

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

3/87

وزارة التعليم و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique

121

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

ETUDE DU FONCTIONNEMENT
D'UNE BATTERIE DE
MELANGEURS - DECANTEURS

Proposé par :

R. Belabbes

T. Djellas

Etudié par :

E. Benyoussef

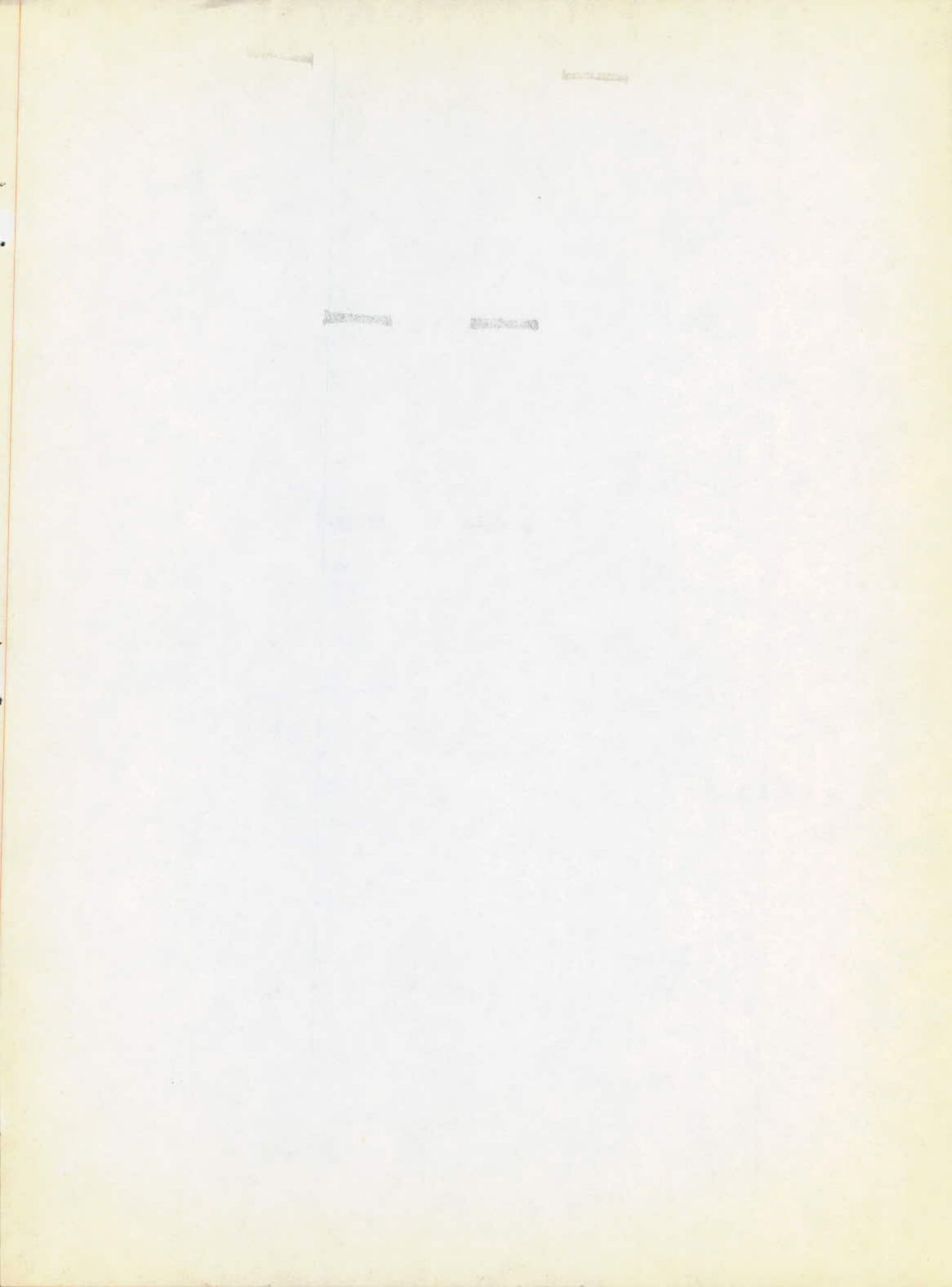
Dirigé par :

T. Djellas

M. Beniddir

R. Belabbes

PROMOTION: Janvier 1987



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

ETUDE DU FONCTIONNEMENT

D'UNE BATTERIE DE

MELANGEURS - DECANTEURS

Proposé par :

R. Belabbes

T. Djellas

Etudié par :

E. Benyoussef

Dirigé par :

T. Djellas

M. Beniddir

R. Belabbes

PROMOTION: Janvier 1987

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROMOTEUR : T. DJELLAS, R. BELABDES, M. BENIDDIR

ELEVE INGENIEUR : BENYOUSSEF EL-Hadi

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

وزارة التعليم العالي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
داشر: الهندسة الكيميائية
الموجه: جلا من بلعباس
ابن ادين

تلميذ مهندس: بن يوسف الهادي

الموضوع: دراسة كيفية عمل بطارية مكثفات من مخططات ومرسبات
الملح من عملنا هذا يمثل في إعادة خالغ سائل-سائل
من النوع "مخلطات-مرسبات" للعل، ويلبي ذلك استنتاج
كيفية عمل هذا الجهاز، وأخيرا استعمال المجموعة الثلاثية
المتراكبة من: "ثالث كلور الايثانول-الماء-الايثانول" التي عمينا
معطيات متوازنها على مستوى المرحلين

Sujet : ETUDE DU FONCTIONNEMENT D'UNE BATTERIE DE MELANGEURS DECANTEURS.
Résumé : Notre travail consiste en la remise en etat de fonctionnement d'un extracteur liquide - liquide du type "mélangeurs - décanteurs", en la déduction d'un mode opératoire et enfin en l'utilisation de cet appareil pour un système ternaire (trichloroethylène - eau ethanol) dont les données d'équilibre ont été établies au niveau laboratoire.

Subject : STUDY OF THE OPERATING OF A "MIXERS-SETTLERS" BATTERY
Abstract : Our work consists in repairing a liquid_liquid extractor type "mixer-settler" ,and deductting an an operating mode and finally using this apparatus for ternary system (trichloroethylen - water - ethanol) of which the equilibrium data were already determined in a laboratory scale

Membres du jury

Madame R DERRICHE' Chargée de cours' (presidente)

Mademoiselle W YAICI' Maitre assistante'

Monsieur R BELABBES' Professeur'

Monsieur M BENIDDIR' Maitre assistant'

Madame T DJELLAS' Chargée de cours'

-O- DEDICACES -O-

À :

Mes parents,
ma famille
mes amis,
et tous ceux qui me sont chers

Je dédie cet humble travail

El - hadi

°°° REMERCIEMENTS °°°

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Le travail a été effectué au hall de génie chimique à l'école nationale polytechnique.

Pour m'avoir prodigué leurs précieux conseils et pour m'avoir aidé et encouragé , pour la réalisation de ce travail , je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Madame DJELLAS chargée de cours à l'ENP , Monsieur BELABBES professeur à l'ENP et à Monsieur BENIDDIR maitre assistant à l'ENP .

J'adresse mes vifs remerciements à Madame DERRICHE chargée de cours à l'ENP, pour l'honneur qu'elle me fait en president ce jury .

Je tiens à remercier Mademoiselle YAÏCI pour avoir accepter de faire partie de mon jury

Je tiens à presenter mes remerciements à Monsieur LOUNIS chercheur au centre des energies nouvelles , pour l'aide qu'il m'a apporter .

Mes remerciements vont aussi à l'égard de toutes les personnes ayant apporté leurs aides efficaces et sympathiques , en particulier tous les amis , Madame CHARHARI et Monsieur LOUNES , pour l'élaboration de ce travail .

INTRODUCTION

A - PARTIE THEORIQUE

I - Etude des systemes ternaires

- 1 - Equilibre - Définition
- 2 - Systemes ternaires
- 3 - Courbe de distribution courbe de selectivité
- 4 - Influence de la temperature et de la pression
- 5 - Caractéristiques du solvant

ii - Mise en peuvre de l'extraction

- 1 - Extraction à contre courant à contact discontinu
- 2 - Extraction à contre courant à contact continu

III - Appareillag d'extraction par solvant

- 1 - Classification des extracteur
- 2 - Critère d'efficacité

IV - Mélangeurs décanteurs

- 1 - Développement des mélangeurs - décanteurs
- 2 - Conception et dimensionnement du décanteur

B - PARTIE EXPERIMENTALE

I - Equilibre des phases

- 1 - Caractéristiques des produits
- 2 - Equilibre des phases

II - Remise en route de l'appareil

- 1 - Description de l'appareil
- 2 - Remise en route

III - Determination de l'efficacité

- 1 - Choix des débits
- 2 - Extraction

CONCLUSION.

L'immiscibilité en phase liquide est un phénomène d'observation courante. Dans la pratique les hydrocarbures sont miscibles entre eux et ce n'est qu'en présence de composés polaires, que se produit le phénomène de démixion, Son importance est cependant considérable puisqu'il est mis à profit dans les techniques de séparation classiques (distillation azeotropique et extraction liquide- liquide).

Certains constituants d'un mélange peuvent être extraits de ce mélange à l'aide d'un solvant. Dans le cas où le mélange est liquide l'opération s'appelle extraction liquide-liquide.

L'extraction liquide-liquide, aussi dite extraction par solvant, est une opération unitaire très importante vu que la séparation de deux ou plusieurs composants d'un mélange est l'un des problèmes les plus courants des industries chimiques pharmaceutique et alimentaire.

L'Extraction liquide-liquide connue comme puissante technique de séparation au laboratoire à été appliquée à l'échelle industrielle vers 1930 quand elle a répondu au besoin de ma séparation des aromatiques du kerosene; depuis elle a connu plusieurs applications dans une assez large gamme d'industries.

Ceci dit notre travail consiste à rendre fonctionnel et utile l'extracteur du type mélangeur décanteur à dix étages et ce après avoir effectué quelques changements d'une part, et étudie le mélange ternaire utilisé (alcool ethylique, trichloroethylene et eau) à température ambiante d'autre part.

PARTIE THEORIQUE

ii - ETUDE DES MELANGES TERNAIRES

1 - EQUILIBRE - DEFINITIONS :

a - Equilibre liquide - liquide (1)

La pression n'exerce généralement qu'une influence négligeable sur les propriétés thermodynamiques de la phase liquide. On pourra donc étudier indépendamment les équilibres liquide-liquides, faisant abstraction des équilibres liquide - vapeur ; en se plaçant par exemple, à une pression supérieure à la pression de bulle du système, ou dans des conditions telles que la phase vapeur soit d'importance négligeable par rapport aux phases liquides.

Lorsqu'un état d'équilibre est atteint, les différentes parties du système ne sont plus le siège de modification. Mais si deux systèmes distincts sont mis en contact et ne se trouvent pas dans des conditions d'équilibre, il s'établit des forces tendant à faire évoluer le système global obtenu vers un état d'équilibre.

L'étude des équilibres conduit à caractériser certaines notions, telles que celles de coefficient de partage et de variance.

b - Variance :

La variance est le nombre de paramètres intensifs (température, pression, concentration des constituants dans chaque phase) qui peuvent subir des variations indépendantes au cours du déplacement de l'équilibre d'un système.

La règle des phases constitue une relation entre la variance le nombre de phases et le nombre de constituants indépendants.

$$V = N + 2 - \emptyset$$

V : VARIANCE DE SYSTEME

N : Nombre de constituants independants

\emptyset : Nombre de phases.

c - Coefficient de partage :

Dans le cas de l'extraction, le soluté est réparti entre les deux phases, pour rendre compte de la façon dont se répartit ce soluté, on définit la notion de coefficient de partage.

Le coefficient de partage est obtenu en divisant une grandeur caractéristique de la teneur d'une phase en un constituant par la teneur de l'autre phase en ce meme constituant, exprimée au moyen de la meme grandeur.

Dans l'extraction liquide-liquide le coefficient de partage est le titre, (massique ou molaire) à l'équilibre du soluté dans l'extrait rapporté au titre du soluté dans le raffinat.

2 - SYSTEMES TERNAIRES

Puisqu'au départ on ne dispose que de la charge à traiter, il faut créer une seconde phase nécessaire au transfert de matière, en additionnant au mélange à séparer une autre substance liquide, le soluté. Après contact parfait du solvant(s) et de la charge (f) constituée par le soluté (A) et le diluant (B), on obtient deux phases liquides en équilibre :

- une phase riche en solvant dite extrait (E),
- Une phase pauvre en solvant dite raffinat (R),

On appelle soluté (A) le constituant de la charge le plus soluble dans le solvant (S).

Représentons par X_i et Y_i les concentrations respectives dans l'extrait (E) et dans le raffinat (R) relatives au constituant (i) du mélange ternaire ainsi obtenu.

Ainsi, nous appellerons dans l'extrait (E) par :

- X_A : le titre massique du soluté
- X_B : le titre massique du diluant,
- X_S : le titre massique du solvant

Et dans le raffinat (R) par :

- Y_A : le titre massique du soluté
- Y_B : le titre massique du diluant
- Y_S : le titre massique du solvant

avec les relations suivantes

$X_A + X_B + X_S = 1$
$Y_A + Y_B + Y_S = 1$

a - Représentation de mélanges ternaires
(coordonnées triangulaires)

Pour l'étude des mélanges ternaires, il faut trouver une représentation graphique qui traduit les équilibres, pour cela nous utiliserons les données triangulaires.

Chaque mélange peut être représenté sur un triangle appelé triangle de GIBBS

La représentation que nous utiliserons repose sur la propriété des triangles équilatéraux.

Si à partir d'un point M situé à l'intérieur du triangle, on trace les parallèles aux côtés comme le montre la figure 1, on démontre que :

$$L = Sa + Ab + Bs = AB = SA = BS$$

L : longueur du côté
et si la longueur est prise égale à l'unité alors :

$$Sa + Ab + Bs = 1$$

avec $Za = Sa$; $Zb = Ab$; $Zs = Bs$

chaque sommet du triangle représente un constituant pur et chaque côté du triangle représente un mélange binaire ; un mélange ternaire est représenté par un point M situé à l'intérieur du triangle

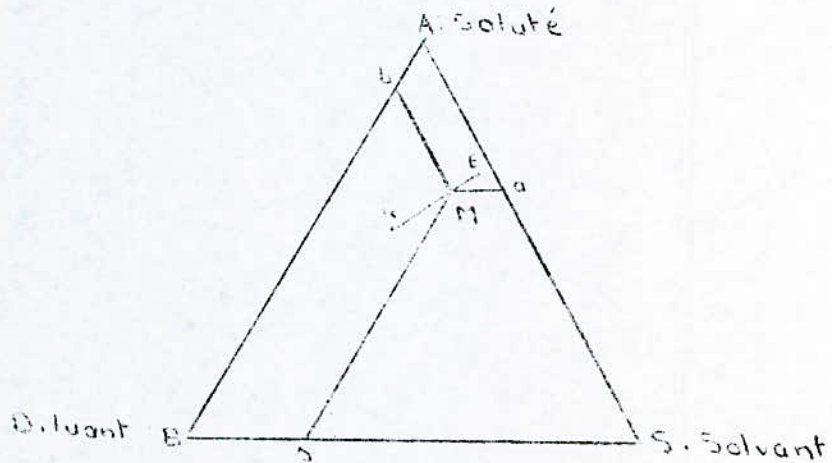


Fig 1 : Représentation des mélanges ternaires.

Comme on vient de le montrer on représente dans ce qui suit un mélange ternaire à l'aide d'un triangle équilatéral dans lequel la somme des parallèles aux côtés est égale à la longueur L d'un côté du triangle.

Cette longueur est prise égale à l'unité.

La parallèle à partir d'un point M quelconque situé à l'intérieur du triangle au côté BS représente le pourcentage du soluté (A) dans le mélange (M), au côté BA le pourcentage du solvant (S), et au côté AS, le pourcentage de B.

On représente le raffinat par un point R(YA, YB, YS) et l'extrait par un point E (XA, XB, xs)

soit m_R la masse du raffinat
 m_E la masse de l'extrait,
et $m = m_R + m_E$.

Quelle sera la composition du mélange ?

Soit m le point représentant le mélange, ses coordonnées seront ZA, ZB et ZS soit m (ZA, ZB, ZS) .

FAISONS UN BILAN DE MATIERE.

$$\begin{aligned} m_R Y_A + m_E X_A &= (m_R + m_E) Z_A \\ m_R Y_B + m_E X_B &= (m_R + m_E) Z_B \\ m_R Y_S + m_E X_S &= (m_R + m_E) Z_S \end{aligned}$$

:

$$\begin{aligned} m_R (Y_A - Z_A) + m_E (X_A - Z_A) &= 0 \\ m_R (Y_B - Z_B) + m_E (X_B - Z_B) &= 0 \\ m_R (Y_S - Z_S) + m_E (X_S - Z_S) &= 0 \end{aligned}$$

b - Isotherme de miscibilité

A l'équilibre les phases constituées par le raffinat et l'extrait sont bien distinctes. On est dans le cas d'un système ternaire où deux constituants sont partiellement miscibles.

