

Introduction

L'absorption est une opération dans lequel des atomes, molécules ou ions gazeuses pénètrent dans une phase liquide. Elle est considérée comme opération majeure en génie chimique. Elle est basée sur un transfert de matières entre deux phases (Figure I.1).

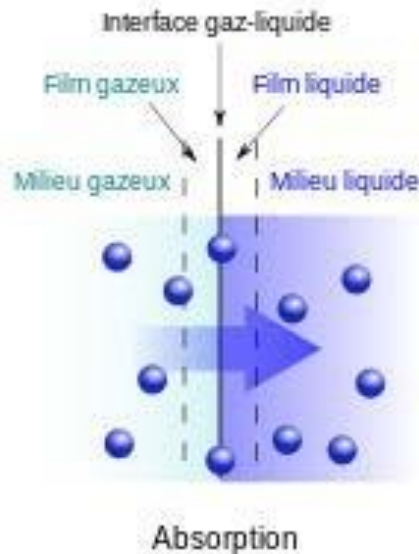


Figure I.1. Absorption.

- ◆ Le gaz inerte dans le mélange gazeux est appelé "gaz porteur" ou inerte.
- ◆ Un contact intime entre le gaz dissous et le liquide absorbant est obtenu dans un équipement d'absorption approprié, à savoir une tour à plateaux, une colonne à garnissage, une tour de pulvérisation, un épurateur à ventouses, etc.
- ◆ L'opération de désorption ou d'extraction est inverse.
- ◆ Deux types d'opérations d'absorption existent ; Physique et chimique.
- ◆ L'absorption se base sur la solubilité des constituants à transférer, d'une part sa solubilité dans le mélange gazeux initial, d'autre part dans le liquide où il va être transférer.

Exemple : Dans le processus d'absorption de l'ammoniac à partir du mélange air-ammoniac par l'eau, l'air est le gaz vecteur
l'ammoniac est «soluté»
l'eau est absorbante

● Principe de l'absorption

- Dissoudre un soluté contenu dans un mélange gazeux, à l'aide d'un solvant liquide dans lequel le soluté est soluble ;

- absorption de nature physique (équilibres physico-chimiques) ;
- absorption de nature chimique (avec réaction, par exemple absorption du CO_2 par de la soude) ;
- absorption discontinue, semi-continue (continue sur la phase gaz, et discontinue sur la phase liquide), ou continue (sur les deux phases) ;
- opération exothermique (dégagement de chaleur) ;
- favorisée par une pression élevée et une faible température.

● Principe de la désorption (stripping)

Cette opération est réalisée dans une colonne et consiste à inverser les conditions de l'absorption afin de désorber le gaz dissous dans le liquide par transfert de ce gaz dans un autre gaz moins soluble dans ce liquide.

- opération inverse de l'absorption, c'est à dire élimination d'un soluté dissous dans un liquide, à l'aide d'un gaz non soluble dans ce liquide ;
- opération généralement endothermique (absorption de chaleur) ;
- favorisée par une faible pression et une température élevée.

Équilibre liquide-gaz

Pour illustrer l'obtention des données expérimentales d'équilibre liquide-gaz, le système SO_2 -air-eau (B-C-A) sera considéré. Une quantité gazeuse de SO_2 , air et d'eau est placée dans un récipient fermé et agitée à plusieurs reprises à une température donnée jusqu'à l'équilibre soit atteint. Des échantillons du gaz et liquide sont analysés pour donner la pression partielle P_B en atm de $\text{SO}_2(\text{B})$ dans la phase gazeuse et la fraction molaire x_B de $\text{SO}_2(\text{B})$ dans la phase liquide. La figure I.2 montre des données de la pression partielle P_A de SO_2 dans la phase gazeuse en équilibre avec la fraction molaire x_B de SO_2 dans le liquide à 293k (20°C).

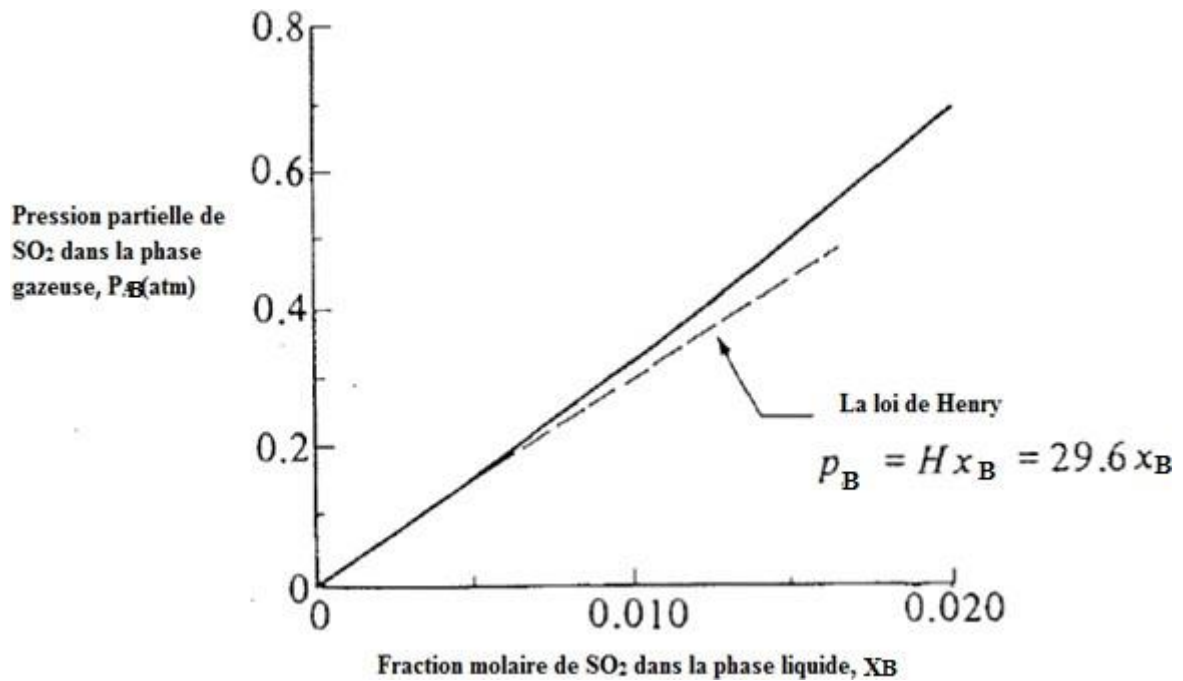


Figure I.2. Équilibre pour le système SO_2 -eau à 293K (20°).

La concentration maximale d'un gaz en solution, en équilibre avec une atmosphère contenant ce gaz, est proportionnelle à la pression partielle de ce gaz en ce point.

La Loi d'Henry, formulée en 1803 par William Henry, énonce :

« À une température constante et à l'équilibre, la quantité de gaz dissout dans un liquide est proportionnelle à la pression partielle qu'exerce ce gaz sur le liquide. »

Souvent, la relation d'équilibre entre P_B dans la phase gazeuse et x_B peut être exprimée par une équation de loi droite de Henry à faible concentration.

$$P_B = H x_B \quad (\text{I.1})$$

Où H est la constante de la loi d'Henry en atm / fraction molaire pour un système donné. Si les deux côtés de l'équation I.1 sont divisés par pression totale P en atm.

$$y_B = H' x_B \quad (\text{I.2})$$

où H' est la constante de la loi de Henry en fraction molaire dans la phase gazeuse / fraction molaire dans la phase liquide et est égal à H/P . Notez que H' dépend de la pression totale, alors que H ne le fait pas.

Dans la figure I.2, les données suivent la loi d'Henry jusqu'à une concentration x_B d'environ 0.005, où $H = 29.6 \text{ atm / fraction molaire}$. En général, jusqu'à une pression totale d'environ 500000 Pa (5 atm), la valeur de H est indépendante de P .

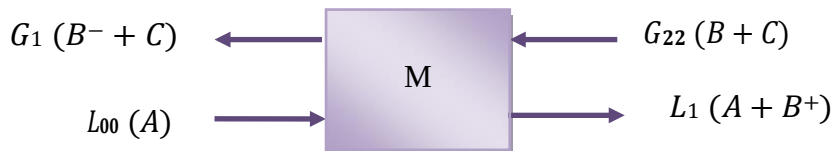
Contact d'équilibre "seul et multiples étages"

Contact d'équilibre d'un seul étage

Dans de nombreuses opérations de génie des procédés, le transfert de masse d'une phase à l'autre se produit, généralement accompagné d'une séparation des composants du mélange, puisqu'une composante sera transférée dans une plus grande mesure qu'une autre composante.

Un processus d'un seul étage peut être défini comme celui dans lequel deux phases différentes sont mises en contact intime les unes avec les autres et elles sont séparées. Pendant le temps de contact, le mélange intime se produit et les différents composants diffusent et se redistribuent entre les deux phases. Si le temps de mélange est assez long, les composants sont essentiellement à l'équilibre dans les deux phases après la séparation et le processus d'équilibre est considéré comme d'un seul stage.

Un équilibre d'un seul étage peut être représenté comme la figure I.3. Les deux phases d'entrée, L_0 et G_2 , des quantités et des compositions connues, entrent dans le mélange et l'équilibrage se produisent, les deux flux de sortie L_1 et G_1 partent en équilibre l'un avec l'autre.



A : Eau inerte
B : Soluté
C : Air inerte

Figure I.3. Processus d'équilibre à un seul étage.

Ces absorbeurs sont : soit les colonnes à plateaux (contact discontinue), soit les colonnes garnies (contact continue).

$$L_0 + G_2 = L_1 + G_1 = M \quad (\text{I.3})$$

Où L est en kg, V est en kg, et M est en kg total

En supposant que trois composantes A , B et C , sont présentes dans les cours d'eau et font un équilibre sur A et C .

$$L_0x_{A0} + G_2y_{A2} = L_1x_{A1} + G_1y_{A1} = Mx_{AM} \quad (I.4)$$

$$L_0x_{B0} + G_2y_{B2} = L_1x_{B1} + G_1y_{B1} = Mx_{BM} \quad (I.5)$$

Une équation pour C n'est pas nécessaire puisque $x_A + x_B + x_C = 1$. La fraction massique de C dans le flux de L est x_C . La fraction massique de C dans le flux de G est y_C . La fraction massique de C dans le flux M est x_{CM} . Pour résoudre les trois équations, les relations d'équilibre entre les composants doivent être connues. Notez que les équations (I.3, I.4, I.5) peuvent également être écrites en utilisant des unités moles, L et G ayant des unités de moles et les fractions x_B et y_B ont des unités moles.

Contact d'équilibre d'un seul étage pour un système gaz-liquide

Dans le système gaz-liquide habituel, le soluté B est dans la phase gazeuse G avec l'air inerte C et avec l'eau inerte A dans la phase liquide L. En supposant que l'air est essentiellement insoluble dans la phase aqueuse et que l'eau ne se vaporise pas en phase gazeuse, la phase gazeuse est binaire C-B et la phase liquide est binaire A-B. En utilisant des moles et des unités de fraction molaire, l'équation I.3 est valable pour un processus d'un seul étage pour l'équilibre total des matériaux. Puisque le composant B est le seul composant qui redistribue entre les deux phases, un équilibre sur B peut être écrit comme suit.

$$L \left(\frac{x_{B0}}{1-x_{B0}} \right) + G \left(\frac{y_{B2}}{1-x_{B2}} \right) = L \left(\frac{x_{B1}}{1-x_{B1}} \right) + G' \left(\frac{y_{B1}}{1-x_{B1}} \right) \quad (I.6)$$

Où

L : mole d'eau inerte A ; $L = L_0(1 - x_{B0})$

G : mole d'air inerte B ; $G = V_2(1 - y_{B2})$

L et G : constants et généralement connue.

Pour résoudre l'équation (I.6), la relation entre x_{B1} et y_{B1} en équilibre est donnée par la loi d'Henry.

$$y_{B1} = H x_{B1} \quad (I.7)$$

Si la solution n'est pas diluée, les données d'équilibre sous la forme d'une intrigue de P_B ou y_B par rapport à x_B doivent être disponibles, comme dans la figure I.2.

Contact d'équilibre multiple étage à contre-courant

Concepts d'étage théorique et réel, Méthode de Mac Cabe et Thiele

Dans la section précédente, nous avons utilisé un contact d'équilibre d'un seul étage pour transférer le soluté B entre les deux phases liquide et gazeuse. À fin de transférer plus de solutions, le contact d'un seul étage peut être répété en contactant de nouveau le flux G_1 en laissant le premier étage avec L_0 frais. Cela peut être répété en utilisant plusieurs étages. Cependant, il s'agit d'un gaspillage du flux L_0 et donne un produit dilué dans les flux de sortie L_1 . Pour conserver l'utilisation du flux L_0 et pour obtenir un produit plus concentré, la mise en contact multi étage à contre-courant est généralement utilisée. Ceci est un peu similaire au transfert de chaleur à contre-courant dans un échangeur de chaleur, où le flux chauffé par sortie se rapproche plus étroitement de la température du flux chaud d'entrée.

Le diagramme de processus de flux pour un processus de contact d'équilibre multiple étage à contre-courant est illustré à la figure I.4. Le flux de liquide d'entrée est L_0 et le flux gazeux d'entrée est G_{N+1} au lieu de G_2 comme pour d'un seul étage (figure I.3). Les flux de produits de sortie sont G_1 et L_N et le nombre d'étages est N .

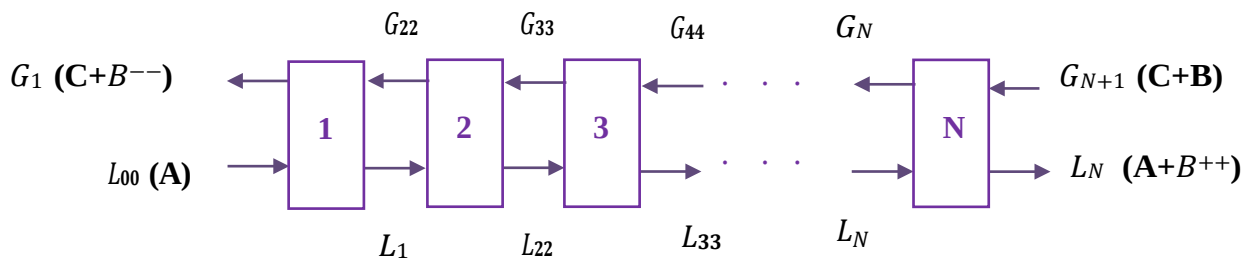


Figure I.4. Contact d'équilibre multiple étage à contre-courant.

- Le composant B est distribué entre les flux gazeux et liquide.
- Le flux gazeux est composé principalement du composant C.
- Le flux liquide est composé principalement du composant A.
- Les composants A et B peuvent être ou non quelque peu miscibles (les deux flux L et G sont immiscibles) l'un dans l'autre.
- Le système à deux phases peut être liquide-gaz, liquide-vapeur, liquide-liquide ou un autre.

Bilan de matière global

$$L_0 + G_{n+1} = L_n + G_1 \quad (\text{I.8})$$

Bilan de matière partiel

$$L_0 x_0 + G_{n+1} y_{n+1} = L_n x_n + G_1 y_1 \quad (\text{I.9})$$

$$y_{n+1} = \frac{L_n}{G_{n+1}} x_n + \frac{G_1 y_1 - L_0 x_0}{G_{n+1}} \quad (\text{I.10})$$

C'est une droite opératoire pour le procédé d'absorption, cas le contact d'équilibre multi étage à contre-courant.

La construction de Mac Cabe et Thiele pour déterminer le nombre d'étages nécessaires pour faire une séparation par absorption et désorption est mentionnée dans la figure I.5.

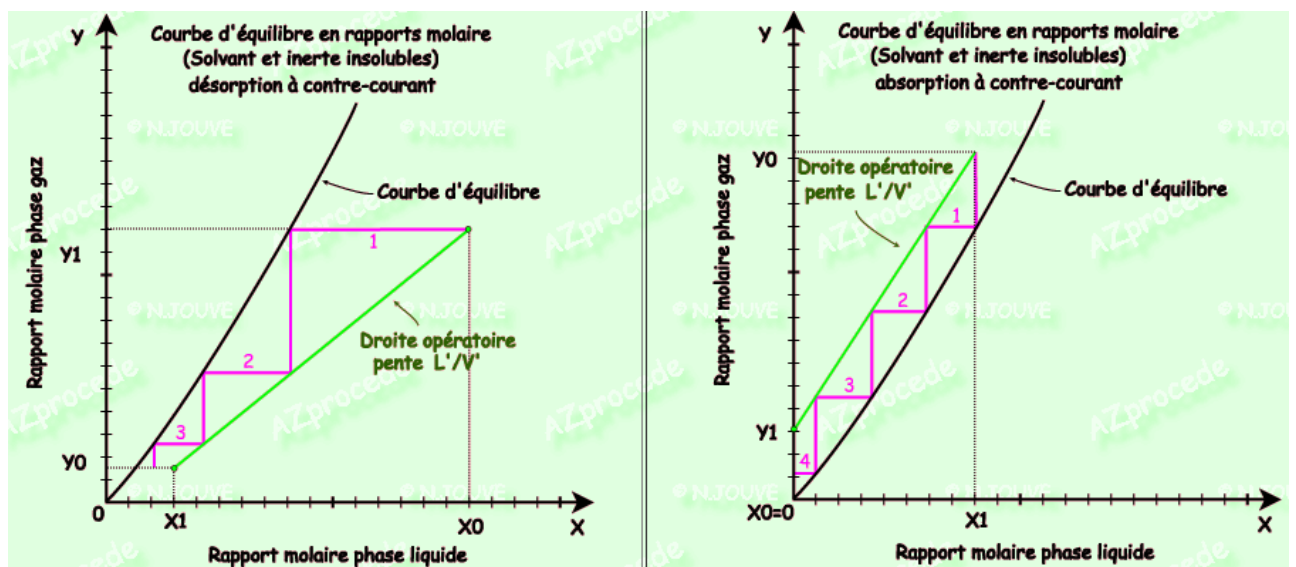
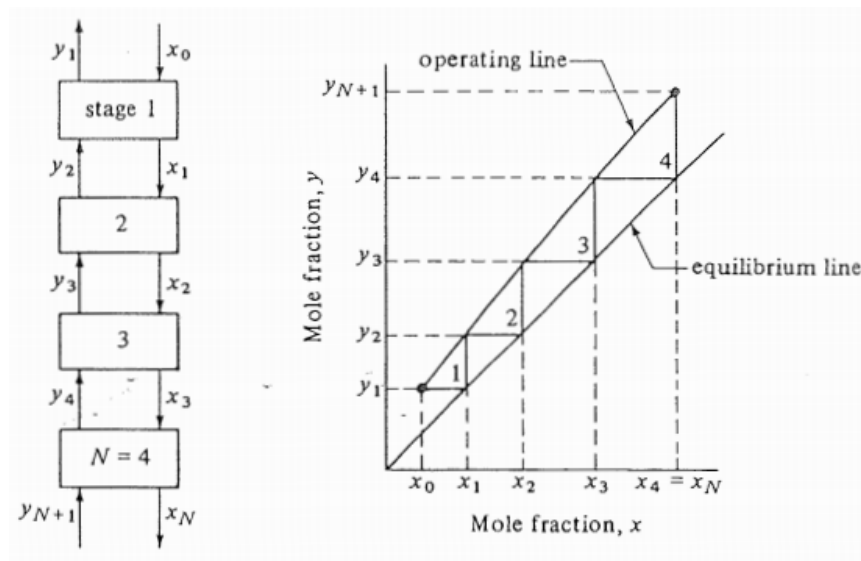


Figure I.5. Construction de Mac Cabe et Thiele pour déterminer le nombre d'étages nécessaire pour faire une séparation par absorption et désorption.

Concepts d'étage théorique et réel, Équation analytique de Kremser

Lorsque les débits G et L dans un processus d'absorption à contre-courant sont essentiellement constants. Si la droite opératoire est une droite pas courbe et la droite d'équilibre est également une droite continue sur la gamme de concentration, des expressions analytiques simplifiées peuvent être dérivées pour le nombre d'étapes d'équilibre dans une absorption multi-étage contre-courant.

● Bilan sur l'étage N

$$L_0 x_0 + G_{N+1} y_{N+1} = L_N x_N + G_1 y_1 \quad (I.11)$$

$$L_N x_N - G_{N+1} y_{N+1} = L_0 x_0 - G_1 y_1 \quad (I.12)$$

● Bilan sur l'étage n

$$L_0 x_0 + G_{n+1} y_{n+1} = L_n x_n + G_1 y_1 \quad (I.13)$$

$$L_n x_n - G_{n+1} y_{n+1} = L_0 x_0 - G_1 y_1 \quad (I.14)$$

$$L_N x_N - G_{N+1} y_{N+1} = L_n x_n - G_{n+1} y_{n+1}$$

Puisque les flux molaires sont constants $L_n = L_N = \text{constant} = L$ et $G_{n+1} = G_{N+1} = \text{constant} = G$

$$L(x_n - x_N) = G(y_{n+1} - y_{N+1}) \quad (I.15)$$

Puisque y_{n+1} et x_{n+1} sont en équilibre, et la droite d'équilibre est une droite, $y_{n+1} = m x_{n+1}$. Aussi $y_{N+1} = m x_{N+1}$. Substitution $m x_{n+1}$ pour y_{n+1} et appeler $A = L/mG$

$$x_{n+1} - A x_n = \frac{y_{N+1}}{m} - A x_N \quad (I.16)$$

A : facteur d'absorption = constant

Tous les facteurs du côté droit de l'équation sont constants. Cette équation est une équation de différentielle linéaire de premier ordre et peut être résolue par les méthodes de calcul de différences finies. L'équation dérivée finale est la suivante.

