

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Génie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

<p>SUJET</p> <p>EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE</p>

Proposé par :
J. AMANOWICZ

Etudié par :
A.K IBOUZAZA

Dirigé par :
J. AMANOWICZ



PROMOTION : JAN 84

DEDICACE

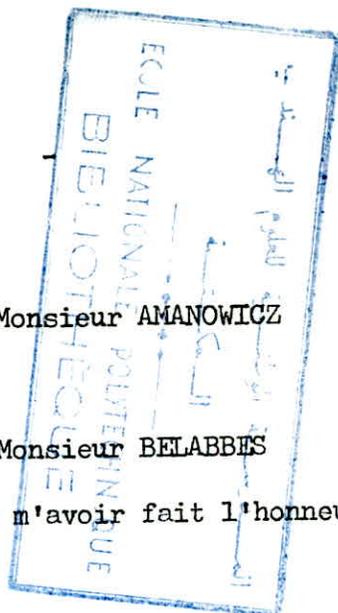
A celle qui fut ma mère
Que Dieu bénisse son âme.

R E M E R C I E M E N T S

Je voudrais tout d'abord remercier Monsieur AMANOWICZ pour son aide et ses précieux conseils. Mes sincères remerciements vont aussi à Monsieur BELABBES pour son aide en chromatographie et pour m'avoir fait l'honneur de juger mon travail.

Que Mesdemoiselles ALIA, BENSMALLI et Monsieur GALLINARI soient remercier pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'accepter de juger ce modeste travail.

Je voudrais, pour terminer, exprimer ma profonde gratitude à Mademoiselle ABSI et Monsieur BOUAMOUD pour leur aide matérielle et leur serviabilité.



MEMBRES D U J U R Y

PRESIDENTE : Mademoiselle K.ALIA , Maître de conférence à l'ENP

EXAMINATEURS :

- Mademoiselle A. BENSMALI, Maître assistante à l'ENP
- Monsieur R.BELABBES, Professeur à l'ENP
- Monsieur J.AMANOWICZ , Professeur à l'ENP
- Monsieur F.GALLINARI, Maître assistant à l'ENP.

RESUME : EXTRACTION LIQUIDE - LIQUIDE

Nous avons cherché à déterminer les performances de la colonne d'extraction E.I.V.S. en étudiant le système trichloroéthylène - éthanol - eau, en particulier en fonction du débit de solvant. L'augmentation de ce dernier provoque une légère diminution de l'efficacité de la colonne. Pour déterminer les compositions des produits, on a utilisé la densimétrie, la réfractométrie et la chromatographie. Nous avons trouvé que la densimétrie et la chromatographie étaient les meilleures méthodes d'analyse respectivement du raffinat et de l'extrait. Nous avons proposé les suggestions concernant l'améliorations du fonctionnement de la colonne ainsi que celle des méthodes d'analyse.

SUMMARY , Liquid Extraction

We have tried to determine the capacity of the E.I.V.S extraction column, by studying the trichloroethylen - ethanol - water system, especially on a function of the water flow. The increasing of solvent flow give us a lower performances of the column. For the détermination of the products compositions, we have used density and refractive index measurements and gas-phase chromatography. We have found that the density measurement and chromatography are the best methods for analyse respectively the raffinate and the extract to improve the column opération and analytical methods. We have proposed some suggestions

ملخص

حاولنا في هذه الدراسة أن نحدد تجلية عمود الاستخراج EIVS بدراسة الجملة

الكلورواتيلان الثلاثي - الاثنول الماء بالنسبة لتصميم معدل تتصرف الماء .
فان تزايد هذا الاخير يستلزم انخفاض قليل في فعالية العمود ولتحديد مقاييس
المحاليل استعملنا الكثافة ودليل الانكسار والكروماتوغرافية كطريقة للتحليل وأخيرا
قدما اقتراحات لتحسين سير العمود .

S O M M A I R E -

A. INTRODUCTION

B. PARTIE THEORIQUE

I. La diffusion moléculaire ✓

II. Les coefficients de transfert de matière ✓

III. Le transfert de matière à l'interface ✓

IV. Caractérisation d'un système ternaire ✓

1. Représentation triangulaire

2. Isotherme de miscibilité ✓

3. Cordes d'équilibres - point critique ✓

4. Point mélange - Règle du levier. ✓

V. Extraction à contre courant.

1. Paramètres caractérisant une extraction

1.1 Nombre de plateaux théoriques

1.2. Nombre d'unités de transfert.

2. Détermination des paramètres par le pôle opératoire

3. Détermination des paramètres par la courbe opératoire.

VI. Les méthodes d'analyses.

1. La densimétrie

2. La réfractométrie

3. La chromatographie en phase gazeuse

C. PARTIE EXPERIMENTALE

I. Schéma et description de l'installation

II. Etalonnage des pompes doseuses

III. Caractérisation du ternaire

1. Caractéristiques de chaque constituants

2. Courbe de miscibilité

3. Détermination du point critique par interpolation

IV. Analyse quantitative

1. Etalonnage densimétrique

2. Etalonnage réfractométrique

3. Etalonnage chromatographique.

V. Traitement détaillé d'une extraction. a contre - courant.

1. Détermination du N_{pt} par laméthode du pôle opératoire
2. Détermination du N_{pt} par la droite opératoire
3. Détermination du $N U T$

VI. Influence du débit de solvant

VII. Proposition de Travaux Pratiques.

D. CONCLUSION.

INTRODUCTION

L'extraction liquide-liquide, ou extraction par solvant, est une opération unitaire du génie chimique.

Dans ce cas le processus de séparation, du mélange, est basé sur la différence de solubilité du soluté entre deux phases liquides. Le liquide additionné au mélange est appelé solvant.

Il est clair que l'extraction, qui est une méthode indirecte, ne doit être utilisée que dans les cas où les méthodes directes sont inadéquates.

Toutefois cela lui laisse un large domaine d'utilisation. L'extraction par solvant est généralement indispensable quand :

- Les substances à séparer sont sensibles à la température telles que les antibiotiques.
- Le mélange initial forme un azéotrope et que par conséquent on ne peut pas obtenir la pureté désirée.
- La séparation exige une chaleur de vaporisation élevée, ou bien un vide poussé tel que le coût du procédé soit exorbitant.
- Le mélange est constitué de corps dont la température d'ébullition est très proche.

On utilise certaines caractéristiques, dans la pratique, pour pouvoir comparer les différentes extractions et sélectionner les plus rentables.

Ces caractéristiques sont, entre autres, le nombre de plateaux théoriques et le nombre d'unités de transfert.

Le but de notre travail est d'étudier les caractéristiques de notre colonne en faisant varier certains paramètres expérimentaux.

L'expérience a consisté en l'extraction de l'éthanol dissous dans le trichloroéthylène en utilisant comme solvant l'eau.

PARTIE THEORIQUE

PARTIE THEORIQUE

I - LA DIFFUSION MOLECULAIRE

La diffusion moléculaire concerne le déplacement des particules sous le seul effet de l'énergie interne du système. Ce mouvement est limité par les collisions qui ont lieu entre les molécules.

Pour décrire quantitativement le phénomène de diffusion, supposons une solution contenant deux constituants A et B à concentrations non uniformes.

Les deux constituants vont diffuser pour conduire à l'uniformité.

D'après la première Loi de FICK on a :

$$J_A = - D_{AB} \frac{\partial C_A}{\partial z} \quad (1)$$

où J_A = flux molaire de A (mole/m².s)

D_{AB} = coefficient de diffusion (m²/s)

$\frac{\partial C_A}{\partial z}$ = gradient de concentration suivant une direction z (mole/m³.m).

J_A est le flux molaire du constituant A à travers une surface perpendiculaire à l'écoulement et qui se déplace avec une vitesse égale à la vitesse moyenne du milieu.

On peut définir un autre flux N_A du constituant A à travers une surface fixe.

$$N_A = - D_{AB} \frac{\partial C_A}{\partial z} + C_A (\bar{v}_A N_A + \bar{v}_B N_B) \quad (2)$$

où \bar{v}_i est le volume molaire du constituant i .

.../...

Une autre expression de l'équation (2) est :

$$N_A = - D_{AB} \frac{\partial CA}{\partial z} + (N_A + N_B) \frac{CA}{\theta} \quad (3)$$

Remarque : Les valeurs du coefficient de diffusion peuvent être déterminées soit expérimentalement, soit à l'aide de corrélations empiriques.

II - LES COEFFICIENTS DE TRANSFERT DE MATIERE

La résolution des différentes équations de diffusion s'avère le plus souvent complexe, si ce n'est impossible, quand le transfert de matière a lieu entre les fluides en mouvement turbulent. Pour cette raison, il est commode de définir des coefficients qui relient le flux de matière à la différence de concentration.

Pour un transfert de matière entre un fluide et l'interface, le flux de matière peut être défini :

$$N_A = k_y (Y_{AE} - Y_{Ai}) \quad (4) \text{ ou bien } N_A = k_x (x_{AR} - x_{Ai}) \quad (5)$$

où Y_{Ai} est la composition de A à l'interface

Y_{AE} est la composition de A dans la phase liquide.

$(Y_{AE} - Y_{Ai})$ est appelée la force motrice de transfert.

k_y est le coefficient local de transfert de matière. Pour certains cas idéaux, il est possible de déterminer les coefficients de transfert de matière à l'aide de théories simples telles que le modèle du film et la théorie de la pénétration et de la surface renouvelée.

Pour d'autres cas plus complexes, les coefficients transfert de matière sont obtenus expérimentalement avec l'aide des nombres adimensionnels.

On remarquera que les valeurs du coefficient de transfert de matière dépendent de la manière avec laquelle on définit la concentration.

.../...

III - LE TRANSFERT DE MATIERE A L'INTERFACE

Jusqu'à présent nous avons considéré le mouvement des particules à l'intérieur d'une seule phase.

Maintenant nous allons considérer le passage d'un constituant A d'une phase R vers une phase E.

Selon la théorie (voir fig 1 p. 4 bis), à l'interface les concentrations de A dans R et E sont à l'équilibre et par conséquent il n'y a pas de résistance au transfert. Les seules résistances se trouvent dans les phases R et E.

Le flux de matière de la phase R vers la phase E s'exprime par :

$$N_A = K_x (x_{AR} - x_A^*) \quad (6)$$

ou bien

$$N_A = K_y (Y_{AE} - Y_A^*) \quad (7)$$

Où l'équation (6) indique le flux exprimé comme dans la phase R. Tandis que l'équation (7) représente le flux exprimé comme dans la phase E.

K_x et K_y sont les coefficients globaux de transfert de matière.

x_{AR} est la fraction molaire de A dans R.

x_A^* est la fraction molaire de A d'une phase fictive qui serait en équilibre avec Y_{AE} .

$(x_{AR} - x_A^*)$ est la force motrice globale.

Relation entre les coefficients globaux et locaux

Si on a $y^* = nx$ et $x^* = \frac{y}{n}$

On en déduit des équations (4), (5), (6) et (7) que :

$$K_x = \frac{1}{\frac{1}{nk_y} + \frac{1}{k_x}} \quad \text{et} \quad K_y = \frac{1}{\frac{1}{k_y} + \frac{n}{k_x}} \quad (8)$$

.../...

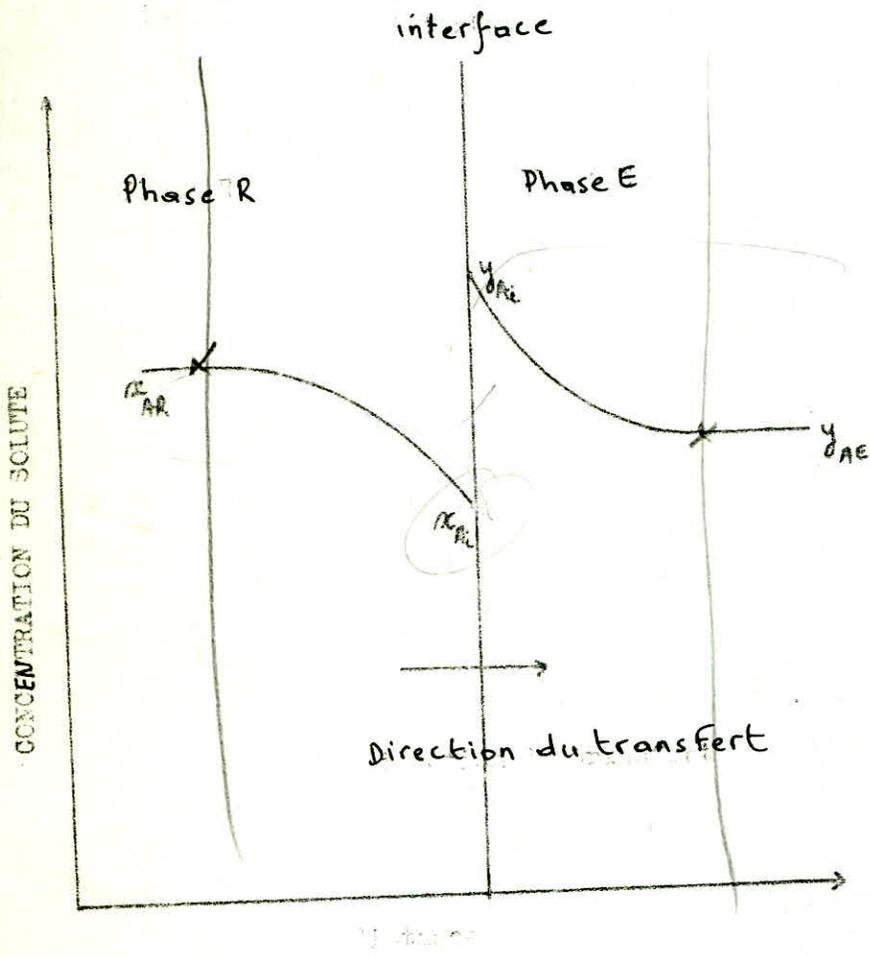


FIG 1 : DISTRIBUTION DES CONCENTRATIONS POUR LA THEORIE DE LA DOUBLE RESISTANCE.

IV - CARACTERISATION D'UN SYSTEME TERNAIRE

Les procédés d'extraction liquide-liquide font appel à des systèmes ternaires du type A,B,C.

A étant le soluté à extraire

B le diluant qui contient A

C est le solvant extractif

1 - Représentation triangulaire (diagramme de GIBBS)

Cette représentation est basée sur une propriété du triangle équilatéral. La somme des distances d'un point à l'intérieur aux cotés opposés est égale à la hauteur. Si on prend la hauteur comme étant égale à 100%, on pourra représenter n'importe quel point du ternaire.