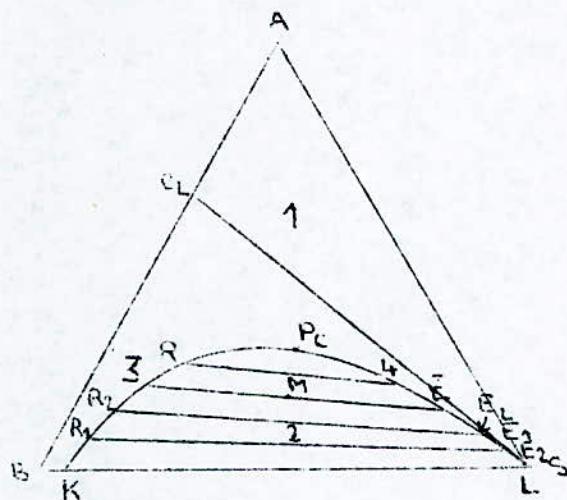


FIG 2 : ISOTHERME A
UNE BRANCHE.

Le soluté (A) est dissout complètement dans (B) et (S) qui représentent le diluant et le solvant respectivement. Mais (B) et (S) ne sont miscibles que dans un domaine limité par les points K et L.

Au point K nous avons une solution saturée en diluant et au point L nous avons une solution saturée en solvant.

La courbe $KR_1R_2PC E_2E_1L$ porte le nom de courbe de demixion ou isotherme de miscibilité (fig 2).

Cette courbe sépare la zone (1) où nous avons une phase liquide comportant les trois constituants (A) + (B) + (S) de la zone (2) où nous avons deux phases liquides l'une constituée par le mélange (A) + (B) + (ES), l'autre par ((A) + (S) = (EB)). (ES) et (EB) expriment une très faible quantité de solvant et de diluant respectivement

du point de vue vectoriel ⁸ on écrira :

$$m_R \vec{MR} + m_E \vec{ME} = \vec{0}$$

ou encore

$$\frac{|\vec{MR}|}{|\vec{ME}|} = \frac{m_E}{m_R}$$

Symboliquement nous pouvons écrire

$$M = R + E$$

Pour la soustraction des mélanges nous pouvons écrire :

$$R = M - E$$

ou

$$E = M - R$$

.../...

La courbe (3) représente le lieu des mélanges R (riches en diluant (B)).

La courbe (4) représente le lieu des mélanges E (riches en SOLVANT (S)).

Le point Pc est dit point critique c'est un point qui limite à la fois la courbe (3) et la courbe (4).

La figure (3) représente une isotherme de miscibilité à deux branches qui divisent le triangle en trois zones

Dans les zones (1) et (3) nous avons une phase homogène comportant les trois constituants (A + B + S). Dans la zone (2) nous avons deux phases liquides l'une constituée par le mélange (A + B + ES) l'autre par (A + S + E₂)

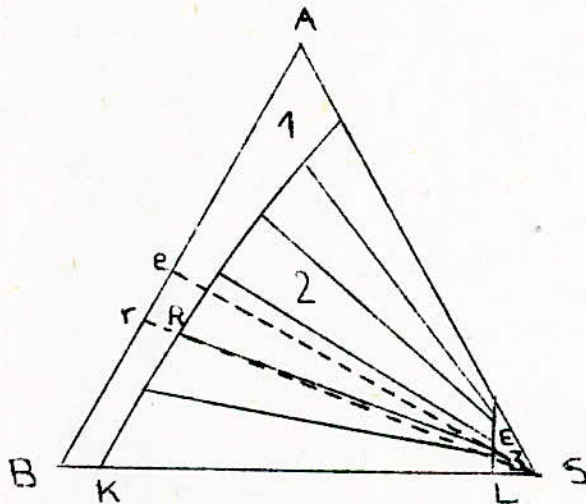


FIG 3 : ISOTHERME A DEUX BRANCHES

Chaque mélange ternaire à l'intérieur de l'isotherme de miscibilité représenté par le point M, formera deux phases liquides saturées, dont les compositions à l'équilibre sont représentées par les points R et E.

La droite RME est dite corde d'équilibre ou droite de conjugaison.

Quand une ligne d'équilibre est horizontale il y a solutropie, l'azeotropie au cas où la ligne d'équilibre passe par le point S. En effet quand on élimine le solvant d'une phase (E ou R) on obtient un mélange binaire ((e) ou (r)) de (A) ou (B) qui est la projection par (S) du point représentatif (E ou R) sur AB (voir fig n° 3).

La dernière étape de l'extraction étant toujours l'élimination du solvant, il n'y aura pas de séparation si e et r sont confondus, c'est à dire si la ligne d'équilibre passe par (S).

d - Interpolation des lignes d'équilibres.

L'expérience fournit toujours un nombre limité de lignes d'équilibre et les calculs d'efficacité pourront faire appel à des lignes supplémentaires qu'il faut déterminer graphiquement.

Dans ce but on associe un point I_i à une ligne d'équilibre RE. Le point I_i est l'intersection de la parallèle au côté AB passant par E_i et de la parallèle au côté BS passant par A_i . L'ensemble des points I_i ainsi obtenus permet de tracer la courbe de corrélation ($E_0 I_1 I_2 I_3 P_C$)

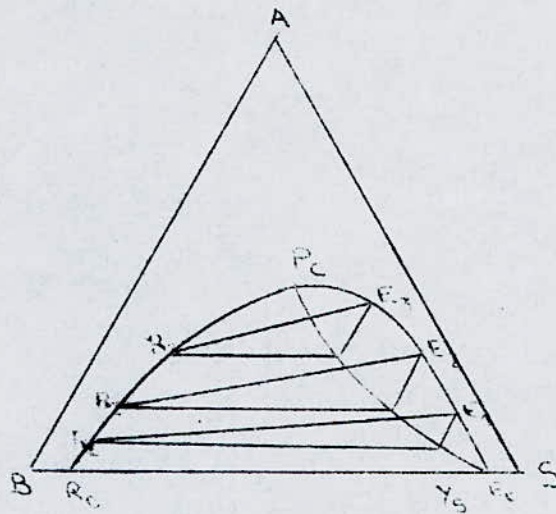


FIG 4 : COURBE CORRELATION

3 - COURBE DE DISTRIBUTION - COURBE DE SELECTIVITE :

Ces courbes necessitent la connaissance supplémentaire de l'isotherme de miscibilité pour représenter entièrement l'équilibre liquide-liquide.

a - Courbe de distribution :

Elle est obtenue en traçant en coordonnées rectangulaires YA en fonction de XA pour les phases en équilibre.

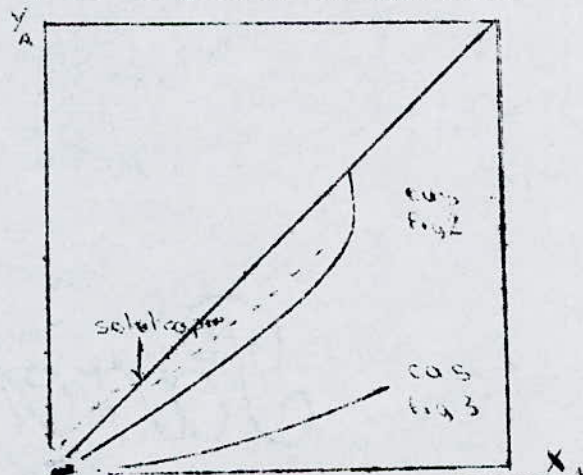


FIG 5 : COURBE DE DISTRIBUTION

Il se peut dans certains cas solutions très diluées (par exemple) que la courbe de distribution soit une droite ($Y_A = mX_A$) la pente m de cette droite est dite coefficient de partage ou de distribution.

b - Courbe de selectivité

C'est une courbe analogue à la courbe de distribution, mais les concentrations considérées ici sont celles des phases sans solvant qu'on représente par y et x

$$y_A = \frac{Y_A}{Y_A + Y_B}$$

$$x_A = \frac{X_A}{X_A + X_B}$$

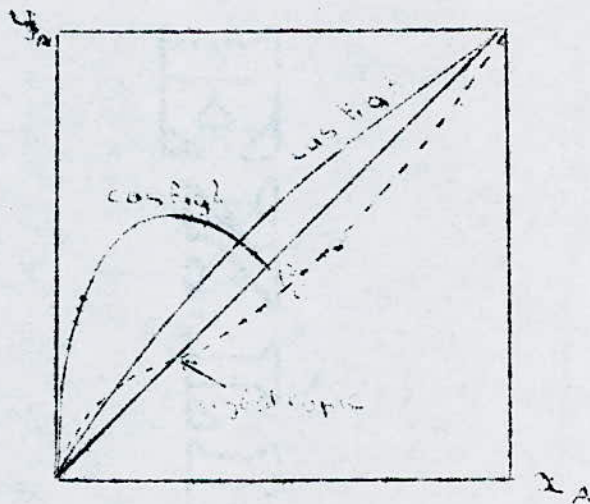


FIG6: COURBE DE SELECTIVITE

Les courbes de sélectivité et de distribution servent généralement de courbes de corrélation.

4 - INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DE LA PRESSION :

Sauf pour les hautes pressions, l'influence de celle-ci sur l'équilibre est si petite qu'on la néglige généralement.

Par contre une variation de la température fait varier la solubilité du diluant et du solvant. Nous avons ainsi pour une augmentation de température de T_3 à T_0 une augmentation de la solubilité du diluant et du solvant jusqu'à T_0 , température critique de la solution pour laquelle le diluant (B) et le solvant (S) sont complètement miscibles.

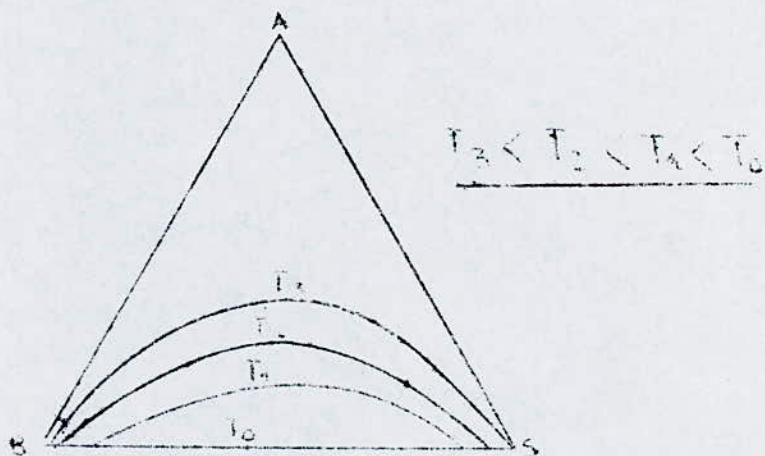


FIG 7 : INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA COURBE D'EQUILIBRE.

$T_0 > T_1 > T_2 > T_3$

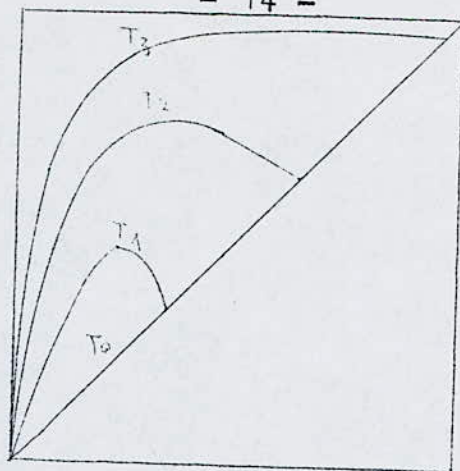


FIG 8 : INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA COURBE DE SELECTIVITE

5 - CARACTERISTIQUE DU SOLVANT

Le solvant doit non seulement permettre la séparation des produits, mais aussi être utilisé dans les extracteurs et son emploi doit être aussi économique que possible. Dans ce but il est nécessaire que le solvant réponde à un certain nombre de spécifications par ailleurs difficilement compatibles.

a - Facteurs caractérisant la séparation

Ils dépendent de l'équilibre thermodynamique entre les phases

i - Selectivité du solvant

Elle traduit la facilité que possède le solvant à dissoudre un constituant de la charge ; préférentiellement à un autre. Le coefficient de selectivité B, analogue au coefficient de volatilité α utilisé en distillation, exprime cette selectivité.

$$B = \frac{Y_A}{X_A} \cdot \frac{X_B}{Y_B} \quad \text{ou} \quad B = \frac{Y_A X_B}{X_A Y_B}$$

ii - Pouvoir solvant

Il exprime la quantité de produit que peut dissoudre le solvant tout en gardant un B acceptable. Si le pouvoir solvant est faible. Il faut utiliser une grande quantité de solvant pour effectuer une séparation.

b - Facteurs importants pour le fonctionnement des appareils

1 - Densité

Une grande différence de masse volumique entre les solutions en contact, favorise la decantation, et par suite augmente la capacité des décanteurs.

ii - VISCOSITE

Un solvant de faible viscosité doit être choisi, si possible, afin d'éviter les entrainements de gouttelettes, et obtenir de hauts débits de fonctionnement, c'est à dire une capacité élevée de l'extracteur.

II - MISE EN OEUVRE DE L'EXTRACTION PAR SOLVANT
--

La mise en oeuvre de l'extraction peut être faite par plusieurs voies, selon la nature du mélange liquide et l'appareillage utilisé.

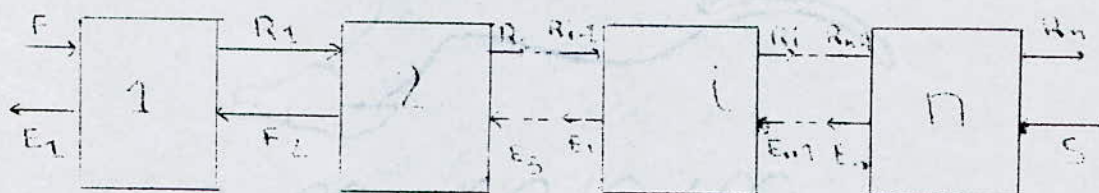
Dans ce chapitre nous nous limiterons à l'étude de l'extraction à contre courant, vues que nos installations fonctionnent selon ce mode découlement.

Cependant, il existe d'autres types d'extraction tels que l'extraction à courants croisés et l'extraction à co-courants;

Selon le mode d'écoulement deux types d'extraction à contre courant sont à considérer.

1 - Extraction à contre courant à contact discontinu

L'extraction à contre courant à contact discontinu correspond au fonctionnement d'une suite discontinue d'étages de contact (série de mélangeurs -décanteurs). Dans chaque étage les phases sont mises en contact, puis séparément et en sens inverse, comme le montre la figure suivante :



une charge (F) est traitée à contre courant par un solvant (s) dans un appareil équivalent à n étages théoriques ; chaque carré représente un groupe mélangeur-décanteur idéal, (on admet que l'efficacité idéale de chaque étage est de 100% ce qui correspond au cas limite idéal de l'étage théorique), c'est à dire un étage théorique; les extraits et raffinats quittant ces étages sont donc en équilibre.

a - Bilans et pole

On fait un bilan de matière au niveau de chaque étage.

$$\begin{aligned}
 \text{2TAGE 1} & : F + E_2 = R_1 + E_1 \quad \Rightarrow \quad F - E_1 = R_1 - E_2 \\
 \text{étage 2} & : R_1 + E_3 = R_2 + F_2 \quad \Rightarrow \quad R_1 - E_2 = R_2 - E_3 \\
 \text{étage i} & : R_{i-1} + E_{i+1} = R_i + E_i \quad \Rightarrow \quad R_{i-1} - E_i = R_i - E_{i+1} \\
 \text{étage n} & : R_{n-1} + S = R_n + E_n \quad \Rightarrow \quad R_{n-1} - E_n = R_n - S
 \end{aligned}$$

la somme donne $F + S = R_n + E_1 = M$ $F - E_1 = R_n - S = P$

(bilan global).

Ces équations peuvent s'écrire sous la forme :

$$F - E_1 = R_1 - E_2 = R_2 - E_3 = \dots = R_i - E_{i+1} = \dots = R_n - S = P$$

Elles définissent un mélange fictif (P) représenté par le point P sur le diagramme. Le point P est dit pôle, il est situé à l'intersection des droites FE1 et RnS.

D'après les relations précédentes ; toute droite obtenue en joignant le point figuratif d'un raffinat (Ri) au point figuratif (Ei + 1) de l'extrait qui le croise, passe par le pôle P. C'est sur cette propriété du pôle que sont basées les déterminations graphiques de l'efficacité.

