

5/99

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



Département de Génie Chimique

MEMOIRE

En vue de l'obtention du diplôme
D'Ingénieur d'Etat en Génie Chimique

THEME

**CONTRIBUTION A LA REALISATION D'UNE
COLONNE PULSEE A DISQUES ET COURONNES
POUR L'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE.
ETUDE HYDRODYNAMIQUE.**

Proposé et dirigé par :

Mme R.DERRICHE

Etudié par :

KAFI Fouad

PROMOTION juillet 1999

10, Avenue Pasteur, BP 182 El-Harrach ALGER - ALGERIE

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



Département de Génie Chimique

MEMOIRE

En vue de l'obtention du diplôme
D'Ingénieur d'Etat en Génie Chimique

THEME

**CONTRIBUTION A LA REALISATION D'UNE
COLONNE PULSEE A DISQUES ET COURONNES
POUR L'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE.
ETUDE HYDRODYNAMIQUE.**

Proposé et dirigé par :

Mme R.DERRICHE

Etudié par :

KAFI Fouad

PROMOTION juillet 1999

10, Avenue Pasteur, BP 182 El-Harrach ALGER - ALGERIE

Abstract

Our works consists in a contribution to elaborate a pulsed ring discs columns for solid liquid systems and the investigation of the hydrodynamics of this column (axial dispersion and velocities).

Keywords : Extraction, axial dispersion, hold up, flooding

Résumé

Le présent travail consiste en la contribution à la réalisation d'une colonne pulsée à disques et couronnes pour l'extraction solide liquide ainsi qu'à l'étude hydrodynamique de cette colonne (étude de la dispersion axiale, vitesses terminales de chute libre et vitesses de chute dans la colonne).

Mots clés : colonne, extraction, disques, couronnes, vitesse, rétention, engorgement, mélange, dispersion axiale.

ملخص

يتلخص هذا العمل في المساهمة في إنجاز أنبوب نبضي للتفاعل، ذو حشو من نوع أقراص-حلقات للإستخلاص في الأنظمة

'صلب-سائل' بالإضافة إلى دراسة هيدروديناميكية هذا المفاعل الملامس.

REMERCIEMENTS

La présent travail proposé et dirigé par Madame *DERRICHE*, maître de conférences à l'ENP, a été réalisé au laboratoire de Valorisation des Espèces Végétales Algériennes, Département de Génie Chimique, à l'Ecole Nationale Polytechnique. Qu'elle veuille bien trouver ici l'expression de mes vifs remerciements pour ses précieux conseils, ses encouragements et son suivi du travail.

Je tiens aussi à remercier *M. AHMED ZAID*, *M. BERRAHMOUNE*, *M. BOUCHERIT*, *Mme CHARCHARI* ainsi que *Mme YAGOUB* pour l'honneur qu'ils m'ont fait pour accepter de siéger à ma soutenance.

Ma profonde gratitude va à tous mes enseignants, surtout ceux du département de génie chimique.

Par le biais de ce modeste travail, je tiens à remercier toutes les personnes ayant contribuées de près ou de loin à sa réalisation et en particulier "tous ceux qui ont fait tomber des billes".

Merci à toute l'équipe de la bibliothèque et périodiques : *Krimo*, *Salah*, *Djamel*, *Kamel* et les autres.

Enfin, que *M. SOFIANE BERRAHMOUNE* trouve ici mes remerciements les plus distingués, ma gratitude et ma profonde reconnaissance pour tout ce qui a fait pour moi. Merci d'avoir été un promoteur, un binôme et surtout un ami.

DEDICACES



Ce travail est dédié :

- A la mémoire d'un homme que j'admirais beaucoup *'Abdelghani BOUKHEDIMF.*
- A mes parents
- A mes frères et sœurs
- A tous mes amis de Beaulieu et de l'école polytechnique
- A un ami à l'étranger ainsi qu'à sa famille
- A tous ceux qui me sont chers
- A *TAKHIR EZZAMANE*
- A moi-même *FOUAD EL HADI EL KAHLOUCHA*

FOUAD

Sommaire

| | |
|--|----|
| Introduction | 1 |
| Partie théorique | |
| I. Extracteurs solide-liquide | 2 |
| I-1. Extracteurs à lit fixe ou immobile | 3 |
| I-2. Extracteurs à lit mobile | 4 |
| I-3. Extracteurs à immersion | 4 |
| I-4. Extracteurs à agitation, à charges dispersées ou en suspension | 5 |
| II. Modélisation des écoulements dans les réacteurs | 11 |
| II-1. Différents modèles d'écoulements | 11 |
| II-1-1. Ecoulements idéaux | 11 |
| II-1-2. Ecoulements réels | 12 |
| II-1-2-1. Modèle à un seul paramètre | 12 |
| II-1-2-2. Modèles à plusieurs paramètres | 16 |
| II-2. Distribution de temps de séjour | 16 |
| II-2-1. Détermination expérimentale de la distribution des temps de séjour | 17 |
| II-2-2. Principaux signaux d'injection | 18 |
| II-3. Méthode des moments | 20 |
| III. Les colonnes pulsées | 22 |
| III-1. Description de la colonne pulsée | 22 |
| III-2. Facteurs influençant les performances d'une colonne pulsée | 24 |
| III-3. Régime de fonctionnement | 24 |
| III-4. Hydrodynamique de la colonne pulsée | 26 |
| III-4-1. Détermination des vitesses | 26 |
| III-4-2. La rétention | 30 |
| III-4-3. Le mélange dans la colonne pulsée | 31 |
| III-4-4. L'engorgement | 33 |
| Partie expérimentale | |
| IV. Description du montage expérimentale | 37 |
| V. Etude des phénomènes de transport | 42 |
| V-1. Vitesses terminales de chute | 42 |
| V-1-1. Appareillage et protocole opératoire | 42 |
| V-1-2. Résultats et commentaires | 43 |
| V-2. Vitesses de chute des particules dans la colonne | 47 |
| V-2-1. Appareillage et protocole opératoire | 47 |
| V-2-2. Résultats et commentaires | 48 |
| VI. Etude de la dispersion axiale | 54 |
| VI-1. Appareillage et protocole opératoire | 54 |
| VI-1. Résultats et commentaires | 56 |
| Conclusion | 66 |
| Bibliographie | 67 |
| Annexes | |

INTRODUCTION

L'extraction solide-liquide par solvant est l'une des opérations du génie chimique qui trouvent plusieurs applications dans diverses industries.

La colonne pulsée, qui a été utilisée durant longues années dans le domaine de l'extraction liquide-liquide, a retenu notre attention. En effet, cet appareil a été testé dans le cas des solides végétaux et a montré son efficacité dans le cas où le solide présente une densité adéquate. Ainsi, dans le cadre de la valorisation du grignon d'olive comme source potentielle d'hémicellulose, matière recherchée généralement pour ses propriétés épaississantes et gélifiantes dans les industries pharmaceutiques, cosmétiques et agro-alimentaires, nous avons réalisé une colonne pulsée à disques et couronnes.

Pour permettre la modélisation et la simulation du procédé d'extraction, il est nécessaire dans un premier temps, de faire l'étude hydrodynamique.

Dans ce sens, le plan de travail que nous avons adopté a été scindé en deux parties :

1- Une partie théorique où les aspects suivants ont été traités :

- Revue des différents extracteurs existants ;
- Modélisation des écoulements dans les réacteurs ;
- Description des colonnes pulsées.

2- Une partie expérimentale où les phénomènes de transport et de mélange ont été étudiés et abordés selon les étapes suivantes :

- Description de la colonne pulsée réalisée ;
- Mesure et corrélation des vitesses terminales ainsi que les vitesses de chute dans la colonne ;
- Etude de la dispersion axiale et corrélation des résultats.

Le but de cette étude est d'acquérir les outils nécessaires, qui permettront par la suite de faire une simulation hydrodynamique de la colonne.

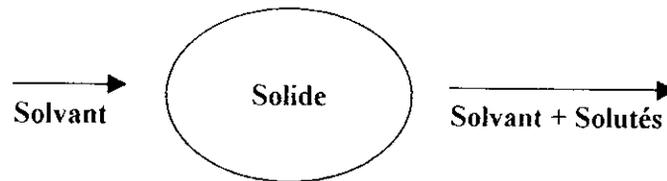
Ainsi, la connaissance des propriétés physico-chimiques du système diphasique (masses volumiques des deux phases, viscosité de la phase liquide, diamètres des particules solides...), des conditions opératoires (amplitude, fréquence et débits) et des caractéristiques géométriques de la colonne (diamètre, hauteur, espacement entre plateaux) permettra après l'élaboration des corrélations de prévoir directement les profils de rétention et de concentration dans la colonne étudiée.

Partie Théorique

I

EXTRACTEURS SOLIDE - LIQUIDE

L'extraction solide – liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer ou de dissoudre, par immersion ou par arrosage avec un liquide, un ou plusieurs composants (solide ou liquide) contenus dans un solide.



***Figure I-1.** Principe de l'extraction solide - liquide par solvant.*

Le liquide d'extraction appelé solvant, dissout un (ou plusieurs) composant cristallisé ou liquide dénommé soluté, pour donner une solution ou extrait, et laisse donc un solide épuisé, appelé résidu inerte ou insoluble. Selon les conditions de mise en contact entre le solide et le liquide, on distingue [1] :

La lixiviation ou lessivage : le solide finement divisé est mis en contact avec une liqueur d'attaque chaude ou froide, qui solubilise le soluté.

La percolation : consiste à laisser couler un solvant généralement chaud sur un lit de solide finement divisé afin de dissoudre les composants solides qui y sont contenus.

La décoction : le solide est mis à bouillir dans un liquide en vue d'extraire les parties solubles.

L'infusion : c'est la mise en suspension d'un solide dans un liquide chaud ou l'arrosage du solide par ce liquide, afin de dissoudre les constituants utiles, suivi de refroidissement du mélange.

La macération : c'est la mise en contact plus ou moins prolongée à froid d'un solide dans un solvant en vue d'extraire les parties solubles.

La digestion : c'est une macération à chaud.

L'éluion : consiste à enlever un soluté fixé à la surface d'un solide par un simple contact avec un solvant.

Le tableau-1 donne les différents domaines d'application de l'extraction solide-liquide ainsi que les méthodes utilisées :

| Domaine | Exemples de production | Nom de l'opération |
|--------------------------|--|----------------------------------|
| Agro-alimentaire | Sucre, huiles, café et thé décaféinés | Percolation, infusion, décoction |
| Industrie pharmaceutique | Alcaloïde, vitamines, antibiotiques | Macération, digestion |
| Industrie des parfums | Extraits de plantes, fleurs, racines | Digestion |
| Phytop sanitaire | Insecticides, pesticides | |
| Industrie minérale | Métaux (extraction des minerais souvent couplée à une réaction chimique) | |

Tableau 1-1. Domaines et méthodes d'utilisation de l'extraction solide-liquide[2].

Les trois grandes techniques utilisées dans l'extraction solide - liquide sont l'extraction à étage unique, à co-courant et à contre - courant.

D'autres considérations interviennent dans la technologie mise en œuvre : on distingue ainsi les processus continus ou discontinus, avec la phase solide en lit fixe, mobile ou dispersé. Généralement c'est ce dernier type de classification qui distingue entre les différents extracteurs.

I-1. Extracteur à lit fixe ou immobile

Les appareils les plus simples des extracteurs à lit fixe sont constitués par des récipients ouverts ou fermés munis en leur base d'un dispositif d'égouttage supportant le lit de solide (tôle perforée, toile mécanique, barres transversales). Des orifices sont prévus pour l'arrivée du solvant, la sortie de la solution, le chargement et le déchargement du solide. Ils ne sont employés que dans le cas où l'extraction est facile, et selon la méthode en étage unique ou à étages multiples.

Les extracteurs ouverts à lit fixe sont utilisés pour l'extraction à l'eau à basses températures de produits grossièrement fragmentés (minerais, tanins). L'extraction peut avoir lieu par percolation ou par immersion complète.

Les extracteurs fermés à lit fixe permettent quand à eux le traitement des solides de toutes tailles, avec des solvants chauds en phase liquide ou partiellement vaporisés, sous pression ou

non. Les formes les plus simples correspondent aux appareils utilisés aux laboratoires, de type *SOXHLET* (figure I-3) et *KUMAGAWA*. A une échelle industrielle, on retrouve les extracteurs fermés à lit fixe sous différentes formes selon le procédé utilisé, on peut citer le percolateur simple schématisé dans la figure I-4 ou l'extracteur "*diffuseur ROBERT*" utilisé le plus souvent dans l'industrie du sucre (figure I-5) [3].

I-2. Extracteurs à lit mobile

Ces appareils automatiques sont généralement constitués par un système de convoyage entraîné mécaniquement (vis sans fin, tapis roulant...) supportant les charges de solide afin de pouvoir réaliser une extraction continue à étages multiples. Ces techniques sont complexes et leur construction impose l'emploi d'une machinerie perfectionnée pour automatiser le mouvement des solides et des liquides. On distingue différents types de ces extracteurs, différenciés essentiellement par le système de convoyage, les plus utilisés sont :

- Extracteurs à compartiments mobiles (figure I-6) ;
- Extracteurs à paniers mobiles (figures I-7 et I-8) ;
- Extracteurs à chaînes de convoyage (figure I-9) ;
- Extracteurs à bandes transporteuses (figure I-10).

Ce type d'appareillage traite généralement des tonnages importants de matières premières, qui fournit des solutés de faible valeur ajoutée ; par exemple il existe des extracteurs *DE SMET* de plus de 50m de longueur, et pouvant traiter 10000 tonnes/jour. Les applications concernées sont généralement l'extraction d'huile végétale à partir de graines et de sucre à partir de cannes ou de betteraves[3].

I-3. Extracteurs à immersion

Les extracteurs à immersion (figures I-12 et I-13) sont des contacteurs dans lesquels la charge solide est immergée dans le solvant. L'extraction se fait par simple contact entre le solvant et le solide. Ce type d'appareillage est moins sensible aux conditions de préparation du solide que les appareils précédents, il permet par conséquent l'extraction de charges contenant beaucoup de fines. Une très grande variété de substrats végétales peut être traitée dans ce type d'appareils. On peut citer l'exemple de l'extraction de sucre du betterave[3].

I-4. Extracteurs à agitation, à charges dispersées ou en suspension

Ces appareils sont des mélangeurs dans lesquels le solide et le solvant sont mis en contact intime par agitation mécanique ou pneumatique. Ils peuvent être utilisés en continu ou en discontinu et peuvent traiter des particules de différentes tailles

En général, ces extracteurs n'ont pour tâche que la mise en contact du solide avec le liquide ; d'où la nécessité de leur adjoindre des dispositifs de séparation : décanteurs et filtres[3].

Extracteurs à simple agitation [3] : ce sont des mélangeurs avec agitateur unique. On trouve plusieurs types de ces appareils :

- Mélangeurs à agitation mécanique (figure I-11) ;
- Mélangeurs à agitation pneumatique ;
- Mélangeurs mixtes, à agitation mécanique et pneumatique.

Extracteurs à agitateurs multiples et à charge dispersée ou en suspension [3] : les extracteurs à agitateurs multiples sont des appareils en continu, formés d'une suite de mélangeurs disposée de manière à provoquer un contact et un cheminement du solide et du liquide à contre-courant. Ce type d'appareils a été utilisé dans les cas suivants :

- Extraction de petites quantités de produits (colorants naturels, plantes pharmaceutiques) ;
- Extraction de produits de mauvaise tenue mécanique ou formant des fines en cours d'extraction ;
- Extraction en combinaison avec un extracteur à percolation.

Les principaux avantages de ces appareils sont la simplicité de mise en œuvre et la souplesse d'utilisation, l'inconvénient majeur est l'absence d'autofiltration, obtenue dans les appareils à percolation, ce qui impose l'utilisation d'un système de clarification de l'extrait en sortie d'appareil.

Les colonnes pulsées (figure I-14) généralement utilisées pour l'extraction liquide - liquide appartiennent à la famille des extracteurs à agitation et à charge dispersée. Des études effectuées suggèrent d'utiliser ce type de contacteur pour des extractions solide - liquide et proposent par conséquent un outil qui de par sa taille et sa technologie répond aux exigences de la production en chimie fine, où l'on est amené à fabriquer des produits à hautes valeurs ajoutées et à faible tonnage (par exemple, principes actifs pour l'industrie pharmaceutique) [1,3].

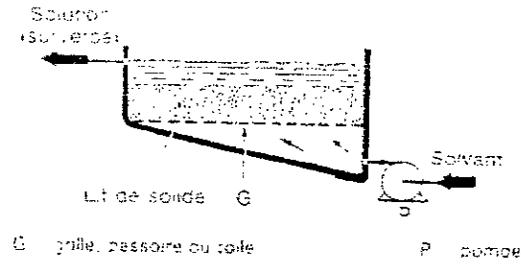


Figure I-2. Extracteur ouvert à lit fixe[3].

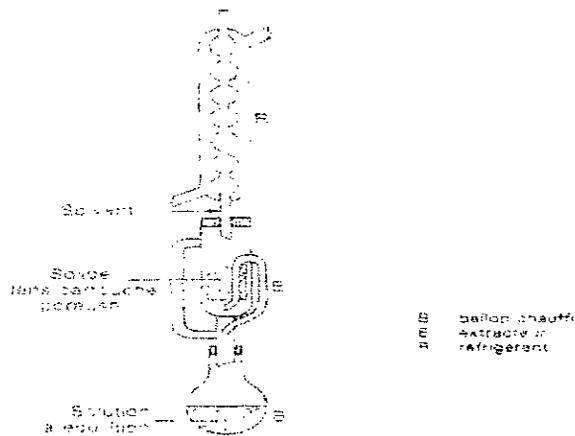


Figure I-3. Extracteur SOXHLET (extracteur fermé) [3].

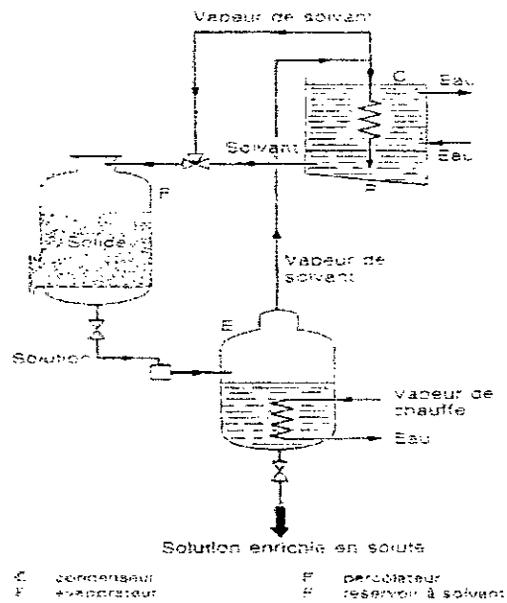


Figure I-4. Percolateur simple (extracteur fermé) [3].

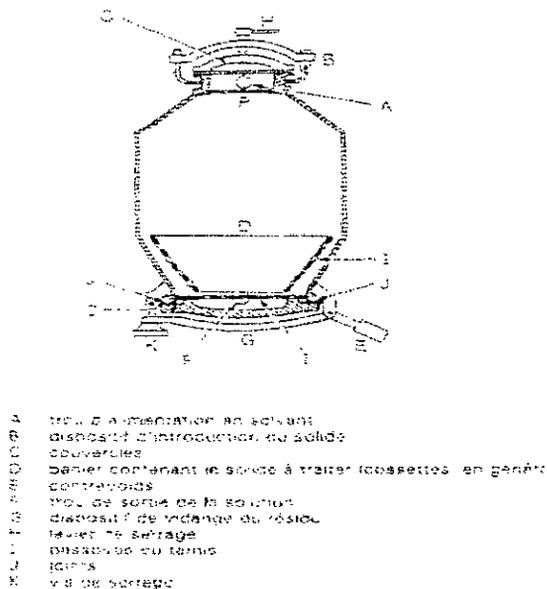


Figure I-5. Diffuseur ROBERT (extracteur fermé) [3].

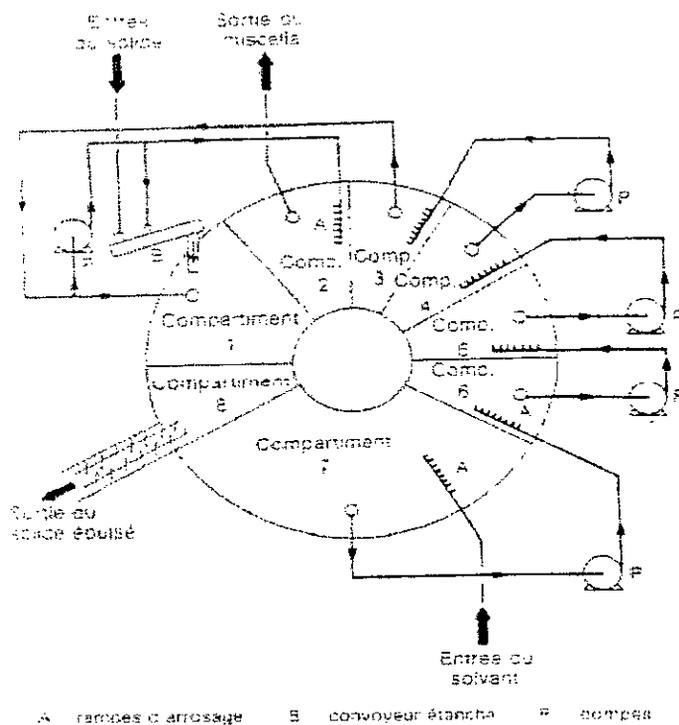


Figure I-6. Extracteur à paniers rotatifs ROTOCEL (extracteur à lit mobile) [3].

