

→ M.B. Diallo, L. Kara, C. Porte*
et A. Delacroix, Laboratoire de
Chimie industrielle du CNAM de
Paris, 292, rue Saint Martin, 75141
Paris Cedex 03.

* Auteur auquel doit être adressée toute
correspondance

MODULAR MULTI-PURPOSE SEMI-INDUSTRIAL AUTOMA- TIC UNITS IN THE CHEMICAL SECTOR

SAFETY STUDY AND IMPLEMENTA-
TION OF A CONTROL ARCHITEC-
TURE

In order to improve the transfer of know-how between the research laboratory and the industrial workshop, the use of semi-industrial automatic units seems to be an unavoidable step. Automation helps to achieve this transfer more efficiently using operating procedures which are both effective and reproducible. The safety of plant, chemical reaction and control system is paramount and must be carefully examined.

This study, using operating safety tools such as HAZOP and FMECA, focused on a multi-purpose automatic pilot unit used for discontinuous synthesis of fine chemicals. It revealed the need to make alterations to the installation and to set up a more suitable control system capable of controlling the reaction sequence and guaranteeing safety within the unit. The solutions adopted are:

- decentralisation of the controls, with redundant operation of the automatic systems used,
- improvement of the regulation and safety management systems.

● chemical reactor ● process ● control automation

Pilote chimique polyvalent modulaire et automatisé

Etude de sécurité et mise en œuvre d'une architecture de commande

Dans le souci d'assurer un bon transfert de savoir-faire entre le laboratoire de recherche et l'atelier industriel, l'utilisation de réacteurs pilotes est une étape qui semble incontournable. L'automatisation permet de mieux réussir ce transfert et de disposer de modes opératoires reproductibles et performants. A ce stade, la sécurité liée à l'installation, à la réaction chimique ou aux organes de commande est primordiale et doit être finement étudiée.

Ce travail est basé sur un réacteur pilote, polyvalent et automatisé utilisé pour des synthèses discontinues en chimie fine. De l'étude de sécurité réalisée sur ce réacteur à l'aide des outils de sûreté de fonctionnement HAZOP, AMDE... est ressortie la nécessité de modifier l'installation, et de mettre en œuvre un système de commande plus adapté et capable tout aussi bien de gérer le déroulement des réactions que d'assurer la sécurité au sein du pilote.

Les solutions adoptées ont été :

- la décentralisation de la commande avec fonctionnement redondant des automates utilisés,
- l'amélioration des systèmes de régulation et de gestion de la sécurité du pilote.

● réacteur chimique ● automatisation ● commande

Le contrôle, la régulation et l'automatisation sont depuis longtemps réalisés au niveau de l'industrie lourde et depuis peu au laboratoire de recherche. Il est donc nécessaire d'établir le lien technologique entre ces deux échelles.

Après avoir mis au point un réacteur pilote modulaire, polyvalent, automatisé à commande centralisée [1], nous avons réalisé une étude de sécurité de l'ensemble du pilote en nous servant d'outils d'analyse de risques et de sûreté de fonctionnement.

Notre objectif : assurer au pilote un niveau de sécurité industrielle suffisant pour « pouvoir réaliser sans incident notable tout type de réaction avec tout type de produit ».

La démarche suivie nous a permis de déterminer les risques liés au déroulement de la réaction étudiée et d'en déduire les mesures correctives à apporter à l'ensemble de l'installation pilote (parties commande et opérative) [2 à 4].

1. La réaction, le pilote et le système de régulation de température

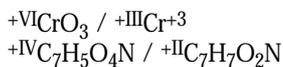
1.1. La réaction

Pour tenir compte des risques spécifiques à la chimie, nous avons choisi une réaction exothermique qui, si elle n'est pas contrôlée, peut s'emballer et provoquer une inflammation du milieu réactionnel. Il s'agit d'une réaction d'oxydoréduction conduisant à l'acide 4-nitrobenzoïque ou acide paranitrobenzoïque. Cette molécule est utilisée généralement comme intermédiaire pour la synthèse de produits à usages pharmaceutiques telles que la benzocaïne et la procaïne (agents anesthésiques à usage externe).

La réaction est une oxydation du groupe méthyle du 4-methylnitrobenzène ou paranitrotoluène par le trioxyde de chro-

me (CrO_3) en solution aqueuse acidifiée à l'acide sulfurique. Cette oxydation est favorisée par la présence du groupe nitro en position para sur le cycle benzénique.

Les deux couples redox mis en jeu sont les suivants :



L'équation bilan de la réaction est indiquée sur la *figure 1*.

Mode opératoire de la synthèse, adapté au pilote

Réactifs :

- Solution aqueuse de trioxyde de chrome de concentration 2 mol/L.
- Solution de paranitrotoluène dans de l'acide sulfurique à 98% , la concentration en paranitrotoluène est égale à 1,70 mol/L.

La réaction de synthèse dans le réacteur pilote

- Introduire dans le réacteur, tout en agitant, 5 L de la solution oxydante (10 moles d'acide chromique) puis rajouter lentement 2 L de la solution réductrice acidifiée (3,4 moles de paranitrotoluène). On veillera à ce que la température ne dépasse pas 50 °C.

- Une fois les introductions terminées, chauffer sous agitation le réacteur jusqu'à 75-80 °C environ, l'oxydation devient exothermique et la température croît. Arrêter alors le chauffage et le remettre en marche lorsque la température s'est stabilisée.

Porter le milieu réactionnel à 100 °C puis le maintenir à cette température (ce qui évite la formation de mousse vers 110 °C). Vidanger le réacteur à chaud dans de l'eau glacée.

Filter et laver le précipité deux fois avec une solution d'acide sulfurique à 5 %. On obtient ainsi de l'acide paranitrobenzoïque brut qui doit être recristallisé ensuite.

1.1.1. Risques

Les produits utilisés par la réaction (CrO_3 , paranitrotoluène et H_2SO_4) ont un degré de toxicité, d'inflammation ou de pollution non négligeable [5].

Incendie ou emballement.

Le trioxyde de chrome est un composé extrêmement réactif en raison de son pouvoir oxydant puissant. Il réagit violemment (avec possibilités d'incendie, d'emballe-

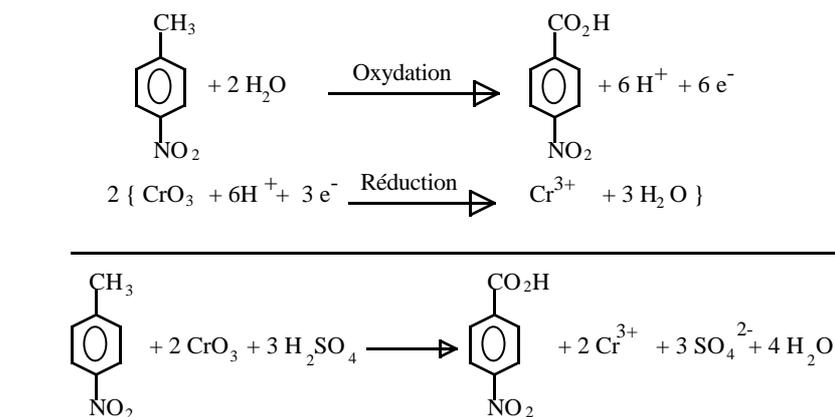


Fig. 1. Equation bilan de l'oxydation sulfochromique du 4-méthylnitrobenzène.

ment et d'explosion) avec les substances réductrices en particulier, mais aussi avec un grand nombre de composés organiques.