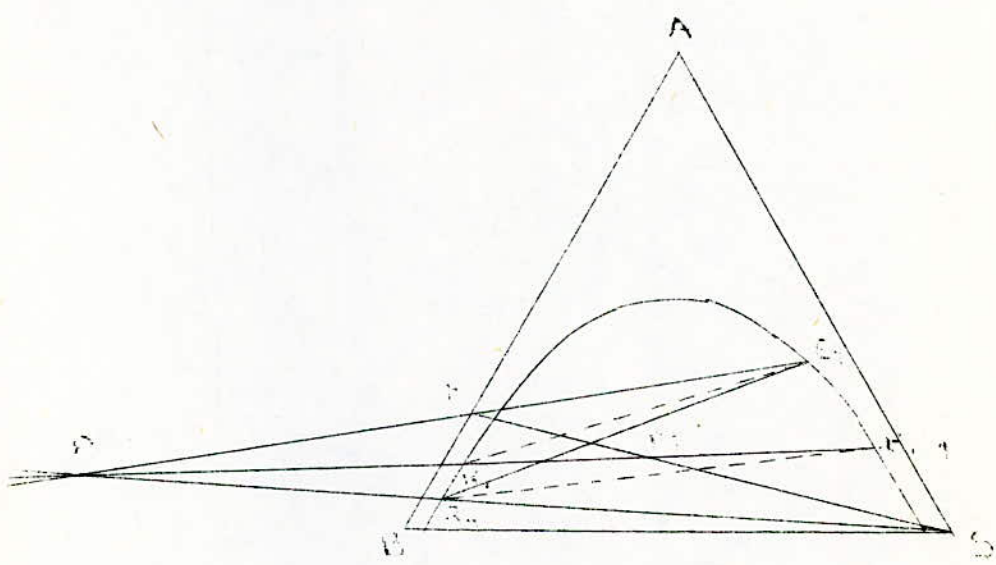


FIG9 :BILANS ET POLE.

b - Choix du taux de solvant

Le taux de solvant utilisable si F ne peut être pris au hasard, il doit se situer entre deux limites que nous allons définir.

1 - Taux de solvant maximal

Prenons le cas d'une charge traitée par des quantités croissantes de solvant, le raffinat final, restant le même ; dans ces conditions le point M (fig 10) représentant le mélange global se rapproche de S (en prenant les positions 1, 2 et puis 3 quand le taux de solvant croit, tandis que le pole situé sur la droite RnS s'éloigne d'abord de B vers la gauche (en occupant les positions P1, P2, P3, etc...) puis s'approche de S par la droite (point P4 puis P5 sur la figure 10).

Quand le point M tend vers le point J, le point P tend vers S, position limite correspondant au taux de solvant maximal, au delà duquel il ya disparition d'une phase liquide.

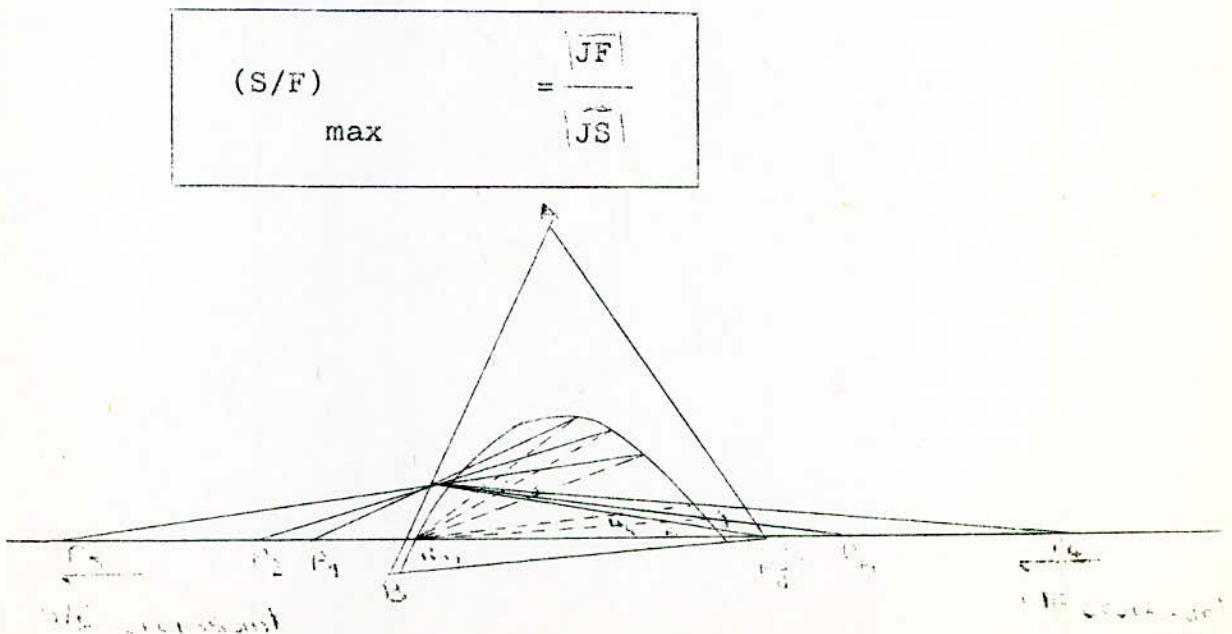


FIG10 : TAUX DE SOLVANT MAXIMAL.

11-Taux de solvant minimal

Soit la figure (11) sur laquelle nous avons établi une série de lignes d'équilibre en les prolongeant jusqu'à l'intersection avec la droite RnS que nous nous sommes donnés. Toute portion de RnS est coupée par des lignes d'équilibre, le segment RnS ainsi balayé est limité du côté gauche par P2, point d'intersection le plus éloigné de Rn. Sur RnS tout point à droite de P1 se trouve aussi sur la ligne d'équilibre

Si ce point représente aussi le pole, la construction devient impossible (RiEi ligne d'équilibre devient confondue avec RiEi +1 ligne de construction).

Pour que la construction soit possible, il faut utiliser un taux de solvant supérieur à celui correspondant à P1 qui définit le taux de solvant minimal. En d'autres termes il faut utiliser un taux de solvant tel que le pole opératoire P soit situé à gauche de P1

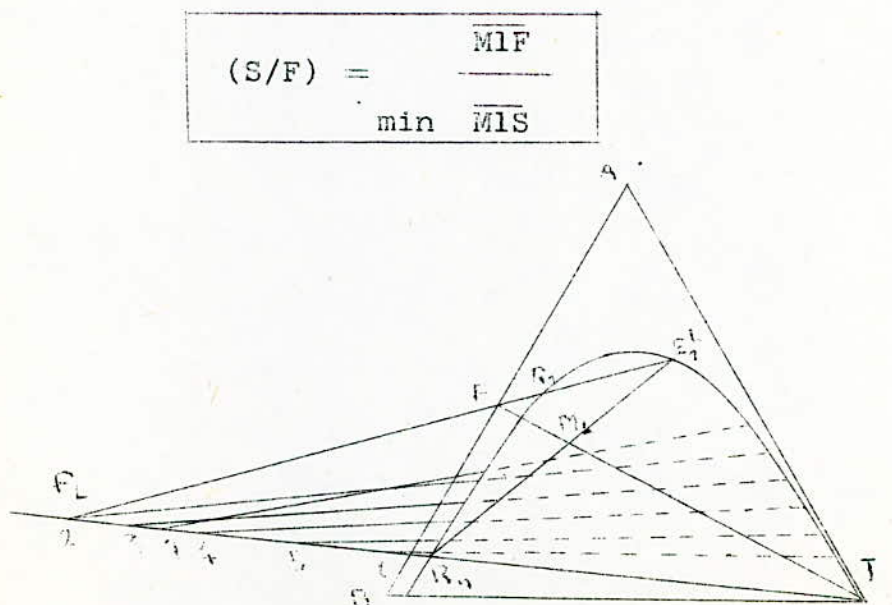


FIG11 : TAUX DE SOLVANT MINIMAL.

CONSTRUCTION DE MAC CABE ET THIELE

Lorsque le nombre d'étages théoriques dépasse deux ou trois, la construction graphique en coordonnées S triangulaires devient longue et compliquée, on utilise alors les coordonnées rectangulaires.

Par analogie à la courbe de distribution où les pourcentages massiques du soluté dans le raffinat et l'extrait quittant un même étage théorique sont les coordonnées d'un point de la courbe, les pourcentages massiques du soluté dans l'extrait et le raffinat se croisant à l'entrée ou à la sortie d'un étage théorique sont les coordonnées d'un point de la courbe opératoire, chacun de ces points représente une droite passant par le pôle opératoire sur le diagramme triangulaire.

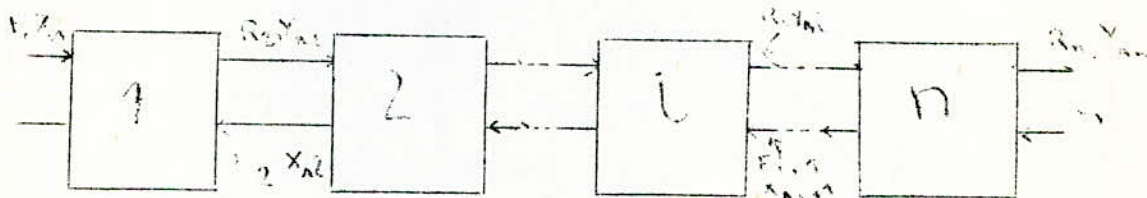
Pour établir l'équation de la courbe opératoire, on fait un bilan de matière relatif au soluté (A) autour de la section de l'appareil comprenant les étages 1 à l'inclus.

Soient les notations suivantes :

Z_1 : Pourcentage du soluté (A) dans la charge (F)

X_{Ai} : Pourcentage du soluté (A) dans l'extrait (E) quittant l'étage i .

Y_{Ai} : Pourcentage du soluté (A) dans le raffinat (R) quittant l'étage i .



$$FZA + E_{i+1} X_{A,i+1} = R_i Y_{A,i} + E_1 X_{A,1}$$

$$X_{A,i+1} = \frac{R_i}{E_{i+1}} Y_{A,i} + \frac{E_1 X_{A,1} - FZA}{E_{i+1}}$$

La courbe opératoire est obtenue par construction graphique. Connaissant la courbe de miscibilité et le pôle opératoire, chacune des droites passant par le pôle coupé, l'isotherme de miscibilité.

En deux points R_i et E_{i+1} , on lit les teneurs en soluté de ses deux solutions qui seront les coordonnées d'un point de la courbe opératoire.

La courbe opératoire est limitée par les points $U (X_{A,n}, 0)$ et $V (Z_A, Y_{A,n})$ qui sont respectivement les points figuratifs des droites $R_n S$ et $F E_1$ (fig 11).

Pour trouver le nombre d'étages théoriques, on trace sur un même diagramme les courbes opératoire et de partage. Par une construction en escalier évidente sur la figure suivante on détermine alternativement la composition des phases en équilibre et se croisant. Le nombre d'étage est donné par le nombre de points situés sur la courbe de distribution.

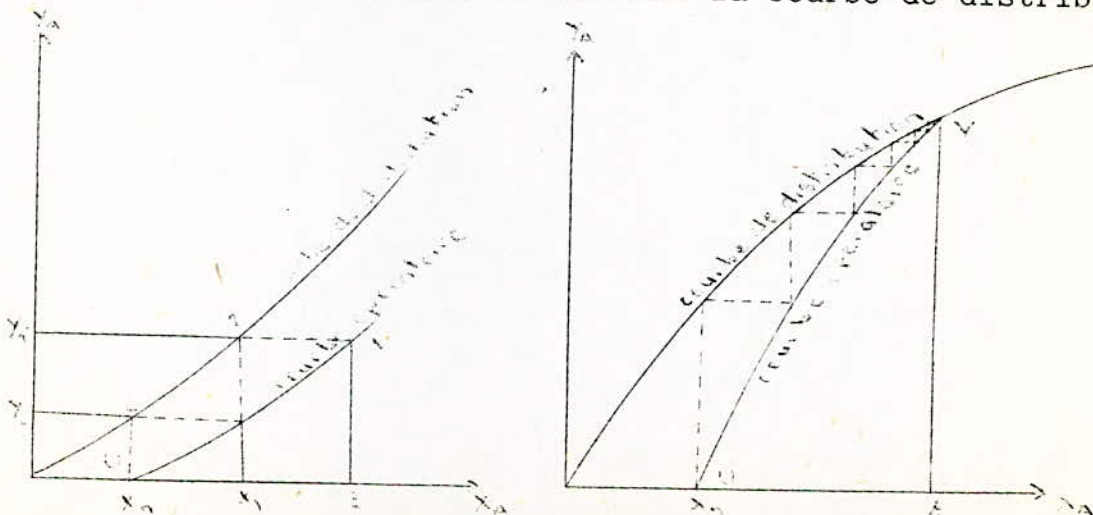


FIG12 : DETERMINATION GRAPHIQUE
 DE L'EFFICACITE ET NOMBRE INFINI
 D'ETAGES THEORIQUES

2 - Extraction à contre courant à contact continu

Dans plusieurs types d'appareils d'extraction une des phases est dispersée dans l'autre. Les deux liquides s'écoulent à contre courant sous l'effet de la gravité, ce fonctionnement correspond au contre courant à contact continu obtenu dans les colonnes garnies par exemple. Pour le calcul de l'efficacité d'un tel appareil on utilise la notion d'unités de transfert ou la notion d'étages théoriques précédemment utilisée.

a - Hauteur équivalente à un étage théorique HETS

Imaginons une colonne formée de sections telles que les phases quittant chacune de ces sections soient en équilibre. Tout tronçon ainsi défini est équivalent à un étage théorique. Remarquons que les phases en équilibre ne se situent pas au même niveau elles sont distantes d'une longueur fictive, ordinairement dite hauteur équivalente à un étage théorique. (H. E. T. S)

$$\boxed{H. E. T, S = \frac{H}{N}}$$

H : Hauteur de l'appareil

N : nombre d'étages théoriques que l'on détermine par la méthode déjà donnée (méthode de MAC CABE et THIELE).

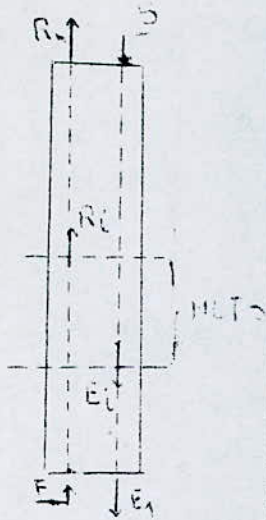


FIG13
H.E.T.S

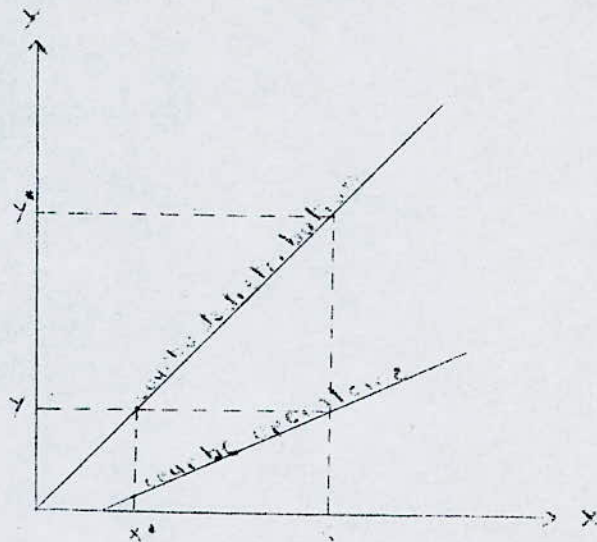


FIG14
Définition des concentrations

Hauteur équivalente à une unité de transfert (HUT)

Soient une colonne où circulent le diluant ascendant et le solvant descendant. On suppose que les fluides sont mis immiscibles et qu'il n'y a pas de réaction chimique. On appellera D et S les débits massiques du diluant et du solvant, y^0 étant le rapport massique du soluté dans le diluant et x^0 le rapport massique du soluté dans le solvant.

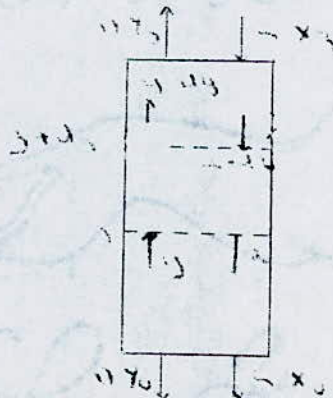


FIG 15 HTU

Faisons un bilan de matière global à une distance Z du bas de la colonne

$$DY^0 + SX = DY + SX^0$$

$$Y^0 - Y = S$$

$$X^0 - X = D \quad \text{Equation de la droite opératoire}$$

Bilan de matière différentiel

$$DY + S(-dx) = D(Y - dY) + SX$$

$$S dx = D dY = d\psi$$

ψ étant le débit rapporté à toute la surface soit à la surface d'échange entre les deux phases par unité de volume de la colonne.

$$d\psi = \frac{D}{a \Omega} dz N_3$$

Ω : section droite de la colonne

N_3 : flux de diffusion

$$N_3 = K_s (x^* - x) = K_o (y - y^*)$$

K_s et K_o sont les coefficients de transfert globaux d'où on a :

$$S dx = D dY = \frac{D}{a \Omega} dz K_o (y - y^*) = -\frac{D}{a \Omega} dz (x^*)$$

$$\int = -\frac{S}{a \Omega K_s} \int \frac{x^* dx}{x^* - x} = -\frac{D}{a \Omega K_o} \int \frac{y dy}{y - y^*}$$

$$\int = (HUT)_s (NUT)_s = (HUT)_o (NUT)_o$$

$HUT_s = \frac{S}{a \Omega K_s}$	$HUT_o = \frac{D}{a \Omega K_o}$
----------------------------------	----------------------------------

$$\begin{aligned} (NUT)_S &= \int_{x_0}^{x_3} \frac{dx}{x - x^*} \\ (NUT)_D &= \int_{y_0}^{y_2} \frac{dy}{y^* - y} \end{aligned}$$

NUT est le nombre d'unités de transfert.

1 1 1 -

APPAREILLAGE D'EXTRACTION
LIQUIDE - LIQUIDE

Les extraction liquide-liquide ont pour but de réaliser deux opérations essentielles :

* Mélanger intimement les solutions (charge et solvant); En effet le transfert du soluté est d'autant meilleur que la dispersion d'une phase dans l'autre est plus grande.

