

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire



Ministère de l'Enseignement Supérieur et
de la Recherche Scientifique

Université TAHRI Mohammed Bechar

Faculté de Technologie

V/Doyen de la Post Graduation, de la recherche
scientifique et des relations extérieures

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة طاهري محمد بشار

كلية التكنولوجيا

نيابة ما بعد التدرج والبحث العلمي

والعلاقات الخارجية

Polycopié Pédagogique de Cours

Intitulé :

"Opérations unitaires fluide-fluide"

Code de la Matière : F 121

Niveau : Master

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie pharmaceutique

Etabli par l'enseignant(e) : DERFOUF HOUARIA

Experts :

BENMEHDI HOUCINE

TALHI FOUZI

Année Universitaire : 2019-2020

Etabli par l'enseignant(e) : DERFOUF HOUARIA

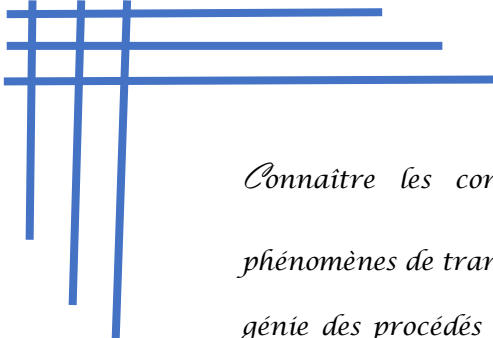
Opérations unitaires fluide-fluide

- Absorption
- Extraction liquide/liquide
- Distillation

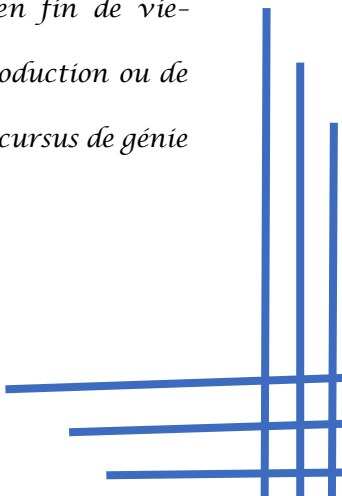


Année universitaire : 2019-2020

Citation



Connaître les concepts, lois et équations qui régissent les phénomènes de transfert ne suffit pas à faire un bon spécialiste de génie des procédés ! Encore faut-il savoir comment exploiter ces éléments, les combiner avec les autres fondamentaux du génie des procédés, pour concevoir, faire fonctionner et -en fin de vie- démanteler au mieux les unités industrielles de production ou de dépollution. C'est l'ensemble des enseignements d'un cursus de génie des procédés qui conduira à cette capacité [1].



[1] <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02444398/document>.

Avant-propos

Ce manuscrit couvre le programme de première année génie pharmaceutique et se rapporte aux procédés de séparation se produisant avec équilibre entre phases fluides (absorption, extraction liquide-liquide et distillation,). Ces procédés de séparation sont utilisés, après les réactions chimiques, pour séparer et purifier les produits synthétisés dans les réacteurs chimiques. Ils peuvent être utilisés aussi dans les purifications de matières premières ou de produits semi-finis ou encore dans les opérations de dépollution d'effluents industriels. L'étudiant pourra ainsi acquérir les fondamentaux qui lui permettront de perfectionner ensuite ses connaissances.

Table de matière

Avant-propos	II
---------------------	-----------

Table de matière	III-XI
-------------------------	---------------

Chapitre I : Notion générale sur les opérations unitaires

I.1 Introduction	01
-------------------------	-----------

I.2 Procédé industriel	01
-------------------------------	-----------

I.3 Opération unitaire	02
-------------------------------	-----------

I.4 Principales opérations de séparation	02
---	-----------

I.5 Classification des opérations selon les modes de réalisation	03
---	-----------

I.6 Etude d'un procédé de séparation	04
---	-----------

I.7 Etude thermodynamique	05
----------------------------------	-----------

I.7.1 Equilibre entre phases	05
-------------------------------------	-----------

I.7.2 Bilans opératoires	07
---------------------------------	-----------

I.8 Dimensions et unités	08
---------------------------------	-----------

Chapitre II : Absorption gaz/liquide

II.1 Introduction	10
--------------------------	-----------

II.2 Généralités	10
-------------------------	-----------

II.2.1 Principe de l'absorption	10
--	-----------

II.2.2 Régénération du liquide	10
---------------------------------------	-----------

II.2.3 Stripage	11
------------------------	-----------

II.2.4 Principe de la désorption ou le stripage	11
--	-----------

II.3 Equipements utilisés en continue	12
--	-----------

II.4 Colonne à garnissage	13
II.4.1. Définition	13
II.4.2 Domaine d'application	14
II.4.3 Principe de fonctionnement	14
II.5.2 Éléments internes d'une colonne à garnissage	15
II.6 Etude de l'absorption isotherme d'un constituant	18
II.6.1 Notation	18
II.6.2 Equilibre liquide-gaz	19
II.6.2.1 Solubilité des gaz en fonction de pression et de la température	19
II.6.2.2 Représentation graphique de l'équilibre	19
II.6.3 Bilan de matière et enthalpique	21
II.6.3.1 Bilan de matière et droite opératoire	22

II.6.3.2 Bilans enthalpique	23
II.6.4 Valeur minimale du solvant	23
II.6.5 Concept d'étage théorique	24
II.6.5.1 Définition	24
II.6.5.2 Nombre d'étages théoriques NET : Méthode de McCabe et Thiele	25
II.6.5.3 Étages réels et efficacités	25
II.7. Dimensionnement d'une colonne à garnissage	27
II.7.1 Théorie du double film	27
II.7.2 Calcul de la hauteur	29
II.7.3 Détermination du nombre d'unité de transfert	30
II.7.3.1 Intégration graphique	30
II.7.3.2 Méthode numérique	31

II.8 Hydrodynamique des colonnes à garnissage	32
II.8.1 Ecoulement monophasique	32
II.8.1.1 Ecoulement du liquide	32
II.8.2 Ecoulement biphasiques	33
II.8.3 Calcul du point de fonctionnement de la colonne	34
Nomenclature particulière au chapitre II.	35
EXERCICES	36

Chapitre III : Extraction liquide/liquide

III.1 Introduction	40
III.2 Généralité	40
III.2.1 Principe de l'extraction liquide-liquide	40
III.2.2 Exemple d'application	40
III.2.3 Application industrielle de l'extraction liq/liq	41

III.2.4 Principaux avantages d'un procédé d'extraction	42
III. 3 Équipements pour l'extraction et éléments de conception	44
III.4 Etude de l'extraction liquide/liquide isotherme d'un constituant	44
III.4.1 Terminologie	44
III.4.2 Equilibre liquide/liquide	45
III.4.2.1 Coefficient de partage	45
III.4.2.2 Courbe de partage	46
III.4.2.3 Représentation graphique de l'extraction Liq/Liq	46
III.5 Procédés d'extraction	48
III.5.1 Extraction simple par simple contact	50
III.5.1.1 Quantité minimale de solvant	51
III.5.1.2 Quantité maximale de solvant	52
III.5.1.3 Extraction à un étage	53

III.5.2 Extraction à contacts multiples	54
III.6 Nombre de plateaux théoriques (NET)	55
III.6.1 Construction dans un diagramme triangulaire : La Méthode du pôle	55
III.6.2 Construction dans un diagramme de distribution : Méthode de Mc Cabe et Thiele	56
III.7 Conclusion	57
Nomenclature particulière au chapitre III	58
Exercices	59
 Chapitre V : Distillation/ rectification	
IV.1 Introduction	62
IV.2 Généralités	62
IV.2.1 Principe	62
IV.3 Equipements utilisés en continue	63
IV.4. Colonne à plateaux	64
IV.4.1 Les plateaux à courants- croisés	64

IV.4.2 Les plateaux à contre-courant	65
IV.5 Distillation d'un mélange binaire	66
IV.5.1 Equilibre liquide vapeur	66
IV.5.1.1 Définition et Notation	66
IV.5.1.2 Représentation graphique de l'équilibre liq/vap	67
IV.5.2 Bilans sur une colonne à distiller	71
IV.6 Méthode de Mc CABE et THIELE pour la détermination du nombre d'étages théorique	73
IV.6.1 Terminologie	73
IV.6.2 Mécanisme de la rectification	73
IV.6.4 Principe de la méthode de Mc Cabe et Thiele	74
IV.6.2 Taux de reflux	75
IV.6.3 NET par la méthode de Mc Cabe et Thiele	76
IV.6. Etat thermique de l'alimentation	79
IV.7 Étages réels et efficacités	80
IV.8 Hydrodynamique des colonnes à plateau	80

IV.8.1 Vitesse maximale	81
IV.8.2 Engorgement	81
IV.8.3 Transfert de masse	81
IV.9 Conclusion	82
Nomenclature particulière au chapitre IV.	83
Exercices	84
Bibliographies	86

I.1 Introduction

Initialement créées par et pour l'industrie du pétrole, la notion d'opération unitaire méthodes du Génie Chimique s'étende à toutes les autres industries. Début 1915-1920 : tout procédé industriel peut se ramener à une combinaison d'un nombre restreint d'unités d'opérations physiques (ex. broyage, distillation, absorption, séchage, ...).

En effet, l'élaboration de tout produit industriel, suivant un procédé industriel bien déterminé, se fait selon une suite coordonnée d'opérations individuelles. Ces dernières vont, pour la chimie, de la préparation et la purification des matières premières jusqu'au conditionnement des produits finis.

I.2 Procédé industriel

Un procédé industriel est structuré par un ensemble d'opérations unitaires destinées à transformer les matières premières en produits Finis. (Figure I.1).

Une opération unitaire est un élément de la chaîne de production d'un composé. En effet, l'élaboration de tout produit industriel se fait selon une suite coordonnée d'opérations individuelles qui vont, pour la chimie, de la préparation et la purification des matières premières jusqu'au conditionnement des produits finis. Il est connu que les mêmes opérations unitaires peuvent être utilisées dans plusieurs industries : chimie, pharmacie, agroalimentaire, etc.

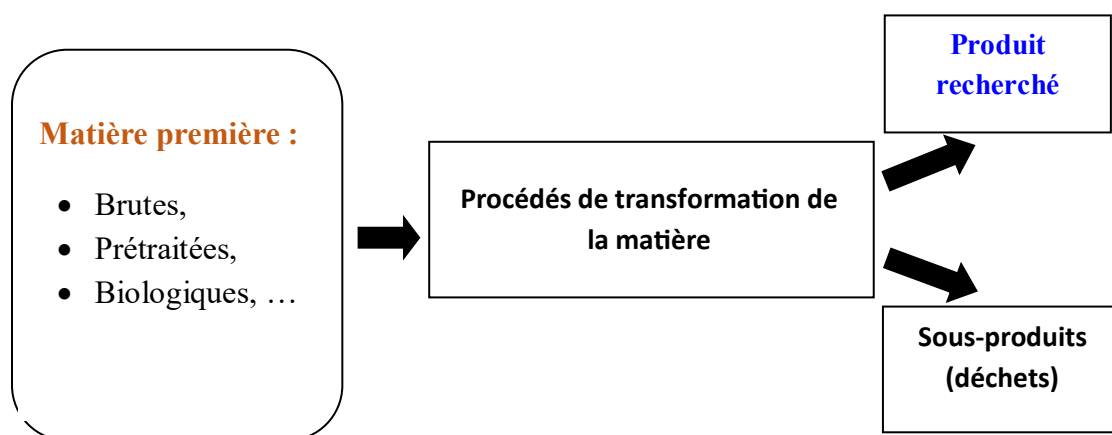


Figure I.1 : Schéma général d'un procédé de transformation industriel

I.3 Opération unitaire

Une **opération unitaire** est une subdivision d'un procédé industriel qui consiste en général en une opération physique ou chimique, est une opération où est réalisée une seule transformation chimique ou l'extraction d'un constituant d'une solution par une seconde phase (liquide ou gazeuse) ou la séparation physique de constituants d'un mélange (distillation d'un mélange liquide) ou d'une suspension (par exemple la filtration).

Ce terme est utilisé en génie des procédés industriels et repris dans tous les secteurs industriels (pharmacie, chimie, alimentaire...). Cette découpe par opération permet d'établir des principes communs à plusieurs procédés en matière de conception, utilisation, dimensionnement...

I.4 Principales opérations de séparation

Les opérations unitaires peuvent être classées selon la nature de l'agent de séparation utilisé (matière ou énergie) et de la nature des phases en présence. Cette sélectivité peut être principalement gouvernée par la thermodynamique du mélange à l'équilibre ou par la cinétique de migration des constituants en présence (figure I.2).

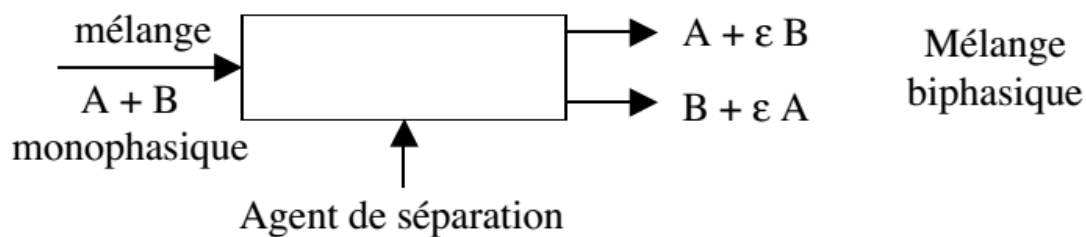


Figure I.2 : Principe d'une opération unitaire.

Le choix d'une opération unitaire est fonction d'un grand nombre de paramètres nécessitant la connaissance de la nature des phases en présence, leurs propriétés thermodynamiques et physico-chimiques, afin d'évaluer au mieux leurs différentes possibilités d'interaction (séparation, concentration). Rentrent également en compte les quantités d'énergie thermique mises en jeu, certaines opérations imposant un apport ou un retrait important d'énergie (Tableau I.1).

Tableau I.1 : Exemple de quelque opération unitaire

Opération unitaire	Principe	Nature des phases	Agent de séparation	Nature des transferts
Distillation	<i>Séparation des mélanges miscibles</i>	L – V	Energie	Matière/ Chaleur
Absorption	<i>Lavage des mélanges de gaz par un Liquide</i>	G – L	Solvant liquide	Matière
Extraction Liquide – Liquide	<i>Séparation des mélanges Non miscible ou partiellement miscible</i>	L – L	Solvant liquide	Matière
Extraction Solide - Liquide	Séparation des constituants solides dissous dans un liquide par un liquide	L – S	Solvant liquide	Matière

L : liquide G : gaz M : transfert de matière V : vapeur C : transfert de chaleur

L'enrichissement d'un composé, par rapport à sa composition dans l'alimentation est obtenu, après passage par un « agent de séparation ». La difficulté consiste à trouver l'agent de séparation le mieux adapté.

I.5 Classification des opérations selon les modes de réalisation

La séparation d'un composé C après un équilibre entre deux phases, L et V , L/V se fait après avoir effectué un contact efficace entre ces phases. Ce contact peut se faire en continu ou en discontinu en procédant à une circulation des phases à :

- Co-courants (courants parallèles ou anti méthodique) (Figure I.3-A) ;
- Contre-courants (méthodique) (Figure I.3-B) ;
- Courants croisés (courants étagés) (Figure I.3-C).

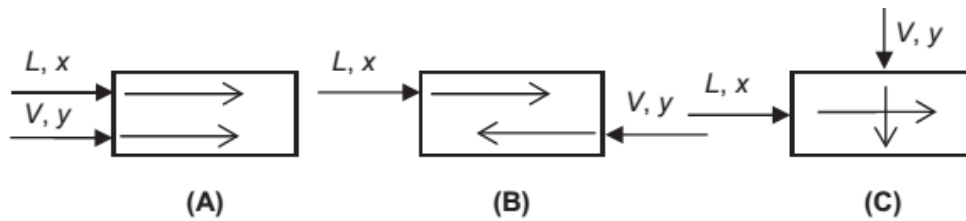


Figure I.3 : Divers modes de circulation des courants dans une opération de séparation. (A) À co-courants. (B) À contre-courants. (C) À courants croisés.

I.6 Etude d'un procédé de séparation

Le choix d'un procédé industriel est lié étroitement au type d'opération unitaire intervenant pour la réalisation de ce procédé. Ce choix est orienté par les objectifs auparavant fixés :

- 1) Compréhension du transfert d'un constituant d'un diluant à un solvant,
- 2) Modéliser les opérations unitaires,
- 3) Optimisation du procédé.

La démarche à suivre pour atteindre ces objectifs doit passer par une étude bien approfondie :

- 1) Etude de l'équilibre du constituant entre les deux phases (courbe d'équilibre),
- 2) Modélisation du flux de transfert (analyse en termes de conductance, ...)
- 3) Choix d'un réacteur (colonne à plateaux, colonne à garnissage,)
- 4) Etablissement du ou des bilans de matière et optimisation du procédé.

Ces étapes vont nous permettre de faire le dimensionnement de la colonne utilisée pour la réalisation de l'opération en question (Figure I.4).

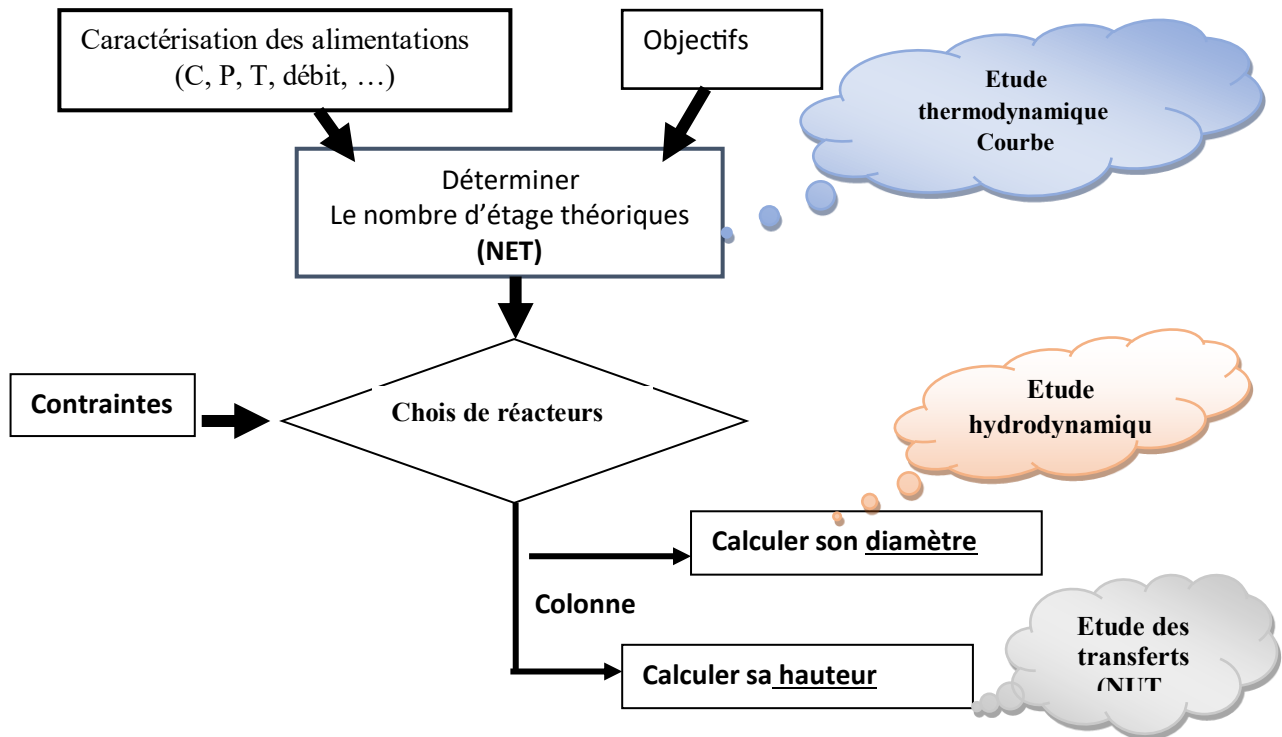


Figure I.4 : Organigramme du dimensionnement d'une colonne

I.7 Etude thermodynamique

I.7.1 Equilibre entre phases

L'étude de l'équilibre entre les phases coexistâtes durant la réalisation d'une opération unitaire bien déterminée, va permettre d'avoir la courbe d'équilibre.

A pression et à température fixées, l'équilibre conduit à une courbe $y=f(x)$ qui traduit la répartition du soluté entre les deux phases. Les unités utilisées pour y (phase gazeuse) et x (phase liquide) dépendent de la nature de séparation réalisée : fraction massique ou molaire, concentration massique, molaire ou volumique... L'unité adoptée conditionne celle retenue pour les débits de chaque phase G et L .

a) Courbe d'équilibre

À partir de valeurs $(x - y)$ expérimentales, la courbe représentative de l'équilibre de y en fonction de x est calculée et tracée, comme dans la **figure I.5**. En général, cette courbe ne sera pas une ligne droite, mais elle passera par l'origine.

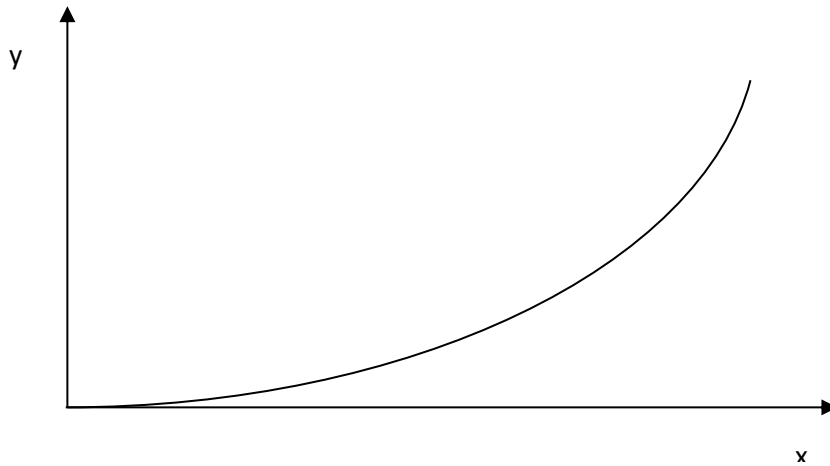


Figure I.5 : Courbe d'équilibre gaz-liquide

b) Droite d'équilibre

- **Loi de Henry** : Henry a remarqué en 1803 une quasi-linéarité de ses résultats à faible concentration (solution très diluée)

A température constante et à l'équilibre, d'après la loi d'Henry, la quantité du gaz dissous dans le liquide est proportionnelle à la pression partielle du soluté exercée par le gaz sur le liquide. [5]. Par définition, la loi de Henry est donnée par la formule (I.1) :

$$p_i = H \cdot x_i \quad (\text{I.1})$$

p_i : pression partielle du soluté.

x_i : titre molaire du soluté dans la phase liquide,

H : constante d'Henry.

Remarque :

- Il faut faire attention à l'unité de la constante d'Henry.
- Pour un gaz et liquide donnés, la constante d'Henry varie avec la température.

En introduisant la loi de DALTON, valable avec les gaz parfaits :

$$p_i = y_i * P_t$$

p_i : pression partielle du soluté dans la phase gazeuse

y_i : titre molaire du soluté dans la phase gazeuse.

P_t : pression totale du système.

En posant : $m = \frac{H}{P_t}$ on obtient $y = m * x$

Cette formule est utilisée parfois pour tracer la courbe de distribution exprimée en titres molaires : droite passant par l'origine des axes de coordonnées.

- **Loi de Raoult** pour un système idéal gaz-liquide [6], la relation d'équilibre obéit à la loi de Raoult.

La loi **de Raoult** est exprimée mathématiquement par :

$$p_i = x_i * P^{\circ}$$

P° : pression de vapeur saturante ou tension de vapeur du soluté à la température de la solution.

Soit en tenant compte de la formule de DALTON : $y_i = \frac{P_i^{\circ}}{P_t} * x_i$

Cette formule permet de tracer la droite de distribution (droite d'équilibre).

I.7.2 Bilans opératoires

Les problèmes de génie chimique font généralement intervenir les principes de conservation de trois grandeurs physiques : matière (ou masse), énergie et quantité de mouvement. Les bilans peuvent concerner l'ensemble du système, ou porter sur un élément « différentiel » d'échange ; ils peuvent être globaux, toute forme de matière étant alors confondue, ou encore relatifs à un produit donné.

