

12/97

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
BIBLIOTHÈQUE المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

*EXTRACTION SOLIDE - LIQUIDE EN CONTINU
A CONTRE COURANT DANS UNE COLONNE
PULSEE.
CONCEPTION ET MODELISATION*

Proposé par :
M^{me} DERRICHE R.

Etudié par :
ANÇA Mohamed
LAHOUEL Ali

Dirigé par :
M^{me} DERRICHE R.

PROMOTION : OCTOBRE 1997

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
10 Avenue Pasteur, Hassen Badi, El-Harrach, Alger.

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

المكتبة المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE **SNTEC**
Ecole Nationale Polytechnique

***EXTRACTION SOLIDE - LIQUIDE EN CONTINU
A CONTRE COURANT DANS UNE COLONNE
PULSEE.
CONCEPTION ET MODELISATION***

Proposé par :
M^{me} DERRICHE R.

Etudié par :
ANÇA Mohamed
LAHOUEL Ali

Dirigé par :
M^{me} DERRICHE R.

PROMOTION : OCTOBRE 1997

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
10 Avenue Pasteur, Hassen Badi, El-Harrach, Alger.



Remerciements

La présente étude a été réalisée au laboratoire de valorisation des espèces végétales Algériennes, Département, Génie-chimique, à l'Ecole Nationale Polytechnique.

Nos vifs remerciements et notre gratitude vont tout d'abord à Madame DERRICHE, chargée de cours à l'ENP, pour ses précieuses orientations et conseils éclairés qui nous ont permis de mener à bien notre travail. Que trouve ici nos sincères remerciements pour nous avoir honoré de présider notre jury.

Nous remercions vivement Monsieur BENYOUSSEF, ainsi que Monsieur NAMANE, qui ont accepté de donner un avis critique sur le travail qui a été fait.

Enfin, notre profonde sympathie va à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à notre formation ainsi qu'à l'élaboration de cette thèse.

Summary

Our work consist of a conception; a contribution to realization and modelization of an polyvalent counter current extrator, in our case, an pulse column of extraction vegetables concrete.

In this conception, we describe the function of each components of the column. After, we modelize the extractor with developpement of the hydrodynamic model and mass transfert model wich takes the phenomena complexities into account, with integrating non-idealty of flows and the non-uniformity of the solid phase.

ملخص

عملنا هذا يهدف إل تصميم و مساهمة في إنجاز آلة إستخلاص مجهزة بهزاز نبضي، تشتغل بإستمرار و بتيارات متعاكسة لإستخلاص المواد من النباتات ثم إعطاء نموذج.

في تصميمنا نصف بطريقة دقيقة وظيفة كل عنصر من الآلة، فيما بعد نعطي نموذج للآلة المصممة و ذلك بتطوير نموذج هيدروديناميكي ونموذج إنتقال المواد اللذان يأخذان بعين الإعتبار تعقيد الظواهر بإدماج لا ميثالية السيلان و عدم نظامية المادة الصلبة.

Résumé

Notre travail consiste en une conception, une contribution à la réalisation et une modélisation d'un contacteur polyvalent continu, fonctionnant à contre courant, en l'occurrence une colonne pulsée d'extraction de concrète végétale.

Dans la conception, on décrit d'une manière précise le rôle de chaque élément constituant la colonne. On modélise ensuite le contacteur conçu en développant un modèle hydro dynamique et un modèle de transfert de matière qui rendent compte de la complexité des phénomènes en intégrant la non - idéalité des écoulements et la non - uniformité de la phase solide.

INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE I : GENERALITE SUR L'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE	
I.1 Processus de transfert de matière	4
I.2 Facteurs intervenant dans l'extraction.....	6
I.2.1 Nature et état du solide et du soluté.....	6
I.2.2 Nature du solvant.....	7
I.3 Appareillage classique d'extraction solide-liquide en continu.....	12
I.3.1 Extracteur à lit mobile.....	12
I.3.1.1 Extracteurs à compartiments mobiles.....	12
I.3.1.2 Extracteurs à paniers mobiles.....	12
I.3.1.3 Extracteurs à chaîne de convoyages.....	13
I.3.1.4 Extracteurs à bande transporteuse.....	13
CHAPITRE II : FONDEMENTS ET BASES THEORIQUES DU TRANSFERT DE MATIERE	
II.1 Transfert de matière dans une phase.....	17
II.2 Transfert de matière entre deux phases.....	24
II.2.1 Modèle de la couche limite.....	25
II.2.2 Modèle de la pénétration.....	27
II.2.3 Modèle du renouvellement de l'interface.....	28
II.2.4 Modèles synthétiques.....	29
II.2.4.1 Modèle de la couche limite-pénétration.....	29
II.2.4.2 Modèle de la couche limite-renouvellement de l'interface.....	29
II.3 Cas où l'une des phases est dispersée dans l'autre.....	30
II.3.1 Modèle de la sphère rédige.....	31
II.4 Calcul des coefficients de transfert globaux.....	32
CHAPITRE III : TRANSFERT DE MATIERE DANS LES ECOULEMENTS	
III.1 Modèles d'écoulements.....	34
III.1.1 Modèles idéaux.....	34
III.1.1.1 Ecoulement piston.....	34
III.1.1.2 Ecoulement parfaitement agité.....	35
III.1.2 Modèles non-idéaux.....	35
III.1.2.1 Modèles piston et diffusion.....	35
III.2 Modélisation du transfert de matière.....	37
III.2.1 Solide homogène.....	38
III.2.2 Modèle de transfert en considérant le solide hétérogène.....	42

NOMENCLATURE CHAPITRES I, II, III

CHAPITRE IV : CONTRIBUTION A LA CONCEPTION ET LA REALISATION D'UNE
 COLONNE PULSEE A BUT EXPERIMENTALE.

IV.1 Introduction.....	47
IV.2 Colonne a but expérimental (colonne pulsée).....	47
IV.2.1 Système d'alimentation du solide.....	50
IV.2.2 Système d'alimentation du liquide.....	55
IV.2.3 Système du soutirage du solide.....	56
IV.2.4 Système de récupération du liquide.....	61
IV.2.5 Système de pulsation.....	61
IV.2.6 Supportage de la colonne.....	63
IV.2.7 Dimensions de la charpente.....	65

CHAPITRE V : PROPOSITION D'UN MODELE DECRIVANT LA COLONNE CONCUE

V.1 Description générale.....	71
V.2 Modélisation du fonctionnement hydrodynamique.....	71
V.3 Modélisation du transfert de matière.....	83
V.3.1 Mise en équation du terme de transfert.....	83
V.3.1.1 Transfert coté phase continue.....	84
V.3.1.2 Transfert cote phase dispersée.....	85
V.4 Etude des conditions aux limites.....	86
V.4.1 Cote phase continue.....	86
V.4.2 Cote phase dispersée.....	87

NOMENCLATURE CHAPITRE V

CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION

Introduction

Une des particularités de l'extraction solide – liquide est que selon la technique employée, selon la nature du solide et celle du soluté, le non de procédé varie ; ainsi l'industrie des parfums emploie des dénominations différentes de celles usitées dans les domaines agro-alimentaire ou pharmaceutique bien que le principe de base des procédés soit conservé.

Traditionnellement, les opérations classiques d'extraction solide-liquide étaient effectuées selon des procédés en batch, avec de grandes quantités de solvant mises en jeu, qui rendent leur exploitation coûteuse et peu adaptée aux nouveaux champs d'applications.

Notre travail consiste en une proposition d'un procédé d'extraction de concrète végétale fonctionnant en continu et à contre courant.

Une opération continue d'extraction permet de limiter les interventions humaines, donc les coûts de main d'œuvre, tout en réduisant la quantité de solvant immobilisée et la taille des équipements. De surcroît l'élimination de la plus part des séquences de phases transitoires laisse envisager une mise en œuvre plus aisée d'un système d'automatisation et de contrôle du processus.

Ce travail comporte deux parties :

- dans une première partie, nous donnons quelques généralités sur l'extraction solide-liquide tout en présentant quelques appareils classiques. Nous développons ensuite la théorie sur le transfert de matière et nous décrivons deux modèles de transfert entre un solide et un liquide en continu et à contre-courant.

- Dans le premier modèle on considère le solide homogène et le transfert est décrit à l'aide d'un coefficient de diffusion apparent ;
- Dans l'autre modèle (le plus précis), on considère que la diffusion s'effectue dans la phase liquide enfermée dans le solide.

Quelques modèles d'écoulement sont décrits, d'où l'importance du type d'écoulement pour modéliser le transfert dans la colonne.

- dans une deuxième partie, on conçoit une colonne d'extraction en continu et à contre-courant, de type expérimental, en décrivant d'une manière précise le rôle de chaque élément en particulier les systèmes d'alimentation, de soutirage du solide et du liquide et le système de pulsation.

Puisque l'étude de faisabilité d'une opération d'extraction solide-liquide passe généralement par des essais pilotes, souvent coûteux, il serait intéressant de disposer d'un outil de simulation afin de réduire le nombre de ces essais tout en augmentant leur représentativité, un tel outil peut guider efficacement la recherche des conditions opératoires satisfaisantes et plus en amont, jouer un rôle lors de la conception et le dimensionnement de l'appareillage.

La modélisation complète de l'extracteur conçu passe par un modèle hydrodynamique et un modèle de transfert de matière qui rendent compte de la complexité des phénomènes en intégrant les non-idéalité des écoulements, et la non-uniformité de la phase solide. Ainsi on propose l'utilisation d'un modèle tenant compte de la dispersion dans la colonne et du bilan de population de particules pour décrire la phase solide.

CHAPITRE I

GENERALITES SUR

L'EXTRACTION SOLIDE-

LIQUIDE

L'extraction solide liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer ou de dissoudre par immersion dans un liquide ou par arrosage par un liquide un ou plusieurs composants (solide ou liquide) mélangés à un solide [1].

C'est une opération très ancienne, utilisée pour retirer des plantes des produits alimentaires, pharmaceutiques colorants ou odorifiants en vue de la production de breuvages, drogues, teintures ou parfums.

Dans les industries agro-alimentaires, pharmaceutiques et de la parfumerie, de nombreux exemples d'extraction de produits naturels par l'eau, les alcools (éthanol, méthanol) ou par des solvants organiques tels que l'héxane, les solvants chlorés, le benzène ou le toluène (ces deux derniers sont de moins en moins utilisés en raison de la législation sur les produits toxiques) peuvent être cités à titre indicatif.

- Les extraits de café et de thé (fabrication des préparations solubles) sont produits par traitement à l'eau bouillante ; la caféine est extraite à l'eau du café et du thé ; le café décaféiné et obtenu par élimination de la caféine du grain de café vert par un traitement au solvants chlorés ;
- Le sucre (saccharose) est extrait à l'eau chaude des racines de betterave ; Les huiles alimentaires (colza, soja, arachide) sont retirées des graines oléagineuses par pression puis par extraction à l'héxane ;
- Un grand nombre de produits à activité pharmaco - dynamique, contenus dans des plantes médicinales, sont extraits par l'eau, les alcools, les hydrocarbures ou les solvants chlorés ;
- Les parfums naturels sont isolés des plantes (fleurs, racines, tiges) par les alcools ou les corps gras et donnent des teintures infusions ou pommades;
- Les tanins naturels sont obtenus par traitement à l'eau de l'écorce de certains arbres.

Le liquide d'extraction, appelé solvant , dissout un (ou plusieurs) composant cristallisé ou liquide, dénommé soluté, pour donner une solution ou extrait (solvant + soluté) et laisse un solide épuisé , appelé résidu inerte ou insoluble, contenant très peu ou pas de solutés. Les opérations d'extraction solide - liquide regroupent plusieurs méthodes énumérées ci-après :

La lexivation ou lessivage

S'applique essentiellement à l'hydro - Métallurgie. Le solide (minerais) 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 solides finement divisé afin de dissoudre les composants solubles qui y sont contenus. La préparation du café relève de cette opération.

La décoction

Est l'opération dans laquelle le solide est mis à bouillir dans un liquide en vue d'extraire les parties solubles. Le traitement du malt en brasserie utilise cette méthode.

L'infusion

Est la mise en suspension d'un solide dans un liquide chaud (proche de l'ébullition) ou l'arrosage du solide par ce liquide afin de dissoudre les constituants utiles, suivie d'un refroidissement du mélange. La préparation du thé est l'exemple type de cette opération.

La macération

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

Est une macération à chaud. Cette opération et la macération sont utilisées particulièrement en pharmacie et en parfumerie.

L'Elution

Consiste à enlever un soluté fixé à la surface d'un solide par simple contact avec le solvant. Elle est fréquemment employée dans les méthodes d'analyses (chromatographie).

L'extraction solide-liquide est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, la matière à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction, les constituants recherchés pouvant être soit le soluté soit le résidu, on peut donc considérer que l'opération a pour but d'enlever par dissolution un corps utile d'un solide sans valeur ou d'éliminer un produit indésirable, soluble qui souille un solide intéressant.

I.1. PROCESSUS DE TRANSFERT DE MATIERE

La totalité de l'opération se déroule en trois étapes théoriques :

- Le passage du soluté dans le solvant (ou dissolution);
- Le lavage du solide par du solvant frais ou pauvre en soluté ;
- La séparation mécanique du solide.

Ces trois processus sont réalisés soit dans des appareils distincts soit dans un appareil unique ; l'ensemble constitue l'étage unitaire de l'extraction solide - liquide.

Le transfert du soluté dans le liquide est l'extraction solide - liquide proprement dite, dont la vitesse résultante est régit par trois processus élémentaires de l'échange de matière :

La dissolution du soluté au sein des particules par le solvant, la diffusion de la solution vers l'extérieur de la particule et la diffusion du soluté contenu dans la solution au contact du solide vers la masse restante du solvant.

- Le passage du soluté de la solution au contact du solide vers la masse du solvant peut être considéré comme une simple opération de mélange dont la vitesse est telle que son influence sur la vitesse globale est très limitée, une bonne agitation favorise l'homogénéisation du mélange solvant soluté ;
- La diffusion du liquide vers la surface extérieure du solide joue un rôle important dans la cinétique du transfert de matière . Ce phénomène est souvent décrit à travers la théorie des films. C'est la résistance opposée par le film mince entourant la particule qui détermine la vitesse de diffusion, généralement lente, par le mouvement des particules on peut réduire l'épaisseur de la couche liquide autour du solide (couche limite) ; l'agitation du milieu peut permettre d'augmenter la vitesse de diffusion à travers le film liquide ;
- En ce qui concerne la dissolution du soluté une distinction doit être faite suivant que le soluté est cristallisé (attaque d'un minéral), ou liquide (extraction d'huile d'une graine oléagineuse).

Dans le premier cas la dissolution ne peut être totale que si le solvant n'est pas saturé (une quantité minimale de solvant est nécessaire à la dissolution de tout le soluté).

La dissolution complète du soluté exige généralement un temps beaucoup trop long et l'opération est arrêtée lorsqu'une concentration déterminée est atteinte.

Lorsque la vitesse de dissolution des cristaux est très faible comparée à la vitesse de diffusion (cas générale), la vitesse globale d'extraction est assimilable à la vitesse de dissolution.

L'agitation des particules solides pour accélérer le processus n'a pratiquement aucun effet et son rôle est limitée au maintien d'une suspension homogène. On peut agir, en revanche, sur la fragmentation du solide plus celui-ci sera fin, plus grande sera la vitesse d'extraction ;

Dans le second cas, si le soluté est localisé en surface du solide, généralement poreux, sa mise en solution est rapide et la vitesse de transfert est très dépendante de la vitesse de diffusion (diffusion par capillarité ou diffusions surfacique), est peut être accru par l'agitation du milieu (effet de film).

Dans le cas typique de l'extraction des graines oléagineuses, le soluté est localisé dans des cellules végétales à parois très peu perméables. Le cheminement du soluté à travers les parois des cellules peut être très lent, le processus est régi par un phénomène de diffusion à travers une membrane ou dialyse. La résistance au passage de soluté est beaucoup plus grande que celle observée par simple effet de film. Dans ces conditions c'est cette diffusion interne qui gouverne la vitesse de transfert.

I.2 FACTEURS INTERVENANT DANS L'EXTRACTION

Ils sont liés à l'état du solide et du soluté, à la nature du solvant, à la température, au degré d'agitation des phases, à la concentration résiduaire en soluté sur le solide et à l'humidité.

I.2.1 NATURE ET ETAT DU SOLIDE ET DU SOLUTE

La nature et l'état physique du solide et du soluté ont une importance primordiale et déterminent le mécanisme de transfert de matière.

Les solides à traiter se présentent sous forme de fragments de consistance et de taille variées (graines, racines, feuilles). Le soluté contenu dans ces corps est soit un solide soit un liquide, stable ou non stable à la chaleur ou à l'atmosphère réparti plus ou moins régulièrement à des teneurs variables dans le solide.

- Si le soluté est dispersé uniformément dans le solide, les parties superficielles sont dissoutes en laissant un solide poreux ; le solvant doit ensuite pénétrer cette couche extérieure avant d'atteindre le soluté situé en profondeur, rendant le cheminement du solvant de plus en plus difficile, ce qui se traduit par une diminution de la vitesse d'extraction ;
- Lorsque le soluté se trouve à une teneur importante dans le solide, la structure poreuse peut être détruite par dissolution du soluté avec production de fines particules, rendant la dissolution ultérieure du soluté plus facile.

Dans les matières végétales, il est généralement occlus dans des cellules d'où il est extrait par un mécanisme de dialyse ou de diffusion capillaire à travers les parois cellulaires.

Plus la matière est divisée finement et plus la surface d'échange (ou interfaces) est grande et plus le parcours moyen du soluté est petit. La fragmentation fine s'impose lorsque le soluté est occlus dans un réseau d'inerte, mais une grande finesse du solide peut devenir un inconvénient lors de la clarification des solutions car les particules d'inerte décantent plus difficilement. Lorsque la membrane cellulaire est perméable (betteraves à sucres), il est préférable de réduire le solide en fine lamelles (cossettes) afin de favoriser la dialyse du soluté en évitant le passage de composés indésirables qui doivent rester dans la cellule.

Lorsque la membrane cellulaire est imperméable (graines oléagineuses en général), la fragmentation est réalisée sous forme d'écailles ou de flocons, cette méthode conduit à la rupture des cellules qui abandonnent leur soluté par diffusion dans le solvant.

Les ordres de grandeurs expérimentaux de la diffusivité d'une huile dans un Hydrocarbure sont :

- $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ dans le solvant libre;
- $10^{-10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ dans le milieu microporeux;
- $10^{-14} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ dans le tissu cellulaire intact [1].

I.2.2 NATURE DU SOLVANT

L'usage du solvant doit être économique, on est de ce fait conduit à considérer son prix d'achat, de la distillation, des pertes. Les critères auxquels le solvant idéal devrait répondre sont les suivants :

- ininflammabilité ;
- stabilité chimique aux températures d'utilisation;
- pouvoir solvant élevé,
- sans action chimique sur l'extrait;
- constantes physiques rendant son emploi économique à savoir point de fusion inférieur à zéro (pour éviter les phénomènes de cristallisation intempestifs), poids spécifique faible et chaleur de vaporisation faible;
- non toxique ;
- neutre à l'égard des appareillages ;
- insoluble dans l'eau et s'en séparant facilement ;
- avoir un bon pouvoir mouillant et pénétrant vis-à-vis des matières à traiter;
- s'éliminer facilement ;
- avoir des propriétés calorifiques intéressantes concernant le bilan thermique et ces cycles de récupération;
- disponibilité en grandes quantités à des prix peu élevés.

Comme le solvant idéal n'existe pas et les conditions qu'il doit satisfaire sont nombreuses, on est donc amené à faire un compromis, et les procédés actuels d'extraction n'utilisent que quelques solvant qui leurs sont mieux adaptés tout en étant les plus économiques.