Ce contact intime s'effectue soit dans les colonnes elles-mêmes, soit dans les mélangeurs des groupes mélangeurs-décanteurs.

* Séparer l'extrait et le raffinat obtenus. Cette séparation est réalisée soit dans les zones élargies à chaque extrémité des colonnes, soit dans les décanteurs.

1 - CLASSIFICATION DES EXTRACTEURS

Les divers types d'extracteurs ne diffèrent que par la façon dont s'effectue le contact entre les phases.

a - Extracteurs sans apport d'énergie

C'est en général des colonnes verticales dans lesquelles circulent à contre courant une phase lourde introduite à la partie supérieure et une phase légère à la partie inférieure.

L'une des phases est dispersée dans l'autre, soit par un système de pulvérisation, soit par des plateaux perforés, soit par un garnissage remplissant la colonne.

Les appareils fonctionnant sans apport d'énergie sont simples, et de grande capacité, mais généralement de faible efficacité.

b - Extracteurs avec apport d'énergie

Dans certains appareils, on utilise une agitation mécanique afin de maintenir la dispersion ou de redistribuer la phase dispersée. Ces appareils permettent d'atteindre des efficacités élevées.

i - mélangeurs - décanteurs

Plusieurs des installations commerciales d'extraction liquide utilisent des appareils du type mélangeurs-décanteurs ou des appareils où s'effectuent séparément le contact intime et la décantation. Bien qu'ils ne soient pas sophistiqués, ces appareils présentent tout de même des efficacités élevées et il est relativement simple de dimensionner une unité fonctionnant d'une manière satisfaisante.

i i - Colonnes agitées

On entend par cette dénomination, toutes les colonnes dans lesquelles l'apport d'énergie se fait perpendiculairement à l'axe de la colonne. Ces extracteurs ont une meilleure efficacité mais une capacité plus faible (pour le même encombrement) que les colonnes fonctionnant sans apport d'énergie extérieure.

iii - Colonnes pulsées

Sont des colonnes d'extraction dans lesquelles l'apport d'énergie extérieur se fait parallèlement à l'axe de la colonne.

Pour que cet apport d'énergie ne se traduise pas par une variation de débits, il faut que le mouvement imposé au liquide soit cyclique et de même amplitude vers le haut et vers le bas.

2 - Critère d'efficacité des divers extracteurs :

La qualité d'un extracteur dépend à la fois de son efficacité et de sa capacité mesurée par le débit spécifique qu'il peut traiter, ce débit peut être pris égal à la somme des débits d'entrée ou de sortie des deux phases.

I V - MELANGEURS - DECANTEURS

Les installations commerciales d'extraction liquide utilisent souvent des appareils de type mélangeur- décanteur. Ces appareils présentent une bonne efficacité, tout de même ils présentent des inconvénients tels que l'espace occupé et les accessoires rapportés (pompes, pulseurs, conduites etc).

1 DEVELOPPEMENT DES MELANGEURS- DECANTEURS

De considérables efforts ont été fournis pour améliorer les méthodes de conception et de fabriquer des unités plus compact.

Il a été reconnu que le pompage entre les étages n'est pas nécessaire lorsque le changement de densité est négligeable. Si la phase mélangée a une densité moyenne plus élevée que la phase légère, il y aura naissance d'une force motrice positive ; favorisant l'écoulement des liquides à partir du mélangeur jusqu'au décanteur, pourvu que l'interface dans le décanteur soit située au-dessus du niveau d'entrée du mélangeur.

Cette simple approche comparative de l'hydrodynamique des mélangeurs- décanteurs conduit à la boîte intégrale utilisée d'une manière extensive en grande Bretagne, en énergie nucléaire.

Une unité à plusieurs étages a été construite en un seul bloc avec plusieurs séparations pour créer les différents étages, donc éliminer les canalisations entre les étages. Ce schéma simple sans mécanique complexe présente une bonne efficacité

Cependant , la force motrice produite entre les étages dépend de la longueur de l'unité inhibant une rédaction de taille de l'installation.

Des limitations à l'écoulement peuvent avoir lieu entre deux étages, il fallait alors trouver un moyen de mélanger et de pomper les phases simultanément.

L'unité " General Mills " (8) a un mélangeur à baffle cylindrique à la base avec une turbine qui mélange et pompe les phases restantes. La dispersion disparaît à partir du haut du décanteur. Le mélangeur est dimensionné pour donner un temps de séjour nécessaire pour atteindre l'équilibre. Le décanteur peu profond est dimensionné de sorte à minimiser la rétention, car l'appareil est avant tout fonction de l'aire interfaciale.

" DAVY- PAVERGAS " (9) ont aussi adopté le système "pompe mélangeuse ". Le mélangeur est une cuve carrée, les phases entrantes par un tube sont mélangées puis immédiatement pompées par un système à aubes.

Le degrés de circulation interne dans le mélangeur peut varier en ajustant la distance entre la base de la pompe et le haut du tube.

Le décanteur est rectangulaire avec une petite hauteur afin de minimiser la rétention.

Le mélangeur décanteur IMI (10) développe par les industries minières, est utilisée pour l'extraction de l'uranium et pour la purification de l'acide phosphorique. Les deux alimentations entrent dans un mélangeur axial compartimenté et sont soutirées dans un tube par un pompage axial.

Les deux phases sont dispersées par un pulseur monté juste après la pompe. Le flux dispersé arrive au centre du décanteur cylindrique et s'écoule radicalement vers la sortie. Les phases séparées passent par la périphérie cela a pour effet de réduire les vitesses linéaires des phases circulant dans le décanteur. Des battles à effet anti-turbulences sont prévues.

Le mélangeur décanteur KEMIRA (11) développée en Finlande utilise une pompe et un mélangeur séparés mais de même forme. La phase mélangée est soutirée par la pompe et refoulée dans un décanteur de section circulaire avec une base conique. Les différents étages sont échelonnés en hauteur de telle sorte que la phase légère s'écoule par gravité, tandis que la phase lourde est pompée entre les étages.

Il y a deux types distincts de mélangeurs-décanteurs vendus par Lurgi en Allemagne de l'Ouest.

Le type horizontal (12) utilise un pulseur à écoulement axial pour mélanger et pomper les phases. Si le flux d'extraction est tel que le temps de séjour soit plus long la pompe doit être suivie d'un tube de longueur suffisante dans lequel l'écoulement turbulent est maintenu. Après ce tube il y a un décanteur rectangulaire à plusieurs plateaux horizontaux.

Le type vertical est sous forme de colonnes ou les étages sont échelonnés en longueur.

Dans les appareils incorporant le pompage entre les étages, il est relativement plus facile de faire des modifications d'une phase entre le décanteur et le mélangeur, si cela est nécessaire d'avoir une phase à propriétés spécifiques ou une rétention donnée.

Le rapport de phase peut être un paramètre important pour déterminer les performances du mélangeur-décanteur. (13). ()

2 - CONCEPTION : DIMENSIONNEMENT DU DECANTEUR (14)

Les processus prenant place dans un décanteur sont assez complexes, le but de ce paragraphe est de les décrire.

Lorsqu'une goutte approche l'interface elle séjourne un certain temps avant de rejoindre son homophasse. Ce temps de séjour à l'interface est dû à un film de la phase continue réalisé entre la goutte et l'interface. Au moment où arrive la goutte dans cette zone.

Dans le cas d'une dispersion, il y a trois processus importants à prendre en compte. Le premier est la coalescence à l'interface, les gouttes doivent tout d'abord sédimenter. Ce processus est retardé par la phase dispersée obtenue à l'interface par le processus de coalescence lequel a lieu en écoulement à contre courant des gouttes. Finalement la coalescence goutte à goutte peut prendre place dans la dispersion pour donner de plus grandes gouttes, lesquelles sont capables de décanter plus rapidement.

La bande de dispersion dans le décanteur a deux limites apparentes. La première est l'interface active sur laquelle la coalescence prend place, l'autre limite est l'interface de sédimentation ou interface passive. A l'intérieur de la bande de dispersion ou la zone de transition. On peut distinguer deux zones. Du côté adjacent à l'interface active, il y a une couche dense dans laquelle la rétention de la phase dispersée est plus grande que dans l'alimentation. Entre cette région et l'interface passive, la rétention est plus petite et il y a un degré de mouvement plus grand entre les gouttes. Dans cette zone le processus principal est la sédimentation.

Les petites goutelettes peuvent provoquer des problèmes dans la pratique car elles sont facilement entraînées dans les flux, ce qui donne des pertes et des impurités.

Il est passible à partir des considérations précédentes, de définir quelques données de base requises pour obtenir une bonne efficacité dans le décanteur.

a - Minimiser la turbulence dans le décanteur sinon il y aura production de petites gouttes. Les effets d'entrée, sont les causes habituelles de la turbulence et peuvent être évités par utilisation d'un piquet ou d'une fonte.

b - Minimiser les gouttes dans suspension initiale.

c - Maintenir des vitesses linéaires de faibles valeurs tout le long du décanteur pour avoir un entraînement des petites gouttes à la bande de dispersion.

PARTJE EXPERIMENTALE

I EQUILIBRE DES PHASES

1- CARACTERISTIQUES DES PRODUITS

Les caractéristiques des produits utilisées sont :

a - ETHANOL :

Nous avons acheté de l'éthanol pur à 94 % en poids (donc contenant 6 % d'eau) au près du service des Alcols d'Alger.

Après avoir mesuré son indice de refraction et sa densité à 20° C

$$N_{a}^{20} = 1,364$$

$$CL_{4}^{20} = 0,8115$$

On a vérifié la teneur en eau de cet alcool

b - EAU

Dans toutes nos expériences nous avons utilisé de l'eau distillée dans le reacteur BIVS installé au département de génie chimique.

Les caractéristiques physiques de notre eau sont :

$$N_{d}^{20} = 1,333$$

$$D_{4}^{20} = 1$$

C- TRICHLOROETHYLENE

Nous avons acheté un fut de trichloroéthylène auprès de l'ENIP qui importe ce produit d'Italie.

Les caractéristiques physiques de ce produit sont :

$$n_D^{20} = 1,478$$

$$d_4^{20} = 1,477$$

2 - EQUILIBRE DES PHASES

Cette partie consiste en l'établissement de la courbe de miscibilité à 25° C, des courbes d'étalonnage et des cordes d'équilibre du système : éthanol (soluté) - eau (diluant) et le trichloroéthylène qui représente notre solvant.

a - Détermination de l'isotherme de miscibilité

* Principe

L'isotherme de miscibilité a été déterminée point par point en utilisant la méthode de titrage par disparition (ou apparition) de trouble.

* Mode Opératoire

Nous formons à température ambiante des solutions binaires B et S de compositions connues dans des erlens de 100ml.

Eau			Ethanol			Trichloro- éthylène			Mélange	
Vol (ml)	Mas (g)	% (m)	Vol (ml)	Mas (g)	% (m)	Vol (ml)	Mas (g)	% (m)	n_d^{25}	d_4^{25}
80,2	31,08	69,30	17,5	13,32	29,71	0,3	0,44	0,99	1,3530	0,9583
33,4	34,61	64,31	24,4	18,61	36,59	0,4	0,59	1,10	1,3525	0,9468
30,0	31,22	61,88	24,1	18,34	36,36	0,6	0,89	1,76	1,3535	0,9442
26,8	27,94	59,23	23,7	18,04	38,26	0,8	1,18	2,51	1,3540	0,9410
23,3	24,43	55,96	23,3	17,75	40,65	1,0	1,48	3,39	1,3555	0,9394
22,0	23,11	54,52	23,0	17,50	41,29	1,2	1,78	4,19	1,3560	0,9376
18,9	19,98	50,92	22,6	17,19	43,80	1,4	2,07	5,28	1,3565	0,9353
16,8	17,87	48,15	22,2	16,88	45,47	1,6	2,37	6,38	1,3578	0,9345
15,5	16,54	46,26	21,7	16,55	46,29	1,8	2,66	7,45	1,3571	0,9350
8,4	9,02	42,11	13,4	10,18	47,53	1,5	2,22	10,36	1,3678	0,9418
7,9	8,57	37,96	14,5	11,04	48,92	2,0	2,96	13,11	1,3679	0,9442
6,8	7,54	34,73	15,1	11,51	49,39	2,5	3,70	15,88	1,3702	0,9491
6,9	7,59	32,35	15,0	11,43	48,73	3,0	4,44	18,93	1,3730	0,9579
5,9	6,59	27,60	14,9	11,35	47,59	4,0	5,92	24,81	1,3760	0,9773
3,9	4,53	19,13	13,5	10,26	43,36	6,0	8,88	37,51	1,3887	1,0288
2,4	2,95	12,95	11,4	8,71	38,27	7,5	11,10	48,78	1,4010	1,0737
0,5	0,73	3,79	5,9	4,51	23,37	9,5	14,06	72,84	1,4260	1,1946
0,4	0,66	3,60	4,6	3,51	19,09	9,6	14,21	77,21	1,4320	1,2381
0,2	0,26	1,58	2,5	1,94	11,73	9,7	14,36	86,69	1,4415	1,3022

TABLEAU n° 1

COURBE DE MISCIBILITE

A 25 ° C

A chaque solution nous avons ajouté goutte à goutte le soluté jusqu'à obtention d'une seule phase.

Remarque

Pour l'obtention des points de la partie de la courbe très pauvre en soluté A, nous avons réalisé des solutions binaires (A+B) et (A+S) que nous avons titré respectivement par le solvant S et le diluant B.

L'ensemble des points obtenus nous a permis de tracer la courbe de miscibilité à 25° C. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 1

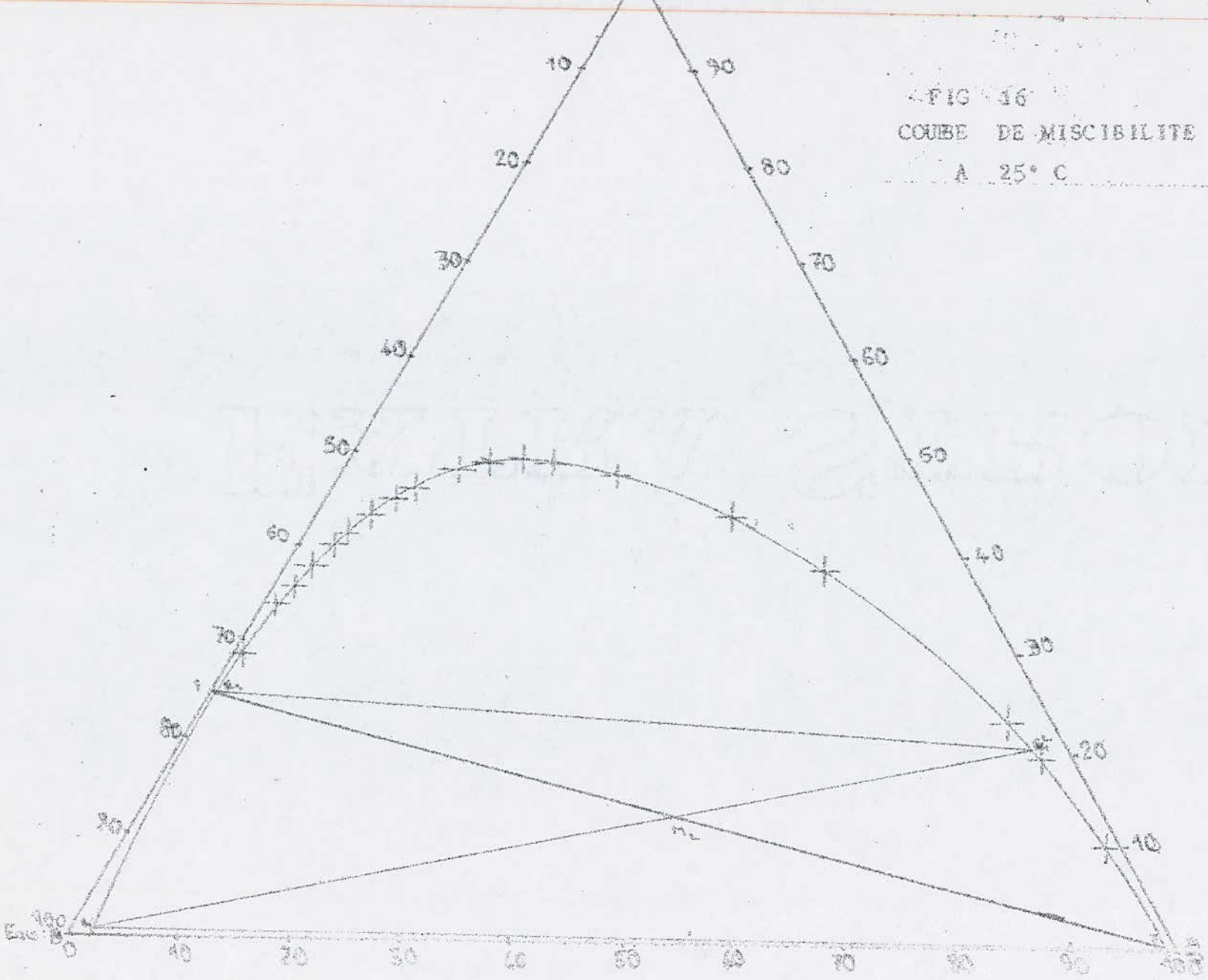
b - Courbes d'étalonnage

* Mode opératoire

Pour chaque mélange ternaire homogène ainsi formé nous avons mesuré l'indice de refraction à l'aide d'un réfractomètre muni d'un bain thermostaté, et la densité à l'aide d'un picnomètre et d'une balance analytique.