Pour pouvoir effectuer un bilan, il faut définir les limites du système sur lequel on veut travailler. Puis on détermine les flux de matière (entrée, sortie) ainsi que les réactions (création, destruction). La somme de ces différents éléments donne le terme accumulation qui consiste en la variation (qui peut être nulle) de la quantité sur laquelle on effectue le bilan dans les limites définies du système figure I.6.

$$\text{Entrée} + \text{Création} - \text{Sortie} = \text{Accumulation}$$

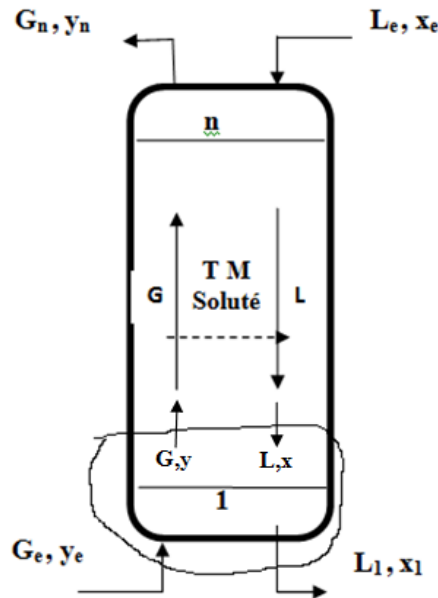


Figure I.6 : Illustration de l'équation bilan

I.8 Dimensions et unités

L'étude d'un procédé industriel doit aboutir à des données numériques sur lesquelles doit se baser le bon fonctionnement de ce procédé. C'est pourquoi, il est primordial d'être compétents dans l'utilisation de trois systèmes d'unités :

(1) le Système international d'unités, système SI (Système Internationale d'Unités), qui a été créé en 1960 par la 11^e Conférence générale sur les poids et mesures et a été largement adopté ;

(2) le système AE (American Engineering) qui est un système préféré aux États-Unis, ce système est très utilisé dans l'industrie pétrolière ; et

(3) le système CGS (centimètre-gramme-seconde), qui a été conçu en 1790 par l'Assemblée nationale de France, et a servi de base au développement du système SI.

Les unités de base sont celles qui sont indépendantes, ne peuvent pas être subdivisées et sont définies avec précision. Les unités de base sont pour les dimensions de longueur, masse, temps, température, quantité molaire, courant électrique et intensité lumineuse, qui peuvent

Tous être mesurés indépendamment. Pour ceux-ci, les unités de base sont mentionnées dans le tableau I.2.

Les unités dérivées sont exprimées en unités de base ou autres unités dérivées et incluent les dimensions de volume, de vitesse, de densité, de force et d'énergie.

Tableau I.2 : Les unités de base sont mentionnées

Base	Unité SI	Unité AE	Unité CGS
Longueur	mètre, m	foot, ft	centimètre, cm
Temps	seconde, s	heure, h	seconde, s
Masse	kilogramme, kg	livre, lbm	gramme, g
Température	kelvin, K	Fahrenheit, F	Celsius, C
Quantité molaire	gramme-mole, mol	livre-mole, lbmol	gramme-mole, mol

II.1 Introduction

L'absorption est une opération unitaire présente dans un grand nombre de procédés, notamment très utilisée pour la purification des gaz. Cette opération consiste en un transfert de matière entre une phase gazeuse et une phase liquide, cette dernière étant constituée d'un corps pur ou d'un mélange de plusieurs substances (solvant). Par ailleurs, on admet que la phase gazeuse est formée uniquement par deux composants, celui qui est en transfert, ou soluté, et le gaz porteur, inerte ou diluant. La récupération, souvent nécessaire, de la substance qui s'est dissoute dans le liquide, est appelée désorption.

L'absorption se réalise en mettant en contact le gaz contenant le soluté et le solvant pendant tout le temps nécessaire au transfert, c'est-à-dire jusqu'à ce que l'équilibre de concentration, entre les deux phases, soit atteint. L'opération consiste à laver un mélange gazeux par un liquide, dans le but de dissoudre l'un des constituants gazeux dans le liquide. L'absorption est utilisée pour la purification des gaz (lavage), ou pour la séparation de mélanges gazeux. Le composé dissous peut être récupéré, par exemple, par distillation, et le solvant recyclé.

II.2 Généralités

II.2.1 Principe de l'absorption

- ❖ Dissoudre un soluté contenu dans un mélange gazeux, à l'aide d'un solvant liquide dans lequel le soluté est soluble
- ❖ Absorption de nature physique (équilibres physico-chimiques)
- ❖ Absorption de nature chimique (absorption avec réaction chimique).

Remarque :

L'absorption gaz/liquide est toujours couplée à une autre opération unitaire réalisant la régénération du liquide Figure II.1.

II.2.2 Régénération du liquide

Lorsqu'on utilise une huile organique, ce liquide est généralement assez coûteux et il est alors nécessaire de le déconcentrer en continu pour pouvoir le réinjecter dans le process. Pour l'eau, les contraintes environnementales imposent également de diminuer la consommation et

Les rejets et il est donc nécessaire de procéder à un recyclage du liquide utilisé. Le recyclage s'effectue, selon les cas, par distillation, extraction liquide/liquide, liquide /solide ou stripage

II.2.3 Stripage

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

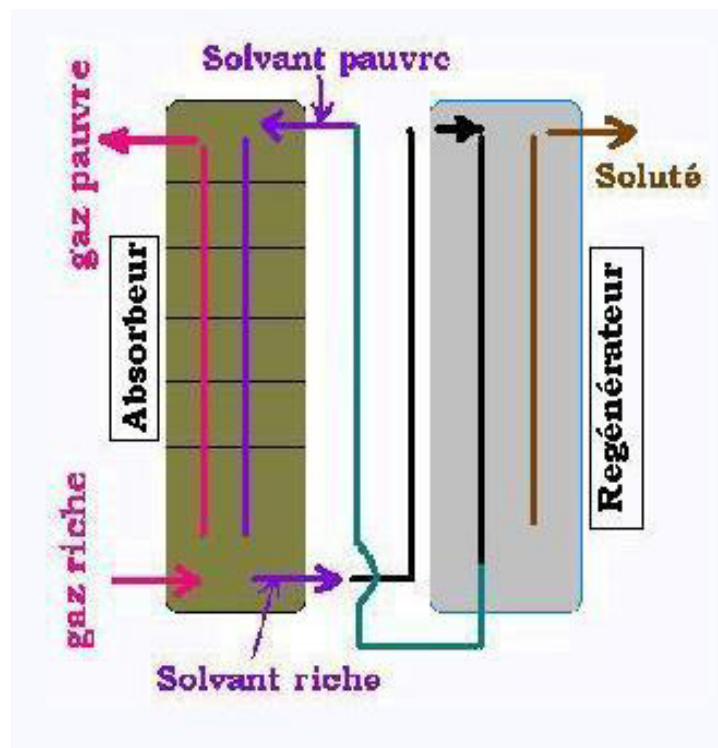


Figure II.1: Schéma d'un procédé d'absorption et régénération du solvant

II.2.4 Principe de la désorption ou le strippage

- ☐ Opération inverse de l'absorption, c-à-d élimination d'un soluté dissous dans un liquide, à l'aide d'un gaz non soluble dans ce liquide.
- ☐ Opération généralement endo-thermique (absorption de chaleur).
- ☐ Favorisée par une faible pression et une température élevée.

II.3 Equipements utilisés en continue

Il existe plusieurs types de contacteurs gaz-liquide. Les absorbeurs les plus couramment utilisés sont les colonnes à garnissage, les colonnes à plateaux, les colonnes à pulvérisation, les laveurs venturi ou les mélangeurs statiques (**FigureII.2**).

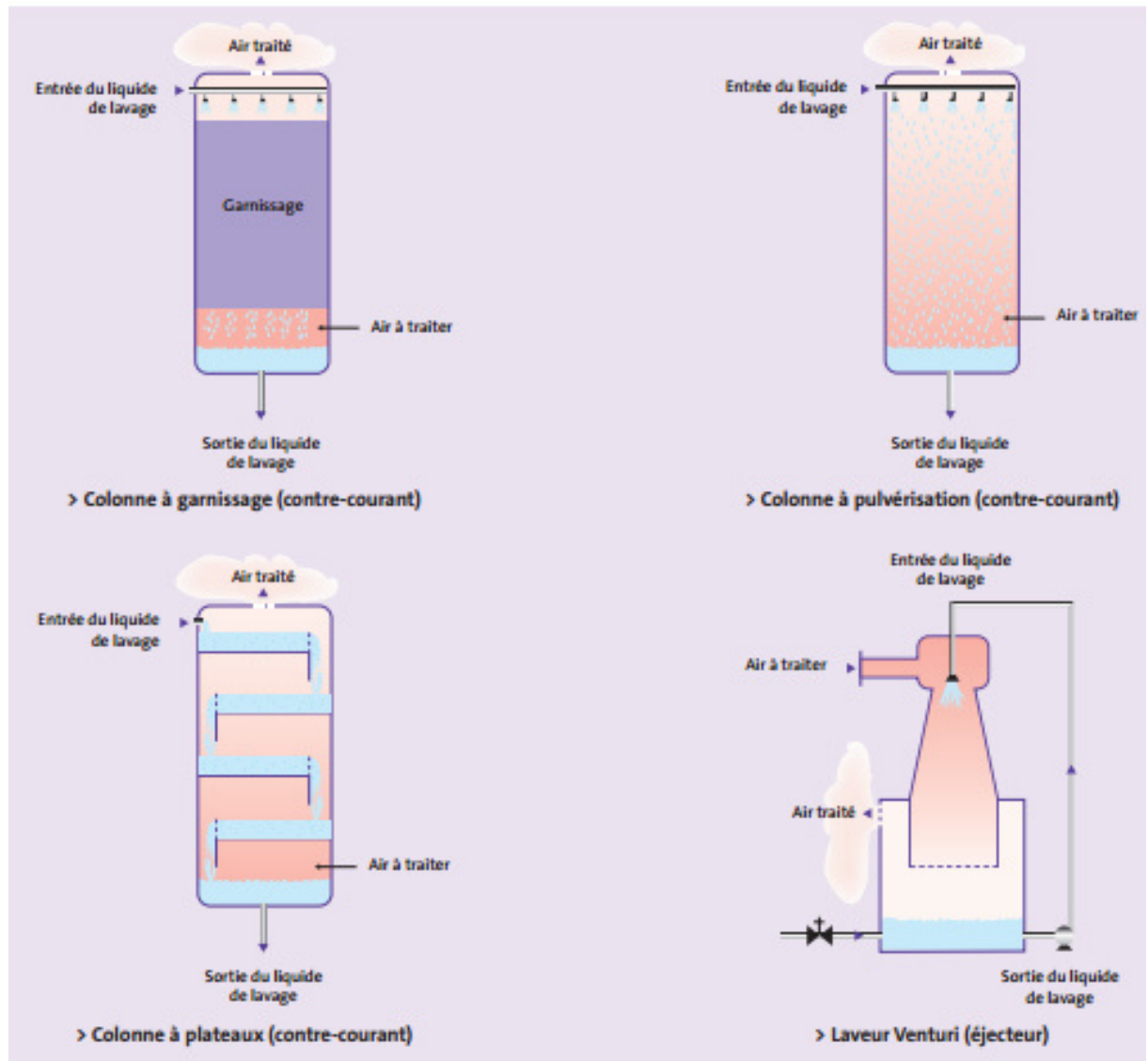


Figure I.2: Equipement utilisés en absorption.

Ces colonnes ont tous pour but de réaliser le meilleur échange de matière entre une phase liquide et une phase gaz en contact. Ils doivent donc être équipés de dispositifs internes qui, d'une part, favorisent la dispersion de la phase gaz dans la phase liquide et plus particulièrement provoquent la plus grande surface d'aire interfaciale, et d'autre part, permettent la séparation de la phase gaz et de la phase vapeur en contact afin d'en faciliter l'écoulement global.

Les performances globales de l'absorbeur, rendement et sélectivité, dépendent des phénomènes mis en jeu, à savoir :

- Les équilibres thermodynamiques à l'interface (solubilités) ;
- Les lois de transport dans les phases (diffusivités) ;
- Les lois de transfert au voisinage des interfaces (coefficients de transfert, aires interfaciales) ;
- Les cinétiques des réactions chimiques (schémas réactionnels, constantes cinétiques, ordres de réactions).

II.4 Colonne à garnissage

II.4.1. Définition

Un schéma principal d'une colonne à lit garni est présenté à la **Figure II.3**. L'appareil se compose du corps (1), de forme cylindrique, dans lequel sur la grille de support (3) le garnissage (2) est installé.

Un distributeur (4) pour la phase liquide est monté sur le garnissage. La phase gazeuse entre dans la canalisation (5) de l'appareil, elle s'écoule à travers le garnissage (2) et sort de la colonne par la canalisation (6). Dans le garnissage, le gaz est traité avec du liquide, principalement à contre-courant. Le dernier conduit d'auge (7) dans le distributeur (4) se répartit sur le garnissage et sort de la colonne par le tube (8).

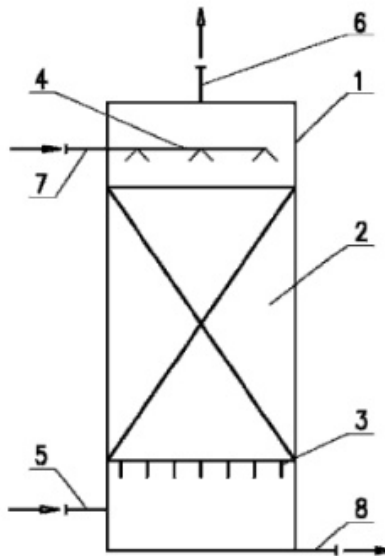


Figure II.3 : Schéma principal de la colonne à lit garni.

II.4.2 Domaine d'application

Les colonnes à garnissage sont généralement utilisées

- Pour l'absorption de gaz et de substances corrosives ;
- Si le barbotage de la phase gaz dans le liquide provoque son moussage, il est préférable de choisir une colonne du type à garnissage ;
- Pour les opérations discontinues car la rétention du liquide dans ce type de colonne est faible ;
- Les transferts de matière limités par la phase gazeuse.

II.4.3 Principe de fonctionnement

Dans les colonnes à garnissage, le liquide est pulvérisé sur le garnissage placé entre des grilles. La phase liquide qui contient l'absorbant, forme un film sur les éléments de garnissage (zone de mouillage). Le débit de liquide doit être suffisant pour assurer le mouillage uniforme du garnissage, tout en évitant l'engorgement de la colonne (saturation en liquide) Figure II. 4..

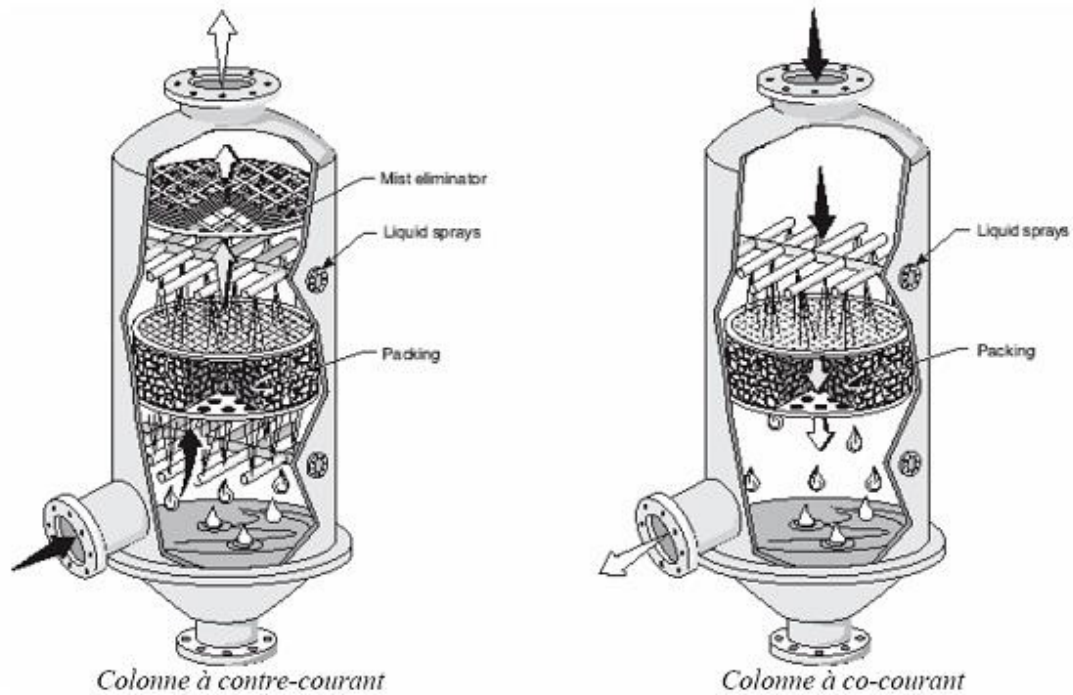


Figure II.4 : Différents arrangements de distribution des phases dans les colonnes à garnissage.

II.5.2 Éléments internes d'une colonne à garnissage

a) Distributeurs de liquide

Pour augmenter le taux de mouillage, le liquide est, en général, réparti dans toute la section transversale de l'entrée de la colonne à l'aide d'un distributeur, Figure II.5.

En général, on a deux types de distributeurs en fonction du mode de distribution :

- par gravité,
- à pression.

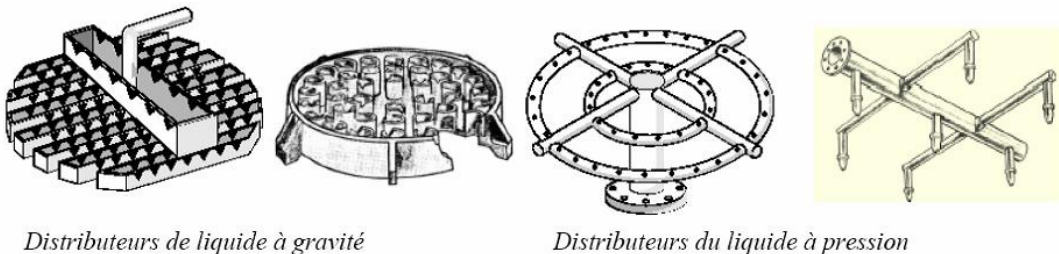


Figure II.5: Distributeurs de liquide

a) Grille de support du garnissage et de distribution de la phase gazeuse

La grille de support du garnissage doit tout d'abord être capable de supporter la masse du garnissage et la masse du liquide liée au garnissage (rétention du liquide) Figure II.6.



Figure II.6. : Grille de support

b) Dévésiculeur

Placé en haut de colonne, il permet d'arrêter les gouttes de liquide entraînées par le gaz sortant de l'absorbeur Figure II.7.

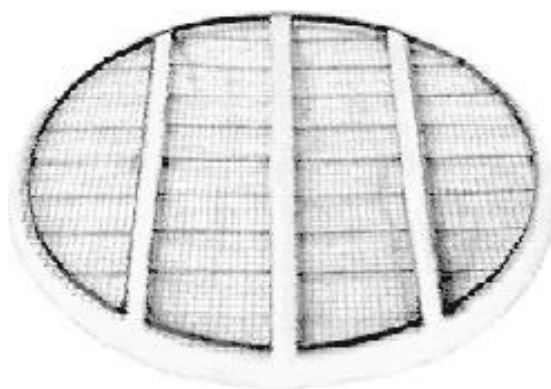


Figure II.7 : Dévésiculeur

a) Garnissage

Les garnissages peuvent être de formes variées (anneaux, selles...), de matériaux différents (céramique, verre, métal...) et être rangés ou disposés en vrac.

Le garnissage, qu'il soit structuré (Figure II.8) ou en vrac Figure II.9, doit permettre :

- ❖ D'augmenter la surface de contact entre les deux phases ;
- ❖ D'augmenter le temps de séjour des deux phases dans la colonne et donc leur durée de contact ;
- ❖ De créer un régime turbulent de la phase gaz.

□ Garnissage structuré

Le garnissage structuré est un garnissage relativement nouveau. Ce garnissage est vraiment apprécié pour sa bonne efficacité et sa faible chute de pression

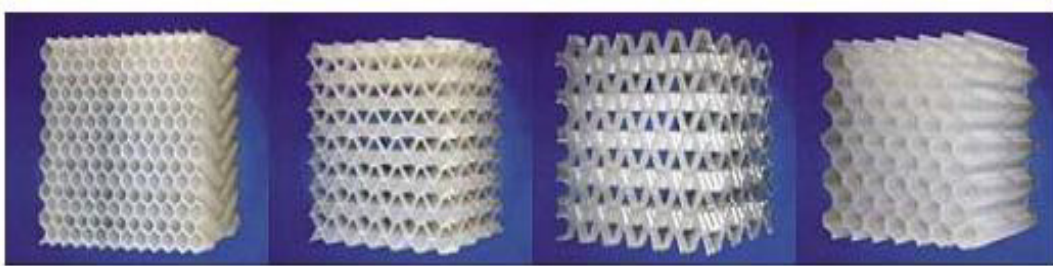


Figure II.8 : Garnissage structuré

□ Garnissage en vrac



Figure II.9 : Exemple de garnissage en vrac.

II.6 Etude de l'absorption isotherme d'un constituant

II.6.1 Notation

- **Le soluté ou absorbant** est le gaz (ou la vapeur) contenu dans le gaz porteur, que l'on doit extraire par dissolution dans le liquide.
- **Le diluant ou inerte** est le gaz (ou vapeur) mélangé au soluté. Il est souvent insoluble ou peu soluble dans le solvant.
- **Gaz riche** est Le mélange gazeux entrant diluant-soluté,
- **Gaz épuisé.** est le gaz sortant, dépourvu plus ou moins du soluté est appelé.
- **L'absorbant ou solvant** est le liquide destiné à dissoudre le soluté.
- **La solution riche** est le liquide obtenu par dissolution du soluté dans le solvant.
- **Désorption**, l'opération inverse de l'absorption, c'est le passage du soluté de la phase liquide vers la phase gaz (Figure II.10).

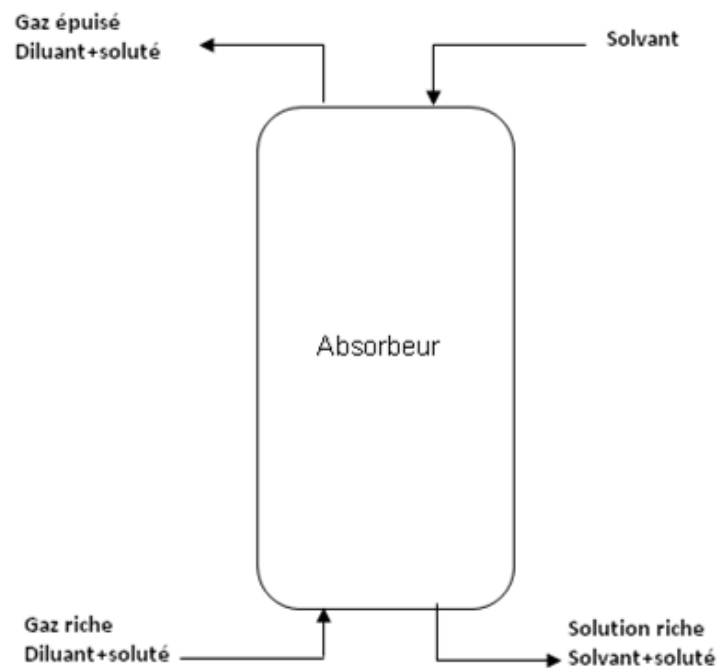


Figure II.10. : Principe d'une absorption à contre-courant

II.6.2 Equilibre liquide-gaz

II.6.2.1 Solubilité des gaz en fonction de pression et de la température

Dans un système gaz-liquide en contact, s'établit un équilibre macroscopique qui dépend de la nature des phases en contact, la température (T) et la pression (P). Le gaz se dissout dans le liquide jusqu'à ce que la concentration d'équilibre soit atteinte ; si la concentration de gaz dissous dans le liquide est supérieure à celle d'équilibre, l'excès de gaz passe en phase gazeuse. Ainsi pour un certain gaz en contact avec un liquide, la concentration à l'équilibre est une fonction de la pression et de la température. La capacité d'absorption est augmentée par une pression élevée et une température basse (Tableau II.1).

Tableau II.1 : Effet de la température et la pression sur l'absorption gaz/liquide.

	Capacité d'absorption	Débit du solvant	Dimension	Dépense d'énergie
Température à l'entrée du solvant ↘	↗	↘	↘	↘
Pression ↗	↗	↘	↘	↗

II.6.2.2 Représentation graphique de l'équilibre

Pour la représentation des équilibres, on utilise le plus souvent, les isothermes de solubilité ou d'absorption. A pression et à température fixées, l'équilibre conduit à une courbe $y=f(x)$ qui traduit la répartition du soluté entre les deux phases. Les unités utilisées pour y (phase gazeuse) et x (phase liquide) dépendent de la nature de séparation réalisée : fraction massique ou molaire, concentration massique, molaire ou volumique... L'unité adoptée conditionne celle retenue pour les débits de chaque phase G et L

$$P_i = f(C_i) ; \quad P_i = f(x_i) \text{ et } y_i = f(x_i)$$

La représentation de l'équilibre, suivant les données disponibles, est sous forme de courbe ou une droite :

■ Courbe d'équilibre

À partir de valeurs $(x - y)$ expérimentales, la courbe représentative de l'équilibre de y en fonction de x est calculée et tracée, comme dans la figure II.11. En général, cette courbe ne sera pas une ligne droite, mais elle passera par l'origine.