Ces qualités exigées pour un solvant idéal n'ont jusqu'à ces dernières années pu être toutes réunies dans un même solvant [2].

Pour tenir compte de la sécurité dans la manipulation des solvants on cite à titre d'exempl. quelques dangers. Le tableau (I.1) mentionne le point d'inflammabilité du solvant, en creuset ouvert, les limites inférieures et supérieures d'explosivité des mélanges avec l'air à 20° donnés en % volumique.

La pénétration cutanée des solvants est particulièrement redoutable. Tous les solvants sont à l'origine, chez celui qui manipule de légers troubles de jugement, d'imprécision, d'augmentation du nombre d'erreurs donc des expositions prolongées à ces solvants sont à éviter [3].

On donne dans le tableau (I.9) quelques solvants d'extraction, le soluté, le solide et le temps d'extraction [4].

- L'élévation de la température permet généralement l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et de la diminution de la viscosité de la solution ;
- La température opératoire est limitée par les risques d'extraire des composés nuisibles, par les risques de dégradation thermique du soluté et par la sécurité de l'installation (risque d'incendie);
- L'agitation mécanique des particules dans le solvant, qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu à un effet toujours favorable sur l'opération ;
- Lors de l'utilisation de solvants hydrophobes la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide .[1]

Tableau I.4.[3]

Solvants	I	II	III
propane	-	2.37	9.50
n.butane	-	1.66	8.41
iso.butane	-	1.80	8.44
n.pentane	-49°.3	1.40	7.80
n.hexane	-25°.8	1.25	6.90
benzène	-11°.1	1.41	6.75
toluène	4°.4	1.27	6.75
méthanol	11°.2	6.72	36.50
alcool ethylique	12°.2	3.28	18.65
acétone	-17°.7	2.55	12.80
CHCl=CHCl, mel. stéréoisom	6°	9.7	12.8
CCl ₂ =CHCl	inflammable	-	-

I - Point d'inflammabilité en creuset ouvert ;

II - Limite inférieure d'explosivité du mélange avec l'air, à 20°, en % volumique ;

III - Limite supérieure dans les mêmes conditions.

Tableau I:2[4]

Produit	Solides	Solute	Solvant	Temps d'extraction
1- Antrocyanines	Raisins, baies	Antrocyanines	Ethanol, Eau	-
2- Jus de pommes	Pommes en morceaux	Jus de pommes	Eau	75 - 85
3- Jus de pommes	Pommes comprimées	Jus de pommes	Eau	300 - 360
4- Betanines	Betteraves rouges	Betanines	Ethanol, Eau	-
5- Brassée	Orge, malt	Sucre	Eau	120 - 300
6- Betteraves	Betteraves rances	Acide organique à faible poids moléculaire	Eau	-
7- Huile de grain de coton	Grains de coton	Huile de grains de coton	Hexane	60 - 85
8- Cytoplasme de luzerne	Luzerne coagulée	Chlorophille, chlorogénique	Acétone, ethanol	-
9- Protéines	Protéines	Acide	Buthanol	-
10- Café décaféiné	Grains de café vert	Caféine	Méthylène chloride	480 - 720
11- Café décaféiné	Grains de café vert	Caféine	CO ₂ super critique	-
12- Café décaféiné	Grains de café vert	Caféine	Eau	-
13- Extrait houblon	Fleurs d'houblon	Soluté houblon	CH ₂ Cl ₂	-
14- Extrait houblon	Fleurs d'houblon	Soluté houblon	CO ₂ Super critique	-
15- Extrait houblon	Fleurs d'houblon	Soluté houblon	Eau	90 - 120
16- Iodine	Herbe marine	Iodine	H ₂ SO ₄ aqueux	-
17- Fruits en faible humidité	Fruits humides	Eau	Saccharose aqueuse à 50%	480
18- Alcool de faible humidité dessalé	Alcool précipité	NaCl, Eau	Isopropanol	-
19- Pectine	Pectine	-	Acide dilué	-
20- Extrait de malt	Grains germés	Extrait de Malt	Eau	-
21- Pectine méthylée	Pectine broyée	Eau	Methanol	-
22- Papain	Latex de Papayér	Papain	Eau	-
23- Pectine	Pommes dessurées	Pectine	Acide dilué	30 - 240
24- Pectine	Zeste d'agrumes traité	Pectine	Acide dilué	-
25- Marinades	Concombre	NaCl	Eau	7200
26- Protéines de cellules	Cellules touchées	Protéines	Eau	-
27- Protéines de cellules	Cellules intactes	Acide nucléique	NaCl aqueuse	-
28- Café soluble	Café grillé broyé	Soluté du café	Eau	120 - 180
29- Thé soluble	Feuille de thé séchée	Soluté du thé	Eau	45 - 120
30- Huile de Soja	Soja	Huile de Soja	Hexane	18 - 45
31- Protéines de Soja	Fleurs de Soja	Sucre, Solide non protéinique	70% ethanol	-
32- Protéines isolantes de Soja	Fleurs de Soja	Protéines	NaOH aqueuse pH 9	-
33- Extrait d'épices	Paprika, l'ail, le poivre, le thym, marjolaine	Soluté d'épices	80% ethanol	-
34- Oléorines	Paprika	Soluté d'épices	Methyl, ethyl cétone	-
35- Stéroïdes	Fungus (Champignon)	Stéroïdes	Acétone et méthylène chloride	-
36- Pommes sans sucre	Pommes	Sucre	Eau	-
37- Saccharose	Betteraves à sucre	Saccharose	Eau	20 - 90
38- Saccharose	Canne à sucre	Saccharose	Eau	25 - 60
39- Peau d'agrumes traitée	Zeste d'agrumes	Hespéridine	Eau	-
40- Vitamine B1	Ris	Vitamine B1	Alcool, Eau	-

I.3 APPAREILLAGE CLASSIQUE D'EXTRACTION SOLIDE LIQUIDE EN CONTINU

I.3.1 EXTRACTEURS A LIT MOBILE

Ces appareils automatiques sont généralement constitués par un système de convoyage entraîné mécaniquement, supportant les charges de solide, afin de pouvoir réaliser une extraction continue à étages multiples. Leur construction impose l'emploi d'une machinerie perfectionnée pour automatiser le mouvement des solides et des liquides.

I.3.1.1 EXTRACTEUR A COMPARTIMENTS MOBILES (figure I.1)

Dans l'extracteur à cellules ou à paniers rotatifs, les flacons restent immobiles une fois déposés dans les cellules et ne sont pas soumis à l'attrition. Cet extracteur est constitué d'un cylindre mobile bas (rotor) divisé en cellules ou compartiments radiaux munis à la base d'un tamis suspendu ou d'un fond perforé (destiné à contenir le solide) qui peut s'escamoter pour le déchargement.

Le cylindre tourne d'un mouvement lent sur un socle partagé en secteurs de drainage ou de réception d'angles inégaux destinés à recueillir les solutions de percolation des différentes charges. L'ensemble est incorporé dans un carter étanche aux vapeurs de solvants, permettant le fonctionnement à chaud.

Chaque cellule passe sous un distributeur de solide assurant son chargement et sous une série de rampes d'amené du solvant frais et des solutions venant des secteurs précédents.

I.3.1.2 EXTRACTEURS A PANIERS MOBILES

- L'extracteur à panier mobiles (figure I.2)

Il est constitué par une série de paniers à fond perforé, contenant le solide à traiter qui se déplacent d'un mouvement vertical descendant puis ascendant au moyen d'une chaîne sans fin. Les paniers sont chargés automatiquement, à la partie supérieure puis, en descendant, sont arrosés par une solution semi-concentrée qui percole à travers toute la série de charges verticales descendantes. La solution recueillie à la base constitue la solution forte. L'extraction de ce côté de l'appareil s'effectue à cocourant.

Les paniers contenant le solide partiellement extrait remontent et sont arrosés à contre-courant, par le solvant frais alimenté au voisinage du sommet de l'appareil. Le solvant recueilli en pied de cette

zone constitue le demi-miscella. Le solide épuisé est déchargé par basculement des paniers et est évacué à l'aide d'une goulotte.

- **Les extracteurs horizontaux.** (figure I.3), ils sont actuellement préférés et ont supplantés l'extracteur à panier mobiles.
- Dans l'appareil Bernardini (figure I.4) les paniers circulent sur une boucle en double épingle formant quatre cheminements horizontaux.

Associé à l'extracteur à immersion, il constitue le procédé DIREX (figure I.5) d'extraction directe de l'huile des graines oléagineuses

I.3.1.3 EXTRACTEURS A CHAÎNE DE CONVOYAGE figure (I.6)

Le solide circule dans une boucle fermée au moyen d'une chaîne de convoyage placée à l'intérieur d'un carter étanche.

Les fonds des parties horizontales sont constitués par un tamis permettant la récolte des solutions. Le solide est introduit au sommet et arrosé par un demi-miscella récolté au milieu de la partie horizontale inférieure. Le miscella est recueilli à l'entrée de cette ligne et évacué hors de l'appareil.

La circulation des solutions est réalisée à contre-courant au moyen de six boucles de pompage.

I.3.1.4 EXTRACTEUR A BANDE TRANSPORTEUSE (figure I.7)

L'extracteur à bande transporteuse perforée De Smet est très utilisé à la fois pour l'extraction du sucre de canne ou de betterave et pour l'extraction de l'huile des graines oléagineuses.

Les solides sont distribués en continu sur une bande transporteuse perforée. Les solutions percolent à travers le lit, sont récupérées dans des bâches, puis reprise par la pompe pour alimenter la section suivante du lit à l'aide de distributeurs à rampe d'arrosage, à contre-courant du déplacement du solide.

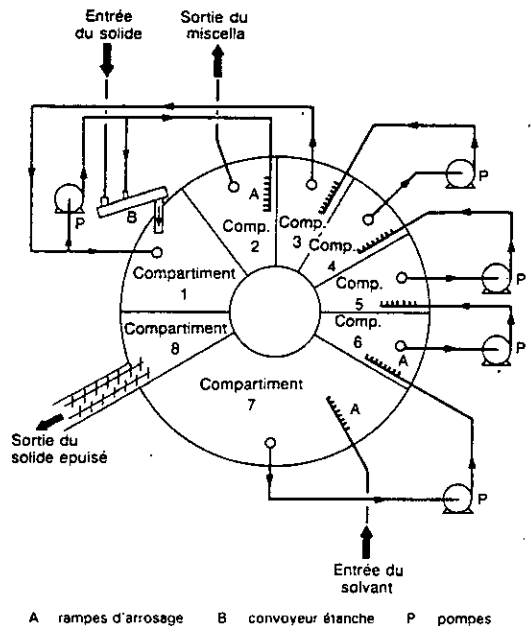


Fig. 1.1 - Extracteur ROTOCEL.

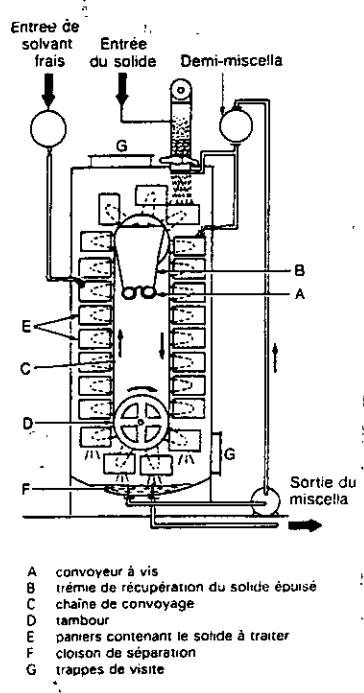


Fig. 1.2 - Extracteur BOLLMAN.

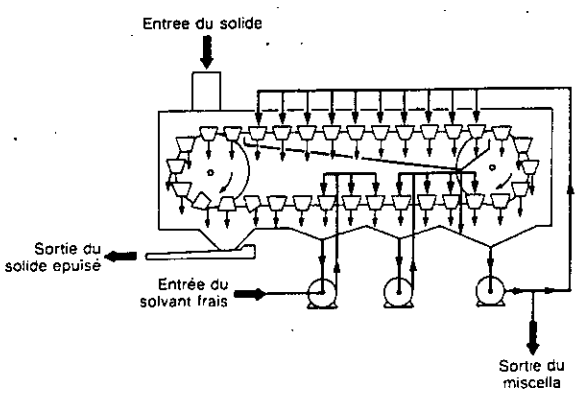


Fig. 1.3 - Extracteur horizontal à paniers Lurgi.

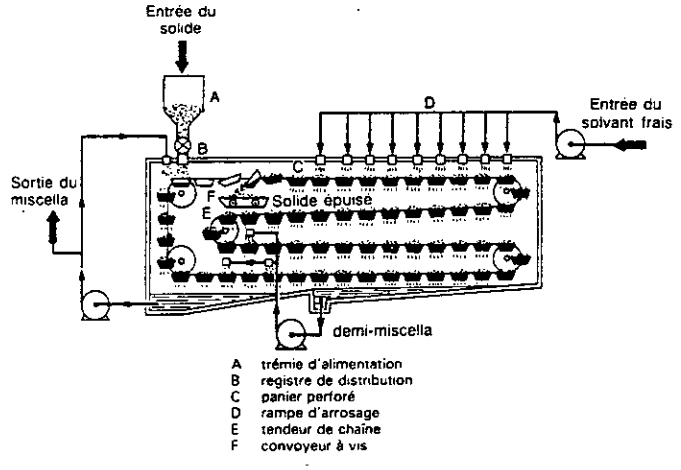


Fig. 1.4 - Extracteur Bernardini.

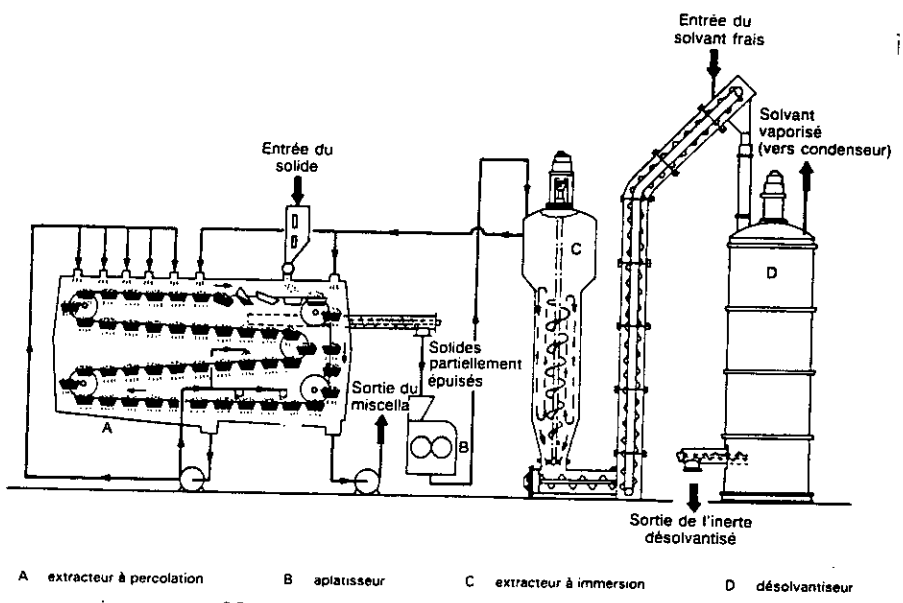


Fig. 1.5 - Schéma de principe du procédé DIREX (Bernardini).

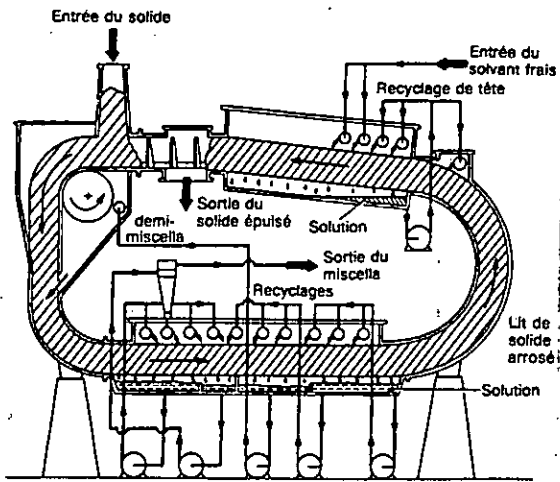
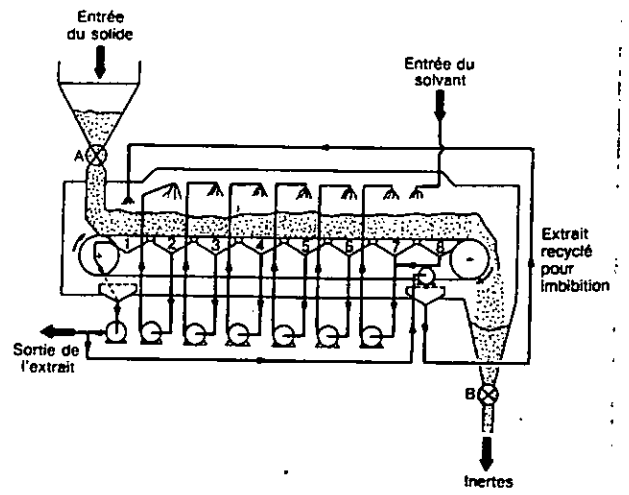


Fig. I.6 - Extracteur Crown.



A registre de distribution 1 à 7: zones d'extraction
 B registre de sortie 8: zone d'égouttage

Fig. I.7 - Extracteur à bande transporteuse De Smet.

CHAPITRE II

FONDEMENTS ET BASES

THEORIQUES DU TRANSFERT

DE MATIERE

La notion de vitesse de transfert de matière au sein d'un substrat solide est difficile d'accès car il est impossible de définir l'allure des cheminements à travers duquel s'effectue le transfert [1].

Il est cependant possible d'obtenir une indication approximative de la grandeur de la vitesse de transfert à partir de la particule solide vers la phase liquide. Cette grandeur permettra par la suite d'évaluer le temps de contact nécessaire à l'extraction.

Les expressions analytiques de la diffusion moléculaire pour un mélange binaire sont données par les lois de Fick.

On retiendra principalement la formule généralisée dont la résolution est simplifiée en considérant les systèmes unidimensionnels. En particulier, en assimilant les particules solides à des sphères de rayon R.

L'équation de bilan de matière devient :

$$\frac{dx}{dt} + \frac{1}{r^2} \frac{d(r^2 N_m)}{dr} = 0 \quad (\text{II.1})$$

avec $N_m = -D_s \frac{d x}{d r}$: flux massique du soluté ;

x : fraction massique du soluté dans le solide ;

t : temps ;

D_s : diffusivité (ou coefficient de diffusion) en phase dispersée (solide) ;

r : distance radiale.

La majorité des modèles proposés et utilisés pour décrire le transfert interfacial repose sur l'hypothèse que le changement de phase, stricto sensu, n'est pas l'étape qui limite l'acte global, et que c'est donc le transfert dans l'une et l'autre phase, entre le cœur de celle-ci et l'interface qui détermine la vitesse de transfert.

Pour cela on commence par des développements sur le transfert de matière au sein d'une seule phase, puis entre deux phases.

II.1 TRANSFERT DE MATIERE DANS UNE PHASE

Dans un fluide constitué d'une seule phase, immobile ou en écoulement stationnaire (toutes les grandeurs qui décrivent le fluide sont indépendantes du temps), sitôt qu'existe une hétérogénéité de concentration, on observe une évolution spontanée vers l'uniformité de ces concentrations : cela est dû à la diffusion moléculaire .

Ce phénomène tend à amener tout système à l'équilibre thermodynamique ; Il est donc général.

En effet, l'uniformité des concentrations au sein d'une même phase est caractéristique de l'équilibre thermodynamique, au même titre que l'uniformité des températures.

Les vitesses de transfert de matière se mesurent en flux molaire. Un tel flux est égal au nombre de moles de constituant privilégié (qu'on note A), qui sont transférées par unité de temps et par unité de surface normale à la direction de diffusion.