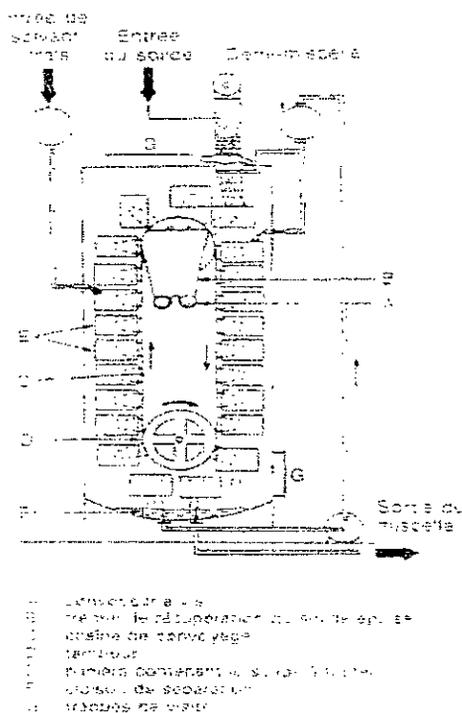


Figure I-7. Extracteur à paniers mobiles BOLLMAN (extracteur à lit mobile) [3].

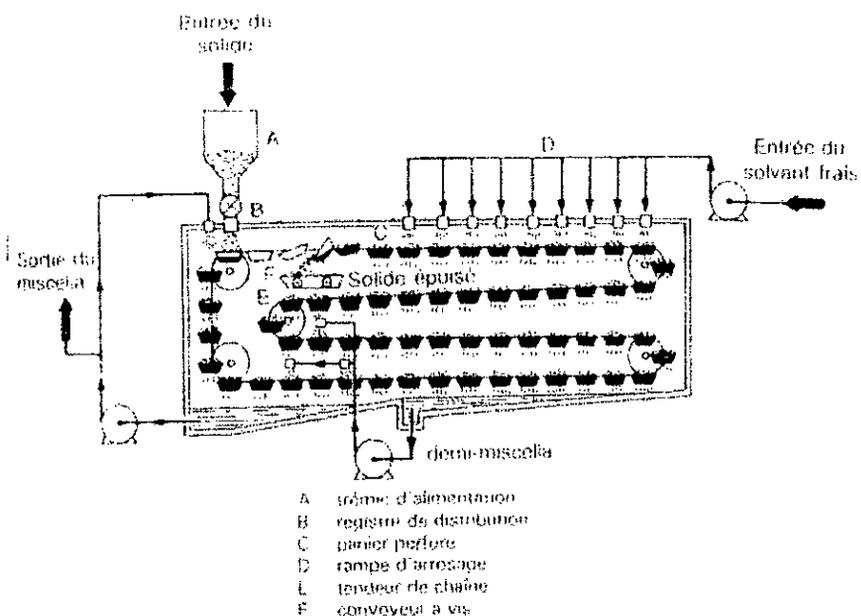


Figure I-8. Extracteur à paniers mobiles BERNARDINI (extracteur à lit mobile) [3].

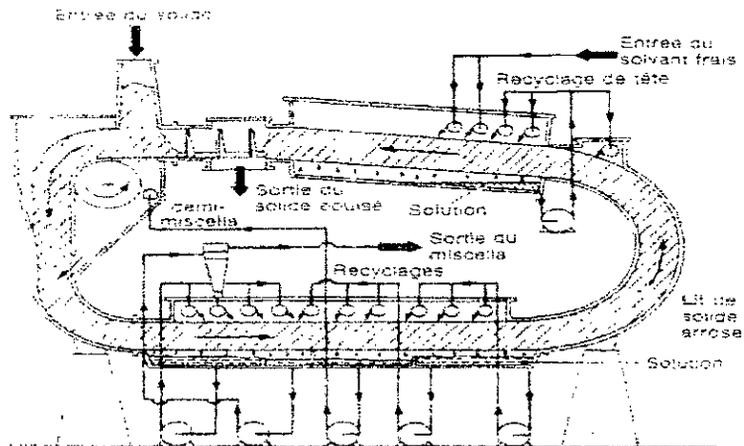


Figure I-9. Extracteur à chaîne de convoyage CROWN (extracteur à lit mobile) [3].

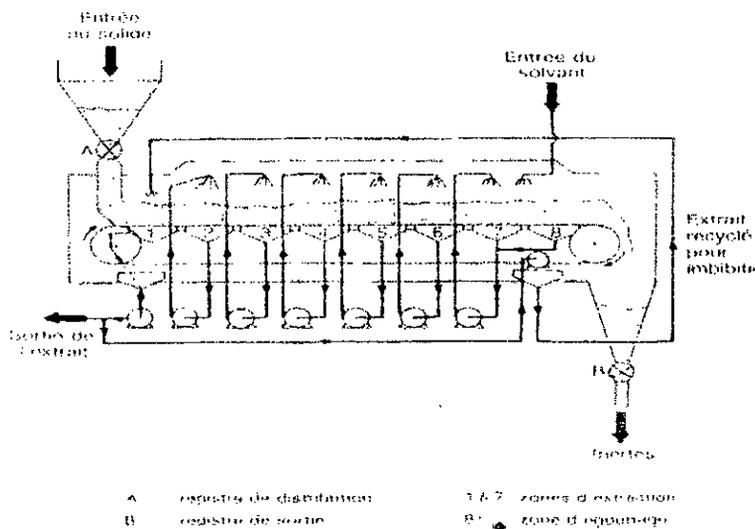


Figure I-10. Extracteur à bande transporteuse DE SMET (extracteur à lit mobile) [3].

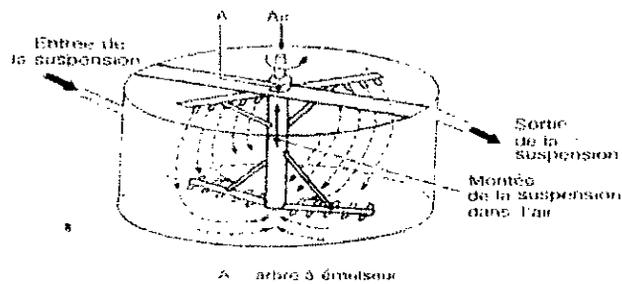


Figure I-11. Mélangeur à agitateur continu DORR [3].

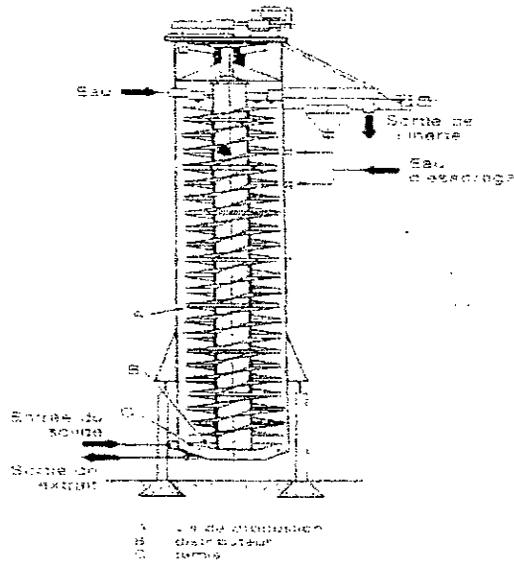


Figure I-12. Extracteur BMA (extracteur à immersion) [3].

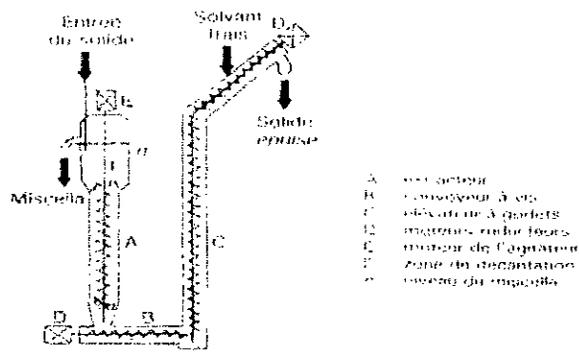


Figure I-13. Extracteur à immersion BERNARDINI[3].

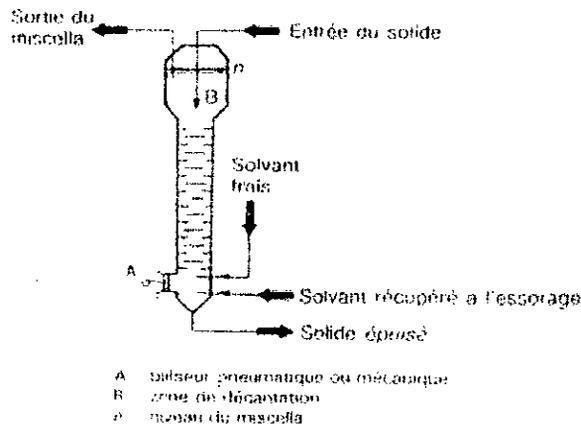


Figure I-14. Colonne pulsée CEA[3].

II

MODELISATION DES ÉCOULEMENTS DANS LES REACTEURS

Dans les appareils où sont effectuées les séparations par transfert de matière, en l'occurrence les colonnes d'extraction, se produisent des phénomènes de complexité telle qu'ils défient toute tentative de description quantifiée exacte ; ces écoulements y sont le plus souvent turbulents et presque toujours diphasiques. A ces phénomènes s'ajoutent ceux du transfert de matière et de chaleur, qui dépendent eux-mêmes des écoulements, peuvent en retour les modifier

L'étude des écoulements dans les réacteurs repose le plus souvent sur des modèles d'écoulements visant à prévoir le transport des phases, des solutés et de la chaleur. Ces modèles peuvent être idéaux à savoir l'écoulement piston ou parfaitement agité, ou non idéaux tels le modèle piston-dispersion, le modèle de mélangeurs en cascade... etc.

II-1. Modèles d'écoulements

II-1-1. Ecoulements idéaux

Écoulement piston[4,5,6]

L'écoulement piston est un écoulement parfait, dans lequel toutes les particules fluides ont la même vitesse, et s'écoulent dans la même direction pour une section de passage donnée, le mélange dans le sens de l'écoulement est donc exclu (négligeable). Dans un réacteur piston, les particules entrant à l'instant " t " sortent en même temps, et ont donc le même temps de séjour.

Le bilan de matière pour une section droite constante s'écrira :

$$\frac{\partial(UC_i)}{\partial z} + \frac{\partial C_i}{\partial t} = \mathfrak{R}_i \quad (\text{II-1})$$

Où \mathcal{R}_i : débit spécifique de réaction chimique ;
 U : vitesse axiale ;
 z : abscisse axiale ;
 t : temps ;
 C_i : concentration molaire.

Écoulement parfaitement agité[4,5,6]

Dans ce type d'écoulement, le fluide à la sortie du réacteur a la même composition que dans tous les points à l'intérieur du réacteur.

Pour les réacteurs de ce type, le bilan de matière s'écrira pour un régime permanent :

$$C_{iE} \cdot q_E - C_{iS} \cdot q_S - V_R \cdot \mathcal{R}_i = 0 \quad (\text{II-2})$$

Où C_{iE} et C_{iS} : concentrations molaires d'entrée et de sortie ;
 q_E et q_S : débits volumiques d'entrée et de sortie ;
 V_R : volume du réacteur.

II-1-2. Écoulements réels

Dans ce type d'écoulement, les molécules séjournent dans le volume de réacteur pendant des temps t_s , qui peuvent s'écarter notablement du temps de séjour moyen τ_s . Cette distribution de temps de séjour dépend de la géométrie du réacteur et du profil hydrodynamique.

Pour décrire un écoulement réel, plusieurs modèles sont proposés dans la littérature, on trouve des modèles élémentaires à un seul paramètre et des modèles à plusieurs paramètres qui se basent sur la superposition de modèles élémentaires[4,5,6].

II-1-2-1. Modèles à un seul paramètre

Modèle de mélangeurs en cascade[4,5,6]

Dans ce modèle, on essaye de représenter l'écoulement du fluide en assimilant le réacteur réel en une cascade de réacteurs agités, sachant qu'un nombre infini de réacteurs agités en cascade est équivalent à un réacteur piston tandis que le réacteur réel est représenté par un nombre moyen de réacteurs agités.

Le bilan transitoire dans un mélangeur de rang 'k' de la cascade s'écrit :

$$F_{k-1} - F_k = \frac{V_R}{n} \cdot \frac{dC_k}{dt} \quad (\text{II-3})$$

Où n : représente le nombre de réacteur de la cascade ;

F_{K-1} et F_K : sont respectivement le débits molaires d'entrée et de sortie du constituant K ;

V_R : volume du réacteur.

Modèle à dispersion axiale[4,5,6,7,8]

Ce modèle est appliqué dans le cas où il y a un faible écart à l'idéalité (faible écart à l'écoulement piston). Il repose sur la superposition d'un écoulement piston convectif et d'une dispersion aléatoire obéissant à la loi de *FICK*.

Le flux axial est donné par :

$$F = U \cdot c - D \cdot \frac{dc}{dz} \quad (\text{II-4})$$

F : flux axial ;

U : vitesse de l'écoulement ;

c : concentration molaire volumique ;

z : abscisse axiale ;

D : coefficient de dispersion phénoménologique qui dépend à la fois de fluide, du régime d'écoulement et de la structure géométrique du réacteur ;

Le bilan de matière écrit sur une petite tranche d'épaisseur Ωdz d'un contacteur où le fluide s'écoule avec une vitesse d'ensemble U .

$$\Omega U c - \Omega D \frac{\partial c}{\partial z} = \Omega U \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) - \Omega D \frac{\partial}{\partial z} \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) + \frac{\partial c}{\partial t} dz \quad (\text{II-5})$$

Avec :

$$\Omega U c \quad \text{et} \quad \Omega U \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) \quad : \text{termes de convection.}$$

$$\Omega D \frac{\partial c}{\partial z} \quad \text{et} \quad \Omega D \frac{\partial}{\partial z} \left(c + \frac{\partial c}{\partial z} dz \right) \quad : \text{termes de dispersion.}$$

$$\frac{\partial c}{\partial t} dz \quad : \text{terme d'accumulation.}$$

On aboutit ainsi à une expression du bilan de matière :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial z^2} - U \frac{\partial c}{\partial z} \quad (\text{II-6})$$

En introduisant les variables réduites définies par :

$$C = \frac{c}{c_0}, \quad Z = \frac{z}{L}, \quad \theta = \frac{tU}{L} = \frac{t}{\tau}, \quad Pe = \frac{UL}{D} \quad (\text{II-7})$$

L'équation devient :

$$\frac{\partial C}{\partial \theta} = \frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 C}{\partial Z^2} - \frac{\partial C}{\partial Z} \quad (\text{II-8})$$

Cette équation est appelée équation du modèle de dispersion axiale en écoulement piston, et la mise en équation reste valable pour la phase dispersée.

c_0 : Concentration initiale uniformément répartie dans tout le volume $= \frac{n}{V_R}$, où V_R

est le volume de rétention du contacteur et n le nombre de mole de traceur injecté ;

C : concentration adimensionnelle ;

Z : coordonnée adimensionnelle de la direction du flux ;

τ est le temps de passage $= \frac{L}{U}$;

U : vitesse spécifique de la phase continue ;

L : hauteur de la colonne ou de la section étudiée de la colonne ;

Le nombre de *PECLET* Pe est la forme adimensionnelle du coefficient de dispersion axiale D .

L'expression de la DTS obtenue par résolution de l'équation de bilan de matière (équation II-7, II-8) dépend des conditions aux limites qui règnent à l'entrée et à la sortie du réacteur $Z=0$ et $Z=L$. On distingue essentiellement les trois types de conditions représentées par la figure II-1.

- Pour une colonne fermée à la dispersion où en amont et en aval, le fluide n'est transporté que par convection pure on a :

$$\sigma_{\theta}^2 = 2 Pe - 2 Pe^2 (1 - e^{-Pe}) \quad (\text{II-9})$$

- Pour une colonne illimitée ou ouverte à la dispersion, il y a aucune discontinuité du flux de dispersion à l'entrée et la sortie :

$$\sigma_{\theta}^2 = 2 Pe + 8 Pe^2 \quad (\text{II-10})$$

- Pour une colonne semi-illimitée ou semi-ouverte à la dispersion soit vers l'amont, soit vers l'aval :

$$\sigma_{\theta}^2 = 2 Pe + 3 Pe^2 \quad (\text{II-11})$$

Dans ces expressions σ^2_0 représente la variance réduite de distribution du temps de séjour définie dans les paragraphes suivants.

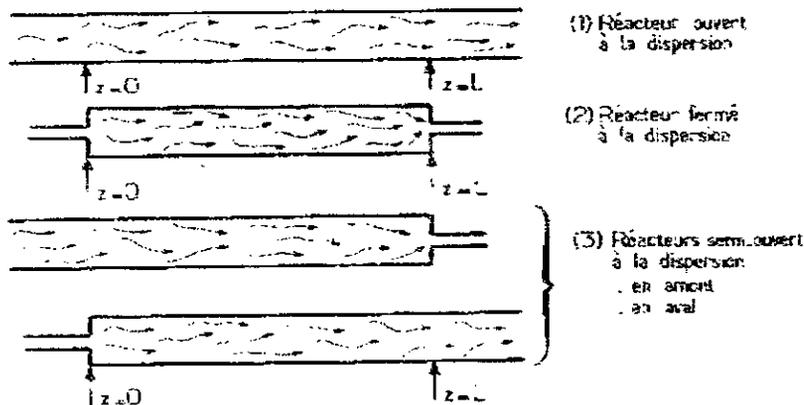


Figure II-1. Conditions aux limites du modèle à dispersion axiale[4].

Dans le cas d'une colonne ouverte à la dispersion par, lorsque $Pe \rightarrow 0$ ou $D \rightarrow \infty$ le mélange axial est très intense. Lorsque $Pe \rightarrow \infty$ ou $D \rightarrow 0$, le mélange axial est négligeable et l'écoulement est du type piston. Lorsque Pe diminue, la DTS s'affaisse et devient dissymétrique. Lorsque $P \rightarrow 0$, la forme tend vers l'exponentielle décroissante, mais comme $D \rightarrow \infty$, la substance du traceur se répartit instantannément entre $-\infty$ et $+\infty$, de sorte que la courbe se confond pratiquement avec l'axe des abscisses.

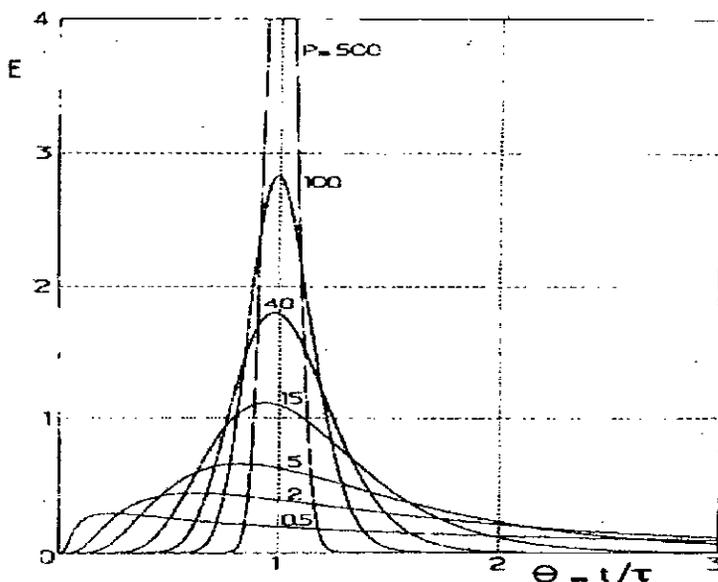


Figure II-2. Courbes de distribution de temps de séjour. Modèle d'écoulement piston à dispersion axiale. Réacteurs ouverts à la diffusion[4].

La figure II-2 représente la courbe de distribution de temps de séjour pour différents nombres de *Péclet*, pour un réacteur ouvert à la dispersion. Le modèle d'écoulement est modèle piston à dispersion axiale.

II-1-2-2. Modèles à plusieurs paramètres[4]

Dans ce type de modèle, on essaye de représenter le comportement du réacteur réel en compliquant les modèles élémentaires, en associant :

1- Des zones où l'écoulement est supposé de type simple :

- Ecoulement piston ou avec dispersion axiale ;
- Zones stagnantes où le fluide ne circule pratiquement pas et s'échange lentement avec les zones voisines.

2- Des modes de liaisons entre ces zones :

- Associations en série, en parallèle ;
- Courant de court – circuit, d'échange et de recyclage.