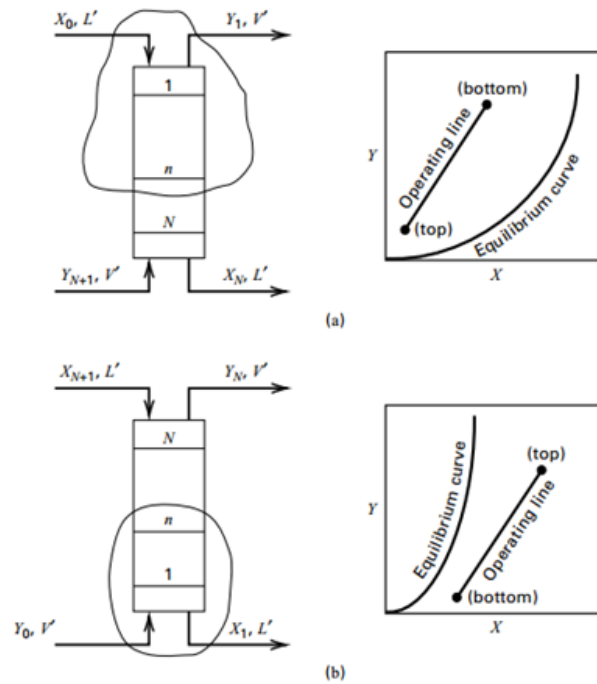


Figure II.11 : Courbe d'équilibre et droite opératoire :
(a) absorption ; (b) stripping.

■ Droite d'équilibre

Dans ce cas la courbe d'équilibre est une droite. L'équilibre est exprimé mathématiquement par la relation (II.1) :

$$y = m * x \quad (II.1)$$

Suivant le cas, la constante m est déterminée comme suit :

- a) Lorsque les teneurs en soluté dans le liquide sont faibles ainsi que les pressions partielles, la valeur de ' m ' est déterminée par la Loi de Henry :

$$p_i = H \cdot x_i \quad (II.2)$$

Dans ce cas ' m ' est calculée par la formule (II.3)

$$m = \frac{H}{P_t} \quad (II.3)$$

- b) Pour un système idéal gaz-liquide, cette valeur est déterminée à partir de La loi de Raoult :

La loi de **Raoult** est exprimée mathématiquement par l'équation (II.4) :

$$p_i = x_i * P^{\circ} \quad (II.4)$$

Ainsi m est donnée par la relation (II. 5)

$$m = \frac{P_i^*}{P_t} \quad (II.5)$$

Ces formules sont utilisées parfois pour tracer la courbe de distribution exprimée en titres molaires : droite passant par l'origine des axes de coordonnées.

p_i : pression partielle du soluté.

x_i : titre molaire du soluté dans la phase liquide,

H : constante d'Henry.

P_t : pression totale.

P_i^* : pression de la vapeur saturante ou tension de vapeur du soluté à la température de la solution.

Remarque : Il faut faire attention à l'unité de la constante d'Henry.

II.6.3 Bilan de matière et enthalpique

Les bilans peuvent concerner l'ensemble du système, ou porter sur un élément « différentiel » d'échange ; ils peuvent être globaux, toute forme de matière étant alors confondue, ou encore relatifs à un produit donné.

Pour pouvoir effectuer un bilan, il faut définir les limites du système sur lequel on veut travailler. Puis on détermine les flux de matière (entrée, sortie) ainsi que les réactions (création, destruction). La somme de ces différents éléments donne le terme accumulation qui consiste en la variation (qui peut être nulle) de la quantité sur laquelle on effectue le bilan dans les limites définies du système (**Figure II.12**).

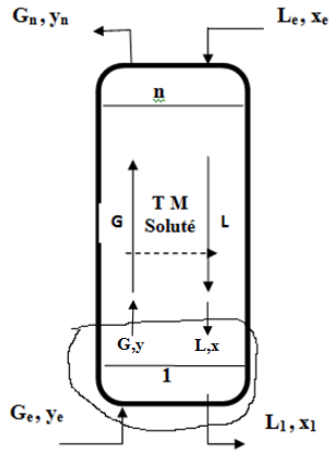


Figure II.12 : Bilan matière pour absorption à contre- courant

II.6.3.1 Bilan de matière et droite opératoire

$$\text{Entrée} + \text{Création} - \text{Sortie} - \text{Destruction} = \text{Accumulation}$$

➤ Bilan global (B G) : $G_e + L_e = G_n + L_1$ (II. 6)

➤ Bilan global/ soluté : $G_e y_e + L_e x_e = G_n y_n + L_1 x_1$ (II. 7)

➤ Bilan/ section/ soluté : $G_e y_e + L x = G y + L_1 x_1$ (II. 8)

$$y = \frac{L}{G} x + \frac{G_e}{G} y_e - \frac{L_e}{G} x_1 \quad (II. 9)$$

La relation (II.9) donne l'équation de la droite opératoire en fonction des fractions molaires.

Pour simplifier cette équation, on utilise le bilan de matière par rapport à l'inerte :

- Phase gaz: $G_i = G(1 - y)$ (II. 10)

- Phase liquide : $L_i = L(1 - x)$ (II. 11)

On obtient :

$$\frac{y}{1-y} = \frac{L_i}{G_i} \frac{x}{(1-x)} + \frac{y_e}{(1-y_e)} - \frac{L_i}{G_i} \frac{x_1}{(1-x_1)} \quad (II. 12)$$

On obtient l'équation de la droite opératoire en fonction des rapports molaires, donnée par la relation (II.13).

$$Y = \frac{L_i}{G_i} X + Y_e - \frac{L_i}{G_i} X_1 \quad (II.13)$$

Avec :

Notations phase liquide :

- L : Débit de la phase liquide, indice e à l'entrée, l à la sortie ;
- x : Titre molaire (ou massique) en soluté dans la phase liquide ;
- X : Rapport molaire (ou massique) en soluté dans la phase liquide, avec $X = x/(1-x)$;
- L_i : Débit du liquide exempt de soluté, c.-à-d. $L_i = L (1-x)$. Ce débit est constant tout le long de la colonne lorsque le gaz inerte est insoluble dans le liquide.

Notations phase gaz :

- G débit de la phase gaz à l'entrée, indice e à l'entrée, n à la sortie ;
- y titre molaire (ou massique) en soluté dans la phase gaz ;
- Y rapport molaire (ou massique) en soluté dans la phase gaz ;
- G_i débit de gaz inerte hors soluté, c.-à-d. $G_i = G (1-y)$. Ce débit est constant tout le long de

La colonne lorsque le gaz inerte est insoluble dans le liquide.

II.6.3.2 Bilans enthalpique

On applique, aux bilans thermiques, le principe de conservation de l'énergie entre l'entrée et la sortie pour une opération unitaire continue (équation II.14).

$$G_e H_e + L_e h_e = G_n H + L_1 h_1 \quad (II.14)$$

II.6.4 Valeur minimale du solvant

Le rapport (L/G) ne peut pas s'abaisser sous une valeur minimum correspondant à la pente de la droite opératoire qui coupe la courbe d'équilibre point (B) ; dans le cas contraire le système passe dans un régime de désorption. Le point d'intersection caractérise une force motrice du processus nulle. La valeur minimum solvant peut déterminer graphiquement si on connaît :

- La composition du gaz à l'entrée de la colonne (y_e)
- La composition du gaz à la sortie de la colonne (y_n) et la composition du solvant à l'entrée de la colonne (x_e) point A (Figure II.13).

À partir de considérations économiques, on détermine le débit optimal, généralement situé entre : $1,3 L_{min} < L < 1,5 L_{min}$.

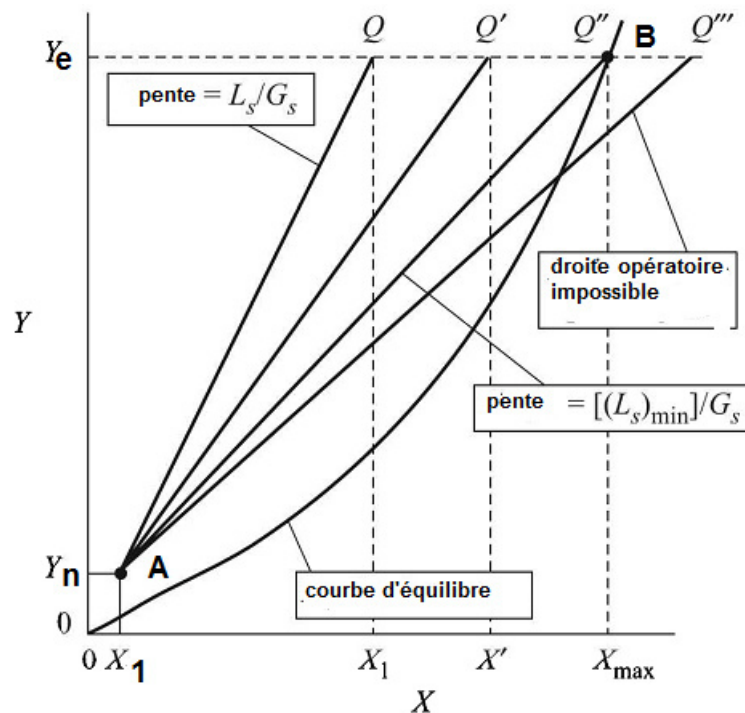


Figure II.13 : Valeur minimale du rapport L/G

II.6.5 Concept d'étage théorique

II.6.5.1 Définition

Le concept d'étage théorique qui se définit par le fait que tous les courants quittant l'étage théorique sont à l'équilibre thermodynamique : égalité des pressions, égalité des températures, égalité des potentiels chimiques de chaque composé dans toutes les phases. L'étage théorique correspond à une situation idéale pour laquelle :

- Les temps de contact entre les phases liquide et vapeur sont suffisamment longs.
- Il n'y a pas de limitation au transfert de matière

II.6.5.2 Nombre d'étages théoriques NET : Méthode de Mc Cabe et Thiele

La méthode de McCABE & THIELE permet de déterminer graphiquement le nombre d'étages théoriques (NET) d'une colonne d'absorption.

La méthode graphique part du diagramme d'équilibre sur lequel on trace la courbe d'équilibre et la droite d'opération. Les points situés sur la courbe d'équilibre représentent l'équilibre des phases gaz-liquide sur les plateaux, alors que les points appartenant à la droite d'opération représentent l'état du système gaz-liquide entre deux positions d'équilibre (plateaux) Figure II. 14.

Le nombre d'étages théoriques NET du contacteur est égal au nombre de gradins ayant la forme d'un triangle rectangle qui peuvent être tracés entre les droites opératoire et d'équilibre.

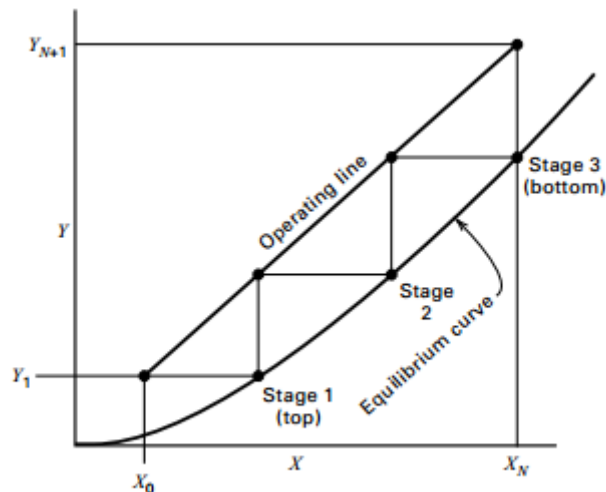


Figure II. 14 : Construction de Mc Cabe et Thiele

II.6.5.3 Étages réels et efficacités

Dans l'étage théorique, on suppose que les courants qui sortent sont à l'équilibre thermodynamique. En pratique, cette hypothèse n'est souvent pas vérifiée. Les compositions réelles des courants qui se séparent après avoir été mis en contact, ne satisfont pas la relation d'équilibre thermodynamique à cause des **limitations dues au transfert de matière** entre les

Deux phases. Pour caractériser cet écart au comportement idéal, on utilise le concept d'**efficacité**. Plusieurs définitions ont été proposées.

a) Efficacité globale

On appelle efficacité globale η_g d'une colonne le rapport du nombre de plateaux théoriques (NPT) nécessaires pour réaliser la séparation obtenue au nombre de plateaux existant réellement dans la colonne (NPR) :

$$\eta_g = \frac{NPT}{NPR} \quad (II.15)$$

b) L'efficacité de Murphree

C'est l'efficacité globale d'un plateau, définie comme le rapport entre la variation de concentration molaire d'un des constituants réalisés par le plateau et la variation qui aurait été obtenue avec un plateau théorique.

Le plateau n (figure II.15) reçoit une vapeur de concentration y_{n+1} et un liquide de concentration x_{n-1} ; il émet une vapeur de concentration y_n et un liquide de concentration x_n .

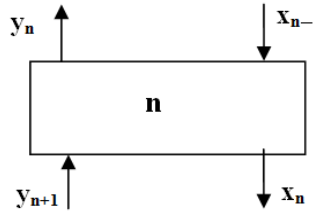


Figure II. 15 : Bilan de matière sur l'étage n

L'efficacité globale de Murphree est :

- Pour le gaz (y_n^* en équilibre avec x_n):
$$E_{MG} = \frac{y_{n+1} - y_n}{y_{n+1} - y_n^*} \quad (II.16)$$

- Et pour le liquide (x_n^* en équilibre avec y_n) :
$$E_{ML} = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n^* - x_{n-1}} \quad (II.17)$$

II.7. Dimensionnement d'une colonne à garnissage

La connaissance des caractéristiques d'un absorbeur est la partie essentielle de la mise en œuvre d'une opération. Pour l'absorption continue à contre-courant dans des colonnes cylindriques à plateaux ou à garnissage, il est nécessaire d'évaluer, soit le nombre de plateaux, soit la hauteur du garnissage, puis le diamètre et les pertes de charge.

On considérera pour cette étude que le diluant ou inerte est insoluble dans le solvant et qu'il n'y a pas de solvant entraîné dans la phase gazeuse.

II.7.1 Théorie du double film

Le transfert de matière est souvent représenté par la théorie du double film (Figure II.17). La plus ancienne des théories de transfert, celle du double film, suggérée par Whitman (1923), considère que la résistance au transfert de masse est localisée dans deux films minces stationnaires situés de chaque côté de l'interface et, qu'à l'intérieur de chacun d'eux, le phénomène est régi par la diffusion moléculaire en régime permanent. A l'extérieur des films, les concentrations sont uniformes à cause de la turbulence.

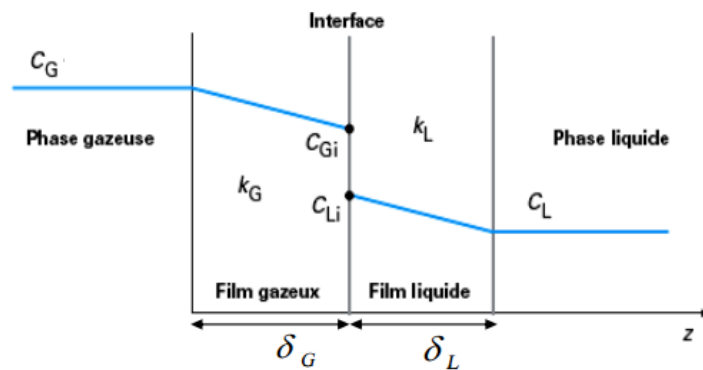


Figure II.17 : Model du double film

Selon Lewis et Whitman, les coefficients de transfert côté liquide et côté gaz s'écrivent :

$$k_L = \frac{D_A}{\delta_L} \quad (\text{II. 18})$$

$$k_G = \frac{D_A}{\delta_G} \quad (\text{II. 19})$$

Le transfert va donc être caractérisé par le coefficient local de transfert côté liquide k_L , le coefficient de transfert côté gaz k_G et obéit à l'équation (II.20), qui exprime la densité de flux :

$$N = k_L(x_i - x) = k_G(y - y_i) \quad (II.20)$$

Dans ce qui suit, nous supposons que les deux phases sont à l'équilibre ; les concentrations locales sont les concentrations d'équilibre et il n'y aura pas de résistance interfaciale au transfert. Le problème se réduit à l'étude du processus de transfert de soluté au sein d'une phase limitée par une interface.

Les valeurs de x_i , y_i à l'interface ne sont pas accessible. Il est donc nécessaire d'adopter des grandeurs qui sont accessible par l'expérience telles que les valeurs à l'équilibre : x^* , y^* . L'intérêt du coefficient global K (par rapport à k) est qu'il ne nécessite plus l'usage des concentrations aux interfaces. La formule précédente devient :

$$N = K_L(x^* - x) = K_G(y - y^*) \quad (II.21)$$

Avec :

k_L, k_G : Coefficients de transfert locaux coté liquide et gaz respectivement.

K_L, K_G : Coefficients de transfert globaux coté liquide et gaz respectivement.

La relation entre les coefficients globaux et locaux est donnée par les équations (II.22 et II.23) :

$$\frac{1}{K_G} = \frac{1}{k_G} + \frac{m}{k_L} \quad (II.22)$$

$$\frac{1}{K_L} = \frac{1}{k_G} + \frac{1}{m*k_L} \quad (II.23)$$

Ainsi, l'inverse des coefficients globaux de transfert est assimilé à une résistance globale définit comme la somme des résistances partielles dans les deux couches limites de part et d'autre de l'interface.

II.7.2 Calcul de la hauteur

a) Bilan macroscopique sur le tronçon dz (Figure II.18) :

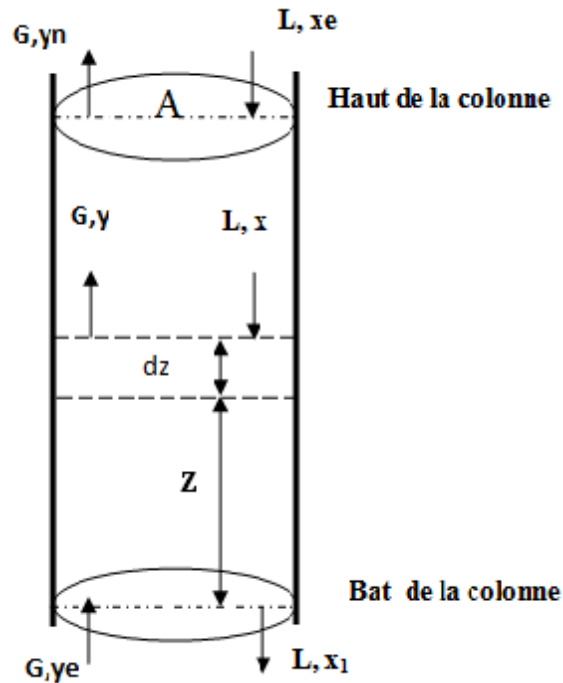


Figure II.18 : Colonne d'absorption à contre-courant

***Quantité perdu par la phase gazeuse. = Quantité gagnée par la phase Liquide**

* le flux élémentaire du soluté transféré $d\Phi$ dans le volume élémentaire $S dz$:

$$d\Phi = G dy = L dx \quad (\text{II. 24})$$

Avec l'unité de : * Φ : mol/s ; G, L : mol/s

S : Aire de la section droite de la colonne (m^2)

Bilan de transfert sur le tronçon dz :

$$d\Phi = dS * dN \quad (\text{II. 25})$$

Avec :

$$dN = k_g (y - y^i) \quad (\text{II. 26})$$

a_g : Surface spécifique du garnissage (m^2/m^3) ;

A : section droite de la colonne (m^2) ;

$$d\Phi = dS * dN = a_g * A * dz * dN \quad (II. 27)$$

$$Gdy = a_g * A * dz * k_g (y - y^i) \quad (II. 28)$$

Pour la phase gazeuse :
$$dz = \frac{G}{a_g * A * k_g} \frac{dy}{(y - y^i)} \quad (II. 29)$$

Pour la phase liquide :
$$dz = \frac{L}{a_g * A * k_L} \frac{dx}{(x^i - x)} \quad (II. 30)$$

Comme il a été mentionné précédemment, les fractions interfaciales sont inaccessibles par l'expérience, on va adopter les fractions à l'équilibre thermodynamique. On obtient :

Pour la phase gazeuse :
$$dz = \frac{G}{a_g * A * K_G} \frac{dy}{(y - y^*)} \quad (II. 31)$$

Pour la phase liquide :
$$dz = \frac{L}{a_g * A * K_L} \frac{dx}{(x^* - x)} \quad (II. 32)$$

La hauteur du garnissage est donnée par les formules (II.33) et (II.34) :

$$H = \frac{G}{a_g * A * K_G} \int_{y_n}^{y_e} \frac{dy}{(y - y^*)} \quad (II. 33)$$

$$H = \frac{L}{a_g * A * K_L} \int_{x_e}^{x_1} \frac{dx}{(x^* - x)} \quad (II. 34)$$

$$H = HTU_G * NHT_G \quad (II. 35)$$

- HTU_G : Hauteur d'unité de transfert coté gaz ;
- NHT_G : Nombre d'unité de transfert coté gaz.

II.7.3 Détermination du nombre d'unité de transfert

II.7.3.1 Intégration graphique

Le calcul du nombre d'unités de transfert (NUT) peut se faire par intégration graphique. La figure II.19 montre la construction des courbes $1/(y - y^*)$ et $1/(x^* - x)$ à partir de la courbe de partage et de la droite opératoire. La mesure des aires comprises sous les courbes entre les bornes d'intégration fournit les valeurs des nombres d'unités de transfert.

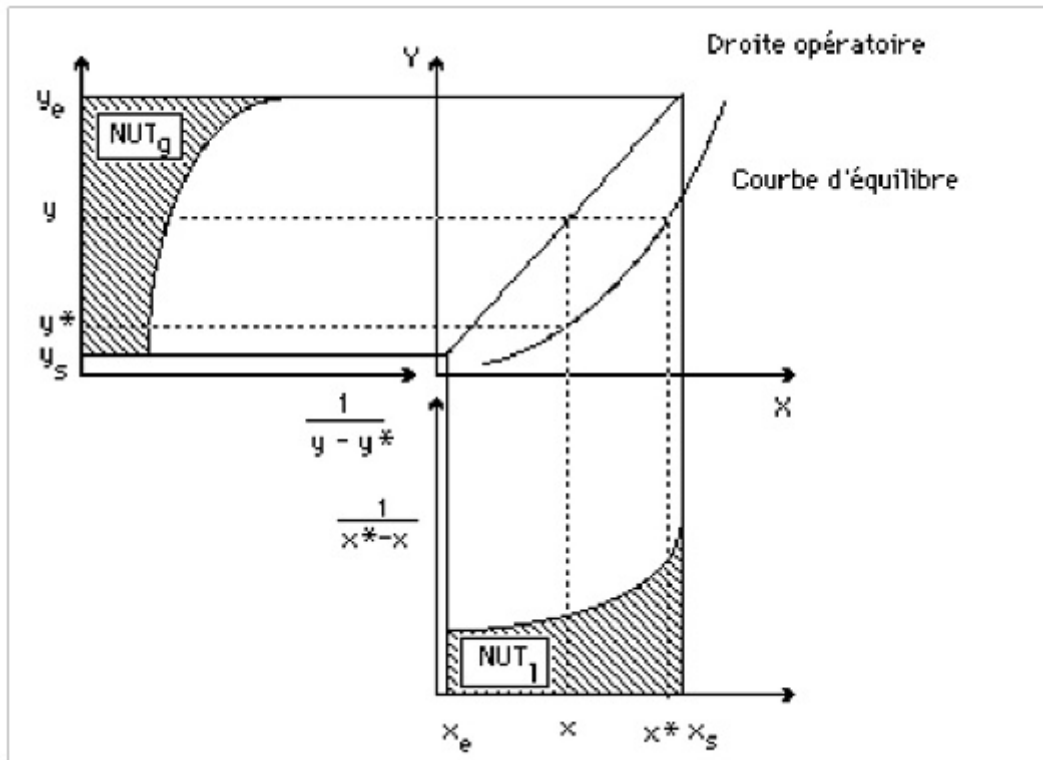


Figure II.19 : Calcul du nombre d'unités de transfert par intégration graphique.

II.7.3.2 Méthode numérique

Si les courbes opératoire et d'équilibre sont des droites, $(y-y^*)$ est une fonction linéaire de y , le NUT_G est calculé par la formule (II.36).

$$NUT_G = \frac{\Delta y}{(y-y^*)_{ml}} \quad (II.36)$$

Avec :

$$(y - y^*)_{ml} = \frac{(y_1 - y_1^*) - (y_2 - y_2^*)}{\ln \left[\frac{(y_1 - y_1^*)}{(y_2 - y_2^*)} \right]} \quad (II.37)$$

- y_1^* Etant la composition en équilibre avec x_1 ;
- y_2^* Etant la composition en équilibre avec x_2 .

Remarque : Les positions 1 et 2 font références aux entrées et sorties situées au même endroit dans la colonne ; cette notation a l'avantage d'être valable en fonctionnement à Co- comme à contre-courant.

II.8 Hydrodynamique des colonnes à garnissage

II.8.1 Ecoulement monophasique

II.8.1.1 Ecoulement du liquide

- a) Un bon écoulement favorise le mouillage de la surface solide (garnissage) ;
- b) Ecoulement très important, c-à-d film épais donc $\varepsilon \searrow$.
- c) Ecoulement faible donc zone sèche.

