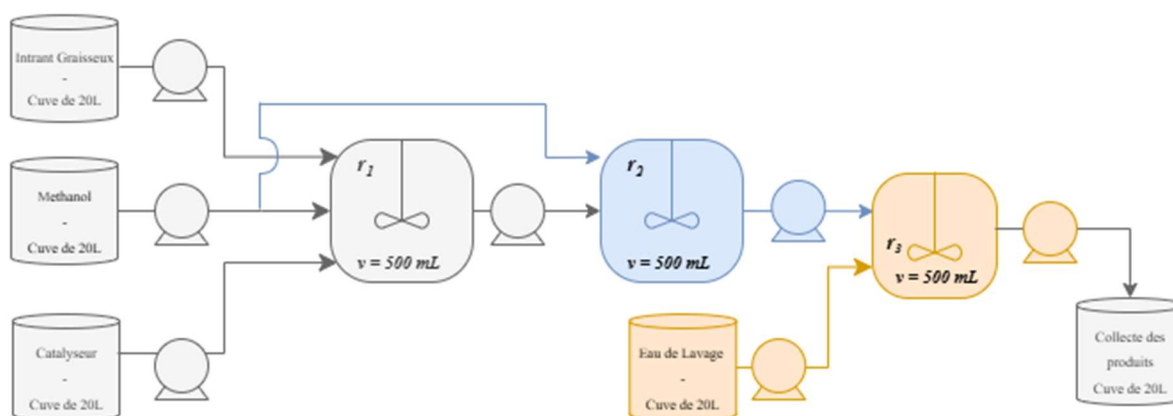
L'option « **Avec lavage** » (éléments en orange, sur la figure n°1 p.3 et n°2 p.7) qui consiste en l'ajout d'un procédé unitaire de mélange du milieu réactionnel et d'une masse équivalente d'eau, avant la collecte des produits, ce afin d'extraire l'un des réactifs (catalyseur acide).

Un **prérequis** de la solution proposée est la prise en compte de la législation (1992/92/CE) vis-à-vis du risque ATEX (Atmosphère Explosive). La conception doit prévoir le nécessaire pour la mise en place de système d'inertage dans les cuves contenant l'un des réactifs (le méthanol). Comme le site d'installation du pilote dispose d'un réseau de distribution d'azote (à 7,5 bars), la solution doit inclure la régulation de cet apport d'inerte (éléments en vert, sur la figure n°2 p.7). De plus, le pilote sera positionné près d'un système de captage de vapeurs potentielles.

Idéalement, l'ensemble du matériel n'excèdera pas 180 cm de haut et devrait être installé sur un support mobile. Si possible, ce support devrait comprendre un ou plusieurs bacs de rétention afin de limiter le risque de fuite chimique.

Les candidats sont libres de proposer des ajustements appropriés à la conception détaillée ci-dessous, ce afin de limiter le nombre de composants de l'installation ou afin de permettre un meilleur contrôle des paramètres.

Figure n°1 - Proposition de schéma de principe du pilote expérimental



2.1 – Circuit d'écoulement du milieu réactionnel

2.1.1 – Alimentation de l'intrant grassex.

Le pilote expérimental doit comprendre une cuve de volume utile de 20L dont le rôle sera de contenir de la graisse d'origine animale composée principalement de glycérides. Afin d'éviter une solidification du produit, la cuve calorifugée doit comprendre un système de chauffe pouvant maintenir son contenu à une température allant de 20 à 80°C (par exemple, avec un serpentin). De même, la cuve doit avoir un système d'agitation lent (par exemple, avec un module de type ancre).

Afin de transférer le produit dans le premier réacteur agité, la cuve doit être reliée par un tuyau incluant une pompe volumétrique, capable de fournir un débit allant de 0,1 à 10 mL/min avec une précision d'au moins 5%. La pompe doit être adaptée à un fluide semi-visqueux susceptible de contenir des matières en suspension. Afin de réguler l'écoulement, un capteur de pesage doit être positionné sous la cuve pour relever la baisse de masse au cours du temps.

2.1.2 – Alimentation de méthanol.

Le pilote expérimental doit comprendre une cuve de volume utile de 20L dont le rôle sera de contenir du méthanol pur. Afin de répondre au risque ATEX, la cuve doit pouvoir permettre un inertage (FD CEN/TR 15281, EN ISO 28300), c'est-à-dire, être équipée de soupapes de respiration/sécurité, d'un capteur de suivi de la teneur en oxygène et d'un régulateur pouvant maintenir une concentration inférieure à une consigne de 8% v/v.