Pour les systèmes en équilibre, on peut les représenter en coordonnées rectangulaires. L'abscisse est donnée par la fraction de A dans B et l'ordonnée représente la fraction de A dans C.

2 - Isotherme de miscibilité

Les isothermes de miscibilité permettent de visualiser le comportement du système à une température et une composition données.

A "l'intérieur" de l'isotherme le système est biphasique alors qu'à l'extérieur le système est monophasique (voir fig 2B p. 5 bis)

L'isotherme quant à elle représente la limite de miscibilité du système.

3 - Cordes d'équilibre - point critique

Les cordes d'équilibre jouent un rôle important pour le traitement d'une extraction. Elles permettent de déduire les compositions de chaque phase d'un mélange donné à l'équilibre.

En coordonnées rectangulaires, la courbe d'équilibre a le même rôle que lors d'un procédé de distillation ou d'absorption.

.../...

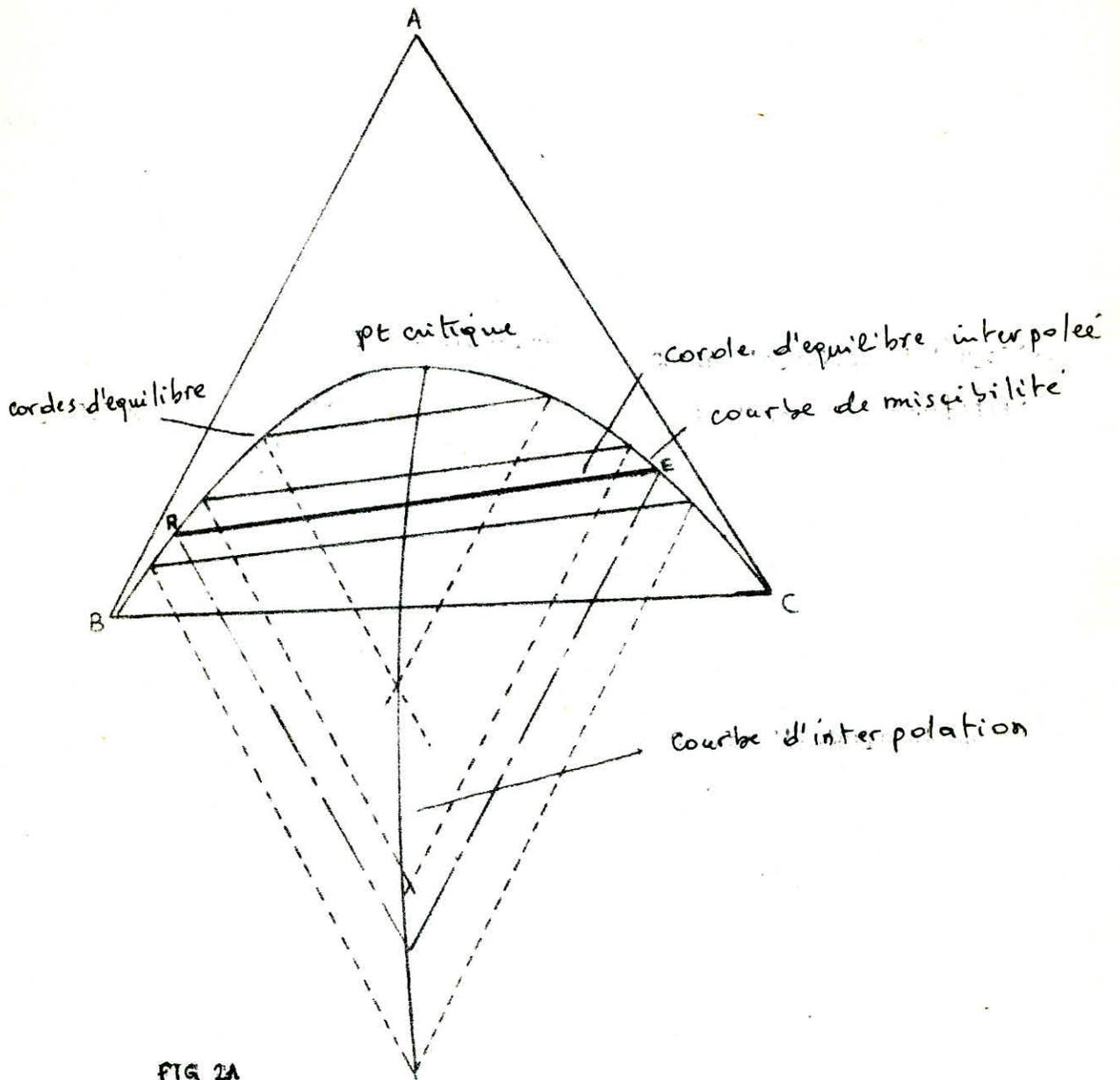


FIG 2A

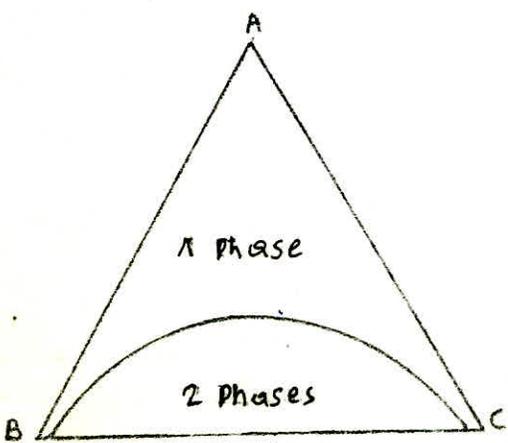


FIG 2B

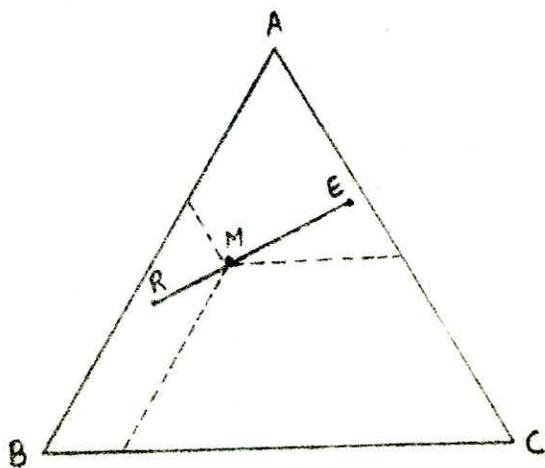


FIG 2C

Le point critique est un point de la courbe de miscibilité qui donnerait la même composition en A dans chaque phase.

Le point critique a la même rôle qu'un azéotrope pour un système liquide-vapeur.

- voir fig 2 A pour la détermination des cordes d'équilibre grâce à la courbe d'interpolation.

La courbe d'interpolation étant tracée connaissant certaines valeurs de l'équilibre.

4 - Point mélange - règle du levier

Si on mélange deux solutions R et E, le point mélange M représentant ces deux solutions sera situé sur la droite RE.

La position exacte du point M est donnée par la règle du levier. C'est à dire que M est tel que :

$$R \cdot \overline{EM} = E \cdot \overline{RM}$$

- voir fig 2 C p. 5 bis

V - EXTRACTION A CONTRE COURANT

Il existe plusieurs manières de mettre en contact la charge (A + B) avec le solvant C.

Nous nous bornerons dans ce cas à l'extraction à contre-courant.

Pour ce type d'extraction, la charge et le solvant sont introduits aux deux extrémités de l'installation et circulent en sens inverses.

Pour les colonnes d'extraction, on introduit la charge lourde par le sommet de la colonne tandis que la charge légère est introduite par le bas.

.../...

1 - Paramètres caractérisant une extraction

Ces paramètres servent à juger de l'efficacité d'une extraction et aussi pour le calcul (design) des colonnes d'extraction.

1.1 - Le nombre de plateaux théoriques (Npt)

Un étage théorique est défini comme un endroit de la colonne où les deux phases sont en équilibre. Ce qui nécessiterait un mélange parfait et un temps infini.

Toutefois la connaissance du Npt permet de dimensionner une colonne d'extraction à plateaux réels.

On relie généralement au Npt, une autre notion qui est la hauteur équivalente à un plateau théorique (HEPT) pour le cas des colonnes à garnissage ou vides. Plus la HEPT est petite, plus l'extraction est bonne.

Nous verrons plus loin, les méthodes pour la détermination du Npt et de la HEPT pour une extraction à contre-courant.

On remarquera que la hauteur de la colonne $H = Npt \times HEPT$.

1.2 - Le nombre d'unités de transfert (NUT)

Supposons que la résistance au transfert se trouve dans la phase R. Pour une hauteur dh le long de la colonne (voir fig 3 p; ~~7~~ bis) on a le bilan de matière :

$$- L' dx = Kx (X^* - X) a.s.dh \quad (9)$$

où a = surface spécifique (m^2 / m^3)

s = section de la colonne

L' = débit de R.

$$(9) \quad dh = \frac{- L'}{Kx.a.s} \frac{dX}{X^* - X} \quad (10)$$

d'où la hauteur totale de la colonne

$$H = \int_0^H dh = \frac{L'/S}{Kx.a} \int_{X_2}^{X_1} \frac{dX}{X^* - X} \quad (11)$$

.../...

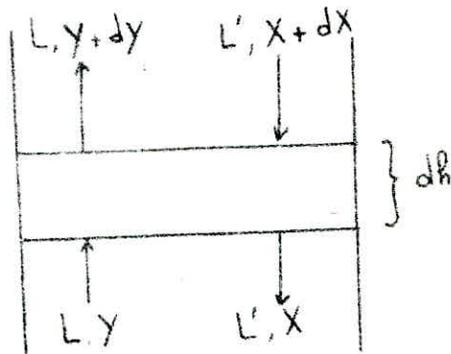


FIG. 3: $L'dx$ est la quantité qui passe de la phase R vers la phase E

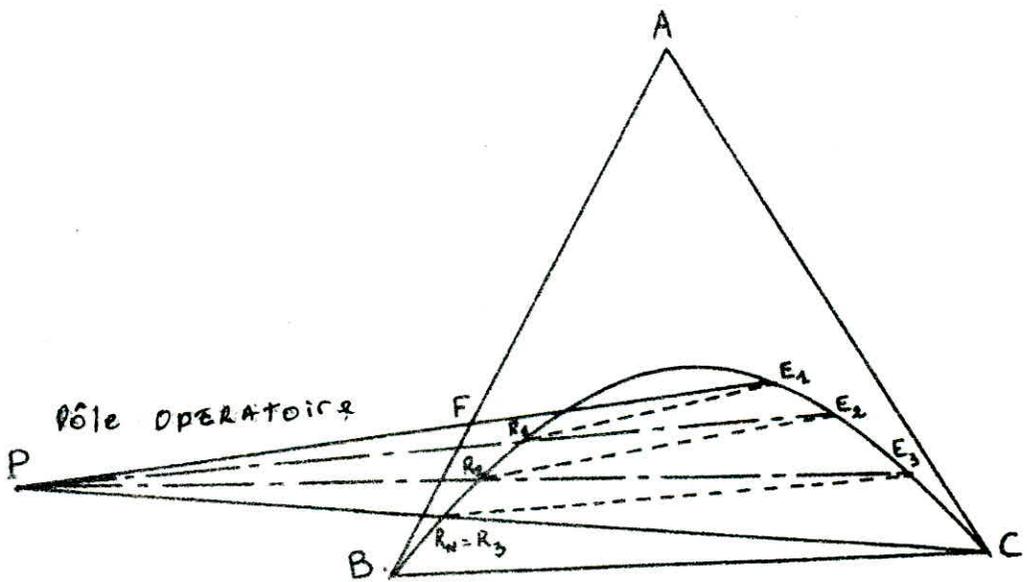


FIG. 4 : Détermination de N_{pt} par la méthode du pôle opératoire.
(dans ce cas on trouve 3 étages théoriques).

$$\text{On note NUT} = \int_{K_1}^{K_2} \frac{dX}{K^* - X} \quad (12)$$

$$\text{HUT} = \frac{L'/S}{Kx. a} \quad (13)$$

(Kx. a) étant appelé le coefficient volumique de transfert de matière.
 La hauteur de la colonne H = NUT HUT (14)

Si la résistance au transfert se trouvait dans la phase E, on aurait pu définir NUT et HUT par rapport à cette phase.

Remarque : Le NUT est déterminé généralement par intégration graphique ou numérique. Toutefois si la courbe d'équilibre peut être assimilée à une fonction mathématique continue et intégrable (par exemple une droite pour les solutions diluées), l'intégration peut être faite analytiquement.

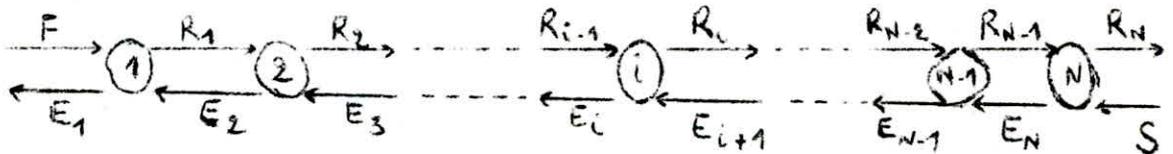
2 - Détermination des paramètres par le pôle opératoire

On entend, dans ce cas, par paramètres uniquement le Npt et le NUT.

La HUT et la HEPT ne peuvent être déterminées directement que grâce à des corrélations empiriques qui tiennent compte des caractéristiques des liquides et de l'écoulement.

2.1. Le pôle opératoire

Soit la cascade à contre-courant représentée ci-dessus où C est le solvant et F un mélange de A et B.



$$\text{Bilan du premier étage : } F + E_2 = R_1 + E_1 \Rightarrow F - E_1 = R_1 - E_2$$

$$\text{Bilan des deux étages : } F + E_3 = R_2 + E_1 \Rightarrow F - E_1 = R_2 - E_3$$

$$\text{Pour } i \text{ étages on a : } F - E_1 = R_i - E_i + 1$$

$$\text{Soit } P = F - E_1 \Rightarrow F = P + E_1$$

Donc F est constituée d'une solution fictive P et de E₁

donc le point P se trouve sur la droite FE₁

.../...

D'autre part, en faisant le bilan pour toute la cascade on a :

$$F + C = E_1 + R_M \Rightarrow F - E_1 = P = R_M - C$$
$$R_M = P + C$$

Donc R_M est un mélange de C et d'une solution fictive P. Par conséquent le point P se trouve sur la droite $R_M C$.