Le taux de mouillage T , défini par la formule () :

$$T = \frac{\Phi_L}{A_c} * \frac{1}{a_g} \quad (II.38)$$

- A_c : Aire de la section droite de la colonne (m^2) ;
- a_g : Surface spécifique du garnissage (m^2/m^3) ;
- $T_{limite} < T_{min}$

Exemple : Pour un garnissage de type anneaux (d_g : diamètre du garnissage) :

- $d_g < 70 \text{ mm}, T_{min} = 8.10^{-2} h^{-1} m^{-1}$;
 - $d_g > 70 \text{ mm}, T_{min} = 0,1 h^{-1} m^{-1}$
- d) La rétention Ω

La résistance au transfert est localisée dans le film liquide : ce phénomène s'appelle rétention.

$$\Omega = \frac{\text{volume du liquide}}{\text{volume de la colonne garnie}}$$

$$\Omega = \frac{V_L}{V * \varepsilon_0} \quad (II.39)$$

- V_L : volume liquide retenu
- ε_0 : porosité
- V : volume totale.

On définit deux types de rétention :

- Rétention statique ou capillaire localisée aux points de contact du garnissage ;
 $\Omega \neq f(T)$.

- Rétention dynamique est constituée par le liquide en mouvement ; $\Omega = f(T)$.

II.8.1.2 Ecoulement du gaz :

La grandeur caractéristique de l'écoulement du gaz est la chute de pression ΔP .

II.8.2 Ecoulement diphasiques

Lorsqu'on fait circuler un liquide et un gaz à contre-courant à travers un lit de particules solides, on constate que les interactions entre les deux écoulements sont d'autant plus importantes que les débits sont plus élevés.

L'étude expérimentale de la variation de la perte de charge ΔP en fonction du débit gazeux G , pour différentes valeurs du débit liquide, montre l'existence de trois domaines (figure II.19).

A débit liquide nul, les pertes de charges sont dues à la friction du fluide dans les interstices du garnissage, elles sont alors approximativement proportionnelles au carré de la vitesse du gaz. En coordonnées logarithmiques, la courbe représentative est une droite de pente voisine de 2.

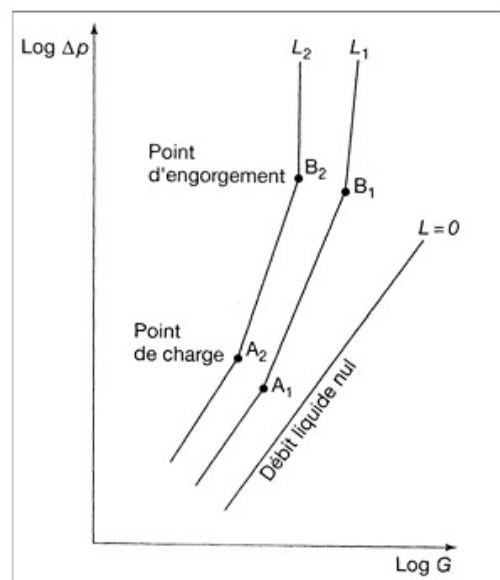


Figure II.19. Evolution de la perte de charge en fonction des débits gazeux et liquide dans une colonne à garnissage

- **Le premier domaine, à débit liquide non nul**, correspond aux faibles valeurs du débit gazeux. Le liquide s'écoule dans le garnissage en n'en mouillant qu'une partie. Les interactions entre les deux écoulements sont négligeables.
- **L'engorgement** : Si l'on continue d'augmenter le débit gazeux, le volume de liquide retenu dans le garnissage augmente rapidement jusqu'à obstruer les interstices du garnissage. Le liquide ne peut plus s'écouler à travers le garnissage et forme une phase continue,
- **Le débit G correspondant à l'engorgement** est le débit maximal compatible avec un fonctionnement normal de l'installation.
- **L'efficacité de l'échange entre phases** ne peut être bonne que si la quasi-totalité du garnissage est mouillée. Cependant, dans le cas des garnissages de type selles ou anneaux, l'intervalle entre les points de charge et d'engorgement est souvent assez faible et difficile à mettre en évidence.

II.8.3 Calcul du point de fonctionnement de la colonne

L'allure de la variation de la rétention en fonction du débit de gaz pour un débit de liquide fixé est identique à celle de l'évolution des pertes de charge où le phénomène d'accrochage provoque ici aussi une discontinuité. Cette identité de variation reste encore vraie dans le cas d'un empilement de motifs (garnissage).

Le diamètre de la colonne est calculé en fonction des débits gas et liquide A traiter ; généralement, on fonctionne avec une vitesse superficielle du gaz comprise entre 60 et 80% de cette provoquant l'engorgement. Dans ces conditions, l'aire interfaciale varie entre 50 et 80% de la surface totale du garnissage. La rétention en phase liquide est généralement faible, de 5 à 15%.

Nomenclature particulière au chapitre II.

Symboles	Définitions	Unité
A	Section droite de la colonne	(m ²)
a _g	Surface spécifique du garnissage	(m ² /m ³)
C _i	Concentration	Mol/L
D _A	Coefficient de diffusion	m ² /s
d _g	Diamètre du garnissage	m
G _{e,n}	Débit de la phase gaz, indice e à l'entrée, n à la sortie	mol/s
G _i	Débit de gaz inerte exempt de soluté (Inerte)	mol/s
k _L	Coefficient de transfert local coté liquide (conductances de transfert)	(m/s)
k _G	Coefficient de transfert local cote gaz (conductance de transfert)	(m/s)
K _L	Coefficient de transfert global coté liquide (conductances de transfert)	(m/s)
K _G	Coefficient de transfert global coté gaz (conductances de transfert)	(m/s)
L _i	Débit du liquide exempt de soluté (Inerte)	mol/s
L _{min}	Débit minimale du solvant	mol/s
N	Densité de flux	Mol/m ² .s
P _i ^o	Pression de la vapeur saturante (tension de la vapeur du soluté) a' la température de la solution.	Pascal
X	Titre molaire (ou massique) en soluté dans la phase liquide	-----
X	Rapport molaire (ou massique) en soluté dans la phase liquide	-----
Y	Titre molaire (ou massique) en soluté dans la phase gaz	-----
Y	Rapport molaire (ou massique) en soluté dans la phase gaz	-----
δ	Epaisseur du film	m
φ	Flux molaire ou massique	Mol/s(kg/s)

Exercices**Exercice 01 :**

Un flux de méthane contenant 5% molaire de CO_2 est lavé par de l'eau pure sous une pression totale de 50 atm. Le gaz lavé a une teneur résiduelle en CO_2 de 0.1 % en molaire, tandis que l'eau sortante contient 0.25 % massique de CO_2 .

- 1) Donner le A L'aide d'un schéma explicatif, donner le principe de fonctionnement de la colonne.
- 2) Déterminer pour 100 kg.h^{-1} de charge le débit d'eau utilisé à l'entrée de la colonne.

On néglige la solubilité du méthane dans l'eau.

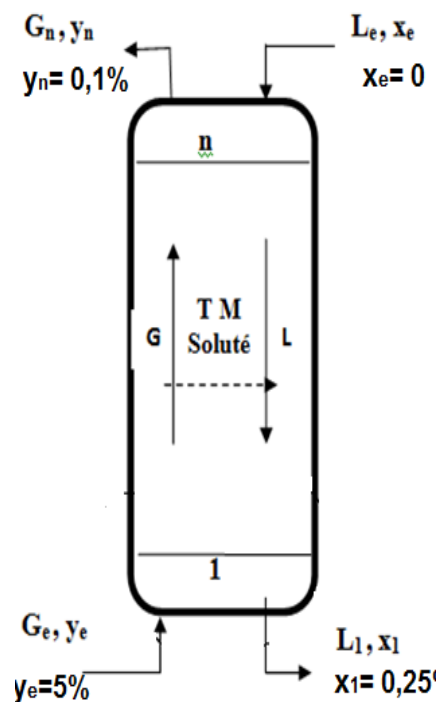
- 3) La solubilité du CO_2 dans l'eau à 25°C sous 1 atm est de 0.145g de CO_2 pour 100g d'eau. On admet que le CO_2 suit la loi de Henry dans le domaine d'étude.
 - Retrouver l'équation de l'équilibre gaz-liquide.

4) Déterminer le nombre d'étages théoriques de la colonne d'absorption utilisée.

Données : $M_{\text{CO}_2}=44 \text{ g.mol}^{-1}$, $M_{\text{CH}_4}=16 \text{ g.mol}^{-1}$.

Solution :**1) Schéma explicatif**

<u>Absorption à contre-courant</u>	
Coté gaz	Coté liquide
Soluté : CO_2	Solvant : H_2O
Diluant : CH_4	
$y_e^{ml} = 5\%$	$x_e^{mq} = 0$
$y_n^{ml} = 0,1\%$	$x_1^{mq} = 0,25\%$
$G_e = 100 \text{ Kg/h}$	$L_e = ?$
$G_n = ?$	$L_1 = ?$



2) Le calcul du débit L_e :

- Bilan Matière G/soluté : $G_e y_e + L_e x_e = G_n y_n + L_1 x_1$ (1)
- Bilan Matière /inerte : $G = G_e(1 - y_e) = G_n(1 - y_n)$; $G_n = \frac{G_e(1-y_e)}{(1-y_n)}$

On doit, d'abord, calculer les titres (fractions) massiques :

$$y_1^{mq} = \frac{y_1^{ml} * M_1}{(y_1^{ml} * M_1 + y_2^{ml} * M_2)}$$

On aura : $y_e^{mq} = 0,126$; $y_n^{mq} = 2,75 \cdot 10^{-3}$

Et : $G_n = 87,64 \text{ Kg/h}$

- De l'équation (1), on calcule L_1 : $L_1 = 4943,596 \text{ Kg/h}$
- Calcule du débit d'eau utilisé à l'entrée de la colonne L_e :

Bilan de matière/inerte : $L = L_e(1 - x_e) = L_1(1 - x_1)$ avec $x_e = 0$ (solvant pur)

Donc : $L_e = L_1(1 - x_1)$ et $L_e = 4931,24 \text{ Kg/h}$

3) On retrouve la droite d'équilibre :

$$y = m * x \quad \text{Avec : } m = \frac{H}{P_t}$$

- On détermine H :
- L'équilibre est donné par 0.145g de CO_2 pour 100g d'eau en phase liquide à $P_i = P_{\text{CO}_2} = 1 \text{ atm}$.
- Etant donné les faibles teneurs en CO_2 dans les deux phases, on choisit de travailler en titre molaire et non en rapport molaire.
- Le titre molaire est $x_{\text{CO}_2}^{ml} = \frac{\left(\frac{0.145}{44}\right)}{\left(\frac{0.145}{44} + \frac{100}{18}\right)} = 5,93 \cdot 10^{-4}$
- La loi de Henry s'écrit $P_{\text{CO}_2} = H_{\text{mol}} * x_{\text{CO}_2}^{ml}$,
Soit $H_{\text{ml}} = P_{\text{CO}_2} / x_{\text{CO}_2}^{ml}$ et $H_{\text{ml}} = 1686.8 \text{ atm/titre molaire}$.
- Pour notre équilibre à 50 atmosphères, on a la relation :

$$m = \frac{H_{\text{ml}}}{P_t} = \frac{1686.8}{50} = 33.74 \quad \text{enfin : } y = 33.74x \quad \text{droite d'équilibre.}$$

4) Le nombre d'étages théoriques de la colonne d'absorption utilisée.

Dans un diagramme d'équilibre, on trace la droite d'équilibre et la droite d'opération.

- Droite d'équilibre : $y = 33.74x$
- Droite d'opération : fond de colonne A (x_1, y_e) ;

Haut de colonne B (xe, yn).

$$x_1^{ml} = \frac{0,25/44}{(0,25/44 + 99,75/18)} = 0,102 \cdot 10^{-2}$$

Droite opératoire passe par les deux A (0,102.10⁻²; 0,05) et B (0; 0,001)

On trace alors la droite d'équilibre de coefficient directeur 33.74, puis la droite opératoire passant par les points A et B et on détermine le nombre d'étage théorique, soit NET=7.

Exercice 02 :

Un gaz contenant 4% en volume de benzène, est lavé dans une colonne d'adsorption par une huile pure. Le degré d'adsorption est alors de 80%. La concentration de benzène dans l'huile à la sortie de la colonne est égale à 0,02 kmole/Kmole d'huile pure.

Dans le domaine de concentration, la courbe d'équilibre du système est assimilée à une droite d'équation $y^*=0,126 x$.

1. Calculer, à l'entrée de la colonne, le nombre de kmols de benzène contenu dans 1kmol de gaz inerte.
2. Tracer les droites opératoire et d'équilibre du système sur un même graphe.
3. Expliquer la position de la droite opératoire par rapport à la droite d'équilibre.
4. Calculer le nombre d'unité de transfert de la colonne.

Exercice 03 :

On désire traiter 3770 Kg/hr d'un mélange air/acétone par une huile pure en utilisant une colonne à garnissage. Le gaz entrant renferme 30% molaire d'acétone. 97% de l'acétone doivent être absorbés et la liqueur concentrée en bas de la colonne doit contenir 10% molaire en acétone.

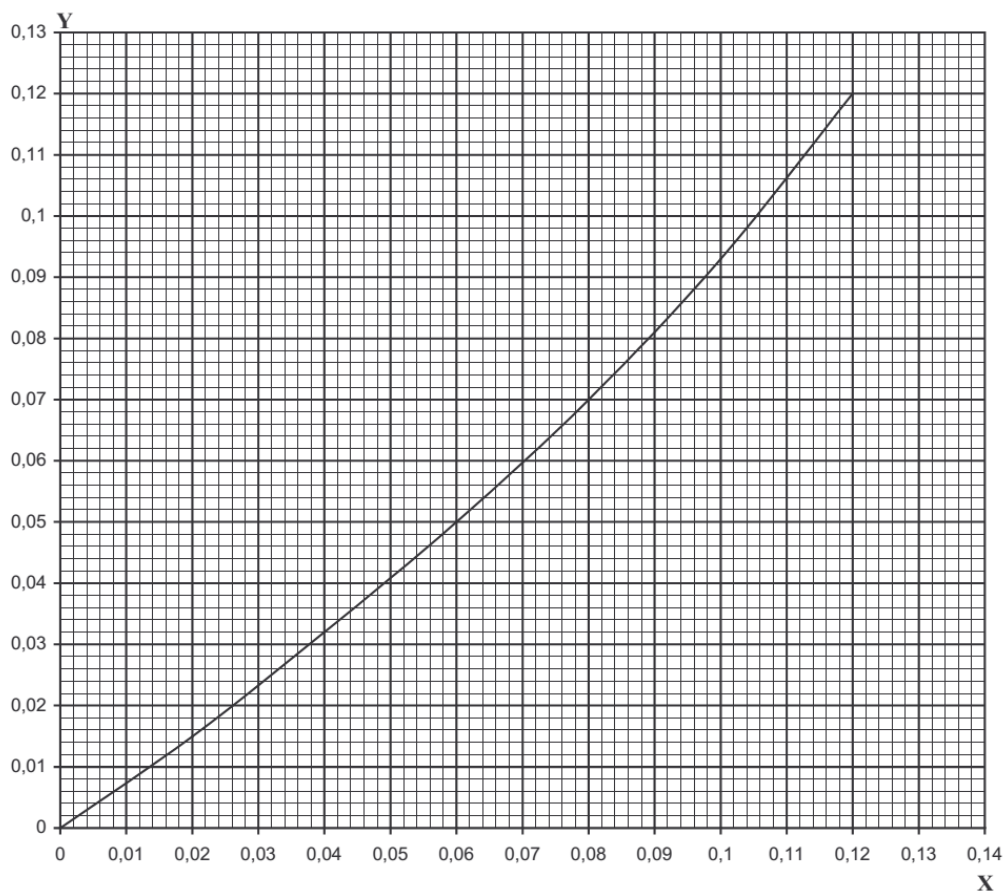
1. Calculer les fractions molaires aux extrémités de la colonne ainsi que les débits molaires (acétone, inerte, solvant)

Exercice 04 :

La solution sulfurique d'hydrogénosulfate d'ammonium issue de la réaction de fabrication du MAM est neutralisée à l'aide d'ammoniac gazeux. L'excès d'ammoniac contenu dans l'air est absorbé dans une colonne d'absorption grâce à de l'eau pure. La phase gazeuse contient une fraction molaire de 9,91% en NH_3 à l'entrée de la colonne et elle ne contient plus qu'une fraction molaire de 0,20 % en NH_3 à la sortie de la colonne. La fraction molaire de NH_3 dans la solution aqueuse obtenue est égale à 8,93%.

1. Déterminer, graphiquement, le débit minimal du solvant.
2. Déterminer le nombre de plateaux théoriques pour réaliser cette séparation.

X rapports molaires NH_3 /eau dans les phases aqueuses
Y rapports molaires NH_3 /air dans les phases gazeuses



III.1 Introduction

L'extraction liquide-liquide est une technique de séparation largement utilisée à l'échelle industrielle, dans des domaines aussi variés que l'hydrométallurgie classique, l'industrie nucléaire, la pétrochimie, l'industrie pharmaceutique ou encore l'industrie agroalimentaire. Bien que le principe de cette technique soit relativement simple, les séparations qu'elle permet de réaliser sont en réalité le résultat de la conjonction d'un grand nombre de phénomènes physico-chimiques.

L'extraction liquide-liquide met à profit les différences de solubilité d'un composé entre deux phases liquides. C'est un procédé physique se basant sur les différences de solubilités mutuelles de certains liquides.

III.2 Généralité

III.2.1 Principe de l'extraction liquide-liquide

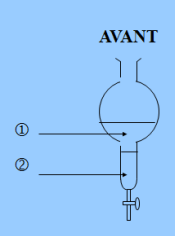
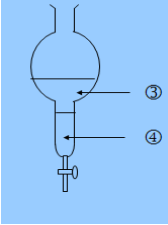
- L'extraction liq/liq est une opération de transfert de matière entre deux phases liquides. Non ou partiellement miscibles, sans transfert de chaleur.
- Elle consiste à extraire un ou plusieurs constituants d'une solution par dissolution au contact d'un solvant dans lequel les corps sont solubles
- Une extraction par solvant nécessite deux opérations :
 - 1) La mise en contact aussi intime que possible de la matière à traiter avec le solvant choisi pour parvenir à un état d'équilibre entre les deux phases ;
 - 2) La séparation mécanique des deux phases.

III.2.2 Exemple d'application :

On souhaite extraire la vanilline contenue dans le sucre vanillé. Pour cela :

- On dissout dans un erlenmeyer, 5 g de sucre vanillé dans 100 mL d'eau ;
- On réalise ensuite une extraction par solvant à l'aide d'une ampoule à décanter ;
- Le solvant utilisé pour l'extraction est le dichlorométhane ($d = 1,32$). La vanilline est plus soluble dans le dichlorométhane que dans l'eau.

Nous représentons l'ampoule à décanter avant et après l'agitation.

Avant l'agitation	Après l'agitation
La vanilline est dissoute dans l'eau. Le dichlorométhane est plus dense que l'eau. ①: eau + vanilline ②: dichlorométhane 	La vanilline est dissoute dans le dichlorométhane car elle est plus soluble dans le dichlorométhane que dans l'eau. Le dichlorométhane est plus dense que l'eau. ③: eau ④: dichlorométhane + vanilline 

III.2.3 Application industrielle de l'extraction liq/liq

Cette opération est fréquemment utilisée pour séparer, d'un mélange liquide, des constituants dont les volatilités sont faibles ou très voisines, ou qui donnent des azéotropes, ou encore qui sont thermo-dégradables.

L'extraction est un procédé utilisé dans de nombreuses industries.

1) Pétrochimie :

- Séparation entre les composés aromatiques (benzène, toluène, xylènes : les BTX) et les aliphatiques.
- Extraction du caprolactame (monomère du nylon 6)
- Extraction de l'acide acétique des mélanges aqueux

2) Industries pharmaceutiques :

- Extraction de la pénicilline et d'autres antibiotiques
- Extraction des vitamines A, B12 et C.

3) Industries alimentaires :

- Extraction des lipides,
- De la caféine, des arômes.

4) Hydrométallurgie :

- Extraction des métaux : cuivre, molybdène, vanadium, tungstène, chrome, uranium.

III.2.4 Principaux avantages d'un procédé d'extraction

- ✚ Permet de travailler à basse température (séparation de produit thermosensibles),
- ✚ Permet la séparation de produits ayant des volatilités très proches (cas des isomères),
- ✚ Les équipements peuvent être compacts et très performants,
- ✚ Les expérimentations au laboratoire sont faciles,
- ✚ Demande moins d'énergie que la distillation dans le cas de la récupération de produits lourds (à point d'ébullition élevé).

Inconvénients : procédé plus récent que la distillation et la littérature est moins abondante, l'information est détenue (et retenue !) par les fabricants.

III. 3 Équipements pour l'extraction et éléments de conception

Tous les appareils d'extraction, indépendamment de leur forme, doivent remplir les trois fonctions suivantes :

- a. Mettre en contact les deux phases liquides ;
- b. Permettre la formation de gouttes (phase dispersée) afin d'obtenir une aire interfaciale d'échange pour le transfert du soluté ;
- c. Séparer les deux phases liquides

Les appareils utilisés industriellement peuvent se classer en quatre catégories :

- 1) Les mélangeurs-décanteurs (EM) ;
- 2) Les colonnes non agitées (EM ou CC) ;
- 3) Les colonnes agitées (EM ou CC) ;
- 4) Les extracteurs centrifuges (CC).

Note : EM : étages multiples ; CC : contact continu.

Ces appareils peuvent être, une colonne à dispersion, à chicanes, à plateaux perforés ou à garnissage (Figure III.1). Ce type, ne nécessite pas d'apport d'énergie extérieur. Par contre,

Le fonctionnement des appareils représenté par la Figure III.2, fait appel à un apport d'énergie extérieur.

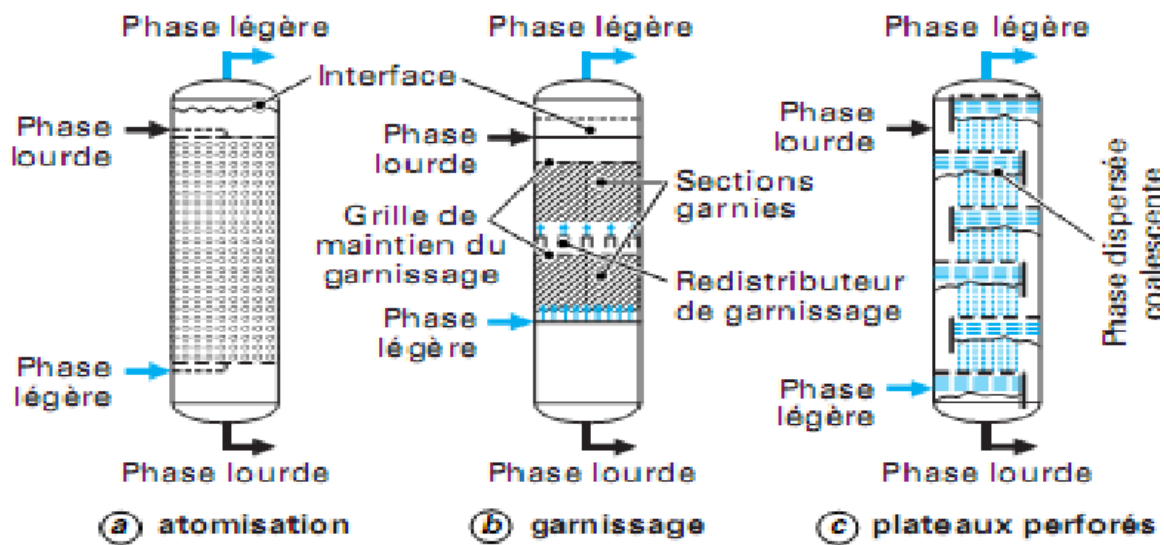


Figure III.1 : Colonne pulvérisation, garnie, à plateaux perforés

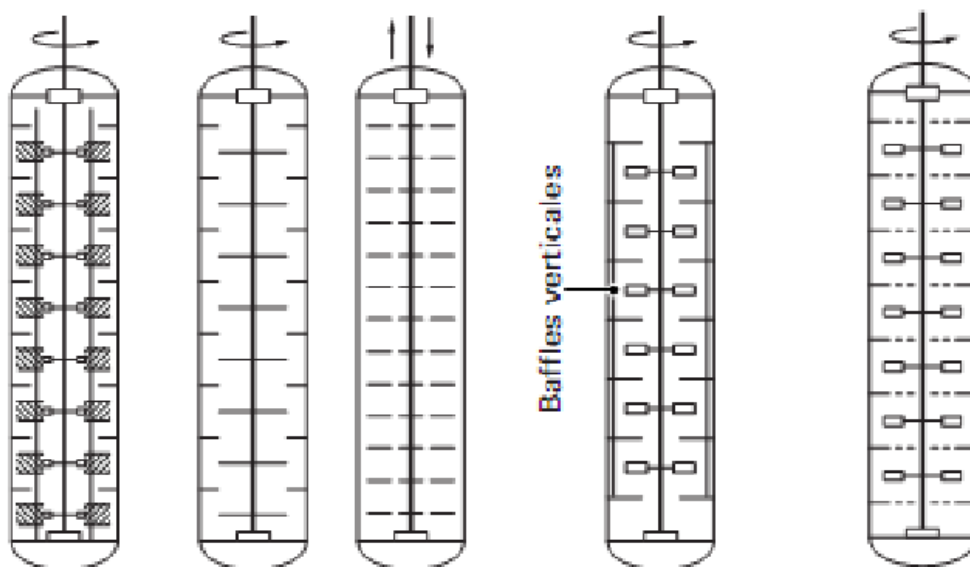


Figure III.2 : Colonne à agitateur mécanique

III.4 Etude de l'extraction liquide/liquide isotherme d'un constituant

III.4.1 Terminologie

Pour simplifier l'étude, on donne les notations (Terminologie) suivantes :

- **Soluté** : constituant à extraire
- **Diluant** : liquide contenant les solutés
- **Solution** : ensemble soluté + diluant
- **Solvant** : liquide destiné à extraire les solutés
- **Extrait** : phase issue de l'opération contenant les solutés extraits (phase riche en solvant).
- **Raffinat** : phase résiduelle épuisée en soluté (phase est riche en diluant).
- **Phase lourde** : phase ayant la plus grande masse volumique.
- **Phase légère** : phase ayant la plus faible masse volumique.
- **Phase aqueuse/Phase organique** : ces termes sont liés à la nature du solvant et du diluant.
- **Phase continue/phase dispersée** : le terme phase continue, utilisé lors de l'utilisation de colonnes d'extraction caractérise la phase de « remplissage de la colonne » au sein de laquelle l'autre phase dite dispersée se présente sous forme de gouttelettes (Figure III.3).