L'acide sulfurique présente également des risques d'incendie et d'explosion et plus particulièrement en présence de métaux réducteurs.

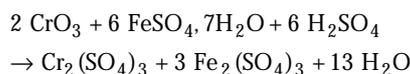
Pour éviter toute incompatibilité de produits et avant toute réaction, il est nécessaire de nettoyer et de rincer à l'acide sulfurique dilué l'ensemble du réacteur et des conduites de réactifs.

Pollution

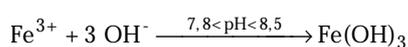
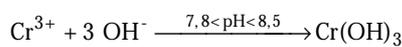
Le caractère corrosif des substances utilisées et leurs actions sur la nature nous obligent à les traiter avant de les rejeter éventuellement à l'égout. Par exemple nous procédons à l'enrichissement des résidus de la réaction et à leurs recyclages.

Les résidus « pauvres » ($[\text{Cr}^{+6}] < 1 \text{ mol/L}$), donc non réutilisés pour la réaction sont :

- d'abord réduits en chrome III par du sulfate de fer II :



- puis précipités à pH = 8 en hydroxydes de chrome III et fer III par de la soude



Altération de la qualité de l'acide paranitrobenzoïque

Pendant la phase finale de la réaction le milieu réactionnel est porté puis maintenu à 100 °C, si cette température est dépassée, les sulfates forment avec les ions chrome une épaisse mousse qui risque de provoquer le débordement du réacteur et d'altérer le produit de la réaction. Il faut également noter que si le système d'agitation est défaillant, il se forme une croûte de paranitrotoluène dans le réacteur et le rendement chute considérablement.

Il est donc nécessaire de tenir compte, lors de la mise en œuvre du procédé, du risque d'accidents éventuels pouvant entraîner de graves conséquences pour le personnel, le matériel et l'environnement. La réalisation de cette réaction sur le pilote demande une étude approfondie de faisabilité, ce qui permettra d'éviter tout incident ou, au pire des cas, de les contrôler.

1.1.2. Etude de faisabilité de la réaction dans le réacteur pilote

■ ■ Pour simplifier l'introduction du paranitrotoluène dans le réacteur, il a été solubilisé dans un solvant adéquat : l'acide sulfurique. En effet, le paranitrotoluène est insoluble dans l'eau, mais soluble dans les solvants tels que l'éthanol, le benzène, l'éther, le chloroforme et l'acétone. Aucun de ces solvants n'a pour autant été retenu car ils peuvent réagir violemment en particulier avec le CrO_3 . Par ailleurs, les diff-

rents essais ont montré que le paranitrotoluène est suffisamment soluble dans l'acide sulfurique. Le choix de l'acide sulfurique comme solvant nous a permis d'une part, d'éviter les inconvénients précédents et, d'autre part, de réduire le coût des réactifs car, l'acide joue dans ce cas un double rôle : réactif et solvant. Cependant la dissolution du paranitrotoluène dans l'acide sulfurique devra se faire avec de grandes précautions car ce mélange peut exploser si la température dépasse 60 °C [6].

■ En outre, pour une *meilleure extrapolation du procédé*, il est nécessaire de déterminer les paramètres thermodynamiques et cinétiques de la réaction.

Pour cela, nous avons utilisé un réacteur calorimétrique automatisé [7] : le RC1 (commercialisé par la société Mettler Toledo). Il s'agit d'un réacteur à double enveloppe de 2L conçu spécialement pour la détermination automatique de certains paramètres thermodynamiques tels que la chaleur spécifique, la chaleur de réaction, le flux d'énergie, la viscosité,...

Des essais (avec 0,67 mole de paranitrotoluène) réalisés, en mode manuel, dans de petits réacteurs de laboratoire et, en mode automatique, avec le réacteur RC1, nous ont permis de déterminer les paramètres suivants :

- chaleur spécifique du milieu réactionnel
 $C_p = 3000 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

- enthalpie de la réaction
 $\Delta H = -220 \text{ kJ.mol}^{-1}$

- énergie d'activation
 $E = 70 \text{ kJ.mol}^{-1}$

- constante cinétique
 $k = 7,1.10^4 . e^{-\frac{7.10^4}{R.T}}$

Les calculs montrent que l'augmentation de la température, en marche adiabatique, est d'environ 75 °C pour 4 moles de paranitrotoluène. Cette augmentation ayant lieu pendant la phase d'exothermie, la température du réacteur peut alors s'élever jusqu'à 150 °C, cette valeur correspond à la température maximale supportée par le verre constituant le réacteur. Le système de refroidissement étant actuellement insuffisant pour évacuer l'énergie, le risque d'emballement serait donc inévitable. Pour éviter ce type d'incident incontrôlable, nous fixons à 3 moles la quantité maximale de paranitrotoluène qui sera utilisée pour une synthèse donnée dans le réacteur (les autres réactifs étant au moins dans les proportions stoechiométriques de la réaction).

1.2. L'installation pilote

Ce pilote a été conçu pour répondre aux besoins et exigences de la chimie fine, afin de pouvoir réaliser des synthèses en semi-continu.

Il a été déjà décrit de façon détaillée dans des articles antérieurs [1], [2], [3].

Comme toute installation automatisée, l'installation pilote est constituée de deux grandes parties : la partie opérative et la partie commande.

1.2.1. Présentation de la partie opérative du pilote

La partie opérative est construite autour d'un réacteur en verre de 20 L et permet la réalisation des opérations unitaires suivantes (fig. 2) :

- charge du réacteur en réactifs et solvants
- distillation et condensation
- production, transport et échange d'énergie
- mélange et réaction
- récupération de produits et distillats,
- mise sous vide,
- mesures des paramètres : températures, pressions, pH, volumes, et masse.

A l'exception de la charpente métallique, des actionneurs et des capteurs, tout le reste du matériel constituant la partie opérative est en verre. Ce matériau de moindre coût résiste bien à l'agression de

la plupart des produits chimiques.

Pour des raisons de sécurité liées au matériel, les capteurs installés sont des capteurs doubles et les actionneurs sont pneumatiques ou alors antidéflagrants.

Cette installation est munie d'un ensemble de dispositifs permettant d'assurer des régulations de température (du milieu réactionnel et de la double enveloppe), de pression (dans le réacteur) et de pH (du milieu réactionnel).

La partie opérative fonctionne normalement à des températures inférieures à 120 °C et des pressions inférieures ou égales à la pression atmosphérique.

1.2.2. La partie commande

La partie commande permet d'assurer au niveau du pilote les fonctions suivantes :

- Automatisation
- Régulation
- Supervision du procédé.

Initialement [1], la partie commande était centralisée autour d'un ordinateur industriel (le Macsym120), puis nous avons, dans une étude ultérieure [3], entamé la décentralisation de cette commande. Dans cette architecture intermédiaire, semi-décentralisée, la régulation est assurée par un régulateur PID, l'ACTIMAT C8002 (Contrôle Bailey) et le reste des fonctions est assuré normalement par le Macsym 120 comme précédemment.