Donc le pôle opératoire P se trouve à l'intersection des droites FE_1 et $R_M C$ (voir fig 4 p. 17 bis)

Remarque :-Les compositions R_1 et E_1 sont reliées par les cordes d'équilibre.

-Les compositions R_1 et E_{i+1} sont reliées par le rayon opératoire qui passe par P et R_1 . (voir fig.4 p. 17 bis)

2.2. Nombre de plateaux théoriques

En faisant une construction graphique comme sur la fig. 4, le nombre de plateaux théoriques est donné par le nombre de cordes d'équilibre. La construction se fait plateau par plateau jusqu'à atteindre la composition du raffinat à la sortie.

2.3. Détermination de NUT

En ayant différentes valeurs de R_1 et E_{i+1} , on trace une courbe opératoire donnant les compositions de A dans chaque phase.

En ayant aussi la courbe d'équilibre, on trace la courbe

$$\frac{1}{X^* - X} = f(X)$$

On calcule l'aire de la courbe $f(X)$ comprise entre les valeurs X_1 et X_2 .

On a ainsi le NUT. On en déduit $NUT = \frac{H}{NUT}$

3 - Détermination des paramètres par la courbe opératoire

La courbe opératoire est déterminée point par point comme en 2-3 grâce au pôle opératoire.

.../...

3.1. Nombre de plateaux théoriques

Ayant les courbes d'équilibre et opératoire, on détermine le nombre de plateaux théoriques par la méthode graphique de McCabe et Thiele (voir fig. 6 p. 10 bis). Le Npt est donné par le nombre de triangle tracés.

3.2. Détermination du NUT

De même manière qu'en 2 - 3, le NUT est déterminé par intégration graphique.

Remarque : La méthode de la courbe opératoire représente un grand avantage dans le cas où cette dernière est une droite. Ce qui est le cas si les liquides sont non-miscibles. Il n'est pas nécessaire de passer par le pôle opératoire, si les liquides sont immiscibles, pour tracer la droite.

En effet par bilan de matière (voir fig. 5 p. 10 bis) on a :

$$LY_1 + L'X_2 = L'Y_2 + LX_1$$

$$\Rightarrow Y_2 = \frac{L}{L'} Y_1 + \frac{L'}{L} (X_2 - X_1) \quad (15)$$

où L' = débit de charge sans soluté

L = débit de solvant

L et L' , les débits des inertes, sont constants pour des liquides immiscibles. Par conséquent l'équation (15) représente une droite passant par les points (X_1, Y_1) et (X_2, Y_2) . L'avantage pour ce cas, réside dans le fait qu'il n'est pas nécessaire de connaître les compositions intermédiaires pour tracer la droite opératoire. Il suffit d'avoir les compositions initiales et celles du régime permanent.

VI - LES METHODES D'ANALYSE

Les méthodes d'analyse quantitative font généralement appel à des propriétés physiques ou chimiques des substances. Il est nécessaire de relier ces propriétés aux quantités des substances en présence. Pour cela, on est toujours amené à tracer des courbes d'étalonnage.

.../...

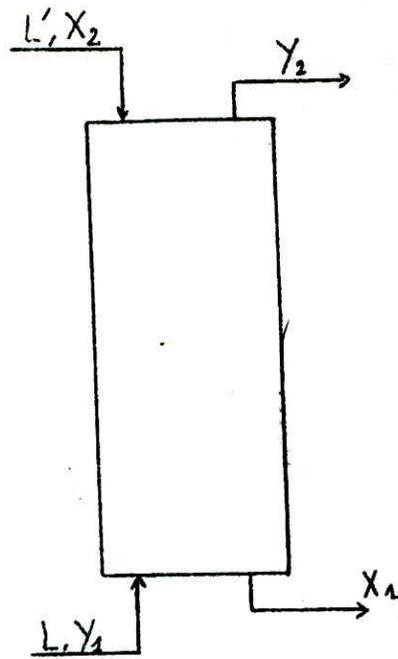


FIG. 5 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE LA COLONNE D'EXTRACTION.

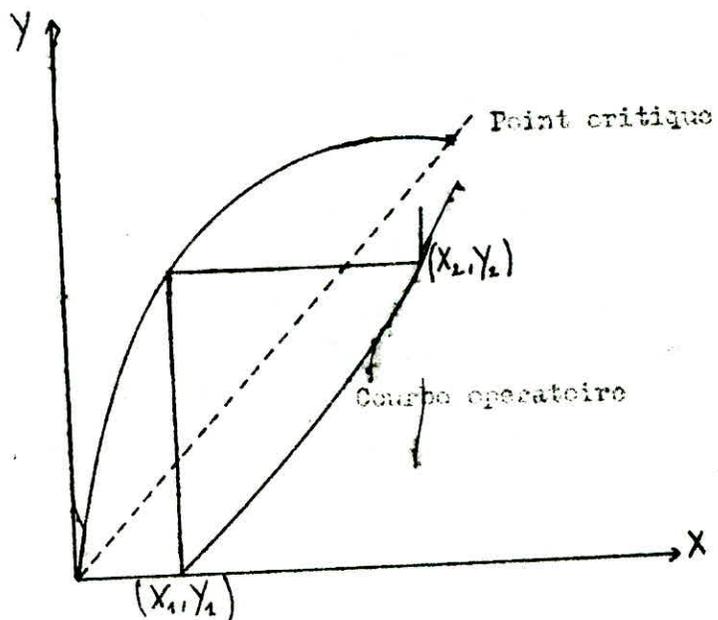


FIG. 6 DETERMINATION DU N^{pt} PAR LA METHODE DE MCCABÉ ET THIELE.

1 - La densimétrie

La densimétrie, par rapport à l'eau, d'une substance est définie comme étant le rapport de la masse d'un volume de substance à la masse d'un même volume d'eau.

La densité est l'une des propriétés physiques des corps.

La densimétrie est la méthode d'analyse qui relie la densité d'un mélange à la quantité d'un constituant de ce mélange.

2 - La Réfractométrie

Quand un rayon de lumière passe d'un milieu à un autre, il est dévié.

Le pouvoir de déviation de la lumière est relié à un indice de refraction. La réfractométrie relie l'indice de refraction au taux d'un constituant de ce mélange.

Remarque : On notera que les deux méthodes d'analyse, citées plus haut, donnent de très bons résultats pour des systèmes binaires. Pour les systèmes ternaires, et plus, les résultats sont moyens. Toutefois, on espère que la combinaison de ces deux méthodes puisse donner des résultats satisfaisants.

3 - La chromatographie en phase gazeuse (C.P.G.)

C'est l'une des méthodes d'analyse les plus élaborées à l'heure actuelle.

Dans ce cas l'analyse est une analyse séparative c'est à dire que les constituants sont élués (séparés) puis analysés.

voir fig. 7 p. 114 bis, le schéma de principe d'une CPG.

Les corps sont séparés dans la colonne grâce à leur différence d'absorption (rétention). La colonne est constituée généralement d'une phase solide de granulométrie bien définie recouverte d'une phase stationnaire liquide. La température de la chambre d'injection doit être suffisamment élevée pour que l'échantillon injecté puisse être vaporisé instantanément. Rappelons que les quantités injectées sont de l'ordre du microlitre.

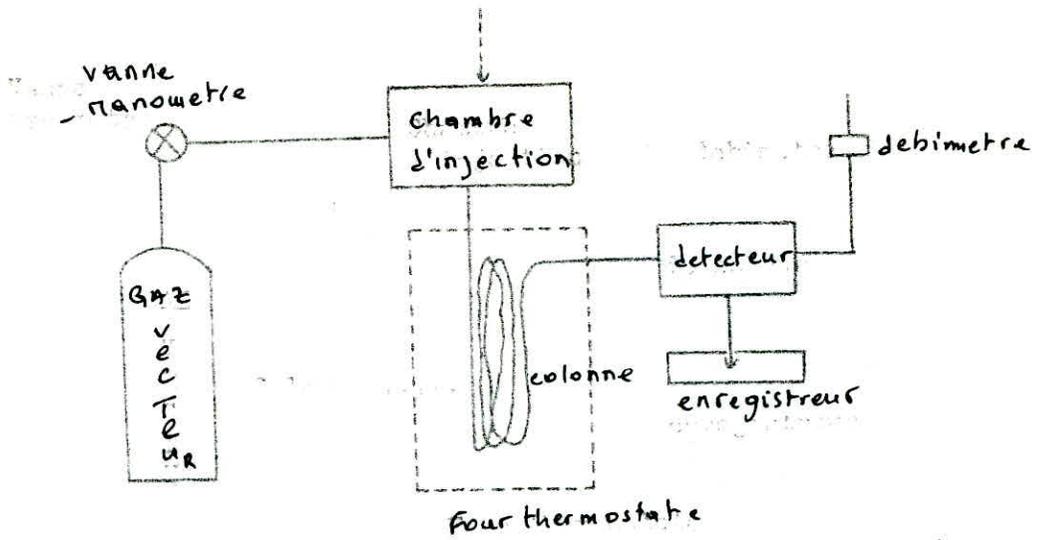


FIG. 7: SCHEMA D'UNE C.P.G.

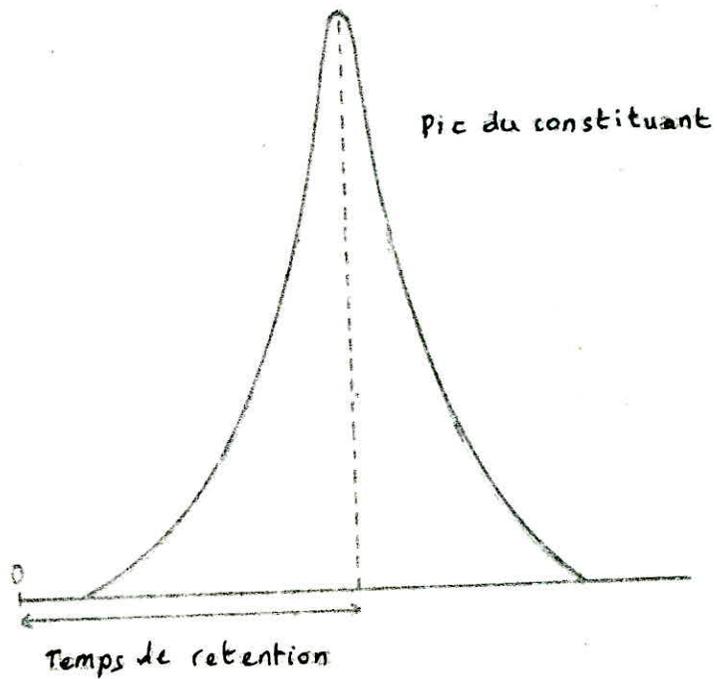


FIG. 8: SCHEMA D'UN CHROMATOGRAMME TYPE.

L'échantillon gazeux traverse la colonne et les différents constituants sont plus ou moins retenus (d'où le nom de temps de rétention) par la phase stationnaire.

Il s'opère ainsi une sélection à la sortie de la colonne. Les substances les moins retenues sortent en premier.

On remarque que le gaz vecteur, généralement un gaz inerte, sert à véhiculer les substances. De plus il empêche les corps de rester indéfiniment adsorbés en les "poussant" vers la sortie.

Un détecteur approprié permet de visualiser, en étant relié à un enregistreur, les changements qui surviennent à la sortie de la colonne (voir fig. 8 p. 16 bis le schéma d'un chromatogramme type).

Les pics enregistrés sont fonction des conditions opératoires et de la quantité du constituant présent dans l'échantillon injecté.

Pour une analyse quantitative, les corps sont identifiés grâce à leur temps de rétention qui est constant pour des conditions données.

Pour l'analyse quantitative, on prépare des mélanges de composition donnée. On trace des courbes d'étalonnage donnant l'aire du pic en fonction du pourcentage d'un constituant donné.

Rappelons que les conditions opératoires doivent rester les mêmes pour chaque expérience.

La CPG donne généralement de très bons résultats en analyse quantitative.

PARTIE EXPERIMENTALE

I. - SCHEMA ET DESCRIPTION DE L'INSTALLATION.

La colonne d'extraction liquide-liquide, se trouvant dans le hall du département de génie chimique, est une colonne semi-pilote de la Firme Française E.I.V.S.

C'est une colonne vide dont nous allons décrire le fonctionnement et les différentes composantes (voir Fig.9, le schéma).
La phase légère (dans notre cas le solvant) est stockée dans le ballon (4). Une pompe doseuse volumétrique (2') permet de ramener le liquide vers le bas de la colonne (5). Celui-ci va ressortir, après contact avec la phase lourde, par le sommet et sera recueilli dans le ballon 9. Quant à la phase lourde (la charge), se trouvant dans le ballon (1), elle est introduite par le sommet de la colonne grâce à la pompe (2). Le raffinat est recueilli ensuite dans le ballon (8).

On remarquera que le raffinat n'est pas recueilli à la base de la colonne mais un travers un syphon (11).
L'existence d'un siphon pour les colonnes d'extraction est primordiale. Le réglage du niveau du syphon permet de maintenir la colonne toujours pleine tout en recueillant le raffinat et l'extrait en continu.

Il est à noter que les sommets de la colonne et du syphon sont en contact avec l'atmosphère. Ceci pour éviter l'existence d'une pression de poussée qui ~~ferait vider~~ la colonne régulièrement

Aux deux extrémités de la colonne, on dispose de deux décanteurs. Le décanteur inférieur (6) pour séparer le raffinat et le décanteur supérieur (7) pour séparer l'extrait.

La colonne (5) est la partie la plus importante de l'installation. Elle est le siège du transfert de matière. Le contact entre les deux phases s'effectue à contre-courant.

Il existe tout au long de la colonne des prises d'échantillon qui permettent d'étudier l'évolution du transfert.

Au niveau de ces prises, on a aussi des brides de distribution qui permettent de "briser" le flux de liquide et de parfaire le contact entre les phases. Ces brides peuvent servir de support pour un garnissage.

Les pompes volumétriques (2 et 2') sont munies de clapets anti-retour. C'est pour cette raison que les vannes au dessus des pompes sont nécessaires, pour pouvoir vider la colonne.