Dans le cas général, il est nécessaire de distinguer deux expressions de ces flux :

- Le flux \vec{N}_A , rapporté à un repère fixe dans l'espace, qui intègre le transport par le mouvement d'ensemble du fluide et la diffusion moléculaire proprement dite ;
- Le flux \vec{J}_A , qui est le flux dû à la diffusion moléculaire, il est rapporté à un repère local, lié à l'écoulement moyen ; ce repère est animé d'une vitesse égale à la vitesse molaire moyenne \vec{U}_{moy} des constituants par rapport à un repère fixe.

Comme dans le cas du transfert de chaleur, dès que le mouvement du fluide n'est plus stationnaire, le transfert de matière se fait par convection et transport par le mouvement moyen du fluide, et non plus seulement par diffusion moléculaire.

La première loi de Fick donne l'expression du flux de matière dû à la diffusion moléculaire dans le fluide où les interactions entre molécules l'emportent sur les interactions avec les parois c'est à dire les fluides condensés (liquide) dans des conduits macroscopiques.

Cette loi permet d'exprimer le flux molaire du constituant A dû à la diffusion moléculaire (\vec{J}_A). Ce dernier est proportionnel au gradient de concentration de A et à son coefficient de diffusion. Elle exprime également que ce flux a même direction que le gradient de concentration de A et qu'il transporte A des régions où sa concentration est élevée vers celles où elle est faible.

Pour un mélange binaire dont les constituants sont A et B, la loi de Fick a l'expression suivante :

$$\vec{J}_A = -D_{AB} \text{grad } C_A \quad (\text{II.2})$$

avec C_A : concentration de A;

D_{AB} : coefficient de diffusion de A dans B (D_{AB} est caractéristique de A et de B, et dépend de la température).

L'expression de flux de A rapporté à un repère fixe est la suivante:

$$\vec{N}_A = C_A \vec{U}_{\text{moy}} + \vec{J}_A \quad (\text{II.3})$$

où \vec{U}_{moy} est la vitesse moyenne du mélange binaire AB :

$$\vec{U}_{\text{moy}} = \frac{\vec{N}_A + \vec{N}_B}{C_A + C_B} \quad (\text{II.4})$$

EXPRESSION ANALYTIQUE DE LA DIFFUSION MOLECULAIRE

Pour un fluide de constituants A et B en mouvement, l'équation générale de continuité de la mécanique du fluide s'écrit :

$$\rho \left(\frac{\partial U_x}{\partial x} + \frac{\partial U_y}{\partial y} + \frac{\partial U_z}{\partial z} \right) + U_x \frac{\partial \rho}{\partial x} + U_y \frac{\partial \rho}{\partial y} + U_z \frac{\partial \rho}{\partial z} + \frac{\partial \rho}{\partial t} = 0 \quad (\text{II.5})$$

t : temps;

U_x, U_y, U_z : composantes du vecteur vitesse U en un point du fluide de coordonnées (x,y,z);

ρ : masse volumique.

pour un fluide incompressible il vient :

$$\frac{\partial U_x}{\partial x} + \frac{\partial U_y}{\partial y} + \frac{\partial U_z}{\partial z} = 0$$

Si l'on écrit le bilan relatif au seul constituant A, en supposant qu'il est produit par une réaction chimique de vitesse r_A , il vient :

Vitesse de sortie + Vitesse d'accumulation = Vitesse d'entrée + Vitesse de production
ou encore.

$$\left(\frac{\partial N_{Ax}}{\partial x} + \frac{\partial N_{Ay}}{\partial y} + \frac{\partial N_{Az}}{\partial z} \right) + \frac{\partial C_A}{\partial t} = r_A \quad (\text{II.6})$$

en tenant compte de la relation (II.1), et on a

$$N_{Ax} = U_x C_A + J_{Ax}$$

et il vient :

$$U_x \frac{\partial C_A}{\partial x} + U_y \frac{\partial C_A}{\partial y} + U_z \frac{\partial C_A}{\partial z} + C_A \left(\frac{\partial U_x}{\partial x} + \frac{\partial U_y}{\partial y} + \frac{\partial U_z}{\partial z} \right) - D_{AB} \left(\frac{\partial^2 C_A}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial z^2} \right) + \frac{\partial C_A}{\partial t} = r_A$$

C'est l'équation générale de continuité relative au constituant A.

- Pour un fluide immobile ($\vec{U}=0$) et en absence de réaction Chimique ($r_A=0$), on obtient la deuxième loi de Fick:

$$\frac{\partial C_A}{\partial t} = D_{AB} \left(\frac{\partial^2 C_A}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial z^2} \right)$$

La loi de Fick généralisée correspond à la diffusion Stationnaire ($\frac{\partial C_A}{\partial t} = 0$) dans un

fluide incompressible (ρ_A est Constant), et en absence de réaction chimique:

$$U_x \frac{\partial C_A}{\partial x} + U_y \frac{\partial C_A}{\partial y} + U_z \frac{\partial C_A}{\partial z} = D_{AB} \left(\frac{\partial^2 C_A}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C_A}{\partial z^2} \right) \quad (\text{II.8})$$

On considère l'élément de fluide de section droite unitaire, schématisé sur la Figure (II.1)

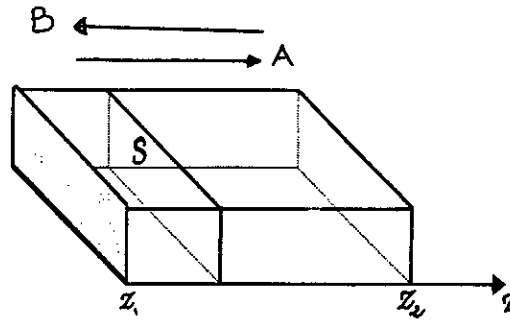


Figure (II.1) élément de section droite unitaire

et on suppose que C_A soit plus élevée à gauche de la surface normale S.

Les deux constituants vont diffuser : A vers la droite suivant la direction z et B dans la direction opposée.

- pour un observateur placé en S, le flux total qui traverse S est :

$$N_t = N_A + N_B$$

par conséquent l'observateur verra passer la matière avec une vitesse moyenne

$$U_{\text{moy}} = \frac{N_t}{C_t} = \frac{N_A + N_B}{C_A + C_B}$$

sachant que :

$$N_A = U_{\text{moy}} C_A + J_A = C_A \frac{N_A + N_B}{C_t} - D_{BA} \frac{\partial C_A}{\partial z}$$

$$N_B = U_{\text{moy}} C_B + J_B = C_B \frac{N_A + N_B}{C_t} - D_{BA} \frac{\partial C_B}{\partial z} \quad (\text{II.9})$$

C_t : concentration totale ($C_t = C_A + C_B$) ;

D_{BA} : coefficient de diffusion de Fick de B dans A.

L'addition membre à membre de ces deux relations montre que $J_A = -J_B$.

ou encore :

$$-D_{AB} \frac{dC_A}{dz} = D_{BA} \frac{dC_B}{dz}$$

Si la concentration totale C_t est constante, on a $D_{AB} = D_{BA}$

Il est possible d'intégrer, entre les abscisses z_1 et z_2 , l'équation (II.9) donnant N_A , dans le cas de la diffusion stationnaire, dans un fluide immobile ou en écoulement stationnaire. Dans ce cas les flux N_A et N_B sont constants si D_{AB} reste constant entre z_1 et z_2 , il vient :

$$N_A = \left(\frac{N_A}{N_A + N_B} \right) \left(\frac{D_{AB} C_t}{z_2 - z_1} \right) \text{Ln} \left(\frac{\frac{N_A}{N_A + N_B} - \frac{C_{A2}}{C_t}}{\frac{N_A}{N_A + N_B} - \frac{C_{A1}}{C_t}} \right) \quad (\text{II.10})$$

avec C_{A1} : concentration de A à l'abscisse z_1 ;

C_{A2} : concentration de A à l'abscisse z_2 .

C_t pour un liquide il vient :

$$C_t = \frac{\bar{\rho}}{\bar{M}}$$

avec $\bar{\rho}$: la masse volumique moyenne de la solution ;

\bar{M} : la masse molaire moyenne de la solution.

Le flux N_A dépend de façon complexe du facteur potentiel ($C_{A1} - C_{A2}$), de la distance ($z_2 - z_1$) et du flux N_B .

DIFFUSION DE - A - A TRAVERS -B- NON DIFFUSANT

Dans ce cas, $N_B = 0$, en reportant cette valeur dans la relation (II.10) et en introduisant la concentration moyenne logarithmique de B, $(C_B)_{ml}$, définie par:

$$(C_B)_{ml} = \frac{C_{B2} - C_{B1}}{\text{Ln} \frac{C_{B2}}{C_{B1}}}$$

Il vient:

$$N_A = \frac{D_{AB} C_t}{(z_2 - z_1) (C_B)_{ml}} (C_{A1} - C_{A2}) \quad (\text{II.11})$$

Le fluide a, du fait de la diffusion, une vitesse molaire moyenne $U_{moy} \neq 0$, telle que

$$N_B = U_{moy} C_B + J_B = 0$$

Dans le cas où la concentration de A est très faible l'équation (II.11) prend une forme simple car, si $C_A \ll C_B$, il vient:

$$(C_B)_{ml} \cong C_B \cong C_1$$

et

$$N_A = \frac{D_{AB}}{z_2 - z_1} (C_{A1} - C_{A2})$$

DIFFUSION TURBULENTE

On reprend les mêmes hypothèses que la diffusion stationnaire, à l'exception de celle relative au caractère stationnaire de l'écoulement qui n'est ici qu'un écoulement permanent.

L'écoulement entre le plan d'abscisse z_1 et z_2 de la figure (II.1) est le plus souvent turbulent.

$$N_{Az} = U_z C_A - D_{AB} \frac{\partial C_A}{\partial z}$$

$$\bar{N}_{Az} = \bar{U}_z \bar{C}_A + \overline{U'_z C'_A} - D_{AB} \frac{\partial \bar{C}_A}{\partial z} \quad (\text{II.12})$$

Le terme $\overline{U'_z C'_A}$ peut être relié de façon symétrique aux fluctuations des vitesses dues à la turbulence, en prenant l'équation de continuité (II.7) et en admettant d'une part qu'il n'y a pas de réaction chimique et d'autres part que le fluide est incompressible, et pour un transfert unidimensionnel.

$$\frac{\partial \bar{C}_A}{\partial x} = \frac{\partial \bar{C}_A}{\partial y} = 0$$

Il vient:

$$\bar{U}_z \frac{\partial \bar{C}_A}{\partial z} - D_{AB} \frac{\partial^2 \bar{C}_A}{\partial z^2} + \left(\overline{U'_x \frac{\partial C'_A}{\partial x}} \right) + \left(\overline{U'_y \frac{\partial C'_A}{\partial y}} \right) + \left(\overline{U'_z \frac{\partial C'_A}{\partial z}} \right) = 0 \quad (\text{II.13})$$

De plus, en dérivant la relation (II.12), on obtient:

$$\bar{U}_z \frac{\partial \bar{C}_A}{\partial z} - D_{AB} \frac{\partial^2 \bar{C}_A}{\partial z^2} + \frac{\partial}{\partial z} \left(\overline{U'_z C'_A} \right) = 0 \quad (\text{II.14})$$

Car si le flux moyen N_{Az} est indépendant du temps, il est également indépendant de la coordonnée d'espace z . La comparaison des relations (II.13) et (II.14) montre que :

$$\frac{\partial}{\partial z} (\overline{U_z' C_A'}) = \overline{U_x'} \frac{\partial C_A'}{\partial x} + \overline{U_y'} \frac{\partial C_A'}{\partial y} + \overline{U_z'} \frac{\partial C_A'}{\partial z}$$

et donc que :

$$\overline{N_{Az}} = \overline{U_z} \overline{C_A} - D_{AB} \frac{\partial \overline{C_A}}{\partial z} + \int_{z_1}^{z_2} \left(\overline{U_x'} \frac{\partial C_A'}{\partial x} + \overline{U_y'} \frac{\partial C_A'}{\partial y} + \overline{U_z'} \frac{\partial C_A'}{\partial z} \right) dz \quad (\text{II.15})$$

N_{Az} qu'il soit exprimé à l'aide de la relation (II.12) ou de la relation (II.15) ne peut pas être calculé analytiquement. Cependant, le terme supplémentaire correspond toujours à un accroissement du flux transféré, par rapport au cas où l'écoulement du fluide est stationnaire. On modélise le phénomène en ajoutant à l'expression du flux stationnaire, un terme de diffusion turbulent :

$$\overline{N_{Az}} = \overline{U_z} \overline{C_A} - D_{AB} \frac{\partial \overline{C_A}}{\partial z} - D_t \frac{\partial \overline{C_A}}{\partial z} \quad (\text{II.16})$$

avec D_t : coefficient de diffusion turbulente.

A la différence du coefficient de diffusion moléculaire D_{AB} , qui dépend uniquement de la nature de A et B et de la température, D_t dépend presque uniquement de l'écoulement, on a peu de moyen de le calculer, si non par des corrélations empiriques.

L'intégration de la relation (II.16) conduit à l'expression.

$$\overline{N_{Az}} = \frac{\overline{N_{Az}}}{\overline{N_{Az}} + \overline{N_{Bz}}} C_t K L n \left(\frac{\frac{\overline{N_{Az}}}{\overline{N_{Az}} + \overline{N_{Bz}}} - \frac{\overline{C_{A2}}}{C_t}}{\frac{\overline{N_{Az}}}{\overline{N_{Az}} + \overline{N_{Bz}}} - \frac{\overline{C_{A1}}}{C_t}} \right) \quad (\text{II.17})$$

avec K : coefficient de transfert de matière ($K = \frac{D_{AB} + D_t}{z_2 - z_1}$); ce coefficient dépend donc de

l'écoulement lorsque celui-ci est turbulent, car alors D_t est très supérieur à D_{AB} .

II.2 TRANSFERT DE MATIERE ENTRE DEUX PHASES

Considérons deux phases 1 et 2 qui contiennent un soluté A, à des concentrations C_1 et C_2 et supposant que seul A est susceptible d'être échangé entre deux phases.

Lorsque le contact des deux phases est réalisé, deux cas sont possibles :

- aucun échange de matière n'a lieu le système est à l'équilibre, on admet que celui-ci est décrit par la relation.

$$C_2 = mC_1$$

avec m coefficient de distribution, généralement fonction des concentrations.

- si les conditions d'équilibre ne sont pas réalisées, une des phases cède du soluté à l'autre de façon que le système s'approche de l'équilibre; si à un instant quelconque les concentrations moyennes de 1 et 2 sont respectivement C_1 et C_2 et en notant:

$$C_1^* = C_2 / m \quad \text{et} \quad C_2^* = m C_1$$

C_i^* : la concentration d'équilibre à la phase i .

La figure (II.2) représente l'allure du profil des concentrations.

Pour que le transfert de A à l'interface ait lieu de la phase 1 vers la phase 2, il faut que l'inégalité suivante soit vérifiée.

$$C_1^i \geq C_1^{i*}$$

avec C_1^i : concentration de A dans la phase 1 à l'interface ;

C_1^{i*} : concentration de A dans la phase 1 à l'interface qui serait en équilibre avec la concentration de A dans la phase 2 à l'interface.

$$C_1^{i*} = C_2^i / m$$

Dans la majorité des cas l'équilibre est réalisé à l'interface $C_2^i = m C_1^i$. Dans le cas contraire, il faut tenir compte de la résistance de l'interface.

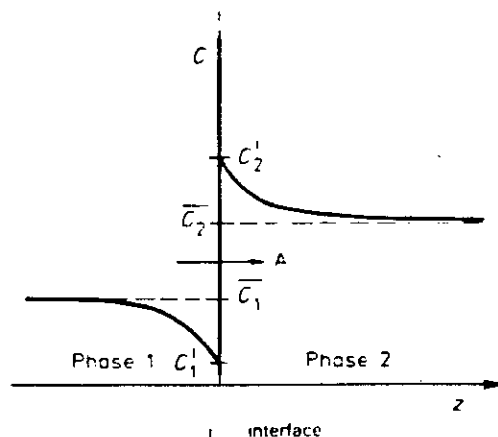


Fig.II.2- Profil de concentration C du soluté A, suivant la direction z du transfert, dans un système à deux phases.

Si le transfert a lieu de la phase 1 vers la phase 2 on définira les coefficients de transfert suivants :

$$k_1 = \frac{N}{\overline{C_1 - C_1^i}} \qquad k_2 = \frac{N}{\overline{C_2^i - C_2}}$$

$$K_1 = \frac{N}{\overline{C_1 - C_1^*}} \qquad K_2 = \frac{N}{\overline{C_2^* - C_2}}$$

avec k_1 et k_2 : coefficients de transfert locaux de A respectivement dans les phases 1 et 2;

K_1 et K_2 : coefficients transferts globaux de A respectivement dans les phases 1 et 2.

Les coefficients de transfert de matière dépendent évidemment des propriétés physico-chimiques du système et des conditions hydrodynamiques.

Plusieurs modèles de prévision des coefficients de transfert de matière entre deux phases ont été élaborés.

II.2.1 MODELE DE LA COUCHE LIMITE

Ce modèle dû à Lewis et Whitman repose sur les hypothèses qui suivent :

- la phase considérée est partagée en deux régions distinctes (figure II.3);
- le cœur de la phase où l'agitation turbulente homogénéise les concentrations selon la direction normale à l'axe du transfert, les concentrations y sont constantes suivant la direction précisée ;
- une couche mince au voisinage de l'interface, dite couche limite, où le fluide est en écoulement laminaire ;
- le transfert de matière est gouverné dans cette couche limite par la diffusion moléculaire unidirectionnelle stationnaire ;
- l'équilibre est réalisé à l'interface.

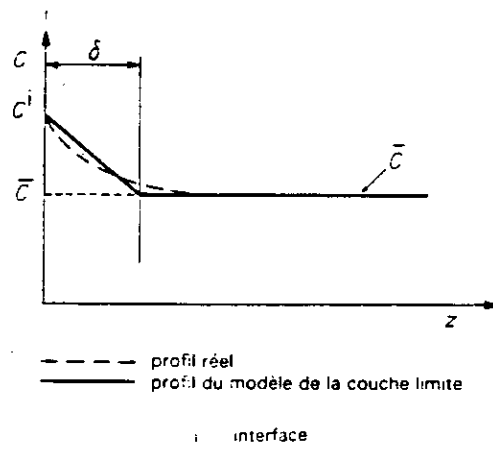


Fig. II.5- Profil de concentration C du soluté A suivant la direction z du transfert, pour le modèle de la couche limite.

Pour le calcul du coefficient de transfert local de la phase pour ce modèle on pose :

$$a = \frac{N_A}{N_A + N_B}$$

avec N_B flux molaire rapporté à un point fixe des constituants autres que A. l'équation (II.10) devient :

$$N_A = \frac{C_t}{\left(C_t - \frac{C}{a}\right)_{ml}} \frac{D}{\delta} (C_i - \bar{C}) \quad (\text{II.18})$$

avec C : concentration de A dans la phase considérée ;

C_t : concentration totale dans la phase considérée ;

D : coefficient de diffusion de A dans la phase considérée ;

δ : épaisseur de la couche limite.

et

$$\left(C_t - \frac{C}{a}\right)_{ml} = \frac{C_i - \bar{C}}{a \ln \left(\frac{C_t - \bar{C}/a}{C_t - C_i/a}\right)}$$

le coefficient de transfert k local dans la phase considérée est donné par:

$$k = \frac{C_t}{\left(C_t - \frac{C}{a}\right) \delta} \frac{D}{\delta}$$

Le modèle de la couche limite fournit un coefficient de transfert proportionnel à D .

