

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT **G**enie **C**himique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

CONTRIBUTION A LA CONCEPTION
ET A LA REALISATION D'UN
EXTRACTEUR A JET RECIPROQUE

Proposé par :

H BRAUER
M LOUNES

Etudié par :

Dj BELKACEMI
M HENDOU

Dirigé par :

M LOUNES

PROMOTION : **JUIN 1983**

MEOUCACES

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

A mes chers parents qui se sont sacrifiés pour me voir atteindre ce but ;

A mes frères et soeurs ;

A mon beau-frère Ahmed et ses enfants ;

A mes chefs et éléments scouts ;

A tous ceux qui ont contribués à ma formation ;

A tous ceux qui ne tolèrent vivre que dans l'intégrité et le respect de leur personnalité musulmane ;

Je dédie ce modeste travail .

Mouloud HENDOU

§-----§

A mes chers parents qui se sont sacrifiés pour me voir atteindre ce but ;

A mes frères en particulier Daoud ;

A tous ceux qui se dévouent dans la sincérité et la modestie à l'édification de notre pays ;

A tous ceux qui ne tolèrent vivre que dans l'intégrité et le respect de leur personnalité musulmane ;

Je dédie ce modeste travail .

Djamel BELKACEMI

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE CHIMIQUE

PROMOTEUR : Mustapha LOUNES

ELEVES INGENIEURS : Mouloud HENDOU

Djamel BELKACEMI



الموضوع : المساهمة في تطور وانجاز خالغ ذواندفاع معاكس
الملخص : فلنا هذا يستهدف المساهمة في تطور وانجاز تركيب مناسب الدفع
لمعاكس يتكون من مفاعل جهاز يسمح بتفريق مختلف أجزاء الخليط
ووحدة قياس المفاعل ذواندفاع معاكس هو تركيب اسطواناني يهتم
جهاز متكونا من هنيجات مثقوبة تنجز حركة الذهاب والإياب هذه الحركة
تسمح بتفريق الجزء المورع من الخليط المخلوع وتوزيعه بهنفة متساوية في الجزء المستمر.

Sujet : CONTRIBUTION A LA CONCEPTION ET LA REALISATION D'UN
EXTRACTEUR A JET RECIPROQUE .

Résumé : Le but de ce travail est de contribuer à la conception
et la réalisation d'une installation à jet réciproque
adéquate , composée d'un réacteur , d'un dispositif qui
permettra de séparer les diverses phases et d'une unité
de mesure . Un Réacteur à jet réciproque est un
dispositif cylindrique dans lequel un appareil composé
de plaques perforées provoque un mouvement de va et
vient . Ce mouvement a pour effet de fractionner la
phase dispersée de l'extraction et de la répartir de
manière égale dans la phase continue .

Synopsis: The aim of our work was to contribute to the design
and realisation of an adequate reciprocating jet , com-
posed of a reactor , a system that permits the
separation of the various phases and a measuring de-
vice . A Reciprocating Jet Reactor is a cylindrical
column in which an apparatus composed of perforated
plates creates a movement to and fro . This movement
has the effect of fractionnating the dispersed phase
of the extraction and distributing it aqually in the
continuous phase .

MEMBRES DU JURY :

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PRESIDENT : Mr. M. BOURKIZA
Maitre assistant à l'E.N.P.

EXAMINATEURS : Mr. M. LOUNES
Maitre assistant à l'E.N.P.

Mr. TCHYKOWSKY
Maitre de conférence à l'E.N.P.

Mr. Z. AIDOUN
Maitre de conférence à l'E.N.P.

-----§-----

Remerciements

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

Ce travail a été réalisé au département de Génie Chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique .

Nous prions Monsieur M. LOUNES ,Maitre Assistant au département de Génie Chimique de l'E.N.P. de trouver ici l'expression de notre profonde gratitude pour les conseils qu'ils nous a prodigués ,pour son soutien moral et l'aide constante qu'il nous a apportée tout au long de notre travail .

Nous remercions vivement Monsieur M. BOURKIZA ,Maitre Assistant au département de Génie Chimique ,d'avoir bien voulu accepté de nous honorer par sa présence en vue de présider le jury .

Nos remerciement vont à l'égard de Monsieur TCHYCOWSKY ,Maitre de conférences au département de Génie Chimique pour ses conseils son aide et pour avoir aussi accepté de juger notre travail .

Nos remerciements vont à l'égard de Monsieur Z. AIDOUN ,Maitre de conférences au département de Génie Mécanique ,pour avoir accepté de faire partie du jury .

Nous adressons également nos remerciements à Monsieur LOUALI , Chef d'atelier des métaux de l'E.N.P. pour ses conseils et son aide matérielle .

Nous ne serions oublier ,d'exprimer nos reconnaissances à toutes et tous ceux qui ont contribués de prés ou de loin à la réalisation de ce travail ,parmi lesquels il nous plait de mentionner en particulier Madame CHERCHARI ,Maitre Assistante au département de Génie Chimique .

SOMMAIRE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

- 1. Généralités.....1
- 2. Principe d'extraction liquide-liquide.....1

FONDEMENTS THEORIQUES

1. Partie Thermodynamique

- 1.1 Définitions.....3
- 1.2 Conditions d'équilibre.....3
- 1.3 Règle des phases.....4
- 1.4 Caractéristiques d'un système ternaire.....4
 - 1.4.1 Définitions.....4
 - 1.4.2 Représentation graphique.....5
 - 1.4.3 Règle d'addition et de soustraction.....7
 - 1.4.4 Isotherme de miscibilité.....8
 - 1.4.5 Influence de la température.....11
 - 1.4.6 Détermination expérimentale de l'isotherme.....12
 - 1.4.7 Droites d'équilibre.....12
 - 1.4.8 Point critique.....13
 - 1.4.9 Courbes de sélectivité et de distribution.....13

2. Partie transfert de matière

- 2.1 Diffusion moléculaire.....16
- 2.2 Diffusion moléculaire dans les fluides.....16
- 2.3 Diffusivités des liquides.....17
- 2.4 Théorie des deux résistances de WHITMAN.....18
 - 2.4.1 Coefficients de transfert individuels.....18
 - 2.4.2 Théorie des deux résistances (ou des films) de WHITMAN..19
 - 2.4.3 Coefficients globaux de transfert de matière.....21
 - 2.4.4 Validité de la théorie des résistances.....22
- 2.5 Théorie de turbulence.....22

3. Partie Hydrodynamique

3.1 Rétension de la phase dispersée.....	24
3.2 Dimensionnement des gouttes.....	24
3.3 Mélange axial.....	27
3.4 L'engorgement.....	29

4. Mise en oeuvre de l'extraction liquide-liquide

4.1 Choix du solvant.....	30
4.2 Choix des méthodes d'extraction.....	31

5. Appareillage d'extraction par solvant

5.1 Les différents types d'extracteurs.....	45
5.2 Efficacité d'un extracteur.....	46

CONCEPTION

1. Classification de l'extracteur.....	48
2. Colonne.....	48
2.1 Description de la colonne.....	48
2.2 Dimensionnement.....	48
3. Les plateaux.....	56
4. Les robinets de soutirage.....	58
5. Les décanteurs.....	59
6. Dimensionnement du corps de bielle.....	60
7. Détermination de l'effort maximal.....	62
8. Détermination de la puissance mécanique totale nécessaire au mouvement de l'élément.....	68
9. L'alimentation des phases.....	73
10. Mécanisme de variation de la fréquence de pulsation.....	74
11. Mécanisme de variation de la course de pulsation.....	75

REALISATION

1. Les plateaux.....77
2. Le disque.....77
3. L'arbre à roulement.....78
4. La bielle.....78
5. L'axe d'articulation.....78
6. Guidage.....78

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

ANNEXE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

I N T R O D U C T I O N

INTRODUCTION

1. Généralités

L'extraction liquide-liquide est de tous les procédés physico-chimiques de séparation celui qui a connu durant ces dernières quarante années le développement le plus spectaculaire.

Au plan industriel, il a connu une succession de phases d'expansions assurant des séparations dans le domaine nucléaire et pharmaceutique entre 1940 et 1950, participant ensuite au développement de l'industrie pétrolière et pétrochimique pendant la décennie 1955-1965, prenant enfin un nouvel essor avec le développement de l'hydrométallurgie.

Actuellement, ce procédé de séparation et de purification est plus souvent utilisé avec la distillation, lorsque les conditions physico-chimiques et technologiques le permettent, comme c'est le cas pour :

- la séparation de composés à forte différence de solubilité ;
- la séparation de composés à température d'ébullition voisine (séparation des hydrocarbures aromatiques et aliphatiques) ;
- la séparation de mélanges binaires présentant un azéotrope (Eau-Acides minéraux) ;
- la séparation de composés thermosensibles ou instables (production d'antibiotiques) ;
- la concentration et la purification de solutions diluées (solutions diluées de sels métalliques, par exemple de Cuivre d'Uranium, de Vanadium) ;
- la substitution à la cristallisation fractionnée ;
- la séparation de composants à propriétés chimiques voisines (séparation d'Uranium-Vanadium et du Hafnium-Zirconium) ;
- l'obtention de produits de haute pureté (sels d'Uranium de pureté nucléaire, sels de terres rares destinés à l'industrie optique) . [1] .

2. Principe d'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est un procédé qui permet de séparer deux ou plusieurs constituants par l'utilisation de leur

répartition inégale dans deux liquides pratiquement non miscibles.

Généralement , on met en contact intime la solution d'alimentation contenant les constituants à séparer (solutés) avec un autre liquide appelé solvant qui extrait préférentiellement un ou plusieurs solutés .

Le solvant qui contient le ou les solutés est désigné sous le nom d'extrait ; la solution d'alimentation ayant perdue la majeure partie de ces mêmes constituants est appelée raffinat .

En pratique , l'utilisation d'un procédé liquide-liquide requiert deux opérations successives :

- Une mise en contact intime de deux liquides pendant un temps suffisant à l'obtention d'un équilibre , qui permet le transfert des solutés de la phase d'alimentation vers celle du solvant ; à l'équilibre , le rapport des concentrations du soluté dans l'extrait et le raffinat , appelé coefficient de distribution ou de partage , donne une mesure de l'affinité relative du soluté pour les deux phases .

- Après leur contact une séparation ultérieure des deux liquides (extrait et raffinat) . [1] .

Ces deux opérations doivent être suivies de :

- la séparation du soluté de l'extrait ;
- la récupération du solvant .

E T U D E T H E O R I Q U E

II. FONDEMENTS THEORIQUES

1. PARTIE THERMODYNAMIQUE

1.1. Définitions

a) La phase:

Une phase est un ensemble homogène séparé des autres parties du système par une surface définie .

b) Le constituant:

On appelle constituant toute substance chimiquement définie entrant dans la réalisation de l'équilibre , sans avoir à connaître la complexité de sa structure .

Quand il y a possibilité de réaction chimique dans le système , les constituants ne sont pas indépendants , car un constituant peut prendre naissance à partir des autres , par suite de cette réaction .

On appelle constituants indépendants les constituants à partir desquels on peut créer toute espèce chimique dans le système envisagé .

Si l'équilibre ne fait intervenir aucune réaction chimique le nombre de constituants indépendants est égale à celui des constituants ; dans le cas contraire il est égale au nombre de constituants diminué du nombre de réactions chimiques entre eux . [2] .

1.2 Conditions d'équilibre

Considérons deux phases a et b ; soit μ_{ia} et μ_{ib} les potentiels chimiques d'un constituant donné i dans chacune d'elles .

Toute transformation virtuelle , à température et pression constantes ne peut consister qu'en un passage de i d'une phase dans l'autre .

Donc , si dn_i moles de i passent de a en b , l'énergie libre de b s'accroît de $\mu_{ib} dn_i$, et celle de a varie de $\mu_{ia} dn_i$. On obtient alors pour la variation totale d'énergie :

$$(\Delta G)_{T,P} = (\mu_{ib} - \mu_{ia}) dn_i$$

Pour exprimer que les deux phases sont en équilibre on écrira que :

$$(\Delta G)_{T,P} = 0$$

$$\text{d'où} \quad \mu_{ia} = \mu_{ib}$$

Le potentiel chimique d'un constituant est le même dans diverses phases en équilibre. [2].

1.3 Règle des phases

Cette règle donne une relation entre le nombre n de constituants indépendants, le nombre de phases, et le nombre minimum de variables (variance) nécessaire pour définir le système complètement.

a) Lorsqu'une phase contient n constituants indépendants, nous serons renseignés sur sa composition si nous connaissons $(n-1)$ concentrations : la $n^{\text{ième}}$ est connue forcément puisque la somme des fractions molaires est égale à 1. Il nous faut ainsi connaître $\varphi(n-1)$ concentrations, puisque nous sommes en présence de φ phases. En plus de ces variables, il nous faut définir la pression et la température (et éventuellement celles correspondant aux forces autres que les forces de pression), ce qui fait $2 + \varphi(n-1)$ variables.

b) Toutes ces variables ne sont pas indépendantes ; il existe des égalités entre les u , eux-mêmes fonctions de ces variables. Chaque constituant donne lieu à $(\varphi - 1)$ égalités, soit en tout $n(\varphi - 1)$ égalités.

c) Il en résulte que la variance est :

$$V = 2 + \varphi(n-1) - n(\varphi - 1) = n + 2 - \varphi$$

C'est la règle des phases de GIBBS (1875). [2].

1.4. CARACTERISATION D'UN SYSTEME TERNAIRE

Le procédé d'extraction liquide - liquide fait appel à l'intervention d'une autre phase que celle constituée par la charge à traiter, ce qui conduit à une dissolution partielle de mélange homogène à séparer par apparition de deux phases liquides en équilibre.

1.4.1. Définitions

Le constituant de la charge (F) le plus soluble dans le solvant (S) est dit soluté (A). L'autre constituant est dit diluant (B).

Dans le procédé d'extraction on obtient deux phases, l'une riche en solvant (S) appelée extrait (E), l'autre pauvre en

solvant (S) appelée raffinat (R) .

Les équations qui régissent un tel système sont :

$$X_A + X_B + X_S = 1$$

$$Y_A + Y_B + Y_S = 1$$

X_i : Concentration de l'extrait (E) relative au constituant i ;

Y_i : Concentration de raffinat (R) relative au constituant i .

1.4.2. Représentation graphique

La représentation graphique est nécessaire pour l'étude d'un système ternaire car elle traduit ses équilibres et nous permet de déterminer les compositions des solutions en équilibre.

Les coordonnées les plus utilisées sont :

a)- Coordonnées triangulaires

Elles sont utilisées d'une manière étendue dans la littérature chimique pour la description graphique de compositions d'un système ternaire . Cette représentation est basée sur les propriétés du triangle équilatéral :

- la somme des perpendiculaires menées d'un point quelconque à l'intérieur du triangle sur les trois côtés est égale à la hauteur (fig.1) .

La relation s'écrira :

$$AH = JM + ML + MK$$

- les segments JM , ML , MK de la fig.1 , représentent les compositions massiques de A , B , S dans le mélange .

- la somme des segments découpés sur les côtés , par les parallèles à ceux-ci , à partir d'un point du triangle est égale à un côté (fig.2) .

La relation s'écrira :

$$Aa + Bb + Sc = AB = AS = BS$$

- si la longueur du côté est égale à l'unité on aura :

$$AS = AB = BS = 1$$

d'où

$$Aa + Bb + Sc = 1$$

par conséquent $Aa = Xs$, $Bb = Xa$, $Sc = Xb$

- si le point M se trouvait sur l'un des côtés , il représenterait les compositions d'un mélange binaire formé des deux constituants figurés aux extrémités du côté. Ainsi sur la (fig.3), le point M représente un mélange binaire composé de A et B.

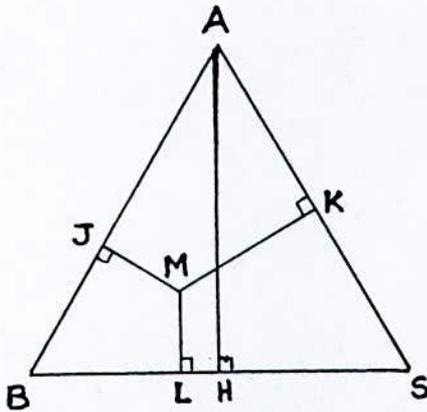


Fig.1

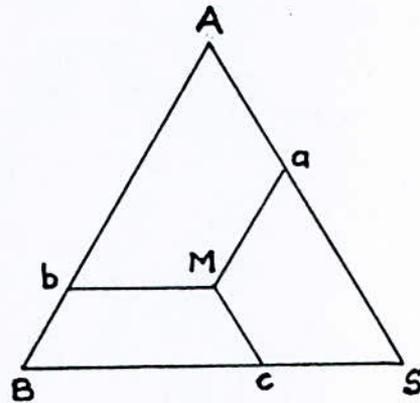


Fig.2

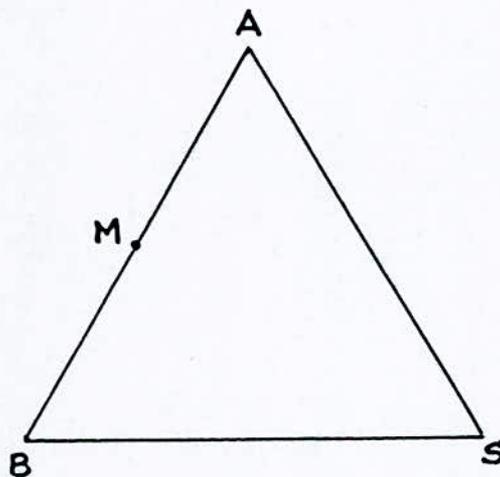


Fig.3

b) Coordonnées rectangulaires

Comme il n'est pas commode d'exprimer algébriquement le

rapport d'équilibre , il est préférable de recourir à un traitement graphique pour représenter les valeurs de l'extraction .

Les coordonnées triangulaires sont toujours nécessaires et même capables d'être étendues pour exprimer une concentration en fonction des autres ; dans ce cas cette échelle est appelée coordonnées rectangulaires , elle est fondée sur les propriétés d'un triangle rectangle isocèle fig.4 .

On porte en abscisse le pourcentage massique de S et en ordonnée le pourcentage massique de B . Le pourcentage massique de A est déduit à partir de la relation :

$$X_A = 100 - (X_B + X_S)$$

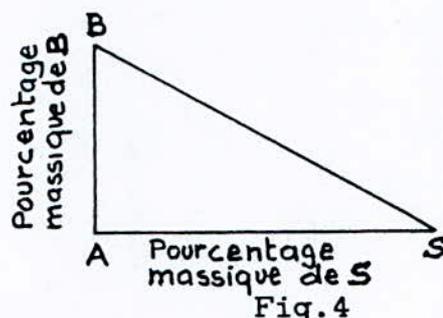


Fig. 4

1.4.3 Règle d'addition et de soustraction

a) Règle d'addition

Lorsqu'on mélange deux solutions ternaires de compositions K et L représentées par les points K, L dans la (fig.4) , on obtient un mélange de composition M situé sur la droite KL tel que :

$$\frac{\overline{ML}}{\overline{MK}} = \frac{K}{L}$$

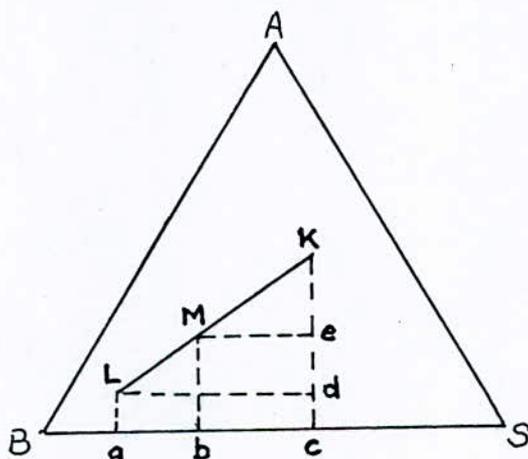


Fig. 5

Cette relation est obtenue à l'aide du bilan de matière suivant:

- Bilan de matière global:

$$M = K + L \quad (1)$$

- Bilan de matière par rapport au soluté A :

$$KX_{KA} + LX_{LA} = MX_{MA} \quad (2)$$

En substituant (1) dans (2) on aura :

$$K(X_{KA} - X_{MA}) = L(X_{MA} - X_{LA})$$

Par suite :

$$\frac{K}{L} = \frac{X_{MA} - X_{LA}}{X_{KA} - X_{MA}}$$

Puisque : $X_{MA} = \overline{Mb}$, $X_{KA} = \overline{Kc}$, $X_{LA} = \overline{La}$.

Donc :

$$\frac{K}{L} = \frac{\overline{Mb} - \overline{La}}{\overline{Kc} - \overline{Mb}} = \frac{\overline{ed}}{\overline{Ke}} = \frac{\overline{ML}}{\overline{MK}} \quad (\text{cas des triangles semblables})$$

b) Règle de soustraction

Si on part d'une solution ternaire de composition M , et si l'on extrait de celle-ci un mélange ternaire de composition L , on obtient une solution ternaire de composition K telle que :

$$K = M - L$$

En raisonnant de la même façon que précédemment , on déduit que:

$$\frac{K}{M} = \frac{\overline{ML}}{\overline{KL}}$$

1.4.4 Isotherme de miscibilité

Afin d'étudier un système ternaire , il est primordial de connaître l'isotherme de solubilité "miscibilité" , qui permet la visualisation du comportement du système à une température et une composition donnée . Cet isotherme est un diagramme qui représente la limite de miscibilité du système (fig.6 à 9) [3].

Différents types de mélanges peuvent avoir lieu par l'addition d'un solvant à un binaire , comme c'est le cas avec :

- La formation d'une paire de liquides partiellement miscible, qui est le système le plus courant en extraction, et dont l'exemple typique est celui de l'Eau (A)-Chlorofine (B)-Acétone (S) et Benzène (A)-Eau (B)-Acide acétique (S).

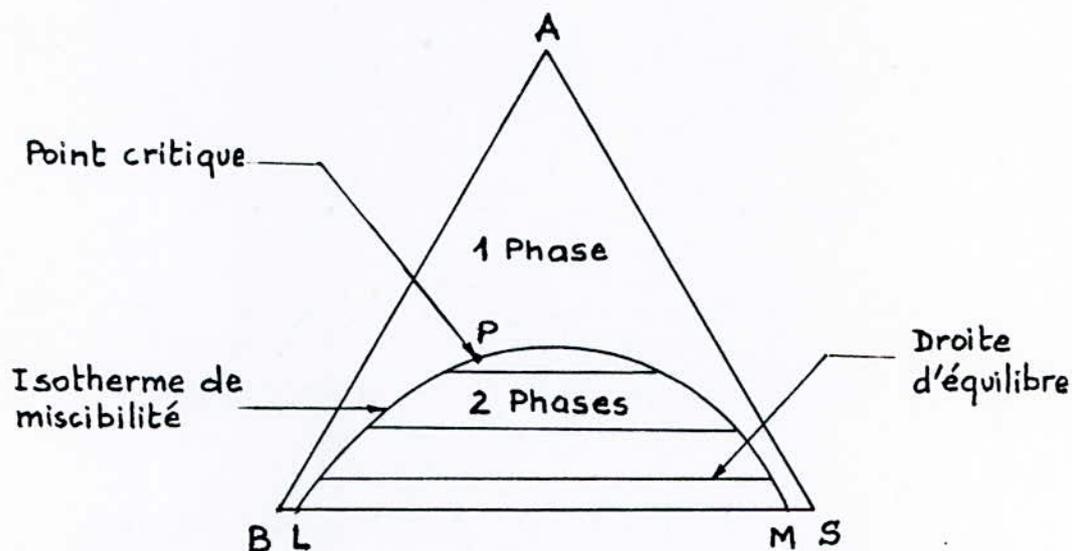


Fig.6

L : représente la solubilité de S dans B .

M : représente la solubilité de B dans S .

- La formation de deux paires liquides partiellement miscibles, dont l'exemple typique d'une telle isotherme de solubilité est celui du ternaire : Chlorobenzene(A)-Eau(B)-Méthyl-Ethyl(S) .

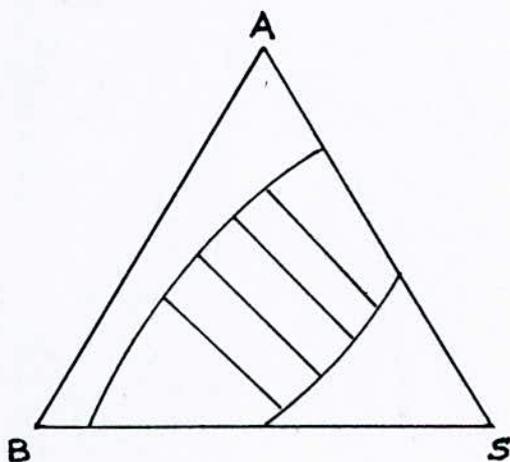


Fig.7

- La formation de trois paires de liquides partiellement miscibles

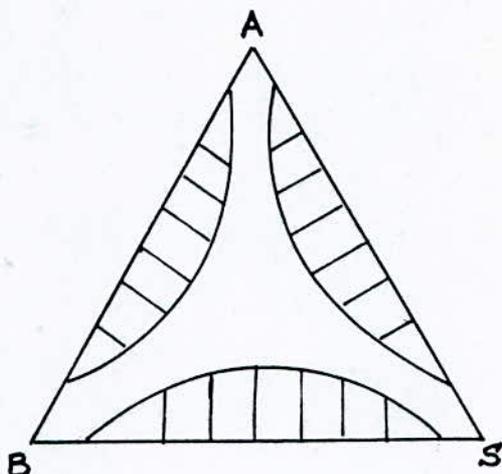


Fig.8

- La formation de deux paires de liquide partiellement miscibles, et un solide : c'est le cas du ternaire Aniline(A)-Isooctane(B)-Naphtalène(S) .

