

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département : Chimie Industrielle  
Ref : .....



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم: الكيمياء الصناعية  
المرجع: .....

# Support de cours



## Opérations unitaires 1

Distillation - Extraction solide-liquide-Mélangeage

Présentée par :  
**Dr.LAIADI Djemoui**

Année universitaire 2024-2025

## Préface

---

Le principe fondamental de toute opération de transformation de la matière est toujours le même. Il consiste à préparer les courants contenant les produits de base en réalisant un contact intime des phases en présence; pour assurer le développement des réactions et des transferts de matière et de chaleur et de quantité de mouvement, sous les différences de potentiel adéquates; à séparer les phases et les constituants du mélange résultant. Tout procédé se résume ainsi à un ensemble d'opérations unitaires et de réacteurs qui font appel à des technologies différentes pour assurer les échanges.

Ce support de cours opérations unitaires 1 est adressé aux étudiants inscrits en première année master de la filière de génie des procédés, option : génie chimique. Afin d'aborder cette matière, les étudiants doivent avoir acquis suffisamment de connaissances en thermodynamique, Equations différentielles, Phénomènes de transfert (transfert de matière, transfert de chaleur et mécanique des fluides). Il est conforme au programme officiel.

Dans ce polycopié de cours sont organisées en trois chapitres qui sont :

- Distillation
- Extraction solide-liquide
- Mélangeage

Ce cours a pour objectif de permettre aux étudiants d'acquérir des connaissances fondamentales relatives aux différents opérations unitaires quelque soit le milieu considéré. A la fin de ce cours, l'étudiant doit être capable de :

- Maîtriser les techniques séparatives du génie des procédés
- Aborder les notions de dimensionnement et de la conception des équipements
- Connaître les principaux problèmes de fonctionnement (primage, engorgement...etc)

Chaque chapitre a été consolidé par une série d'exercices pour approfondir la compréhension et tester le degré de maîtrise de chaque notion présentée auparavant.

---

**D.Laiadi**  
**Département chimie industrielle**  
**Université de Biskra**

## TABLE DES MATIERES

Préface

### Chapitre I : Distillation

Introduction	01
I.1 Principe de la distillation	01
I.2 Application de la distillation	02
I.3 Types de distillation	02
I.4 Equilibre liquide-vapeur des systèmes binaires	02
I.4.1 Règle des phases	03
I.4.2 Mélange binaire idéal	03
I.4.2.1 Loi de Raoult	03
I.4.2.2 Loi de Dalton	04
I.4.2.3 Pression de vapeur	04
I.4.2.4 Volatilités	05
I.4.2.5 Diagrammes d'équilibre liquide-vapeur	06
I.4.2.5.1 Diagramme isotherme	07
I.4.2.5.2 Diagramme isobare T-x-y	08
I.4.3 Mélange avec azéotrope (non idéal)	11
I.4.3.1 Mélanges azéotropiques positifs	11
I.4.3.2 Mélanges azéotropiques négatifs	12
I.5 Distillation Flash (Vaporisation Flash)	13
I.5.1 Principe de distillation Flash	14
I.5.2 Modes de distillation flash	14
I.5.3 Bilan de matière pour un système binaire	14
I.5.4 Cascades de séparation flash	16
I.6 Distillation différentielle	16
I.6.1 Bilan de matière pour un système binaire	17
I.7 Distillation d'un mélange binaire	19
I.7.1 Description d'une colonne de rectification en continue	19
I.7.2 Bilans de matières et énergétique	21
I.7.3 Méthode McCabe-Thiele	23
I.7.3.1 Hypothèse de Lewis	23
I.7.3.2 Bilan sur le plateau d'alimentation	26
I.7.3.3 Nombre d'étages théoriques et position de l'étage d'alimentation	29
I.7.3.4 Conditions limites (Influence du taux de reflux)	30
I.7.3.4.1 Nombre minimum de plateaux (reflux total)	30
I.7.3.4.2 Taux de reflux minimum	31
I.7.3.4.3 Taux de reflux optimal	32
I.7.3.4.4 Reflux sous-refroidi	33
I.7.4 Rebouilleurs et condenseurs	34
I.7.4.1 Charges du condenseur et du rebouilleur	35
I.7.5 Situations particulières	36

I.7.5.1 Cas de deux alimentations	36
I.7.5.2 Cas d'un soutirage latéral	37
I.7.5.3 Injection d'une vapeur en pied de colonne (Use of Open Steam)	38
I.7.6 Efficacité	40
I.7.6.1 Efficacité de Murphree	40
I.7.6.2 Efficacité globale	41
I.8 Méthode de Ponchon-Savarit	41
I.8.1 Diagramme enthalpie-concentration (H x y)	42
I.8.2 Distillation flash ou distillation à l'équilibre	43
I.8.3 Distillation continue de système binaire	44
I.8.3.1 Section de rectification (Enveloppe 3)	44
I.8.3.2 Section épuisement (Enveloppe 4)	47
I.8.3.3 Toute la colonne	49
I.8.3.4 Nombre d'étages théoriques et position optimale de l'alimentation	50
I.8.4 Limitation des taux de reflux	51
I.8.4.2 Taux de reflux minimum	52
I.8.5 Distillation avec deux alimentations / Soutirage de liquide	53
I.8.6 Efficacité des étapes et nombre réel d'étages	55
I.9 Distillation de mélanges multi-constituants	56
I.9.1 Composés clés	56
I.9.2 Récupération fractionnelle, Rapport de division et Facteur de séparation	57
I.9.3 Méthode abrégée de résolution	57
I.9.3.1 Equation de Fenske pour le nombre minimum de plateaux	58
I.9.3.2 Equation d'Underwood pour le reflux minimum	58
I.9.3.3 Relation de Gilliland pour l'estimation du nombre d'étages théoriques	58
I.9.3.4 Position optimale du plateau alimentation	59

## **Chapitre II : Extraction solide-liquide**

II.1 Définition et Généralité	60
II.2 Application de l'extraction solide-liquide	60
II.3 Principe de l'extraction solide-liquide	61
II.4 Facteurs influençant sur le taux d'extraction	62
II.4.1 Nature et état du solide et du soluté	62
II.4.2 Nature du solvant	63
II.4.3 Température	63
II.4.4 Agitation	64
II.4.5 Humidité	64
II.5 Représentation d'équilibre solide-liquide	64
II.5.1 Le diagramme triangulaire	64
II.5.2 Diagramme de Ponchon-Savarit	65
II.6 Les procédés d'extraction solide-liquide	69
II.6.1 Extraction discontinu	70
II.6.2 Extraction à courants croisés	73
II.6.3 Extraction à contre courant	76
II.6.4 Détermination analytique du nombre d'étages	80

II.7 Equipement de l'extraction solide-liquide	82
II.7.1 Les opérations discontinues	82
II.7.1.1 Lixiviation par percolation	82
II.7.1.2 Lixiviation par agitation	84
II.7.1.3 Système de batterie multi-étages à contre-courant	86
II.7.2 Les opérations continues	87
II.7.2.1 L'extracteur à paniers mobiles	87
II.7.2.2 Extracteurs à chaîne de convoyage	89
II.7.2.3 Extracteur à bande transporteuse	92
II.7.2.4 Extracteur <i>Rotocel</i>	92
<b>Chapitre III : Mélangeage</b>	
III.1 Introduction	94
III.2 Définition de mélange	94
III. 3 Diverses applications de mélange	96
III.4 Système d'agitation	97
III.4.1 Types d'agitateurs	97
III.4.2 Les mobiles d'agitation	98
III.5 Mode mélange	101
III.5.1 Les agitateurs rotatifs	102
III.5.2 Mélangeurs statiques	102
III.5.3 Mélangeur a jets (mélange par recirculation)	103
III.5.4 Mélangeur a cuve mobile	103
III.5.5 Les mélangeurs ultra-sons	104
III.5.6 Les mélangeurs horizontaux à pales sigma ou en Z	104
III.6 Le cuve Agitée	104
III.7 Grandeurs caractéristiques d'un système agité	106
III.7.1 Puissance d'agitation	107
III.7.2 Temps de mélanges liquides miscibles	110
III.8 Dispersion liquide-liquide	112
III.8.1 Vitesse minimal de l'agitateur	113
III.8.2 Puissance d'agitation	114
III.9 Dispersion gaz-liquide	116
III.10 Dispersion liquide-solide	117
III.11 Temps de circulation et de mélange	118
<b>Références Bibliographiques</b>	119
<b>Exercices supplémentaire</b>	120

Chapitre **1**

---

**DISTILLATION**

---

## Introduction

La distillation est une opération unitaire au cours de laquelle les constituants d'un mélange liquide (solution) sont séparés à l'aide d'énergie thermique. Fondamentalement, la différence de pression de vapeur des différents constituants à la même température est responsable de cette séparation. La distillation est une des méthodes de séparation la plus importante de toutes les opérations de transfert de matière.

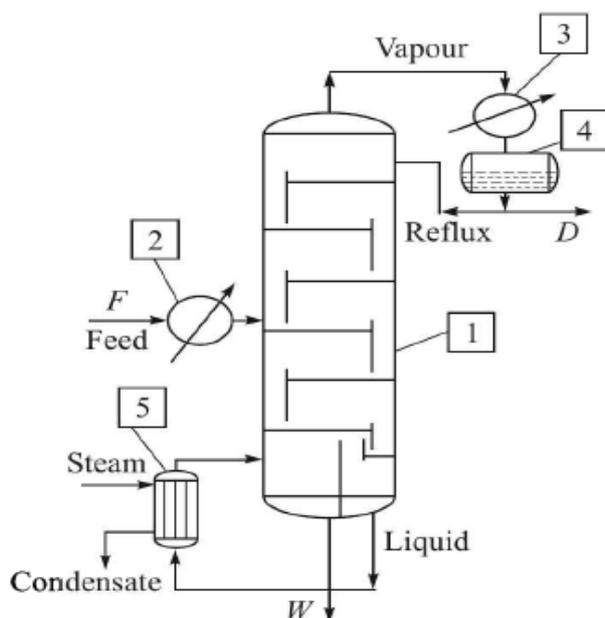
### I.1 Principe de la distillation

Le processus de distillation repose sur le principe que les différents composants d'un mélange ont des températures d'ébullition différentes. Lorsqu'un mélange est chauffé, le composant avec la température d'ébullition la plus basse s'évapore en premier, formant une vapeur qui est ensuite condensée pour récupérer le composant purifié. La distribution des composants dans les deux phases est régie par la règle de l'équilibre vapeur-liquide.

La condition fondamentale pour la séparation des composants par distillation est que la composition de la vapeur soit différente de celle du liquide avec lequel elle est en équilibre. La vapeur est toujours plus riche en composants volatils que le liquide à partir duquel elle est formée. Si la composition de la vapeur est la même que celle du liquide, la technique de distillation n'affectera pas la séparation.

L'évaporation concerne la séparation d'une solution contenant un soluté non volatil et un solvant volatil, tandis que la distillation concerne la séparation de solutions dont tous les composants sont sensiblement volatils. Ainsi, la séparation d'une saumure en sel et en eau est une évaporation, tandis que la séparation d'un mélange d'alcool et d'eau en ses composants est une distillation.

Les éléments les plus importants d'une unité de distillation sont illustrés dans la figure I.1 :



F : la charge (alimentation : liquide, vapeur ou mélange liquide-vapeur).  
 D : Distillat (produit de tête)  
 W : Résidu (produit de bas)  
 1 : La colonne  
 2 : L'alimentation préchauffée  
 3 : Condenseur  
 4 : Collecteur de reflux  
 5- rebouilleur

**Figure I.1** : Schéma de colonne de distillation

## I.2 Application de la distillation

La distillation, qui est l'une des opérations de transfert de matière les plus anciennes, aurait été inventée à Alexandrie (Égypte) au premier siècle après JC. La première utilisation était dans la production de boissons alcoolisées.

Au cours du premier quart du vingtième siècle, l'application de la distillation s'est élargie, passant d'un outil permettant d'augmenter la composition en alcool des boissons à la principale technique de séparation dans l'industrie chimique. Pendant la majeure partie du siècle, la distillation a été de loin la méthode la plus utilisée pour séparer les mélanges liquides de composants chimiques. Malgré l'apparition, ces dernières années, de nombreuses nouvelles techniques de séparation (par exemple, les membranes), la distillation conserve sa suprématie parmi les opérations unitaires du génie chimique. Malheureusement, la distillation est une technique très énergivore, en particulier lorsque la volatilité relative des composants à séparer est faible. Il s'agit là d'un inconvénient majeur de la distillation à notre époque, caractérisée par la montée en flèche des coûts de l'énergie.

La distillation est couramment utilisée dans les industries chimiques et pétrolières pour séparer le mélange liquide en ses éléments constitutifs. La séparation du mélange d'éthanol et d'eau, la production d'alcool absolu à partir d'alcool éthylique à 95 % à l'aide de benzène, la séparation du pétrole brut en essence, kérosène, mazout, etc. sont des exemples typiques de distillation.

## I.3 Types de distillation

Il existe différents types de distillation, notamment :

**La distillation simple** : Elle est utilisée pour séparer des composés présentant une différence de température d'ébullition relativement faible. Le mélange est chauffé et les vapeurs sont condensées pour obtenir le distillat.

**La distillation fractionnée** : Elle est utilisée lorsque les composants du mélange ont des températures d'ébullition plus proches. Elle implique l'utilisation d'une colonne de distillation, qui permet une séparation plus efficace des composants en fonction de leurs points d'ébullition respectifs.

**La distillation sous vide** : Elle est utilisée lorsque les composants du mélange ont des températures d'ébullition très élevées ou sont sensibles à la chaleur. Elle se déroule à des pressions réduites pour abaisser la température d'ébullition des composants.

## I.4 Equilibre liquide-vapeur des systèmes binaires

La séparation d'un mélange par distillation est basée sur la distribution équilibrée des composants entre les phases liquide et vapeur. Une connaissance de l'équilibre vapeur-liquide et les propriétés physicochimiques est donc essentielle pour comprendre les principes de la distillation.

Généralement, on classe la phase liquide selon le nombre de constituants et selon leurs solubilités réciproques : Ainsi on a un mélange liquide binaire (2 constituants), ternaire (3 constituants), etc. Et d'après la solubilité des mélanges on distingue les mélanges homogènes qui comprennent les mélanges idéaux et les mélanges azéotropes et les mélanges hétérogènes dont la solubilité réciproque est partielle ou nulle.

Dans ce cours on se limite à l'étude des mélanges binaires idéaux ou azéotropes.

### I.4.1 Règle des phases

La règle de phase de J. Willard Gibbs est utilisée pour déterminer le nombre de degré de liberté  $\varphi$ , cette règle est exprimée par la formule suivante

$$\varphi + \nu = N_c + 2$$

Où

$\varphi$  : est le nombre de phases misent en jeu,

$\nu$  : est le nombre de degré de liberté du système en question (les variables indépendantes du système)

$N_c$ : est le nombre de constituants.

Pour un système binaire, Le nombre de composants,  $N_c = 2$ ; le nombre de phases,  $\varphi = 2$  (la phase vapeur et la phase liquide). Donc  $\nu = 2$  et le système a deux degrés de liberté. C'est-à-dire que le système est caractérisé par quatre paramètres indépendants, ces paramètres sont : la température, la pression totale, la composition du liquide et la composition de la vapeur.

Le nombre de degrés de liberté ( $\nu$ ) est de 2, deux de ces quatre quantités doivent être fixées pour définir le système en équilibre. Ainsi, si la température et la pression sont fixées, les compositions du liquide et de la vapeur seront automatiquement fixées (c'est-à-dire qu'il ne peut y avoir qu'un seul ensemble de compositions du liquide et de la vapeur pour lequel la pression totale exercée dans l'espace vapeur est égale à la pression donnée et à la température donnée). De même, si la température et la composition du liquide sont fixées, la pression totale et les compositions de vapeur seront automatiquement fixées si le système est en équilibre. L'extension à un système multi-constituants n'est pas difficile.

### I.4.2 Mélange binaire idéal

Un mélange binaire idéal est un type de mélange dans lequel les interactions entre les molécules des deux composants sont similaires à celles qui existent entre les molécules du même composant. Dans un tel mélange, les composants se mélangent de manière homogène et les propriétés du mélange peuvent être décrites par des lois de Raoult et Dalton.

#### I.4.2.1 Loi de Raoult

Elle est couramment utilisée pour prédire l'équilibre vapeur-liquide d'une solution idéale avec un mélange gazeux idéal à partir des données de pression de vapeur. Elle stipule que la pression partielle d'équilibre d'un constituant à une température donnée est égale au produit de sa pression de vapeur à l'état pur et de sa fraction molaire dans la phase liquide.

Par conséquent, pour un système binaire (à deux composants A et B), si  $P_A$  est la pression partielle d'équilibre de A,  $P_A^\circ$  est la pression de vapeur de A à l'état pur et  $x_A$  est la fraction molaire de A dans la phase liquide, alors,

$$P_A = x_A \cdot P_A^\circ \text{ et } P_B = x_B \cdot P_B^\circ = (1 - x_A) \cdot P_B^\circ \text{ avec } x_A + x_B = 1$$

$P_B^\circ$  est la pression de vapeur de constituant B.

$x_B$  est la fraction molaire de B dans la phase liquide.

$P_B$  est la pression partielle d'équilibre de B.

### I.4.2.2 Loi de Dalton

La pression totale d'un mélange (A+B) de gaz parfaits est la somme des pressions partielles de tous les gaz en présence :

$$P_t = P_A + P_B$$

Où

$P_A, P_B$ : Pressions partielles de la composées A et B.

$P_t$ : Pression totale du mélange gazeux.

Pour un gaz ou une vapeur idéale, la pression partielle est liée à la fraction molaire du composant en phase gazeuse ou en phase vapeur par la relation suivante :

$$P_A = y_A \cdot P_t \text{ et } P_B = y_B \cdot P_t = (1 - y_A) \cdot P_t$$

Avec :  $y_A + y_B = 1$

$y_A$ : Fraction molaire du soluté A dans la phase vapeur.

$y_B$ : Fraction molaire du soluté B dans la phase vapeur.

En combinant lois de Raoult et la loi de Dalton, on peut écrire :

$$P_A = y_A \cdot P_t = x_A \cdot P_A^\circ$$

$$P_B = (1 - y_A) \cdot P_t = (1 - x_A) \cdot P_B^\circ$$

D'après la loi de Dalton, on obtient :

$$P_t = x_A \cdot P_A^\circ + (1 - x_A) \cdot P_B^\circ$$

$$x_A = \frac{P_t - P_B^\circ}{P_A^\circ - P_B^\circ}$$

De même,  $x_B = \frac{P_t - P_A^\circ}{P_B^\circ - P_A^\circ}$

Connaissant  $x_A$ , la valeur d'équilibre correspondante de la fraction en phase vapeur ( $y_A$ ), est obtenue à l'aide de l'équation suivante :

$$y_A = x_A \cdot \frac{P_A^\circ}{P_t}$$

De même,  $y_B = x_B \cdot \frac{P_B^\circ}{P_t}$

### I.4.2.3 Pression de vapeur

La pression de vapeur saturante d'une substance est la pression exercée par les molécules d'une substance lorsqu'elles sont en équilibre avec la phase vapeur à une température donnée.

Les pressions de vapeur saturante sont données par des équations empiriques dont la plus utilisée est l'équation d'Antoine

$$\log_{10}P^0 = A - \frac{B}{T + C}$$

Avec A, B et C sont des constantes d'Antoine, les valeurs des constantes de l'équation d'Antoine de quelques composés P(mmHg), T(°C), sont tabulés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau I.1** : Valeurs des constantes de l'équation d'Antoine

	A	B	C
Acetic acid	7.18807	1416.7	211
Acetone	7.02447	1161.0	224
Aniline	7.24179	1675.3	200
Benzene	6.90565	1211.033	220.79
i-butane	6.74808	882.8	240.0
n-butane	6.83029	945.9	240.0
Ethanol	8.04494	1554.3	222.65
Diethyl ether	6.78574	994.195	220.0
Ethyl benzene	6.95719	1424.255	213.206
Ethylene glycol	7.8808	1957.0	193.8
n-heptane	6.90240	1268.115	216.9
n-hexane	6.87776	1171.53	222.366
n-octane	6.9237	1355.126	209.517
i-pentane	6.78967	1020.012	233.097
n-pentane	6.85221	1064.63	232.000
Styrene	6.92409	1420.0	206.0
Toluene	6.95464	1344.800	219.482
Water	7.96681	1668.21	228.0
o-xylene	6.99891	1474.679	213.688
m-xylene	7.00908	1462.266	215.108
p-xylene	6.99052	1453.430	215.307

<sup>a</sup> *Lange's Handbook of Chemistry*, 11th ed., McGraw-Hill; New York (1973).  
By permission of McGraw Hill; copyright 1973.

#### I.4.2.4 Volatilités

La volatilité d'un liquide est sa capacité à s'évaporer. On distingue la volatilité absolue et la volatilité relative.

**a. Volatilité absolue** : Elle est définie comme le rapport entre la pression partielle, à l'équilibre, de la substance, dans la phase vapeur et le titre molaire de la substance dans la phase liquide.

$$\text{Volatilité de A} = \frac{P_A}{x_A}$$

$$\text{Volatilité de B} = \frac{P_B}{x_B}$$

Dans le cas d'un corps pur, la volatilité absolue est égale à la pression de vapeur saturante car  $x=1$ .

**b. Volatilité relative** : Elle est définie comme le rapport de la pression de vapeur du composant le plus volatil à celle du composant le moins volatil. Si  $P_A^0$  et  $P_B^0$  sont les pressions de vapeur de A et B respectivement, la volatilité relative de A par rapport à B,  $\alpha$ , est définie comme le rapport de la pression de vapeur de A à celle de B.

$$\alpha_{AB} = \frac{P_A^\circ}{P_B^\circ}$$

La volatilité relative est une mesure importante de la facilité avec laquelle deux composants d'un mélange peuvent être séparés par distillation. Elle est utilisée dans le design des colonnes de distillation,

Lorsque  $\alpha_{AB} = 1$  la séparation par distillation n'est pas possible. La séparation par distillation est possible pour valeurs de volatilité relative supérieures à 1. Plus la valeur de la volatilité relative est élevée, plus la séparation par distillation est plus facile,

En exploitant la loi de Dalton et la loi de Raoult, on obtient :

$$\alpha_{AB} = \frac{P_A^\circ}{P_B^\circ} = \frac{\left(\frac{P_A}{x_A}\right)}{\left(\frac{P_B}{x_B}\right)} = \frac{\left(\frac{y_A \cdot P_t}{x_A}\right)}{\left(\frac{y_B \cdot P_t}{x_B}\right)} = \frac{\left(\frac{y_A}{y_B}\right)}{\left(\frac{x_A}{x_B}\right)}$$

Nous avons,  $x_B = 1 - x_A$

$$y_B = 1 - y_A$$

$$\alpha_{AB} = \frac{\left(\frac{y_A}{1 - y_A}\right)}{\left(\frac{x_A}{1 - x_A}\right)}$$

En réarrangeant, on obtient :

$$y_A = \frac{\alpha_{AB} \cdot x_A}{1 + (\alpha_{AB} - 1) \cdot x_A}$$

Et plus simplement comme :

$$y = \frac{\alpha \cdot x}{1 + (\alpha - 1) \cdot x}$$

Et

$$x = \frac{y}{\alpha - (\alpha - 1) \cdot y}$$

Cette relation permet de calculer la composition de la vapeur pour toute valeur souhaitée de  $x \in [0, 1]$ , si  $\alpha$  est connu.

#### I.4.2.5 Diagrammes d'équilibre liquide-vapeur

Pour un tel système, mélange binaire liquide-vapeur, il existe trois diagrammes :

- Diagramme isotherme (T fixée) :  $P = f(x_A, y_A)$
- Diagramme isobare (P fixée) :  $T = f(x_A, y_A)$
- Diagramme isobare (P fixée) :  $y_A = f(x_A)$

### I.4.2.5.1 Diagramme isotherme

On appelle diagramme binaire isotherme le tracé, à température  $T$  fixée, de la pression d'équilibre en fonction d'une fraction molaire du constituant A, soit dans la phase liquide soit dans la phase vapeur.

A partir des relations précédentes on aboutit à la relation qui permet de tracer le diagramme  $P_t = f(x_A, y_A)$ .

$$P_t = P_A + P_B = x_A \cdot P_A^\circ + (1 - x_A) \cdot P_B^\circ = x_A \cdot (P_A^\circ - P_B^\circ) + P_B^\circ$$

$P_t = f(x_A)$  Est appelée : la courbe d'ébullition (isotherme) qui est une droite (figure I.2).

En appliquant maintenant la loi de Dalton, on écrit :

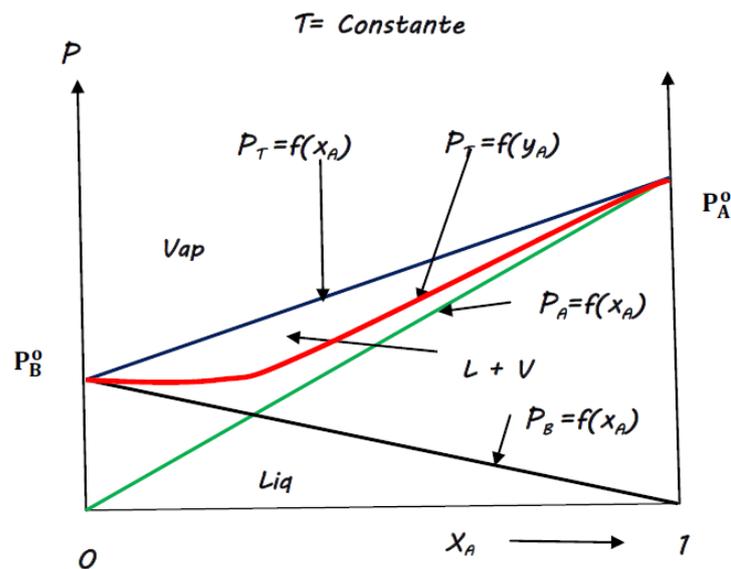
$$P_A = y_A \cdot P_t = x_A \cdot P_A^\circ \Rightarrow x_A = y_A \cdot \frac{P_t}{P_A^\circ}$$

En remplaçant cette valeur dans l'équation de la courbe d'ébullition, on trouve :

$$P_t = \frac{P_A^\circ \cdot P_B^\circ}{P_A^\circ + y_A(P_B^\circ - P_A^\circ)}$$

Cette équation donne l'évolution de la pression totale du mélange en fonction de la composition de la phase vapeur, appelée la courbe de Rosée c'est l'équation d'une hyperbole (Figure I.2).

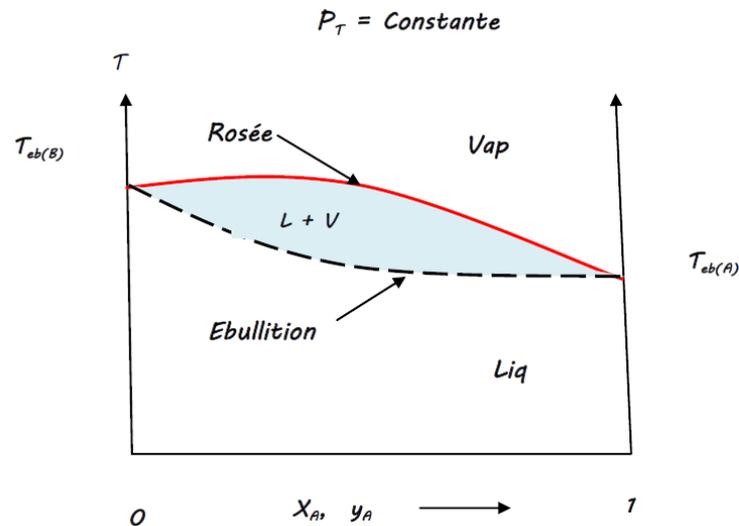
Le diagramme P-x-y (figure I.2) permet de déterminer la fraction en équilibre ( $x_A, y_A$ ) pour une pression totale donnée à la température  $T$ . ce diagramme est rarement utilisé en pratique car on travaille généralement à une pression constante (pression atmosphérique) et une température variable.



**Figure I.2:** Diagramme isotherme d'équilibre liquide-vapeur (P-x-y)

### I.4.2.5.2 Diagramme isobare T-x-y

L'étude de l'équilibre liquide-vapeur idéal isobare est plus important surtout dans les opérations unitaires comme la distillation. Le diagramme T-x-y typique à pression constante est illustrée à la figure I.3.

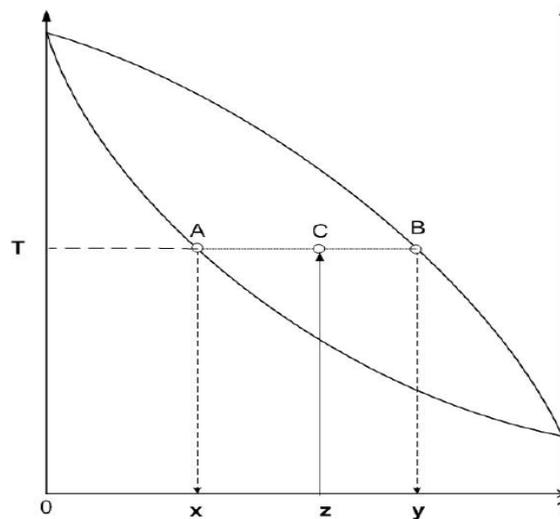


**Figure I.3:** Diagramme isobare d'équilibre liquide-vapeur (T-x-y)

- La courbe de rosée correspond à l'apparition de la première goutte de liquide lorsque l'on refroidit un mélange gazeux.
- La courbe d'ébullition correspond à l'apparition de la première bulle de vapeur lorsque l'on chauffe un mélange liquide.
- Les deux axes verticaux correspondent aux composés purs de températures d'ébullition  $T_A^{éb}$  et  $T_B^{éb}$ .
- Le constituant avec  $T^{éb}$  la plus basse est le plus volatil (sur le diagramme isotherme, le constituant avec  $P_A^0$  la plus élevée est le plus volatil)

#### a. Règle du bras de levier (Théorème des moments)

Considérons un mélange binaire de débit molaire (massique)  $F$ , de composition  $z$  porté à un état d'équilibre liquide-vapeur à une température  $T$ , soit le point  $C$  représenté sur la figure (I.4). Ce mélange aura une quantité en phase vapeur  $V$  (point  $B$ ), de composition molaire  $y$  et aura une quantité en phase liquide  $L$  (point  $A$ ) de composition molaire  $x$ .



**Figure I.4:** Application du théorème de bras de levier

Faisons les bilans matière total et partiel par rapport à l'élément le plus volatil On obtient :

$$\begin{cases} F = L + V \\ Fz = Lx + Vy \end{cases}$$

$$\Rightarrow \frac{V}{F} = \frac{z - x}{y - x} = \frac{AC}{AB}$$

De même,

$$\frac{L}{F} = \frac{z - y}{x - y} = \frac{CB}{AB}$$

Donc

$$\frac{V}{L} = \frac{AC}{CB}$$

Cette relation appelée théorème des moments chimiques, qui donne les quantités vapeur et liquide en termes des longueurs algébriques.

### b. Construction le diagramme T-x-y

Soit un mélange binaire idéal A-B sous une pression constante  $P_t$ . On suppose que le mélange gazeux est parfait et que les expressions des pressions de saturation de A et de B avec la température sont connues.

Selon la loi de Raoult et la loi de Dalton, on a :

$$x_A = \frac{P_t - P_B^\circ}{P_A^\circ - P_B^\circ}$$

$$y_A = x_A \cdot \frac{P_A^\circ}{P_t}$$

Après avoir identifié le domaine de températures pertinent pour le binaire A-B, on choisit différentes valeurs de la température dans cet intervalle et pour chaque température, on calcule les pressions de saturation de A et de B puis les valeurs de  $x_A$  et  $y_A$ .

### c. Construction le diagramme x-y

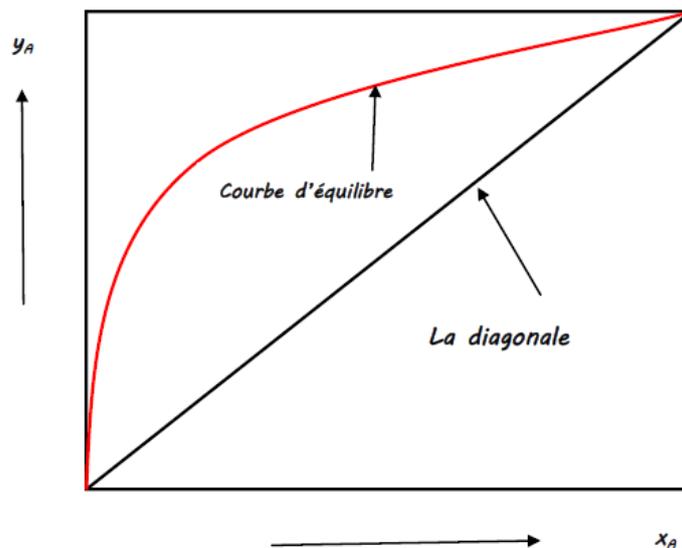
Ce diagramme (courbe d'équilibre) est le plus utilisée dans le domaine de la distillation et appelée la courbe d'équilibre de Mc Cabre et Theile.

Ce diagramme peut être construit en utilisant la relation :

$$y = \frac{\alpha \cdot x}{1 + (\alpha - 1) \cdot x}$$

Cette dernière équation donne l'évolution du système en équilibre liquide-vapeur de la composition en phase vapeur en fonction de la composition du mélange en phase liquide.

Si on considère que la volatilité relative  $\alpha$  est indépendante de la pression et de la température et est constante dans l'intervalle de température en question, l'équation permet de tracer la courbe d'équilibre :  $y=f(x)$  qui se présente sous forme d'une hyperbole au-dessus de la première bissectrice, comme il est montré sur la figure 1.5



**Figure I.5:** Courbe d'équilibre dans le diagramme de Mc Cabre Theile

### d. Influence de la pression sur la courbe d'équilibre

Lorsque la pression totale augmente, les points d'ébullition des composants augmentent et les courbes en boucle deviennent de plus en plus étroites (figure I.6a). Cela se montre facilement à partir des courbes de distribution (figure I.6b).

Les volatilités relatives et la séparabilité deviennent donc généralement moins importantes à des pressions plus élevées. Lorsque la pression critique est dépassée pour l'un des composants, il n'y a plus de différence entre la vapeur et le liquide pour ce composant et, pour les mélanges, les

courbes en boucle sont donc plus courtes, comme aux pressions supérieures à  $P_{t3}$  (figure I.6a), la pression critique pour A sur la figure. Les séparations par distillation ne peuvent être effectuées que dans la région où existe une courbe en boucle.

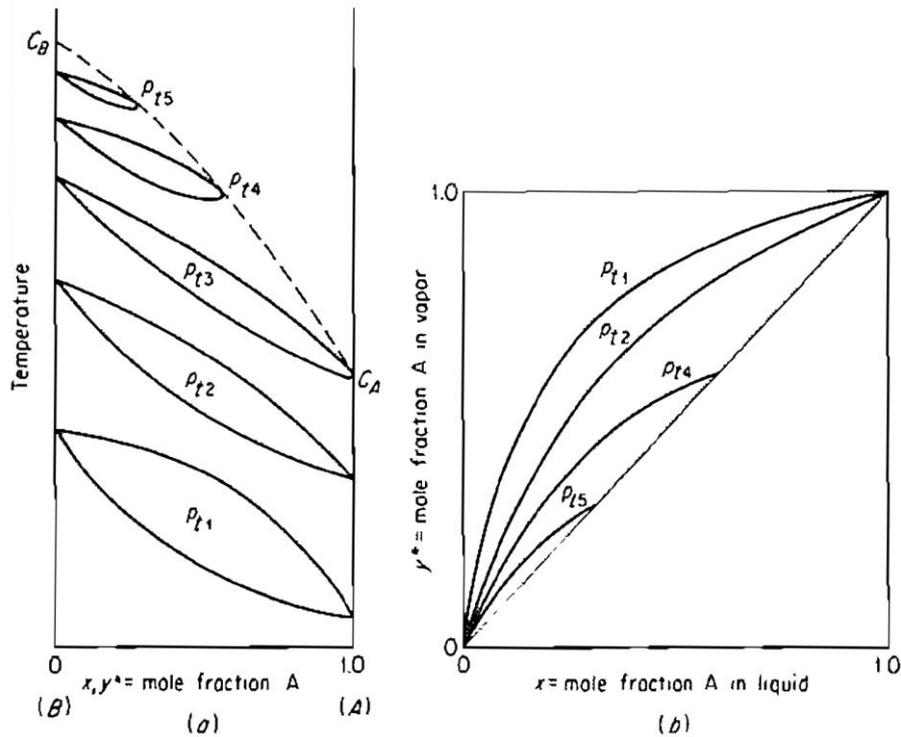


Figure I.6: Influence de la pression sur la courbe d'équilibre

### I.4.3 Mélange avec azéotrope (non idéal)

Un mélange azéotrope est un mélange liquide constitué de deux composants (ou plus) qui ont une composition constante à la température et à la pression données, et qui bout à cette composition constante. Cela signifie que, lors de l'ébullition, les composants s'évaporent ensemble dans des proportions fixes.

Par définition un mélange azéotrope possède la même composition liquide et vapeur à une température, pression et composition données d'où l'incapacité de procéder à la séparation du mélange, car il se comporte comme un corps pur. Cela peut rendre la séparation des composants par distillation plus difficile que dans un mélange non azéotrope.

#### I.4.3.1 Mélanges azéotropiques positifs

Les Mélanges azéotropiques positifs sont des mélanges dont la température d'ébullition est inférieure aux températures d'ébullition des composés purs, et ces mélanges sont appelés azéotropes à ébullition minimale, c'est-à-dire qu'à une certaine composition, le mélange présente un point d'ébullition minimal (à pression constante) et une pression maximale (à température constante), comme le montre la figure suivante.

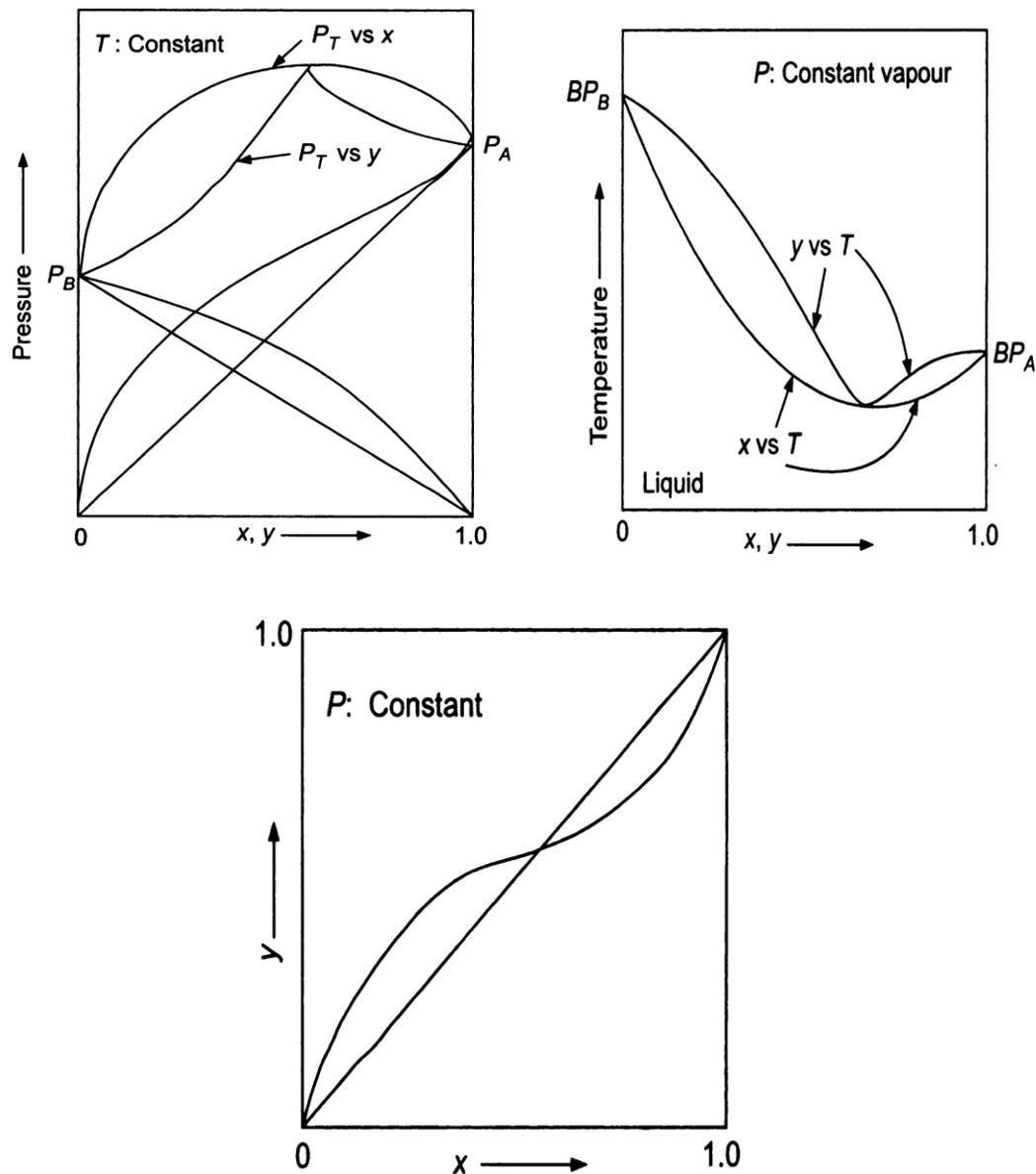


Figure I.7: Mélange azéotrope à point d'ébullition minimum

#### I.4.3.2 Mélanges azéotropiques négatifs

Les mélanges azéotropiques négatifs sont des mélanges dont la température d'ébullition est supérieure aux températures d'ébullition des composés purs. Ces mélanges sont très rares et sont également appelés azéotropes à ébullition maximale. Les diagrammes P-x-y, T-x-y et x-y typiques sont présentés dans la figure I.8.

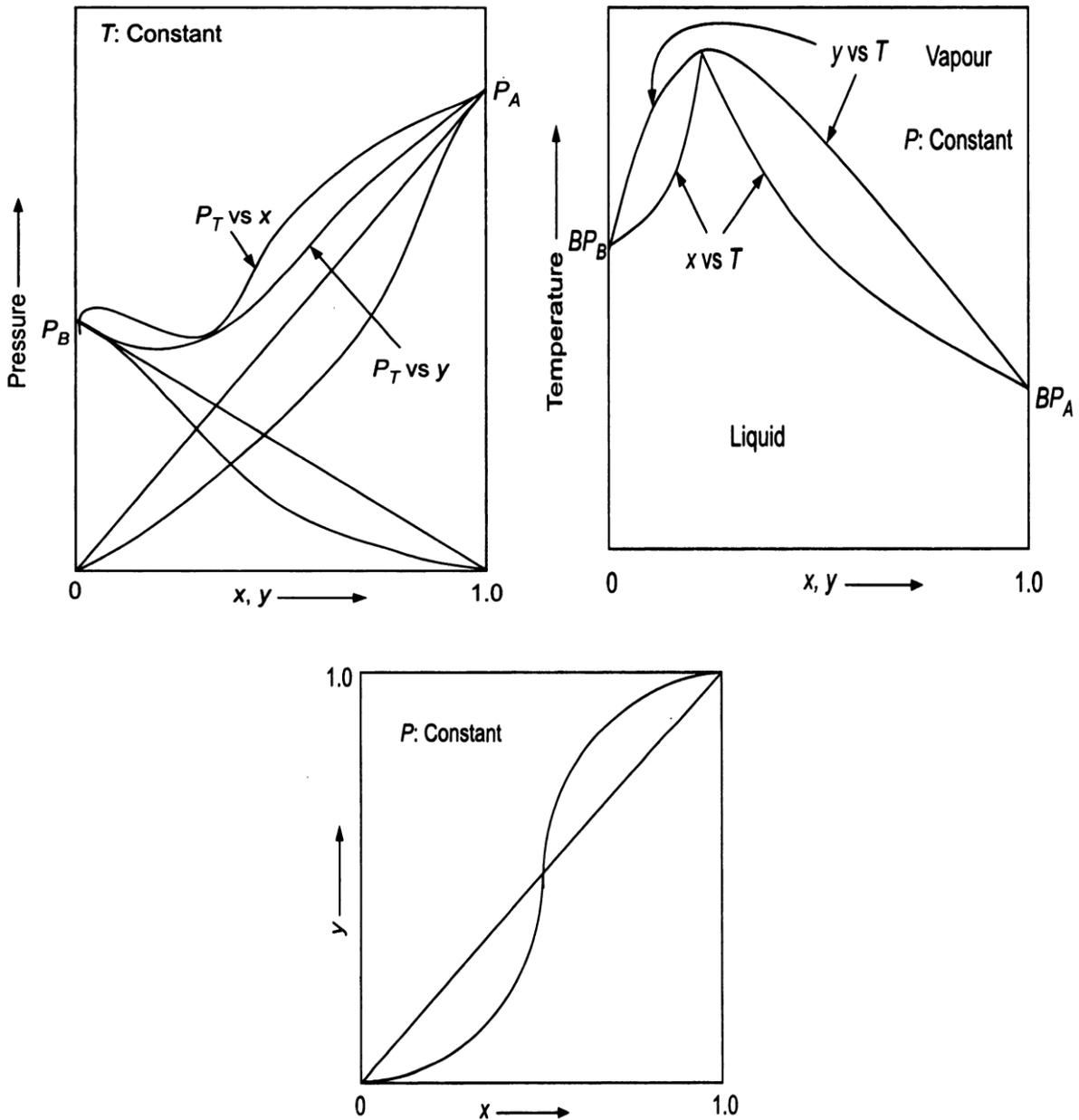


Figure I.7: Mélanges azéotropiques à point d'ébullition maximum

### I.5 Distillation Flash (Vaporisation Flash)

La distillation flash ou distillation à l'équilibre, souvent réalisée comme un processus continu, consiste à vaporiser une fraction définie de l'alimentation sous certaines conditions de température et de pression telles que l'on obtienne un équilibre liquide-vapeur. L'appareil utilisé pour faire le flash est équivalent à un étage théorique. La vaporisation flash est très utilisée, tout particulièrement comme prétraitement des courants avant de les introduire dans les colonnes à distiller.

La distillation flash est une opération de séparation très importante dans l'industrie. Elle permet de séparer les composants d'un mélange liquide de manière simple et efficace.

### I.5.1 Principe de distillation Flash

La figure (I.8) montre le schéma de principe d'une distillation flash. L'alimentation est généralement pompée à travers un réchauffeur et pénètre dans l'appareil à travers une vanne où la pression est réduite. L'appareil est essentiellement un séparateur dans lequel le liquide et la vapeur produits par la réduction de la pression ont suffisamment de temps pour atteindre l'équilibre liquide-vapeur. La vapeur est extraite du haut du séparateur et est généralement ensuite condensée, tandis que le liquide sort par le bas

La distillation flash est un procédé simple et peu coûteux à mettre en œuvre. Elle est également très efficace pour séparer les composants d'un mélange binaire. Cependant, la distillation flash est moins efficace pour séparer les composants d'un mélange multi-constituant. En effet, la fraction de liquide vaporisée lors de la détente dépend de la composition du mélange. Il est donc difficile de séparer complètement les différents composants d'un mélange multi-constituant en une seule étape de distillation flash.

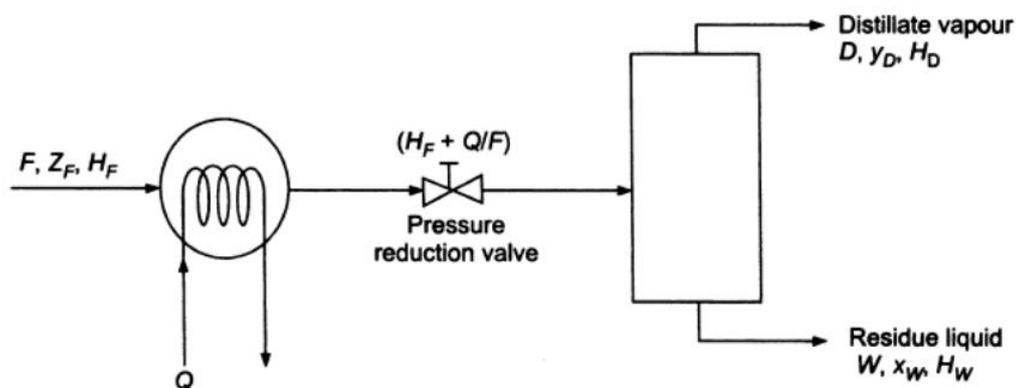


Figure I.8 : Distillation Flash

### I.5.2 Modes de distillation flash

On distingue trois modes de fonctionnement de la distillation flash :

- La distillation flash isotherme** : le mélange à l'alimentation est liquide puis passe dans un échangeur de chaleur où il est partiellement vaporisé pour être par la suite séparé dans le séparateur.
- La distillation flash adiabatique** : le mélange à l'alimentation est liquide sous pression puis détendu dans une vanne, la chute de pression provoque une vaporisation partielle du mélange qui sera séparé dans le séparateur.
- La distillation flash par condensation partielle** : le mélange à l'alimentation est vapeur qui passe par un condenseur partiel. A sa sortie on récupère un mélange liquide-vapeur qui sera séparé dans le séparateur.