L'association de ces éléments permet l'obtention d'un graphe dépendant de plusieurs paramètres, qui permet d'approcher le comportement réel et de s'approcher des courbes expérimentales.

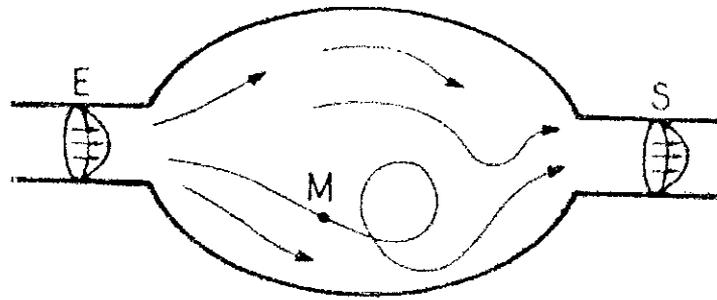
II-2. Distribution de temps de séjour[4,5,6]

DANKWERTS a proposé une approche systémique pour déterminer une distribution de temps de séjour "D.T.S." dans un réacteur en utilisant des fonctions de distribution facilement accessible à l'expérience.

Considérons une molécule "M" dans une colonne à l'intérieur d'une colonne ouverte de section d'entrée "E" et de section de sortie "S". Figure II-3

L'âge interne α de la molécule est défini comme le temps qui s'est écoulé depuis qu'elle a franchi la surface "E", son espérance de vie λ comme temps qui lui reste à passer dans la colonne avant de franchir la surface "S" et son temps de séjour t_s comme le temps qu'elle aura passé au total dans la colonne. Ce temps n'est autre que l'âge dans le courant de sortie et l'on a d'une manière générale :

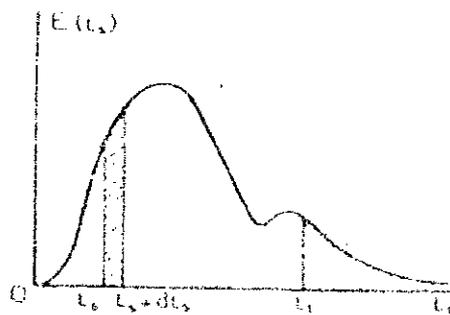
$$t_s = \alpha + \lambda \quad (\text{II-12})$$



FigureII-3. Age, espérance de vie et temps de séjour d'un élément de fluide dans un réacteur ouvert[4].

La fonction de distribution des temps de séjour $E(t_s)$ est la fraction du débit de sortie contenant des molécules d'âge compris entre " t_s " et " t_s+dt_s " et on aura :

$$\int_0^{\infty} E(t_s) dt_s = 1 \quad (\text{II-13})$$



FigureII-4. Distribution des temps de séjour[4].

II-2-1. Détermination expérimentale de la distribution des temps de séjour

La méthode la plus répandue pour la détermination de la distribution de temps de séjour est celle des traceurs, elle consiste à marquer les molécules entrant dans le réacteur et à suivre leur histoire jusqu'à la sortie, en particulier en les dénombrant dans le courant de sortie en fonction du temps.

Le traceur peut être un élément radioactif, un colorant, un sel ou toute substance de même propriétés physiques que le fluide, mais décelable par une propriété physique caractéristique telle que la conductivité électrique, thermique ou optique.

On applique, à l'aide du traceur, un certain signal à l'entrée du réacteur (injection échelon, impulsion), de manière à ne pas perturber le régime d'écoulement, et on examine sa réponse à la sortie en traitant les informations recueillies par la méthode des moments ou par

identification paramétrique. On en déduit des renseignements sur le comportement interne du fluide[4,5,6].

II-2-2.Principaux signaux d'injection

Injection impulsion[4,5,6]

L'expérience considérée consiste à injecter une quantité donnée de traceur à l'entrée du réacteur pendant un temps très court devant le temps de passage τ . Soit $C(t)$ la concentration du traceur relevée à la sortie. A l'instant "t", la quantité de traceur qui est sortie du réacteur depuis l'injection est celle qui a un temps de séjour inférieur à "t" :

$$\int_0^t QC dt = n \int_0^t E(t_s) dt_s \quad (\text{II-14})$$

On aura donc :

Soit $c_0 = \frac{n}{V_R}$: la concentration qui aurait le traceur uniformément réparti dans tous le

volume, et soit $F(t) = \frac{c}{c_0}$, nous obtenons alors la DTS :

$$E(t) = \frac{1}{\tau} F(t) \quad (\text{II-15})$$

Injection échelon ou purge - échelon [4,5,6]

Dans une injection échelon, la concentration du traceur passe brusquement de 0 à C_0 dans l'alimentation à l'instant $t=0$.

Dans une purge - échelon, l'injection permanente et établie du traceur est brusquement interrompue à l'instant initial.

Soit C la concentration de traceur à la sortie après une injection échelon. La courbe donnant la fraction $F = \frac{c}{c_0}$ du fluide marqué en fonction du temps représenté par la figure II-5 et par

définition la courbe E :

$$E = \frac{dF}{dt} \quad (\text{II-16})$$

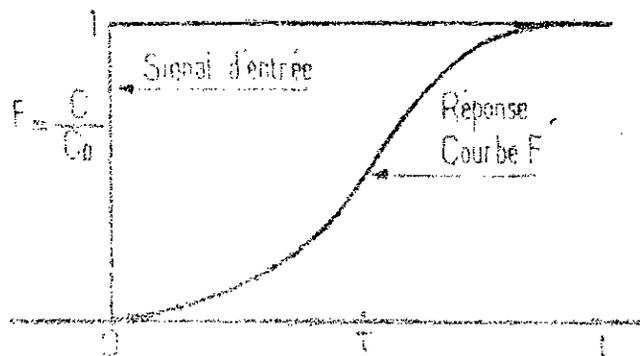


Figure II-5. Réponse à une injection échelon : la courbe F[4].

Injection de type sinusoïdal[6]

Cette méthode consiste à envoyer à l'entrée du système un signal purement sinusoïdal. Cette méthode présente l'intérêt de ne pas faire appel au calcul d'intégrales contrairement aux autres types d'injection. Elle est utilisée aussi par différents auteurs pour l'étude de la dispersion axiale des écoulements monophasés. Il est cependant difficile de générer un bon signal sinusoïdal, l'analyse mathématique est fortement compliquée supprimant ainsi tous les avantages de la méthode.

Injection de forme quelconque [4,5,6]

Soient, un signal de concentration $x(t)$ à l'entrée et la réponse correspondante $y(t)$ en sortie. Nous supposons ces signaux normés c'est à dire que :

$$\int_0^{\infty} x(t) dt = \int_0^{\infty} y(t) dt = 1 \quad (\text{II-17})$$

$E(t)$ est la réponse impulsionnelle du réacteur à une injection impulsion-unité $x(t) = \delta(t)$. Si $x(t)$ est de forme quelconque, on obtient la réponse $y(t)$ représenté sur la figure II-6 en sommant toutes les composantes de $x(t)$.

$$y(t_2) = \int_0^{t_2} x(t_1) \cdot E(t_2 - t_1) dt_1 \quad (\text{II-18})$$

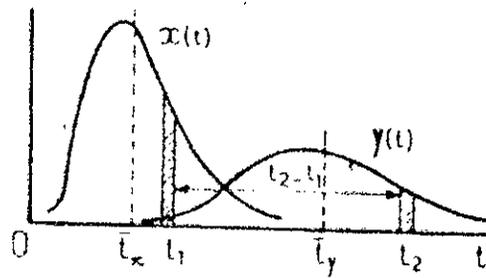


Figure II-6. Réponse à une impulsion quelconque[4].

Le temps de séjour moyen τ_s et la variance σ^2 de la DTS s'obtiennent par différence entre les expressions correspondantes relatives aux signaux de sortie et d'entrée, soit :

$$\tau_s = \tau_y - \tau_x \tag{II-19}$$

$$\sigma^2 = \sigma_y^2 - \sigma_x^2 \tag{II-20}$$

$\tau_x, \tau_x, \sigma_x^2, \sigma_x^2$ étant les temps de séjour moyens et variances de DTS des signaux de sortie et d'entrée.

On peut donc exploiter des mesures avec des formes d'injection quelconques, ou bien relever les deux réponses $x(t)$ et $y(t)$ à une même injection effectuée en amont de la colonne : c'est *la méthode de deux mesures* schématisée par la figure II-7.

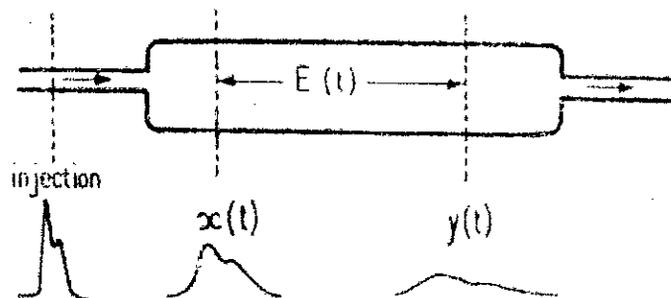


Figure II-7. La méthode des deux mesures[4].

II-3. Méthode des moments [7,9]

La méthode des moments permet de définir des moments statistiques pour chacune des distributions. Ceux de la DTS ont une importance particulière. Le moment d'ordre n autour de l'origine est défini par :

$$\mu_n = \int_0^{\infty} t_s^n E(t_s) dt_s \quad (\text{II-21})$$

En particulier, $\mu_1 = \tau_s$ est la moyenne, ou temps de séjour moyen des molécules dans le réacteur.

Le moment d'ordre n autour de la moyenne, ou moment centré est défini par :

$$\mu'_n = \int_0^{\infty} (t_s - \tau_s)^n E(t_s) dt_s \quad (\text{II-22})$$

En particulier $\mu'_2 = \sigma^2 = \mu^2_2 - \mu^2_1$ est la variance de la distribution qui caractérise son étalement autour de la moyenne. μ'_3 marque l'asymétrie de la distribution, μ'_4 son aplatissement... etc.

La mesure expérimentale de la concentration du traceur au point de sortie permet de calculer par exemple de calculer le temps de séjour moyen :

$$\tau_s = \frac{\sum_{i=0}^{\infty} t_i C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i} \quad (\text{II-23})$$

La fonction F(t):

$$F(t) = \frac{\sum_{i=0}^t C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i} \quad (\text{II-24})$$

Où

$$E(t) = \frac{\Delta F(t)}{\Delta t} \quad (\text{II-25})$$

Et

$$\sigma_t^2 = \sum (t_i - \tau_s)^2 E(t_i) \Delta t_i \quad (\text{II-26})$$

La variance réduite

$$\sigma_{\theta}^2 = \frac{\sigma_t^2}{\tau_s^2} \quad (\text{II-27})$$

Dans l'extraction liquide - liquide, la colonne pulsée est un contacteur qui a imposé son utilisation dans l'industrie nucléaire et particulièrement dans le traitement des combustibles irradiés grâce à ses dimensions réduites, sa technologie relativement simple et ses possibilités d'adaptation très étendues. Dans l'extraction solide-liquide et comme nous l'avons déjà cité ce type de contacteurs peut être utilisé pour des applications les plus diverses telles que le traitement des plantes pharmaceutiques ou des graines protéagineuses et le lavage des boues issues de procédés chimiques[2].

III-1. Description de la colonne pulsée

Comme le montre la figure III-1, une colonne pulsée est constituée de :

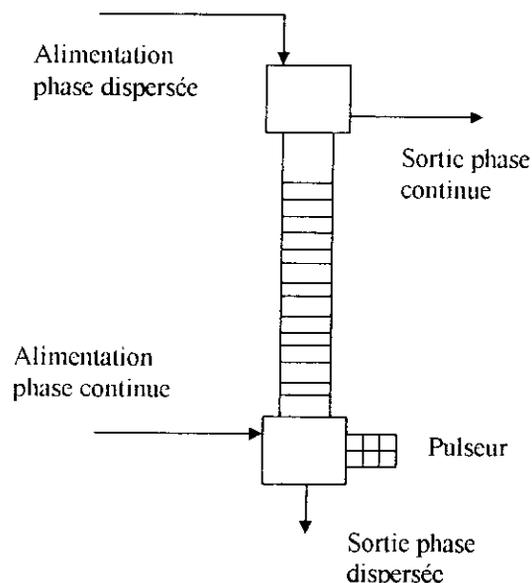


Figure III-1. Schéma simplifié d'une colonne pulsée.

- Une partie tubulaire centrale, dans laquelle s'effectue le contact entre les phases continue et dispersée munie d'un système de garnissage généralement spécifique au système diphasique à traiter. Le garnissage peut être compact ou un système de plateaux (perforés, à disques et à couronnes ou à ailettes). Il sert en fait à augmenter le temps de séjour de la phase dispersée dans la colonne. Dans le cas de système liquide - liquide, il sert aussi à augmenter la surface d'échange entre les phases en contrôlant le phénomène de rupture et coalescence des gouttes, phénomène inexistant en solide - liquide.
- Un système d'alimentation en phase dispersée ;
- Un système d'alimentation en phase continue ;
- Un système de récupération de l'extract ;
- Un système de récupération du raffinat ;
- Un dispositif générateur de pulsation. Les pulsations peuvent être générées soit par un pulseur situé au pied du corps de la colonne (dans ce cas on parle de colonne pulsée), soit par le mouvement périodique du système de plateaux (on parle dans ce cas de colonne à plateaux vibrants) [10].

La spécificité de la colonne pulsée utilisée pour le traitement de systèmes solide-liquide réside dans le fait que chaque partie de la colonne doit être adaptée à la nature de la phase dispersée qui est solide dans ce cas.

Le solide introduit en tête du contacteur traverse la colonne dont la partie active est munie d'un système de plateaux spécialement adapté au solide (plateaux à ailettes, disques et couronnes). Ce type de garnissage permet en fait le passage du solide et limite ainsi le risque de colmatage (inévitables avec des plateaux perforés ou des garnissages en vrac). Le mouvement périodique de pulsation est maintenu dans le système solide – liquide afin d'assurer un mélange intime des deux phases, de garder le solide en suspension et d'empêcher le dépôt et l'accumulation du solide sur les plateaux. Le solvant est introduit au pied de l'extracteur et circule à contre – courant du solide. L'extract est évacué en tête de la colonne. L'inerte est évacué à la partie inférieure de la colonne[3].

III-2. Facteurs influençant les performances d'une colonne pulsée

De façon générale, les facteurs qui affectent les performances d'une colonne pulsée peuvent être classés en trois catégories [11,12,13] :

Facteurs fixés par le design de la colonne et du générateur de pulsation, ou caractéristiques de l'appareillage :

- 1- colonne : - diamètre ;
- hauteur.
- 2- garnissage : - type de plateaux ;
- distances entre ces plateaux ;
- transparence des plateaux ;
- diamètre des perforation (dans le cas des plateaux perforés).
- 3- pulsations : - forme de la pulsation ;
- amplitude ;
- fréquence.

Il faut noter que la variable opératoire souvent associée à la pulsation est l'intensité de pulsation quantifiée par le produit de la fréquence et de l'amplitude (a.f).

Facteurs d'utilisation :

Ce sont les facteurs que l'on peut faire varier au cours du fonctionnement d'une colonne :

- 1- débit global des phases ;
- 2- rapport des débits de phases ;
- 3- température.

Facteurs physico-chimiques :

- 1- densités des phases ;
- 2- tension interfaciale ;
- 3- viscosité de la phase continue ;
- 4- température locale.

III-3. Régime de fonctionnement

L'une des caractéristiques de la colonne pulsée est la formation de différents régimes d'écoulements biphasiques dépendant des intensités de pulsations et de débits d'écoulements.

Dans le cas liquide - liquide, le diagramme de *SEGE & WOODFIELD* (figure III-2) représente les cinq zones différentes de fonctionnement de la colonne pulsée[11,12,13,14] :

Zone1 : c'est la zone d'engorgement par insuffisance de pulsation (voir engorgement).

Zone2 : c'est la zone de fonctionnement en régime "mélangeur - décanteur", cette zone est caractérisée par la séparation des deux phases entre les plateaux pendant la partie inerte du cycle de pulsation et par la formation de grosses gouttes de l'une des phases au cours de pulsation. Comme la surface de contact et la turbulence entre les deux phases ne sont pas grands, l'efficacité dans cette zone de fonctionnement n'est pas élevée.

Zone3 : cette zone est caractérisée par un produit (amplitude x fréquence) élevé, la phase dispersée est distribuée dans la phase continue de manière uniforme assurant ainsi un bon transfert de matière. Ce régime de fonctionnement est appelé "Emulsion", c'est le régime opératoire habituel des colonnes pulsées.

Zone4 : si l'on augmente le débit global et l'intensité de pulsation, on remarque une dispersion irrégulière et des inversions locales de la phase continue, c'est une zone de fonctionnement instable.

Zone5 : Si on augmente davantage le débit global et l'intensité de pulsation on observe l'engorgement de la colonne par l'excès de pulsation.

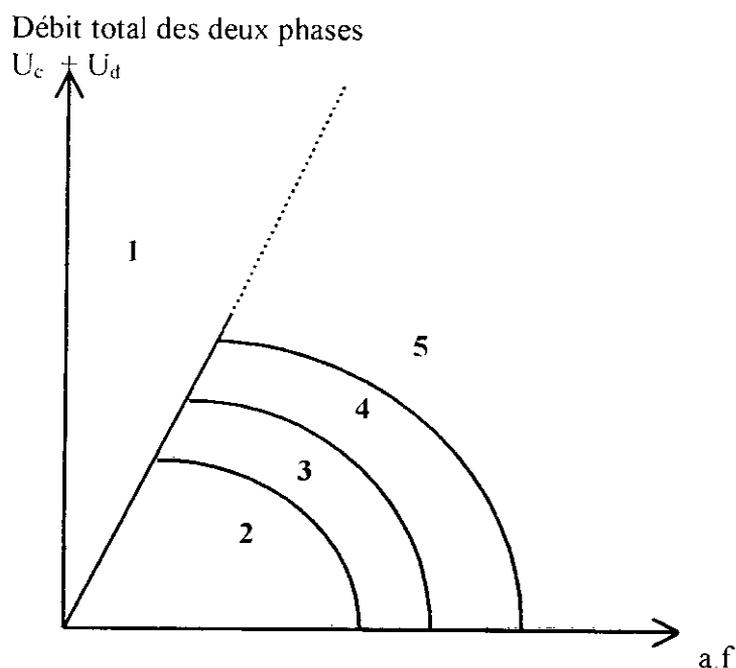


Figure III-2. Schéma de *SEGE & WOODFIELD*[14].

Notons que plusieurs corrélations ont été proposées pour le calcul des limites de chaque régime de fonctionnement[13].

III-4. Hydrodynamique de la colonne pulsée

Le phénomène de transport des phases continue et dispersée dans une colonne pulsée est classiquement représenté par un modèle piston dispersion axiale. Dans un tel modèle comme nous l'avons déjà indiqué, il y a superposition à un écoulement idéal de type piston d'un certain degré de rétro-mélange ou de dispersion des phases.

L'étude de l'hydrodynamique des colonnes pulsées nécessite par conséquent la connaissance :

- Des vitesses des différentes phases et la rétention en phase dispersée ;
- Du mélange entre la phase dispersée et la phase continue ;

Les limites de fonctionnement sont déterminées comme pour tout autre contacteur par le phénomène d'engorgement[13].

III-4-1. Détermination des vitesses

La vitesse relative de chute d'une particule de diamètre "d" à une hauteur donnée "h" $U_r(d,h)$ peut être exprimée en fonction de la vitesse de la phase continue $U_c(h)$ et de la vitesse des particules $U_d(d,h)$ tel que[2, 15] :

$$U_r(d,h) = U_d(d,h) - U_c(h) \quad (\text{III-1})$$

On choisit généralement comme sens positif des vitesses la direction d'écoulement de la phase dispersée.

Dans le cas d'un système liquide-liquide :

$$U_r(d,h) = (1 - \phi(h)) \cdot U_r^*(d) \quad (\text{III-2})$$

Dans le cas des systèmes solide-liquide, les deux vitesses sont reliées par l'expression

$$U_r(d,h) = (1 - \phi(h))^\alpha \cdot U_r^*(d) \quad (\text{III-3})$$

Où :

$\phi(h)$: rétention de la phase dispersée dans la phase continue à la hauteur h ;

$U_r^*(d)$: vitesse de chute d'une particule unique dans des conditions d'agitation et de garnissage spécifiées.

La relation (III-3) a été initialement proposée par *RICHARDSON & ZAKI* pour corréler la vitesse de glissement U_s de la phase solide supposé homogène et comportant des particules de mêmes diamètres et la vitesse caractéristique[16].

$$U_S = (1 - \phi)^\alpha \cdot U_r^* \quad (\text{III-4})$$

ϕ étant la rétention moyenne dans le contacteur.

En fluidisation par exemple, l'exposant α est toujours positif et dépend du nombre de *REYNOLDS* lié à la particule, du rapport $\frac{d}{D}$ où D est le diamètre de la colonne.