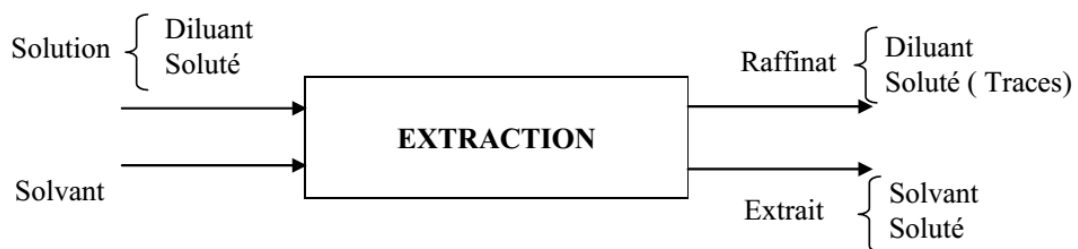


Figure III.3 : Principe d'une extraction

III.4.2 Equilibre liquide/liquide

III.4.2.1 Coefficient de partage

L'extraction liquide-liquide repose sur la différence de solubilité du soluté dans le diluant et dans le solvant. La loi de distribution de Nernst stipule que, si une espèce chimique est soluble dans les deux phases, le rapport des activités (concentrations) dans chacune des phases est constant à l'équilibre. Ce rapport est connu sous le nom de constante de partage (ou coefficient de partage).

En considérant les deux phases dans l'ordre extrait et raffinat, le coefficient de partage se définit comme le rapport des concentrations du soluté C entre deux solvants non miscibles D et S.

Le coefficient de partage est donné par les formules suivantes (III.1) et (III.2) :

$$\text{soluté } (C)_{\text{extrait}} \rightleftharpoons \text{soluté } (C)_{\text{raffinat}}$$

$$K_C = \frac{[C]_{\text{Extrait}}}{[C]_{\text{Raffinat}}} = \frac{[C]_E}{[C]_R} \quad (\text{III. 1})$$

- $[C]_E$: concentration du soluté C dans l'extrait ;
- $[C]_R$: concentration du soluté C dans le raffinat.

$$K_C = \frac{(m/V)_E}{(m/V)_R} = \frac{m_E/V_S}{m_R/V_R} \quad (\text{III. 2})$$

$$\text{Avec : } m_0 = m_E + m_R$$

- m_E : masse du soluté dans la phase extrait ;
- m_R : masse du soluté dans la phase ;
- m_0 : masse initiale du soluté (avant extraction) .

Remarque : Si la charge (solution extraite) est une solution aqueuse et le solvant est un solvant organique, dans ce cas, on écrit (équation III.3) :

$$K_C = \frac{[C]_{organique}}{[C]_{aqueuse}} \quad (III.3)$$

III.4.2.2 Courbe de partage

Le coefficient de partage K peut être exprimé en fonction des fractions massiques du soluté y et x dans l'extrait et le raffinat respectivement, tel que :

$$K = \frac{y}{x} \quad (III.4)$$

Dans ce cas, on détermine la courbe de partage ou d'équilibre : $y = f(x)$ ou $(Y = f(X))$ (Figure III.4).

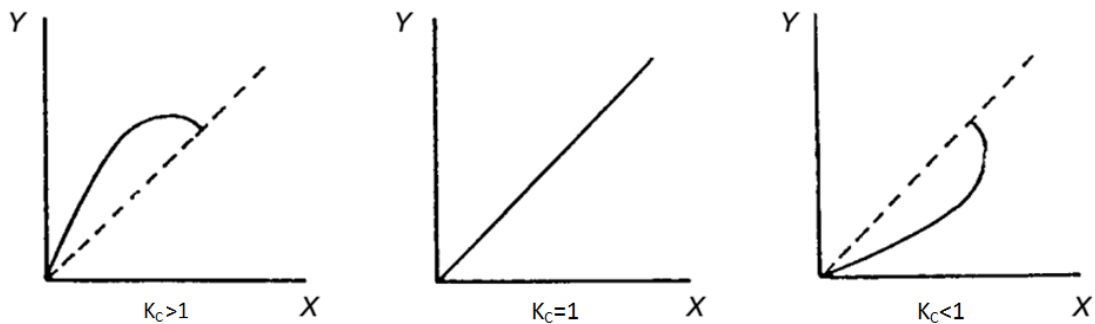


Figure III.4 : Courbe de partage

III.4.2.3 Représentation graphique de l'extraction Liq/Liq

a) Diagramme ternaire

Il n'est pas toujours possible de trouver un solvant parfaitement insoluble dans le diluant. Les **deux phases (raffinat et extrait) sont alors partiellement miscibles**. La courbe de partage ci-dessus ne permet pas de représenter la composition des phases.

Le système le plus simple que l'on puisse rencontrer dans l'extraction liquide-liquide est le système ternaire où un seul soluté se partage entre deux liquides peu ou pas miscibles ; C'est le rôle du diagramme ternaire.

La composition du système ternaire peut être représenté par deux types de diagramme triangulaire (Figure III.5).

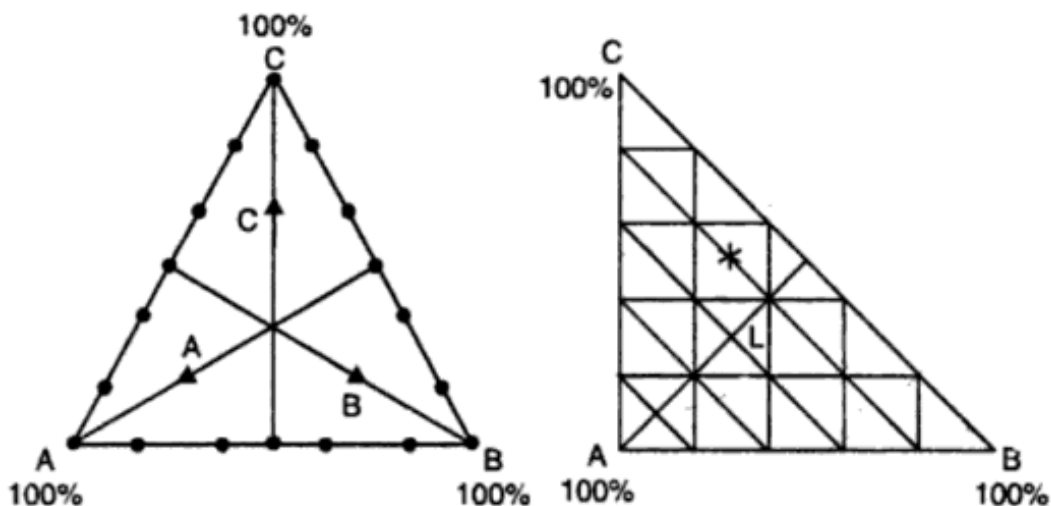


Figure III.5 : Représentation de l'équilibre ternaire

1. **Le triangle équilatéral** a l'avantage de permettre une représentation équivalente pour tous les constituants
2. **Le triangle rectangle** a l'avantage de pouvoir dilater l'échelle de l'un des axes. Il est souvent intéressant de limiter le tracé à la partie "utile".

b) Lecture du diagramme ternaire

La présence des trois constituants dans le mélange liquide, le soluté C et les deux constituants D (diluant) et S (solvant), nous conduit à adopter une présentation graphique au moyen des triangles équilatéraux. L'utilisation d'un diagramme ternaire découle des règles générales suivantes :

- Chaque sommet représente un composant pur ;
- La composition de chaque mélange de 3 composants peut être représentée graphiquement par un point M de coordonnées (x_C, x_S, x_D) ;
- $\sum x_i = x_C + x_S + x_D = 1$

Soit M' un point de la zone hétérogène. Il représente un système qui, après décantation, se sépare, à l'équilibre, en deux phases (Figure III.6) :

- Un **extrait**, noté **E** dont le titre en soluté est y .
- Un **raffinat**, noté **R** dont le titre en soluté est x .
- Les points **E** et **R** sont reliés par une droite appelée **droite de conjugaison** (conodale).

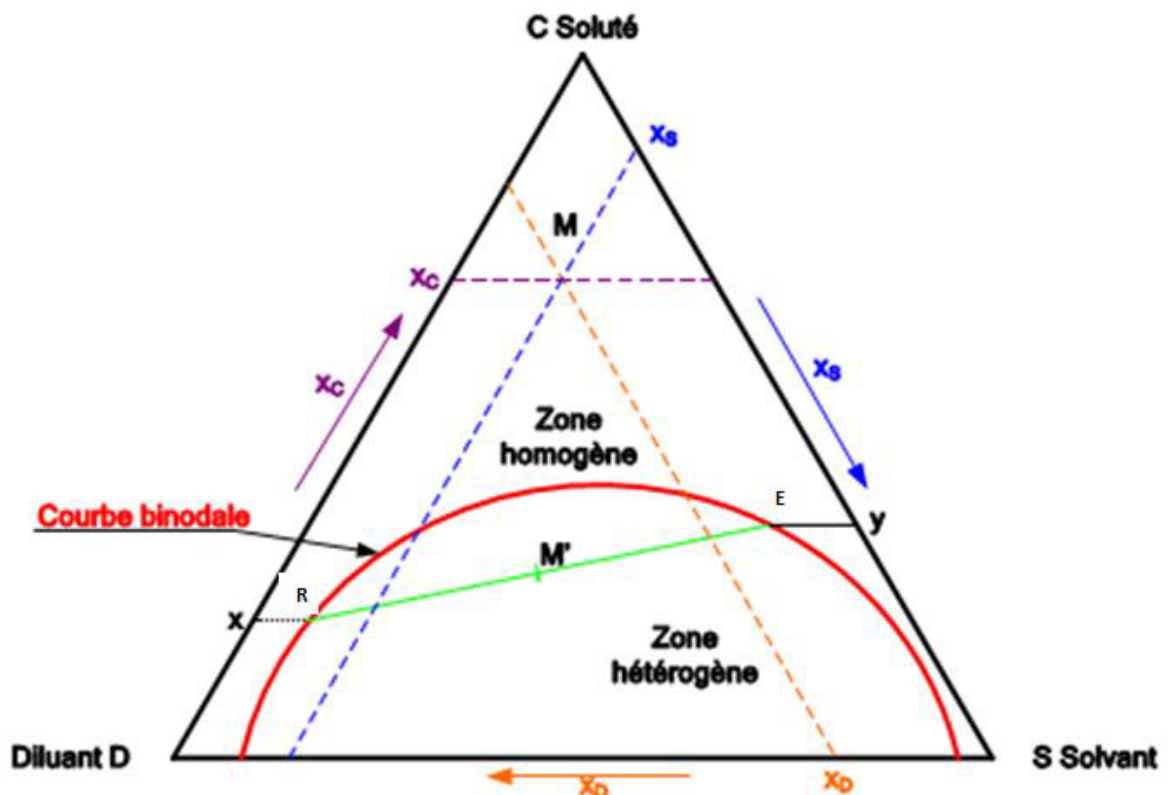


Figure III.6 : Lecture du diagramme ternaire

Sur ce diagramme :

- La courbe tracée à l'intérieur du triangle représente la limite de miscibilité des deux phases liquides.
- En dessous de la courbe, le mélange représenté par le point **M** est hétérogène et décante en deux phases liquides (2ϕ).

- En dessus de la courbe, le mélange représenté par le point M' serait homogène (le soluté solubilise ensemble solvant et diluant, normalement non totalement miscibles entre eux) (1ϕ).

a) Exemple d'application :

Exemple de lecture pour le point M représenté (Figure III.7) :

- Titre en solvant 40% (base inférieure) ;
- Titre en soluté 30% (base côté droit) ;
- Titre en solvant 30% (base côté gauche).

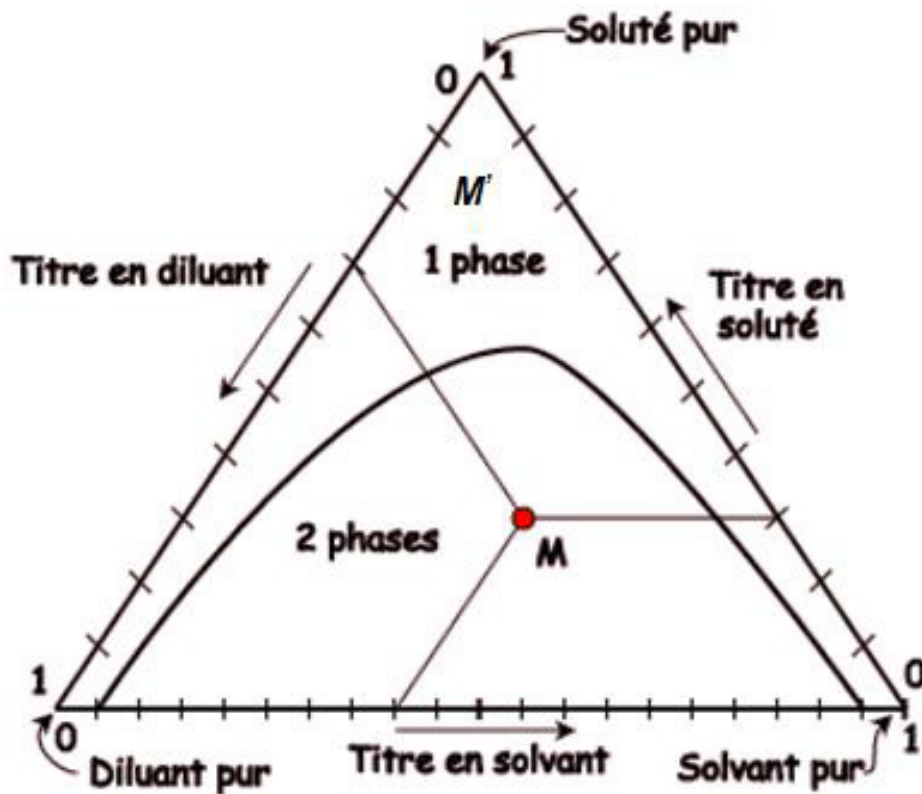


Figure III.7 : Diagramme triangulaire équilatéral
(Solvant et diluant partiellement miscibles)

III.5 Procédés d'extraction

Soit un mélange homogène $D + C$ mis en contact avec un solvant sélectif S , dans lequel D est peu soluble et C fortement soluble. Après mélange, il se forme deux couches : le raffinat qui contient le constituant D et des petites quantités de C et S (notées respectivement c et s) et

L'extrait formé par des petites quantités de constituant D et presque toute la quantité de C et de S. Après la décantation de deux couches non miscibles, on récupère le solvant (généralement par distillation).

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

- 1) Extraction par simple contact.
- 2) Extraction à plusieurs contacts.
 - Extraction à contre-courant.
 - Extraction à contre-courant avec reflux.
 - Extraction par contact différentiel.

III.5.1 Extraction simple par simple contact

Cette opération peut être réalisée en continue ou en discontinue. Considérons le mélange homogène initial F (formé des constituants D et C) dans un mélangeur M, mis en contact avec le solvant S (Figure III.8). L'opération se décompose en deux étapes. On mélange la solution et le solvant pendant un temps défini. On laisse ensuite décanter pour pouvoir séparer l'extrait du raffinat.

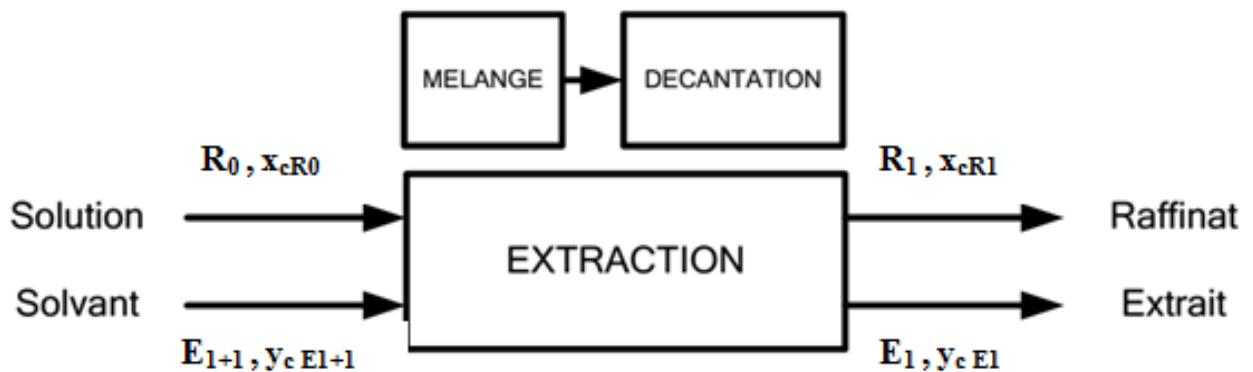


Figure III.8 : Etapes de l'extraction liq/liq

a) Choix du solvant

- Bien solvate le soluté,
- Être bon marché,

- Ne pas être (trop) toxique/corrosif/polluant...,
- Être recyclable,
- Être de densité différente de celle du diluant et peu miscible avec lui ...

Remarque : Pour l'extraction, Il s'agit de :

- Déterminer la composition et la masse de l'extrait et du raffinat pour une masse de solvant ajoutée,
- Ou de définir la masse de solvant nécessaire si on impose les compositions d'extrait et de raffinat.

b) Quantité optimale de solvant :

Cette quantité (S_{opt}) doit être comprise entre la quantité du solvant minimale (S_{min}) et maximale (S_{max}).

$$S_{min} < S_{opt} < S_{max}$$

III.5.1.1 Quantité minimale de solvant :

❖ Données :

- Solvant pur : $x_{CF}=0$;
- Charge F, x_{CF}

❖ Bilan de matière globale :

$$M_{min} = S_{min} + F \quad (III. 5)$$

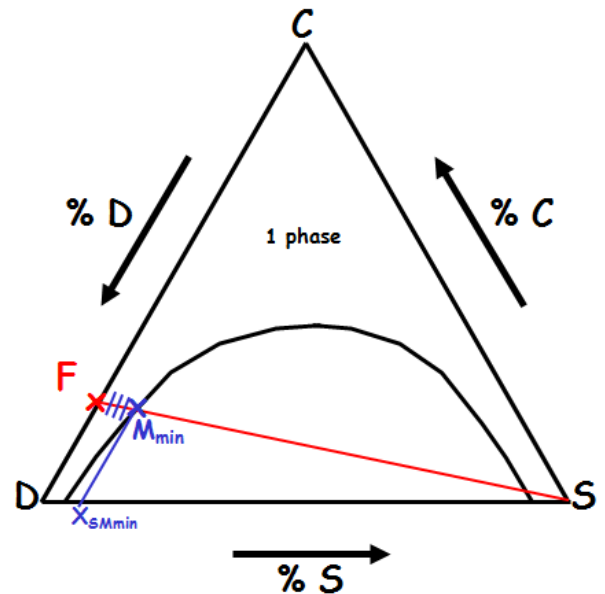


Figure III.9 : Représentation graphique de M_{min}

❖ Bilan de matière/soluté :

$$M_{min}x_{cmin} = S_{min}x_{CSmin} + Fx_{CF} \quad (III. 6)$$

On trouve que :

$$S_{min} = F \frac{x_{Smin}}{(1-x_{Smin})} \quad (III. 7)$$

Remarque : La valeur x_{Smin} est déterminée graphiquement (Figure III.9).

III.5.1.2 Quantité maximale de solvant :

- ❖ Données :
- Solvant pur : $x_{CF}=0$;
 - Charge F, x_{CF}

On trouve que :

$$S_{max} = F \frac{x_{Smax}}{(1 - x_{Smax})} \quad (III.8)$$

Remarque : la valeur x_{Smax} est déterminée graphiquement (Figure III.10).

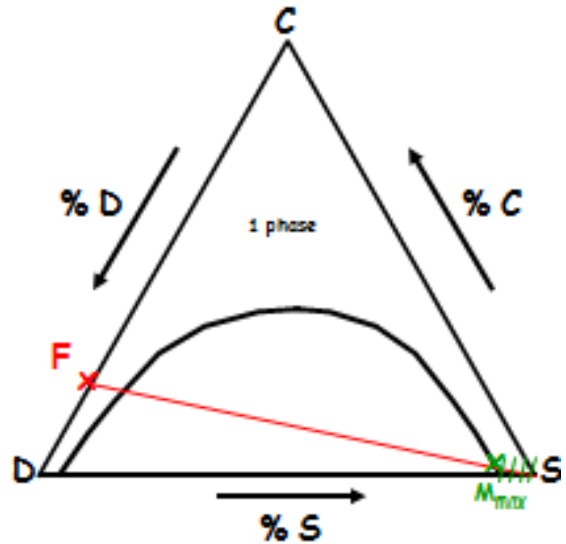


Figure III.10 : Représentation graphique de M_{max}

En conclusion, L'extraction est possible si M est placé entre M_{min} et M_{max} , c'est à dire si la quantité de solvant S ajoutée à l'alimentation est comprise entre S_{min} et S_{max} (Figure III.11).

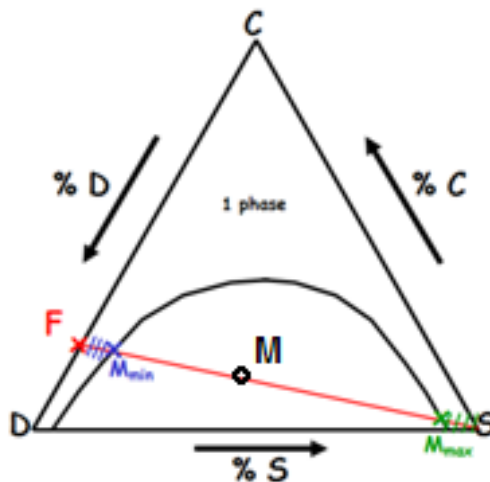


Figure III.11 : Représentation du mélange M optimal

III.5.1.3 Extraction à un étage

a) Détermination de la composition du mélange M : x_{CM} (ou x_M)

a.1) Données :

- Charge $F=R_0$ (en Kg/h, Kmol/h)
- Soluté dans la charge : $x_{CF}=x_{CR0}$
- Solvant : $S= E_{1+1}$

a.2) Bilan de matière :

- M.G/ Entrée =Sortie (pas de réaction chimique)

$$M = R_0 + E_{1+1} = E_1 + R_1 \quad (III.9)$$

- B.M/soluté :

$$Mx_M = R_0x_{R0} + E_{1+1}y_{E_{1+1}} = E_1y_{E_1} + R_1x_{R_1} \quad (III.10)$$

Avec $y_{E_{1+1}} = 0$ (solvant pur)

La composition du mélange M en soluté est donnée par la formule suivante :

$$x_M = \frac{R_0x_{R0}}{R_0 + E_{1+1}} \quad (III.11)$$

b) Détermination graphique du mélange M

- On repère le point de la charge : x_{R0} ;
- On repère le point : $x_{CM} = x_M$
- On trace la droite Sx_{CR0} ;
- On trace la droite qui passe par x_{CM} et // à la droite DS ;
- L'intersection de ces droites donne le point M (Figure III.12).

c) Détermination de E_1 et R_1 :

La quantité de l'extrait E_1 et du raffinat R_1 est donnée par les formules suivantes :

$$E_1 = M \frac{(x_{CM}-x_{CR1})}{(x_{E1}-x_{R1})} \quad (III.12)$$

$$R_1 = M \frac{(x_M-y_{E1})}{(x_{R1}-y_{E1})} \quad (III.13)$$

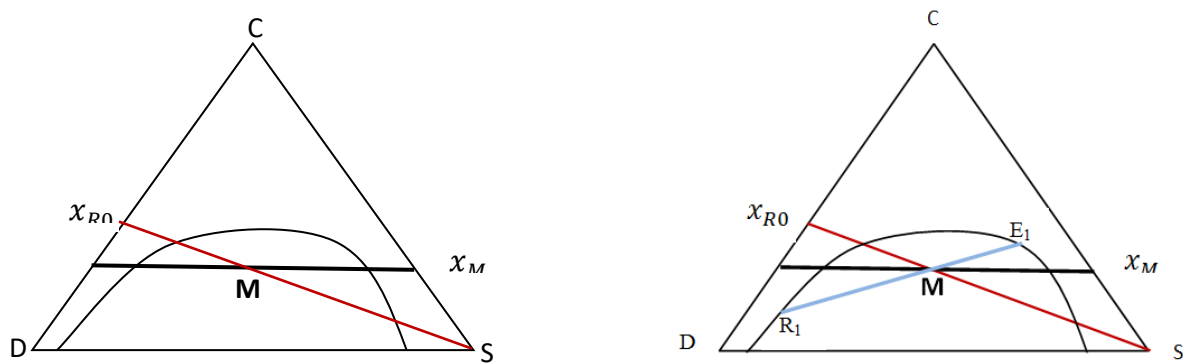


Figure III.12 : Détermination graphique du mélange M

III.5.2 Extraction à contacts multiples :

a) L'extraction multiple à contre-courant

L'extraction fonctionne en continu. Les deux phases d'extract et de raffinat se croisent dans une colonne ou dans une batterie de mélangeurs décanteurs (Figure III.13).