● Pour le transfert du soluté B de la phase L à G (stripping)

$$\frac{x_0 - A x_N}{x_0 - (y_{N+1}/m)} = \frac{(1/A)^{N+1} - \frac{1}{A}}{(1/A)^{N+1} - 1} \quad (I.17)$$

$$N = \frac{\frac{x_0 - (y_{N+1}/m)}{x_N - (y_{N+1}/m)} (1-A) + A}{\log(\frac{1}{A})} \quad (I.18)$$

Quand $A=1$
$$N = \frac{x_0 - x_N}{x_N - (y_{N+1}/m)} \quad (I.19)$$

● Pour le transfert du soluté B de la phase G vers L (absorption)

$$\frac{y_{N+1}-y_1}{y_{N+1}-m \cdot x_0} = \frac{A^{N+1}-A}{A^{N+1}-1} \quad (I.20)$$

$$N = \frac{\log \left(\frac{y_{N+1}-m x_0}{y_1-m x_0} \left(1-\frac{1}{A} \right) + \frac{1}{A} \right)}{\log A} \quad (I.21)$$

Quand $A=1$ $N = \frac{y_{N+1}-y_1}{y_1-m x_0}$ (I.22)

Souvent le terme A est appelé le facteur d'absorption et S le facteur de stripping, où $S = 1 / A$.

$$S = \frac{1}{A} \quad (I.23)$$

- Ces équations peuvent être utilisées avec n'importe quel ensemble cohérent d'unités telles que le débit massique et la fraction massique ou le débit molaire et la fraction molaire.
- De telles séries d'équations sont souvent appelées équations Kremser et sont pratiques à utiliser.
- Si A varie légèrement de l'entrée à la sortie, la moyenne géométrique des deux valeurs peut être utilisée, la valeur de m à l'extrémité diluée étant utilisée pour les deux valeurs de A.

$$A = \sqrt{A_1 A_2} \quad (I.24)$$

Transfert de masse entre les phases

Profils de concentration en transfert de masse entre les phases

Dans la majorité des systèmes de transfert de masse, deux phases, qui sont essentiellement immiscibles l'une dans l'autre, sont présentes et également une interface entre ces deux phases. En supposant que le soluté B diffusé de la phase gazeuse brute G vers la phase liquide L, il doit passer à travers la phase, à travers l'interface, puis dans la phase L en série. Un gradient de concentration doit exister pour provoquer ce transfert de masse à travers les résistances dans chaque phase, comme le montre la figure suivante (Figure I.6) :

- ◆ Mélange en phase gazeuse de B dans le gaz G
- ◆ Mélange en phase liquide de B dans le liquide L

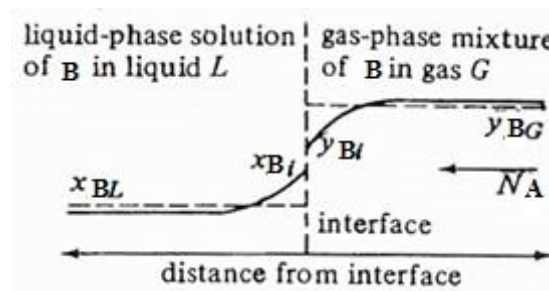


Figure I.6. Profil de la concentration du soluté B diffusant à travers deux phases (L, G).

- ◆ y_{BG} : concentration moyenne de B dans la phase gazeuse en unités de fraction molaire
 $y_{BG} = P_A/p$
- ◆ x_{BL} : concentration moyenne de B dans la phase liquide en unités de fraction molaire
- ◆ La concentration y_{BG} diminue à y_{Bi} à l'interface
- ◆ La concentration dans la phase liquide commence à x_{Bi} et tombe à x_{BL}

À l'interface, il n'y aurait pas de résistance au transfert à travers cette interface, y_{Bi} et x_{Bi} sont en équilibre et sont liés par la relation de distribution à l'équilibre.

$$y_{Bi} = f(x_{Bi}) \quad (I.25)$$

Expérimentalement, la résistance à l'interface a s'est révélée négligeable dans la plupart des cas de transfert de masse où les réactions chimiques ne se produisent pas, comme l'absorption des gaz communs de l'air à l'eau et l'extraction des solutés organiques d'une phase à l'autre. Cependant, il y a certaines exceptions. Certains composés tensioactifs peuvent se concentrer à l'interface et provoquer une "résistance interfaciale" qui ralentit la diffusion des molécules de soluté. Les théories permettant de prédire quand la résistance interfaciale peut survenir sont encore obscures et peu fiables.

Transfert de masse utilisant des coefficients de transfert de masse du film et des concentrations d'interface

Contre-diffusion équimolaire

Pour la contre-diffusion équimolaire, les concentrations de la figure I.6 peuvent être tracées sur un diagramme $y=f(x)$ dans la figure I.7.

- ◆ Le point P représente les compositions de phase en masse x_{BG} et x_{BL} des deux phases
- ◆ Le point M les concentrations d'interface y_{Bi} et x_{Bi} .
- ◆ Pour B diffère du gaz à liquide et B en contre-diffusion équimolaire de liquide à gaz.

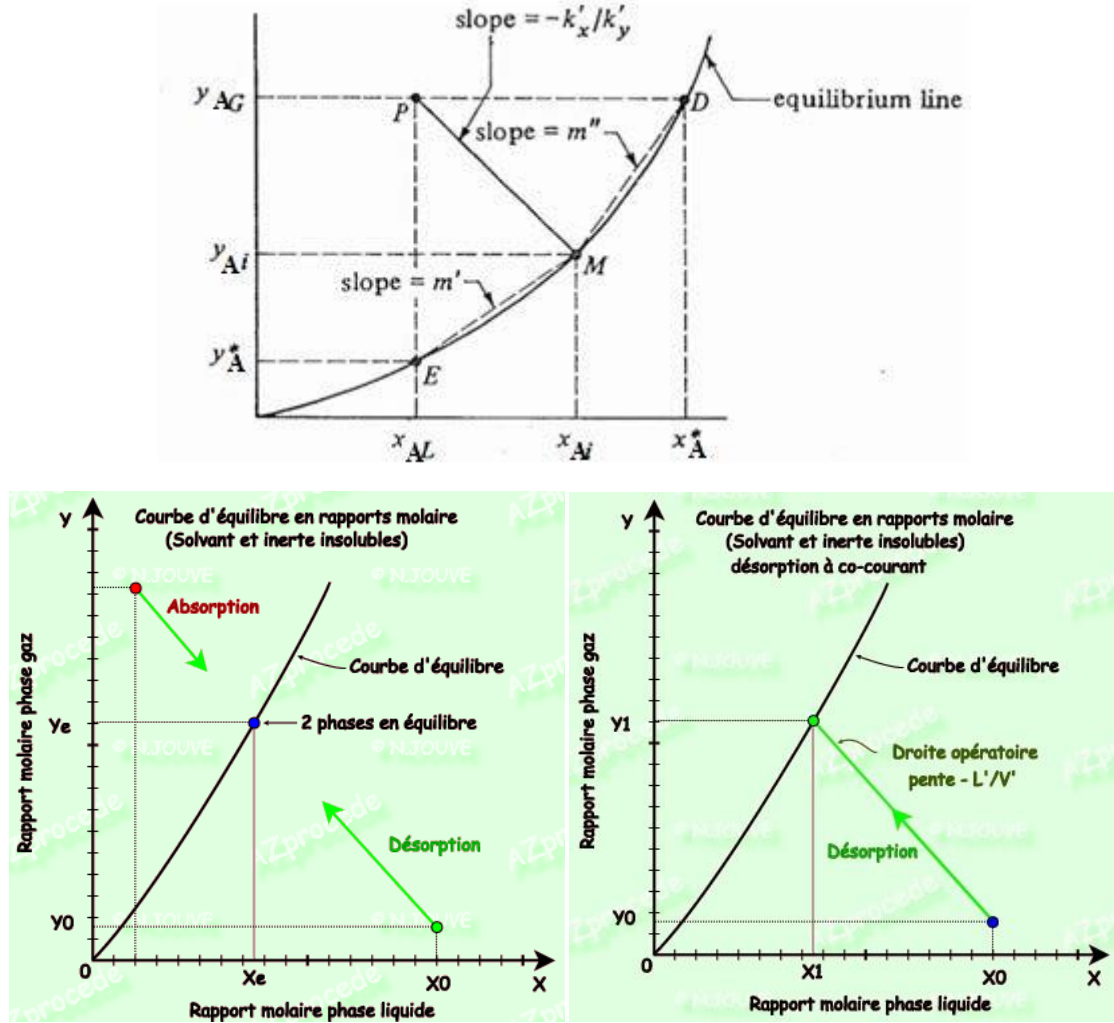


Figure I.7. Forces motrices de concentration et concentrations d'interface dans le transfert de masse entre les phases (contre-diffusion équimolaire).

$$N_A = k'_y (y_{BG} - y_{Bi}) = k'_x (x_{BL} - x_{Bi}) \quad (\text{I.26})$$

k'_y : coefficient de transfert de masse en phase gazeuse en $\text{kg mol} / \text{s}$

k'_x : coefficient de transfert de masse en phase liquide en $\text{kg mol} / \text{s}$

$$-\frac{k'_x}{k'_y} = \frac{(y_{BG} - y_{Bi})}{(x_{BL} - x_{Bi})} \quad (\text{I.27})$$

$(y_{BG} - y_{Bi})$: force motrice dans la phase gazeuse

$(x_{BL} - x_{Bi})$: force motrice dans la phase liquide

$-\frac{k'_x}{k'_y}$: pente de la droite PM

La moyenne des deux coefficients de film k'_x et k'_y sont connus, les compositions à l'interface peuvent être déterminées en traçant la droite PM avec une pente coupant la ligne d'équilibre.

Les concentrations en phase en vrac y_{BG} et x_{BL} peuvent être déterminées en prélevant simplement la phase gazeuse en vrac mélangée et en échantillonnant la phase liquide en vrac mélangée. Les concentrations d'interface sont déterminées par une équation précédente.

Diffusion de A par stagnation ou non B

Pour le cas courant de B diffusant à travers une phase gazeuse stagnante puis à travers une phase liquide stagnante, les concentrations sont représentées sur la figure I.7. Où P représente à nouveau des compositions de masse en phase et une composition à l'interface M, les équations de B diffusant à travers un gaz stagnant puis à travers un liquide stagnant sont :

$$N_B = k_y(y_{BG} - y_{Bi}) = k_x(x_{Bi} - x_{BL}) \quad (I.28)$$

$$\frac{k}{y} = \frac{k'_y}{(1-y_B)_{iM}} \quad \frac{k}{x} = \frac{k'_x}{(1-x_B)_{iM}} \quad (I.29)$$

Où

$$(1 - y_B)_{iM} = \frac{(1-y_{Bi})-(1-y_{BG})}{\ln[(1-y_{Bi})/(1-y_{BG})]} \quad (I.30)$$

$$(1 - x_B)_{iM} = \frac{(1-x_{BL})-(1-x_{Bi})}{\ln[(1-x_{BL})/(1-x_{Bi})]} \quad (I.31)$$

Alors,

$$N_B = \frac{k'_y}{(1-y_B)_{iM}} (y_{BG} - y_{Bi}) = \frac{k'_x}{(1-x_B)_{iM}} (x_{Bi} - x_{BL}) \quad (I.32)$$

Noter que $(1 - y_B)_{iM}$ est la même chose que y_{BM} de l'équation, mais est écrit pour l'interface, et $(1 - x_B)_{iM}$ est la même chose que x_{BM} de l'équation. En utilisant l'équation et le réarrangement.

$$\frac{-k'_x/(1-x_B)_{iM}}{k_y/(1-y_B)_{iM}} = \frac{(y_{BG} - y_{Bi})}{(x_{Bi} - x_{BL})} \quad (I.33)$$

La pente de la droite PM dans la figure I.7 pour obtenir les compositions d'interface est donnée par le côté gauche de l'équation. Cela diffère de la pente de l'équation pour la contre-diffusion équimolaire par les termes $(1 - y_A)_{iM}$ et $(1 - x_A)_{iM}$. Lorsque A diffusé à travers B stagnante et les solutions sont diluées, $(1 - y_A)_{iM}$ et $(1 - x_A)_{iM}$ sont proches de 1.

- ◆ Une méthode d'essai et d'erreur est nécessaire pour utiliser l'équation précédente pour obtenir la pente de la droite PM, puisque le côté gauche contient y_{Bi} et x_{Bi} qui sont recherchés.

1. Pour le premier essai $(1 - y_A)_{iM}$ et $(1 - x_A)_{iM}$ sont supposés être 1, équation précédente est utilisée pour obtenir la pente et les valeurs y_{Bi} et x_{Bi} .
2. Ensuite, pour le second essai, ces valeurs y_{Bi} et x_{Bi} sont utilisées pour calculer une nouvelle pente afin d'obtenir de nouvelles valeurs de y_{Bi} et x_{Bi} .
3. Ceci est répété jusqu'à ce que les compositions d'interface ne changent pas. Trois essais sont généralement suffisants.

Coefficient global de transfert de masse et forces motrices

Les coefficients de transfert de masse de film ou monophasique k'_y et k'_x ou k_y et k_x sont souvent difficiles à mesurer expérimentalement, sauf dans certaines expériences conçues pour que la différence de concentration entre les phases soit faible et peut être négligée. Il en résulte que les coefficients de transfert massique k'_y et k'_x sont mesurés sur la base de la phase gazeuse ou de la phase liquide. Cette méthode est utilisée dans le transfert de chaleur, où les coefficients de transfert de chaleur globaux sont mesurés sur la base des zones intérieures ou extérieures au lieu des coefficients du film.

Le coefficient de transfert de masse globale est défini comme :

$$N_B = k'_y (y_{BG} - y_B^*) \quad (I.34)$$

k'_y : basé sur la force motrice de la phase de gaz en sursaturation en fraction de kg.mol / s.m².mol.

y_A^* : la valeur qui serait en équilibre avec x_{AL} ,

$$N_B = k'_x (x_B^* - x_{BL}) \quad (I.35)$$

k'_x : basé sur la force motrice de la phase de liquide en sursaturation en fraction de kg.mol / s.m².mol.

x_A^* : la valeur qui serait en équilibre avec y_{AG} ,

Contre-diffusion équimolaire et / ou diffusion en solution diluée

Équation est valable pour la contre-diffusion équimolaire, ou lorsque les solutions sont diluées :

$$N_B = k'_y (y_{BG} - y_B^*) = k'_x (x_B^* - x_{BL}) \quad (I.36)$$

$$(y_{BG} - y_B^*) = (y_{BG} - y_{Bi}) + (y_{Bi} - y_B^*) \quad (I.37)$$

Entre les points E et M, la pente m' peut être donnée :

$$m' = \frac{y_{Bi} - y_B^*}{x_{Bi} - x_{BL}} \quad (I.38)$$

Résoudre l'équation en dessus pour $y_{Bi} - y_B^*$ et en substituant dans l'équation

$$(y_{BG} - y_B^*) = (y_{BG} - y_{Bi}) + m'(x_{Bi} - x_{BL}) \quad (I.39)$$

$$\frac{1}{k_y} = \frac{1}{k_y'} + \frac{m'}{k_x} \quad (I.40)$$

Facteurs influant sur l'absorption

Afin d'accroître le rendement de l'opération, il sera possible d'agir sur les paramètres qui régissent la diffusion comme la température, la surface de contact gaz/liquide ou le temps de contact. Dans le cas d'un lavage avec réaction chimique, plus la réaction chimique sera rapide, plus le transfert sera accéléré.

Température

La solubilité augmente quand la température diminue. Il y aura donc tout intérêt à travailler à température aussi basse que possible. Il faut, de plus, tenir compte du fait que l'absorption est un phénomène exothermique et que la chaleur produite devra être dissipée.

Surface de contact

En augmentant la surface de contact entre le gaz et le liquide, on augmente les possibilités d'échange entre les deux phases. Pour un contacteur gaz/liquide, il sera donc important d'avoir une grande aire interfaciale (ou air spécifique).

Temps de contact

Le temps de contact doit être suffisant pour permettre le transfert du polluant de la phase gaz vers la phase liquide. Il est directement fonction du rendement d'épuration recherché et il conditionne en partie le dimensionnement de l'absorbeur.

Réaction chimique

L'adjonction d'un réactif dans la solution de lavage a un double objectif :

- éliminer le polluant de la phase liquide et donc augmenter le transfert vers cette phase ;

- régénérer en continu la solution de lavage.

Équipements utilisés

L'application du principe d'absorption repose sur la mise en contact de la phase gazeuse et de la phase liquide dans un "contacteur gaz-liquide". Cette mise en contact sera d'autant plus efficace que la surface d'échange sera importante. Il existe plusieurs types de contacteurs gaz-liquide. Les absorbeurs les plus couramment utilisés sont les colonnes à garnissage, fonctionnant à contre-courant, les colonnes à plateaux, les colonnes à pulvérisation, les laveurs Venturi ou les mélangeurs statiques.

Colonne à garnissage

Le gaz et le liquide circulent en général à contre-courant. Le liquide s'écoule par gravité sur un garnissage en formant un film de grande surface. La taille et le matériau du garnissage sont très divers. Le débit de liquide doit être suffisant pour assurer le mouillage uniforme du garnissage, tout en évitant l'engorgement de la colonne (saturation en liquide) (tableau I.1 et figure I.8).

Tableau. I.1. Colonne à garnissage.

Garnissage classiques	
Formes	Matériaux
Anneaux de Rashig, Pall	Métal
Selles de Berl, Intalox	Céramique
Tellerettes	Polypropylène

L'écoulement du liquide se fait sous forme d'un film sur la surface du garnissage. L'épaisseur de ce film, ainsi que la surface recouverte, augmentent avec le débit. Pour un débit de liquide modéré donné, avec un débit de gaz, à contre-courant, il est possible de distinguer deux zones de fonctionnement qui sont identifiables à partir de la mesure de la perte de charge du gaz à la traversée du garnissage :

- ✓ à faible valeur de débit de gaz, la loi de variation de perte de charge du gaz au travers du garnissage est voisine de celle obtenue pour un garnissage sec.
- ✓ à des valeurs plus élevées, il y a interaction entre les deux écoulements et la rétention de liquide augmente. La perte de charge du gaz augmente alors plus rapidement avec le débit de gaz. Dans ce type de fonctionnement, les turbulences créées au voisinage de l'interface

gaz liquide sont les plus favorables au transfert de matières. Au-delà d'une certaine valeur du débit de gaz, la perte de charge croît extrêmement rapidement et provoque l'engorgement de la colonne.

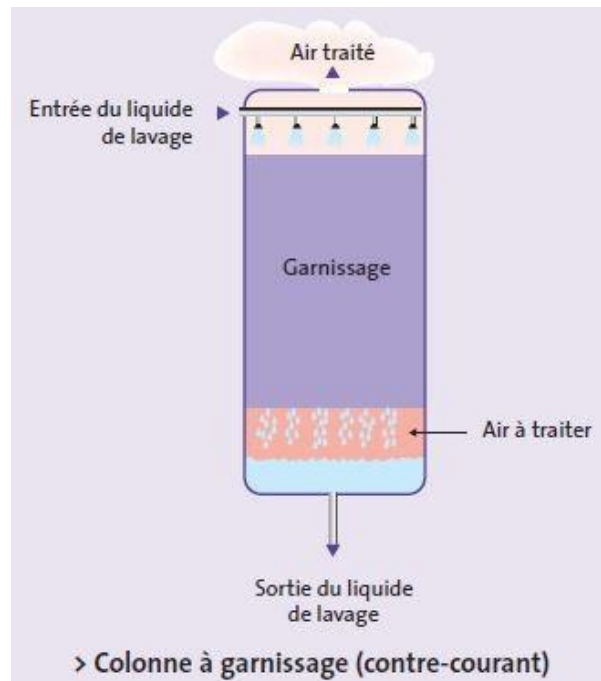


Figure I.8. Colonne à garnissage (contre-courant).

Perte de charge

Perte de charge L'étude de l'écoulement de deux fluides à contre-courant à travers un lit de particules solides a fait l'objet de nombreux travaux. Si, dans une colonne à garnissage, le débit de gaz est augmenté progressivement en laissant fixe le débit de liquide, la perte de charge ΔP subie par le gaz croît. Pour un débit de liquide nul, la variation de la perte de charge ΔP en fonction du débit gazeux G peut être représentée par une droite en coordonnées logarithmiques (figure I.9). Pour un débit de liquide donné, la variation a la même allure pour des débits gazeux assez faibles : bien que supérieure à celle obtenue en l'absence de liquide, la perte de charge est sensiblement proportionnelle au carré de la vitesse du gaz. On a observé que dans ces conditions la rétention du liquide dans le remplissage est à peu près indépendante de G et dépend seulement du débit liquide L . Pour une certaine valeur de G on observe un changement d'allure de la courbe représentant l'évolution de ΔP (point A sur la figure I.9) ; la pente de la droite devient plus abrupte. Le frottement du gaz est alors suffisant pour gêner la descente du liquide, provoquant une augmentation de la rétention liquide, qui, à son tour, diminue l'espace libre offert à l'écoulement du

gaz. Cette discontinuité, parfois difficile à observer dans l'évolution de ΔP , correspond à ce qu'on appelle le point de charge de la colonne. Quand on continue à augmenter G , la perte de charge augmente plus rapidement jusqu'à un deuxième point de discontinuité B, appelé point d'engorgement. Pour des valeurs de G encore plus élevées, le liquide ne peut plus s'écouler à travers le garnissage, une partie s'accumulant au sommet de la colonne. Le liquide tend alors à devenir la phase continue. Le débit G correspondant à l'engorgement est le débit maximal compatible avec un fonctionnement normal de l'installation. Inversement, pour des débits donnés, la connaissance des limites d'engorgement permet de calculer le diamètre à donner à une colonne remplie d'un garnissage déterminé. On travaille généralement au-dessus du point de charge, en se maintenant à environ 80% des conditions d'engorgement.

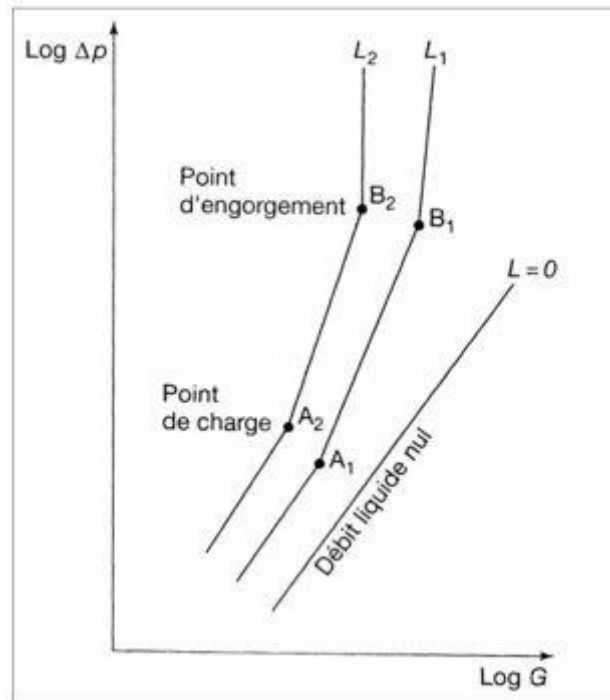


Figure I.9. Évolution de la perte de charge en fonction des débits gazeux et liquide dans une colonne à garnissage.

La variation de la perte de charge en dessous du point de charge à travers des lits d'anneaux Raschig ou Pall, ou de selles de Berl ou Intalox peut être calculée à l'aide de la formule empirique suivante, proposée par Leva (1953) :

$$\Delta P = \alpha 10^{\beta'} \frac{G'^2}{\rho_G} \quad (\text{I.41})$$

(Pa. m^{-1} de hauteur garnie)

Dans laquelle : L' et G' : sont les débits massiques de liquide et de gaz par unité de surface de section droite de la colonne ($\text{Kg.s}^{-1}.\text{m}^{-2}$)

ρ_G : La masse volumique du gaz (Kg.m^{-3})

α et β : Constantes caractéristiques du garnissage (-)

La formule précédente a été établie à partir de résultats d'expériences réalisées avec de l'eau. Néanmoins on peut l'appliquer au cas d'autres liquides à condition d'être suffisamment en dessous du point de charge. Entre le point de charge et l'engorgement, la formule donne logiquement des valeurs trop faibles.