Les valeurs de n pour les différents régimes sont données selon *RICHARDSON & ZAKI* par[17] :

$$\alpha = \left(4,35 + 17,5 \cdot \frac{d}{D} \right) \text{Re}^{-0,53} \quad 0,2 < \text{Re} < 1 ; \quad (\text{III-5})$$

$$\alpha = \left(4,45 + 18 \frac{d}{D} \right) \text{Re}^{-0,1} \quad 1 < \text{Re} < 200 ; \quad (\text{III-6})$$

$$\alpha = 4,45 \text{Re}^{-0,1} \quad 200 < \text{Re} < 500 ; \quad (\text{III-7})$$

$$\alpha = 2,39 \quad \text{Re} > 500. \quad (\text{III-8})$$

Où
$$\text{Re} = \frac{d \rho_c U_t}{\mu} \quad (\text{III-9})$$

ρ_c : masse volumique du liquide ;

U_t : vitesse terminale de chute des particules ;

μ : viscosité dynamique du liquide ;

d : diamètre des particules.

La même forme d'expression que celle proposée par *RICHARDSON & ZAKI* est souvent utilisée pour lier les deux vitesses.

Expérimentalement, pour connaître α , il faut mesurer la vitesse de chute d'une particule parmi d'autres au sein de la colonne $U_r(d,h)$ et aussi les vitesses de chute d'une particule isolée dans la colonne $U_r^*(d)$.

Détermination des vitesses de chute en colonne d'une particule seule [2]

La connaissance des vitesses des particules uniques $U_r^*(d)$ est suffisante pour décrire la chute des particules selon l'expression de l'équation (III-3) . Une des méthodes utilisées en extraction liquide-liquide comme en extraction solide-liquide consiste à corréler la vitesse de

chute caractéristique U_r^* en fonction de la vitesse terminale de chute U_t par le biais d'un coefficient C_R noté coefficient de ralentissement.

$$U_r^* = C_R \cdot U_t \quad \left. \vphantom{U_r^* = C_R \cdot U_t} \right\} \text{(III-10)}$$

$$U_r^*(d, \text{phase}, \text{colonne}) = C_R(\text{colonne}) \cdot U_t(d, \text{phase}).$$

L'avantage d'une telle stratégie est que les effets des conditions opératoires et des caractéristiques géométriques de la colonne sur la vitesse caractéristique sont séparés des effets des propriétés physico-chimiques du système diphasique considéré. Ainsi, le coefficient C_R ne dépend que des caractéristiques géométriques de la colonne et des paramètres opératoires : le diamètre de la colonne, l'espacement entre disques et couronnes et l'intensité de pulsation (a.f). Les propriétés physico-chimiques du système diphasique n'interviennent que dans l'expression de U_t .

La mesure expérimentale de $U_r^*(d)$ peut se faire simplement par chronométrage individuel des particules dans la colonne sans débit de contre – courant, pour différentes intensités de pulsation. Pour des cas plus complexe, des techniques de mesure automatisées peuvent être utilisées, on cite la détection infrarouge, l'utilisation d'ondes ultrasonores ou encore l'utilisation de traceurs radioactifs.

Certaines corrélations liant le coefficient de ralentissement C_R en fonction de l'intensité de pulsation sont proposées dans la littérature, et sont généralement établies pour de faibles distances entre les disques et les couronnes.

Les travaux de *SUKMANEE & SRISUWAN* (appartenant au laboratoire de génie chimique *ENSIGC de TOULOUSE*) ont conduit à des corrélations de coefficient de ralentissement C_R de type :

$$C_R = k (af)^{k_1} \quad \text{(III-11)}$$

ou
$$C_R = k (af)^{k_1} (h)^{k_2} \quad \text{(III-12)}$$

avec k, k_1, k_2 constants.

A titre d'exemple, *HAUNOLD* a aboutit, pour des billes de polypropylène (de 2mm de diamètre) dans l'hexane à la corrélation suivante :

$$C_R = 0,183 (af)^{-0.54} (h)^{0.254} \quad \text{(III-13)}$$

ou af est l'intensité de pulsation, exprimée en cm/s ;

h est l'espacement entre disque et couronne, exprimé en mm .

SUKMANEE propose pour des sphères de résine de Duolite C20D dans l'eau, avec un espacement entre plateau $h = 12\text{mm}$ la corrélation suivante :

$$C_R = 0,95 (af)^{-0,44} \quad (\text{III-14})$$

SRISUWAN [15] propose pour le même solide :

$$C_R = 0,39 (af)^{-0,44} (h)^{0,34} \quad (\text{III-15})$$

et pour des écorces de palétuvier dans l'eau :

$$C_R = 0,279 (af)^{-0,44} (h)^{0,34} \quad (\text{III-16})$$

Vitesse terminale de chute [2,17]

Le bilan de force s'exerçant sur une particule indéformable, qui tombe librement dans liquide immobile et infini s'écrit :

$$M\gamma = g \cdot |\Delta\rho| \cdot V - \frac{1}{2} \rho_c \cdot A_p \cdot C_D \cdot U^2 \quad (\text{III-17})$$

- Où
- M : masse de la particule ;
 - γ : accélération de la particule ;
 - V : volume réel de la particule ;
 - g : accélération de la pesanteur ;
 - A_p : aire projetée de la particule ;
 - ρ_c : masse volumique du liquide ;
 - $\Delta\rho = \rho_d - \rho_c$ où ρ_d : masse volumique du solide ;
 - C_D : coefficient de traînée (*Drag coefficient*) ;
 - U : vitesse de chute de particule.

Pour une vitesse terminale de chute libre, l'accélération γ sera nulle, on peut donc écrire que :

$$U_t = \sqrt{2 \cdot g \cdot \frac{\Delta\rho}{\rho_c} \cdot \frac{V}{A_p} \cdot \frac{1}{C_D}} \quad (\text{III-18})$$

Pour des particules sphériques : $\frac{V}{A_p} = \frac{2d}{3}$ (III-19)

$$U_t = \sqrt{\frac{4}{3} \cdot g \cdot \frac{d}{C_D} \cdot \frac{\Delta\rho}{\rho_c}} \quad (\text{III-20})$$

Les études expérimentales ont montré que C_D est une fonction des régimes hydrodynamiques et donc fonction de Re :

$$\text{- Régime laminaire où } Re < 0,4 : C_D = \frac{24}{Re} \quad (\text{III-21})$$

$$\text{- Régime intermédiaire où } 0,4 < Re < 500 : C_D = \frac{10}{\sqrt{Re}} \quad (\text{III-22})$$

$$\text{- Régime turbulent où } Re > 500 : C_D = 0.43. \quad (\text{III-23})$$

Le régime hydrodynamique comme cité auparavant est caractérisé par le nombre de *REYNOLDS* Re associé à la particule

$$Re = \frac{(d \cdot U_t \cdot \rho_c)}{\mu} \quad (\text{III-24})$$

μ étant la viscosité du liquide.

La vitesse terminale de chute libre sera donc pour chaque régime :

- Régime laminaire :

$$U_t = \frac{1}{18} \cdot \frac{g \cdot d^2}{\mu} \cdot \Delta\rho \quad (\text{III-25})$$

- Régime intermédiaire :

$$U_t = \left(\frac{4 \cdot g^2 \cdot \Delta\rho^2}{225 \cdot \mu \cdot \rho_c} \right)^{1/3} \cdot d \quad (\text{III-26})$$

- Régime turbulent :

$$U_t = \sqrt{\frac{3 \cdot d \cdot \Delta\rho \cdot g}{\rho_c}} \quad (\text{III-27})$$

La distribution des vitesses U_t est obtenue par chronométrage de particules seules dans une colonne de diamètres D sur une distance L .

III-4-2. La rétention [2,18]

Vu l'importance du calcul de l'aire interfaciale et de la capacité d'engorgement de la colonne et de l'évaluation du mélange axial en présence de la phase dispersée, l'étude de la fraction volumique de la phase dispersée appelée "*rétention*" s'avère très nécessaire.

Plusieurs travaux ont été effectués dans le but de déterminer l'influence des variables opératoires sur la rétention. Deux types de rétention sont généralement étudiés :

- Une rétention moyenne dans la colonne qui peut être mesurée en analysant le contenu de la colonne à un instant donné (on ferme toutes les vannes en amont et en aval de la colonne,

ensuite on vide le contenu de la colonne et on mesure la fraction du solide présent dans le liquide).

- Une rétention locale définie par rapport à une hauteur de la colonne généralement mesurée par prise d'échantillons du contenu de la colonne à différents niveaux de celle-ci.

Le profil de rétention locale s'avère très utile à déterminer. En effet, une accumulation excessive de phase dispersée en une zone de l'extracteur peut provoquer un changement local du type d'écoulement, ce qui entraînerait une marche instable et une baisse des performances de l'appareil. Une aggravation de ce mauvais fonctionnement peut même provoquer l'engorgement de la colonne.

Notons enfin que d'une façon générale les résultats des études citées dans la littérature montrent que :

- La rétention de la colonne augmente avec la vitesse des pulsations (le produit de l'amplitude et de la fréquence).
- La rétention de la colonne augmente avec le débit de la phase dispersée.
- La rétention augmente avec le débit de la phase continue.

III-4-3. Le mélange dans la colonne pulsée

Dans les colonnes pulsées, le mélange dans la phase continue est généralement causé par [13] :

- Diffusion moléculaire dans les directions radiale et axiale ;
- Ecoulement convectif dans les directions radiale et axiale ;
- Entraînement de la phase continue par la phase dispersée.

Et dans la phase dispersée par [13] :

- Entraînement de la phase dispersée par la phase continue ;
- Distribution des tailles de particules (constituant la phase dispersée), et leurs vitesses relatives.

Si le mélange axial cause un écoulement de retour par rapport à une position fixe, le phénomène est appelé "*Back mixing*" ou rétro-mélange [13]

La difficulté de la mise en évidence expérimentale des effets des différents facteurs cités et la complexité des calculs qu'ils engendrent a fait que la majeure partie des travaux publiés jusqu'à maintenant ne considèrent que le mélange axial, quantifié par un coefficient de dispersion axiale [13].

Pour étudier expérimentalement le mélange dans la phase continue, en présence ou non de phase dispersée, on utilise souvent la méthode du "traceur". La détermination des profils de rétention de la phase dispersée ou de la concentration du soluté. Dans le premier cas, l'identification de l'unique paramètre du modèle (coefficient de dispersion axiale) peut se faire par la méthode des moments, dans le second elle se fait par le biais d'une identification paramétrique[5,7].

La détermination expérimentale du mélange dans la phase dispersée dépend en premier de la nature de celle-ci. Le cas d'une phase dispersée liquide, les mêmes procédures utilisées pour la phase continue peuvent être utilisées. Si la phase dispersée est solide les techniques de mesure deviennent plus délicates, les méthodes les plus utilisées sont des méthodes de marquage par des éléments radioactifs ou d'utilisation de teinte pour colorer les particules solides[19,20].

Dans le cas de colonnes pulsées à disques et à couronnes, des corrélations expriment le mélange sous la forme du coefficient de dispersion axiale en fonction de l'intensité de pulsation pour le mélange monophasique (sans présence de phase dispersée), et en fonction de la rétention et l'intensité de pulsation pour le mélange diphasique (présence de phase dispersée).

A titre d'exemple *CASAMATTA & Co* ont étudié le mélange axial, pour un espacement entre disque et couronne $h = 12\text{mm}$, et ont abouti en écoulement monophasique à la corrélation[20]

$$D = 0,91 af \quad (\text{III-28})$$

et pour un écoulement en présence de phase dispersée à la corrélation :

$$D/af = 0,91 (1-\Phi) \quad (\text{III-29})$$

Φ étant la rétention moyenne dans la colonne, af l'intensité de pulsation, exprimé en cm/s et D le coefficient de dispersion axiale exprimé en cm^2/s .

C.GOURDON & Co[21] ont établi une corrélation où ils ont mis en évidence l'effet de l'espacement entre plateaux (un espacement très serrés) sur la dispersion. La corrélation proposée est :

$$D = 1,67 h^{1,56} a^{0,69} f^{0,92} \quad (\text{III-30})$$

Où D : coefficient de dispersion axiale, exprimé en m^2/s ;
 h : distance entre disques et couronnes, exprimé en mètre ;
 a : amplitude de la pulsation, exprimé en mètre ;
 f : fréquence de la pulsation, exprimé en Hertz.

Les corrélations précédentes (III-28, III-29 et III-30) ne prennent pas en considération l'effet du débit de la phase liquide qui est considéré comme négligeable devant l'effet de l'intensité de pulsation et celui de la rétention.

KAGAN & Co[14,22] ont étudié le mélange monophasique dans une colonne de diamètre intérieur de 56mm en se servant du modèle à dispersion axiale et ont abouti à l'équation suivante :

$$D = 0,162 h^{0,76} (af + U_c) \quad (\text{III-31})$$

Où U_c : est la vitesses spécifique de la phase continue.

Le domaine des variables opératoires employées était comme suit :

| | |
|--------------|-----------------------|
| h : 50-150mm | f : 0,83-2,50Hz |
| a : 3-50mm | U_c : 0,94-5,10mm/s |

Cette relation est valable pour tous les écoulements monophasiques et diphasiques lorsque $(af + U_c) > 0,0018\text{m/s}$.

III-4-4.L'engorgement

Quand nous augmentons la vitesse des pulsations (produit de l'amplitude et la fréquence des pulsations) ou le débit de l'une ou des deux phases à contre - courant, un lit dense constitué de la phase dispersée se forme, en constituant un bouchon entre les deux phases : ce phénomène est appelé "*Engorgement*".

L'estimation de l'engorgement dans les colonnes pulsées est nécessaire pour la détermination de la capacité maximale de la colonne (débit de phase dispersée et de phase continue maximum que la colonne puisse supporter), et aussi le diamètre optimal de la colonne.

Les variables qui affectent l'engorgement sont[11] :

- Les dimensions de la colonne, c'est à dire diamètre de la colonne, nombre de plateaux, espacement entre ces plateaux et section libre des plateaux.
- Débits d'écoulement des phases dispersée et continue et intensité de l'agitation, c'est à dire vitesses de chacune des deux phases, vitesse de glissement (*slip velocity*) et intensité des pulsations.
- Propriétés physiques des phases en présence dans la colonne : densité, différence de densité, tension superficielle et viscosité.

Dans les colonnes pulsées pour le cas liquide-liquide, deux types d'engorgement sont rencontrés[13] :

A faible intensité de pulsation, la colonne marche comme une pompe à mouvement alternatif poussant alternativement la phase légère et la phase lourde à travers les plateaux. Pendant le coup ascendant de la pulsation, la phase légère se disperse dans la phase lourde et vis versa, pour le coup descendant de la pulsation, la phase légère se disperse dans la phase lourde, donc aucune des deux phases ne pourra être dite phase dispersée : c'est le régime *Mélangeur-Décanteur*. Si le débit total dépasse le débit de la pompe, l'engorgement dans ce cas sera dû à l'insuffisance des pulsations. Ce point sera nommé "le point bas de l'engorgement".

A grande intensité de pulsation, l'une des deux phases est dispersée en permanence, parce que le cycle de pulsation est très petit et ne permettra pas à la phase lourde de former une couche dense sur les plateaux. Mais si le débit de la phase dispersée est inférieur au débit d'alimentation, la colonne opérera au-dessus du point supérieur d'engorgement (entraînement).

Bien que la définition de l'engorgement n'a jamais été sujet de divergence, le problème de la mesure exacte de l'engorgement a été résolu par différentes méthodes ce qui a engendré une grande différence dans les résultats trouvés.

La plus grande difficulté dans la mesure des points d'engorgements est due au fait que l'engorgement ne présente pas de points stables, on peut seulement approcher ces points, avec une marge d'erreur(en général, les chercheurs observent le contenu de la colonne à l'œil nu : l'engorgement est remarqué par l'augmentation de la phase dispersée).

SEGE & WOODFIELD présentent des diagrammes (figure III-2)représentant :

$$(U_d + U_c)_E = f(a, f) \quad (\text{III-32})$$

GAYER & Co proposent la relation fondamentale suivante qui relie les vitesses avec la rétention[13] :

$$\frac{U_d}{\phi} + \frac{U_c}{(1-\phi)} = U_r^*(1-\phi) \quad (\text{III-33})$$

Le facteur $(1-\phi)$ décrit le ralentissement d'un groupe de gouttes(dans le cas de l'extraction liquide – liquide).

THORNTON calcule la rétention au voisinage du point d'engorgement en posant :

$$\frac{\delta U_d}{\delta \phi} = \frac{\delta U_c}{\delta \phi} = 0 \quad (\text{III-34})$$

on obtient :

$$U_{dE} = 2 \cdot U_r^* \cdot \phi_E^2 \cdot (1 - \phi_E) \quad (\text{III-35})$$

$$U_{cE} = U_r^* \cdot (1 - \phi_E)^2 \cdot (1 - 2\phi_E) \quad (\text{III-36})$$

ϕ_E est obtenu en éliminant U_r^* des deux équations, on aboutit à :

$$\phi_E = \frac{(S^2 + 8S)^{1/2} - 3S}{4(S-1)} \quad (\text{III-37})$$

Où $S = \frac{U_d}{U_c}$ (III-38)

La dérivation des équations (III-35) et (III-36) a été effectuée en supposant que U_r^* est constante et indépendante du régime d'écoulement au voisinage du point d'engorgement.

MISEK a réussi à améliorer le concept de *THORNTON & LOGSDAIL* en introduisant le phénomène de formation des gouttes au niveau des plateaux, sous l'influence de pulsation, et donne la relation suivante [13] :

$$\frac{U_d}{\phi} + \frac{U_c}{(1-\phi)} = U_r^* (1-\phi) \exp((z-4,1)\phi) \quad (\text{III-39})$$

z : "cross section coefficient"

Cette relation a été appliquée pour d'autres types d'extracteurs. Le terme $\exp((z-4,1)\phi)$ représente la coalescence des gouttes dans le cas liquide – liquide.

MERSMANN a cité la dépendance de la vitesse relative d'un groupe de goutte d'un certain diamètre(moyen) à la vitesse d'une goutte seule de même diamètre. Les études expérimentales ont conduit à la relation suivante :

$$\frac{U_c}{\phi} + \frac{U_d}{(1-\phi)} = U_r^* (1-\phi)^k \quad (\text{III-40})$$

k est déterminé expérimentalement.

MERSMANN a combiné l'équation décrivant le point bas d'engorgement

$$U_c + U_d = 2.af \quad (\text{III-41})$$

et l'équation (III-33) modifiée décrivant le point supérieur d'engorgement, pour donner :

$$(U_d + U_c)^{-1} = \left[(2.af)^{-1} + \left(\phi_E (1 - \phi_E)^{k-1} \cdot U_s + \frac{1 - 2\phi_E}{1 - \phi_E} \cdot U_c \right)^r \right]^{-1/r} \quad (\text{III-42})$$

U_s : vitesse moyenne de chute d'un groupe de particules (*slip velocity*)

k : constante expérimentale

r : constante dépendant du système biphasique, prend les valeurs 1, 2 et 3.

Courbe d'engorgement[14]

La courbe d'engorgement permet à l'opérateur de limiter pratiquement l'intervalle de marche de sa colonne. Pour une colonne pulsée, elle est généralement construite comme suit :

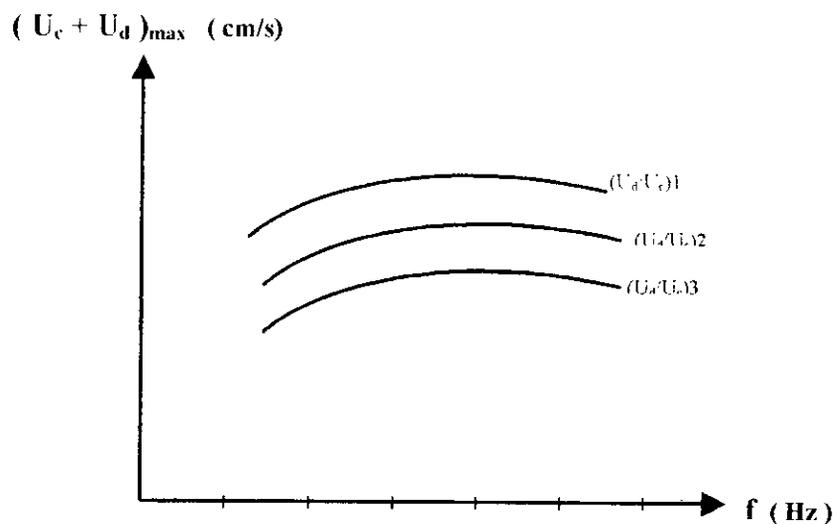


Figure II-8. Courbe d'engorgement[14].

Pour une amplitude donnée, et un rapport U_d/U_c : on fixe des valeurs de U_c et de U_d et on fait varier la fréquence jusqu'à engorgement de la colonne ; on obtient alors une fréquence d'engorgement à une valeur $(U_c + U_d)_{\max}$. On refait la même chose pour plusieurs valeurs de U_c et de U_d en gardant la même proportion U_d/U_c et on aboutit à une courbe $(U_c + U_d)_{\max} = f(\text{fréquence})$ appelée courbe d'engorgement de *MC ALLISTER*.