### I.5.3 Bilan de matière pour un système binaire

Considérez une alimentation à un débit  $F$  (moles par heure), contenant le constituant le plus volatil avec une composition de  $z_F$  et une enthalpie de  $h_F$  entrant dans un préchauffeur. Supposons que la chaleur ajoutée dans le préchauffeur soit  $Q$ . Le mélange entre ensuite dans séparateur flash où un distillat part à un débit de  $V$  (ou  $D$ ) (moles par heure) avec une composition  $y$  et une enthalpie

de  $H_V$  (par mole de distillat). Le résidu part à un débit  $L$  (ou  $W$ ), avec une composition  $x$  et une enthalpie de  $H_L$  (par mole de résidu). L'ensemble du processus est illustré dans la figure I.8.

Les bilans de matière total et partiel et le bilan énergétique, en régime permanent, sont :

*Bilan matière total :* 
$$F = L + V$$

*Bilan matière par rapport le constituant le plus volatil :* 
$$F z_F = L y + V x$$

*Bilan énergétique :*

$$F h_F + Q = L h_L + V H_V$$

En résolvant les deux équations des bilans de matière total et partiel, on obtient l'équation :

$$y = \frac{L}{V} x + \frac{F}{V} z_F$$

On définit le taux de vaporisation (fraction vaporisée) par :  $\Psi = \frac{V}{F}$

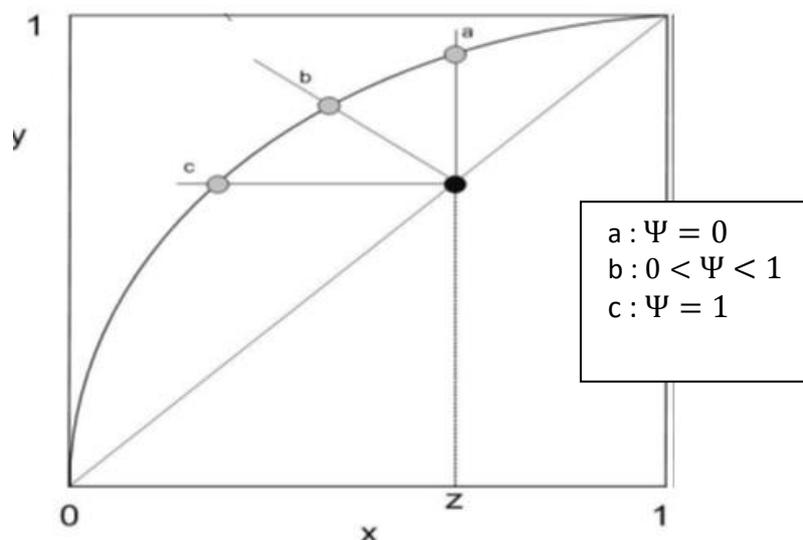
Donc

$$y = -\left(\frac{1-\Psi}{\Psi}\right) x + \frac{1}{\Psi} z_F$$

Cette équation est une droite opératoire de pente  $\left(-\frac{1-\Psi}{\Psi}\right)$ , passant par le point  $(z_F, z_F)$  et le point  $(x, y)$ . Comme fractions  $(x, y)$  en sortie du séparateur vérifient la relation d'équilibre thermodynamique, pour trouver graphiquement les compositions de sortie, il suffit de déterminer l'intersection de la courbe d'équilibre avec la droite opératoire (Figure I.9).

Si  $\Psi = 0$  ( $V = 0$ ), la pente de la droite opératoire est infinie. La droite opératoire est alors une verticale et correspond au cas où l'alimentation  $F$  est à son point de bulle (liquide saturé).

Si  $\Psi = 1$  ( $V = F$ ), La pente de la droite opératoire est nulle. La droite est alors une horizontale et correspond au cas où l'alimentation est une vapeur saturée (à son point de rosée).



**Figure I.9 :** Résolution graphique de la distillation flash d'un mélange binaire

### I.5.4 Cascades de séparation flash

En général, la séparation obtenue à l'issue d'une opération flash est insuffisante. Il est possible de poursuivre cette séparation en soumettant chacun des courants de sortie de ce premier flash à une deuxième séparation flash et ainsi de suite comme représenté sur la figure I.10a. Entre chaque séparateur flash, il faut cependant prévoir soit la compression de la vapeur ou la détente du liquide afin de permettre l'obtention d'un nouvel équilibre liquide-vapeur. Ce mode de fonctionnement n'est cependant pas très intéressant car plusieurs courants de compositions différentes sont produits ( $V_1, L_1, L_2, V_4, V_5, L_5$ .)

Pour éviter ce problème, on peut recirculer les courants liquide ou vapeur comme indiqué sur la figure I.10b et récupérer uniquement une vapeur  $V_1$  riche en produit le plus volatil et un liquide  $L_5$  riche en produit le plus lourd. Une bonne séparation peut ainsi être obtenue avec une telle opération en cascade mais celle-ci est rarement mise en œuvre industriellement en raison des coûts des compresseurs.

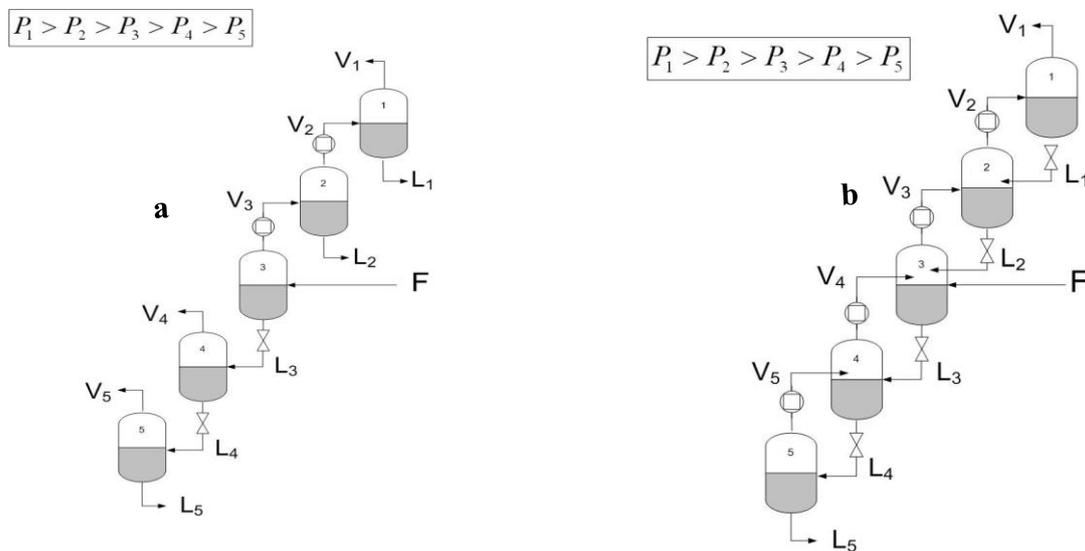
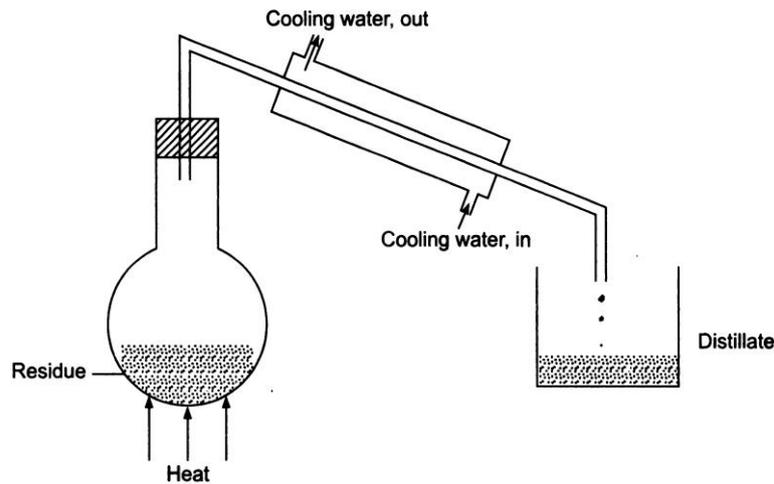


Figure I.10 : Cascade de flash. a : co-courant ; b : contre-courant

### I.6 Distillation différentielle

La distillation différentielle, également appelée distillation simple, est une technique de séparation des composants d'un mélange liquide en fonction de leurs températures d'ébullition. C'est l'une des formes de distillation les plus simples et les plus couramment utilisées, notamment en laboratoire et dans diverses industries.

Le principe de la distillation différentielle est simple : le mélange liquide est chauffé dans un ballon jusqu'à ce que le composant le plus volatil commence à bouillir. La vapeur du composant le plus volatil est ensuite condensée dans un réfrigérant et collectée dans un récipient séparé. Le processus est poursuivi jusqu'à ce que tout le composant le plus volatil ait été distillé (figure II.4).



**Figure I.11** : Distillation différentielle

Cependant, la distillation simple a ses limites. Elle peut être inefficace pour les mélanges azéotropiques, où les composants ont des températures d'ébullition très similaires, rendant difficile la séparation complète. Dans de tels cas, d'autres techniques de distillation, telles que la distillation fractionnée, peuvent être utilisées pour obtenir une séparation plus précise.

### I.6.1 Bilan de matière pour un système binaire

Au cours de l'opération, la composition de la vapeur émise par la distillation et celle du liquide restant changent en fonction du temps, l'approche mathématique doit être différentielle.

Soit  $F$  la quantité en kmole du mélange liquide ( $A + B$ ) contenant la fraction molaire  $z_F$  de  $A$  (plus volatile), qui est introduit dans le ballon comme représenté sur la figure I.11. Soit  $D$  la quantité en kmole de distillat et  $W$  la quantité en kmole de liquide résiduel dans le ballon, obtenus à la fin de l'opération. Soit  $y_{\text{davg}}$  et  $x_w$  les fractions molaires de  $A$  dans le distillat et dans le liquide résiduel.

Soit  $L$  la quantité en kmole de liquide dans le ballon, à tout moment, au cours de la distillation, et soit  $x$  la fraction molaire de  $A$  dans le liquide. Soit une quantité  $dD$  du distillat de composition  $y$ , en équilibre avec le liquide, qui est vaporisée. Dans ces conditions, la composition et la quantité de liquide diminuent respectivement de  $x$  à  $x-dx$  et de  $L$  à  $L-dL$ .

Alors, Le bilan matière global à chaque instant est de :

$$L = L - dL + dD$$

$$dL = dD$$

Bilan matière par rapport le constituant le plus volatil :

$$L x = (L - dL)(x - dx) + dD y$$

$$L x = (L - dL)(x - dx) + dL y$$

$$L x = L x - L dx - x dL + dx dL + dL y$$

$dLdx$  est très faible et peut être négligée, donc :

$$0 = -L dx - x dL + dL y$$

$$\frac{dL}{L} = \frac{dx}{y-x}$$

En intégrant l'équation ci-dessus entre deux conditions extrêmes :

$$L=F \quad x=z_F$$

$$L=W \quad x=x_w$$

Alors

$$\int_W^F \frac{dL}{L} = \int_{x_w}^{z_F} \frac{dx}{y-x}$$

$$\text{Ln}\left(\frac{F}{W}\right) = \int_{x_w}^{z_F} \frac{dx}{y-x}$$

Cette équation est connue sous le nom d'équation de Rayleigh. Elle est utilisée pour déterminer  $F$ ,  $W$ ,  $z_F$  ou  $x_w$  lorsque trois de ces données sont connues. L'intégrale  $\int_{x_w}^{z_F} \frac{dx}{y-x}$  doit être évaluée graphiquement ou numériquement.

Au cours de la distillation, bien que la température dans le ballon augmente, la volatilité relative ne change pas beaucoup et une volatilité moyenne  $\alpha$  peut donc être utilisée, sur la plage de concentration concernée, ce qui rend possible l'intégration directe de l'équation  $\int_{x_w}^{z_F} \frac{dx}{y-x}$  et permet d'éviter l'intégration graphique.

La relation entre la composition de la vapeur ( $y$ ) et celle du liquide ( $x$ ), à l'équilibre, en termes de volatilité relative, est la suivante :

$$y = \frac{\alpha \cdot x}{1 + (\alpha - 1) \cdot x}$$

On peut donc substituer  $y$  de l'équation ci-dessus à l'équation de Rayleigh, donc

$$\text{Ln}\left(\frac{F}{W}\right) = \int_{x_w}^{z_F} \frac{dx}{\frac{\alpha \cdot x}{1 + (\alpha - 1) \cdot x} - x}$$

En l'intégrant, nous obtenons :

$$\text{Ln} \frac{F}{W} = \frac{1}{\alpha - 1} \left[ \text{Ln} \frac{z_F}{x_w} - \alpha \text{Ln} \frac{1 - z_F}{1 - x_w} \right]$$

L'équation ci-dessous peut être arrangée sous une autre forme utile, à savoir :

$$\text{Ln} \frac{F z_F}{W x_w} = \alpha \text{Ln} \frac{F (1 - z_F)}{W (1 - x_w)}$$

$$\frac{F z_F}{W x_w} = \left[ \frac{F (1 - z_F)}{W (1 - x_w)} \right]^\alpha$$

Cette équation est très utile pour l'estimation de la quantité de résidus (ou de la quantité à distiller) dans le cas de systèmes à volatilité relative constante. Elle est également utilisée pour l'estimation de la volatilité relative de ces systèmes.

## I.7 Distillation d'un mélange binaire

La distillation continue en plusieurs étages, également appelée rectification ou fractionnement, est l'un des procédés de séparation les plus fréquemment utilisés dans l'industrie chimique et les industries connexes.

La rectification est utilisée pour purifier un mélange de liquides en séparant ses composants en fonction de leurs températures d'ébullition. Elle est basée sur le principe de la distillation simple, mais elle utilise une colonne de fractionnement pour augmenter la pureté des fractions distillées.

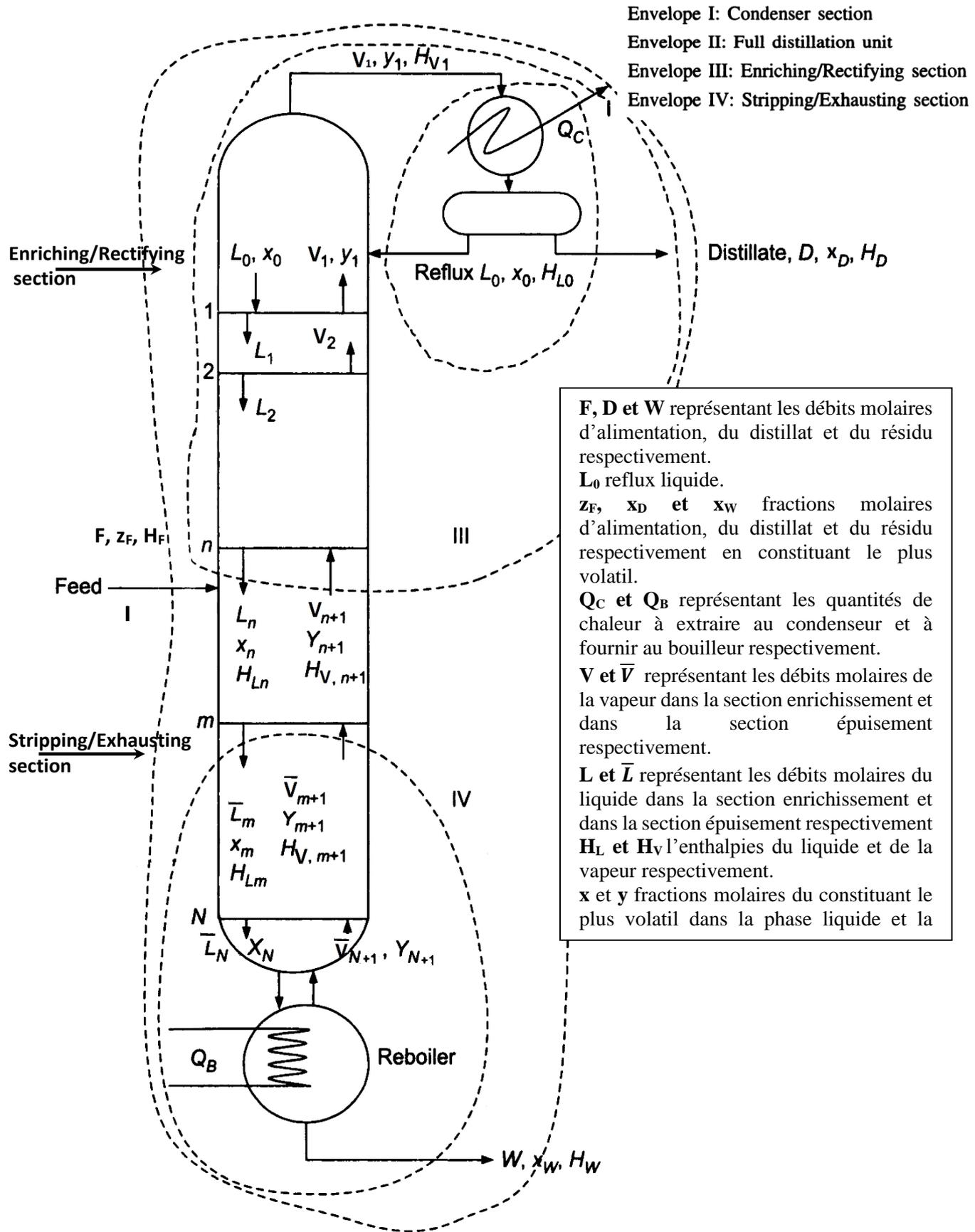
Il est possible d'utiliser une colonne à garnissage ou à plateaux, le choix dépendant de plusieurs facteurs. Dans cette section, nous examinerons les principes de base de la conception d'une colonne à plateaux pour la distillation d'un mélange binaire.

### I.7.1 Description d'une colonne de rectification en continue

Une colonne de distillation (rectification) est constituée de trois parties principales (figure I.12) :

1. Le bouilleur « B », situé en bas, qui a pour rôle de générer de la vapeur. Cette dernière est remonte de en haut dans la colonne (ou système de mise en contact).
2. Un condenseur « C », situé en tête, permettant de condenser les vapeurs émises par l'organe de vaporisation « B ». Les condensats ainsi obtenus sont en partie renvoyés dans la colonne, constituant le reflux ( $L_0$  en mol/h), et croisent les vapeurs remontant le long de la colonne. Le condensat restant constitue intégralement le Distillat « D ».
3. La colonne ou le système de mise en contact intime des courants liquide et vapeur générés par le condenseur et le bouilleur. Ce contact permet de réaliser une succession d'équilibres liquide vapeur : Cette opération permet de séparer le mélange de constituants de l'alimentation « F », en un Distillat « D » riche en constituant le plus volatil, et un résidu « W » appauvri en constituant le plus volatil.

En rectification continue, l'alimentation (la charge) est introduite en continu entre les zones de rectification et d'épuisement.



**F, D et W** représentant les débits molaires d'alimentation, du distillat et du résidu respectivement.  
**L<sub>0</sub>** reflux liquide.  
**z<sub>F</sub>, x<sub>D</sub> et x<sub>W</sub>** fractions molaires d'alimentation, du distillat et du résidu respectivement en constituant le plus volatil.  
**Q<sub>C</sub> et Q<sub>B</sub>** représentant les quantités de chaleur à extraire au condenseur et à fournir au bouilleur respectivement.  
**V et  $\bar{V}$**  représentant les débits molaires de la vapeur dans la section enrichissement et dans la section épuisement respectivement.  
**L et  $\bar{L}$**  représentant les débits molaires du liquide dans la section enrichissement et dans la section épuisement respectivement  
**H<sub>L</sub> et H<sub>V</sub>** l'enthalpies du liquide et de la vapeur respectivement.  
**x et y** fractions molaires du constituant le plus volatil dans la phase liquide et la

Figure I.12 : Colonne de Rectification

La section située au-dessus du plateau d'alimentation est appelée section de rectification, dans laquelle la vapeur est lavée pour éliminer les composants les moins volatils, le liquide étant renvoyé dans la colonne par le haut (reflux). La section de rectification est également appelée section d'enrichissement, car l'alimentation est enrichie dans cette section, ce qui fait que le produit/distillat de tête est plus riche en composants plus volatils que l'alimentation. La partie en dessous du plateau d'alimentation, y compris le plateau d'alimentation, est appelée la section de stripping (épuisement) où le liquide est débarrassé du composant plus volatil par la vapeur ascendante.

On sait maintenant que la colonne est parcourue, à contre-courant, par les débits de liquide descendant et de vapeur ascendant. Ce contact entre le liquide et la vapeur, qui génère l'équilibre entre ces deux phases (étage théorique), peut être assuré par des colonnes à plateaux ou à garnissage.

Les courants liquides et vapeurs qui sortent du même plateau, soit le plateau n sont en équilibre et auront le même indice, ainsi la vapeur  $V_n$  de composition  $y_n$  et le liquide  $L_n$  ayant une composition  $x_n$  sont en équilibre, par contre le courant vapeur  $V_{n+1}$  de composition  $y_{n+1}$  ascendant venant du plateau n+1 et le liquide  $L_{n-1}$  de composition  $x_{n-1}$  descendant venant du plateau n-1 se croisent sur le plateau n ne sont pas en équilibre comme montré sur la figure (I.13).

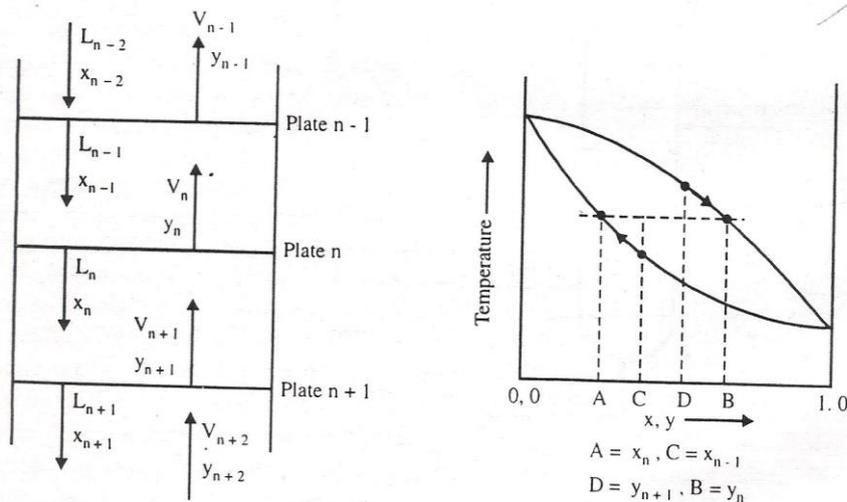


Figure I.13: Schéma des courants sortant et entrant au plateau n

### I.7.2 Bilans de matières et énergétique

La détermination du nombre d'étages se base sur les équations d'état stationnaire et des bilans de matière et énergétique sur les zones illustrées dans la Figure I.12. Un indice est utilisé avec les termes de débit, d'enthalpie et de composition pour indiquer le plateau d'origine.

On définit le taux de reflux R (aussi appelé le taux de reflux externe) comme suit :

$$R = \frac{L_0}{D} \Rightarrow L_0 = R D$$

Considérons l'enveloppe 1 (contenant le condenseur) de la figure I.12, les bilans de matière et énergétique sont les suivants :

Bilan de matière global :  $V_1 = L_0 + D \Rightarrow V_1 = D(R + 1)$

Bilan de matière partiel (par rapport le constituant le plus volatil) :

$$V_1 y_1 = L_0 x_0 + D x_D$$

Bilan énergétique :  $V_1 H_{V1} = L_0 H_{L0} + D H_D + Q_C$

La quantité chaleur du condenseur  $Q_C$  peut être calculée à partir de l'équation suivante :

$$Q_C = D[(R + 1)H_{V1} - R H_{L0} - H_D] = D(R + 1)\Delta H^{vap}$$

Considérons maintenant **l'enveloppe 2**, qui contient la colonne entière, le condenseur et le rebouilleur, on obtient :

Bilan de matière global :  $F = D + W$

Bilan de matière partiel (par rapport le constituant le plus volatil) :

$$F z_F = D x_D + W x_W$$

Bilan énergétique :  $FH_F + Q_B = DH_D + W H_W + Q_C$

A partir des bilans global et partiel, on peut écrire

$$F z_F = D x_D + (F - D) x_W$$

$$\Rightarrow \frac{D}{F} = \frac{z_F - x_W}{x_D - x_W}$$

De même, on peut démontrer que :

$$\frac{W}{F} = \frac{z_F - x_D}{x_W - x_D}$$

**Enveloppe 3** (la zone de rectification), Les équations du bilan de matière et du bilan énergétique sont les suivantes :

Bilan de matière global :  $V_{n+1} = L_n + D$

Bilan de matière partiel (par rapport le constituant le plus volatil) :

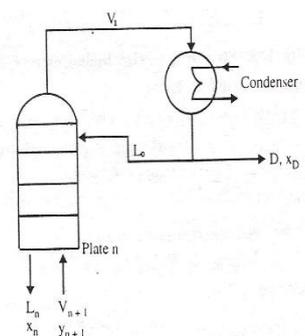
$$V_{n+1} y_{n+1} = L_n x_n + D x_D$$

Bilan énergétique :  $V_{n+1} H_{Vn+1} = L_n H_{Ln} + D H_D + Q_C$

D'après les bilans de matière, on obtient :

$$y_{n+1} = \frac{L_n}{V_{n+1}} x_n + \frac{D}{V_{n+1}} x_D$$

$$\Rightarrow y_{n+1} = \frac{L_n}{L_n + D} x_n + \frac{D}{L_n + D} x_D$$



Cette équation est connue sous le nom de droite opératoire de la section de rectification.

**Enveloppe 4** (la zone d'épuisement) donne :

$$\text{Bilan de matière global : } \bar{L}_m = \bar{V}_{m+1} + W$$

Bilan de matière partiel (par rapport le constituant le plus volatil) :

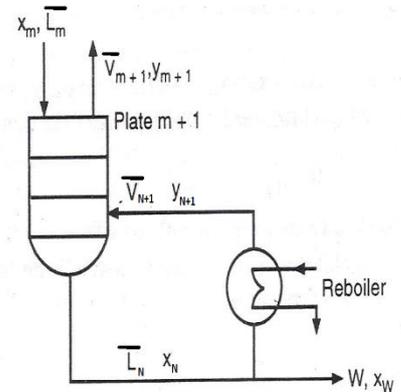
$$\bar{V}_{m+1} y_{m+1} = \bar{L}_m x_m - W x_w$$

$$\text{Bilan énergétique : } \bar{L}_m H_{Lm} + Q_B = \bar{V}_{m+1} H_{Vm+1} + W H_W$$

D'après les bilans de matière, on peut écrit :

$$y_{m+1} = \frac{\bar{L}_m}{\bar{V}_{m+1}} x_m - \frac{W}{\bar{V}_{m+1}} x_w$$

$$\Rightarrow y_{m+1} = \frac{\bar{L}_m}{\bar{L}_m - W} x_m - \frac{W}{\bar{L}_m - W} x_w$$



Cette équation est la droite opératoire de la section d'épuisement.

Toutes ces équations, ainsi que la relation d'équilibre vapeur-liquide, est utilisé pour déterminer le nombre de plateaux théoriques nécessaires pour obtenir un degré de séparation spécifié de l'alimentation. De nombreuses méthodes et stratégies de calcul ont été mises au point pour déterminer le nombre des étages théoriques d'une colonne de distillation, on peut citer :

- Méthode McCabe-Thiele
- Méthode Lewis-Sorel
- Méthode Ponchon-Savarit

### I.7.3 Méthode McCabe-Thiele

McCabe et Thiele (1925) ont été développé une méthode graphique approximative pour combiner la courbe d'équilibre vapeur-liquide pour un système binaire avec les droites opératoires pour les sections de rectification et d'épuisement d'une colonne afin d'estimer, pour un mélange d'alimentation donné et une pression de fonctionnement de la colonne, le nombre de plateaux théoriques et la quantité de reflux nécessaires pour obtenir un degré de séparation souhaité de l'alimentation.

La méthode McCabe-Thiele est largement utilisée, car elle est simple à comprendre et à utiliser. Elle est également utile pour visualiser le processus de distillation et pour comprendre les paramètres qui affectent le nombre de plateaux théoriques requis.

#### I.7.3.1 Hypothèse de Lewis

La méthode McCabe-Thiele est basée sur le fait que, par approximation, les droites opératoires sur le diagramme x-y peuvent être considérées comme des droites pour chaque section d'une colonne de distillation.

Les hypothèses simplificatrices de Lewis vont permettre de simplifier les expressions des équations des droites opératoires. Ces hypothèses, connues en anglais sous le terme "constant molal overflow assumptions" sont les suivantes :

1. Les deux composants ont des chaleurs latentes molaires de vaporisation égales et constantes.
2. Les changements d'enthalpie sensible et la chaleur de mélange sont négligeables par rapport aux chaleurs latentes de vaporisation.
3. Les pertes de chaleur sont négligeables (système adiabatique).
4. La pression est uniforme dans toute la colonne (chute de pression négligeable).

Ces hypothèses conduisent à la condition de débit molaire constant. Pour un débit molaire constant, l'analyse d'une colonne de distillation est fortement simplifiée car il n'est pas nécessaire de considérer les bilans énergétiques dans les sections de rectification ou de stripping ; seuls des bilans de matière et une courbe d'équilibre vapeur-liquide sont nécessaires.

Donc, 
$$L_0 = L_1 = L_2 = \dots = L_n = L \text{ et } V_0 = V_1 = V_2 = \dots = V_n = V$$

$$\bar{L}_m = \bar{L}_{m+1} = \dots = \bar{L}_N = \bar{L} \text{ et } \bar{V}_{m+1} = \dots = \bar{V}_{N+1} = \bar{V}$$

### a. Section de rectification

Les équations représentent les bilans de matière global et partiel du composant A sur la section de rectification est réécrite ci-dessous. Le reflux est supposé être à son point de bulle.

$$V = L + D$$

$$V y_{n+1} = L x_n + D x_D$$

$$\Rightarrow y_{n+1} = \frac{L}{V} x_n + \frac{D}{V} x_D$$

Le taux de reflux (ou taux de reflux externe) :  $R = \frac{L_0}{D} = \frac{L}{D} \Rightarrow \frac{V}{D} = R + 1$

Le taux de reflux interne est  $\frac{L}{V} = \frac{R}{R+1}$

$$\Rightarrow y_{n+1} = \frac{L/D}{V/D} x_n + \frac{D/D}{V/D} x_D \Rightarrow y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_n + \frac{x_D}{R+1}$$

Ceci est l'équation d'une droite sur le diagramme x-y avec une pente  $R/(R+1)$  et une ordonnée à l'origine  $x_D/(R+1)$  sur l'axe des y.

La droite opératoire passe par le point  $(x_D, x_D)$ , qui est un point sur la diagonale (figure I.14), et le point  $(0, x_D/(R+1))$ .

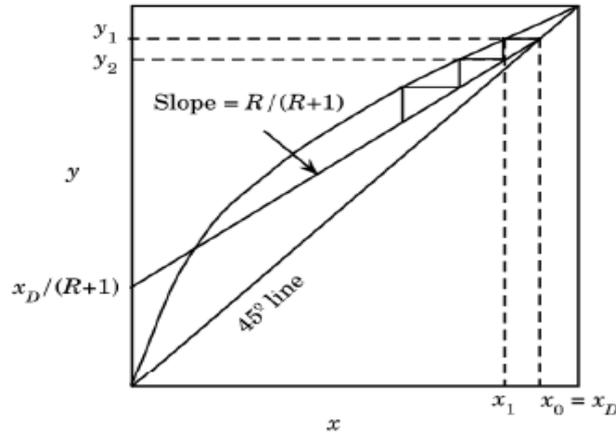


Figure I.14 : La droite opératoire de la section de rectification

**b. Section d'épuisement**

Le bilan matière du composant A sur la zone d'épuisement peut être réécrit comme suit :

$$\begin{aligned} \bar{L} &= \bar{V} + W \\ \bar{V} y_{m+1} &= \bar{L} x_m - W x_w \\ \Rightarrow y_{m+1} &= \frac{\bar{L}}{\bar{V}} x_m - \frac{W}{\bar{V}} x_w \end{aligned}$$

La vapeur quittant le rebouilleur partiel est supposée en équilibre avec le produit liquide de fond (résidu). Le rebouilleur partiel agit donc comme une étage théorique supplémentaire.

De la même manière que le taux de reflux défini pour la section d'épuisement, on peut définir une quantité appelée le taux de rebouillage (the boil-up ratio),  $v_B$ , pour la section d'épuisement.

$$\begin{aligned} v_B &= \frac{\bar{V}}{W} \\ \Rightarrow \frac{\bar{L}}{\bar{V}} &= \frac{\bar{V} + W}{\bar{V}} = \frac{v_B + 1}{v_B} \\ \frac{W}{\bar{V}} &= \frac{1}{v_B} \end{aligned}$$

Donc, la droite opération pour la section d'épuisement devient :

$$\Rightarrow y_{m+1} = \frac{v_B + 1}{v_B} x_m - \frac{x_w}{v_B}$$

Cette droite opératoire, de pente  $\frac{v_B+1}{v_B}$ , passe par les points  $(x_w, x_w)$ , qui se situe sur la diagonale (figure I.15), et le point  $(0, -\frac{x_w}{v_B})$ .

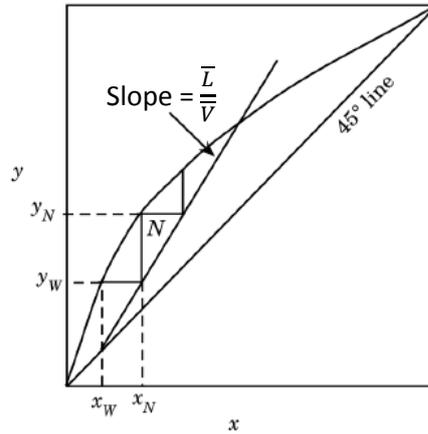


Figure I.15 : La droite opératoire de la section d'épuisement

**I.7.3.2 Bilan sur le plateau d'alimentation**

Jusqu'à maintenant, la construction de McCabe-Thiele n'a pas pris en compte l'alimentation de la colonne. Lors de la détermination de la droite opératoire pour les sections de rectification et de stripping, il est très important de noter que, bien que  $x_D$  et  $x_W$  peuvent être sélectionnés indépendamment,  $R$  et  $v_B$  sont liés par la condition thermodynamique de l'alimentation.

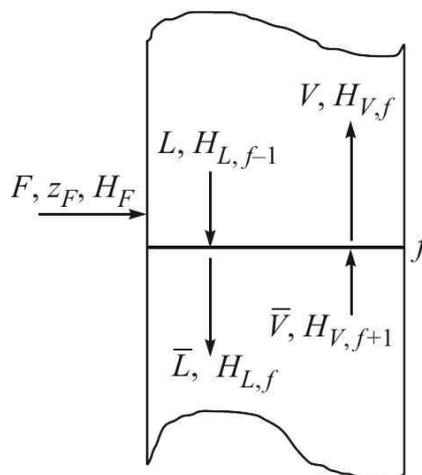
Sur le plateau d'alimentation, la redistribution du courant d'alimentation dépend de ses conditions thermodynamiques par rapport à celles du plateau. Le tableau suivant résumé les différentes situations possibles :

**Tableau I.2 : L'état thermodynamique de la charge**

La charge	Représentation
La charge est introduite à l'état liquide son point d'ébullition (ou point de bulle), l'alimentation est sous forme d'un liquide saturé ( $T_F = T_B$ )	
La charge est introduite à l'état vapeur son point de rosé, l'alimentation est sous forme d'un vapeur saturé ( $T_F = T_r$ )	
La charge sous forme d'un mélange vapeur-liquide. $F = L_F + V_F$ $\bar{L} = L + L_F$ $V = \bar{V} + V_F$	

<p>La charge est un liquide sous refroidie</p>	
<p>La charge est une vapeur surchauffée</p>	

Considérons la section de la colonne au niveau du plateau où l'alimentation est introduite. Les quantités de liquide et de vapeur changent à ce plateau selon l'état de l'alimentation. Nous allons maintenant écrire les équations du bilan matière et énergie sur le plateau où l'alimentation est introduite. Désignons ce plateau par le suffixe "f".



**Figure I.16** : Plateau d'alimentation

Bilan de matière global :  $F + L + \bar{V} = \bar{L} + V$

Bilan énergétique :  $F H_F + L H_{L,f-1} + \bar{V} H_{V,f+1} = \bar{L} H_{L,f} + V H_{V,f}$

Les vapeurs et les liquides à l'intérieur de la colonne sont tous saturés, et les enthalpies molaires du liquide et de la vapeur à cette section sont essentiellement identiques puisque les changements de température et de composition sur un plateau sont faibles.

Donc,  $H_{L,f-1} = H_{L,f} = H_L$  et  $H_{V,f+1} = H_{V,f} = H_V$

Le bilan énergétique devient :

$$F H_F + L H_L + \bar{V} H_V = \bar{L} H_L + V H_V$$

$$(\bar{L} - L) H_L = (\bar{V} - V) H_V + F H_F$$

On a :  $\bar{V} - V = \bar{L} - L - F$

$$\begin{aligned}
 (\bar{L} - L)H_L &= (\bar{L} - L - F)H_V + F H_F \\
 \Rightarrow (\bar{L} - L)(H_L - H_V) &= F (H_F - H_V) \\
 \Rightarrow \frac{\bar{L} - L}{F} &= \frac{H_F - H_V}{H_L - H_V} = \frac{H_V - H_F}{H_V - H_L} = q
 \end{aligned}$$

Avec  $q$  est la fraction de liquide dans l'alimentation.

Ou par le bilan de matière autour de l'étage d'alimentation, on montre que :

$$q = 1 + \frac{\bar{V} - V}{F}$$

L'alimentation peut être introduite dans cinq conditions thermiques différentes, pour chaque condition, la valeur de  $q$  sera différente, comme le montre le tableau suivant :

**Tableau I.3 :** Valeur de  $q$

Condition de la charge	$q$
Liquide sous refroidie ( $T_F < T_{eb}$ )	$>1$
Liquide à son point de bulle ( $T_F = T_{eb}$ )	1
Mélange liquide-vapeur ( $T_{eb} < T_F < T_r$ )	$L_F/F = 1 - \psi$
Vapeur à son point de rosé ( $T_F = T_r$ )	0
Vapeur surchauffée ( $T_F > T_r$ )	$<0$

Pour déterminer les valeurs de  $q$  pour les cas de l'alimentation liquide sous-refroidis et la vapeur surchauffée, une définition plus générale de  $q$  est appliquée :

$q$ =enthalpie nécessaire pour convertir 1mole de l'alimentation à une vapeur au son point de rosée ( $H_V - H_F$ ) divisé par l'enthalpie de vaporisation de l'alimentation ( $H_V - H_L$ ).

Pour une alimentation liquide sous-refroidie :

$$q = \frac{\Delta H^{vap} + C_{pL}(T_{eb} - T_F)}{\Delta H^{vap}}$$

Pour une alimentation vapeur surchauffée :

$$q = \frac{C_{pV}(T_r - T_F)}{\Delta H^{vap}}$$

Où  $C_{pL}$  et  $C_{pV}$  sont respectivement les capacités thermiques molaires du liquide et de la vapeur,  $\Delta H^{vap}$  est l'enthalpie molaire de vaporisation, et  $T_F$ ,  $T_r$  et  $T_{eb}$  sont respectivement les températures de l'alimentation, du point de rosée et du point de bulle de l'alimentation à la pression de fonctionnement de la colonne.

Considérons les équations des deux droites opératoires et cherchons l'intersection de ces deux droites. Si le point d'intersection est  $(x, y)$ . Il faut résoudre :

$$V y = L x + D x_D$$

$$\bar{V} y = \bar{L} x - W x_w$$

En soustrayant les équations ci-dessus, On obtient :

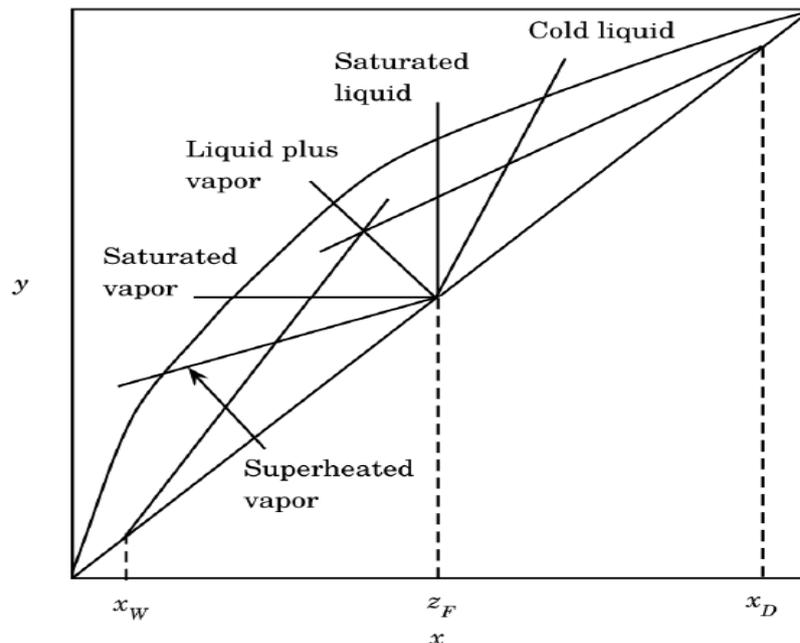
$$(\bar{V} - V)y = (\bar{L} - L)x - (D x_D + W x_w) = (\bar{L} - L)x - F z_F$$

$$\Rightarrow y = \frac{(\bar{L} - L)}{(\bar{V} - V)} x - \frac{F}{(\bar{V} - V)} z_F$$

$$\Rightarrow y = \frac{q}{q - 1} x - \frac{z_F}{q - 1}$$

L'équation ci-dessus représente une droite opération d'alimentation ("q-line" en anglais) qui passe par le point  $(z_F, z_F)$  sur la diagonale et le point d'intersection des droites d'opération de la section de rectification et de la section d'épuisement. La pente de la droite d'alimentation est  $q/(q - 1)$ , où  $q$  est la qualité de l'alimentation.

La figure I.17 montre les différentes pentes possibles de la droite d'alimentation en fonction de l'état de l'alimentation. Une fois la droite opération de la section de rectification et la droite d'alimentation placées, la droite opération de la section d'épuisement est située en traçant une ligne droite du point  $x = y = x_W$  sur la diagonale jusqu'au point d'intersection de la droite d'alimentation et de la droite opération de la section de rectification, comme le montre la figure I.17.



**Figure I.17** : Conditions thermiques sur le plateau d'alimentation

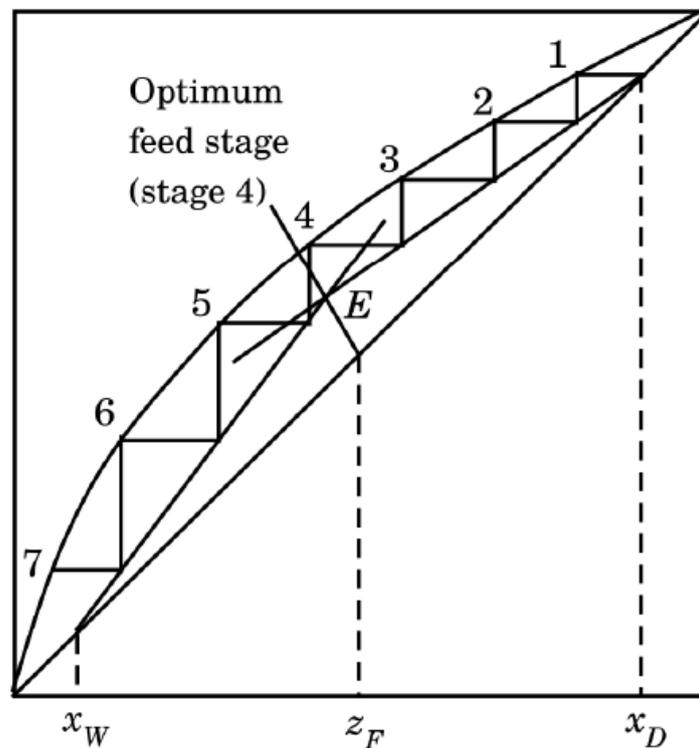
### I.7.3.3 Nombre d'étages théoriques et position de l'étage d'alimentation

La détermination du nombre d'étages théoriques et de la position du plateau d'alimentation est une étape importante de la conception et de l'analyse des colonnes de distillation. Ces facteurs déterminent la taille et le coût de la colonne, ainsi que le rendement et l'efficacité de la distillation. La droite d'alimentation est utile pour simplifier la localisation graphique de la droite opératoire de la section d'épuisement, mais le point d'intersection des deux droites d'opération ne marque pas nécessairement la démarcation entre les sections de rectification et d'épuisement de la colonne. Au contraire, c'est l'introduction de l'alimentation qui régit le passage d'une droite opératoire à l'autre.

Le principe de construction des étages théoriques par la méthode McCabe-Thiele est le suivant ( $z_F, x_D, x_W, q$  et  $R$  (ou  $v_B$ ) sont des variables connues) et montrer par figure I.18:

1. Tracer la courbe d'équilibre liquide-vapeur  $y=f(x)$
2. Fixer les données  $z_F, x_D$  et  $x_W$ .
3. Tracer la droite opératoire de la section de rectification.
4. Tracer la droite d'alimentation.
5. Déduire la droite opératoire de la section d'épuisement.
6. Tracer les étages théoriques entre la courbe d'équilibre et les deux droites opératoires. La construction consiste en un tracé en escalier en partant de  $x_D$  ou  $x_W$ .

7. L'intersection des trois droites opératoires respectivement de rectification, d'alimentation et d'épuisement permet de localiser la position optimale du plateau alimentation.



**Figure I.18** : Nombre d'étages théoriques et position optimale de l'étage d'alimentation

#### I.7.3.4 Conditions limites (Influence du taux de reflux)

Pour une spécification donnée, un taux de reflux peut être choisi entre le minimum,  $R_{\min}$ , et une valeur infinie (reflux total) où toute la vapeur de tête est condensée et renvoyée dans la colonne. Le reflux minimum correspond à un nombre infini d'étages, tandis qu'un taux de reflux infini correspond au nombre minimum d'étages.

##### I.7.3.4.1 Nombre minimum de plateaux (reflux total)

L'opération à reflux total est intéressante pour connaître le nombre minimum de plateaux nécessaires et n'est pas une méthode d'opération pratique car, à reflux total, le taux de produit est nul.

#### a. Graphiquement

Une colonne fonctionnant à reflux total est illustrée à la figure I.19. Dans ce cas, une quantité suffisante de matière est chargée dans une colonne de distillation et la colonne fonctionne sous reflux total. Pendant le fonctionnement de la colonne, les vapeurs qui sortent du sommet sont condensées et renvoyées à la colonne comme reflux. De même, tout le liquide qui va au rebouilleur est vaporisé et est introduit dans la colonne.

Ainsi, dans les conditions de reflux total  $F = 0$ ,  $D = 0$  et  $W = 0$ , donc  $V = L$  sur toute la colonne. Les pentes de deux droites opératoires côté enrichissement et épuisement deviennent égales à l'unité et se confondent à la première bissectrice, la droite opératoire alimentation n'influe plus sur la construction graphique et on obtient le diagramme comme montré sur la figure (I.19) qui lui correspondrait un nombre minimal de plateaux. Le cas présenté sur la figure montre  $N_{\min}$  égale à 4.

Le fonctionnement à reflux total correspond à l'apport maximal de chaleur du rebouilleur et à la capacité de refroidissement du condenseur pour la séparation.