✚ Capacité de garnissage

En ce qui concerne la prévision des limites d'engorgement, un certain nombre de corrélations empiriques ont été proposées. Les plus utilisées sont dérivées de celle établie par Sherwood et al dès 1938 pour des garnissages d'anneaux en vrac, et reprise par Eckert (1970). Cette corrélation permet le calcul de la vitesse du gaz à l'engorgement à l'aide d'une relation graphique entre les deux groupes :

$$A = \frac{U^2 \alpha_P \psi}{115^3} \left(\frac{g}{P_L} \right)^{0.2} \quad \text{et} \quad \beta = \frac{L}{B} \frac{\rho_G}{P_L} \quad (\text{I.42})$$

U : Vitesse du gaz à l'engorgement dans la colonne supposée vide (m.s^{-1})

α_P : Surface spécifique du garnissage (m^{-1})

g : Accélération de la pesanteur (m.s^{-2})

ε : Fraction de vide du garnissage (-)

L : Débit massique de liquide (kg.s^{-1})

G : Débit massique de gaz (kg.s^{-1})

U_L : Viscosité du liquide (cPo)

$\psi = \frac{\rho_{H_2O}}{\rho_L}$: Terme correctif pour les liquides visqueux de densité différente de celle de l'eau

La relation entre les groupes A et B est exprimé par la courbe d'engorgement sur la figure I.10. On y trouve également des courbes qui donnent la perte de charge par mètre de hauteur garnie. La zone hachurée entre les deux courbes en pointillé correspond à la région du point de charge définie précédemment. Ces courbes peuvent être représentées sous forme d'équations : Relation d'engorgement :

Relation d'engorgement :

$$\ln(A_e) = 0.1117 - 4.012\beta^{0.25} \quad (I.43)$$

Perte de charge :

$$\frac{\Delta P}{Z} = 98 \frac{A}{A_e}^1 + K \frac{A}{A_e}^2 \quad (Pa. m^{-1}) \quad (I.44)$$

Avec :

$$K_1 = 21.79 - 36.19\beta^{0.25} + 16.60\beta^{0.5} \quad (I.45)$$

$$K_2 = 7.0 - 10.30\beta^{0.25} + 10.36\beta^{0.5} \quad (I.46)$$

Une corrélation intéressante est celle de Billet et al (1987), applicable aussi bien aux garnissages en vrac qu'aux structurés ; elle prend en compte la rétention en liquide ε_{EL} et le groupe β .

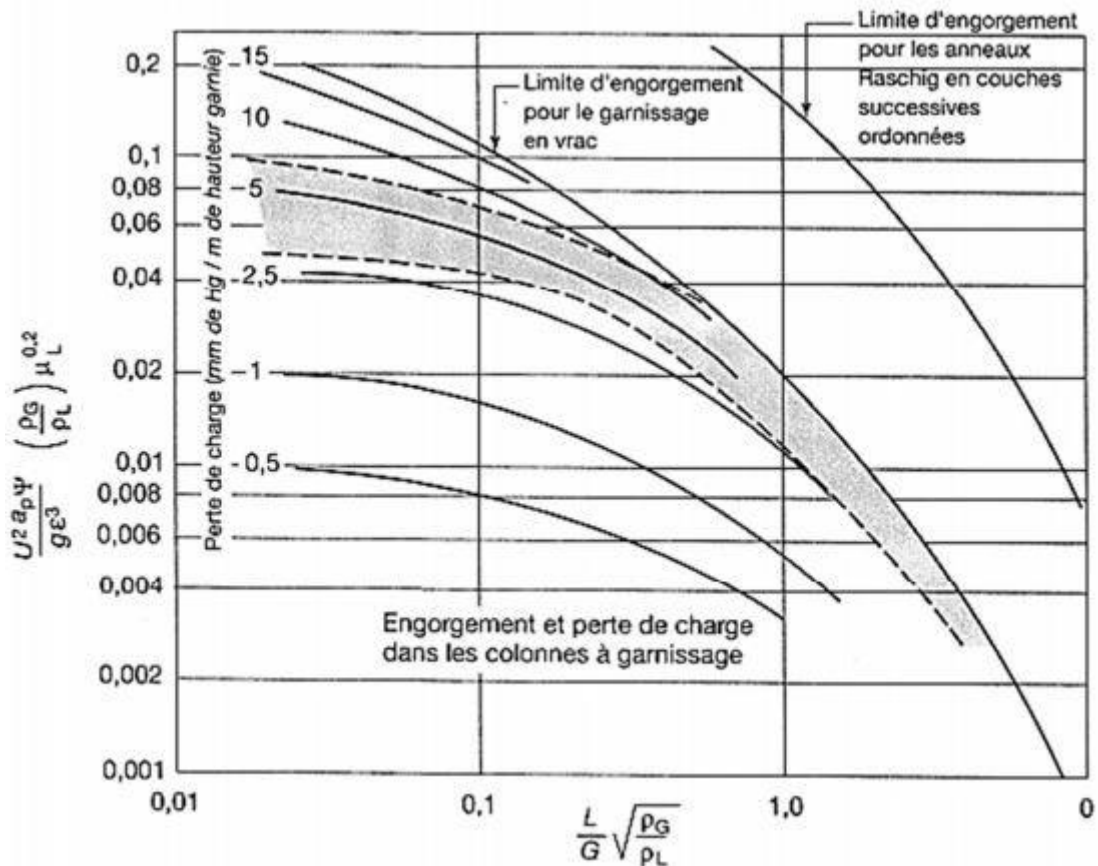


Figure I.10. Abaque généralisé représentant l'engorgement et les pertes de charge au sein d'un garnissage.

$$U^2 = \frac{\rho_G}{\rho_L} = 2 \frac{(s-s_L)^3}{s} \frac{s_L}{\alpha_P} C_1^2 \beta \left(\frac{\mu_L}{\mu_G} \right)^{0.2-n_i} \quad (I.47)$$

$$\beta = \frac{L}{G} \frac{\rho_G}{\rho_L} \quad (I.48)$$

B étant le paramètre précédemment défini :

Pour $\beta \leq 0.4, i = 1$ et $n_1 = 0.388$

Pour $\beta \geq 0.4, i = 1$ et $n_1 = 1.416$

C_1 et C_2 : sont des constantes caractéristiques du garnissage.

Par ailleurs la rétention l'engorgement (ε_L) est obtenue par la relation suivante :

$$\varepsilon_L^3 (3\varepsilon_L - \varepsilon) = 6\varepsilon \frac{Re_L}{Ga_L} \quad (I.49)$$

ε_L : est solution de cette équation du quatrième degré ; mais seule la solution comprise entre $\varepsilon/3$

ε est acceptable.

Le nombre de Reynolds est calculé à l'engorgement :

$$Re_L = \frac{\rho_L U_L}{\alpha_P \mu_L} \quad (I.50)$$

Et le nombre de Galilée est classiquement :

$$Ga_L = \frac{l \rho_L^2}{\mu_L^2 \alpha_P^2} \quad (I.51)$$

D'autres corrélations ont été proposées, à partir desquelles on peut calculer les limites d'engorgement pour différents types de garnissage.

Colonne à plateaux

Ce type d'absorbeur ne fonctionne qu'à contre-courant. À l'intérieur de la colonne, des plateaux percés d'orifices et placés en quinconce permettent le passage du gaz. Le liquide s'écoule par gravité sur ces plateaux en formant une couche liquide à travers laquelle les bulles de gaz se dispersent.

Ces colonnes trouvent leur application dans les domaines de débit de liquide où la colonne à garnissage ne peut pas être utilisée ou la colonne à garnissage ne peut pas être utilisée pour des diamètres de colonne (D_c) supérieurs à 1.5m (figure I.11).

D'un coût plus élevé (sauf $D_c > 1.5m$), cette colonne présente d'autres désavantages : formation de mousses, pertes de charge importantes, nécessité d'un grand volume de liquide...

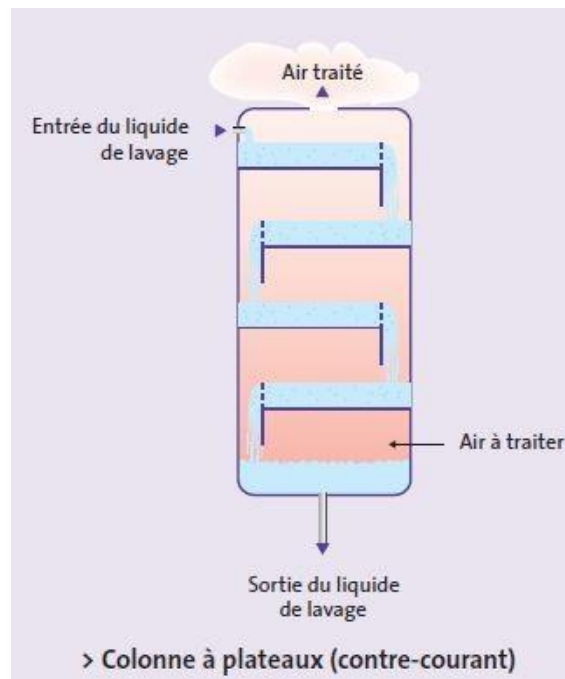


Figure I.11. Colonne à plateaux (contre-courant).

Colonne à pulvérisation

Le liquide est ici pulvérisé, sous forme de gouttelettes, en tête d'une colonne vide dans laquelle circule à contre-courant le gaz à traiter. En fonction de leur taille, les gouttelettes vont soit descendre au pied de la colonne, soit être entraînées par le flux gazeux. Dans ce dernier cas, elles devront être récupérées par un dévésiculeur. Le système fonctionne donc en régime mixte contre-courant et co-courant.

Un compromis sera à rechercher car l'efficacité de ce type de contacteur est fonction de deux paramètres opératoires concurrents. Il faut en effet veiller à conserver une surface d'échange importante (gouttelettes les plus fines possibles) tout en privilégiant le régime à contre-courant (gouttelettes descendantes), qui s'avère plus efficace si l'absorption est de nature physique.

Ce procédé est utilisé lorsque la résistance au transfert est entièrement dans le film gazeux (composés très solubles en phase liquide). L'intérêt de cette technique se situe au niveau des pertes

de charge extrêmement faibles et des temps de résidence relativement longs (quelque secondes). Une des limites du procédé est la tendance des gouttes à coalescer, ce qui réduit considérablement la surface d'échange (figure I.12).

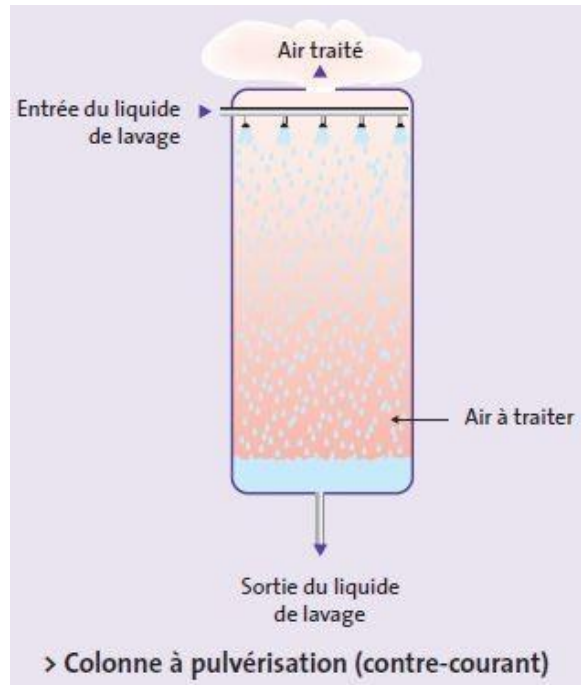


Figure I.12. Colonne à pulvérisation (contre-courant).

Laveur Venturi

Pour le laveur du type Venturi classique. L'énergie est fournie au gaz qui pulvérise le liquide ajouté au col de l'appareil par une ou plusieurs buses. Dans le type éjecteur, l'énergie est fournie au liquide qui, en se pulvérisant, entraîne et lave le gaz à traiter.

Ce système permet d'obtenir une aire interfaciale importante, mais le temps de contact entre les phases est faible et le fonctionnement se fait à co-courant. De plus, l'énergie à fournir est importante et les pertes de charge sont élevées. Ce type d'appareil sera surtout utilisé pour le dépoussiérage ou lors d'opérations impliquant une réaction chimique rapide (figure I.13).

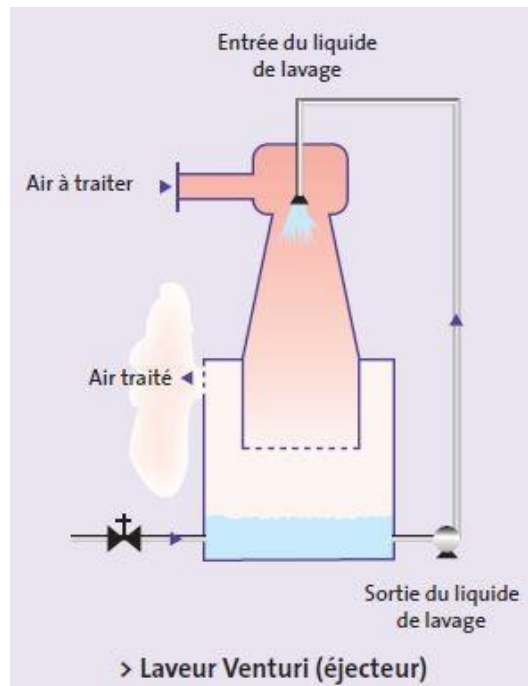


Figure I.13. Laveur Venturi.

Mélangeurs statiques

Ce sont des contacteurs directement placés dans les canalisations. Ils permettent d'obtenir des aires d'échange très élevées en contrepartie de pertes de charge importantes. Encore peu répandus lorsque la phase continue est un gaz, ils peuvent être utilisés pour une installation très compacte en présence d'une réaction chimique rapide.

Choix d'un contacteur

Le choix d'un type d'absorbeur dépend d'un grand nombre de critères et en particulier du régime d'absorption. Par exemple, les colonnes à pulvérisation et les laveurs Venturi ne seront utilisables que pour l'absorption avec une réaction chimique très rapide. Pour l'absorption en régime physique, les colonnes à garnissage ou à plateaux seront plus adaptées (tableau I.2).

Tableau. I.2. Choix d'un contacteur.

Appareil	Usage	Pertes de charge et cout énergétiques
Colonne à garnissage	Appareillage le plus classique Tous usages	Moyens
Colonne à plateaux	Remplace la colonne garnie pour les diamètres élevés ou si le débit est trop faible pour mouiller le garnissage	Moyens
Colonne à pulvérisation	Traitement des composés à très grande solubilité Recommandé lorsqu'il y a une réaction chimique	Faibles
Laveur Venturi	Recommandé lorsqu'il y a une réaction chimique	Élevés
Mélangeurs statique	Recommandé lorsqu'il y a une réaction chimique	Élevés

Un des inconvénients de cette techniques est la nécessité d'avoir des compétences particulières pour le fonctionnement et la maintenance de l'installation. De plus, le traitement de flux à haute température ne sera généralement pas possible, du fait du phénomène d'évaporation. Enfin, l'un des problèmes majeurs de ce procédé est qu'il repose sur un transfert de pollution de la phase gazeuse vers la phase liquide.

Liquide de lavage

Le principal critère de choix est la solubilité des polluants dans le liquide. L'eau est le liquide de lavage le plus couramment utilisé. Cependant, pour les produits peu ou non solubles dans l'eau, le lavage à l'aide d'huiles organiques a été développé. Lorsqu'on doit traiter un mélange de composés organiques volatils (COV), le choix du liquide sera fait en fonction de l'objectif recherché : niveau de rendement global rendement élevé sur une espèce particulière, piégeage sélectif d'un composé...

Caractéristiques du liquide de lavage

Le liquide d'absorption doit répondre à un certain nombre de caractéristiques. Il doit avoir une faible pression de vapeur à la température de travail pour limiter les pertes par évaporation. Il aura également une viscosité la plus faible possible et sera de préférence non toxique, ininflammable et de faible cout. Il disperse sur les garnissages des colonnes de lavage.

Caractéristiques du liquide de lavage

Le liquide d'absorption doit répondre à un certain nombre de caractéristiques (tableau I.3). Il doit avoir une faible pression de vapeur à la température de travail pour limiter les pertes par évaporation. Il aura également une viscosité la plus faible possible et sera de préférence non toxique, ininflammable et de faible cout. Il devra enfin posséder un pouvoir mouillant élevé pour bien se disperser sur les garnissages des colonnes de lavage.

- ◆ **Solubilité du gaz** : une solubilité élevée d'un gaz dans le solvant est préférée, en utilisant une faible quantité de solvant. L'absorbant chimique similaire du soluté et de l'absorbant (solvant) donne une bonne solubilité. Si la réaction chimique a lieu entre le soluté et le solvant, le taux d'absorption est extrêmement élevé. Mais la réaction la désorption.
- ◆ **Volatilité** : faible volatilité où faible pression de vapeur du solvant améliore l'opération d'absorption (perte de solvant avec le gaz vecteur est très faible). Parfois, un deuxième solvant moins volatil est utilisé pour récupérer le premier solvant.
- ◆ **Viscosité** : pour une meilleure absorption, un solvant de faible viscosité est nécessaire.
- ◆ **Corrosivité** : le solvant non corrosif ou moins corrosif réduit les coûts de construction l'équipement ainsi que les coûts d'entretien.
- ◆ **Coût** : le solvant devrait être bon marché devrait être facilement disponible.
- ◆ **Toxicité et danger** : le solvant doit être non toxique, ininflammable, non dangereux et doit être chimiquement stable.

Tableau. I.3. Caractéristiques du liquide de lavage.

Propriétés du liquide de lavage	Faible	Fort
Solubilité du polluant		
Volatilité		
Inertie (matériaux)		
Viscosité		
Corrosivité		
Toxicité		
Inflammabilité		
Stabilité chimique		
Coût		

Les principaux liquides de lavage aqueux et organiques sont mentionnés dans le tableau suivant :

Tableau I.4. Principaux liquides de lavage.

Aqueux	Organiques
▪ Eau ▪ + Acides (H_2SO_4, HCl) ▪ + Bases (NaOH, KOH) ▪ + Cosolvant (glycols...) ▪ + Réactifs oxydants (peroxyde d'hydrogène, acide hypochloreux...) ▪ + Réactifs réducteurs (bisulfite de sodium...)	▪ Hydrocarbures saturés ▪ Dérivés de l'éthylène glycol ▪ Éthanolamines ▪ Huiles de silicone

Régénération du liquide

Lorsqu'on utilise une huile organique, ce liquide est généralement assez coûteux et il est alors nécessaire de le déconcentrer en continu pour pouvoir le réinjecter dans le processus. Pour l'eau, les contraintes environnementales imposent également de diminuer la consommation et les rejets et il est donc nécessaire de procéder à un recyclage du liquide utilisé. La facilité de déconcentration et de recyclage du liquide doivent alors être un paramètre important du bilan économique de l'opération. Cette déconcentration s'effectue, selon les cas, par distillation, stripping, extraction liquide/liquide ou liquide/solide. Le choix d'une technique nécessite une étude de génie chimique complète.

Introduction

C'est la première opération de séparation de tout un ensemble de filières de transformations (sucrierie, huilerie, jus de fruits...). Le verbe extraire évoque une séparation sélective dans laquelle on retient l'une des phases (l'extrait) pour rejeter l'autre (le résidu). Il existe différents types d'extractions, l'extraction par pression, l'extraction liquide/liquide et l'extraction solide / liquide.

L'extraction liquide-liquide est un procédé de séparation en génie chimique, consistant en une extraction par transfert entre deux phases liquides. Aussi, contrairement à l'opération de distillation, le produit extrait ne change pas de phase : un mélange binaire dont on veut effectuer la séparation est mis en contact avec un troisième liquide non miscible appelé solvant et retenu pour sa capacité à extraire préférentiellement l'un des éléments du mélange. Après l'opération, on récupère deux phases séparées par décantation :

- l'extrait formé du solvant enrichi en soluté,
- le raffinat, soit le mélange appauvri en soluté.

Extraction liquide –liquide (ELL) est un procédé de séparation, elle consiste à séparer des substances d'un mélange à l'aide d'un solvant (Extraction liquide –liquide = Extraction par solvant). La méthode repose sur l'existence d'une différence de solubilité d'une substance dans deux liquides non miscibles. Le procédé comporte trois étapes comme l'indique sur la figure II.1 :

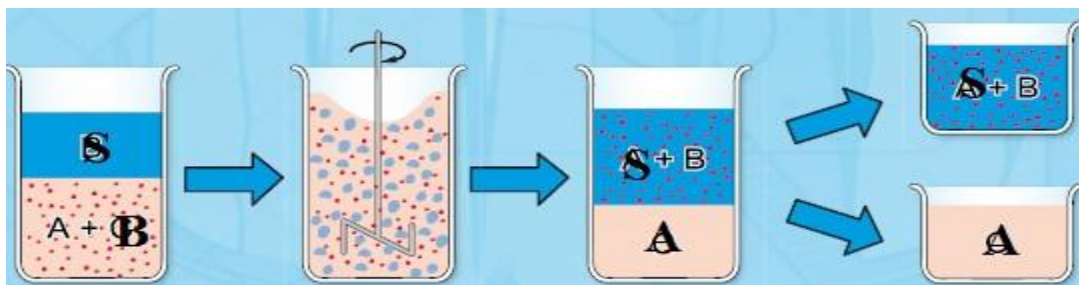


Figure II.1. Extraction idéale : lors du mélange entre **(A+B)** et le solvant **(S)**, le soluté **(B)** passe dans le solvant. Deux phases sont obtenues après décantation : l'extrait **(A+B)** et l'éluant **(C)**.

Un mélange binaire dont on veut effectuer la séparation est mis en contact avec un troisième liquide non miscible appelé solvant et, retenu pour sa capacité à extraire préférentiellement l'un des éléments du mélange. Après l'opération, on récupère deux phases séparées par décantation : l'extrait formé du solvant enrichi en soluté, et le raffinat, soit le mélange appauvri en soluté.

On distingue deux types d'extraction liquide-liquide :

- **L'extraction par échange d'ions** : la phase d'alimentation s'enrichit d'une espèce contenue dans le solvant pendant que le soluté passe dans le solvant. Elle repose sur une réaction chimique et l'échange de cations et anions.
- **L'extraction non-compensée** : simple transfert de molécules ou d'agrégats d'ions globalement neutres. L'extraction peut être faite avec un réactif solvant, permettant un transfert résultant d'interactions chimiques fortes, ou non solvant.

Principe de l'extraction liquide-liquide

C'est une opération fondamentale de transfert de matières entre deux phases liquides non miscibles. L'extraction liquide-liquide parfois appelée extraction par solvant consiste à transférer un ou plusieurs solutés contenus dans une solution liquide L_0 vers un autre liquide non miscible S_0 (le solvant). La concentration finale du soluté dans chaque phase (L et S) dépend de sa solubilité dans les liquides mis en jeu. Le solvant s'enrichi en soluté et est alors appelé extrait (E), la solution de départ s'appauvrit en soluté, elle est alors appelée raffinat (R). La solution initiale L_0 et le solvant pur S_0 sont mis en contact pour favoriser le transfert du soluté. Généralement, les densités des deux phases liquides sortantes sont différentes et peuvent donc être séparées par décantation. Ces deux étapes sont réalisées dans un bac mélangeur-décanteur représenté sur la figure II.2.