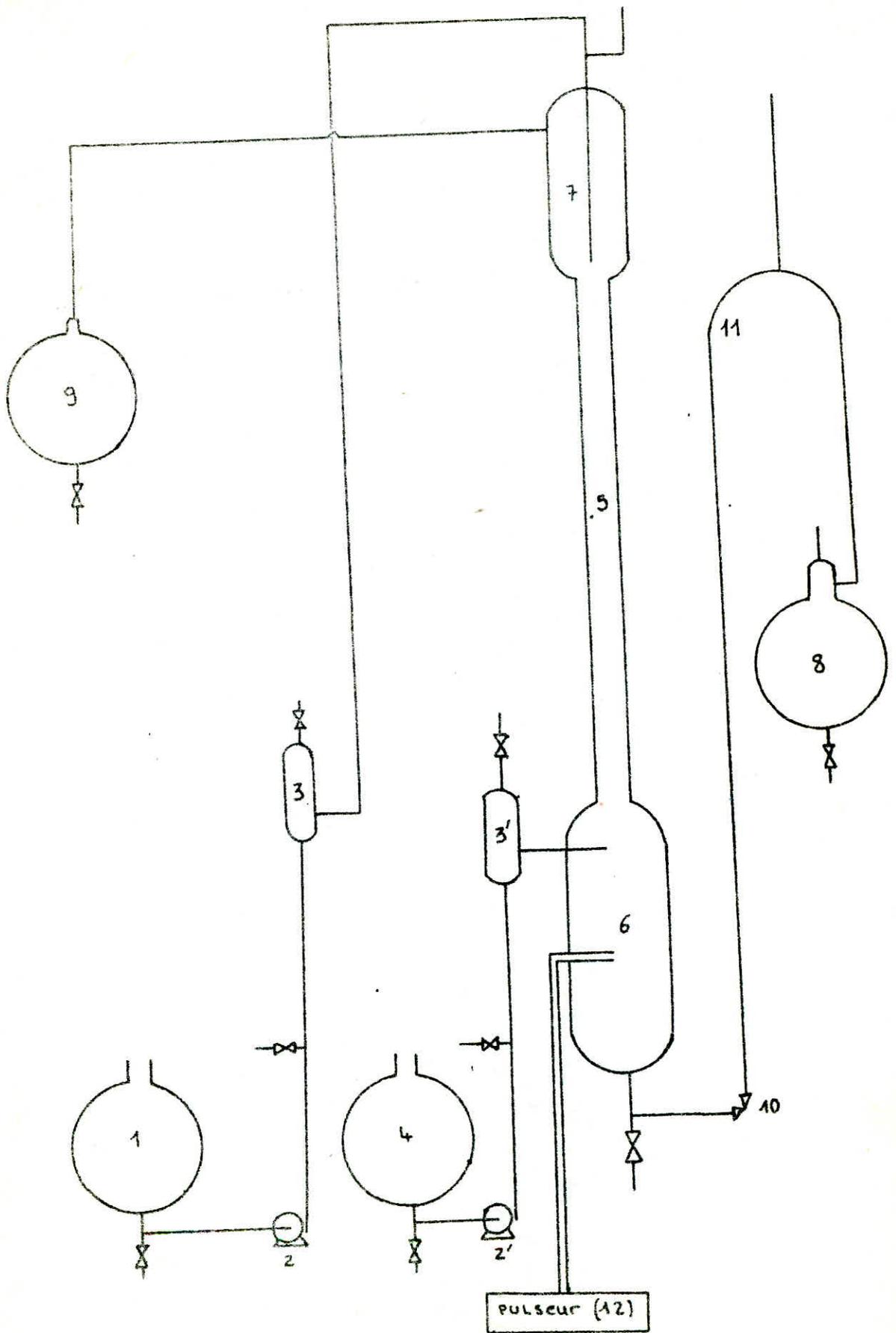


FIG 9 : COLONNE D'EXTRACTION LIQUIDE - LIQUIDE

D'autre part, les pots anti-pulsation (3 et 3') permettent "l'aménagement" d'un coussin d'air qui atténuera les pulsations dues aux pompes volumétriques. Autrement dit, les pompes travaillant alternativement, l'existence de ces pots permet d'obtenir un débit plus régulier.

Le pulseur électropneumatique (12) permet d'augmenter la dispersion de la phase lourde dans la phase légère. Toutefois son efficacité est relativement limitée dans le cas de la colonne vide. C'est pour cette raison que nous ne l'avons pas utilisé. Le pulseur est beaucoup plus utile pour les colonnes à garnissages où il induit un mouvement de ce dernier, ce qui augmente la dispersion.

II. - ETALONNAGE DES POMPES DOSEUSES.

L'étalonnage a consisté à relier les graduations, existantes sur les pompes, à un débit de liquide exprimé en litres / heures. Le liquide utilisé dans ce cas étant l'eau du robinet. L'étalonnage a été fait selon une méthode de pesée. C'est à dire qu'on pèse la quantité d'eau recueillie pendant un certain temps. En prenant la masse volumique de l'eau égale à 1g/cm^3 , on a ainsi le volume recueilli et par conséquent le débit en litres/heure.

Pour minimiser les erreurs dues au jeu du système bielle-manivelle des pompes, on procédera en tournant le bouton toujours dans le même sens. On précisera le sens pour chaque pompe.

Etalonnage de la pompe 1.

C'est la pompe d'alimentation en phase lourde. L'étalonnage a été fait en commençant par la graduation 100 et en tournant le bouton toujours vers la droite.

On a fait une étude comparative en étalonnant la pompe avec la colonne vide (en recueillant le liquide juste à la sortie de la pompe) et ensuite avec la colonne pleine (le liquide est recueilli au niveau du ballon 8).

-15-

On obtient : on prend la masse volumique de l'eau égale à 1g/cm^3 .

Graduation	temps(s)	poids(g)	Débit(l/h)	temps(s)	poids(g)	Débit(l/h)
100	235	3980	60,97	200	3650	65,70
90	225	3480	55,68	210	3480	59,66
80	200	2710	48,78	210	3100	53,14
70	245	2925	42,98	235	3025	46,34
60	260	2630	36,41	265	2900	39,40
50	520	4160	28,80	280	2540	32,66
40	310	1975	22,93	265	1875	25,47
30	336	1545	16,55	320	1650	18,56
20	362	1010	10,04	420	1380	11,83
10	770	800	3,74	600	1025	5,35

Liquide recueilli au
ballon 8.

Liquide recueilli au niveau
de la vanne inférieure.

Etalonnage de la pompe 2.

C'est la pompe d'alimentation en phase légère. L'étalonnage a été fait en commençant par la graduation 0 et en tournant toujours vers la gauche.

On obtient :

Graduation	temps(s)	poids(g)	débit(l/h)	temps(s)	poids(g)	débit(l/h)
10	895	825	3,32	745	1250	6,04
20	410	1100	9,66	335	1150	12,35
30	322	1390	15,54	305	1580	18,65
40	325	1965	21,77	250	1730	24,71
50	260	1015	27,90	220	1910	31,25
60	230	2180	34,12	225	2350	37,60
70	220	2435	40,66	215	2640	44,20
80	225	2945	47,12	240	3120	51,05
90	156	2245	51,81	215	3410	57,10
100	180	2760	55,20	150	2570	61,68

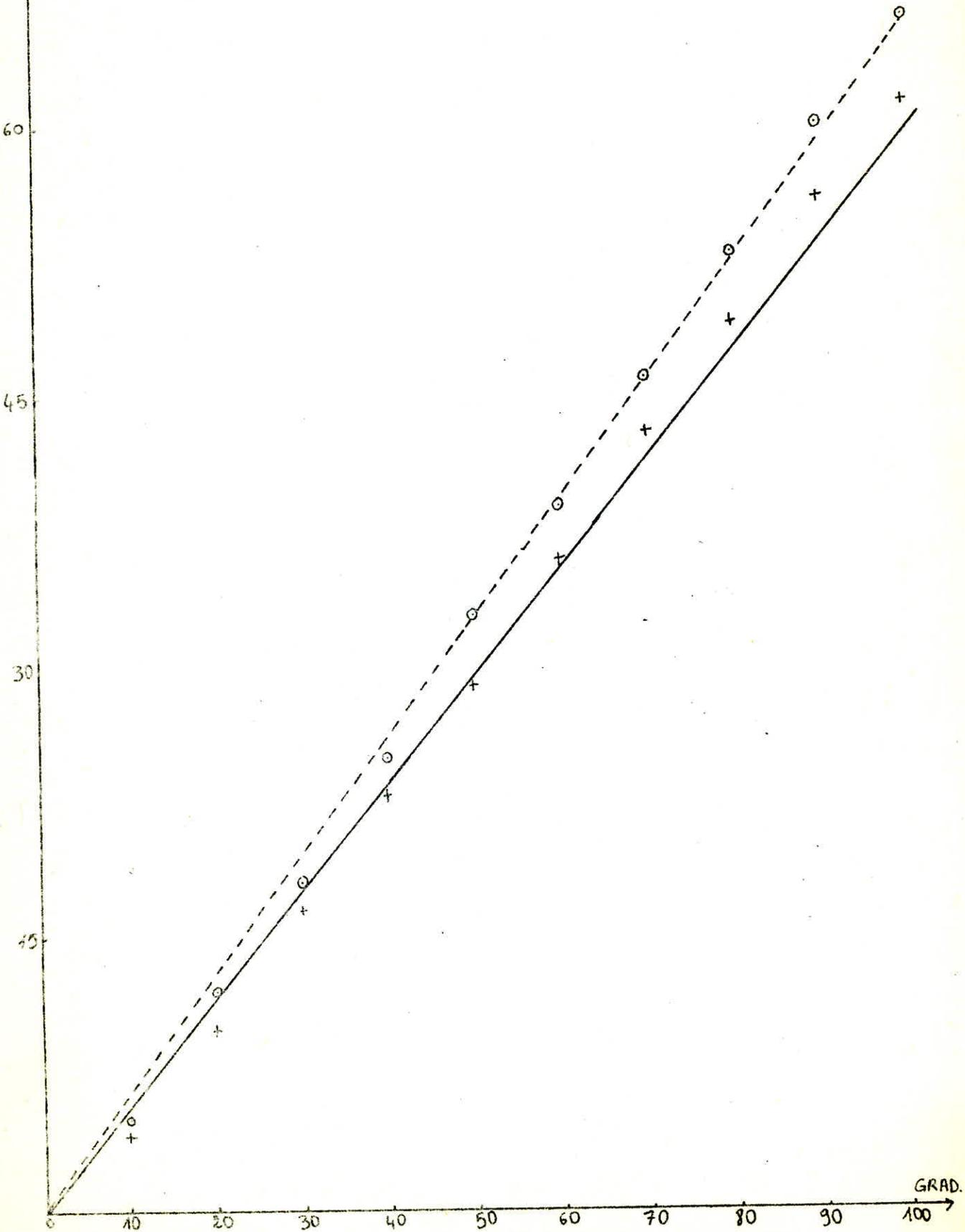
Liquide recueilli au ballon 9

Liquide recueilli à la vanne inférieure

ETALONNAGE DE LA POMPE 1

↑ Debit (l/R)

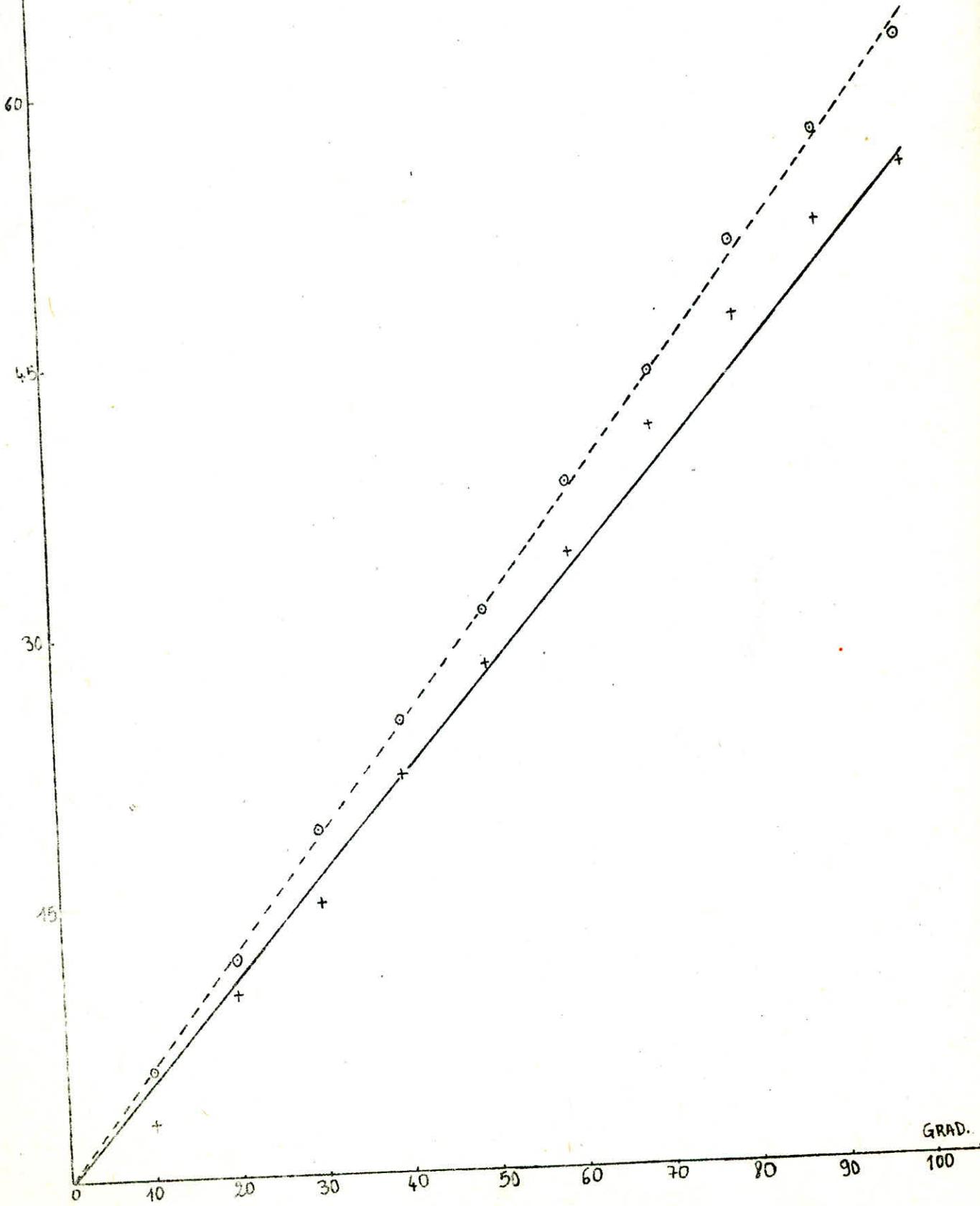
---○--- vanne inferieure



75 Debit (l/h)

ETALONNAGE DE LA POMPE 2

---o--- vanne inferieure



On trace les courbes d'étalonnage des pompes (pages 13' et 13'').