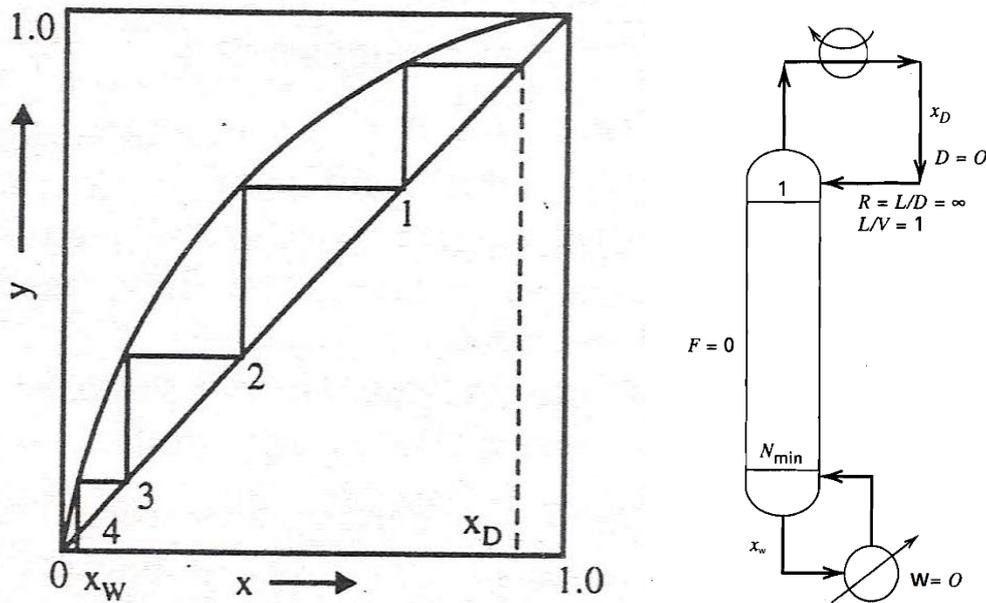


Figure I.19 : Construction graphique à reflux total

**b. Equation de Fenske**

Pour les conditions dans lesquelles la volatilité relative est constante, Fenske a élaboré une équation permettant de calculer théoriquement le nombre minimum de plateaux nécessaires pour une séparation souhaitée. L'équation de Fenske est :

$$N_{min} + 1 = \frac{\ln \left[ \frac{x_D(1 - x_w)}{x_w(1 - x_D)} \right]}{\ln (\alpha_{moy})}$$

Avec :

$N_{min}$  : Nombre minimum de plateaux

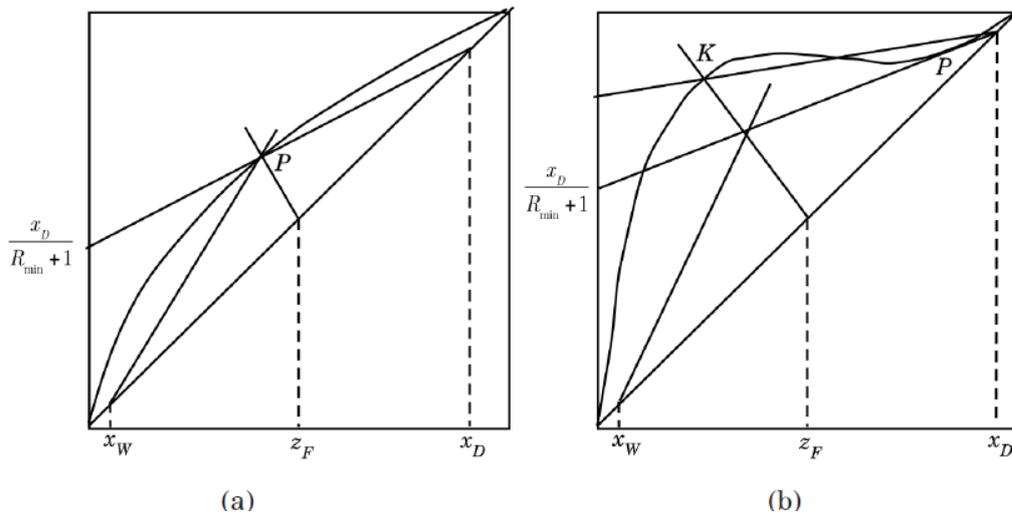
$\alpha_{moy}$  : est la volatilité relative moyenne des deux composés A et B.

**I.7.3.4.2 Taux de reflux minimum**

Le taux de reflux minimum,  $R_{min}$ , est le rapport maximal qui nécessite un nombre infini de plateaux pour la séparation souhaitée, ce qui est économiquement défavorable, et il correspond à une charge thermique minimale du rebouilleur et à une charge de refroidissement minimale du condenseur pour la séparation.

Au reflux total, les droites opératoires des deux sections coïncident avec la diagonale et pour effectuer la séparation souhaitée, le nombre d'étages (plateaux théoriques) requis est minimal. Lorsque le taux de reflux est réduit, l'intersection des deux droites opérations et de la droite d'alimentation s'éloigne de la diagonale et se rapproche de la courbe d'équilibre et le nombre d'étages théoriques requis augmente. Finalement, une condition limite est atteinte lorsque le point d'intersection se trouve sur la courbe d'équilibre, comme le montre la figure I.20.

Pour les mélanges binaires idéaux, le cas typique est illustré à la figure I.20a, où l'intersection, P, se trouve à l'étage d'alimentation. Pour atteindre cet étage à partir de la section de rectification ou de la section d'épuisement, un nombre infini d'étages est nécessaire. Le point P est appelé un point de pincement.



**Figure I.20:** Construction graphique à taux de reflux minimum

Pour un mélange binaire fortement non idéal, le point de pincement peut se produire à un étage au-dessus ou au-dessous de l'étage d'alimentation. Un point de pincement au-dessus de l'étage d'alimentation est illustré à la figure I.20b, où la droite opératoire de la section de rectification est tangente à la courbe d'équilibre au point P.

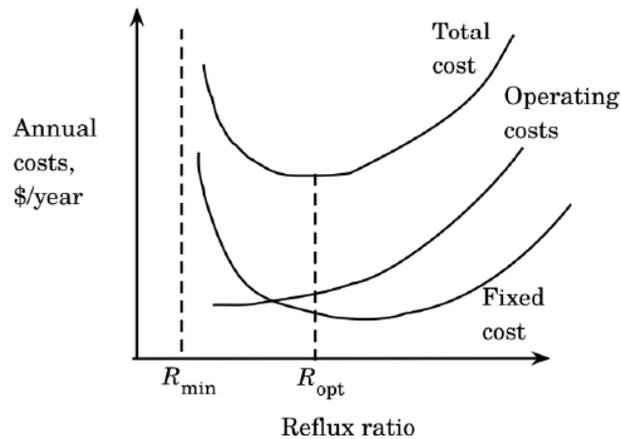
#### I.7.3.4.3 Taux de reflux optimal

Un taux de reflux compris entre le minimum et l'infini permet d'obtenir la séparation souhaitée, le nombre correspondant de plateaux théoriques requis variant de l'infini au minimum. Le taux de reflux à utiliser pour une nouvelle conception doit être optimal, c'est-à-dire celui pour lequel le coût total de l'opération sera le plus bas.

Au rapport de reflux minimum, la colonne nécessite un nombre infini d'étages et, par conséquent, le coût fixe est infini, mais les coûts d'exploitation (chaleur pour le rebouilleur, eau de refroidissement du condenseur, énergie pour la pompe de reflux) sont les plus bas. Lorsque R augmente, le nombre d'étages diminue rapidement, mais le diamètre de la colonne augmente en raison des plus grandes quantités de liquide et de vapeur recyclés par unité de quantité d'alimentation. Le condenseur, le rebouilleur et la pompe de reflux doivent également être plus grands.

Au taux de reflux minimum, la colonne nécessite un nombre infini d'étages et, par conséquent, le coût fixe est infini, mais les coûts d'exploitation (chaleur pour le rebouilleur, eau de refroidissement du condenseur, puissance pour la pompe de reflux) sont les plus bas. Lorsque le taux de reflux augmente, le nombre de plateaux diminue rapidement, mais le diamètre de la colonne augmente en raison des plus grandes quantités de liquide et de vapeur recyclés par unité de quantité d'alimentation. Le condenseur, le rebouilleur et la pompe à reflux doivent également être plus grands.

Les coûts fixes passent donc par une valeur minimale et remontent à l'infini au reflux total. En revanche, les coûts d'exploitation augmentent presque directement avec le taux de reflux. Le coût total, qui est la somme des coûts fixes et des coûts d'exploitation, doit donc passer par un minimum au taux de reflux optimal, comme le montre la figure I.21. Cela se produit fréquemment pour une valeur de  $R = R_{\text{opt}}$  comprise entre  $1.2 R_{\min}$  et  $1.5 R_{\min}$ .



**Figure I.21:** Taux de reflux optimal

#### I.7.3.4.4 Reflux sous-refroidi

La plupart des colonnes de distillation sont conçues de manière à ce que le reflux soit un liquide saturé (à son point de bulle), mais ce n'est pas toujours le cas pour les colonnes dans l'industrie. Le reflux de fonctionnement est souvent un liquide sous-refroidi à la pression de la colonne, le reflux est sous-refroidi pour chacun des trois cas :

- Si le condenseur n'est pas bien conçu
- Si la température du point de bulle du distillat est sensiblement plus élevée que la température de l'eau de refroidissement à l'entrée.
- Si la pression de sortie du condenseur est inférieure à la pression du plateau supérieur de la colonne.

Lorsque le reflux sous-refroidi arrive au plateau supérieur, sa température augmente et provoque la condensation de la vapeur entrant dans le plateau. La chaleur latente de condensation de la vapeur fournit de la chaleur sensible nécessaire pour chauffer le reflux sous-refroidi jusqu'au point de bulle. Ainsi, le débit de vapeur  $V_1$  du plateau supérieur sera inférieur à celui des plateaux inférieurs, et le débit de liquide  $L$  dans la section de rectification sera supérieur au reflux  $L_0$  alimenté à la colonne depuis le condenseur. Par conséquent, le "taux de reflux interne",  $R'$  ( $= L/D$ ), sera supérieur au "taux de reflux externe",  $R$  ( $= L_0/D$ ). Afin de calculer le taux de reflux interne  $R'$ , nous devons connaître le débit de liquide  $L$ .

Dans ce cas, le taux de reflux interne  $R'$  ( $= L/D$ ) dans la section de rectification de la colonne est plus élevé que le taux de reflux externe  $R$  ( $= L_0/D$ ) provenant du condenseur.

La construction McCabe-Thiele doit être basée sur le taux de reflux interne, qui peut être estimé par l'équation suivante, dérivée d'un bilan énergétique approximatif autour du plateau supérieur :

$$R' = R \left[ 1 + \frac{C_{pL}(T_{eb} - T_{Reflux})}{\Delta H^{vap}} \right]$$

Avec

$C_{pL}$  est la chaleur spécifique du reflux en KJ/Kmol K.

$\Delta H^{vap}$  : la chaleur molaire de vaporisation de reflux en KJ/Kmol

$T_{eb}$  : la température d'ébullition

$T_{Reflux}$  : la température de reflux sous-refroidi

L'équation de la droite opératoire de la section de rectification devient :

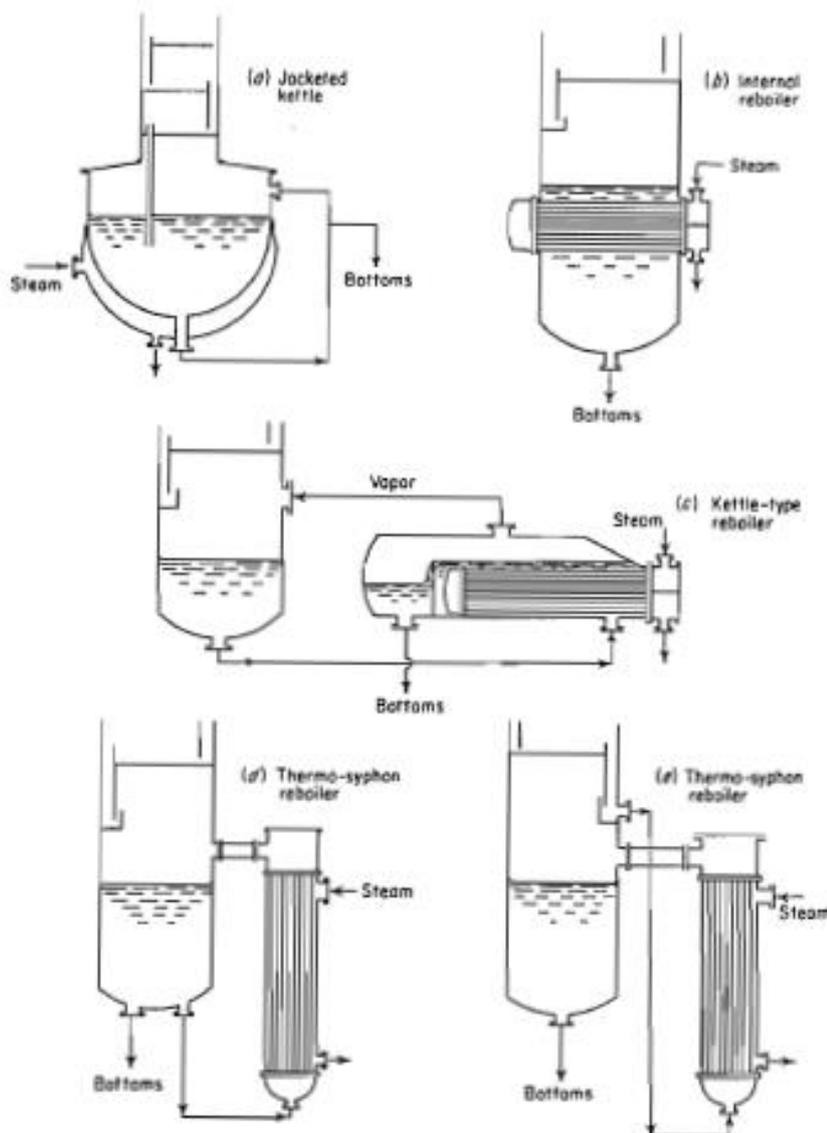
$$y_{n+1} = \frac{R'}{R' + 1} x_n + \frac{x_D}{R' + 1}$$

Le reste de la construction graphique de McCabe-Thiele est identique à ce qui a été décrit précédemment.

#### I.7.4 Rebouilleurs et condenseurs

On dit qu'un rebouilleur est total si toute l'alimentation liquide du rebouilleur est vaporisée. Dans le cas contraire, on dit que le rebouilleur est partiel. Un rebouilleur partiel qui conduit à la formation d'un mélange liquide-vapeur en équilibre est donc équivalent à un étage théorique.

Sur la figure ci-dessous, seul le thermo-siphon (d) est un rebouilleur total (une entrée liquide et une sortie vapeur) et les 4 autres sont des rebouilleurs partiels (une entrée liquide et une sortie liquide + une sortie vapeur).

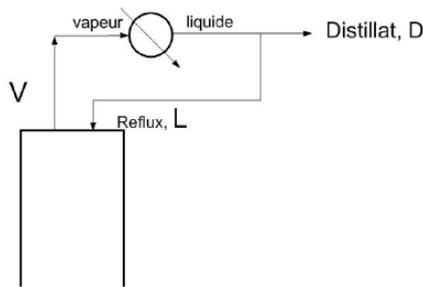


**Figure I.22:** Rebouilleur

De même pour les condenseurs, on distingue :

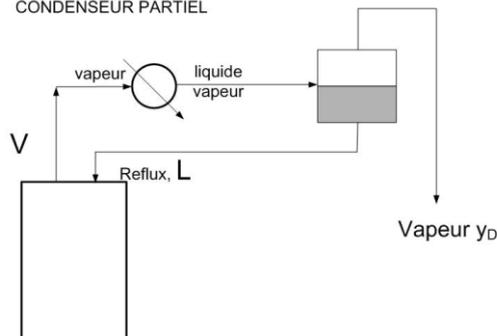
- Le condenseur total qui condense tout le courant vapeur sortant de la colonne

CONDENSEUR TOTAL



- Le condenseur partiel qui conduit à la formation d'un mélange liquide-vapeur en équilibre. Le condenseur partiel est équivalent à un étage théorique.

CONDENSEUR PARTIEL



Dans le décompte des étages à installer dans une colonne à distiller, il faudra penser aux étages théoriques que représentent un rebouilleur partiel et/ou un condenseur partiel.

#### I.7.4.1 Charges du condenseur et du rebouilleur

Après avoir déterminé les conditions d'alimentation, le taux de reflux et le nombre d'étages théoriques par la méthode McCabe-Thiele, on procède à l'estimation des charges thermiques du condenseur et du rebouilleur, qui est la quantité de chaleur qui doit être transférée par le condenseur et le rebouilleur pour atteindre les objectifs de séparation souhaités.

Un bilan énergétique pour l'ensemble de la colonne donne :

$$FH_F + Q_B = DH_D + W H_W + Q_C$$

Le bilan énergétique d'un condenseur total est le suivant :

$$Q_C = D(R + 1)\Delta H^{vap}$$

Avec  $\Delta H^{vap}$  : chaleur molaire moyenne de vaporisation des deux composants à séparer.

Pour un condenseur partiel :

$$Q_C = D R \Delta H^{vap}$$

Pour un rebouilleur partiel :

$$Q_B = W v_B \Delta H^{vap}$$

Lorsque l'alimentation est un liquide saturé et qu'un condenseur total est utilisé, on peut montrer que :

$$W v_B = L + D = D(R + 1)$$

Et

$$Q_C = Q_B$$

Dans le cas où l'alimentation est partiellement vaporisée et le condenseur total, la chaleur requise par le rebouilleur est inférieure au service du condenseur et elle est donnée par la formule suivante :

$$Q_B = Q_C \left[ 1 - \frac{V_F}{D(R + 1)} \right]$$

Si la vapeur saturée est le fluide de chauffage du rebouilleur, le débit de vapeur nécessaire est donné par :

$$m_s = \frac{M_{moy} Q_B}{\Delta H_s^{vap}}$$

Avec  $m_s$  est le débit massique de vapeur ;  $M_{moy}$  la masse moléculaire de la vapeur ;  $\Delta H_s^{vap}$  enthalpie molaire de vaporisation de la vapeur.

Le débit d'eau de refroidissement pour le condenseur est de :

$$m_c = \frac{Q_C}{C_{p_{H2O}} \Delta T}$$

Avec  $m_c$  est débit massique de l'eau de refroidissement ;  $C_{p_{H2O}}$  est chaleur spécifique massique de l'eau.

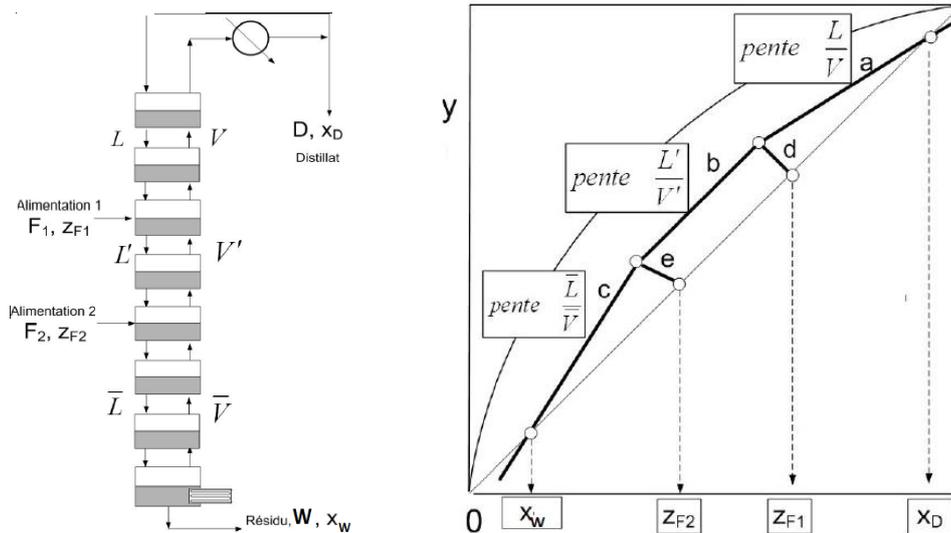
Le coût annuel de la vapeur de rebouilleur pouvant être supérieur d'un ordre de grandeur au coût annuel de l'eau de refroidissement, l'alimentation d'une colonne de distillation est souvent préchauffée et partiellement vaporisée pour réduire  $Q_B$ , par rapport à  $Q_C$ ,

## I.7.5 Situations particulières

### I.7.5.1 Cas de deux alimentations

Souvent on dispose de plusieurs courants de compositions différentes du même mélange binaire. Dans ce cas, plutôt que de mélanger ces deux courants, il peut être très avantageux de les introduire séparément dans la colonne à des étages différents. Le courant le plus riche en produit volatil sera introduit le plus haut dans la colonne. En plus des zones de rectification et d'épuisement, on définit entre les deux alimentations une zone intermédiaire dont les débits des courants liquide et vapeur seront appelés  $L'$  et  $V'$ .

Le principe de la méthode de McCabe et Thiele est identique au cas d'une seule alimentation. Pour chaque alimentation, on va définir la droite d'alimentation correspondante. De plus on va définir une nouvelle droite opératoire dans la zone intermédiaire dont la pente sera ( $L'/V'$ ) (figure I.23).



**Figure I.23 :** Colonne de distillation avec deux alimentations

Chaque droite d'alimentation est cocourante avec les droites opératoires des zones qui lui sont adjacentes.

Dans le cas particulier où  $F_1$  et  $F_2$  seraient respectivement une vapeur saturée et un liquide saturé, on trouve aisément les valeurs de  $V'$  et  $L'$  :

$$V = V' + F_1 \quad L = L'$$

$$\bar{V} = V' \quad \bar{L} = L' + F_2$$

### I.7.5.2 Cas d'un soutirage latéral

En plus du distillat (très concentré en produit volatil), il peut être parfois intéressant de récupérer aussi sur une unité de distillation des fractions de compositions intermédiaires entre celles de l'alimentation et celles du distillat ( $z_F < x_P < x_D$ ).

Sur un étage particulier, il est possible d'y soutirer le liquide présent. Celui-ci peut donc être assimilé à un liquide saturé et note P (figure (I.24)). On a donc :

$$V = V' \quad L' = L - S$$

La construction de McCabe et Thiele est analogue à celle pour plusieurs alimentations, comme montré sur la figure (I.24) où le soutirage est un mélange liquide saturé et l'alimentation est un mélange liquide-vapeur.

Il faut toutefois remarquer que la pente ( $L'/V'$ ) dans la zone intermédiaire est alors plus faible que la pente ( $L/V$ ) de la zone de rectification.

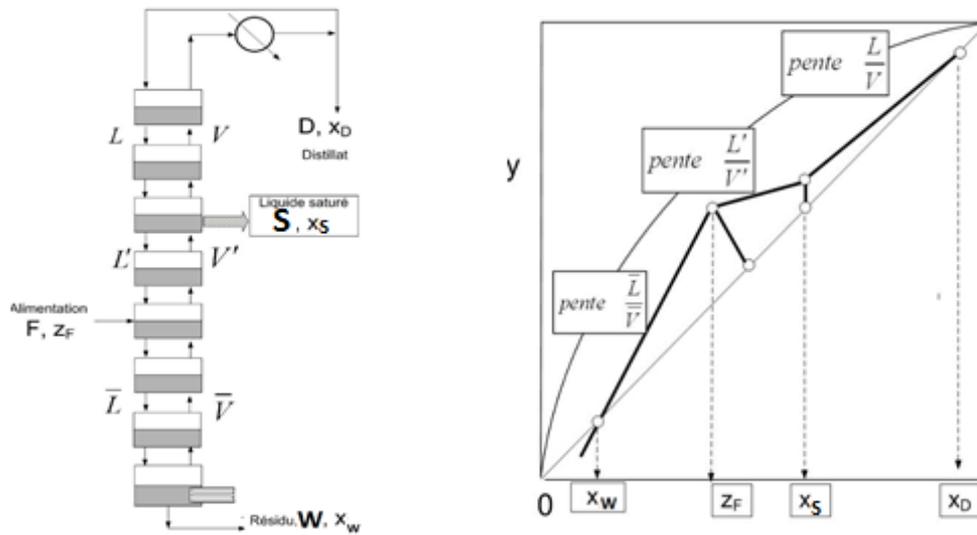


Figure I.24 : Colonne de distillation avec soutirage latéral

**I.7.5.3 Injection d'une vapeur en pied de colonne (Use of Open Steam)**

En général, la chaleur nécessaire à la distillation est fournie par des rebouilleurs (échangeurs de chaleur). Cependant, lorsqu'une solution aqueuse est distillée pour obtenir un soluté non aqueux sous forme de distillat et de l'eau sous forme de résidu, la chaleur requise peut être fournie par l'injection de vapeur d'eau au bas de la colonne. Le rebouilleur n'est pas nécessaire. Cependant, pour un taux de reflux et une composition de distillat donnés, la colonne nécessitera plus de plateaux

Le schéma de principe est illustré à la figure I.25 et le bilan matière global est donné ci-dessous.

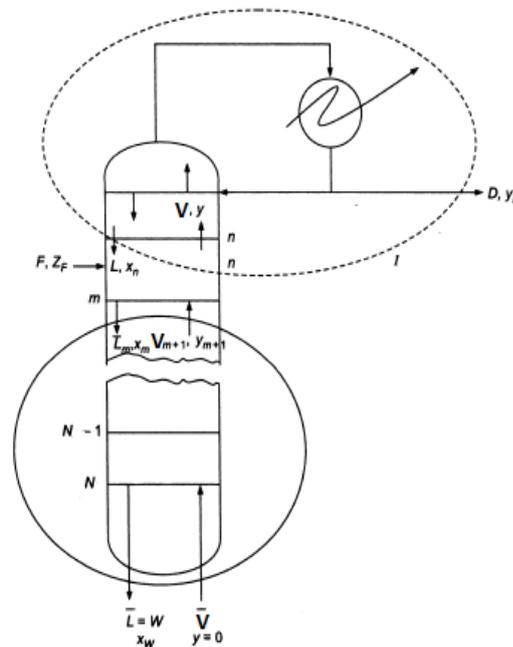


Figure I.25 : Injection d'une vapeur en pied de colonne de distillation

Les bilans matières global et partiel pour la substance la plus volatile sont les suivants

Bilan de matière global :  $F + \bar{V} = D + W$

Bilan de matière partiel :  $F z_F + \bar{V}(y = 0) = D x_D + W x_w$

où  $\bar{V}$  est de mol/h de vapeur d'eau utilisée, supposée saturée à la pression de la colonne. L'équation de la droite opératoire dans la section d'enrichissement est obtenue comme dans le cas de la méthode McCabe-Thiele.

$$\Rightarrow y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_n + \frac{x_D}{R+1}$$

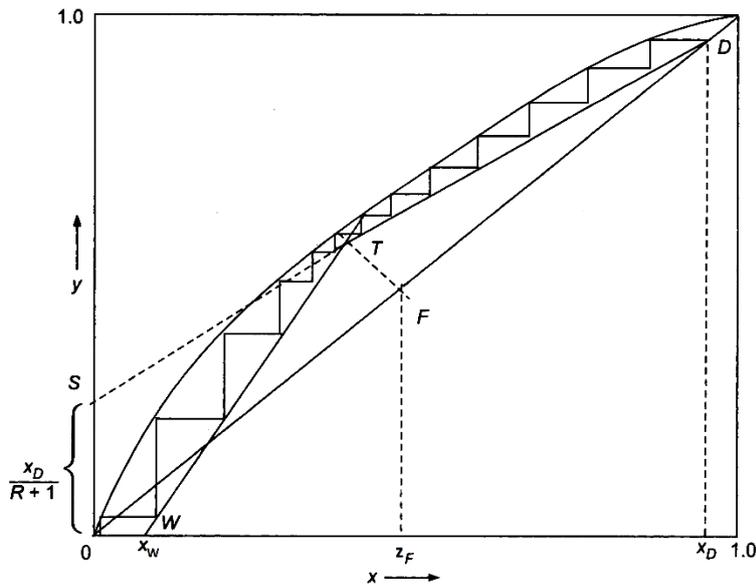
Par contre, Le bilan matière pour le constituant le plus volatil dans la section d'épuisement est le suivant :

$$\bar{L} x_m + \bar{V}(0) = \bar{V} y_{m+1} + W x_w$$

et que  $\bar{L} = W$  dans ce cas :

$$\frac{\bar{L}}{\bar{V}} = \frac{y_{m+1}}{x_m - x_w}$$

La droite d'épuisement passe donc par le point  $(y = 0, x = x_w)$  comme le montre la figure I.26. La construction graphique du plateau doit être poursuivie jusqu'à l'axe des x du diagramme.



**Figure I.26 :** Détermination du nombre des étages dans la distillation à l'injection de vapeur.

Si la vapeur entrant dans la colonne est surchauffée ( $H_v > H_{v,sat}$ ), elle vaporisera le liquide sur le plateau N jusqu'à ce que la vapeur atteigne la saturation ( $H_{v,sat}$ ). Un bilan énergétique donne :

$$\bar{V} = \bar{V}_{N+1} \left[ 1 + \frac{H_{V,N+1} - H_{V,sat}}{\Delta H^{vap}} \right]$$

$$\bar{L} = \bar{V} - \bar{V}_{N+1} + \bar{L}_N$$

Donc, le taux de reflux  $\bar{L}/\bar{V}$  interne peut être calculé.

### I.7.6 Efficacité

Un étage idéal est une abstraction théorique qui permet de modéliser le fonctionnement d'une colonne de distillation. Un étage idéal est caractérisé par le fait que les phases liquide et vapeur qui le quittent sont à l'équilibre. En réalité, les étages d'une colonne de distillation ne sont pas idéaux. Il existe un certain nombre de facteurs qui limitent les performances d'un étage réel, notamment :

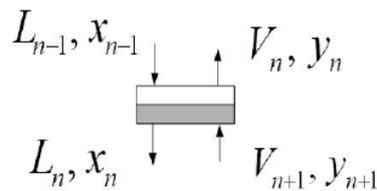
- La vitesse de la vapeur
- La taille du plateau
- La conception du plateau
- Les propriétés du mélange à distiller

L'efficacité du plateau est un indicateur de la proximité entre les performances d'un plateau réel et celles d'un plateau idéal. L'efficacité du plateau est généralement exprimée en pourcentage. Une efficacité du plateau élevée indique que le plateau est efficace pour séparer les composants du mélange.

#### I.7.6.1 Efficacité de Murphree

L'efficacité de Murphree est une mesure de l'efficacité d'un plateau de distillation. Elle est définie comme le rapport entre la variation de la concentration d'un constituant dans la vapeur sortant d'un plateau et la variation de concentration qui aurait été obtenue si le plateau avait fonctionné à l'équilibre.

Considérons un plateau (n) fonctionnant à contre-courant d'une colonne de distillation (figure I.27).



**Figure I.27** : Etage n

Le plateau théorique correspond au cas idéal où les courants qui en sortent,  $V_n$  et  $L_n$ , sont à l'équilibre thermodynamique. Dans des conditions réelles, les courants  $V_n$  et  $L_n$  n'atteignent pas toujours cet équilibre.

L'efficacité de Murphree d'un plateau n en phase vapeur est :

$$E_{MV} = \frac{y_n - y_{n+1}}{y_n^* - y_{n+1}} = \frac{\overline{EF}}{\overline{EG}}$$

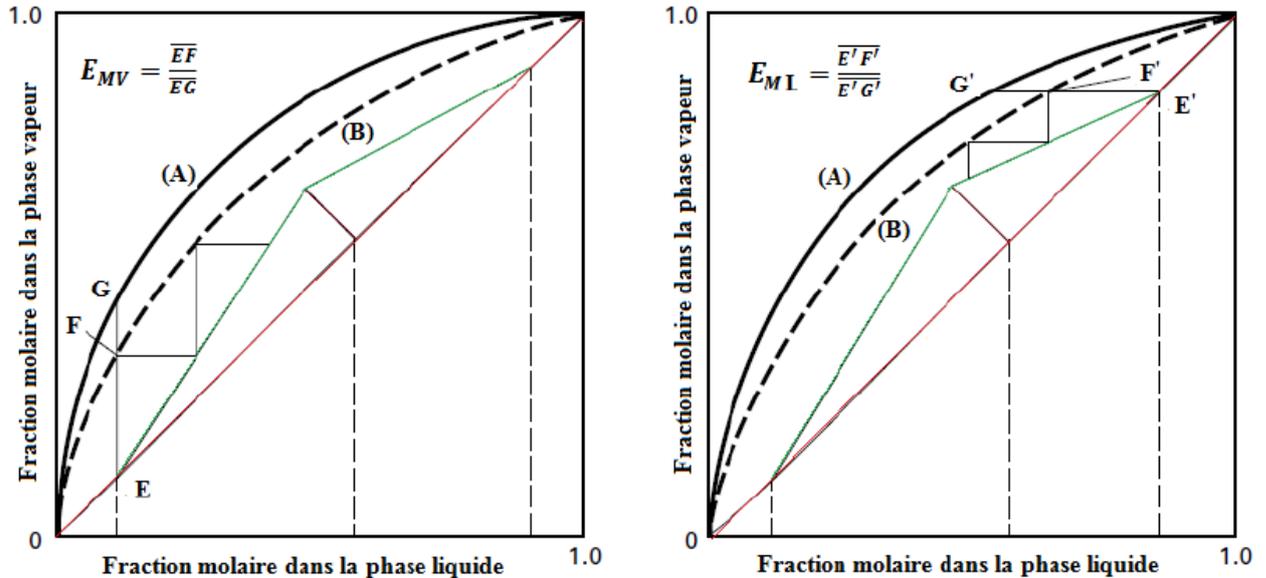
Avec  $y_n^*$ : est la composition de la vapeur qui serait en équilibre avec le liquide de composition  $x_n$  sortant effectivement du plateau n.

De même, on définit l'efficacité de Murphree en phase liquide par :

$$E_{ML} = \frac{x_{n-1} - x_n}{x_{n-1} - x_n^*} = \frac{\overline{E'F'}}{\overline{E'G'}}$$

Avec  $x_n^*$  : est la composition du liquide qui serait en équilibre avec la composition  $y_n$  de la vapeur sortant effectivement du plateau.

La figure (I.28) illustre l'efficacité de Murphree en phase liquide et en phase vapeur.



**Figure I.28:** Illustration de l'efficacité de Murphree en phase vapeur et en phase liquide (A) :  
 Courbe d'équilibre - (B) Courbe de pseudo-équilibre selon l'efficacité de Murphree

L'efficacité de Murphree est utilisée pour dimensionner et optimiser les colonnes de distillation. Elle est également utilisée pour comparer les performances de différentes colonnes de distillation.

### I.7.6.2 Efficacité globale

L'efficacité de Murphree est une information précise mais difficile à calculer. Souvent on utilise le concept d'efficacité globale d'une colonne qui se définit comme le rapport du nombre de plateaux théoriques nécessaires (NET) pour obtenir une certaine séparation sur le nombre de plateaux réellement utilisés (NER).

$$E_G = \frac{NET}{NER}$$

$E_G$  Varie généralement entre 0.6 et 0.9.

### I.8 Méthode de Ponchon-Savarit

Cette méthode a été développée par Ponchon et Savarit indépendamment en 1921-1922. C'est une méthode plus rigoureuse que celle de McCabe et Thiele dans la mesure où les hypothèses simplificatrices de Lewis ne s'appliquent plus. L'utilisation de cette méthode est donc suggérée si les chaleurs latentes ne sont plus constantes et dépendent de leurs compositions respectives sur chaque plateau, les chaleurs de mélange en phase liquide sont prises en considération dans les calculs.

La méthode Ponchon-Savarit est également une méthode graphique de résolution des équations du bilan de matière et d'énergie ainsi que de la relation d'équilibre prise ensemble. A cette situation un diagramme d'équilibre enthalpie-concentration est nécessaire en plus du diagramme composition vapeur-liquide.

### I.8.1 Diagramme enthalpie-concentration (H x y)

Les équilibres binaires vapeur-liquide peuvent également être représentés sur des coordonnées d'enthalpie en fonction de la composition à pression constante. Les diagrammes enthalpie-concentration des phases liquide et vapeur en équilibre sont utiles dans les calculs de distillation. Pour une température T et une concentration x données d'un liquide, l'enthalpie molaire  $H_L$  peut être calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$H_L = C_{ps}M_{av}(T_L - T_0) + \Delta H_s$$

Avec,  $H_L$  : enthalpie molaire de la solution à la température T, en kJ/kmol

$C_{ps}$  : chaleur spécifique de la solution, en kJ/kg-K

$M_{av}$  : masse moléculaire moyenne de la solution

$T_0$  : température de référence

$\Delta H_s$  : chaleur de la solution à la température de référence  $T_0$ , en kJ/kmol.

Pour les liquides saturés,  $T_L$  est le point de bulle correspondant à la composition du liquide à la pression dominante. Pour les solutions idéales,  $\Delta H_s$  est nulle et la chaleur spécifique est la moyenne pondérée de celles des composants purs.

Dans le cas présent, les enthalpies de vapeur saturée peuvent être calculées de manière adéquate en supposant que les liquides non mélangés sont chauffés séparément en tant que liquides à la température de la vapeur  $T_V$  (le point de rosée), que chacun est vaporisé à cette température et que les vapeurs sont mélangées.

$$H_V = yM_A[C_{pA}(T_V - T_0) + \lambda_A] + (1 - y)M_B[C_{pB}(T_V - T_0) + \lambda_B]$$

Où

$C_{pA}$ ,  $C_{pB}$  : chaleurs spécifiques des liquides purs A et B, en kJ/kg-K

$\lambda_A$ ,  $\lambda_B$  : chaleurs de vaporisation de A et B à la température  $T_V$ , en kJ/kg.

La figure I.29 représente pour mélange binaire typique, le diagramme des enthalpies des vapeurs saturées (à leurs points de rosée) en fonction de y et celles des liquides saturés (à leurs points d'ébullition) en fonction de x.

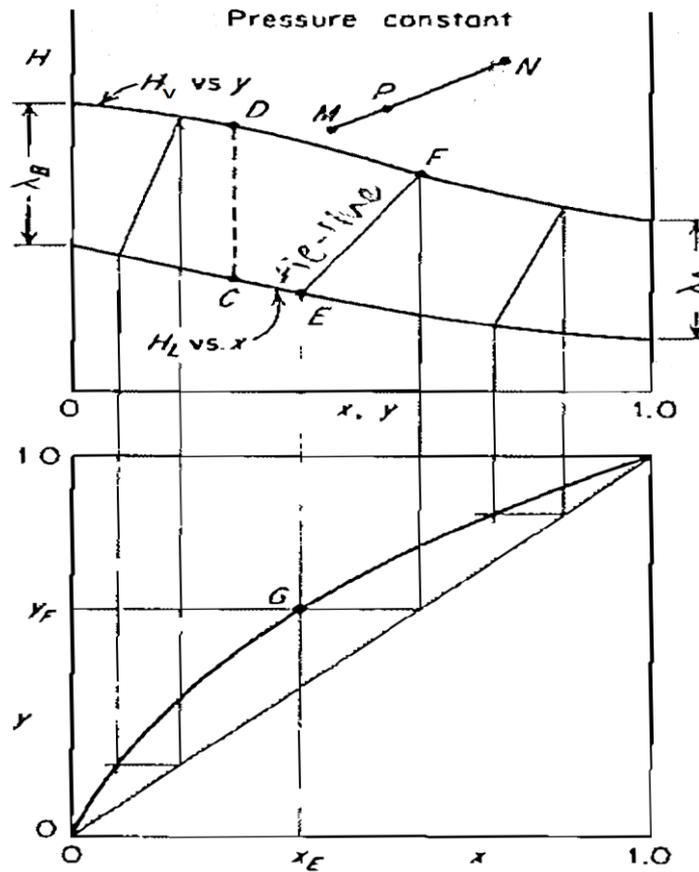


Figure I.29 : Diagramme enthalpie-concentration

Les distances verticales entre les deux courbes aux points  $x = 0$  et  $1$  représentent respectivement les chaleurs latentes molaires de B et de A.

La ligne EF s'appelle une conodale, ligne de conjugaison ou encore Tie-line en Anglais

**I.8.2 Distillation flash ou distillation à l'équilibre**

Les problèmes de vaporisation flash binaire peuvent être résolus graphiquement à l'aide de données d'enthalpie-composition. En termes des notations utilisées dans la figure I.30., les équations des bilans de matière et énergétique peuvent être écrites comme suit :

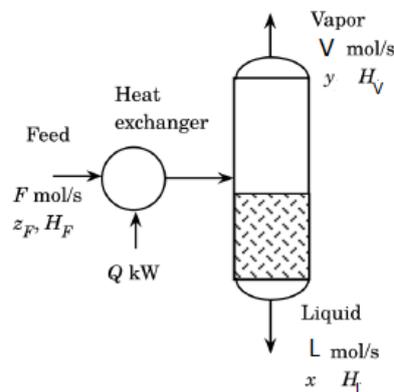


Figure I.30: Distillation Flash (Vaporization flash)

$$F = L + V$$

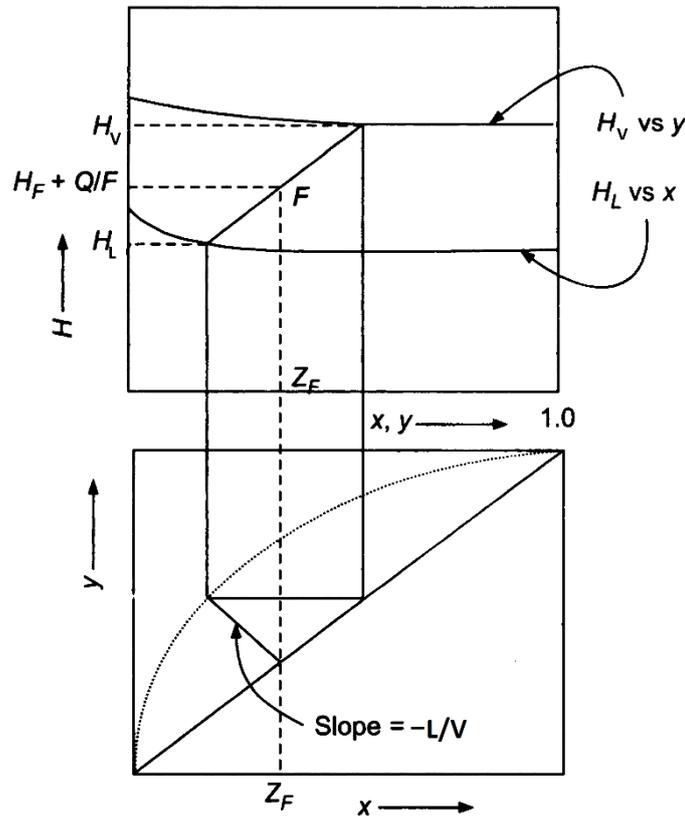
$$F z_F = L y + V x$$

$$F H_F + Q = L H_L + V H_V$$

A partir ses équations, on peut montrer que :

$$\frac{L}{V} = \frac{y - z_F}{x - z_F} = \frac{H_V - (H_F + Q/F)}{H_L - (H_F + Q/F)}$$

Cette équation représente une droite sur le diagramme enthalpie-composition (Figure I.31) passant par les points  $(H_V, y)$ ,  $(H_L, x)$  et  $(H_F + Q/F, z_F)$ .



**Figure I.31:** Représentation graphique de la vaporisation flash sur le diagramme enthalpie-composition

### I.8.3 Distillation continue de système binaire

En se référant à la figure (I.12) et en basant sur les bilans de matière et énergétique pour les deux sections enrichissement et épuisement.

#### I.8.3.1 Section de rectification (Enveloppe 3)

Les équations du bilan de matière et du bilan énergétique sont les suivantes :

$$V_{n+1} = L_n + D$$

$$V_{n+1} y_{n+1} = L_n x_n + D x_D$$

$$V_{n+1} H_{Vn+1} = L_n H_{Ln} + D H_D + Q_C = L_n H_{Ln} + D \left( H_D + \frac{Q_C}{D} \right)$$

On définit  $Q'_D = H_D + \frac{Q_C}{D}$  est l'énergie totale retirée de la partie supérieure de la colonne par mole de distillat. Donc,

$$V_{n+1}H_{Vn+1} = L_n H_{Ln} + DQ'_D$$

En plaçant  $D = V_{n+1} - L_n$  dans l'équation ci-dessus, on obtient :

$$\frac{L_n}{V_{n+1}} = \frac{x_D - y_{n+1}}{x_D - x_n} = \frac{Q'_D - H_{Vn+1}}{Q'_D - H_{Ln}}$$

où  $(\frac{L_n}{V_{n+1}})$  est défini comme le taux de reflux interne.

$$\Rightarrow \frac{Q'_D - H_{Ln}}{x_D - x_n} = \frac{Q'_D - H_{Vn+1}}{x_D - y_{n+1}}$$

Sur le diagramme Hxy (figure I.32), Le côté droit de cette équation est la pente d'une droite passant par les points  $(y_{n+1}, H_{v,n+1})$  et  $(x_D, Q'_D)$ , et le côté gauche est la pente d'une droite passant par les points  $(x_n, H_{Ln})$  et  $(x_D, Q'_D)$ , Les points  $(y_{n+1}, H_{v,n+1})$  à  $V_{n+1}$ ,  $(x_n, H_{Ln})$  à  $L_n$ ,  $(x_D, Q'_D)$  à  $P_D$  sont donc alignés et la droite ainsi définie s'appelle la droite opératoire de la section enrichissement.

Où  $P_D$  représente donc un flux fictif, en quantité égale au flux net sortant (dans ce cas D) et de propriétés  $(x_D, Q'_D)$ , On l'appelle généralement le pôle de la section enrichissement, puisque toutes les droites opératoires dans la section enrichissement passent par ce pôle (voir figure I.32), telles que :

$$V_{n+1} - L_n = P_D = D$$

La figure I.32 est dessinée pour un condenseur total. Le distillat D et le reflux  $L_0$  ont alors les mêmes coordonnées et sont représentés au point D, le point D se trouve en dessous de la courbe  $H_L-x$ , c'est-à-dire le reflux est un liquide sous-refroidi.

Les points  $D(x_D, H_D)$  et  $P_D(x_D, Q'_D)$  sont situés sur la même ligne car ils ont la même abscisse  $x_D$ , et couper le courbe  $H_V-y$  en  $(y_1, H_{V1})$  car ces points sont alignés. Le point  $(y_1, H_{V1})$  est désigné par  $V_1$ . Le liquide  $L_1(x_1, H_{L1})$  est maintenant situé en traçant une conodale passant par  $V_1$ , car  $x_1$  et  $y_1$  sont en équilibre pour un étage idéal. Ensuite, On joint  $L_1P_D$  pour obtenir la vapeur  $V_2$ . La vapeur  $V_2$  est en équilibre avec le liquide  $L_2$ . La construction graphique se poursuit maintenant d'un plateau à l'autre jusqu'à ce que le plateau d'alimentation soit atteint.

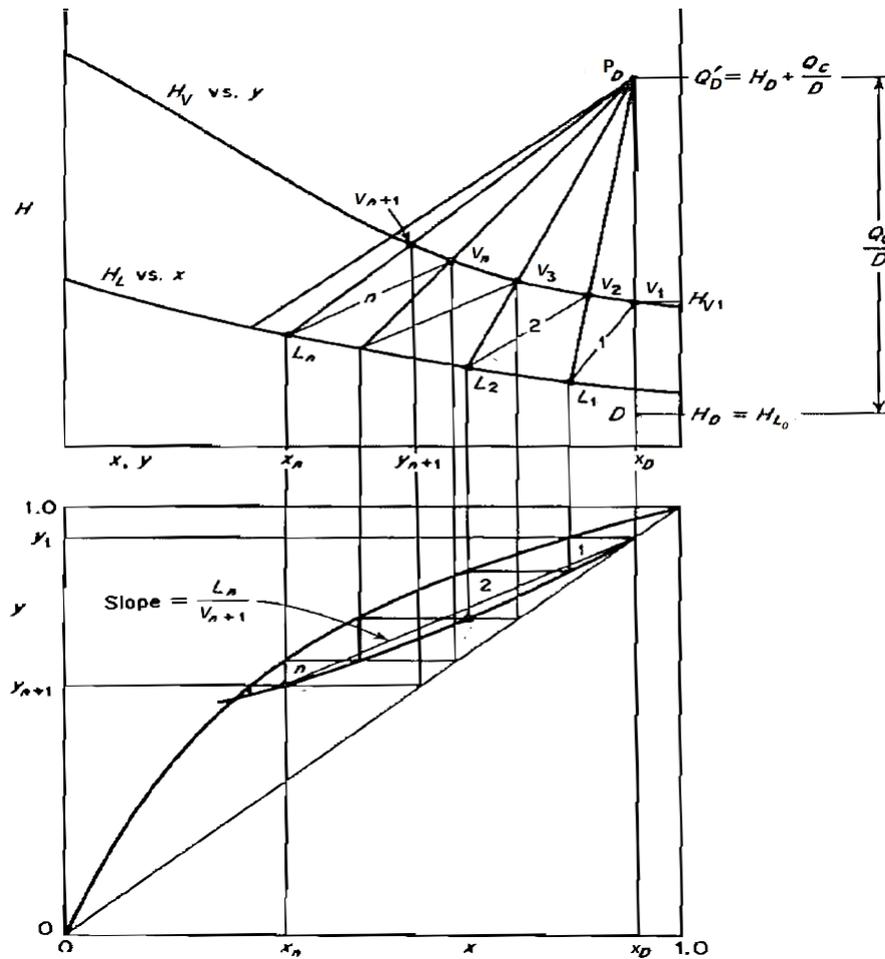


Figure I.32 : Construction graphique de la section enrichissement

En remplaçant  $V_{n+1}$  dans l'expression ci-dessous, on obtient

$$\begin{aligned} \frac{L_n}{V_{n+1}} &= \frac{L_n}{L_n + D} = \frac{Q'_D - H_{V_{n+1}}}{Q'_D - H_{L_n}} \\ \Rightarrow \frac{L_n}{D} &= \frac{Q'_D - H_{V_{n+1}}}{H_{V_{n+1}} - H_{L_n}} \end{aligned}$$

Lorsque  $n = 0$ , on obtient :

$$\frac{L_0}{D} = R = \frac{Q'_D - H_{V_1}}{H_{V_1} - H_{L_0}} = \frac{Q'_D - H_{V_1}}{H_{V_1} - H_D}$$

Si le taux de reflux est donné, on peut localiser le pôle  $P_D$  de coordonnée  $(x_D, Q'_D)$  qui est situé au-dessus du point  $D (x_D, H_D)$  et au-dessus du point  $V_1 (y_1=x_D, H_{V_1})$  qui est situé sur la courbe de saturation de vapeur, comme montré dans la figure I.32.