Ainsi l'extraction liquide-liquide est une opération de séparation qui fait intervenir le transfert de matières d'un soluté entre deux phases liquides totalement ou partiellement miscibles entre elles.

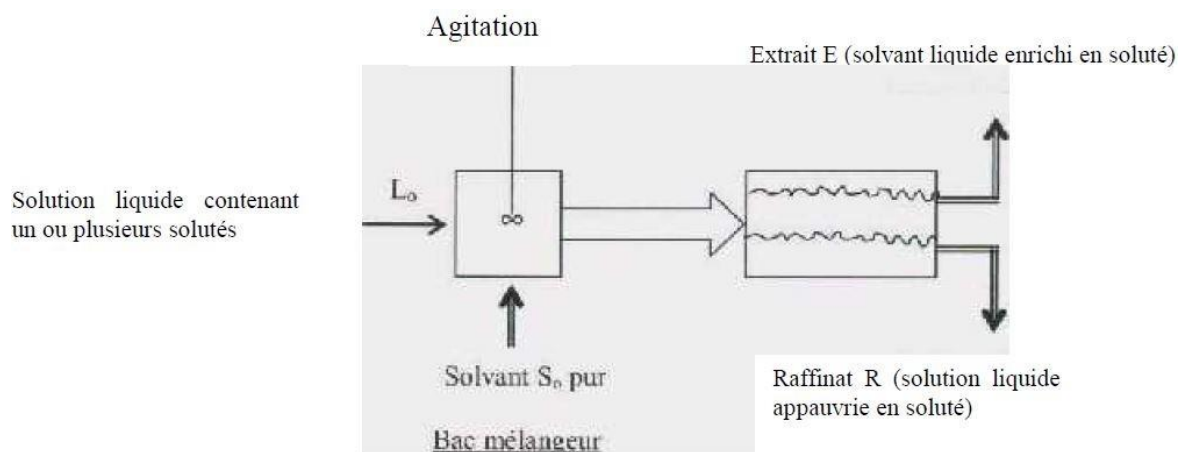


Figure II.2. Schéma d'un bac mélangeur décanteur.

Contrairement à la distillation, le soluté ne change pas d'état au cours du transfert. La thermique intervient essentiellement en modifiant la solubilité du soluté dans chaque phase. Pour que l'opération soit réalisable il est nécessaire :

- que les deux phases ne soient pas complètement miscibles
- que leurs masses volumiques soient différentes

- qu'il n'existe pas de réactions chimiques entre les divers constituants du mélange.
- ◆ On utilise un solvant "S" qui ne doit pas être miscible avec le diluant, mais être miscible avec le soluté.
- ◆ Le soluté "B" et le diluant "A" sont partiellement miscibles.
- ◆ **Extrait** contenant majoritairement du solvant et le soluté extrait " $S + B^{++}$ "
- ◆ **Raffinat** contenant majoritairement du diluant et le soluté non extrait " $A + B^{--}$ "

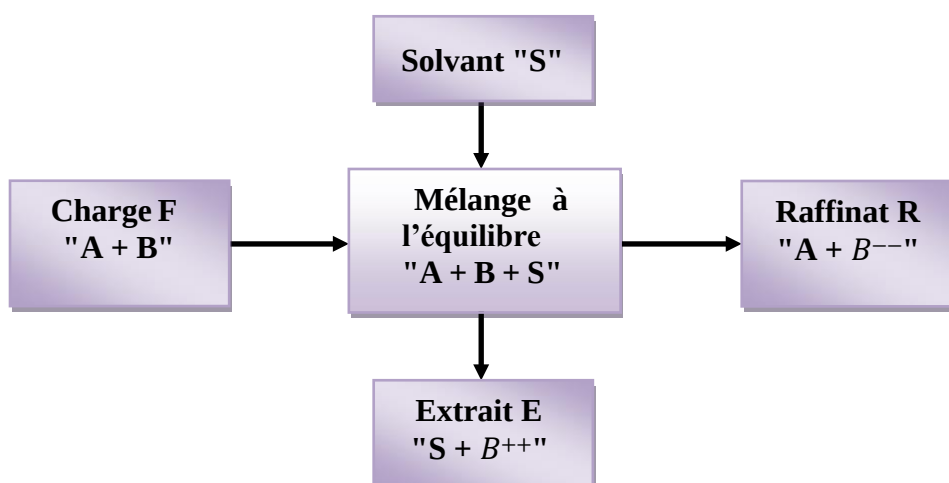


Figure II.3. Principe de l'extraction liquide-liquide.

Chaque opération d'extraction est suivie par une opération de distillation pour l'extrait.

Usage de l'extraction

1. Les composés à séparer sont sensibles à la température ;
2. Les composés à séparer ont des volatiles voisines ;
3. Les composés à séparer les plus lourds (moins volatiles) se trouvent minoritaires.

Appareillage

On distingue trois classes d'appareils d'extraction liquide-liquide :

Mélangeurs-décanteurs

Mélangeurs-décanteurs constitués d'une chambre de mélange suivie d'une chambre de décantation (Figure II.4). Il est un appareil constitué par un mélangeur, compartiment où l'on introduit deux phases liquides, qui sont mélangées par une turbine ou par un dispositif similaire et un décanteur, bac où l'émulsion se sépare en deux phases claires qui sont recueillies séparément.

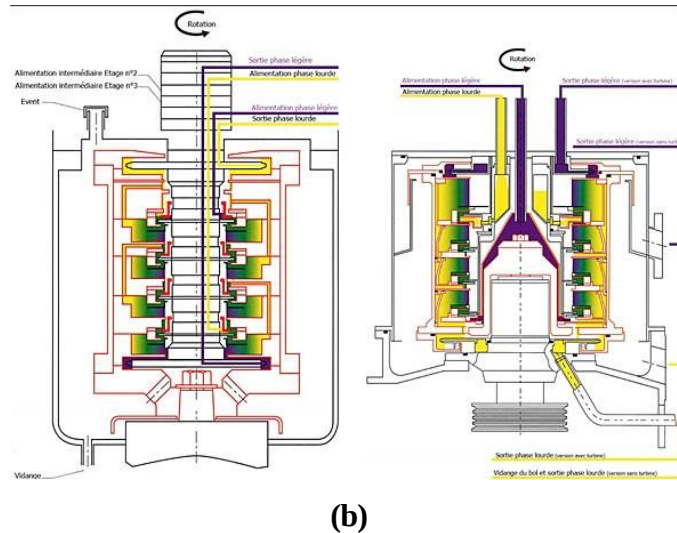


Figure II.5. (a) : extracteurs centrifuges mono-étage, (b) : extracteurs centrifuges multi-étage.

Extracteurs-colonnes

Les extracteurs-colonnes (Figure II.6) dans lesquels la circulation est due à la différence de densité entre la phase lourde (introduite en haut de colonne) et la phase basse (introduite en bas de colonne).

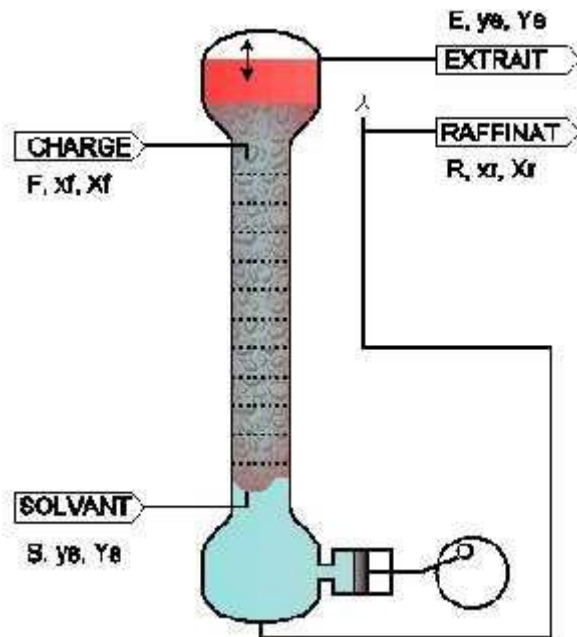


Figure II.6. Extracteurs-colonnes.

Choix de solvant

Ils dépendent de l'équilibre thermodynamique entre les phases. Le solvant doit non seulement permettre la séparation des produits, mais aussi être utilisable aisément dans les extracteurs et son

emploi doit être aussi économique que possible. Dans ce but, il est nécessaire que le solvant réponde à un certain nombre de spécifications, parfois difficilement compatibles. Le solvant doit :

Sélectivité du solvant

Elle traduit la facilité que possède ce dernier à dissoudre un constituant de la charge préférentiellement à un autre. Le coefficient de sélectivité β analogue au coefficient de volatilité relative α utilisé en distillation exprime cette sélectivité. Avec les notations :

$$\beta = \frac{F_A}{F_B} \cdot \frac{X_B}{X_A} \quad (\text{II.1})$$

La séparation est d'autant plus aisée que β est plus grand, β égale 1 au point critique et pour l'azéotrope.

Pouvoir solvant

Il exprime la quantité de produits que peut dissoudre le solvant, tout en gardant un β acceptable. Si le pouvoir solvant est faible, il faut utiliser une grande quantité de solvant pour effectuer une séparation donnée.

Différence de masse volumique ($\Delta\rho$) entre les solutions en contact

Une grande différence de masse volumique favorise la décantation des solutions et par suite augmente la capacité des décanteurs. Il est évident que les phases en contact (sensiblement en équilibre dans un décanteur, jamais en équilibre dans une colonne à remplissage) ne doivent à aucun moment atteindre la même densité.

On cherche un solvant ayant une densité différente que la densité de solution mère ($d_S \neq d_{(A+B)}$).

Viscosité

Un solvant de faible viscosité doit être choisi, si possible, afin d'éviter les entraînements de gouttelettes et d'obtenir de hauts débits de fonctionnement, c'est-à-dire une capacité élevée de l'extracteur. On cherche un solvant ayant une faible viscosité pour faciliter le phénomène de transfert.

Tension superficielle

Une faible tension interfaciale favorise la réalisation d'une grande surface de contact entre les phases, mais gêne la décantation de l'émulsion. On cherche un solvant possède une tension superficielle élevée.

Facteurs économiques et sécurité

Le solvant ne doit pas être : coûteux, toxique, corrosif, instable. Il doit posséder un haut point d'inflammabilité et un bas point de congélation pour être employé facilement. Il est nécessaire de pouvoir récupérer aisément le solvant contenu dans les solutions traitées, cette récupération étant ordinairement un des points économiquement importants du procédé. Le procédé sera d'autant plus économique qu'il permettra de traiter des charges différentes avec le même solvant (souplesse de traitement).

Coefficient de partage ou de distribution

La distribution, ou le partage d'un soluté entre les deux phases à l'équilibre est donnée par le coefficient de partage (ou de distribution, ou de répartition). Cette grandeur se définit comme le rapport des teneurs respectives en soluté dans l'extrait et le raffinat lorsque l'équilibre est réalisé. Chaque équilibre $y = f(x)$ est représenté par une courbe appelée courbe de partage et un coefficient de partage :

$$K_C = \frac{E_A}{XX_A} \quad (\text{II.2})$$

Y_A et XX_A sont les titres en soluté dans l'extrait et le raffinat respectivement.

- ✓ Le coefficient de partage varie avec :
 1. la nature des constituants en présence ;
 2. leurs concentrations ;
 3. la température.
- ✓ Il est peut influencer par la pression.
- ✓ Il est constant dans les cas suivants :
 1. Mélanges idéaux "constitués de molécules non associées pour les quels" ;
 2. Les deux liquides (diluant et solvant) parfaitement non miscible.
- ✓ Dans ce cas la variation de y en fonction de x est une droite dont le coefficient directeur est le coefficient de partage.

Équilibre liquide-liquide

Règle des phases

L'extraction liquide-liquide est régie par une loi très importante due à Gibbs (1878) et que l'on connaît sous le nom de règle des phases.

Phase

Des masses distinctes mais de composition chimique et d'états physiques identiques forment une seule phase, c'est le cas du mélange benzène et toluène. Donc c'est un ensemble homogène ayant les mêmes propriétés physico-chimiques et séparées des autres parties du système par une surface définie.

Système

C'est un corps ou un groupe de corps en interaction, le système peut être homogène ou bien hétérogène.

Constituants

Ce sont les substances chimiques qui composent un système, cas du benzène et du toluène qui forment une seule phase en étant deux constituants du système.

Variance

La variance V d'un système est le nombre de paramètres intensifs et indépendants qui caractérisent un état d'équilibre. D'une autre manière, c'est le nombre maximum de paramètres que peut fixer librement l'expérimentateur sans rompre l'équilibre. Plaçons un liquide dans un récipient où l'on a préalablement fait le vide. Une certaine quantité de liquide se transforme aussitôt en vapeur et occupe la partie du récipient qui n'est pas remplie de liquide. On dit alors que le liquide est en équilibre avec sa vapeur. Il y a équilibre tant que les trois facteurs température, pression et la composition du liquide ainsi que sa vapeur ne varieront pas. La règle des phases appelée aussi loi d'équilibre de phase est fondée sur le deuxième principe de la thermodynamique et est exprimée par :

$$V = C + 2 - \varphi \quad (\text{II.3})$$

Où

φ : nombre de phases

V : variance

C : nombre de constituants

2 : pour la pression et la température

Représentation des équilibres

Dans un système d'extraction liquide-liquide trois cas se présentent :

1. Les deux phases sont totalement miscibles

Ce cas est théorique, les deux phases raffinat et extrait sont totalement miscibles, donc il existe une seule phase et par suite aucune extraction du soluté n'est possible.

2. Les deux phases ne sont pas miscibles

Le soluté se répartit entre les deux phases, les valeurs de l'équilibre sont données par les rapports des : poids/raffinat et soluté/extrait.

3. Les deux phases sont partiellement miscibles

Donc le problème est plus compliqué, on fait recours à une représentation graphique (diagramme ternaire) permettant d'exprimer les solubilités réciproques des trois constituants (raffinat, extrait et soluté) à l'état d'équilibre.

Système ternaire (diagramme triangulaire)

Équilibre liquide-liquide d'un système ternaire

Les équilibres liquide-liquide ternaires mettent en jeu trois constituants : diluant (A), soluté (B) et solvant (S). L'introduction du solvant dans le mélange soluté-diluant provoque l'apparition de deux phases liquides, la première riche en diluant qu'on appelle raffinat, la seconde riche en solvant dite extrait.

A. Représentation et lecture des diagrammes ternaires (triangulaires)

La présence des trois constituants dans le mélange liquide, le soluté B et les deux constituants A et S, nous conduit à adopter une présentation graphique au moyen des triangles équilatéraux :

- chaque sommet représente un constituant pur A, B ou S.
- chaque côté du triangle on peut indiquer la composition des mélanges binaires (entre 0 % et 100 %) A-B, B- S, A-S.
- chaque point au cœur du triangle représente un mélange ternaire A-B-S.

Il s'agit donc de positionner le point représentatif en fonction de la proportion de chaque constituant sachant que :

$$A\% + B\% + S\% = 100\% \quad (\text{II.4})$$

La figure (II.7) donne les règles de lecture du diagramme.

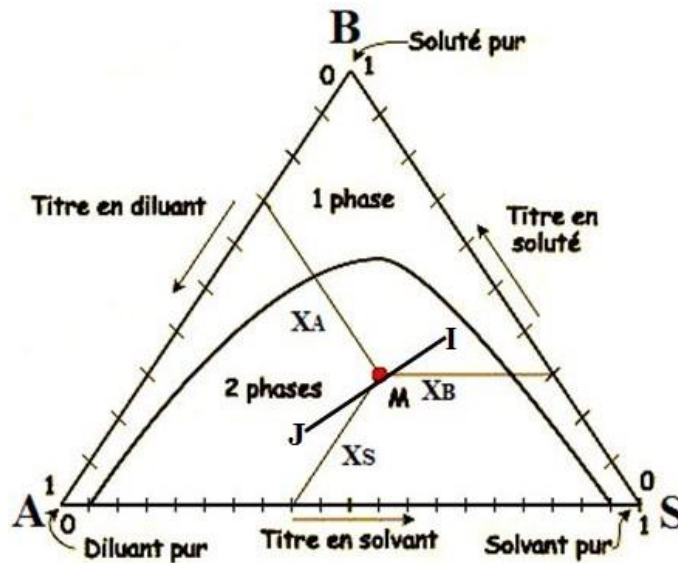


Figure II.7. Principe de lecture des compositions sur les diagrammes ternaires.

Cette représentation repose sur la propriété suivante des triangles équilatéraux : la somme des segments découpés sur les côtés par des parallèles à ceux-ci, à partir d'un point du triangle, est égale à un côté (Figure II.) où :

$$\frac{AA'}{A} + \frac{BB'}{B} + \frac{CC'}{C} = \frac{AA'}{A} = \frac{BB'}{B} = \frac{CC'}{C} \quad (\text{II.5})$$

On établit facilement que le mélange des solutions I et J donne une solution globale représentée par un point M situé sur IJ et tel que :

$$\frac{MI}{IJ} = \frac{J}{I} \quad (\text{II.6})$$

Les coordonnées des points I et J précisent les compositions des solutions correspondantes, les lettres I et J représentent leurs quantités (en poids si les concentrations sont en % poids par exemple).

Il se peut que le point M n'ait pas de signification physique, c'est-à-dire qu'il ne lui corresponde pas une phase homogène mais au contraire un extrait E et un raffinat R en équilibre (Figure II.7). D'après la règle des moments chimiques, on aura :

$$\frac{MR}{ME} = \frac{R}{E} \quad (\text{II.7})$$

et M R E seront alignés ; c'est une ligne d'équilibre. Dans le cas de la figure II.8 les extraits et les raffinats tendent l'un vers l'autre quand leur teneur en soluté A croît ; les lignes d'équilibre raccourcissent pour se transformer en un point critique (Pc).

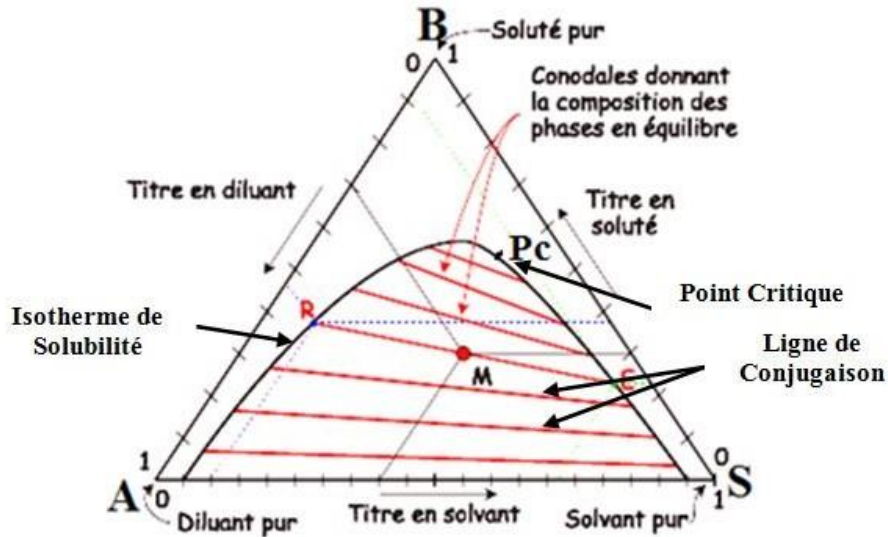


Figure II.8. Représentation triangulaire équilatérale.

La courbe, lieu des solutions saturées, s'appelle l'isotherme de solubilité ; elle divise le triangle en plusieurs régions dont l'une correspond à des mélanges globaux M se résolvant en 2 phases en équilibre (zone d'immiscibilité). Quand une ligne est horizontale, il y a solutropie ; l'azéotropie correspond au cas où la ligne d'équilibre passe par le point S.

B. Règle des mélanges : Relation barycentrique

Considérons un mélange ternaire (A + B + S) de masse R kg qui est mélangé à un mélange ternaire (A + B + S) de masse E kg mais de composition distincte. Le point M représentatif du ternaire (A + B + S) final a une composition intermédiaire entre R et E qui se situe graphiquement en un point de la droite RE dont on peut déterminer la position en écrivant les bilans massiques à l'aide de la figure II.9.

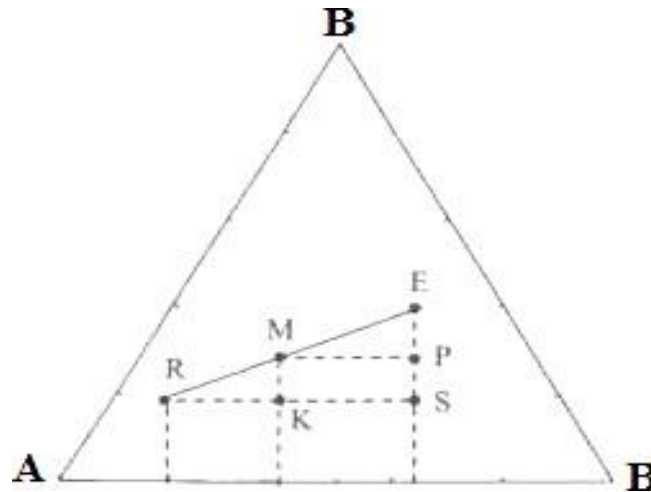


Figure II.9. Relation barycentrique entre les compositions de M, R et E.

$$M = R + E \quad (\text{II.8})$$

R : masse (kg) du mélange R

E : masse (kg) du mélange E

M : masse (kg) du mélange M

✚ Bilan massique sur le constituant C.

$$Mx_M = Rx_R + Ex_E \quad (\text{II.9})$$

$$(R + E)x_M = Rx_R + Ex_E$$

$x_R = \frac{C}{R}$: Pourcentage de C dans R

$x_E = \frac{C}{E}$: Pourcentage de C dans E

$x_M = \frac{C}{M}$: Pourcentage de C dans M

$$\frac{R}{E} = \frac{x_E - x_M}{x_M - x_R} = \frac{PS}{RM} \quad (\text{II.10})$$

Les relations dans les triangles semblables donnent :

$$\frac{EM}{PS} = \frac{RM}{RM} \quad (\text{II.11})$$

(II.9) + (II.10) conduit à la règle des phases ou règle des segments inverses :

$$\frac{R}{E} = \frac{EM}{PS} \quad (\text{II.12})$$

Cette relation permet de positionner le point M à partir des masses R et E. Ainsi lorsque :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{R}{E} > 1, \text{ le point M est plus proche de R que de E} \\ \frac{R}{E} < 1, \text{ le point M est plus proche de E que de R} \end{array} \right.$$

Les bilans massiques sur les trois constituants conduisent aux relations qui traduisent le fait que le point M est le barycentre des points R et E, affectés de coefficients égaux aux masses totales des mélanges correspondants.

C. Expression des propriétés physico-chimiques

Si l'on représente à pression et température fixées un système dont deux constituants (et deux seulement) ne sont pas miscibles, on obtient le plus souvent un diagramme du type de celui de la figure II.10.