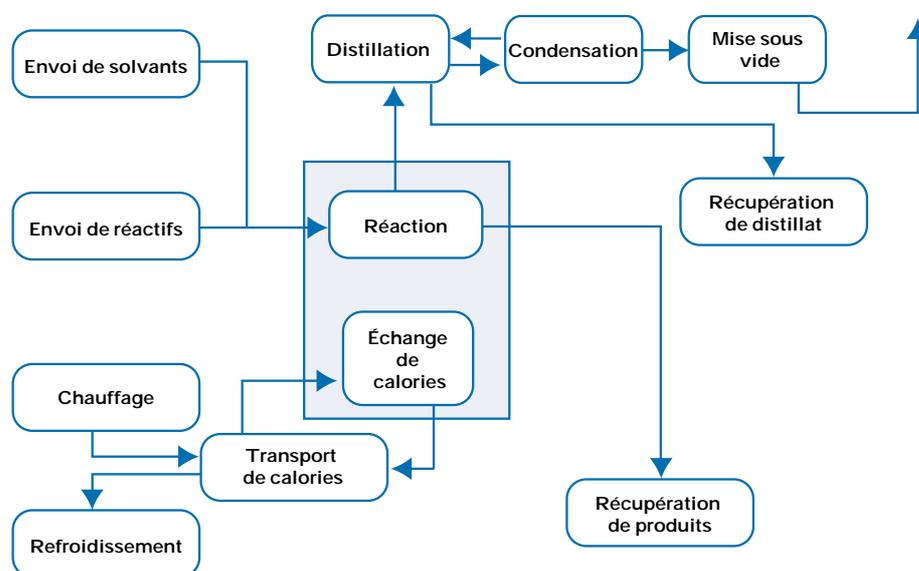


Fig. 2. Schéma fonctionnel de la partie opérative du pilote

1.3. La régulation de la température

A cause de l'exothermie de la réaction et de la nécessité de maintenir la température du milieu réactionnel à 100°C à la fin de la réaction, nous nous sommes particulièrement intéressés à l'amélioration du système de régulation de température du pilote.

Le problème principal est alors de choisir un système de régulation adapté au pilote. Plusieurs approches ont été abordées dans cette phase d'étude à savoir :

- réaliser un algorithme de régulation spécifique à la réaction support,
- ou alors mettre en œuvre un algorithme général et robuste qui puisse s'adapter à n'importe quelle réaction.

Dans la première approche, il faudrait passer par un modèle de connaissance du système {pilote+réaction} pour réaliser un correcteur qui tienne compte effectivement de l'évolution de la réaction. La difficulté principale est liée ici à la réalisation des modèles. En effet, nous disposons de très peu de connaissances sur le réacteur et la réaction.

La deuxième approche est plus polyvalente, car elle permet de commander n'importe quelle réaction. C'est dans ce cadre que nous avons essayé d'utiliser une régulation PID avec une méthode de réglage la plus rationnelle possible.

Nous avons choisi d'abord d'expliquer (§ 1.3.1 et 1.3.2 ci-dessous), les méthodes utilisées pour la mise au point du correcteur PID de la température du réacteur. Puis dans la dernière section (§ 1.3.3), nous présentons les résultats obtenus sur le pilote, par application des méthodes décrites précédemment.

1.3.1. Identification du procédé

Nous avons effectué plusieurs essais d'excitations (échelons de 10 % et 15 %, voir *tableau I*) pour l'identification des échanges thermiques au niveau du réacteur. Les réponses indicielles de la température du réacteur montrent que le système à réguler est du second ordre sur pratiquement l'ensemble du domaine de température.

Les deux méthodes d'identification utilisées pour déterminer le modèle de la température du réacteur sont le modèle de Broïda et le modèle de Strejc

Le modèle de Broïda [8]

On assimile la réponse indicielle (*fig. 3*) à une réponse du premier ordre avec retard, dont la fonction de transfert est :

$$H(p) = \frac{G_s \cdot e^{-\tau \cdot p}}{1 + \theta \cdot p} \quad (1)$$

G_s , τ et θ représentent respectivement le gain, la constante de temps et le retard pur.

On rappelle que ces paramètres sont calculés par les formules suivantes où les valeurs de t_1 et t_2 sont obtenues graphiquement.

$$\begin{aligned} \theta &= 5,5 (t_2 - t_1) \\ \tau &= 2,8 t_1 - 1,8 t_2 \\ \text{et} \\ G_s &= \frac{\Delta \text{Mesure}}{\Delta \text{Echelon}} \end{aligned} \quad (2)$$

Le modèle de Strejc [8]

La fonction de transfert du procédé est du type :

$$\begin{aligned} H(p) &= \frac{G_s}{(1 + \tau_1 \cdot p)(1 + \tau_2 \cdot p)} \\ &= \frac{b_0}{1 + a_1 \cdot p + a_2 \cdot p^2} \end{aligned} \quad (3)$$

avec $a_1 = \tau_1 + \tau_2$, $a_2 = \tau_1 \cdot \tau_2$, et $G_s = b_0$ où τ_1 et τ_2 sont les constantes du procédé (*fig. 4*).

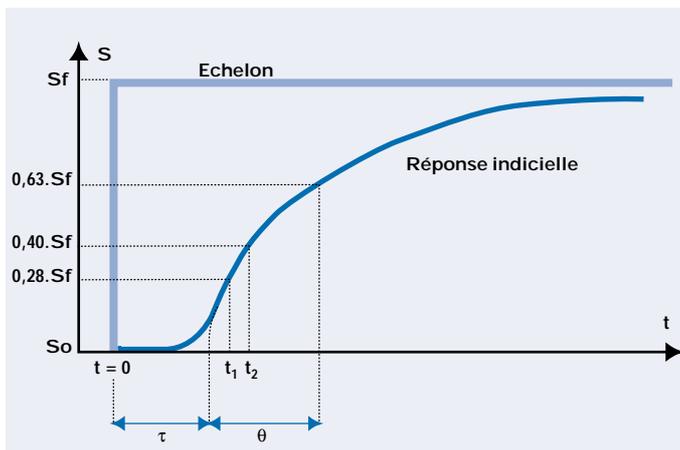


Fig. 3. Identification par la méthode de Broïda

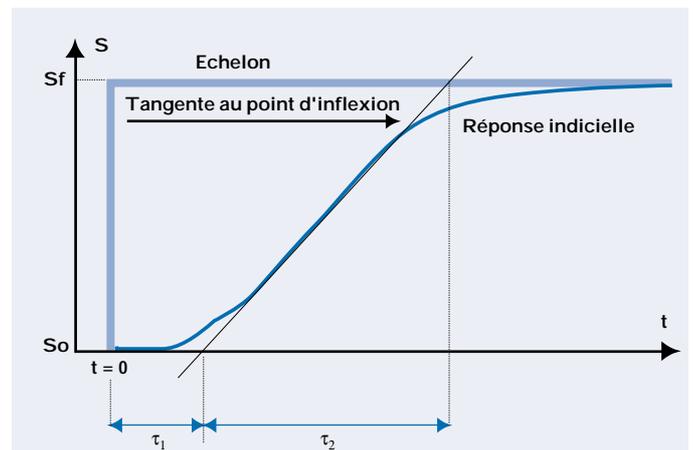


Fig. 4. Identification par la méthode de Strejc

1.3.2. Identification du correcteur

Le régulateur utilisé, l'Actimat C8002 dispose d'un algorithme de correction PID à structure parallèle (coefficients indépendants) dont la fonction de transfert peut s'écrire :

$$H_C(p) = G_C + \frac{1}{T_i \cdot p} + T_d \cdot p \quad (4)$$

Les coefficients Gr, Ti, Td du correcteur (régulateur) représentent respectivement le gain, le temps intégral et le temps dérivé ; leurs valeurs sont déterminées à partir des constantes du procédé G_s, θ et τ ou τ₁ et τ₂.