Dans certains cas, un condenseur partiel est utilisé, un condenseur partiel est l'équivalent d'un étage théorique puisque le distillat recueilli à l'état vapeur  $(y_D, H_D)$  et en équilibre avec le reflux liquide  $(x_0, H_{L_0})$  réinjecté en tête de colonne.

La figure I.33 illustre la construction graphique du nombre d'étages théoriques de la section enrichissement avec un condenseur partiel. Ici,  $V_1$  et  $L_0$  sont sur la même droite opératoire, et  $L_0$  est en équilibre avec  $D$ .



en substituant  $W$  par  $(\bar{L}_m - \bar{V}_{m+1})$  l'équation ci-dessus des bilans de matière et d'enthalpique devient :

$$\begin{aligned}\frac{\bar{L}_m}{\bar{V}_{m+1}} &= \frac{y_{m+1} - x_w}{x_m - x_w} = \frac{H_{V_{m+1}} - Q'_W}{H_{L_m} - Q'_W} \\ \Rightarrow \frac{H_{L_m} - Q'_W}{x_m - x_w} &= \frac{H_{V_{m+1}} - Q'_W}{y_{m+1} - x_w}\end{aligned}$$

Sur le diagramme enthalpique-composition, cette équation est une droite passant par  $(y_{m+1}, H_{V_{m+1}})$  à  $\bar{V}_{m+1}$ ,  $(x_m, H_{L_m})$  à  $\bar{L}_m$ , et  $(Q'_W, x_w)$  à  $P_W$ . Ainsi,  $P_W(Q'_W, x_w)$  est un flux fictif d'une quantité égale au flux net vers l'extérieur (dans ce cas  $W$ ), on l'appelle aussi le pôle de la section épuisement.

$$\bar{L}_m - \bar{V}_{m+1} = W = P_W$$

Dans la zone d'épuisement toutes les droites opératoires qui caractérisent le croisement des débits liquide et vapeur passent par le pôle  $P_W$  (figure I.34).

La construction graphique des étages de la section d'épuisement se fait comme suite :

- Les points  $W$  et  $P_W$  sont situés sur le diagramme enthalpique-composition. Le débit de résidu,  $W$ , quittant le rebouilleur partiel est en équilibre avec la vapeur générée par le rebouilleur ( $\bar{V}_{N+1}$ ) et entrant dans le plateau inférieur (étage  $N$ , voir figure I.34).  $\bar{V}_{N+1}$  doit se trouver sur la courbe  $y$ - $H_V$  à l'extrémité conodale passant par  $W$ .
- La ligne reliant  $\bar{V}_{N+1}$  et  $P_W$  intersectée la courbe  $x$ - $H_L$  au point  $L_N$ , qui représente la composition du liquide quittant le plateau inférieur (plateau  $N$ ).
- Le conodale passant par  $L_N$  identifie  $V_N$  sur la courbe  $y$ - $H_V$ , qui représente la composition de la vapeur entrant dans le plateau  $N-1$ .
- Ce processus est répété pour chaque étage de la section d'épuisement, en se déplaçant de bas en haut, jusqu'à atteindre le plateau d'alimentation.

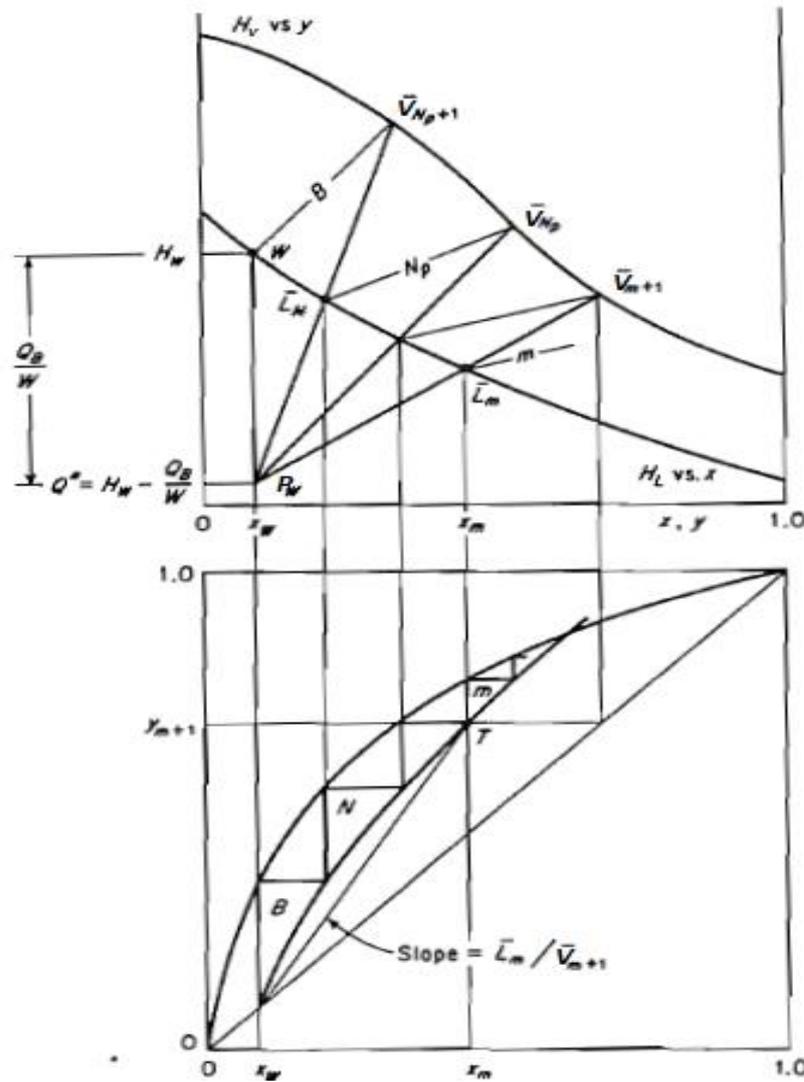


Figure I.34 : Construction graphique de la section épaulement

### I.8.3.3 Toute la colonne

Dans une colonne de rectification, le passage de la section enrichissement à la section épaulement est nécessaire au niveau du plateau d'alimentation. Pour cela, un développement d'une droite opératoire d'alimentation est nécessaire.

En se référant à la figure (I.12) et en prenant l'enveloppe 2, les équations des bilans de matière et énergétique sont :

$$F = D + W$$

$$F z_F = D x_D + W x_W$$

$$F H_F + Q_B = D H_D + W H_W + Q_C$$

$$\Rightarrow F H_F = D \left[ H_D + \frac{Q_C}{D} \right] + W \left[ H_W - \frac{Q_B}{W} \right] = D Q'_D + W Q'_W$$

Si l'alimentation F est éliminé de ces équations, il en résulte

$$\frac{D}{W} = \frac{z_F - x_W}{x_D - z_F} = \frac{H_F - Q'_W}{Q'_D - H_F}$$

L'équation ci-dessus montre que les points  $P_W(x_w, Q'_W)$ ,  $F(z_F, H_F)$  et  $P_D(x_D, Q'_D)$  sont alignés comme montré dans la figure I.35. Le point intermédiaire  $F(z_F, H_F)$  représente l'état de l'alimentation en termes de composition et d'enthalpie. Il se trouve sur la ligne reliant  $P_W$  et  $P_D$ .

Comme indiqué précédemment :

$$W = \bar{L}_m - \bar{V}_{m+1} = P_W \text{ et } D = V_{n+1} - L_n = P_D$$

$$\Rightarrow F = D + W = P_D + P_W$$

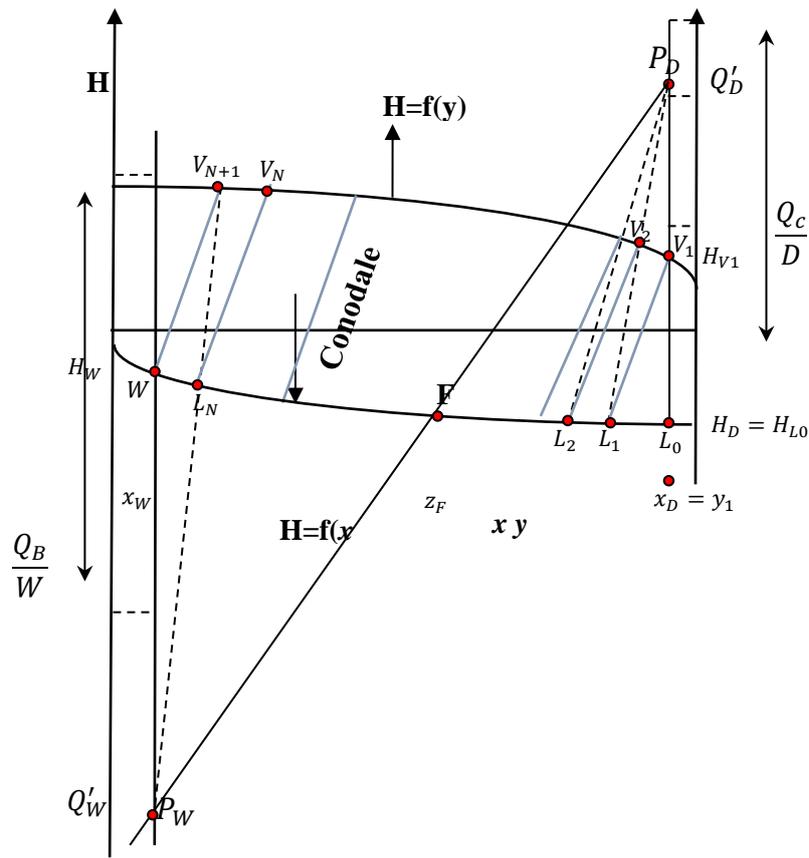
Ainsi,  $F$ , un flux réel, peut être considéré comme un flux obtenu en mélangeant les deux flux fictifs  $P_D$  et  $P_W$ . La ligne  $\overline{P_D P_W}$  est appelée la droite d'alimentation.

La position de  $F$ , qui représente l'alimentation, sur la figure I.35 montre que l'alimentation est dans ce cas un mélange liquide-vapeur. Dans d'autres situations,  $F$  peut se trouver sur la courbe des liquides saturés ou des vapeurs saturés, au-dessous de la courbe des liquides saturés, ou au-dessus de la courbe des vapeurs saturés. Dans tous les cas, les deux pôles ( $P_D$  et  $P_W$ ) et  $F$  doivent se situer sur la même ligne.

### I.8.3.4 Nombre d'étages théoriques et position optimale de l'alimentation

Le principe de la construction graphique de la méthode de Ponchon-Savarit pour la détermination du nombre d'étages théoriques pour une condensation totale des vapeurs de distillat est donc le suivant (figure I.35) et on suppose que  $z_F$ ,  $x_D$ ,  $x_w$ ,  $F$ ,  $D$ ,  $W$ ,  $H_F$  et  $R$  sont donnés :

1. Tracer le diagramme enthalpique-composition ( $Hxy$ ) et la courbe d'équilibre( $x-y$ ).
2. Localiser  $z_F$ ,  $x_D$  et  $x_w$  dans les deux diagrammes et tracez des lignes verticales à partir de  $x_D$  dans le sens positif de l'axe des  $y$  et à partir de  $x_w$  dans le sens négatif de l'axe des  $y$ .
3. Localisez  $F(x_F, H_F)$  dans le diagramme  $H-x y$ .
4. Calculer  $Q'_D$  en utilisant le taux de reflux  $R = \frac{Q'_D - H_{V1}}{H_{V1} - H_{L0}}$ , où  $H_{V1}$  et  $H_{L0}$  désigne les enthalpies de vapeur et de liquide correspondant à la composition du distillat ( $x_D$ ) pour une condensation totale.
5. Localiser  $P_D$  de coordonner ( $x_D, Q'_D$ ).
6. Joindre les points  $P_D$  et  $F$  et le projeter pour couper la ligne verticale en  $x_w$  et ce point est le pôle de la section équipement  $P_w$ .
7. La construction des étages peut se faire soit à partir de  $P_D$ , soit à partir de  $P_w$ . Un changement doit être effectué après le passage de la ligne d'alimentation. Le plateau sur lequel le changement est effectué est le plateau d'alimentation.



**Figure I.35 :** Construction graphique du nombre d'étages théorique par la méthode Ponchon-Savarit

## I.8.4 Limitation des taux de reflux

### I.8.4.1 Reflux total

Le reflux total correspond à une situation où il n'y a pas d'alimentation, de distillat ou de résidus et où le nombre minimum d'étages est nécessaire pour obtenir la séparation souhaitée. On se rappelle que dans la méthode McCabe-Thiele, cette situation correspond à la coïncidence des droites opératoires des sections de rectification et épuisement avec la diagonale  $y = x$ .

Dans ce cas, le taux de reflux est infini et les pôles  $P_D$  et  $P_W$  sont situés à l'infini, puisque  $y = x$ ,  $W = 0$ ,  $D = 0$ , et  $Q'_D = +\infty$ , et  $Q'_W = -\infty$ . Toutes les lignes passant par  $P_D$  et  $P_W$  sont donc des lignes verticales.

La construction graphique consiste à tracer sur le diagramme enthalpie-composition alternativement des conodale et des lignes verticales à partir de  $V_1$  pour obtenir le nombre de plaques au reflux total.

La figure I.36 illustre la condition de reflux total sur le diagramme de Ponchon-Savarit. La construction graphique a donné un nombre minimal d'étages égale à 5 étages plus le bouilleur.

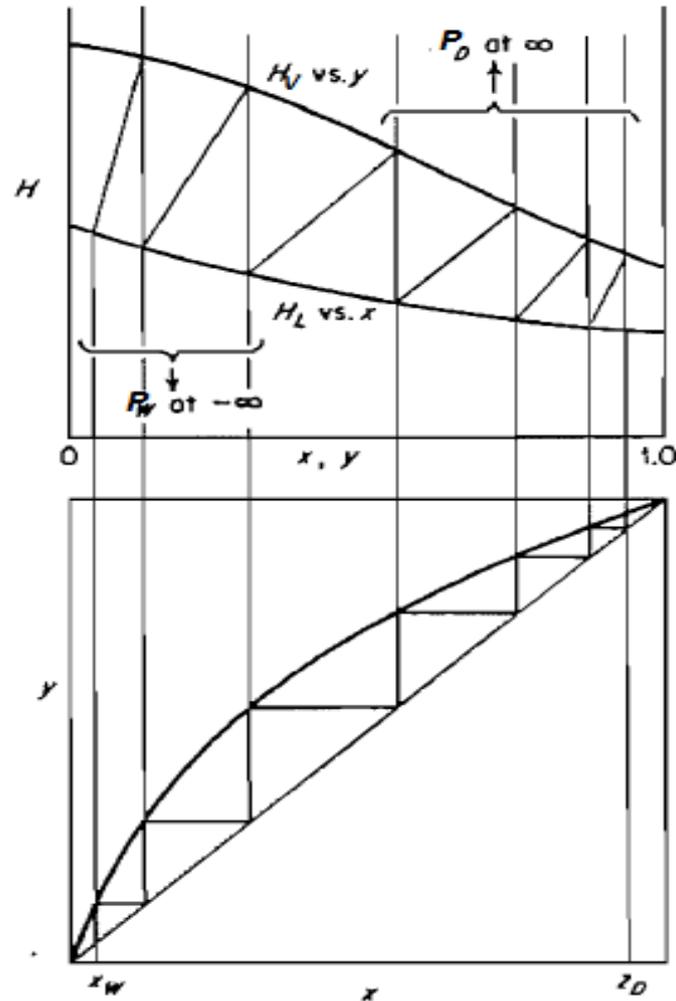


Figure I.36 : Construction graphique du nombre minimal de plateaux.

#### I.8.4.2 Taux de reflux minimum

Les conditions de reflux minimum correspondent à une situation de  $L/V$  minimum, de produit maximum et de nombre d'étages infinis. Dans les constructions de McCabe-Thiele, le taux reflux minimum est déterminé lorsque le point intersection des droites opératoires et d'alimentation devient un point de la courbe d'équilibre, comme illustré à la figure I.20.

Sur la construction graphique de Ponchon et Savarit, le taux reflux minimum s'obtient lorsque la conodale passant par l'alimentation  $F$ , comme montre la figure I.37, Cette conodale est prolongée jusqu'à couper la ligne verticale tracée en  $x_D$  et ce point d'intersection correspond à la valeur de  $Q'_{Dmin}$  et la valeur de  $R_{min}$  estimée :

$$R_{min} = \frac{Q'_{Dmin} - H_{V1}}{H_{V1} - H_{L0}}$$



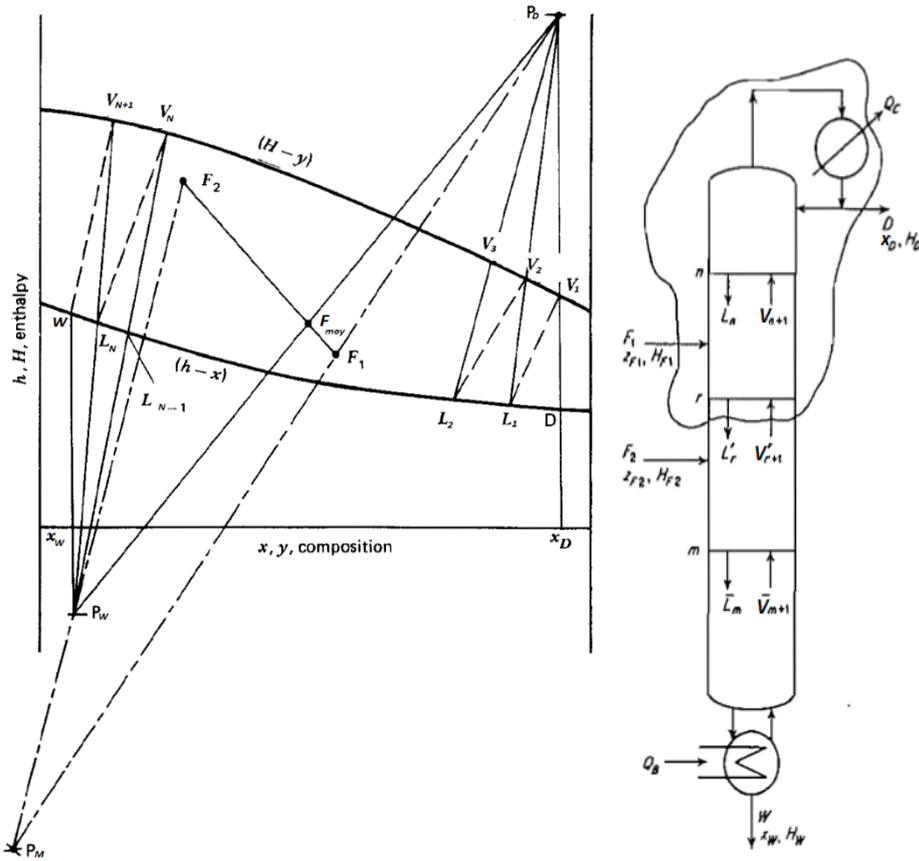


Figure I.38 : Construction graphique de Ponchon-Savarit avec deux alimentations.

$$V'_{r+1} - L'_r = D - F_1 = P_M$$

Avec les coordonnées du pôle  $P_M$  sont : ( $P_M$  peut être une quantité positive ou négative)

$$x_{PM} = \frac{Dx_D - F_1z_{F1}}{D - F_1}$$

$$Q_M = \frac{Q_C + DH_D - F_1H_{F1}}{D - F_1}$$

Le bilan de la matière partiel par rapport le constituant le plus volatil est :

$$V'_{r+1}y_{r+1} - L'_rx_r = P_Mx_{pM}$$

Et le bilan enthalpique est :

$$V'_{r+1}H_{Vr+1} - L'_rH_{Lr} = P_MQ_M$$

D'où

$$\frac{L'_r}{V'_{r+1}} = \frac{y_{r+1} - x_{pM}}{x_r - x_{pM}} = \frac{H_{Vr+1} - Q_M}{H_{Lr} - Q_M}$$

Le bilan de matière sur toute la colonne :

$$F_1 + F_2 = D + W = P_D + P_W$$

Donc

$$P_M = F_2 - W$$

La construction graphique est illustrée à la figure I.38b, où  $P_M$  est l'intersection de la ligne  $\overline{P_D F_1}$  et la ligne  $\overline{P_W F_2}$ .

Le point de mélange  $F_{moy}$  qui est aligné avec les pôles  $P_D$  et  $P_W$  est de coordonner suivant :

$$z_M = \frac{F_1 z_{F1} + F_2 z_{F2}}{F_1 + F_2}$$

$$H_{FM} = \frac{F_1 H_{F1} + F_2 H_{F2}}{F_1 + F_2}$$

Le liquide soutiré (flux latéral) est un produit de composition intermédiaire prélevé dans le plateau intermédiaire de la colonne. Il est fréquemment utilisé dans la distillation des produits pétroliers, lorsque l'on souhaite obtenir des propriétés intermédiaires que l'on ne peut obtenir en mélangeant simplement le distillat ou le résidu avec l'alimentation.

La figure I.39 montre une colonne de distillation avec un flux latéral. On suppose à nouveau que le pôle  $P_D$  a été localisé. Puisque dans ce cas  $F_{moy} = F - P$ , le point  $F_{moy}$  est situé de manière à ce que :

$$\frac{\overline{F_{moy}S}}{\overline{F_{moy}F}} = \frac{F}{S}$$

Le pôle  $P_W$  est localisé en prolongeant la ligne  $\overline{F_{moy}P_D}$  jusqu'à son intersection avec  $x = x_W$ .

Les pôles  $P_D$  et  $P_W$  sont utilisés pour déduire les étages de la section enrichissement et de la section épuisement, respectivement. Entre  $F$  et  $S$ , nous utilisons le pôle  $P_M$ , qui doit être situé à l'intersection de  $\overline{SP_W}$  et  $\overline{FP_D}$ , comme montré la figure I.39

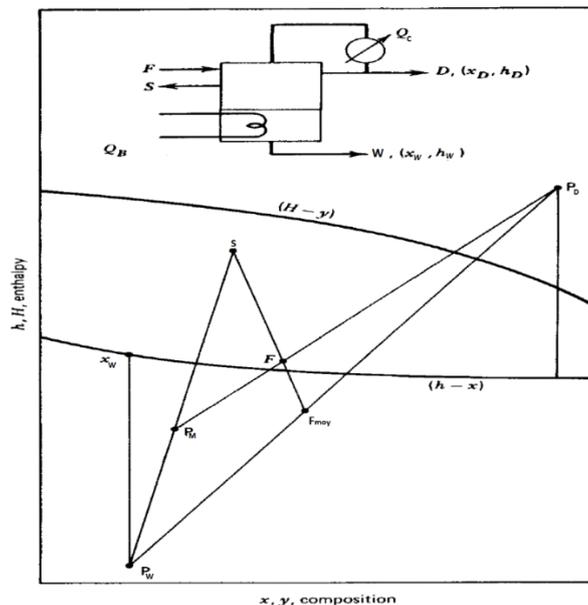
**I.8.6 Efficacité des étapes et nombre réel d'étages**

L'efficacité de Murphree, en phase vapeur est défini par :

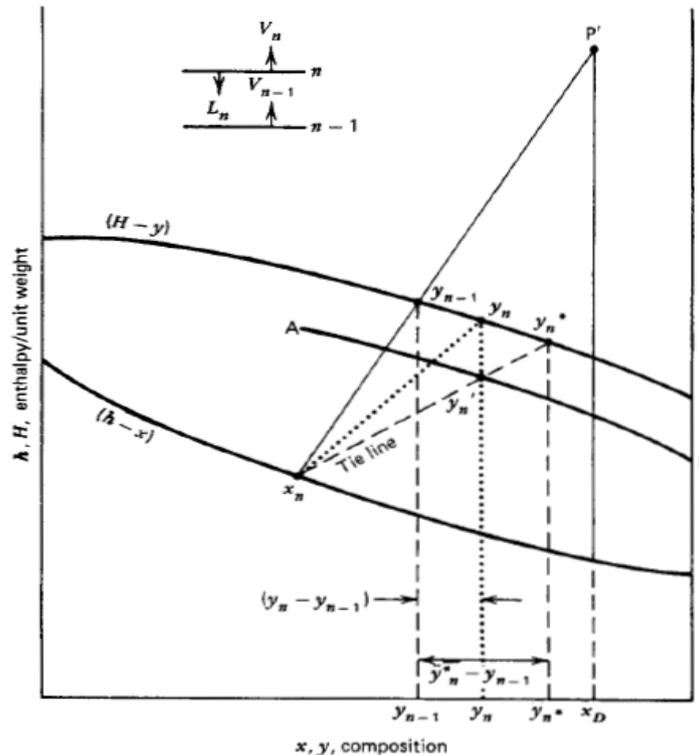
$$E_{MV} = \frac{y_n - y_{n+1}}{y_n^* - y_{n+1}}$$

où  $y_n^*$  est la composition d'une vapeur hypothétique qui serait en équilibre avec le liquide de composition  $x_n$ .

La même procédure utilisée pour établir la courbe de pseudo-équilibre par la méthode McCabe-Thiele peut être utilisée en conjonction avec la méthode Ponchon-Savarit. Si l'efficacité de Murphree est constante, on place le point  $y_n$  correspondant à la vapeur réellement produite ainsi que le point  $y_n^*$  qui est en équilibre avec  $x_n$ . On peut ainsi trouver une courbe de pseudo-équilibre de la vapeur qui est utilisée pour faire la construction de Ponchon-Savarit.



**Figure I.39 :** Construction graphique de Ponchon-Savarit avec un soutirage de liquide.



**Figure I.40** : Illustration de l'efficacité de Murphree en phase vapeur pour la construction graphique de Ponchon-Savarit avec un soutirage de liquide.

### I.9 Distillation de mélanges multi-constituants

La plupart des mélanges fluides dans le domaine pétrolier contiennent plus que deux composés, dénommé mélanges multi composants. Les méthodes rigoureuses de calcul de la colonne de distillation opérant avec des fluides multi composants nécessitent la résolution simultanée d'un système d'équation obtenu à partir des bilans de matières, de chaleur et d'équilibre. Ces méthodes prennent beaucoup de temps, c'est pour cette raison que d'autres méthodes ont été développées, appelées Méthodes abrégées de résolution ou encore "shortcut methods" basées sur la définition des composants clés du mélange et utilisant, par des modifications convenables, les méthodes des mélanges binaires.

#### I.9.1 Composés clés

Les composants clés désignent les composants dont les compositions sont spécifiées dans le distillat et les produits de fond. La colonne de distillation a pour objectif de séparer ces composants clés aux compositions exigées.

On définit les composés clés :

- La clé légère (LK = light key) qui est présente dans le résidu en quantité importante, tandis que les composants plus légers que le composant clé léger ne seront présents qu'en très faibles quantités. Si tous les composants sont présents dans le résidu à des concentrations importantes, alors le plus volatil est le composant clé léger.
- La clé lourde (HK = heavy key), présente dans le distillat en quantité importante, tandis que les composants plus lourds que le composant clé lourd ne seront présents qu'en faibles quantités. Si tous les composants sont présents dans le distillat à des concentrations importantes, alors le moins volatil est le composant clé lourd.

On désigne par Non-clé (anglais Non Key (NK)) tous les composants autres que les composants clés présents dans le mélange à distiller.

On désigne par composant léger non clé (Light Non Key (LNK)) tout composant plus léger que la clé légère (LK).

On désigne par composant lourd non clé, Heavy Non Key (HNK) tout composant plus lourd que la clé lourde (HK).

On désigne par clés distribués ou intermédiaire les composants qui ont des volatilités relatives entre celle de la clé légère (LK) et la clé lourde (HK).

La difficulté de la séparation, mesurée par le nombre de plateaux nécessaires pour un taux de reflux donné, est déterminée par les concentrations des composants clés dans les produits. Il est donc important de déterminer quels sont les composants clés, et ils peuvent être ou ne pas être ceux dont les fractionnements ont été spécifiés.

Les volatilités relatives sont toujours calculées par rapport au composant clé lourd.

$$\alpha_i = \frac{K_i}{K_{hk}}$$

où  $i$  représente n'importe quel composant et  $hk$  la clé lourde. Ainsi,  $\alpha_{hk} = 1$ , la volatilité relative des composants plus légers que la clé lourde est supérieure à 1 et celle des composants plus lourds est inférieure à 1.

Considérons les bilans de masse autour d'une colonne de distillation multi-constituant :

$$Fz_{i,F} = Dx_{i,D} + Wx_{i,W} \quad i = 1, 2, \dots, n_c$$

$$\sum_{i=1}^{n_c} x_{i,D} = 1 \quad \text{et} \quad \sum_{i=1}^{n_c} x_{i,W} = 1$$

$n_c$  est le nombre de constituant.

### I.9.2 Récupération fractionnelle, Rapport de division et Facteur de séparation

On définit la récupération fractionnelle comme la fraction du composant  $i$  qui se trouve dans le flux du distillat ou du résidu par rapport à la quantité entrée dans l'alimentation.

D'après la définition la récupération fractionnelle du composés  $i$  dans le distillat, notée,  $f_{i,D}$ , et celle du composé  $j$  dans le résidu, noté,  $f_{j,W}$ , s'écrit :

$$f_{i,D} = \frac{Dx_{i,D}}{Fz_{i,F}} \quad \Rightarrow \quad x_{i,D} = \frac{Fz_{i,F}f_{i,D}}{D}$$

$$f_{j,W} = \frac{Wx_{j,W}}{Fz_{j,F}} \quad \Rightarrow \quad x_{j,W} = \frac{Fz_{j,F}f_{j,W}}{W}$$

Le rapport de division, noté  $S_{Ri}$ ; est la fraction du composant  $i$  qui se trouve dans le distillat par rapport à la quantité dans le résidu.

$$S_{Ri} = \frac{Dx_{i,D}}{Wx_{i,W}}$$

Le facteur de séparation, noté  $F_{Si,j}$ ; est une comparaison de la façon dont deux composants se séparent.

$$F_{Si,j} = \frac{S_{Ri}}{S_{Rj}}$$

### I.9.3 Méthode abrégée de résolution

Plusieurs méthodes abrégées de résolution, appelé 'short-cut methods' sont applicables au cas de la distillation multi-constituants, la méthode la plus courante est celle de Fenske-Underwood-

Gilliland (FUG), utilisé pour le calcul du nombre minimum de plateaux, le reflux minimum et le nombre d'étage théorique.

### I.9.3.1 Equation de Fenske pour le nombre minimum de plateaux

Comme pour la distillation des binaires, le nombre minimum de plateaux est une information importante dans la séparation d'un mélange complexe. Ce nombre minimum correspond au fonctionnement de la colonne à reflux total.

L'équation de Fenske pour un nombre minimum d'étages théoriques fonctionnant à reflux total pour un mélange binaire peut être étendu à la séparation des deux composants clés A (LK) et B (HK) d'un mélange multi composants.

$$N_{min} + 1 = \frac{\text{Ln}[(x_{A,D} \cdot x_{B,W}) / (x_{B,D} \cdot x_{A,W})]}{\text{Ln}(\alpha_{AB})_{moy}}$$

$N_{min}$ : est le nombre minimum de plateaux.

$(\alpha_{AB})_{moy}$ : est la volatilité relative moyenne de la clé légère A (LK) par rapport à la clé lourde B (HK), généralement on prend la moyenne géométrique.

### I.9.3.2 Equation d'Underwood pour le reflux minimum

Le reflux minimum correspond au cas limite d'une colonne ayant un nombre infini de plateaux. C'est à dire qu'il existe dans la colonne une (ou plusieurs) région pour laquelle les courants qui entrent dans un plateau sont déjà à l'équilibre. Pour les binaires, cette situation correspondait à l'intersection ou à la tangence d'une droite opératoire avec la courbe d'équilibre. La détermination du reflux minimum pour les mélanges complexes résulte de la résolution d'un ensemble d'équation caractérisant des bilans matières, les relations d'équilibre et l'état thermodynamique de l'alimentation. Le développement des équations serait long et fastidieux et nous allons simplement donner les relations obtenues par Underwood dans le cas où il n'y a pas de composé distribué.

La méthode consiste d'abord à trouver (par itération) la valeur du paramètre  $q$  tel que :

$$\sum_{i=1}^{n_c} \frac{\alpha_{i,HK} z_i}{\alpha_{i,HK} - \theta} = 1 - q \quad \text{avec } \alpha_{HK} < \theta < \alpha_{LK}$$

On choisit comme référence la clé lourde et les volatilités sont estimées à la température moyenne de la colonne.

Le paramètre  $q$ , qui caractérise l'état thermodynamique de l'alimentation par rapport à ceux de la vapeur et du liquide.

Puis, on utilise cette valeur de  $\theta$  pour trouver la valeur du reflux minimum externe  $R_{min}=L/D$ :

$$\sum_{i=1}^{n_c} \frac{\alpha_{i,HK} x_{iD}}{\alpha_{i,HK} - \theta} = R_{min} + 1$$

où  $x_{iD}$  est la fraction molaire du composé  $i$  dans le distillat

### I.9.3.3 Relation de Gilliland pour l'estimation du nombre d'étages théoriques

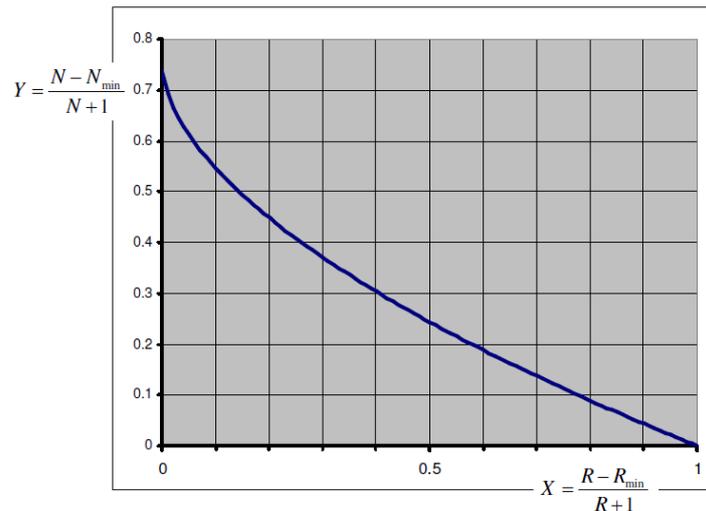
Gilliland a proposé une corrélation empirique pour l'estimation du nombre d'étage théorique ( $N$ ) en fonction du taux de reflux ( $R$ ), le taux de reflux minimum  $R_{min}$  et le nombre minimum d'étages à reflux total ( $N_{min}$ ).

$$Y = 1 - \exp \left[ \left( \frac{1 + 54.4X}{11 + 117.2X} \right) \left( \frac{X - 1}{X^{0.5}} \right) \right]$$

Avec

$$X = \frac{R - R_{min}}{R + 1} \quad Y = \frac{N - N_{min}}{N + 1} \Rightarrow N = \frac{Y + N_{min}}{1 - Y}$$

Cette corrélation est aussi mise sous forme graphique comme montré sur la figure (IV.1) donné ci-dessous.



**Figure I.41:** Relation entre le taux du reflux et le nombre théorique des plateaux.

#### I.9.3.4 Position optimale du plateau alimentation

La relation de Kirkbride permet le calcul du rapport du nombre d'étages dans la zone de rectification,  $N_R$ , sur le nombre d'étages dans la zone d'épuisement  $N_S$  :

$$\frac{N_R}{N_S} = \left[ \left( \frac{Z_{F,HK}}{Z_{F,LK}} \right) \left( \frac{x_{W,LK}}{x_{D,HK}} \right)^2 \frac{W}{D} \right]^{0.206}$$

Avec:

$N_R, N_S$ : le nombre de plateaux dans la zone enrichissement et la zone épuisement.

$Z_{F,HK}, Z_{F,LK}$ : la fraction de la clé légère et lourde à l'alimentation.

$x_{LK,W}, x_{HK,D}$  : la fraction de la clé légère et la clé lourde dans le résidu et le distillat.

La somme ( $N_R + N_S$ ) étant connue, on trouve alors la position de l'alimentation.

Il faut retenir que la position optimale de l'alimentation est celle qui perturbe le moins le fonctionnement du plateau.

Chapitre **2**

---

**EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE**

---

## II.1 Définition et Généralité

L'extraction solide-liquide est une technique de séparation en génie chimique qui a pour but d'extraire, de séparer ou de dissoudre, par immersion dans un liquide ou par arrosage par un liquide, un ou plusieurs composants d'un mélange solide sur la base de propriétés chimiques ou physiques.

On peut noter des définitions de quelques extractions solide-liquide respectant un mode opératoire particulier :

- La **lixiviation** ou **lessivage**, (*Leaching*), s'applique essentiellement à l'hydrométallurgie. Le solide (minéral), finement divisé, est mis en contact avec une liqueur d'attaque, chaude ou froide, qui solubilise le soluté.
- La **percolation** consiste à laisser couler un solvant généralement chaud sur un lit de solides finement divisés afin de dissoudre les composants solubles qui y sont contenus. La préparation du café relève de cette opération.
- La **décoction** est l'opération dans laquelle le solide est mis à bouillir dans un liquide en vue d'extraire les parties solubles. Le traitement du malt en brasserie utilise cette méthode.
- L'**infusion** est la mise en suspension d'un solide dans un liquide chaud (proche de l'ébullition) ou l'arrosage du solide par ce liquide, afin de dissoudre les constituants utiles, suivie du refroidissement du mélange. La préparation du thé est l'exemple type de cette opération.
- La **macération** est la mise en contact plus ou moins prolongé à froid d'un solide dans un solvant en vue d'extraire les parties solubles.
- La **digestion** est une macération à chaud. Cette opération et la macération sont utilisées particulièrement en pharmacie et en parfumerie.
- L'**élution** consiste à enlever un soluté fixé à la surface d'un solide par simple contact avec un solvant. C'est l'opération complémentaire à la fixation dans les opérations d'échange d'ions. Elle est fréquemment employée dans les méthodes d'analyses (chromatographie).

L'extraction solide-liquide est généralement connue sous le nom de lixiviation, bien que nous utilisions le terme de lixiviation dans un sens légèrement restrictive.

Cette opération est différente du phénomène de dissolution dans le sens où presque tout le solide se dissout dans la solution, mais en extraction solide-liquide ou en lixiviation, une partie substantielle du solide ne se dissout pas et les matières solubles diffusent à travers le solide pendant l'extraction solide-liquide.

## II.2 Application de l'extraction solide-liquide

L'extraction solide - liquide est une opération très ancienne, utilisée pour retirer des plantes et de certains organes animaux des produits alimentaires, pharmaceutiques, colorants ou odoriférants, en vue de la production de breuvages, drogues, teintures ou parfums.

Dans les industries agro-alimentaires, pharmaceutiques et de la parfumerie, de nombreux exemples d'extraction de produits naturels par l'eau, les alcools (éthanol, méthanol), ou par des

solvants organiques tels que l'hexane, les solvants chlorés, le benzène ou le toluène (ces deux derniers sont de moins en moins utilisés en raison de la législation sur les produits toxiques) peuvent être cités à titre indicatif :

- Les extraits de café et de thé (fabrication des préparations solubles) sont produits par traitement à l'eau bouillante : la caféine est extraite à l'eau du café et du thé ; le café décaféiné est obtenu par élimination de la caféine du grain de café vert par un traitement aux solvants chlorés.
- Le sucre (saccharose) est extrait à l'eau chaude des racines de betteraves.
- Les huiles alimentaires (colza, soja, arachide) sont retirées des graines oléagineuses par pression puis extraction à l'hexane.
- Un grand nombre de produits à activité pharmacodynamique, contenus dans les plantes médicinales, sont extraits par l'eau, les alcools, les hydrocarbures ou les solvants chlorés.
- les parfums naturels sont isolés des plantes (fleurs, racines, tiges) par les alcools ou les corps gras et donnent des teintures, infusions ou pommades.
- Les tanins naturels sont obtenus par traitement à l'eau de l'écorce de certains arbres.

L'utilisation de l'extraction solide-liquide dans l'industrie minérale (hydrométallurgie) est très courante. On sépare fréquemment le produit utile de la gangue d'un minerai par dissolution dans des solutions d'attaques (alcalines, neutres ou acides). On peut citer :

- Le cuivre est extrait des minerais à faibles teneurs ( $< 1,5\%$ ) sous forme de sulfate par l'acide sulfurique ou une solution de sulfate ferrique.
- Le zinc, le chrome et les terres rares sont obtenus de la même façon.
- L'or et l'argent sont isolés des minerais par dissolution dans une solution de cyanure de potassium.
- L'uranium est solubilisé à partir du minerai par attaque avec une solution acide ou une solution de carbonate de sodium.
- l'aluminium est obtenu sous forme d'aluminate de sodium par attaque alcaline.

### II.3 Principe de l'extraction solide-liquide

L'extraction solide-liquide est une opération de transfert de matière entre une phase solide, la matière à extraire, et une phase liquide, les constituants recherchés pouvant être soit le soluté, soit le résidu.

Le liquide d'extraction, appelé solvant, dissout un (ou plusieurs) composant cristallisé ou liquide, dénommé soluté, pour donner une solution ou extrait (solvant + soluté) et laisse un solide épuisé, appelé résidu, inerte ou insoluble, contenant très peu ou pas de soluté.

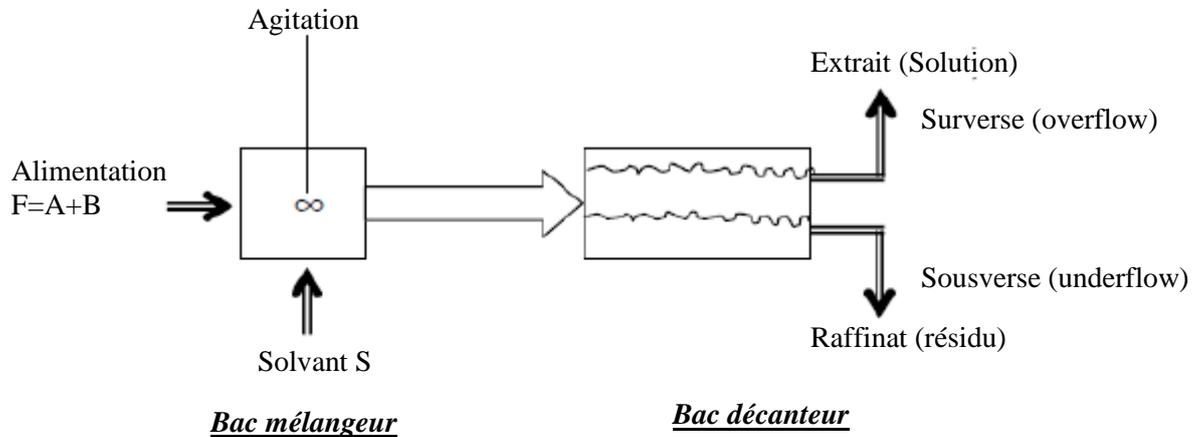
Le terme miscella, pour désigner la solution ou l'extrait, est également très employé, notamment en huilerie.

Le procédé d'extraction solide-liquide comprend essentiellement quatre étapes :

- La mise en contact intime entre l'alimentation solide et un solvant.
- La séparation de l'extrait à partir de solide épuisé (résidu).

- La séparation de solvant (et solide entraînée) à partir de l'extrait suivi d'une purification du produit.
- La récupération du solvant à partir de solide humide (par compression et séchage).

Ces étapes sont réalisées dans un bac mélangeur-décanteur représenté sur la figure II.1.



**Figure II.1 : Schéma d'un bac mélangeur décanteur**

Les noms de **surverse** (*overflow*) et de **sousverse** (*underflow*) sont très employés par les Anglo-Saxons pour désigner respectivement la solution et le solide (ou la suspension très épaisse de solide). Ces termes traduisent la position de sortie des produits des appareils continus industriels où la solution sort par la partie supérieure et le solide par la partie inférieure.

### Terminologies

- **B** : constituant à extraire (Soluté).
- **A** : solide insoluble contenant les solutés.
- **F=A+B**: Alimentation, ensemble soluté + solide
- **S**: Solvant destiné à extraire les solutés.
- **E**: phase extraite (solution), cette phase est riche en solvant.
- **R** : phase raffinat (résidu), cette phase est riche en solide.

## II.4 Facteurs influençant sur le taux d'extraction

Le taux d'extraction ou de lixiviation d'un soluté à partir d'une substance solide dépend d'un certain nombre de facteurs. Les facteurs importants sont :

### II.4.1 Nature et état du solide et du soluté

La nature et l'état physique du solide et du soluté ont une importance primordiale et déterminent le mécanisme de transfert de matière.

Les solides à traiter se présentent sous forme de particules compactes de diverses grosseurs (cas d'un minerai), de fines particules précipitées lors d'une réaction chimique ou de fragments de consistance et de taille variées pour les matières premières d'origine végétale (graines, racines, feuilles).

Le soluté contenu dans ces corps est soit un solide, soit un liquide, stable ou non à la chaleur ou à l'atmosphère, réparti plus ou moins régulièrement à des teneurs variables dans le solide :

- Si le soluté est dispersé uniformément dans le solide, les parties superficielles sont dissoutes en laissant un solide poreux; le solvant doit ensuite pénétrer cette couche extérieure avant d'atteindre le soluté situé en profondeur, rendant le cheminement du solvant de plus en plus difficile, ce qui se traduit par une diminution de la vitesse d'extraction.
- Lorsque le soluté se trouve à une teneur importante dans le solide, la structure poreuse peut être détruite par dissolution du soluté avec production de fines particules, rendant la dissolution ultérieure du soluté plus facile.
- Dans les matières végétales, il est généralement occlus dans des cellules d'où il est extrait par un mécanisme de dialyse ou de diffusion capillaire à travers les parois cellulaires.

Plus la matière est divisée finement et plus la surface d'échange (ou interface) est grande et plus le parcours moyen du soluté est petit. La fragmentation fine s'impose lorsque le soluté est occlus dans un réseau d'inerte, tels certains composés minéraux (cuivre dans les minerais pauvres), mais une grande finesse du solide peut devenir un inconvénient lors de la clarification des solutions car les particules d'inerte décantent plus difficilement.

La division fine du solide n'est pas une règle générale pour le traitement des matières d'origine organique.

Lorsque la membrane cellulaire est perméable (betterave à sucre), il est préférable de réduire le solide en fines lamelles (cossettes) afin de favoriser la dialyse du soluté en évitant le passage de composés indésirables qui doivent rester dans la cellule (albuminoïde dans l'exemple).

Lorsque la membrane cellulaire est imperméable (graines oléagineuses en général), la fragmentation est réalisée sous forme d'écaillés ou de flocons. Cette méthode conduit à la rupture des cellules qui abandonnent leur soluté par diffusion dans le solvant.

#### **II.4.2 Nature du solvant**

Le solvant doit être sélectif, posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée, une faible viscosité et être, si possible, non toxique, ininflammable et non explosif.

Un bon solvant, sélectif et volatil, fournit des solutions riches en soluté désiré tout en réduisant les opérations d'évaporation et de purification (raffinage).