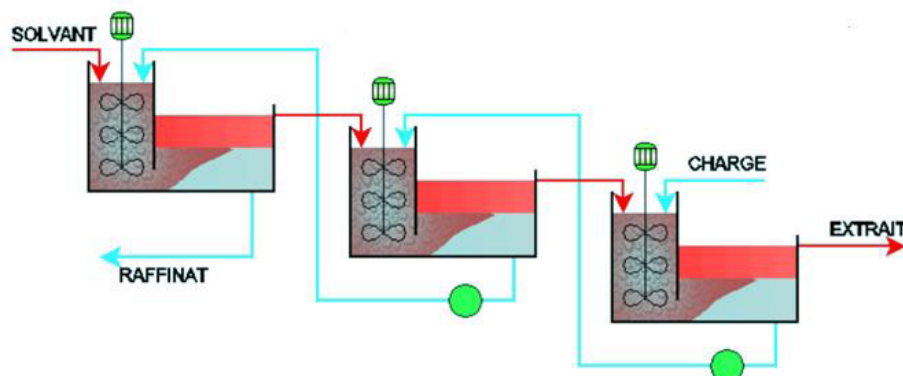


Figure III.13 : Batterie de 3 mélangeurs décanteurs à contre-courant.

b) L'extraction à courant croisé

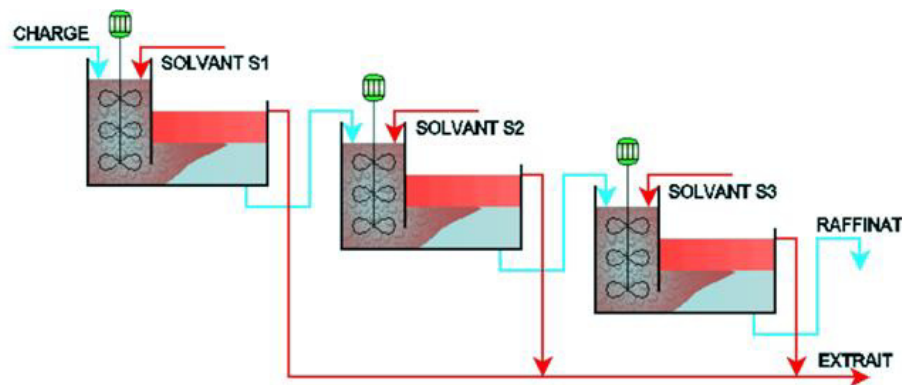


Figure III.14 : Batterie de 3 mélangeurs décanteurs à contre-croisé.

III.6 Nombre d'étage (plateaux) théoriques (NET)

Un plateau théorique ou étage théorique est un élément d'échange tel que les phases qui le quittent sont en équilibre.

La notion de plateaux théorique va nous permettre, en reliant les courbe d'équilibre et courbe opératoire, de passer d'un élément a un autre et ainsi de compter le nombre d'étage théoriques pour des conditions opératoires fixées.

Il est possible de compter le nombre d'étage théoriques soit dans un diagramme de distribution, soit dans un diagramme triangulaire.

Le cas étudié dans ce qui suit c'est l'extraction à contre-courant.

III.6.1 Construction dans un diagramme triangulaire : La Méthode du pôle

La méthode graphique de détermination du NET peut se résumer aux étapes suivantes :

- Les points (R_A : point C) et (E_S : point S) sont portés dans le diagramme. Les débits connus R_A et E_S donnent la position du point 'M'.
- Si on veut un extrait de teneur y_1 , le point représentatif (E_1) donnera par alignement avec M le point (R_n) sur la courbe de solubilité. La règle du bras de levier permet le calcul des débits E_1 et R_n .
- L'intersection de ($R_A E_1$) et ($R_n E_S$) donne le pôle (Δ) de la construction des droites opératoires.
- L'équilibre réalisé sur le premier étage est concrétisé par la droite de conjugaison connue ($E_1 R_1$) d'où (R_1) et la teneur correspondante du raffinat.
- L'alignement ($L_1 \Delta$) fournit le point (E_2)
- L'équilibre réalisé sur le second étage, donne, par la droite de conjugaison connue ($E_2 R_2$) le point (R_2).
- L'alignement ($L_2 \Delta$) fournit le point (E_3), etc... (Figure III.15)

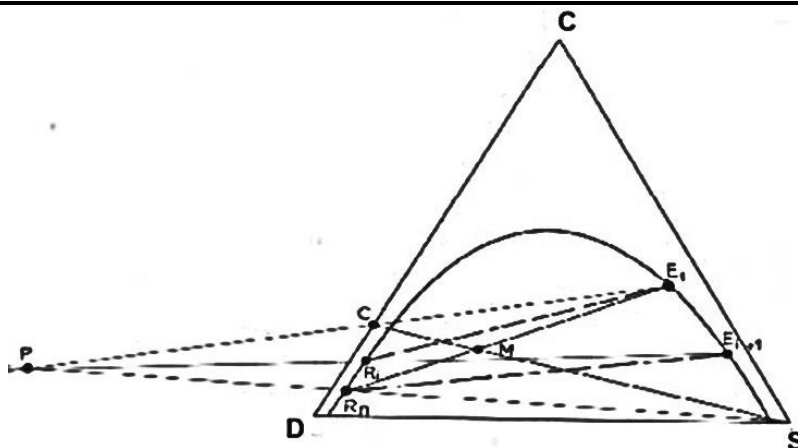


Figure III.15 : Construction dans un diagramme triangulaire : La Méthode du pôle

On voit qu'il est possible de trouver ainsi, de proche en proche, la droite de conjugaison (ou droite d'équilibre) correspondant à chaque étage théorique. Le pôle (Δ) permet de passer d'un étage à l'autre par l'intermédiaire d'une droite opératoire. On poursuit ainsi la construction jusqu'au point (R_n).

Le nombre droit de conjugaison utilisées = nombre d'étage théorique nécessaires.

III.6.2 Construction dans un diagramme de distribution : Méthode de Mc Cabe et Thiele.

La méthode de Mc Cabe et Thiele est une méthode très simple, qui permet de connaître le nombre d'étage théoriques. On doit connaître la courbe d'équilibre et la droite opératoire. Chaque ligne horizontale représente un étage théorique (Figure III.16).

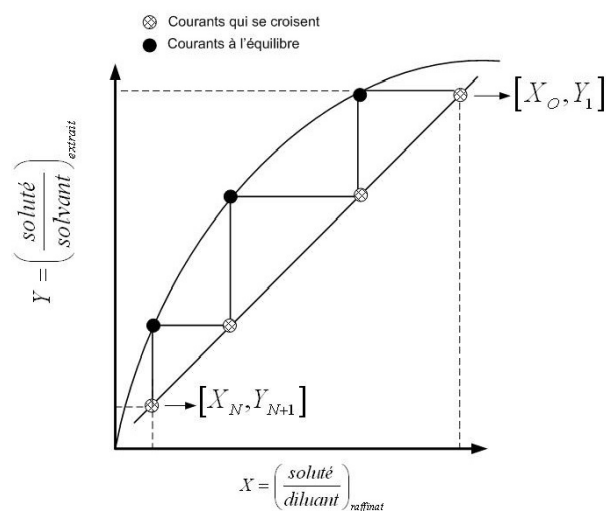
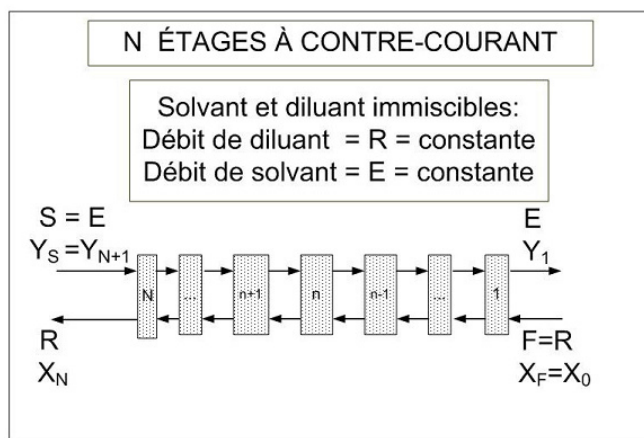


Figure III.16 : Construction Mc Cabe et Thiele

III.7 Conclusion

On peut dire que l'extraction liquide-liquide est une opération familière pour les chimistes. Mais, à chaque étape du procédé (extraction, lavage, réextraction), les conditions physico-chimiques (température, concentrations) varient, et nécessitent une attention particulière. Chaque installation industrielle est conçue pour un mélange bien déterminé. Les constructions graphiques deviennent extrêmement délicates et seul le calcul informatisé peut alors être utilisé.

Nomenclature particulière au chapitre III

Symboles	Définitions	Unité
C	Concentration	(g/L)
$[C]_E$	Concentration du soluté C dans l'extrait	(g/L)
$[C]_R$	Concentration du soluté C dans le raffinat.	(g/L)
E_1	Extrait du premier étage	(Kg/h, Kmol/h)
E	Extrait	(Kg/h, Kmol/h)
$F=R_0$	Charge	(Kg/h, Kmol/h)
K_C	Coefficient de partage	-----
m_E	Masse du soluté dans la phase extrait	g
m_R	Masse du soluté dans la phase raffinat	g
m_0	Masse initiale du soluté (avant extraction)	g
R	Raffinat	(Kg/h, Kmol/h)
S	Solvant	(Kg/h, Kmol/h)
$S = E_{1+1}$		(Kg/h, Kmol/h)
S_{min}	Quantité du solvant minimale	(Kg/h, Kmol/h)
S_{max}	Quantité du solvant maximale	(Kg/h, Kmol/h)
x	Fraction du soluté	-----
$x_{CSmin}(x_{Smin})$	Fraction du soluté dans le solvant minimale	-----
$x_{CSmax}(x_{Smax})$	Fraction du soluté dans le solvant maximale	-----
$X_{cM}(x_M)$	Fraction du soluté dans le mélange	-----
$x_{CF}=x_{CR0}$	Fraction du soluté dans la charge	-----
X_{R1}	Fraction du soluté dans le raffinat	-----
Y_{E1}	Fraction du soluté dans l'extrait	-----

Exercice

Exercice N°1

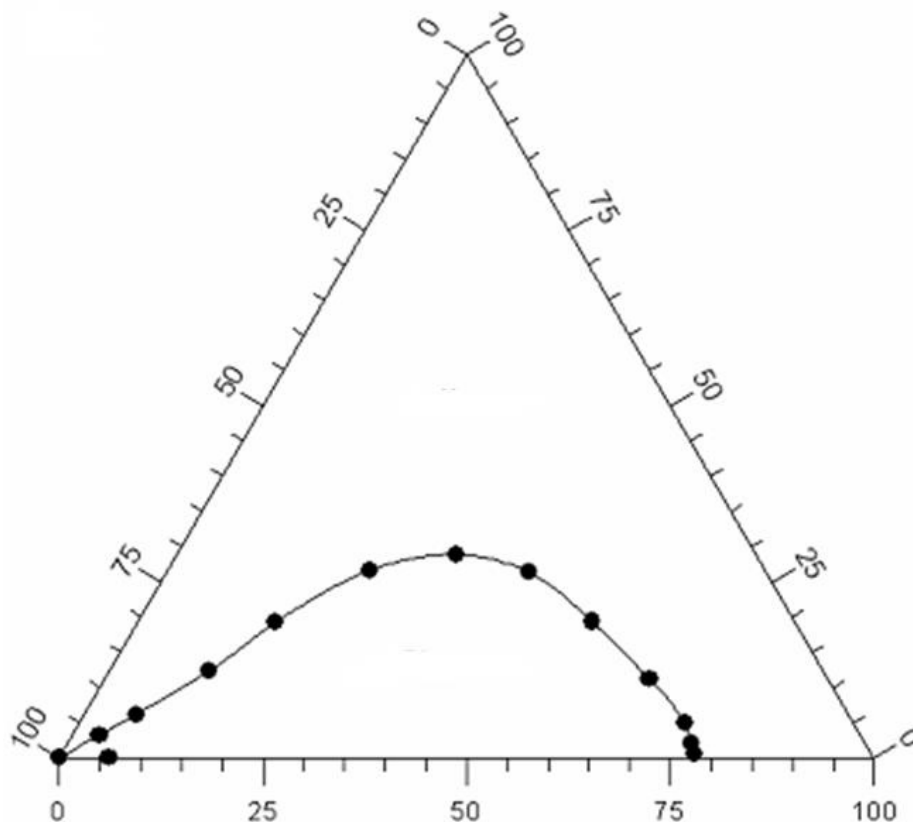
Dans une ampoule à décanter, on introduit un volume $V_0 = 40,0$ ml de la solution aqueuse d'acide benzoïque, puis on y ajoute un volume $v_s = 10,0$ ml de dichlorométhane (densité : $d=1,33$) et on agite énergétiquement l'ampoule pendant 5 min en pensant à dégazer de temps en temps.

1. Pourquoi doit-on dégazer ?
2. Décrire et justifier la disposition respective des phases dans l'ampoule à décanter.
3. Sachant que la concentration de la solution aqueuse est 20 g l^{-1} ; calculer la masse de l'acide benzoïque contenue dans les deux phases. (Organique et aqueuse). On donne le coefficient de partage $K=47$.

Exercice 02 :

Dans un mélangeur décanteur fonctionnant à contre-courant, une charge d'une solution aqueuse d'oxo- C_{10}E_6 est traité par le Butan-1-ol pur. Le mélange obtenu est représenté dans la figure (1) par le point M.

1. Peut-on faire une extraction liquide-liquide au mélange M ? justifier votre réponse.
2. Donner la composition du mélange M.
3. Sachant que la quantité du mélange (M) est de 1200 kg/h :
 - a) Déterminer la quantité de la charge (R_0).
 - b) En déduire la quantité du solvant (Butan-1-ol) nécessaire à cette extraction.

**Exercice :**

En considérant toluène comme solvant extracteur et l'éthanol étant le soluté,

1. Tracer soigneusement, sur papier millimétré, le diagramme triangulaire équilatéral du mélange ternaire Eau-Ethanol-Toluène à partir du tableau
2. Sur le diagramme tracer toutes les conodales (E R) ;
3. Déterminer la zone de miscibilité, la zone de non-miscibilité et la courbe binodale.
4. Tracer la courbe de distribution de ce système, en déduire le coefficient de partage K ;
5. Soit un mélange binaire de 720 g de (S) et 100 g de (B), en appliquant la règle de levier, calculer les quantités du raffinat et d'extract, on donne $M_0E=36$ mm et $M_0R=67$ mm.
6. Soit un mélange ternaire de 720 g de (S), 200 g de (A) et 100 g de (B), calculer la fraction massique de (A), (B) et de (S) dans ce mélange et placer le point M1 représentatif de ce mélange sur le diagramme triangulaire équilatéral.

Données : Mélange ternaire Eau-Ethanol-Toluène

Equilibre Eau-Ethanol-Toluène Données expérimentales en titres massiques (%)					
Phase aqueuse			Phase organique		
Titre éthanol (a)	Titre eau (b)	Titre toluène (c)	Titre éthanol (a)	Titre eau (b)	Titre toluène (c)
0,7	98,1	1,2	0,2	0,5	99,3
6,4	91,7	1,9	1,9	1	97,1
13,3	84,4	2,3	4,8	1,9	93,3
24,5	71,7	3,4	11,4	3,9	84,7
36,7	58,9	4,4	21,6	6,9	71,5
44,3	45,1	10,6	31,1	10,8	58,1
46,4	37,1	16,5	36,2	15,1	48,7

IV.1 Introduction

La distillation est certainement l'opération unitaire de séparation est la plus utilisée dans l'industrie chimique. La distillation simple ou distillation discontinue était connue au premier siècle. La distillation fractionnée à contre-courant a été inventée en 1830 par Aeneas Coffey de Dublin.

La distillation est une opération unitaire dans laquelle les constituants d'un mélange liquide homogène ou hétérogène (solution) sont séparés à l'aide d'une énergie thermique. Fondamentalement, la différence des pressions de vapeur de différents constituants à la même température est responsable d'une telle séparation. Cette opération unitaire est également appelée distillation fractionnée ou fractionnement. Avec cette technique, il est possible de séparer un mélange liquide en ses composants sous une forme presque pure et ce fait a fait de la distillation peut-être la plus importante de toutes les opérations de transfert de masse.

IV.2 Généralités

IV.2.1 Principe

La distillation est une opération double; après chauffage jusqu'à l'ébullition de la solution, la phase vapeur surmontant le liquide bouillant et en équilibre avec celui-ci n'a pas la même composition. Par condensation de la phase vapeur, on obtient un liquide nommé distillat ou extrait (dit aussi produit de tête) dont la composition diffère de celle du mélange initial. La phase liquide non évaporée constitue le résidu ou le raffinat (appelée également produit de pied ou de fond).

On doit distinguer entre la distillation simple et la distillation fractionnée (rectification) (Figure IV.1).

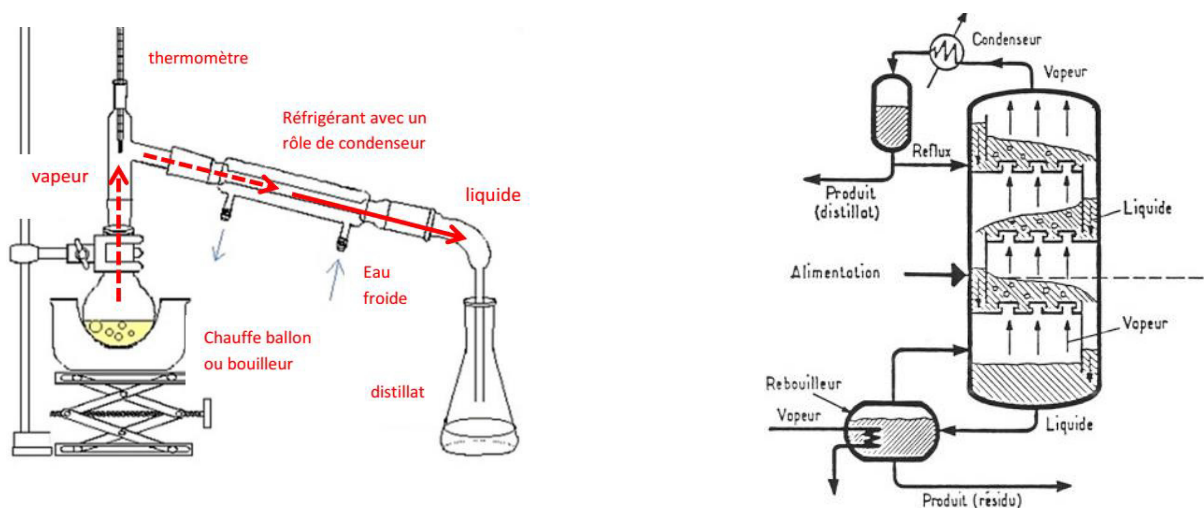


Figure IV.1 : Schéma explicatif du principe de la distillation
(a) Distillation simple ; (b) Rectification.

IV.3 Equipements utilisés en continue

Un des problèmes à résoudre lors de la conception des colonnes à distiller, une fois réalisée l'optimisation du nombre d'étages théoriques, est de mettre en place des appareils capables de créer ce contact. Deux technologies existent :

- 1) Avec des plateaux, on cherche à créer localement une retenue de liquide grâce à un barrage coupant le flux liquide et à faire barboter la vapeur montant dans la colonne. Pour ce faire, il est nécessaire de percer des trous dans le plateau de manière à laisser passer la vapeur.
- 2) Avec des garnissages, le contact entre les deux phases devient continu tout le long de la colonne. Les performances de cette technologie dépendent de sa capacité à disperser les flux liquide et vapeur afin de maximiser la surface de contact et à éviter la formation de courts-circuits préjudiciables.

Les différents types de colonnes à distiller sont :

- 1) Les colonnes à plateaux:
 - a) plateaux perforés (sieve trays)
 - b) plateaux à cloches (bubble-cap trays)
 - c) plateaux à soupapes (valve trays)

2) Les colonnes à garnissage:

- a) garnissage en vrac (random packing)
- b) garnissage systématique (structured or stacked packing)

Note : Pour ce type de colonne, il conseille de voir le chapitre II (II.4).

IV.4. Colonne à plateaux

Au sein des colonnes à plateaux, le mouvement de la phase liquide a toujours lieu du haut vers le bas (Figure IV.2). Mis à part certains dispositifs, dans leur ensemble, les plateaux peuvent être classés en deux grandes catégories : les plateaux à courants croisés avec trop plein, les plateaux à contre-courant sans trop-plein.



Figure IV.2 : Ecoulement du liquide dans une colonne à plateaux.

IV.4.1 Les plateaux à courants- croisés

Dans les colonnes à plateaux à courants croisés, la phase gazeuse ascendante traverse le liquide qui se déplace horizontalement sur le plateau. Un barrage de sortie maintient sur le plateau une

Couche de liquide, qui s'écoule par gravité d'un plateau à l'autre, par une conduite (trop plein, Figure IV.3).

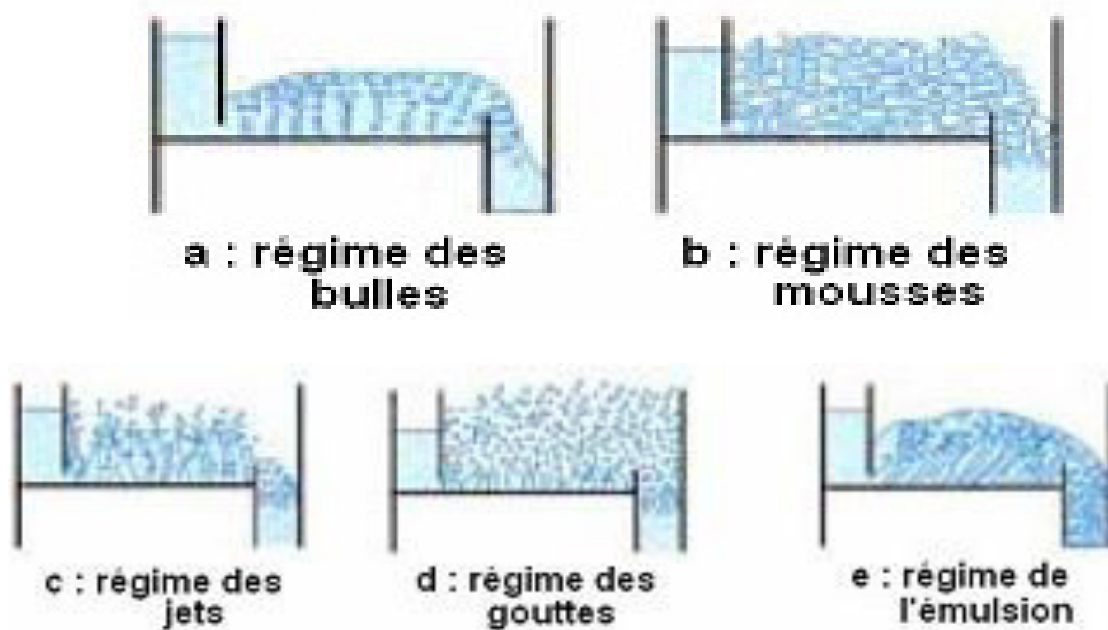


Figure IV.3: Régimes d'écoulement sur un plateau

a) **Différents types de plateaux à courants croisés.**

La différence de ce type de colonne est caractérisée par la forme des fentes (Figure IV.4). Le gaz arrive par le bas, passe par la cheminée, puis change de direction et sort par la fente. Le niveau du liquide est compris entre la sortie de la fente et le sommet de la cheminée

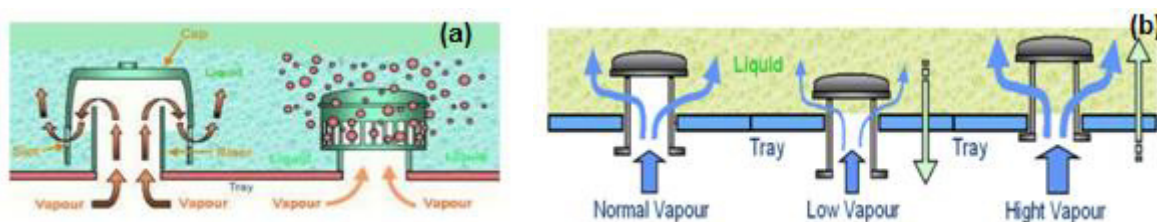


Figure IV.4 : Plateaux à courants croisés

(a) plateaux à calottes (à cloches) ; (b) plateau à clapets

IV.4.2 Les plateaux à contre-courant : Les plateaux à contre-courant sont caractérisés par l'absence de trop-plein.