Connaissant la teneur en alcool (soluté) de chaque mélange, nous pouvons tracer la courbe d'étalonnage de l'indice de refraction en portant en abscisse les teneurs en alcool et en ordonnées l'indice de refraction et la courbe d'étalonnage de la densité en portant en abscisse la fraction massique de soluté dans le mélange et en ordonnée la densité du mélange. Ces courbes permettent de tracer les cordes d'équilibre.

FIG 36
COUBE DE MISCIBILITE
A 25° C

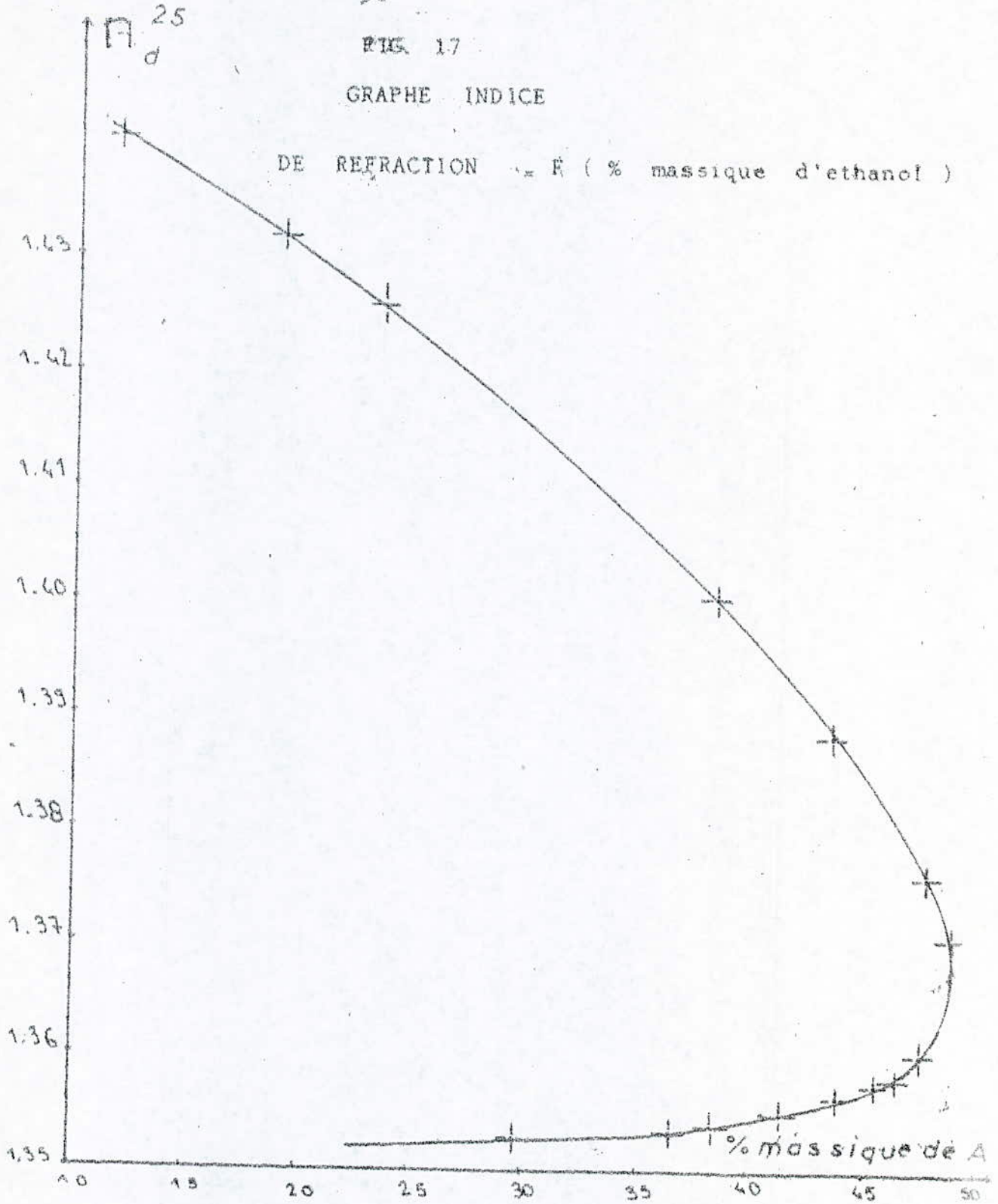


37

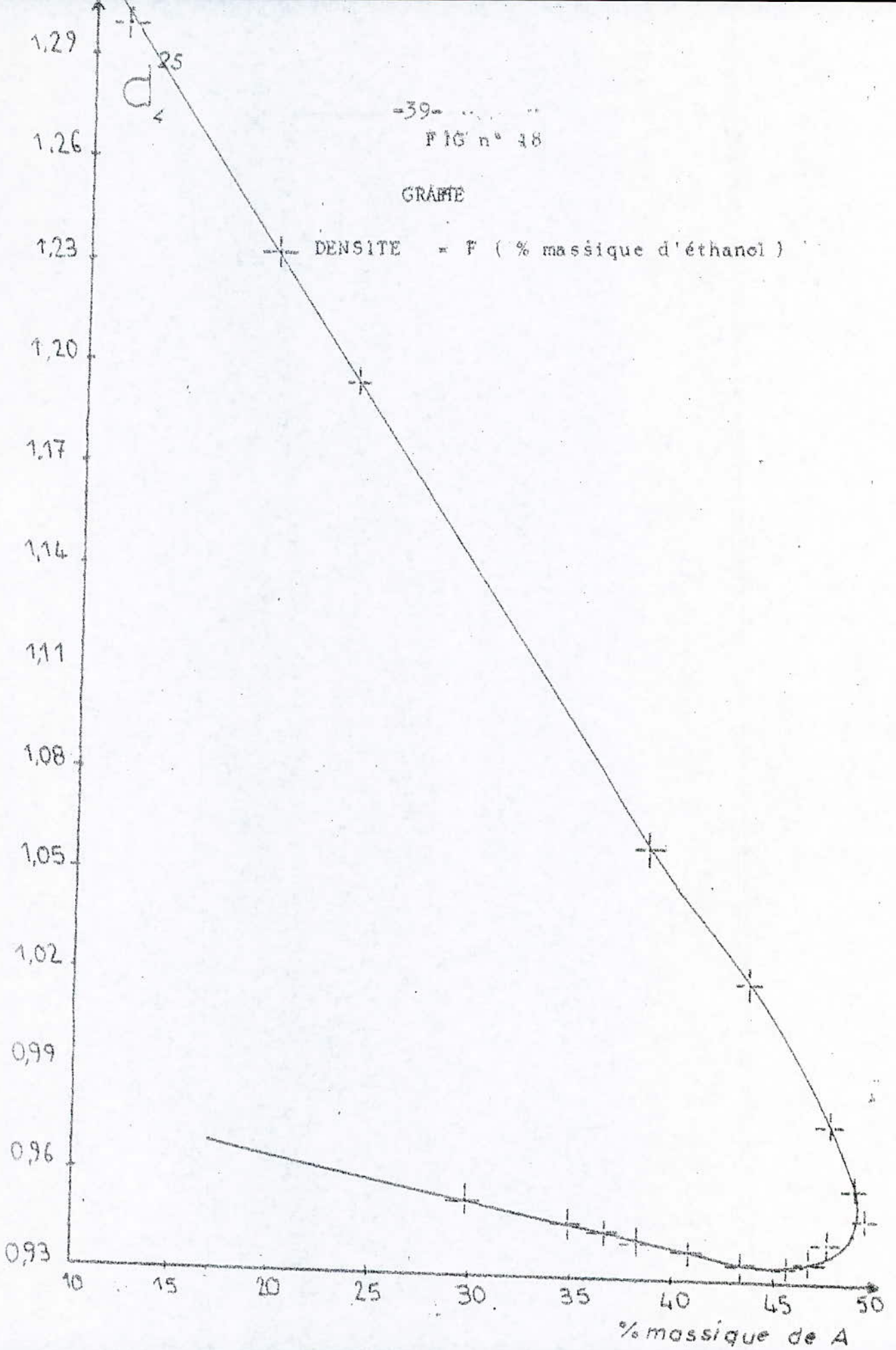
FIG. 17

GRAPHE INDICE

DE REFRACTION = F (% massique d'ethanol)



GRAPHE



c - CORDES D'EQUILIBRE

*Mode opératoire

Nous avons dans des ampoules à décanter des mélanges ternaires hétérogènes de compositions connues, après une bonne agitation, nous avons laissé décanter durant 24 heures (temps jugé suffisamment long, vu la différence de densité de nos produits). Une fois les deux phases séparées nous avons mesuré l'indice de réfraction et la densité de chacune d'elles, ces deux grandeurs physiques nous permettent de connaître les fractions massiques de soluté dans les phases en équilibre, ce qui permet de construire les cordes d'équilibre (fig 19).

Grâce à ces cordes d'équilibre nous construisons la courbe de corrélation (fig 19), la courbe de distribution et la courbe de sélectivité.

Les méthodes de trace de ces courbes figurent dans la partie théorique.

Calculs

Soient les notations suivantes :

d_i : densité du produit dans le mélange

v_i volume

m_i : masse

x_i : fraction massique

$$x_i = \frac{m_i}{\sum C_i m_i} = \frac{d_i v_i}{\sum C_i d_i v_i}$$

REMARQUE

Pour déterminer les fractions massiques de l'eau et de l'éthanol on tient compte des 6 % (masse) contenu dans l'éthanol.

TITRE MASSIQUE D'ETHANOL DANS L'EXTRAIT	TITRE MASSIQUE EN ETHANOL DANS LE RAFFINAT
8, 8	0, 6
12, 0	0, 9
16, 1	1, 1
20, 1	1, 3
26, 5	1, 8
38, 3	5, 3
44, 2	8, 7
47, à	1

d- Taux de solvant maximal et taux de solvant minimal

i- Taux de solvant maximal

Sachant que nous avons à traiter une charge constituée de 25 % d'éthanol et de 75 % d'eau, nous pouvons placer le point F figuratif de cette charge sur le diagramme ternaire (fig 16) la droite SF coupe la courbe de miscibilité en deux points.

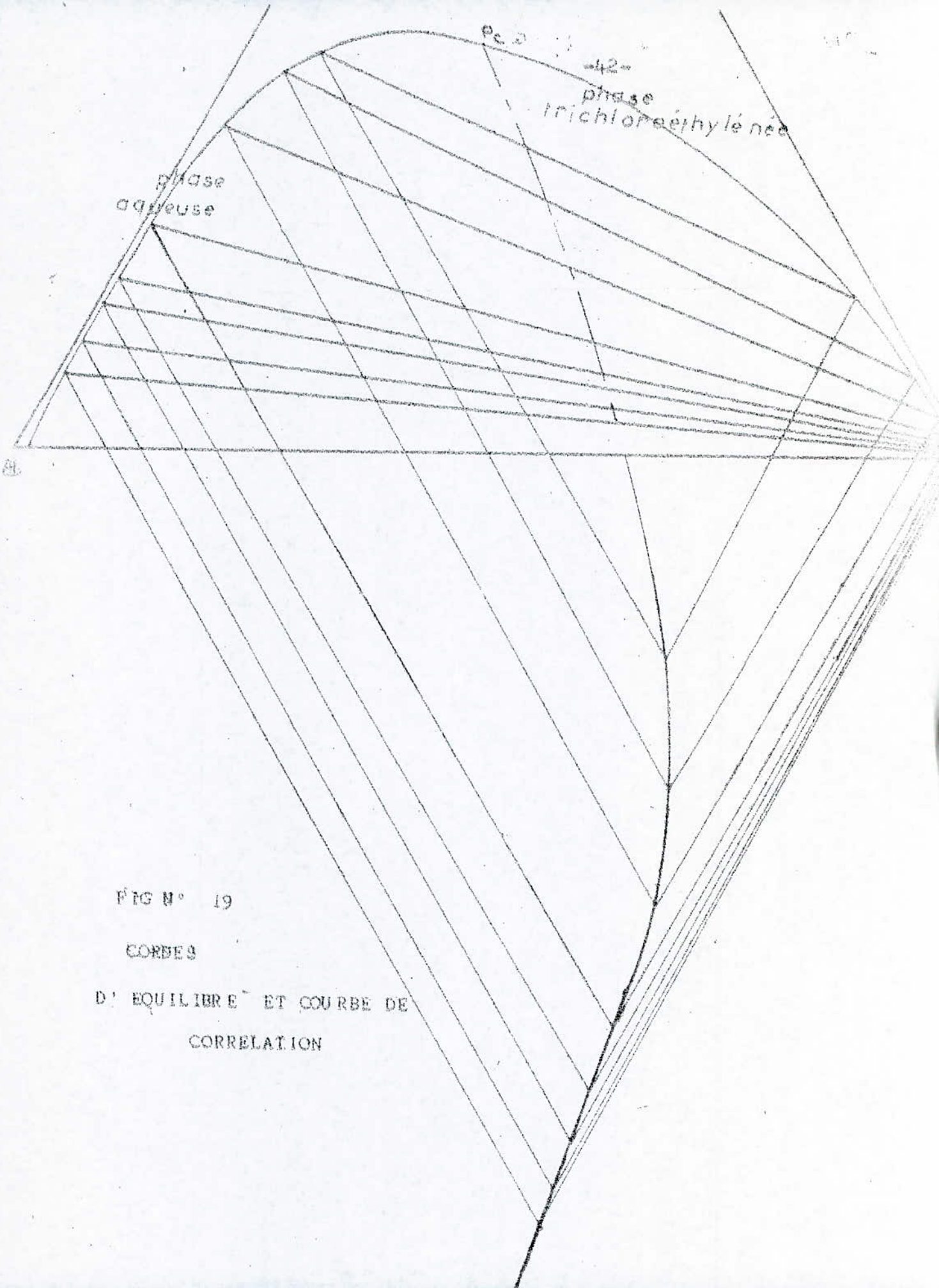


FIG N° 19
COURBES
D'ÉQUILIBRE ET COURBE DE
CORRELATION

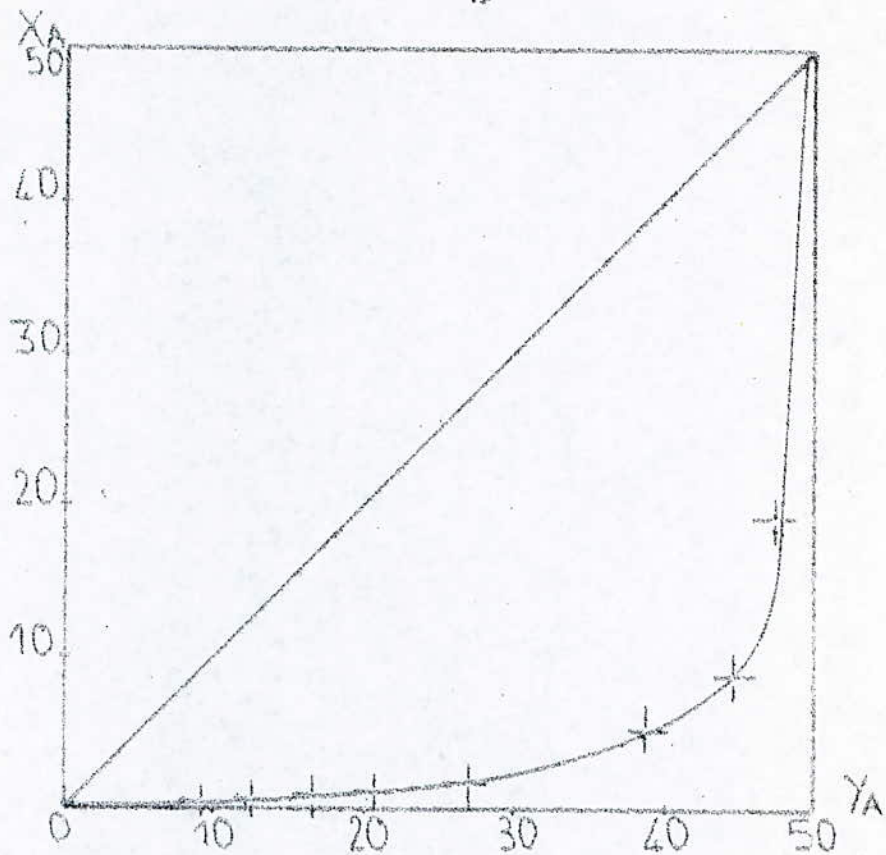


FIG n° 20 COURBE DE DISTRIBUTION

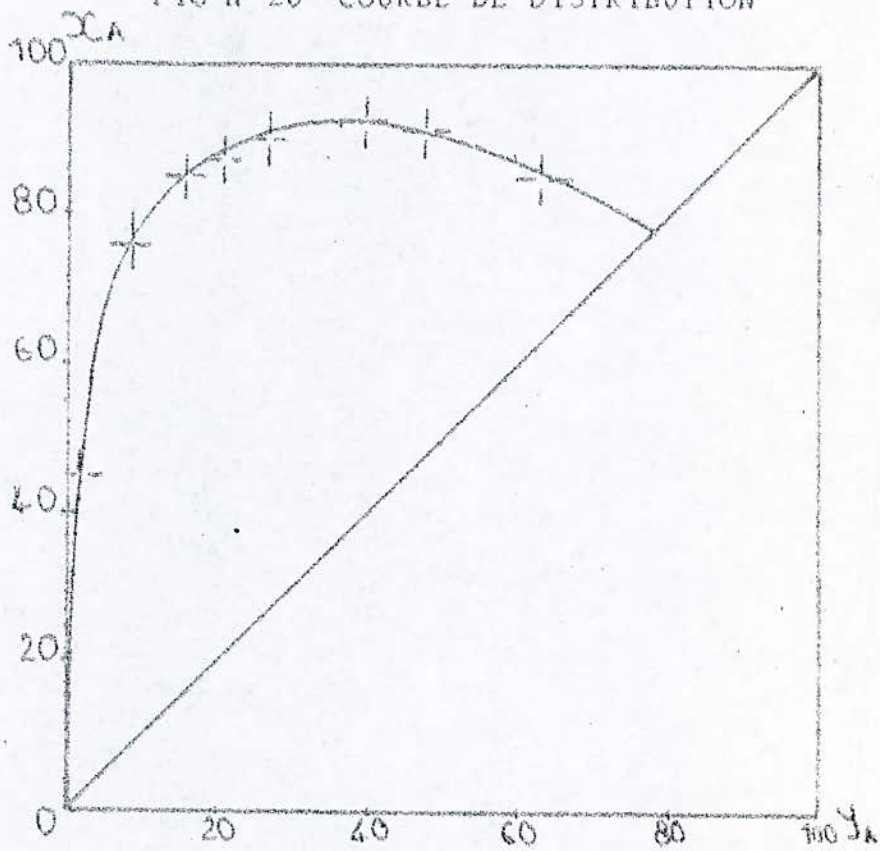


FIG n° 21 COURBE DE SELECTIVITE

Le point J dans la région des phases organiques et le point I dans la région des phases aqueuses.