● Calcul des paramètres du PID par la méthode de Broida.

Pour un correcteur PID parallèle les paramètres sont calculés par les formules suivantes :

Gr	Ti	Td
$\frac{\theta/\tau + 0,4}{1,2 G_s}$	$\frac{G_s \cdot \tau}{0,75}$	$\frac{0,35 \theta}{G_s}$

(5)

● Calcul des paramètres PID en boucle fermée.

Lors d'une régulation, on souhaite en général obtenir, en boucle fermée, des performances précises liées, entre autres, aux temps de montée (T_M ou t_{Max}) ou de stabilisation (T_F) et au pourcentage du dépassement maximal (D_M) par rapport à la consigne (fig. 5).

Les performances souhaitées en boucle fermée (t_{Max} ou t_F et DM) peuvent être exprimées comme étant la réponse d'un système normalisé du 2^e ordre.

$$H_{BF}(p) = \frac{\omega_0^2}{\omega_0^2 + 2\zeta \cdot \omega_0 \cdot p + p^2} \quad (6)$$

C'est la fonction de transfert de ce que l'on souhaite obtenir comme réponse (en boucle fermée) en régulation du procédé avec ω₀ la pulsation propre (exprimée en radian par seconde) et ζ le coefficient d'amortissement (sans unité) de la régulation.

Les valeurs de ces constantes se déduisent [10] des performances t_{Max} (exprimé en seconde) et DM (exprimé en %) en utilisant les relations (7) et (8) :

$$\zeta = \frac{\left[\text{Ln} \left(\frac{DM}{100} \right) \right]^2}{\pi^2 + \left[\text{Ln} \left(\frac{DM}{100} \right) \right]^2} \quad (7)$$

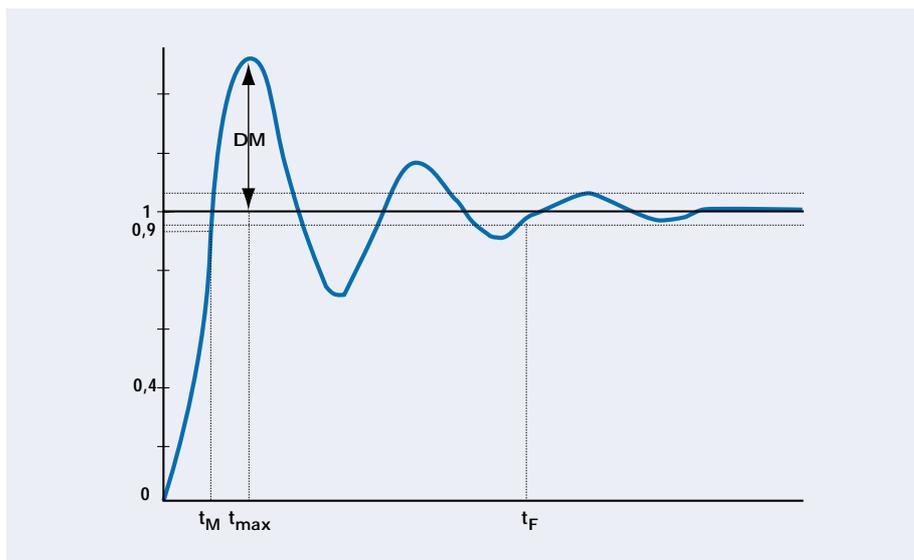


Fig. 5. Performances (rapidité et stabilité) d'une boucle fermée de régulation

$$\omega_0 = \frac{\pi}{t_{Max} \cdot \sqrt{1 - \zeta^2}} \quad (8)$$

Connaissant les fonctions de transfert :
 - du procédé (b₀, a₁ et a₂)
 - et celle souhaitée en boucle fermée de régulation (ζ et ω₀),

on peut en déduire les paramètres PID du correcteur (G_r, T_i et T_d) qui permettent d'obtenir en régulation les performances souhaitées en terme de dépassement maximum et de temps de montée de la mesure.

En tenant compte de la structure de la

boucle fermée (fig. 6), les calculs montrent que, pour un correcteur PID parallèle, les coefficients sont donnés par les relations (9) (10) et (11) :

$$T_i = \frac{2 \cdot b_0 \cdot \zeta}{\omega_0} \quad (9)$$

$$T_d = \frac{a_2}{T_i} - \frac{G_r}{2 \cdot \zeta \cdot \omega_0} \quad (10)$$

$$G_r = \frac{1}{T_i} \left[a_1 - \frac{1}{2 \cdot \zeta \cdot \omega_0} \right] \quad (11)$$

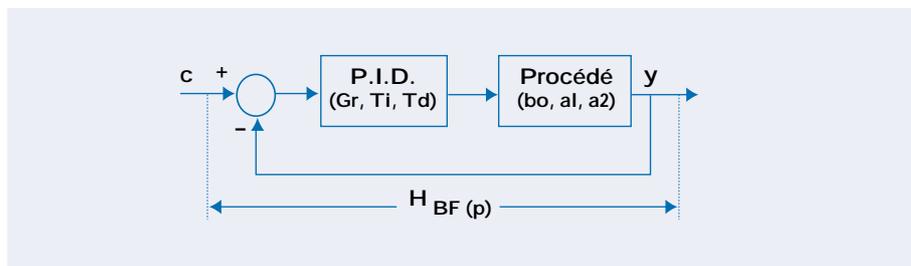


Fig. 6. Boucle fermée de régulation PID

1.3.3. Réalisation du correcteur PID de la température du réacteur

Les essais d'identification (tableau I) montrent que le réacteur n'est pas linéaire.

La régulation à gains préprogrammés permet de remédier partiellement à ce problème de non-linéarité.

Nous avons donc réalisé cinq modèles du procédé qui couvrent toute la gamme de température du réacteur. Chaque modèle permet de gérer convenablement la régulation au voisinage du point de fonctionnement dans lequel ce modèle a été déterminé. Les résultats d'identification de la température T_r sont répertoriés dans le *tableau I*.

Nous souhaitons déterminer pour le pilote, un correcteur capable d'atteindre les performances suivantes en boucle fermée :

- un faible dépassement (<5%)
- un temps de montée minimum.

L'étude du tableau montre que :

- le gain diminue de 86 % à 32 % lorsque la température augmente,
- le retard pur a une faible valeur (τ ou τ_1) par rapport à la constante de temps (θ ou τ_2).

Limites du correcteur PID calculé par la méthode de Broïda.

Les résultats obtenus en régulation par le correcteur PID calculé à partir des formules (5) n'ont pas été satisfaisants.

En effet, on a remarqué que pendant la régulation le dépassement était très important (40 % < DM < 120 %) pour des temps de montée de l'ordre de 10 à 30 min et des temps d'établissement très longs, par exemple *fig. 7*.