II.2.2 MODELE DE LA PENETRATION

On a les hypothèses suivantes :

- le cœur de la phase à laquelle on applique le modèle est parfaitement agité ;
- des éléments issus du cœur viennent à l'interface; ils y séjournent tous un temps identique au cours duquel il échangent de la matière avec l'autre phase par des mécanismes de diffusion moléculaire unidirectionnel, avant de retourner se mélanger avec le cœur de la phase;
- les temps de contact sont tels que le profil stationnaire de concentrations n'est pas établi;
- l'équilibre est réalisé à l'interface.

La figure (II.4) schématise le cycle suivi par un élément.

Dans le cas où la concentration du constituant A est suffisamment faible, Le transfert est alors décrit par la deuxième loi de Fick:

$$\frac{\partial C(t, z)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(t, z)}{\partial z^2} \quad (\text{II.19})$$

avec t : temps ;

z : distance dans la direction du transfert.

Les condition aux limites appropriées sont:

$$C(t, 0) = C^i, \quad \forall t \geq 0$$

$$C(0, z) = \bar{C}, \quad \forall z > 0$$

$$C(t, \infty) = \bar{C}, \quad \forall t \geq 0$$

L'intégration de l'équation (II.19) donne

$$C(t, z) = \bar{C} + (C^i - \bar{C}) \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{z}{2(Dt)^{\frac{1}{2}}} \right) \right]$$

avec erf fonction erreur

Le flux de matière instantané est déduit simplement :

$$N(t) = -D \left(\frac{\partial C}{\partial z} \right)_{z=0} = (C^i - \bar{C}) \left(\frac{D}{\pi t} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.20})$$

en notant θ_p le temps de séjour des éléments à l'interface le flux moyen est:

$$\bar{N} = \frac{1}{\theta_p} \int_0^{\theta_p} (C^i - \bar{C}) \left(\frac{D}{\pi t} \right)^{\frac{1}{2}} dt = (C^i - \bar{C}) 2 \left(\frac{D}{\pi \theta_p} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.21})$$

le coefficient de transfert moyen local est donné par

$$k^0 = 2 \left(\frac{D}{\pi \theta_p} \right)^{\frac{1}{2}}$$

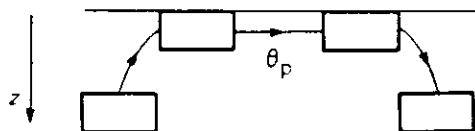


Fig.II 4- Cycle suivi par un élément, pour le modèle de la pénétration.

Le modèle de pénétration fournit un coefficient de transfert proportionnel à $D^{1/2}$.

II.2.3 MODELE DU RENOUELEMENT DE L'INTERFACE

Ce sont les mêmes hypothèses que dans le modèle de la pénétration, sauf celle concernant le temps de séjour à l'interface. Cette dernière hypothèse est remplacée par la suivante :

- la probabilité de renouvellement de l'interface est constante (ou la probabilité de remplacement d'un élément participant à l'échange est indépendante de la durée de son séjour à l'interface).

Il existe une fonction de distribution des temps de séjour :

$$J(\theta) = - \exp\left(\frac{-\theta}{\bar{\theta}}\right)$$

Pour le calcul du coefficient de transfert moyen local de ce modèle on se place dans le cas où $C \ll C_i$ et on calcule k^0 .

Par dérivation de la distribution des temps de séjour $J(\theta)$, on obtient :

$$J'(\theta) = \frac{1}{\bar{\theta}} \exp\left(-\theta/\bar{\theta}\right)$$

avec $\bar{\theta}$: temps de séjour moyen.

Le flux transféré est donné par :

$$N = \int_0^{\infty} N(\theta) J'(\theta) d\theta \quad (\text{II.22})$$

en utilisant la relation (II.20), il vient :

$$N = (C' - \bar{C}) \left(\frac{D}{\theta} \right)^{\frac{1}{2}}$$

ce qui donne le coefficient de transfert moyen :

$$k^o = (D/\bar{\theta})^{\frac{1}{2}}$$

Il est possible de construire des modèles synthétiques en rejetant simultanément, et le régime stationnaire établi immédiatement et la distribution du soluté par le truchement unique de la diffusion moléculaire.

II.2.4 MODELES SYNTHETIQUES

II.2.4.1 MODELE DE LA COUCHE LIMITE - PENETRATION

L'intégration de l'équation (II.19) avec la condition limite $C(t, \Delta z) = C$:

$$k^o = \frac{D}{\Delta z} \left[1 + \frac{(\Delta z)^2}{2D\theta_p} - \frac{(\Delta z)^2}{D\theta_p} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp\left(-\frac{\pi^2 n^2 D \theta_p}{(\Delta z)^2}\right) \right] \quad (\text{II.23})$$

avec θ_p : temps de séjour(constant).

II.2.4.2 MODELE DE LA COUCHE LIMITE - RENOUVELLEMENT DE L'INTERFACE

Avec une distribution des temps de séjour telle que :

$$J'(\theta) = \frac{1}{\bar{\theta}} \exp(-\theta/\bar{\theta})$$

l'intégration de (II.19) conduit à :

$$k^o = \left(\frac{D}{\theta} \right)^{\frac{1}{2}} ch \left(\frac{\Delta z}{(D\bar{\theta})^{\frac{1}{2}}} \right)$$

II.3 CAS OU L'UNE DES PHASES EST DISPERSEE DANS L'AUTRE

Tous ces modèles de transfert de matière entre deux phases présentés déjà, supposent que les volumes des deux phases sont très grands devant ceux des couches limites ils supposent également que les cœurs des phases sont homogènes.

Ces hypothèses ne sont pas satisfaites lorsque l'une des phases est dispersée dans l'autre sous forme de particules. Les particules parcourent une certaine trajectoire durant laquelle le transfert de matière se fait le plus souvent, dans des conditions incompatibles avec l'application des modèles déjà cités. Des modèles particuliers ont été élaborés, on les présente dans le cadre des hypothèses suivantes correspondantes aux cas les plus usuels :

- le soluté échangé est en faible concentration ;
- la résistance au transfert $1/k^0$ est localisée dans la particule ;
- la concentration à l'interface est constante et la résistance à l'interface est nulle .

Pour déterminer la relation entre le coefficient de transfert et l'efficacité d'extraction, on suppose que :

- la particule est sphérique de diamètre d ;
- le coefficient de diffusion D dans la particule est constant ;
- la particule cède de la matière à la phase continue $\bar{c}(t) > c^i$

avec $\bar{C}(t)$ concentration moyenne de soluté A dans la particule à un instant quelconque t .

Le bilan matière exprime l'égalité du nombre de moles transférées et du nombre de moles accumulées pendant le temps dt , il s'écrit :

$$k^o(t) \pi d^2 (\bar{C}(t) - C^i) dt = - \frac{\pi d^3}{6} d(\bar{C}(t)) \quad (II.24)$$

avec $k^o(t)$ coefficient de transfert instantané local de la particule.

En intégrant entre $t=0$ et $t=\theta$ on obtient le coefficient de transfert moyen local $k^o(\theta)$ de la particule.

$$k^o(\theta) = - \frac{d}{6\theta} \operatorname{Ln} \frac{\bar{C}(\theta) - C^i}{C^0 - C^i}$$

avec C^0 concentration de A dans la particule à $t=0$.

Cette relation peut encore s'écrire sous la forme :

$$k^{\circ}(\theta) = -\frac{d}{6\theta} \operatorname{Ln}(1 - \eta_{\theta}) \quad (II.25)$$

avec η_{θ} fraction extraite ou efficacité d'extraction à l'instant θ :

$$\eta_{\theta} = \frac{C^{\circ} - \bar{C}(\theta)}{C^{\circ} - C^i}$$

II.3.1 MODELE DE LA SPHERE RIGIDE

Le transfert a lieu par des mécanismes moléculaires. Les concentrations sont indépendantes de la position angulaire, (il y a symétrie sphérique).

La deuxième loi de Fick s'écrit en coordonnées sphériques:

$$\frac{\partial C(r,t)}{\partial t} = D \left[\frac{\partial^2 C(r,t)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial C(r,t)}{\partial r} \right] \quad (II.26)$$

avec $C(r, t)$ concentration de A à la distance r du centre de la particule et à l'instant t .

Les conditions aux limites sont :

$$\begin{aligned} C(r, 0) &= C^{\circ} \quad \forall r < R ; \\ C(R, t) &= C^i \quad \forall t > 0 ; \\ C^i &\leq C(r, t) \leq C^{\circ} \quad \forall r \leq R \text{ et } \forall t \geq 0 . \end{aligned}$$

L'intégration conduit à :

$$C(r,t) = C^i + \frac{1}{r} \sum_{n=1}^{\infty} U_n \sin(\delta_n r) \exp(-\delta_n^2 D t) \quad (II.27)$$

avec $\delta_n = \frac{2n\pi}{d}$

$$U_n = (-1)^{n+1} \frac{d}{n\pi} (C^{\circ} - C^i)$$

l'efficacité de l'extraction au bout d'un temps θ est :

$$\eta_{\theta} = 1 - \frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp\left(-\frac{4Dn^2\pi^2\theta}{d^2}\right) \quad (II.28)$$

on obtient le coefficient de transfert moyen particulier à l'instant θ :

$$k^{\circ}(\theta) = \frac{d}{6\theta} \operatorname{Ln} \left[\frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp\left(-\frac{4Dn^2\pi^2\theta}{d^2}\right) \right] \quad (II.29)$$

- pour les grandes valeurs de $\frac{D\theta}{d^2}$:

- si $\frac{D\theta}{d^2} > 4 \cdot 10^{-3}$, seul le 1^{er} terme de la série de l'équation (II.29) est significatif, on obtient :

$$k^0(\theta) = \frac{2\pi^2 D}{3d} - \frac{d}{6\theta} \operatorname{Ln} \frac{6}{\pi^2}$$

- si $\frac{D\theta}{d^2} > 0,1$, le second terme de l'équation ci-dessus est négligeable; k^0 ne dépend pas de θ et il vient :

$$k^0 = \frac{2\pi^2 D}{3d}$$

- pour les faibles valeurs; $\frac{D\theta}{d^2} < 4 \cdot 10^{-3}$ la relation (II.28) devient :

$$\eta_\theta = 12 \left(\frac{D\theta}{\pi d^2} \right)^{\frac{1}{2}}$$

avec $\operatorname{Ln}(1 - \eta_\theta) = -\eta_\theta$ on obtient, d'après (II.25)

$$k^0(\theta) = 2 \left(\frac{D}{\pi\theta} \right)^{\frac{1}{2}}$$

II.4 CALCUL DES COEFFICIENTS DE TRANSFERT GLOBAUX

Lorsque les concentrations à l'interface sont constantes, le flux molaire d'un soluté d'une phase 1 vers une phase 2 prend, quel que soit le modèle, la forme :

$$N = k_1 (\bar{C}_1 - C_1^i) \quad (\text{dans la phase 1})$$

ou

$$N = k_2 (C_2^i - \bar{C}_2) \quad (\text{dans la phase 2})$$

(II.31)

en l'absence de résistance interfaciale, on a $C_2^i = mC_1^i$.

Dans le cas particulier où m est constant, en supposant que l'équilibre est atteint à l'interface on peut éliminer C_1^i et C_2^i entre les deux équations précédentes. On obtient :

$$N = \frac{1}{1/k_1 + 1/mk_2} (\bar{C}_1 - \bar{C}_1^*) \quad \text{avec} \quad \bar{C}_1^* = \frac{\bar{C}_2}{m}$$

ou

$$N = \frac{1}{m/k_1 + 1/k_2} (\bar{C}_2^* - \bar{C}_2) \quad \text{avec} \quad \bar{C}_2^* = m\bar{C}_1$$

en notant K_1 et K_2 les coefficients de transfert globaux relatifs respectivement aux phases 1 et 2, il vient :

$$\frac{1}{K_1} = \frac{1}{k_1} + \frac{1}{mk_2}$$

$$\frac{1}{K_2} = \frac{m}{k_1} + \frac{1}{k_2} = \frac{m}{K_1}$$

Dans le cas général m est une fonction des concentration [5].

CHAPITRE III

TRANSFERT DE MATIERE

DANS LES ECOULEMENTS

Dans les appareils où sont effectuées les séparations par transfert de matière se produisent les phénomènes d'une complexité telle qu'ils défient toute tentative de description quantifiée exacte. Les écoulements y sont le plus souvent turbulents et presque toujours diphasiques, à ces phénomènes s'ajoutent ceux de transfert de chaleur et de matière qui, dépendant eux même des écoulements, peuvent en retour les modifier. C'est en fait un des problèmes les plus complexes de la physico-chimie macroscopique.

Or la mécanique des fluides elle-même ne connaît pas les solutions exactes aux équations de Navier Stokes, dans le cas général d'un fluide en écoulement turbulent. On a donc été conduit, pour décrire ces écoulements, à utiliser des modèles.

III.1 MODELES D'ÉCOULEMENTS

III.1.1 MODELES IDEAUX

III.1.1.1 ÉCOULEMENT « PISTON »

C'est le comportement limité d'un fluide en écoulement turbulent dans un tuyau, l'écoulement est unidirectionnel. Chaque tranche se déplace avec une vitesse uniforme. Dans un plan perpendiculaire à l'écoulement, toutes les grandeurs sont identiques (concentration, température, etc ...) sauf éventuellement à la périphérie de la veine fluide, dans une couche suffisamment mince pour que l'incidence de l'existence de cette couche sur l'expression des différents flux soit négligeable.

Si dans un appareil de section S , circule un fluide de débit massique Q_m de masse volumique ρ_L , de débit volumique $Q = Q_m / \rho_L$, de vitesse linéaire $u = Q / S$ et s'il contient un constituant quelconque A tel que C_A et x_A soit respectivement sa concentration et sa fraction massique, ces grandeurs seront des fonctions d'une coordonnée d'espace seulement et du temps.

Dans un même appareil, plusieurs fluides peuvent circuler en écoulement piston, en général on rencontre les écoulements diphasiques à courants parallèles, ceux-ci peuvent être de même sens (co-courant) ou de sens contraires (contre - courant). Mais dans le cas de courants parallèles de sens contraires, la vitesse relative des deux phases est limitée (phénomène d'engorgement), ce qui pratiquement, n'est pas vrai dans le cas des courants parallèles de même sens.

III.1.1.2 ECOULEMENT «PARFAITEMENT AGITE »

L'écoulement parfaitement agité représente le cas où les tourbillons l'emportent largement sur la vitesse globale.

Dans un volume V où circule un débit volumique Q , toute portion du fluide qui entre est immédiatement mélangée. En conséquence, en tout point du volume V , C_A , T , etc. sont les mêmes (sauf dans une couche extrêmement mince à la périphérie du fluide). Les grandeurs C_A, T etc. mesurées au déversoir sont les mêmes que dans la masse du fluide.

On ne peut donc définir ni vitesse ni flux de matière ou de chaleur à travers une surface quelconque passant à l'intérieur du volume V on ne peut définir que le temps de séjour.

$$\bar{\theta} = V/Q \quad (\text{III.1})$$

III.1.2 MODELES NON IDEAUX

III.1.2.1 MODELE «PISTON - DIFFUSION »

L'homogénéisation longitudinale des concentrations par mélange dû aux tourbillons y est modélisée de façon suivante. Le fluide est en écoulement piston et les solutés sont transportés par deux mécanismes : le mouvement d'ensemble du fluide et une diffusion longitudinale turbulente de diffusivité D_t qui est le paramètre adaptable du modèle.

Formellement, cette diffusion est identique à la diffusion de Fick mais D_t dépend surtout de l'appareil et de l'écoulement, et très peu du corps qui diffuse.

En notant Z la longueur de l'appareil, on peut suivre l'évolution de la concentration d'un traceur A , au cours du temps, dans une tranche élémentaire comprise entre z et $z + dz$, de volume dV , $dV = Sdz$.

la masse de A entrant dans la tranche, entre t et (t + dt) est :

$$\left(QC_A(z, t) - S D_t \frac{\partial C_A(z, t)}{\partial z} \right) dt \quad (\text{III.2})$$

la masse de A sortant de la tranche, entre t et (t + dt) est :

$$\left(QC_A(z + dz, t) - S D_t \frac{\partial C_A(z + dz, t)}{\partial z} \right) dt \quad (\text{III.3})$$

la masse de A accumulée dans la tranche, entre t et (t + dt) est :

$$\left(C_A(z, t + dt) - C_A(z, t) \right) dV \quad (\text{III.4})$$

on a, bien sûr, entrée = sortie + accumulation et l'on obtient finalement :

$$D_t \frac{\partial^2 C_A}{\partial z^2} - u \frac{\partial C_A}{\partial z} = \frac{\partial C_A}{\partial t} \quad (\text{III.5})$$

en utilisant les variables réduites :

$$z_r = z/Z \quad \text{et} \quad t_r = t/\theta = u t/Z$$

le nombre de Peclet s'écrit :

$$Pe = u Z / D_t \quad (\text{III.6})$$

et l'équation différentielle devient :

$$\frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 C_A}{\partial z_r^2} - \frac{\partial C_A}{\partial z_r} = \frac{\partial C_A}{\partial t_r} \quad (\text{III.7})$$

Suivant que, à chaque extrémité, l'appareil est ouvert ou fermé à la diffusion, les conditions aux limites ne sont pas les mêmes.

- Si l'appareil est «ouvert à la diffusion» sa frontière est plus ou moins artificielle et les conditions aux limites sont simplement l'existence et la continuité des dérivées partielles de $C_A(z, t)$. Dans ce cas $J(t)$ a une forme gaussienne:

$$2J(t) = 1 - \operatorname{erf} \left[\frac{1}{2} \sqrt{Pe} \frac{1 - \frac{t}{\theta}}{\sqrt{\frac{t}{\theta}}} \right] \quad (\text{III.8})$$

Cette relation permet de déterminer Pe expérimentalement pour un appareil (en ajustant par exemple $J(t)$ à des résultats de mesures).

- Si l'appareil est « fermé à la diffusion » (il reçoit et émet les flux par des ajustages très inférieurs en diamètre à son diamètre propre par exemple), les conditions aux limites convenables sont celles de Danckwerts. Elles expriment la continuité des flux de la façon suivante :

- A la sortie il faut exprimer que la limite de $\left(-D_i S \frac{\partial C_A}{\partial z}\right)$ est nulle quand z tend vers Z par valeurs inférieures.

comme D_i et S ne sont pas nulles, cela impose que la limite de $\left(\frac{\partial C_A}{\partial z}\right)$ soit nulle :

$$z \rightarrow Z^- ; \quad \lim \left(\frac{\partial C_A}{\partial z} \right) = 0 \quad (III.9)$$

- A l'entrée au contraire, il vient en notant C_A^0 la concentration de A dans le flux d'alimentation :

$$QC_A^0 = \lim \left[QC_A - D_i S \frac{\partial C_A}{\partial z} \right] \quad (III.10)$$

quand z tend vers zéro par valeurs supérieures, cette relation peut se mettre sous la forme :

$$z \rightarrow 0^+ ; \quad C_A^0 = \lim \left[C_A - \frac{1}{Pe} \frac{\partial C_A}{\partial z_r} \right] \quad (III.11)$$

Dans ces conditions l'intégration de l'équation différentielle (III.5) est extrêmement délicate et l'on a recours à des valeurs tabulées ou à des abaques. On préfère souvent mesurer le nombre de Peclet en injectant le traceur à l'intérieur de l'appareil, ce qui permet d'utiliser les relations établies pour les appareils « ouverts à la diffusion ».

III.2 MODELISATION DU TRANSFERT DE MATIERE

Lors de l'extraction solide - liquide, le passage du soluté se trouvant dans le solide vers le liquide peut être décrit par la diffusion moléculaire qu'on exprime à l'aide de la première et deuxième loi de Fick.

Le problème que l'on rencontre quand on a un solide végétal, c'est la non-uniformité de la structure.