Le choix d'un solvant à faible viscosité et de masse volumique peu élevée est recommandé pour faciliter la diffusion du solvant, l'agitation et la séparation mécanique.

Les principaux solvants utilisés sont l'eau, les alcools (méthanol, éthanol), les hydrocarbures (hexane) et les solvants halogénés.

#### **II.4.3 Température**

L'élévation de la température permet généralement l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et la diminution de la viscosité de la solution.

La température opératoire est limitée par les risques d'extraire des composés nuisibles, par les risques de dégradation thermique du soluté et par la sécurité de l'installation (risque d'incendie).

#### II.4.4 Agitation

L'agitation mécanique des particules dans le solvant, qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu, a un effet toujours favorable sur l'opération.

L'agitation augmente le coefficient de transfert de matière solide-liquide et augmente ainsi le taux d'extraction. En outre, l'agitation de suspensions de particules fines empêche la sédimentation.

#### II.4.5 Humidité

Ce facteur est important dans le cas des solvants hydrophobes car la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide.

### II.5 Représentation d'équilibre solide-liquide

Considérons un solide inerte A contenant un soluté B. Une quantité du solide est maintenue en contact avec le solvant S pendant un temps suffisant. Les phénomènes physicochimiques suivants peuvent se produire :

- Si le solide est sous forme de fines particules ou de flocons, la résistance à la diffusion en phase solide est faible. Avec suffisamment de temps, le système atteindra l'équilibre. Ici, l'équilibre signifie que la concentration du soluté dans la solution sera égale à celle dans le liquide retenu dans le résidu. La quantité de liquide ou de solution retenue dans le résidu dépend des caractéristiques du solide et de la densité et de la viscosité de la solution.
- Si le solide est sous forme de morceaux ou tranches, la concentration de la solution et celle de la solution interstitielle ou retenue seront à nouveau à l'équilibre. Cependant, il peut prendre un temps sensiblement plus long pour atteindre l'équilibre.
- Si le soluté réagit avec le réactif présent dans la solution, la lixiviation se produit jusqu'à ce que le soluté ou le réactif soit épuisé.

Les données d'équilibre d'extraction solide-liquide utilisés pour déterminer le nombre d'étages nécessaires sont rapportées en termes de la fraction du soluté dans la solution (overflow) et de la fraction du liquide dans le raffinat (underflow). Le système à trois composants (solide inerte, soluté et solvant), à température constante, peut être représenté par différents types de diagrammes. Les deux principaux utilisés en extraction solide-liquide sont :

#### II.5.1 Le diagramme triangulaire

La représentation graphique de ce système peut être effectuée sur des coordonnées triangulaires, où chaque constituant considéré comme pur occupera un sommet. Les côtés du triangle représentent les mélanges binaires et un point M, à l'intérieur, représente les compositions d'un mélange des trois. Les quantités des constituants seront exprimées indifféremment en fractions massiques ou molaires. (Voir l'exemple 1)

La détermination graphique du nombre d'étages théoriques est analogue à celle appliquée en extraction liquide-liquide.

### II.5.2 Diagramme de Ponchon-Savarit

Cette présentation consiste à définir des nouvelles variables où les compositions sont exprimées sans tenir compte du solide, qui sont définies de la façon suivante. Si un mélange M contient les trois constituants A, B et S, il vient :

$$x' = \left[ \frac{\text{solute}}{\text{solute} + \text{solvant}} \right]_{\text{Raffinat}} = \left[ \frac{B}{B + S} \right]_{\text{Raffinat}}$$

$$y' = \left[ \frac{\text{solute}}{\text{solute} + \text{solvant}} \right]_{\text{Extrait}} = \left[ \frac{B}{B + S} \right]_{\text{Extrait}}$$

$$N_{R'} = \left[ \frac{\text{solide}}{\text{solute} + \text{solvant}} \right]_{\text{Raffinat}} = \left[ \frac{A}{B + S} \right]_{\text{Raffinat}}$$

$$N_{E'} = \left[ \frac{\text{solide}}{\text{solute} + \text{solvant}} \right]_{\text{Extrait}} = \left[ \frac{A}{B + S} \right]_{\text{Extrait}}$$

avec A: masse du solide A inerte [kg] ou [mole]

B : masse du soluté liquide [kg] ou [mole]

S : masse du solvant liquide [kg] ou [mole]

$x'$  : rapport massique/molaire du soluté B dans le raffinat avec  $0 < x' < 1$

$y'$  : rapport massique/molaire du soluté B dans l'extrait avec  $0 < y' < 1$

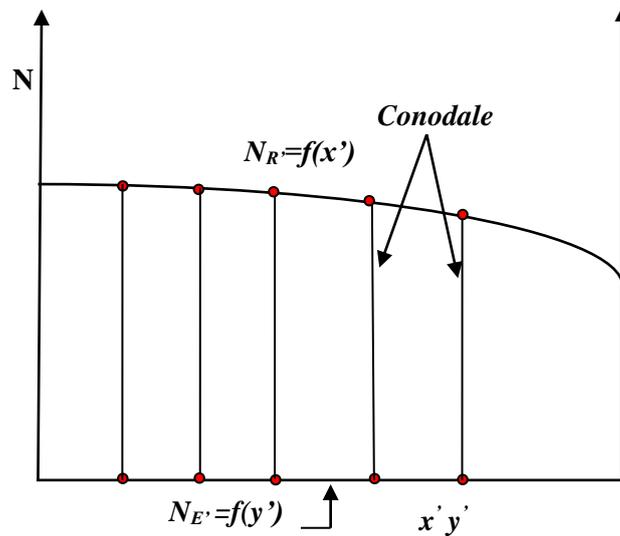
$N$  : rapport massique/molaire du solide A dans le raffinat (sousverse) ou dans l'extrait (surverse) avec  $0 < N < \infty$

Certaines courbes d'équilibre typiques généralement rencontrées dans la pratique sont présentées dans les figures II.2 à II.4.

La figure II.2 représente le diagramme d'équilibre où le soluté B est infiniment soluble dans le solvant et il n'y a pas d'adsorption sélective de la solution (B+S) sur le solide inerte A. par conséquent, si le temps de contact et l'agitation sont importants, la solution extraite et la solution retenue par le solide (boues) ont la même composition et les cordales sont verticales. Dans ces conditions la courbe d'équilibre  $y' = f(x')$  se confond avec la 1<sup>ère</sup> bissectrice et la représentation sur la courbe  $y' = f(x')$  n'offre alors aucun intérêt.

La courbe  $N_{E'} = f(y')$  coïncide avec l'abscisse indiquant que la solution ne contient aucun solide.

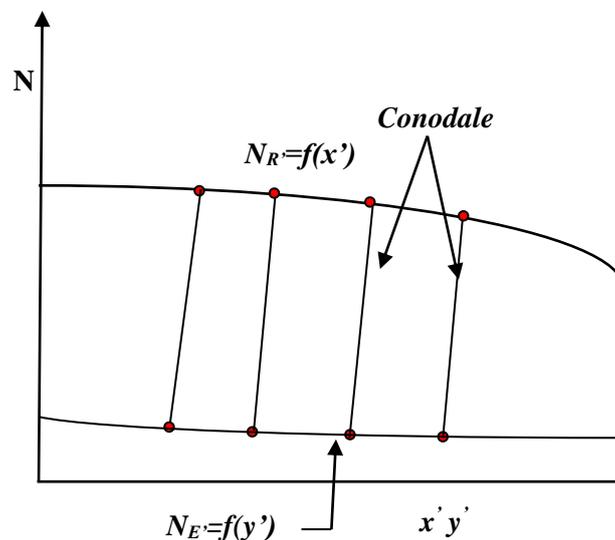
Lorsque la masse de solution (B +S) retenue par le solide est indépendante de la composition, la courbe des compositions des sousverses ( $N_{R'} = f(x')$ ) est alors une horizontale, cette représentation est connue sous le nom de résidu constant (constant underflow)



**Figure II.2 : Diagramme d'équilibre; B est infiniment soluble dans S et pas d'adsorption**

Dans le diagramme d'équilibre représenté sur la figure II.3, on peut citer :

- Le soluté B est infiniment soluble dans le solvant S.
- La courbe  $N_{E'} = f(y')$  se situe au-dessus de l'abscisse ( $N = 0$ ) indiquant que la solution contient du solide A, soit dissous ou en suspension, dû à une décantation imparfaite.
- Les tie-lignes sont inclinées, ce qui indique que les fractions du soluté dans la solution extraite et dans le résidu sont différentes, ce qui peut être dû à :
  - Le temps de contact et l'agitation sont insuffisants
  - L'adsorption du soluté par le solide
  - La solubilité partielle du soluté dans le solvant.



**Figure II.3 : Diagramme d'équilibre; B est infiniment soluble dans S et partiellement miscible de A dans S**

La figure II.4 représente le cas où le soluté B a une solubilité limitée dans le solvant S, comme le montre la courbe  $N_{E'} = f(y')$ . Les tie-lignes sont converges vers un point, ce qui signifie que la concentration maximale de soluté dans la solution extraite ne peut pas être supérieure à  $y'_s$ . Les

tie-lignes à gauche du point  $y'_s$  sont verticales car le solide est insoluble dans le solvant et pas d'adsorption du soluté.

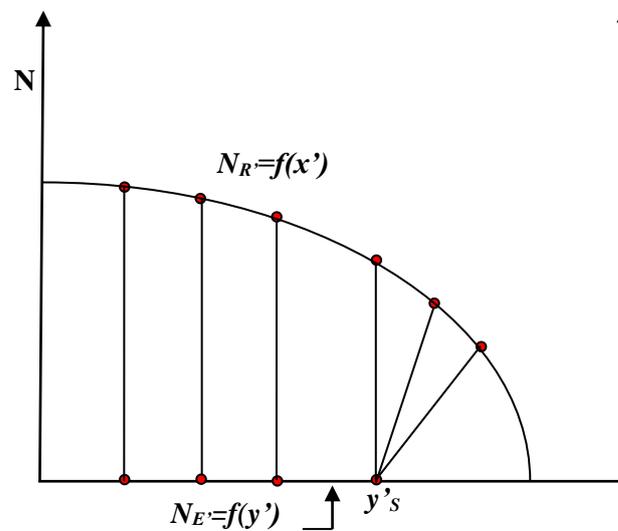


Figure II.4 : Diagramme d'équilibre; Solubilité limitée de B dans C, pas d'adsorption de soluté.

### Exemple 1

Les données d'équilibre (en % massique) de l'extraction solide-liquide des graines oléagineuses par l'hexane sont les suivantes :

Solution (Extarité)			Résidu (Raffinat)		
Solide $y_A$	Solvant $y_S$	Soluté $y_B$	Solide $x_a$	Solvant $x_S$	Soluté $x_B$
0.3	99.7	0	67.2	32.8	0
0.45	90.6	8.95	67.1	29.94	2.96
0.54	84.85	14.92	66.93	28.11	4.96
0.7	74.47	24.83	66.58	25.06	8.36
0.77	69.46	29.77	66.26	23.62	10.12
0.91	60.44	38.65	65.75	20.9	13.35
0.99	54.45	44.56	65.33	19.07	15.6
1.19	44.46	54.35	64.39	16.02	19.59
1.28	38.50	60.22	63.77	14.13	22.10
1.28	34.55	64.17	63.23	12.87	23.90
1.48	24.63	73.89	61.54	9.61	28.85

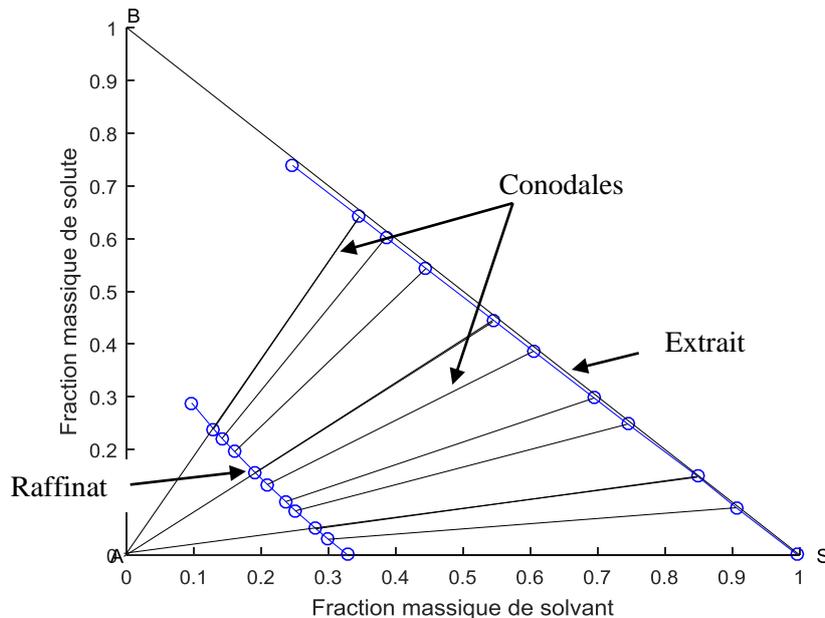
Tracer les données d'équilibre en utilisant :

- Diagramme ternaire
- Diagramme de Ponchon Savarit

### Solution

#### a. Diagramme ternaire

Les données d'équilibre de ce système sont représentées sur un diagramme rectangulaire, comme montrée la figure suivant :



**Figure II.4 : Solution de l'exemple 1 : Diagramme triangulaire.**

Le diagramme d'équilibre montré que tout les tie-lignes passant par l'origine. La phase de solution (surverse) contient des traces de solide inerte, qui est augmenté en fonction de la concentration de soluté (huile). Pour cette raison, la courbe d'extrait se situe légèrement en dessous de l'hypoténuse.

#### a. Diagramme de Ponchon- Savarit

Les variables de diagramme de Ponchon-savarit calculées à partir des données d'équilibre sont résumées dans le tableau suivant :

$y'$	0.0000	0.0899	0.1495	0.2501	0.3000	0.3900	0.4501	0.5500	0.6100	0.6500	0.7500
$Ny$	0.0030	0.0045	0.0054	0.0070	0.0078	0.0092	0.0100	0.0120	0.0130	0.0130	0.0150
$x'$	0.0000	0.0900	0.1500	0.2501	0.2999	0.3898	0.4500	0.5501	0.6100	0.6500	0.7501
$Nx$	2.0488	2.0395	2.0239	1.9922	1.9638	1.9197	1.8843	1.8082	1.7601	1.7196	1.6001

Avec :

$$x' = \left[ \frac{x_B}{x_B + x_S} \right]_{Raffinat} \quad y' = \left[ \frac{y_B}{y_B + y_S} \right]_{Extrait} \quad N_{E'} = \left[ \frac{x_A}{x_B + x_S} \right]_{Raffinat} \quad N_{R'} = \left[ \frac{y_A}{y_B + y_S} \right]_{Extrait}$$

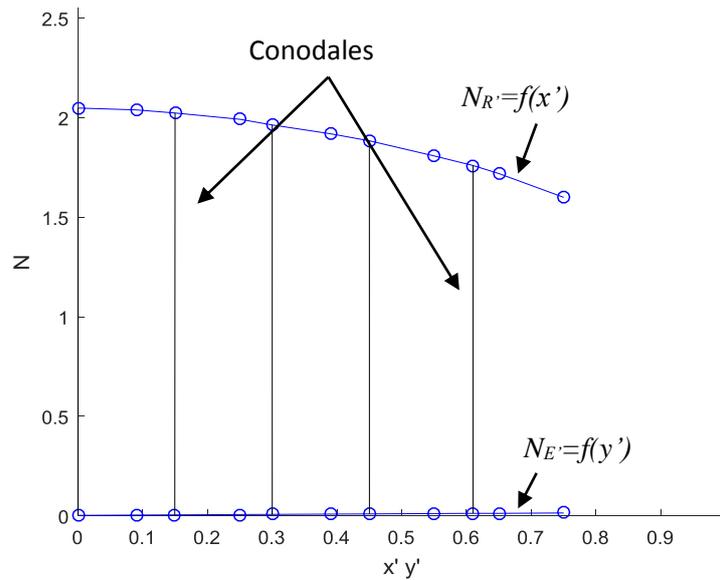


Figure II.5 : Solution de l'exemple 1 : Diagramme de Ponchon-Savarit.

Les conodales de ce système sont verticales car la solution extraite et la solution retenue par le solide (résidu ou boues) ont la même composition.

## II.6 Les procédés d'extraction solide-liquide

Les mécanismes d'extraction mettent en jeu de nombreux processus élémentaires : adsorption, absorption, diffusion, solubilité partielle ou totale. Pour simplifier l'étude dans le cas de l'extraction solide-liquide on peut admettre quelques hypothèses simplificatrices :

1. Le soluté B à extraire est soluble en toute proportion dans le solvant S.
2. Pas d'adsorption de soluté B sur la surface du solide inerte A.
3. La solution extraite ne contient pas de solide.
4. Le solvant n'est pas vaporisé, adsorbé ou cristallisé dans un étage.
5. Le temps de contact et l'agitation sont importants
6. La composition de soluté dans le raffinat est égale à celle dans la solution (extrait).

Ces hypothèses donnent la définition d'un étage idéal.

L'extraction solide-liquide ou la lixiviation comporte toujours la même suite d'opérations physiques de mise en contact et de séparation des phases. Ainsi, on peut opérer de plusieurs manières :

- Extraction discontinu
- Extraction à courant croisé
- Extraction à contre-courant

Le calcul du nombre d'étages théoriques est basé sur des bilans matière et les données d'équilibre pour le système étudié. Des méthodes graphiques ou, dans certains cas, des méthodes analytiques peuvent être utilisées. La méthode graphique de Ponchon-savarit est utilisée pour déterminer le nombre d'étages théoriques de l'opération de l'extraction solide-liquide.

### II.6.1 Extraction discontinu

En extraction discontinu à étage unique, la charge solide mise en contact avec le solvant dans un mélangeur. On mélange intimement, pendant un temps suffisant, et on envoie le liquide dans un décanteur où les deux phases – raffinat et extrait – se séparent d'après leur densité et sont recueillies séparément. Un étage théorique de lixiviation pour un système ternaire est illustré à la figure II.6.

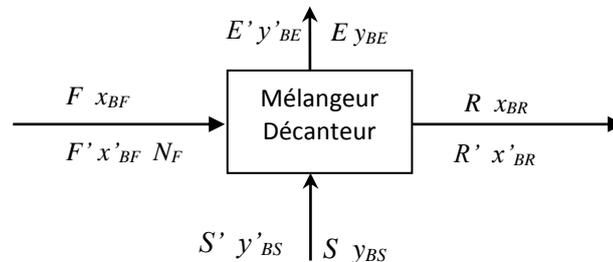


Figure II.6 : Schéma de l'extraction solide-liquide à étage unique

Avec :

$F$  : débit massique/molaire totale de l'alimentation ( $F=A+B$ ).

$S$  : débit massique/molaire totale de solvant (si le solvant pur  $y_{BS}=0$ ).

$R$  : débit massique/molaire totale du raffinat (sousverse).

$E$  : débit massique/molaire totale de l'extrait (surverse).

$x_{BF}$ ,  $x_{BR}$ ,  $y_{BS}$  et  $y_{BE}$  représentent les fractions massique/molaire du soluté dans l'alimentation, le raffinat, le solvant et l'extrait respectivement.

$F'$  : débit massique/molaire de l'alimentation (solide non-compris : si  $F=A+B$ , donc  $F'=B$ ).

$S'$  : débit massique/molaire solvant (solide non-compris ; solvant pur,  $S'=S$ ).

$R'$  : débit massique/molaire du raffinat (solide non-compris)

$E'$  : débit massique/molaire de l'extrait (solide non-compris,  $E'=E=B+S$  (hypothèse 3)).

$x'$  : (soluté)/(soluté + solvant) en phase raffinat.

$y'$  : (soluté)/(soluté + solvant) en phase extraite.

$N$  : (solide)/(soluté+ solvant) (en phases raffinat ou extraite).

Quand le système fonctionne en régime permanent, les équations de bilan matière sont les suivantes (solide non-compris):

$$\text{Bilan matière global : } F' + S' = R' + E' = M'$$

$$\text{Bilan matière sur le soluté : } F' x'_{BF'} + S' y'_{BS'_1} = R' x'_{BR'} + E' y'_{BE'} = M' x'_{BM'}$$

$$\text{Bilan matière sur le solvant : } F' N_{F'} + S' N_{S'} = R' N_{R'} + E' N_{E'} = M' N_{M'}$$

$$\Rightarrow x'_{BM'} = \frac{F'x'_{BF'} + S'y'_{BS'_1}}{F' + S'}$$

$$\Rightarrow N_{M'} = \frac{F'N_{F'} + S'N_{S'}}{F' + S'}$$

Le principe de la construction graphique du diagramme de Ponchon-Savarit pour déterminer le nombre d'étages théoriques est le suivant et représenté sur la figure II.7 :

- Tracer la courbe d'équilibre ternaire sur le diagramme de Ponchon-Savarit.
- Localiser les points  $F'$  et  $S'$  ( $F'(x'_{BF'}, N_{F'})$ ,  $S'(y'_{BS'}, N_{S'})$ )
- Calculer  $x'_{BM'}$  (ou  $N_{M'}$ ) à partir des équation du bilan matière et localiser le point  $M'$  sur la droite  $\overline{F'S'}$ .
- Tracez la droite verticale ( $x'_{BR'} = y'_{BE'} = x'_{BM'}$ ) à travers le point  $M'$ . Les bornes de la tie-ligne donnent les fractions du solide dans l'extrait et de raffinat  $N_{E'}$  et  $N_{R'}$ . La quantité de phases d'extrait et de raffinat ( $E'$  et  $R'$ ) et le pourcentage de soluté séparé de la charge peuvent être calculés à partir des équations de bilan de matière.

Donc les valeurs  $E'$  et  $R'$  sont :

$$R' = M' \frac{N_{E'} - N_{M'}}{N_{E'} - N_{R'}} \text{ et } E' = M' \frac{N_{M'} - N_{R'}}{N_{E'} - N_{R'}}$$

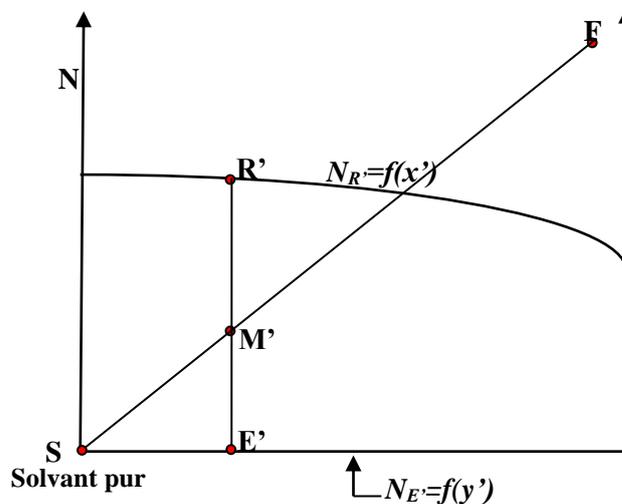


Figure II.7 : Représentation graphique de l'extraction à un étage

### Exemple 2

1000 Kg de graines oléagineuses broyées contenant 19.5% (% massique) d'huile (B) doivent être extraits avec 1500 kg d'hexane pur dans un étage théorique.

1-Calculer la fraction de l'huile a été extraite à l'aide du diagramme de Ponchon-Savarit.

(Utiliser les données d'équilibres de l'exercice 1)

### Solution

Charge :  $F=1000 \text{ Kg}$  et  $x_{BF}=0.195 \Rightarrow B = F \cdot x_{BF} = 195 \text{ Kg}$  ,  $A = 805 \text{ Kg}$  et  $S = 0$

Donc :  $F' = B + S = 195 \text{ Kg}$  ,  $x'_{BF'} = \left(\frac{B}{B+S}\right)_F = 1$  ,  $N_{F'} = \left(\frac{A}{B+S}\right)_F = 4.1282$

Solvant : on a solvant pur :  $S' = S = 1500 \text{ Kg}$  ,  $y'_{BS'_1} = 0$  et  $N_S = 0$ .

Bilan matière global :  $F' + S' = R' + E' = M'$

Bilan matière sur le soluté :  $F' x'_{BF'} + S' y'_{BS'_1} = R' x'_{BR'} + E' y'_{BE'} = M' x'_{BM'}$

$$\Rightarrow x'_{BM'} = \frac{F' x'_{BF'} + S' y'_{BS'_1}}{F' + S'} = 0.115$$

Bilan matière sur le solvant :  $F' N_{F'} + S' N_{S'} = R' N_{R'} + E' N_{E'} = M' N_{M'}$

$$\Rightarrow N_{M'} = \frac{F' N_{F'} + S' N_{S'}}{F' + S'} = 0.4749$$

La figure II.8 présente la construction graphique des données d'équilibre sur le diagramme de Ponchon-Savarit.

Les points  $F'$  et  $S'$  sont localisés sur le diagramme tel que :

- Les coordonnées de point  $F'$  sont : ( $x'_{BF'} = 1$  et  $N_{F'} = 4.1282$ )
- Les coordonnées de point  $S'$  sont : ( $y'_{BS'_1} = 0$  et  $N_{S'} = 0$ )

Le point  $M'$  est localisé sur la ligne  $\overline{F'S'}$  (pour  $x'_{BM'} = 0.115$ ). La conodale verticale passant par le point  $M'$  donne  $E'$  et  $R'$ , avec ( $x'_{BR'} = y'_{BE'} = x'_{BM'} = 0.115$ )

D'après la figure II.8 :  $N_{E'} = 0.0049$  et  $N_{R'} = 2.0331$

Et à partir des bilans de matière, Les quantités de  $E'$  et  $R'$  sont :

$E'=1302.2133 \text{ Kg}$  et  $R'=392.7867 \text{ Kg}$

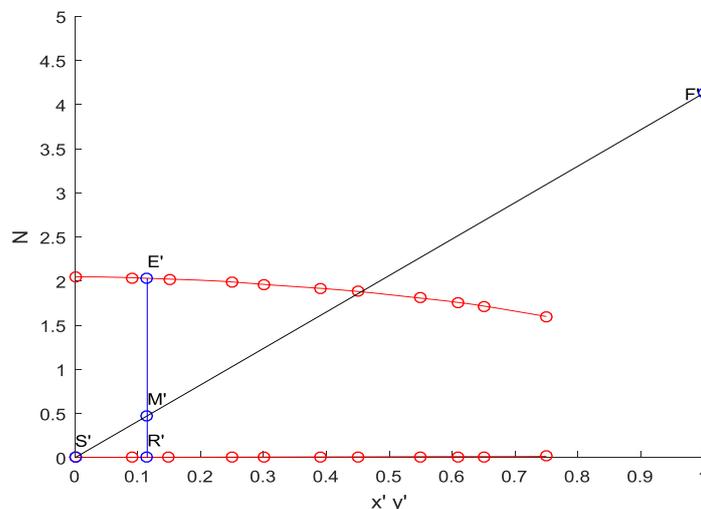


Figure II.8 : Représentation graphique de l'extraction à un étage de l'exemple 2

La fraction de l'huile extraite ou le rendement d'extraction est :

$$\text{Rendement de l'extraction} = \frac{E' \cdot y'_{BE'}}{F' x'_{BF'}} = 0.768 = 76.80\%$$

### II.6.2 Extraction à courants croisés

De façon à améliorer les performances de l'opération de l'extraction simple, on peut la répéter, c'est-à-dire contacter à nouveau le flux de raffinat avec du solvant frais et continuer ainsi avec les raffinats successifs.

Le schéma de principe de l'opération d'extraction à courants croisés à trois étages est représenté sur la figure II.9.

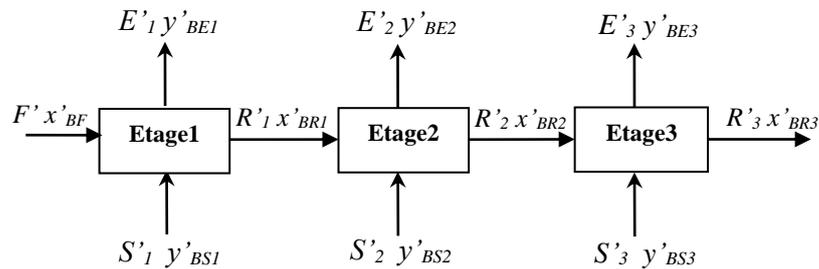


Figure II.9 : Schémas de principe d'extraction solide-liquide à courants croisés.

On admettra que les différents étages sont des étages idéaux et l'opération est mise en œuvre en régime stationnaire établi. Les équations de bilan de matière de chaque étage sont les suivantes (solide non-compris):

#### Etage1 :

$$\text{Bilan matière global : } F' + S'_1 = R'_1 + E'_1 = M'_1$$

$$\text{Bilan matière sur le soluté : } F' x'_{BF'} + S'_1 y'_{BS'_1} = R'_1 x'_{BR'_1} + E'_1 y'_{BE'_1} = M'_1 x'_{BM'_1}$$

$$\text{Bilan matière sur le solvant : } F' N_{F'} + S'_1 N_{S'_1} = R'_1 N_{R'_1} + E'_1 N_{E'_1} = M'_1 N_{M'_1}$$

$$\Rightarrow x'_{BM'_1} = \frac{F' x'_{BF'} + S'_1 y'_{BS'_1}}{F' + S'_1} \text{ et } N_{M'_1} = \frac{F' N_{F'} + S'_1 N_{S'_1}}{F' + S'_1}$$

#### Etage2 :

$$\text{Bilan matière global : } R'_1 + S'_2 = R'_2 + E'_2 = M'_2$$

$$\text{Bilan matière sur le soluté : } R'_1 x'_{BR'_1} + S'_2 y'_{BS'_2} = R'_2 x'_{BR'_2} + E'_2 y'_{BE'_2} = M'_2 x'_{BM'_2}$$

$$\text{Bilan matière sur le solvant : } R'_1 N_{R'_1} + S'_2 N_{S'_2} = R'_2 N_{R'_2} + E'_2 N_{E'_2} = M'_2 N_{M'_2}$$

$$\Rightarrow x'_{BM'_2} = \frac{R'_1 x'_{BR'_1} + S'_2 y'_{BS'_2}}{R'_1 + S'_2} \text{ et } N_{M'_2} = \frac{R'_1 N_{R'_1} + S'_2 N_{S'_2}}{R'_1 + S'_2}$$

**Étage3 :**

$$\text{Bilan matière global : } R'_2 + S'_3 = R'_3 + E'_3 = M'_3$$

$$\text{Bilan matière sur le soluté : } R'_2 x'_{BR'_2} + S'_3 y'_{BS'_3} = R'_3 x'_{BR'_3} + E'_3 y'_{BE'_3} = M'_3 x'_{BM'_3}$$

$$\text{Bilan matière sur le solvant : } R'_2 N_{R'_2} + S'_3 N_{S'_3} = R'_3 N_{R'_3} + E'_3 N_{E'_3} = M'_3 N_{M'_3}$$

$$\Rightarrow x'_{BM'_3} = \frac{R'_2 x'_{BR'_2} + S'_3 y'_{BS'_3}}{R'_2 + S'_3} \text{ et } N_{M'_3} = \frac{R'_2 N_{R'_2} + S'_3 N_{S'_3}}{R'_2 + S'_3}$$

La construction graphique de l'extraction solide-liquide à courants croisés est similaire à celui de l'extraction à un seul étage. La solution graphique sur le diagramme de Ponchon-Savarit est représentée à la figure II.10.

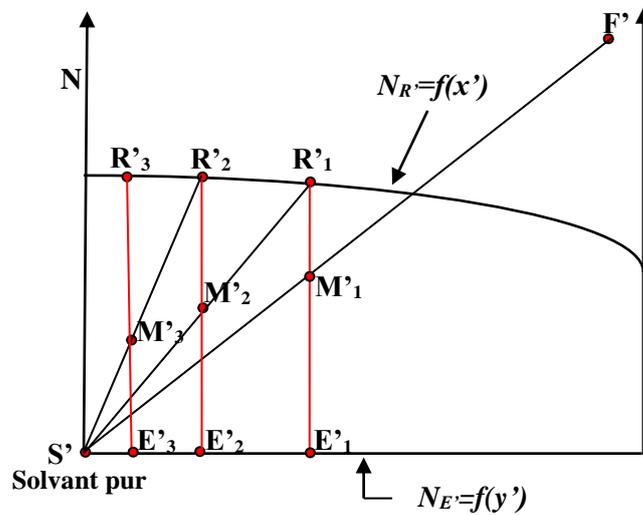


Figure II.10 : Représentation graphique de l'extraction à courants croisés

**Exemple 3 :** (suite de l'exemple 2)

Quelle serait la fraction d'huile extraite si on utilisant trois étages à courants croisés avec une quantité de solvant de 500 kg dans chaque étage.

**Solution**

$$\text{Charge : } F=1000 \text{ Kg et } x_{BF}=0.195 \Rightarrow B = F \cdot x_{BF} = 195 \text{ Kg}, A = 805 \text{ Kg et } S = 0$$

$$\text{Donc : } F' = B + S = 195 \text{ Kg}, x'_{BF'} = \left(\frac{B}{B+S}\right)_F = 1, N_{F'} = \left(\frac{A}{B+S}\right)_F = 4.1282$$

$$\text{Solvant pur : } y'_{BS'_1} = y'_{BS'_2} = y'_{BS'_3} = 0 \text{ et } S'_1 = S'_2 = S'_3 = S' = 500 \text{ Kg.}$$

**Étage1 :**

$$\text{Bilan matière global : } F' + S'_1 = R'_1 + E'_1 = M'_1$$

$$\text{Bilan matière sur le soluté : } F' x'_{BF'} + S'_1 y'_{BS'_1} = R'_1 x'_{BR'_1} + E'_1 y'_{BE'_1} = M'_1 x'_{BM'_1}$$

Bilan matière sur le solvant :  $F'N_{F'} + S'_1N_{S'_1} = R'_1N_{R'_1} + E'_1N_{E'_1} = M'_1N_{M'_1}$

$$\Rightarrow x'_{BM'_1} = \frac{F'x'_{BF'} + S'_1y'_{BS'_1}}{F' + S'_1} = 0.2806 \text{ et } N_{M'_1} = \frac{F'N_{F'} + S'_1N_{S'_1}}{F' + S'_1} = 1.1583$$

Sur le diagramme d'équilibre illustré sur la figure II.11 :

- On localisé les points  $F'$ ,  $S'$  et  $M'_1$  qui est situé sur la ligne  $\overline{F'S'}$ .
- On tracé la conodale verticale passant par le point  $M'_1$
- Les extrémités du tie-ligne donnent les compositions de phase de raffinat et de la phase extrait de l'étage 1. avec  $(x'_{BR'_1} = y'_{BE'_1} = x'_{BM'_1} = 0.2806)$

D'après la figure II.11:  $N_{R'_1} = 1.9751$  et  $N_{E'_1} = 0.0075$

Et d'après les équations du bilan de matière :  $R'_1 = 406.4721 \text{ Kg}$  et  $E'_1 = 288.5279 \text{ Kg}$

### Etage2 :

Bilan matière global :  $R'_1 + S'_2 = R'_2 + E'_2 = M'_2$

Bilan matière sur le soluté :  $R'_1x'_{BR'_1} + S'_2y'_{BS'_2} = R'_2x'_{BR'_2} + E'_2y'_{BE'_2} = M'_2x'_{BM'_2}$

Bilan matière sur le solvant :  $R'_1N_{R'_1} + S'_2N_{S'_2} = R'_2N_{R'_2} + E'_2N_{E'_2} = M'_2N_{M'_2}$

$$\Rightarrow x'_{BM'_2} = \frac{R'_1x'_{BR'_1} + S'_2y'_{BS'_2}}{R'_1 + S'_2} = 0.1258 \text{ et } N_{M'_2} = \frac{R'_1N_{R'_1} + S'_2N_{S'_2}}{R'_1 + S'_2} = 0.8857$$

Le point  $M'_2$  est situé sur la droite  $\overline{R'_1S'_2}$  (Figure II.11), la conodale verticale passe par le point  $M'_2$  donne les coordonnées des points  $R'_2$  et  $E'_2$  de l'étage 2.

On obtient :  $N_{R'_2} = 2.0302$  et  $N_{E'_2} = 0.0050$

Et d'après les équations du bilan de matière :  $R'_2 = 394.1663 \text{ Kg}$  et  $E'_2 = 512.3058 \text{ Kg}$

### Etage3 :

Bilan matière global :  $R'_2 + S'_3 = R'_3 + E'_3 = M'_3$

Bilan matière sur le soluté :  $R'_2x'_{BR'_2} + S'_3y'_{BS'_3} = R'_3x'_{BR'_3} + E'_3y'_{BE'_3} = M'_3x'_{BM'_3}$

Bilan matière sur le solvant :  $R'_2N_{R'_2} + S'_3N_{S'_3} = R'_3N_{R'_3} + E'_3N_{E'_3} = M'_3N_{M'_3}$

$$\Rightarrow x'_{BM'_3} = \frac{R'_2x'_{BR'_2} + S'_3y'_{BS'_3}}{R'_2 + S'_3} = 0.0555 \text{ et } N_{M'_3} = \frac{R'_2N_{R'_2} + S'_3N_{S'_3}}{R'_2 + S'_3} = 0.8950$$

On localisé le point  $M'_3$  ( $x'_{BM'_3} = 0.0555$ ) sur la droite  $\overline{R'_2S'_3}$  et on trace la conodale verticale passe par  $M'_3$ , On obtient :  $N_{R'_3} = 2.0465$  et  $N_{E'_3} = 0.0040$

Et d'après les équations du bilan de matière :  $R'_3 = 381.8605 \text{ Kg}$  et  $E'_3 = 504.1103 \text{ Kg}$

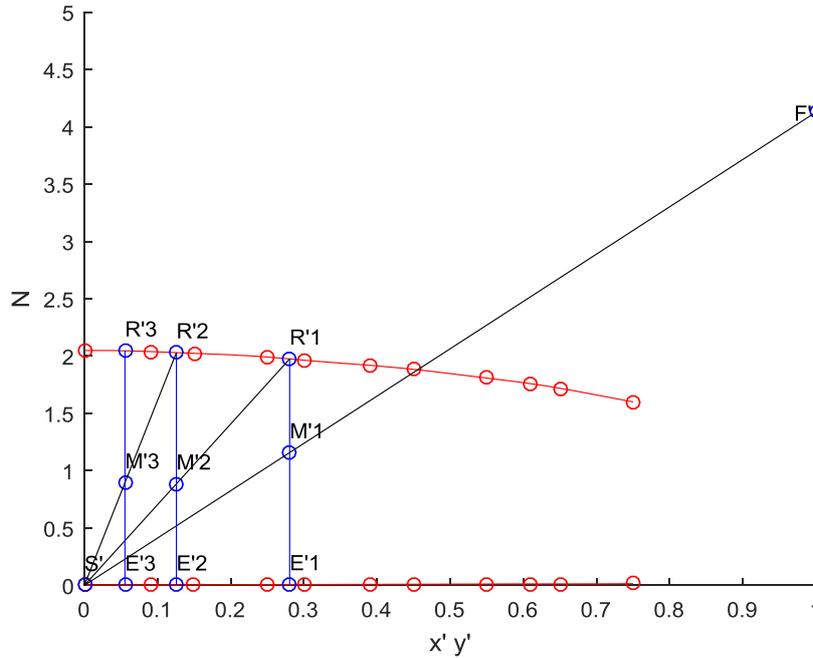


Figure II.11 : Représentation graphique de l'extraction à courants croisés de l'exemple 3

Le rendement d'extraction est :

$$\text{Rendement de l'extraction} = \frac{F' \cdot x'_{BF'} - R'_3 \cdot y'_{BR'_3}}{F' \cdot x'_{BF'}} = 0.8914 = 89.14\%$$

### II.6.3 Extraction à contre-courant

C'est la technique qui utilise le mieux la capacité d'extraction du solvant permettant ainsi une augmentation de l'efficacité du procédé. Cette méthode donne un meilleur rendement qu'une extraction à simple étage ou à courant croisé avec le même nombre d'étages et la même quantité de solvant.

La figure II.12 représentée le schéma de principe d'une cascade d'extraction solide-liquide à contre-courant à  $n$  étages. Ici, il s'agit plutôt d'un montage analogue à une extraction par solvant, dans la mesure où la charge est alimentée à l'une des extrémités, et le solvant à l'autre.

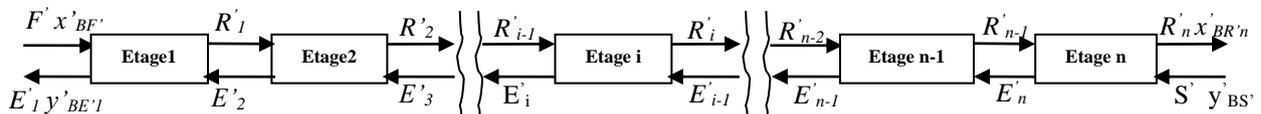


Figure II.12 : Schéma d'extraction solide-liquide à contre-courants

Les bilans de matières total et partiel (solide non compris) sur l'ensemble s'écrivent:

Bilan matière global :  $F' + S' = R'_n + E'_1 = M'$

Bilan matière sur le soluté :  $F' x'_{BF'} + S' y'_{BS'} = R'_n x'_{BR'_n} + E'_1 y'_{BE'_1} = M' x'_{BM'}$

Bilan matière sur le solvant :  $F' N_{F'} + S' N_{S'} = R'_n N_{R'_n} + E'_1 N_{E'_1} = M' N_{M'}$

$$\Rightarrow x'_{BM'} = \frac{F'x'_{BF'} + S'y'_{BS'}}{F' + S'} \text{ et } N_{M'} = \frac{F'N_{F'} + S'N_{S'}}{F' + S'}$$

La quantité  $M'$  représente la quantité totale de solvant (S) et de soluté (B) entrant dans l'extracteur.

Le point  $M'$  est également situé sur la ligne  $\overline{F'S'}$ . Ainsi que le point M se situe sur la droite joignant les points  $R'_n$  et  $E'_1$  (Figure II.13).

Le bilan de matière global (solide non compris) peut être exprimé différemment, soit :

$$F' - E'_1 = R'_n - S' = \Delta'$$

avec  $\Delta'$ , appelé pôle opératoire, représente la quantité nette du flux en chaque point de la colonne. Cette quantité peut être positive ou négative:

On peut déduire que le point  $\Delta'$  est le point d'intersection entre les droites  $\overline{F'E'_1}$  et  $\overline{R'_nS'}$ , et pour chaque étage (i) les courants  $E'_i$  et  $R'_i$  sont en équilibre, soit  $y'_{BE'_i} = x'_{BR'_i}$ , soit encore les conodales sont verticales.

Les étapes suivantes sont suggérées pour la solution graphique du nombre d'étages théoriques de l'extraction solide-liquide à contacts multiples à contre-courant, comme indiqué sur la figure II.13 :

- On trace les données d'équilibre sur le diagramme de Ponchon-Savarit.
- On localise les points  $F'$  et  $S'$  ( $F'(x'_{BF'}, N_{F'})$ ,  $S'(y'_{BS'}, N_{S'})$ ).
- On calcule  $x'_{BM'}$  (ou  $N_{M'}$ ) à partir des équation du bilan matière et on localise le point  $M'$  sur la droite  $\overline{F'S'}$ .
- Connaissant  $E'_1$  (ou  $R'_n$ ), on peut déterminer  $R'_n$  (ou  $E'_1$ ), on trace la droite  $\overline{E'_1M'}$ , qui coupe la courbe de sousverse  $N_{R'} = f(x')$  au point  $R'_n$ . (ou on trace la droite  $\overline{R'_nM'}$ , qui coupe la courbe de surverse  $N_{E'} = f(y')$  au point  $E'_1$ )
- L'intersection de la ligne  $\overline{F'E'_1}$  avec  $\overline{R'_nS'}$  donne le point de pôle opératoire  $\Delta'$ .
- Connaissant  $E'_1$ , on trace la conodale verticale passe par le point  $E'_1$  qui donne le point  $R'_1$ .
- On trace en suite la ligne  $\overline{R'_1\Delta'}$  qui coupe la courbe de surverse  $N_{E'} = f(y')$  en  $E'_2$ .
- Connaissant  $E'_2$ , on peut déterminer  $R'_2$  et ainsi de suite jusqu'à ce qu'on arrive à une valeur proche de  $R'_n$ .
- On compte le nombre de droites de conjugaison (les verticales) qui donne le nombre d'équilibre donc le nombre d'étages théoriques.

On obtient pour notre construction (Figure II.13) 3 étages.

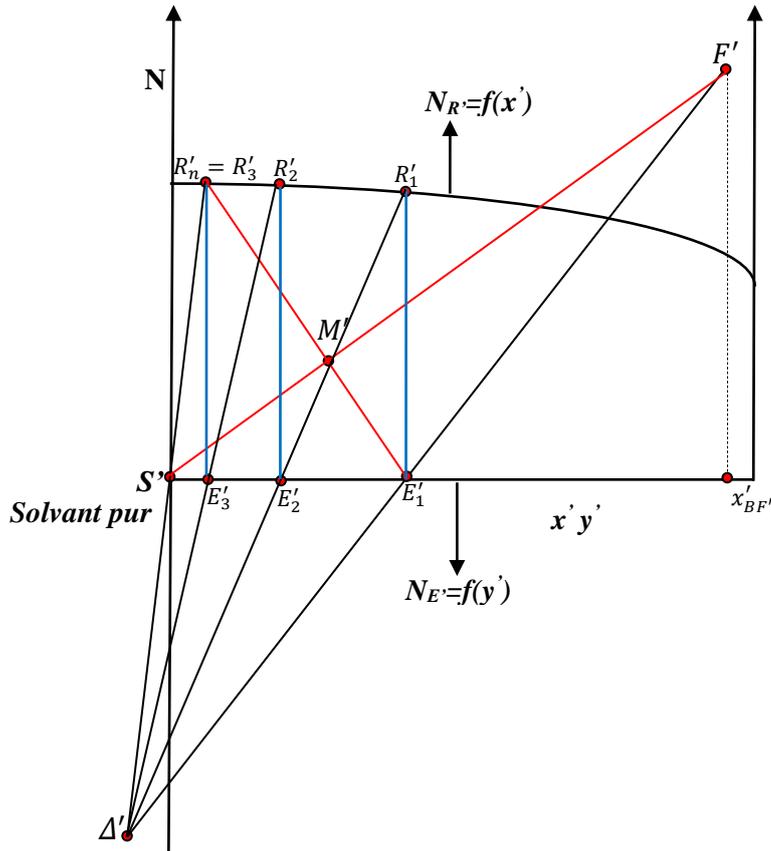


Figure I.13 : Construction graphique de l'extraction solide-liquide à contre-courant

#### Exemple 4

Les graines oléagineuses broyées contenant 28% d'huile doivent être extraits avec l'hexane pur au moyen d'un extracteur continu à étage fonctionnant à contre courant. Les fractions massiques de l'huile de solvant dans le flux de raffinat final (surverse) sont 0.8% et 32.03% respectivement. Les débits d'alimentation (débit total) et le débit de solvant sont de 100 kg

- Déterminer le nombre d'étages requis.

(Utiliser les données d'équilibres de l'exemple 1)

#### Solution

Charge :  $F=100 \text{ Kg}$  et  $x_{BF}=0.28 \Rightarrow B = F \cdot x_{BF} = 28 \text{ Kg}$ ,  $A = 72 \text{ Kg}$  et  $S = 0$

Donc :  $F' = B + S = 28 \text{ Kg}$ ,  $x'_{BF'} = \left(\frac{B}{B+S}\right)_F = 1$ ,  $N_{F'} = \left(\frac{A}{B+S}\right)_F = 2.5714$

Solvant : on a solvant pur :  $S' = S = 100 \text{ Kg}$ ,  $y'_{BS'_1} = 0$  et  $N_S = 0$ .