On note enfin que pour des extractions liquide-liquide le rapport U_d/U_c est généralement proche de l'unité, tandis que pour des systèmes solide-liquide ce même rapport est voisin de 1/20 [2].

Partie Expérimentale

IV

DESCRIPTION DU MONTAGE EXPERIMENTAL

La colonne d'extraction pulsée liquide-liquide existante au département du génie chimique a été complètement modifiée pour réaliser des expériences d'extraction solide-liquide [S.K.BERRAHMOUNE : Magister en cours].

Les modifications apportées concernent essentiellement :

- Le système de plateaux : les plateaux utilisés en liquide-liquide sont des plateaux perforés tandis que dans le cas de l'extraction solide-liquide les plateaux à disques et à couronnes sont recommandés ;
- Le système d'alimentation en solide, constitué d'une vis convoyeuse et un bac de stockage du solide.
- Le circuit de chauffage, constitué d'un ballon chauffant et d'un serpentin où le solvant circule à contre courant du liquide chauffant.
- Les prises d'échantillon, prévues sur la partie active de la colonne ;
- Les prises d'injection et d'échantillonnage du traceur.

La réalisation de cette colonne a nécessité beaucoup d'effort et de temps,

La colonne d'extraction pulsée utilisée pour l'étude du phénomène du transport et du mélange comporte :

1- Un tronçon central constitué de trois éléments de colonne superposés, de diamètre de 5 cm. Les deux éléments supérieur et inférieur ont une hauteur de 1 m, l'élément central a une hauteur de 15cm. La jonction entre cette partie active de la colonne et le sas d'alimentation se fait par le biais d'un soufflet flexible d'une hauteur de 5cm. Le même soufflet assure la liaison entre le corps de la colonne et un sas situé à l'extrémité supérieure de la colonne, qui par lequel s'effectue l'alimentation du solide et la récupération du raffinat.

Sur chaque soufflet est prévue une prise de concentration constituée par une petite vanne de petite dimension. A la moitié de chaque élément de la colonne est prévue une prise sur

laquelle peut être montée soit une vanne en PVC permettant la récupération d'échantillons de la phase dispersée solide (mesure de rétention locale), soit une petite vanne similaire à celle branchée sur le soufflet qui servira comme prise de concentration.

Le corps central de la colonne est garni d'un système de disques-couronnes ayant les caractéristiques suivantes :

- Espace entre les disques et les couronnes est de $H = 10\text{cm}$;
- Diamètre externe de la couronne $D = 5\text{cm}$;
- Diamètre interne de la couronne $D_c = 3\text{cm}$;
- Diamètre du disque $D_d = 4\text{cm}$;

Ainsi la transparence de garnissage (surface libre) est de :

$$\text{- Pour la couronne : } T_c = \frac{\frac{\pi}{4} \cdot D_c^2}{\frac{\pi}{4} \cdot D^2} = \left(\frac{D_c}{D}\right)^2 = \left(\frac{3}{5}\right)^2 = 0,36$$

$$\text{- Pour le disque : } T_D = \frac{\frac{\pi}{4} \cdot D^2 - \frac{\pi}{4} \cdot D_d^2}{\frac{\pi}{4} \cdot D^2} = 1 - \left(\frac{D_d}{D}\right)^2 = 1 - \left(\frac{4}{5}\right)^2 = 0,36$$

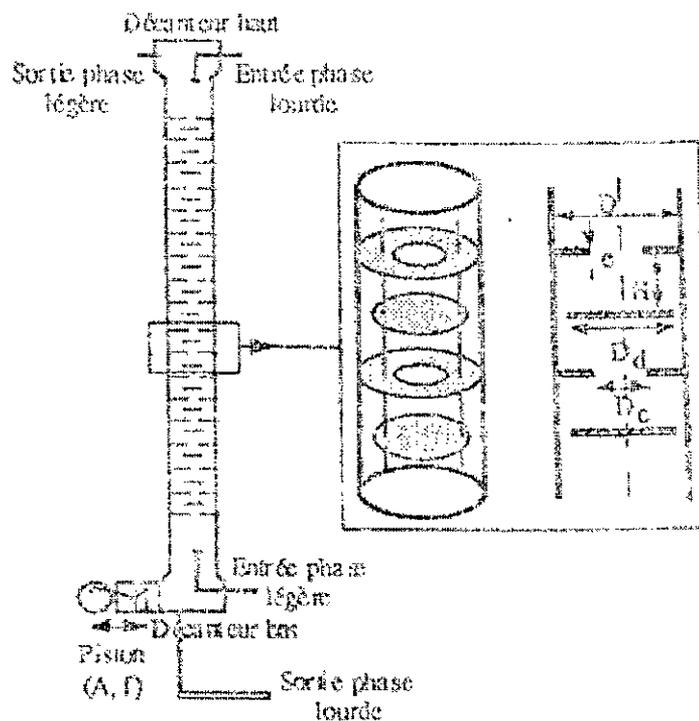


Figure IV-1. Schéma simplifié d'une colonne pulsée à disques et couronnes[21].

La première couronne est fixée sur le soufflet inférieur et est de distance de 2,15m de l'extrémité supérieure du corps de la colonne.

Sur la partie inférieure du sas d'alimentation sont montés deux pots de décantation muni d'un jeu de deux vannes dans lesquelles décante les particules solides parcourant la colonne de haut en bas par gravité. La dernière vanne V_2 sert en fait à vider la colonne de son contenu.

2- Système d'alimentation en solvant, constitué d'un ballon de stockage de capacité de 50 litres relié à travers un système de conduite en verre et une pompe doseuse au sas d'alimentation situé en bas du corps de la colonne. Un échangeur de chaleur, constitué d'un serpentin et d'un thermomètre, placé entre le pompe et le point d'alimentation de la colonne pour permettre de chauffer et de commander la température d'entrée du solvant dans la colonne.

La courbe d'étalonnage de la pompe doseuse d'alimentation du solvant est représenté par donnée par la figure V-2 donnant le débit alimenté en fonction de la position de la vis de contrôle.

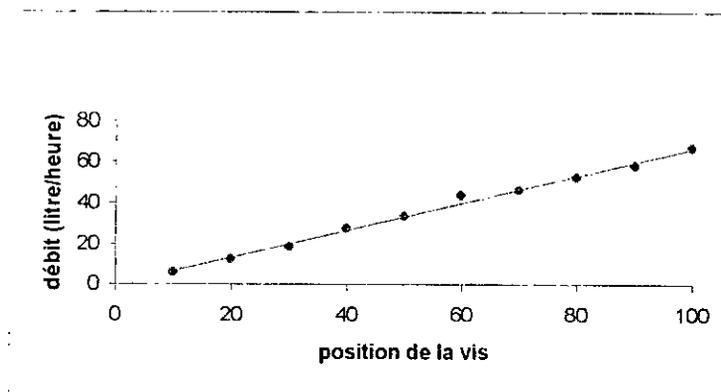


Figure IV-2. Etalonnage des pompes doseuses en fonction de la position de la vis

L'équation décrivant l'évolution de du débit de la pompe en fonction de la position du vis est donnée par la formule suivante :

$$y = 0,6648 \cdot x$$

Où on désigne par "y" le débit de la pompe donné en litre/heure et par x la position de la vis qui peut varier entre 0 et 100.

3- Système de récupération de solvant : celui-ci est constitué d'un système de canalisation relié au sas supérieur par un rétrécissement. Le solvant traversant la colonne de bas en haut

arrive au niveau du sas supérieur dont une section latérale constitue le déversoir. Le soluté s'écoulant le long de la canalisation est stocké dans un ballon de capacité de 50 litres situé au même niveau du ballon d'alimentation.

4-Système de pulsation constitué d'un pulseur électro-pneumatique fonctionnant sous une pression de 1 à 5bars. Le pulseur est monté à la section latérale inférieure du sas d'alimentation. Ce dispositif permet de générer des pulsations périodiques dont l'amplitude et la fréquence sont réglable à volonté dans un intervalle limité à :

$$0 < a < 1,5 \text{ cm}$$

$$0,3 < f < 1,5 \text{ Hz}$$

le réglage de l'amplitude se fait à l'aide d'une vis pointeau située sur le corps du pulseur et la mesure de l'amplitude se fait directement par lecture sur la colonne.

Le réglage de la fréquence de pulsation se fait par le biais d'une boîte de commande. Nous donnons la figure V-2 la courbe d'étalonnage entre la position du potentiomètre et la fréquence de pulsation.

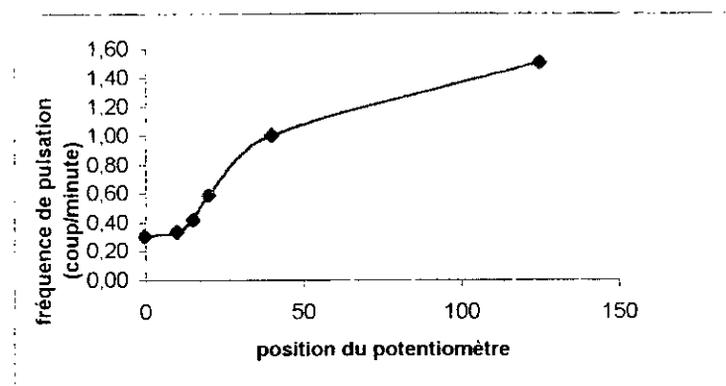


Figure IV-3. Etalonnage de la fréquence de pulsation en fonction de la position du potentiomètre.

Nous donnons le schéma simplifié de la colonne pulsée réalisée dans la figure IV-4.

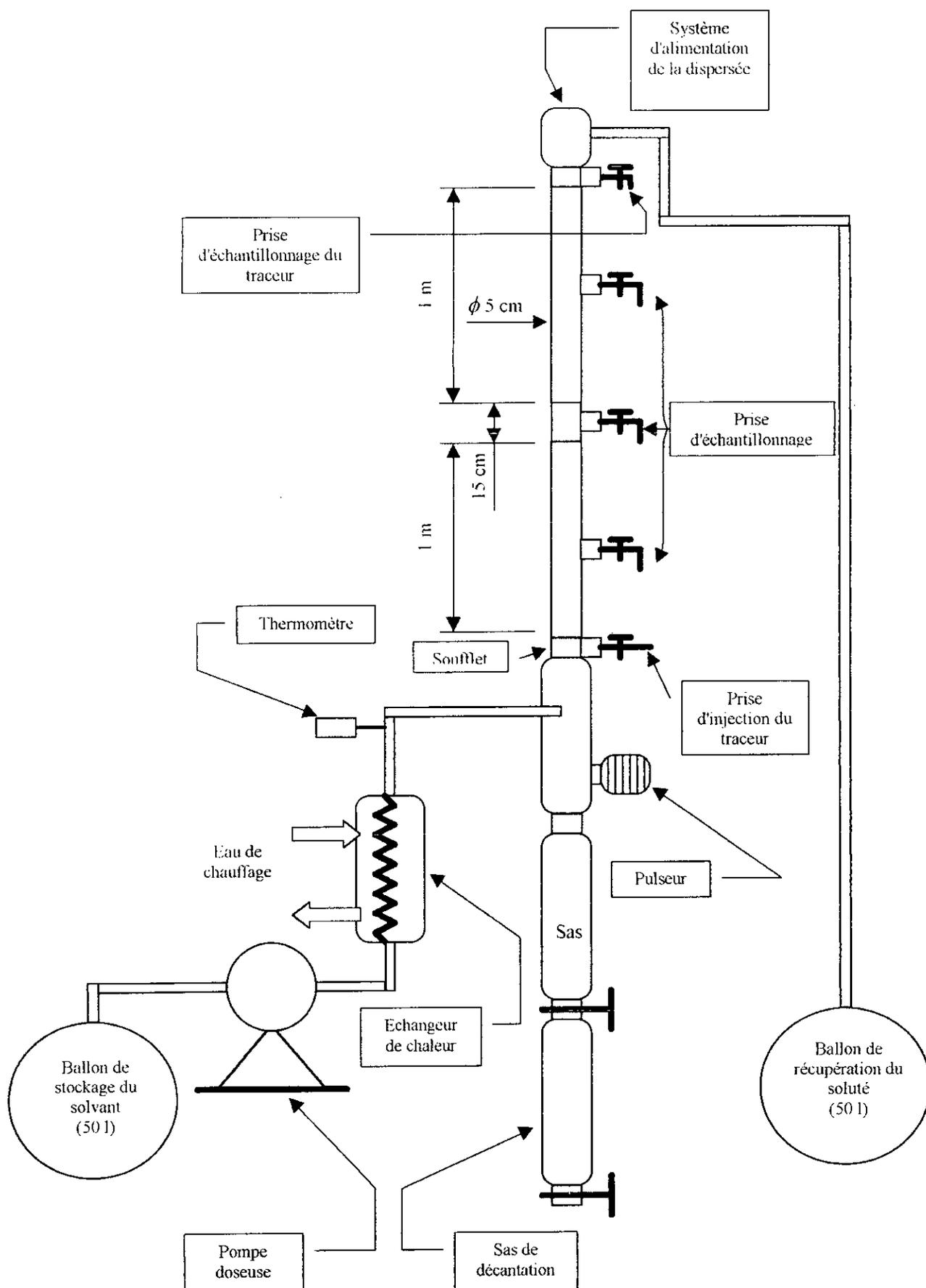


Figure IV-4. Schéma simplifié de la colonne pulsée à disques et couronnes réalisée.

V-1. Vitesses terminales de chute

V-1-1. Appareillage et protocole opératoire

Dans le but de garder les mêmes caractéristiques géométriques de la colonne d'extraction, nous avons conçu une installation permettant de mesurer les vitesses terminales de chute des particules solides. L'installation réalisée est constituée d'une colonne en verre pyrex (similaire à celle utilisée dans la colonne d'extraction) de 5cm de diamètre et de 1m de hauteur, fixée à un support. La colonne est liée à son extrémité inférieure à un sas décanteur par lequel se fait la vidange du contenu de la colonne. Le liquide constituant le milieu stagnant est l'eau de robinet à température ambiante.

La détermination des vitesses terminales de chute se fait selon le protocole suivant :

- Remplir la colonne avec le liquide ;
- Faire tomber une particule solide ;
- Mesurer par chronométrage, le temps de passage entre deux lignes tracées, distantes de 50cm. Le tronçon de la colonne où est effectué le chronométrage a été choisi de manière à laisser les particules solide acquérir une vitesse uniforme dans le liquide (vitesse terminale de chute).

La connaissance de la distance et du temps de chute permettra de calculer ainsi la vitesse terminale de chute.

Nous avons effectué les mesures pour des billes de verre de diamètres de 0,96mm, 2,04mm, 4,83mm et 6,01mm et aussi pour le grignon d'olive de 5 différentes fractions issues de tamisage(voir annexe I). Les essais sont répétés 100 fois pour chaque type de particules dans le but d'atténuer les effets des erreurs de chronométrage.

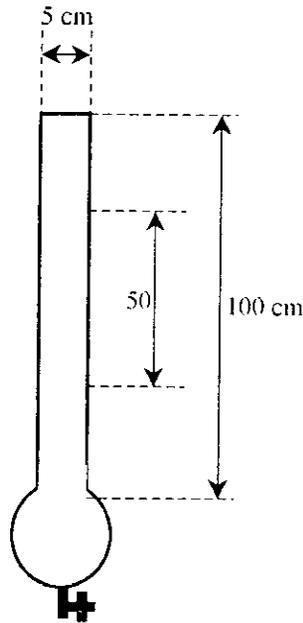


Figure V-1. Montage expérimental de mesure des vitesses terminales de chute.

V-1-2. Résultats et commentaires

Dans le but de comparer les résultats expérimentaux avec les résultats théoriques, nous avons calculé les vitesses terminales de chute à l'aide des formules III-20, III-21 et III-22. Après calcul des moyennes des essais expérimentaux, nous avons obtenu les résultats représentés sous forme de tableau et de graphe.

Billes de verre

La masse volumique de l'eau est de 1000 kg/m^3 à 20°C , sa viscosité μ est de 10^{-3} P . La masse volumique moyenne des billes de verre mesurée selon le protocole décrit dans l'annexe II est de 2445 kg/m^3 pour les particules de 0,96 ; 2,04 et 6,01 mm et de 2845 kg/m^3 pour les billes de 4,83 mm.

Le tableau V-1 regroupe les résultats obtenus pour les différentes billes de verre ainsi que l'erreur par rapport à l'expérimental.

| diamètre de billes (mm) | masse volumiques (kg/m^3) | $U_{\text{expérimentale}}$ (cm/s) | $U_{\text{théorique}}$ (cm/s) | Re | erreur _{exp} (%) |
|-------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|---------|---------------------------|
| 0,96 | 2445 | 14,12 | 14,67 | 140,83 | 3,75 |
| 2,04 | 2445 | 25,20 | 29,45 | 600,78 | 16,87 |
| 4,83 | 2845 | 52,07 | 51,19 | 2472,48 | 1,74 |
| 6,01 | 2445 | 48,64 | 50,55 | 3038,06 | 3,78 |

Tableau V-1. Vitesses terminales de chute expérimentales et théoriques ainsi que les nombres de REYNOLDS et les erreurs par rapport à l'expérience.

Les vitesses terminales de chute théoriques des particules mentionnées dans le tableau V-1 sont calculées comme suit :

Nous supposons un régime d'écoulement caractérisé par une expression du nombre de *REYNOLDS* (équations III-21, III-22 et III-23) et une expression de vitesse terminale de chute correspondante (équations III-25, III-26 et III-27) ; nous calculons la vitesse terminale avec la formule correspondante de vitesse et nous recalculons par la suite le nombre de *REYNOLDS* à partir de la vitesse trouvée. Si Re calculé appartient au domaine du régime d'écoulement supposé, la valeur trouvée de la vitesse est juste sinon on refait la même procédure jusqu'à aboutir au bon résultat.

Nous prenons comme exemple de calcul le cas des billes de 2,04mm : nous supposons que $Re < 0,5$; la vitesse dans ce cas est calculée à partir de l'équation III-25, la vitesse $U_t = 3,28\text{cm/s}$; Le *REYNOLDS* correspondant à cette vitesse est $Re = 66,91$ ce qui n'appartient pas au régime supposé. Nous recalculons la vitesse à partir de la formule III-26 qui correspond à des $0,5 < Re < 500$, nous trouvons $U_t = 31,18\text{cm/s}$ nous retrouvons par la suite $Re = 636,07$ ce qui n'est pas conforme avec la supposition. Nous recalculons par la suite la vitesse terminale par la formule III-27 correspondant au $Re > 500$ nous aboutissons à $U_t = 14,67\text{cm/s}$.

La variation de la vitesse terminale de chute expérimentale en fonction du diamètre, du carré du diamètre des billes sont représentés sur la figure V-2

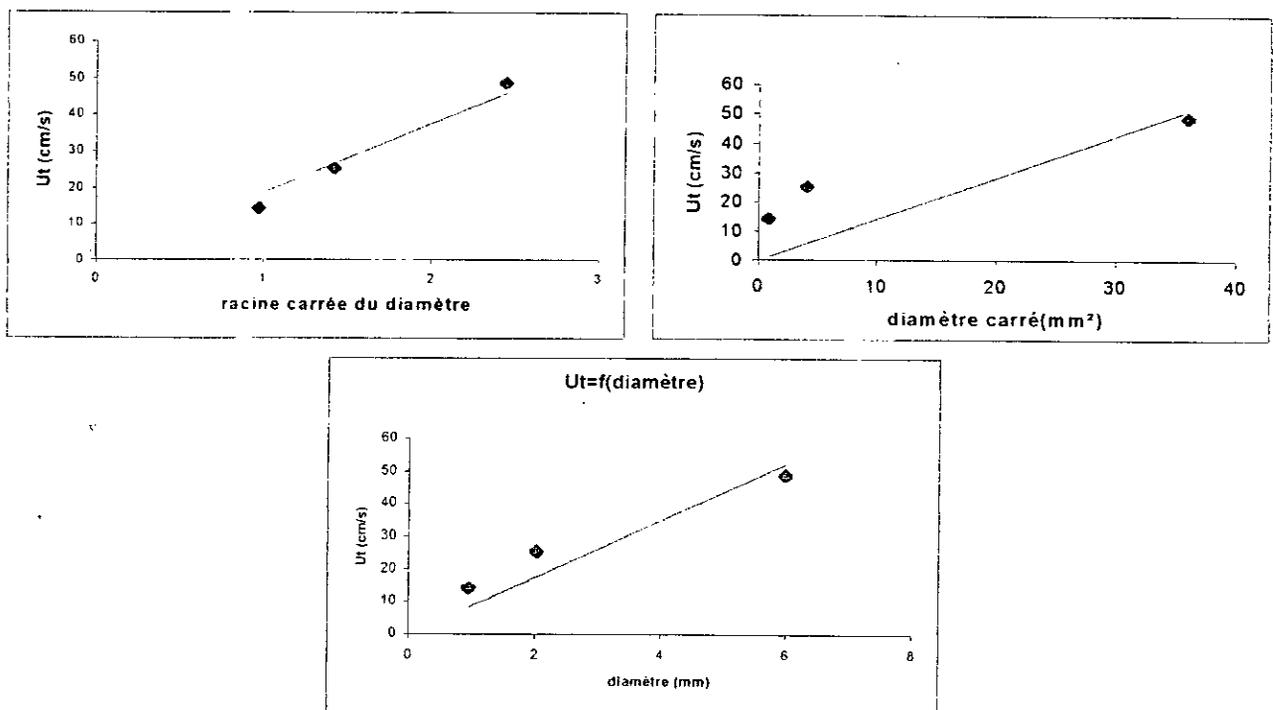


Figure V-2. Vitesses terminales des particules de billes de verre.