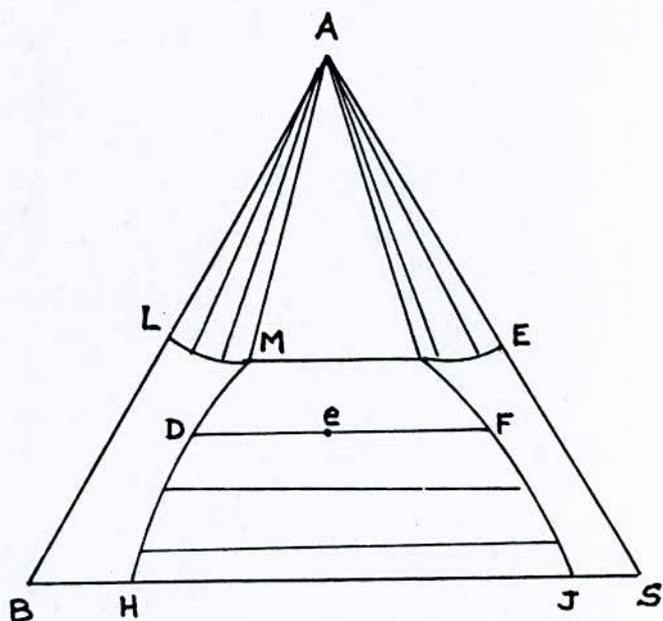


Fig.9

- La formation d'un mélange homogène :

Dans ce cas les trois constituants se mélangent en toute proportion , le système est sans intérêt pour l'extraction .

1.4.5 Influence de la température

La température est un paramètre influent énormément sur la zone de miscibilité et les droites d'équilibre .La zone de miscibilité se rétrécit généralement avec l'augmentation de température (fig.10a) . Pour tenir compte de cette variable , on utilise comme mode de représentation un prisme triangulaire au lieu d'un triangle ,la température étant portée verticalement . [2].

Pour cette représentation on n'utilise pas la surface , mais on projete les diverses sections sur un même plan , et l'on obtient un réseau de courbes binodales à diverses températures .

En général lorsque la température croît , les solubilités , augmentent et le domaine hétérogène décroît (fig.10b). Inversement ,aux basses températures , il peut s'élargir au point de couper un deuxième côté ; deux binaires hétérogènes sont alors possibles (fig.10b à 50°). [2].

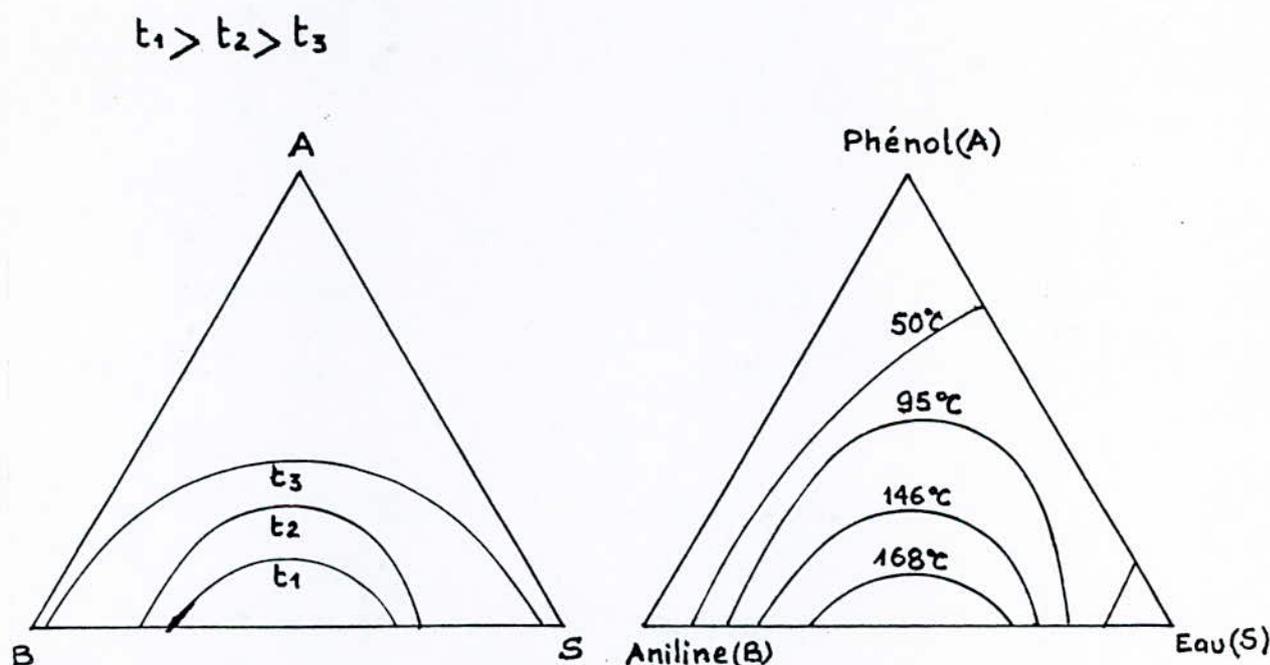


Fig. (10a)

Fig. (10b)

1.4.6 Détermination expérimentale de l'isotherme

L'isotherme de solubilité peut être déterminée expérimentalement de deux manières consistant :

- la première , à préparer un mélange de composition connue représenté par le point K à une température constante . A l'équilibre on obtient deux phases . Après l'analyse de chacune d'elles , on détermine les nouvelles compositions représentées par les points L et M .

- la deuxième , à préparer un mélange binaire de A et B auquel on ajoute le solvant S jusqu'à l'apparition du trouble .

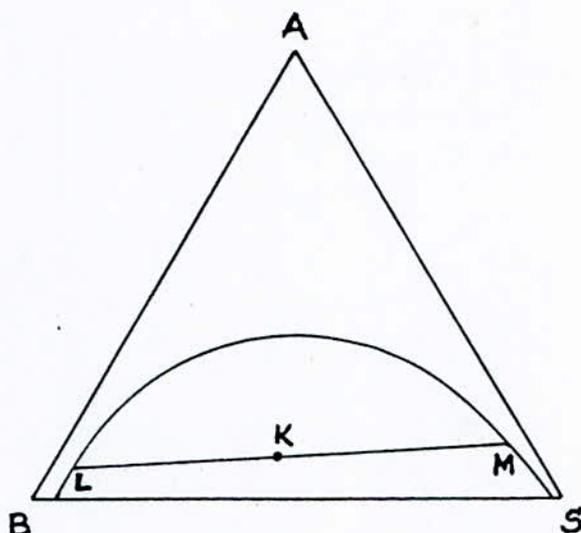


Fig.11

1.4.7 Droites d'équilibre

Si on considère un mélange représenté par le point K et formant deux phases immiscibles en équilibre représentées par les points L et M on aura d'après la règle d'addition :

$$L.\overline{LK} + M.\overline{KM} = 0$$

Ces trois points K , L et M seront donc alignés et formeront une droite dite d'équilibre ou de conjugaison .

Les droites d'équilibres ont un rôle capital pour le traitement d'une extraction , car elles permettent de déterminer les compositions de chaque phase d'un mélange à l'équilibre .

Les droites d'équilibres pour les systèmes étudiés dans la littérature sont en nombre limité alors que la surface d'hétérogénéité doit être imaginée comme une résultante d'un nombre infini de droites d'équilibre .

Une construction géométrique permet d'obtenir une courbe de corrélation appelée courbe d'interpolation indispensable pour les

travaux d'extraction liquide - liquide .

Pour la construction de la courbe d'interpolation on détermine expérimentalement quelques droites d'équilibre, à l'extrémité desquelles on mène des parallèles aux côtés en regard . Toutes ces parallèles se coupent deux à deux en des points distincts , dont la liaison représente la courbe d'interpolation (fig .12) .

Chaque point appartenant à cette courbe va donc nous permettre de tracer deux parallèles aux côtés du triangle . Leurs intersection avec l'isotherme de miscibilité donne une droite d'équilibre.

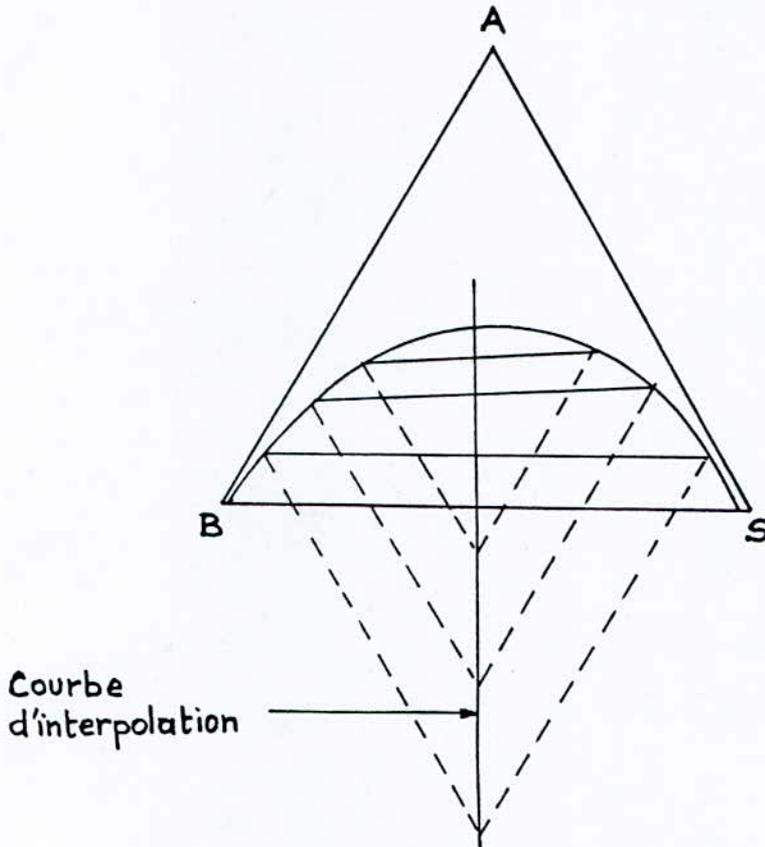


Fig.12

1.4.8 Point critique

Le point critique est le point de tangence d'une droite d'équilibre avec la courbe de miscibilité . Il nous donne la même composition en A pour le raffinat et l'extrait .

Le point critique joue le même rôle que le point azéotropique dans le système liquide - vapeur .

1.4.9 Courbes de sélectivité et de distribution

Ces courbes décrivent l'équilibre et servent de courbe de corrélation en présence de l'isotherme de miscibilité .

a) Courbe de distribution

C'est la courbe qui représente la concentration de A dans la phase solvant X_A en fonction de la concentration de A dans la phase diluant Y_A . La courbe croît jusqu'à un maximum puis change de pente pour atteindre le point critique appartenant à la première bissectrice.

Dans le cas particulier de solutions diluées la courbe de distribution est une droite d'équation :

$$X_A = m Y_A$$

où : m représente le coefficient de partage (fig.13).

b) Courbe de sélectivité

C'est la courbe qui représente les concentrations de A dans la phase solvant considérée sans solvant en fonction des concentrations de A dans la phase diluant considérée sans solvant (fig.14).

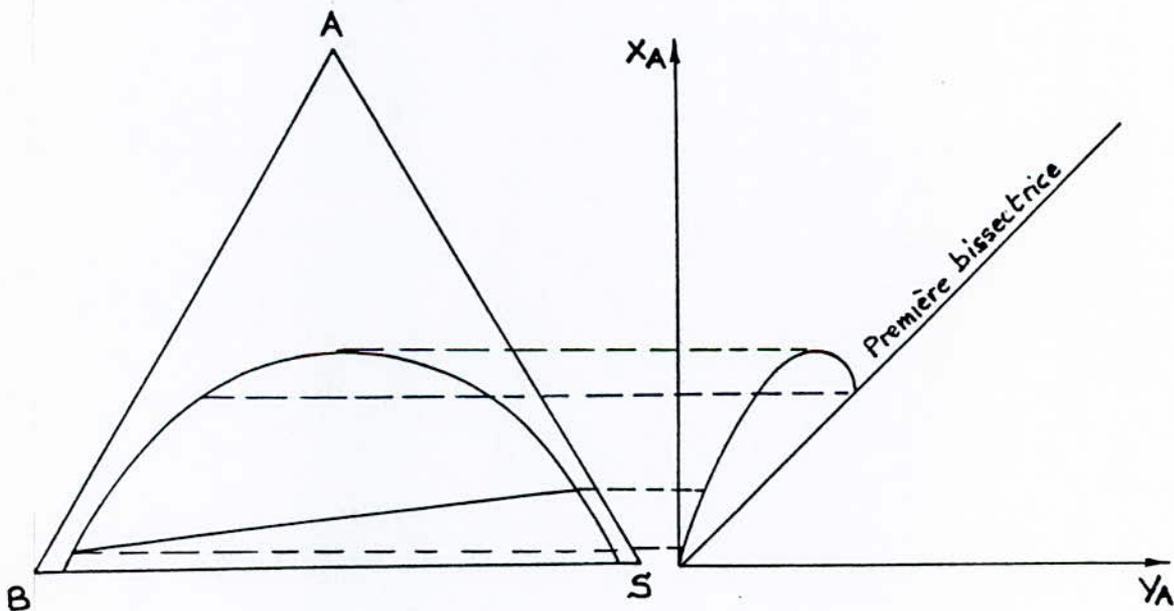


Fig.13

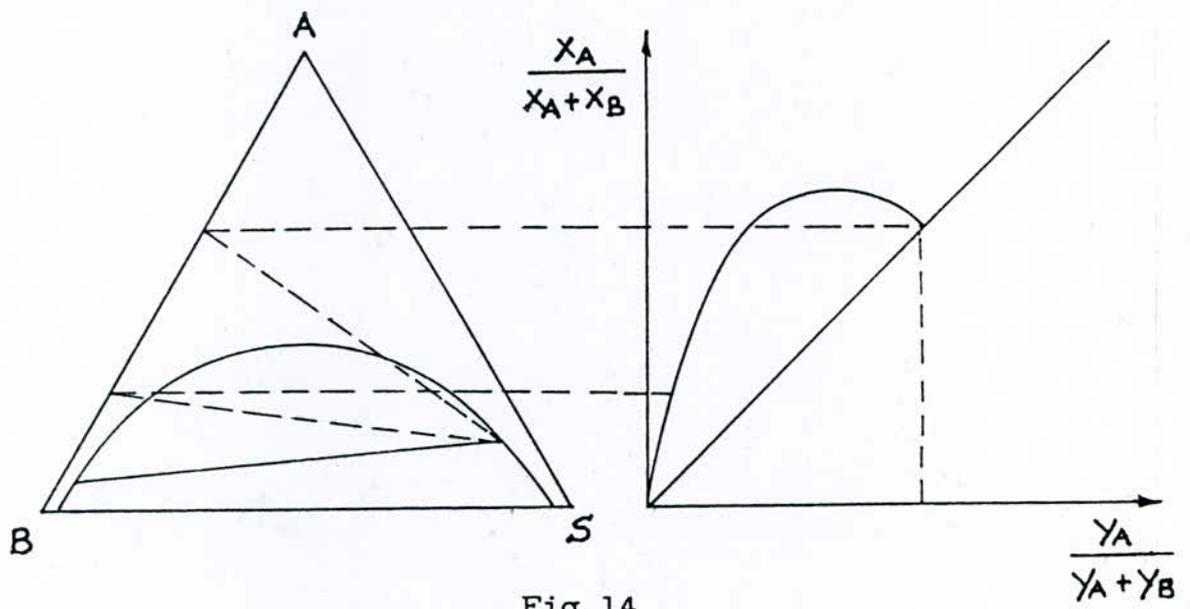


Fig.14

2. PARTIE TRANSFERT DE MATIERE

2.1 Diffusion moléculaire

La diffusion moléculaire concerne le mouvement individuel des molécules à travers une substance sous le seul effet de l'énergie interne du système . C'est la théorie cinétique qui nous a fourni une description du phénomène de diffusion .

2.2 Diffusion moléculaire dans les liquides

C'est la migration d'un ou plusieurs constituants d'un mélange, d'un point de volume occupé par le mélange à un autre indépendamment de toute agitation mécanique ou thermique , et sous le seul effet d'une différence de concentration des constituants dans le mélange .

Le sens de diffusion est tel qu'un constituant du mélange est transféré d'un point où sa concentration est la plus élevée vers un point où sa concentration est la plus faible. Ce phénomène de diffusion cesse lorsque l'équilibre est atteint dans le mélange .

La description quantitative du phénomène de diffusion est donnée par la première loi de FICK qui détermine le nombre de moles diffusés à travers une section perpendiculaire à l'écoulement par unité de temps et par unité de surface , pour une solution contenant deux constituants A et B à concentration non uniformes . Son expression est la suivante :

$$J_A = - D_{AB} \frac{\partial C_A}{\partial Z}$$

ou :

J_A : Flux molaire de A par rapport à la vitesse moyenne du milieu ,
[moles/s m²]

D_{AB} : Coefficient de diffusion (m²/s).

$\frac{\partial C_A}{\partial Z}$: Gradient de concentration suivant une direction
OZ (moles/mm)

Le signe (-) provient du fait que la concentration baisse suivant la direction OZ .

Une autre expression nous donne le flux molaire par rapport à un repère fixe :

$$N_A = - D_{AB} \frac{\partial C_A}{\partial z} + (N_A + N_B) \frac{\partial C_A}{C}$$

ou :

N_A : Flux molaire de A par rapport à un repère fixe (moles/ $m^2 s$)

N_B : Flux molaire de B par rapport à un repère fixe (moles/ $m^2 s$)

Remarque:

Les valeurs du coefficient de diffusion sont déterminées expérimentalement ou à l'aide de corrélations empiriques .

2.3 diffusivité des liquides

L'estimation de la diffusivité dans le cas des liquides s'avère difficile , vu que la théorie de la structure des liquides reste limitée de nos jours . De ce fait WILKE proposa la corrélation :

$$D_{AB} = \frac{117.3 \cdot 10^{-8} (\varphi M_B)^{0.5} T}{\eta \nu_A^{0.6}}$$

où :

D_{AB} : Diffusivité de A dans une solution diluée avec un solvant B (m^2/s)

M_B : Masse moléculaire du solvant B (Kg/Kmoles)

T : Température ($^{\circ}K$)

η : Viscosité de la solution (Kg/ms)

ν_A : Volume molaire du soluté au point normal d'ébullition ($m^3/moles$)

φ : Facteur d'association du solvant .

- les valeurs de ν_A sont données dans les tables pour différentes substances .

- le facteur d'association du solvant (φ) peut être estimé à partir des valeurs expérimentales de diffusivité .

Lorsqu'il s'agit d'une solution concentrée, la corrélation précédente n'est plus valable, car la viscosité varie avec la concentration ; on utilise par suite la relation suivante :

$$D_{AP} = (D_{BA}^{\circ} \mu_A)^{x_A} (D_{AB}^{\circ} \mu_B)^{x_B} \left(1 + \frac{d \log \gamma_A}{d \log x_A} \right)$$

ou :

D_{AB}° : Diffusivité de A dans une solution infiniment diluée de B
(m^2/s)

D_{BA}° : Diffusivité de B dans une solution infiniment diluée de A
(m^2/s)

γ_A : Coefficient d'activité qui peut être obtenu à partir des données d'équilibre liquide - vapeur .

x_A, x_B : Fractions molaires de A et B dans la solution .

2.4 Théorie des deux résistances de WHITMAN

2.4.1 coefficients de transfert individuels

Lorsqu'un solvant immiscible est mis en contact avec une solution dans le but d'en extraire un soluté, le transfert de ce dernier va s'effectuer à travers l'interface séparant les deux liquides, ce transfert cessera quand le potentiel chimique du soluté (ou son activité) sera le même dans les deux phases ; l'équilibre est alors atteint .

Désignons par R le raffinat (solution) et par E l'extrait (solvant ayant dissous du soluté). Durant le transfert, il existe nécessairement entre le raffinat et l'extrait un gradient de concentration qui permet la diffusion du soluté jusqu'à l'interface; de même, le soluté ne peut diffuser de l'interface vers l'extrait que s'il existe un gradient de concentration entre l'interface et E ; ces deux points entraînent généralement une discontinuité de la concentration à l'interface . La (fig.10) représente ces gradients de concentration au sein des phases ; l'interface a été assimilée à un plan ; en général, les liquides sont en mouvement, et le plus souvent de façon turbulente, de sorte que la concentration du soluté dans les deux phases est pratiquement uniforme à chaque instant .

Soit respectivement :

C_R et C_E les concentrations moyennes du soluté dans le raffinat R et dans l'extrait E ;

- C_{Ri} et C_{Ei} les concentrations du soluté à l'interface dans R et E.

Etant donné qu'à l'équilibre l'activité du soluté est la même dans R et dans E, on ne peut prendre comme différence de potentiel représentative du transfert de matière entre les deux phases la quantité $(C_R - C_E)$ du fait de l'existence des gradients de concentration de part et d'autre de l'interface.

Le flux de soluté qui atteint l'interface en provenance de R est donné par l'expression :

$$N_A = k_R (C_R - C_{Ri})$$

Le flux de soluté diffusant de l'interface vers E s'exprime de même par la quantité :

$$N_A = k_E (C_{Ei} - C_E)$$

Lorsque le régime permanent est atteint, ces deux flux sont égaux alors :

$$N_A = k_R (C_R - C_{Ri}) = k_E (C_{Ei} - C_E)$$

k_R et k_E sont les coefficients de transfert de matière individuels pour les deux phases.

2.4.2 Théorie des deux résistances (ou des films) de WHITMAN

Expérimentalement, il est impossible de mesurer C_{Ei} et C_{Ri} car le gradient de concentration entre chaque phase et l'interface se manifeste sur une distance extrêmement faible. WHITMAN émit l'idée que les concentrations interfaciales C_{Ri} et C_{Ei} sont celles de l'équilibre, et que la résistance au transfert dans chaque phase est mesurée par son coefficient de transfert, la résistance totale au transfert est la somme de ces résistances.

Cette théorie appelée communément théorie des deux films a pour dénomination plus exacte théorie des deux résistances.

L'équilibre à l'interface signifie que les potentiels chimiques du soluté sont égaux dans les deux liquides à l'interface; en conséquence, il n'existe aucune résistance au transfert à travers l'interface.

La courbe d'équilibre du soluté $C_{Ei} = f(C_{Ri})$ est indiquée sur la (fig.16); le point P(C_E, C_R) représente les concentrations moyennes du soluté dans E et R; P n'est donc pas situé sur la courbe d'équilibre; le point T(C_{Ei}, C_{Ri}) est représentatif des concentrations d'équilibre interfacial; la droite TP a pour pente :

2.4.3 Coefficients globaux de transfert de matière

Soit C_E^* la concentration du soluté dans la phase E en équilibre avec sa concentration dans la phase R " C_R ". De même on peut définir C_R^* comme étant la concentration du soluté dans R en équilibre avec C_E ; C_E^* et C_R^* sont situées sur la (fig.16).

Si la courbe d'équilibre est connue, la connaissance de C_E^* permet une bonne évaluation de C_R ; le flux de matière transféré de R dans E peut alors se déterminer de la façon suivante :

$$N_A = K_E (C_E^* - C_E) = K_E \Delta C_{0E}$$

De la même manière, C_R^* peut être utilisée pour mesurer C_E alors :

$$N_A = K_R (C_R - C_R^*) = K_R \Delta C_{0R}$$

K_R et K_E sont dits coefficients de transfert de matière globaux applicables à un système à deux phases .

Si m' et m'' sont les pentes respectives des droites ST et UT, on peut écrire, à partir de la (fig. 16)

$$\Delta C_{0E} = \Delta C_E + m'' \Delta C_R$$

d'où :

$$\frac{N_A}{K_E} = \frac{N_A}{k_E} + \frac{m'' N_A}{k_R}$$

ou encore :

$$\frac{1}{K_E} = \frac{1}{k_E} + \frac{m''}{k_R}$$

de même on a :

$$\frac{1}{K_R} = \frac{1}{k_R} + \frac{1}{m' k_E}$$

Les deux relations obtenues illustrent le principe de l'additivité des résistances de WHITMAN et montrent que les coefficients globaux peuvent être calculés à partir des coefficients individuels de chaque phase si ces derniers sont connus .

Si la courbe d'équilibre du soluté favorise de façon très élevée la phase E (le soluté est alors très soluble dans le solvant), alors m est très grand; en conséquence, comme K_R devient très voisin de k_R , on peut conclure que la principale résistance au transfert se trouve dans la phase R .

Inversement, dans le cas où le soluté est très peu soluble dans le solvant, m devient très petit, ce qui implique alors que la résistance de la phase E contrôle le transfert .

Dans certains cas la courbe d'équilibre est une droite ,alors :

$$m'' = m' = m$$

Les coefficients de transfert de matière globaux sont reliés par la relation simple :

$$K_R = m K_E$$

2.4.4 Validité de la théorie des deux résistances

Rappelons les deux principaux postulats sur lesquelles repose cette théorie :

- a)- l'équilibre des phases a été assimilé à un équilibre statique à l'interface .
- b)- il y'a additivité des résistances au transfert dans les liquides de chaque côté de l'interface .

Le domaine de validité de cette théorie est limité par les facteurs suivants , dont les effets modifient l'extraction :

- Nature du soluté (ionique ou non) ;
- changement de température à l'interface ;
- résistance interfaciale due à l'adsorption de substances tensioactives à l'interface ;
- interaction du soluté et des agents tensioactifs adsorbés à l'interface ;
- turbulence interfaciale ;
- réaction chimique .

2.5 Théorie de turbulence

On suppose dans cette théorie , qu'aucune couche mitoyenne (interface) ne se forme et ne se fixe ; que la turbulence doit s'étendre jusqu'à la séparation des phases . L'interface est de ce fait transformée , renouvelée , sous l'effet des phases en écoulement;de telle sorte que le phénomène d'échange soit décrit par les processus initiaux non stationnaires.