Pour améliorer cette régulation nous avons utilisé deux techniques.

1 - Dans un premier temps, les paramètres de régulation ont été optimisés en utilisant un logiciel de simulation [11] ;

2 - Puis dans un second temps, à cause de la grande inertie surtout lors du refroidissement du réacteur, nous avons déve-

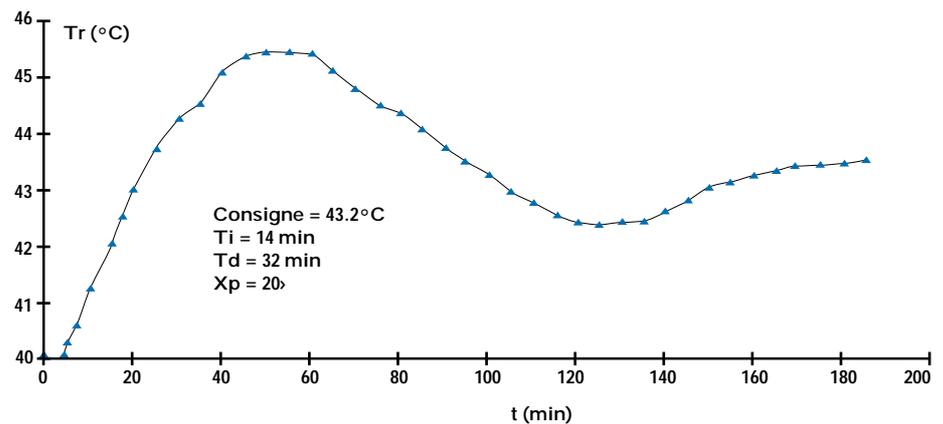


Fig. 7. Régulation de température avec les paramètres PID initiaux

loppé un système de régulation en cascade entre la double enveloppe et le milieu réactionnel.

Ces deux améliorations ont permis de ramener le dépassement à des valeurs comprises entre 20 % (au lieu de 40 %) et 50 % (au lieu de 120 %) avec des temps de montée inférieurs à 20 min. Ces résultats restent malgré tout loin des performances souhaitées et mettent en évidence la difficulté d'obtenir un bon correcteur PID du pilote en utilisant l'identification par la méthode de Broïda.

Correcteur PID mis au point sur le pilote.

Le correcteur obtenu par l'utilisation de la méthode du choix des performances en boucle fermée a donné de meilleurs résultats : le dépassement maximum est plus faible (DM < 50 %) et le temps d'établissement de l'ordre de 30 à 40 min.

L'optimisation des paramètres PID nous a permis d'atteindre les performances souhaitées en boucle fermée de régulation. En effet, le temps de stabilisation ou d'établissement est compris entre 5 et 20 min et les dépassements inférieurs à 4 %. Ces résultats sont donc très satisfaisants

(autour d'un point de fonctionnement) pour un procédé de grande inertie et non linéaire. Ainsi, en régime stationnaire, le correcteur permet de ramener rapidement (de 5 à 10 min) la mesure au niveau de la consigne lors des perturbations (par ajout modéré d'eau froide ou d'eau chaude par exemple) du milieu réactionnel.

En tenant compte de la non-linéarité du procédé, nous avons réalisé au sein du régulateur multiboucles (l'Actimat C8002) quatre algorithmes PID avec des paramètres différents. Ces paramètres sont ceux qui ont été obtenus pour assurer une régulation optimale dans un intervalle de température donné (*tableau II*).

En fonction de la valeur de la température du réacteur (T_r) et de la consigne de régulation (C), un système pré-programmé sélectionne l'algorithme PID muni des paramètres optimaux afin de commander les actionneurs de régulation (*fig. 8*).

On obtient ainsi un système de régulation PID semi-adaptatif et pré-réglé sur différents points de fonctionnement. Cet ensemble nous permet de réaliser une très bonne régulation sur toute l'échelle de température et d'augmenter la robustesse du régulateur Actimat C8002.

TABLEAU I
IDENTIFICATION DU PROCÉDÉ

Essais	Procédé				Broïda					Strejc	
	$T_{r_{min}}$ (°C)	$T_{r_{max}}$ (°C)	ΔT_r (°C)	Echelon (%)	t_1 (min)	t_2 (min)	θ (min)	τ (min)	G_s (%)	τ_1 (min)	τ_2 (min)
1 ^{er}	23,4	45	21,6	10	38	52	77,0	12,8	86	5,5	110
2 ^e	45	60	15	10	35,5	45,5	55	17,5	60	5	95
3 ^e	60	73	13	10	28,5	41	68,6	6	52	5	85
4 ^e	73	83	10	10	30	41,5	63,6	9,3	40	6	51
5 ^e	83	95	12	15	30	42	66	8,4	32	5	80

TABLEAU II
PARAMÈTRES OPTIMISÉS DU PID

ΔT (°C)	Ti (min)	Td (min)	$X_p = 100/G_r$
25-45	40	0	3
45-60	35	10	3
60-75	30	20	3
75-105	18	25	2

2. Etudes de sécurité et mesures correctives

L'amélioration de la sécurité du pilote et de la fiabilité du procédé nécessite au préalable la détermination rigoureuse de l'ensemble des risques liés aux différents organes constituant le pilote (réaction, installation et automatismes).

L'utilisation des méthodes d'analyse de risques et de sûreté de fonctionnement permettent, en effet, de réaliser cette étape de façon structurée et sûre. Ces méthodes consistent pratiquement toutes, à étudier le fonctionnement et le dysfonctionnement d'un organe du procédé, et ensuite, d'en déduire les causes et les occurrences correspondantes en vue d'apporter des corrections ou de prévoir des dispositifs de mise en sécurité lors de l'apparition d'un défaut.

Nous avons utilisé trois méthodes complémentaires :

- **AMDEC** [13] : Analyse des Modes de Défaillance de leurs Effets et de leurs Criticités. Cette méthode consiste à considérer un matériel ou une fonction à réaliser, de simuler un défaut, d'en déduire les causes, les effets... puis d'évaluer la probabilité d'apparition de ce défaut et enfin d'estimer le niveau de criticité.

Les défauts ayant un niveau de criticité élevé sont considérés comme inacceptables et doivent être évités ou corrigés lors de leur apparition.

- **HAZOP** : Hazard And Operability Study. La méthode HAZOP permet d'analyser les dérives des paramètres associés aux fluides (pression, débit, température,...) d'en déterminer les conséquences et de définir des mesures correctives améliorant le niveau de sécurité du système.

- **Arbre de défaillances**. Le principe de cette méthode consiste à partir de l'événement indésirable et, par déduction, à chercher les causes immédiates produisant cet événement. On considère ensuite ces nouveaux événements comme des effets dont on cherche les causes et ainsi de suite... On remonte ainsi de proche en proche jusqu'à un niveau de détail considéré comme suffisant. Cette recherche aboutit à la construction d'un arbre des causes ou arbre des défauts.

Notre objectif principal

Apporter au pilote (partie opérative, partie commande et mode opératoire) une structure permettant de pouvoir y réaliser tout type de réaction avec tout type de produit en phase liquide sans incident notable pouvant affecter le personnel, le matériel et la qualité des produits.