Il est clair d'après les courbes de la figure V-2 que l'évolution de la vitesse terminale de chute des billes de verre varie en fonction de \sqrt{d} . Cette évolution est représentée par la relation suivante :

$$U_t = 18,77\sqrt{d} \quad (V-1)$$

L'erreur d'une telle représentation est dans ce cas de l'ordre de Dans un but comparatif, nous avons représenté sur la figure V-2 les vitesses terminales de chute expérimentales et celles calculées théoriquement.

Nous pouvons dire que les résultats théoriques et expérimentaux sont proches les uns des autres ; l'erreur constatée est due essentiellement aux erreurs de chronométrage et à la forme des billes qui n'est pas dans tous les cas parfaitement sphérique.

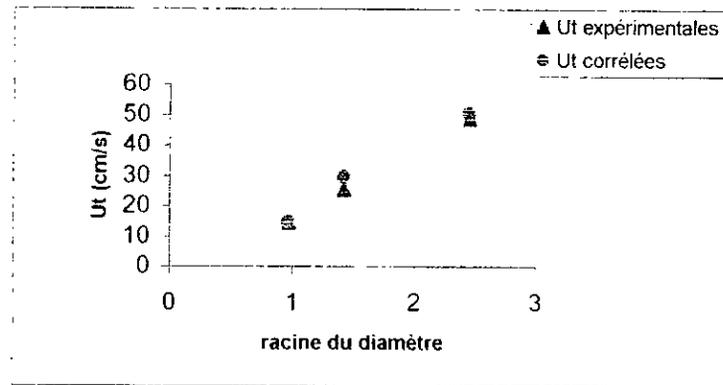


Figure V-3. Comparaison entre les U_t expérimentales et les U_t corrélées en fonction de racine du diamètre des billes de verre.

Grignon d'olive

Nous avons effectués les mêmes essais que pour les billes de verre en utilisant toujours de l'eau comme milieu stagnant. En premier lieu, nous avons travaillé avec du grignon d'olive sec de masse volumique $\rho_d = 1040 \text{ kg/m}^3$, mais en constatant que la plupart des particules solides restaient à la surface de l'eau et que les résultats obtenus étaient très dispersés, nous avons pensé à utiliser du grignon d'olive mouillé dont la masse volumique est légèrement supérieure à celle du grignon d'olive sec et est $\rho_d = 1074 \text{ kg/m}^3$. Les résultats expérimentaux obtenus et théoriques calculés sont regroupés dans le tableau V-2 :

| Diamètre de billes (mm) | $U_{t, \text{expérimentale}}$ (cm/s) | $U_{t, \text{théorique}}$ (cm/s) | Re | erreur |
|-------------------------|--------------------------------------|----------------------------------|--------|--------|
| 1,185 | 3,62 | 2,50 | 29,15 | 46,56% |
| 1,325 | 3,93 | 2,79 | 36,56 | 41,88% |
| 1,70 | 5,78 | 3,58 | 60,69 | 61,90% |
| 2,395 | 6,64 | 5,06 | 120,96 | 31,75% |
| 3,74 | 6,70 | 7,88 | 293,59 | 14,65% |

Tableau V-2. Vitesses terminales de chute expérimentales et théoriques ainsi que les nombres de REYNOLDS et les erreurs par rapport à l'expérience des particules de G.O.

Les vitesses terminales de chute théoriques sont obtenues de la même manière que pour les billes de verre.

Nous remarquons que l'erreur pour les vitesses théoriques et les vitesses expérimentales est relativement importante. Cet écart est dû à l'hypothèse de la sphéricité des particules du grignon d'olive. Il serait plus intéressant de voir l'effet d'introduire un facteur de forme.

En effet, les particules de grignon d'olive n'ont aucune forme régulière et ne peuvent en aucun cas être représentées par une forme géométrique classique. Cependant, la sphéricité est beaucoup plus prononcée dans le cas des particules de petite taille.

De même façon, nous avons essayé de corrélérer la vitesse terminale de chute des particules du grignons d'olive en fonction du diamètre. Pour cela nous avons tracé les courbes représentant la vitesse terminale.

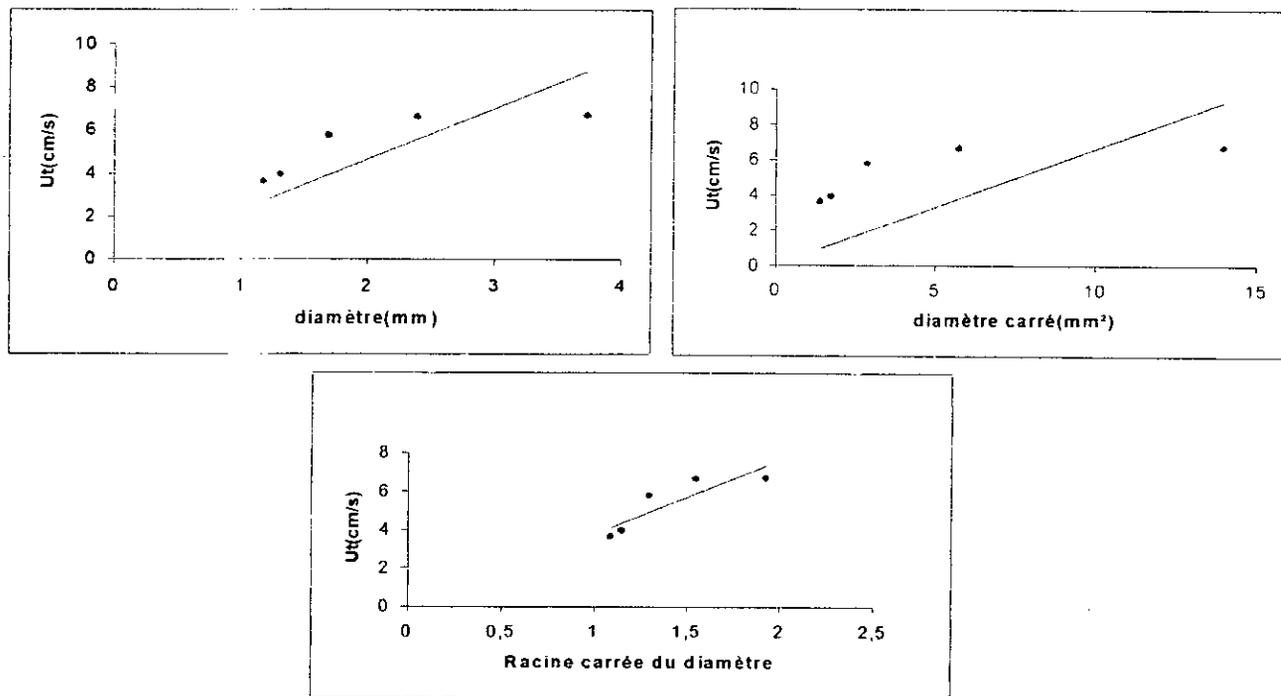


Figure V-4. Evolution des vitesses terminales de chute en fonction du diamètre des particules de grignon d'olive.

Ces courbes montrent que la vitesse terminale pour les particules du grignon d'olive obéit à une loi linéaire dont la formule est la suivante :

$$U_t = 4,17\sqrt{d} \quad (V-2)$$

Une comparaison entre les vitesses terminales expérimentales et corrélées est représentée graphiquement dans la figure V-5 :

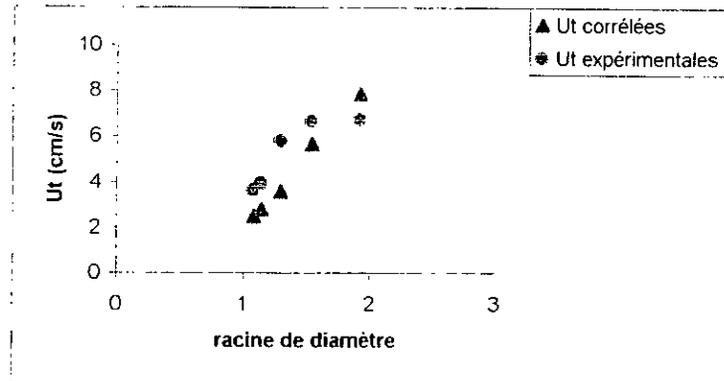


Figure V-5. Comparaison entre les U_t expérimentales et les U_t corrélées pour les particules de grignon d'olive.

V-2. Vitesses de chute des particules dans la colonne pulsée

Afin de déterminer le coefficient de ralentissement C_R et qui représente l'effet de ralentissement dans la colonne, nous avons mesuré la vitesse de chute des particules dans la colonne (vitesse caractéristique U^*) pour différentes conditions opératoires (différentes amplitudes et différentes fréquences). Le débit de la phase continue est gardé nul.

V-2-1. Appareillage et protocole opératoire

La mesure de vitesse de chute des particules dans la colonne se fait par chronométrage de temps de chute d'une particule sur une distance donnée.

Le tronçon de colonne choisi pour les mesures a une longueur de 50cm et se situe au milieu de la partie active de la colonne. Partant de l'hypothèse que la résistance à l'écoulement est la même sur toute la hauteur de la colonne, le choix de ce tronçon de la colonne a été fait de manière à permettre au mieux l'observation des particules tombantes. Le liquide constituant la phase continue est l'eau.

Les mesures ont été effectuées selon le protocole suivant :

- Remplir la colonne entièrement avec le liquide ;
- Mettre en marche le dispositif générateur de pulsation en le réglant sur une amplitude et une fréquence donnée. Le réglage de l'amplitude et de la fréquence est mentionné dans le chapitre décrivant le montage expérimental ;
- Attendre jusqu'à ce que le régime d'écoulement se stabilise (disparition de petites bulles observées au cours des premiers coups de pulseur) et qu'une quantité assez importante circule à travers la colonne (environ 10mn) ;
- Faire tomber une particule solide ;
- Mesurer par chronométrage, le temps de passage de la particule solide entre les deux lignes tracées.

Pratiquement, les billes de verres de 0,96mm sont difficiles à suivre à l'œil nu et les billes de 6,01mm bloquent au niveau des plateaux, nous avons donc limité nos mesures pour des billes de verre de diamètres de 2,04mm, 4,83mm seulement, et aussi pour la fraction du grignon d'olive de diamètre moyen 2,395mm (nous avons pris 2,40mm au lieu de 2,395mm pour la simplicité des calculs).

Nous avons effectué les essais pour cinq fréquences (0,33 ; 0,42 ; 0,58 ; 1 et 1,5Hz) et trois amplitudes (0,6 ; 1 et 1,5cm) pour les billes de verre, et quatre fréquences (0,42 ; 0,58 ; 1 et 1,5Hz) et les mêmes trois amplitudes pour les particules de grignon d'olive.

Chaque essai a été répété plus de 40 fois pour rendre les résultats obtenus représentatifs.

V-2-2. Résultats et commentaires

Billes de verre de 2,04mm

| | | | | | | | | | | | | | | | |
|--------------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| a (cm) | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1,5 | 1,5 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| f(Hz) | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 |
| af(cm/s) | 0,495 | 0,25 | 0,35 | 0,6 | 0,9 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,495 | 0,63 | 0,87 | 1,5 | 2,25 |
| U' (cm/s) | 6,51 | 10,49 | 9,07 | 13,64 | 15,27 | 10,10 | 10,93 | 12,85 | 15,73 | 14,51 | 8,18 | 10,24 | 14,07 | 15,03 | 17,61 |
| $C_R=U'/U_c$ | 0,26 | 0,42 | 0,36 | 0,53 | 0,61 | 0,4 | 0,43 | 0,51 | 0,62 | 0,58 | 0,32 | 0,41 | 0,56 | 0,60 | 0,70 |

Tableau V-3. Coefficient de ralentissement des billes de 2,04mm.

La courbe de la figure V-1 représente l'évolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation.

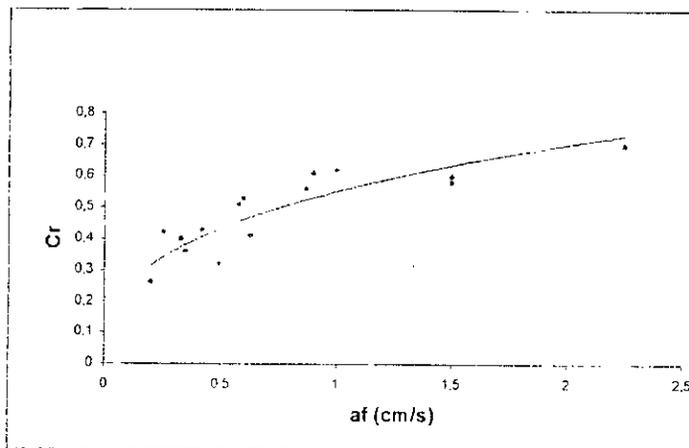


Figure V-6. Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les billes de verre de diamètre 2,04mm.

Nous avons alors essayé de représenter le coefficient de ralentissement C_R par une expression de la forme que celle proposée par PRADT cité par FOURAR & Coll[18] soit :

$$C_R = K (af)^n \tag{V-3}$$

Où K et n sont des constantes à déterminer expérimentalement.

Nous avons obtenu la relation suivante :

$$C_R = 0,55 (af)^{0,35} \tag{V-4}$$

Billes de verre de 4,83mm

| | | | | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| a (cm) | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1,5 | 1,5 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| f(Hz) | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 |
| af(cm/s) | 0,495 | 0,25 | 0,35 | 0,6 | 0,9 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,495 | 0,63 | 0,87 | 1,5 | 2,25 |
| U^* (cm/s) | 8,93 | 10,90 | 13,51 | 14,91 | 16,53 | 11,20 | 12,64 | 13,81 | 17,97 | 19,91 | 15,69 | 12,29 | 17,21 | 18,53 | 24,12 |
| $C_R = U^*/U_i$ | 0,30 | 0,24 | 0,33 | 0,36 | 0,46 | 0,21 | 0,24 | 0,27 | 0,34 | 0,38 | 0,17 | 0,21 | 0,26 | 0,29 | 0,32 |

Tableau V-4. Coefficient de ralentissement des billes de 4,83mm.

La courbe $C_R = f(af)$ est représenté sur la figure V-7 :

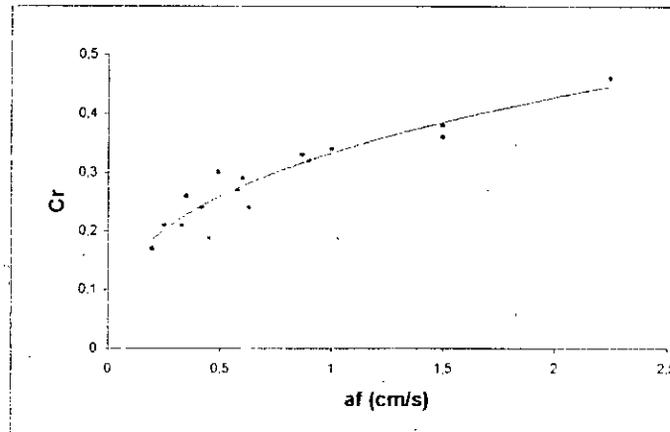


Figure V-7. Evolution du coefficient de ralentissement en fonction de l'intensité de pulsation pour les billes de verre de diamètre 4,83mm.

La corrélation obtenue est la suivante

$$C_R = 0,33 (af)^{0,36} \tag{V-5}$$

Particules de grignon d'olive

| | | | | | | | | | | | | |
|----------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| a (cm) | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1,5 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| f(Hz) | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 |
| af(cm/s) | 0,25 | 0,35 | 0,6 | 0,9 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,63 | 0,87 | 1,5 | 2,25 |
| U'(cm/s) | 3,28 | 3,66 | 4,84 | 5,21 | 3,91 | 4,06 | 4,82 | 5,78 | 4,34 | 4,54 | 4,40 | 5,13 |
| C _R | 0,49 | 0,55 | 0,73 | 0,78 | 0,59 | 0,61 | 0,73 | 0,87 | 0,65 | 0,68 | 0,66 | 0,77 |

Tableau V-5: Coefficient de ralentissement des particules de grignons d'olive de 2,40mm.

Les résultats du tableau V-5 sont représentés graphiquement sur la figure suivante :

Enfin, connaissant l'évolution de la vitesse terminale de chute U_t en fonction du diamètre, et de la définition du coefficient de ralentissement nous pouvons exprimer directement la vitesse de chute dans la colonne U^* en fonction des propriétés physico-chimiques du système diphasique et des paramètres opératoires, soit :

$$\text{billes de verre} \quad U^* = 10,32 (af)^{0,35} \sqrt{d} \quad (V-7)$$

$$\text{Grignon d'olive} \quad U^* = 2,96 (af)^{0,21} \sqrt{d} \quad (V-8)$$

Citons que pour le cas des billes en verre nous avons choisi d'utiliser l'équation (V-4), cela est dû au fait que les erreurs du chronométrage pour les billes de 4,83mm sont plus grandes que pour les billes de 2,04mm (les temps mesurés pour les grandes billes sont plus faibles que les temps mesurés pour les petites billes, par conséquent l'erreur sera plus grande pour les billes de 4,83mm) et aussi au fait que la masse volumique des billes de verre de 4,83mm est différente de celles des autres billes.

Nous avons essayé de comparer les vitesses caractéristiques U^* expérimentales et celles obtenues à partir de la corrélation proposée, et ça pour les différents types de particules étudiées. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Billes de verre de 2,04mm

| | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| af(cm/s) | 0,495 | 0,25 | 0,35 | 0,6 | 0,9 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,495 | 0,63 | 0,87 | 1,5 | 2,25 |
| U^* expérimentales(cm/s) | 6,51 | 10,49 | 9,07 | 13,64 | 15,27 | 10,10 | 10,93 | 12,85 | 15,73 | 14,51 | 8,18 | 10,24 | 14,07 | 15,03 | 17,61 |
| U^* corrélées(cm/s) | 11,52 | 9,07 | 10,20 | 12,33 | 14,21 | 10 | 10,89 | 12,18 | 14,74 | 16,98 | 11,52 | 12,54 | 14,03 | 16,98 | 19,58 |
| erreur (%) | 76,96 | 13,54 | 12,46 | 9,60 | 6,94 | 0,99 | 0,37 | 5,21 | 6,29 | 17,02 | 40,83 | 22,46 | 0,28 | 12,97 | 11,24 |

Tableau V-6. Comparaison entre les vitesses caractéristiques expérimentales et celles corrélées des billes de 2,04mm.

Particules de grignon d'olive de 2,40mm

| | | | | | | | | | | | | |
|----------------------------|------|------|-------|-------|------|------|------|-------|------|------|-------|------|
| af(cm/s) | 0,25 | 0,35 | 0,6 | 0,9 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,63 | 0,87 | 1,5 | 2,25 |
| U^* expérimentales(cm/s) | 3,28 | 3,66 | 4,84 | 5,21 | 3,91 | 4,06 | 4,82 | 5,78 | 4,34 | 4,54 | 4,40 | 5,13 |
| U^* corrélées(cm/s) | 3,43 | 3,68 | 4,12 | 4,49 | 3,82 | 4,09 | 4,59 | 5 | 4,17 | 4,46 | 5 | 5,44 |
| erreur (%) | 4,57 | 0,55 | 14,88 | 13,82 | 2,30 | 0,74 | 4,77 | 13,49 | 3,92 | 1,76 | 13,64 | 6,04 |

Tableau V-7. Comparaison entre les vitesses caractéristiques expérimentales et celles corrélées des particules de grignons d'olive de 2,40mm.

Nous remarquons d'après les résultats des tableaux précédents, que les erreurs des corrélations par rapport aux résultats expérimentaux sont plus au moins acceptables : 15,81% pour les billes de 2,04mm et 6,71% pour les particules de grignon, et la représentation des vitesses dans la colonne par les expressions (V-7) et (V-8) est tolérable.

Nous avons ensuite utilisé la corrélation (V-7) pour calculer les vitesses de chute des billes de 4,83mm dans la colonne. Les résultats sont regroupés dans le tableau (V-8)

Billes de verre de 4,83mm

| a(cm/s) | 0,495 | 0,25 | 0,35 | 0,6 | 0,9 | 0,33 | 0,42 | 0,58 | 1 | 1,5 | 0,495 | 0,63 | 0,87 | 1,5 | 2,25 |
|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| U ^e expérimentales(cm/s) | 8,93 | 10,90 | 13,51 | 14,91 | 16,53 | 11,20 | 12,64 | 13,81 | 17,97 | 19,91 | 15,69 | 12,29 | 17,21 | 18,53 | 24,12 |
| U ^c corrélées(cm/s) | 17,73 | 13,96 | 15,71 | 18,97 | 21,86 | 15,39 | 16,74 | 18,74 | 22,68 | 26,14 | 17,73 | 19,29 | 21,60 | 26,14 | 30,13 |
| erreur (%) | 98,54 | 28,07 | 16,28 | 27,24 | 32,24 | 37,40 | 32,47 | 35,72 | 26,23 | 31,29 | 13 | 56,98 | 25,51 | 41,06 | 24,92 |

Tableau V-8. Comparaison entre les vitesses caractéristiques expérimentales et celles corrélées des billes de 4,83mm.