La théorie de HIGHBIE est l'une de ces théories de turbulence. [4]. Il considère que le temps de contact t de tous les éléments ont la même grandeur dans la surface de séparation des phases . Un échange de matière a lieu pendant ce temps de contact ; le coefficient de transfert de matière dans la phase raffinat déduit de ce modèle est donné par l'expression :

$$k_R = 2 \sqrt{\frac{D_{AB}}{\pi t}}$$

Une autre théorie de la turbulence est celle de renouvellement superficiel de DONCKWERTS . [5]. ; à la place du temps de contact t , il introduit comme complément à la théorie de pénétration le facteur de renouvellement S , qui décrit le rapport de la surface de séparation des phases renouvelées par unité de temps sur la surface de séparation des phases totales disponibles.

Le coefficient de transfert de matière est donné dans la phase raffinat R par exemple avec l'expression :

$$k_R = \sqrt{D_{AB} S}$$

Les relations de théorie de la turbulence et de la théorie des deux films se confondent pour un temps de contact t assez long des éléments individuels dans la surface de séparation des phases. [5].

3- PARTIE HYDRODYNAMIQUE

Le comportement hydrodynamique d'un système liquide -liquide formé d'une phase dispersée et d'une phase continue qui circulent à contre-courant détermine la capacité des extracteurs et influe sur le transfert de masse . l'action de l'agitation mécanique sur la phase dispersée produit des gouttes de tailles très différentes ; l'analyse de ces opérations constituent les bases de la description des caractéristiques hydrodynamiques d'une colonne à plateaux perforés .

3-1 Rétention de la phase dispersée

La rétention définie comme la fraction de volume de la phase dispersée dans la colonne , est une caractéristique hydrodynamique très importante . Sa connaissance est nécessaire pour :

- calculer l'aire interfaciale par unité de volume de dispersion qui , couramment , est appelée surface spécifique .
- Déterminer la capacité d'engorgement de la colonne qui est limitée par la rétention maximale .
- Evaluer le mélange axial qui est une fonction de la rétention.

La rétention dépend généralement de l'épaisseur et de la nature des plateaux , de la taille des perforations et de l'espace qui sépare les plateaux .

Les études faites sur les colonnes pulsées à plateaux perforés par MISHRA et DUTI ont montré que :

- Un accroissement de taille de perforations ou de la fraction de la surface libre des plateaux provoquait une diminution de la rétention . L'effet du diamètre des perforations était le plus significatif et fut attribué à la formation de gouttes de dimensions plus importantes .

- Une réduction de la distance entre les plateaux entraînait une augmentation de la rétention . A partir des observations visuelles MISHRA et DUTI ont émis l'idée que cet effet était dû à la diminution du diamètre moyen des gouttes , provoquée probablement par une plus grande fréquence d'interactions entre les plateaux et les gouttes .

- La rétention augmentait avec le débit de la phase dispersée et devenait pratiquement constante pour les variations du débit de la phase continue .

3-2 Dimensionnement des gouttes

L'efficacité globale d'un extracteur dépend essentiellement du produit $K a$ ou a est l'aire interfaciale par unité de volume de dispersion et K le coefficient de transfert de masse .

Il semblerait donc qu'on ait toujours intérêt à maximiser a , c'est à dire à disperser le fluide en éléments aussi petits que possible. Malheureusement, les grandeurs K et a varient en sens inverse. Par exemple, les très petites gouttes, qui auraient la plus grande aire spécifique, se coupent comme des sphères rigides et ne sont le siège d'aucune turbulence interne; leur surface n'est pas renouvelée et, par conséquent, le transfert de soluté entre la surface et le coeur de la goutte, est assuré uniquement par la diffusion moléculaire. Au contraire, les grosses gouttes, à aire spécifique plus faible, sont le siège de tourbillons internes qui résultent du frottement du liquide de la goutte sur le fluide extérieur. La surface de la goutte est continuellement renouvelée et le transfert est donc plus rapide; Aucune théorie générale ne permet de prévoir la meilleure solution à ce problème.

Dans les opérations continues de transfert de masse à contre-courant, dans les colonnes dépourvues de dispositifs d'agitation, la phase à disperser est introduite dans la colonne par un distributeur dans le but d'obtenir des gouttes de taille uniforme.

Dans les systèmes agités, la dimension des gouttes résulte de leurs rupture et de leur coalescence; pour ce type de colonne, un travail considérable est réalisé pour décrire les performances des extracteurs de comportement hydrodynamique de la goutte (droplet phenomena), à savoir sa dimension moyenne, sa vitesse de chute ou d'ascension et sa distribution en taille. [6]

- Lorsque les gouttes traversent la partie utile de la colonne, elles présentent trois situations hydrodynamiques distinctes qui dépendent du nombre de REYNOLDS; ces différents comportements sont illustrés dans la (fig.17) au moyen de la vitesse terminale en fonction du diamètre sphérique équivalent de la goutte.

Dans la partie A, aux faibles Reynolds, les gouttes présentent un petit diamètre et se coupent comme des sphères rigides. Leurs vitesses peuvent être prévues par la solution de l'équation de NAVIER STOCKES. [7].

$$v_t = \frac{\Delta \rho g d^2}{18 \mu_c}$$

où :

$\Delta \rho$: Différence absolue des densités des deux phases,

g : Accélération terrestre,

d : Diamètre moyen des gouttes,

μ_c : Viscosité dynamique de la phase continue.

Quand le diamètre de la goutte augmente , une circulation à l'intérieur des gouttes apparaît les lignes de courant ont été décrites par RYBCZINSKI _ HADAMARD . 8 . (fig.18) ; ce concept d'écoulement fournit , pour la loi de STOCKES , un facteur de corrélation K qui tient compte de la circulation interne .

$$v_t = \frac{\Delta \rho g d^2 (1 + K)}{6 \mu_c (1 + 3 K)} \quad \text{ou} \quad K = \frac{U_d}{U_c}$$

U_d : Viscosité dynamique de la phase dispersée .

Ce coefficient décrit une situation intermédiaire entre une goutte rigide et une goutte à forte circulation interne .

Lorsque le diamètre de la goutte dépasse une valeur critique correspondant au maximum de la courbe de la vitesse de chute , les gouttes présentent des oscillations (partie B de la courbe fig .17) . Les causes de ce phénomène ne sont pas encore clairement établies, mais on pense qu'elles seraient dûes à l'instabilité du sillage derrière la goutte et à la présence de la turbulence dans la phase continue .

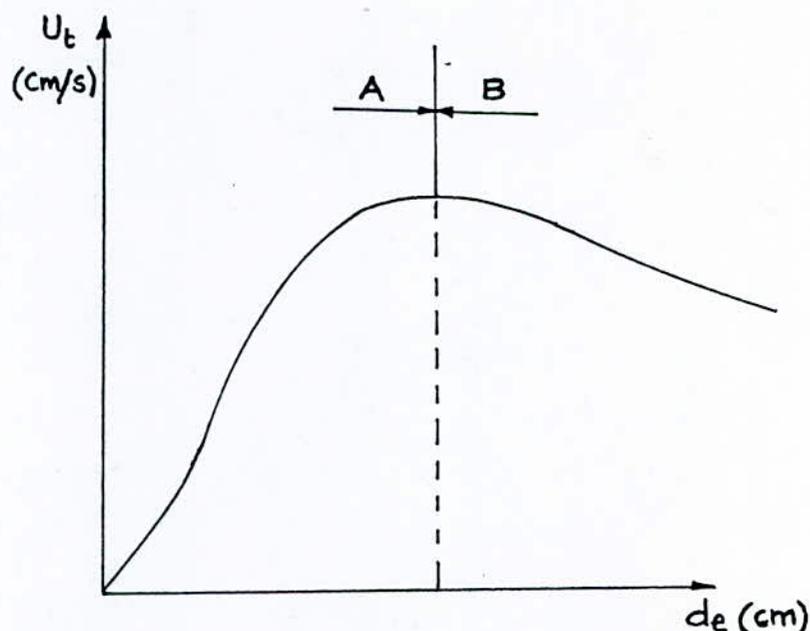


Fig.17 Vitesse terminale en fonction du diamètre équivalent de la goutte

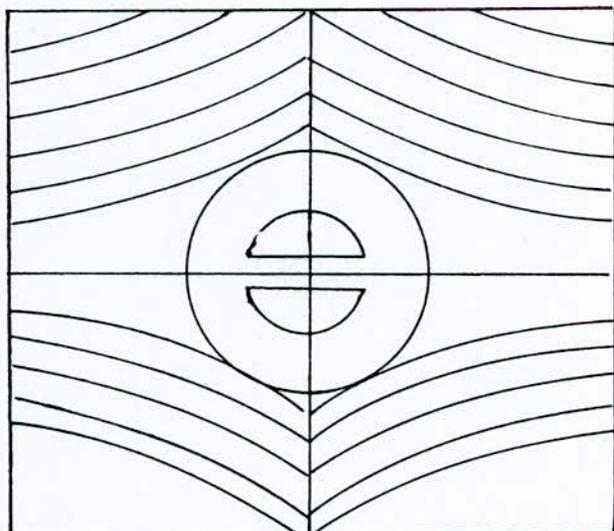


Fig.18 Concept d'écoulement de HADAWARD-RYBCZINSKI

3.3-Mélange axial

Dans un échangeur de matière, les deux phases s'écoulent la plupart du temps parallèlement et à contre-courant. L'appareil est d'autant plus efficace que le gradient de concentration au sein de chaque phase est plus grand, tout le long de l'écoulement, de l'entrée à la sortie. Autrement dit, il faut que le gradient axial de concentration soit aussi grand que possible.

Nous savons par ailleurs que, pour favoriser le transfert de matière entre phases, on homogénéise le sein de chaque phase par turbulence. On parvient donc à cette conclusion que l'échangeur le plus efficace serait celui qui présenterait dans chaque phase un gradient de concentration nul dans le sens transversal et maximal dans le sens axial.

Dans la réalité, cet écoulement idéal est loin d'être atteint et chacune de ces phases est soumise à un degré de mélange plus ou moins intense qu'il est essentiel de connaître pour pouvoir estimer l'efficacité de l'appareil. [6].

L'étude des phénomènes de mélange qui présente une grande importance dans les procédés de transfert de matière a été considérablement développée pour le calcul des réacteurs.

Dans le cas de l'extraction, le problème est rendu plus complexe par la présence d'une phase dispersée dont le comportement est différent de celui de la phase continue. Le mélange de la phase continue reste analogue à celui que l'on observe dans le cas de l'écoulement d'une seule phase. La turbulence introduit en outre des fluctuations de la vitesse locale dues à des tourbillons produits au contact des parois

solides émis par les gouttes de la phase dispersée) . Pour cette raison , la turbulence de la phase continue est plus importante en présence d'une phase dispersée et augmente avec la vitesse relative des deux phases . Par ailleurs l'entraînement dans le sillage des gouttes de la phase dispersée d'une fraction de la phase continue est une cause majeure de mélange axial . Ce type de mélange axial qui conduit à des retours en arrière de la phase continue est appelé mélange en retour ou backmixing . Il conduit à une discontinuité de la concentration à l'entrée d'un appareil dans lequel s'effectue un transfert de matière . En effet, la phase qui entre ,se trouve instantanément mélangée à des portions de cette même phase qui ont déjà échangé de la matière . [6] . .

Le comportement de la phase dispersée peut être assez différent de celui de la phase continue . Si les gouttes de la phase dispersée sont petites et le mélange axial en phase continue est important (par exemple en présence d'une forte agitation mécanique) ces gouttes vont subir les mouvements de la phase continue .

Le mélange axial de la phase dispersée sera alors décrit par le même modèle qu'en phase continue ; cette hypothèse demeure la plus courante et elle est largement développée dans la littérature . [6] . .

Dans le cas des particules moins petites , les mouvements turbulents de la phase continue ne peuvent que freiner de manière aléatoire les particules de phase dispersée sans provoquer le retour en arrière ; un tel type de mélange est appelé mélange en avant . Dans ce cas , la concentration moyenne en phase dispersée ne subit pas de discontinuité à l'entrée .

Pour des gouttes de taille sensiblement constante , il sera possible de négliger les phénomènes de mélange axial en phase dispersée . D'une manière générale , une telle hypothèse est beaucoup plus souvent applicable dans le cas de la phase dispersée que dans celui de la phase continue . [6] . Le mélange axial réduit la force motrice de transfert et par conséquent l'efficacité de l'opération . Ainsi pour réaliser la même opération , le nombre d'unités de transfert nécessaire est plus grand qu'en écoulement piston (c'est à dire sans mélange axial) .

Les phénomènes de mélange axial relatifs à chaque type d'extracteur ont été décrits par plusieurs auteurs . Pour les colonnes pulsées à plateaux perforés , la première étude a été faite par SWIFT et BURGER. [9] . , qui ont utilisé une technique visuelle basée sur l'injection de traceurs colorés . Leurs résultats ont fait penser que le mélange axial était plus intense dans la phase continue que dans la phase dispersée .

Une autre étude basée sur la méthode des traceurs en régime permanent (0.42 M de H_2SO_4 comme traceur) , a permis à ces mêmes auteurs de conclure que les coefficients de dispersion axiale de la phase continue , augmentait avec la diminution du débit de cette phase et avec l'augmentation de l'amplitude de pulsation. [10] . Par contre ils étaient pratiquement indépendants

de la fréquence de pulsation et de la distance qui séparait deux plateaux successifs .

Le mélange axial modifie de façon importante l'efficacité des extracteurs . Il est donc souhaitable de minimiser le plus possible un tel type de mélange ; sujet qui a fait l'objet d'une recherche considérable sur les effets de certains paramètres géométriques et opératoires .

Dans les colonnes pulsées à plateaux perforés , l'augmentation de l'un des débits de phases ou de l'intensité de pulsation, ainsi que la distance entre les plateaux , conduit généralement à un mélange axial très important dans la phase continue . Par contre la présence d'une rétention importante permet de réduire le mélange axial .

Pour la phase dispersée , très peu de recherches ont été rapportées sur le mélange axial ; les causes sont dues aux difficultés rencontrées dans l'expérimentation et la tendance générale de négliger les effets de mélange axial dans cette phase en comparaison avec ceux de la phase continue .

3.4 L'engorgement:

L'engorgement est provoqué par une forte émulsion , il est défini par l'apparition d'un second interface , donc, il est indispensable de connaître le domaine dans lequel on peut travailler sans qu'il se produise .

Une augmentation progressive de la fréquence des pulsations se traduit par une agitation de plus en plus forte dans l'extracteur; l'émulsion entretenue entre les plateaux perforés coalesce dans les sections de décantation de l'appareil .A partir d'une certaine fréquence , la coalescence n'a plus le temps de s'effectuer ; les phases liquides ne sont plus différenciées ; c'est l'engorgement par excès de pulsations . Cette fréquence au-delà de laquelle il n'ya plus de possibilité de fonctionnement caractérise la capacité de l'appareil.

Notons de même qu'on peut déterminer une fréquence minimum en deçà de laquelle l'extracteur ne peut fonctionner ; cette fréquence en général très basse ,est celle de l'engorgement par insuffisance de pulsations .

La détermination des fréquences d'engorgement pour une amplitude et un débit donnés permet de délimiter le domaine d'utilisation de l'extracteur .

4. MISE EN OEUVRE DE L'EXTRACTION LIQUIDE - LIQUIDE

Le problème réside dans le choix du solvant et de la méthode d'extraction, afin d'assurer les meilleures conditions pour une telle opération :

4.1 Choix du solvant

Pour un bon procédé industriel, on choisira une installation économique, faible, compacte, efficace, qui séparera donc le soluté à partir de phases concentrées, avec une excellente sélectivité et une cinétique d'échange rapide, pour des températures et des pressions voisines des conditions ambiantes.

Pour satisfaire à ces exigences, le solvant idéal devra avoir les propriétés suivantes :

- une forte capacité d'extraction : caractérisée par des valeurs élevées des coefficients de distribution E_a^o (rapport de la concentration C_o du soluté en phase solvant, à sa concentration C_a dans la phase d'alimentation); ces coefficients s'obtiennent à partir des diagrammes de distribution du soluté dans le système des deux phases non miscibles considéré.

- une grande sélectivité de l'extraction du soluté A vis-à-vis d'un autre soluté B, caractérisée par le facteur ou le coefficient de sélectivité α_{AB} , rapport de leurs coefficients de distribution $E^o(A)$ et $E^o(B)$; ces coefficients peuvent atteindre des valeurs de 10^4 à 10^6 , impossible à atteindre par d'autres procédés de séparation.

- des caractéristiques physico-chimiques permettant une récupération facile :

- * soit du soluté: changement de PH, précipitation ou cristallisation d'un sel métallique.

- * soit du solvant : grande volatilité ou capacité thermique faible pour une distillation économique, comme dans presque tous les procédés de la chimie organique.

- une solubilité négligeable dans le raffinat : $(20 \text{ à } 50) 10^{-6}$ en volume, qui évitera une coûteuse récupération imposée pour des raisons économiques ou de sécurité de l'environnement.

- une stabilité chimique vis-à-vis des milieux réactionnels rencontrés au cours de différentes opérations d'extraction.

- des caractéristiques physiques fournissant des temps de dispersion et de séparation des phases après contact industriellement acceptable; pratiquement, les solvants industriels présentent des viscosités réduites $(1 \text{ à } 3) 10^{-3} \text{ Pa s}$; des tensions interfaciales moyennes $(20 \text{ à } 40) 10^{-3} \text{ N/m}$ et une importante différence de masse volumique par rapport à la phase d'alimentation $(200 \text{ à } 300) \text{ kg/m}^3$

- des propriétés favorables :

* du point de vue cinétique du transfert de masse (mise en équilibre après un contact inférieur à quelques minutes).

* du point de vue économique : produit bon marché, et disponible commercialement .

* du point de vue sécurité d'emploi , produit à faible toxicité , à point éclair élevé (supérieur à 55°C) , donc peu inflammable , et peu corrosif vis-à-vis des matériaux de construction courants.

Le choix rationnel du solvant nécessite la connaissance de ses propriétés physiques et thermodynamiques (courbes de distribution et de sélectivité) ainsi que ses caractéristiques cinétiques de transfert de soluté considéré .

La littérature fournit une source abondante d'information sur les propriétés physiques des solvants , notamment organiques ; en revanche , l'obtention de données thermodynamiques relatives à un cas concret pose un problème , dont la solution passe encore souvent par une détermination au laboratoire .

4.2 Choix des méthodes d'extraction liquide-liquide

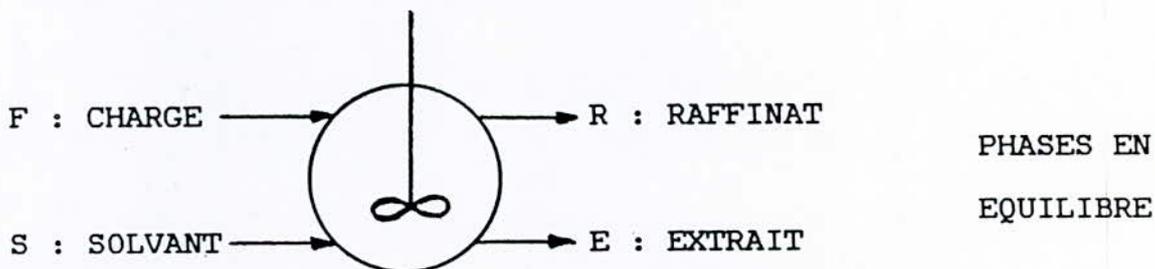
On considère le cas d'un ternaire :

soluté A , diluant B , solvant S.

Le soluté en solution dans le diluant est introduit dans l'extracteur dans la phase d'alimentation ; le contact entre cette solution et le solvant s'effectue selon deux systèmes :

- le système à contact successif et ,
- le système à contact continu .

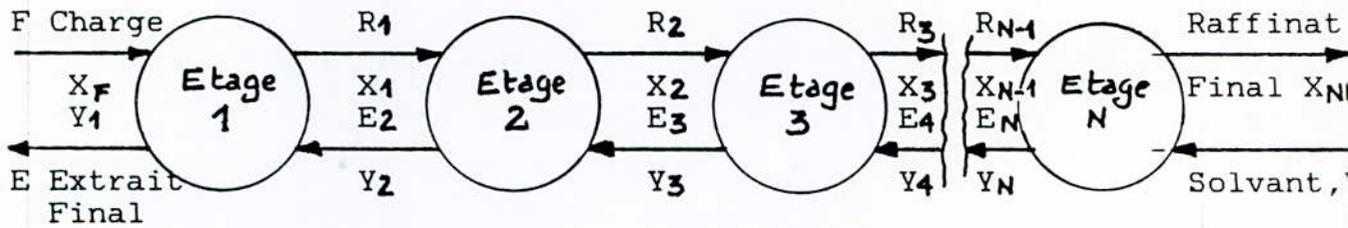
Afin de simplifier le problème , on peut assimiler un extracteur à un ou plusieurs étages théoriques ; le raffinat et l'extrait sortant d'un étage sont en équilibre entre-eux .



4.2.1 Extraction à contre courant

Dans ce cas d'extraction ; le solvant et la charge entrent aux extrémités opposées de l'extracteur .

Il existe deux modes d'extraction à contre-courant ; continue et discontinue selon l'écoulement du liquide .



a) - Extraction à contre courant en contact discontinu

L'exemple typique d'une telle extraction est fourni par les mélangeurs décanteurs ainsi que les colonnes à plateaux . Supposons qu'on connaisse les positions des points représentatifs des liquides entrant dans la colonne (F , S) et sortant (E₁, R_N) .

Le bilan de matière de la colonne au niveau de chaque étage sera exprimé comme suit :

- bilan global de la colonne :

$$F + S = R_N + E_1 = M \quad F - E_1 = R_N - S = P \quad (P \text{ est une solution hypothétique}).$$

$$\text{étage 1 : } F + E_2 = R_1 + E_1 \quad F - E_1 = R_1 - E_2 = P$$

$$\text{étage } i : R_{i-1} + E_{i+1} = R_i + E_i - R_{i-1} - E_i = R_i - E_{i+1} = P$$

$$\text{étage } N : R_{N-1} + S = R_N + E_N - R_{N-1} - E_N = R_N - S = P$$

En résumé on a :

$$F - E_1 = R_1 - E_2 = R_2 - E_3 = \dots = R_{i-1} - E_i = R_N - S = P$$

On remarque que le point P est fixe quel que soit l'étage , ceci exprime seulement que le débit massique est constant à l'entrée et à la sortie de n'importe quel étage ; ce point n'est rien autre que l'intersection des prolongements des segments FE₁ et R_NS ; ce point est à la base de la détermination du nombre d'étages et de l'efficacité , car pour obtenir un point E_{i+1} il suffit de prolonger la droite PR_i jusqu'à son point d'intersection avec l'isotherme de miscibilité . Cette construction graphique de point en point j fois jusqu'à ce qu'on trouve R_j confondu avec R_N nous donnera le nombre d'étages théoriques nécessaires à la séparation (fig.18 à 19) .