2.1. Analyse de la réaction et du pilote

Avant d'effectuer cette étude de sécurité, nous avons établi rigoureusement une bibliothèque de l'ensemble des défauts ou incidents susceptibles de se produire lors de la réaction. Nous avons pour cela utilisé la méthode d'analyse **AMDEC**.

L'analyse des différentes étapes de la réaction a conduit à la détermination et à la caractérisation des principaux défauts qui peuvent entraîner éventuellement un emballement de la réaction, une pollution, une suppression ou alors une altération de la qualité du produit synthétisé.

L'ensemble des renseignements fournis par les tableaux AMDEC constitue une base de connaissance très importante pour la réalisation d'études supplémentaires.

En ce qui concerne les risques à criticité élevée (rupture du réacteur ou emballement par exemple), nous avons défini pour l'ensemble pilote l'événement indésirable suivant :

« Libération fortuite de produit à l'extérieur du réacteur et des conduites. »

Même lorsqu'un défaut apparaît, il ne faut pas que l'événement indésirable se produise; or, une dérive anormale de température ou de pression peut, par exemple, conduire à la réalisation de cet événement.

Pour connaître au mieux les conséquences possibles de ces dérives nous avons réalisé une étude **HAZOP** du pilote.

Quelle que soit la défaillance du système nous avons voulu concevoir le pilote de telle sorte que le concours simultané de deux ou de plusieurs causes soit indispensable pour qu'un accident puisse survenir. Chaque sous système peut être commandé par au moins deux organes du pilote, on parle dans ce cas de redondance.

Pour vérifier le niveau de redondance (coupes minimales) de chaque sous-système du pilote, nous avons complété l'étude HAZOP par la construction de l'arbre de défaillance du système afin de faire apparaître les coupes minimales conduisant à l'événement indésirable.

Une étude complète a été réalisée sur l'installation entière et a permis d'apporter plus de 40 mesures correctives (installation de vannes de fin de course, d'une sonde de pH, de vannes manuelles secondaires...) [15] qui ont pour objet de ramener au moins à deux l'ordre de la redondance des éléments de la partie opérative du pilote.

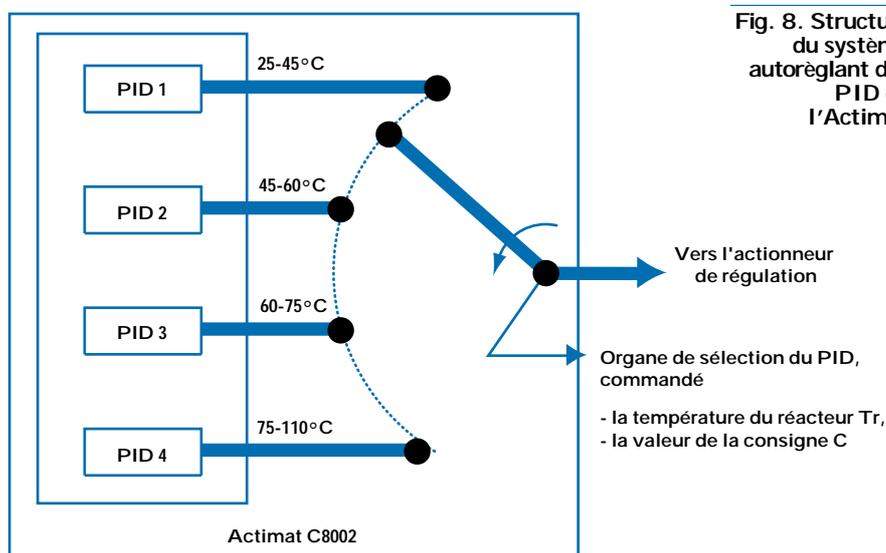


Fig. 8. Structure du système autorégulant des PID de l'Actimat

2.2. Analyse de la partie commande du pilote

2.2.1. Etude de sécurité et choix d'une nouvelle architecture de commande

L'analyse de l'architecture de commande initiale du pilote a été également complétée par une étude de sûreté de fonctionnement avec la méthode de l'arbre de défaillance.

L'événement indésirable, défini pour la partie commande, est :

« La perte de la gestion de la commande automatisée ou manuelle du procédé. »

Les mesures correctives apportées à l'ancienne architecture, ont été orientées dans le sens du partage des différentes tâches (charge de solvants ou de réactifs, régulations supervision et mise en sécurité) entre plusieurs organes de commandes, mieux adaptés et plus performants (automates, régulateurs et calculateurs de supervision). On se ramène alors à un problème de choix de matériel et de gestion de ce matériel par un réseau.

Ainsi, il a été mis au point sur le pilote, une architecture de commande non centralisée.

Le matériel assurant cette commande non centralisée est constitué :

- d'un automate programmable industriel le SLC500/02 de chez Allen Bradley ;
- d'un automate à structure informatique, le MICROLAB M180 de la société Microlab ;

- d'un régulateur-contrôleur de procédé, l'ACTIMAT C8002 de la société Bailey Sereg.

- d'un superviseur PROCIM commercialisé par la société Process Industry.

L'ensemble de ce matériel permet d'assurer les fonctions de gestion de la réaction, de régulation, de supervision et de mise en sécurité du réacteur.

L'architecture de commande du pilote a été structurée en trois niveaux (fig. 9) :

niveau 0 constitué des capteurs/transmetteurs, des actionneurs et des modules TMA (ce sont les modules d'acquisition de données du superviseur) ;

niveau 1 constitué du régulateur et des deux automates ;

niveau 2 constitué du calculateur superviseur.

Il s'agit d'une architecture distribuée et hiérarchisée à cause des communications iso-niveaux qui assurent le dialogue entre les divers organes de commande.

Nous avons développé autour de l'architecture distribuée, une redondance séquentielle à commutation entre les deux automates programmables et le régulateur.

L'organisation de cette redondance est telle que le superviseur sert d'organe principal de commutation. La fiabilité du système dépend donc entièrement du micro-ordinateur ; pour minimiser les risques, nous avons utilisé les automates eux-mêmes comme organes secondaires de commutation. En effet, ils se testent mutuellement et se substituent l'un l'autre lorsqu'un défaut apparaît.