L'erreur moyenne des résultats obtenus par rapport aux résultats expérimentaux est 35,13%, ces résultats sont relativement mauvais car il est pratiquement injustifiable d'utiliser la corrélation (V-7) pour le calcul des vitesses des billes de 4,83mm du simple fait que la masse volumique des deux types de billes est différente.

VI

ETUDE DE LA DISPERSION AXIALE

Dans les colonnes pulsées utilisées pour les systèmes solide-liquide, la rétention en solide est généralement très faible et est de l'ordre de 5%. De ce fait et sachant que dans une grande partie des corrélations proposés dans la littérature, l'effet de la phase dispersée sur le mélange est traduit dans l'expression du coefficient de dispersion axiale par le terme $(1-\phi)$, nous pouvons donc supposer comme première approximation que l'étude de la dispersion peut être ramenée à une étude à un système en système monophasique, c'est à dire sans présence de phase dispersée.

VI-1. Appareillage et protocole opératoire

Pour l'étude de la dispersion, nous avons utilisé la méthode d'injection de traceur. Le traceur utilisé est le méthyle orange qui a une masse molaire de 327,34g/mol. La longueur d'onde d'absorbance de ce traceur a été déterminée à l'aide d'un colorimètre, en effectuant un balayage de longueur d'onde dans le visible représenté sur la figure VI-1.

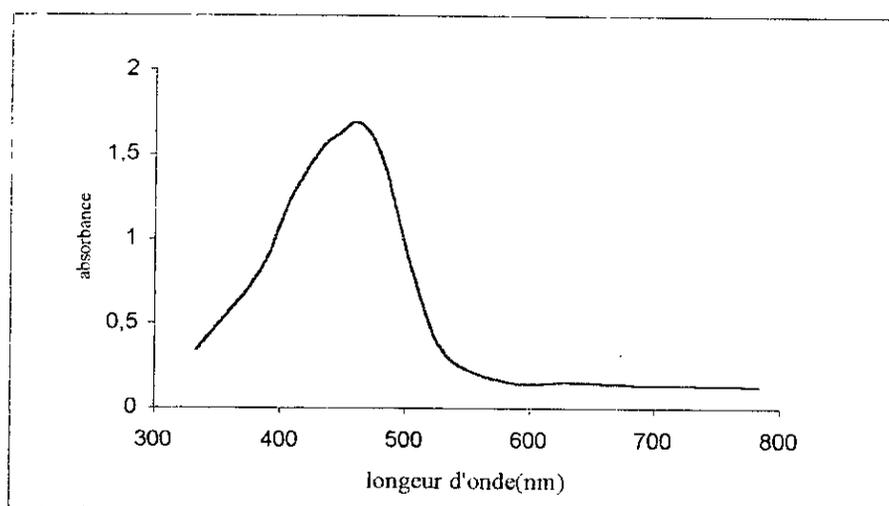


Figure VI-1. Détermination de la longueur d'onde d'absorbance du méthyle orange.

La longueur d'onde d'absorbance correspond au maximum d'absorbance, dans notre cas $\lambda_{\max}=460\text{nm}$.

L'étalonnage de la concentration en fonction de l'absorbance se fait en préparant plusieurs solutions de méthyle orange de différentes concentrations, et en mesurant leur absorbance. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure VI-2.

La courbe d'étalonnage nous permet de déterminer par la suite la concentration des solutions en méthyle orange à partir de leur absorbance.

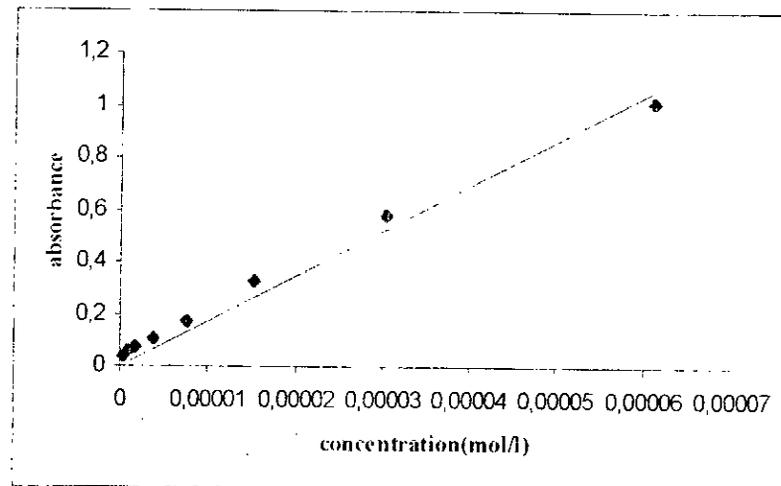


Figure VI-2. Courbe d'étalonnage : Concentration du méthyle orange en fonction de l'absorbance.

L'équation de cette courbe est exprimée par :

$$C = 6 \cdot 10^{-5} \cdot \text{abs} \quad (\text{VI-1})$$

Pour l'injection du traceur une petite vanne a été prévue sur le soufflet flexible en bas de la colonne à une hauteur de 5cm au-dessous de la première couronne et de 50cm au-dessus de l'alimentation. La vanne est munie d'un système qui permet de fixer la seringue contenant le traceur, celui-ci est introduit au centre de la colonne dans le but d'avoir une injection uniforme à travers une petite tubulure fixe à l'extrémité de la vanne. La même vanne est prévue sur le deuxième soufflet situé en haut de la colonne et distant de 2,25m du point d'injection. Le dernier plateau se situe quand à lui à une distance de 30cm du point de prélèvement.

Les expériences concernant le mélange axial se déroulent comme suit :

- Préparer la colonne, en la remplissant avec de l'eau et en réglant l'amplitude et la fréquence ainsi que le débit de la phase liquide (l'eau) ;
- Attendre jusqu'à ce que l'écoulement se stabilise dans la colonne ;

- Injecter une quantité de traceur (5ml dans notre cas) de traceur le plus rapidement possible dans le but de simuler une injection impulsion ;
- Faire des prélèvements, dans des tubes à essai, en fonction du temps au niveau de la prise de prélèvement.

Nous mesurons par la suite l'absorbance de ces échantillons, en utilisant le colorimètre.

La connaissance de l'absorbance nous permet à l'aide de l'équation de la courbe d'étalonnage de déterminer la concentration de la phase liquide en traceur.

Nous avons effectué les essais pour trois fréquences (0,33 ; 1 et 1,5Hz) et deux amplitudes (1 et 1,5cm) avec trois débits liquides différents (23,3 ; 46,2 et 66,9l/h).

VI-2. Résultats et commentaires

Les résultats obtenus sont représentés sous forme de courbes de distribution de temps de séjour sur les figure VI-3 à VI-21.

La méthode de calcul adoptée pour l'obtention du coefficient de dispersion axiale est celle des moments. Les calculs ont été effectués à l'aide d'un programme informatique écrit en *Visual Basic*. Nous donnons un exemple de calcul du coefficient de dispersion axiale concernant l'essai effectué avec les paramètres : $f=1,5\text{Hz}$; $a=1,5$ et le débit de la phase liquide $=66,91\text{h}$:

Les valeurs de $F(t)$ et $E(t)$ données dans le tableau VI-1 sont calculés à partir des équations II-24 et II-25, τ_s est calculé à partir de l'équation II-23 et nous avons obtenu un temps de séjour moyen $\tau_s = 334,50\text{s}$, une variance du temps de séjour $\sigma_1^2 = 24855,38 \text{ s}^2$ calculée à partir de l'équation II-26. et une variance réduite $\sigma_r^2 = \sigma_1^2 / \tau_s^2 = 0,22$.

En faisant l'hypothèse que la colonne est un réacteur ouvert à la dispersion nous obtenons un $Pe = 12,00$ à partir de l'équation II-10.

Pour un débit liquide $Q_l = 66,91\text{h} = 1,86 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$, et une section de colonne $S = \pi \cdot (2,5)^2 \cdot 10^{-4} = 1,96\text{m}^2$, la vitesse spécifique de la phase continue est $U_c = 0,95 \text{ cm/s}$.

Dans ces conditions et sachant que $Pe = \frac{UL}{D}$, le coefficient de dispersion $D = 17,79\text{cm}^2/\text{s}$.

| temps(s) | absorbance | concentration(mol/l) | F(t) | E(t) |
|----------|------------|----------------------|-------------|-------------|
| 0 | 0 | 0 | 0 | |
| 80 | 0,01 | 0,0000006 | 0,001372119 | 1,71515E-05 |
| 100 | 0,029 | 0,00000174 | 0,005351262 | 0,000198967 |
| 120 | 0,135 | 0,0000081 | 0,023874863 | 0,00092618 |
| 140 | 0,248 | 0,00001488 | 0,057903403 | 0,001701427 |
| 160 | 0,342 | 0,00002052 | 0,104829857 | 0,002346323 |
| 180 | 0,414 | 0,00002484 | 0,161635565 | 0,002840285 |
| 200 | 0,454 | 0,00002724 | 0,223929748 | 0,003114709 |
| 220 | 0,463 | 0,00002778 | 0,287458836 | 0,003176454 |
| 240 | 0,468 | 0,00002808 | 0,351673985 | 0,003210757 |
| 260 | 0,47 | 0,0000282 | 0,416163557 | 0,003224479 |
| 280 | 0,426 | 0,00002556 | 0,474615807 | 0,002922613 |
| 300 | 0,413 | 0,00002478 | 0,531284303 | 0,002833425 |
| 320 | 0,371 | 0,00002226 | 0,582189901 | 0,00254528 |
| 340 | 0,349 | 0,00002094 | 0,630076839 | 0,002394347 |
| 360 | 0,294 | 0,00001764 | 0,670417124 | 0,002017014 |
| 380 | 0,286 | 0,00001716 | 0,709659715 | 0,00196213 |
| 400 | 0,242 | 0,00001452 | 0,742864984 | 0,001660263 |
| 420 | 0,232 | 0,00001392 | 0,774698134 | 0,001591658 |
| 440 | 0,216 | 0,00001296 | 0,804335895 | 0,001481888 |
| 460 | 0,19 | 0,0000114 | 0,830406147 | 0,001303513 |
| 480 | 0,151 | 0,00000906 | 0,851125137 | 0,00103595 |
| 500 | 0,136 | 0,00000816 | 0,86978595 | 0,000933041 |
| 520 | 0,11 | 0,0000066 | 0,884879254 | 0,000754665 |
| 540 | 0,108 | 0,00000648 | 0,899698134 | 0,000740944 |
| 560 | 0,084 | 0,00000504 | 0,91122393 | 0,00057629 |
| 580 | 0,075 | 0,0000045 | 0,921514819 | 0,000514544 |
| 600 | 0,065 | 0,0000039 | 0,930433589 | 0,000445939 |
| 620 | 0,05 | 0,000003 | 0,937294182 | 0,00034303 |
| 640 | 0,06 | 0,0000036 | 0,945526894 | 0,000411636 |
| 660 | 0,054 | 0,00000324 | 0,952936334 | 0,000370472 |
| 680 | 0,049 | 0,00000294 | 0,959659715 | 0,000336169 |
| 700 | 0,044 | 0,00000264 | 0,965697036 | 0,000301866 |
| 720 | 0,041 | 0,00000246 | 0,971322722 | 0,000281284 |
| 740 | 0,031 | 0,00000186 | 0,97557629 | 0,000212678 |
| 760 | 0,019 | 0,00000114 | 0,978183315 | 0,000130351 |
| 780 | 0,034 | 0,00000204 | 0,982848518 | 0,00023326 |
| 800 | 0,015 | 0,0000009 | 0,984906696 | 0,000102909 |
| 820 | 0,014 | 0,00000084 | 0,986827662 | 9,60483E-05 |
| 840 | 0,024 | 0,00000144 | 0,990120746 | 0,000164654 |
| 860 | 0,026 | 0,00000156 | 0,993688255 | 0,000178375 |
| 880 | 0,024 | 0,00000144 | 0,996981339 | 0,000164654 |
| 900 | 0,022 | 0,00000132 | 1 | 0,000150933 |

Tableau VI-1. Valeurs de F(t) et de E(t) en fonction du temps.

Le tableau suivant regroupe résultats obtenus des nombres de *PECLET* et des coefficients de dispersion correspondant, ainsi que les temps de séjour moyen dans la colonne pour chaque expérience :

débit liquide = 66,9l/h

| | | | | | | |
|------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| a (cm) | 1 | 1 | 1 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| f (Hz) | 0,42 | 1 | 1,5 | 0,42 | 1 | 1,5 |
| Pe | 19,09 | 17,83 | 13,67 | 25,35 | 17,68 | 12 |
| D (cm ² /s) | 11,18 | 11,97 | 15,61 | 8,42 | 12,07 | 17,79 |
| τ_s (s) | 306,26 | 321,48 | 331,95 | 316,74 | 311,69 | 334,50 |

Tableau VI-2. Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de *PECLET* et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide 66,9l/h.

débit liquide = 46,3l/h

| | | | | | | |
|------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| a (cm) | 1 | 1 | 1 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| f (Hz) | 0,42 | 1 | 1,5 | 0,42 | 1 | 1,5 |
| Pe | 20,58 | 16,13 | 15,02 | 16,71 | 13,94 | 11,18 |
| D (cm ² /s) | 7,13 | 9,09 | 9,76 | 8,78 | 10,52 | 13,11 |
| τ_s (s) | 401,77 | 398,02 | 401,42 | 429,13 | 418,92 | 408,99 |

Tableau VI-3. Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de PECLET et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide 46,3l/h.

débit liquide = 23,3l/h

| | | | | | | |
|------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| a (cm) | 1 | 1 | 1 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| f (Hz) | 0,42 | 1 | 1,5 | 0,42 | 1 | 1,5 |
| Pe | 19,67 | 11,08 | 11,70 | 12,62 | 9,89 | 7,92 |
| D (cm ² /s) | 3,94 | 6,99 | 6,62 | 6,14 | 7,83 | 9,78 |
| τ_s (s) | 710,26 | 786,94 | 859,40 | 852,33 | 790,49 | 693,52 |

Tableau VI-4. Evolution du coefficient de dispersion, du nombre de PECLET et du temps de séjour moyen en fonction de l'amplitude et de la fréquence pour le débit liquide 46,3l/h.

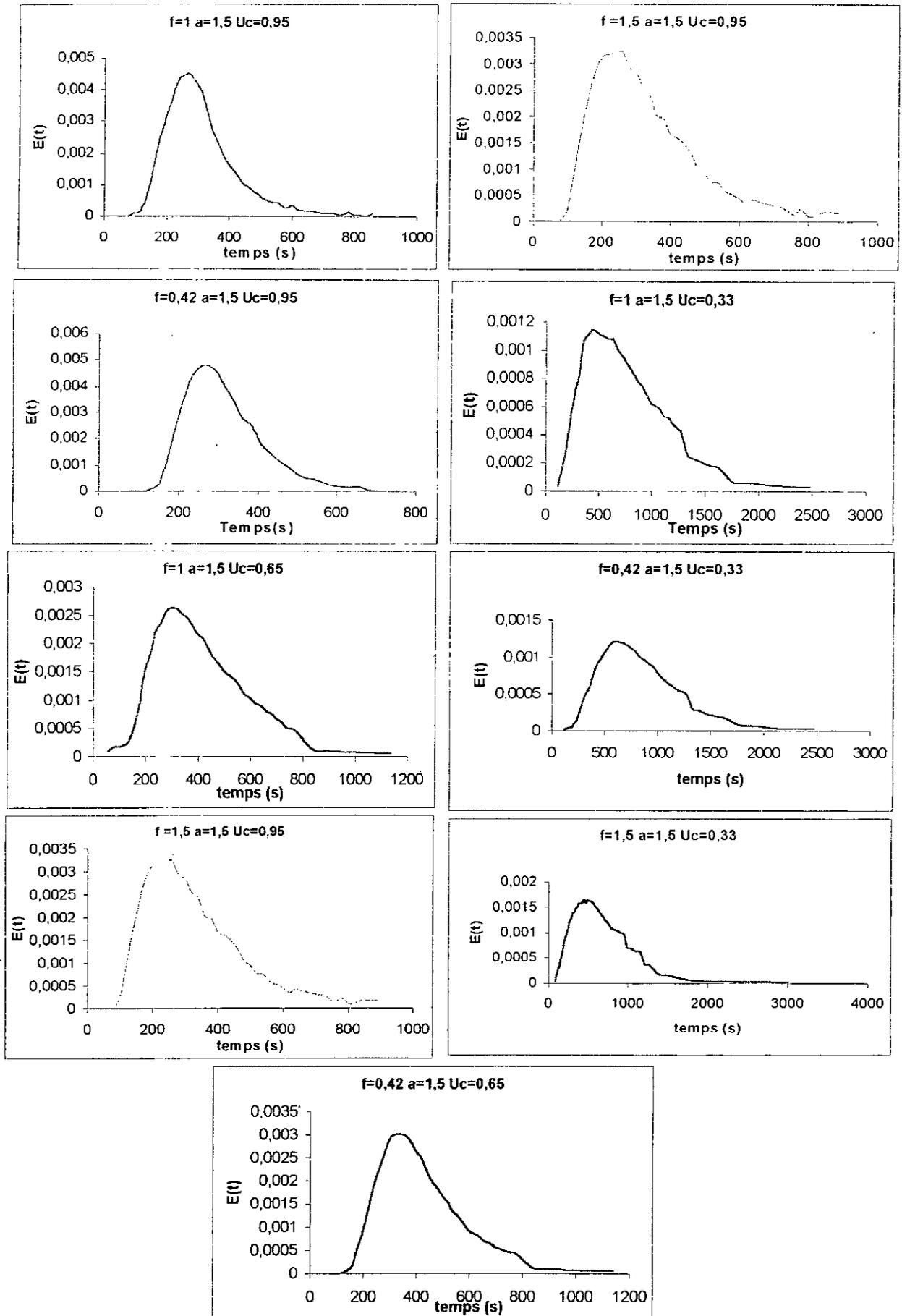


Figure VI-3. Courbes de DTS pour les différents débits et fréquences ($a=1,5\text{cm}$)

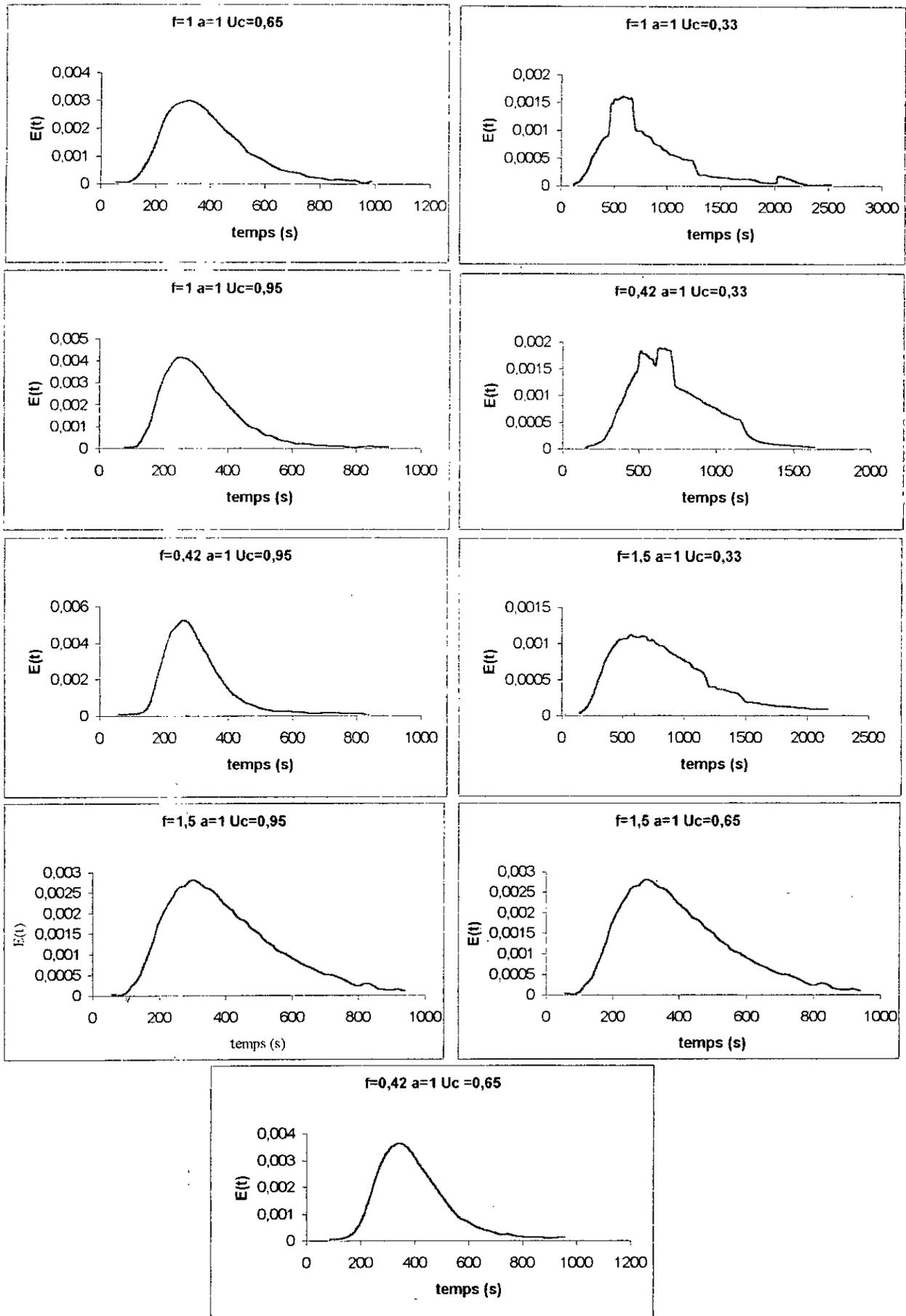


Figure VI-4. Courbes de DTS pour les différents débits et les différentes fréquences ($a=1cm$).