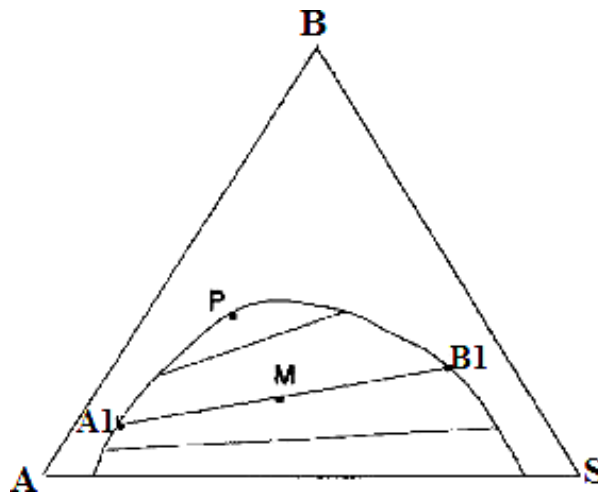


Figure II.10. Diagramme triangulaire contenant une courbe binodale.

La figure II.10 représente l'allure du système éthanol (B), eau (A) et benzène (S) à la température ambiante. La courbe binodale sépare le domaine à une phase en un domaine à deux phases. Les phases saturées, en équilibre, se trouvent aux extrémités de segments qui sont les droites de conjugaison. Le faisceau des droites de conjugaison commence par un segment appartenant au mélange binaire AS ; il s'achève sur un point limite (P), qui correspond à une droite de conjugaison tangente à la courbe binodale. Les droites de conjugaison, comme la courbe binodale doivent être déterminées expérimentalement. Par contre, quand le diagramme est connu, les propriétés barycentriques permettent quelques prévisions.

De façon à alléger ce diagramme, on peut construire, à l'aide des droites de conjugaison connues, une courbe conjuguée par rappel parallèlement aux côtés du triangle. Cette courbe tracée, on peut

ne laisser subsister qu'elle sur le diagramme et construire avec son aide les seules droites de conjugaison utile (Figure II.11).

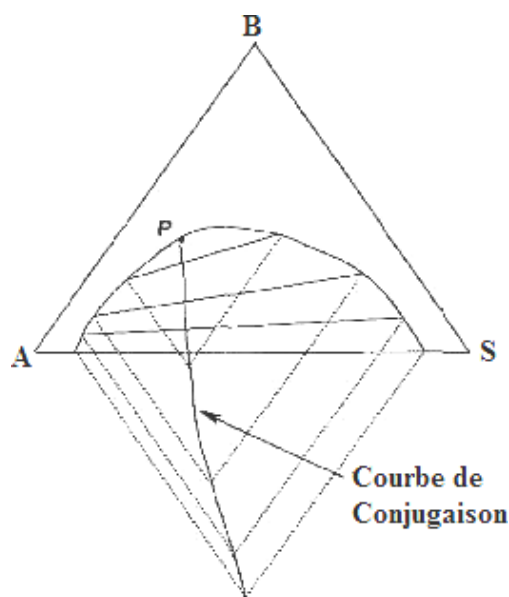


Figure II.11. Traçage de la courbe de conjugaison.

Des différences plus radicales s'observent dans les systèmes qui présentent deux paires de liquides non totalement miscibles. On observe souvent des systèmes comme celui de la figure II.12 qui illustre le ternaire : méthyléthylcétone (B) eau (A) et chlorobenzène (S).

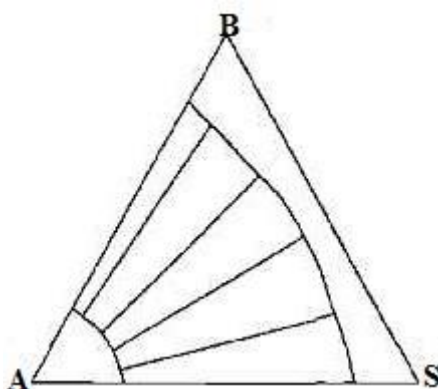


Figure II.12. Deux paires de liquides non miscibles une seule lacune de miscibilité.

Des systèmes comme celui de la figure II.12 sont engendrés quand les lacunes de miscibilité des deux binaires (AB) et (AS) croissent quand la température varie (dans le sens de l'augmentation quand les mélanges sont endothermiques) et qu'à la température où les deux lacunes deviennent contiguës, les deux points limites coïncident (Figure II.13).

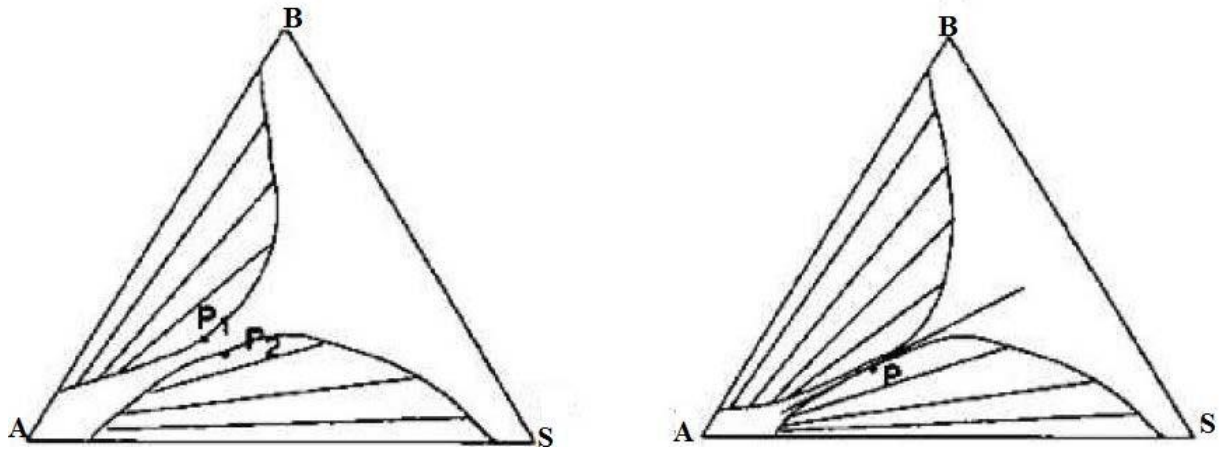


Figure II.13. Contact des lacunes des miscibilités avec fusion des points limites.

Au contraire, quand les points limites ne fusionnent pas, on obtient un domaine à trois phases liquides : voir la figure II.14. Quand ce domaine à trois phases existe, on remarque qu'il existe trois domaines diphasiques différents (au lieu de deux dans le cas contraire).

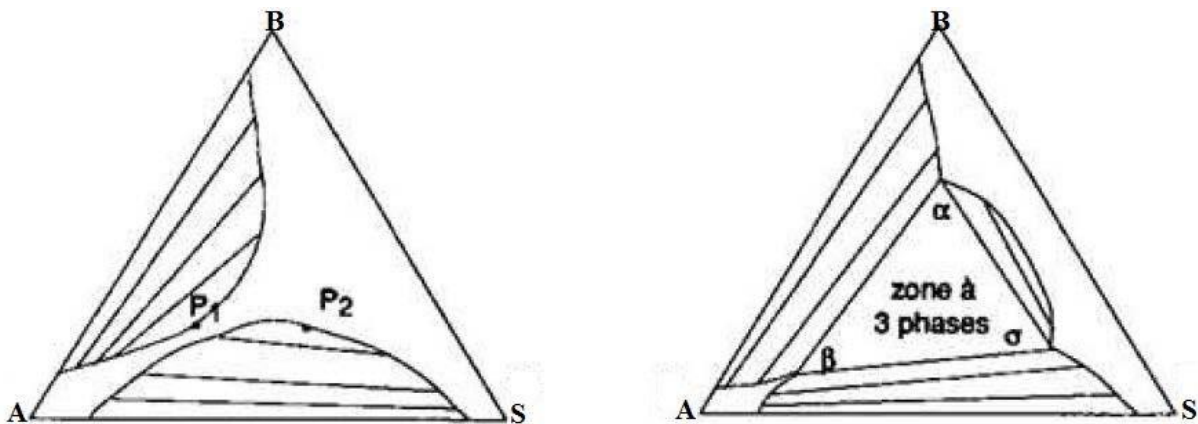


Figure II.14. Apparition d'un domaine à trois phases liquides.

Le domaine triphasique est un triangle dont les sommets sont α , β et σ . À la température considérée, tout mélange dont la composition est telle que son point représentatif se situe dans ce triangle se sépare en trois mélanges de compositions α , β et σ , selon les règles barycentriques en effet, la variance est nulle et toutes les compositions sont déterminées.

Notons enfin que la présence de solides, que l'on doit considérer dès que l'on s'intéresse aux partages de sels métalliques entre deux phases liquides, conduit à des diagrammes très variés : nous donnons à titre d'exemple l'allure des diagrammes éthanol, eau et fluorure de potassium d'une part et eau, acétone et soude d'autre part sur la figure II.15.

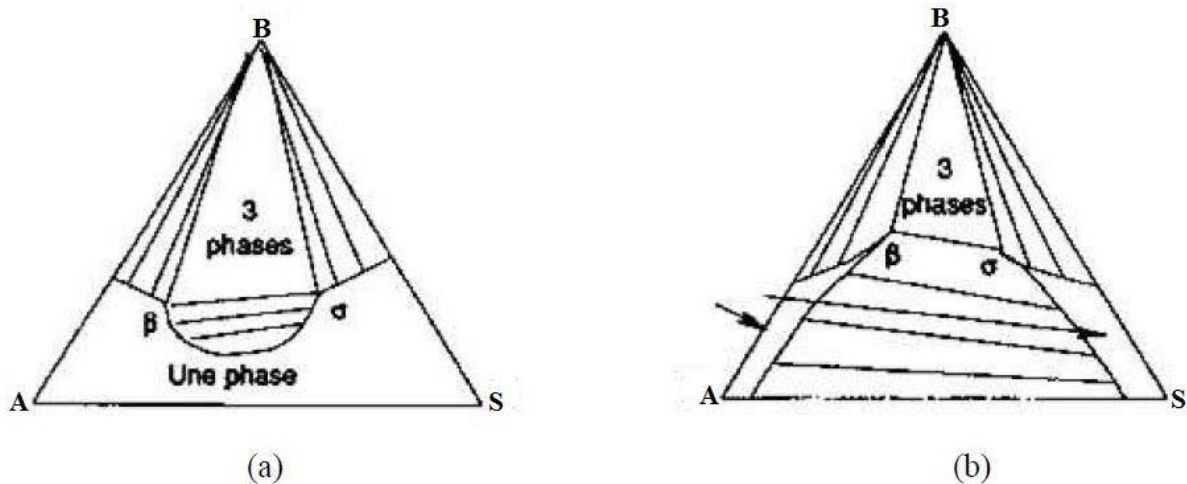


Figure II.15. Diagramme avec un solide : (a) le soluté est le KF, (b) le soluté est NaOH.

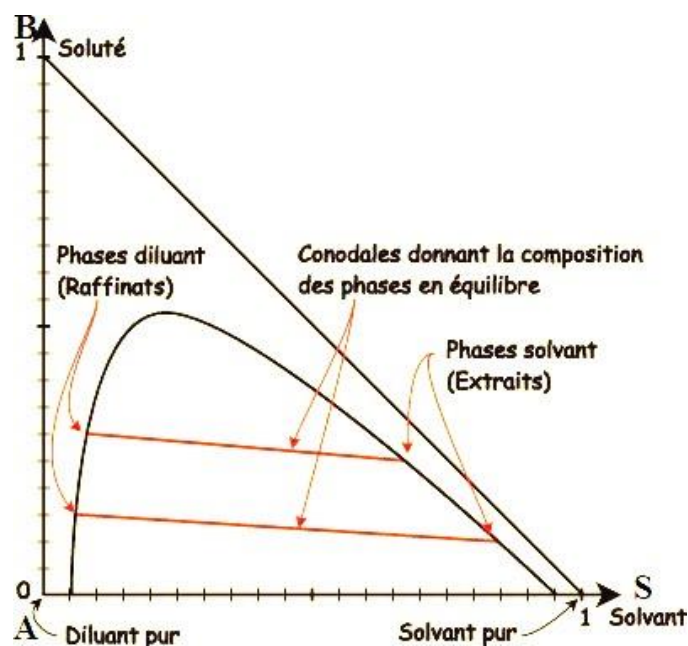
Système ternaire : Autres diagrammes

A. Diagramme rectangulaire

Le diagramme triangulaire rectangle permet de représenter le comportement d'un mélange ternaire de la même façon que le diagramme triangulaire équilatéral, dont il est une projection. Il est parfois plus pratique car seuls deux axes orthogonaux sont tracés, représentant respectivement le solvant (o,x) et le soluté (o,y).

La courbe de miscibilité et les conodales représentent les zones de miscibilité ou de présence de deux phases, et la composition des phases en équilibre.

La figure II.16 donne un exemple de diagramme établi sur un triangle rectangle. Dans ce diagramme, la composition en diluant est déduite des compositions en solvant et soluté.



B. Diagramme de Janecke

On utilise également un autre diagramme, qui n'est pas un diagramme triangulaire. C'est un diagramme qui comprend deux axes orthogonaux, sur lesquels on porte des coordonnées dites «de Janecke», qui sont définies de la façon suivante. Si un mélange M contient les trois constituants A, B et S, en notant les masses de ces constituants par les mêmes lettres A, B et S, il vient :

$$XX = \frac{A}{A+B} \text{ et } YY = \frac{S}{A+B} \quad (\text{II.13})$$

On constate immédiatement que les coordonnées de ce diagramme qui est représenté sur la figure II.17, jouent des rôles dissymétriques : X varie entre 0 et 1, tandis que Y varie entre 0 et l'infini. En effet, le solvant pur S est un point à l'infini.

Pour utiliser le diagramme de Janecke, il est indispensable, connaissant les points représentatifs de deux mélanges P et Q, de savoir placer le point représentatif de $M = P + Q$.

Le diagramme de Janecke, malgré le caractère apparemment artificiel des coordonnées qu'il emploie, présente à un degré supérieur les mêmes qualités que le diagramme triangle rectangle. On peut même le considérer comme un cas extrême de triangle rectangle dont l'un des sommets aurait été rejeté à l'infini.

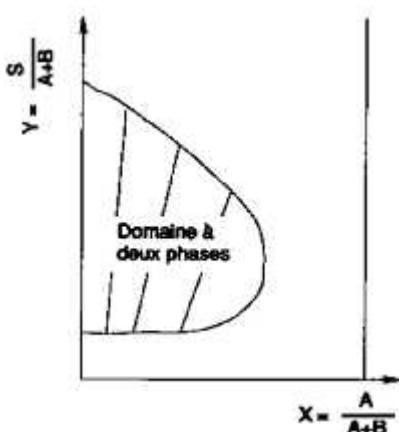


Figure II.17. Diagramme de Janecke.

Systèmes ternaires : Diagrammes qui ne décrivent pas totalement les équilibres

A. Diagramme de distribution, Partage, Corrélatif

C'est un diagramme qui permet de représenter de façon immédiate la distribution (ou partage) du constituant à extraire entre les deux phases liquides en équilibre. On porte en abscisse la fraction

massique de B dans les phases riches en A, soit $x_B(p)$ que nous noterons x et en ordonnée la fraction massique de B dans les phases riches en S, $x_B(q)$ que nous noterons y .

Chaque point de la courbe représente un équilibre et se déduit de la position des droites de conjugaison sur le diagramme triangulaire.

La courbe de partage a deux contacts avec la première bissectrice, le point limite PI, qui correspond au point où les deux branches de la courbe binodale se rejoignent, et l'origine. La courbe de partage passe par l'origine, qui correspond à l'équilibre binaire entre A et S. Comme toute courbe ayant une origine expérimentale, la courbe de partage admet une tangente à l'origine : en conséquence, le rapport $Da = y/x$, connu sous le nom de coefficient de distribution, tend vers une valeur constante quand x_B tend vers zéro. Cette propriété se conserve quel que soit le système de coordonnées, en particulier quand on l'exprime avec des concentrations au lieu de fractions massiques (ou molaires). On peut noter dès maintenant, car nous utiliserons cette propriété plus loin, que tout faisceau de droites qui coupent la courbe binodale sur le diagramme triangulaire définit une courbe sur le diagramme de distribution (Figure II.18).

$$XX = \left(\frac{B^-}{A+B+S} \right)_{\text{Raffinat}} \quad (\text{II.14})$$

$$Y = \left(\frac{B^+}{A+B+S} \right)_{\text{Extrait}} \quad (\text{II.15})$$

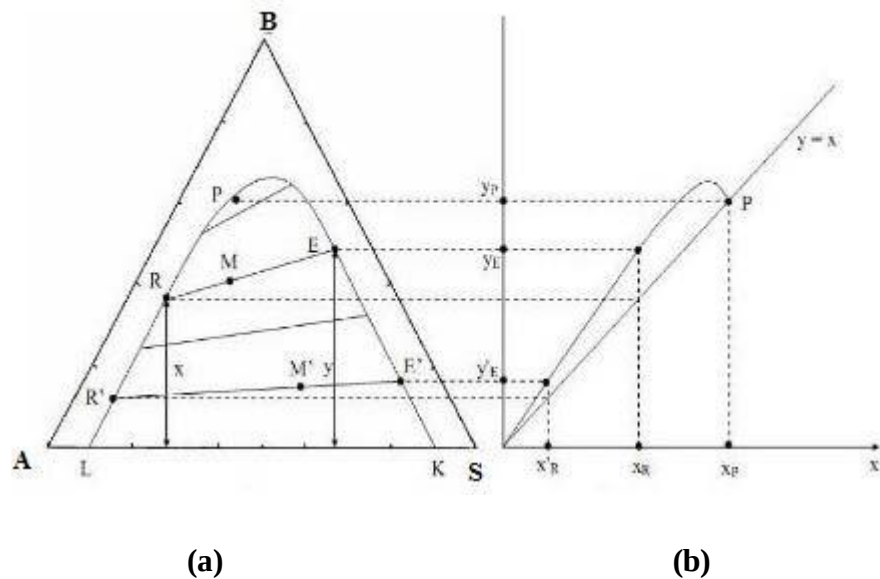


Figure II.18. Courbe de distribution (b) obtenue à partir des droites de conjugaison du ternaire (a) liquide dont le binaire A-S est partiellement miscible.

B. Diagramme de sélectivité

Étant donné deux mélanges en équilibre, P riche en A et Q riche en S, ce diagramme s'obtient en portant respectivement les quantités suivantes en abscisse et en ordonnée.

Ces coordonnées ne sont autres que les abscisses du diagramme de Janecke. On construit donc le diagramme de sélectivité à partir du diagramme de Janecke tout comme on construit le diagramme de distribution à partir d'un diagramme triangulaire. Ces coordonnées, à la différence des fractions massiques ne contiennent pas le solvant S et permettent donc d'estimer effectivement la sélectivité β du solvant, c'est-à-dire son aptitude non pas à extraire B, mais à l'extraire mieux que A. β est défini de la façon suivante :

$$x = \left(\frac{B}{A+B} \right)_{\text{Raffinat}} \quad \text{et} \quad N_x = \left(\frac{S}{A+B} \right)_{\text{Raffinat}} \quad (\text{II.16})$$

$$y = \left(\frac{B}{A+B} \right)_{\text{Extrait}} \quad \text{et} \quad N_y = \left(\frac{S}{A+B} \right)_{\text{Extrait}} \quad (\text{II.17})$$

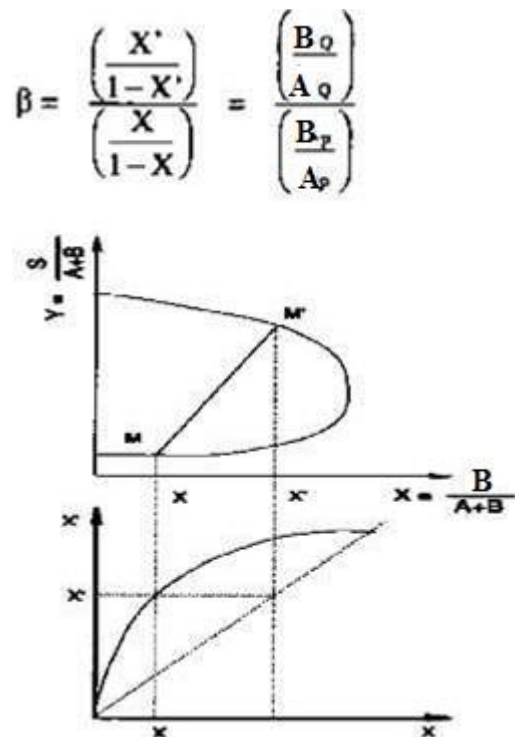


Figure II.19. Construction de la courbe de sélectivité.

Sur la figure II.19, on peut noter que la courbe de partage se trouve tout entière au-dessus de la première bissectrice, ce qui correspond au fait que le constituant privilégié A se partage préférentiellement du côté du solvant S entre B et S.

Influence de la température

En général une diminution de la température de traitement se traduit par une diminution de la zone de miscibilité sur le diagramme ternaire (Figure II.20a). Il faut remarquer aussi que la température a une influence sur la pente des lignes d'équilibre. Ainsi, pour pouvoir évaluer le degré de séparation à différentes températures, faut-il se reporter aux courbes de sélectivité (Figure II.20b). En général le degré de séparation augmente quand la température diminue.

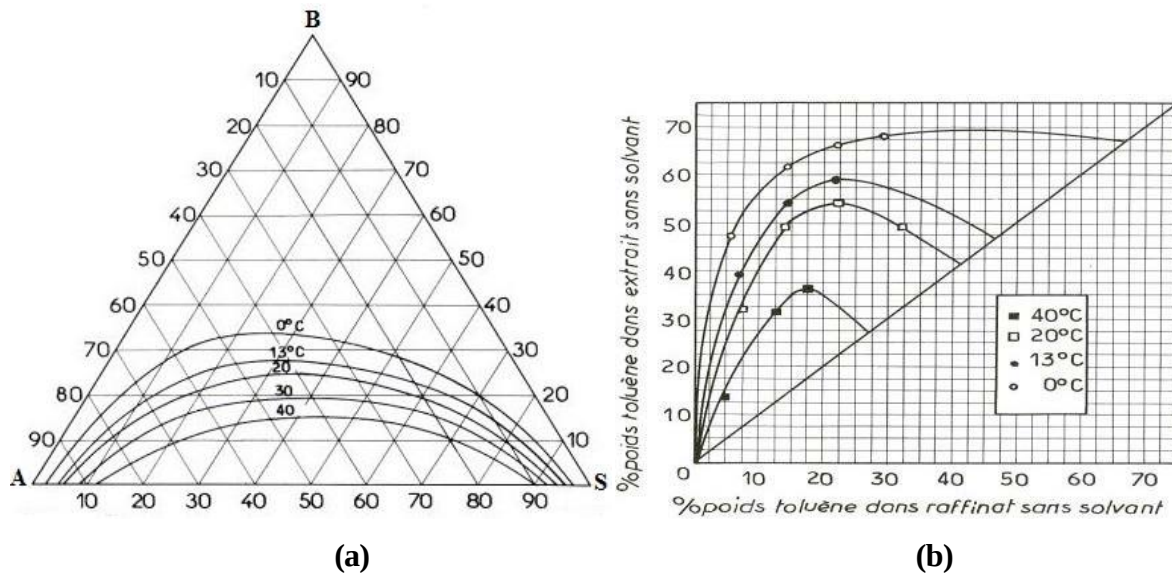
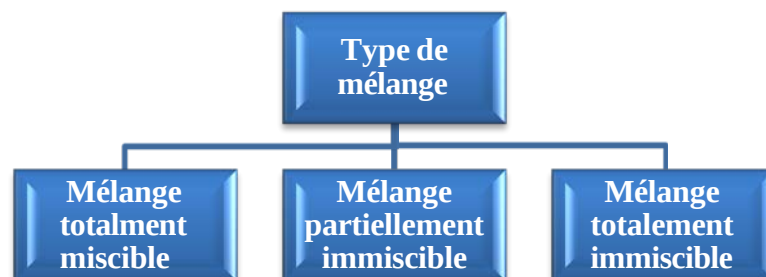


Figure II.20. (a) Influence de la température sur la zone de miscibilité, **(b)** Influence de la température sur les courbes de sélectivité.