Afin de transférer le produit dans les deux réacteurs agités, la cuve doit être reliée par des tuyaux à des pompes volumétriques. Ces dernières doivent être capables de fournir un débit allant de 0,1 à 10 mL/min avec une précision d'au moins 5%. Pour réguler la quantité transportée, un capteur de pesage doit aussi être positionnée sous la cuve.

2.1.3 – Alimentation de catalyseur.

Le pilote expérimental doit comprendre une cuve de volume utile de 20L dont le rôle sera de contenir le catalyseur de la réaction, on utilisera de l'acide sulfurique mais l'utilisation d'hydroxyde de sodium ou encore d'une solution enzymatique aqueuse est aussi possible.

Afin de transférer le produit dans le premier réacteur agité, la cuve doit être reliée par un tuyau incluant une pompe volumétrique, capable de fournir un débit allant de 0,01 à 1 mL/min avec une précision d'au moins 5%. Ce matériel doit être dans un matériau résistant à la corrosion (par exemple du PTFE). Afin de réduire le risque de fuite au niveau des tuyaux, il est préférable d'utiliser un matériel rigide et d'éviter l'utilisation d'une pompe péristaltique. Pour réguler la quantité transportée, un capteur de pesage doit aussi être sous la cuve.

2.1.4 – Les réacteurs agités.

Que ce soit l'option classique du pilote expérimental ou la variante en série (éléments en bleu des figures) un réacteur doit avoir un volume utile de 500 mL, être équipé d'un système d'agitation avec un module pour des fluides semi-visqueux (autour de 20 cP) et être résistant à la corrosion acide (5,3% massique d'acide sulfurique maximum). Il faut donc éviter l'acier inoxydable comme matériau et choisir des alternatives comme l'acier hastelloy ou du verre.

Pour permettre le chauffage d'une température de milieu réactionnel allant de 50°C jusqu'à 85°C, les réacteurs doivent être à double-enveloppe et être capables de résister à des températures de fluide caloporteur allant jusqu'à 120°C. Pour gérer la formation de vapeurs

de méthanol (la température d'ébullition du composé pur étant de 65°C) sans monter en pression, le réacteur devrait être équipé d'un condenseur à reflux, qui pourrait être alimenté avec le réseau de distribution d'eau froide des locaux. Ainsi, un réacteur doit être équipé d'un capteur de température pour permettre la régulation de l'apport de chaleur. De plus, il doit avoir un capteur de niveau ou encore de pesée, afin de permettre la régulation des débits.

Afin de répondre au risque ATEX, un réacteur doit pouvoir permettre un inertage (FD CEN/TR 15281, EN ISO 28300), c'est-à-dire, être équipé de soupapes de respiration/sécurité, d'un capteur de suivi de la teneur en oxygène et d'un régulateur pouvant maintenir une concentration inférieure à une consigne de 4% v/v.

2.1.5 – Collecte des échantillons.

En fin de circuit, le pilote expérimental doit comprendre une cuve de volume utile de 20L dont le rôle sera de conserver le milieu réactionnel avant d'être éliminés en tant que déchets chimiques. Cette cuve doit être résistante à la corrosion acide et avoir une vanne de vidage. Afin de répondre au risque ATEX, la cuve doit aussi pouvoir permettre un inertage (FD CEN/TR 15281, EN ISO 28300), c'est-à-dire, être équipée de soupapes de respiration/sécurité, d'un capteur de suivi de la teneur en oxygène et d'un régulateur pouvant maintenir une concentration inférieure à une consigne de 4% v/v.

Afin d'y transférer le milieu réactionnel, un réacteur doit alors être relié par des tuyaux à une pompe volumétrique capable de fournir un débit allant de 0,2 à 20 mL/min avec une précision d'au moins 5% et de fonctionner à une température allant jusqu'à 85°C. Les parties immergées doivent être dans un matériau résistant à la corrosion et l'appareil doit être adapté à une possible présence de matière en suspension. Des vannes de prélèvement doivent aussi être installées en sortie afin d'avoir la possibilité de collecter des échantillons.

De même, dans le cas de la variante des réacteurs en série, afin de pouvoir transférer le milieu réactionnel provenant du premier réacteur directement dans la cuve de collecte si besoin, il faut un tuyau relié à des vannes permettant au circuit de contourner le second réacteur.

2.1.1 – Option d'étape de lavage.