Le taux de solvant maximal est :

$$\frac{S}{F}_{\max} = \frac{JF}{JS}$$

$$\left(\frac{S}{F}\right)_{\max} = 57,31 \frac{\text{kg de solvant}}{\text{Kg de charge}}$$

ii - Taux desolvant minimal

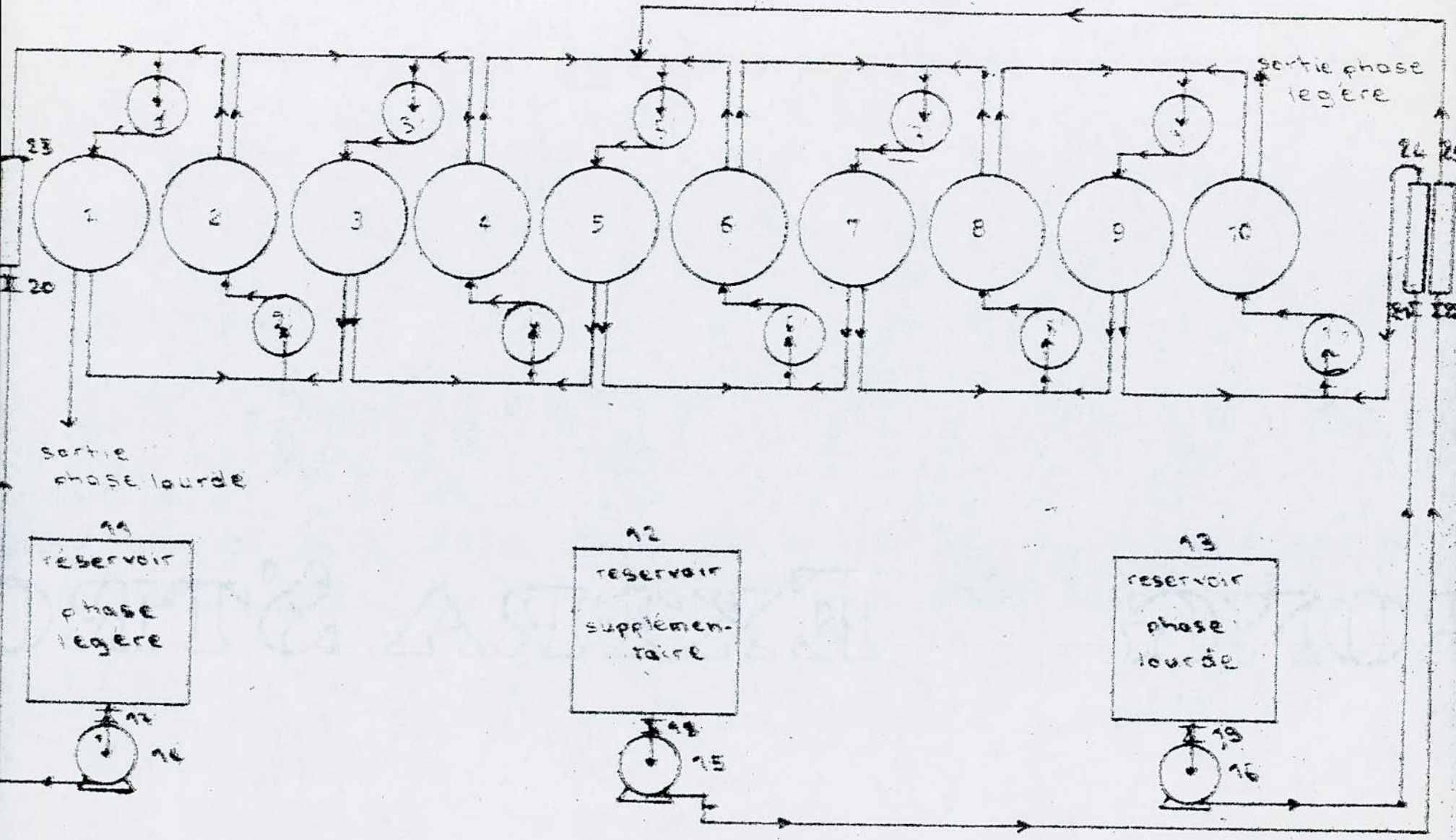
Supposons que nous voulons obtenir un raffinat dont la teneur en soluté est de 1% (masse); on trace la droite RnS et grace à la courbe de corrélation nous déterminons les points d'intersection des lignes d'équilibre avec cette droite et en particulier le point P1 (point d'intersection le plus éloigné de Rn).

Ayant déterminé ce point on calcule le taux de solvant minimal

$$\left(\frac{S}{F}\right)_{\min} = \frac{M_1 F}{M_1 S}$$

$$\left(\frac{S}{F}\right)_{\min} = 0,92 + 0,01 \frac{\text{Kg de solvant}}{\text{Kg de charge}}$$

FIG n° 21: Schéma de
l'extracteur "extraction
à contre courant"



REMISE EN ROUTE DE L'APPAREIL

1 - DESCRIPTION DE L'APPAREIL (Fig 22)

1 à 10 : décanteurs

1' à 10' : mélangeurs

11 : réservoir phase légère

12 : réservoir supplémentaire

13 : réservoir phase lourde

14 : pompe d'alimentation en phase légère

15 : pompe d'alimentation supplémentaire

16 : pompe d'alimentation en phase lourde

17 à 19 : vannes d'arrêt

20 à 22 : vannes de réglage du débit

23 à 25 : débitmètres.

L'extracteur comprend dix étages, chacun d'eux est constitué d'une pompe mélangeuse métallique (fig 23) et d'un décanteur sous forme d'ampoule en verre (fig 24) de capacité 750ml; reliés par des raccords en plastique.

L'interface est ajustable au niveau de chaque décanteur à l'aide d'un piston en verre autonome.

Deux moteurs placés de part et d'autre de l'appareil, communiquent leurs mouvements de rotation aux pompes mélangeuses par système de courroies.

L'alimentation se fait à partir des réservoirs 11, 12 et 13 par des moteurs à une seule vitesse de rotation, mais les débits peuvent être réglés par les vannes 10, 21 et 22 et mesurés par les débitmètres 23, 24 et 25.

RE-MISE EN ROUTE DE L'APPAREIL

1 - DESCRIPTION DE L'APPAREIL (Fig 22)

- 1 à 10 : décanteurs
- 1' à 10' : mélangeurs
- 11 : réservoir phase légère
- 12 : réservoir supplémentaire
- 13 : réservoir phase lourde
- 14 : pompe d'alimentation en phase légère
- 15 : pompe d'alimentation supplémentaire
- 16 : pompe d'alimentation en phase lourde
- 17 à 19 : vannes d'arrêt
- 20 à 22 : vannes de réglage du débit
- 23 à 25 : débitmètres.

L'extracteur comporte dix étages, chacun d'eux est constitué d'une pompe mélangeuse métallique (fig 23) et d'un décanteur sous forme d'ampoule en verre (fig 24) de capacité 750ml; reliés par des raccords en plastique.

L'interface est ajustable au niveau de chaque décanteur à l'aide d'un piston en verre autonome.

Deux moteurs placés de part et d'autre de l'appareil, communiquent leurs mouvements de rotation aux pompes mélangeuses par système de courroies.

L'alimentation se fait à partir des réservoirs 11, 12 et 13 par des moteurs à une seule vitesse de rotation, mais les débits peuvent être réglés par les vannes 10, 21 et 22 et mesurés par les débitmètres 23, 24 et 25.

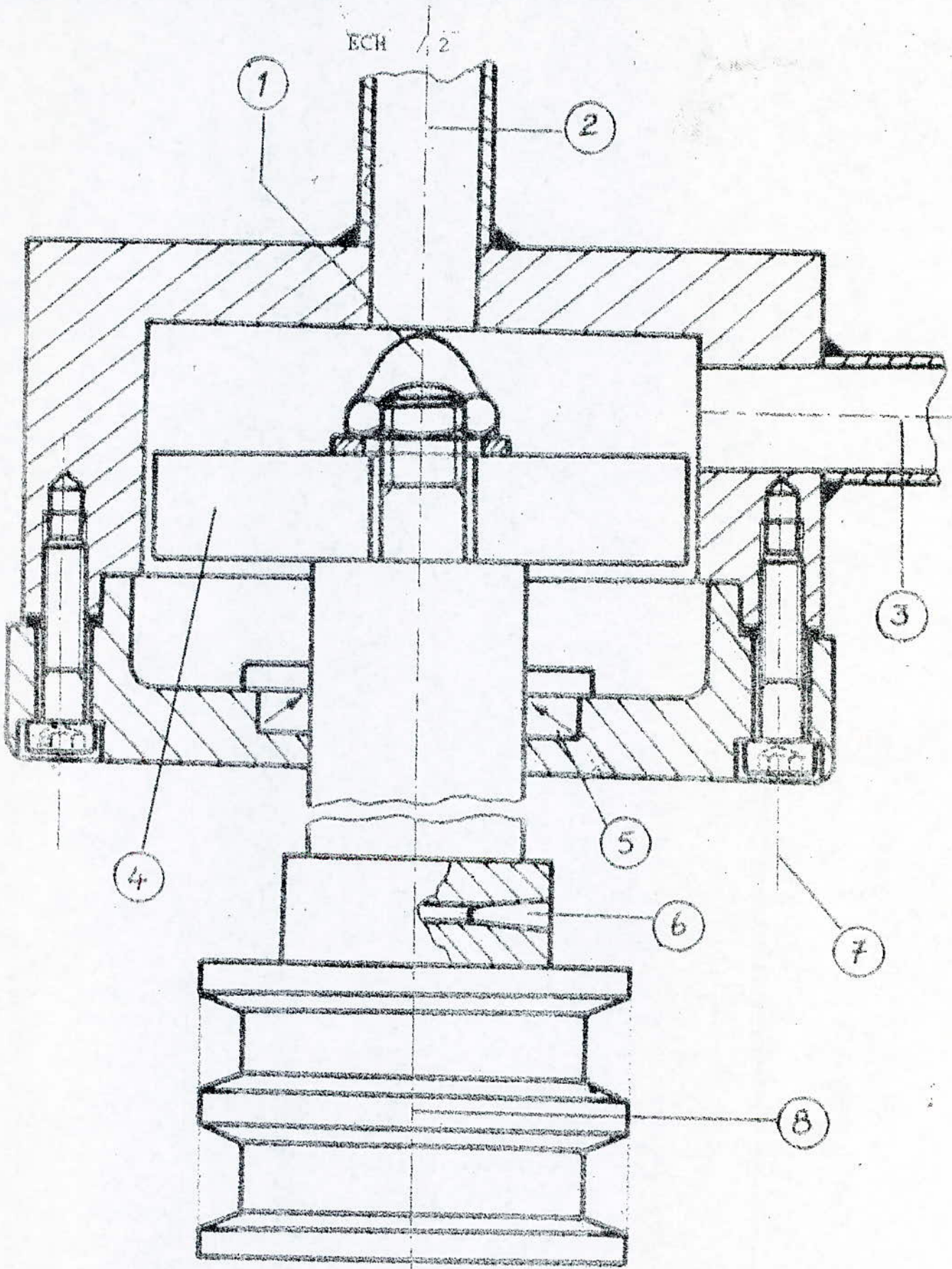


FIG n° 23

POMPE MELANGEUSE

Figure 23 : MELANGEUR

- 1- écrou
- 2- conduite d'aspiration
- 3- conduite de refoulement
- 4- roue à aubes
- 5- goupille de blocage de la poulie
- 5- joint d'étanchéité
- 7- quatre vis hexagonales creuses "CHC" de serrage
- 8- poulie

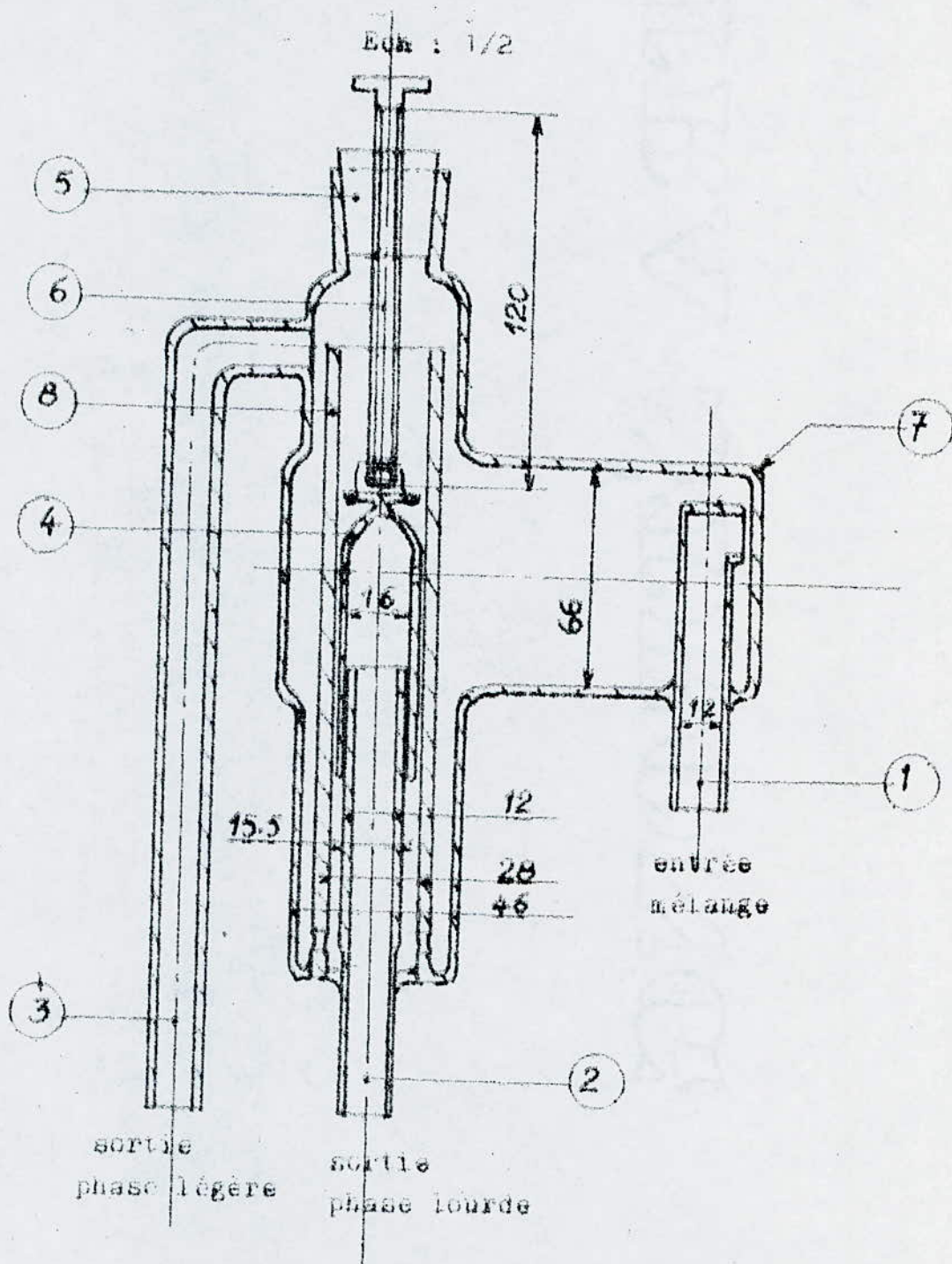


FIG n° 24

DECANTEUR

FIG 24 : DECANTEUR

- 1- Tube d'alimentation
- 2 - Sortie de la phase lourde
- 3 - Sortie de la phase légère
- 4 - Piston
- 5 - Bouchon
- 6 - Tige filetée
- 7 - Corps du décanteur
- 8 - Paroi de séparation des phases.