Raffinat (sousverse) :  $x_{BR_n} = 0.008$  et  $x_{SR_n} = 0.3203 \Rightarrow x_{AR_n} = 1 - x_{BR_n} - x_{SR_n} = 0.6717$

$x'_{BR'_n} = \left(\frac{B}{B+S}\right)_F = \frac{x_{BR_n}}{x_{BR_n} + x_{SR_n}} = 0.0244$ ,  $N_{R'_n} = \left(\frac{A}{B+S}\right)_F = \frac{x_{AR_n}}{x_{BR_n} + x_{SR_n}} = 2.0460$

Les bilans de matières total et partiel sont:

$$\text{Bilan matière global : } F' + S' = R'_n + E'_1 = M'$$

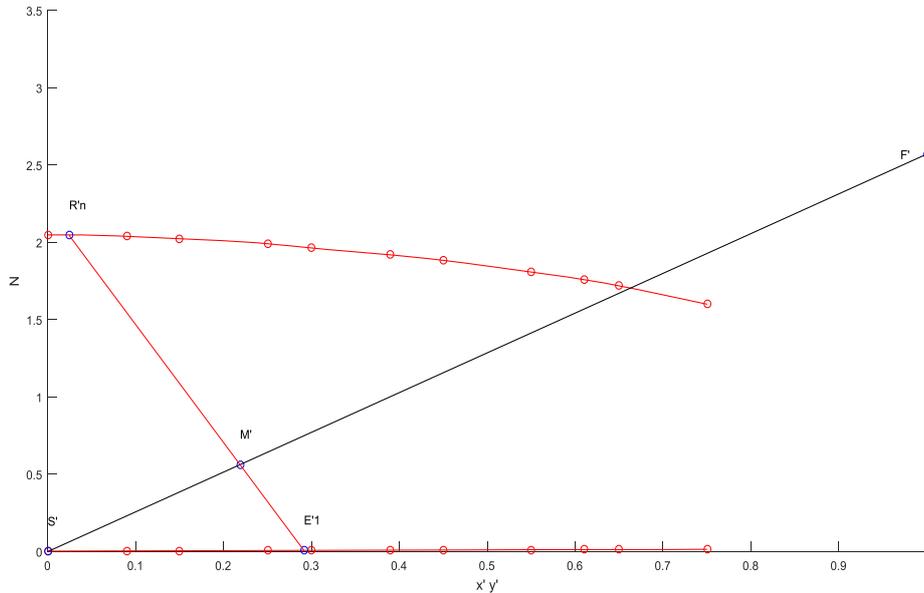
$$\text{Bilan matière sur le soluté : } F'x'_{BF'} + S'y'_{BS'} = R'_n x'_{BR'_n} + E'_1 y'_{BE'_1} = M'x'_{BM'}$$

$$\text{Bilan matière sur le solvant : } F'N_{F'} + S'N_{S'} = R'_n N_{R'_n} + E'_1 N_{E'_1} = M'N_{M'}$$

$$\Rightarrow x'_{BM'} = \frac{F'x'_{BF'} + S'y'_{BS'}}{F' + S'} = 0.2188 \text{ et } N_{M'} = \frac{F'N_{F'} + S'N_{S'}}{F' + S'} = 0.5625$$

Le point M est alors situé sur la ligne  $\overline{F'S'}$ , l'extrapolation de la droite  $\overline{R'_n M'}$  coupé la courbe de surverse ( $N_{E'} = f(y')$ ) au point  $E'_1$  (Figure II.14). ( $E'_1$  : c'est la sortie de l'extrait final solide non compris)

Donc les coordonnées de la phase extraite  $E'_1$  sont (Solide non compris) :  $y'_{BE'_1} = 0.2915$  et  $N_{E'_1} = 0.0076$



**Figure II.14 : Détermination graphique de la composition de l'extrait final**

La construction graphique pour déterminer le nombre d'étages théoriques nécessaires est illustrée sur la figure II.15, et les étapes de construction sont les suivants :

- On trace les lignes  $\overline{F'E'_1}$  et  $\overline{R'_n S'}$ , le point d'intersection entre eux est le pôle  $\Delta'$ .
- On considère le point  $E'_1$ . On trace la conodale verticale passant par  $E'_1$  qui donne le point  $R'_1$ .
- On trace la ligne  $\overline{R'_1 \Delta'}$ , qui coupe la courbe de surverse ( $N_{E'} = f(y')$ ) en point  $E'_2$ .
- Et on continue comme en 2): la conodale verticale passe par  $E'_2$  donne  $R'_2$ ; on rejoint le pôle et on trouve  $E'_3$ , Et ainsi de suite jusqu'à ce qu'on obtient à une valeur proche de  $R'_n$ .

Le nombre d'étages théoriques obtenu est : N.E.T= 3 étages.

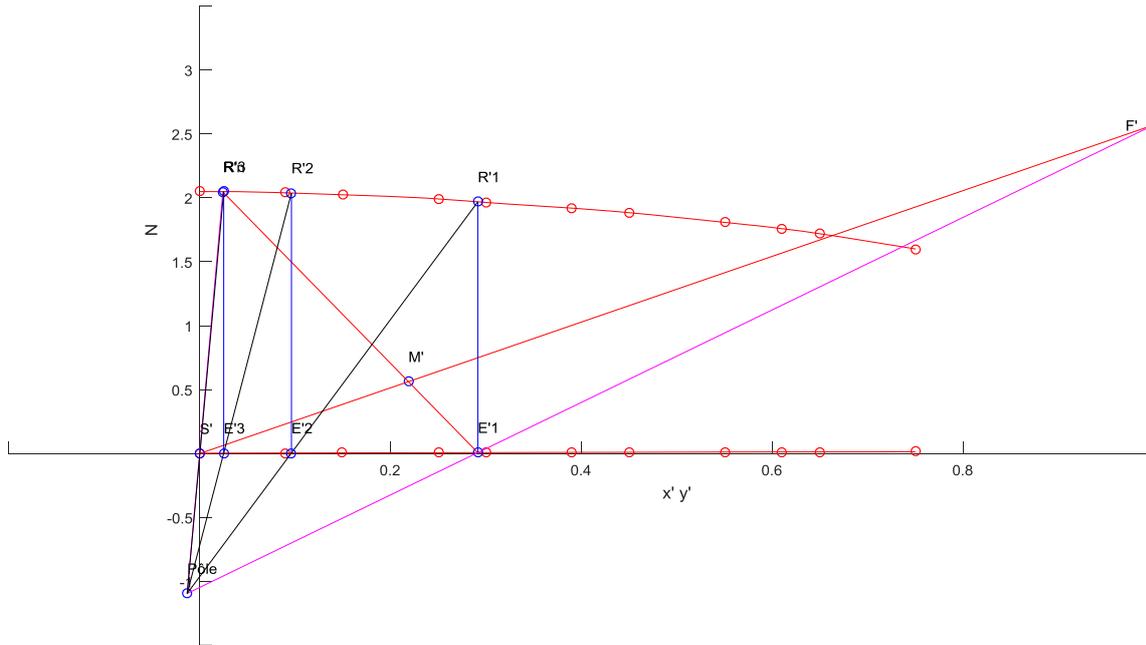


Figure II.15 : Construction graphique du nombre d'étages théoriques de l'exemple 4

#### II.6.4 Détermination analytique du nombre d'étages

Dans le cas particulier d'un raffinat constant (constant underflow) où la quantité de la solution retenue (B+S) dans le solide reste constante au long de la cascade d'extraction à contre-courant ( $R'_1 = R'_2 = \dots = R'_n = R'$  et  $E'_1 = E'_2 = \dots = E'_n = E'$ ), la courbe de sousverse ( $N_x = f(x')$ ) est alors une horizontale.

Si la courbe d'équilibre exprimée sans solide est de la forme  $y' = m \cdot x'$ , le nombre d'étages N peut être déterminé directement par l'équation suivante (relation de Kremser):

$$N = \frac{\ln \left[ \frac{x'_{BF'} - \frac{y'_{BS'}}{m} \cdot \left(1 - \frac{1}{r}\right) + \frac{1}{r}}{x'_{BR'_n} - \frac{y'_{BS'}}{m}} \right]}{\ln(r)}$$

Avec  $r = \frac{m \cdot S'}{R'}$

Si la solution extraite et la solution retenue par le solide (résidu) ont la même composition et les conodales sont verticales, la valeur  $m = 1$

#### Exemple 5

Une charge solide contenant 22% de soluté, 3% eau et 75% de solide insoluble, doit être lixiviée à un débit de 1tonne/h avec l'eau pur dans une cascade d'extraction fonctionnant à contre-courant.

La solution extraite doit contenir 16% de soluté et on souhaite enlever 99 % du soluté contenu dans la charge. La quantité de solution retenue dans le raffinat est 0.45 kg de solution par kilogramme de solide. L'équilibre est assuré dans chaque étage.

Déterminer analytiquement le nombre d'étages théoriques nécessaires.

### Solution

- Charge :  $F=1000 \text{ Kg/h}$  et  $x_{BF}=0.22$   $x_{SF}=0.03$  et  $x_{AF}=0.75$

$$\Rightarrow B = F \cdot x_{BF} = 220 \frac{\text{Kg}}{\text{h}}, A = 750 \frac{\text{Kg}}{\text{h}} \text{ et } S = 30 \frac{\text{Kg}}{\text{h}}$$

$$\text{Donc : } F' = B + S = 250 \text{ Kg/h}, x'_{BF'} = \left(\frac{B}{B+S}\right)_F = 0.88, N_{F'} = \left(\frac{A}{B+S}\right)_F = 3$$

- Solvant : on a solvant pur ;  $S' = S, y'_{BS'_1} = 0$  et  $N_S = 0$ .
- Extrait (surverse) :  $y_{BE_1} = 0.16 = y'_{BE'_1}$  car le solide est insoluble dans la solution

Les équations de bilan de matière sont :

$$\text{Bilan matière global : } F' + S' = R'_n + E'_1$$

$$\text{Bilan matière sur le soluté : } F' x'_{BF'} + S' y'_{BS'_1} = R'_n x'_{BR'_n} + E'_1 y'_{BE'_1}$$

$$\text{Bilan matière sur le solvant : } F' N_{F'} + S' N_{S'} = R'_n N_{R'_n} + E'_1 N_{E'_1}$$

On solvant pur  $N_{S'} = 0$  et le solide est insoluble dans la solution extraite  $N_{E'_1} = 0$

$$\Rightarrow F' N_{F'} = R'_n N_{R'_n}$$

Et on a : La quantité de solution retenue ( $R'$ ) dans le raffinat est 0.45 kg de solution par kg de solide

$$\Rightarrow N_{R'} = N_{R'_n} = \frac{1}{0.45} \frac{\text{Kg de solution}}{\text{Kg de solide}}$$

$$\Rightarrow R' = R'_n = 0.45 \cdot 750 = 337.5 \text{ Kg/h}$$

La quantité de soluté dans le raffinat est :  $B_R = 220 \cdot 0.01 = 2.2 \frac{\text{Kg}}{\text{h}}$

$$\Rightarrow x'_{BR'_n} = \frac{2.2}{337.5} = 0.0065$$

Et la quantité de solvant dans le raffinat est :  $S_R = 337.5 - 2.2 = 335.3 \frac{\text{Kg}}{\text{h}}$

A partir du bilan de matière sur le soluté :  $E'_1 = \frac{F' x'_{BF'} + S' y'_{BS'_1} - R'_n x'_{BR'_n}}{y'_{BE'_1}} = \frac{250 \cdot 0.88 + 0 - 337.5 \cdot 0.0065}{0.16}$

$$\Rightarrow E'_1 = 1361.2891 \frac{\text{Kg}}{\text{h}}$$

Donc :  $S' = R'_n + E'_1 - F' = 1448.7891 \frac{\text{Kg}}{\text{h}}$

Le nombre d'étages théoriques nécessaires est par la relation de Kremser

$$r = \frac{m \cdot S'}{R'} = \frac{S'}{R'} = 4.2927$$

$$N = \frac{\ln \left[ \frac{x'_{BF'} - \frac{y'_{BS'}}{m}}{x'_{BR'_n} - \frac{y'_{BS'}}{m}} \cdot \left(1 - \frac{1}{r}\right) + \frac{1}{r} \right]}{\ln(r)} = 3.19$$

## II.7 Equipement de l'extraction solide-liquide

Souvent, les solides à lixivier doivent subir un prétraitement avant d'être introduits dans l'équipement d'extraction, afin d'obtenir des temps de lixiviation raisonnables. Par exemple, Les graines de soja sont décortiquées, nettoyées, concassées et floconnées avant d'être utilisés dans l'opération d'extraction.

L'équipement industriel pour l'extraction solide-liquide est conçu pour un traitement discontinu ou continu. Le mode de mise en contact du solide avec le solvant est soit par percolation du solvant à travers un lit de solide, soit par immersion du solide dans le solvant avec agitation du mélange solide-liquide.

Lorsque l'immersion est utilisée, un fonctionnement à contre-courant à plusieurs étages est courant. Avec la percolation, un dispositif de contact par étages ou différentiel peut être utilisé. Un extracteur doit être efficace pour son application particulière afin de minimiser le besoin de solvant en raison du coût élevé de la récupération du solvant.

### II.7.1 Les opérations discontinues

Les opérations discontinues consistent à mettre en présence une quantité de solide (charge) et de solvant, puis à séparer, après un temps de contact déterminé, les solides épuisés (inerte) de la solution. Cette opération peut être effectuée en un étage ou en étages multiples. Un tel processus est généralement utilisé au laboratoire ou industriellement pour de faibles quantités de matière à traiter.

#### II.7.1.1 Lixiviation par percolation

Ce procédé est appliqué quand le minerai constitue un ensemble suffisamment et uniformément poreux pour pouvoir être traversé, d'une manière permanente, par la solution. La percolation est pratiquement le mode de lixiviation le plus économique. Elle consiste à faire passer la solution d'attaque à travers la masse métallifère qui reste statique. Le minerai est soit en place (in situ), disposé en tas ou encore broyé et disposé dans des tanks.

##### *a. Lixiviation in situ*

Cette méthode consistant en la lixiviation directe du minerai en place est utilisée lorsque les teneurs en éléments valorisables sont tellement faibles qu'elles n'assurent pas la rentabilité des opérations de minage et de transport vers la surface.

Cette méthode d'exploitation consiste à traiter des dépôts minéralisés conservés dans leurs sites géologiques ayant ou non subi une fragmentation. Sa pratique requiert certaines conditions dont

la plus importante est que le gisement soit limité par des couches imperméables empêchant la perte des solutions riches, mais qu'il soit perméable à la solution de lixiviation elle-même.

Généralement, on l'utilise pour extraire les sels solubles directement des gisements souterrains; qui peut se faire par irrigation ou par injection de la solution selon que le gisement est exposé ou enterré. .

Il existe deux méthodes de lixiviation in situ. La première est la lixiviation par irrigation (*spraying*), qui est appliquée lorsque le gisement est exposé et la solution de lixiviation est arrosée sur le dessus du gisement et la seconde, est la lixiviation par injection, qui est appliquée lorsque le gisement est enterré et la solution de lixiviation est injectée dans le gisement à travers un système de tuyaux verticaux perforés.

### ***b. Lixiviation en tas***

Par cette lixiviation, on traite le minerai en le disposant sous forme de tas sur des surfaces de drainage imperméables, en pente. La solution de lixiviation est arrosée sur le dessus du tas et percole ensuite à travers ce dernier, tout en solubilisant le métal de valeur. Cette technique s'applique également aux minerais très pauvres.

La lixiviation en tas exige une bonne fragmentation naturelle ou artificielle du minerai jusqu'à une granulométrie variant entre  $\frac{1}{4}$ " et  $\frac{3}{4}$ " , dépendant du minerai lui-même, afin d'éviter la migration verticale provoquée souvent par la présence des particules ultrafines et de permettre un contact efficace entre les réactifs et les minéraux, et une bonne isolation naturelle ou artificielle vis-à-vis des réseaux hydrologiques souterrains pour éviter la pollution.

Deux cas sont retenus pour ce type de lixiviation. Le dump leaching où les minerais sont placés en tas sur une surface naturellement imperméable. La solution lixivante est aspergée au-dessus du tas et on récupère la solution enrichie en bas et le heap leaching dont le principe est le même que pour le Dump leaching, sauf que dans ce cas, le tas de minerais est placé sur une surface rendue artificiellement imperméable.

### ***c. Lixiviation en lit fixe***

Dans cette catégorie, qui est un procédé discontinu, les appareils les plus simples sont constitués par des récipients ouverts ou fermés munis en leur base d'un dispositif d'égouttage supportant le lit de solide (tôle perforée, toile métallique, barres transversales). Des orifices sont prévus pour l'arrivée du solvant, la sortie de la solution, le chargement et le déchargement du solide (Figure II.16). Le contact avec le lit fixe peut être de deux types :

- Percolation par pulvérisation (Figure II.16-a), ou arrosage qui procède par passage du solvant à travers le lit de solide, l'alimentation ayant lieu dans la partie supérieure et le drainage dans la partie inférieure.
- Percolation par immersion totale (Figure II.16-b), ou diffusion qui réalise le nettoyage complet du lit dans le liquide introduit généralement à la partie inférieure et sortante par simple débordement à la partie supérieure.

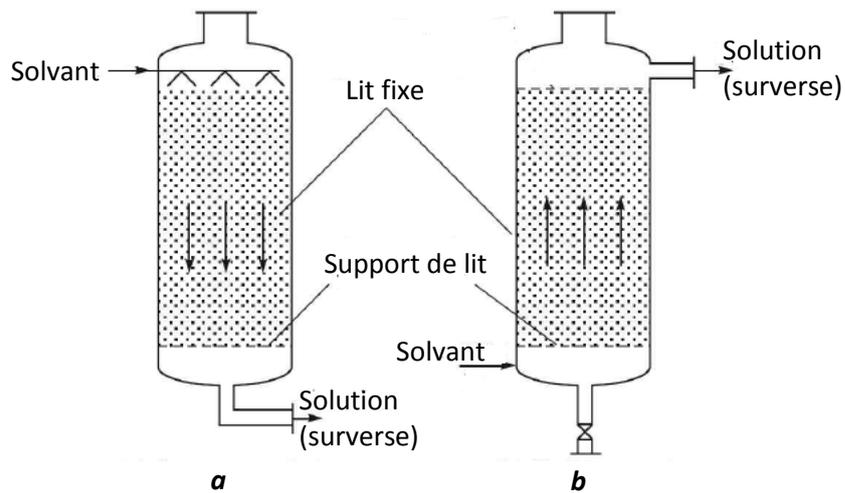


Figure II.16 : Schémas d'extraction solide-liquide en lit fixe

### II.7.1.2 Lixiviation par agitation

Cette lixiviation est destinée aux produits plus riches, suffisamment broyés et en quantité moindre comportant une grande proportion de particules fines qui rendraient la percolation simple difficile à réaliser. L'agitation permet principalement d'éviter la sédimentation des particules tout en favorisant également la cinétique de lixiviation et la dispersion des bulles de gaz, si des produits gazeux sont utilisés. Les produits à lixivier sont mis en pulpe avant d'être acheminés dans les réacteurs de lixiviation.

L'agitation peut être réalisée de trois manières

#### a. Agitation mécanique

L'agitation mécanique est effectuée par action d'un rotor mu par énergie électrique. Les réacteurs utilisés ont généralement une forme cylindrique verticale avec un fond plat, conique ou sphérique. Quand l'extraction est terminée, le miscella est retiré et la solution retenue par le solide peut être éliminée en y faisant passer une vapeur d'eau.

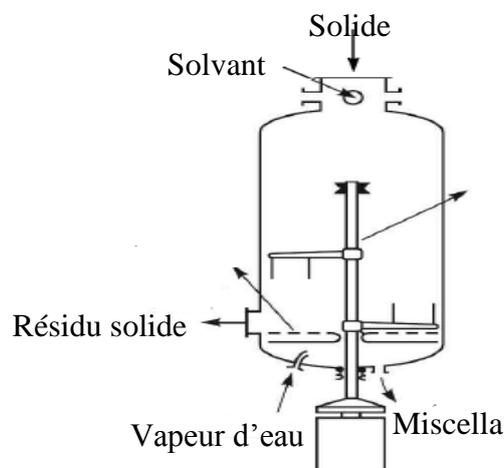


Figure II.17 : Réacteur agité

### b. Agitation pneumatique :

L'appareil le plus simple de cette catégorie est l'extracteur Pachuca (Figure II.18) basé sur le principe de l'élévateur à émulsion (air-lift).

La suspension est placée dans un récipient cylindro-conique contenant un cylindre plus petit à la base duquel débouche une arrivée d'air comprimé. L'émulsion créée dans ce tube conduit à une circulation de la suspension de solide. Des insufflateurs d'air placés dans la partie conique évitent la formation de zones mortes par décantation du solide.

Ces appareils fonctionnent en discontinu et, en fin d'extraction, l'insufflation d'air est arrêtée. Le solide épuisé décante et l'extrait surnageant est soutiré par siphonage ou grâce à un orifice latéral. Le solide inerte est ensuite remis en suspension et évacué sous cette forme.

Cette méthode requiert moins d'investissement et peu d'entretien par rapport au précédent, parce qu'elle n'implique pas des parties mobiles.

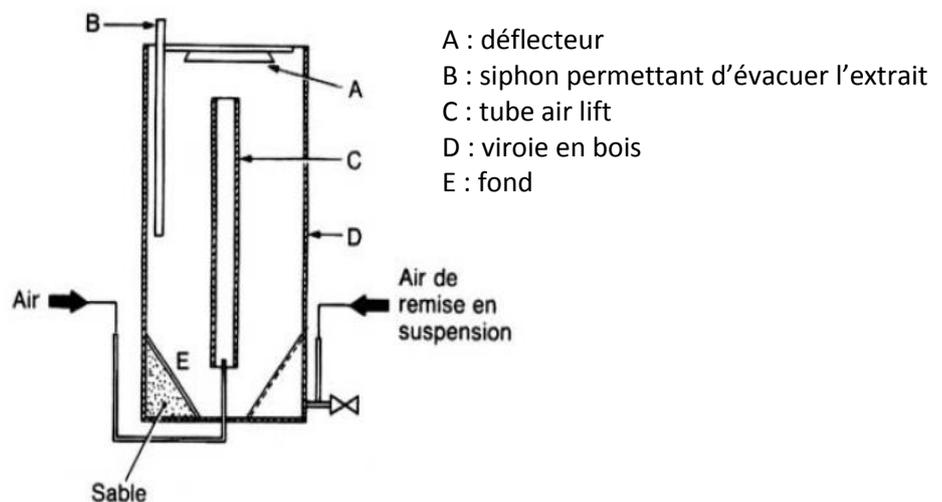


Figure II.18 : Extracteur Pachuca

### c. Agitation mécanique et pneumatique

Le système d'agitation est réalisé par combinaison de ces deux modes énumérés précédemment. Dans ce cas elle est dite mécano-pneumatique et un exemple de réacteur utilisant ce mode est l'agitateur Dorr-oliver, qui est utilisé pour l'extraction et le lavage de fines particules (Figure II.19).

L'appareil est constitué par un récipient cylindrique à fond plat, dans lequel est placé un agitateur mécanique équipé d'une série de bras à la partie supérieure et à la partie inférieure, décalés de 90°, dont l'arbre central sert d'émulseur.

Sur les bras inférieurs sont fixés des raclours destinés à déplacer la suspension de la périphérie vers le centre et, sur les bras supérieurs, des ajutages sont répartis régulièrement, afin de déverser à la surface du liquide la suspension aspirée par l'émulseur dans la partie inférieure.

Une agitation axiale et radiale est ainsi obtenue.

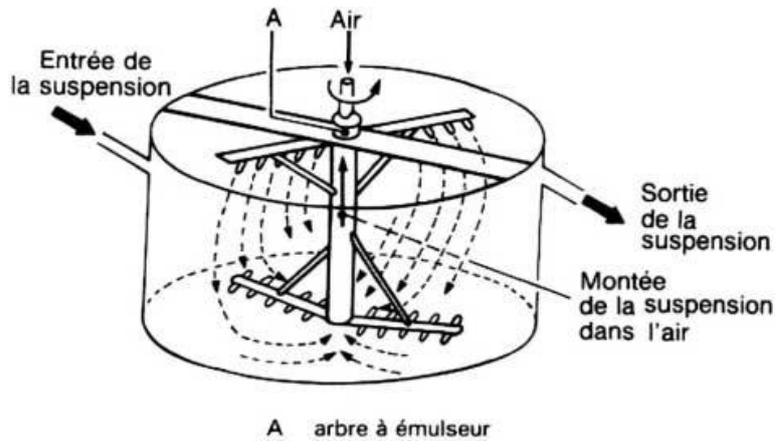


Figure II.19 : Mélangeur à agitateur continu Dorr

### II.7.1.3 Système de batterie multi-étages à contre-courant

Pour obtenir une concentration élevée du soluté dans le solvant, une série des étages (jusqu'à 15 à 16 étages) est disposée selon une technique de lixiviation discontinu à multiples contacts à contre-courant développée en 1841 par James Shanks et souvent appelée cascade d'extraction utilisant le système Shanks.

Cette technique peut être utilisée pour des applications telles que l'élimination discontinue du tanin du bois ou de l'écorce, du sucre des betteraves à sucre et des substances hydrosolubles du café, du thé et des épices. Une disposition typique est illustrée à la figure II.30.

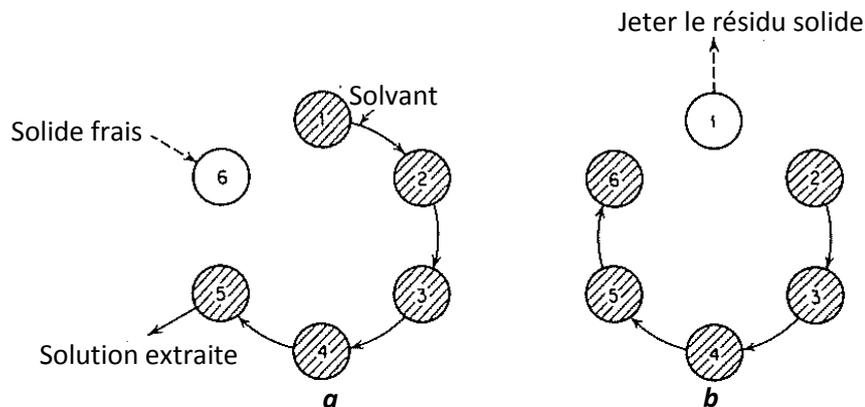


Figure II.20 : Système Shanks

Le système Shanks est fonctionné de la manière suivante :

1. La figure II.20-a montre qu'à tout instant, l'étage 6 est vide, les autres sont remplis du solide, l'étage 5 le plus récemment et l'étage 1 le plus longtemps. Les l'étages 1 à 5 sont également remplis du solvant d'extraction. La solution la plus concentrée en soluté se trouve dans l'étage 5 car elle est en contact avec le solide frais. Le solvant frais est simplement ajouté à l'étage 1.
2. La solution concentrée est soutirée de l'étage 5. Le solvant est transféré de l'étage 4 à 5, 3 à 4, de 2 à 3 et de 1 à 2. Le solide frais est ajouté à l'étage 5 comme indiqué sur la figure II.20-a.

3. Ensuite, le solide épuisé en soluté est déchargé de l'étage 1 comme indiqué sur la figure II. Le solvant de l'étage 5 est transféré à l'étage 6, de 4 à 5, de 3 à 4 et de 2 à 3. Le solvant frais est maintenant ajouté à l'étage 2. Les conditions sont maintenant les mêmes que lors du démarrage, sauf que l'étage 1 a pris les conditions de l'étage 6.
4. Continuer l'opération de la même manière que précédemment.

## II.7.2 Les opérations continues

Les opérations continues constituent l'essentiel des procédés mis en œuvre industriellement pour traiter de gros tonnages de matières premières. Elles sont caractérisées par un cheminement ininterrompu du solide et du solvant. Le processus à contre-courant est largement utilisé en raison de l'économie de solvant qu'il induit.

### II.7.2.1 L'extracteur à paniers mobiles

Une grande variété de dispositifs de paniers, d'égouttage et de circulation des solutions est rencontrée dans ces extracteurs. On peut citer :

#### a. Extracteur Bollman

L'extracteur à paniers mobiles Bollman est constitué par une série de paniers à fond perforé (30 et plus), contenant le solide à traiter, qui se déplacent d'un mouvement vertical descendant puis ascendant au moyen d'une chaîne sans fin (longueur de 15 à 21 m).

Les paniers sont chargés automatiquement à la partie supérieure puis, en descendant, sont arrosés par une solution semi-concentrée (demi-miscella) qui percole à travers toute la série de charges verticales descendantes. La solution recueillie à la base constitue la solution forte (miscella). L'extraction de ce côté de l'appareil s'effectue à co-courant (Figure II.21).

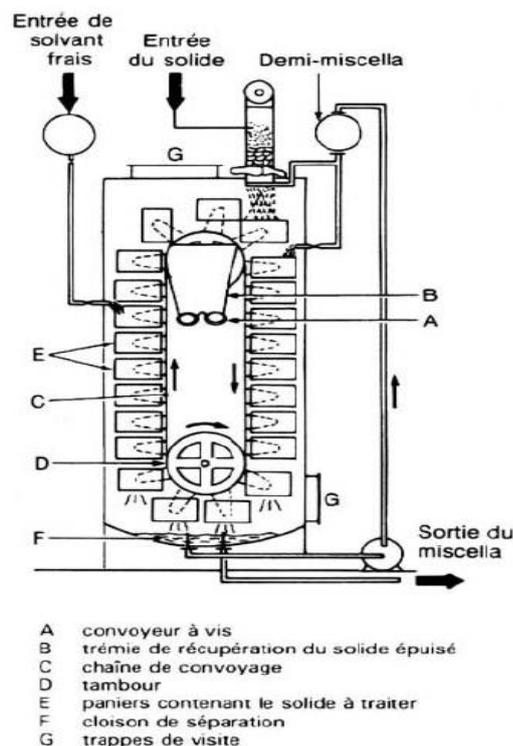


Figure II.21 : Extracteur Bollman

### b. Extracteurs horizontaux

Les extracteurs horizontaux (Figure II.22) sont actuellement préférés et ont supplantés l'extracteur Bollman.

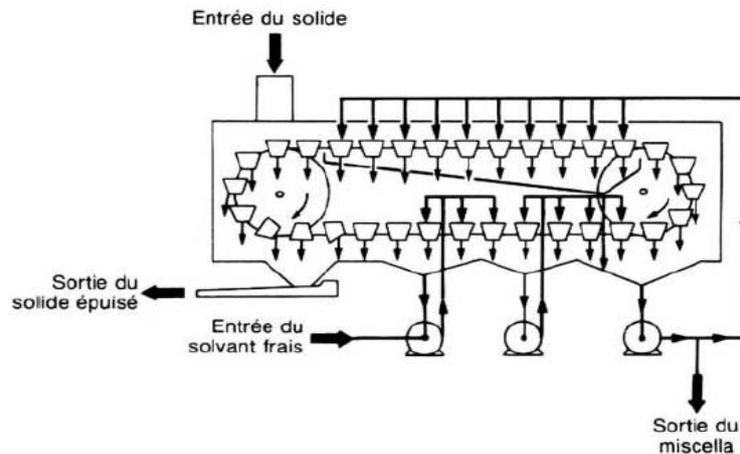


Figure II.22 : Extracteur horizontal à paniers Lurgi

### c. Extracteur Bernardini

Dans l'appareil Bernardini (constructeur : Costruzioni Meccaniche Bernardini), les paniers circulent sur une boucle en double épingle formant quatre cheminements horizontaux (Figure II.23).

Les solutions d'égouttage issues du cheminement supérieurpercolent à travers les paniers des trois cheminements inférieurs. L'extracteur ne comporte que trois pompes :

- Pompe d'alimentation en solvant frais ;
- Pompe de soutirage du miscella alimentée par une bêche de réception placée au niveau de l'entrée des solides dans l'appareil ;
- Pompe de circulation du demi-miscella alimentée par la bêche de réception occupant les deux tiers du fond de l'extracteur.

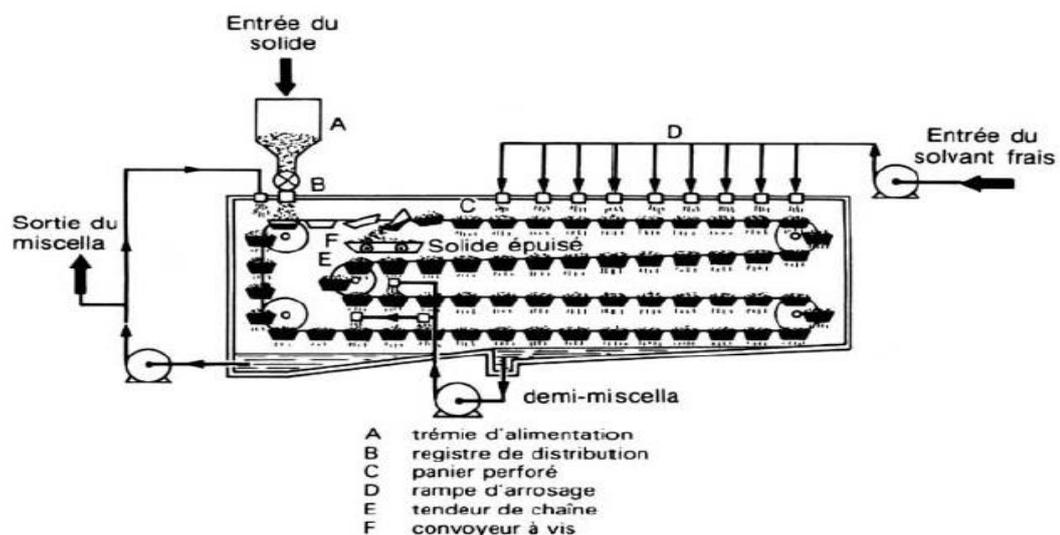


Figure II.23 : Extracteur Bernardini

### II.7.2.2 Extracteurs à chaîne de convoyage

Les modèles types appliquant ce principe sont :

#### a. Extracteurs Crown

Dans ce type, le solide circule dans une boucle fermée au moyen d'une chaîne de convoyage placée à l'intérieur d'un carter étanche (Figure II.24). Cette boucle comporte deux longs tronçons horizontaux, le tronçon supérieur étant légèrement incliné, et deux éléments de raccordement semi-circulaires courts. Les fonds des parties horizontales sont constitués par un tamis permettant la récolte des solutions.

Le solide est introduit au sommet de la partie descendante et est arrosé par un demi-miscella récolté au milieu de la partie horizontale inférieure. Le miscella est recueilli à l'entrée de cette ligne et évacué hors de l'appareil.

Les solutions peu chargées, récupérées à l'extrémité de sortie du tronçon horizontal inférieur, sont recyclées sur le lit de solide. Après avoir traversé la partie ascendante, le solide est arrosé tout d'abord par une solution recyclée peu chargée puis par le solvant d'alimentation.

Le dernier secteur du tronçon horizontal supérieur assure la fonction d'égouttage du solide avant son passage devant la trémie de déchargement. La circulation des solutions est réalisée à contre-courant au moyen de six boucles de pompage. Le solide n'est jamais totalement recouvert par le solvant dans les secteurs horizontaux mais, malgré ce défaut, l'efficacité de l'extracteur est bonne.

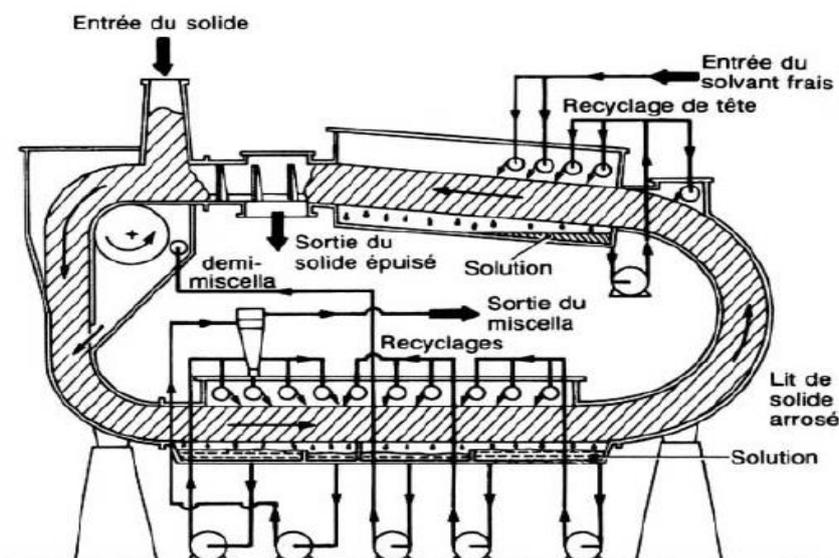


Figure II.24 : Extracteur Crown

#### b. Extracteur BMA (constructeur : Braunschweigische Maschinenbauanstalt)

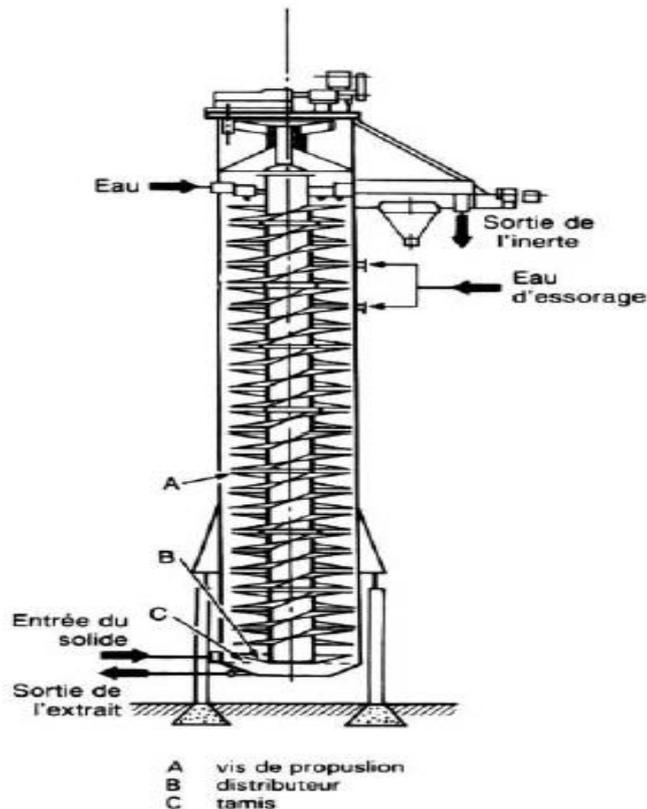
Ce type d'extracteur, utilisé pour l'extraction du sucre de betterave, est un appareil vertical à vis convoyeuse qui élève le solide à contre-courant de la solution descendante (Figure II.25).

La vis hélicoïdale est réalisée en plusieurs secteurs séparés par un espace équipé de baffles interdisant une rotation en masse du lit de solide.

Avant leur admission en suspension, au pied de l'appareil, les cossettes sont ébouillantées avec de l'extrait dans une cuve connexe.

Elles sont évacuées en tête au moyen de deux vis de transfert inclinées, puis elles sont pressées pour récupérer la solution adhérente qui est recyclée dans la tour à une hauteur correspondant à leur concentration.

La procédure de pressage et de recyclage de la liqueur récupérée dégrade légèrement la pureté de l'extrait, ce qui conduit à des difficultés supplémentaires au niveau du raffinage, mais a l'avantage de réduire considérablement la quantité d'effluents à traiter avant rejet.



*Figure II.25 : Extracteur BMA*

### c. Extracteur Olier

Ce type d'appareil est aussi utilisé pour le traitement des betteraves sucrières, dont la chaîne est constituée par des secteurs perforés, de section circulaire ou elliptique, circulant dans une série de boucles en U (Figure II.26).

Les sommets de chaque boucle sont à des hauteurs décroissantes dans la direction du flux des solutions. Cette différence d'élévation totale (de l'ordre de 10 m) conduit à une charge hydrostatique suffisante pour que la solution circule gravitairement à contre-courant du solide.

Analogue à l'extracteur Olier, on citera l'extracteur à chaîne Silver, qui utilise jusqu'à 21 boucles verticales fonctionnant à cocourant. L'extrait est récupéré au sommet de chaque boucle et alimente la boucle suivante dans le sens du contre-courant, ce qui permet de considérer globalement cet extracteur comme un appareil à contre-courant.

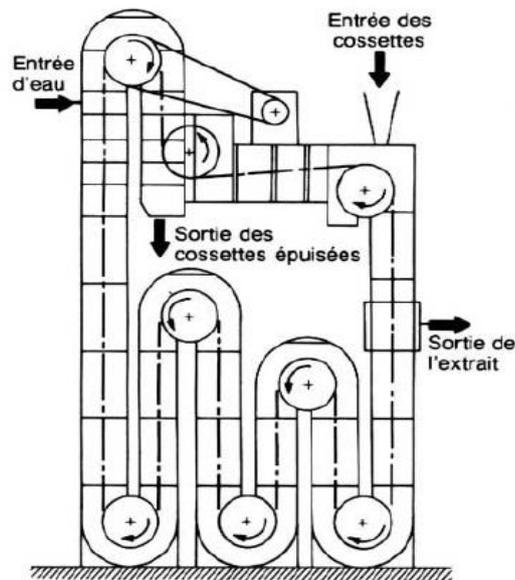


Figure II.26 : Extracteur Olier

#### d. Extracteur Saturne

L'extracteur Saturne mis au point par la Société des Sucreries de l'Atlantique est utilisé à l'extraction du sucre à partir de canne à sucre prépressée (bagasse). Son mode de fonctionnement est analogue à celui de l'extracteur Olier, excepté pour les secteurs, qui sont liés à un anneau vertical mobile (Figure II.27).

Il peut traiter plus de 1 000 t de canne à sucre par jour, avec un temps de séjour du liquide de l'ordre de 30 min. Ses dimensions sont en général de 12 m de diamètre, 13 m de longueur, 13 m de hauteur.

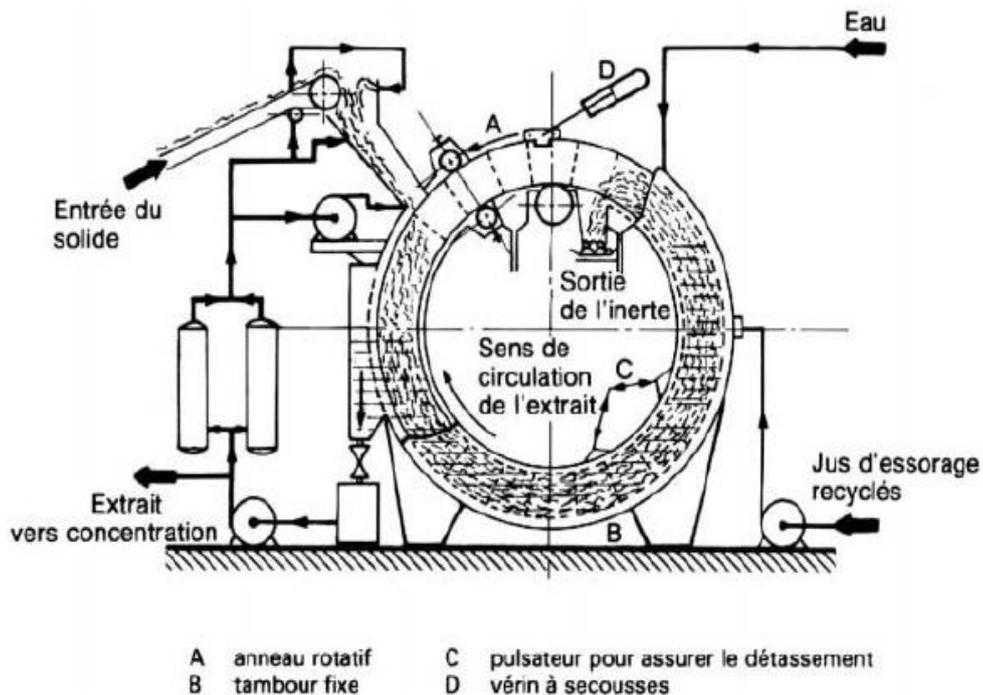


Figure II.27 : Extracteur Saturne

### II.7.2.3 Extracteur à bande transporteuse

L'extracteur à bande transporteuse perforée De Smet est très utilisé à la fois pour l'extraction du sucre de canne ou de betterave et pour l'extraction de l'huile des graines oléagineuses (Figure II.28).

Les solides sont distribués en continu sur une bande transporteuse perforée. Les solutions percolent à travers le lit, sont récupérées dans des bûches, puis reprises par la pompe pour alimenter la section suivante du lit à l'aide de distributeurs à rampe d'arrosage, à contre-courant du déplacement du solide.

De 15 à 20 boucles d'arrosage sont mises en œuvre sur la longueur de l'appareil. Dans certains cas, les secteurs de la bande sont différenciés afin de prévenir le mélange en retour des solutions.

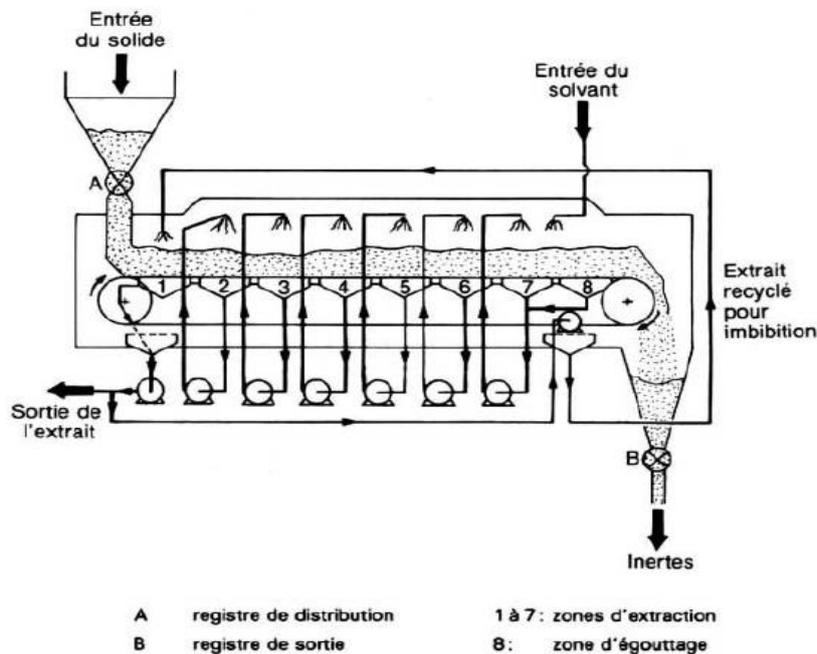


Figure II.28 : Extracteur à bande transporteuse De Smet

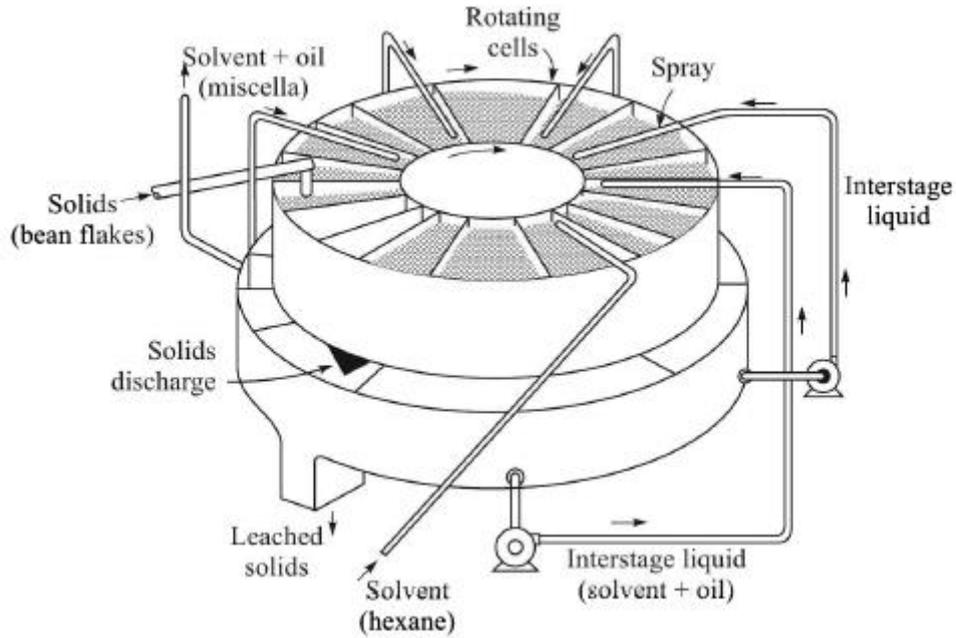
### II.7.2.4 Extracteur Rotocel

Dans l'extracteur à cellules ou à paniers rotatifs *Rotocel* (constructeurs : EMI et Dravo), les flocons restent immobiles une fois déposés dans les cellules et ne sont pas soumis à l'attrition

Cet extracteur est constitué (Figure II.29) d'un cylindre mobile bas (rotor) divisé en cellules ou compartiments radiaux (jusqu'à 18, dont 16 au plus sont utilisables pour l'extraction, les autres secteurs servant à l'égouttage), munis à la base d'un tamis suspendu ou d'un fond perforé (destiné à contenir le solide) qui peut s'escamoter pour le déchargement.

Le cylindre tourne d'un mouvement lent (1 tr en 40 min) sur un socle partagé en secteurs de drainage ou de réception, d'angles inégaux destinés à recueillir les solutions de percolation des différentes charges. L'ensemble est incorporé dans un carter étanche aux vapeurs de solvant, permettant le fonctionnement à chaud.