On remarque que les débits mesurés par les vannes inférieures sont plus grandes que ceux mesurés sous une colonne de liquide. On pourrait expliquer ceci par le fait que les clapets anti-retour laissent s'échapper une certaine quantité de liquide au retour du piston des pompes. Plus la colonne de liquide au dessus des clapets est grande, plus la quantité qui s'échappe est grande d'où des débits plus faibles.

Pour la suite de notre travail, on utilisera toujours les étalonnages correspondants au cas où les pompes travaillent sous une colonne de liquide.

III. CARACTERISATION DU TERNAIRE

1. - Caractéristiques de chaque constituant.

Nous allons donner dans cette partie uniquement les grandeurs physiques qui ont été utilisées : c'est à dire la densité, l'indice de réfraction et le point d'ébullition.

a. - Le trichloroéthylène : $\text{CHCl} = \text{C Cl}_2$

$$d = 1,4780$$

$$t_{\text{eb}} = 87^\circ\text{c}$$

$$n_{20} = 1,478$$

On remarquera que la densité a été établie par la méthode du picnomètre et à la température ambiante.

b. - L'éthanol : $\text{CH}_3 - \text{CH}_2 \text{ OH}$

L'éthanol utilisé n'étant pas absolu, on tiendra compte dans les calculs de l'eau et de l'éthanol pur introduits.

L'éthanol ayant servi à tracer la courbe de miscibilité est concentré à 90% ce qui correspond à une densité $d = 0,8120$ à $t = 26^\circ\text{c}$ et un indice de réfraction $n_{20} = 1,362$

L'éthanol utilisé pour l'étude de l'extraction a été acquis auprès du service des alcools (Caroubier).

Le produit contenant des impuretés, dues essentiellement aux fûts, a été préalablement purifié par distillation.

La distillation a été faite suivant ces données :

- taux de reflux = $1/3$

- Débit d'alimentation = $12,5 \text{ l/h}$ (graduation 7)

- température du bouilleur = 90°c .

L'alimentation est liquide et se fait par le sommet de la colonne à une température de 84°C.

L'éthanol obtenu a une concentration de 93% en masse, ce qui correspond à une densité $d = 0,8044$ à $t = 26^\circ\text{C}$ et un indice de réfraction $n_{20} = 1,365$. La température d'ébullition de l'éthanol pur est $t_{\text{eb}} = 78^\circ\text{C}$.

c. - L'eau distillée : H_2O

$$d = 1 \qquad n_{20} = 1,333$$

2. - Courbe de miscibilité

Pour la détermination de la courbe de miscibilité, on choisira le binaire initial de telle façon que l'addition du troisième constituant nous fasse "traverser" la courbe d'une manière presque perpendiculaire. Ainsi avec cette méthode on a un dosage plus précis. Car lorsque la droite de mélange traverse la courbe perpendiculairement, dans la zone critique, l'addition d'une seule goutte du troisième constituant nous fait passer de la zone de miscibilité à la zone d'immiscibilité (ou vice versa).

Bien entendu le binaire initial dépendra de la zone de la courbe qu'on voudra déterminer. La courbe de miscibilité a été tracée en pourcentage massique de chaque constituant. Les données ont été déterminées à température ambiante.

Exemple de calcul :

- le dosage a donné les volumes suivants

$$V_{\text{eau}} = 4\text{cm}^3, \quad V_{\text{Tce}} = 11\text{cm}^3, \quad V_{\text{eth}} = 18\text{cm}^3 \text{ (à 90\% masse).}$$

- la masse totale de la solution est :

$$\begin{aligned} m_{\text{T}} &= (V_{\text{eau}} \cdot 1) + (V_{\text{Tce}} \cdot d_{\text{Tce}}) + (V_{\text{eth}} \cdot d_{\text{eth}}) \\ &= (4 \cdot 1) + (11 \cdot 1,4780) + (18 \cdot 0,8120) = 34,874 \text{ g.} \end{aligned}$$

- le pourcentage en trichloroéthylène est :

$$x_{\text{eth}} = \frac{100}{m_{\text{T}}} \cdot (V_{\text{Tce}} \cdot d_{\text{Tce}}) = \frac{100}{34,874} \cdot (11 \cdot 1,4780) = 46,62 \%$$

- le pourcentage en éthanol pur est :

$$\begin{aligned} x_{\text{eth}} &= \frac{100}{m_{\text{T}}} \cdot (V_{\text{eth}} \cdot d_{\text{eth}} \cdot \%_{\text{eth}}) = \frac{100}{34,874} \cdot (18 \cdot 0,8120 \cdot 0,9) \\ &= 37,72 \%. \end{aligned}$$

TABLEAU DE DOSAGE POUR LA COURBE DE MISCIBILITE

eau	trichloroethylene		ethanol			masse des constituants				% masse des constituants		
	$V_{eau} = m'_{eau}$	V_{TCE}	m_{TCE}	V_{eth}	m_{eth}	m''_{eau}	m_{TCE}	m_{eth}	m_{eau}	m_T	α_{eau}	α_{TCE}
4	11	16,258	18	13,154	1,462	16,258	13,154	5,462	34,874	15,66	46,62	37,72
3	20	29,560	20	14,616	1,624	29,560	14,616	4,624	48,8	9,47	60,57	29,95
1,1	25,2	37,246	14,7	10,743	1,194	37,246	10,743	2,294	50,283	4,56	74,07	21,36
0,6	25	36,950	11,5	8,404	0,934	36,950	8,404	1,534	46,888	3,27	78,80	17,92
20	0,3	0,443	5	3,663	0,406	0,443	3,663	20,406	24,512	83,25	1,81	14,94
25	0,25	0,369	4	2,930	0,326	0,369	2,930	25,326	28,625	88,47	1,29	10,24
10	0,35	0,517	4	2,930	0,326	0,369	2,930	25,326	28,625	88,47	1,29	10,24
10	0,35	0,517	10	7,326	0,814	0,517	7,326	10,814	18,657	57,96	2,77	39,27
10	1,2	1,774	15	10,989	1,221	1,774	10,989	11,221	23,984	46,78	7,40	45,82
15	1,3	1,921	20	14,652	1,628	1,921	14,652	16,628	33,201	50,08	5,79	44,13
10	7	10,346	26,15	19,157	2,129	10,346	19,157	12,129	41,632	29,13	24,85	46,01
15	4	5,912	28,6	20,952	2,328	5,912	20,952	17,328	44,192	39,21	13,38	47,41
4,7	6,5	9,607	16,35	11,978	1,331	9,607	11,978	6,031	27,616	21,84	34,79	43,37
15	0,1	0,148	8,8	6,447	0,716	0,148	6,447	15,716	22,311	70,44	0,66	28,90
0,2	8	11,824	2	1,465	0,163	11,824	1,465	0,363	13,652	2,66	86,61	10,73

NOTE: m'_{eau} est la masse d'eau contenue dans l'ethanol.
 m_T est la masse totale des constituants.

-17 bis-

- le pourcentage en eau :

$$x_{\text{eau}} = \frac{100}{m_T} (V_{\text{eau}} \cdot 1 + V_{\text{eth}} \cdot d_{\text{eth}} \cdot \% \text{ eau})$$

$$= \frac{100}{34,874} (4 \cdot 1 + 18 \cdot 0,8120 \cdot 0,1) = 15,66 \%$$

- La courbe de miscibilité est reportée en page 17 bis.

3. - Détermination des cordes d'équilibre.

Pour la détermination des cordes, on prépare des mélanges hétérogènes de composition connue. On les mélange énergiquement puis, on laisse décanter pendant 24 heures.

On obtient ainsi deux phases en équilibre, une phase aqueuse et une phase trichloroéthylène.

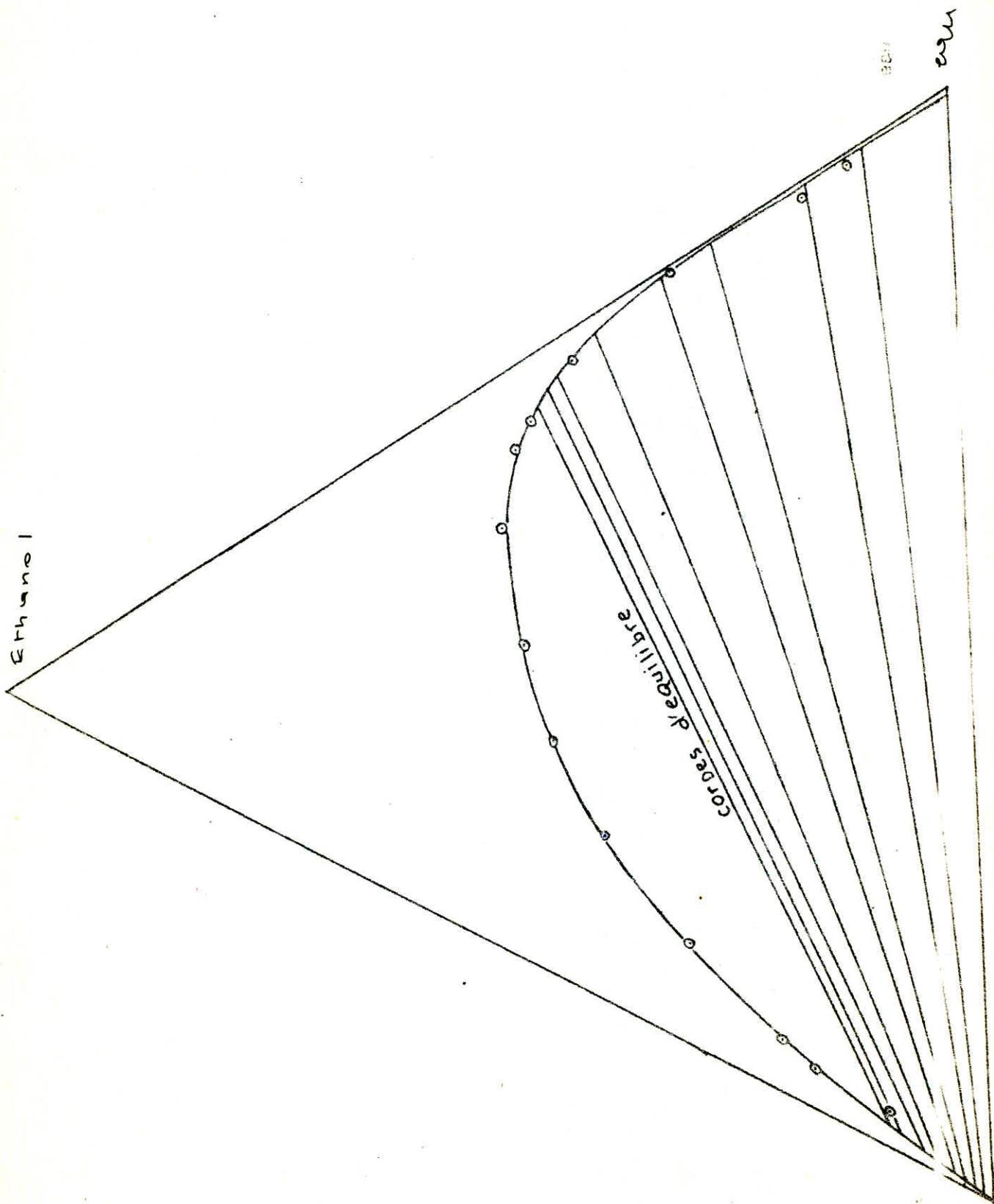
On analyse ces phases par densimétrie et réfractométrie (voir page, 20 bis les étalonnages) et on détermine ainsi leur teneur en ethanol.

On remarque que ces phases sont sur la courbe de miscibilité et par conséquent la connaissance de la teneur en éthanol permet de les situer dans le diagramme triangulaire.

Les deux points obtenus, pour deux phases correspondantes, déterminent une corde d'équilibre.

Les valeurs de l'équilibre sont les suivantes :

Phase trichloroéthylène		phase aqueuse	
x (% masse)	X	y (% masse)	Y
1,00	0,010	9,00	0,099
1,70	0,017	15,00	0,176
2,50	0,026	25,00	0,333
3,50	0,036	30,20	0,4333
5,50	0,058	37,50	0,600
6,50	0,069	41,70	0,715
9,00	0,099	42,70	0,745
10,00	0,111	44,00	0,786



Courbe de miscibilité du système trichloroéthylène-éthanol-eau.

Trichloroéthylène

On déduit le point critique par extrapolation sur le diagramme triangulaire (voir annexe) et sur le diagramme rectangulaire $y = f(x)$ (voir fig. page 19 bis). On trouve le point critique $x_c = y_c = 47,25 \%$.

IV. - ANALYSE QUANTITATIVE.

1. - Etalonnage densimétrique

La densité a été mesurée par la méthode du picnomètre à température ambiante.

Les solutions utilisées pour les différents étalonnages sont celles qui ont servi à établir la courbe de miscibilité.

Les résultats sont groupés dans le tableau page
La courbe d'étalonnage densimétrique est en page

On remarquera que l'étalonnage densimétrique est relativement précis pour les solutions de densité élevée, c'est à dire les solutions à base de trichloroéthylène.

2. - Etalonnage réfractométrique

Les indices de réfraction des solutions, dont les compositions se trouvent sur la courbe de miscibilité, ont été mesurés à une température de 20°C. (Voir courbe d'étalonnage page 20 bis).

L'étalonnage réfractométrique est relativement précis pour des faibles indices de réfraction c'est à dire pour des solutions aqueuses.