Les trois reservoirs parallelepipediques d'alimentation sont munis d'un doigt de gant pour la prise de temperature et d'un tube en verre indiquant le niveau du liquide(fig 25)

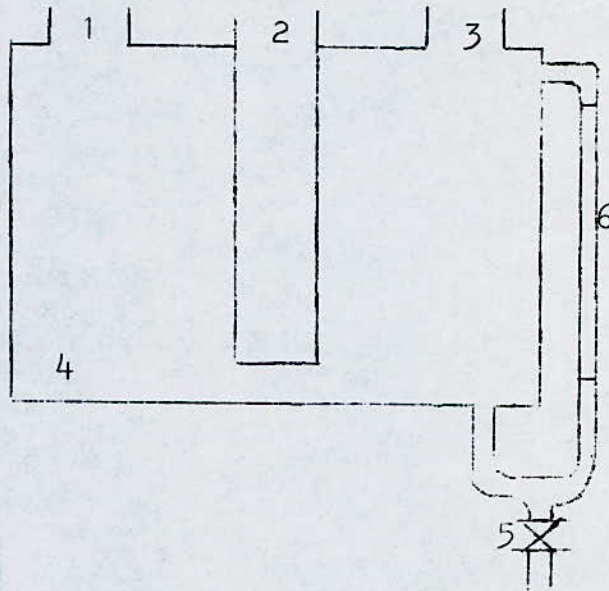


FIG 25:RESERVOIR D'ALIMENTATION

- 1 -ouverture de remplissage
- 2 -doigt de gant pour prise de temperature
- 3 -ouverture de trop plein
- 4 -corps du reservoir
- 5 -vanne de vidange
- 6 -tube en verre indiquant le niveau du liquide à l'interieur du reservoir

2 - REMISE EN ROUTE DE L'APPAREIL

La remise en route de l'appareil est une partie importante de notre travail qui consiste à :

- rapporter les éléments manquants
- déterminer la fonction de chaque élément de l'appareil
- déterminer un mode opératoire

a - Eléments rapportés :

Après la vidange et le nettoyage de l'appareil nous avons démonté et lavé les décanteurs que nous avons remonté ensuite en utilisant de nouveaux raccords (verre-métal)

Pour relier les conduites nous avons adapté de nouveaux debimètres et de nouvelles vannes.

L'étape suivante était le système électrique qui consistait en l'installation d'une prise d'alimentation en courant triphasé, la vérification du circuit électrique et le réglage des contracteurs thermiques de commande.

Une fois cette vérification faite, il fallait trouver un moyen d'entraînement des pompes mélangeuses, vu le manque de courroies (5 X 352 mm) de section trapezoidal.

En premier lieu nous avons utilisé du cordon en cuir agraffe par du fil de fer fin et résistant (corde à piano) mais ceci n'a pas tenu à cause des frottements des agrafes avec les poulies. Cette contrainte nous a conduit à utiliser des joints torriques élastiques de petite dimension (diamètres 5 mm, longueur 190 mm) de manière à ce qu'ils soient bien tendus afin d'éviter le problème de glissement du joint sur la poulie.

Ayant trouvé la solution pour l'entraînement des mélangeurs nous avons fait circuler de l'eau dans l'appareil pour détecter d'éventuelles fuites, effectivement les pompes mélangeuses présentaient des pertes parcequ. les joints d'étanchéité étaient usés.

b- Détermination du principe de fonctionnement

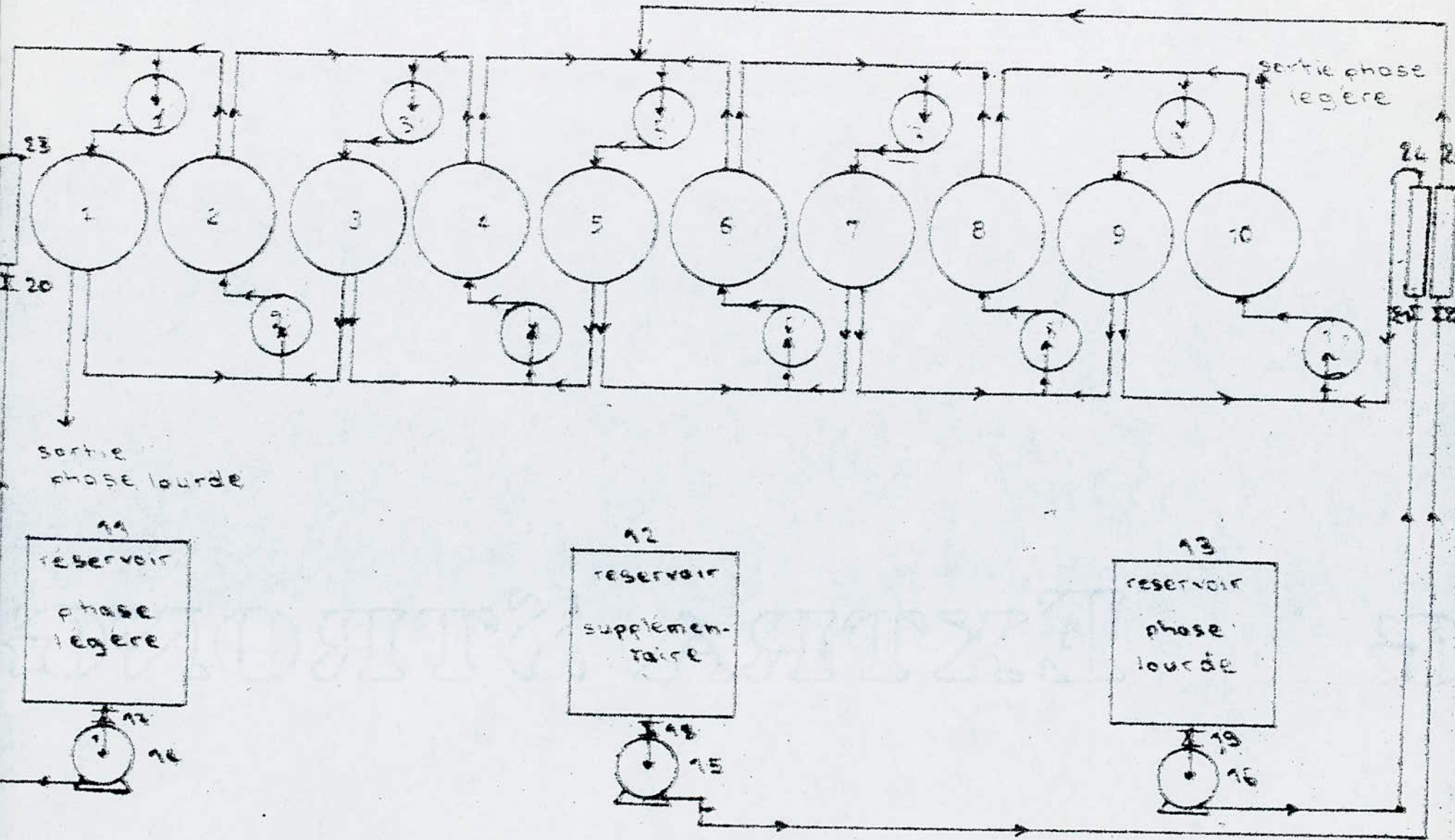
Pour trouver le sens d'écoulement des fluides représentés sur la figure 22, nous avons utilisé des solutions colorées .

Une fois les conduites d'aspiration et de refoulement des pompes mélangeuses étaient identifiées, il fallait déterminer la manière dont circule chaque phase à l'intérieur de l'appareil. Notre méthode était la suivante :

La sortie du mélangeur étant l'entrée du décanteur, nous avons démonté une ampoule que nous avons fixé sur un statif, puis nous avons rempli le décanteur d'un mélange d'eau colorée et de kérosène. En suivant l'évolution des phases à l'intérieur du décanteur, nous avons déterminé les sorties des phases lourde et légère, comme le montre la figure (24)

Le mélange des phases arrive par le tube 1, comportant une fente à son extrémité supérieure afin d'éviter les turbulences à l'intérieur du décanteur, sous l'effet de la gravité, la phase lourde va occuper la partie basse du décanteur, va pénétrer à l'intérieur de l'espace délimité par la paroi 3, vu que cette dernière est munie de deux trous situés dans sa partie inférieure. Les trous diamétralement opposés, percés dans le piston 4 permettent à cette phase de quitter le décanteur en passant par le tube 2

FIG. 10. Schéma de l'extracteur "extraction à contre courant"



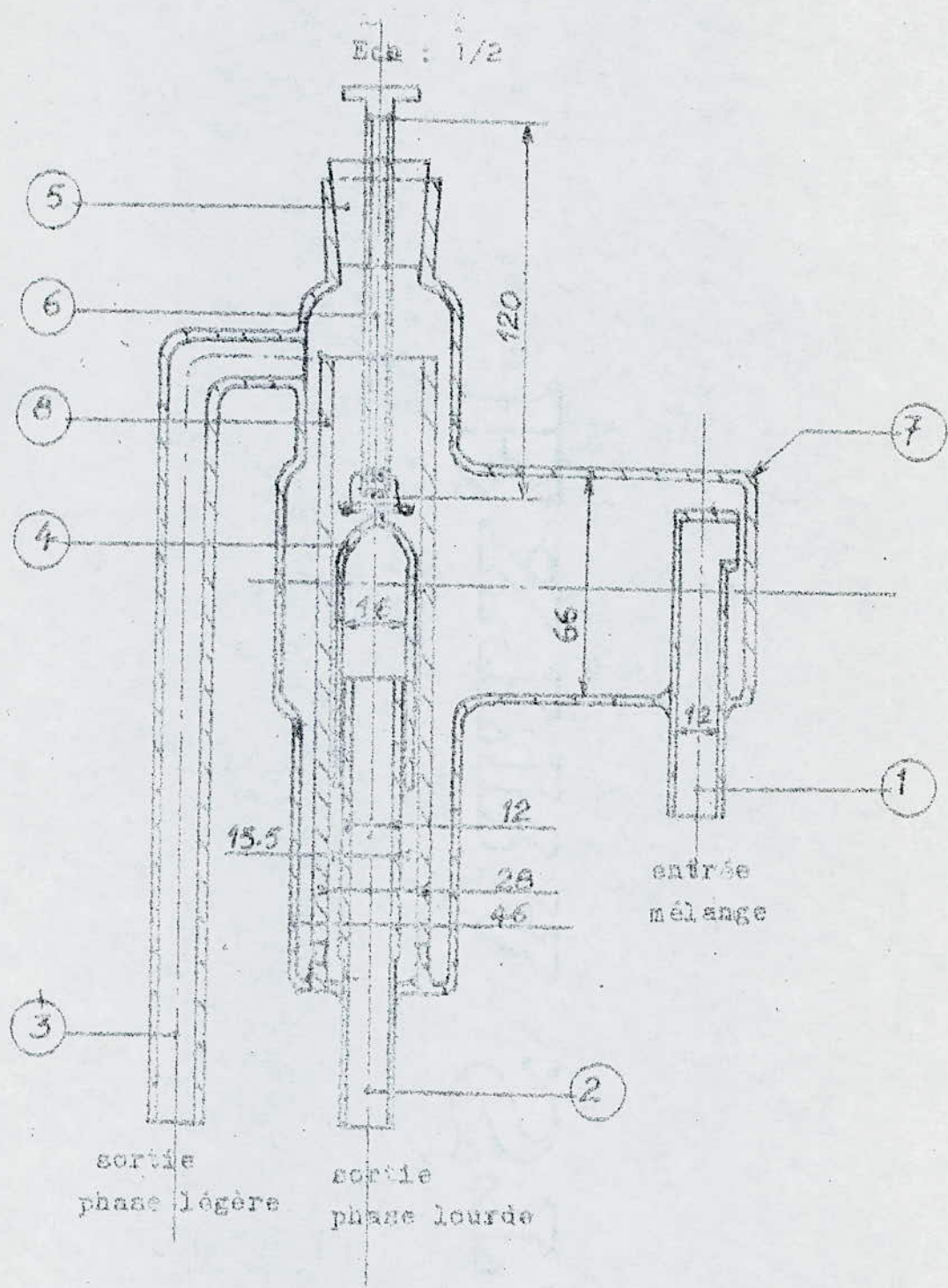


FIG n° 24

DECANTEUR

Tandis que la phase légère occupant la partie supérieure du décanteur sort directement par le tube 3.

Les sorties des deux phases sont situées aux extrémités supérieure et inférieure du décanteur de sorte que les liquides quittant ce dernier soient situés loin de la zone de transition (voisinage de l'interface).

Connaissant le chemin de chaque phase dans le décanteur nous avons pu identifier, les sorties des phases de l'appareil et les alimentations pour une extraction à contre courant, comme le montre la figure 22.

La charge et le solvant arrivant à . contre courant de part et d'autre de l'appareil sont mélangés puis décantés de la façon suivante :

soient trois étages consécutifs par exemple les étages 2, 3 et 4 de la figure 21.

La pompe mélangeuse 3' aspire la phase légère du décanteur 2 et la phase lourde du décanteur 4, les mélange et les refoule dans le décanteur 3

Une fois la décantation faite la phase lourde sortante de ce décanteur va alimenter le mélangeur 2 et la phase légère va alimenter le mélangeur 4 et ainsi de suite jusqu'au niveau d'étages extrêmes où l'on recueille l'extrait et le raffinat.

c- Mode opératoire

Pour faire une manipulation donnée sur cet extracteur nous procédons comme suit :

1- Remplissage des réservoirs:

Connaissant les sorties des phases lourde et légère ,et vu que nous voulons faire une extraction à contre courant , la phase lourde doit être introduite à l'étage extrême ou nous allons recueillir la phase légère et vis-versa.

2- Mise de l'appareil sous tension

Nous branchons la prise de courant triphasé, et nous mettons en position marche le bouton de commande. Chaque moteur est commandé par un contacteur thermique ce qui permet d'utiliser indépendamment chaque pompe d'alimentation ou chaque série de mélangeurs, (l'appareil comporte deux séries de cinq mélangeurs chacune, et chaque série est entraînée par un moteur et un système de courroies)

3- Remplissage de l'appareil

ayant choisi le taux de solvant ,c'est à dire le rapport phase lourde-phase légère et connaissant le volume du décanteur (750 ml), nous déterminons le volume de chaque phase ,et par conséquent le niveau de l'interface que nous marquons par un trait sur le décanteur.

A l'aide de la tige filetée 6 de la figure 24 nous plaçons le piston 4 dans sa position limite supérieure Nous actionnons la pompe d'alimentation en phase lourde et les pompes mélangeuses ; une fois que le liquide

dépasse le niveau que nous avons fixé dans le le premier décanteur , nous agissons sur la tige 6 de manière à faire descendre le piston 4 pour ramener le liquide juste au niveau fixé ; nous procédons ainsi jusqu'à ce que nous remplissions le dernier décanteur . A ce moment nous arrêtons la pompe d'alimentation en phase lourde et les pompes mélangeuses , puis nous remettons les pistons à leur position limite supérieure. Nous alimentons ensuite l'appareil en phase légère , et nous réglons la position des pistons , de sorte que l'interface dans chaque décanteur soit située au niveau que nous nous sommes fixé

4-Recupération des produits d'extraction

Une fois que l'interface est réglée dans tous les décanteurs ; nous alimentons l'appareil en phase lourde , nous actionnons immédiatement la commande des mélangeurs et nous commençons à recueillir instantanément de part et d'autre de l'appareil l'extrait et le raffinat

III - DETERMINATION DE L'EFFICACITE

Nous avons préparé une charge aqueuse à 25 % (masse) en éthanol , dont les caractéristiques sont:

$$n_d^{20} = 1,351$$

$$d_4^{20} = 0,964$$

que nous allons traiter par du trichloroéthylène dont les caractéristiques sont :

$$n_d^{20} = 1,477$$

$$d_4^{20} = 1,478$$

1-Choix des débits

Nous avons utilisé le même débit volumique de charge et de solvant ; qui vaut 3 litres/heure.

a-Calcul du taux de solvant

Soit D_F le debit volumique de la charge et soit D_S celui du solvant .

Soient d_S et d_F les densités respectives du solvant et de la charge . Et soient S et F les débits massiques respectifs du solvant et de la charge.