Dans ce sens on décrit deux modèles. Dans le premier; l'hypothèse consiste à dire que l'on a un solide homogène et le coefficient de diffusion est un coefficient apparent. Dans le deuxième modèle, on définit deux concentrations du soluté dans la particule, celle qui concerne le solide proprement dit et celle qui concerne le liquide enfermé dans les pores et le vide de la particule.

Nous allons présenter dans ces deux cas les équations qui décrivent le transfert de matière, dans un appareil fonctionnant en continu et à contre courant.

III.2.1 SOLIDE HOMOGENE

Le cas le plus fréquent c'est la seconde loi de Fick qui est utilisée, elle est utilisée pour des solides de différentes géométrie :

- plaque infinie
- cylindre infini
- sphère

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \frac{1}{r^{\delta-1}} \frac{\partial}{\partial r} \left(r^{\delta-1} D_s \frac{\partial X}{\partial r} \right) \quad (\text{III.12})$$

δ étant un facteur de forme; il vaut 1 pour une plaque plane, 2 pour un cylindre et 3 pour une sphère.

Pour la résolution de cette équation, il est souvent supposé que $X = X_0 \quad \forall r$ au temps

$$t = 0 \quad \text{et que} \quad \frac{\partial X}{\partial r} = 0 \quad \text{pour} \quad r = 0$$

on définit le nombre de Biot :

$$B_i = \frac{k_L m R}{D_s}$$

et puisque B_i est souvent élevé, il est supposé que $X = Y/m$ pour $t > 0, r = R$

Selon ces hypothèses la solution la plus utilisée c'est les séries exponentielles qui s'expriment en général comme suit :

$$(\bar{X} - X^*) / (X_0 - X^*) = (Y - Y^*) / (Y_0 - Y^*) = \sum_{i=0}^{\infty} C_i \exp(-q_i^2 \tau) \quad (\text{III.13})$$

les q_i sont fonctions des conditions aux limites, les C_i sont fonctions des conditions aux limites et des conditions initiales et du procédé.

avec B_i : nombre de transfert de Biot ($k_1 m R / D_s$);

R : dimension caractéristique du solide ;

k_1 : coefficient de transfert dans la phase liquide ;

Y : concentration du soluté dans la phase liquide;

\bar{X} : concentration moyenne du soluté dans le solide;

X^* : valeur de X à l'équilibre;

X_0 : valeur initiale de X ;

Y^* : valeur de Y à l'équilibre;

Y_0 : valeur initiale de Y à l'équilibre;

C_i : ième coefficient dans les solutions de la 2^{ème} loi de Fick;

q_i : ième valeur dans les solutions de la 2^{ème} loi de Fick;

τ : nombre de Fick $D_s t / R^2$.

Les solutions pour la seconde loi de Fick ont été développées pour l'extraction en continu à contre courant dont on néglige les effets de mal distribution et de la dispersion axiale:

$$W(t) = \sum_{i=1}^{\infty} C_i \exp(q_i^2 \tau) \quad (\text{III.14})$$

Cette équation est similaire à celle de l'équation (III.13) mais ici les q_i et C_i sont définis différemment

Lorsque $\alpha < 1.0$, $C_0 \exp(q_0^2 \tau)$ sera ajouté à la partie droite de l'équation (III.14) :

$$W(t) = \sum_{i=1}^{\infty} C_i \exp(q_i^2 \tau) + C_0 \exp(q_0^2 \tau)$$

avec α est défini comme suit :

$$\alpha = V_L m / V_S = Q_L m / Q_S$$

avec

V_L : volume de l'extrait ;

V_S : Volume du solide ;

Q_L : débit volumique de l'extrait ;

Q_S : débit volumique du solide.

Lorsque $\alpha = 1$, $w(t)$ est donné par l'équation suivante :

$$W(t) = G\tau + P - \sum_{i=1}^{\infty} C_i \exp(-q_i^2 \tau) \quad (\text{III.15})$$

Les paramètres C_o , q_o , C_i et q_i et les valeurs de G et de P sont présentées dans les tableaux (III.1) et (III.2) pour différentes formes géométriques du solide.

Ces équations ne sont valables que lorsque B_i est infini, qui est une bonne approximation pour la majorité des systèmes d'extraction en continu.

Les rendements d'extraction, $\eta = Q_L Y_{\text{sortie}} / Q_s X_0$ (III.16)

sont donnés par les équations suivantes :

$$\alpha \neq 1.0 \quad \eta = \frac{\alpha(1 - W(\theta))}{\alpha - W(\theta)} \quad (\text{III.17})$$

$$\alpha = 1.0 \quad \eta = \frac{W(\theta)}{1 + W(\theta)} \quad (\text{III.18})$$

où $W(\theta)$ représente $W(t)$ lorsque $t = \theta$

Y_{sortie} : Y de l'extrait à la sortie de l'appareil ;

θ : le temps de séjour du solide dans l'appareil .

TABLEAU (III.1)

C_i et q_i pour l'équation (III.14) lorsque $\alpha \neq 1$

Forme du solide	q_i	C_i
Plaque infinie	$\frac{\tan(q_i)}{\alpha}$	$\frac{2 \alpha(\alpha-1)}{(\alpha q_i)^2 - (\alpha-1)}$
Cylindre infini	$\frac{2j_1(q_i)}{\alpha j_0(q_i)}$	$\frac{4 \alpha(\alpha-1)}{(\alpha q_i)^2 - (\alpha-1) \times 4}$
Sphère	$\frac{(3 - \alpha q_i^2) \tan(q_i)}{3}$	$\frac{6 \alpha(\alpha-1)}{(\alpha q_i)^2 - (\alpha-1) \times 3}$

Avec J_1 : fonction de Bessel d'ordre 1 ;

J_0 : fonction de Bessel d'ordre 0 .

q_i : est solution de l'équation citée

TABLEAU (III.2)

C_i lorsque $\alpha = 1$

Forme du solide	C_i	G	p	q_0	C_0
Plaque infini	$\frac{2}{q_i^2}$	3	6/5	$\frac{\tanh(q_0)}{\alpha}$	$\frac{2\alpha(1-\alpha)}{(\alpha q_0)^2 - (1-\alpha)}$
Cylindre infini	$\frac{4}{q_i^2}$	8	4/3	$\frac{2I_1(q_0)}{\alpha I_0(q_0)}$	$\frac{4\alpha(1-\alpha)}{(\alpha q_0)^2 - 4(1-\alpha)}$
Sphère infini	$\frac{6}{q_i^2}$	15	10/7	$\frac{(3+\alpha q_0^2)\tanh(q_0)}{3}$	$\frac{6\alpha(1-\alpha)}{(\alpha q_0)^2 - 9(1-\alpha)}$

avec I_0 : fonction de Bessel modifiée d'ordre 0

I_1 : fonction de Bessel modifiée d'ordre 1

les valeurs $(1-\eta)$ obtenues à partir des équations (III.14), (III.15), (III.17), sont portées en fonction de τ pour des particules sphériques avec pour paramètres α figure (III.1).

Les valeurs $\bar{X}(t)$ et $Y(t)$, les concentrations du solide et du liquide tout au long de l'extracteur sont :

$$\alpha \neq 1.0 \quad \frac{\bar{X}(t)}{X_0} = \frac{\alpha W(t) - W(\theta)}{\alpha - W(\theta)} \quad (\text{III.19})$$

$$\alpha \neq 1.0 \quad \frac{Y(t)}{mX_0} = \frac{W(t) - W(\theta)}{\alpha - W(\theta)} \quad (\text{III.20})$$

$$\alpha = 1.0 \quad \frac{\bar{X}(t)}{X_0} = \frac{1 + W(\theta) - W(t)}{1 + W(\theta)} \quad (\text{III.21})$$

$$\alpha = 1.0 \quad \frac{Y(t)}{mX_0} = \frac{W(\theta) - W(t)}{1 + W(\theta)} \quad (\text{III.22})$$

II.2.2 MODELE DE TRANSFERT EN CONSIDERANT LE SOLIDE HETEROGENE

On considère une sphère unique, l'équation différentielle, donnant la relation entre la concentration du soluté dans le liquide renfermé dans le solide $X(r,t)$ et celle dans le solide proprement dit $\omega(r, t)$, en tenant compte de la symétrie sphérique, est la suivante :

$$D_s \left(\frac{\partial^2 X}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial X}{\partial r} \right) = \frac{\partial X}{\partial t} + \frac{1}{\varepsilon} \frac{\partial \omega}{\partial t} \quad (\text{III.23})$$

avec X : Concentration du soluté dans le liquide renfermé;
 ω : concentration du soluté dans le solide proprement dit;
 r : distance radiale;
 t : temps ;
 ε : porosité des particules

Si Δt est le temps nécessaire pour qu'une particule traverse une distance Δz , l'écoulement des particules est uniforme, elles auront une vitesse constante : $v = \frac{dz}{dt}$

L'équation (III.23) peut s'écrire :

$$D_s \left(\frac{\partial^2 X}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial X}{\partial r} \right) = v \frac{\partial X}{\partial z} + \frac{v}{\varepsilon} \frac{\partial \omega}{\partial z} \quad (\text{III.24})$$

avec v : vitesse constante des particules ;
 z : distance parcourue par les particules à partir du haut de la colonne .;

On considère un volume élémentaire formé par la section de la colonne et de hauteur dz ; le solide qui traverse ce volume cède la même quantité de soluté que le liquide gagne en traversant le même volume, alors si N_{ms} est le flux massique du solide traversant la colonne, en appliquant la première loi de Fick, la matière transférée dans le volume dz par unité de temps est :

$$\frac{3D_s \varepsilon N_{ms}}{R \rho_s v} \left(\frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} dz \quad (\text{III.25})$$

avec N_{ms} : flux massique du solide dans la colonne ;

R : rayon extérieur des sphères ;

ε : La porosité de la sphères.

Le soluté transféré à la phase liquide dans le même volume est :

$$\left(\frac{N_{ml}}{\rho_l} \right) dY$$

avec N_{ml} : flux de liquide ;

ρ_l : Masse volumique du liquide ;

Y : Concentration en soluté dans le liquide.

l'équation (III.25) devient :

$$\frac{3D_s \varepsilon N_{ms} \rho_l}{R \rho_s N_{ml} v} \left(\frac{dX}{dr} \right)_{r=R} = \frac{dY}{dz} \quad (\text{III.26})$$

L'égalité des flux conduit à

$$D_s \left(\frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} = k_L (Y - X) \quad (\text{III.*})$$

Si k_L est très élevé on a :

$$X(R, z) = Y(z)$$

Les conditions initiales :

$$Y = Y_0$$

$$X = X_0 \quad \text{pour } z = 0$$

$$\omega = \omega_0$$

On peut supposer qu'un équilibre est atteint entre le soluté dans le solide, et celui dans la fraction du vide du solide. La relation entre ω et X peut s'écrire :

$$\omega = m'X + m'_0$$

avec m' et m'_0 des constantes, m'_0 pouvant être nulle à partir de ces conditions l'équation (III.24) peut s'écrire :

$$\gamma \left(\frac{\partial^2 X}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial X}{\partial r} \right) = \frac{\partial X}{\partial z} \quad (\text{III.27})$$

avec

$$\gamma = \frac{D_s \varepsilon}{v(m' + \varepsilon)}$$

On définit la notation suivante :

$$\beta = \frac{3N_{ms} \rho_l (m' + \varepsilon)}{\rho_s N_{ml}} \quad (\text{III.28})$$

Le problème est résolu dans deux cas : $\beta \neq 3$ et $\beta = 3$
 pour $\beta \neq 3$: $\beta > 3$

$$\frac{Y(z) - X_0}{Y_0 - X_0} = 1 - 2\beta \sum_{i=1}^{\infty} \frac{1 - \exp\left(-\frac{e_i^2 \delta z}{R^2}\right)}{e_i^2 \left(\frac{1}{B_i} - 1\right) + 3\beta - \left(\frac{e_i^2}{B_i} + \beta\right)^2} - \frac{2\beta \left[1 - \exp\left(\frac{\mu^2 \delta z}{R^2}\right)\right]}{\mu^2 \left(1 - \frac{1}{B_i}\right) + 3\beta - \left(\beta - \frac{\mu^2}{B_i}\right)^2} \quad (III.29)$$

avec B_i : nombre de Biot ;

e_i : sont les racines positives de l'équation :

$$e \cot e = \frac{\beta + \left(\frac{1}{B_i} - 1\right) e^2}{\beta + \frac{e^2}{B_i}}$$

μ : est la racine positive de l'équation :

$$\mu \coth \mu = \frac{\beta + \left(1 - \frac{1}{B_i}\right) \mu^2}{\beta - \frac{1}{B_i} \mu^2}$$

pour $\beta < 3$

$$\frac{Y(z) - X_0}{Y_0 - X_0} = 1 - 2\beta \sum_{i=1}^{\infty} \frac{\left[1 - \exp\left(-\frac{e_i^2 \delta z}{R^2}\right)\right]}{e_i^2 \left(\frac{1}{B_i} - 1\right) + 3\beta - \left(\frac{e_i^2}{B_i} + \beta\right)^2} \quad (III.30)$$

$\beta = 3$

$$\frac{Y(z) - X_0}{Y_0 - X_0} = 1 + \frac{15\delta z}{R^2 \left(1 + \frac{5}{B_i}\right)} + 6 \sum_{i=1}^{\infty} \frac{\left[1 - \exp\left(-\frac{e_i^2 \delta z}{R^2}\right)\right]}{e_i^2 \left[1 + \frac{1}{B_i} \left(5 + \frac{e_i^2}{B_i}\right)\right]} \quad (III.31)$$

pour des coefficients très élevés

donc $B_i \rightarrow \infty$

donc $1/B_i \rightarrow 0$ les équations (III.29), (III.30) se trouvent notablement simplifiées.

Ces équations peuvent être utilisées pour calculer la hauteur d'une colonne d'extraction par la méthode des essais successifs.

Dans le cas où on pourrait négliger la série infinie.

$$z = \frac{R^2}{\mu^2 \varepsilon} \operatorname{Ln} \left[\frac{Y - Y_0}{Y_0 - X_0} A + 1 \right] \quad (III.32)$$

Avec :

$$A = \frac{\mu^2 \left(1 - \frac{1}{B_i}\right) + 3\beta - \left(\beta - \frac{1}{B_i} \mu^2\right)^2}{2\beta} \quad (III.33)$$

Lorsque l'équilibre n'est pas atteint entre la concentration du soluté dans le solide et celle dans le liquide enfermé dans le solide, la relation entre ces deux dernières doit être connue pour pouvoir résoudre le problème.

Cette expression cinétique est une fonction de température, concentration en soluté et le système lui-même.

On prend le cas où la relation cinétique est linéaire.

$$\frac{1}{\varepsilon} \frac{\partial \omega}{\partial t} = k_1 X - k_2 \omega \quad (III.34)$$

$z = v t$ donc :

$$\frac{v}{\varepsilon} \frac{\partial \omega}{\partial z} = k_1 X - k_2 \omega \quad (III.35)$$

Pour trouver la concentration en soluté dans les particules dans ces conditions, les équations (III.24) (III.26) (III. *) doivent être résolues simultanément.

La solution à ce problème qui n'existe pas en général dans la littérature, a été trouvée au moyen des transformées de Laplace, la solution est :

$$X(r, z) = \frac{(\omega_0 + \varepsilon X_0) N_{ms} \rho_L - Y_0 \rho_S N_{ml}}{(k_1 + k_2 \varepsilon) N_{ms} \rho_L - k_2 \rho_S N_{ml}} k_2 + \frac{R}{r} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\left(\frac{P_n}{B_i} - b\right) \sin \frac{r \omega_n}{R}}{F_n \sin \omega_n} N_n e^{P_n z} \quad (III.36)$$

P_n et ω_n sont les racines de l'équation :

$$\left[P \left(\frac{1}{B_i} - 1 \right) - b \right] \sin \omega + \omega \cos \omega \left(b - \frac{P}{B_i} \right) = 0$$

$$F_n = b - \frac{v}{2j_n} \left[\frac{2P_n v + k_1 + k_2 \varepsilon + j_n}{P_n v + k_2 \varepsilon} \right] \left[\omega_n^2 \left(\frac{P_n}{B_i} - b \right)^2 + P_n^2 \left(1 - \frac{1}{B_i} \right) + b P_n \right]$$

et où

$$j_n = \frac{D_s \omega_n^2}{R^2}$$

$$N_n = \frac{k_2 (\omega_0 + \varepsilon X_0) + X_0 p_n \nu}{p_n \nu + k_2 \alpha + k_1} - Y_0$$

Afin de trouver la relation entre la concentration du soluté à l'entrée et à la sortie, on doit intégrer l'équation (III.26)

$$Y(z) - Y_0 = b \sum_{n=1}^{\infty} \frac{N_n}{F_n} (1 - e^{p_n z}) \quad (\text{III.37})$$

NOMENCLATURE

CHAPITRE I, II, III

CHAPITRE IV

CONTRIBUTION A LA

CONCEPTION ET LA

REALISATION D'UNE

COLONNE PULSEE A BUT

EXPERIMENTALE

IV.1 INTRODUCTION

L'adaptation d'un procédé à un fonctionnement continu constitue une démarche classique en génie des procédés.

Une opération continue d'extraction permet de limiter les interventions humaines, donc les coûts de main d'oeuvre, tout en réduisant la quantité de solvant immobilisé et la taille des équipements.

Par ailleurs, nous avons cherché dans ce travail à concevoir un procédé qui ne sacrifie pas, sous couvert de continuité à la polyvalence et à la flexibilité nécessaire à son intégration cohérente dans un atelier de chimie fine. Le procédé proposé (centré sur l'exploitation d'une colonne d'extraction pulsée à contre courant) est conçu pour traiter divers lots de matière premières d'origine végétal, par compagnie successives et pour produire de faibles tonnages de produits actifs.

Ce procédé a déjà été testé dans le cadre de l'extraction du tanin [7] de pyréthrine [8] et d'hémicellulose [9].

Nous allons présenter, justifier à chaque fois que cela est possible chaque élément constituant l'installation. Cette étude concerne un solide végétal ayant une masse volumique supérieure à celle du solvant (la différence de densité entre les deux phases se situe entre 0.03 et 0.6 [10]), et le temps de séjour sera relativement lent (tout les essais en batch, réalisés sur un grand nombre de plantes, donnent un temps compris entre 2h et 3h).

Les essais réalisés sur cette colonne permettraient d'atteindre les paramètres physico-chimiques essentiels pour le dimensionnement d'une colonne industrielle.

IV.2 COLONNE A BUT EXPERIMENTALE (COLONNE PULSEE)

Les colonnes d'extraction à contre courant sont généralement utilisées pour mettre en contact deux liquides immiscibles ou peu miscibles ; l'un des liquides est dispersé en gouttes dans la phase continue et circule à contre courant de l'injecteur vers le décanteur. Ces colonnes sont souvent agitées mécaniquement (par mobiles rotatifs, système bielle manivelle, mouvement oscillation axiale, ou par pulsation) et garnies de chicanes (garnissage ordonné ou non), dans un double but : d'une part augmenter les temps de séjour de la phase dispersée , et d'autre part, contrôler les phénomènes de

rupture qui conditionnent en partie l'aire d'échange entre les deux phases. Des petites gouttes offrent une aire d'échange importante qui favorise, tout comme leurs temps de séjour élevés, le transfert de matière, mais leur faibles vitesses pénalisent la production, et le classique compromis quantité/ qualité est imposé à l'utilisateur, de même une agitation importante augmente la dispersion axiale que subissent les phases et éloignent les modes de fonctionnement hydrodynamique de la colonne de l'écoulement piston [7].

Dès lors une opération d'extraction solide-liquide est envisageable dans ce type de contacteur. La pulsation sert dans ce cas à ralentir les particules solides (phase dispersée) et à empêcher le dépôt et l'accumulation de solide sur les disques.