Calcul du nombre d'étages théoriques d'une colonne d'extraction liquide-liquide

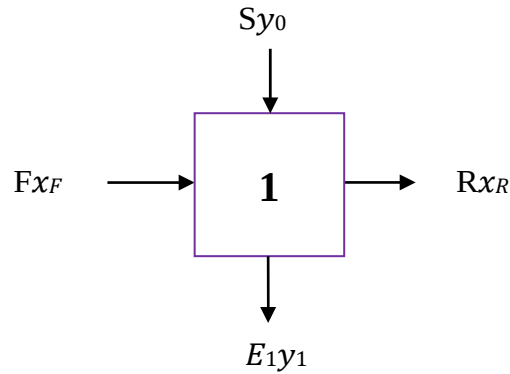


Nous conviendrons dans ce qui suivra qu'à chaque étage ou plateau d'échange de matière l'équilibre théorique prévu par la thermodynamique est atteint. Les bacs mélangeurs décanteurs sont disposés

en série ou en parallèle. Les phases non miscibles sont mises en contact avec une circulation à courant ou contre-courant. La procédure peut être menée en discontinu (batch) ou en continu.

Cas d'un mélange partiellement immiscible

Extraction d'un seul étage



Bilan global

$$F + S = R + E \quad (\text{II.18})$$

Bilan partiel

$$F x_F + S y_0 = R x_R + E y_1 \quad (\text{II.19})$$

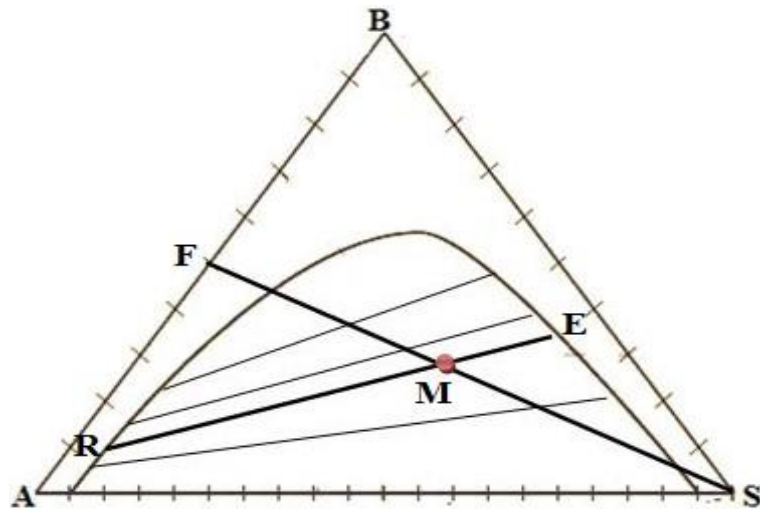
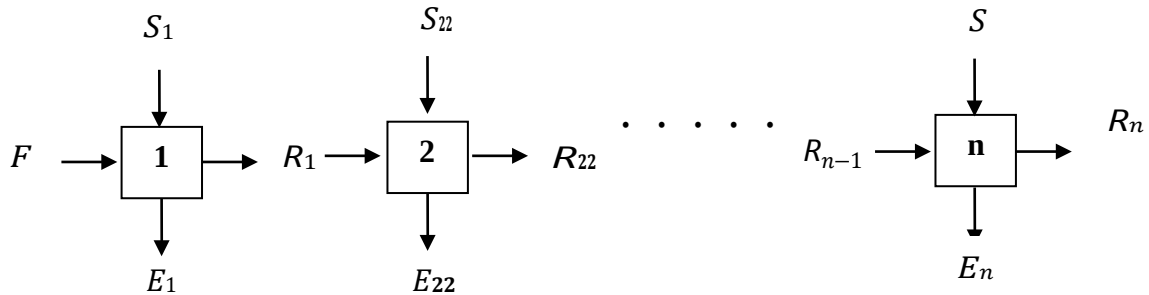


Figure II.21. Extraction à un étage ($\overline{FM} = \overline{MS}$ et RE est en parallèle de la ligne de conjugaison la plus proche).

Extraction en plusieurs étages à contre croisé (co-courant)

Il s'agit d'une succession de traitements en un étage. Le raffinat obtenu dans un étage est traité par une nouvelle quantité de solvant frais ; on peut ainsi obtenir un raffinat plus pauvre en B que le

raffinat limite R_f du cas précédent. On détermine d'abord les quantités et compositions de E_1 et R_1 à partir de F et S_1 par la méthode donnée précédemment (cas à un étage). Connaissant R_1 et S_2 en quantités et compositions, par un calcul analogue on détermine E_2 et R_2 . On procède ainsi jusqu'au $n^{\text{ième}}$ étage. Les figures II.22 montrent les constructions graphiques à effectuer. On obtient en définitive un raffinat final R_n et n extraits partiels $E_1 E_2 E_3... E_n$.



✚ Bilans sur le premier étage

Bilan global

$$F + S_1 = R_1 + E_1 \quad (\text{II.20})$$

Bilan partiel

$$F x_F + S_1 y_0 = R_1 x_1 + E_1 y_1 \quad (\text{II.21})$$

✚ Bilans sur le deuxième étage

Bilan global

$$R_1 + S_2 = R_3 + E_2 \quad (\text{II.22})$$

Bilan partiel

$$R_1 x_1 + S_2 y_2 = R_2 x_2 + E_2 y_2 \quad (\text{II.23})$$

• •
• •
• •

✚ Bilans sur l'étage n

Bilan global

$$R_{n-1} + S_n = R_n + E_n \quad (\text{II.24})$$

Bilan partiel

$$R_{n-1}x_{n-1} + S_n y_n = R_n x_n + E_n y_n \quad (\text{II.25})$$

Cette technique est rarement utilisée dans l'industrie et très souvent utilisée dans le laboratoire, elle consiste à laver une charge plusieurs fois jusqu'à atteindre son épuisement.

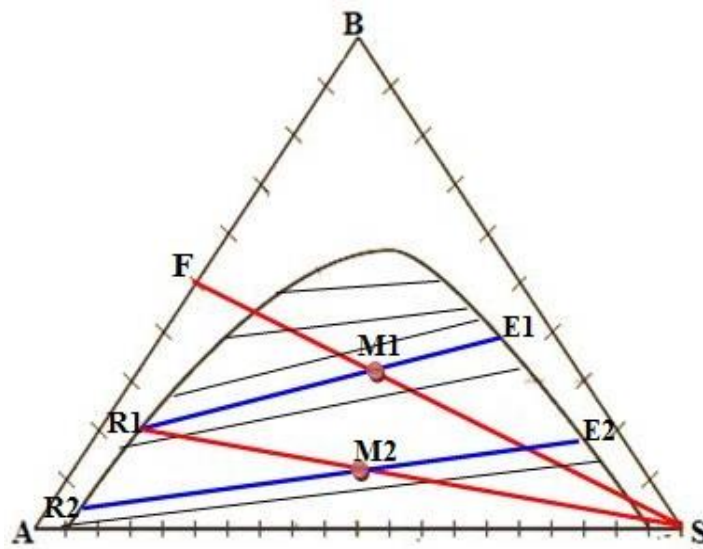
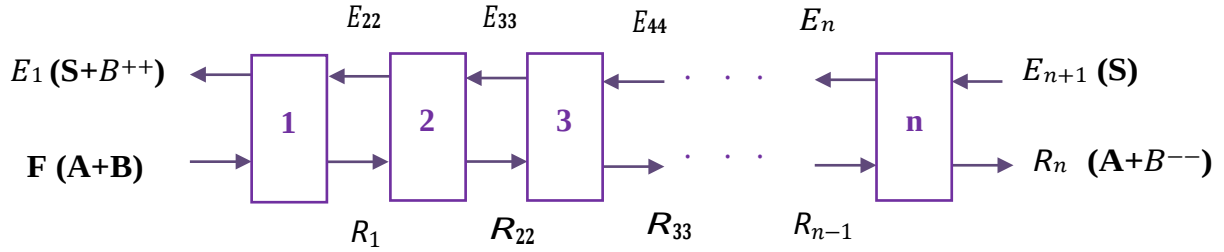


Figure II.22. Représentation des bilans pour une extraction en plusieurs étages à contrant croisé ($F = M_1$ et $R_1 = M_2$; $R_1 E_1$ et $R_2 E_2$ sont en parallèle de la ligne de conjugaison la plus proche).

Extraction en plusieurs étages à contre-courant

Selon le mode d'écoulement des liquides, deux types de contre-courant sont à considérer. Le contre-courant à contact continu est obtenu dans les appareils à remplissage type colonne ; les deux phases s'écoulent en restant toujours en contact, elles ne peuvent à aucun niveau de l'appareil être en équilibre. Le contre-courant à contact discontinu correspond au fonctionnement d'une suite discontinue d'étages de contact (exemple : série de mélangeurs décanteurs ou colonne à plateaux). Dans chaque étage les phases sont mises en contact, puis séparées ; entre deux étages elles circulent séparément et en sens inverse. Nous allons examiner d'abord ce dernier cas en admettant que l'efficacité idéale de chaque étage est de 100% ce qui correspond au cas limite idéal de l'étage théorique.

Une charge F est traitée à contre-courant par un solvant S dans un appareil équivalent à n étages théoriques. Chaque cercle représente un groupe mélangeur-décanteur idéal, c'est-à-dire un étage théorique ; les extraits et raffinats quittant ces étages sont donc en équilibre.



Les équations suivantes expriment à la fois les bilans totaux (A + B + S) et ceux en chacun des constituants (A, B ou S) pour un ensemble en régime stationnaire.

✚ Bilans sur le premier étage

$$F + E_2 = R_1 + E_1$$

$$F - E_1 = R_1 - E_2 = \Delta \quad (\text{II.26})$$

✚ Bilans sur le deuxième étage

$$R_1 + E_3 = R_2 + E_2$$

$$R_1 - E_2 = R_2 - E_3 = \Delta \quad (\text{II.27})$$

$$\begin{array}{ccc} \cdot & & \cdot \\ \cdot & & \cdot \\ \cdot & & \cdot \end{array}$$

✚ Bilans sur n étage

$$R_{n-1} + E_{n+1} = R_n + E_n$$

$$R_{n-1} - E_n = R_n - E_{n+1} = \Delta \quad (\text{II.28})$$

✚ Bilans sur toute la batterie

$$F + E_{n+1} = R_n + E_1$$

$$F - E_1 = R_n - E_{n+1} = \Delta \quad (\text{II.29})$$

Δ représente un mélange hypotonique

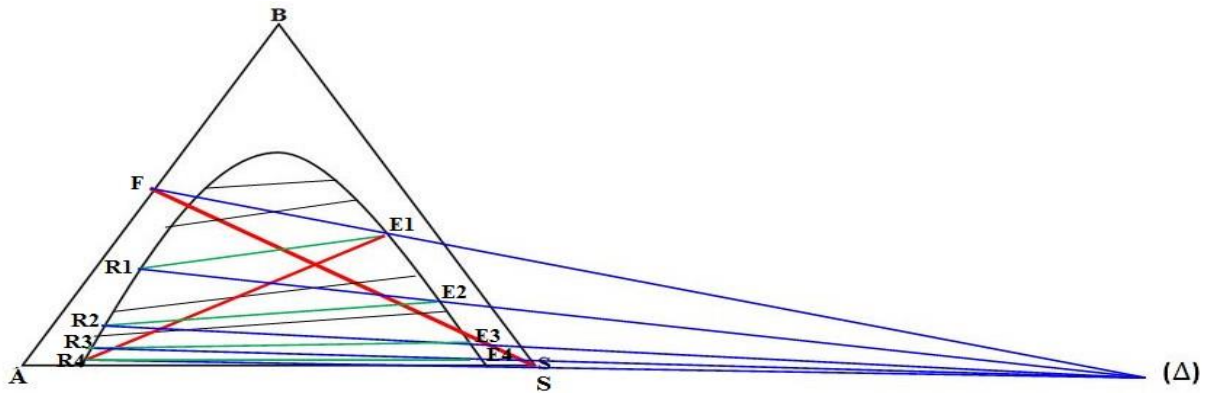


Figure II.23. Représentation des bilans et du pôle Δ pour une extraction en plusieurs étages à contre-courant.

Elles définissent un mélange fictif P, représenté par le point P sur le diagramme de la figure II.23. Le point P s'appelle le pôle ; il est situé sur les deux droites FE_1 , et R_nS , donc à leur intersection. D'après les relations précédentes, toute droite obtenue en joignant le point figuratif d'un raffinat (R_i) au point figuratif (E_{i+1}) de l'extract qui le croise, passe par le pôle P. C'est sur cette propriété du pôle que sont basées les déterminations graphiques d'efficacité.

Dans de nombreux types d'appareils, une phase est dispersée au sein de l'autre, les deux liquides s'écoulant à contre-courant sous l'effet de la gravité. Ce fonctionnement correspond au contre-courant à contact continu obtenu, par exemple, dans les colonnes à pulvérisation ou à remplissage. Dans l'état actuel de nos connaissances, la seconde méthode ne donne pas de résultats supérieurs à la première qui est beaucoup plus utilisée. Le premier mode de calcul introduit la hauteur équivalente à un étage théorique, le second la hauteur équivalente à une unité de transfert.

A. Hauteur équivalente à un étage théorique (H.E.T.S.)

Découpons par la pensée la colonne en sections telles que les phases quittant chacune de ces sections soient en équilibre. Tout tronçon ainsi défini est donc équivalent à un étage théorique. On doit remarquer que les phases en équilibre ne sont pas situées au même niveau ; elles sont distantes de la longueur de la section fictive, longueur ordinairement appelée hauteur équivalente à un étage théorique (H.E.T.S. dans la littérature anglo-saxonne). La hauteur H de l'appareil est alors donnée par la relation :

$$H = N(H.E.T.S.) \quad (II.30)$$

N étant le nombre d'étages théoriques que l'on calcule par les méthodes données précédemment. Nous avons établi que, pour un taux de solvant inférieur ou égal au taux minimal, le nombre d'étages théoriques était infini, c'est-à-dire que les courbes opératoires et de distribution avaient un point commun. Dans le cas du contre-courant à contact continu, ceci correspond à une H.E.T.S.

nulle; en fonctionnement normal les phases se croisant à chaque niveau ne peuvent donc être en équilibre. Le calcul d'efficacité des colonnes à remplissage, traitant des solutions partiellement miscibles, ne peut se faire aisément que par la méthode empirique faisant appel aux H.E.T.S.

B. Hauteur équivalente à une unité de transfert (H.T.U.)

Pour une bonne compréhension de ce qui suit, la hauteur équivalente à une unité de transfert (H.T.U. dans la littérature anglo-saxonne) a été définie. Ce concept est apparu premièrement dans l'étude de l'absorption des gaz ; par analogie avec cette dernière nous pouvons écrire les relations suivantes, valables pour l'extraction liquide-liquide :

$$N_{OOR} = \int_{x_2}^{x_1} \frac{dx}{x - x^*} \quad (II.31)$$

$$N_{OOE} = \int_{y_2}^{y_1} \frac{dy}{y - y^*} \quad (II.32)$$

N_{OOR} est le nombre d'unités de transfert global basé sur les concentrations en poids dans le raffinat,

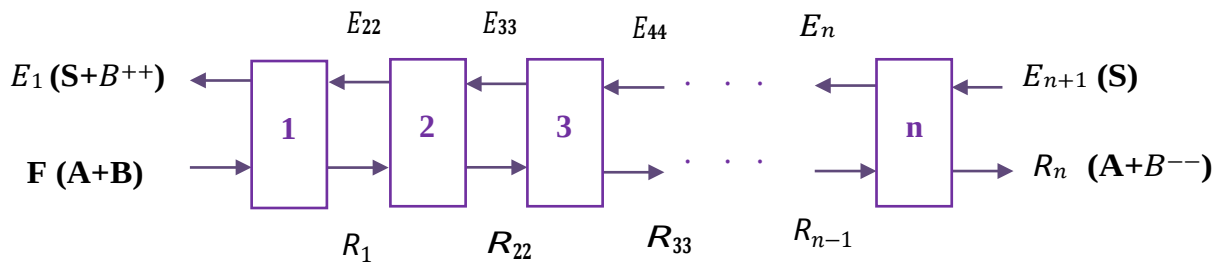
N_{OOE} est le nombre d'unités de transfert global basé sur les concentrations dans l'extraît.

Les concentrations X^* et Y^* sont celles à l'équilibre.

La hauteur d'une unité de transfert étant obtenue en divisant la hauteur totale H de l'appareil par le nombre d'unités de transfert on a donc :

$$\frac{H}{U_{OOR}} = \frac{H}{N_{OOR}} \text{ et } \frac{H}{U_{OOE}} = \frac{H}{N_{OOE}} \quad (II.33)$$

Cas d'un mélange totalement immiscible



Les équations suivantes expriment à la fois les bilans totaux ($A + B + S$) et ceux en chacun des constituants (A , B ou S) pour un ensemble en régime stationnaire.

$F = A + B$: Charge

$E_{n+1} = S + B$: Solvant non pure

$E_1 = S + B^{++}$: Extraît

$R_n = A + B^{--}$: Raffinat

❖ *A et S sont totalement immiscible*
B est relativement dilué

$$A = Fx_{FA} = F(1 - x_{FB})$$

$$S = Sy_{SS} = S(1 - y_{SB})$$

$$A \frac{x_F}{(1 - x_F)} + S \frac{y_{n+1}}{(1 - y_{n+1})} = A \frac{x_n}{(1 - x_n)} + S \frac{y_1}{(1 - y_1)}$$

$$AXx_F + SY_{n+1} = AXx_n + SY_1$$

$$A(XX_F - XX_n) = S(Y_1 - Y_{n+1})$$

$$Y_{n+1} = \frac{A}{S}(XX_F - XX_n) + Y_1 \quad (\text{II.34})$$

C'est l'équation de la droite opératoire $y=f(x)$

$$\frac{A}{S} = \frac{F_1 - F_{n+1}}{XX_F - XX_n} : \text{Pente}$$

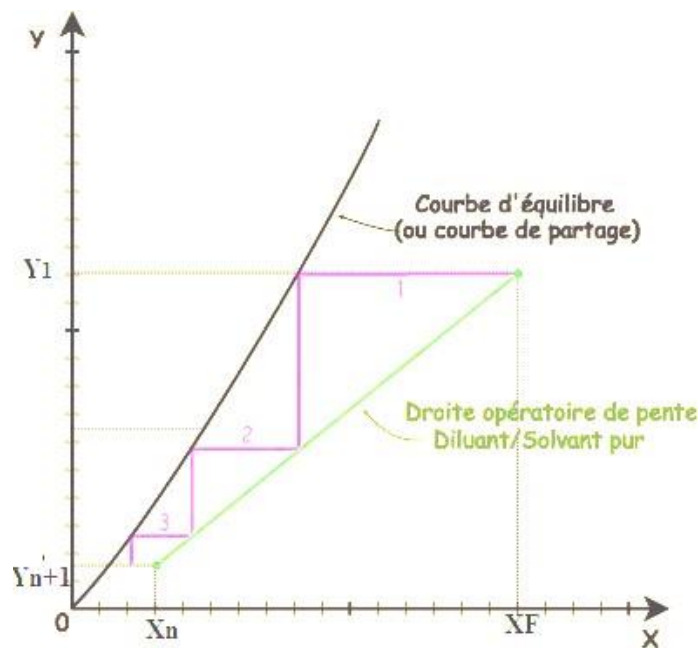


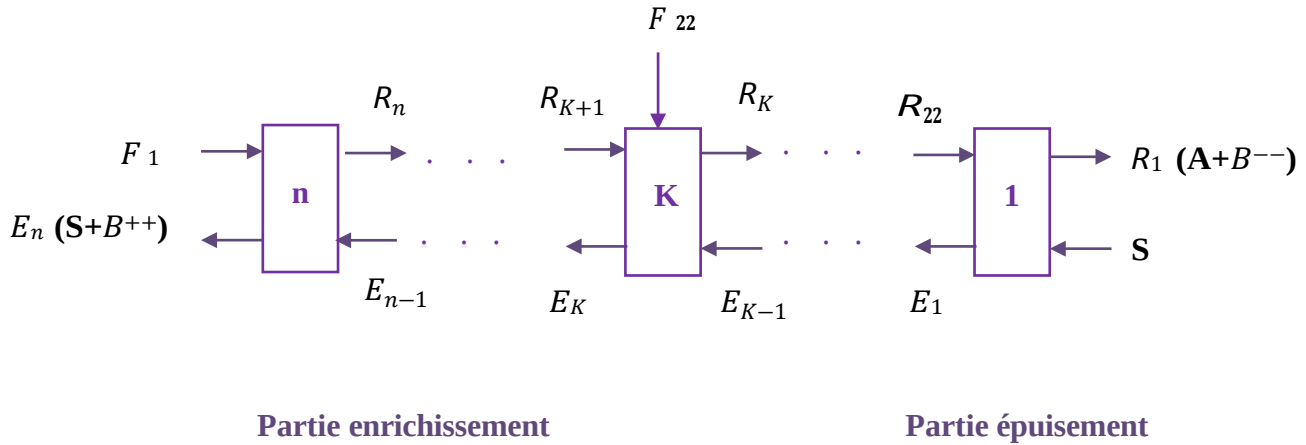
Figure II.24. Courbe de distribution pour un mélange totalement immiscible.

La perpendiculaire de x jusqu'à la courbe d'équilibre, son intersection avec la pente $\frac{A}{S}$ donne le lieu de y_1 .

Cette construction dite de McCabe et Thiele permet de déterminer le nombre d'étages d'équilibre réalisés par installation, ou de déterminer le nombre d'étages d'équilibre nécessaire pour réaliser une séparation donnée.

Extraction à deux d'alimentation

On a deux flux d'alimentation (F_1, F_2) de composition différente, il est préférable de ne pas le rassembler en vue d'un seul d'alimentation, il faut l'injecter dans différentes positions de la cascade.