Alors le taux de solvant (S/F) s'écrit :

$$S/F = \frac{D_S d_S}{D_F d_F}$$

Application numérique

$$d_S = 1,478$$

$$d_F = 0,964$$

$$D_F = D_S \equiv 3 \text{ litres/heure}$$

$$\underline{\underline{S/F = 1,53}}$$

2-Determination de l'efficacité

Dans ce but nous avons réalisé une expérience dont le mode opératoire est décrit dans le paragraphe II 2 c de la partie expérimentale.

a- Résultats

En prélevant des échantillons d'extrait et de raffinat en fonction du temps, et en mesurant leurs indices de réfraction et leurs densités; nous avons obtenu les résultats suivants en utilisant les courbes d'étalonnage (fig 17 et fig 18)

t (min)	X_{AF}	X_A	Y_A
10	25	3,4	16,3
20	25	3,0	16,1
30	25	2,9	16,1
40	25	3,0	16,2
50	25	2,8	16,1
60	25	2,7	16,0
70	25	2,5	15,9
80	25	2,5	15,8
90	25	2,4	15,9
100	25	2,5	15,9

Tableau n°3: Determination de l'efficacité

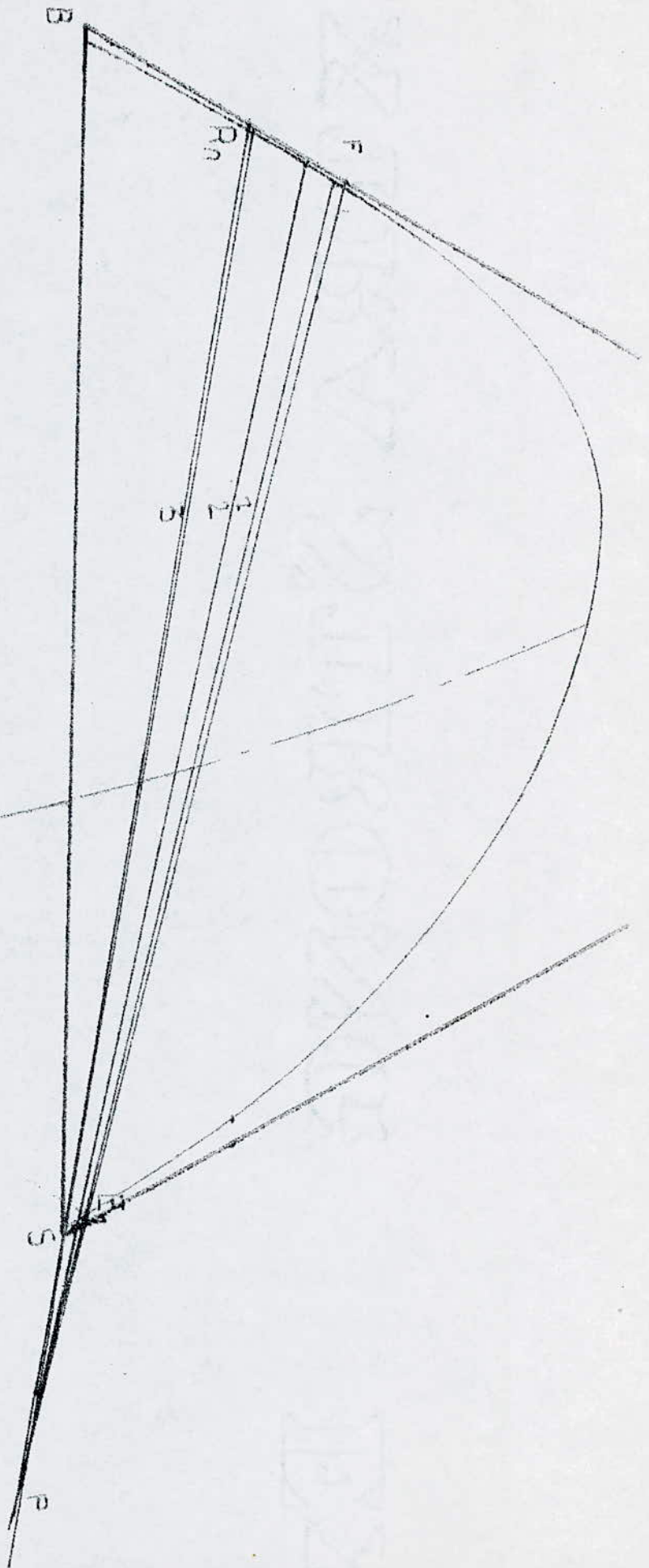


FIG 1961s : DETERMINATION
DU NOMBRE D'ETAGES
IDEAUX

b-Determination de l'efficacité

Ces resultats nous permettent d'estimer le temps t_0 necessaire pour atteindre l'equilibre ou le regime permanent et les compositions de l'extrait X_1 et du raffinat Y_n , aux sorties de l'appareil.

$$t_0 = 80 \text{ min}$$

$$X_1 = 2,5\% \text{ (masse)}$$

$$Y_n = 15,9\% \text{ (masse)}$$

Connaissant X_1 , Y_n et en utilisant le diagramme ternaire avec la courbe de correlation (fig 19), nous determinons le nombre d'étages idéaux n_i de notre cascade (fig 19 bis)

$$n_i = 3$$

L'efficacité E_0 de l'extracteur s'ecrit :

$$E_0 = \frac{n_i}{n_r}$$

où n_r represente le nombre d'étages réels et qui dans notre cas vaut 5

$$n_r = 5$$

Ces valeurs nous permettent d'estimer l'efficacité de notre appareil pour les conditions operatoires déjà mentionnées.

$$E_0 = 3/5 = 0,6$$

conclusion : Ces valeurs ne sont pas conformes avec celles données par la bibliographie qui prevoit une efficacité supérieure à 0,9 pour ce type d'extracteurs. Nous expliquons cette difference par le fait que nos échantillons contenaient non seulement les trois constituants du systeme ternaire mais aussi des composants du

plastique ,formant les raccords verre-métal ,qui a été attaqué par le trichloroéthylène . En effet deux jours après la manipulation nous nous sommes aperçu de la formation d'un précipité à l'interieur des décanteurs ,resultat de cette attaque .

3- Resolution du probleme d'alterabilité des raccords

Pour remedier à ce probleme nous avons pensé à plusieurs solutions.

La premiere était d'utiliser des raccords en plastique fluoré , mais cette matiere s'est avérée non disponible sur le marché.

La seconde était de raccorder les conduites en verre aux conduites métalliques , en réalisant des emboitements côniques .

Cette solution presente aussi des inconvenients , non seulement par sa réalisation qui reste difficile , mais aussi par la naissance de tensions sur le verre qui auraient entraîné des cassures au niveau des décanteurs.

Les figures 26 et 27 schématisent ces deux solutions.

Finalement nous avons opté pour une dernière solution en utilisant un ruban en teflon recouvert par un joint en plastique ; ce qui assure simultanément l'étanchéité,et l'inaltérabilité du joint

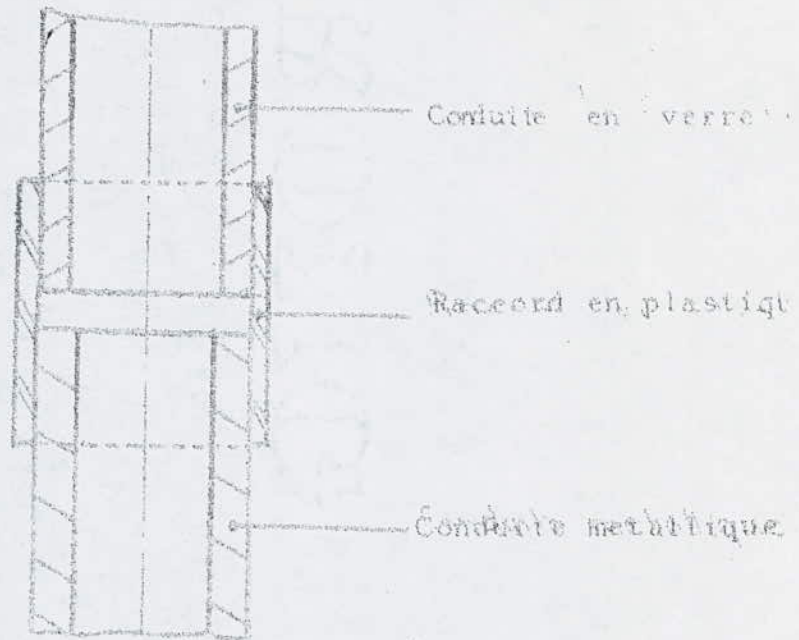


FIG n° 26 LIAISON VERRE-MÉTAL
PAR UN RACCORD EN PLASTIQUE

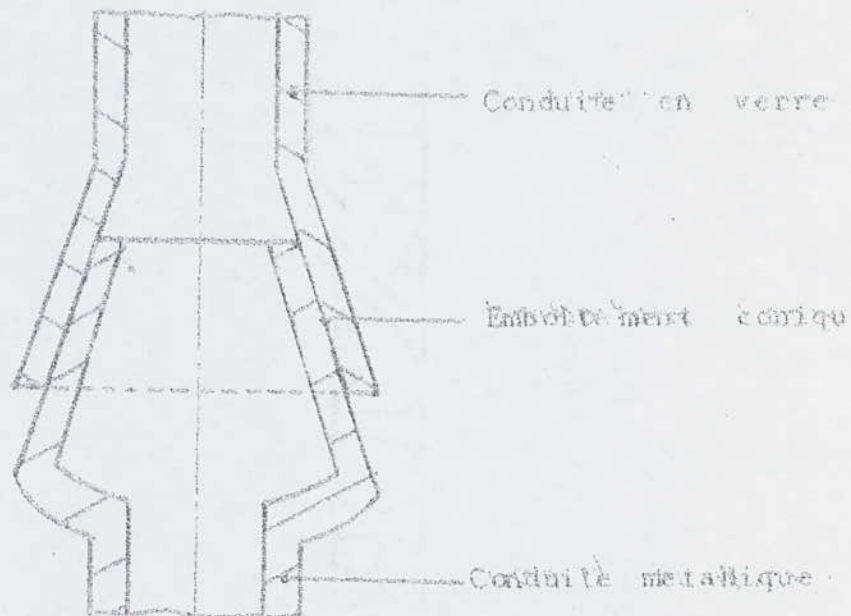


FIG n° 27 LIAISON VERRE-MÉTAL
EMBOÏTEMENT CONIQUE

CONCLUSION

Notre travail consistait à remettre en état un extracteur liquide-liquide , et à étudier son fonctionnement . Malgré l'absence d'une documentation spécifique et le manque de renseignements sur le modèle peu courant de cet extracteur , nous avons pu , apres maintes difficultés , le remettre en marche en réalisant ou en remplaçant les pièces manquantes . Nous avons proposé un mode opératoire d'extraction liquide-liquide à contre courant . A cet effet , nous avons remarqué que sur la figure 22, la pompe 15, le réservoir 12 et le débitmètre 25 ne jouent aucun rôle dans ce type d'extraction. Ceci nous a conduit à penser que l'appareil peut fonctionner selon un principe autre que celui de l'extractin à contre courant.

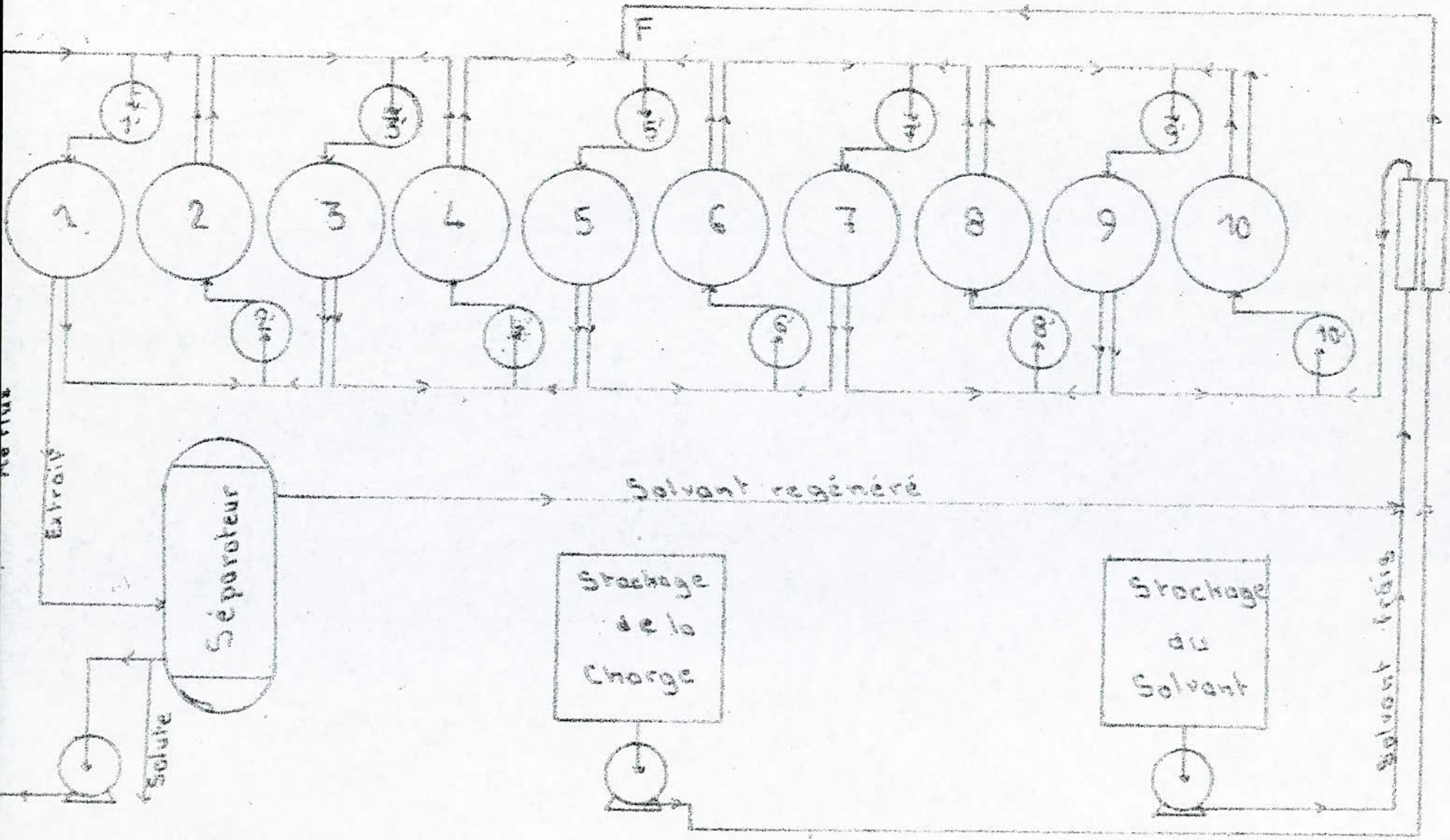
Effectivement l'étude de l'installation des conduites et la manière dont sont placés les trois réservoirs , nous ont permis de conclure que l'appareil peut réaliser une extraction avec reflux , pourvu que nous installons un système de séparation entre la sortie du décanteur 1 et le réservoir 11 (fig 22)

La figure 28 schématise le fonctionnement de l'appareil en extraction avec reflux.

Il reste à présent à déterminer les conditions optimales de

SCHEMA DE PRINCIPE

"Extraction avec reflux"



fonctionnement en utilisant le ternaire choisi , étant donné que nous avons résolu le problème des raccords qui étaient attaqués par le trichloroéthylène . Ceci peut faire l'objet d'un travail de projet de fin d'études pour le prochain semestre.

BIBLIOGRAPHIE

1 - WUITHIER (P)

Le PETROLE : RAFFINAGE ET GENIE CHIMIQUE
T. I P. 567 - 583

TECHNIP PARIS 1972 (3e edd)

2 - PERRY (RH) - CHILTON (CH)

Chemical Engineers' Handbook
P . 15.2 - 15.6

MAC GRAW HILL NEW YORK (1973 - 5e edd)

3 - COLBURN a- PHILIPS

Trans Am Inst Chem Engrs

40 - 333 (1944)

4 WUITHIER (P)

Le PETROLE : Raffinage et genie chimique
T.II P: 1257 - 1262

Technip Paris 1972 (3e edd)

5 - TREY BAL (R.E)

Masse transfer opérations

P410- 415

Mac Graw Hill New York 1968 (2nd edd)

6 - SHERWOOD (T) PIGFORD (R)

Absorption and extraction

Mac Graw HILL New York 1962 (2nd edd)

7 - VIDAL (J)

Thermodynamique : methodes appliquées au genie chimique

T.II

Technip paris (1974)

8 - AGER (D.W) - DEMENT (E.R)

Proceedings international symposium

" solvent extraction in metallurgical processes) P.27

Technologisch institut K VIV

Antwerp 1972

9 - WARWICK G C I

Proceedings international solvent extraction
conference ISEC 71

Vol 2 P 1373

(society of chemical industry London 1971)

10 - MIZRAHI (J)

Proceedings international solvent extraction conference
ISEC 74

Vol 1 P 141

Society of chemical industry

LONDON 1974

11 - MATTILA (T.K)

Proceedings international solvent extraction conférence

Vol 1 P169

Society of chemical industry London 1974

12 - STONER (H.E.) - WOJLER (F)

I Chem E Symposium
series n° 42 Paper 14
Institut of chemical engineering
London 1974

13 - ROWDEN (C.A)

Proceedings international solvent
Extraction conférence ISEC 74
Vol 1 P 81
Sociéty of chemical industriy
London 1974

14 - MIACHON (J.P)

La technique moderne
Mars / Avril 1971

15 - BAILES (P.J) - HANSON (C) et HUGHES (M.A)

Liquid-liquid extraction
Process and Equipment
Chemical Engineering
Janvier 1976

STANDARD

INTERNATIONAL