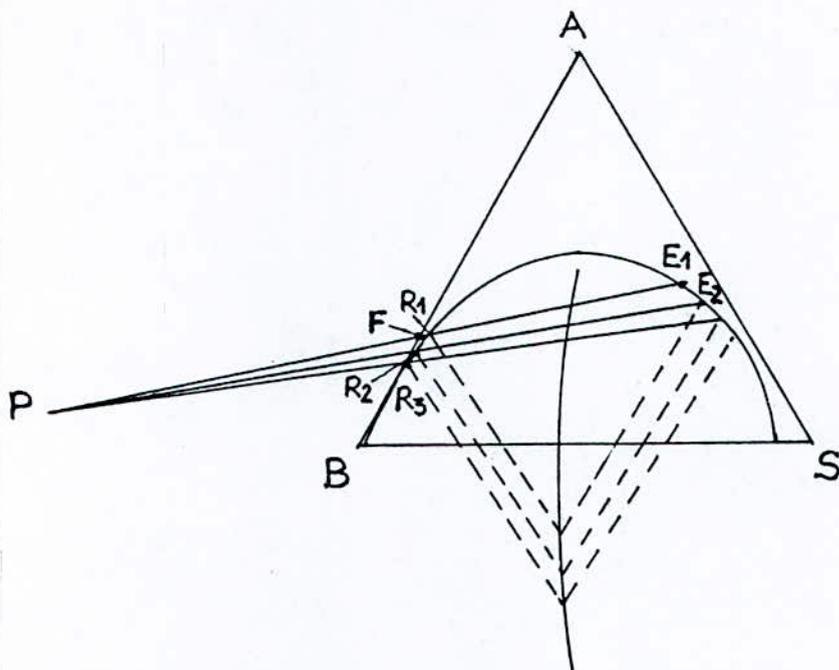


Fig.18a

a.1) Taux de solvant maximal (Fig.19)

La détermination de plateaux théoriques nous a permis de déterminer le point J tel que R soit confondu avec R, dans le cas de charge traitée par des quantités croissantes de solvant ; le taux de solvant maximal est donné par la relation :

$$\left(\frac{S}{F} \right)_{\max} = \frac{\overline{JF}}{\overline{JS}}$$

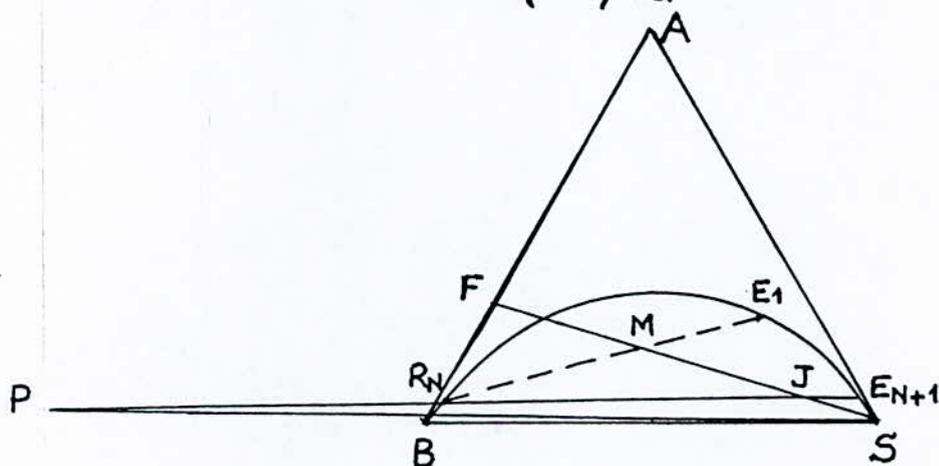


Fig.19

a.2) Taux de solvant minimal (Fig.20)

Soit les droites d'équilibres prolongées jusqu'à la droite R S. Ces intersections nous définissent plusieurs points dont P est le plus éloigné de R . On remarque que tout point à droite de P appartient à une ligne d'équilibre ; or pour que l'extraction soit possible , il faut que le nombre d'étages théoriques soit fini , autrement dit qu'au cours de la construction graphique aucune droite de conjugaison ne passe par le pôle opératoire , ce qui nous ramène à dire que P ne peut être considéré comme pôle; donc il faut choisir un pôle à gauche de P qui nous donne un taux de solvant supérieur à celui correspondant à P , qui définit un taux de solvant minimal donné par la relation :

$$\left(\frac{S}{F} \right)_{\min} = \frac{\overline{M_2 F}}{\overline{M_2 S}}$$

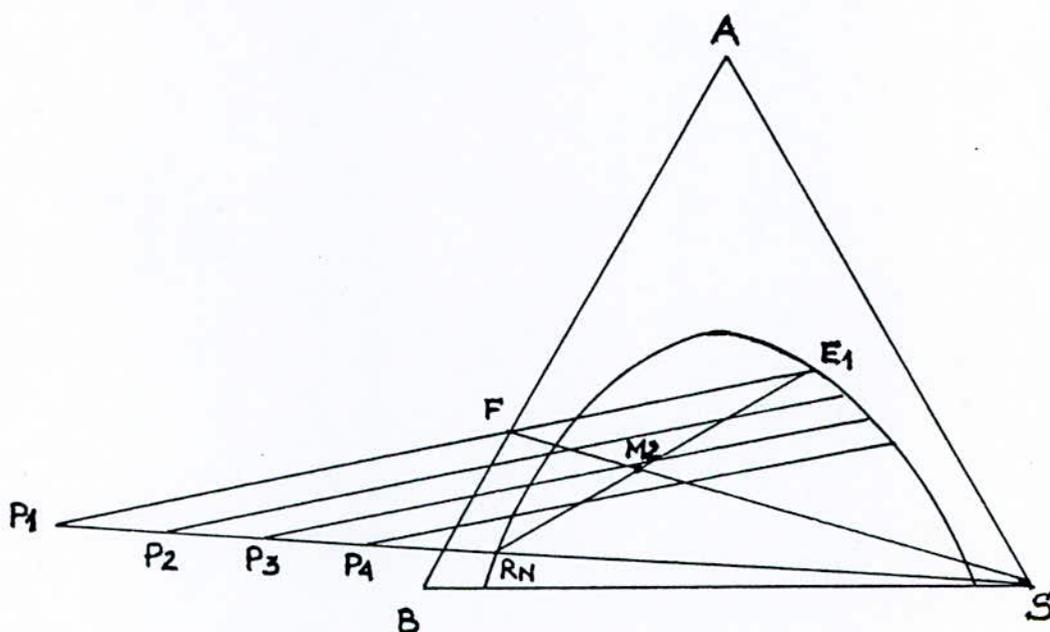


Fig.20

a-3) Méthode de MAC CABE et THIELE (Fig.21)

L'utilisation des coordonnées triangulaires s'avère très incommode lorsque le nombre d'étages dépasse 2 ou 3 ; il est très utile dans ce cas d'utiliser les coordonnées rectangulaires , pour ceci on part de la courbe de partage en portant en abscisse les pourcentages massiques X_A du soluté dans le raffinat et en ordonnée les pourcentages massiques du soluté dans l'extrait .

Pour un même étage les pourcentages massiques X_A , Y_A sont des

coordonnées d'un point de la courbe de partage . D'autre part les compositions Y_A, X_A dans l'extrait et le raffinat se croisant à l'entrée ou à la sortie d'un même étage théorique sont les coordonnées d'un point appartenant à la courbe opératoire . Pour établir l'équation de cette courbe , effectuant le bilan suivant :

$$F \begin{cases} Z_A \\ Z_B \\ Z_S \end{cases} \quad E \begin{cases} Y_A \\ Y_B \\ Y_S \end{cases} \quad R \begin{cases} X_A \\ X_B \\ X_S \end{cases}$$

on a :

$$F Z_A + E_{i+1} Y_{Ai} = R_i X_{Ai} + E_1 Y_{A1}$$

Y_{Ai} : Composition de l'extrait en soluté A dans l'étage i

$$Y_{Ai} = \frac{R_i}{E_{i+1}} X_{Ai} + \frac{E_1 Y_{A1} - F Z_A}{E_{i+1}}$$

Cette équation ne représente pas une droite car R_i et E_{i+1} varient et permettent de tracer point par point à partir de l'isotherme de miscibilité et du pôle opératoire la courbe opératoire .

On note que cette courbe est limitée par les points représentatifs $R_N S$ et $F E_1$, c'est à dire les points $V(X_{AN}, 0)$ et $W(Z_A, Y_{A1})$. Pour déterminer le nombre d'étages théoriques , on trace sur un même diagramme les courbes opératoires et de partage du point $W(Z_A, Y_{A1})$; on trace la parallèle à l'abscisse jusqu'au point D_1 appartenant à la courbe de partage ; de ce point on trace la parallèle à l'ordonnée jusqu'au point W_2 appartenant à la courbe opératoire et ainsi de suite jusqu'au point h.

Le nombre d'intersection avec la courbe de partage représente le nombre d'étages théoriques (N.E.T).

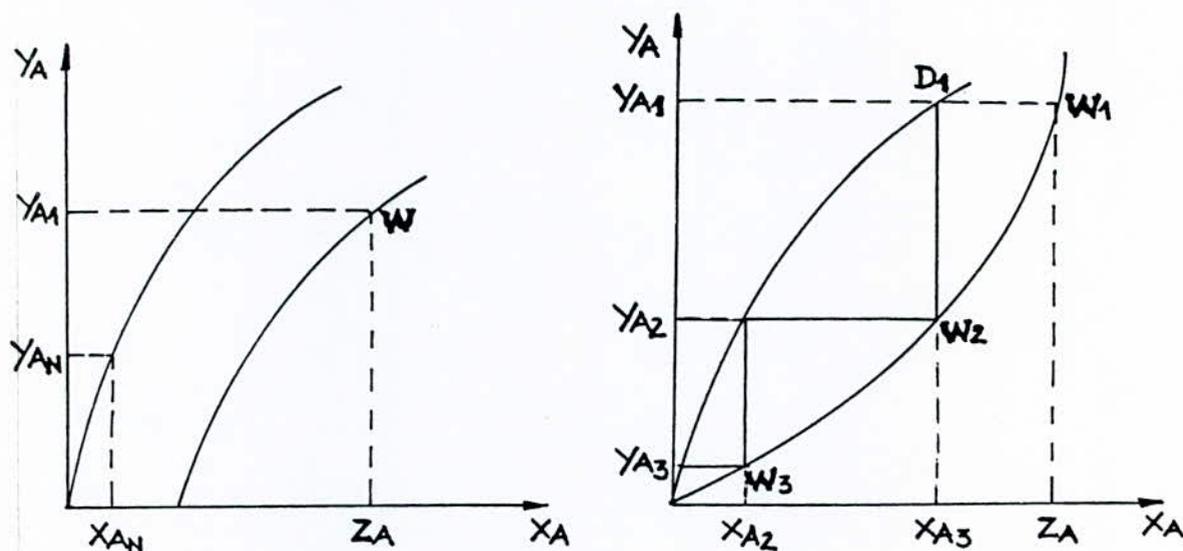


Fig.21: Détermination graphique du nombre d'étages théorique (N.T.E)

b- Extraction à contre-courant à contact continu

Dans ce cas d'extraction on a une phase dispersée et une autre continue , les deux liquides s'écoulent à contre-courant sous l'effet de la gravité. Ce fonctionnement correspondant au contre-courant à contact continu se rencontre dans le cas des colonnes à garnissage ou à pulvérisation .

L'efficacité d'une telle colonne est mesurée soit par la hauteur équivalente à un étage théorique (H.E.T) , soit par la hauteur d'une unité de transfert (H.U.T) .

b-1 Hauteur équivalente à un étage théorique

On imagine la colonne formée d'un ensemble de sections de telle sorte que les phases quittant celles-ci soient en équilibre.

On peut donc définir un tronçon de la colonne équivalent à un étage théorique . Il s'ensuit que les phases en équilibre sont à des niveaux distants d'une longueur correspondant à la hauteur d'une section fictive appelée hauteur équivalente à un étage théorique (H.E.T). La hauteur de la colonne est donnée par :

$$H = (N.E.T) \cdot (H.E.T) \text{ avec } (N.E.T) : \text{ nombre d'étages théoriques.}$$

b-2 Unités de transfert et hauteur d'une unité de transfert (N.U.T, H.U.T)

b-2-1) Unités de transfert individuel des films

Considérons la colonne d'extraction schématisée par la (fig.22) ou le raffinat et l'extrait s'écoulent à contre-courant et en continu avec :

- les Caractéristiques du raffinat R :

à l'entrée flux molaire (moles/hm) : R₁
fraction molaire du soluté : X_{R1}

à la sortie flux molaire (moles/hm) : R₂
fraction molaire du soluté : X_{R2}

R₂ est inférieur à R₁ , puisque du soluté a été extrait .

- les caractéristiques de l'extrait E :

à l'entrée flux molaire : E₂
fraction molaire du soluté : X_{E2}

à la sortie $\left\{ \begin{array}{l} \text{flux molaire} \quad : E1 \\ \text{fraction molaire du soluté} : X \end{array} \right.$

Dans la colonne ,à une certaine hauteur , les débits(flux) respectifs du raffinat et d'extract seront désignés par R et E

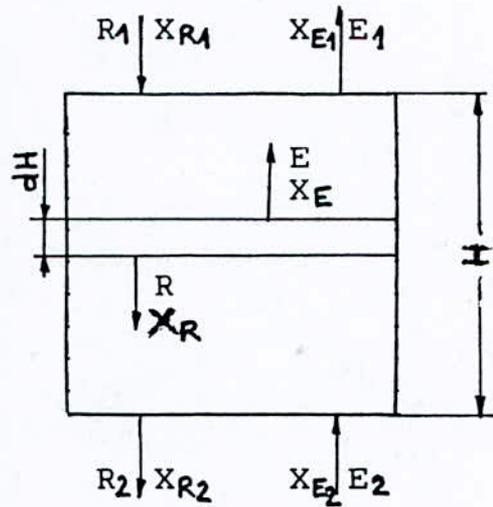
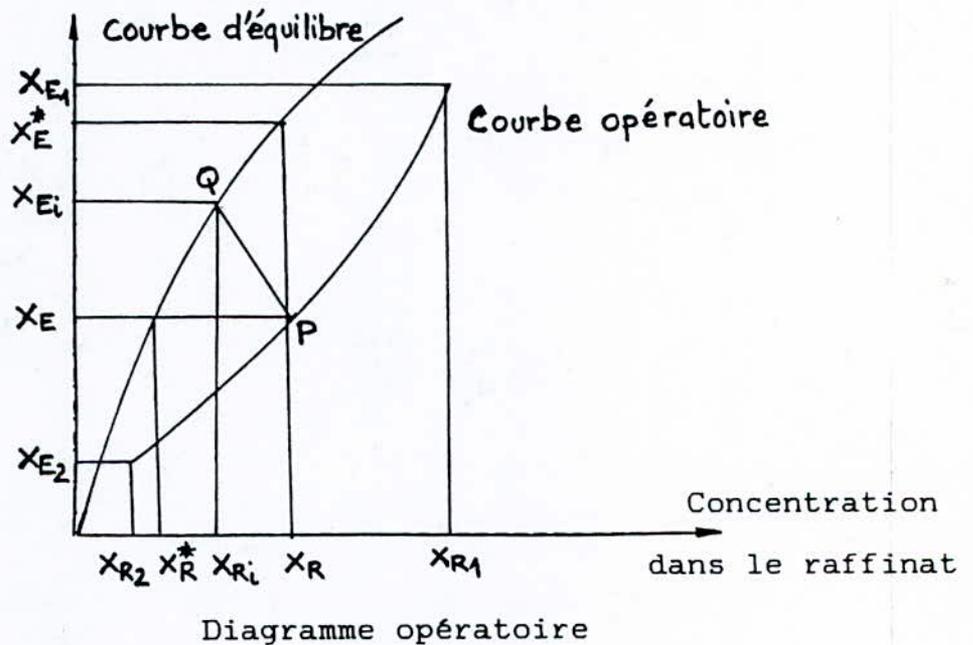


Fig.22



Pour un déplacement dH , il résulte une variation infinitésimale de la concentration , due à la diffusion du soluté de R dans E . Soit :

- A la surface interfaciale par unité de section de la colonne (m^2/m^2).
 - a la surface interfaciale par unité de volume (m^2/m^3).
- Par définition on a :

$$dA = a dH$$

- N le flux molaire total de soluté transféré (moles/hm²)

Le flux élémentaire transféré sur une hauteur dH s'exprime par :

$$dN = d(R X_R) = k_R dA C_{RM}(X_R - X_{Ri}) \quad (1)$$

C_{RM} étant la valeur moyenne de C_R et C_{Ri} .

L'utilisation de cette relation est limitée aux deux cas suivants :

- les liquides sont totalement immiscibles ;
- les solutions sont diluées .

Car elle ne tient compte que de la diffusion du soluté et néglige celles des solvants .

Le flux molaire de raffinat R , ainsi que X_R , varient le long de la colonne ; par contre , le flux molaire de diluant (solution sans soluté) reste constant le long de la colonne , puisque le diluant et le solvant sont immiscibles ; donc la quantité $R(1-X_R)$ reste constante .

Alors :

$$dN = d(R X_R) = \frac{dR X_R (1-X_R)}{1-X_R} = R(1-X_R) d(X_R / 1-X_R)$$

$$dN = R \frac{dX_R}{1-X_R}$$

La relation (1) devient alors :

$$dN = dA k_R C_{RM}(X_R - X_{Ri}) = R \frac{dX_R}{1-X_R}$$

Multipliant les deux membres par la moyenne logarithmique $(1-X)_{ml}$ pour faire apparaître la quantité $k_R(1-X_R)_{ml}$ qui est plus représentative du transfert .

On rappelle que la moyenne logarithmique est par définition :

$$(1-X_R)_{ml} = \frac{(1-X_{Ri}) - (1-X_R)}{\ln((1-X_{Ri})/(1-X_R))}$$

d'où :

$$dN = k_R (1 - X_R)_{ml} dA C_{RM}(X_R - X_{Ri}) = R \frac{dX_R}{1 - X_R} (1 - X_R)_{ml}$$

donc :

$$\frac{(1 - X_R)_{ml} dX_R}{(1 - X_R)(X_R - X_{Ri})} = \frac{k_R (1 - X_R)_{ml} C_{RM} a dH}{R} \quad (2)$$

Les termes $(1 - X_R)_{ml}$ et $(1 - X_R)$ étant en général assez voisins de 1 ; le premier membre représente essentiellement la concentration dX_R par unité de différence de concentration $(X_R - X_{Ri})$ qui engendre cette variation .

L'intégration de (2) donne :

$$\int_{X_{R2}}^{X_{R1}} \frac{(1 - X_R)_{ml} dX_R}{(1 - X_R)(X_R - X_{Ri})} = \frac{H k_{Ra} (1 - X_R)_{ml} C_{RM}}{R}$$

La hauteur de la colonne s'exprime par :

$$H = \frac{R}{k_{Ra} (1 - X_R)_{ml} C_{RM}} \int_{X_{R2}}^{X_{R1}} \frac{(1 - X_R)_{ml} dX_R}{(1 - X_R)(X_R - X_{Ri})}$$

L'intégrale donne une idée de la manière plus au moins aisée dont se fera l'extraction en mesurant la difficulté de la séparation ; par $(NUT)_R$: nombre d'unités de transfert relatif au raffinat .

Le facteur qui précède l'intégrale a la dimension d'une longueur ; on lui donne le nom de hauteur d'unité de transfert relative au raffinat : $(HUT)_R$.

On a donc :

$$H = (HUT)_R * (NUT)_R$$

Les mêmes définitions s'appliquent pour l'extrait :

$$H = (HUT)_E * (NUT)_E$$

b.2.2 Unités de transfert globales

introduite, car il est difficile de connaître les concentrations de l'équilibre interfaciale X_{Ei} et X_{Ri} , la diffusion s'exprimant alors en termes de gradients globaux de concentration :

$$(X_R - X_R^*) \text{ et } (X_E^* - X_E)$$

En l'absence des coefficients de transfert individuels k , l'utilisation des coefficients globaux nécessite que le coefficient de distribution (de partage) m soit à peu près constant dans l'intervalle de concentration utilisé ; alors :

$$m = \frac{X_{Ei}}{X_{Ri}} = \frac{X_E}{X_R} = \frac{X_E^*}{X_R^*}$$

Comme

$$N_A = K_E(C_E^* - C_E) = K_R(C_R - C_R^*)$$

On obtient alors un premier groupe d'équations :

$$(NUT)_{OR} = \int_{X_{R2}}^{X_{R1}} \frac{(1-X_R)_m dX_R}{(1-X_R)(X_R - X_R^*)} = \int_{X_{R2}}^{X_{R1}} \frac{dX_R}{(1-X_R) \ln((1-X_R^*)/(1-X_R))} \quad (3)$$

Puisque par définition :

$$(1 - X_R)_m = \frac{(1 - X_R^*) (1 - X_R)}{\ln((1 - X_R^*)/(1 - X_R))}$$

$$(HUT)_{OR} = \frac{R}{K_R a (1-X_R)_m C_{RM}} \text{ avec } C_{RM} = \frac{C_{R1} + C_{R2}}{2}$$

et on a :

$$H = (HUT)_{OR} * (NUT)_{OR}$$

De même on peut écrire un second groupe de relations relatif à l'extrait :

$$(NUT)_{OE} = \int_{X_{E2}}^{X_{E1}} \frac{dX_E}{(1-X_E) \ln((1-X_E)/(1-X_E^*))} = \frac{H}{(HUT)_{OE}}$$

avec $(HUT)_{OE} = \frac{E}{K_{Ea} (1-X_E)_{ml} C_{EM}}$ ou $C_{EM} = \frac{C_{E1} + C_{E2}}{2}$

En général, la détermination de $(NUT)_{OR}$ et $(NUT)_{OE}$ se fait par intégration graphique, car elle nécessite la connaissance de la courbe d'équilibre et de la courbe opératoire.

Des simplifications dues à des cas particuliers peuvent permettre de calculer $(NUT)_{OR}$ et $(NUT)_{OE}$ sans intégration graphique; par exemple, si la solution est diluée et si m est constant alors $(1-X_R)$ et $(1-X_E)$ sont très peu différents de 1; R et E varient très faiblement et peuvent être considérés comme constants; ainsi une moyenne arithmétique peut être utilisée au lieu de la moyenne logarithmique dans le calcul de $(1-X_R)_{ml}$ avec une erreur tout au plus égale à 1.5% donc on pose:

$$(1-X_R)_{ml} = \frac{(1-X_R^*) + (1-X_R)}{2}$$

on aura donc:

$$(NUT)_{OR} = \int_{X_{R2}}^{X_{R1}} \frac{dX_R}{X_R - X_R^*} + \frac{1}{2} \ln\left(\frac{1 - X_{R2}}{1 - X_{R1}}\right) \quad (4)$$

de même on aura pour le raffinat:

$$(NUT)_{OE} = \int_{X_{E2}}^{X_{E1}} \frac{dX_E}{X_E^* - X_E} + \frac{1}{2} \ln\left(\frac{1 - X_{E1}}{1 - X_{E2}}\right)$$

Un bilan de matière entre la base et une certaine hauteur de la colonne s'écrit:

$$R(X_R - X_{R2}) = E(X_E - X_{E2})$$

En remplaçant X_E par sa valeur $m X_R^*$

on aura:

$$X_R^* = \frac{R}{m E} (X_R - X_{R2}) + \frac{X_{E2}}{m}$$

En posant : $\frac{m E}{R} = \epsilon$ et en remplaçant $\frac{m E}{R}$ et X_R^* par leurs expressions dans (4) , on trouve alors après intégration :

$$(NUT)_{OR} = \frac{\ln \frac{(X_{R1} - X_{E2}/m)}{(X_{R2} - X_{E2}/m)} (1 - 1/\epsilon) + \frac{1}{\epsilon}}{(1 - 1/\epsilon)} \quad (5)$$

De même on obtient pour l'extrait :

$$(NUT)_{OE} = \frac{1}{1 - \epsilon} \ln ((X_{E1} - m X_{R2}) / (X_{E2} - m X_{R2}) (1 - \epsilon) + \epsilon)$$

b.2.3 Coefficient de transfert

Les coefficients de transfert peuvent être utilisés directement pour le calcul des extracteurs , sans passer par le (HUT) , par intégration des équations de définition en tenant compte des conditions opératoires .

On a :

$$dN = K_R a (C_R - C_R^*) dH = K_R a C_{RM} (X_R - X_R^*) dH$$

On définit généralement ces coefficients de transfert sous la forme ($K_R a$), car dans la majorité des cas (a) n'est pas connu ; $K.a$ est alors un coefficient de transfert volumique :

$$dH = \frac{dN}{K_R a (C_R - C_R^*)} = \frac{dN}{K_R a C_{RM} (X_R - X_R^*)}$$

Posons :

M_R masse molaire de R
 ρ_R masse volumique de R

$$\text{Alors : } dN = d(R \cdot X_R) = d\left(R \frac{M_R}{\rho_R} C_R\right) = \frac{R dX_R}{1 - X_R}$$

on aura donc :

$$H = \int_0^H dH = \int_{C_{R2}}^{C_{R1}} \frac{d(R \frac{M_B}{P_R} C_R)}{K_{Ra} (C_R - C_R^*)}$$

ou :

$$H = \int_{X_{R2}}^{X_{R1}} \frac{R dX_R}{K_{Ra} C_{RM} (1 - X_R) (X_R - X_R^*)} \quad (6)$$

Si les solutions sont diluées et m est constant ; en considérant les coefficients de transfert comme constants le long de l'extracteur et $(1 - X)$ voisin de 1, la relation (6) devient :

$$H = \frac{R}{C_{RM} K_{Ra}} \int_{X_{R2}}^{X_{R1}} \frac{dX}{X_R - X_R^*}$$

b.2.4 Résistances globales et individuelles des films :

Il est utile d'établir une relation entre les résistances globales et individuelles ; on rappelle que :

$$\frac{1}{K_{Ra}} = \frac{1}{k_{Ra}} + \frac{C_{RM}}{m k_{Ea} C_{EM}}$$

En multipliant les deux membres par :

$$\frac{R}{C_{RM} (1 - X_R) m l}$$

On obtient :

$$(HUT)_{OR} = (HUT)_R \frac{(1 - X_R) m l}{(1 - X_R) m l} + \frac{R}{m E} (HUT)_E \frac{(1 - X_E) m l}{(1 - X_R) m l}$$

Dans le cas particulier d'une solution diluée :

$$(1 - X_E) m l = (1 - X_R) m l = (1 - X_R) m l$$

L'expression devient :

$$(HUT)_{OR} = (HUT)_R + \frac{R}{m E} (HUT)_E$$

De la même façon on démontre que :

$$(HUT)_{OE} = (HUT)_E + \frac{m E}{R} (HUT)_R$$

Ces deux relations sont importantes , car elles permettent de situer la phase dans laquelle se trouve la principale résistance au transfert ;il convient cependant de noter qu'elles ne sont valables que si le coefficient de partage m est constant .

5. APPAREILLAGE D'EXTRACTION PAR SOLVANT

Les opérations essentielles réalisées par l'extraction liquide-liquide sont au nombre de deux :

- Le mélange intime de la charge et du solvant qui se fait soit dans les colonnes soit dans des batteries de mélangeurs .Le mélange permet une grande dispersion d'une phase dans l'autre , par conséquent un meilleur transfert du soluté .

- La séparation des deux phases (extrait-raffinat) se fait soit à chaque extrémité de la colonne soit dans des décanteurs . De ceci découle que les divers types d'extracteurs ne diffèrent que par la manière dont ils réalisent le contact entre les phases .

5.1 Les différents types d'extracteurs

5.1.1 Extracteurs sans apport d'énergie

Ces extracteurs sont des colonnes verticales dans les quelles la charge et le solvant circulent à contre-courant .

Le fonctionnement de ces colonnes se fait par la dispersion d'une phase dans l'autre ; soit par un système de pulvérisation soit par des plateaux perforés ou par un garnissage .

On distingue ainsi trois types de fonctionnement :

- phase légère dispersée ;
- phase lourde dispersée ;
- phase lourde et légère dispersées .

Les colonnes de ce type sont simples , robustes et de capacité élevée mais de faible efficacité .

5.1.2 Extracteurs avec apport d'énergie externe

La différence entre ces appareils et ceux cités précédemment réside dans l'utilisation d'un agitateur mécanique permettant de maintenir la dispersion et la redistribution de la phase dispersée . On citera quelques exemples de ce type d'appareils :

a) colonnes agitées

Ce sont toutes les colonnes d'extraction dans lesquelles l'apport d'énergie extérieure se fait perpendiculairement à l'axe de la colonne , le cas le plus général étant celui des colonnes à rotor central qui donne une meilleure efficacité mais une capacité plus faible que les colonnes fonctionnant sans apport d'énergie extérieure pour un même encombrement .

b) Mélangeurs-décanteurs

Ce type d'appareil fonctionne de deux manières différentes :

- dans le cas d'extraction discontinue , le mélangeur-décanteur n'est qu'un simple réservoir alimenté d'un système d'agitation et la décantation s'obtient dans le même réservoir par arrêt d'agitation .