Chaque cellule passe sous un distributeur de solide assurant son chargement et sous une série de rampes d'amenée du solvant frais et des solutions venant des secteurs précédents. La différence de surface entre les cellules d'extraction et les secteurs de réception permet un épuisement plus ou moins grand des charges.



*Figure II.29 : Extracteur Rotocel*

Chapitre **3**

---

**MELANGEAGE**

---

### III.1 Introduction

De nombreuses opérations de traitement dépendent pour leur succès sur l'efficacité de l'agitation et du mélange des fluides. La différence entre les termes « *mélange* » et « *agitation* » peut être comprise comme suit :

- L'agitation fait référence au mouvement induit d'un matériau d'une manière spécifiée, généralement un mouvement circulaire dans un contenant.
- Le mélange est la distribution aléatoire, dans et entre elles, de deux ou plusieurs phases initialement séparées.

Un seul matériau homogène, tel qu'un réservoir plein d'eau froide, peut être agité, mais il ne peut pas être mélangé jusqu'à ce qu'un autre matériau (tel qu'une quantité d'eau chaude ou un solide en poudre) y soit ajouté.

Le rôle des agitateurs mécaniques ainsi que leur choix dépend toujours du processus et du mélange à agiter. Les industriels subdivise les processus en deux catégories : une qui nécessite des mouvements intenses (brassage, homogénéisation, maintien en suspension), et l'autre catégorie impliquant la génération de la dispersion d'une phase dans une autre (mise en contact gaz-liquide, émulsification, dispersion liquide-liquide).

Les mélangeurs performants en matière d'homogénéisation ont donc une excellente capacité de mise en mouvement de fluide, alors que ceux destinés aux opérations de génération de dispersion ont des bonnes caractéristiques de dissipation énergétique

### III.2 Définition de mélange

Le mélange est l'une des opérations les plus courantes effectuées dans les industries chimiques, de transformation et connexes. Le terme « mélange » est appliqué aux procédés utilisés pour réduire le degré de non-uniformité ou le gradient d'une propriété dans un système tel que la concentration, la viscosité, la température, etc.

Le mélange est réalisé en déplaçant le matériau d'une région à une autre. Il peut être intéressant simplement comme moyen d'atteindre un degré d'homogénéité souhaité mais il peut également être utilisé pour favoriser le transfert de chaleur et de matière, souvent lorsqu'un système subit une réaction chimique.

Plusieurs types de systèmes sont nécessaires pour différents types de mélange :

- **Mélange liquide monophasé** : Dans de nombreux cas, deux liquides miscibles ou plus doivent être mélangés pour donner un produit d'une spécification souhaitée, comme, par exemple, dans le mélange de produits pétroliers de viscosités différentes. C'est le type de mélange le plus simple car il n'implique ni transfert de chaleur ni de matière, ni même de réaction chimique. Un autre exemple est l'utilisation de l'agitation mécanique pour améliorer les taux de transfert de chaleur et de matière entre la paroi d'un récipient, ou d'un serpentin, et le liquide. Des complications supplémentaires surviennent dans le cas de liquides newtoniens et non newtoniens très visqueux.
- **Mélange de liquides non miscibles** : Lorsque deux liquides non miscibles sont agités, une phase se disperse sous forme de gouttelettes dans le second liquide qui forme une

phase continue. L'extraction liquide-liquide est un exemple important de ce type de mélange. Un autre exemple important de dispersion de deux liquides non miscibles est la production d'émulsions stables, la création des émulsions liquide-liquide est importante dans la fabrication des margarines et pâtes à tartiner.

- **Mélange solide-solide** : Mélange de particules solides est un processus très complexe, qu'il dépend par les caractéristiques de particules solides (telles que la densité, la taille, la distribution de taille, la forme et les propriétés de surface et aussi par les différences de ces propriétés dans les composants. Le mélange de sable, de ciment et d'agrégat pour former du béton et des ingrédients dans la préparation de la poudre à canon sont des exemples de longtemps du mélange de solides.
- **Mélange solide-liquide** : Une agitation mécanique peut être utilisée pour mettre en suspension des particules solides dans un liquide afin de favoriser un transfert de matière ou une réaction chimique. Les liquides impliqués dans de telles applications sont généralement de faible viscosité et les particules se déposent lorsque l'agitation cesse. L'addition de particules solides dans les liquides est nécessaire lors de la reconstitution de fluides tels que l'addition du café, du lait et du sucre dans l'eau chaude. L'addition de liquide aux systèmes solides est la clé de la production de plusieurs aliments sous forme de pâtes.
- **Mélange gaz-liquide** : De nombreuses opérations de traitement impliquant des réactions chimiques, telles que la fermentation aérobie, le traitement des eaux usées, l'oxydation d'hydrocarbures, etc., nécessitent une bonne mise en contact entre un gaz et un liquide. Le but du mélange gaz-liquide est de produire une aire interfaciale élevée en dispersant la phase gazeuse sous forme de bulles dans le liquide. Généralement, les mélanges ou dispersions gaz-liquide sont instables et se séparent rapidement si l'agitation est arrêtée, à condition qu'il ne se forme pas de mousse.
- **Mélange gaz-liquide-solide** : Dans certaines applications telles que l'hydrogénation catalytique des huiles végétales, des réacteurs en suspension, la flottation par mousse, la cristallisation par évaporation, la réussite et l'efficacité du procédé est directement influencée par le degré de mélange entre les trois phases.

On peut regrouper les opérations (mis à part les mélanges gaz-gaz, solide-solide et solide-gaz) de mélange en quatre grandes classes d'application. Chacune peut se caractériser par son aspect physique ou chimique.

**Tableau III.1 : Différentes opérations de mélange**

Type d'application	Caractéristique physique	Caractéristique chimique
Liquide-solide	suspension	dissolution
liquide-gaz	dispersion	absorption
liquide-liquide non miscibles ou miscibles	émulsion dispersion mélange	extraction réaction
circulation	pompage	transfert de chaleur

Les opérations de mélange sont donc trop compliquées à caractériser et à analyser d'une manière scrupuleuse. Les chercheurs ont lié cet ordre de difficulté à deux facteurs importants : l'un regroupe les phénomènes hydrodynamiques de l'écoulement (laminaire et turbulent), les caractéristiques géométriques et énergétiques, la viscosité et la température des substances ainsi que la nature rhéologique des différentes phases. L'autre facteur consiste à prendre en considération, la teneur et la nature des composants du mélange qui ont un rôle prépondérant sur les résultats obtenus en fin d'opération de mélange.

### III. 3 Diverses applications de mélange

L'équipement de mélange peut être conçu non seulement pour atteindre un niveau prédéterminé d'homogénéité, mais également pour améliorer le transfert de chaleur. Par exemple, la vitesse de rotation d'une roue dans un récipient de mélange est choisie de manière à obtenir une vitesse de transfert de chaleur requise, et l'agitation peut alors être plus que suffisante pour le service de mélange.

Un mélange excessif ou excessif doit être évité car il ne s'agit pas seulement d'un gaspillage d'énergie, mais peut également nuire à la qualité du produit. Par exemple, dans les applications biologiques, des vitesses de turbine ou un apport d'énergie excessivement élevés peuvent entraîner des taux de cisaillement qui endommagent les micro-organismes présents.

D'une manière similaire, lorsque les propriétés théologiques souhaitables de certaines solutions de polymère peuvent être attribuables à des molécules structurées à longue chaîne, des vitesses de turbine excessives ou une agitation sur des périodes prolongées, peuvent endommager la structure des molécules de polymère, altérant ainsi leurs propriétés.

Il est donc important de comprendre que le surmélange peut souvent être indésirable car il peut entraîner à la fois une consommation d'énergie excessive et une qualité du produit altérée.

D'après les exemples donnés de son application, il est tout à fait clair que le mélange franchit les frontières entre les industries, et en fait il peut être nécessaire de mélanger pratiquement n'importe quoi avec n'importe quoi d'autre - que ce soit un gaz, un liquide ou un solide; il n'est clairement pas possible de considérer ici toute la gamme des problèmes de mélange.

Lors du mélange, deux types de problèmes doivent être pris en compte: comment design et sélectionner un équipement de mélange pour une tâche donnée et comment évaluer si un mélangeur convient à une application particulière.

Dans les deux cas, les aspects suivants du processus de mélange doivent être compris:

1. Mécanismes de mélange.
2. Critères de mise à l'échelle ou de similitude.
3. Consommation d'énergie.
4. Modèles d'écoulement.
5. Vitesse de mélange et temps de mélange.
6. La gamme d'équipements de mélange disponibles et sa sélection.

### III.4 Système d'agitation

L'opération de mélange est requise à de très nombreux stades des procédés. Sans cette agitation, un mélange placé en cuve serait gouverné par une loi de diffusion de Fick. Pour accélérer les processus de transfert au sein du mélange il faut conférer un mouvement au fluide afin de renouveler les contacts entre phases. C'est-à-dire qu'il permet de contrôler le transfert de masse, la réaction et ultérieurement les propriétés des produits désirés afin d'affecter le rendement, la qualité et les coûts de production des produits désirés.

Les mobiles d'agitations peuvent être de géométrie différente. Les caractéristiques des mobiles sont déterminantes dans le type d'utilisation qui veut en être fait. Certains agitateurs sont utilisés pour homogénéiser des mélanges avec ou sans différence de viscosité, de concentration ou de température. D'autres sont conçus de sorte à pouvoir mélanger des fluides très peu miscibles afin de permettre des réactions chimiques en phase hétérogène ou pour créer des émulsions.

Il est aussi possible de rencontrer des agitateurs dont le rôle sera de permettre une mise en suspension de particules solides dans un liquide. Par exemple, la dissolution, la cristallisation ou encore le raclage du fond de cuve pour éviter l'amasement de particules. Enfin, la dispersion de gaz dans un liquide peut aussi être assurée par un agitateur pour des opérations d'absorption.

#### III.4.1 Types d'agitateurs

Les agitateurs ou les éléments mobiles sont les plus souvent centrés. C'est-à-dire que leurs axes sont confondus avec celui de la cuve. Ils sont classés suivant les flux des fluides qui sortent du volume balayé par l'agitation en rotation. Il existe trois types :

##### a. Ecoulement Axiale

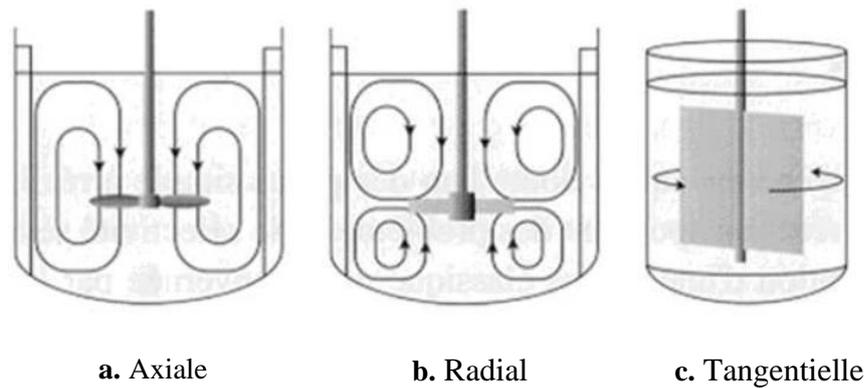
Mobiles à débit axial créent un mouvement de fluides dans la direction axiale (vers le haut ou vers le bas de la cuve). Ils génèrent une circulation importante de fluide en créant une seule boucle de circulation (figure III.1-a).

##### b. Ecoulement Radial

Ces mobiles fournissent un débit perpendiculaire à l'arbre d'agitation ils créent des effets cisaillement relativement importants. Le flux de liquide est expulsé depuis les pales du mobile vers les parois de la cuve et se divise en deux parties créent ainsi deux boucles de circulation qui se développent, l'une au dessus du mobile, l'autre en dessous. Les turbines sont les principaux mobiles de types radiaux (figure III.1-b).

##### c. Ecoulement Tangentielle

Agitateur à mobile raclant développent un écoulement primaire essentiellement tangentielle. C'est-à-dire dans le sens de rotation du mobile ou le milieu tourne dans sa totalité autour de l'arbre d'agitation et jusqu'à la périphérie de la cuve. L'utilité de ce type d'agitateur est un grand d'intérêt pour les opérations de transfert de chaleurs pour les fluides très visqueux (figure III.1-c).



**Figure III.1 : Présentation schématique des types d'écoulements**

### III.4.2 Les mobiles d'agitation

Le dimensionnement d'un système d'agitation, et en particulier, du mobile d'agitation, est extrêmement complexe, étant donné la diversité des applications à remplir de façon simultanée (mise en circulation du fluide, homogénéisation des composants du fluide, transfert de matière, de chaleur et d'énergie) d'une part et les contraintes imposées.

#### a. Les mobiles à écoulement axial

Ces mobiles plus communément appelés hélices créent un écoulement axial dans la cuve. Les hélices sont généralement utilisées pour homogénéiser des mélanges qui soient à faibles voire moyenne viscosité (de l'ordre de 1 Pa.s). On les trouve dans les industries agroalimentaire et pétrolière pour de la mise en suspension de solides, pour de la cristallisation ou encore pour de la création de dispersion liquide-liquide.



**Figure III.2 : Hélice marine**

#### b. Les mobiles à écoulement radial

Ces mobiles sont plus simplement appelés turbines. Elles sont utilisées dans des procédés tels que la fermentation, les réactions chimiques gaz-liquide ou encore dans la fabrication d'émulsion. Ces processus nécessitent un apport d'énergie lequel est assuré par la rotation très rapide d'agitateur au design permettant la création d'écoulements fortement turbulents.

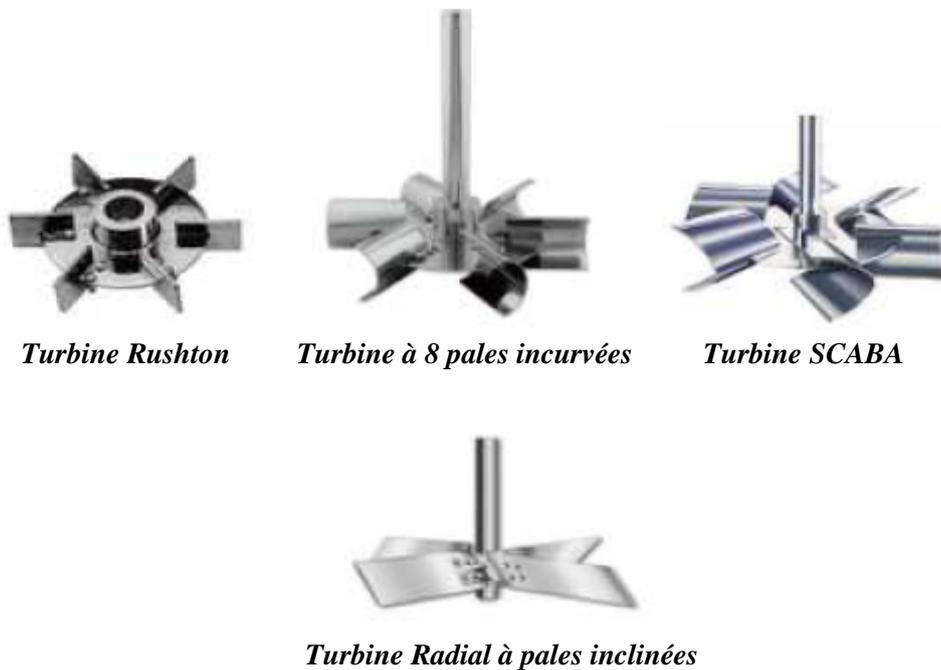
Les turbines sont typiquement constituées de pales radiales et de pales verticales montées sur un disque horizontal délivrant essentiellement un débit radial avec un fort cisaillement en bout de

pale (figure I.8). Elles sont donc très souvent utilisées dès qu'il s'agit de fragmenter un fluide en bulles ou en gouttes. Le modèle de base à pales plates dit turbine Rushton est caractérisé par :

- Le diamètre, souvent égal au tiers, sinon entre  $1/5$  et  $2/3$  du diamètre du réacteur.
- Le nombre de pales, le plus souvent égales à 6.
- Les dimensions des pales rapportées au diamètre de la turbine, en particulier largeur entre  $1/10$  et  $1/4$  du diamètre de la turbine.

De très nombreuses variantes se distinguent par le nombre, la forme, l'inclinaison des pales, leur courbure ainsi que par la présence ou non d'un disque central.

Les turbines exigent 10 à 20 fois plus d'énergie que les hélices.

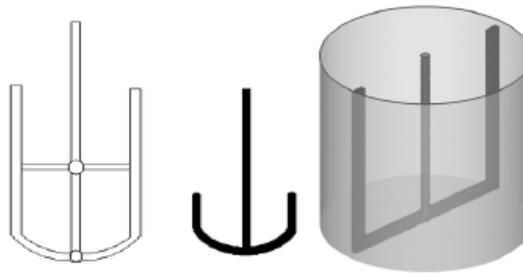


**Figure III.3 : Agitateur de type Turbine**

### c. Les mobiles à écoulement tangentiel

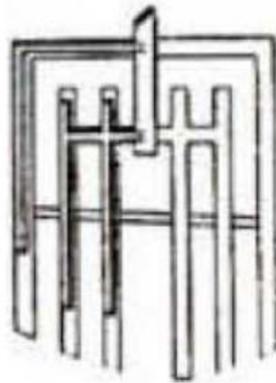
Ces mobiles sont plus communément appelés ancre, barrière ou bipale.

Les agitateurs à ancres (Figure III.4) sont constitués d'un tube ou d'un ruban plat, en forme de U de largeur réduite, qui tourne dans un plan diamétral à proximité de la paroi du réacteur. Ce type d'agitateur produit un flux plutôt périphérique tangentiel et sont adaptés au brassage des produits visqueux à proximité des parois. Le raclage des parois peut être associé, en particulier pour améliorer le transfert de chaleur.



**Figure III.4 : Agitateurs à Ancre**

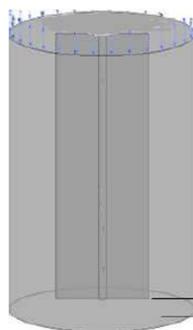
Les agitateurs barrières, (figure III.5) sont constitués par une association de plaques horizontales ou verticales. Les vitesses de rotation sont généralement faibles pour réduire la consommation d'énergie. Ils sont souvent utilisés pour l'agitation des grandes cuves surtout pour des opérations de traitement des eaux.



**Figure III.5: Agitateur à barrière**

Agitateur bipale le bipale est la forme la plus simple. Il est généralement utilisé pour des agitations douces avec une vitesse des pales qui ne dépasse pas 3 m/s.

Le rapport du diamètre de l'agitateur sur le diamètre de la cuve est compris entre 0.3 et 0.9. Le rapport de la hauteur de l'agitateur sur le diamètre de la cuve varie de 1/12 jusqu'à 1/3 pour un bipale classique. Lorsque ce rapport devient grand, dans ce cas on parle d'agitateur de type cadre (ou feuille) et l'écoulement généré par ce type d'agitateur est essentiellement tangentiel, par contre, lorsque ce rapport est faible, l'agitateur bipale se rapproche d'un agitateur turbine et l'écoulement peut devenir à refoulement radial si la vitesse de rotation est grande.



**Figure III.5: Agitateur bipale**

On pourra être amené à rencontrer d'autres mobiles à écoulement dans l'industrie. Ce ne sont pas les plus communs mais ils existent. Entre autres, les vis et rubans hélicoïdaux conçus pour assurer le mélange de fluide très visqueux par un pompage axial ascendant et les agitateurs avec rotor/stator conçus pour mélanger par la création de cisaillement très fort.

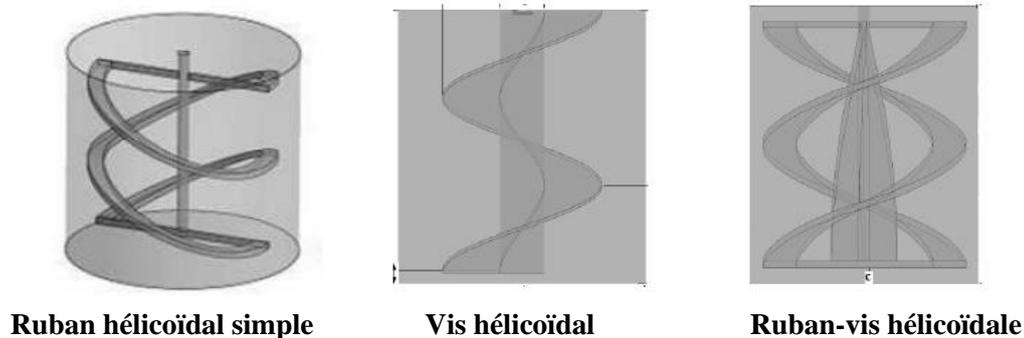


Figure III.6: Agitateurs du type vis et Ruban hélicoïdaux

La classification des différents types d'agitateurs en fonction de la viscosité dynamique est représentée dans le diagramme suivant (Figure III.7).

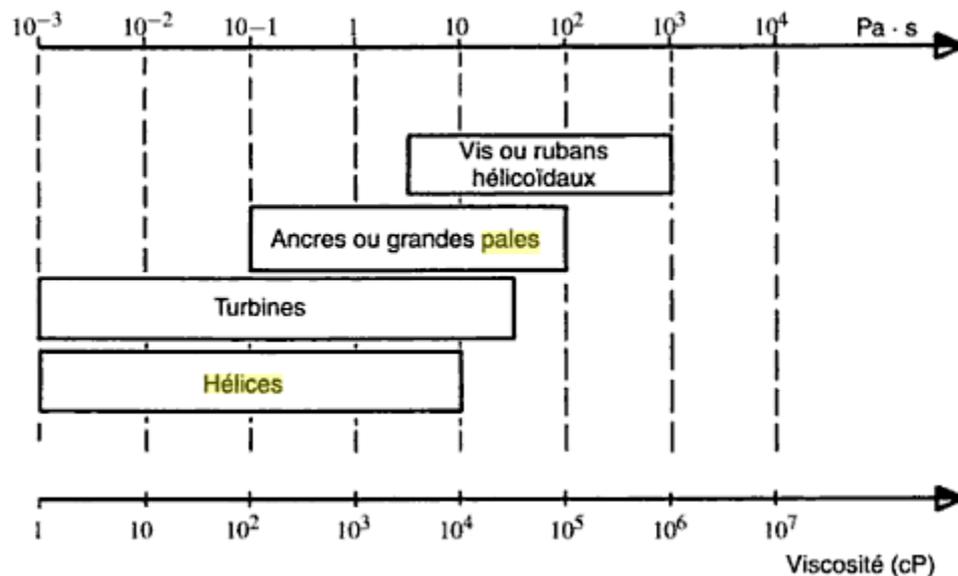


Figure III.7 : Le choix du type de mobile en fonction de la viscosité

### III.5 Mode mélange

Plusieurs modes d'agitation, peuvent être rencontrés dans les domaines industriels ou de recherche. Ils sont très différents les uns par rapport aux autres, est parmi eux :

- Les agitateurs mécaniques (rotatifs).
- Les agitateurs statiques (tube muni de chicanes).
- Les agitateurs à cuve tournante (type bétonnière).
- Les agitateurs à jet.
- Les agitateurs ultra-sons.

### III.5.1 Les agitateurs rotatifs

Il existe deux types d'agitateurs rotatifs :

#### a. Agitateurs mécaniques

La majorité des opérations d'agitation et de mélange s'effectuent au moyen d'un agitateur pendulaire tournant, placé dans une cuve généralement de forme cylindrique. Le rôle de l'agitateur est d'accélérer les phénomènes de transfert dans le mélange. Par conséquent, l'agitateur est préconisé pour l'homogénéisation des liquides miscibles, pour mettre en suspension des solides dans des liquides, ou pour disperser un gaz dans un liquide.

#### b. Agitateurs magnétiques

L'agitation magnétique est de loin la plus pratique et la plus simple à mettre en œuvre. On place un barreau magnétique recouvert d'un revêtement inerte (le plus souvent Teflon, quelque fois du verre) dans le mélange à agiter, suivant les récipients, il existe différentes formes de barreau : des barreaux simples pour les récipients à fond plat, en forme d'olive pour les ballons et en forme de croix pour les tubes à essai. Le barreau magnétique présent dans le milieu est entraîné par un aimant tournant situé sous le récipient.

### III.5.2 Mélangeurs statiques

Un mélangeur statique est composé d'un ensemble immobile placé à bout dans tube. Chaque élément a une structure géométrique rigide particulière qui divise le flux et le recombine.

Le contact entre les fluides a lieu grâce un mouvement radial engendré dans les mélangeurs. L'efficacité de l'opération de la mise en œuvre dans un mélangeur statique dépend beaucoup de régime d'écoulement. Différentes géométrie de mélangeurs sont créés pour s'adapter aux écoulements laminaires et turbulent vu que les mécanismes de mélange de ces deux types d'écoulement sont différents.

Des formes très variées sont proposées, plus ou moins ouvertes et complexes (figure III.8), plusieurs éléments sont souvent placés en série dans la conduite pour atteindre le degré de mélange souhaité. Ces mélangeurs sont bien adaptés à de nombreux problèmes.

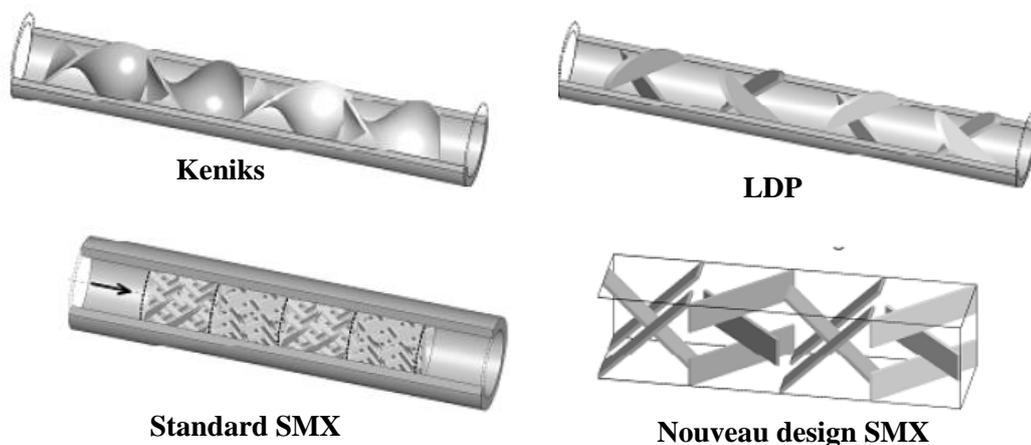
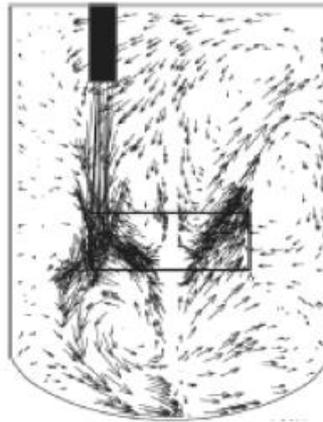


Figure III.8 : Mélangeurs statiques

### III.5.3 Mélangeur a jets (mélange par recirculation)

Le mélange par jet permet d'améliorer le contact entre deux fluides et favoriser les échanges de chaleurs et de matière, ce mélange est utilisé pour des liquides ou des gaz. L'utilité de jet impactant dans les cuves agitées permet d'obtenir un excellent micro-mélange; notamment lorsque les vitesses de jets sont comprises entre 2 et 5  $\text{m.s}^{-1}$ . Néanmoins la zone d'action des jets s'étendant sur un faible volume. Le mélange généré par jet est de type turbulent, le phénomène de mélange est d'autant plus favorisé que la turbulence est élevée dans la zone où les fluides se rencontrent.



*Figure III.8 : Mélange par jet*

### III.5.4 Mélangeur a cuve mobile

Ces appareils sont des récipients clos qui tournent sur eux-mêmes et contiennent les produits à mélanger. Leurs formes très variables: cylindriques (peu efficace), cubique (très répondeuse), mélangeur a double cuve de forme de V (figure III.9)

Certains appareils pilotes ou de laboratoire permettent des mélanges plus rapides, grâce à un mouvement turbulent des récipients, le mélangeur a cuve mobile ne peuvent être remplis qu'à 50% de leur volume total. Ils sont efficaces mais la durée de mélange doit être bien établie et respectée, sinon il y a un risque de démixage ou de mauvaise homogénéité.



*Figure III.9 : Mélangeurs à cuve mobile*

### III.5.5 Les mélangeurs ultra-sons

Le filet fluide passe sur une lame qui vibre à des fréquences ultrasoniques. L'utilisation de ce type de mélangeur est répandue pour accélérer des réactions chimiques homogènes (liquides ou solides) ou hétérogènes (liquide-solide).

### III.5.6 Les mélangeurs horizontaux à pales sigma ou en Z :

Ces malaxeurs sont utilisés pour mélanger les produits de haute viscosité. Les mobiles, qui sont généralement utilisés par paire (figure III.10), occupent un volume relatif important et ne laissent qu'un faible entrefer entre les pales et la paroi de la cuve crée des efforts de cisaillement élevés.

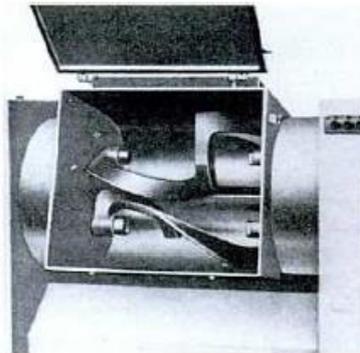


Figure III.10 : Mélangeur horizontal à pales Z.

### III.6 Le cuve Agitée

L'un des problèmes auxquels sont confrontés les concepteurs d'appareils de mélange est celui de déduire l'arrangement le plus satisfaisant pour une grande unité à partir d'expériences avec de petites unités.

Afin d'obtenir le même type de modèle d'écoulement en deux unités, la similitude géométrique, cinématique et dynamique et les conditions aux limites identiques doivent être maintenues. Un agencement de mélangeur typique est illustré à la figure III.11.

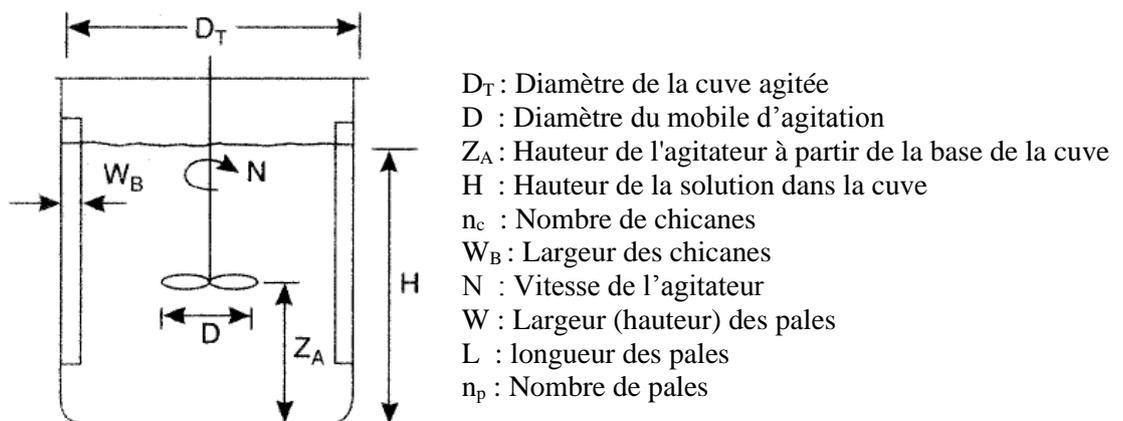
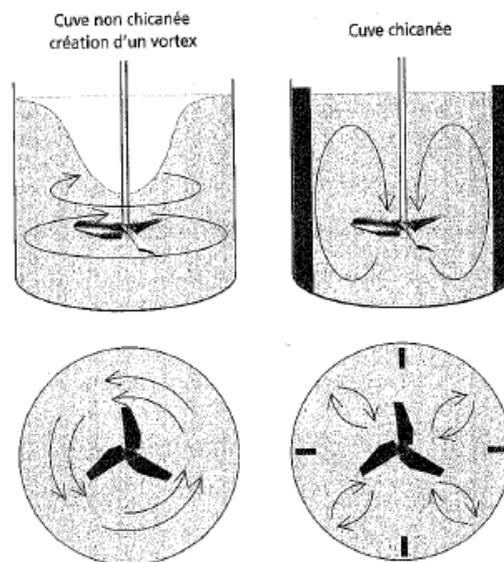


Figure III.11 : Configuration et dimensions typiques d'une cuve agitée

Les cuves utilisées dans les équipements d'un agitateur peuvent être de différentes formes selon l'application. Ce sont soit des récipients cylindriques à fond plat, soit des récipients cylindriques avec un fond rond et de forme rectangulaire. Les cuves à fond rond sont utilisées principalement pour l'agitation solide-liquide tandis que les cuves à fond plates servent mieux pour plusieurs types de fluides visqueux.

Les cuves agitées sont généralement munies de chicanes ou contre-pâles comme le montre la figure III.12. Fixées contre la paroi, elles servent à éviter la formation du vortex induit par la force centrifuge liée à la rotation de l'agitateur. Les chicanes sont indispensables pour obtenir un mélange efficace en régime turbulent car elles vont transformer une partie du mouvement primaire de rotation tangentielle en mouvement tri directionnel axial ou radial suivant le type de mobile.



**Figure III.12 : Écoulements dans une cuve non chicanée et dans une cuve chicanée**

Pour la similitude dans deux systèmes de mélange, il est important d'obtenir une similitude géométrique cinématique et dynamique :

- **La similitude géométrique** : les dimensions correspondant aux deux échelles doivent avoir le même rapport. Donc, les rapports suivants doivent être les mêmes en deux systèmes:  $\frac{D_T}{D}$ ;  $\frac{Z_A}{D}$ ;  $\frac{W_B}{D}$ ;  $\frac{W}{D}$ ;  $\frac{H}{D}$ ; ...etc.
- **La similitude cinématique**, quant à elle, implique que les chemins empruntés par le fluide doivent être les mêmes à différentes échelles et que les rapports des vitesses aux différents points doivent être égaux.
- **La similitude dynamique** signifie que les rapports des forces à différents points doivent être égaux. Les différents types de force sont: inertielle, gravitationnelle, visqueuse, tension superficielle et autres formes de force, telles que les contraintes normales dans le cas de liquides viscoélastiques non newtoniens. Certaines ou toutes ces forces peuvent être importantes dans une cuve de mélange

### III.7 Grandeurs caractéristiques d'un système agité

La caractérisation globale d'un système de mélange est souvent effectuée en analysant quatre caractéristiques : la consommation de puissance, la capacité de pompage, le taux de cisaillement généré et le temps de mélange. Au cours de cette section, les quatre caractéristiques seront abordées brièvement afin de donner une vue globale sur la caractérisation des systèmes de mélange. Étant donné que le régime d'écoulement dans un système de mélange est régi par les nombres adimensionnels de Reynolds et de Froude.

Le nombre de Reynolds représente le ratio entre les forces inertielles et les forces visqueuses dans un système :

$$R_e = \frac{\rho \cdot D \cdot U}{\mu}$$

Avec  $U$  : vitesse d'écoulement,  $\mu$  : Viscosité dynamique,  $D$  : diamètre de la conduite.

Pour un mobile d'agitation de diamètre donné  $D$ , tournant à une vitesse de rotation  $N$ , la vitesse périphérique est proportionnelle à  $N \cdot D$ . Le nombre de Reynolds de l'agitateur se définira par l'équation :

$$R_e = \frac{\rho \cdot D^2 \cdot N}{\mu}$$

Avec  $U$  : Vitesse d'écoulement,  $\mu$  : Viscosité dynamique,  $D$  : diamètre de la conduite,  $\rho$  : masse volumique.

Selon la valeur de  $R_e$ , on pourra distinguer trois régimes hydrodynamiques : laminaire, intermédiaire, turbulent :

- $R_e < 10$  : Régime laminaire.
- $10 < R_e < 10^4$  : Régime transitoire (intermédiaire).
- $10^4 < R_e$  : Régime turbulent

Le nombre de Reynolds correspondant au début du régime turbulent dépend du type de mobile d'agitation et de la configuration du système d'agitation.

Pour les mobiles à débit radial :  $R_e \approx 10^4$ .

Pour les mobiles à débit axial :  $R_e \approx 10^5$ .

Le régime laminaire se traduit par l'absence de mouvement du fluide dans une direction différente de celle imposée par le mobile d'agitation. Le seul mélange qui puisse se faire entre les couches parallèles au courant est dû uniquement à la diffusion moléculaire et est indépendant de la puissance fournie qui, d'ailleurs, est dissipée sous forme de chaleur.

Le régime turbulent se caractérise par des mouvements dans toutes les directions et donc par un bon mélange des filets fluides.

### III.7.1 Puissance d'agitation

Comme toute action physique, la mise en mouvement d'un liquide en vue de son mélange avec un autre liquide, miscible ou non, ou bien en vue de la création d'une suspension solide, ou encore pour favoriser la dispersion d'une phase gazeuse demande une certaine quantité d'énergie.

La connaissance du besoin énergétique est un critère nécessaire pour le calcul de la motorisation mais aussi un élément essentiel pour la comparaison de l'efficacité de mobile entre eux, il ya un nombre élevé de variable qui vont influencer sur la consommation énergétique.

On considère une cuve agitée dans lequel un liquide newtonien de viscosité  $\mu$  et de densité  $\rho$  est agité par mobile d'agitation de diamètre  $D$  tournant à une vitesse  $N$ , le diamètre la cuve est  $D_T$ , et les autres dimensions sont comme indiqué sur la figure III.11, alors, la dépendance fonctionnelle de la puissance d'entrée au liquide  $P$  sur les variables indépendantes ( $\mu, \rho, N, D, D_T, g$ , autre géométrique dimensions) peuvent être exprimées comme suit:

$$P = f(\mu, \rho, N, D, D_T, g, Z_A, W_B, H, W, n_c, n_p)$$

Avec  $P$  est la puissance de l'agitateur, c'est-à-dire l'énergie par unité de temps dissipée dans le liquide. Il est clair que la puissance électrique nécessaire pour entraîner le moteur sera supérieure à  $P$  en raison des pertes de transmission dans la boîte de vitesses, le moteur, les roulements, etc.

L'analyse dimensionnelle par l'application du théorème de Vashy-Buckingham permet de transformer la relation précédente en une relation comportant des nombres sans dimension. Ce sont les nombres suivants :

- Le nombre de Reynolds de l'agitateur qui caractérise le rapport entre les forces d'inertie et les forces de viscosité.

$$Re = \frac{\rho \cdot D \cdot U}{\mu} = \frac{\rho \cdot D^2 \cdot N}{\mu}$$

- Le nombre de Froude qui caractérise le rapport entre les forces d'inertie et les forces de gravité ( $g$ ).

$$Fr = \frac{N^2 \cdot D}{g}$$

- Le nombre de puissance est le coefficient de traînée de l'agitateur dans le fluide, Il est défini comme suit :

$$N_p = \frac{P}{\rho \cdot N^3 D^5}$$

Pour des systèmes cuves-agitateurs géométriquement semblables, quelle que soit la nature des fluides, la relation entre le nombre de puissance, le nombre de Reynolds et nombre de Froude et donnée par:

$$N_p = f(R_e, F_r)$$

Soit encore en adoptant un développement en puissance,

$$N_p = k R_e^x F_r^y$$

Où le coefficient  $k$  et les indices  $x$  et  $y$  sont déterminés par expérience, et dépendent de la géométrie du système d'agitation et du régime d'écoulement.

Ou encore à la fonction

$$\Phi = \frac{N_p}{F_r^y} = k R_e^x$$

Cette relation se traduit par une courbe appelée courbe caractéristique d'un mobile d'agitation, donnant les variations de  $\Phi$  en fonction du nombre de Reynolds.

Les deux cas suivants peuvent se présenter :

- En présence d'un vortex (sans chicane (*unbaffles*)) :

$$\text{si } R_e < 300: \Phi = N_p$$

$$\text{si } R_e > 300: \Phi = \frac{N_p}{F_r^y}$$

$$y = \frac{a - \text{Log}_{10}(R_e)}{b}$$

avec  $a$  et  $b$  coefficients donnés dans le tableau III.2.

- En l'absence d'un vortex (avec chicanes (*baffles*)) :

$$\forall R_e: \Phi = N_p \text{ et } N_p = f(R_e)$$

**Tableau III.2 : Coefficients  $a$  et  $b$**

Mobile d'agitation	$n_p$ ou $p$	$\frac{D_T}{D}$	$\frac{H}{D}$	$\frac{Z_A}{D}$	$a$	$b$
Turbine à $n_p$ pales droites	$n_p=4$	3.3	2.7 à 3.9	0.75 à 1.3	1	40
	$n_p=6$	3	2.7 à 3.9	0.75 à 1.3	1	40
Hélice marine de pas $p$	$p=D$	3	2.7 à 3.9	0.75 à 1.3	2.1	18

Dans le cas où  $R_e < 10$  (zone AB, figure III.13),  $x=-1$  et  $y=0$ , d'où  $\Phi = N_p = \frac{k}{R_e}$ .

Dans le cas où  $10^4$  à  $10^5 < R_e$  (zones CD ou EF, figure III.13). Ce régime se caractérise par un  $\Phi$  constant et donc indépendant du nombre de Reynolds pour des valeurs de  $R_e > 10^4$  à  $10^5$  :

- avec vortex (sans chicanes) :  $\Phi = \frac{N_p}{F_r^y} = \text{constante} = k$
- sans vortex (avec chicanes):  $\Phi = N_p = \text{constante} = k' \Rightarrow P = k' \cdot \rho \cdot N^3 D^5$

La figure III.13 représente, en l'absence et en présence d'un vortex, l'allure générale de la courbe caractéristique d'un mobile d'agitation.

Les données expérimentales obtenues à partir des essais avec différents types de mobile d'agitation sont tracées, comme le montre la courbe de la figure III.14, dans un graphe logarithmique, avec le nombre de puissance en ordonnée et le nombre de Reynolds en abscisse.

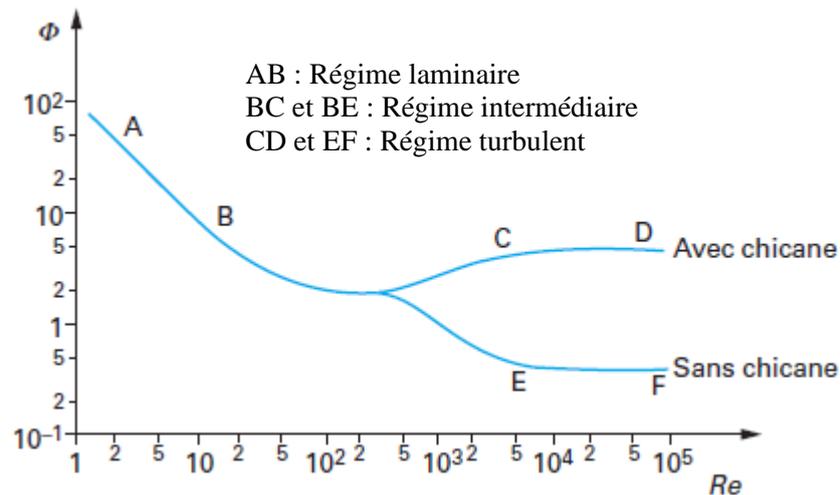


Figure III.13 : Courbes caractéristiques de puissance : allure générale

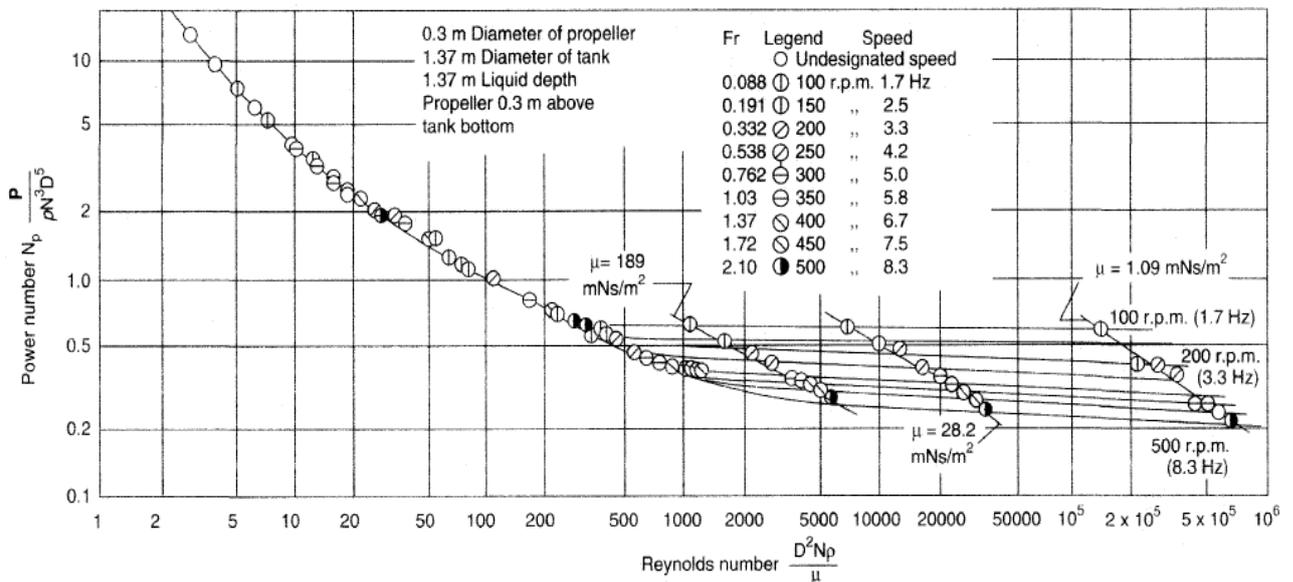


Figure III.14 : Nombre de puissance des mobiles d'agitation en fonction du Reynolds pour un agitateur à Hélice

### Exemple 1

Un agitateur à Hélice est installé au centre d'un réacteur vertical de 2.28 m de diamètre. l'agitateur à Hélice a un diamètre de 0.5 m et il est positionnée à 0.5 m du fond de la cuve. La cuve est remplie à une profondeur de 2.28 m avec une solution de 50 % de soude caustique, qui a une viscosité de 50 mN s/m<sup>2</sup> et une densité de 1650 kg / m<sup>3</sup>. Quelle est la puissance nécessaire pour une vitesse de rotation de 2 Hz.

**Solution**

Dans ce problème, l'arrangement géométrique correspond à la configuration pour laquelle la courbe de la figure III.14 est applicable

$$\frac{D_T}{D} = 4.56, \frac{Z_A}{D} = 1, \frac{H}{D} = 4.56$$

Le nombre de Reynolds est :

$$R_e = \frac{\rho \cdot D^2 \cdot N}{\mu}$$

$$\mu = 50 \text{ mN s/m}^2 = 50 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

$$N = 2 \text{ Hz}$$

$$\Rightarrow R_e = \frac{1650 \cdot 0.5^2 \cdot 2}{50 \cdot 10^{-3}} = 16500$$

$$F_r = \frac{N^2 \cdot D}{g} = \frac{2^2 \cdot 0.5}{9.81} = 0.204$$

À partir de la courbe de figure III.14, pour  $R_e = 16500 \Rightarrow N_p = 0.5$

$$\Rightarrow P = N_p \cdot \rho \cdot N^3 D^5 = 0.5 \cdot 1650 \cdot 0.2^3 \cdot 0.5^5 = 206.25 \text{ Watt}$$

**III.7.1.1 Puissance d'agitation dans les liquides non newtoniens**

Pour les fluides Newtoniens, le nombre de Reynolds dynamique. Par contre, les fluides non-Newtoniens basés sur une vitesse de cisaillement moyenne  $\tau_{av}$  par la masse de liquide dans la cuve.

Metzner et Otto (1957) ont développé relation qui vise à unifier le traitement de la puissance d'agitation dans le cas de fluides à comportements rhéologiques newtoniens et pseudo plastiques, pour un ensemble cuve/agitateur donné, et dans le cas de fluides rhéofluidifiants ou de type Bingham opérés en régime laminaire.

Cette relation est exprimée par :  $\tau_{av} = k_s N$

La constante  $k_s$  ne dépend que des caractéristiques géométriques de l'ensemble cuve/agitateur et est indépendante de la rhéologie du fluide.

Le nombre de Reynolds apparent :  $R_e = \frac{\rho \cdot D^2 \cdot N}{\mu_a}$

$\mu_a$  est la viscosité apparente.