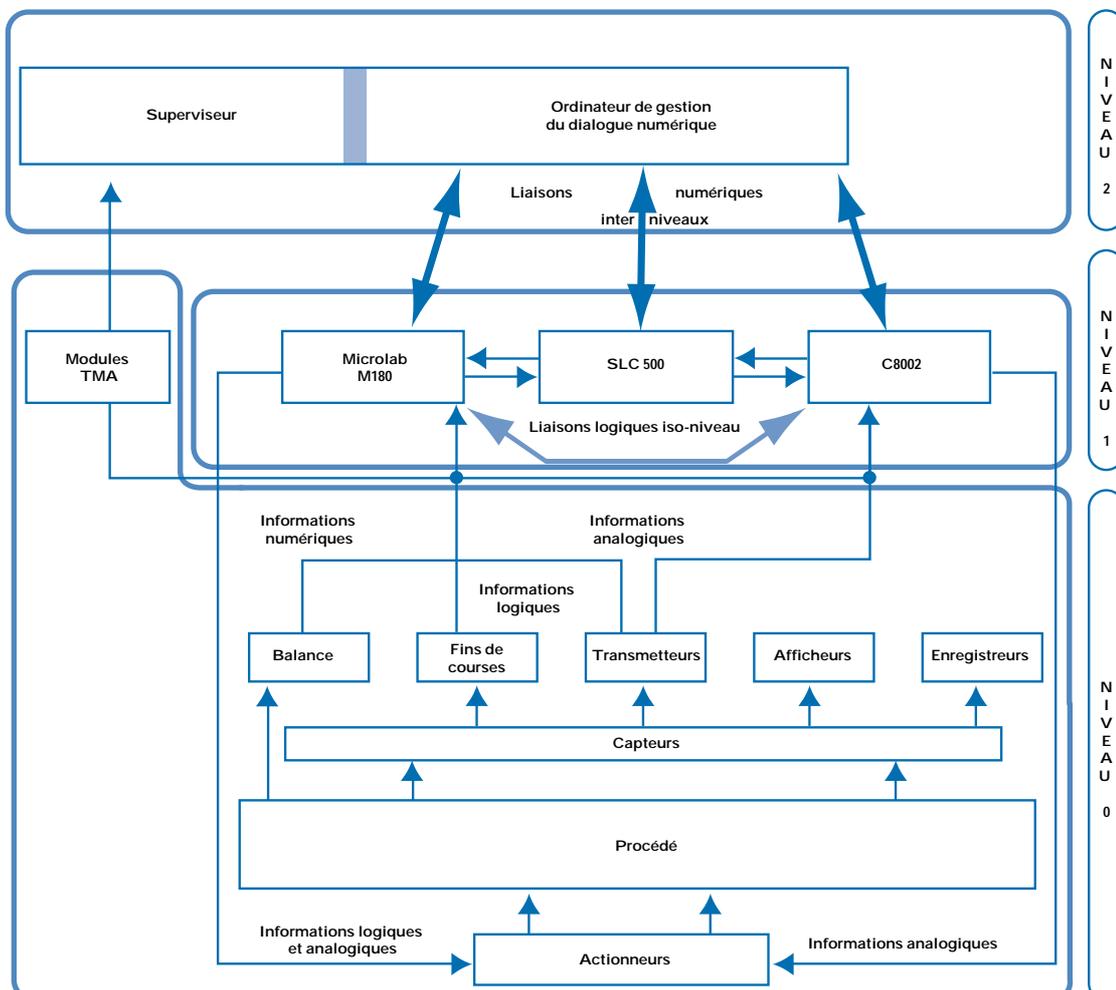


Fig. 9. Architecture distribuée de la commande du pilote

2.2.2. Gestion de la communication entre les organes de commande - Le réseau de communication mis en œuvre

Pour contourner l'incompatibilité des protocoles de communication numériques du matériel utilisé, nous avons centré le dialogue des organes de commandes autour du superviseur comme l'indique la *figure 10*.

Le micro-ordinateur peut consulter à tout moment l'état de fonctionnement de chaque organe (lecture du status des automates et du régulateur). Chaque organe peut aussi interroger (par deux sorties TOR, que l'on appellera sorties-question) de façon périodique les deux autres et attendre le retour d'une réponse (par deux entrées TOR ou entrées-réponse).

Chaque organe de commande est donc lié, d'une part, aux deux autres par l'intermédiaire de deux entrées et deux sorties logiques et, d'autre part, à l'ordinateur.

L'objectif principal de cette communication est l'échange de données entre les organes de commande avec pour but d'une part, de détecter les défauts de fonctionnement de l'un des organes de commande et, d'autre part, d'assurer la continuité du procédé.

Tout au long du procédé, le micro-ordinateur constituera la mémoire du déroulement du procédé (historique, gestion imprimante, etc.) et c'est aussi lui (s'il n'est pas défaillant) qui ordonnera à un organe de commande donné de remplacer un autre.

La décision de remplacement est prise par un organe donné :

- s'il détecte lui même la défaillance d'un autre,
- et s'il reçoit la confirmation de la défaillance par le micro-ordinateur ;
- ou alors s'il détecte deux fois de suite la défaillance du même organe de commande.

Le travail étant partagé, chaque organe gère ses tâches prioritaires y compris les tâches de sécurité. Mais, lorsqu'un organe de commande détecte la défaillance d'un autre, il active la tâche de reprise du déroulement du procédé.

Lors des essais de simulation à l'eau, des défauts ont été volontairement provoqués. On remarque alors que lorsque l'un des automates ou le régulateur «tombe en panne», tous les autres organes détectent le défaut et :

- lorsque le superviseur est en marche normale, il désigne l'organe de redondan-

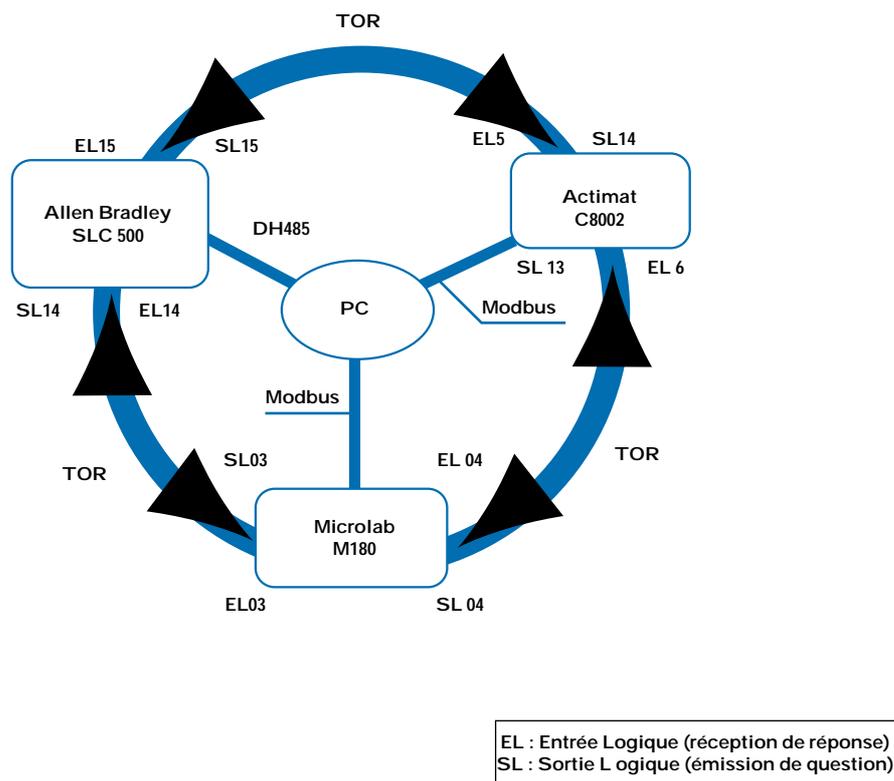


Fig. 10. Schéma de liaisons physiques entre les organes de commande

ce prévu. La reprise se fait sans difficulté avec un temps d'attente variant entre 3 secondes et 30 secondes.

- lorsque le superviseur est défaillant, le temps nécessaire à la reprise du procédé devient long car, les organes de commande doivent attendre environ une minute la décision de reprise qui doit être envoyée par le superviseur. Si, après cette minute aucune décision n'est reçue du superviseur, les organes de commande réactivent leur question et attendent encore 10 secondes. Si l'organe jugé «défaillant» précédemment répond dans ce délai, aucune procédure de reprise n'est déclenchée. Par contre si aucune réponse n'est reçue, l'organe de redondance est choisi selon le cas :

- si c'est le Microlab qui est défaillant c'est l'Allen Bradley qui est chargé de la reprise,
- si c'est l'Allen Bradley qui est défaillant, le Microlab assure la reprise,
- si c'est l'Actimat, l'Allen Bradley assure la reprise.