- dans le cas d'extraction continue le mélange et la décantation s'effectuent dans des appareils différents .

c) Colonnes pulsées

Dans ce type d'appareil l'apport d'énergie se fait parallèlement à l'axe de la colonne ; le mouvement imposé au liquide est cyclique et de même amplitude vers le haut et vers le bas afin que l'apport d'énergie ne se traduise pas par des vibrations des débits ; ce fonctionnement permet de briser les grosses bulles en bulles plus petites .

On distingue différentes colonnes pulsées, soit à pulvérisation soit à garnissage , soit à plateaux perforés auxquels on ajoute un pulseur à piston ou à membrane .

5.3 Efficacité d'un extracteur

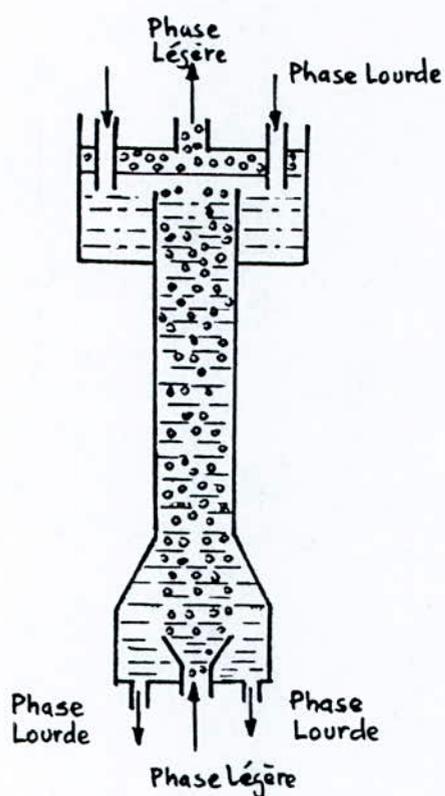
Les facteurs déterminant la qualité d'un extracteur sont l'efficacité , la capacité et le coût d'investissement.

L'efficacité globale peut être exprimée en (NUT) ou en nombre de plateaux théoriques .

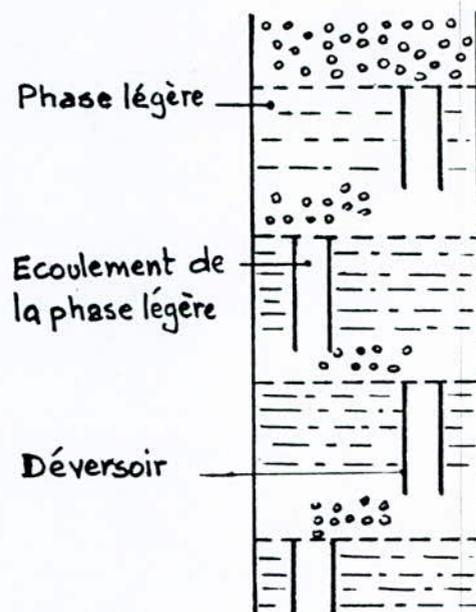
La capacité peut être mesurée par le débit spécifique que l'extracteur peut traiter ; ce débit est défini comme étant la somme des débits à l'entrée des deux phases .

Le coût d'investissement est souvent relié au volume d'extraction . [12] . .

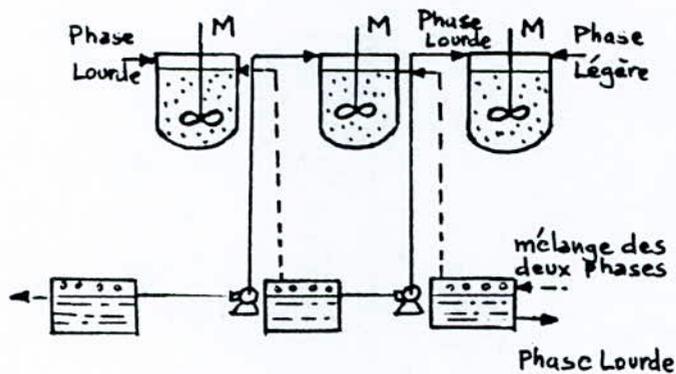
C O N C E P T I O N



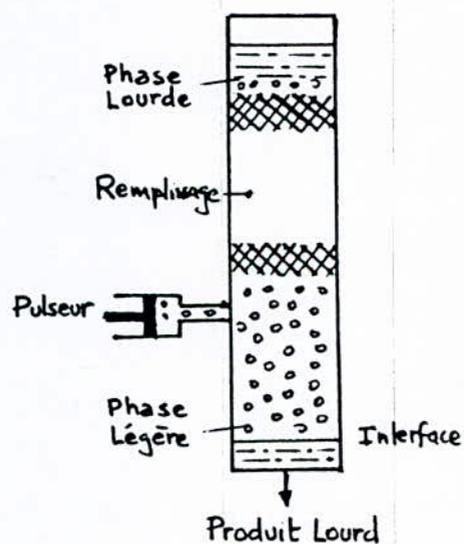
Colonne à pulvérisation



Colonne à plateaux perforés



Mélangeurs-Décanteurs



Colonne pulsée

1 CLASSIFICATION DE L'EXTRACTEUR

Vu l'inconvénient présenté par les colonnes pulsées, au regard de l'énergie considérable mise en jeu pour mélanger l'ensemble du liquide contenu dans la colonne, notamment à l'échelle industrielle, la recherche d'un autre type d'appareil avec apport d'énergie extérieure s'est avérée inévitable.

L'extracteur à jet réciproque est une des solutions proposées permettant d'avoir une dispersion uniforme ainsi qu'un mélange similaire à celui assuré par les colonnes pulsées, tout en utilisant moins d'énergie.

Il existe deux types de colonnes à plateaux perforés à jet réciproque, les colonnes ouvertes et les colonnes à passage segmentaire, la différence entre elles réside dans la conception et la fonction des plateaux.

Dans les premières, les plateaux ont une structure ouverte, manifestée par de larges perforations et de grandes surfaces libres (environ 58 % de la surface totale des plateaux).

Par contre, les secondes sont caractérisées par de petites perforations et des petites surfaces libres.

Notre extracteur n'est qu'une colonne ouverte à plateaux perforés à jet réciproque avec certaines modifications qui seront indiquées dans la suite de cette étude.

2 LA COLONNE

2.1 déscription de la colonne

La colonne consiste en un empilement de plateaux perforés supportés par une tige soumise à un mouvement oscillatoire produit par un système mécanique localisé en haut de la colonne. Elle comprend trois parties :

- Une section d'extraction contenant les plateaux et représentant la colonne proprement dite, avec robinets de prise d'échantillons.
- Deux sections de décantation dont l'une en haut et l'autre en bas.

2.2 Dimensionnement de la colonne

Des études récentes ont été faites pour dimensionner une telle colonne, entre autres celles de BAIRD basées sur plusieurs considérations fondamentales hydrodynamique et de transfert de matière au sein de l'extracteur.

BAIRD élaborera la corrélation suivante liant les conditions opératoires aux propriétés physico-chimiques des systèmes ayant

une tension interfaciale proche de 30 dyn/cm . [3].

$$(U_d)_e + 0.67(U_c)_e = 24.2 (A f)^{-1.2} \bar{\rho}^{-1/3} (\rho_c - \rho_d)^{2/3} (\mu_c / \mu_{c0})^{-1/3} \quad (1)$$

où:

$(U_d)_e$: Vitesse d'écoulement de la phase dispersée à l'engorgement (cm/s)

$(U_c)_e$: Vitesse d'écoulement de la phase continue à l'engorgement (cm/s)

A : Amplitude d'oscillation (cm)

f : fréquence (Hz)

ρ_c : Masse volumique de la phase continue (g/cm)

ρ_d : Masse volumique de la phase dispersée (g/cm)

μ_c : Viscosité de la phase continue (poise)

μ_{c0} : Viscosité de référence (de l'eau) 0.01 poise

Une autre relation découlant de celle ci pour le cas général est exprimée par :

$$1.5(U_d)_e + (U_c)_e = 0.0224 \frac{(\delta^3)^{0.2}}{(\psi^2 \bar{\rho})^{0.2}} (g^2 \Delta \rho^2 / \rho_c U_c)^{1/3} \quad (2)$$

où:

δ : Tension interfaciale (dynes/cm)

$\bar{\rho}$: Densité moyenne (g/cm)

$\Delta \rho = \rho_d - \rho_c$ (g/cm)

ψ : Puissance de dissipation par unité de volume , elle est exprimée à l'aide de la relation suivante :

$$\psi = \frac{2 \pi^2 \bar{\rho} (1 - \epsilon^2) (A f)^3}{3 (c^2 \epsilon^2) l}$$

ou :

ϵ : Fraction de surface perforée

c : Coefficient d'orifice en général (0.6)

l : Distance entre les plateaux (m)

Ces corrélations peuvent être utilisées comme une première approximation pour le dimensionnement de notre extracteur ,mais le modèle exact ne peut être déterminé qu'après avoir réalisé l'installation , effectué des essais et fixer quelques paramètres expérimentaux ,car certaines modifications sont introduites dans notre appareil par rapport à celui étudié par BAIRD :essentiellement la disposition des trous des plateaux perforés et leur arrangement pour aboutir au maximum de cellules élémentaires , problème qui sera discuté dans la suite de cette étude .

Néanmoins on donnera la méthode de calcul pour les différentes parties de cette installation .

2.2.1 Calcul du diamètre de la colonne

L'efficacité de la colonne d'extraction est d'autant meilleure que l'on travaille dans les conditions plus proche de l'engorgement , mais il faut absolument éviter d'atteindre l'engorgement lui-même . On prend donc une marge de sécurité qui dépend de la précision avec laquelle on peut prévoir les conditions d'engorgement et du type de colonne ; généralement , il est proposé de prévoir comme débit normal 60% du débit à l'engorgement.

Soit Q_c et Q_d les débits volumiques des phases continue et dispersée à l'entrée de la colonne .

Soit d le diamètre de la colonne que l'on désire calculer .
Dans les conditions de fonctionnement normales :

- La vitesse de la phase continue est : $U_c = \frac{4 Q_c}{\pi d^2}$

- La vitesse de la phase dispersée : $U_d = \frac{4 Q_d}{\pi d^2}$

A l'engorgement les vitesses des deux phases seront :

$$(U_c)_e = \frac{4 Q_c}{\pi d^2} \frac{100}{F}$$

$$(U_d)_e = \frac{4 Q_d}{\pi d^2} \frac{100}{F} \text{ de même } 1.5(U_d)_e = \frac{4 \cdot 1.5 Q_d \cdot 100}{\pi d^2 F}$$

ou F est le pourcentage de la vitesse d'engorgement admis pour

la colonne , (généralement $F=60$) .

on a donc :

$$d^2 = \frac{400}{\pi F} \frac{Q_c + 1.5Q_d}{(U_c)_e + 1.5(U_d)_e}$$

$(U_c)_e + 1.5(U_d)_e$ peut être connue par la corrélation de BAIRD .

Donc on remarque bien que si on fixe la capacité de la colonne définie par la somme des débits à l'entrée, on pourra bien calculer le diamètre de la colonne .

2.2.2 Calcul de la hauteur utile de la colonne

Pour pouvoir évaluer cette hauteur on utilise une des deux relations suivantes:

$$H = (NUT) * (HUT)$$

$$H = (NET) * (HET)$$

où:

NUT : Nombre d'unités de transfert que doit comporter l'appareillage d'extraction .

NET : Nombre d'étages théoriques nécessaires pour l'extraction.

HUT : Hauteur d'une unité de transfert.

HET : Hauteur équivalente à un étage théorique.

a. Détermination de NUT et NET

Le calcul de NUT doit se faire à l'aide de la relation offerte par la théorie des deux films :

$$(NUT) = \int_{X_S}^{X_{E1}} \frac{dX_E}{(1-X_E) \ln((1-X_E)/(1-X_E^*))}$$

où:

X_S : Composition du solvant en soluté

X_{E1} : Composition en soluté désiré dans l'extrait final .

La valeur de cette intégrale est calculée graphiquement en traçant la courbe en fonction de X_E point par point .

$$Y = \frac{1}{(1-X_E) \ln((1-X_E)/(1-X_E^*))}$$

Cette fonction ne peut être tracée qu'après avoir effectué quelques essais afin de déterminer les données d'équilibres, par prise d'échantillon à divers niveaux de la colonne et par analyse des phases après l'établissement de l'équilibre . Ceci nous permet de construire la courbe de distribution .Ce qui rend le calcul de NUT simple tout en suivant les étapes suivantes :

- On choisit des valeurs de X_E .

- Pour chaque valeur de X_E on calcule la valeur de X_R correspondante en utilisant le bilan de matière :

$$F X_F + S X_S = E X_E + R X_R$$

$$E + R = F + S$$

où :

F :Débit massique de l'alimentation .

S :Débit massique du solvant .

E :Débit massique de l'extrait .

R :Débit massique du raffinat .

X_F :Composition de l'alimentation en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans F}}{\text{masse de F}}$$

X_S :Composition du solvant en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans S}}{\text{masse de S}}$$

X_E :Composition de l'extrait en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans E}}{\text{masse de E}}$$

X_R :Composition du raffinat en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans R}}{\text{masse de R}}$$

Si on travaille sur la base que les phases sont libres du soluté on aura :

$$F'X'_F + S'X'_S = S'X'_E + F'X'_R$$

Donc :

$$X'_R = X'_F + \frac{S'}{F'} (X'_S - X'_E)$$

ou :

X'_R :Composition du raffinat en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans R}}{\text{masse de R sans soluté}}$$

X'_F :Composition de l'alimentation en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans F}}{\text{masse de S sans soluté}}$$

X'_S :Composition du solvant en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans S}}{\text{masse du S sans soluté}}$$

X'_E : La composition de l'extrait en soluté :

$$\frac{\text{masse du soluté dans E}}{\text{masse de E sans soluté}}$$

S' :Débit massique du solvant sans soluté

F' :Débit massique de l'alimentation sans soluté

Cette relation nous permet de connaître pour chaque X_E choisi la valeur de X_R correspondante .

Après avoir déterminé la valeur de X_R , on lit la valeur de la composition du soluté dans l'extrait en équilibre avec celle-ci (X_E^*) ; à partir de la courbe de distribution $X_E^* = f(X_R)$.

Ces considérations préliminaires pour l'étude d'un procédé d'extraction nous permettent le calcul du nombre d'unités de transfert , élément indispensable pour la détermination de la hauteur utile d'une colonne d'extraction.

Quant au nombre d'étages théoriques (NET) nécessaires , il peut être déterminé graphiquement , une fois fixées les compositions désirées dans l'extrait et le raffinat finals , et tracée l'isotherme de miscibilité du ternaire en question . L'algorithme de cette construction graphique est bien décrit dans la partie théorique .

Le mode opératoire de la détermination de l'isotherme de miscibilité est le même que celui cité précédemment pour la courbe de distribution .

b. Détermination de HUT et HET

Le calcul de HUT à l'aide de la relation offerte par la théorie des deux films

$$(HUT)_{OE} = \frac{E}{K_E a (1 - X_E) L_m C_{EM}}$$

est difficile , vu que le coefficient de transfert de matière K_E ainsi que l'aire interfaciale a ne peuvent être facilement connus . Ceci nous amène à penser à des solutions approchées pour le calcul de HUT , présentées par des corrélations adéquates à un extracteur donné ; malheureusement pour notre cas aucune corrélation n'est encore élaborée , ce qui nous oblige à passer par l'expérience afin d'établir un modèle mathématique pour la détermination de ce paramètre .

En général HUT dépend des éléments suivants :

- Les vitesses des phases continue et dispersée ,
- Le diamètre de la colonne ,
- La fréquence de pulsation ,
- L'amplitude de pulsation ,
- La distance entre les plateaux ,
- La tension interfaciale ,
- La différence de densité entre les phases ,

- La diffusivité du soluté dans les phases ,
- Le diamètre des perforations des plateaux ,
- La fraction de surface perforée ,
- La viscosité dynamique des phases .

Pour une colonne pulsée par exemple SMOOT-MARET-BABB élaborent la corrélation suivante pour le calcul de HUT :

$$(HUT)_{0E} = 7.35 \cdot 10^{-42} \frac{V_c^{0.539} d^{0.317} l^{0.685} \delta^{0.097} \Delta \rho^{1.04}}{D^{0.865} (f A d_0 / \varepsilon)^{0.434} \rho_d^{2.34} \mu_d^{3.27} V_d^{0.636}}$$

ou :

V_c : Vitesse de la phase continue : 8.4×10^{-4} à 8.8×10^{-3} m/s

V_d : Vitesse de la phase dispersée : 10^{-3} à 8×10^{-3} m/s

d : Diamètre de la colonne : 5×10^{-2} à 0.3 m

f : Fréquence de pulsation : 2 à 8.5 Hz

A : Amplitude de pulsation : 5.5×10^{-3} à 3×10^{-2} m

l : Distance entre les plateaux : 1.3×10^{-2} à 5×10^{-2} m

δ : Tension interfaciale : 14.2 à 34 dyn/cm

$\Delta \rho$: Différence de densité entre les phases : 1.2×10^{-2} à 1.3×10^2 kg/m³

ρ_d : Densité de la phase dispersée : 8.6×10^2 à 8.8×10^2 kg/m³

D : Diffusivité du soluté dans la phase dispersée : 1.8×10^{-9} à 2.5×10^{-8} m²/s .

d_0 : Diamètre d'une perforation du plateau : 1.6×10^{-3} à 3.2×10^{-3} m

μ_d : Viscosité dynamique de la phase dispersée 5.6×10^{-3} à 7.5×10^{-3} poise

ε : Fraction de surface perforée 0.085 à 0.62

Par contre la détermination de HET est beaucoup plus facile, car par la détermination de la courbe d'équilibre et par la construction de MAC CABE et THIELE on peut établir la teneur en soluté dans une phase donnée, en fonction du nombre d'étages théoriques. D'autre part les soutirages à divers niveaux de la colonne nous permettent d'évaluer les concentrations en soluté

dans les phases en fonction de la hauteur . Ces deux résultats obtenus expérimentalement rendent possible l'extension d'étude , afin d'avoir le nombre d'unités de transfert en fonction de la hauteur . Cette courbe caractéristique des colonnes permet la connaissance de HET pour différents niveaux , paramètre clef pour l'étude de l'efficacité des extracteurs . [19]; [20] .

3. LES PLATEAUX

Les plateaux qui sont de type perforé ont pour rôle essentiel la contribution à un bon mélange des phases au sein de la colonne , et pour qu'ils assurent convenablement une telle fonction , l'étude des paramètres correspondants est indispensable.

L'écoulement des phases dans un extracteur à jet peut être représenté par les schémas suivants :

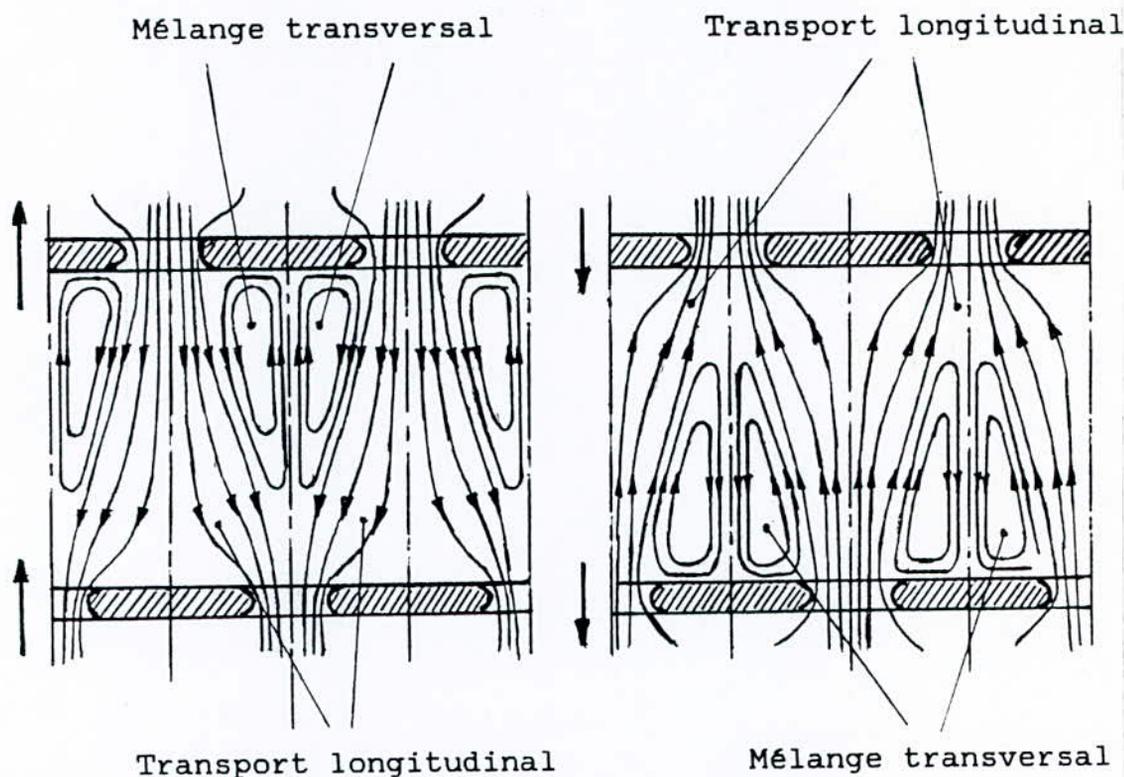


Fig.23 Représentation schématique d'un écoulement à jet et d'un écoulement rotationnel.

Cet écoulement offre une grande turbulence au système et un bon mélange des phases à l'aide d'une faible énergie .Pour le réaliser deux paramètres sont à étudier :

- La distribution des perforations .

- L'arrangement des plateaux (fig.23). [17]

On remarque que la turbulence au sein de la colonne est assurée par des cellules élémentaires qui peuvent être représentées par le schéma suivant :

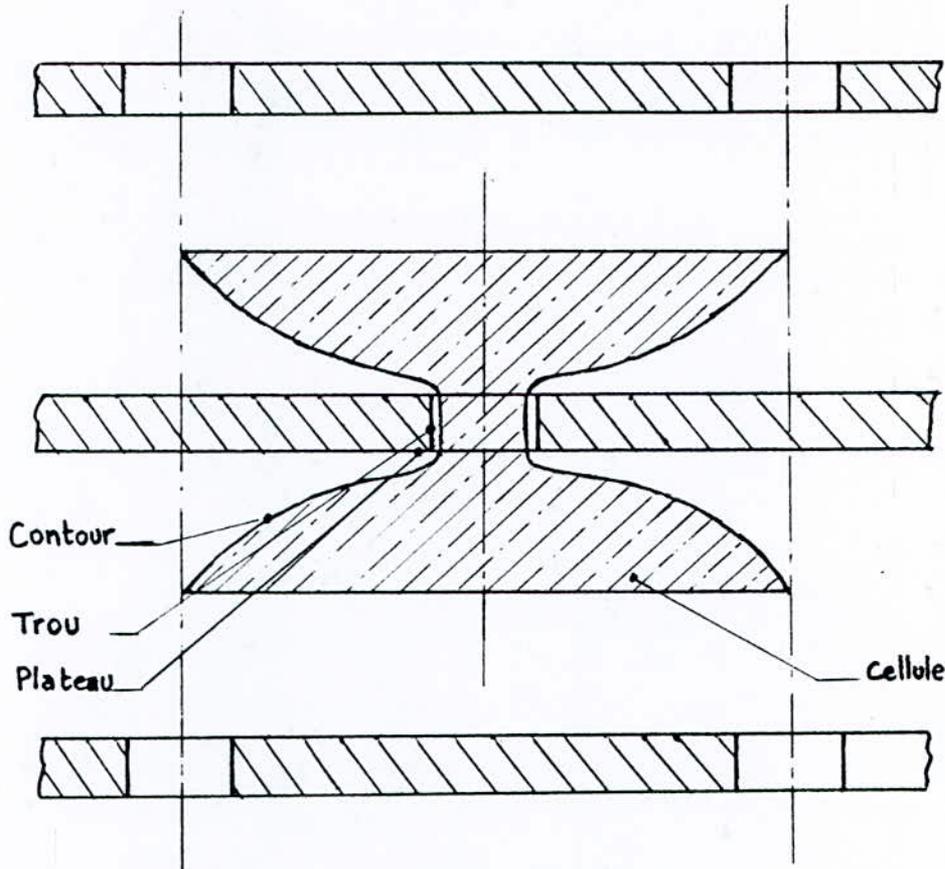


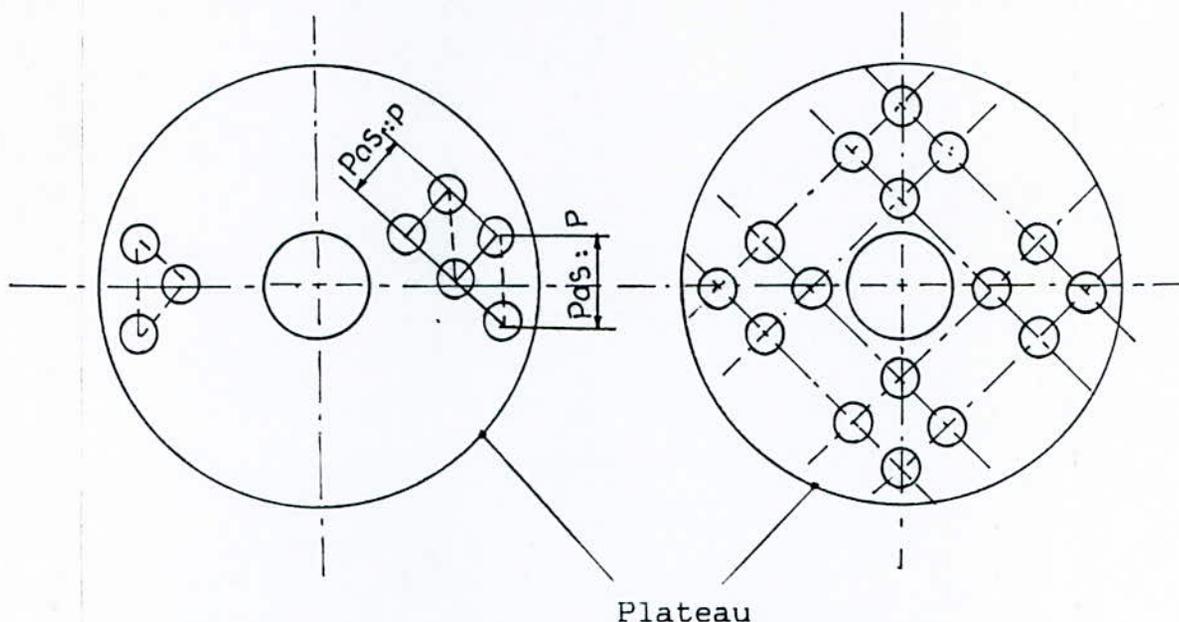
Fig.24 Représentation Schématique d'une cellule élémentaire

La distribution des perforations et l'arrangement des plateaux doivent être tels qu'ils permettent d'obtenir le maximum de cellules élémentaires.