3. - Etalonnage chromatographique

Les conditions de travail sont les suivantes :

- la colonne utilisée :

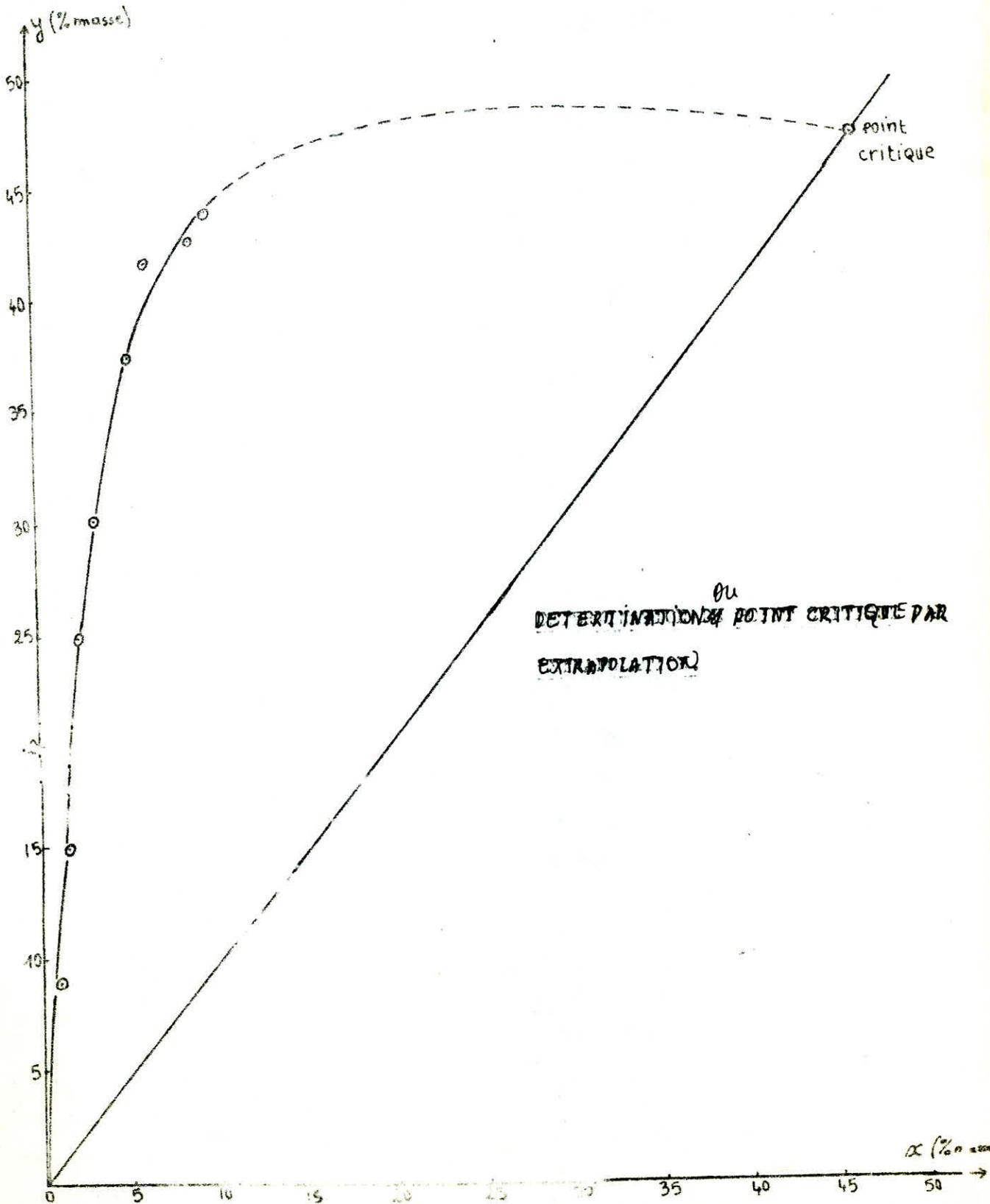
- longueur : 8 pieds
- granulométrie : 80 ÷ 100 mesches
- phase stationnaire : 5 % EGS sur un support CHROM W, AW - DMCS

- température du détecteur = 250°C

- température de la chambre d'injection : 150°C

- température de la colonne : 50°C avec une programmation de température de 12°C/min juste après la sortie du pic de l'alcool.

La température finale est de 150°C.



. Malheureusement quant la solution à analyser contient un fort pourcentage en trichloroéthylène, la séparation n'a pas lieu sous ces conditions.

Nous n'analyserons donc par cette méthode que les extraits.

La courbe d'étalonnage a été établie en mesurant l'aire du pic de l'éthanol avec un planimètre, en fonction du pourcentage massique en ethanol.

. On notera que les aires ont été mesurées sous une sensibilité, du chromatographe, égale à 32. (Voir page 20 bis l'étalonnage).

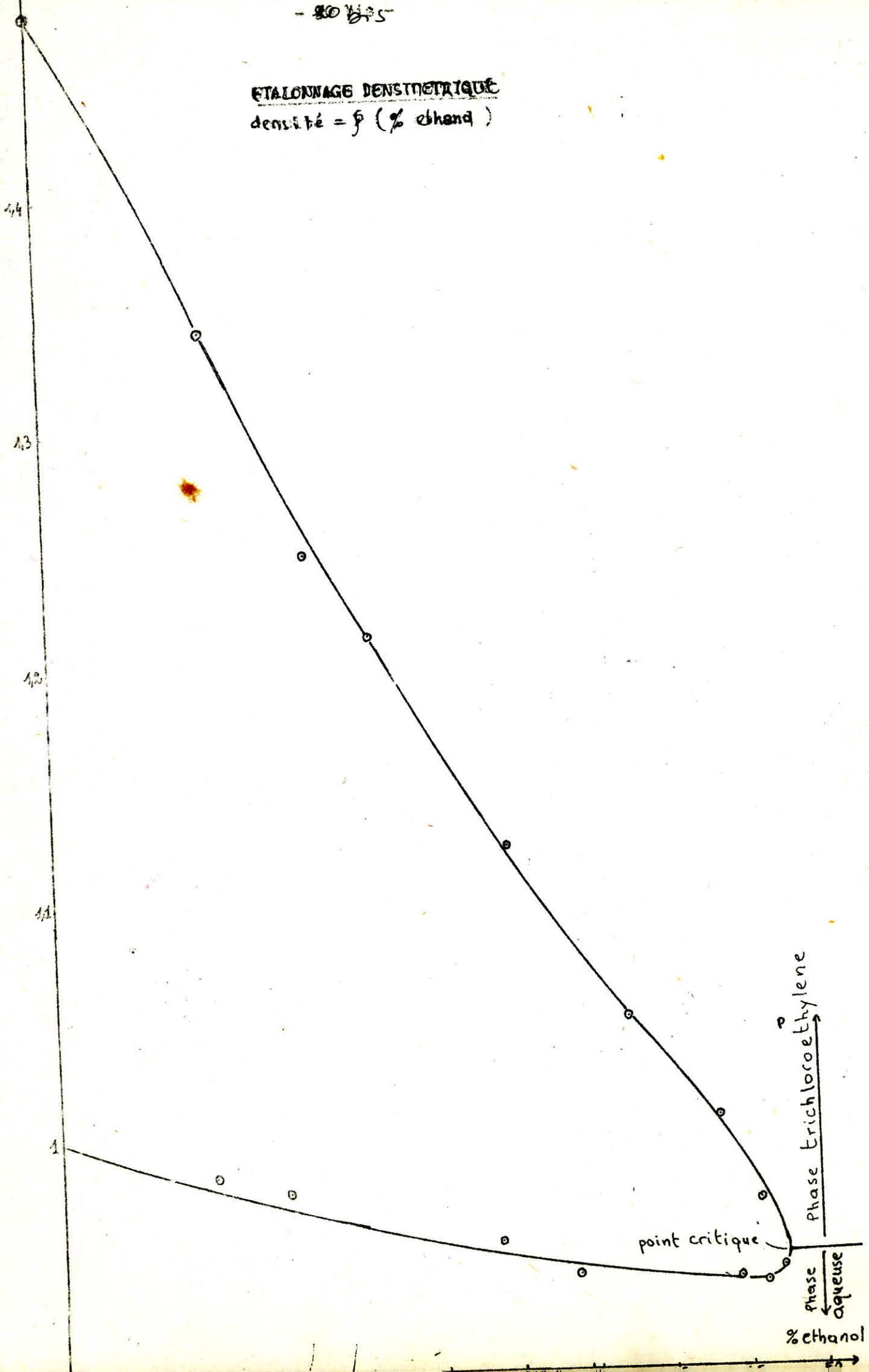
. On notera que pour l'étalonnage chromatographique, on a utilisé aussi des solutions dont les compositions ne figurent pas sur la courbe de miscibilité.

E T A L O N N A G E S

% masse en ethanol	densité	indice de réfraction	aire du pic (unité de Vernier)
37,72	1,0495	1,395	37,33
29,95	1,1228	1,394	35,33
21,36	1,2128	1,438	24
17,92	1,2484	1,443	25
14,94	0,9770	1,344	-
10,24	0,9840	1,340	8
39,27	0,9395	1,358	-
45,82	0,9355	1,364	41,67
44,13	0,0377	1,362	37,33
46,01	0,9710	1,378	47,67
47,41	0,9410	1,368	43,67
43,37	1,0051	1,386	43,67
28,90	0,9555	1,353	-
10,73	1,3428	1,476	-
93	-	-	87
32,78	-	-	35,17
31,40	-	-	31,33
30,75	-	-	27,33
75	-	-	71
85	-	-	85,5

- 80 1/25

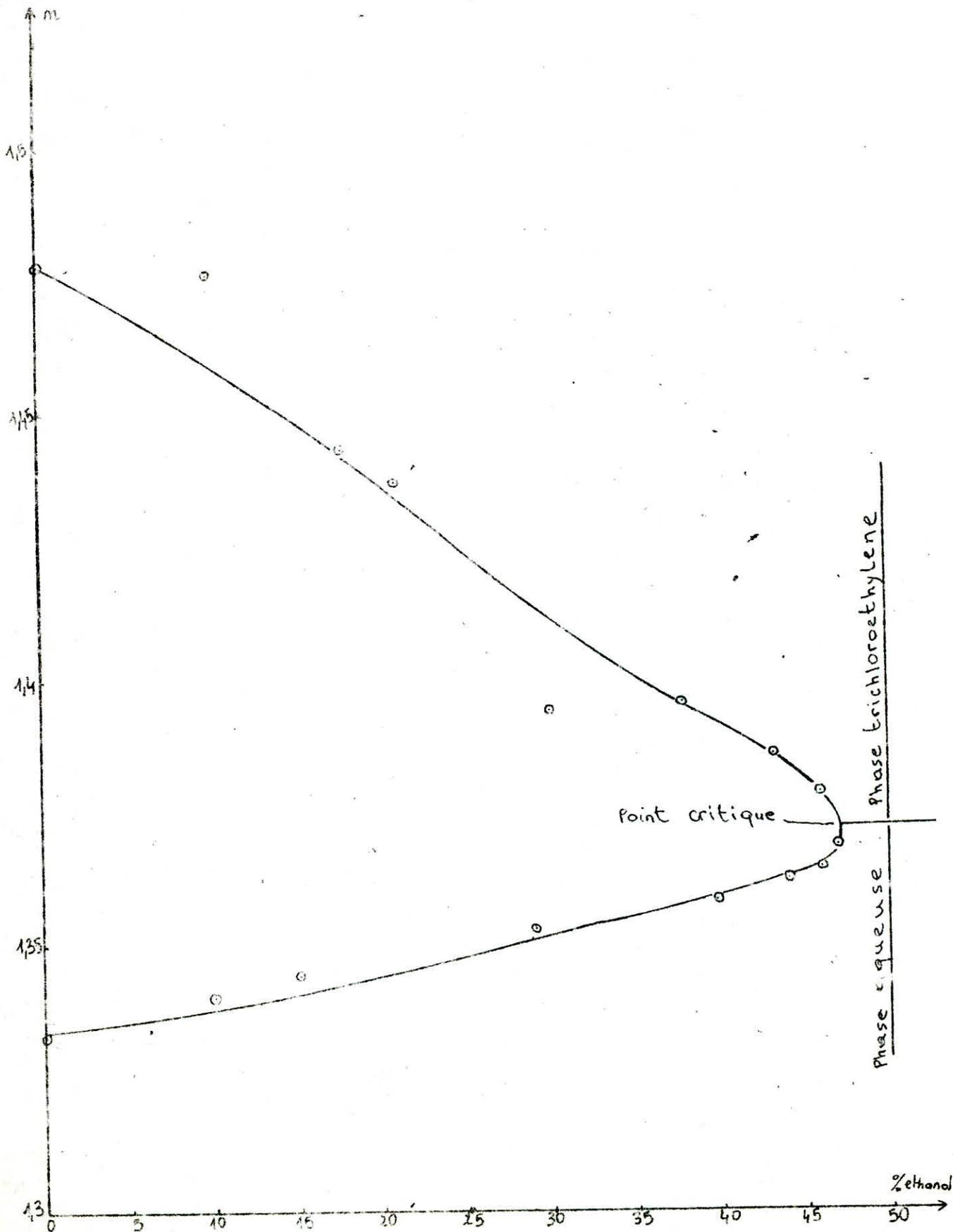
ETALONNAGE DENSITOMETRIQUE
densité = f (% ethanol)