Le temps d'attente de la reprise peut atteindre exceptionnellement 2 min! Mais notons que la sécurité est entièrement assurée sur le pilote pendant ce temps, donc le seul inconvénient est le retard observé. Ce retard reste cependant minime comparé à la durée totale de la réaction.

La réalisation de la réaction dans le pilote nous a donné des résultats satisfaisants malgré des incidents provoqués volontairement sur le matériel. Le rendement obtenu est de 98 % en produit brut. Après plusieurs recristallisations manuelles de l'acide paranitrobenzoïque brut, le rendement minimum obtenu est de 80 % en produit pur.

Conclusion

La finalité de cette étude est d'assurer au pilote, d'une part, une polyvalence totale au niveau des réactions susceptibles d'être effectuées et, d'autre part, un niveau de sécurité convenable permettant de parer aux défauts ou aux incidents des parties opérative et commande. Les objectifs correspondant à cette finalité sont énoncés ci-dessous :

- pouvoir réaliser tout type de réactions en phase liquide avec tout produit ;
- éviter toute libération fortuite de produits du pilote vers l'extérieur ;
- éviter que le défaut d'un seul matériel ne puisse entraîner la perte de la gestion du procédé.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons réalisé une étude de sécurité en effectuant une analyse de risques sur l'ensemble du pilote. Pour cela, on a utilisé les méthodes AMDEC et arbre de défaillances qui sont des outils d'études de sûreté de fonctionnement.

Cette étude de risque nous a permis d'apporter des modifications sur la partie opérative en procédant à l'installation d'une soupape de sûreté, d'une électrode de pH, de vannes manuelles, de fins de courses,... En ce qui concerne la commande automatisée du pilote, l'étude de sécurité nous conduit :

- à la substitution du matériel initialement présent par un ensemble de matériel mieux adapté à nos objectifs (deux automates, un régulateur, un superviseur,...)
- à effectuer une analyse par des techniques appropriées des différentes architectures de commande que nous pouvons

faire avec ce type de matériel et de choisir l'architecture optimale qui nous permet d'avoir une redondance totale sur la commande du procédé. En effet, une architecture de commande distribuée et à redondance séquentielle a été retenue. Ceci nous a conduit à procéder à la mise en oeuvre d'un réseau local de communication pour faciliter les échanges d'informations entre les différentes parties du pilote.

Cette architecture assure une redondance totale de la commande et s'adapte facilement aux changements de modes opératoires sans que l'utilisateur soit obligé de réécrire tous les programmes.

La régulation de température a été particulièrement améliorée afin d'éviter tout emballement de la réaction dans le pilote.

Pour valider cette architecture de commande, la réaction de synthèse de l'acide paranitrobenzoïque par oxydation sulfochromique du nitrotoluène a été réalisée sur le pilote. Cette réaction étant exothermique et présentant des risques spécifiques à la chimie, on a procédé d'abord à la détermination de ses paramètres thermodynamiques. En fonction de ces données on a ensuite effectué une étude de faisabilité de la réaction dans le pilote. Nous avons été conduits à la réalisation de sous programmes de sécurité afin d'éviter, ou de maîtriser, tout incident associé au déroulement de la réaction. Une fois que la réaction est terminée, les eaux résiduelles chromatées sont enrichies et recyclées à partir d'une certaine concentration en chrome VI ou alors réduites en chrome III avant d'être précipitées en hydroxyde de chrome. Ceci permet de réduire considérablement la consommation de réactifs et la pollution due à l'élimination directe

des eaux résiduelles. Les résultats obtenus avec les différents essais ont été très satisfaisants.

Avec ce nouvel outil nous disposons d'une architecture de commande optimale, évolutive et facile à utiliser. Cette architecture peut s'adapter facilement à tout mode opératoire et permet d'assurer une gestion sûre de l'automatisme, des régulations et de la sécurité du personnel et du matériel.

Remerciements :

* Nous remercions la société Mettler Toledo et particulièrement Mr P. DAGNEAUX de nous avoir prêté le réacteur pilote calorimétrique RC1 [7].

* Nous remercions également Mr T. NENNER Directeur de la société Process pour ses conseils et pour l'aide matérielle qu'il nous a apportés.

BIBLIOGRAPHIE

1. CHEIK-ALI A., PETIT A., ALLEGUEDE F., PORTE C., ARNOULT C., DELACROIX A. - Le pilote chimique polyvalent automatisé. Un nouvel outil pour l'extrapolation des procédés en chimie fine. *Information Chimie*, 1989, 207.
2. PORTE C., OLLIVIER-HENRY J.P., CUNY X., DELACROIX A. - Gestion de la sécurité des pilotes chimiques polyvalents automatisés. *Cahiers de Notes Documentaires*, 1992, 148, pp. 379- .
3. DIALLLO M.B. - Décentralisation de la commande d'un pilote chimique polyvalent et automatisé. Paris VI, Mémoire de DEA de chimie appliquée et génie des procédés industriels, 1990.
4. DIALLLO M.B. - Etude de sécurité et mise en oeuvre d'une architecture de gestion de la commande automatisée d'un pilote chimique modulaire, polyvalent et automatisé. Application à la réaction d'oxydation du 4-nitrométhylbenzène. Paris VI et CNAM de Paris,

Doctorat d'Université, février 1995.

5. Fiches toxicologiques n° 1 et n° 3. INRS.
6. Chemical Engineering News, 29 août 1949, p. 2504.
7. Notices techniques du réacteur pilote RC1. ViroflaySté Mettler Toledo France, 1995, 123 p.
8. Etude et mise au point des boucles de régulation ». BHALLY. Maisons Alfort, Editions Kirk, coll. Industries, 1990.
9. Notices techniques : Médiamat R sur l'Aactimat C8002. Massy Palaiseau, Sté Bailey Sereg, 1990.
10. ZELAZNY M., GIRI F., BENNANI T. - Les systèmes asservis : Commande et régulation, Tome 1. PARIS, Eyrolles, 1993.
11. Logiciel de simulation Bode Réponse. Paris, ENSAM, date, disquette 3,5". ENSAM Paris.
12. A guide to hazard and operability studies.

Industrial Chemical Industry. Londres, Chemical Industry, safety and Health Council of the Chemical Industries Association, 1981, 94 p.

13. SCHERER M. - Concevoir avec fiabilité grâce à l'AMDEC. Bureaux d'études n°82 du 16 Octobre 1992.

14. LONDICHE H. - Fiabilité et sécurité des installations industrielles. Saint-Etienne, Ecole Nationale Supérieure des Mines, 1985, pp. 38-50.

15. OLLIVIER-HENRY J.P. - Etude et gestion de la sécurité d'un pilote chimique modulaire, polyvalent et automatisé : méthodologie générale d'analyse et application à un cas concret. Paris, CNAM, Mémoire d'ingénieur, 1991.

16. NUSSBAUMER H. - Informatique industrielle, tome IV (§ 12.2.2). Genève, Presse polytechnique Romande, 1988, 430 p.