Pour permettre l'étape de lavage (éléments en orange des figures), le pilote devrait avoir une cuve agitée supplémentaire de volume utile de 500 mL, cet élément n'a pas besoin d'un système de chauffage et le besoin de résistance à la corrosion acide est moindre (2,8% massique d'acide sulfurique au maximum). Afin de répondre au risque ATEX, la cuve doit aussi pouvoir permettre un inertage (FD CEN/TR 15281, EN ISO 28300), c'est-à-dire, être équipée de soupapes de respiration/sécurité, d'un capteur de suivi de la teneur en oxygène et d'un régulateur pouvant maintenir une concentration inférieure à une consigne de 4% v/v.

Comme pour les réacteurs chimiques, l'écoulement hors de cette cuve doit être provoqué par une pompe volumétrique capable de fournir un débit allant de 0,4 à 40 mL/min avec une précision d'au moins 5%. De même, un capteur de niveau ou encore de pesée doit être installé sur la cuve, afin de permettre la régulation des débits.

Afin d'alimenter ce mélangeur en eau, le pilote doit aussi présenter une cuve calorifugée de volume utile de 20L avec un système de chauffage capable de fournir une température allant de 50°C jusqu'à 85°C. La cuve doit être reliée au mélangeur par des tuyaux avec une pompe volumétrique, capables de fournir un débit allant de 0,2 à 20 mL/min avec une précision d'au moins 5%. Afin de réguler le débit, un capteur de pesage doit aussi être positionné.

2.2 – Alimentation des systèmes de chauffage (éléments en rouge sur la figure n°2)

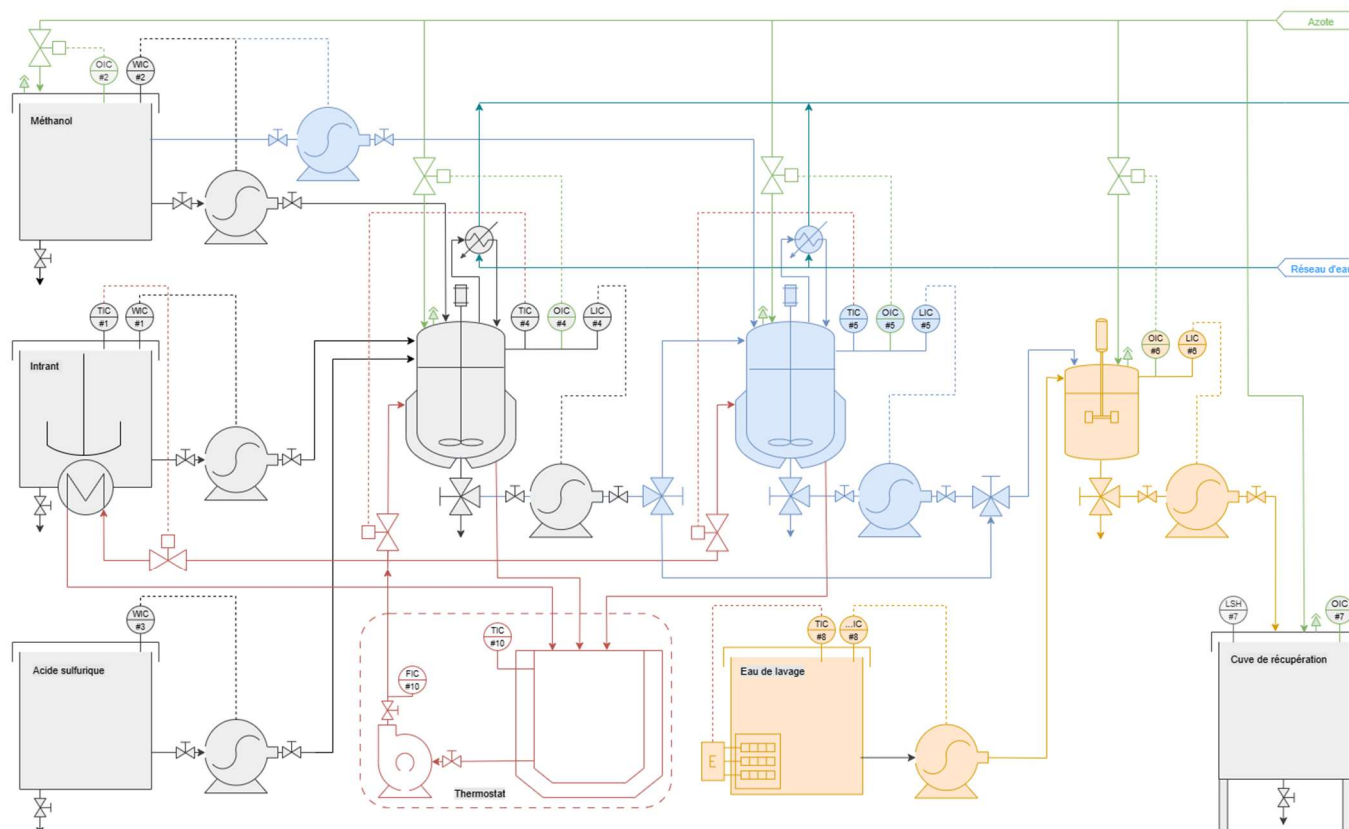
Afin de permettre les échanges thermiques, le pilote expérimental doit comprendre un thermostat à circulation, avec une puissance thermique et une capacité d'écoulement suffisantes pour alimenter les éléments suivants :