Cette étude a été effectuée par itération de plusieurs solutions possibles, dont la plus adéquate consistait à réaliser des plateaux à perforations distribuées en quinconce et des plateaux à perforations distribuées en carré, de telle sorte que leur arrangement dans la colonne soit alterné entre les premiers et les deuxièmes (fig.24).

Quant au diamètre des perforations, il suffit, d'avoir le maximum de cellules élémentaires (autrement dit d'avoir le plus grand nombre possible de perforations) et d'assurer une distribution en quinconce ou en carré des perforations, pour l'optimiser par tâtonnement, les ouvertures devant être équidistantes et le diamètre devant être compris dans le domaine des diamètres des

goutellettes des phases dispersées usuelles 2 à 8 mm .



Disposition en quinconce

disposition en carré

Fig.25 Plateaux ; disposition en quinconce et en carré

4. LES ROBINETS DE SOUTIRAGES

On propose un robinet de soutirage au milieu de chaque distance séparant deux plateaux successifs , ce choix qui n'est pas arbitraire , découle de la nature de l'écoulement à jet réciproque , de pareilles positions étant supposées constituer les extrémités des cellules élémentaires , ou le changement des concentrations et des propriétés physiques des solutions est le plus probable .

Les robinets de soutirage jouent un rôle capital dans l'étude d'une extraction liquide-liquide , car les prises d'échantillons à divers niveaux de la colonne permettent :

- de déterminer les conditions d'équilibre ;
- de suivre les variations des teneurs en composés dans les phases en fonction de la hauteur de la colonne , qui est fondamentale pour dimensionner une colonne d'extraction .
- d'étudier les variations des propriétés physiques (densité , viscosité , tension interfaciale , ...etc) d'avoir leur influence sur les performances de la colonne .
- d'évaluer l'efficacité de la colonne .

(voir en annexe A le mode d'étude de ces paramètres).

LES DECANTEURS

Les processus pouvant avoir lieu dans un décanteur dans le cas d'une dispersion sont au nombre de trois :

* la coalescence à l'interface ;

* le retardement de la coalescence à l'interface par la phase dispersée ; ce phénomène aura lieu par suite d'obtention de cette phase à l'interface , comme résultat du processus de coalescence produit par l'écoulement à contre-courant des gouttes .

* la coalescence gouttes à gouttes et la formation de gouttelettes de grande dimension capables de décanter rapidement .

La bande de dispersion dans un décanteur a deux limites apparentes : l'interface active sur laquelle la coalescence se produit , et l'interface passive .

Il est possible de définir à partir de cette description quelques règles simples à observer pour atteindre une grande efficacité dans un décanteur :

- minimiser la turbulence dans un décanteur pour éviter les problèmes pratiques dus aux petites gouttes , qui , comme on sait sont facilement entraînées dans les flux ;

- minimiser les gouttes dans la suspension initiale ;

- maintenir des vitesses linéaires de faibles valeurs tout le long du décanteur afin d'avoir un entrainement des petites gouttes à la bande de dispersion . [14].

Pour calculer un décanteur dans les colonnes d'extraction , on se fixe le temps de décantation (t_d) , aucun moyen sûr autre que l'expérience ne permettant de le prévoir avec exactitude ; on se fixe également la position de l'interface active que l'on place généralement à mi-hauteur du décanteur .

Le volume de décantation de la même phase dispersée sera donc la moitié du volume utile du décanteur . Pour des raisons de capacité d'appareillage , on prendra comme décanteur un orthocylindre ayant un diamètre égale à sa hauteur utile :

$$d = \sqrt[3]{\frac{4 v}{\pi}}$$

ou v est le volume du décanteur

$$v = 2 Q t_d$$

Q : Débit de la phase sortant de la colonne .

Il ya deux cas de figure :

a. Décanteur supérieur :

Q : Débit de la phase sortant à l'extrémité supérieure de la colonne .

b. Décanteur inférieur

Q : Débit de la phase sortant à l'extrémité inférieure de la colonne .

6. DIMENSIONNEMENT DU CORPS DE BIELLE

Tout système mécanique subit lors de son fonctionnement des contraintes dont l'effet peut donner naissance à une déformation de celui-ci . Afin d'éviter cela , on procède au calcul des dimensions des éléments de ce système en tenant compte des contraintes admissibles du type de matériau constituant ce système.

Dans notre cas on procède au dimensionnement du corps de bielle comme suit :

On détermine la longueur de flambage "L" et la dimension de la section subissant la déformation pour avoir les contraintes inférieures au contraintes admissibles du matériau choisi . Pour cela on effectue les calculs en prenant les valeurs des contraintes admissibles limites .

6.1. Calcul des contraintes sur le corps de bielle

Le corps de bielle subit la plupart du temps , des oscillations alternées de traction ou de compression et de flambage ; par suite la section du corps de bielle est déterminée pour résister au flambage et à la compression (ou à la traction) .

La contrainte maximale sur le corps de bielle est donnée par la relation de RANKINE :

$$\sigma = \frac{F_{\max}}{S_m} \left(1 + \frac{q L^2}{\varphi^2} \right) \quad (1) \quad \text{avec}$$

F_{max} : Force maximale correspondant au levage du système .

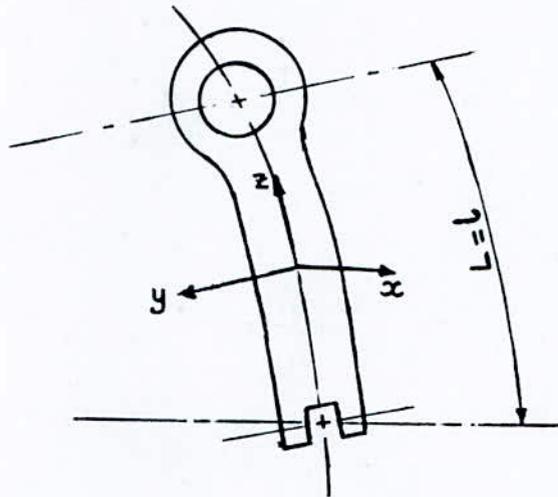
S_m : Section transversale moyenne du corps .

φ : Rayon de giration de la section .

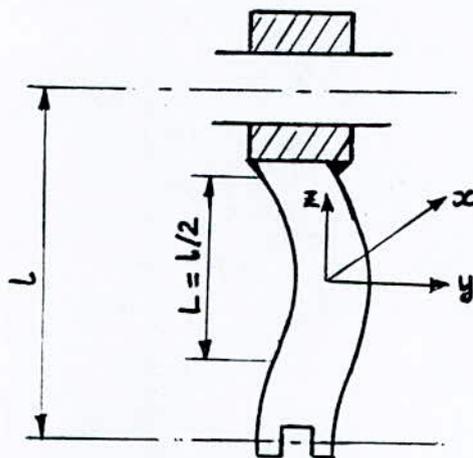
L : Longueur de flambage .

Il existe deux déformations selon deux plans :

- Déformation dans le plan d'oscillation ;



- Déformation dans le plan d'encastrement .



6.1.1 Calcul des contraintes sur le corps de bielle dans le plan d'oscillation

La contrainte maximale sur le corps de bielle dans le plan d'oscillation est donnée par la formule de RANKINE :

$$\sigma_0 = \frac{F_{\max}}{S_m} \left(1 + \frac{q L^2 S_m}{I_{yy}} \right) \quad (2)$$

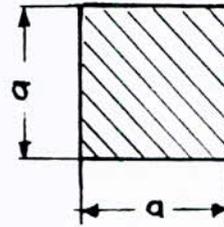
avec :

$$S_m = a^2$$

$q = 0.000526$ pour les aciers ordinaires

$$I_{yy} = \frac{a^4}{12}$$

$$L = 1$$



F_{max} : sera étudié par la suite .

6.1.2 Calcul des contraintes sur le corps de bielle dans le plan d'encastrement

La contrainte maximale sur le corps de bielle dans le plan d'encastrement est donnée par la formule de RANKINE

$$\sigma_e = \frac{F_{max}}{S_m} \left(1 + \frac{1}{2} \frac{S_m}{I_{xx}} \right) \quad (3)$$

avec :

$$I_{xx} = I_{yy} = \frac{a^4}{12} : \text{ (Section de forme carrée) }$$

Les contraintes calculées sur le corps de bielle dans les deux plans doivent être inférieures à la contrainte admissible du matériau de la bielle .

$$\sigma_0 < \sigma_{adm} \quad (4)$$

$$\sigma_e < \sigma_{adm} \quad (5)$$

7. DETERMINATION DE L'EFFORT MAXIMAL " F_{max} "

Pour la détermination de cet effort maximal on doit d'abord déterminer la force de levage du système qui provoque la déformation de cette bielle pour un angle ou une position donnée de la bielle ; cette force doit être exprimée en fonction de cet angle pour pouvoir ainsi déterminer la position donnant l'effort maximal .

7.1 Détermination de la force de levage

La force de levage

$$F_E = F_{mE} + F_{aE} + F_{rE}$$

avec :

F_{mE} : Force massique due à la masse , elle est égale à la différence de la pesanteur et la force ascensionnelle de l'élément de course ; cette force est indépendante du mouvement de l'élément de course , et sa direction est dirigée vers le bas ;

F_{aE} : Force d'accélération due à la masse de l'élément ainsi qu'à celle du fluide dans les cellules élémentaires ; cette force est proportionnelle à l'accélération ;

F_{rE} : Force de résistances dues à l'écoulement créés par les contraintes et l'élargissement de filets ainsi que par les frottements ; son sens est celui de la vitesse de levage , et elle est proportionnelle au carré de la vitesse de levage .

7.2 Calcul de la force de levage voir (Fig.26a)

La force ascensionnelle F_E qui agit sur la tige est obtenue à partir de la force ascensionnelle F_C nécessaire à une cellule élémentaire et le nombre de cellules élémentaires n_{CE} par la relation :

$$F_E = F_C n_{CE} \quad (6)$$

où :

n_{CE} : Nombre total de cellules élémentaires dans l'extracteur qui sera déterminé comme suit :

$$n_{CE} = \frac{V_t}{V_c} \quad (7)$$

avec :

V_t : Volume total occupé par toutes les cellules ;

V_c : Volume d'une cellule élémentaire .

où :

$$V_t = \frac{\pi D^2}{4} h \quad (8)$$

avec :

h : Hauteur utile à l'extraction ($h = NUT \cdot HUT$);

D : Diamètre de la colonne ;

Pour mieux comprendre la détermination de V_c (se référer à la fig.26c) :

$$V_c = A_c l_c \quad (9)$$

avec :

A_c : Surface d'une cellule élémentaire ;

l_c : Longueur d'une cellule :

$$l_c = S P + (S_a/2) + (S_a/2)$$

où :

$$A_c = \frac{\pi P^2}{4} \quad (10)$$

avec :

P : Pas entre les trous ;

En remplaçant (8), (9) et (10) dans (7) , on obtient alors le nombre total de cellules élémentaires .

Remarque :

- les tensions de cisaillement dans le fluide, dues au mouvement de l'élément entre la surface latérale interne de l'extracteur et l'espace limité (Z_1 , Z_2) sont négligées ;

- le mouvement de la cellule élémentaire s'effectue avec une vitesse ascensionnelle w_h à travers le fluide qui sera décrite par la suite ; il se forme à l'intérieur de la cellule et au début du mouvement ascensionnel un écoulement symétrique rotatif. La vitesse locale dans la cellule est $w_{fc}(X_c, r_c, \varphi_c, t)$; la vitesse du fluide a pour valeur $-w_h$ aux espaces limites .

Le bilan de matière nous donne que la force ascensionnelle F_c nécessaire pour cellule élémentaire est (fig.26b) :

$$F_c = m_{pc} \frac{dw_h}{dt} + (m_{pc} + m_{fc}) g + \Delta P_c A_c \quad (11)$$

où :

m_{fc} : Masse du fluide formé par une cellule voir (fig.26b)

m_{pc} : Masse de l'élément de plateau voir (fig.26b)

Les deux paramètres m_{fc} et m_{pc} peuvent être déterminés par les relations suivantes :

$$m_{fc} = \rho_f V_{fc} \quad (12)$$

$$m_{pc} = \rho_{pc} V_{pc} \quad (13)$$

- V_{fc} peut être déterminé comme suit :

$$V_{fc} = \frac{\pi (S_a/2) P^2}{4} + \frac{\pi (S_a/2) P^2}{4} = \frac{\pi S_a}{4} P^2 \quad (14)$$

avec :

S_a : Pas entre les plateaux ;

P : Pas entre les trous ;

- V_{pc} peut être déterminé comme suit :

$$V_{pc} = \frac{\pi (P^2 - d_t^2) S_p}{4} \quad (15)$$

avec :

S_p : Epaisseur du plateau .

ρ_f : Masse volumique du fluide

ρ_{pc} : Masse volumique du plateau

La somme de ces deux masses m_{fc} et m_{pc} donnerait la masse totale d'une cellule élémentaire .

L'accélération dw_h/dt peut être déterminée en faisant l'étude du mouvement de levage .

Le mouvement de levage du système est donné par une étude cinématique aboutissant à la relation d'un système de va-et-vient par :

$$w_h = \omega r_b \left(\sin(\alpha) + \frac{r_b \sin(2\alpha)}{2 l_b} \right) \quad (16)$$

par suite

$$\frac{dw_h}{dt} = \omega^2 r_b \left(\cos(\alpha) + \frac{r_b}{l_b} \cos(2\alpha) \right) \quad (17)$$

où :

- ω : Vitesse angulaire du disque et donné par $\omega = 2 \pi f$ où f représente le nombre de tours par minute ;
- α : Angle de rotation que fait le rayon du disque ; il est donné par $\alpha = \omega t$;
- r_b : Entraxe ;
- l_b : Longueur de la bielle (Facteur à déterminer)
- A_c : Section élémentaire déjà déterminé précédemment ; ce facteur peut être déterminé d'une autre façon et qui est :

$$A_c = \frac{A_p}{n_{cp}}$$

avec :

A : Surface du plateau : $A_p = (\pi d_p^2 / 4)$

et

d_p : Diamètre du plateau ;

$n_{cp} = (n_{ce} / n_p)$: Nombre de cellules par plateau et où

n_p : Nombre de plateaux ,

n_{ce} : Nombre de cellules élémentaires ,

ΔP_c : Différence de pression composée de trois termes et qui : s'exprime comme suit :

$$\Delta P_c = \Delta P_{st} + \Delta P_a + \Delta P_r \quad (18)$$

avec

ΔP_{st} : Différence de pression statique ; ce terme est indépendant du mouvement de la cellule .

ΔP_a : Perte de pression due à l'accélération du fluide à l'intérieur de la cellule élémentaire .

ΔP_r : Perte de pression due à la résistance à l'écoulement .

Une étude a permis l'élaboration de l'expression de la perte de charge totale " ΔP_c " pour une cellule élémentaire . [16] . Cette

expression est :

$$\Delta P_c = \rho (-g l_c (S_p + S_e) \frac{1 - \varphi_t}{\varphi_t} \frac{dW_h}{dt} + C \frac{1 - \varphi_t}{\varphi_t^2} \frac{|W_h| W_h}{2})$$

avec :

- ρ : Masse volumique ;
- g : Accélération de la pesanteur ;
- l_c : Longueur d'une cellule élémentaire ;
- S_p : Epaisseur du plateau ;
- S_e : Epaisseur équivalente d'un plateau ;
- φ_t : Rapport d'ouverture ;

Ce facteur est donné par la relation :

$$\varphi_t = n_{pc} \frac{A}{A} = n_{pc} \frac{d_t}{d_p} \quad (20)$$

avec :

- n_{pc} : Nombre de cellules par plateau ;
- d_t : Diamètre du trou ;
- d_p : Diamètre du plateau .

La constante C exprime l'influence de l'élargissement du jet. Pour l'écoulement à travers une cellule élémentaire avec trous à bords vifs BRAUER et ASBECK proposent $C = 1.6$.

En remplaçant (17) et (19) dans (11) , l'expression de la force de levage pour une cellule élémentaire devient :

$$F_c = m_{pc} g \left(1 - \frac{\rho}{\rho_{pc}} \right) + \rho \omega^2 r A_c \left(\left(\frac{m_{pc}}{A_c \rho} + (S_p + S_e) \frac{1 - \varphi_t}{\varphi_t} \right) \left(\cos \alpha + \frac{r_b}{l_b} \cos 2\alpha \right) + \left(\frac{1}{2} r_b C \frac{1 - \varphi_t}{\varphi_t^2} \right) \left(\sin \alpha + \frac{r_b}{l_b} \sin 2\alpha \right) \right) \left(\sin \alpha + \frac{r_b}{2 l_b} \sin 2\alpha \right) \quad (21)$$

où chacun de ces termes a été défini précédemment .

De ceci on peut tirer l'expression de la force de levage correspondant au système à partir de la relation (6) . [18]

$$F_E = F_c n_{CE}$$

8. DETERMINATION DE LA PUISSANCE MECANIQUE TOTALE NECESSAIRE AU MOUVEMENT DE L'ELEMENT DE COURSE

8.1 Détermination de la puissance moyenne spécifique

L'expression donnant la puissance moyenne spécifique est :

$$P_{tc} = F_c w_h$$

Par suite en utilisant les équations (16) et (21) l'expression devient :

$$P_{tc} = m_{pc} g \omega r_b \left(1 - \frac{\rho}{\rho_{pc}}\right) \left(\sin\alpha + \frac{r_b}{2 l_b} \sin 2\alpha\right) +$$

$$+ \rho \omega^2 r_b^2 A_c \left(\frac{m_{pc}}{A_c \rho} + (S_p + S_e) \frac{1 - \varphi_t}{\varphi_t} \right) \left(\cos\alpha + \frac{r_b}{2 l_b} \cos 2\alpha\right)$$

$$\left(\sin\alpha + \frac{r_b}{2 l_b} \sin 2\alpha\right) + \frac{1}{2} \left(r_b C \frac{1 - \varphi_t}{\varphi_t^2}\right)$$

$$\left(\sin\alpha + \frac{r_b}{2 l_b} \sin 2\alpha\right)^2 \cdot \left(\sin\alpha + \frac{r_b}{2 l_b} \sin 2\alpha\right)$$

Cette pression est composée de deux parties , la première décrit la puissance nécessaire au mouvement de l'élément de plateau perforé, la deuxième nécessaire pour l'accélération du fluide et pour surmonter les résistances à l'écoulement .

L'intégration de P_{tc} par rapport au temps montre que les parties de la puissance nécessaire au mouvement de l'élément de plateau perforé et à l'accélération du fluide s'annulent . Elle est définie comme étant l'intégrale de la puissance spécifique :

$$P_c = \frac{1}{\Delta t} \int_t^{t+\Delta t} F_c w dt$$

La puissance moyenne spécifique ne se compose par suite que de la partie de la puissance P_{tc} nécessaire à surmonter les

résistances à l'écoulement . L'équation exprimant la puissance spécifique moyenne est alors :

$$P_c = 5.36 \rho d_c^2 a_b^3 f^3 C \frac{1 - \varphi_t}{\varphi_t^2}$$

avec :

ρ : Masse volumique du fluide ;

d_c : Diamètre de la cellule qui est égale au pas : ;

a_b = course égale à $a_b = 2 r_b$; r_b : rayon de la bielle ;

f : Fréquence ;

C = Coefficient de BRAUER et ASBECK : $C=1.6$;

φ_t : Rapport d'ouverture .

8.2 Détermination de la puissance mécanique totale

L'expression de la puissance mécanique totale est donnée par la relation suivante :

$$P_E = n_{CE} P_c$$

avec :

n_{CE} et P_c ont été définis précédemment . [18]

Pour avoir l'effort maximal donnant la déformation du corps bielle , on balaie l'angle du disque de 0 à 360 pour un pas de 10 ; on pourra ainsi déterminer l'effort maximal . Dans ce but on a réalisé le programme suivant :

C PROGRAMME DE CALCUL DE LA LONGUEUR DE LA BIELLE ,DE L'EFFORT
MAXIMAL ET DE LA PUISSANCE DE LEVAGE

READ*,g

READ*,q

PRINT*, ' MASSE DU PLATEAU '

READ*,A

PRINT*, ' MASSE VOLUMIQUE DU FLUIDE '

READ*,B

PRINT*, ' VITESSE ANGULAIRE '

READ*,w

PRINT*, ' RAYON DE LA BIELLE '

READ*,C1

PRINT*, 'EPAISSEUR DU PLATEAU'

RAED*,L

PRINT*, 'NOMBRE DE PLATEAU'

READ*,E

PRINT*, 'CONSTANTE DE BRAUER'

READ*,C2

PRINT*, 'EPAISSEUR EQUIVALENTE DU PLATEAU'

READ*,F

PRINT*, 'DIAMETRE DU PLATEAU'

READ*,G

PRINT*, 'DIAMETRE DE PERFORATION'

READ*,H

PRINT*, 'SIGMA o'

READ*,I

PRINT*, 'SIGMA e'

READ*,J

PRINT*, 'DIAMETRE DE LA COLONNE'

READ*, H

PRINT*, 'HAUTEUR UTILE A L'EXTRACTION'

READ*, h

PRINT*, 'MASSE VOLUMIQUE DU PLATEAU'

READ*, K

PRINT*, 'PAS ENTRE LES TROUS'

READ*, P

C CALCUL DE LA SURFACE D'UN PLATEAU

$$A1 = (3.14 * G ** 2) / 4$$

C CALCUL DE LA SECTION D'UNE CELLULE ELEMENTAIRE

$$V = ((3.14 * D ** 2) / 4) * h$$

$$V1 = ((3.14 * p ** 2) / 4) * (L + 2 * h / E)$$

$$V2 = ((3.14 * (p ** 2 - H ** 2) / 4) * L)$$

$$m = B * V1 + K * V2$$

$$n = V / (V1 + V2)$$

$$n1 = n / E$$

$$A2 = A1 / n1$$

C CALCUL DU RAPPORT D'OUVERTURE

$$Z = E * (H ** 2) / (G ** 2)$$

C CALCUL DE L'EFFORT MAXIMAL

$$Y = A * g * (1 - (B / K))$$

$$X = B * W ** 2 * C * A2$$

$$ww = A / (A2 * B)$$

$$M = (L + F) * ((1 - z) / z)$$

$$LL = C1 * C2 * ((1 - Z) / 2) * ((1 / B) ** 2)$$

$$DD = I / J$$

```

GG = ( I / J ) -1
HH =12 - 3*DD
KK =1+(3*GG)/HH
MAX= FE(0)
DO 5 I=0,360,10
READ(5,*)L
100 M1=Y+X*(WW+M)*(cos(I)+(C1/L)*cos(2*I))+LL*(sin(I)+(C1/2*L)*
*(sin(2*I)))*ABS(sin(I)+(C1/(2*L))*(sin(2*I)))
L(I) =SQRT((n*M1*KK*GG)/(q*H*J))
IF (ABS( L -L(I)).LT.1E-3) GO TO 200
L =L(I)
D GO TO 100
200 F (I)=M1*n
IF (MAX.GE.F (I)) GO TO 5
MAX = F (I)
5 CONTINUE
PRINT*, 'C=' ,C
PRINT*, 'MAX=L'EFFORT MAXIMAL' ,MAX
READ N
C CALCUL DE LA PUISSANCE MAXIMALE
PU = n*5.36*B*p**2*(2*C1)**3*(W/(2*3.14))**3*C2*((1-Z)/Z)
PRINT*'PU= PUISSANCE MAXIMALE' , PU

```

9. ALIMENTATION DES PHASES

L'alimentation des phases est assurée par une pompe doseuse à deux têtes réglables en acier inoxydable .

Afin d'avoir une distribution en taille des gouttes uniforme la phase à disperser est introduite dans la colonne à travers un distributeur , décrit dans le schéma ci-dessous . D'autre part ce distributeur sert de guidage à l'élément comportant les plateaux.