IV.5 Distillation d'un mélange binaire

Toute approche d'une opération de distillation repose sur la connaissance des équilibres liquide-vapeur. Considérons un système composé de deux entités notées A et B.

IV.5.1 Équilibre liquide vapeur

IV.5.1.1 Définition et Notation

a) Fractions molaires

On définit un mélange binaire comme un mélange composé de deux entités en phase liquide ou en phase gazeuse.

Notons :

- x_A et x_B les fractions molaires du corps A et du corps B dans la phase liquide ;
- y_A et y_B : celles dans la phase vapeur.

b) Température d'ébullition : T_{eb}

On appelle point d'ébullition d'un liquide, pour une pression donnée, la température à laquelle il passe de l'état liquide à l'état gazeux (vapeur), s'il reçoit de la chaleur. Le point de condensation désigne le processus inverse, se produisant à la même température, où la vapeur se condense en fournissant de la chaleur.

c) Pression de vapeur saturante : P°

Pression de vapeur saturante est la pression à laquelle la phase gazeuse (vapeur) d'une substance est en équilibre avec sa phase liquide à une température donnée dans un système fermé.

d) Volatilité absolue et volatilité relative :

Pour tout composé, i , d'un mélange, l'Équilibre Liquide-Vapeur est caractérisé par la volatilité absolue α_i qui se définit comme le rapport de la fraction molaire du composé i dans la phase vapeur (y_i) sur la fraction molaire du même composé i dans la phase liquide (x_i):

$$\alpha_i = \frac{y_i}{x_i} \quad (IV.1)$$

La détermination des valeurs des α_i , peut se faire soit expérimentalement soit analytiquement en utilisant les modèles thermodynamiques appropriés.

Pour deux composés i et j, on définit la volatilité relative α_{ij} par le rapport :

$$\alpha_{ij} = \frac{\alpha_i}{\alpha_j} \quad (IV.2)$$

Remarque 1 :

La séparation entre les liquides i et j est d'autant plus difficile que α_{ij} est voisin de 1.

Remarque 2 :

Si le liquide (i) est plus volatil que le liquide (j) alors :

- $T_{eb}(i) < T_{eb}(j)$;
- $P_i^\circ > P_j^\circ$;
- $\alpha_i > \alpha_j$.

e) Loi de Dalton :

Elle exprime que la pression partielle en i dans la phase vapeur est égale au produit du titre molaire en phase vapeur et de la pression totale, soit :

$$P_i = y_i P \quad (IV.3)$$

f) Loi de Raoult :

Elle exprime, pour un mélange idéal, que la pression de vapeur en A émise par le mélange est égale au produit du titre molaire en phase liquide et de la pression de vapeur saturante de i à T :

$$P_i = x_i P_i^\circ \quad (IV.4)$$

- P_i : pression partielle de i ;
- P_i° : pression de e vapeur saturante de i.

IV.1.2 Représentation graphique de l'équilibre liq/vap

Considérons un mélange binaire, c'est-à-dire formé de deux constituants, qui peuvent tous les deux se partager entre les phases liquide ou vapeur. L'équilibre liquide-vapeur d'un mélange binaire peut être représenté par trois diagrammes : diagramme isotherme, diagramme isobare et diagramme d'équilibre (Figure IV.5).

a) **Diagramme isotherme :**

- Equation de la courbe d'ébullition : $P=f(x_A)$

$$P = P_A + P_B = P_A^\circ + P_B^\circ = (P_A^\circ - P_B^\circ) \cdot x_A + P_B^\circ \quad (IV.5)$$

La relation $P=f(x)$ est une droite.

- Equation de la courbe de rosée : $P=f(y_A)$

$$P_i = P_i^\circ \cdot x_i = P \cdot y_i \text{ donc } x_i = \frac{y_i \cdot P}{P_i^\circ} \text{ on a aussi : } x_A + x_B = 1$$

Ainsi, on obtient l'équation de la courbe de rosée :

$$P = \frac{P_A^\circ \cdot P_B^\circ}{[y_A(P_A^\circ - P_B^\circ) + P_A^\circ]} \quad (IV.6)$$

La variation de la pression avec y est de forme arc d'hyperbolique.

b) Diagramme isobare

Le diagramme isobare peut nous fournir plusieurs informations. Alors, pour un mélange binaire A+B donné et à une pression donnée :

- L'isobare d'ébullition donne la température d'ébullition d'une solution de titre molaire x ,
- L'isobare de rosée donne la température de condensation d'une vapeur de titre molaire y ,
- Une solution de titre molaire x émet, à l'ébullition, une vapeur de titre molaire y situé sur la courbe de rosée et à la même température (**droite horizontale**),
- Une solution de titre molaire x , lorsqu'elle est portée à la température du point M, est partiellement vaporisée donnant deux phases L (liquide) et V (vapeur), ayant pour compositions les abscisses des points L et V.

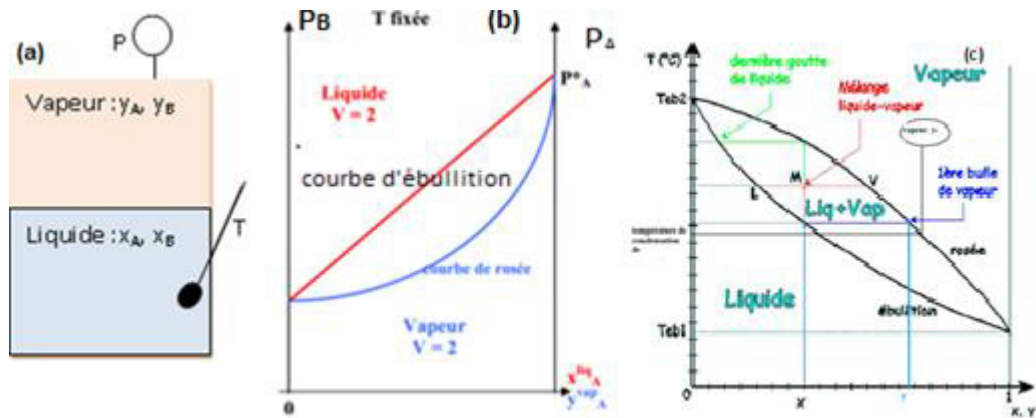


Figure IV.5: représentation graphique de l'équilibre liquide-vapeur
(a) l'équilibre liquide-vapeur ;(b) diagramme isotherme ; (c) diagramme isobare.

c) Utilisation du diagramme

Le diagramme binaire nous permet de déterminer la température d'ébullition (ou de condensation) d'un mélange homogène, la composition des premières bulles (ou premières gouttes), laquelle des deux espèces est la plus volatile, la nature du distillat et du résidu.

c.1) Cas d'une distillation simple

Exemple : on a un mélange binaire liquide idéal de A et B tel que : $x_B=0,75$, $x_A=0,25$ porté à la température d'ébullition T_{eb} (mélange). La première bulle à la composition $y_B=0,35$ et $y_A=0,65$. (Figure IV.6).

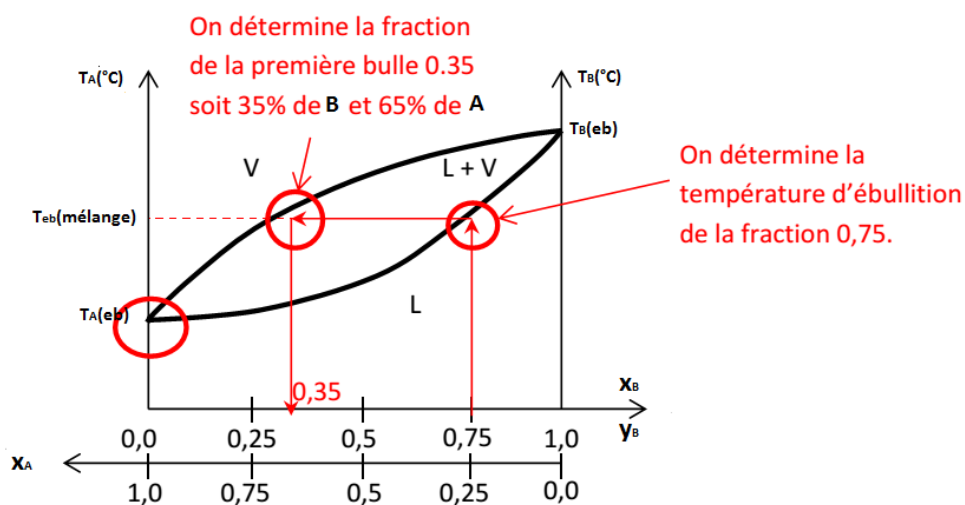


Figure IV.6 : Détermination de la composition des phases en Équilibre pour une distillation simple

c.2) Cas d'une distillation fractionnée (Figure IV.7)

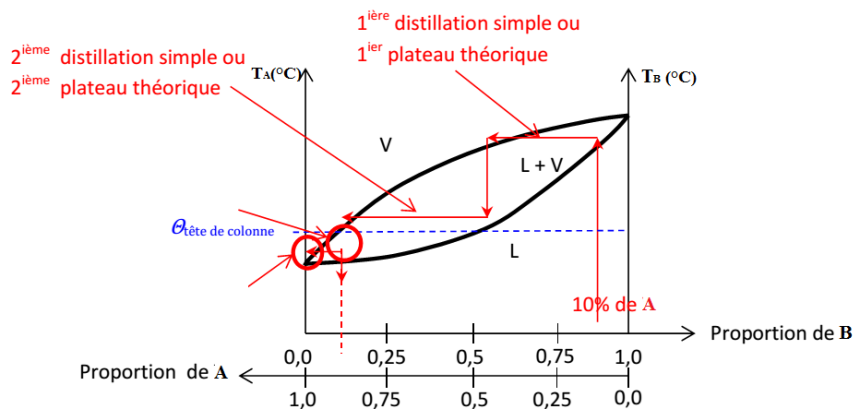


Figure IV.7 : Détermination de la composition des phases en équilibre pour une distillation fractionnée

c.3) Cas d'un azéotrope

Un azéotrope est un liquide dont la composition de la phase liquide (x) est identique à celle de la phase vapeur (y), ce qui se traduit par un point d'ébullition fixe sous une pression donnée (comme avec un corps pur) ce qui ne permet pas sa séparation par distillation ordinaire (Figure IV.8).

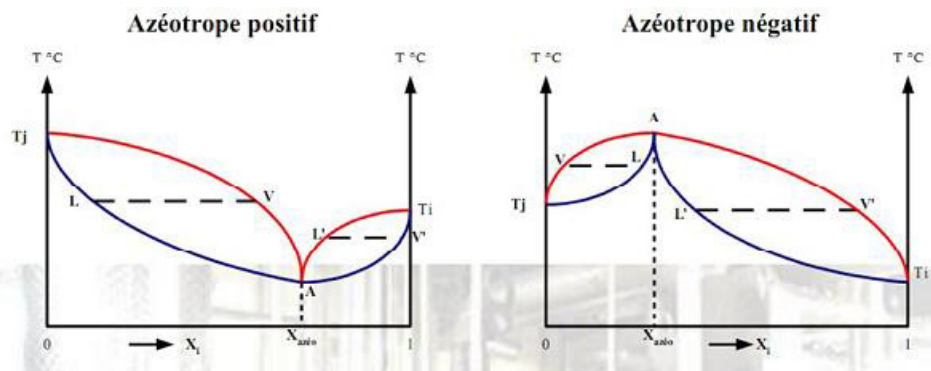


Figure IV.8 : Courbe d'ébullition et de rosée d'un mélange homoazéotrope

d) Diagramme d'équilibre $y=f(x)$

La courbe d'équilibre peut s'obtenir soit :

- A partir de la relation entre y, x et α ; pour un mélange idéal :

$$y_i = \frac{\alpha x_i}{[1 + (\alpha - 1)x_i]} \quad (IV.7)$$

- **A partir des isobares d'ébullition et de rosée**

Pour tracer la courbe d'équilibre liquide-vapeur à partir des isobares d'ébullition et de rosée, il suffit de tracer un nombre suffisant de points M à partir de couples (L, V). Pour cela :

- 1) Reporter sur une verticale la valeur de x (point L) sur l'axe ox de la courbe d'équilibre liquide-vapeur, ce qui donne l'abscisse du point M (x)

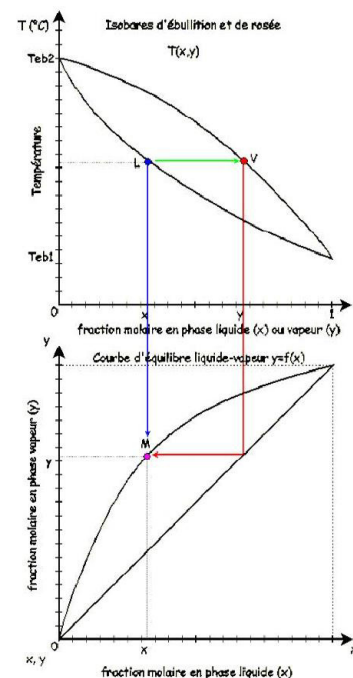


Figure IV.9 : La courbe d'équilibre à partir d'un isobare

- 2) Reporter la valeur de y (point V) par une verticale jusqu'à la bissectrice puis par une horizontale jusqu'à l'axe oy de la courbe d'équilibre liquide-vapeur, ce qui donne l'ordonnée du point M (y)
- 3) Recommencer pour une dizaine de points pour obtenir $y=f(x)$.

La même chose peut être obtenue que précédemment avec les deux graphes côte à côte au lieu d'être l'un au-dessus de l'autre.

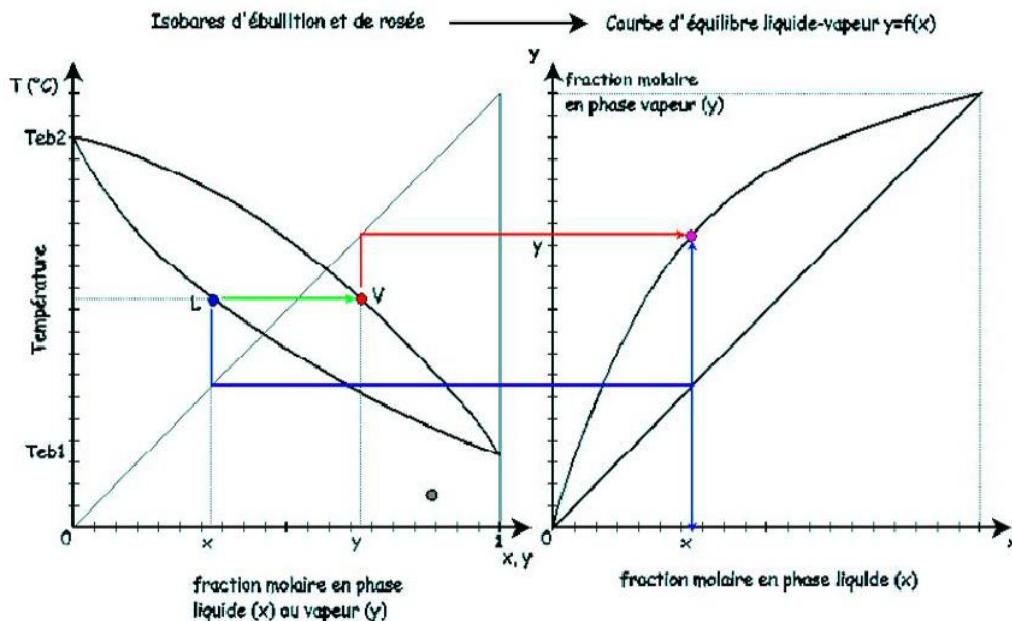


Figure IV.10 : La courbe d'équilibre à partir d'un isobare

Remarque : Les courbes d'équilibres liquide-vapeur, bien que contenant moins d'information que les isobares, sont très largement utilisées notamment pour les constructions de McCabe et Thiele.

IV.5.2 Bilans sur une colonne à distiller

Les bilans sont effectués sur l'ensemble de la colonne représentée par la figure IV.11

On écrit donc les bilans sur une colonne à distiller fonctionnant en continu comme suit :

❖ bilan matière global $A = B + D$ (IV.8)

❖ bilan en composé le plus volatil $Az_A = Bx_B + Dx_D$ (IV.9)

❖ Bilan de chaleur $Ah_A + \varphi_R = Bh_B + Dh_D + \varphi_C$ (IV.10)

Remarque : Les bilans peuvent indifféremment être établis en grandeur massique ou en grandeur molaire.

Où :

- A , B et D sont respectivement les débits totaux à l'alimentation, au résidu et au distillat ;
- z_A , x_B et x_D , et sont respectivement les titres en composé le plus volatil à l'alimentation, au résidu et au distillat ;
- h_A , h_B et h_D , sont respectivement les enthalpies à l'alimentation, au résidu et au distillat ;
 φ_R et φ_C sont respectivement les flux de chaleur à fournir au rebouilleur et à évacuer au condenseur.

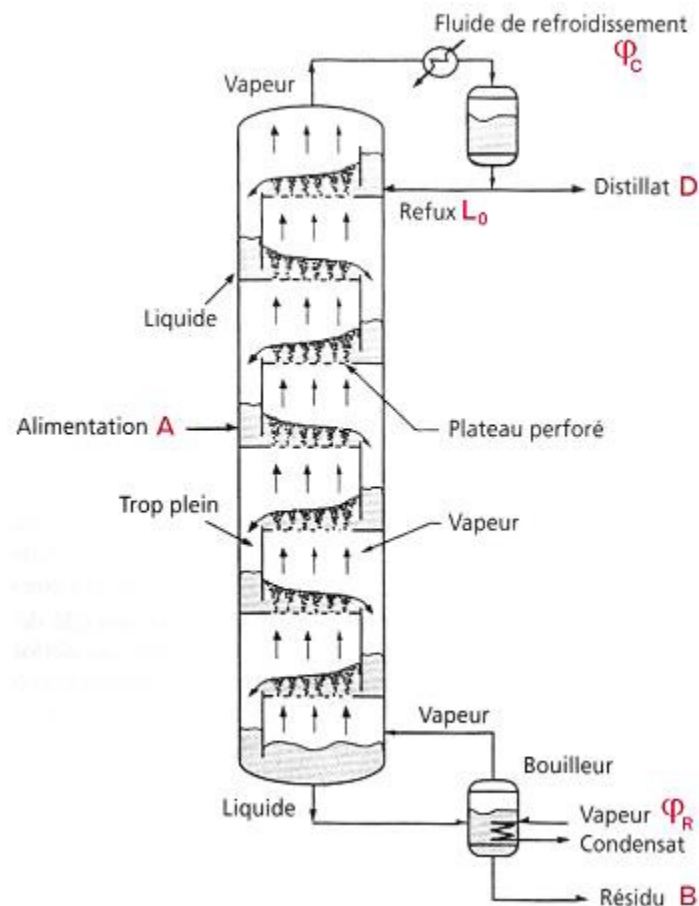


Figure IV.11 : Colonne à plateaux

IV.6 Méthode de Mc CABE et THIELE pour la détermination du nombre d'étages théorique

On se propose d'étudier la mise en régime stationnaire d'une colonne à plateau, fonctionnant en régime continu, et séparant un mélange binaire.

IV.6.1 Terminologie :



Figure IV.12 : Représentation des flux

A : Alimentation

D : distillat

B : résidu

x_A , x_D et x_B : représentent respectivement les titres massiques en constituant volatil dans l'alimentation, le distillat et le résidu.

IV.6.2 Mécanisme de la rectification

Dans une colonne à distiller (voir figure IV.13) :

- Une vapeur ascendante est mise en contact avec un liquide descendant.
 - La colonne est munie de plateaux (ou de garnissages) favorisant le transfert simultané de matière et de chaleur entre ces deux phases. La fonction de chaque plateau de la colonne est d'amener à l'équilibre les courants liquide et vapeur qui en sortent (dans la pratique, on arrive rarement à obtenir un tel équilibre mais on s'en approche).
- Une colonne à distiller permet ainsi l'obtention d'une succession d'états d'équilibre liquide-vapeur. En tête de colonne, la vapeur sera plus riche en produits les plus volatils alors qu'en pied, le liquide sera plus riche en produits les moins volatils. Le contre-courant gaz-liquide est obtenu grâce à l'utilisation d'un rebouilleur en pied de colonne et d'un condenseur en tête.

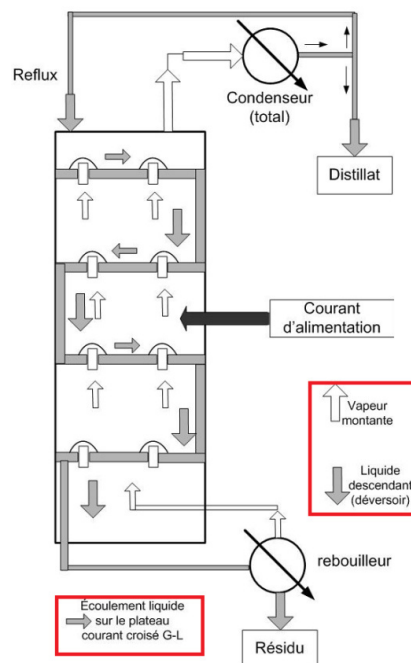


Figure IV.13 : Colonne à distiller à contre-courant

Remarque :

Travaillant entre une source chaude (rebouilleur) et une source froide (condenseur de tête), la distillation met en contact à contrecourant le liquide et la vapeur, de façon discontinue dans le cas des colonnes à plateaux, ou continue pour les colonnes à garnissage : les constituants plus volatils s'accumulent dans la vapeur et sont éliminés au sommet de la colonne alors que les plus lourds passent en phase liquide et sont soutirés en bas de colonne.

IV.6.4 Principe de la méthode de McCabe et Thiele

Les constructions de McCabe et Thiele sont établies à partir des équations de bilan matière sur chaque plateau ou tronçon d'une colonne de rectification. Elles permettent de déterminer, pour une séparation donnée (x_A , x_B et x_D):

- le nombre minimum d'étages théoriques (NET min à reflux total)
- le taux de reflux minimum (R_{min} à nombre de plateaux infini)
- le nombre d'étages théoriques NET requis pour un taux de reflux R .

a) Hypothèses simplificatrices :

Les hypothèses simplificatrices de Lewis vont permettre de simplifier les expressions des équations des lignes opératoires. Ces hypothèses, sont les suivantes :

- 1) la colonne est adiabatique,

- 2) les chaleurs de mélange des deux composés du binaire sont négligeables,
 3) les chaleurs molaires de vaporisation de deux composés sont égales.

IV.6.2 Taux de reflux

On définit le taux de reflux pour une colonne à distiller fonctionnant en continu, comme le rapport entre le débit liquide renvoyé vers la colonne après le condenseur L_0 et le débit de distillat produit D :

$$R = \frac{L_0}{D} \quad (IV. 11)$$

Le taux de reflux R est en général choisi tel que : **$1,2 R_{\min} < R < 2 R_{\min}$** .

Il représente un compromis entre nombre de plateaux (coût d'investissement) et le taux de reflux (coût énergétique associé, c-à-d coût de fonctionnement).

a) Reflux total et NET minimum

Le nombre minimum de plateaux s'obtient dans le cas le plus favorable à la séparation : on fonctionne à **reflux total**. On ferme les courants F , B , D et toute la vapeur en tête est retournée dans la colonne. Cela, nous permettra de connaître le NET min.

Le traçage des paliers est limité par la courbe d'équilibre, la bissectrice, la verticale (x_D) et la verticale (x_B) (Figure IV.14).