- Les double-enveloppes des réacteurs éventuels, de sorte à ce que le milieu réactionnel ($C_p=2,22$ kJ/kg.°C) soit à une température pouvant atteindre 85°C.
- La cuve d'alimentation en graisse ($C_p=1,97$ kJ/kg.°C) de sorte à ce qu'elle soit maintenue à une température de 50°C.

Cet appareil doit ainsi contenir un fluide caloporteur (par exemple de type huile thermique) en quantité suffisante pour circuler à travers les éléments du système de chauffage, les débits d'écoulement de ces apports thermiques doivent être régulés avec des électrovannes selon les mesures de températures des capteurs positionnés à ces points.

2.3 – Conception globale du pilote

Figure n°2 - Proposition de plan de circulation des fluides pour le pilote



3 - Demandes complémentaires

Les candidats, qu'ils répondent en partie ou en totalité à cette consultation, devront fournir les documents techniques détaillés des équipements individuels de la conception proposée, ainsi qu'une interface pour l'utilisation du système de contrôle-commande, cette dernière doit notamment comprendre des alarmes liées à la gestion des risques (maintien de l'inertage, avec le suivi de l'oxygène, fuites avec le suivi des limites de niveau/pesée dans les récipients).

Cet assortiment devra être détaillé et chiffré, une distinction doit notamment être faite pour les éléments associés aux différentes options de conception.

Les candidats peuvent indiquer dans leur réponse au présent appel d'offres des prestations complémentaires qui peuvent être fournies en complément à l'installation.

4 - Garantie et maintenance

Les candidats, qu'ils répondent en partie ou en totalité à cette consultation, devront proposer, à partir de la mise en service du matériel, une garantie de 12 mois minimum. Ils préciseront à titre d'information l'organisation de leur SAV (pendant et hors période de garantie) :

- Personnel (nombre et localisation)
- Langue utilisée pour la formation et la maintenance
- Taux horaire d'intervention hors contrat
- Frais fixes divers d'intervention
- Délais contractuels d'intervention hors contrat
- Possibilité de recourir à des contrats de maintenance de façon épisodique

5 - Livraison installation

Le titulaire assurera la livraison et l'installation de l'équipement dans la salle 0.04, située au rez-de-chaussée du laboratoire de l'équipe CIP (Chimie et Ingénierie des Procédés), au sein de l'ENSCR (Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes), en tenant compte des horaires d'ouverture du laboratoire (du lundi au vendredi de 8h00 à 19h00) et des périodes de fermeture de l'établissement. La date de livraison sera fixée en accord avec l'acheteur.

L'emballage du matériel doit être compatible avec les portes d'accès de la pièce (L*H soit 110 x 205 cm) et la taille des ascenseurs (L*H*P soit : 110 x 200 x 140 cm ou 105 x 200 x 200 cm).

Un document de préparation de site devra être fourni par les candidats. Ce document devra préciser au minimum le poids et les dimensions de l'appareil proposé, ainsi que la nature des utilités nécessaires. Le titulaire précisera le délai de livraison qui ne devra pas excéder 6 mois à compter de la réception de la commande. Le temps nécessaire à la mise en fonctionnement de l'appareil ne pourra être supérieur à 1 mois à compter de la date de la livraison.

La procédure utilisée pour attester de la conformité du fonctionnement de l'appareil avec les spécifications décrites dans les réponses à la consultation sera décrite par les candidats ; le titulaire se chargera alors de les tester sur site et de les soumettre à l'approbation du contact technique cité dans le présent document ou à toute autre personne désignée par lui.