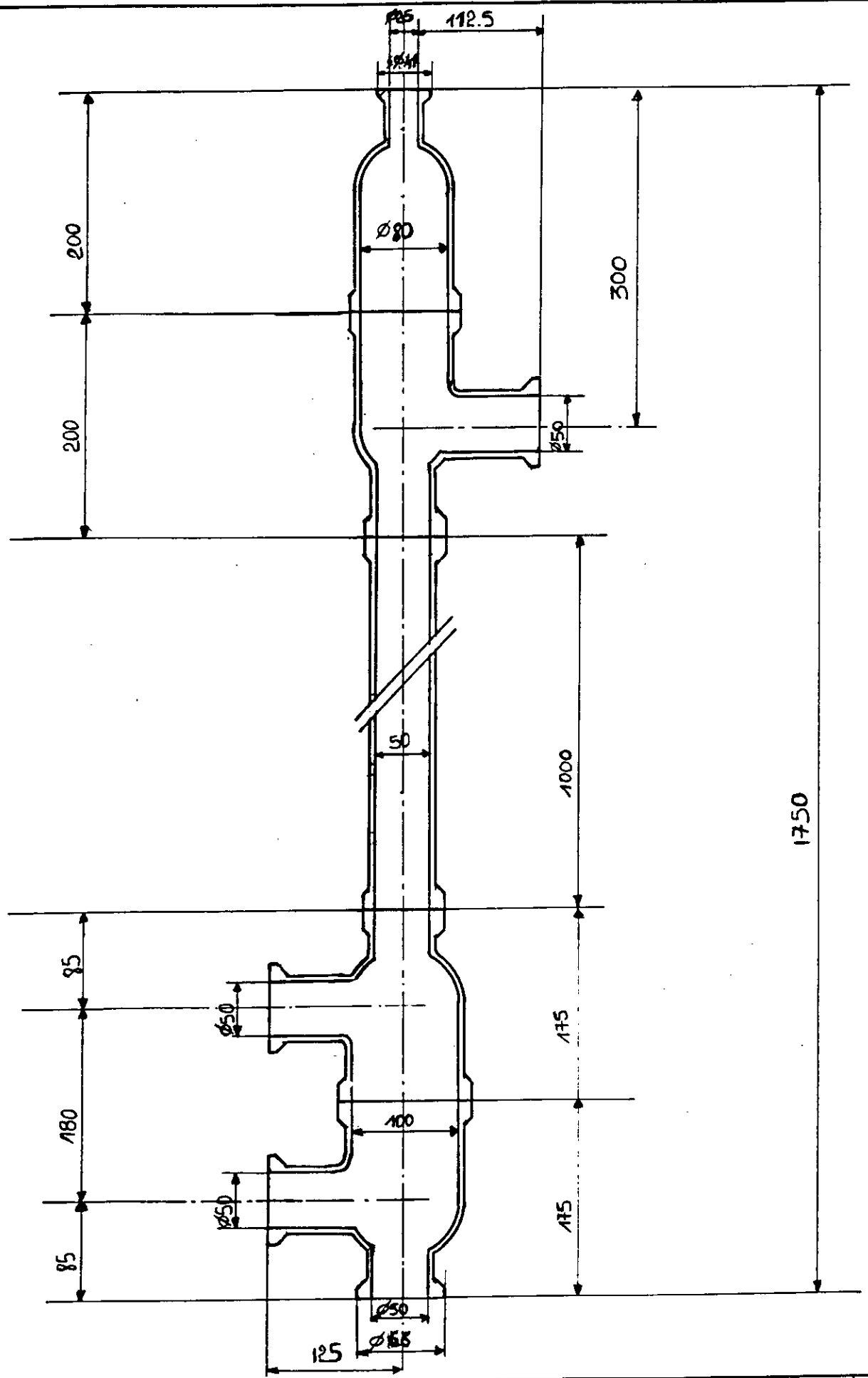
La colonne est figurée dans le plan de détail n°- 1 -. Le corps est formé d'une longueur droite, de diamètre \varnothing égale à 50 mm et de hauteur $L = 1000$ mm, et de trois réductions à tubulures et une cloche. Les deux réductions sont destinées pour le montage du système d'alimentation et de pulsation, les diamètres des tubulures sont de 50 mm, ceux de l'assemblage entre réduction sont de 100 mm. Les deux réductions ont une longueur de 350 mm. La troisième réduction et la cloche sont destinés pour le système de soutirage du liquide et de l'alimentation solide, les diamètres au niveau de l'assemblage réduction cloche sont de 80 mm, le diamètre au niveau de l'alimentation solide est de 25 mm, l'ensemble est de 400 mm de hauteur.

Les systèmes de pulsation et d'alimentation du solvant sont situés en pieds de colonnes, le soutirage du liquide et l'alimentation du solide sont situés en tête de colonne.

La récupération de solide est effectuée en bas de colonne, au niveau de la première réduction.

Dans ces essais, le choix du verre comme matériau constitutif de la colonne est indiqué, du fait de ces propriétés physico-chimiques, thermiques et surtout de sa résistance à la corrosion.

Le diamètre de la colonne et sa longueur ont été choisis en fonction de la disponibilité des pièces.



COLONNE D'EXTRACTION

ECH:1/5
PLAN N°1

IV.2.1 SYSTEME D'ALIMENTATION DE SOLIDE

L'alimentation de solide s'effectue lorsque la colonne est remplie de solvant, grâce à une vis sans fin qui, entraînée par l'axe d'un moteur, pousse les particules du bac de stockage vers la partie supérieure de la colonne. La vis est gainée d'un tuyau de verre entre le bac et la colonne. Le diamètre de ce tuyau est de 25mm, il excède de quelques millimètre celui de la vis, nous avons pris (le diamètre de la vis(D_v) / le diamètre de tuyau (dt)) = 9/10 ce qui nous a donné, un diamètre de la vis de 22,5 mm, ainsi une couche de particules quasi immobile s'établit entre vis et tuyau, ce qui limite l'attrition des particules qui se déplacent [7].

Les caractéristiques de la vis: le pas, la hauteur des filets et le diamètre de l'axe ont été évalués par extrapolation [11]. Le pas de la vis P est pris égale au diamètre de la vis $P= 22,5$ mm la hauteur des filets H_A est déterminé par le rapport $H_A / dt = 0.336$, d'où $H_A = 8.4$ mm. Le diamètre de l'axe est évalué par $W_A/dt = 0.228$, d'où $W_A = 5,7$ mm, avec dt le diamètre de la gaine.

Le déplacement de la matière résulte de l'action des filets de la vis sur la matière qui frotte au adhère à la paroi interne du cylindre. Si la matière colle à la vis l'effet de transport est nul.

En réalité l'écoulement de la matière dans le canal de la vis pendant la rotation résulte de l'action de quelques forces composantes.

La figure - IV.1 - représente, schématiquement la vis dans le cylindre.

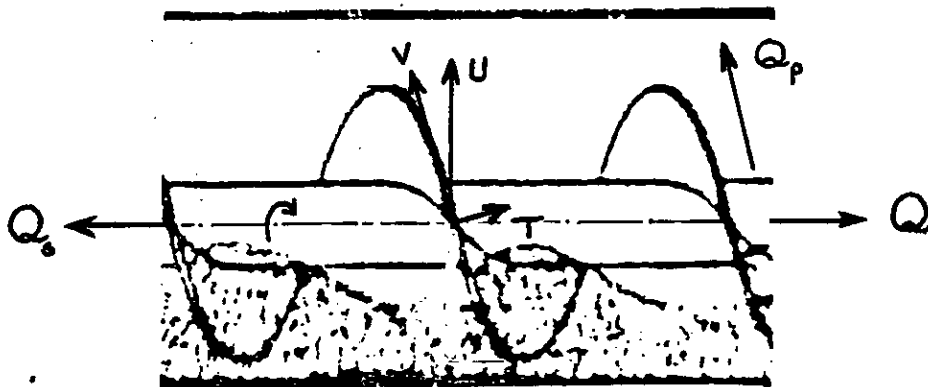


Fig. IV. 1. : Forces agissant sur la matière

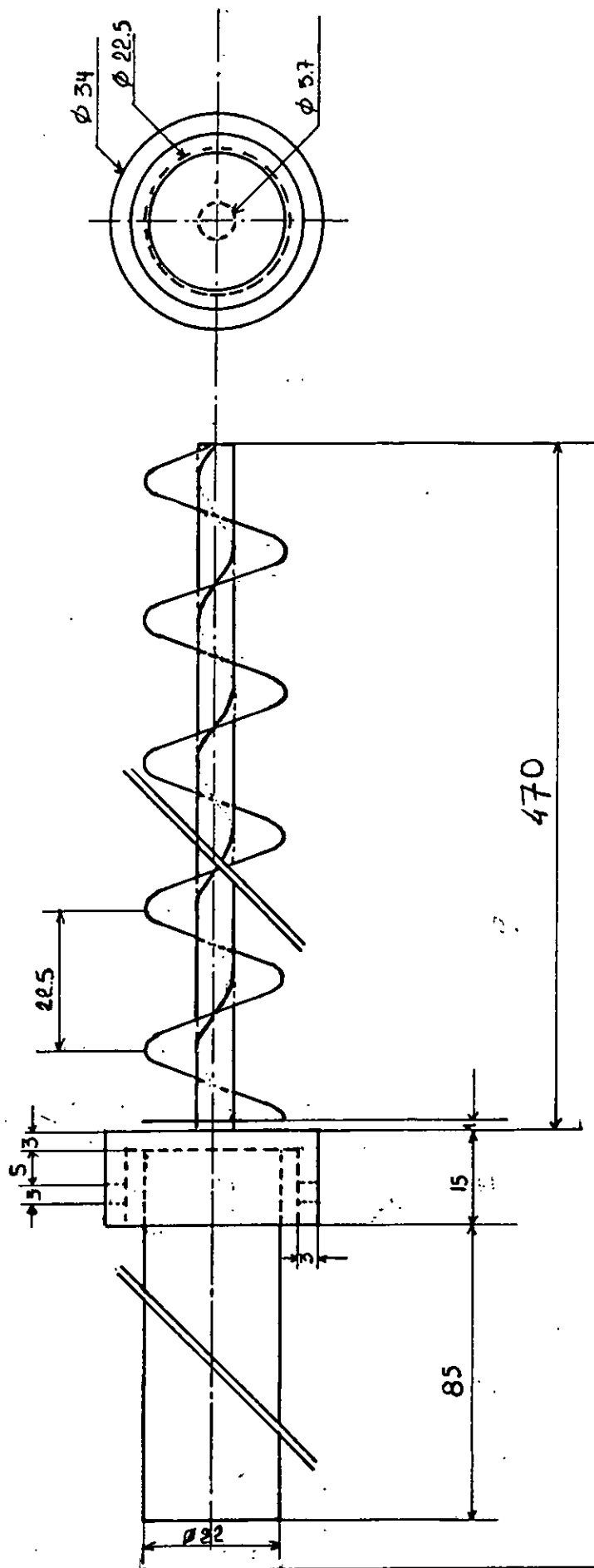
La vitesse périphérique de la vis " U " peut être décomposée en : " T " perpendiculaire au filetage, et " V " parallèle à l'axe du canal de la vis.

Quatre forces donnent la résultante qui agit sur la matière :


- la première est due à l'entraînement de la matière qui adhère à la paroi du cylindre et qui est raclée par le sommet des filets. Le mouvement oblique des filets pousse la matière le long du canal mais en direction opposée au vecteur V, nous l'appelons, " écoulement de transport " dont la vitesse est la plus grande au fond du canal et diminue en direction de la paroi du cylindre.
- la deuxième force composante est perpendiculaire à l'axe longitudinal du canal de la vis. L'écoulement qui en provient n'intervient pas dans le débit mais joue un rôle important dans le malaxage de la matière.
- La troisième force composante résulte de l'accroissement de la pression, dans le cylindre et sa direction est opposée à la direction de l'écoulement Q. Elle apparaît quand la section de la sortie du cylindre est rétrécie, et nous appellerons la valeur de son débit Q_p . Cette force s'oppose au mouvement de transport et provoque une augmentation de pression dans la partie avant, à la suite de ce phénomène une partie de la matière passe par la filière et l'autre recule le long du canal de la vis.
- la quatrième composante d'écoulement Q_s représente la fuite de la matière par le jeu entre le cylindre et le sommet des filets de vis (ce jeu dépend en général de la matière) [12].

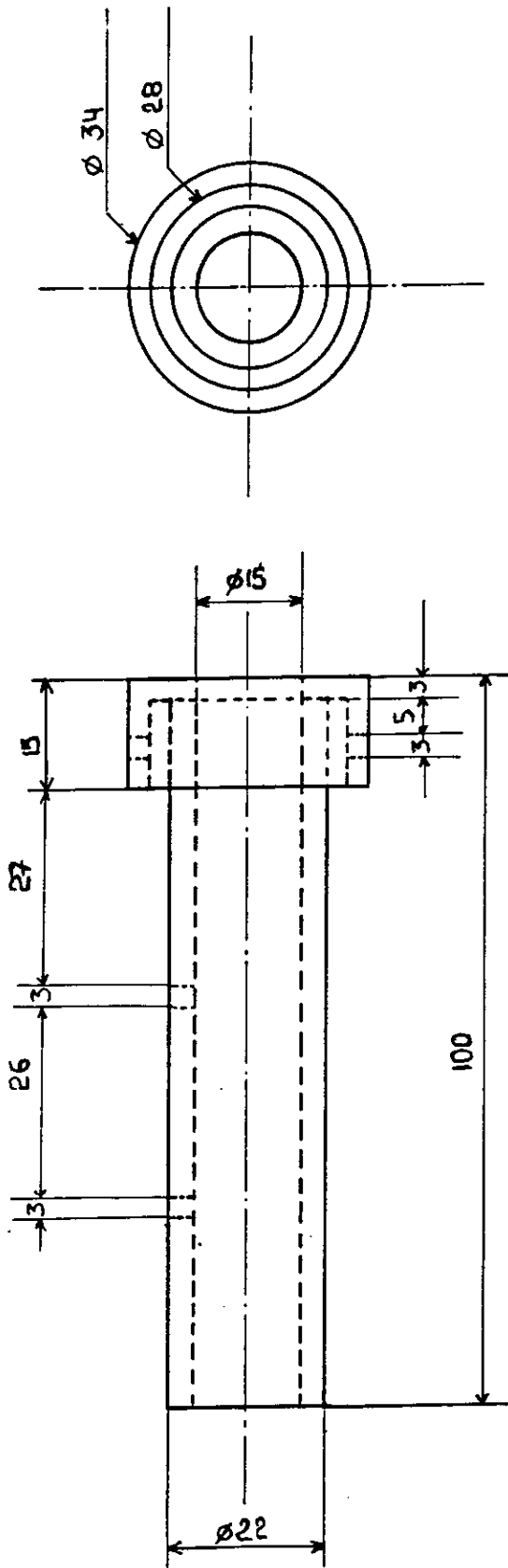
La longueur de la vis est de 14 à 30 fois celle du diamètre [12, 13]. On a choisi une longueur de 570 mm dont 470 mm filetée, 300 mm immergée dans le bac de stockage et 170 mm dans le tuyau qui relie le bac à la colonne et 100 mm pour l'ajustement dans le moteur voir plan n°- 2 -. La vis est en acier inoxydable pour éviter toute contamination du produit à extraire et pour éviter la corrosion du matériel.

Vu la complexité de l'usinage d'une telle vis, on sera obligé de choisir une selon la disponibilité sur le marché, elles sont de diamètre 20 mm et 460 mm de longueur, dont 360 mm filetée, des filets droit, la partie non filetée est de 15 mm de diamètre et de 100 mm de longueur ce qui nous permet de bien ajuster la vis à l'arbre creux du moteur par l'usinage d'une tierce pièce.



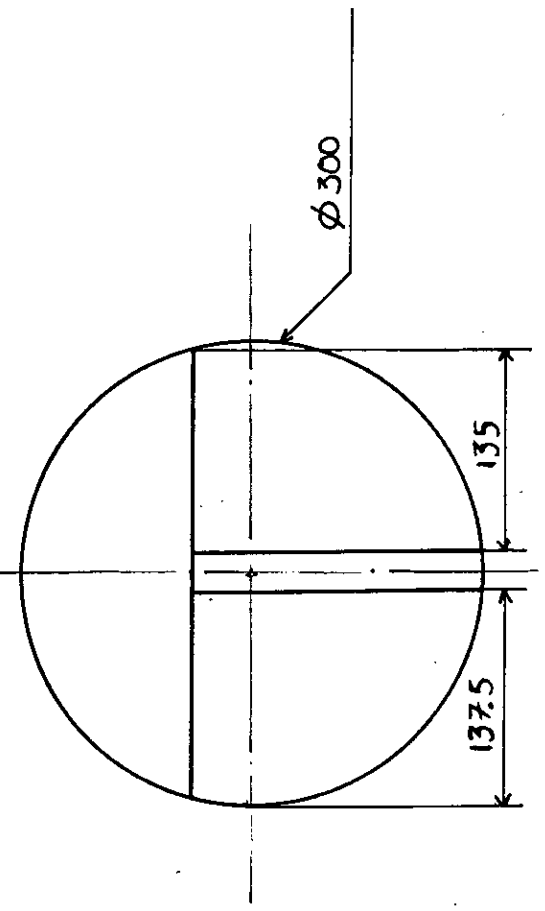
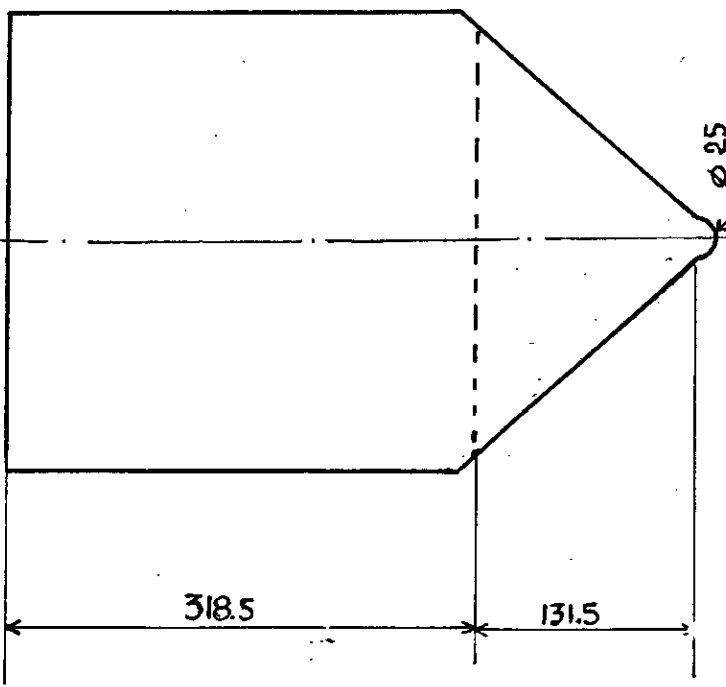
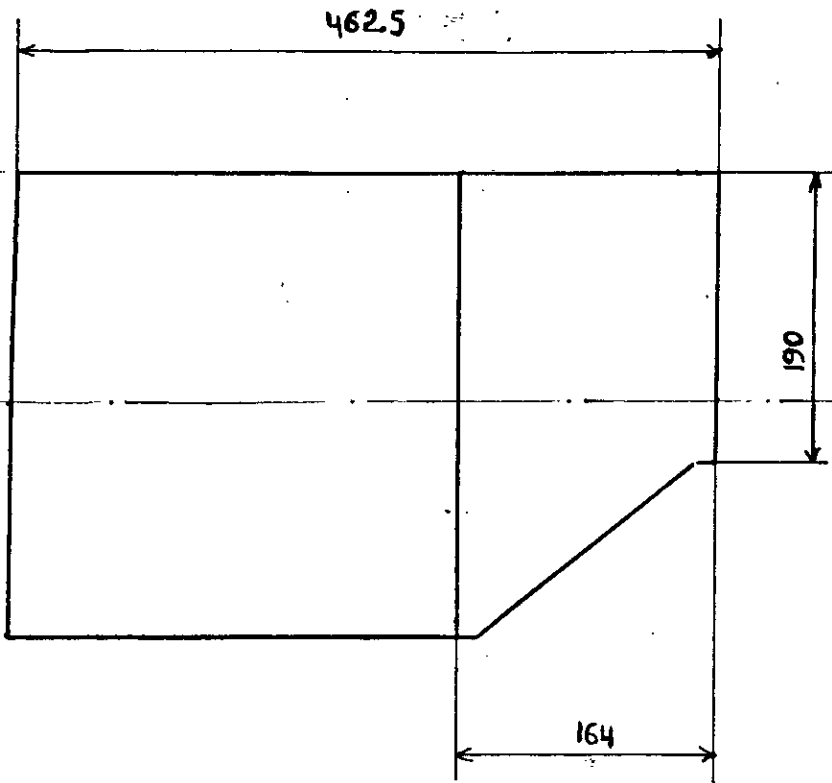
VIS D'ALIMENTATION
SOLIDE


 ECH: 1/1
 PLAN N° 2



TIERCE PIECE

ECH: 1/2
PLAN N° 3



BAC DE STOCKAGE
DU SOLIDE

ECH 1/5
PLAN N°4

Les dimensions de l'arbre creux du moteur imposent celles de la tierce pièce. La longueur de l'arbre est 100 mm de 22,1 mm de diamètre menée d'une bague, à l'extrémité du moteur, de diamètre extérieur de 39.25 mm et de diamètre intérieur de 34.45 mm. Cette bague permet de fixer la tierce pièce dans le moteur par le perçage de deux trous sur la périphérie de la bague menés par des vis de pression ou par des clavettes.