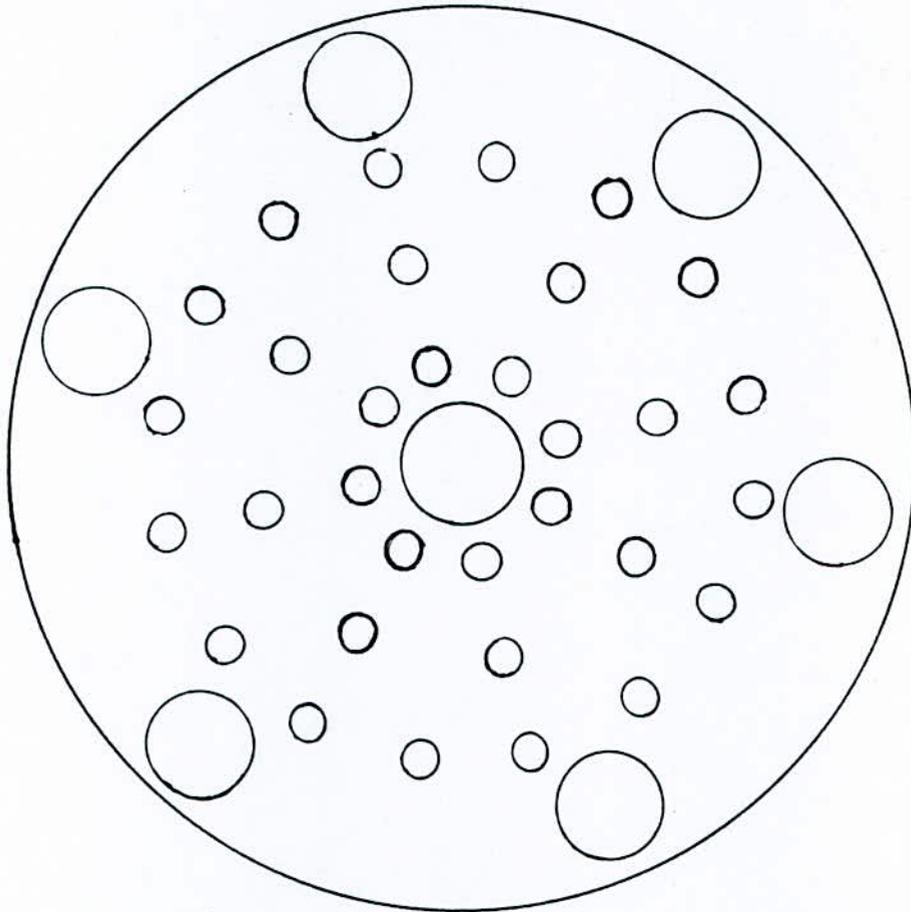


Schéma du distributeur

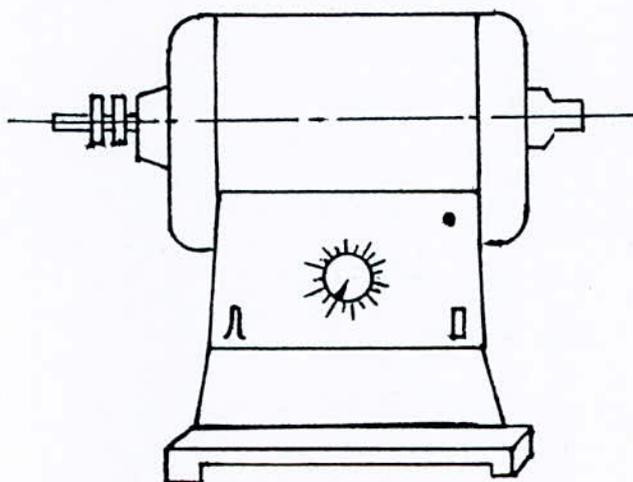
10.MECANISME DE VARIATION DE LA FREQUENCE DE PULSATION

Afin d'étudier l'influence de la fréquence de pulsation , il est nécessaire de prévoir un système permettant de donner lieu à des variations de cette grandeur . Pour cela , on se choisit le moteur MULTIFIX suivant :

Le moteur MULTIFIX est un moteur à courant continu alimenté par le secteur alternatif . Cette formule procure une vitesse de rotation bien constante pour un réglage donné . Le moteur MC 2000 est le grand frère du MC 1000 , avec une puissance plus élevée.

La vitesse est réglable de 0 à 3500 trs/mnen tournant le bouton central du boitier de commande alternatif au moteur . Le cadran gradué central est chiffré de 0 à 230 de 10 en 10 et repère la tension de réglage . Sur le coffret de controle , on trouve un interrupteur arrêt-marche , un inverseur de sens de rotation , une lampe témoin et un fusible .

L'arbre moteur a les memes dimensions à droite et à gauche que celui des moteurs MR 25 et MS 50 et peut donc recevoir les memes accessoires MULTIFIX , RECORD . La hauteur de l'axe au dessus de la table est de 106mm , le carter de l'appareil en fonderie rigide et stable est monté sur quatre pieds en caoutchouc d'encombrement au sol 20 x 29 cm.



Moteur MULTIFIX-CONSTANT 2000 de 200 Watt ;
Vitesse réglable de 0 à 3500 trs/mn dans les deux sens ;
Alimentation 220 V ,50 Hz ;
Emcombrement 22 x 24 x 14 cm ;
Poids 13.8 Kg ;
Extrémité de l'arbre pour accessoires RECORD.

11.MECANISMEDE VARIATION DE LA COURSE DE PULSATION

Les études effectuées sur les appareils d'extraction entre autre les colonnes pulsées , nous ont ammené à tenir compte de la course de pulsation influencant en particulier la hauteur d'une unité de transfert . Pour cela on à pensé à faire varier ce paramètre afin de pouvoir étudier son influence sur l'opération d'extraction et sur l'efficacité de l'extracteur ; nous avons prévu sur le disque entrainant le système mécanique plusieurs positions de liaison de l'arbre à roulement à ce disque ; nous avons conçu et réalisé pour cela un disque présentant un certain nombre de trous égal au nombre de positions ; ce qui permettra de varier le rayon de rotation ainsi que l'amplitude de pulsation .

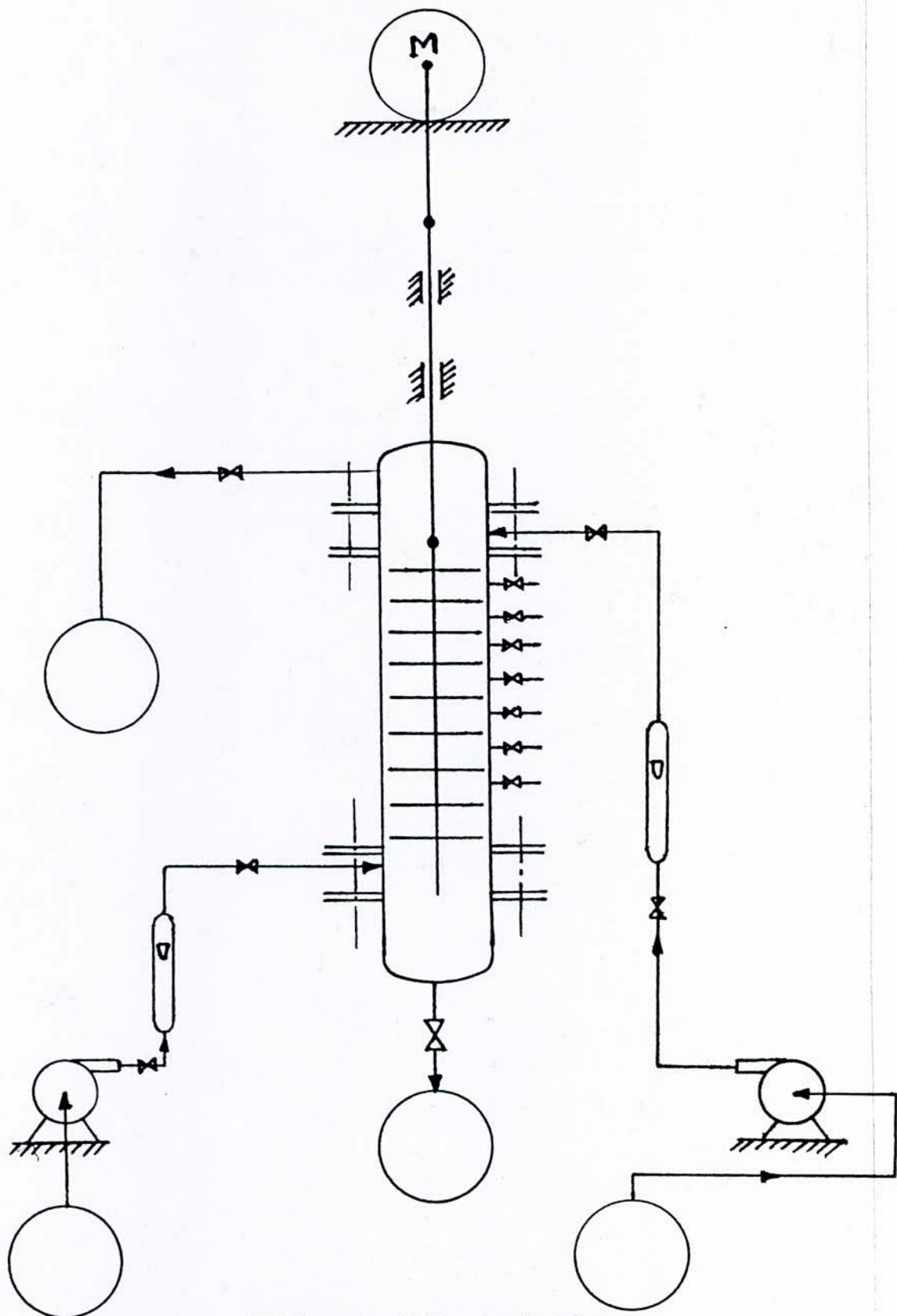
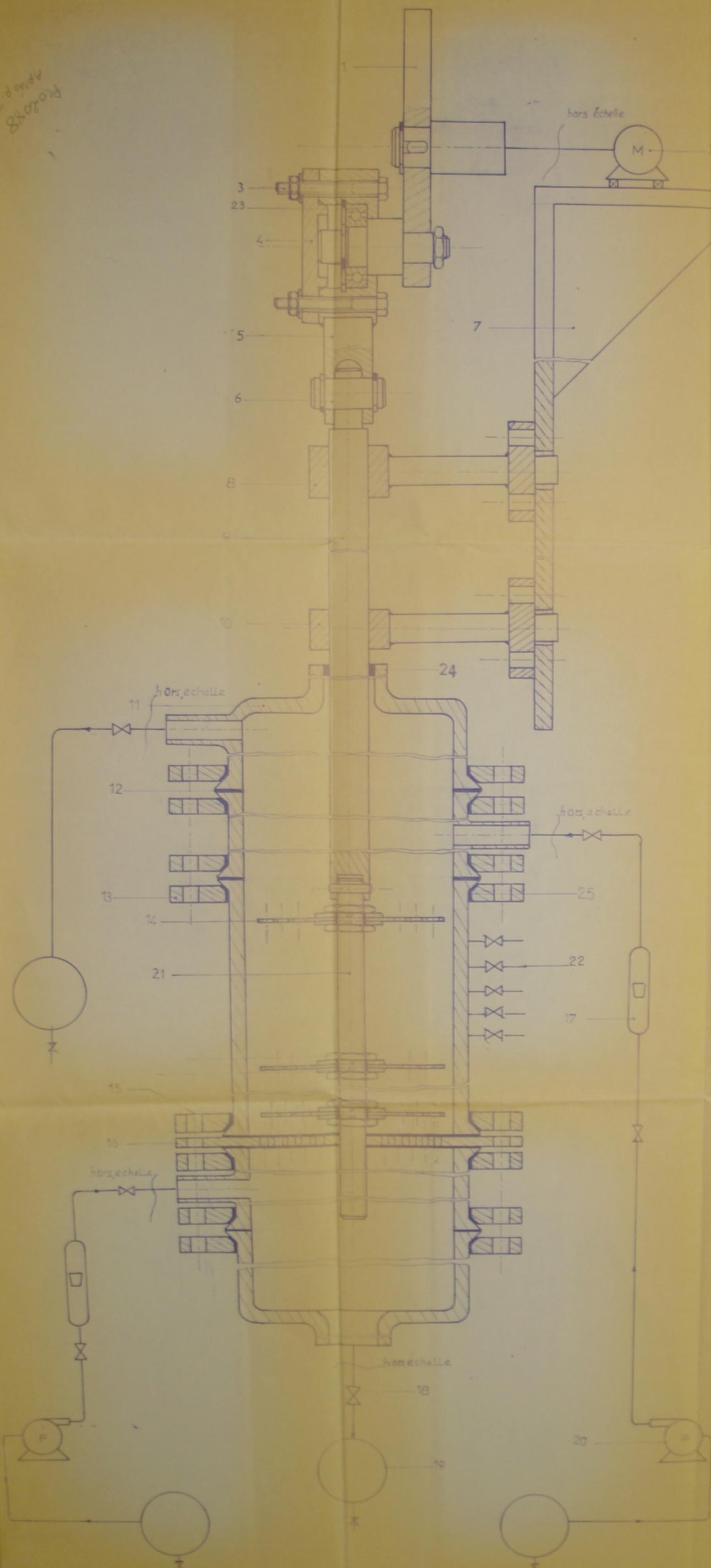


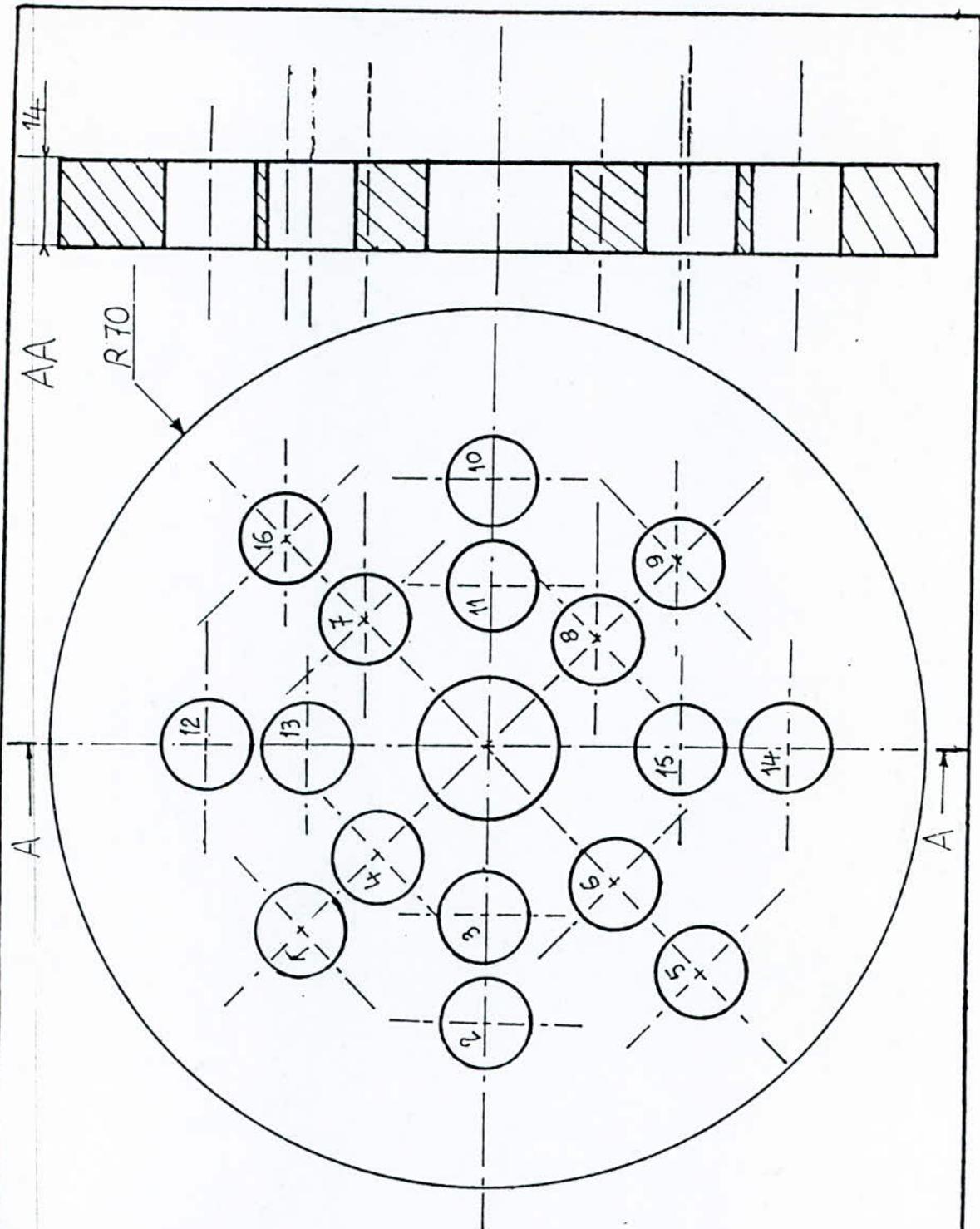
Schéma de l'installation

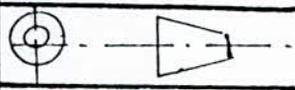
PROJET
28/02/88

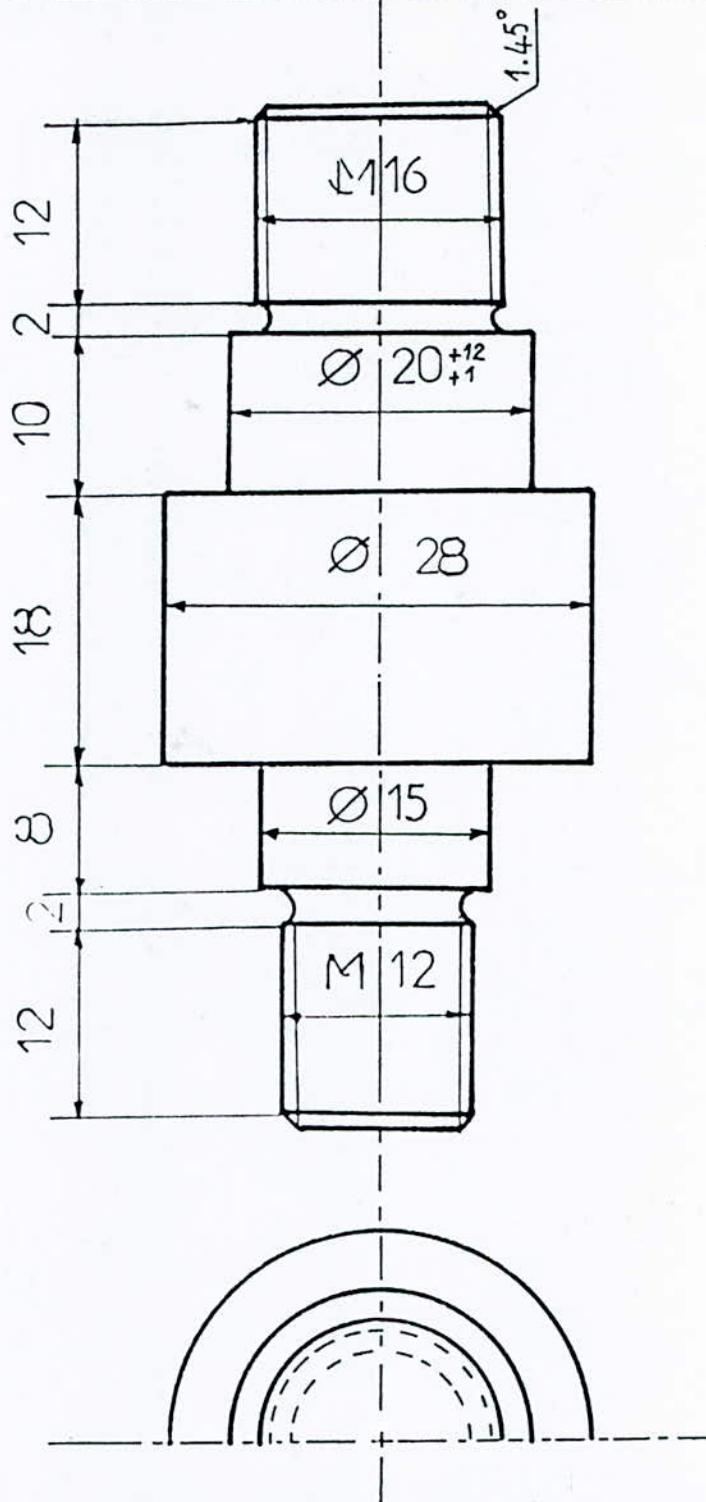


25	Joint d'étanchéité	1	-	-
24	Joint d'étanchéité	1	-	-
23	ROULEMENT	1	-	ÉTANCHE
22	ROBINET DE SOUTIRAGE	15	Verre	-
21	Tige fileté	1	-	-
20	Pompe	2	-	Pompe doseuse
19	Ballon	4	Verre	-
18	Vanne	6	Verre	-
17	Débitmètre	6	Verre	-
16	Distributeur	1	Acier	-
15	Boulon	24	Acier Ordinaire	-
14	Plateau	16	Acier Inox.	répartis de façon égale distants sur une longueur de 800mm
13	Bride	8	Acier Ordinaire	-
12	Joint d'étanchéité	5	Teflon	-
11	Déconteur	2	Verre	-
10	Guidage	1	Brassé	épaisseur 20
9	Axe Intermédiaire	1	acier ordinaire	-
8	Guidage	1	Brassé	épaisseur 25
7	Support	1	Acier Ordinaire	Les dimensions du support dépendent de la valeur de la puissance du moteur
6	Axe d'articulation	1	Xc 36	-
5	Bielle	1	Xc 35	-
4	Chapeau	1	Acier Xc 35	-
3	Boulon	4	Acier Ordinaire	-
2	Moteur	1	-	Moteur 1/2 CV 220V avec variation de vitesse, enroulement 22x24x14
1	Disque	1	acier ordinaire	-
Représentation	N°	Matériau	Observation	

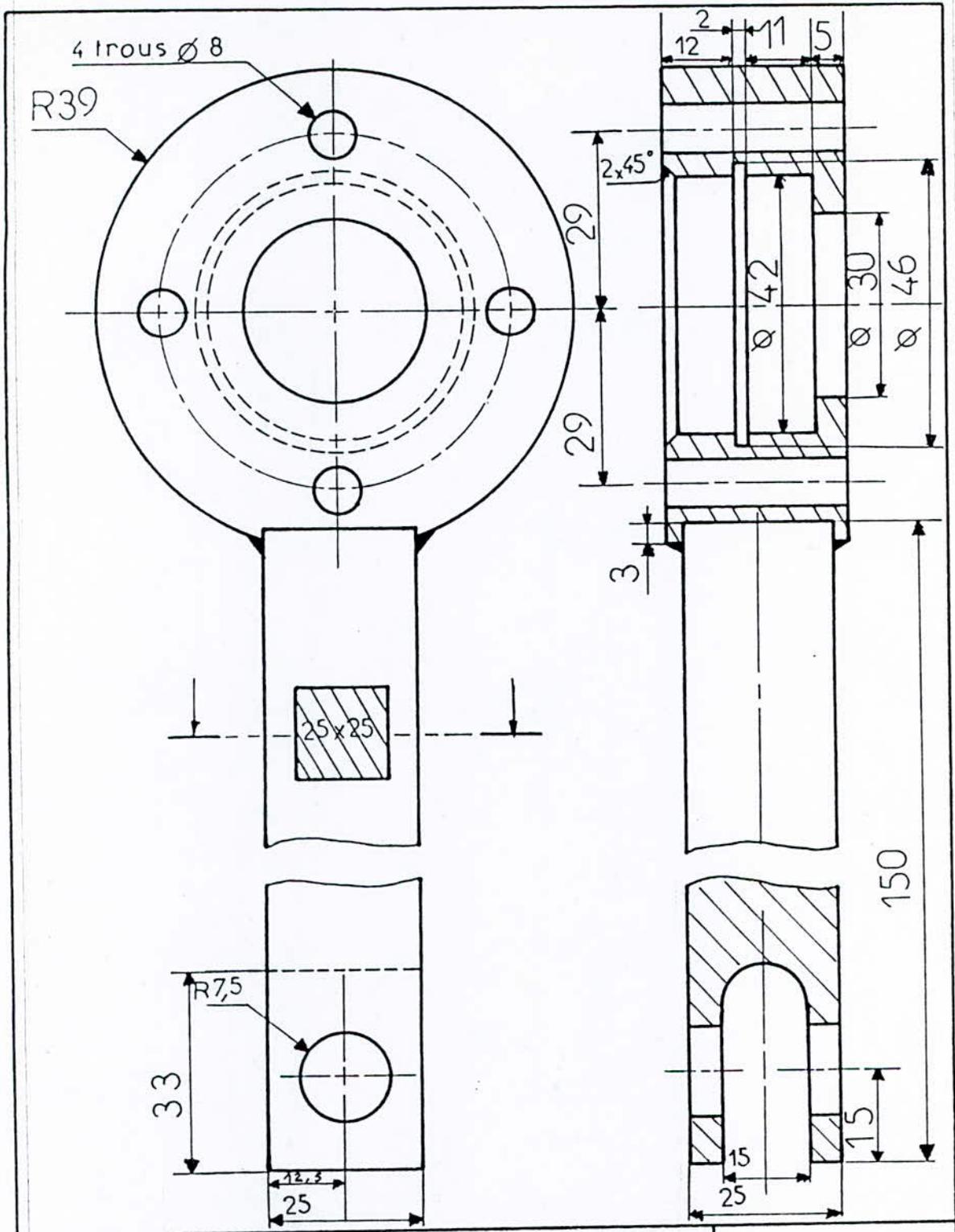
ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER
 HENSOU
 BELKACEM
 Dessin d'ensemble
 Président: M. BOURKIZA
 Professeur: M. BOU
 Département: Génie chimique
 10/5/1988