- 20 Lrs -

ETALONNAGE REFRACTOMETRIQUE

$$n = f(\% \text{ ethanol})$$

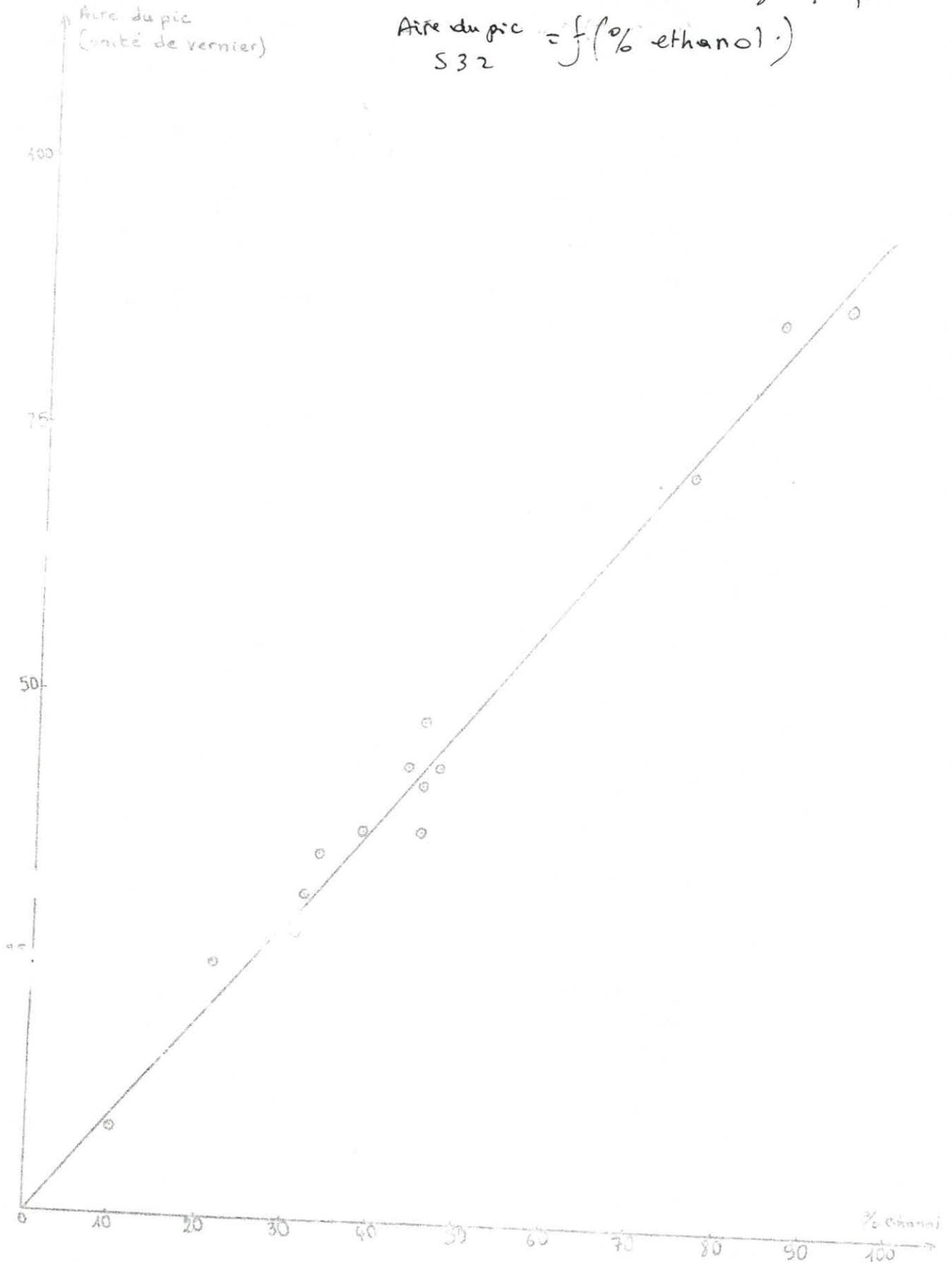


-20 bis-

courbe d'etalonnage chromatographique

$$\text{Aire du pic} = f(\% \text{ ethanol})$$

532



V. TRAITEMENT DETAILLE D'UNE EXTRACTION A CONTRE-COURANT.

On prépare une charge contenant 30% en masse d'éthanol et 70% de tri-chloroéthylène.

- Le débit de charge est fixé à 3l/h (graduation 5)
- Le débit du solvant (eau) est de 2,85l/h (graduation 5)
- On règle la hauteur du syphon de telle façon à pouvoir recueillir le raffinat et l'extrait en même temps et à localiser l'interface à la base du décanteur inférieur.
- Pour le contrôle du régime permanent, on prélève des échantillons toutes les 15 minutes pour analyse. Les échantillons sont prélevés de la phase raffinat. En effet, cette dernière occupant un petit volume, par rapport à la phase extrait, la moindre "perturbation" y serait mieux décelée.

Pour notre cas, le régime permanent est atteint après 3 heures de marche, toutefois on ne prélève les échantillons finaux qu'après 4 heures à 4heures 30 Mn.

On entend par échantillons finaux, un échantillon de raffinat et un échantillon d'extrait.

Ces échantillons sont ensuite analysés, par les différentes méthodes citées précédemment, pour déterminer leur teneur en éthanol.

Note; Dans tout ce qui suit, on notera :

x = teneur en ethanol dans la phase trichloroethylène

y = teneur en éthanol dans la phase aqueuse.

L'indice 1 correspondra à ce qui entre et sort du bas de la colonne.

L'indice 2 pour le haut.

Analyse des échantillons

• Extrait : $d = 0,9643$
 $n_{20} = 1,352$
Aire = 52,17 } $y_2 = 43,67\%$ masse en éthanol

• Raffinat : $d = 1,4669$
 $n_{20} = 1,478$ } $\Rightarrow x_1 = 1\%$ masse en éthanol

1. Détermination du N_{pt} par la méthode du pôle opératoire.

Voir en annexe la construction graphique.

F étant la charge

E_1 l'extrait final

R_2 le raffinat final

On trouve $N_{pt} = 2$.

D'où si on prend la hauteur H de la colonne comme étant la longueur parcourue par une goutte de charge depuis son contact avec le solvant jusqu'à l'interface du décanteur inférieur $H = 3,22$ m

$$\text{H.E.P.T.} = \frac{3,22}{2} = 1,61 \text{ m.}$$

2. Détermination du N_{pt} par la méthode de Mc Cabe et Thiele

. Comme nous l'avons signalé dans la partie théorique, cette méthode n'est vraiment intéressante que dans le cas où la courbe opératoire peut être assimilée à une droite, c'est à dire que les liquides solvant et diluant sont non miscibles.

. La courbe tracée point par point à partir du pôle opératoire peut être aisément assimilée à une droite (voir page 22 bis).

. De plus, cette droite a la même pente, aux erreurs de construction près, que la droite opératoire tracée à partir des données initiales et finales.

. On peut donc appliquer la méthode de la droite opératoire pour déterminer les caractéristiques de la colonne.

Note : X = teneur en ethanol dans la phase trichloroéthylène en rapport de masse.

Y = teneur en ethanol dans la phase aqueuse en rapport de masse.

- les données de l'équilibre sont celles qui ont été déterminées expérimentalement.

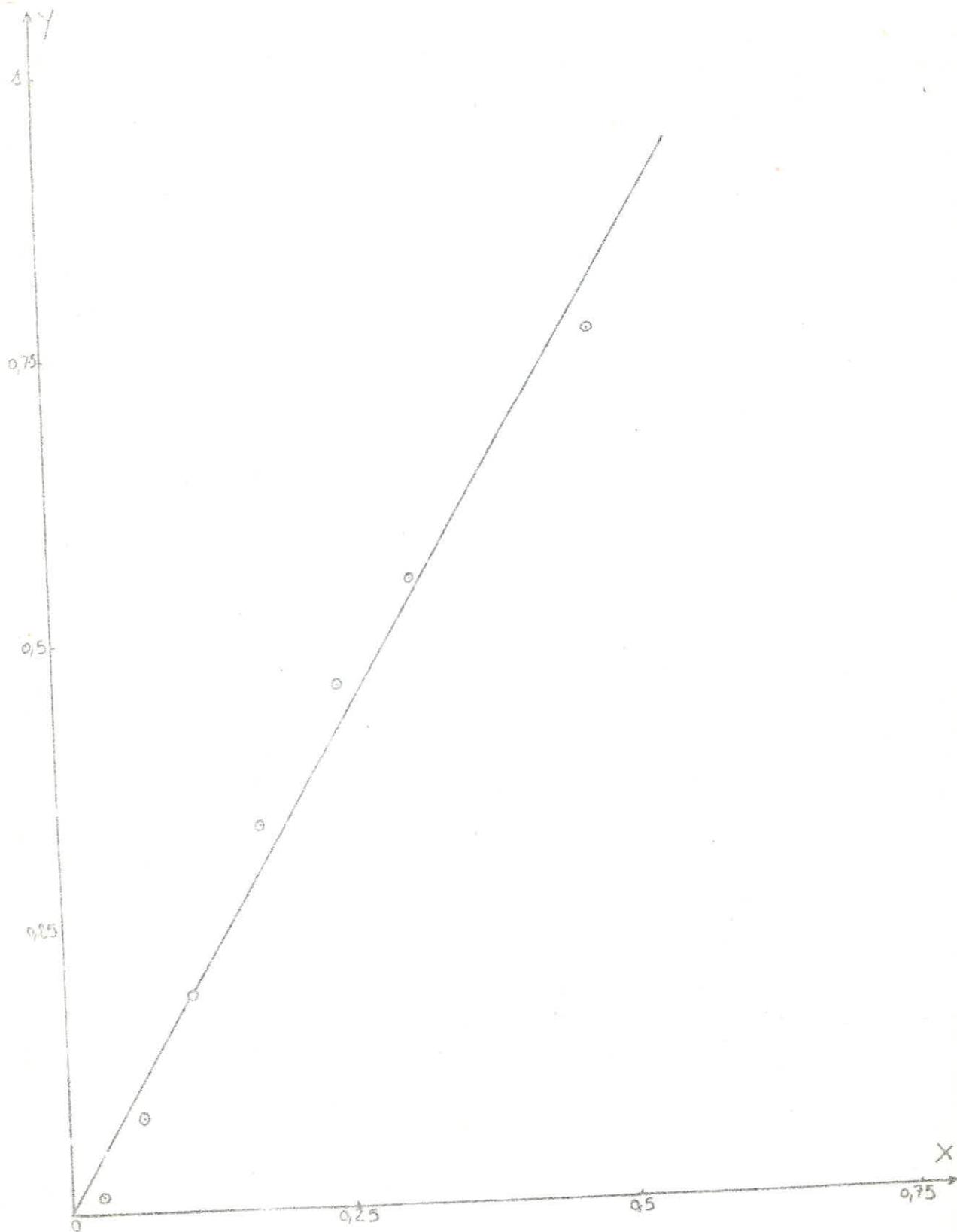
. Par la méthode de Mc Cabe et Thiele (voir page 22 bis)

on trouve : $N_{pt} = 2$

. D'où la H.E.P.T. = 1,61 m.

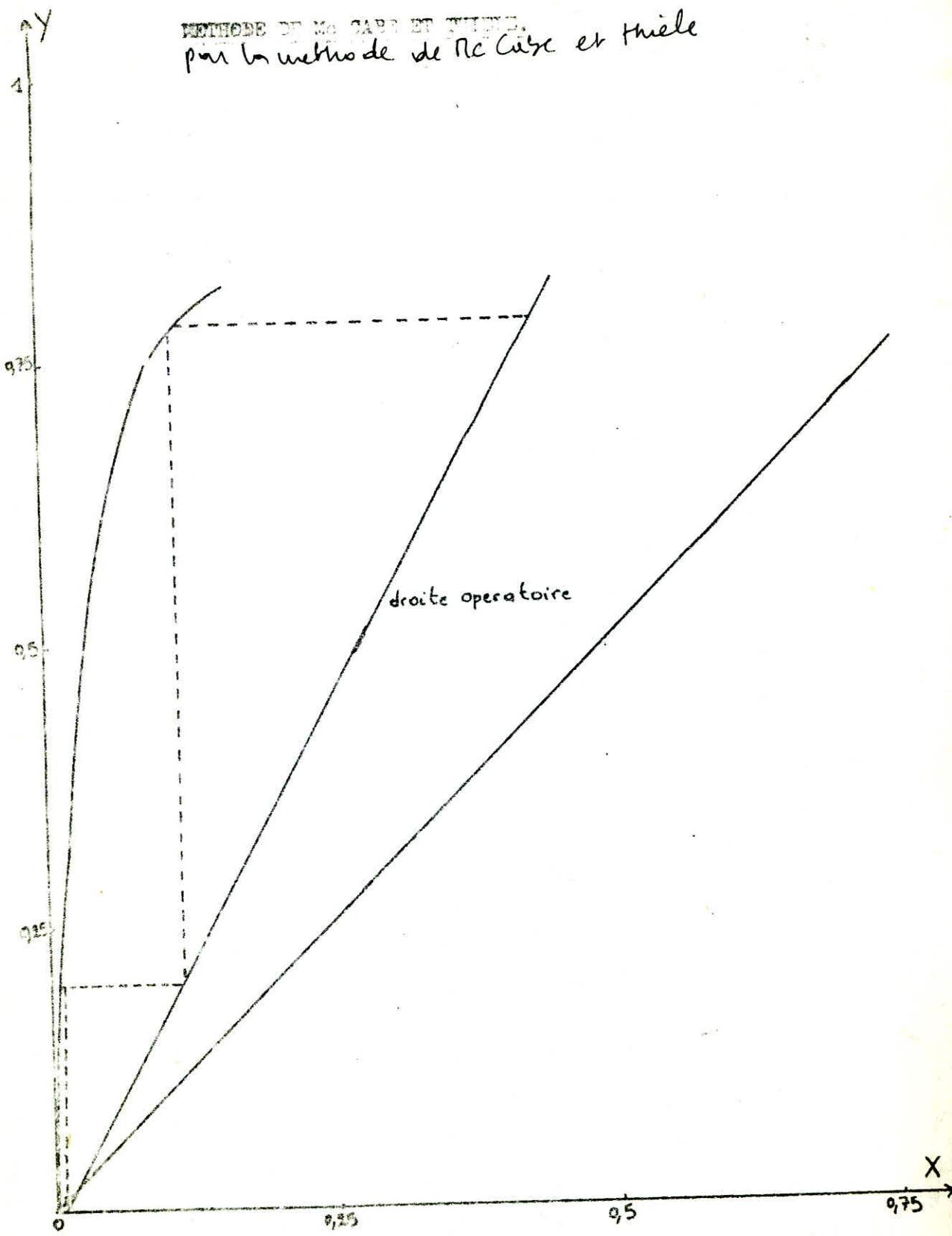
Remarque ; L'approximation faite plus haut est donc juste. Etant donné que par les deux méthodes, on trouve les mêmes caractéristiques
Dorénavant on utilisera toujours cette seconde méthode pour des raisons de commodité et aussi pour minimiser les erreurs dues à la construction

DRONITE OPERATOIRE DE LA 1^{ere} EXPERIENCE.



DETERMINATION DU NOMBRE DE PLATEAUX THEORIQUES

METHODE DE MASCARET ET THIENE.
par la methode de de RICCI et THIELE



3. - Détermination du N U T

La plus grande résistance à la diffusion se trouve dans la phase trichloroéthylène. Ceci est dû au fait que l'éthanol est beaucoup plus soluble dans l'eau que dans le trichloroéthylène. De plus la phase aqueuse est beaucoup plus agitée. Ce qui diminue d'autant plus la résistance au transfert dans la phase aqueuse. On dit dans ce cas que le transfert de matière est contrôlé par la phase trichloroéthylène.

$$\text{D'où N U T} = \int_{x_1}^{x_2} \frac{dx}{x - x^*}$$

La courbe d'équilibre ne pouvant pas s'exprimer "mathématiquement", on intègre donc cette expression graphiquement.