La vis sans fin est fixée, dans la tierce pièce par deux vis de pression menées sur la périphérie de cette dernière voir plan n° - 3 -.

La longueur de la partie immergée de la vis qu'est de 190 mm impose le dimensionnement de la base du bac. Afin d'éviter le problème de stagnation des particules, la forme d'une trémie dont l'angle d'inclinaison par rapport à l'horizontale est de 50° , qui est supérieure à la valeur maximale de l'angle de frottement interne [14, 15], est préconisée.

Notons que l'angle de frottement interne est défini comme étant l'angle d'inclinaison d'un plan par rapport à l'horizontale pour lequel l'écoulement des particules aura lieu [14],

La trémie (réservoir du solide) qui est sous forme d'un cylindre de diamètre 300 mm et 450 mm de hauteur ; est découpée à partir de sa base, à 12.5 mm de part et d'autre de l'axe de symétrie, vers le haut en formant un angle de 50° par rapport à l'horizontale.

La longueur de la vis est 190 mm impose que, la partie inférieure, du bac soit réduite à 190 mm. Pour réaliser ça on le découpe perpendiculairement à l'axe de symétrie à partir de la longueur déterminée d'un même angle, plan n°- 4 -

IV.2.2 SYSTEME D'ALIMENTATION DE LIQUIDE

L'alimentation du solvant est située en bas de colonne au niveau de la deuxième réduction à tubulure au moyen d'une pompe doseuse de débit maximale de 55 l/h et une perte de charge de 5 bars.

Le solvant est stocké dans le ballon n° -1- de volume 50 l , ce dernier est lié à la pompe puis à la tubulure par des longueurs droites de 15 à 25 mm de diamètre, de différentes longueurs assemblées avec des coudes 90° de 15 mm de diamètre, des réductions, des soufflets, un assemblage coulissant et deux clapets, voir schéma - IV -

Les soufflets PTFE jouent un rôle important dans la réalisation des appareillages et des canalisations en verre. Ils absorbent, en effet, les différences de dilatation aux points d'assemblage des différents éléments en verre et amortissent les vibrations provenant des équipements annexes, plan n°-10.

Là où des soufflets sont utilisés, le support du verre doit être étudié de telle sorte que les contraintes additionnelles causées par l'extension et la compression du soufflet ne puissent se transmettre au verre.

L'assemblage coulissant permet un réglage de la longueur de la conduite amenant le solvant dans la colonne et facilite le montage. Ce modèle convient plus particulièrement aux montages d'accessoires de colonnes pouvant au besoin se faire à l'intérieur de la colonne ou des réductions en raison de la grande différence de diamètre entre les pièces mâle et femelle.

Les clapets de non retour à bille sont utilisés uniquement pour les canalisations verticales. Ils sont serrés entre les embouts en utilisant des boulons plus long, plan n°-11.

IV.2.3 SYSTEME DE SOUTIRAGE DE SOLIDE

En ce qui concerne le système du soutirage en pieds de colonne qui est également avec l'alimentation un des points cruciaux dans les procédés d'extraction solide liquide. Il existe plusieurs systèmes de soutirage, nous proposons ceux utilisés par SRISUWAM [7].

La première version consiste en un système de 3 vannes v_1 , v_2 et v_3 schématisées sur la figure - IV.2 -

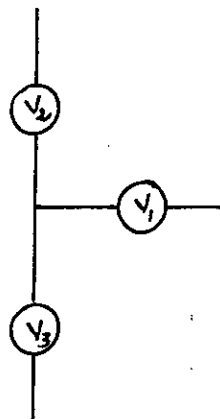


Fig. IV. 2. : Système de soutirage du solide à 3 vannes

Quand la vanne v_2 est ouverte, v_1 et v_3 sont fermées, le solide peut décanter dans la partie basse de la colonne. Puis v_2 est fermée et v_1 et v_3 sont ouvertes : le solide est alors chassé par le débit de solvant provenant de v_1 . Cette version est simple mais présente l'inconvénient majeur d'entraîner du solvant qui peut parfois dans certains procédés être coûteux. Cette solution ne peut donc pas être satisfaisante sur le strict plan économique. En outre, il peut y avoir des risques de colmatage, surtout pour des fonctionnement à forte rétention. En essayant de jouer sur la durée d'ouverture et de fermeture des vannes pour remédier à ce problème, on rencontre alors un autre inconvénient qui est celui de la perturbation de l'écoulement dans la colonne.

La seconde version qui consiste en une procédure simple de soutirage dans un bac fermé, placé en pied de colonne figure - IV.3 -

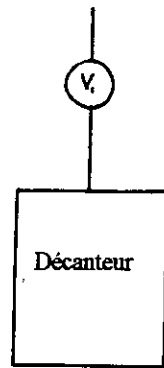


Fig. IV. 3. : Système de soutirage du solide à une vanne avec décanteur

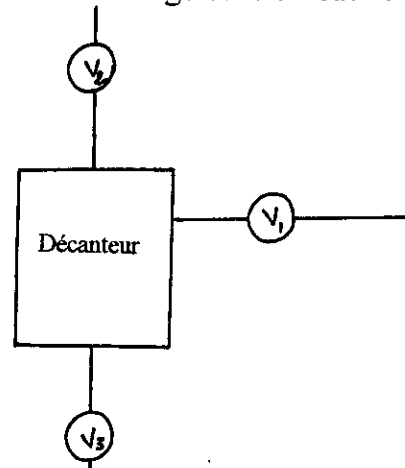


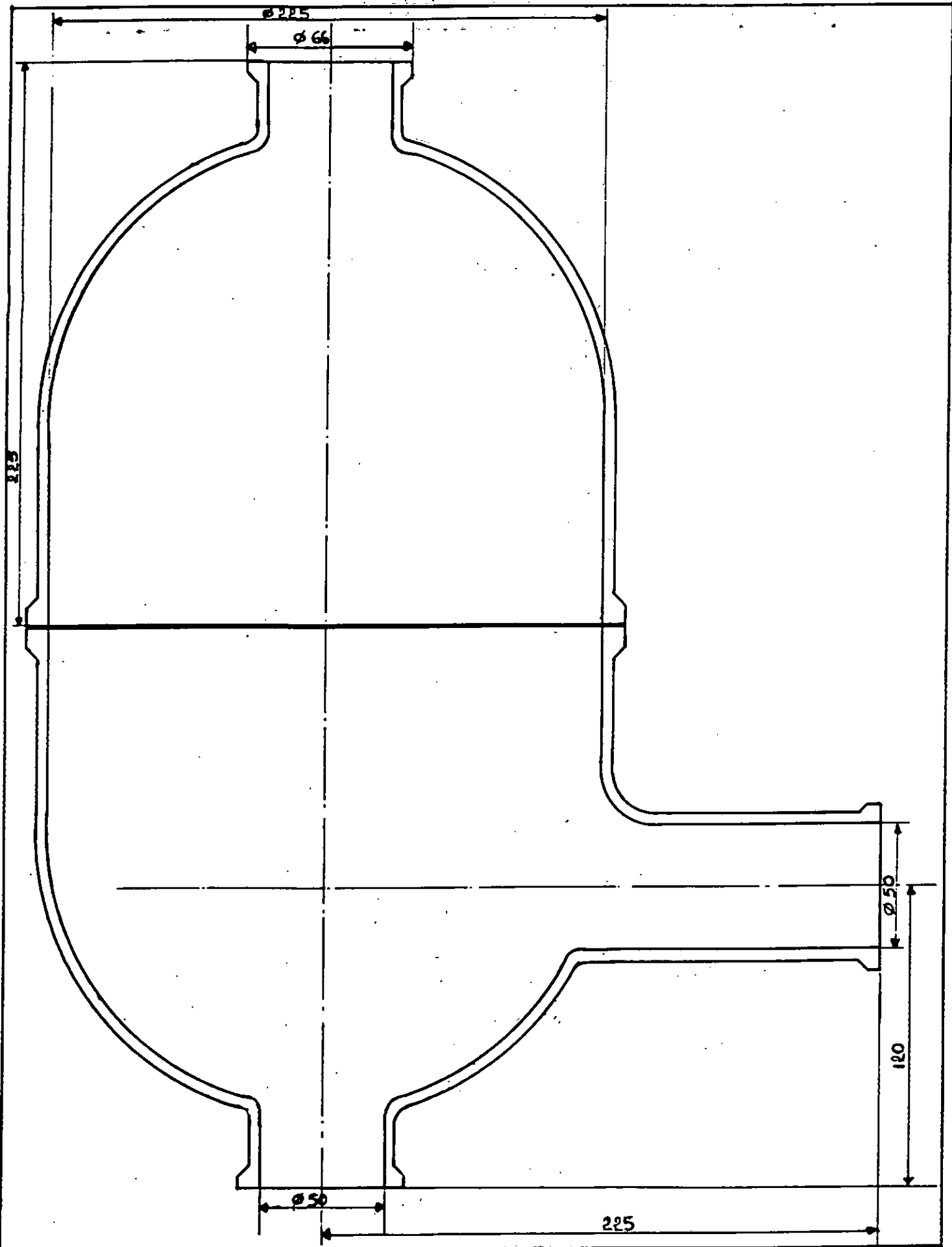
Fig. IV. 4. : Système de soutirage du solide à 3 vannes avec décanteur

La vanne v_1 de soutirage est maintenue ouverte et on stock le solide dans un récipient en bas de colonne. Ce système remédie au problème d'entraînement de solvant. Sur le plan hydrodynamique, cette version n'apporte pas de perturbation majeur au fonctionnement.

Dans notre travail, on a combiné entre les deux versions figure - IV.4 - en mettant entre les vannes v_2 et v_3 un décanteur composé d'une réduction à tubulure et d'une cloche de 225 mm de diamètre et 450 mm de hauteur. Les diamètres des tubulures sont de 50 mm, les corps sont séparés par des joints en téflon assemblés par des brides voir plan n° -5 -.

- v_1 est un robinet, appelé robinet passage intégral, en verre mené d'un piston en teflon, monté sur la tubulure latérale, plan n° -6 -.

- v_2 et v_3 sont deux robinets à tournant sphérique. Les corps sont en acier de 50 mm de diamètre de 100mm de hauteur voir plan n° - 7 -.



SAS POUR RECUPERATION
DU SOLIDE

ECH: 1/2
PLAN N°5

Ces robinets ont les avantages suivants :

- Compacité ;
- Très bonne étanchéité ;
- Très faible perte de charge ;
- Peu d'entretien.

IV.2.4 SYSTEME DE RECUPERATION DU LIQUIDE

Le soutirage des extraits est simplement réalisé par trop plein en tête de colonne. Ces extraits sont récupérés dans un ballon de stockage n°- 2 - liés à l'installation à l'aide des éléments de colonne voir schéma - IV -.

Au sommet de la colonne au niveau de la tubulure latérale est montée une réduction à tubulure menée de deux robinets. Une sortie pour évacuer le liquide qui ne répondrait pas aux exigences; l'autre sortie est liée au bac de stockage par des coude 90°, des réductions et des longueurs droites de différentes diamètre et longueurs.

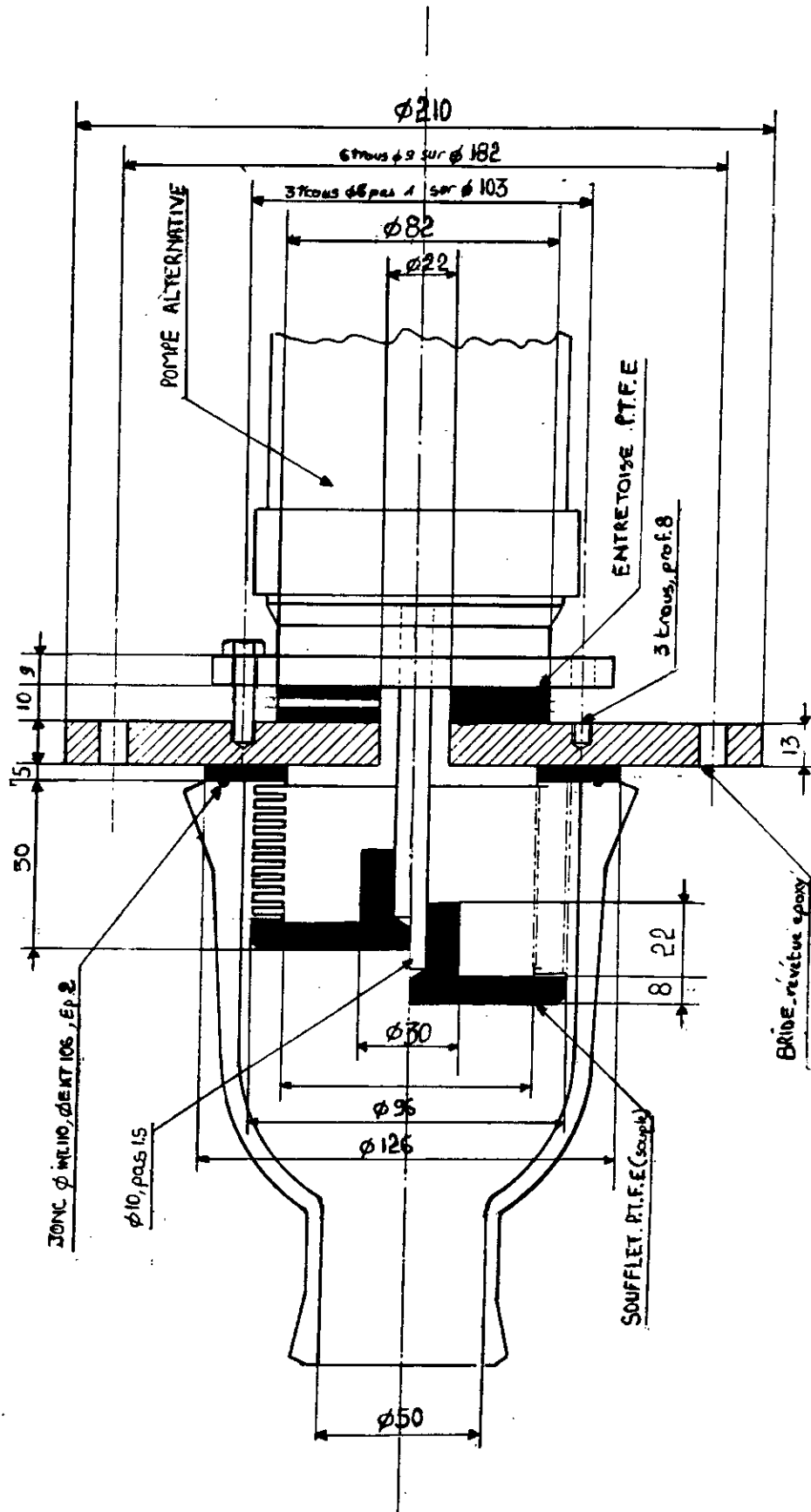
IV.2.5 LE SYSTEME DE PULSATION

Le système est composé d'un piston en téflon qui coulisse dans un tube en verre en U à tubulure. Le piston est actionné soit par un moteur à courant continu, par l'intermédiaire d'un système classique de transformation rotation/translation, soit avec un système pneumatique.

Le cylindre n'est pas parfaitement ajusté dans le verre. Lors du remplissage de la colonne, il convient de laisser une poche d'air dans la branche située au-dessus du piston [7, 8].

Comme aucun moteur à pulsation n'a été mis à notre disposition on a profité du mouvement de translation de piston de la pompe alternative pour assurer la fonction du pulseur, est cela en changeant la chambre de compression par unecloche de diamètre $D_C = 100$ mm dans laquelle glisse un soufflet de diamètre $D_S = 0.94D_C$.

La fréquence du piston est de 0.83mn^{-1} , et les différentes amplitudes pour différentes positions du variateur de débit sont données dans le tableau suivant:



PULSEUR

ECH: 1/2
PLANN ^o 8

Position du variateur (%)	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Amplitude (mm)	2.7	5.4	8.1	10.8	13.5	16.2	18.9	21.6	24.3	27

Pour la fixation de la cloche au corps de la pompe, nécessite l'usinage d'une tierce pièce qui sert d'interface entre les deux éléments. Cette pièce à une forme d'un disque de diamètre $d = 210$ mm et 13 mm d'épaisseur. Les 6 trous de la périphérie servent pour fixer la cloche sur la pièce par une bride de même diamètre, les trois trous autour du centre servent pour fixer le tout au corps de la pompe séparés par un joint de Téflon de 1 mm d'épaisseur, le trou du centre permet la translation du piston de la pompe.