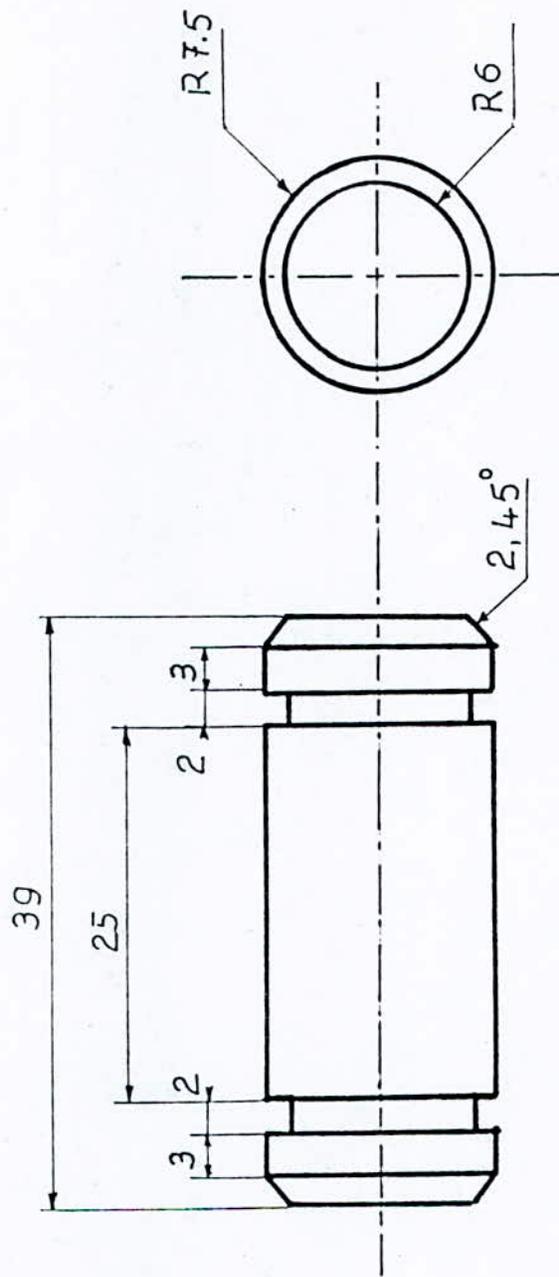
Ecole Nationale Polytechnique	echelle 1
DISQUE	
	8/06/88



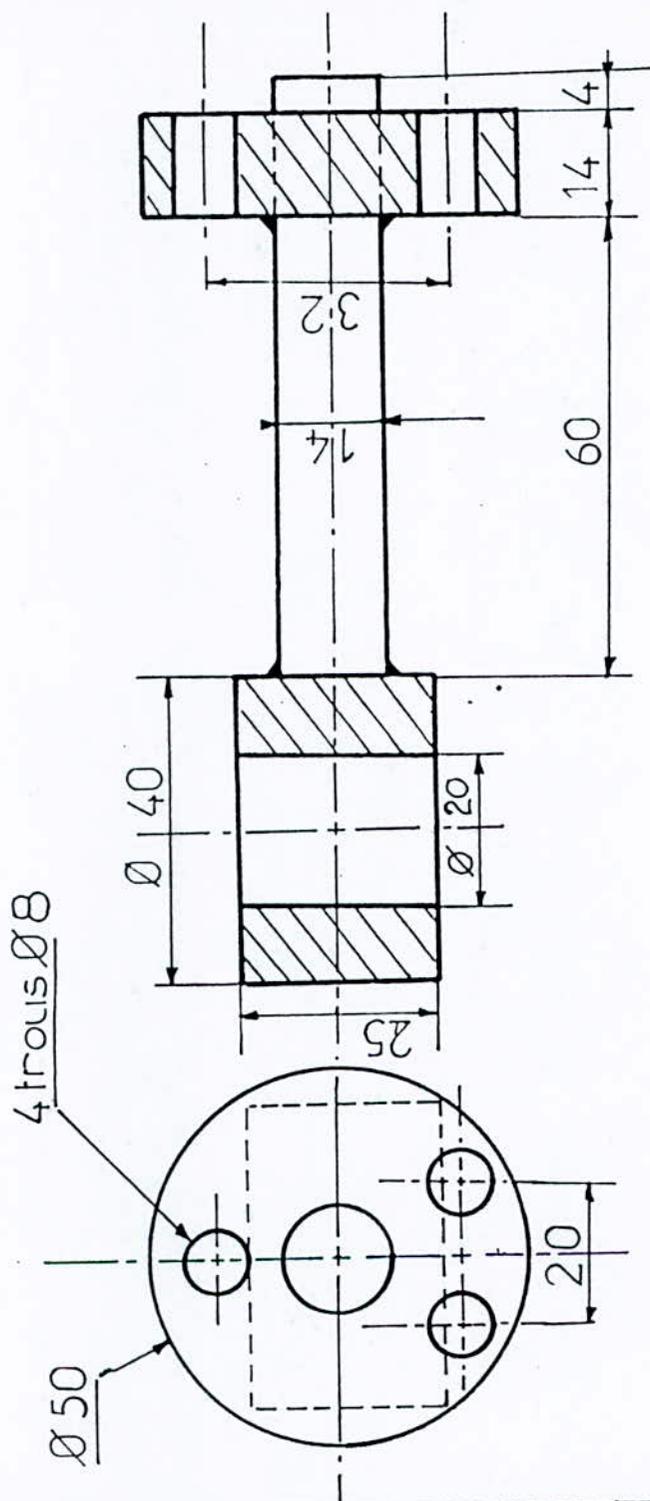
Ecole Nationale Polytechnique	echelle 2
ARBRE A ROULEMENT	
	08/06/888



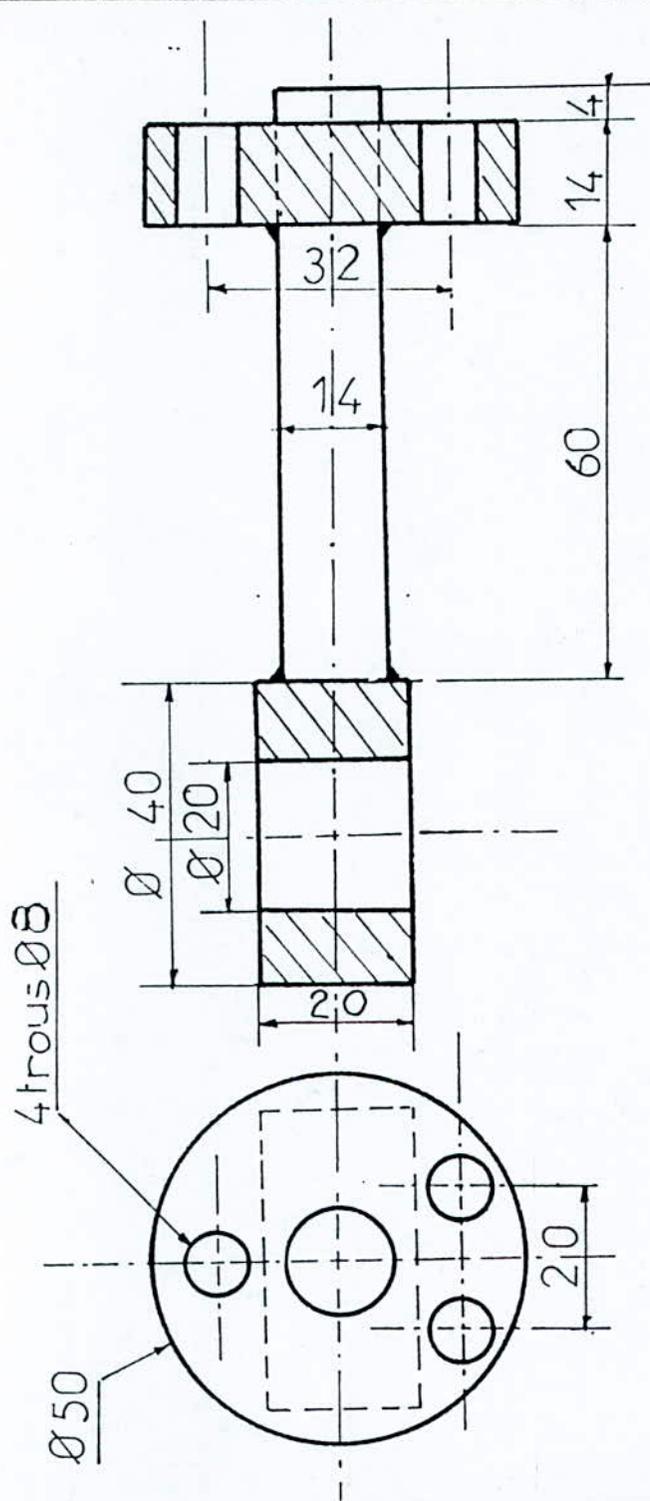
École Nationale Polytechnique	echelle : 1
BIELLE	
	8 / 6 / 1988

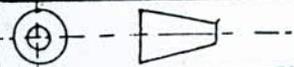


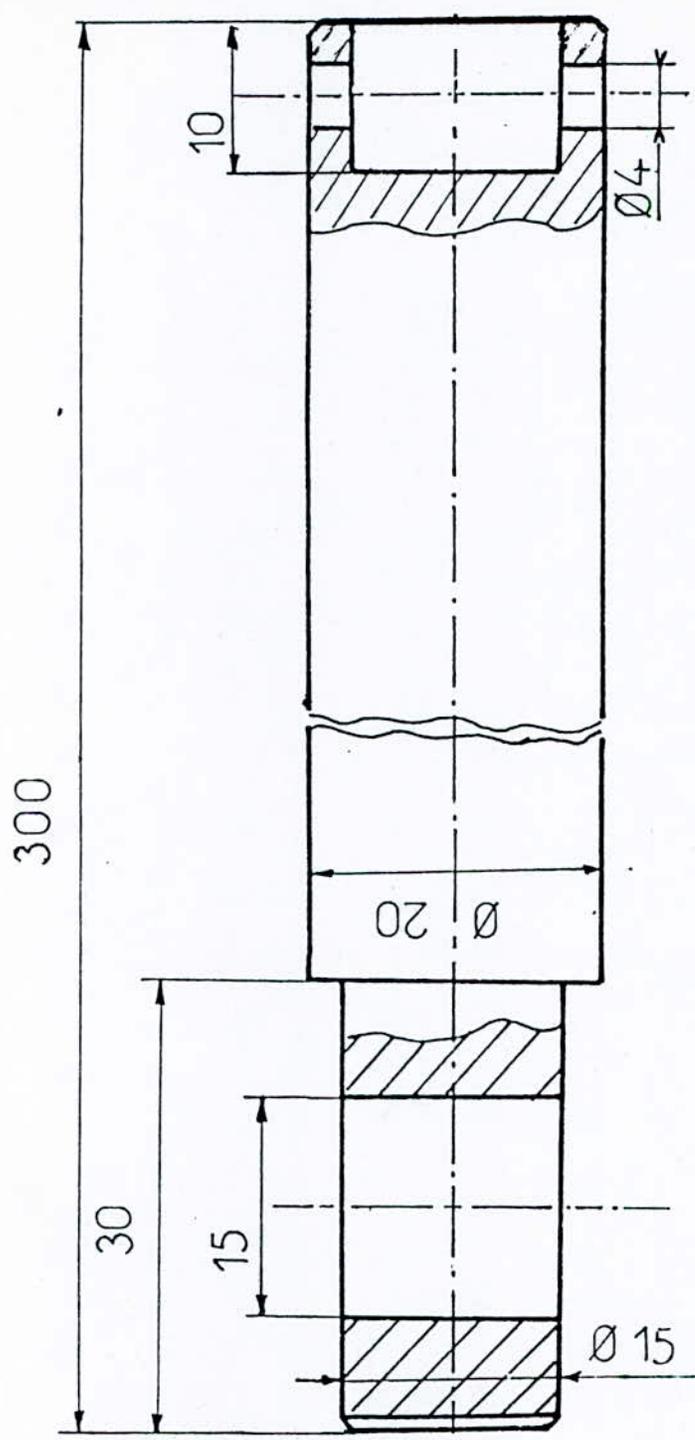
Ecole Nationale Polytechnique	échelle 2
AXE D'ARTICULATION	
	8/5/1988

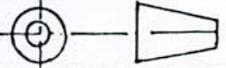


Ecole Nationale Polytechnique	échelle 1
GUIDAGE	
	10/06/88



Ecole Nationale Polytechnique	échelle 1
GUIDAGE	
	10/06/88



Ecole Nationale Polytechnique	échelle 2
ARBRE INTERMEDIAIRE	 08/06/88

REALISATION

Nous a essayé de réaliser des parties mécaniques qui sont le siège des caractéristiques spécifiques à notre extracteur ; les autres éléments (colonnes , décanteurs , etc ...) sont des facteurs communs pour tout les appareils d'extraction liquide-liquide avec apport d'énergie extérieure .

Nous présentons dans cette partie les différents éléments mécaniques réalisés à l'atelier des métaux du département de génie mécanique de l'Ecole Nationale Polytechnique .

1.LES PLATEAUX

Les plateaux sont réalisés à l'aide de l'acier inoxydable afin de résister aux effets de corrosion présentés par les substances corrosives .

Caractéristiques :

- Densité du matériau : $d = 7.551 \text{ g/cm}$
- Diamètre des plateaux : $d_p = 96 \text{ mm}$
- Diamètre des perforations : $d_t = 08 \text{ mm}$
- Nombre de trous : $n_t = 16$ (disposition carré)
 $n_t = 20$ (disposition quinconce)
- Fraction de surface libre : $\varphi_t = n_t \frac{d_t^2}{d_p^2}$
- * Disposition en carré : $\varphi_t = 11.11 \%$
- * Disposition en quinconce : $\varphi_t = 13.88 \%$
- Epaisseur du disque : $S_p = 1.5 \text{ mm}$

2.LE DISQUE

Le matériau utilisé pour la réalisation du disque est de l'acier ordinaire .

Caractéristiques :

- Diamètre extérieur : $D_{ext} = 140 \text{ mm}$
- Diamètre intérieur : Il sera choisi ultérieurement selon les accessoires MULTIFIX.

3. L'ARBRE A ROULEMENT

Afin de réaliser l'arbre à roulement ; nous avons utilisé comme matière première de l'acier XC-35 . Le rôle de cet arbre est de transmettre la rotation du disque à la bielle .

Caractéristiques :

- Longueur : $L = 64 \text{ mm}$
- Diamètre logé dans le roulement : $d_a = 20 \text{ mm}$

4. LA BIELLE

La bielle se compose d'un élément en acier XC-35 ajusté au roulement , et d'un levier de même matériau de section carrée articulé à l'arbre intermédiaire ; ce dernier est relié à la tige comportant les plateaux .

Caractéristiques:

- Arrete : $a = 25 \text{ mm}$
- Longueur : $L = 150 \text{ mm}$

5. L'AXE D'ARTICULATION

L'axe d'articulation permet d'assurer un seul degré de liberté à la bielle caractérisé par le mouvement de translation ; Il est réalisé en acier XC-35 .

Caractéristiques :

- Diamètre : $d_a = 15 \text{ mm}$
- Gorge : $g_o = 2 \times 2 \text{ mm}$

6. GUIDAGE

Le guidage est assuré par des bagues en bronze dont le positionnement et le centrage par rapport à l'axe intermédiaire est assuré par un trou long usiné sur le support du moteur et par des cales de réglage .

Caractéristiques :

- Diamètre extérieur : $D_{\text{ext}} = 40 \text{ mm}$
- Diamètre intérieur : $D_{\text{int}} = 20.1 \text{ mm}$

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Le travail que nous avons fait était surtout axé sur la réalisation d'une installation à jet réciproque adéquate .

Nous avons présentés une partie théorique portant sur la théorie de l'extraction proprement dite ainsi que sur les éléments influençant cette opération , et déterminant la gamme d'utilisation de l'extracteur en terme de fréquence et de production soulignée dans notre étude par la partie hydrodynamique .

La deuxième partie de notre étude était consacrée à la conception ,dans laquelle nous avons proposés une installation permettant d'avoir accès à un extracteur à jet réciproque ; Malheureusement nous n'avons pas pu dimensionner tout les éléments intervenant dans l'appareillage , car ceci fait appel à des grandeurs qui ne peuvent être déterminées qu'après la réalisation de l'installation et l'application des essais sur l'appareil ; cependant nous avons donné le mode de calcul de chacun des éléments ainsi que les paramètres entrant en jeu dans la modélisation de l'extracteur .

Cette contrainte nous a amené à entamer la troisième partie concernant la réalisation , partie qui nous a causé énormément de problèmes dues au manque de matières premières , à la non disponibilité d'outillages d'usinage adéquats ,etc...

Malgré ces difficultés , nous avons pu contribuer à la réalisation , en donnant la priorité aux éléments mécaniques qui sont les paramètres différenciant notre extracteur des autres .

Cette étude peut être suivie par la réalisation d'autres projets de fin d'études portant sur thème , afin de pouvoir monter l'installation et de lui apporter quelques modifications en particulier en ce qui concerne :

- Le mode de distribution de la phase dispersée ;
- La proposition d'une autre solution pour le mécanisme de variation de la fréquence de pulsation ;
- La proposition d'une solution plus efficace pour le guidage de l'arbre intermédiaire .

A N N E X E

ANNEXE A

On essaye dans cette annexe de dénombrer quelques méthodes usuelles pour l'étude de certains paramètres indispensables pour le cas d'une extraction liquide - liquide ; ainsi que les méthodes d'analyse souvent utilisées pour l'analyse des phases .

TENSION INTERFACIALE

Comme les phases en contact dans l'appareil ne sont pas en équilibre , il est difficile de déterminer les tensions interfaciales avec un tensiomètre . On a admis et vérifié expérimentalement que la règle d'ANTONOV donne une approximation de la tension interfaciale satisfaisante , même quand les solutions ne sont pas en équilibre . Donc , les tensions superficielles de deux phases s'écoulant à différents niveaux de la colonne sont déterminées et la tension interfaciale est donnée par la relation :

$$\delta = \gamma_c - \gamma_d$$

ou γ_c : Tension superficielle de la phase continue ;

γ_d : Tension superficielle de la phase dispersée .

MESURE DE LA RETENTION :

Pour la rétention (fraction volumique dispersée) définissant la qualité de l'émulsion , il faut suivre son évolution en fonction des débits des deux phases et des conditions de pulsations ; le taux de rétention est obtenu par la mesure des hauteurs des couches de la phase dispersée formées sur les plateaux après avoir interrompu en même temps l'arrivée et la sortie des liquides et arrêter les pulsations .

Quand la dispersion est assez poussée , il faut un certain temps pour que les gouttes de la phase dispersée se rassemblent et coalescent sur les plateaux . La mesure de la rétention est donc entachée d'erreur qui toute fois n'est pas très importante , du fait qu'une certaine compensation se produit entre les plateaux .

Ceci nécessite la mesure de la rétention à différents niveaux de la colonne et la considération d'une valeur moyenne .

DIMENSION DES GOUTTES :(courbe de distribution)

La méthode photographique est utilisée pour étudier la dispersion de la phase dispersée dans la phase continue . Pour chaque série d'expérience , il faudra réaliser des prises de vue à une distance bien déterminée de la colonne .

Ces conditions qui viennent d'être évoquées permettent d'évaluer le diamètre volume - surface de SAUTER à partir d'un nombre important de gouttes (afin que le diamètre calculé ne varie pas de manière significative) par la relation :

$$d_{32} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i^3 n_i}{\sum_{i=1}^n d_i n_i}$$

Il est à remarquer que seules les gouttes dont le contour est clairement défini sont analysées .

LES METHODES D'ANALYSE :

Les méthodes d'analyse quantitatives font généralement appel à des propriétés physiques ou chimiques des substances .

Pour se servir de ces méthodes pour un cas pratique , il est nécessaire de relier ces propriétés aux quantités des substances en présence ; ce qui se traduit toujours par des courbes d'étalonnage .

* La densimétrie

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

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

* Réfractométrie

Quand un rayon lumineux passe d'un milieu à un autre , il sera affecté d'une déviation ; le pouvoir d'une telle déviation est relié à un indice de réfraction .

La réfractométrie relie l'indice de réfraction au taux d'un constituant de ce mélange .

Il y a lieu de remarquer que ces deux méthodes d'analyse , donnent de très bons résultats pour des systèmes binaires ; par contre , pour les systèmes ternaires ou plus , les résultats sont moyens , toute fois , on espère que la combinaison de ces deux méthodes puisse donner des résultats satisfaisants .

* La chromatographie en phase gazeuse (C.P.G)

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

L'analyse est dans ce cas une analyse séparative c'est à dire que les constituants sont séparés puis analysés .

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 . L'échantillon gazeux traverse la colonne et les différents constituants sont plus ou

moins retenus par la phase stationnaire. Il y aura ainsi une sélection à la sortie de la colonne ; 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 relié à un enregistreur permet de visualiser les changements qui surviennent à la sortie de la colonne .

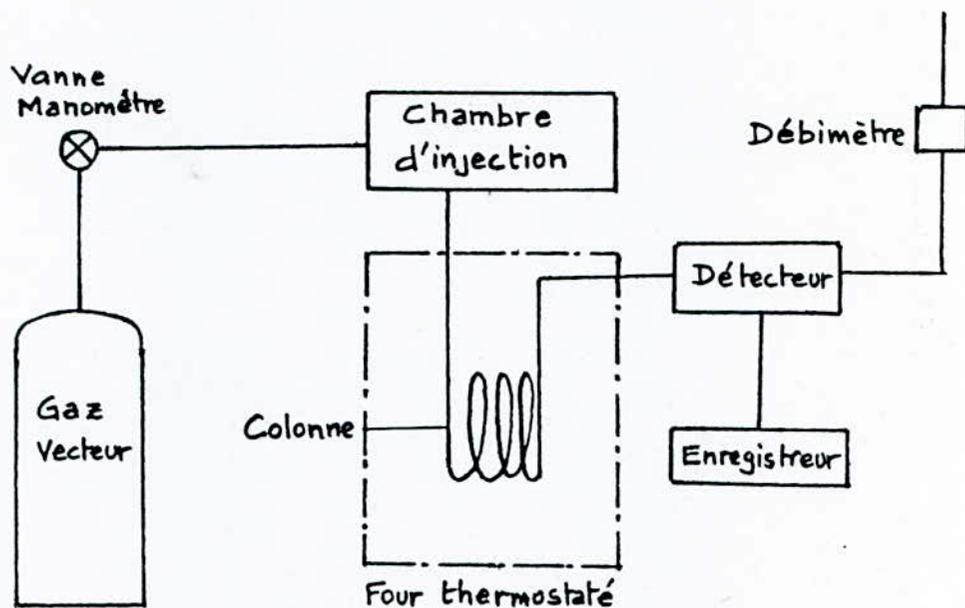


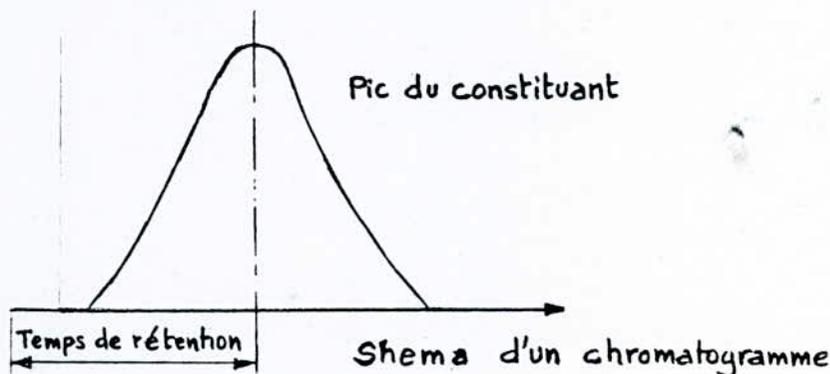
Schéma de principe d'une C.P.G.

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

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 C.P.G donne généralement de très bons résultats en analyse quantitatives .



BIBLIOGRAPHIE

- [1] Techniques de l'ingénieur: " Extraction liquide-liquide " ; J2755-1 .
- [2] P. SOUCHAY : " Chimie physique-Thermodynamique chimique " ; Ed.1968 ; Pages 80/83 .
- [3] TREYBAL : " Mass transfert operations " ; Third Ed. 1980 ; Pages 477/493 .
- [4] H. BRAUER : " Stoffaustausch , Chemische Reaktion " ; Verlag Sauerlander ; Ed.1971 .
- [5] H.L. TORR , J.M. MARCHELLO : " A.I.Ch." ; Ed.4 1958 ; Page 97
- [6] J.C. MISHRA , D.T. DUTT : " Engineering study of hold up in a perforated plate pulse column for the counter current flow of two immiscible liquids " ; Chem. Age , India ; Ed.1969 ; Page 845.
- [7] A. ALIANE : " Etude hydrodynamique d'une colonne pulsée à plateaux perforés " ; Thèse de Magister en génie nucléaire ; Juillet 1987 .
- [8] STOCKES Trans. Cambridge philos. soc 1851
- [9] HADAMARD Acad. : Sci. 1521 , 1735 ; 1911 .
- [10] W.H. SWIFT , L.L. BURGER : " Backmixing in pulse columns with particular reference to scale up " ; Ed. Juillet 1953 .
- [11] W.H. SWIFT , L.L. BURGER : " Backmixing in pulse columns part II." ; Experimental values and effect of several variables " . Ed. Juillet 1953 .
- [12] A. ALIANE : " Extraction liquide-liquide " ; Projet de fin d'études , Juin 1983 ; Ecole Nationale Polytechnique ; Dpt. de Génie chimique .
- [13] M.H.I. BAIRD , R.G. Mc.GINNIS and G.C. TAN : " Proceeding of the international solvent extraction conference " ; I.S.E.C. The Hague 1971 ; Vol.1 .
- [14] E. BENYOUSSEF : " Etude du fonctionnement d'une batterie de mélangeurs-décanteurs " ; Projet de fin d'études , Janvier 1987 ; Ecole Nationale polytechnique ; Dpt. de Génie chimique .
- [15] N. AMROUNI : " Programme de calcul des éléments du moteur diesel : piston , axe de piston et bielle " ; Projet de fin d'étude , Juin 1987 ; Ecole Nationale Polytechnique ; Dpt. de Génie chimique .

- [16] PROLABO : "Appareils de laboratoire ;Moteurs ;Page 238/245 .
AP/2 1983 .
- [17] H. BRAUER : Development and Improvement of Bioreactors ;
Institut fur Chemieingenieurtechnik ;Berlin 1982.
- [18] W. GRÜGER : Diss. F.B. Verfahrenstechnik ;Berlin 1985 .
- [19] Tch C. LO , J. PROCHAZKA : Reciprocating-Plate Extraction
Columns ;Extaction Handbook .
- [20] P. PARTHASARATHY ,G. SRINIKETAN ,N.S. SRINIVAS ,Y.B.G. VARMA:
Axial mixing of continuous phase in reciprocating plate
columns .