Le N U T est égal à l'aire de la courbe $\frac{1}{x - x^*} = f(x)$

On a :

y	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,75	0,775
x*	0	0,0025	0,005	0,01	0,017	0,025	0,035	0,051	0,078	0,100	0,115
y	0,01	0,039	0,066	0,12	0,175	0,228	0,283	0,336	0,397	0,417	0,429
$\frac{1}{x-x^*}$	100	27,40	16,39	9,09	6,33	4,93	4,03	3,51	3,20	3,15	3,18

En calculant l'aire (voire page 34 1347), on trouve N U T = 4,43

$$\text{D'où H U T} = \frac{3,22}{4,43} = 0,73$$

Conclusion : L'efficacité de la colonne pour cette extraction est relativement limitée. En effet, l'extraction ne se fait pas dans de bonnes conditions étant donné que la H E P T et la H U T sont grandes.

Cela est dû sans doute à la faiblesse de l'aire et du temps de contact entre les phases.

Un garnissage approprié pourrait y pallier.

- 23 bis -

Determination graphique du NUT



VI. - INFLUENCE DU DEBIT DE SOLVANT

Dans cette série d'expériences nous allons étudier l'influences des débit de solvant sur les caractéristiques de la colonne.

Le débit de la charge étant, quant à lui, maintenu constant à 3l/h. Toutes les expériences ont été mises en oeuvre de la même manière que précédemment. La détermination des caractéristiques a été faite en utilisant uniquement la méthode de la droite opératoire vue auparavant.

Nous avons groupé les résultats obtenus dans le tableau suivant :

Expérience	Débit de solvant (l/h)	N pt	HEPT (m)	NU1 NUT	HUT
1	1,65	1,26	2,55	3,93	0,82
2	2,85	2	1,61	4,43	0,73
3	3,9	0,61	5,28	3,87	0,83
4	5,7	1,3	2,48	3,96	0,81
5	8,4	0,33	9,06	3,77	0,85
6	11,25	0,1	32,2	3,76	0,86

Certains résultats nous ont paru "bizarres", nous avons donc voulu apprécier " la fiabilité " des expériences en faisant un bilan de matière.

Nous avons fait un bilan global et un bilan sur l'éthanol.

On notera que pour chaque expérience, nous avons mesuré les débits, à la sortie, du raffinat et de l'extrait.

Exemple de calcul des bilans pour l'expérience 2

$$\begin{aligned}
 \text{- Bilan global : ce qui entre} &= (\text{Débit de charge} \times \text{densité}) \\
 &= (\text{débit de charge} \times \text{densité}) = (\text{débit de solvant} \times 1) \\
 &= 3 \times 1,1104 + 2,85 = 6,18 \text{ Kg/h}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{ce qui sort} &= \\
 &= (\text{débit de raffinat} \times d_{\text{raff}}) + (\text{débit d'extrait} \times d_{\text{ext}}) \\
 &= (1,83 \times 1,4669) + (2,55 \times 0,9643) = 5,14 \text{ kg/h}
 \end{aligned}$$

D'où l'erreur commise sur le bilan global

$$e = \frac{6,18 - 5,14}{6,18} = 16,8 \%$$

- Bilan sur l'éthanol : ce qui entre :

$$= \text{Débit massique de charge} \times \text{teneur en ethanol}$$

$$= 3 \times 1,110 \times 0,3 = 1 \text{ kg/h}$$

ce qui sort :

$$= (\text{débit massique de raffinat} \times x_1) + (\text{débit massique d'extrait} \times y_2) =$$

$$(1,83 \times 1,4669 \times 0,01) + 2,55 \times 0,9643 \times 0,44)$$

$$= 1,11 \text{ Kg/h.}$$

D'où l'erreur sur le bilan éthanol :

$$e' = \frac{1,11 - 1}{1} = 11 \%$$

Nous avons procédé de la même manière pour toutes les expériences. Les résultats ont été groupés dans le tableau.

On mettra un signe (+) quand l'erreur est par excès et un signe (-) quand l'erreur est par défaut.

Expérience	erreur sur la bilan global (%)	erreur sur le bilan alcool (%)
1	- 10	+ 55
2	- 17	+ 11
3	- 20	- 19
4	- 6	- 11
5	- 3	+ 24
6	- 8	- 12

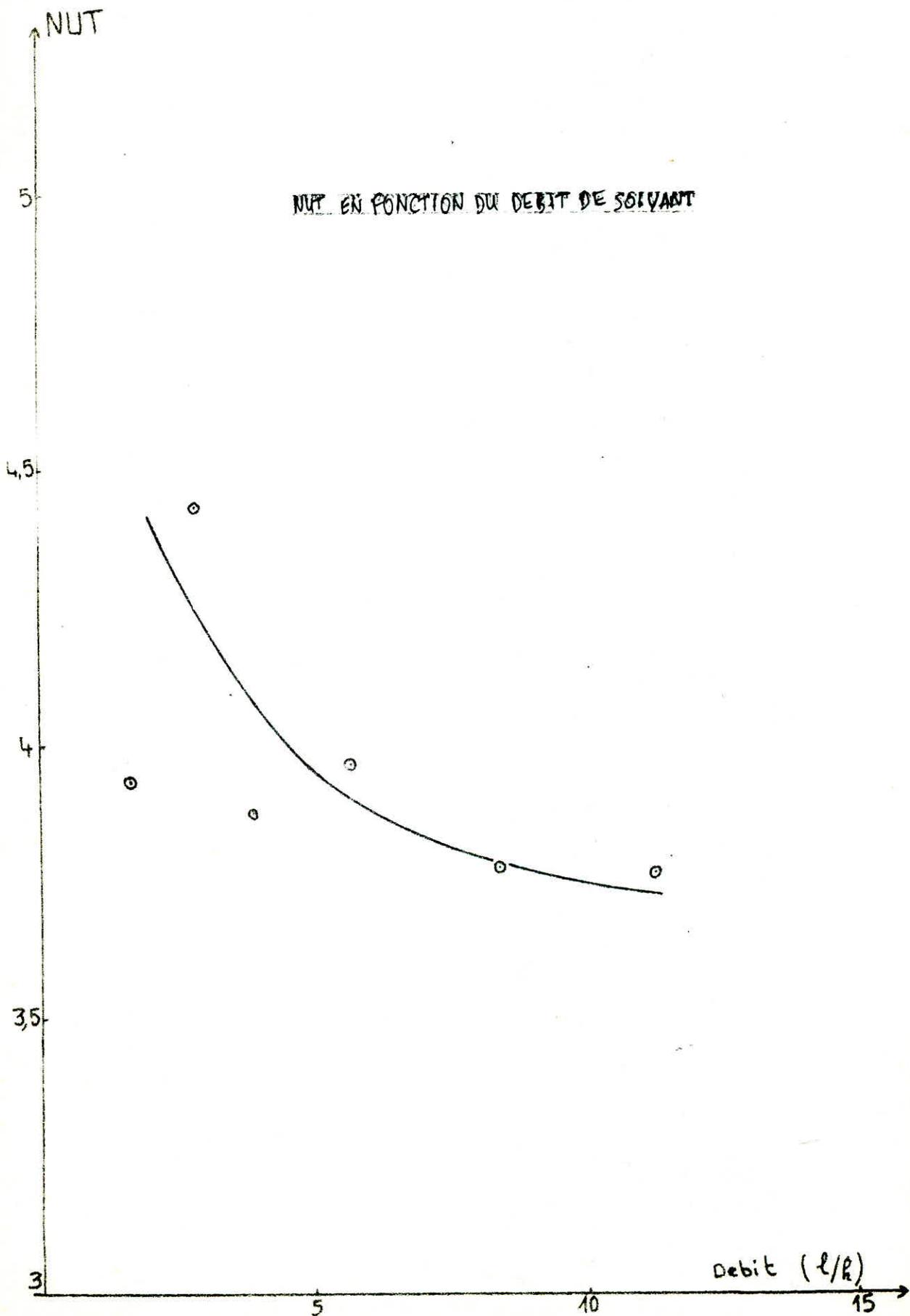
On trace une courbe moyenne donnant le NUT en fonction du débit de solvant en tenant compte des erreurs calculées (voir page 25_h).

Conclusion :

- Les résultats pour l'expérience 1 peuvent être considérés comme aberrantes. Pour les autres expériences on peut admettre les résultats quoique les erreurs commises peuvent atteindre 24 % dans certains cas. Mais étant donné que les erreurs sont pratiquement du même ordre, on peut supposer que l'influence du débit de solvant a pu être mise en évidence.

- Nous n'avons pas jugé utile de tracer le graphe $N_{pt} = f(\text{débit})$ étant donné que la variation est dans le même sens que pour $NUT = f(\text{débit})$.

-25 bis-



- Avec l'augmentation du débit de solvant, les performances de la colonne diminuent du point de vue extrait. C'est à dire que l'extrait n'est pas très riche en éthanol étant donné l'abondance de solvant, par contre le transfert se fait beaucoup mieux. En effet, quand le débit de solvant augmente la vitesse relative des gouttes de charge diminue, par conséquent le temps de contact des deux phases augmente d'où un meilleur transfert de l'éthanol de la phase trichloroéthylène vers la phase aqueuse.

- On remarque que pour des débits assez faibles, les pompes doseuses ne sont pas fiables.

VII. PROPOSITION DE TRAVAUX PRATIQUES

Pour les séances de T.P du module de FEN 109, nous allons proposer comme manipulation l'expérience qui a été détaillée précédemment dont les conditions sont les suivantes :

- charge trichloroéthylène - éthanol à 30% masse en éthanol.
- débit de charge 3l/h (graduation 5 sur la pompe)
- débit de solvant 2,85 l/h (graduation 5 sur la pompe)

Manipulation

- Déterminer le temps nécessaire au régime permanent en faisant des prélèvements toutes les 15 minutes.
- Déterminer le N_{pt} par la méthode de PONCHON-SAVARIT (pôle opératoire) et par la méthode de McCabe et Thiele.

Que peut-on en conclure ?

Les inertes peuvent-ils être considérés comme totalement immiscibles ?

- Déterminer le NUT par intégration graphique.

Note : Utiliser ^{pour} les analyses et les calculs les données qui ont été déterminées lors de la manipulation (T M 1) c'est à dire la courbe de miscibilité, les cordes d'équilibres et les étalonnages densimétriques et refractométriques.

D. CONCLUSION

Nous axerons notre conclusion sur deux facteurs que nous considérons comme étant essentiels pour cette étude. D'une part, les méthodes d'analyse et d'autre part les améliorations à apporter à la colonne.

- En ce qui concerne les méthodes d'analyse, nous avons signalé dans la partie théorique les faiblesses de la densimétrie et de la réfractométrie. Il n'y a pas lieu d'y revenir. Par contre pour la chromatographie, l'effort devrait se poursuivre pour pouvoir utiliser exclusivement cette méthode. Un pas a été fait pour l'analyse de l'extrait. Pour pouvoir analyser le raffinat, on pourrait essayer de placer deux mêmes colonnes en série ou bien trouver une autre colonne avec d'autres conditions. En tous les cas, la recherche devrait se poursuivre dans ce sens. Nous signalerons d'autre part que pour éviter les erreurs, les injections devraient se faire avec une microseringue plus précise (de un microlitre par exemple) et les aires des pics être mesurés avec un intégrateur électronique.

L'utilisation exclusive de la chromatographie comme méthode d'analyse serait un atout non négligeable pour la poursuite de cette étude.

- En ce qui concerne les améliorations à apporter à l'installation, elles se situent au niveau des pompes doseuses et de la colonne.

Nous avons remarqué que pour des débits faibles, la portion de liquide qui reviens par les clapets est relativement importante. d'où une erreur plus grande sur les débits et les bilans de matière. On a vu aussi pendant l'étalonnage des pompes que l'influence de la pression de la colonne de liquide est importante. A moins de faire un étalonnage avec la colonne en fonctionnement avec les produits, ce qui est anti-économique, les résultats seront toujours autres que les débits "reels".

Il serait intéressant de placer les ballons d'alimentation au sommet de la colonne et de les remplir avec les pompes doseuses. Pendant l'extraction, l'alimentation de la colonne se fera par gravitation.

L'installation des vannes et d'un débimètre nous permettra d'avoir des débits plus réguliers.

Lors des essais, on a remarqué qu'à partir d'un certain débit de charge, les gouttes devenaient de plus en plus grosses. Ce qui risque d'entraîner le phénomène de coalescence. C'est ce qui a fait entre autres, qu'on a été obligé de choisir un débit de charge relativement faible.

Un garnissage approprié, par exemple des anneaux Rashig en verre, nous permettrait de travailler à des débits de charge plus grands.

De plus le garnissage améliorerait grandement les performances de la colonne en permettant un meilleur temps et une plus grande surface de contact.

- Pour l'étude des performances de la colonne, on devrait travailler avec d'autres débits de charge et de solvant. De plus il serait aussi intéressant de travailler avec des charges de compositions différentes.

Ainsi, on pourrait déterminer les performances optimales de la colonne pour cette extraction.

BIBLIOGRAPHIE

1. - J. AMANOWICZ " Cours de transfert de Matière" FEN 109, 1982
2. - A. ALIANE " Extraction liquide-liquide " projet de fin d'études 1983
3. - R. TREYBAL " Liquid-Extraction" MC GRAW HILL, 1963
4. - R. TREYBAL " Mass Transfer Opérations" MC GRAW HILL, 1968
5. - P. WUTHIER " Raffinage et Génie Chimique" T.1 Techniq 1972
6. - C.J. KING " Séparation Processes" MC GRAW HILL, 1980
7. - R. BELABBES " Chromatographie en phase gazeuse" FEN 116, 1983
8. - PERRY " Chemical Engineers Handbook "

NOMENCLATURE

- n_{20}^n : indice de réfraction à 20°C
- d : Densité par rapport à l'eau
- t_{eb} : Température d'ébullition en °C
- x : pourcentage massique de l'éthanol dans le raffinat et la charge
- y : pourcentage massique de l'éthanol dans l'extrait.
- X : Rapport de masse de l'éthanol dans le raffinat et la charge
masse d'éthanol / masse totale - masse d'éthanol)
- Y : Rapport de masse de l'éthanol dans l'extrait (mêmes unités).
- N : Nombre de plateaux théoriques.
- $H.E.P.T.$ ^{pt} : Hauteur équivalente à un plateau théorique (m)
- NUT : Nombre d'unités de transfert
- HUT : Hauteur équivalente à une unité de transfert (m)
- H : Hauteur de la colonne (m)
- L' : Débit de raffinat (l/h)
- L : Débit de l'extrait (l/h)
- X* : Composition en rapport de masse, d'une phase fictive qui
serait en équilibre avec Y