✚ Bilans sur le premier étage

$$F_1 + E_{n-1} = R_n + E_n$$

$$F_1 - E_n = R_1 - E_{n-1} = \Delta_2 \quad (\text{II.35})$$

✚ Bilans sur l'étage n

$$S + R_2 = R_1 + E_1$$

$$R_2 - E_1 = R_1 - S = \Delta_1 \quad (\text{II.36})$$

✚ Bilans sur l'étage K

$$F_2 + E_{K-1} + R_{K+1} = R_K + E_K$$

$$F_2 + R_{K+1} - E_K = R_K - E_{K-1} \quad (\text{II.37})$$

$$F_2 + \Delta_1 = \Delta_2 \quad (\text{II.38})$$

✚ Bilans sur la batterie

$$F_1 + F_2 + S = R_1 + E_n$$

$$F_2 + F_2 - E_n = R_1 - S = \Delta_2 \quad (\text{II.39})$$

$$F_2 + \Delta_1 = \Delta_2 \quad (\text{II.40})$$

$$F_1 + F_2 + S = R_1 + E_n$$

$$F_T = R_1 - S + E_n$$

$$F_T = \Delta_2 + E_n \quad (\text{II.41})$$

La construction de Ponchon Savarit peut être réalisée sur le diagramme ternaire de la même manière quand dans le cas précédent "d'un seul d'alimentation".

Le problème reste dans le passage de la section enrichissement à a section épuisement, il n'y a pas une solution unique, il est préférablement d'utiliser la procédure qui minimiser le nombre d'étages.

Pour la construction graphique, on utilisera donc les deux pôles $PI(\Delta_1)$, $PII(\Delta_2)$, le point de mélange du système M et le point correspondant au mélange des deux alimentations FT. La construction graphique avec 2 alimentations est donc la suivante :

a) Position des pôles :

 **PI**

1. on place $FT = F_1 + F_2$
2. on place M, on trouve R_1 (ou E_n)
3. PI est à l'intersection des droites R_1S et F_TE_n

 **PII**

 PII est à l'intersection des droites E_nF_1 et $PI F_2$

b) Construction pour le nombre d'étages :

1. pour la zone I, utilisation du pôle PI
2. pour la zone II, utilisation du pôle PII
3. on change de pôle quand la conodale traverse la droite PI, $PIIF_2$; cette conodale correspond au plateau optimal d'alimentation de F_2 .

Pour placer les pôles, on peut aussi utiliser la règle des bras de levier.

$$\frac{R_1}{\frac{P_1S}{S}} = \quad \text{et} \quad \frac{F_1}{E_n} = \frac{P_{II}E_n}{P_{II}F_1} \quad (\text{II.42})$$

Extraction à contre-courant à reflux d'extrait

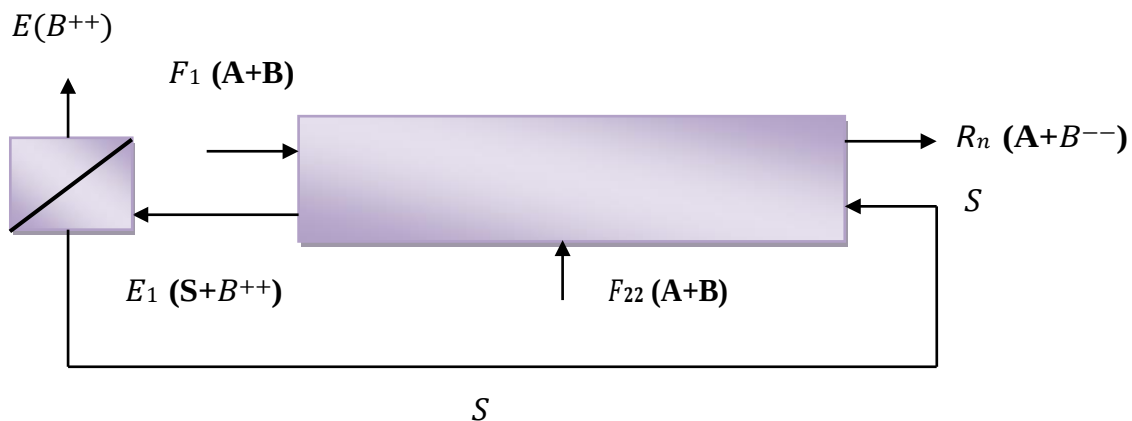
Le contre-courant simple à une limitation thermodynamique, la concentration en soluté dans l'extrait ne pourra dépasser la valeur en équilibre avec l'alimentation.



$$B^+ \neq B$$

À fin d'obtenir une phase extraite plus riche en soluté, on utilise un reflux d'extrait, on retourne dans la colonne, un mélange $F_1(A + B)$ plus riche que l'alimentation initiale. Ce mélange (F_1) est obtenu après la séparation du solvant "par distillation par exemple" du courant d'extraction (E_1). La construction dans ce cas est similaire à celle vue précédemment pour deux alimentations.

Dans le but de minimiser la quantité de solvant et d'obtenir un extrait très riche en soluté, on fait l'extraction avec reflux.



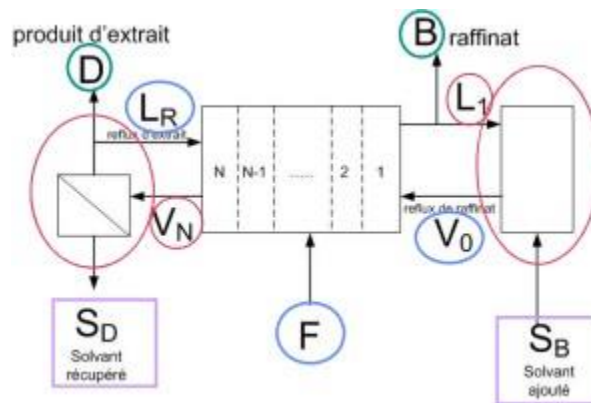
Extraction à contre-courant à reflux d'extrait et de raffinat : Diagramme de Janecke

- Reflux de raffinat rare mais intéressant pour l'analogie avec la distillation : diagramme de Janecke vs Ponchon Savarit.

- En distillation, en pied de colonne, on ajoute de la chaleur au bouilleur (pour produire une vapeur) et en tête, on condense (chaleur récupérée) afin d'obtenir le distillat et de retourner le reflux.
- En extraction, en pied on ajoute du solvant (pour créer la formation de la deuxième phase) et en tête on sépare le solvant pour récupérer le produit d'extrait et retourner le reflux (riche en soluté).
- Sur le diagramme de Janecke, l'ordonnée Z_j qui est reliée à la quantité de solvant est analogue à l'enthalpie.

$$XX_{jj} = \frac{\text{Soluté}}{\text{Soluté} + \text{diluant}}_{\text{Raffinat}} \quad Y_{jj} = \frac{\text{Soluté}}{\text{Soluté} + \text{diluant}}_{\text{Extrait}}$$

$$Z_{jj} = \frac{\text{Soluté}}{\text{Soluté} + \text{diluant}}_{\text{Extrait ou Raffinat}}$$



On garde des notations similaires à celles utilisées en distillation :

- B raffinat (débit en kg/hr, solvant non-compris)
- D produit d'extrait (débit en kg/hr, solvant non-compris)
- F alimentation (débit en kg/hr, solvant non-compris)
- SD solvant récupéré en tête (débit en kg/hr)
- SB solvant ajouté en pied (débit en kg/hr)
- L courant de raffinat (débit en kg/hr, solvant non-compris)
- V courant d'extrait (débit en kg/hr, solvant non-compris)

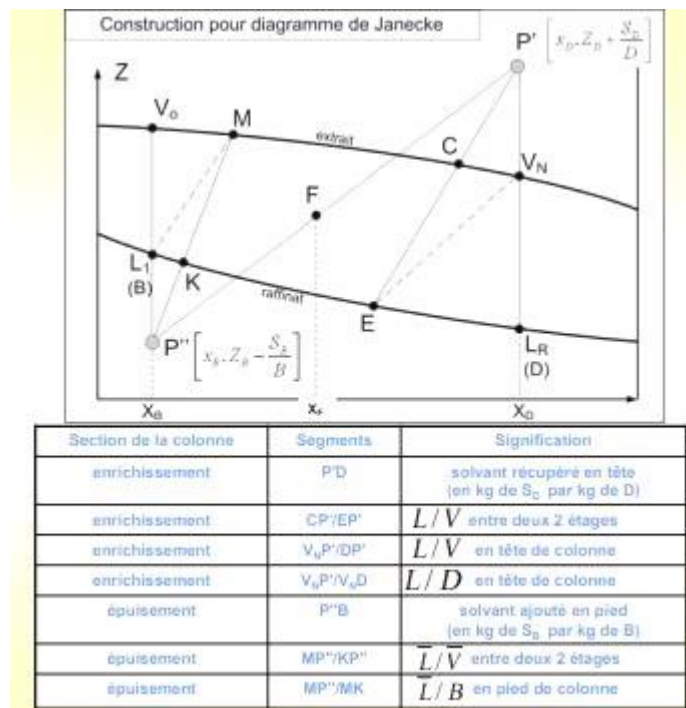


Figure II.25. Construction pour diagramme de Janecke.

Introduction

L'extraction solide-liquide (ESL) est un procédé d'extraction d'un soluté liquide ou solide à partir d'un solide en utilisant un liquide comme solvant d'extraction. L'extraction solide liquide permet d'extraire par solubilisation les composants solubles de matières solides à l'aide d'un solvant. Les domaines d'application de l'opération unitaire sont :

1. Dans l'industrie agro-alimentaire "extraction des huiles à partir des végétaux (PA)" ;
2. Dans l'industrie pharmaceutique "récupération des PA des pommades " ;
3. Dans hydrométallurgie "extraction de cuivre, Al, Ag,...".

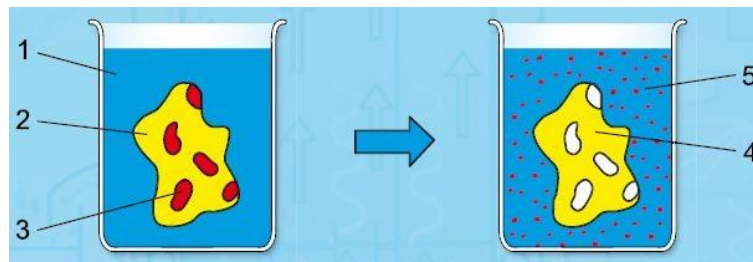


Figure III.1. Extraction schématique, avant extraction (à gauche) et après extraction (à droite):

- 1 solvant, 2 matières à extraire (phase stationnaire avec soluté),
3 soluté, 4 phase stationnaire lavée, 5 solvant avec soluté dissous.

Principe d'extraction solide liquide

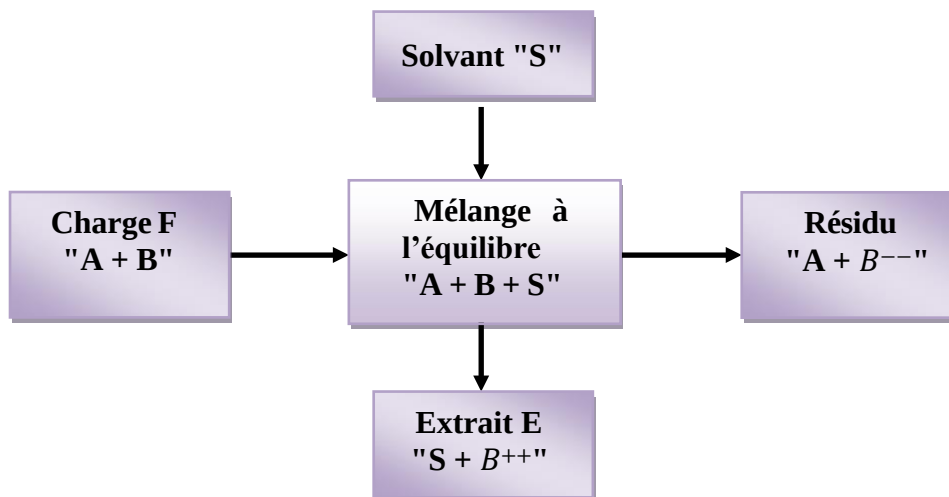


Figure III.2. Principe de l'extraction solide-liquide.

- Résidu " $A + B^{--}$ " : solide ou suspension
- Extrait " $S + B^{++}$ " : liquide

- A : Solide insoluble dans le solvant
- B : Soluté soluble dans le solvant
- S : Solvant
- On suppose qu'il n'y a pas d'adsorption du soluté par le solide dans la lixiviation

Équipements

Lixiviation en lit fixe

La lixiviation en lit fixe est utilisée dans l'industrie du sucre de betterave et est également utilisée pour l'extraction d'extraits de tannage de l'écorce de tan, pour l'extraction de produits pharmaceutiques à partir d'écorces et des graines, et dans d'autres processus. Sur la figure III.3, un diffuseur ou un extracteur de betteraves à sucre typique est illustré. Le couvercle est amovible, de sorte que les tranches de betterave à sucre appelées cassettes peuvent être déversées dans le lit.

De l'eau chauffée à 344k (71°C) à 350k (77°C) s'écoule dans le lit pour lessiver le sucre. La solution de sucre lessivée s'écoule par le bas vers le réservoir suivant en série. Le fonctionnement à contre-courant est utilisé dans le système Shanks. Les couvercles supérieur et inférieur sont amovibles de sorte que les betteraves lessivées peuvent être enlevées et une nouvelle charge ajoutée. Environ 95% du sucre dans les betteraves sont lessivés pour donner une solution de sortie du système d'environ 12% en poids.

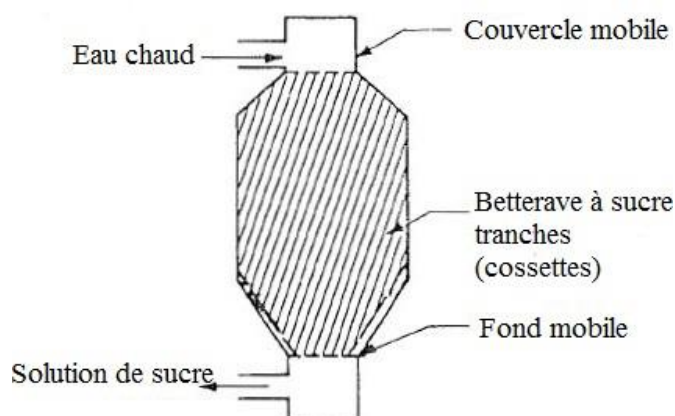


Figure III.3. Appareil à lit fixe typique pour la lixiviation de la betterave sucrière.

Lixiviation en lit mobile

Il existe un certain nombre de dispositifs pour la lixiviation à contre-courant dans tout l'état où la scène ou se déplace au lieu d'être stationnaire. Ceux-ci sont largement utilisés pour extraire l'huile de graines végétales telle que les graines de coton, les arachides et le soja. Les graines sont

généralement décortiquées d'abord, parfois précuites, souvent partiellement séchées et roulées ou en flocons. Parfois, l'élimination préliminaire de l'huile est accomplie par l'expression. La solution finale solvant végétale, appelée miscella, peut contenir des solides finement divisés.

Sur la figure III.4.a, un dispositif d'élévateur à godets à lit mobile fermé est illustré. C'est ce qu'on appelle l'extracteur Bollman. Des flocons secs ou des solides sont ajoutés sur le côté supérieur droit d'un panier ou d'un seau perforé. Au fur et à mesure que les seaux du côté droit descendent, ils sont lessivés par une solution diluée d'huile dans un solvant appelé demi-miscella. Ce liquide percole vers le bas à travers les seaux mobiles et il est collecté au fond sous forme de solution forte ou de miscella complète. Les godets se déplaçant vers le haut à gauche sont lessivés à contre-courant par solvant frais pulvérisé sur le godet supérieur. Les flocons humides sont déversés comme indiqué et retirés en continu.

L'extracteur Hildebrandt de la figure III.4.b se compose de trois convoyeurs à vis disposés en forme de U. Les solides sont chargés en haut à droite, transportés vers le bas, à travers le bas, puis sur l'autre jambe. Le solvant circule à contre-courant.

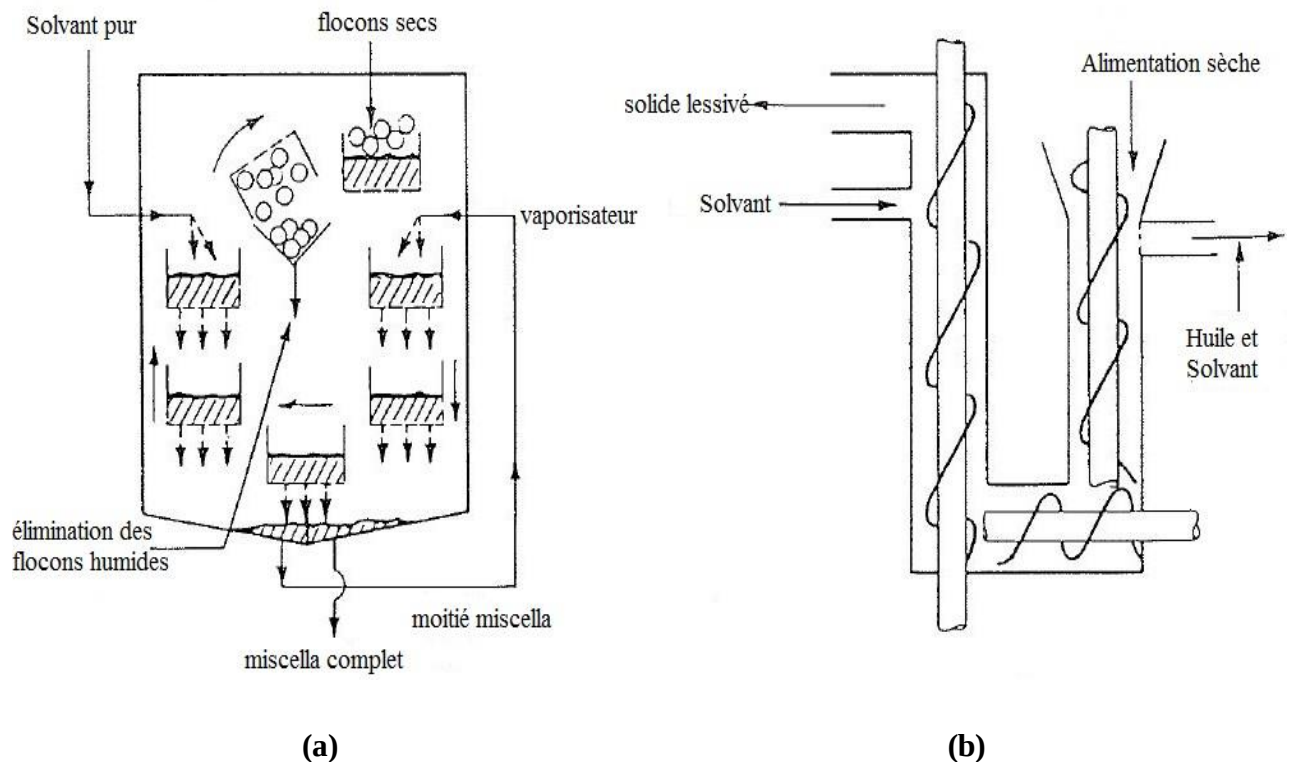


Figure III.4. Équipements pour la lixiviation à lit mobile : (a) extracteur à godets Bollman, (b) extracteur à vis Hildebrandt.

Lessivage solide agité

Lorsque le solide peut être broyé finement à environ 200 mailles (0,074 mm), il peut être maintenu en suspension par de petites quantités d'agitation. Une lixiviation continue à contre-courant peut être réalisée en plaçant un certain nombre d'agitateurs en série avec des cuves de décantation ou des épaisseurs entre chaque agitateur. Parfois, les épaisseurs eux-mêmes sont utilisés comme une combinaison de contacteurs-agitateurs et de décanteurs, comme le montre la figure III.5. Dans ce système de scène à contre-courant. Le solvant frais entre comme indiquer dans l'épaississant du premier étage. Le liquide clair décanté part et s'écoule d'étage en étage.

Les solides d'alimentation entrent dans la dernière étape, où ils sont mis en contact avec le solvant de l'étape précédente, puis entrent dans le décanteur. Le râteau à rotation lente déplace les solides vers la décharge inférieure. Les solides avec un peu de liquide sont pompés sous forme de boue vers le réservoir suivant. Si le contact est insuffisant, un mélangeur peut être installé entre chaque décanteur.

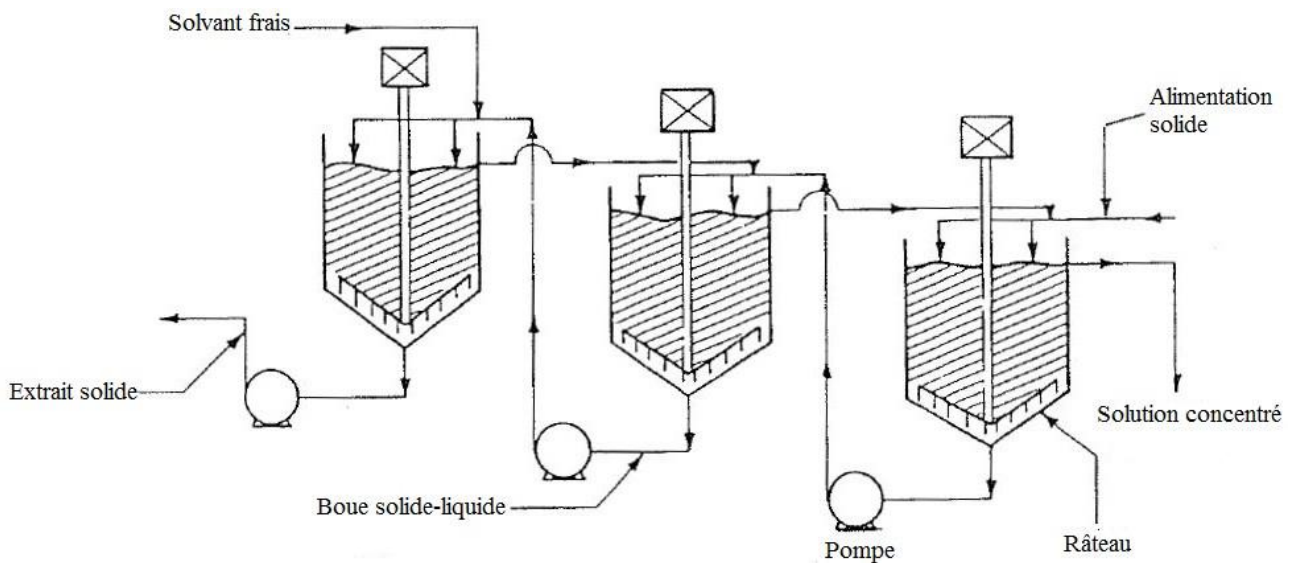


Figure III.5. Lixiviation à contre-courant à l'aide d'épaisseurs.