**III.7.2 Temps de mélanges liquides miscibles**

On définit le temps de mélange  $t_M$  comme le temps nécessaire à l'obtention d'un mélange d'une qualité fixée dans des conditions d'agitation bien déterminées. C'est donc l'intervalle de temps entre le début de l'agitation et le moment où une composition uniforme est obtenue dans la

masse fluide. Cependant il existe une ambiguïté quant à la définition d'une composition uniforme.

Comme pour le calcul de la puissance d'agitation, le temps de mélange est fonction :

- Des caractéristiques physico-chimiques des fluides à mélanger.
- Des conditions d'agitation.
- Du système cuve-agitation.

Pour un système d'agitation donné, ou des systèmes géométriquement semblables, munis de chicanes et travaillant en régime turbulent, l'analyse dimensionnelle permet d'écrire :

$$t_M = f(\mu, \rho, N, D, D_T, g, Z_A, W_B, H, W, n_c, n_p)$$

En utilisant l'analyse dimensionnelle, la relation fonctionnelle peut être réorganisée comme suit:

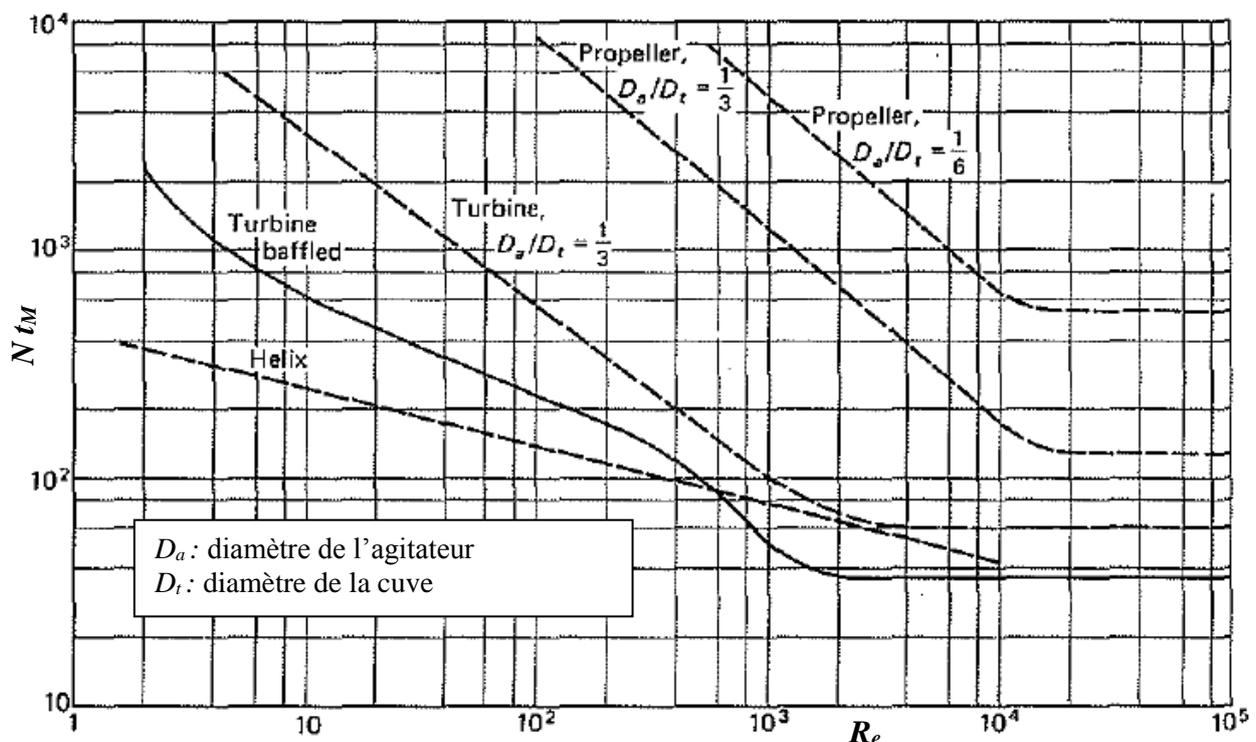
$$N \cdot t_M = f(R_e, F_r)$$

Pour des systèmes géométriquement similaires, et en supposant que le nombre de Froude n'est pas important:

$$N \cdot t_M = f(R_e)$$

Le temps de mélange adimensionnel ( $N \cdot t_M$ ) est indépendant du nombre de Reynolds pour les zones laminaires et turbulentes, il atteint une valeur constante.

La figure III.15 présentée la variation du temps du mélange adimensionnel en fonction du nombre de Reynolds pour différents mobiles d'agitation.



**Figure III.15 : Temps du mélange adimensionnel en fonction du nombre de Reynolds. Lignes pointillées pour les cuves sans chicanes. La ligne solide pour une cuve avec chicanes**

Pour une cuve agitée à chicanes, lorsque  $Re > 10^5$ ,  $\frac{D_a}{D_t} = \frac{1}{3}$ ,  $\frac{D_t}{H} = 1$ ,  $N \cdot t_M$  est d'environ de 45.

### **Exemple 2**

Une cuve agitée sans chicanes de 1.83 m de diamètre contient une turbine à six pales droites de 0.61 m de diamètre, et positionnée à 0.61m du fond de la cuve et tournant à 80 tr/min. cette cuve est utilisée pour neutraliser une solution aqueuse diluée de NaOH avec une quantité stoechiométrique équivalente d'acide nitrique concentré (HNO<sub>3</sub>). La profondeur finale du liquide dans la cuve doit être de 1.83 m. En supposant que tout l'acide est ajouté à la cuve en même temps. Combien de temps faudra-t-il pour que la neutralisation soit complète?

On donne la densité de la solution  $\rho = 997.95 \frac{Kg}{m^3}$  et la viscosité dynamique  $\mu = 9.82 \cdot 10^{-4} Pa \cdot s$

### **Solution**

On à :  $D_t=1.83m$ ,  $D=0.61m$ ,  $Z_A=0.61m$  et  $H=1.83m$

Le nombre de Reynolds est :

$$Re = \frac{\rho \cdot D^2 \cdot N}{\mu} = \frac{997.95 \cdot 0.61^2 \left(\frac{80}{60}\right)}{9.82 \cdot 10^{-4}} = 5.041 \cdot 10^5$$

D'après la figure III.15 :  $N \cdot t_M = 36 \Rightarrow t_M = \frac{36}{N} = \frac{36}{1.33} = 27.07 s$

## **V.8 Dispersion liquide-liquide**

La dispersion d'un liquide dans un autre sous forme de gouttelettes est une opération très courante dans toutes les industries de transformation de la matière, comme l'industrie chimique ou pétrochimique, la cosmétique, la pharmacie ou l'ago-alimentaire, pour les applications desquelles elle représente une étape-clé dans l'élaboration des produits, et nécessite donc une maîtrise toute particulière de son processus.

La dispersion liquide-liquide s'effectue dans des cuves à l'aide d'agitateurs. Contrairement à l'émulsion qui concerne un mélange de liquides non-miscibles pour lequel on recherche une stabilité pérenne, la dispersion permet de réaliser un contact éphémère entre les phases, avec pour objectif de procéder à un transfert de matière comme c'est le cas par exemple pour une extraction ou lors d'une réaction chimique.

En général, lors de la formation d'une dispersion liquide-liquide, la phase qui se présente sous forme de gouttelettes dispersées est dite phase dispersée tandis que la phase qui constitue le milieu dans lequel les gouttelettes se trouvent en suspension est dite phase continue.

Les gouttes de la phase dispersée n'ont pas une taille unique, mais elles suivent plutôt une distribution de taille. Le processus physique implique la rupture et la coalescence de gouttes dans un mélange liquide agité. Le diamètre moyen des gouttes dans une dispersion est souvent donné par le diamètre moyen de Sauter  $d_{32}$  défini par:

$$d_{32} = \frac{\sum_{i=1}^k d_i^3}{\sum_{i=1}^k d_i^2}$$

Le diamètre moyen de Sauter  $d_{32}$  dépend d'un nombre de Weber ( $W_e$ ) par la corrélation suivante :

$$\frac{d_{32}}{D} = 0.052(W_e)^{-0.6} e^{4\varphi} \quad \text{si } W_e < 10000$$

$$\frac{d_{32}}{D} = 0.39(W_e)^{0.6} \quad \text{si } W_e > 10000$$

Où  $D$  est le diamètre de l'agitateur

Le nombre de Weber est  $W_e = \frac{D^3 N^2 \rho_c}{\sigma}$ ,  $\rho_c$  est la densité de la phase continue.

Les valeurs typiques de  $W_e$  pour les extracteurs industriels sont inférieures à 10000, et les valeurs de  $\frac{d_{32}}{D}$  sont souvent comprises entre 0.0005 et 0.01.

En règle générale, lorsque la rupture et la coalescence des gouttes se produisent, la distribution de la taille des gouttes est telle que  $d_{min} \approx d_{32} / 3$  et  $d_{max} \approx 3 \cdot d_{32}$ .

Les propriétés et paramètres les plus importants qui déterminent la taille des gouttes, la puissance d'agitation, le taux et l'efficacité du transfert de masse sont:

- Le diamètre de la cuve agitée.
- Le type et le diamètre mobile d'agitation.
- La fraction volumique de la phase dispersée (le taux de rétention  $\varphi$ ).
- Le régime d'écoulement.
- Les densités et les viscosités des deux phases liquides et du mélange ( $\rho_c, \rho_d, \rho_m, \mu_c, \mu_d, \mu_m$ ), et de la tension interfaciale ( $\sigma$ ).

$$\rho_m = \varphi \rho_d + (1 - \varphi) \rho_c$$

$$\mu_m = \frac{\mu_c}{1 - \varphi} \left( 1 + \frac{1.5 \cdot \mu_d \cdot \varphi}{\mu_c + \mu_d} \right)$$

L'aire interfaciale par unité de volume ( $\bar{a}$ ) de contact liquide-liquide de la dispersion peut être exprimée en termes de diamètre moyen de goutte de Sauter comme :

$$\bar{a} = \frac{6\varphi}{d_{32}}$$

### III.8.1 Vitesse minimal de l'agitateur

Une vitesse de rotation minimale de l'agitateur est nécessaire pour maintenir une dispersion stable, et il est en fonction des propriétés physico chimique du liquide et de la rétention de la phase dispersée; La corrélation suivante est utile pour calculer cette vitesse.

$$(F_{rm})_{min} = 1.03 \left( \frac{D_T}{D} \right)^{2.76} (\varphi)^{0.106} (G_a \cdot B_o)^{-0.084}$$

Avec  $F_{rm}$  : nombre de Froude pour mélange  $F_{rm} = \frac{N^2 \cdot D \cdot \rho_m}{g \cdot \Delta \rho}$

$G_a$  : nombre de Galileo pour mélange  $G_a = \frac{D \cdot \rho_m \cdot g \cdot \Delta \rho}{\mu_m^2}$

$B_o$  : nombre de Bodenstein pour mélange  $B_o = \frac{D^2 \cdot g \cdot \Delta \rho}{\sigma}$

### III.8.2 Puissance d'agitation

La puissance de l'agitateur,  $P$ , peut être estimée à partir d'une corrélation empirique en termes d'un nombre de puissance,  $N_{Pm}$ , qui dépend d'un nombre de Reynolds pour le mélange,  $R_{em}$ , où

$$R_{em} = \frac{\rho_m \cdot D^2 \cdot N}{\mu_m}$$

$$N_P = \frac{P}{\rho_m \cdot N^3 \cdot D^5}$$

Une corrélation des données expérimentales de  $N_{Pm} = f(R_{em})$  pour un agitateur à Hélice est représenté sur la figure III.14.

Si le nombre de Reynolds de l'agitateur de type turbine dans une cuve à chicanes est supérieur à 10000, le nombre de puissance atteint une valeur de 5.7.

#### Exemple 3

Le furfural doit être extrait en continu à partir de l'eau en utilisant du toluène pur comme solvant dans une série de mélangeurs-décanteurs fonctionnant à contre-courant.

Les débits de la charge et du solvant sont respectivement de 1.61 et 2.24 kg/s. Le temps de séjour dans chaque mélangeur est de 2 min. La densité de la charge est de 998 kg / m<sup>3</sup> et sa viscosité est de 0.89 cP; la densité du solvant est de 868 kg / m<sup>3</sup> et sa viscosité est de 0.59 cP.

La tension interfaciale est de 0.025 N/m. Estimer pour le raffinat en tant que la phase dispersée:

- Les dimensions de la cuve de mélange ( $\frac{H}{D_T} = 1$ ) et le diamètre de la l'agitateur,
- La vitesse de rotation minimale de l'agitateur pour une dispersion complète et uniforme.
- La puissance requise de l'agitateur à 1.20 fois la vitesse de rotation minimale.
- Le diamètre moyen de Sauter et l'aire interfaciale

#### Solution

On a :  $F = 1.61 \frac{kg}{s} = \frac{1.61}{998} = 0.00161 \frac{m^3}{s}$  et  $S = 2.24 \frac{kg}{s} = \frac{2.24}{868} = 0.00258 \frac{m^3}{s}$

A cause de la solution diluée de soluté dans l'alimentation et une agitation suffisante pour obtenir une dispersion complète et uniforme, on suppose que les rétentions volumétriques de raffinat (phase dispersée) et d'extrait (phase continue) dans le mélangeur sont égales aux fractions volumiques correspondantes dans l'alimentation et le solvant entrant dans le mélangeur:

$$\varphi = \frac{V_D}{V_D + V_C} = \frac{0.00161}{0.00258 + 0.00161} = 0.3842$$

Avec  $V_D$  et  $V_C$  sont les volumes de la phase dispersée et la phase continue.

a- Les dimensions de la cuve de mélange sont l'hauteur et le diamètre de la cuve ( $H=D_T$ )

Le débit total est :  $Q = F + S = 0.00161 + 0.00258 = 0.0042 \text{ m}^3/\text{s}$

Le temps de séjour est de 2 min,  $Q = V_T/t \Rightarrow V_T = Q \cdot t = 0.504 \text{ m}^3$

Pour une cuve cylindrique avec  $H=D_T$ ,  $V_T = \pi \frac{D_T^3}{4} \Rightarrow D_T = \left(\frac{4 \cdot V_T}{\pi}\right)^{1/3} = 0.863 \text{ m} = H$

Et on suppose que :  $\frac{D}{D_T} = \frac{1}{3} \Rightarrow D = \frac{D_T}{3} = 0.288 \text{ m}$

b- La vitesse de rotation minimale de l'agitateur

$$(F_{rm})_{min} = 1.03 \left(\frac{D_T}{D}\right)^{2.76} (\varphi)^{0.106} (G_a \cdot B_o)^{-0.084}$$

nombre de Froude pour mélange  $F_{rm} = \frac{N^2 \cdot D \cdot \rho_m}{g \cdot \Delta\rho}$

Nombre de Galileo pour mélange  $G_a = \frac{D \cdot \rho_m \cdot g \cdot \Delta\rho}{\mu_m^2}$

Nombre de Bodenstein pour mélange  $B_o = \frac{D^2 \cdot g \cdot \Delta\rho}{\sigma}$

$$\rho_m = \varphi \rho_d + (1 - \varphi) \rho_c = 0.3842 \cdot 998 + (1 - 0.3842) \cdot 868 = 917.946 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

$$\begin{aligned} \mu_m &= \frac{\mu_c}{1 - \varphi} \left(1 + \frac{1.5 \cdot \mu_d \cdot \varphi}{\mu_c + \mu_d}\right) = \frac{0.59 \cdot 10^{-3}}{1 - 0.3842} \left(1 + \frac{1.5 \cdot 0.89 \cdot 10^{-3} \cdot 0.3842}{0.59 \cdot 10^{-3} + 0.89 \cdot 10^{-3}}\right) \\ &= 1.29 \cdot 10^{-3} \text{ Pa.s} \end{aligned}$$

$$\Delta\rho = 998 - 868 = 130 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

$$G_a = \frac{D \cdot \rho_m \cdot g \cdot \Delta\rho}{\mu_m^2} = \frac{0.288 \cdot 917.946 \cdot 9.81 \cdot 130}{(1.29 \cdot 10^{-3})^2} = 2.026 \cdot 10^{11}$$

$$B_o = \frac{D^2 \cdot g \cdot \Delta\rho}{\sigma} = \frac{0.288^2 \cdot 9.81 \cdot 130}{0.025} = 4.231 \cdot 10^3$$

Donc,

$$(F_{rm})_{min} = 1.03 \left(\frac{D_T}{D}\right)^{2.76} (\varphi)^{0.106} (G_a \cdot B_o)^{-0.084} = 1.071$$

$$\Rightarrow (F_{rm})_{min} = \frac{N_{min}^2 \cdot D \cdot \rho_m}{g \cdot \Delta\rho} = 1.071$$

$$\Rightarrow N_{min} = 2.273 \text{ Hz}$$

*c- La puissance requise de l'agitateur à :  $N = 1.2 \cdot N_{min} = 2.726 \text{ Hz}$*

$$Re_m = \frac{\rho_m \cdot D^2 \cdot N}{\mu_m} = \frac{917.946 \cdot 0.288^2 \cdot 2.726}{1.29 \cdot 10^{-3}} = 1.609 \cdot 10^5$$

$$Re_m > 10^5 \Rightarrow N_p = \frac{P}{\rho_m \cdot N^3 \cdot D^5} = 5.7 \Rightarrow P = 210.006 \text{ watt}$$

Et la densité de puissance est  $P/V_T = 416.679 \text{ watt}$ .

*d- Le diamètre moyen de Sauter et l'aire interfaciale*

$$We = \frac{D^3 N^2 \rho_c}{\sigma} = \frac{0.288^3 \cdot 2.726^2 \cdot 868}{0.025} = 6163.237 < 10000$$

$$\frac{d_{32}}{D} = 0.052 (We)^{-0.6} e^{4\phi} \Rightarrow d_{32} = 3.71 \cdot 10^{-4} \text{ m}$$

Et l'aire interfaciale :

$$\bar{a} = \frac{6\phi}{d_{32}} = 6.21 \cdot 10^3 \text{ m}^{-1}$$

### III.9 Dispersion gaz-liquide

Ce type d'application se rencontre par exemple dans les procédés de fermentation, d'aération d'eaux résiduaires, d'oxydation, d'hydrogénation, d'ozonisation, etc. Le rôle de l'agitateur est, du point de vue physique, de créer une dispersion et, du point de vue chimique, de créer une absorption.

La dispersion gaz/liquide est un processus performant qui définit le fait d'incorporer un gaz sous forme de petites bulles dans un liquide, dans le but d'obtenir des réactions chimiques, biochimiques et/ou thermiques.

Cette opération met en œuvre différentes phases techniques, avec un certain nombre de paramètres à prendre en compte, tels que l'action de cisaillement, la maîtrise de la forme et de la taille des bulles de gaz incorporées, la vitesse de rotation de l'agitateur et la durée de l'agitation ou encore le niveau de viscosité de la phase continue.

Deux sources d'énergie participent à la dispersion du gaz dans le liquide : la première est l'énergie propre du gaz traversant le liquide, la seconde est l'énergie fournie par la turbine. Suivant la balance entre ces deux énergies, on obtiendra un type de dispersion ou un autre et le régime hydrodynamique dans la cuve sera gouverné par l'expansion du gaz (figure III.16-a) ou par la décharge de la turbine (figure III.16-b).

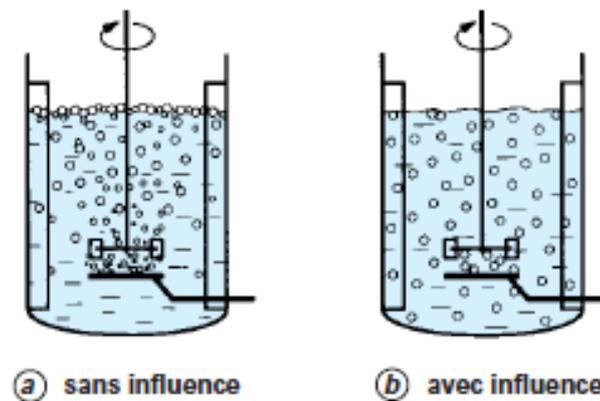


Figure III.16 : Dispersion gaz-liquide : influence de l'agitation

### III.10 Dispersion liquide-solide

Il s'agit là de l'une des applications les plus courantes de l'agitation : lixiviations, polymérisations, fermentations, réactions en présence de catalyseur, dissolutions, stockages de pulpes ou de pâtes, etc.

Le rôle de l'agitateur consiste à créer une vitesse ascendante du fluide porteur supérieure à la vitesse de chute des particules, dans certains cas le problème peut être inversé et l'on doit alors introduire dans le liquide des solides qui tendent à flotter.

Les raisons pour lesquelles les systèmes liquide-solide sont opérés dans de telles cuves sont, entre autres, de :

1. Promouvoir le transfert de chaleur/matière ou la réaction chimique entre les phases solide et liquide.
2. Créer et maintenir une dispersion relativement uniforme de particules solides dans le fluide.
3. Promouvoir la dissolution des particules et la croissance des cristaux.
4. Utiliser la faible vitesse de cisaillement du mixeur pour mettre en suspension les particules et causer les collisions inter-particules afin de promouvoir la floculation dans un champ de faible turbulence.
5. Etablir, lorsque la cuve est entrain d'être vidée, une distribution uniforme des particules dans l'effluent.

La conception des cuves mécaniquement agitées pour les systèmes liquide-solide tient compte de deux (02) aspects : physique et chimique

En ce qui concerne l'aspect physique, on prendra en compte deux paramètres importants : les données initiales et la définition du résultat à obtenir.

Les données initiales permettent d'évaluer les caractéristiques de sédimentation des solides dans le liquide. Il importe alors de connaître : la masse volumique du liquide solide; le diamètre équivalent des particules et la répartition granulométrique ; le pourcentage des solides (en masse).

On s'attardera également à définir le résultat que l'on souhaite obtenir; en effet, le rôle de l'agitation varie dans de grandes proportions suivant le procédé que l'on met en oeuvre. Dans certains cas (dissolution, par exemple), il suffit de maintenir les plus gros solides en mouvement au fond de la cuve tandis que les particules plus fines sont effectivement mises plus ou moins en suspension à la surface. Il est rarement indispensable de maintenir une suspension uniforme de toutes les particules quelle que soit leur taille. Il faut savoir que, pour une population donnée de solides, une suspension uniforme peut nécessiter jusqu'à 25 fois plus d'énergie qu'une suspension partielle.

L'aspect chimique est considéré dans le cas des dissolutions, des lixiviations ou des cristallisations et fait appel aux notions de transfert de matière. D'une façon générale, la quantité transférée s'exprime par :

$$N = k_L \bar{a} (C_1 - C_2)$$

Lorsque tous les solides sont suspendus, l'aire volumique d'échange  $\bar{a}$  n'est pas affectée par l'intensité de l'agitation. Le gradient de concentration moyen est, lui aussi, indépendant de l'agitation mais, par contre, le coefficient de transfert  $k_L$  est dans certains cas fortement influencé par l'agitation.

Dans le cas des solides en suspension, la taille et l'aire des particules solides exposées au fluide sont fixes, comme l'est également le volume total des solides en suspension. Ce qui n'est pas le cas dans les systèmes gaz-liquide et liquide-liquide.

### III.11 Temps de circulation et de mélange

Le temps de circulation  $t_c$  est défini à partir du volume de la cuve  $V_{cuve}$  et du débit de circulation  $Q_c$  et correspond au temps moyen mis par un élément de fluide pour effectuer une rotation complète dans la cuve.

$$t_c = \frac{V_{cuve}}{Q_c}$$

Le temps de mélange  $m t$  est la durée nécessaire de l'opération pour obtenir un degré de mélange satisfaisant.

---

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

---

- [1] Robert E Treybal, Mass-Transfer Operations, McGraw–Hill, Inc, 3<sup>rd</sup> Edition, Singapore, 1981
- [2] Warren L. Mc Cabe, Julian C. Smith, Peter Harriott, Unit Operations of Chemical Engineering, McGraw-Hill, Inc, 5<sup>th</sup> Edition, Singapore, 1993.
- [3] Binay K. Dutta, Principles of Mass Transfer and Separation Processes, PHI Learning, New Delhi (2007).
- [4] J.M. Coulson and J.F. Richardson, Chemical Engineering, Vol. 2, 4<sup>th</sup> Edition, Butterworth, Oxford, 1991.
- [5] E.J. Henley and J.D. Seader, Separation Process Principles, John Wiley & Sons, Inc, 2006.
- [6] Jaime Benitez, Principles and modern applications of mass transfer operations, 3<sup>rd</sup> Edition, John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey, 2017
- [7] A.P.Sinha, Parameswar DE, Mass Transfer Principle and operations, PHI Learning, New Delhi (2012).
- [8] Pierre Wuithier. Raffinage et génie chimique, Tome II. Edition Technip, Paris, 1972
- [9] Emilian Koller, Aide mémoire de Génie Chimique, Edition DUNOD. Paris, 2001
- [10] Didier Ronze, Introduction au génie des procédés, Parie, 2008
- [11] Jean Pierre Wuithier, Le raffinage du pétrole- Procédés de séparation, Tome 2, Edition Technip, Institut français du pétrole, Paris,1998.
- [12] Bernard Grandjean, Distillation & Extraction, Notes de cours, Volume 1, 2013
- [13] Jean Leybros, Pierre Frémeaux, Extraction solide-liquide : Aspects théoriques, Technique de l'ingénieur, J 2 780
- [14] Jean Leybros, Pierre Frémeaux, Extraction solide-liquide : Techniques et appareillage, Technique de l'ingénieur, J 2782
- [15] Daniel Morvan, Génie Chimique Les opérations unitaires - Procédés industriels, Cours et exercices corrigés, Ellipses Édition, Paris, 2009.
- [16] Pierre Copigneaux, Distillation. Absorption Colonnes garnies, Technique de l'ingénieur, J 2626.
- [17] Michel Roustan, Jean-Claude Pharamond, Alain Line, Agitation. Mélange Concepts théoriques de base, Technique de l'ingénieur, J 3800.
- [18] J.M. Coulson and J.F. Richardson, Chemical Engineering, Vol. 1, 6<sup>th</sup> Edition, Butterworth, Oxford, 1999

---

# **EXERCICES**

---

**Exercices chapitre I : Distillation****Exercice 1**

Le pinène, selon la température T(K), présente une tension de vapeur donnée (en hectopascals hPa) par la relation :

$$\ln P^0(\text{hPa}) = 16.048 - \frac{3326.67}{T(\text{K}) - 65}$$

De même la tension de vapeur de l'eau est donnée par la relation :

$$\ln P^0(\text{hPa}) = 20.809 - \frac{5176.44}{T(\text{K})}$$

Considérons le mélange binaire eau-pinène composé par l'ambiante.

- 1- Quel est le constituant le plus volatil dans ce mélange binaire ? justifier
- 2- Quelle est la nature de ce mélange binaire ?

**Exercice 2:**

- Déterminer la composition de la phase vapeur dans un mélange à l'équilibre avec un mélange liquide équimolaire du benzène et du toluène à 373 K.
- Calculer le point d'ébullition de ce mélange à 101,3 KN /m<sup>2</sup>.
- Calculer le point de rosé du même mélange aux mêmes conditions.

**Données :**

Les constantes d'Antoine sont résumées dans le tableau suivant :

	K <sub>1</sub>	K <sub>2</sub>	K <sub>3</sub>
Benzène	6.90565	1211.033	220.79
Toluène	6.95334	1343.943	219.377

- Equation d'Antoine :  $\text{Log}_{10} P^0(\text{mmHg}) = K_1 - \frac{K_2}{K_3 + T(^{\circ}\text{C})}$

**Exercice 3:**

Les pressions de vapeur saturante du Benzène et du Toluène sont données dans le tableau ci-dessous.

- 1- Tracer le diagramme de phase isobare sous une atmosphère.
- 2- Soit un mélange contenant 35 moles de Benzène et de 35 moles de Toluène.
  - a) Déterminer la composition de la phase liquide et celle de la phase vapeur si le mélange est porté à 97°C.
  - b) Quelles sont les températures de bulle et de rosée.
  - c) Quelles sont les quantités de liquide et de vapeur.
  - d) Quel est l'intervalle de l'équilibre liquide-vapeur.
  - e) Déterminer le coefficient de partage de chaque constituant ainsi que la volatilité relative
  - f) Observe-t-on un changement si l'on modifie la température, la pression, et les quantités relatives de chaque constituant du mélange.
- 3- Tracer la courbe d'équilibre.

**Données :**

T(°C)	80.1	85	90	95	100	105	110	110.6
P <sup>°</sup> <sub>b</sub> (mmHg)	760	877	1016	1168	1344	1532	1748	1800
P <sup>°</sup> <sub>t</sub> (mmHg)	---	345	405	475	557	645	743	760

**Exercice 4 :**

L'équation de la pression de vapeur des deux constituants à l'état pur peut être ajustée par l'équation de Clausius Clapeyron ( $\ln P^0 = A + B/T$ )

- A partir des données expérimentales du tableau ci-dessous, établir l'équation de Clapeyron des tensions de vapeur des deux constituants à l'état pur.

Pt (KN/m <sup>2</sup> )	1.3	2.6	5.3	8	13.3	26.6	53.2	101.3
T° de n-pentane en K	223.1	233	244	251	260.6	275.1	291.7	309.3
T° de n-hexane en K	248.2	259.1	276.9	279	289	304.8	322.8	341.9

- Calculer l'équilibre liquide vapeur (x-y) du mélange binaire n-pentane - n-hexane à la pression atmosphérique, en utilisant l'équation de Clapeyron :
- Calculer la volatilité relative en fonction de la température. Justifier l'idéalité du mélange.

**Exercice 5:**

Un mélange liquide contenant 50 % mol de n-heptane et 50 % mol de n-octane (B), à 303 K, doit être évaporé en continu à une pression de 1 atm, pour évaporer 60 % mol de l'alimentation. Le mélange n-heptane - n-octane forment une solution idéale.

1. Quelle sera la composition de la vapeur et du liquide et la température dans le séparateur s'il se comporte comme un étage idéal ?
2. Calculer la quantité de chaleur à ajouter par mole d'alimentation.

La pression de vapeur des deux composants est liée à la température par l'équation d'Antoine

$$\log_{10} P^0 (\text{mmHg}) = K_1 - \frac{K_2}{K_3 + T(^{\circ}\text{C})}$$

Constituants	K <sub>1</sub>	K <sub>2</sub>	K <sub>3</sub>
n-heptane	6.89386	1264.37	216.64
n-octane	6.93142	1358.8	209.855

La chaleur latente de vaporisation T<sub>0</sub>=298K : λ<sub>A</sub> = 36.5 kJ/mol    λ<sub>B</sub> = 41.4 kJ/mol

Capacités thermiques des liquides :

$$C_{pL,A} = 218 \text{ J/mol}\cdot\text{K} \quad (298 - 303 \text{ K})$$

$$C_{pL,A} = 241 \text{ J/mol}\cdot\text{K} \quad (298 - 386 \text{ K})$$

$$C_{pL,B} = 253 \text{ J/mol}\cdot\text{K} \quad (298 - 303 \text{ K})$$

$$C_{pL,B} = 268 \text{ J/mol}\cdot\text{K} \quad (298 - 386 \text{ K})$$

Capacités thermiques des vapeurs (298 – 386 K): C<sub>pV,A</sub> = 187 J/mol·K    C<sub>pV,B</sub> = 247 J/mol·K

**Exercice 6:**

On distille 1000kg d'un mélange binaire contient 60%(%massique) d'éthanol et 40% d'eau après ladistillation simple (VPS) on trouve 5% en masse d'éthanol.

- 1- Calculer la quantité de distillat en kmol et en kg ainsi que sa composition en % massique.
- 2- Calculer la quantité de résidu en kmol et kg.

x	0.01	0.03	0.05	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8
y	0.114	0.241	0.322	0.438	0.529	0.563	0.617	0.625	0.695	0.751	0.819

**Exercice 7:**

Un mélange liquide équimolaire de l'heptane et de l'octane à T=30°C est soumis à une distillation différentielle à p=1atm, avec 60 % (moles) du liquide distillé.

Calculer la composition du distillat et celle du résidu. On donne α=2.16

**Exercice 8:**

Une colonne de rectification traite un mélange Benzène-Toluène de la composition 40% en benzène(% massique). Le débit de mélange est égal à 4 kg/s.

La charge est introduite à l'état liquide à son point d'ébullition. Dans le produit de tête (distillat), on a une composition de 97% massique en Benzène et dans le produit de bas (le résidu), on a une composition de 98% massique de Toluène.

- 1- Qualifier ce mélange
- 2- Calculer les débits massiques des deux courants sortants de la colonne.
- 3- Utilisez la méthode de McCabe-Thiele pour déterminer le nombre de plateaux théoriques nécessaires, pour  $R/R_{min}$  égale à 1.3

Données d'équilibre (fraction molaire/ benzène)

<b>x</b>	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
<b>y</b>	0.22	0.38	0.51	0.63	0.7	0.78	0.85	0.91	0.96

**Exercice 9:**

Une colonne de rectification, sous une pression totale de 1 atmosphère, doit être conçue pour distiller en continue 450 lbmol/h (204 kmol/h) d'un mélange binaire de benzène de 60 % (en mol) et de 40% (en mol) de toluène. Un distillat de fraction molaire égale à 95% et un résidu de fraction molaire 5% en benzène. Le taux de reflux utilisé est égal à 2.

1. Utilisez la méthode de McCabe-Thiele pour calculer le nombre minimum des étages théoriques,  $N_{min}$ , le nombre des étages théorique  $N_T$  et le lieu optimal de l'étage d'alimentation si :
  - a. La charge est introduite à l'état liquide à son point d'ébullition.
  - b. La charge est introduite à l'état liquide à son point de rosé.
  - c. La charge est préchauffée et entrer dans la colonne avec un pourcentage de vaporisation molaire (taux de vaporisation) égale au rapport des débits du distillat et de l'alimentation.
  - d. La charge est un liquide à la température 20°C (La chaleur spécifique égale 0.44 cal/g.°C),
2. Quel est le débit de vapeur de chauffage doit-on injecter dans le bouilleur ? (La chaleur latente de la vapeur de chauffage (stream) est 522 cal/g).
3. Quel est le débit (en m<sup>3</sup>/h) de l'eau de refroidissement entré dans le condenseur, l'eau de refroidissement entré à la température 25°C et en sort à la température 40°C.

**On donne :** les chaleurs latentes de vaporisation du benzène et du toluène sont 7360 et 7960 cal/gmol, respectivement. La température d'ébullition de mélange est 95°C.

Utilisez les données d'équilibre de l'exercice 4.

**Exercice 10 :**

Un mélange butane, pentane est distillé de manière continue dans une colonne fonctionnant sous une pression atmosphérique. Les fractions molaires du n-butane dans l'alimentation, le distillat et le résidu sont respectivement 0.45, 0.98 et 0.016.

- I) L'alimentation est un liquide bouillant (à son point d'ébullition) et le condenseur total.
  - a) Calculer  $R_{min}$ .
  - b) Déterminer le nombre de plateaux théoriques.
  - c) A quel niveau se fait l'alimentation.

- d) Etablir les équations des droites d'enrichissement et d'épuisement.
- II) L'alimentation est entièrement vaporisée et le condenseur total.
- Calculer  $R_{\min}$ .
  - Déterminer le nombre de plateaux théoriques.
- III) Déterminer le taux de récupération de n-butane.

Données :  $R=2.5$  ;  $F= 100$  Kmole/h ;  $\alpha=2.37$ .

**Exercice 11 :**

Un mélange binaire (A+B) à point d'ébullition contenant 5% en moles de A doit être distillé pour donner un distillat contenant 35% en moles de A et un résidu contenant 0,2% en moles A. Si la volatilité relative  $\alpha_{AB}=6$ . Calculer analytiquement (sans la résolution graphique) :

- Le nombre minimum des étages théoriques,  $N_{\min}$ .
- Le taux de rebouillage minimal  $v_{B,\min}$ .
- Pour un taux de rebouillage égal à 1,2 fois la valeur minimale :
  - Calculer le taux de reflux R.
  - Etablir les équations des droites d'enrichissement et d'épuisement.
  - Déterminer le nombre des étages théoriques.

**Données :**

$v_B = \left(\frac{\bar{V}}{W}\right)$  ;  $W$  : débit de résidu et  $\bar{V}$  : débit de vapeur dans la colonne (section épuisement)

**Exercice 12 :**

Une colonne de distillation fonctionnant sous pression atmosphérique doit séparer un mélange Ortho-xylène-Toluène à 33% en toluène (% molaire). Le débit de l'alimentation est de  $3.1 \cdot 10^3$  Kg/h. la fraction molaire du toluène dans le distillat doit être de 0.98 et celle de l'ortho-xylène dans le résidu de 0.95.

L'alimentation est introduite à l'état liquide à son point d'ébullition.

- Faites le schéma de cette séparation et indiquer les débits et compositions de tous les courants entrants et sortant de l'installation.
- Calculer les débits du distillat et du résidu.
- Déterminer le taux de reflux minimum
- Déterminer le nombre minimum des étages théoriques,  $N_{\min}$
- Déterminer le nombre de plateaux théorique nécessaire si  $R=2 R_{\min}$ .
- Calculer les charges thermiques du condenseur et du rebouilleur.

Données :

Constituants	Masse molaire	T ébullition	Chaleur latente (cal/g)	Cp (cal/g °C)
Toluène	<b>92</b>	<b>110.6</b>	<b>86.8</b>	<b>0.44</b>
Ortho xylène	<b>106</b>	<b>144.4</b>	<b>82.9</b>	<b>0.45</b>

$$\alpha = \text{Log}_{10} \left[ 6.9 \cdot \frac{(T_b - T_a)}{\left(\frac{T_b}{T_a}\right)} \right]$$

$T_a$  : température d'ébullition du toluène en K

$T_b$  : température d'ébullition de l'ortho-xylène en K

**Exercice chapitre II : Extraction solide-liquide****Exercice 1**

100 kg/h de foie de poisson frais contenant 25% d'huile doivent être extraits avec l'éther éthylique dans une unité de lixiviation continue à contre-courant. On souhaite récupérer 95% de l'huile contenu dans la charge, et la solution doit contenir 70% (% massique) de soluté. Déterminer :

1. Le débit de résidu et la composition du solide dans le résidu
2. Le débit de solvant (solide sans compris) utilisé.
3. Le nombre d'étages théoriques nécessaires.

Les données d'équilibre sont les suivantes :

$y'$	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.65	0.70	0.70
$N_{R'}$	4.13	3.50	2.95	2.47	2.04	1.67	1.49	1.31

Où  $y'$  = Kg de soluté/Kg de solution et  $N_{R'}$  = Kg de solide/Kg de solution.

**Exercice 2**

Une batterie d'extraction à contre-courant est utilisée pour extraire l'hydroxyde de sodium par l'eau à partir des produits de la réaction :



Un débit de 1000 kg/h d'une solution aqueuse contenant 44.3%  $\text{CaCO}_3$  inerte, 33.5% de NaOH et 22.2% (en poids) d'eau. La solution sortante est chargée à 15 % d'huile et le rendement d'extraction est de 95 %.

1. Calculer le débit d'eau qui doit être introduite dans la batterie.
2. Déterminer le nombre d'étages théoriques nécessaires.

Les données expérimentales que le sédiment retient la solution dans les quantités suivantes en fonction de la teneur en NaOH qu'il contient:

<b>Concentration de NaOH (% en Poids)</b>	0	5	10	15	20
<b>Solution retenu (Kg/Kg de solide <math>\text{CaCO}_3</math>)</b>	1.39	1.72	2.04	2.70	3.85

**Exercice 3**

1000 kg d'une charge contenant 25% d'huile et 75% de matières insolubles est extraite avec 1800 kg d'hydrocarbure pur dans un mélangeur-décanteur.

Calculer :

- 1- La masse du raffinat et celle du l'extrait.
- 2- Le rendement de l'extraction réalisée

Pour un même débit d'alimentation, quelle serait la composition de soluté dans le raffinat obtenu si en utilisant deux étages avec un 1500Kg de solvant dans chaque étage.

Les données d'équilibres solide-liquide de ce système sont :

Surverse (Overflow)		Sousverse (Underflow)
Kg huile/Kg Solution	Kg solide/ Kg Solution	Kg solide/ Kg Solution
0	0	0.67
0.05	0.002	0.66
0.2	0.005	0.64
0.25	0.007	0.625
0.3	0.001	0.6
0.35	0.013	0.58
0.4	0.017	0.55
0.45	0.022	0.51
0.5	0.029	0.46

#### **Exercice 4**

On traite dans une cascade fonctionnant à contre courant 2000 Kg/h d'une charge solide contenant 26 % massique d'huile par 2100 Kg/h de benzène utilisé comme solvant, qui est pré-chargé avec 0.5 % massique d'huile. Le résidu final sortant de l'extracteur ne doit pas dépasser 1.5 % massique de l'huile. L'extrait sortant ne contient pas le solide.

1. Calculer la fraction massique de soluté dans la solution extraite.
2. Déterminer le nombre d'étages théoriques nécessaires.

Les données d'équilibre expérimental de l'extraction d'huile (B) à partir des graines oléagineuses par le benzène sont :

Fraction massique d'huile dans la solution	Fraction massique dans le résidu (sousverse)		
	$y_B$	$x_B$	$x_A$
0	0	0.67	0.33
0.1	0.0336	0.664	0.302
0.2	0.0682	0.66	0.272
0.3	0.1039	0.6541	0.242
0.4	0.1419	0.6451	0.213
0.5	0.1817	0.6366	0.1817
0.6	0.224	0.6268	0.1492
0.7	0.268	0.6172	0.1148

**Exercice 5**

Une boue d'algue doit être lixiviée avec de l'eau chaude pour récupérer une protéine précieuse. La Charge initiale contenant 48.1% solide, 49% eau et 2.9% (en masse) protéine est introduite dans une cascade de lixiviation à contre-courant à un débit de 400 kg / h. le débit de l'eau chaud utilisé est 500 Kg/h. la fraction massique en protéine à la sortie dans le résidu est de 0.2%.

Déterminer le nombre d'étage théoriques nécessaires.

Les données d'équilibre (fraction massique) sont résumées dans le tableau suivant :

Extrait (surverse)			Raffinat(sousverse)		
Eau	protéine	solide	Eau	protéine	solide
0.952	0.046	0.002	0.542	0.026	0.432
0.967	0.032	0.001	0.564	0.019	0.417
0.979	0.021	0.0	0.586	0.013	0.401
0.989	0.011	0.0	0.5954	0.0066	0.398
0.994	0.006	0.0	0.5994	0.0036	0.397
0.998	0.002	0.0	0.6028	0.0012	0.396

**Exercice 6**

1000 kg/h d'une charge contenant 49,28% de  $Al_2(SO_4)_3$ , 14,70% de matières insolubles et le reste de l'eau doivent être lavés par l'eau dans des unités de lixiviation à contre-courant à plusieurs étages pour éliminer les matières insolubles.

La solution extraite doit contenir 22% de  $Al_2(SO_4)_3$  et On souhaite récupérer un raffinat ne contenant plus que 2% de  $Al_2(SO_4)_3$  dans le résidu. Le raffinat de chaque étage doit contenir 4.0 kg de solution par kilogramme de solide. Déterminer

1. La quantité d'eau de lavage requise par heure
2. Le nombre d'étages théoriques nécessaires.

**Exercice 7**

Les graines oléagineuses végétales contenant 100 g de solide insoluble et 10 g d'huile sont mises en contact avec 200 g de solvant organique dans un procédé de lixiviation à un seul étage. Déterminer la quantité d'huile dans les graines oléagineuses après l'extraction. Les données d'équilibre peuvent être exprimées comme  $N_{R'} = -4x' + 8$

Avec  $N_{R'} = \text{Kg de solide/Kg de solution}$

$x' = \text{Kg de solute/Kg de solution}$  dans le raffinat

$y' = \text{Kg de solute/Kg de solution}$  dans l'extrait

Les données de la courbe d'équilibre sont :

$x'$	0.26	0.28	0.31	0.34
$y'$	0.02	0.04	0.06	0.08

**Exercices chapitre III : Mélangeage****Exercice 1**

L'acide benzoïque doit être extrait en continu à partir de l'eau en utilisant le toluène comme solvant dans une série de mélangeurs-décanteurs fonctionnant à contre-courant.

Les débits de la charge et du solvant sont respectivement de 1.89 et 2.84 m<sup>3</sup>/min et le temps de séjour dans chaque mélangeur est de 2 min. Estimer :

1. Le diamètre et la hauteur de chaque récipient de mélange, on suppose que  $\frac{H}{D_T} = 1$
2. La puissance de l'agitateur pour chaque mélangeur.
3. Le diamètre et la longueur d'un décanteur, on suppose que  $\frac{L}{D_T} = 4$
4. Le temps de séjour dans le décanteur, en min.

**Exercice 2**

Une réaction doit être effectuée dans cuve agitée. Des essais à l'échelle pilote ont été réalisés dans des conditions de pleine turbulence dans une cuve de 0.6 m de diamètre, équipé de chicane et muni d'une turbine à pales droites, et il a été constaté qu'un mélange satisfaisant est obtenu à une vitesse de rotation de 4 Hz lorsque la consommation électrique est de 0.15 kW et le nombre Reynolds de 160000. Quelle devrait être la vitesse de rotation pour obtenir le même degré de mélange si l'échelle linéaire de l'équipement est augmentée d'un facteur 6 et quel sera le nombre de Reynolds et la consommation d'énergie ?

**Exercice 3**

Un mélangeur agité avec un agitateur de Rushton standard est nécessaire pour disperser le gaz dans une solution de propriétés similaires à celles de l'eau. Le mélangeur aura un diamètre de 3 m et l'agitateur est de 1 m de diamètre). Un niveau de puissance de 0.8 kW / m<sup>3</sup> est choisi. En supposant des conditions totalement turbulentes et que la présence du gaz n'affecte pas de la relation entre les nombres de puissance et de Reynolds :

- a) Quelle puissance sera requise par la roue ?
- b) À quelle vitesse l'agitateur doit-elle être entraîné ?
- c) Si une petite cuve pilote de 0.3 m de diamètre doit être construite pour tester le procédé, à quelle vitesse la turbine doit-elle être entraînée ?

**Exercice 4**

L'acide acétique doit être extrait à partir de l'eau l'éther isopropylique à 298 K dans une série de mélangeurs-décanteurs fonctionnant à contre-courant. Dans l'une des unités, les conditions suivantes s'appliquent :

	<b>Raffinat</b>	<b>Extrait</b>
Débit (Kg/s)	2.646	6.552
Densité (Kg/m <sup>3</sup> )	1017	726

Viscosité (cP)	1	0.5
Tension interfacial (N/m)	0.0135	

Si le raffinat est la phase dispersée et que le temps de séjour du mélangeur est de 2.5 min. Estimer :

- Les dimensions de la cuve de mélange ( $\frac{H}{D_T} = 1$ ) et le diamètre de la l'agitateur,
- La vitesse de rotation minimale de l'agitateur pour une dispersion complète et uniforme.
- La puissance requise de l'agitateur à 1.20 fois la vitesse de rotation minimale.
- Le diamètre moyen de Sauter et l'aire interfaciale.

### Exercice 5

On veut extraire l'acide benzoïque d'un courant aqueux de 1000 kg/s contenant 3.5% (massique) d'acide benzoïque. On utilise, dans un mélangeur a une turbine à quatre pales et quatre chicanes verticales, le toluène pur comme solvant avec un débit de 2500 Kg/s.

Si le raffinat est la phase dispersée, calculer :

- La vitesse de rotation minimale de l'agitateur pour une dispersion stable.
- La puissance requise de l'agitateur à 1.25 fois la vitesse de rotation minimale.
- Le diamètre moyen de Sauter et l'aire interfaciale
- Le temps de contact nécessaire pour atteindre 98% de la concentration d'équilibre dans la phase continue

On donne :

	phase aqueuse	phase orgabique
Densité (Kg/m <sup>3</sup> )	998	870
Viscosité (cP)	0.9	0.6
Tension interfacial (dyne/cm)	25	

Le coefficient de distribution  $K = 10.1 \frac{m^3 \text{ raffinat}}{m^3 \text{ Extrait}}$

### Exercice 6

Un réacteur, à cuve agité de 0.9 m de diamètre et équipée avec un agitateur turbine à pales droites de 0.3 m de diamètre, a été utilisée pour une réaction discontinue dans laquelle le temps de mélange des réactifs ajoutés est considéré comme critique. La vitesse d'agitation obtenue est de 400 tr/min. La même réaction doit être effectuée dans une cuve de 2.1 m de diamètre, pour lequel une turbine standard de 0.9 m est disponible.

- Quelles est les conditions donnent le même temps de mélange ?
- Quelle est la variation en pourcentage de la puissance par unité de volume?

On donne : la densité  $\rho = 961.12 \frac{Kg}{m^3}$  et la viscosité  $\mu = 5 \text{ cP}$