Dans l'exemple, représenté par la figure, Nombre minimum de plateaux : **NETmin = 3**

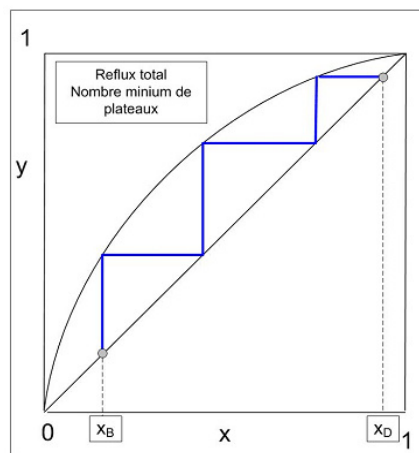


Figure IV. 14 : Le nombre minimum de plateaux

b) Reflux minimum et NET infini

Le reflux minimum à utiliser pour faire une séparation correspond au cas où l'on disposerait d'une colonne idéale munie d'un nombre infini de plateaux. Graphiquement, un nombre de plateau infini s'observe lorsque le point intersection des droites opératoires et d'alimentation devient un point de la courbe d'équilibre. Ceci peut s'observer comme illustré ci-dessous : la droite opératoire de la zone de rectification peut alors soit couper soit être tangente à la courbe d'équilibre.

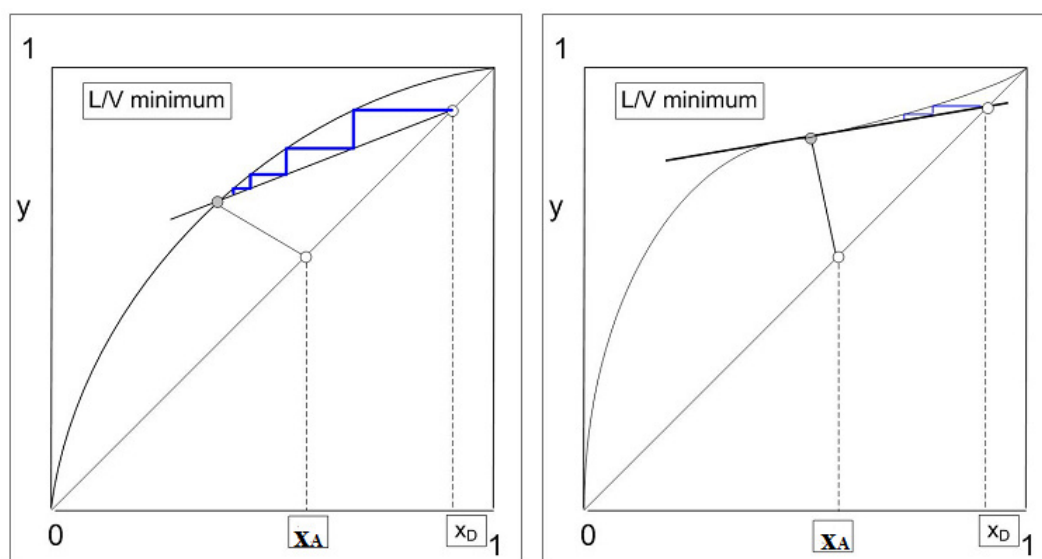


Figure IV. 15 : Détermination du Reflux minimum

IV.6.3 NET par la méthode de Mc Cabe et Thiele

La méthode de Mc Cabe et Thiele consiste à déterminer les droites opératoires de trois zones (Figure IV. 16) :

- Alimentation,
- Rectification (enrichissement)
- Épuisement.

Le bilan de matière va être réalisé sur chaque zone :

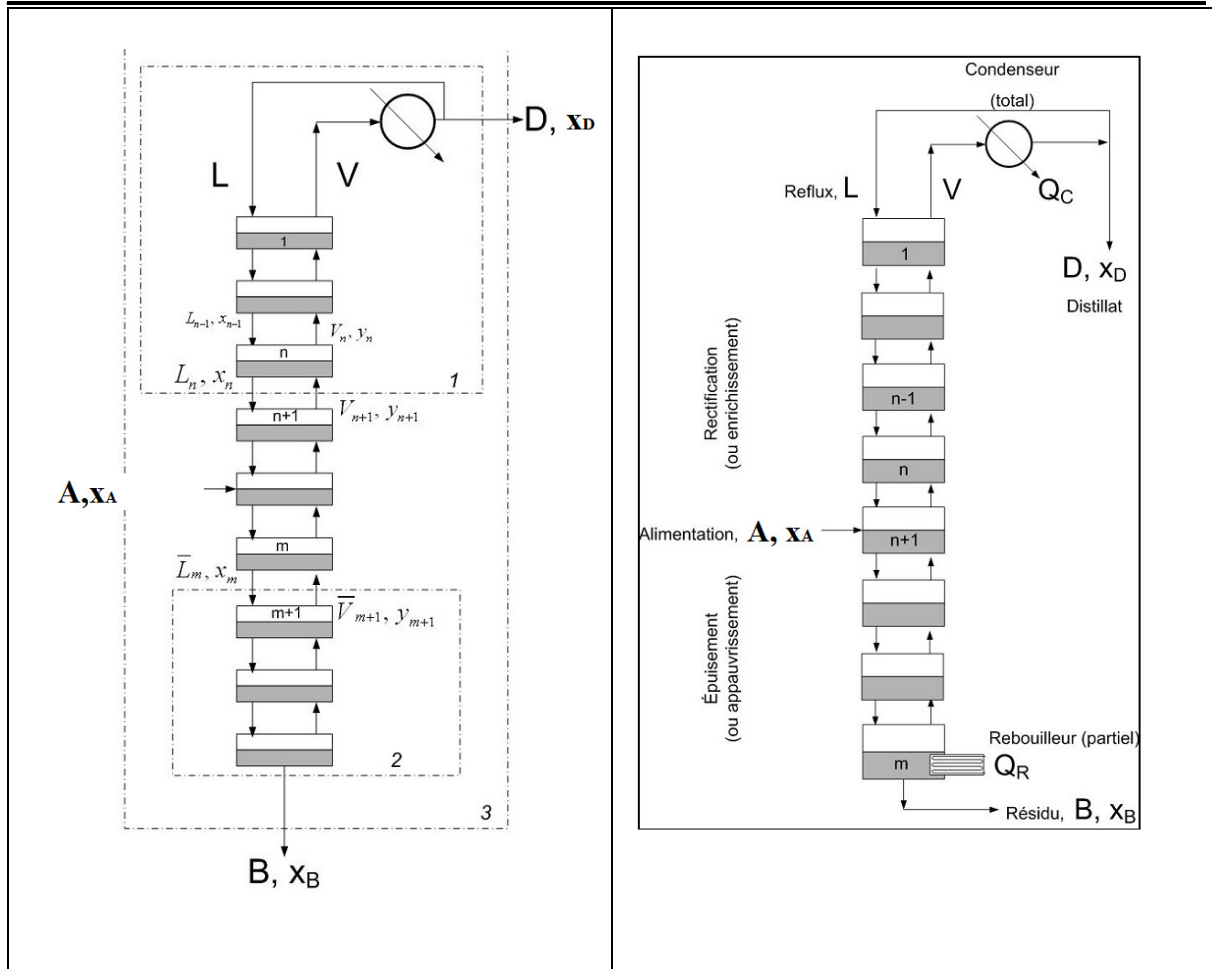


Figure IV. 16 : Représentation de différent partie de la colonne

➤ **Bilan dans la zone d'alimentation**

Bilan sur l'unité :

$$A = D + B \quad (IV.12)$$

$$A \cdot x_A = D x_D + B x_B \quad (IV.13)$$

➤ **Bilan dans la zone de rectification**

$$V_{n+1} = L_n + D \quad (IV.14)$$

$$y_{n+1} V_{n+1} = x_n L_n + x_D D \quad (IV.15)$$

$$y_{n+1} = x_n \frac{L_n}{V_{n+1}} + x_D \frac{D}{V_{n+1}} \quad (IV.16)$$

Cette équation définit la ligne opératoire de la zone de rectification.

➤ **Bilan dans la zone d'épuisement**

$$\bar{L}_m = \bar{V}_{m+1} + B \quad (IV.17)$$

$$\bar{x}_m \bar{L}_m = y_{m+1} \bar{V}_{m+1} + x_B B \quad (IV.18)$$

$$y_{m+1} = x_m \frac{\bar{L}_m}{\bar{V}_{m+1}} + x_B \frac{B}{\bar{V}_{m+1}} \quad (IV.19)$$

On obtient ainsi l'équation de la ligne opératoire de la zone d'épuisement.

Comme les chaleurs de mélange sont négligeables et que les chaleurs de vaporisation sont égales, la condensation d'une mole de vapeur conduit à la vaporisation d'une mole du liquide. Alors :

$$L_n = L_{n+1} = \text{constante} = L \quad V_n = V_{n+1} = \text{constante} = V$$

$$\bar{L}_m = \bar{L}_{m+1} = \text{constante} = L \quad \bar{V}_m = \bar{V}_{m+1} = \text{constante} = \bar{L}_m = \bar{V}$$

Dans ces conditions, les lignes opératoires sont alors simplement des droites opératoires dont les équations sont les suivantes :

➤ Rectification : $y_{n+1} = \left(\frac{L}{V}\right)x_n + \left(\frac{D}{V}x_D\right) \quad (IV.20)$

En faisant intervenir le taux de reflux $R=L/D$, on aboutit à :

$$y = \frac{R}{R+1}x + \frac{x_D}{R+1} \quad (IV.21)$$

- C'est l'équation de la droite opératoire d'enrichissement :

De coefficient directeur (pente) $pente = \frac{R}{R+1}$

- Ordonnée à l'origine $= \frac{x_D}{R+1}$

➤ Epuisement : $y_{m+1} = \left(\frac{\bar{L}}{\bar{V}}\right)x_m + \left(\frac{B}{\bar{V}}x_B\right) \quad (IV.22)$

Pour un taux de reflux fixé R en rectification continue, avec alimentation en liquide bouillant (z_A), un distillat (x_D) et un résidu (x_B), le nombre d'étages théoriques permettant cette séparation est donné par la construction de McCabe et Thiele s'appuyant sur la courbe d'équilibre et les droites opératoires suivantes :

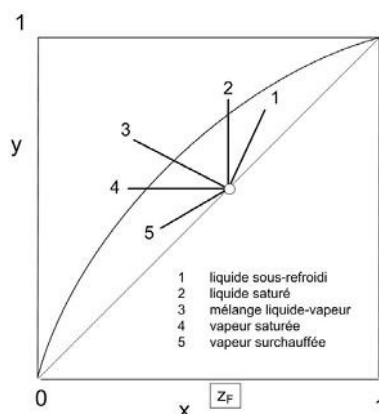


Figure IV. 18 : Droite opératoire d'alimentation

IV.7 Étages réels et efficacités

Le nombre de plateaux réel ou la hauteur de garnissage d'une colonne est en relation avec le NET (Nombre d'Etages Théoriques) déterminé par les constructions de McCabe et Thiele via l'efficacité ou la HEPT.

Par définition :

- **Efficacité des plateaux = NET / Nombre de plateaux réels**
- **HEPT = Hauteur de garnissage / NET**

Avec :

HEPT= Hauteur de garnissage Equivalente à un Plateau Théorique (en mètres)
efficacité des plateaux (efficacité des plateaux calculée par ailleurs ou fournie par le constructeur des plateaux)

Si on dimensionne une installation :

- **Nombre de plateaux réels à installer = NET / efficacité des plateaux**
- **Hauteur de garnissage à installer = NET * HEPT**

IV.8 Hydrodynamique des colonnes à plateau

L'écoulement du liquide est globalement en contre-courant avec le gaz introduit à la base de la colonne. Le passage du gaz se fait de plateau en plateau par des orifices dont la taille et la forme sont très variées. De côté, le liquide descend le plus souvent d'un plateau au suivant par des conduites à déversoirs situées le long de la paroi de la colonne ou, parfois, dans l'axe des colonnes de très grand diamètre.

IV.8.1 Vitesse maximale

La conception détaillée de ce type de matériel dépasse le cadre de ce manuscrit. Quelques caractéristiques importantes sont pourtant simples à calculer, en particulier :

1. Vitesse maximale du gaz

$$V_{SG \max} = K * \sqrt{\frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_G}} \quad (m/s) \quad (IV.23)$$

$$\text{Avec :} \quad K = -0,052 + 0,33T - 0,28T^2 \quad (IV.24)$$

T : étant la distance entre plateaux en m (entre 0, 3 et 0,9).

IV.8.2 Engorgement

Le choix de la section de la colonne et la conception des descentes doivent être tels que la hauteur hydrostatique du liquide dans les descentes équilibre les pertes de charge de la phase gazeuses.

IV.8.3 Transfert de masse

En ce qui concerne l'aire interfaciale rapportée au volume de liquide présent sur le plateau, elle est de l'ordre de 100 à 500 m²/m³. Compte tenu de la complexité de l'écoulement, de nombreux critères sont à respecter lors de la conception de ces appareils.

Pour les plateaux à calottes :

 Coefficient de transfert

$$k_G = 3.64 V_{SG}^{0.25} Z_C^{0.5} D_G^{0.5} \quad (m/s) \quad (IV.25)$$

$$k_L = 4.11 V_{SG}^{0.25} Z_C^{-0.5} D_L^{0.5} (m/s) \quad (IV.26)$$

Z_C étant la hauteur de liquide sur le plateau estimé par :

$$Z_C = 4.04 \cdot 10^{-2} + 0.29 W - 1.35 \cdot 10^{-2} F + 2.46 L' \quad (m) \quad (IV.27)$$

Avec :

W : hauteur du déversoir (m).

F : facteur = $V_{SG} \rho_G^{0.5} (k_g^{0.5} m^{-0.5} s^{-1})$.

L' : débit spécifique du liquide $\left(\frac{\text{debit volumique } m^3/s}{\text{largeur de deversoir}(m)} \right)$.

 Aire interfaciale

$$A = 240 V_{SG}^{0.5} Z_C^{-0.17} (m^{-1}) \quad (IV.28)$$

A étant l'aire interfaciale rapportée au volume expansé de liquide retenu sur les plateaux (m^2/m^3).

$$\diamond A = 2.45(f/f_{max})^{0.28}[(\rho_L - \rho_G)g/\sigma]^{0.5} \quad (IV.29)$$

$$si \quad f/f_{max} \leq 0.1 \text{ (regime bouillonnant)}$$

$$\diamond A = 1.6(f/f_{max})^{0.28}[(\rho_L - \rho_G)g/\sigma]^{0.5} \quad (IV.30)$$

$$si \quad 0.1 < f/f_{max} \leq 0.65 \text{ (transition)}$$

$$\diamond A = 2[1 - (f/f_{max})^{0.28}]f^2\Phi^2\sigma \quad (IV.31)$$

$$Si \quad f/f_{max} \geq 0.65 \text{ (regime brouillard)}$$

$$\text{Avec } f = U_G \sqrt{\rho_G} \quad f_{max} = 2.5\Phi^2\sigma[(\rho_L - \rho_G)g]^{1.4} \quad (IV.32)$$

Ou : U_G vitesse du gaz rapportée à la surface de bullage du plateau (m/s),

Φ fraction ouverte du plateau (-).

Plateaux perforés :

IV.9 Conclusion

La distillation ou rectification est une opération très utilisée dans différents secteurs industriels. Elle offre plusieurs possibilités pratiques suivant l'état thermique de la charge, sa composition, ... C'est pourquoi, l'étude de cette opération unitaire nécessite plusieurs chapitres.

Nomenclature particulière au chapitre IV.

Symboles	Définitions	Unité
$\mathcal{A}$	Aire interfaciale rapportée à l'unité de surface de plateau	M^2/m^3
B	Débit du résidu	mol/h
D	Débit du distillat	mol/h
h_A	Enthalpies à l'alimentation	mol/h
h_B	Enthalpies à résidu	mol/h
h_D	Enthalpies à distillat	mol/h
L	Débit de liquide	mol/h
P°	Pression de vapeur saturante	Pa
T_{eb}	Température d'ébullition	K
R	Taux de reflux	mol/h
y	Fraction du soluté dans la phase vapeur	-----
x	Fraction du soluté dans la phase liquide	-----
α	Volatilité	-----
φ_C	Flux de chaleur à fournir au condenseur.	mol/h
φ_R	Flux de chaleur à fournir au rebouilleur	mol/h

Exercices**Exercice 01 :**

Un mélange liquide (benzène /toluène), contenant 45% en masse en benzène, alimente une colonne de distillation. Le débit qui sort au sommet de la colonne contient 95% en masse en benzène et 8% de la quantité de benzène contenue dans le débit d'alimentation sont récupérés en bas de colonne. Le débit d'alimentation étant de 2000 Kg/h.

1. Déterminer les débits massiques de benzène et toluène sortant en bas de colonne.

Exercice 02 :

On s'intéresse au mélange binaire A/B, dont le diagramme isobare est donné ci-dessous sous $P = 1 \text{ atm}$. On s'intéresse à un mélange liquide / vapeur dont la composition est $y_B = 0,70$.

- 1) Calculer les pressions partielles de A et de B
- 2) Donner la composition du liquide en équilibre avec cette vapeur.
- 3) Quelle est la température d'ébullition de ce mélange.
- 4) Initialement ce liquide est introduit à $88,6^\circ\text{C}$. Représenter ce mélange liquide sur la figure par le point M.

Exercice 3 :

On désire rectifier en continu dans une colonne à plateaux fonctionnant à pression atmosphérique un mélange de chlorure de méthylène (CH_2Cl_2) et de tétrachlorure de carbone (CCl_4) à 50 % poids de (CH_2Cl_2). L'alimentation est liquide à son point d'ébullition, son débit est $F=1000 \text{ kg.h}^{-1}$. On souhaite un distillat de titre massique en méthylène (CH_2Cl_2) $x_D=94 \%$ et un résidu de titre massique à 5 %.

1°) Déterminer les débits massiques de distillat et de résidu.

2°) Déterminer le nombre minimal de plateaux théoriques (séparation à reflux total).

Données :

x_A	0	0,100	0,200	0,300	0,400	0,500	0,600	0,700	0,800	0,900	1,00
y_A	0	0,220	0,460	0,620	0,715	0,785	0,842	0,880	0,920	0,9675	1,00

Masse molaire (g/mol) : C=12 ; H=1 ; Cl= 35,45

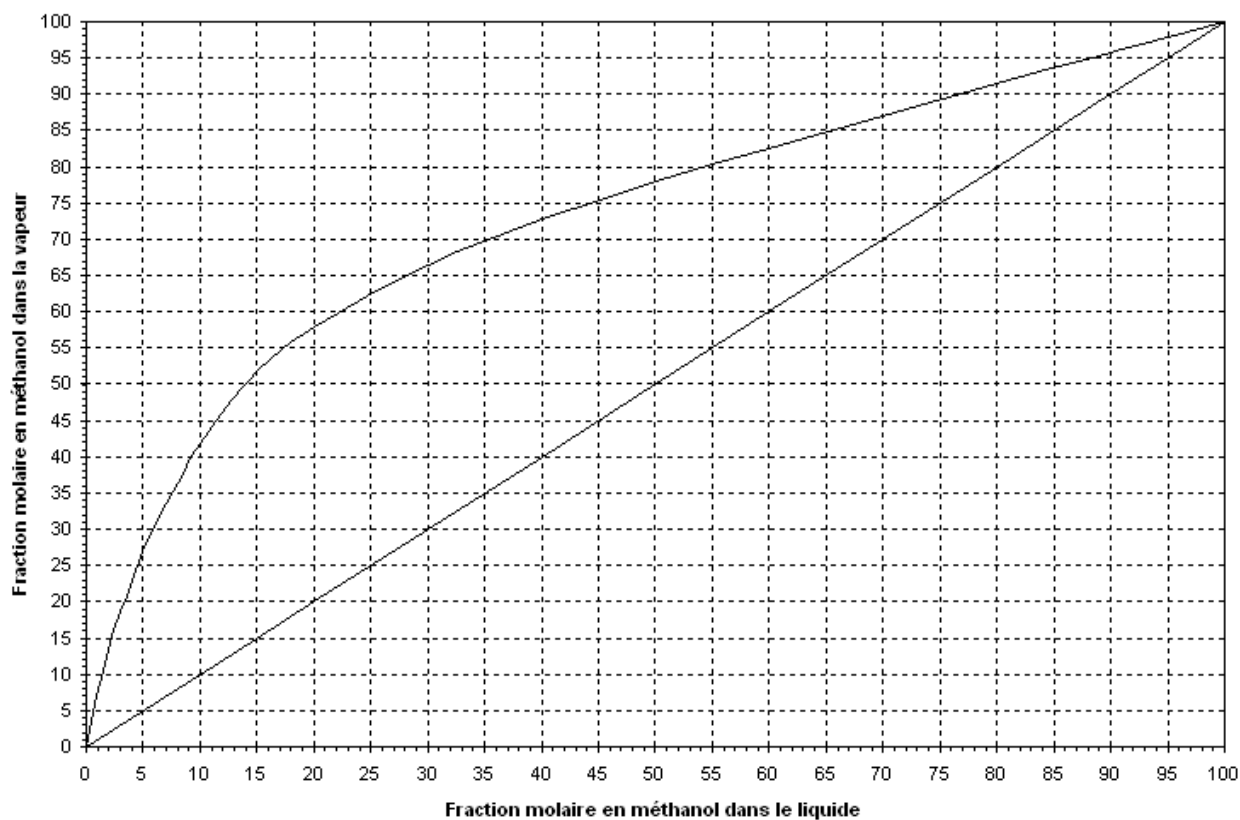
Exercice 4 :

Soit un mélange d'eau/méthanol de composition molaire 65-35% dont les données d'équilibre sont représentées par la figure suivante :

On désire séparer ce mélange en une fraction riche titrant 95% en méthanol et une fraction pauvre titrant 13 %.

1. Quel est le nombre minimal de plateaux requis pour cette séparation.
2. Sachant que l'alimentation est un liquide saturé, quel est le taux de reflux $R_{\min}$?
3. Quels sont les débits des courants récupérés en tête et en pied de colonne sachant que le débit d'alimentation est de 100 kmole/heure ?

Eau / Méthanol à 760mmHg



Bibliographies

- [1] E. Koller, *Aide-mémoire de génie chimique - 3ème édition*: Dunod, 2010.
- [2] <https://fr.scribd.com/document/244970188/ed4262>.
- [3] N. Kolev, *Packed Bed Columns: For Absorption, Desorption, Rectification and Direct Heat Transfer*: Elsevier Science, 2006.
- [4] J. D. Seader, E. J. Henley, and D. K. Roper, *Separation Process Principles, 3rd Edition*: John Wiley Incorporated, 2010.
- [5] D. Morvan, *Génie Chimique Les opérations unitaires: Procédés industriels, Cours et exercices corrigés*: Ellipses, 2009.
- [6] C. W. Oloman, *Material And Energy Balances For Engineers And Environmentalists*: World Scientific Publishing Company, 2009.
- [7] B. Lefrançois, "Chimie industrielle, Cours et problèmes résolus," no. Tec & Doc (éditions), 1995.
- [8] V. L. Frédéric ROUSSEAU, "Travaux Pratiques de Génie Chimique Opérations unitaires, Réacteurs et Simulation," no. École nationale supérieure de chimie de Paris, 2012/2013.
- [9] J. P. Duroudier, *La distillation*: ISTE editions., 2017.
- [10] J. L. Humphrey, and G. E. Keller, *Procédés de séparation: techniques, sélection, dimensionnement*: Dunod, 2001.
- [11] J. P. Wauquier, J. P. Euzen, and P. Trambouze, *Les réacteurs chimiques - Recueil d'exercices: recueil d'exercices*: Technip, 1987.
- [12] B. Lefrançois, *Chimie industrielle: Problèmes résolus*: Tec & Doc Lavoisier, 1996.
- [13] J. Lieto, *Le génie chimique à l'usage des chimistes*: Tec & Doc Lavoisier, 2004.
- [14] S. Bostyn, O. Chedeville, and H. Fauduet, *Génie chimique et des procédés - 2e année: Procédés de séparation et de réaction*: Dunod, 2019.
- [15] D. Defives, and A. Rojey, *Transfert de matière: efficacité des opérations de séparation du génie chimique*: Editions Technip, 1976.
- [16] M. Dupeux, *Aide-mémoire de Science des matériaux*: Dunod, 2004.
- [17] R. E. Eastes, and B. Bensaude-Vincent, *Philosophie de la chimie*: De Boeck supérieur, 2020.
- [18] K. A. Gavhane, *Mass Transfer-II*: Nirali Prakashan, 2008.
- [19] J. Mendham, J. Toullec, and M. Mottet, *Analyse chimique quantitative de Vogel*: De Boeck Supérieur, 2005.
- [20] A. Suryanarayana, *Mass Transfer Operations*: New Age International (P) Ltd., Publishers, 2002.
- [21] P. Trambouze, *Raffinage du pétrole (Le)*: Editions OPHRYS.
- [22] J. Vidal, *Thermodynamique*: Editions OPHRYS.
- [23] J. P. Wauquier, *Raffinage du pétrole (Le). Tome 2. Procédés de séparation*: Editions TECHNIP, 2008.
- [24] <http://www.grandjean-bpa.com/distil/dist-chap13.pdf>.
- [25] <http://www.grandjean-bpa.com/distil/DistillationExtraction-V1.pdf>.
- [26] <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02444398/document>.
- [27] https://www.editions-ellipses.fr/PDF/9782729843847_extrait.pdf.