Pour voir l'évolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation nous avons tracé les courbes $D = f(af)$ pour les trois débits représentés par les figures VI-5, VI-6 et VI-7 :

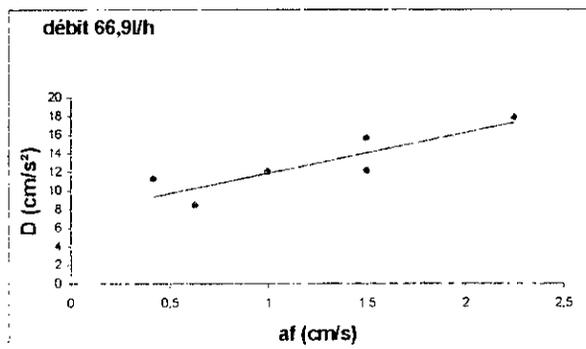


Figure VI-5. Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de 66,9 l/h.

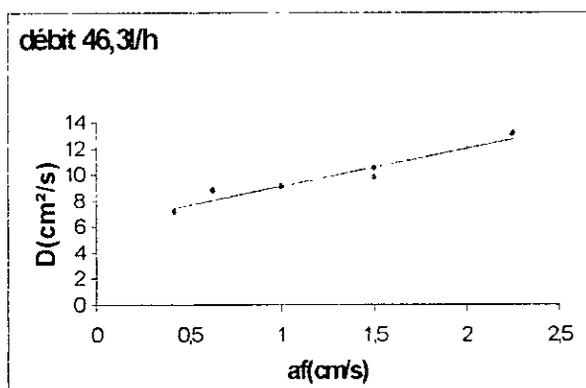


Figure VI-6. Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de 46,2 l/h.

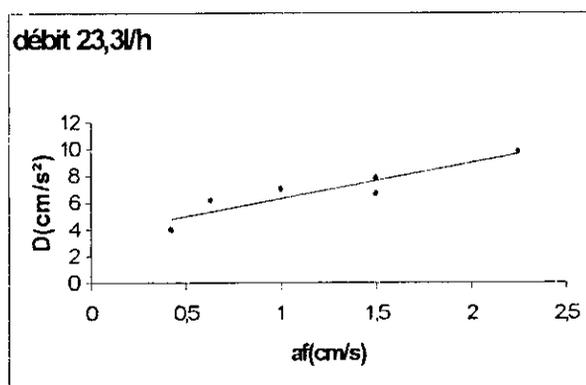


Figure VI-7. Evolution du coefficient de dispersion en fonction de l'intensité de pulsation pour un débit de 23,3 l/h.

Le tableau suivant contient une comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats issus de la corrélation proposée, ainsi que les erreurs relatives pour chaque point :

| af (cm/s) | U_c (cm/s) | $D_{\text{expérimental}}$ (cm ² /s) | $D_{\text{corrélé}}$ (cm ² /s) | erreur relative (%) |
|-----------|--------------|--|---|---------------------|
| 0,42 | 0,65 | 7,13 | 6,66 | 6,6 |
| 1 | 0,65 | 9,09 | 7,18 | 21 |
| 1,5 | 0,65 | 9,76 | 7,63 | 21,9 |
| 0,63 | 0,65 | 8,78 | 6,84 | 22 |
| 1,5 | 0,65 | 10,52 | 7,63 | 27,5 |
| 2,25 | 0,65 | 13,11 | 8,30 | 36,7 |
| 0,42 | 0,95 | 11,18 | 9,55 | 14,5 |
| 1 | 0,95 | 11,97 | 10,07 | 15,8 |
| 1,5 | 0,95 | 15,61 | 10,52 | 32,6 |
| 0,63 | 0,95 | 8,42 | 9,74 | 15,7 |
| 1,5 | 0,95 | 12,07 | 10,52 | 12,8 |
| 2,25 | 0,95 | 17,79 | 11,20 | 37,1 |
| 0,42 | 0,33 | 3,94 | 3,56 | 9,5 |
| 1 | 0,33 | 6,99 | 4,09 | 41,6 |
| 1,5 | 0,33 | 6,62 | 4,53 | 31,5 |
| 0,63 | 0,33 | 6,14 | 3,75 | 38,9 |
| 1,5 | 0,33 | 7,83 | 4,53 | 42,1 |
| 2,25 | 0,33 | 9,78 | 5,21 | 46,8 |

Tableau VI-5. Comparaison entre les coefficients de dispersion expérimentaux et ceux obtenus à partir de l'équation VI-3.

Dans un deuxième temps, vu les résultats obtenus de la corrélation (VI-3) (erreur moyenne de 26,4%) et les résultats obtenus dans les tableaux VI-2, VI-3 et VI-4 qui marquent que pour une même intensité de pulsation (exemple de $a.f = 1,5$) les contributions de l'amplitude et de la fréquence ne sont pas les mêmes, nous avons pensé à déterminer l'effet de chacun des deux paramètres : amplitude et fréquence de pulsation, nous avons corrélé le coefficient de dispersion en fonction de l'amplitude, de la fréquence et de la vitesse spécifique de la phase continue directement à partir des résultats expérimentaux, nous proposons la forme suivante :

$$D = k_1 \cdot a^{k_2} \cdot f^{k_3} + k_4 U_c^{k_5} \quad (\text{VI-4})$$

Les calculs ont conduit à la formulation suivante :

$$D = 2,04 a^{1,26} \cdot f^{1,61} + 10,34 U_c^{0,88} \quad (\text{VI-5})$$

D étant en cm²/s, a en cm et f en Hz.

Nous avons établi le tableau VI-6, qui regroupe les résultats obtenus à partir de l'équation (VI-5) et des résultats expérimentaux.

| af (cm/s) | U_c (cm/s) | $D_{\text{expérimental}}$ (cm ² /s) | $D_{\text{corrélé}}$ (cm ² /s) | erreur relative (%) |
|-----------|--------------|--|---|---------------------|
| 0,42 | 0,65 | 7,13 | 7,57 | 6,2 |
| 1 | 0,65 | 9,09 | 9,10 | 0,2 |
| 1,5 | 0,65 | 9,76 | 10,97 | 12,4 |
| 0,63 | 0,65 | 8,78 | 7,91 | 9,9 |
| 1,5 | 0,65 | 10,52 | 10,46 | 0,5 |
| 2,25 | 0,65 | 13,11 | 13,58 | 3,6 |
| 0,42 | 0,95 | 11,18 | 10,39 | 7,1 |
| 1 | 0,95 | 11,97 | 11,92 | 0,4 |
| 1,5 | 0,95 | 15,61 | 13,79 | 11,7 |
| 0,63 | 0,95 | 8,42 | 10,72 | 27,4 |
| 1,5 | 0,95 | 12,07 | 13,28 | 10 |
| 2,25 | 0,95 | 17,79 | 16,39 | 7,9 |
| 0,42 | 0,33 | 3,94 | 4,39 | 11,4 |
| 1 | 0,33 | 6,99 | 5,92 | 15,3 |
| 1,5 | 0,33 | 6,62 | 7,79 | 17,7 |
| 0,63 | 0,33 | 6,14 | 4,73 | 23 |
| 1,5 | 0,33 | 7,83 | 7,28 | 7 |
| 2,25 | 0,33 | 9,78 | 10,39 | 6,3 |

Tableau VI-6. Comparaison entre les coefficients de dispersion expérimentaux et ceux obtenus à partir de l'équation VI-5.

L'erreur moyenne de cette corrélation est de 9,89%. Cette corrélation est donc représentative du mélange dans la phase continue dans la colonne pulsée.

Enfin, nous avons essayé de comparer nos résultats avec la corrélation expérimentale de KAGAN (équation III-31) élaborée dans des conditions opératoires et géométriques similaires à celles de notre colonne. La corrélation de KAGAN pour un espacement entre plateaux est :

$$D = 0,028 (af + U_c) \quad (\text{VI-6})$$

Les résultats obtenus ont été groupés dans le tableau suivant :

| af (cm/s) | U_c (cm/s) | $D_{\text{expérimental}}$ (cm ² /s) | D_{KAGAN} (cm ² /s) | erreur relative (%) |
|-----------|--------------|--|---|---------------------|
| 0,42 | 0,65 | 7,13 | 3,00 | 57,9 |
| 1 | 0,65 | 9,09 | 4,62 | 49,2 |
| 1,5 | 0,65 | 9,76 | 6,02 | 38,3 |
| 0,63 | 0,65 | 8,78 | 3,85 | 56,1 |
| 1,5 | 0,65 | 10,52 | 6,02 | 42,8 |
| 2,25 | 0,65 | 13,11 | 8,12 | 38,1 |
| 0,42 | 0,95 | 11,18 | 3,84 | 65,6 |
| 1 | 0,95 | 11,97 | 5,46 | 54,4 |
| 1,5 | 0,95 | 15,61 | 6,86 | 56,0 |
| 0,63 | 0,95 | 8,42 | 4,42 | 47,5 |
| 1,5 | 0,95 | 12,07 | 6,86 | 43,2 |
| 2,25 | 0,95 | 17,79 | 8,96 | 49,6 |
| 0,42 | 0,33 | 3,94 | 2,1 | 46,7 |
| 1 | 0,33 | 6,99 | 3,72 | 46,8 |
| 1,5 | 0,33 | 6,62 | 5,12 | 22,7 |
| 0,63 | 0,33 | 6,14 | 2,69 | 56,2 |
| 1,5 | 0,33 | 7,83 | 5,12 | 36,4 |
| 2,25 | 0,33 | 9,78 | 7,22 | 26,2 |

Tableau VI-7. Comparaison entre les coefficients de dispersion expérimentaux et ceux obtenus à partir de l'équation VI-6.

Nous remarquons que les erreurs de la corrélation de *KAGAN* par rapport aux résultats expérimentaux, (erreur moyenne de 46,3%).

Ce résultat était prévisible, car la corrélation de *KAGAN* a été établie pour une colonne d'extraction liquide-liquide (type de plateaux n'est pas le même) et considère que l'effet de l'intensité des pulsations est le même que celui de la vitesse spécifique de la phase continue, alors que dans les corrélations que nous proposons le terme de la vitesse spécifique est nettement prépondérant (le rapport des coefficients de a_f et de U_c est de l'ordre de 10).

CONCLUSION

Pour effectuer le travail qui nous a été confié nous avons en premier lieu réalisé la colonne pulsée à disques et couronnes; la réalisation de la colonne qui nous a demandé beaucoup d'effort et surtout du temps, à cause des problèmes dus au manque de pièces et aussi à la fragilité du matériau utilisé dans la colonne (le verre).

La deuxième partie du travail traite l'étude hydrodynamique de la colonne. Nous avons effectué :

- Le calcul des vitesses de chute des particules dans la colonne dans des conditions d'agitation bien définies, où nous avons obtenu les corrélations suivantes :

$$\textit{Grignon d'olive} \quad U^* = 2,96 (af)^{0,21} \sqrt{d}$$

$$\textit{billes de verre} \quad U^* = 10,32 (af)^{0,35} \sqrt{d}$$

- Le calcul du coefficient de dispersion monophasique en fonction de l'intensité de pulsation et de la vitesse spécifique de la phase continue, où nous avons proposé deux corrélations :

$$(1) \quad D = 0,90 (af) + 9,67 U_c \quad (\text{erreur de } 26,4\%)$$

$$(2) \quad D = 2,04 a^{1,26} \cdot f^{1,61} + 10,34 U_c^{0,88} \quad (\text{erreur de } 9,89)$$

Ainsi, la connaissance des propriétés physico-chimiques du système diphasique (masses volumiques des deux phases, viscosité de la phase liquide, diamètres des particules solides...), des conditions opératoires (amplitude, fréquence et débits) permettra par le biais des corrélations établies de faire une simulation hydrodynamique de la colonne en question et donc prévoir directement les profils de rétention et de concentration dans la colonne.

Enfin, et comme perspective de notre travail nous pouvons poser les questions suivantes :

- Peut-on considérer les particules végétales comme des particules sphériques ? Est-ce qu'il n'est pas utile d'introduire un facteur de forme ?
- Faut-il refaire la simulation des vitesses en utilisant un autre type de particules sphériques de masse volumique proche de celle des particules végétales ?
- Peut-on considérer le coefficient de ralentissement C_R indépendant des propriétés physico-chimiques du système solide-liquide ?

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J.LEYBROS & P.FREMAUX, "Extraction solide-liquide. Aspects théoriques", Techniques de l'ingénieur, J2780, 1990.
- [2] C.HAUNOLD, "Extraction de pyréthrine. Analyse du procédé discontinu et de l'influence des ultrasons. Modélisation et mise en œuvre d'un procédé continu", thèse de doctorat, INP Toulouse, 1991.
- [3] J.LEYBROS & P.FREMAUX, "Extraction solide-liquide. Techniques et appareillages", Techniques de l'ingénieur, J2782, 1990.
- [4] J.VILLERMAUX, "Génie de la réaction chimique. Conception et fonctionnement des réacteurs", Tec & Doc, 1985.
- [5] J.VILLERMAUX, "Réacteurs chimiques. Principes", Techniques de l'ingénieur, J2782, 1990.
- [6] A.DJAKRIR, "Etude de la dispersion axiale en phase liquide dans les colonnes à garnissage", thèse de magister, ENP Alger, 1991.
- [7] A.BENSALEM, L.STEINER & S.HARTLAND, "Evaluation et comparaison des paramètres de la dispersion axiale dans les deux phases d'une colonne d'extraction à plateaux alternatifs", The Can. Jou. Chem. Eng., Vol.60, pp.603-607, September 1982.
- [8] A.RAHIM, "Contribution à l'étude expérimentale de l'hydrodynamique du film tombant dans les réacteurs à parois ondulées", thèse de magister, ENP Alger, 1997.
- [9] T.JANOSI & J.HUNEK, "An investigation of axial mixing in an extraction column", International Chemical Engineering, Vol.28, No.4, pp.731-737, October 1988.
- [10] M.ANCA & A.LAHOUEL, "Extraction solide-liquide en continue à contre courant dans une colonne pulsée. Conception et modélisation", Projet de fin d'étude, ENP Alger, 1997.
- [11] J.A.GOLDING, "Hold up and interfacial areas in pulsed liquid-liquid sieve plate columns, Reactor and Industrial Applications". Anonyme.
- [12] H.HAVERLAND & M.J.SLATER, "Pulsed sieve plate columns, liquid-liquid extraction equipment, John Wiley and Sons, 1994. Anonyme.
- [13] D.NEIBUHR, "Hydrodynamics of pulsed plate extraction columns, Hand book of fluids in motions", Ann Arbor Science Publisher, 1983.
- [14] A.BOUCHERIT, "Etude hydrodynamique et transfert de matière dans une colonne pulsée à plateaux perforés", Thèse de magister, CMD Alger, 1993.
- [15] J.SRISUWANN, "Extraction solide-liquide en colonne pulsée à disques et couronnes : modélisation et application au cas du tanin", Thèse de doctorat, INP Toulouse, 1988.
- [16] J.C.GODFRAY & M.J.SLATER, "Slip velocity relationships for liquid-liquid extraction columns", Trans I ChemE, Vol.69, Part A, pp.130-142, March 1991.
- [17] J.COULSON, "Chemical Engineering", Vol.2, Pergamon press, 1983.

- [18] M.FOURAR & A.ALIANE, "Etude d'une colonne à pulsations pour l'extraction liquide-liquide", Académie roumaine des sciences, 1983.
- [19] W.ARKTHAYUKTI,G.MURATET & H.ANGELINO, "Longitudinal mixing in the dispersed phase in pulsed perforated plates columns", Chemical Engineering Science, Vol.31, pp.1193-1197, 1976.
- [20] G.SRISUWANN, C.GOURDON & G.CASAMATTA, "Analyse du mélange axial dans une colonne pulsée à disques et couronnes", Récents progrès en génie des procédés, 1987.
- [21] M.A.NABLI, P.GUIRAUD & C.GOURDON, "Etablissement par expérimentation numérique de corrélation entre le mélange axial, la géométrie de la colonne et les conditions opératoires dans la colonne", Récents progrès en génie des procédés, 1995.
- [22] J.GODFRAY & Co, "Continuous axial mixing in pulsed sieve plate liquid-liquid extraction columns", Chem. Eng. Res. Des., Vol.66, pp445-457, September 1988.
- [23] H.PARK, "Analyse du fonctionnement d'une colonne d'extraction à disques et couronnes", Thèse de doctorat, INP Toulouse, 1980.
- [24] O.LEVENSPIEL, "Chemical reaction Engineering", John Wiley and Sons, 1972.
- [25] R.L.BELL & A.L.BABB, "hold up and axial mixing distributions of hold up in a pulsed sieve plate solvent extraction column", I & EC Process Design and development, Vol.8, No.3, pp.392-400, July 1969.
- [26] A.KUMAR & S.HARTLAND, "A unified correlation for the prediction of the dispersed phase hold up in liquid-liquid extraction columns", Ind. Eng. Chem. Res., Vol.8, No.3, pp.392-400, July 1969.
- [27] Y.YO & S.D.KIM, "axial dispersion, hold up and flooding characteristics in pulsed extraction columns", Can. Jou. Che. Eng., Vol.65, pp.752-758, October 1987.

Annexes

Annexe I

Granulométrie des particules de grignons d'olive

Pour déterminer la distribution de la granulométrie des particules du grignon d'olive, nous avons procédé de la manière suivante :

- Peser une quantité de grignon de masse M (500g) ;
- Effectuer le tamisage de cette quantité de grignon dans une série de tamis dont les ouvertures (d) sont mentionnées dans le tableau ci-dessous ;
- Peser les différentes fractions issues du tamisage.

Le pourcentage de chaque fraction est $\% \text{fraction} = \text{Masse de la fraction} / \text{Somme des masses de tous les fractions}$.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

| fraction en diamètre (mm) | masse de la fraction (gr) | pourcentage en masse |
|---------------------------|---------------------------|----------------------|
| $d > 6,68$ | 4,23 | 0,85 |
| $6,68 < d < 4,69$ | 6,75 | 1,36 |
| $4,69 < d < 2,79$ | 205,22 | 41,29 |
| $2,79 < d < 2$ | 149,65 | 30,11 |
| $2 < d < 1,40$ | 47,15 | 9,49 |
| $1,40 < d < 1,25$ | 7,89 | 1,59 |
| $1,25 < d < 1,12$ | 13,09 | 2,63 |
| $d < 1,12$ | 62,99 | 12,67 |

La somme des masses de tous les fractions est $M_i = 496,99\text{gr}$ ce qui signifie que les pertes de tamisage sont de 0,6%.

Annexe II

Détermination de la masse volumique des particules

Pour la détermination de la masse volumique des particules utilisée lors de l'étude hydrodynamique, nous avons adopté la procédure suivante :

- Mettre une quantité de particules donnée de masse M , mesurée à l'aide d'une balance digitale, dans une éprouvette graduée ;
- Remplir l'éprouvette jusqu'à un volume V' avec de l'eau (ou de l'hexane), à l'aide d'une burette ;
- Lire le volume d'eau utilisée de la burette V'' ;
- Calculer le volume des particules $V = V' - V''$;
- Calculer la masse volumique des particules ρ tel que $\rho = M/V$.

La masse volumique a été calculée pour six (6) types de particules en répétant chaque essai plusieurs fois. Les résultats obtenus sont les suivants :

| Type de particules | Masse volumique (kg/m ³) |
|---------------------------------------|--------------------------------------|
| Résine de 0,59mm de diamètre | 1274 |
| Billes de verre de 0,96mm de diamètre | 2454 |
| Billes de verre de 2,04mm de diamètre | 2461 |
| Billes de verre de 4,83mm de diamètre | 2845 |
| Billes de verre de 6,01mm de diamètre | 2421 |
| Grignon d'olive sec | 1039 |
| Grignon d'olive mouillé | 1074 |