Diagramme d'équilibre

Les données d'équilibre peuvent être tracées sur le diagramme rectangulaire sous forme des fractions massiques pour les trois constituants (A-B-S).

$$N = \frac{A}{B+S} = \frac{\text{Solide}}{\text{Solution}} \quad (\text{III.1})$$

$$x_B = \left(\frac{B}{B+S} \right)_{\text{liquide}} = \frac{\text{Soluté}}{\text{Solution}} \quad (\text{III.2})$$

$$y_B = \left(\frac{B}{B+S} \right)_{\text{solide}} = \frac{\text{Soluté}}{\text{Solution}} \quad (\text{III.3})$$



Bilan de matière

Bilan global

$$M = F + S = E + R \quad (\text{III.4})$$

Bilan partiel

$$Mx_M = Fy_0 + Sx_S = Ex_E + Ry_R \quad (\text{III.5})$$

M : débit massique total du mélange en kg/h ($M = B + S$)

$$M = B + S \quad \begin{cases} x_B + x_S = 1 \\ y_B + y_S = 1 \end{cases} \quad (\text{III.6})$$

$$A = N_F F + 0 = N_R R + 0 \quad (\text{III.7})$$

$$A = N_F F = N_R R = N_M M \quad (\text{III.8})$$

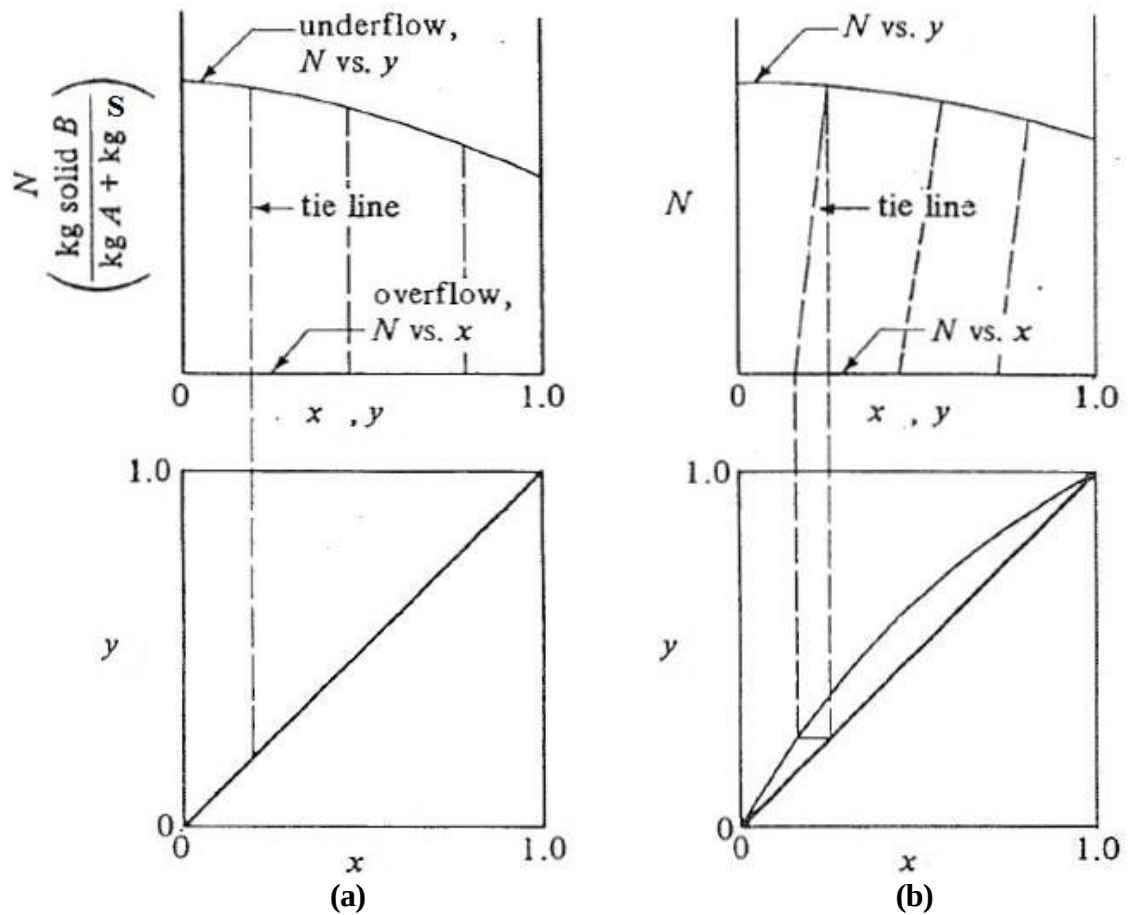
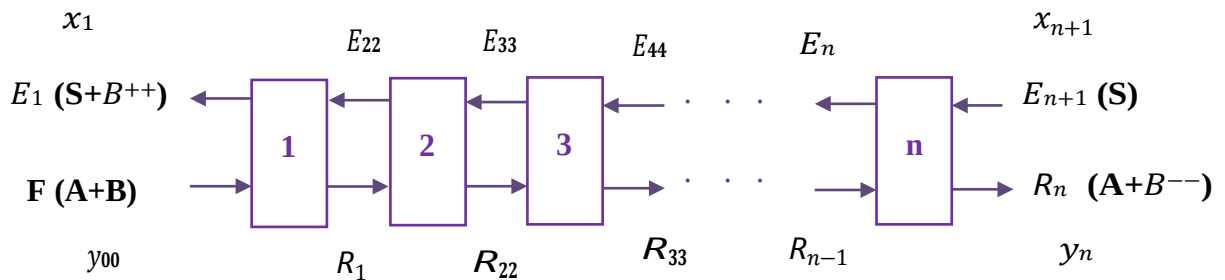


Figure III.6. Diagrammes d'équilibres : (a) droite d'équilibre $y = x$, courbe d'équilibre $y=f(x)$.

Extraction solide-liquide en plusieurs étages à contre-courant



On suppose que le débit des solides est constant tout au long de la cascade d'étages

◆ B doit être soluble dans S
 A ne doit pas être soluble dans S

F, S, E_1 et R_n sont des débits massiques (kg/h)

✚ Bilan global

$$F + E_{n+1} = E_1 + R_n \quad (\text{III.9})$$

✚ Bilan partiel sur B

$$Fy_0 + E_{n+1}x_{n+1} = E_1x_1 + R_ny_n \quad (\text{III.10})$$

$$x_{n+1} = \frac{R_n}{E_{n+1}} y_n + \frac{E_1x_1 - Fy_0}{E_{n+1}} \quad (\text{III.11})$$

Équation de la droite opératoire

$$M = F + E_{n+1} = E_1 + R_n \quad (\text{III.12})$$

$$Mx_M = Fy_0 + E_{n+1}x_{n+1} = E_1x_1 + R_ny_n \quad (\text{III.13})$$

$$A = N_0F + 0 = N_RR + 0 \quad (\text{III.14})$$

$$A = N_0F = N_nR_n = N_MM \quad (\text{III.15})$$

$$M \begin{matrix} N_M \\ \text{et } F \end{matrix} \text{ et } \begin{matrix} N_F \text{ ou } N_0 \\ x_{FB} \end{matrix}$$

Diagramme de Janecke

Bilan sur l'étage 1

$$F + E_2 = E_1 + R_1$$

$$F - E_1 = R_1 - E_2 = \Delta \quad (\text{III.16})$$

Bilan sur l'étage n

$$R_{n-1} + E_{n+1} = R_n + E_n$$

$$R_{n-1} - E_n = R_n - E_{n+1} = \Delta \quad (\text{III.17})$$

Δ : Constant

$$\Delta = F - E_1 = R_n - E_{n+1}$$

$$\Delta x_\Delta = Fy_0 - E_1x_1 = R_ny_n - E_{n+1}x_{n+1} \quad (\text{III.18})$$

$$x_\Delta = \frac{Fy_0 - E_1x_1}{F - E_1} = \frac{R_ny_n - E_{n+1}x_{n+1}}{R_n - E_{n+1}}$$

$$A = N_0F = N_nR_n = N_MM = N_\Delta\Delta$$

$$N_\Delta = \frac{A}{\Delta} = \frac{A}{F - E_1} = \frac{N_0F}{F - E_1} = \frac{N_nR_n}{F - E_1} \quad (\text{III.19})$$

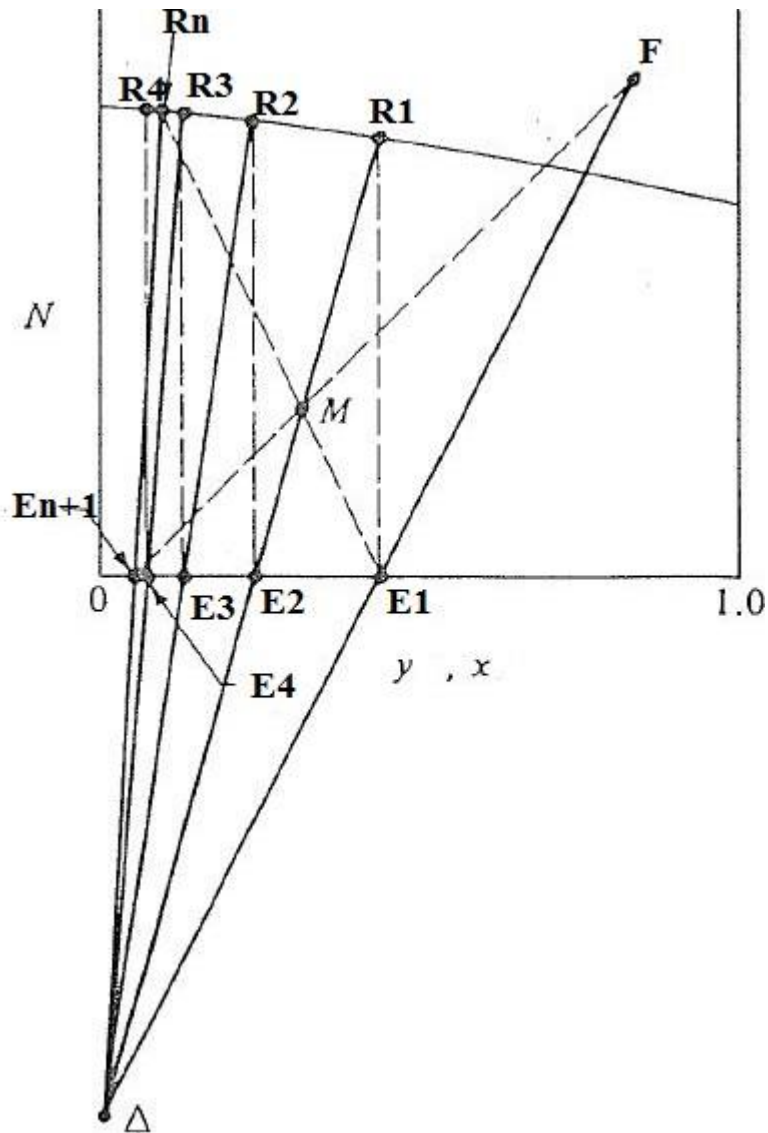


Figure III.7. Diagrammes de Janecke pour l'extraction solide liquide à contre courant.

Taux de lessivage

Étapes générales

Lors de la lixiviation des matières solubles à l'intérieur d'une particule par un solvant, l'étape générale suivante peut se produire dans le processus global.

1. Le solvant doit être transféré de la solution de solvant en vrac à la surface du solide.
2. Ensuite, le solvant doit pénétrer ou diffuser dans le solide.
3. Le soluté se dissout dans le solvant.
4. Le soluté diffuse ensuite à travers le mélange de solvants glissé jusqu'à la surface de la particule. Enfin, les diffuses sont transférés dans la solution en vrac.

Les nombreux phénomènes différents rencontrés rendent presque impossible ou impossible d'appliquer une seule théorie à l'action de lessivage.

- la vitesse de transfert du solvant de la solution en vrac à la surface solide est assez rapide ;
- la vitesse de transfert du solvant dans le solide peut être quelque peu rapide ou lente.

Ce ne sont pas, dans la plupart des cas, les étapes limitant la vitesse dans le processus global de lixiviation. Le transfert de solvant se produit généralement au départ lorsque les particules sont d'abord mises en contact avec le solvant. La dissolution du soluté dans le solvant à l'intérieur du solide peut être un processus de dissolution physique simple ou une réaction chimique réelle qui libère le soluté pour dissolution. Notre connaissance du processus de dissolution est limitée et le mécanisme peut être différent dans chaque solide.

La vitesse de diffusion du soluté à travers le solide et le solvant vers la surface du solide est souvent la résistance de contrôle dans le processus global de lixiviation et peut dépendre d'un certain nombre de facteurs différents. Si le solide est constitué d'une structure solide poreuse inerte avec le soluté et le solvant dans les pores du solide. La fraction de vide et la tortuosité sont nécessaires.

Dans les substances biologiques ou naturelles, une complexité supplémentaire se produit en raison des cellules présentes. Lors du lessivage de fines tranches de betterave sucrière, environ un cinquième des cellules est rompu lors du tranchage des betteraves. La lixiviation du sucre s'apparente alors à un processus de lavage. Dans les cellules restantes, le sucre doit se diffuser à travers les parois cellulaires. Le résultat net des deux processus de transfert ne suit pas la simple loi de diffusion à diffusivité effective constante.

Avec le soja, les haricots entiers ne peuvent pas être lessivés efficacement. Le laminage et l'écaillage des graines de soja rompent les parois cellulaires de sorte que le solvant peut pénétrer plus facilement par capillarité. La vitesse de diffusion du soluté d'huile de soja à partir des flocons de soja ne permet pas une interprétation simple. Une méthode pour concevoir des extracteurs à grande échelle est donnée en utilisant des expériences de laboratoire à petite échelle.

La résistance au transfert de masse du soluté de la surface solide au solvant en vrac est en générale assez faible comparée à la résistance à la diffusion à l'intérieur du solide lui-même. Ceci a été trouvé pour la lixiviation du soja où le degré d'agitation du solvant externe n'a pas d'effet appréciable sur la vitesse d'extraction.

Taux de lixiviation lors de la dissolution d'un solide

Lorsqu'une matière est dissoute du solide vers la solution de solvant, cependant, la vitesse de transfert de masse de la surface solide vers le liquide est le facteur de contrôle. Il n'y a pratiquement aucune résistance dans la phase solide s'il s'agit d'un matériau pur. L'équation pour cela peut être dérivée comme suit pour un système par lots. Ce qui suit peut également être utilisé pour le cas où la diffusion dans le solide est très rapide par rapport à la diffusion à partir de la particule.

Le taux de transfert de masse du soluté A dissous vers la solution de volume V (m³) est :

$$\frac{dN_B}{dt} = k_L A (C_{BS} - C_B) \quad (III.20)$$

$\frac{dN_B}{dt}$: kg ou mol de B se dissolvant en solution / s

A : Surface de la particule (m²)

k_L : Coefficient de transfert de masse (m/s)

C_{BS} : Solubilité à saturation du soluté solide B dans la solution en kg ou mol / m³

C_B : Concentration de B en solution au temps t sec en kg ou mol / m³

Par un bilan matière, le taux d'accumulation de A dans la solution est égal à l'équation (III.21) multipliée par la surface de la particule (A).

$$\frac{V dC_B}{dt} = \frac{dN_B}{dt} = A k_L (C_{BS} - C_B) \quad (III.22)$$

Intégration de t = 0 et $C_B = C_{B0}$ à t = t et $C_B = C_B$

$$\int_{C_{B0}}^{C_B} \frac{dC_B}{C_{BS} - C_B} = \frac{A k_L}{V} \int_{t=0}^t dt \quad (III.23)$$

$C_{BS} - C_B$

$$\frac{C_{BS} - C_B}{C_{BS} - C_{B0}} = e^{-(k_L A / V) t} \quad (III.24)$$

La solution s'approche exponentiellement d'une condition saturée. Souvent, la zone interfaciale A augmentera lors de l'extraction si la surface externe devient très irrégulière.

Si le matériau soluble forme une proportion élevée du solide total, une désintégration des particules peut se produire. Si le solide se dissout complètement, la zone interfaciale change considérablement. De plus, le coefficient de transfert de masse peut alors changer.

Si les particules sont très petites, le coefficient de transfert de masse à la particule dans un système agité peut être prédit par les équations suivantes :

$$k'_L = \frac{2D_{AB}}{D_P} + 0.31N_{sc}^{-2/3} \left(\frac{\Delta\rho\mu_c g}{\rho_c^2} \right)^{1/3} \quad (\text{III.25})$$

D_{AB} : Diffusivité du soluté B dans la solution (m^2/s)

D_P : Diamètre de la particule solide (m)

μ_c : Viscosité de la solution (kg/m.s)

$g = 9.80665$ (m/s^2)

$D_P = (\rho_c - \rho_P)$ ou $(\rho_P - \rho_c)$

ρ_c : Densité de la phase continue (kg/m^3)

ρ_P : Densité de la particule solide

$\Delta\rho$: Valeur positive

Pour les particules plus grosses qui sont habituellement présentes dans la lixiviation, l'équation pour prédire le coefficient de transfert de masse k_L dans les récipients de mélange agités est donnée :

$$k'_L = 0.42N_{sc}^{-1/2} \left(\frac{\Delta\rho\mu_c g}{\rho_c^2} \right)^{1/3} \quad (\text{III.26})$$

Transfert de masse aux particules dans des mélangeurs hautement turbulents :

$$k'_L N_{sc}^{2/3} = 0.13 \left(\frac{(P/V)\mu_c}{\rho_c^2} \right)^{1/4} \quad (\text{III.27})$$

P : Pression

V : Volume

Taux de lixiviation lorsque la diffusion dans les contrôles solides

Dans le cas où la diffusion à l'état instable dans le solide est la résistance de contrôle à la lixiviation du soluté par un solvant externe, les approximations suivantes peuvent être utilisées. Si la diffusivité moyenne D_{Aeff} du soluté B est approximativement constante, alors pour l'extraction par lots. Les équations de transfert de masse à l'état instable peuvent être utilisées comme indiquées dans l'équation suivante :

$$N_{Bx} = -D \frac{\partial C_B}{\partial x}$$

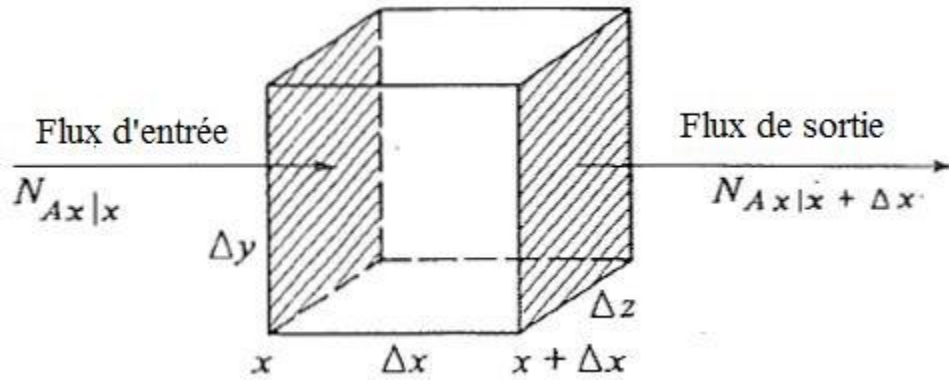


Figure III.8. Diffusion à l'état instable dans une direction.

Si la particule est à peu près sphérique, la figure III.5 peut être utilisée.

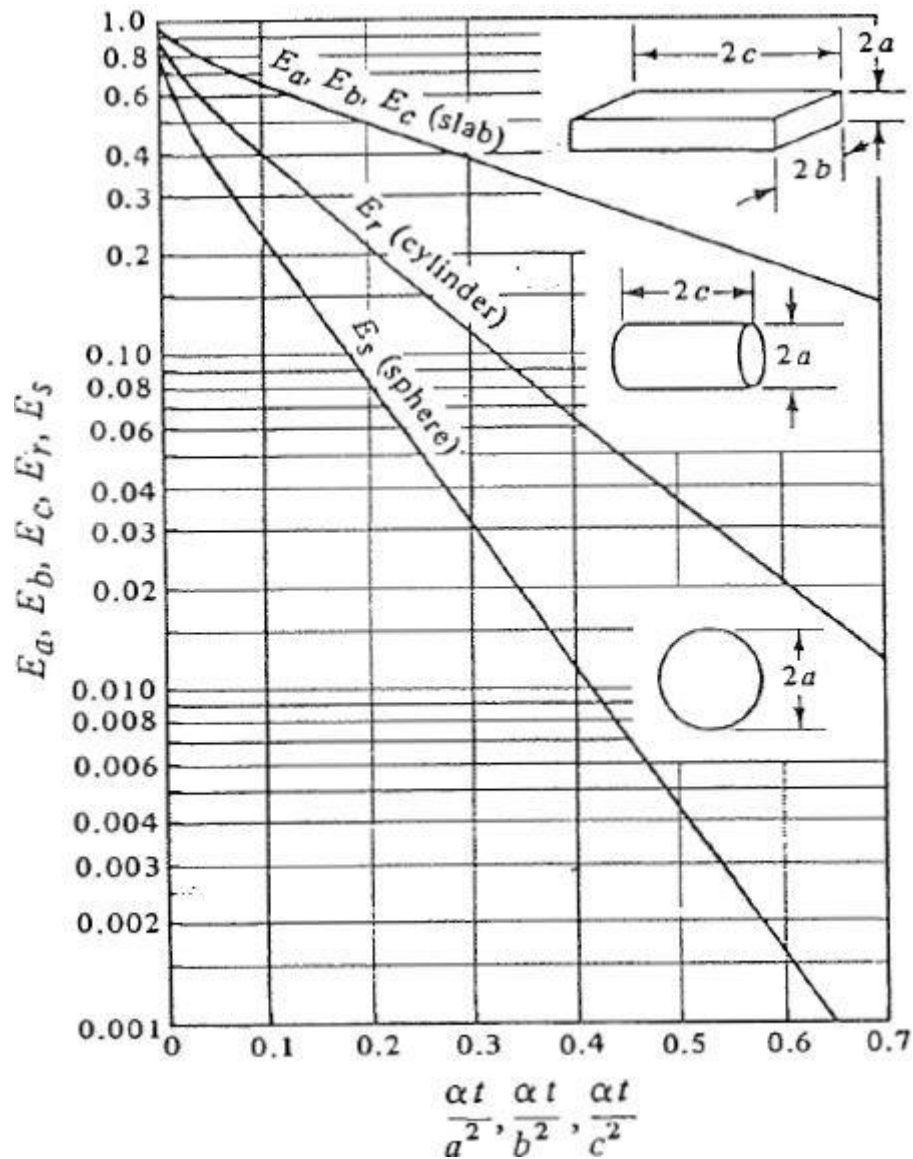


Figure III.9. Conduction à l'état instable et température moyenne pour une résistance de surface négligeable.

Exercices

Exercices Résolues ♦

Exercice n°1

Prédiction du temps de lixiviation par lots

Les particules ayant un diamètre moyen d'environ 2 mm sont lessivées dans un appareil du type discontinu avec un grand volume de solvant. La concentration de soluté B dans le solvant est maintenue approximativement constante. Un temps de 3.11 h est nécessaire pour lessiver 80% du soluté disponible du solide. En supposant que la diffusion dans le solide est régulatrice et que la diffusivité effective est constante.

- Calculer le temps de lixiviation si la taille des particules est réduite à 1.5 mm.

♦ Solution

Pour une extraction à 80%, la fraction non extraite $E_s = 0.2$, une valeur de D_{Aeff} est la diffusivité effective en mm^2/s , t est le temps en s, et a est le rayon en mm. Pour la même fraction E_s , la valeur de $D_{Aeff} t / a^2$ est constante pour une taille différente. D'où,