Pendant le fonctionnement, le mouvement du soufflet engendrera une variation de pression dans la cavité du soufflet pour cela le joint doit être percé par deux trous sur la périphérie voir plan n° - 8 -

Le pulseur ainsi constitué est relié à la colonne à l'aide d'un assemblage d'élément de colonne en U dont la nécessité d'une translation verticale du corps de la pompe par rapport à la zone de pulsation et d'alimentation solvant est cela pour quatre raisons essentielles :

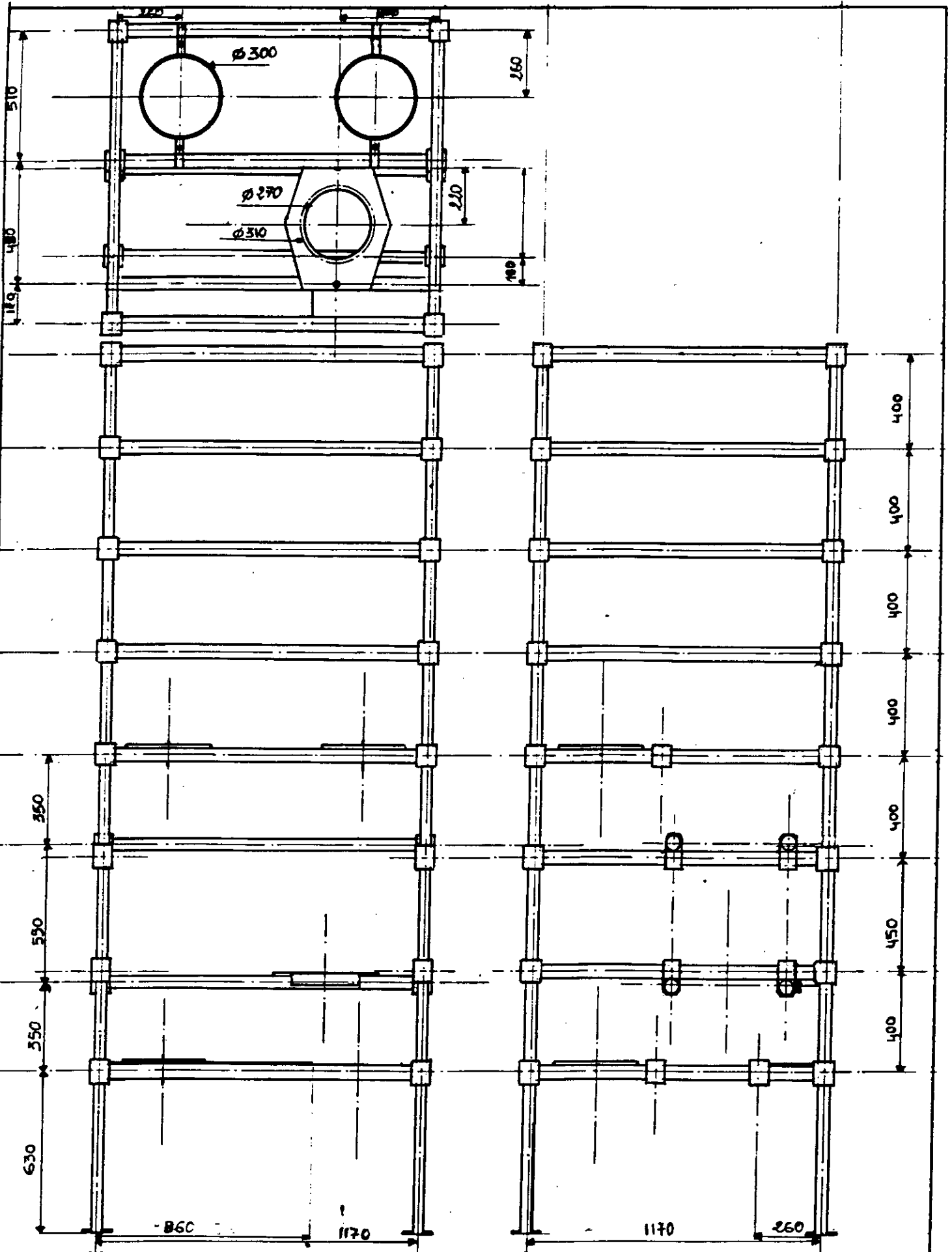
- qu'il n'y est pas d'entraînement de particules solide dans la cloche.
- la charge supportée par la pompe est réduite ;
- perte de charge de l'alimentation liquide ;
- l'air sera piégé dans la cloche .

La translation du corps de la pompe à un niveau approprié de la charpente nécessite quelques modifications de cette dernière.

IV.2.6 SUPPORTAGE DE COLONNE

Il est important d'assurer un bon support des appareillages et canalisation en verre. La condition préalable est que le support soit assez rigide pour éviter que les contraintes indésirables se produisent dans le verre.

Dans la plupart des cas, l'appareillage en verre est supporté par une charpente tubulaire composée de tubes en acier doux galvanisé combiné avec des raccords, cadres, supports et autres, plan n°-10.



LA CHARPENTE

ECH: 1/20	
PLAN N° 9	

IV.2.7 DIMENSION DE LA CHARPENTE

Les dimensions minima de la charpente sont en fonction des dimensions extérieures des ballons, colonne, moteurs, pompe et autres éléments utilisés. Dans notre cas on a utilisé l'ancienne charpente utilisée pour l'extraction liquide-liquide voir plan n° -9 -.

La totalité du poids d'une colonne peut reposer sur un point fixe, mais lorsque la hauteur dépasse 3 mètres, il s'avère nécessaires de reprendre une partie par les ressorts de suspension de la plaque support. Les plaques supports disposées au-dessus du point fixe ont également un autre but. Sous l'effet des variations de température, le verre et la charpente se dilatent de façon différente, entraînant des contraintes dangereuses. Les tiges filetées coulissent dans les ressorts et évitent la mise en extension du verre [16]figure - IV.5 -.

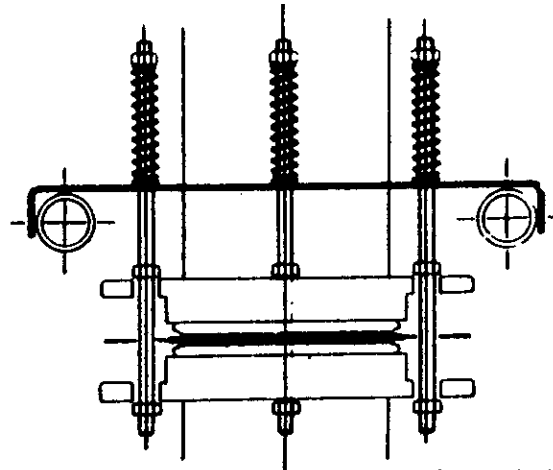
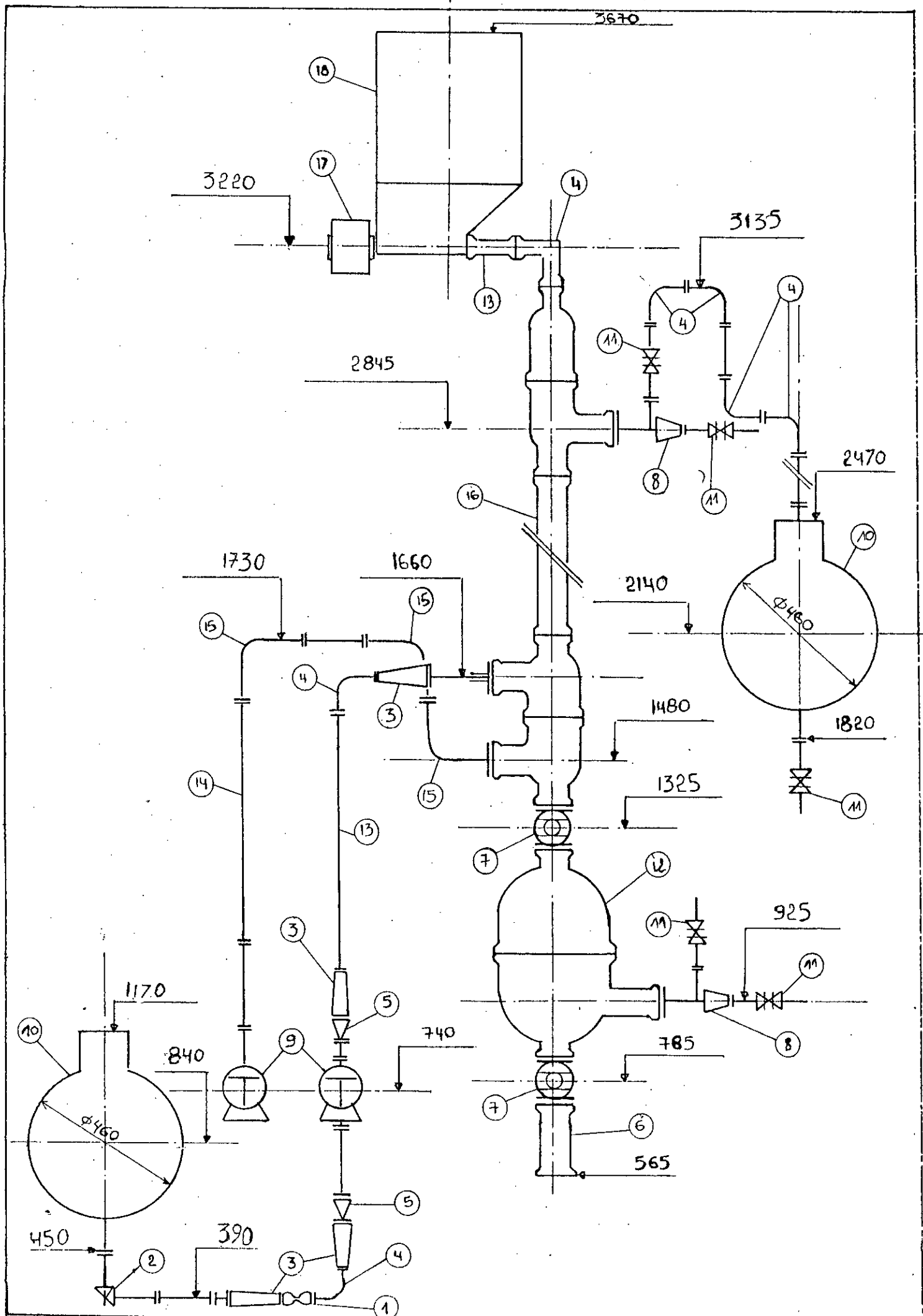


Fig. IV. 5. : L'emplacement du SAS pour récupération du solide par rapport à la plaque support

Après avoir passé en revue tous les éléments nécessaires pour réaliser une extraction solide liquide à contre courant leur assemblage constituerait l'installation représentée par le schéma - IV -

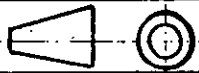
Des essais réalisés sur cette installation, on pourrait déterminer les propriétés physico- chimique (D , k_p , a , ϵ ...) nécessaires au dimensionnement d'une unité industrielle. Les techniques utilisées dans ce cas sont similaires à celles utilisées pour une extraction liquide - liquide où l'on suppose que la colonne est constituée d'étages théoriques dont le fonctionnement est idéal. La modélisation d'une telle colonne, tenant compte des phénomènes de dispersion, permettrait éventuellement de déterminer le nombre de plateaux réels à partir des données obtenus sur la colonne expérimentale ; aussi nous proposons dans le chapitre suivant l'essentiel des équations qui décrivent le processus.

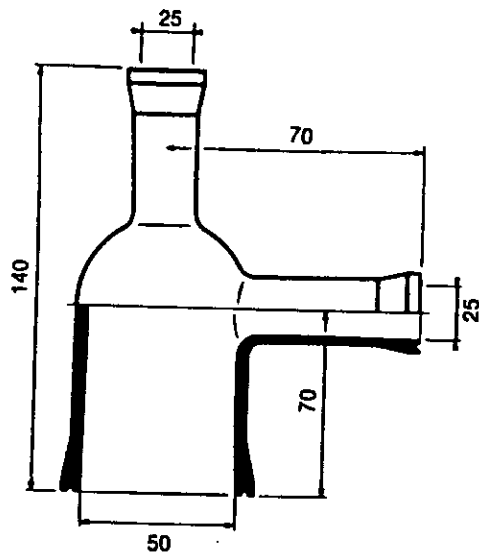


18	1	BAC DE STOCKAGE DU SOLIDE	4
17	1	MOTEUR POUR L'ENTRAINEMENT DE LA VIS	
16	1	COLONNE D'EXTRACTION	1
15	3	COUDE A 90° DN 50	10
14		LONGUEUR DROITE DN 50	11
13		LONGUEUR DROITE DN 15	11
12	1	SAS DE RECUPERATION DU SOLIDE EPUISE	5
11	4	ROBINET PASSAGE INTEGRAL DN 25	6
10	2	BALLON DE STOCKAGE DU SOLVANT	10
9	1	POMPE DOSEUSE	
8	2	CLOCHE A TUBULURE	10
7	2	VANNE TOURNANT SPHERIQUE DN 50	7
6	3	LONGUEUR DOITE DN 50	11
5	2	CLAPET NON RETOUR DN 25	11
4	7	COUDE A 90° DN 15 - DN 25	10
3	4	REDUCTION DN 15 - DN 25	10
2	1	ROBINET PASSAGE D'EQUERRE DN 25	6
1	1	SOUFFLET P.T.F.E. DN 15	10

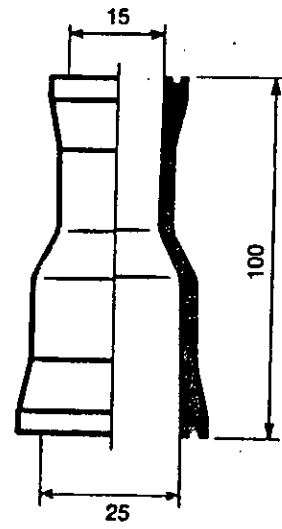
REP	Nbre.	DESIGNATION	Plan de détail n°
-----	-------	-------------	-------------------

**INSTALLATION D'EXTRACTION
SOLIDE - LIQUIDE**

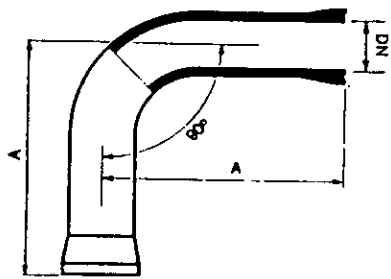

ECH : 1 / 10
SCHEMA N°IV



CLOCHE A TUBULURE

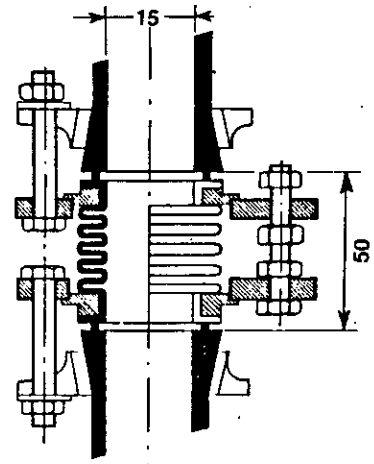


RÉDUCTION

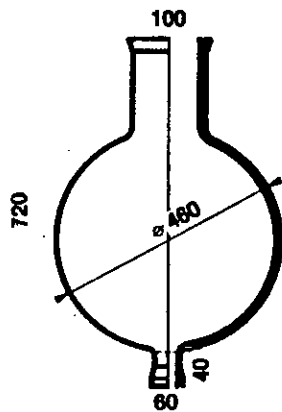


DN	15	25	50
A	62,5	75	125

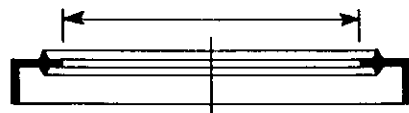
COUDES A 90°



SOUFFLET P.T.F.E.

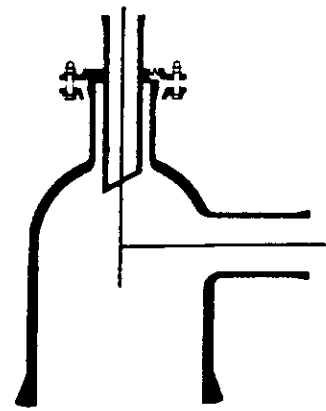
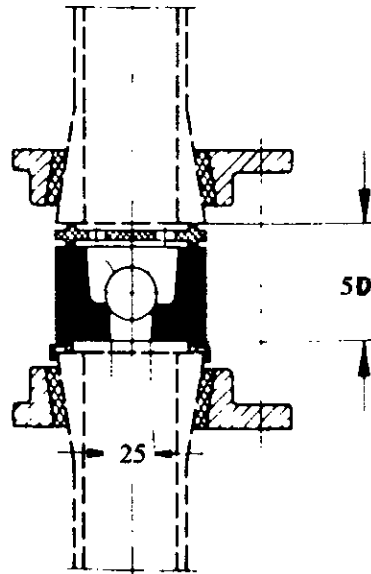
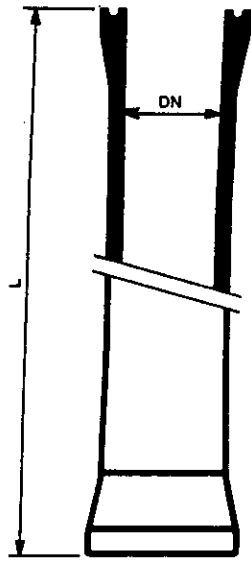


BALLON TYPE B



DN	15	25	40	50	80	100	225
----	----	----	----	----	----	-----	-----

JOINTS D'ÉTANCHÉITÉ STANDARD
Type : JMS : P.T.F.E. massif.

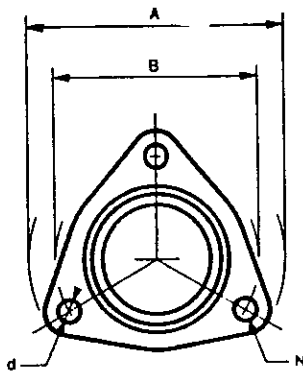


**ASSEMBLAGE
COULISSANT DN 25**

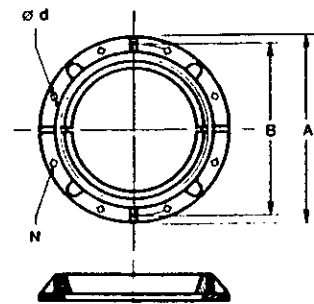
DN	15-25	15-25-50	15-25-50	15-25-50	15-25-50	15-25-50
L	150	200	300	400	500	1000

CLAPET NON RETOURE

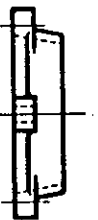
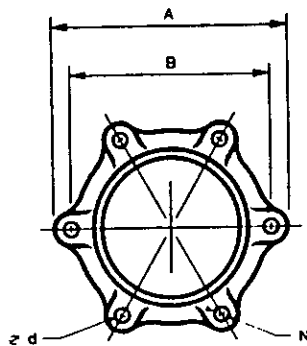
LONGUEURS DROITES STANDARD



DN 15 - 25 - 40 - 50



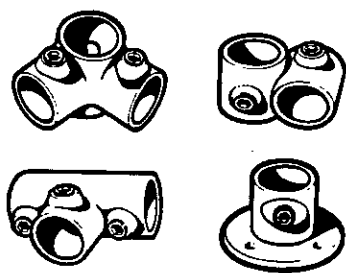
DN 100 - 225



DN 80

DN	15	25	40	50	80	100	225
A	64	92	105	116	155	210	334
B	50	70	86	98	133,4	180	310
N	3	3	3	3	6	6	8
Ø d	6	8	8	8	8	8	8

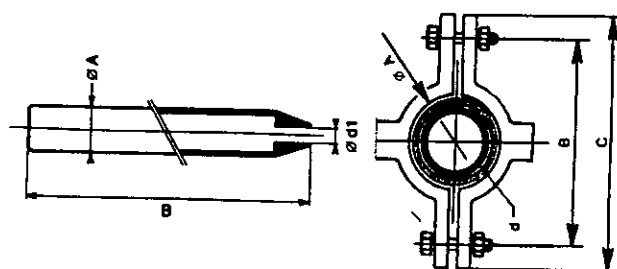
BRIDES STANDARD "EPOXY"



Ø 50 x 60

Matériau: acier - Protection : P.V.C.

RACCORDS DE CHARPENTE



A	26 X 34	26 X 34
B	250	250
d 1	8 SI	10 SI

d - Garniture amiante

dn	15	25	40	50	80	100
A	25	40	54	66	94	124
B	50	70	88	105	145	174
C	65	90	108	125	170	205

Matériau: acier - Protection : P.V.C.

**TUBES SUPPORTS CONIQUES
ET:
COLLIERS SUPPORTS DE CANALISATION**

CHAPITRE V
PROPOSITION D'UN MODELE
DECRIVANT LA COLONNE
CONÇUE

V.1 DESCRIPTION GENERALE

L'étude de faisabilité d'une opération d'extraction solide-liquide passe généralement par des essais pilotes, souvent coûteux; il serait important de disposer d'un outil de simulation afin de réduire le nombre de ces essais, tout en augmentant leur représentativité. Un tel outil peut guider efficacement la recherche de conditions opératoires satisfaisantes, et plus en amont, jouer un rôle lors de la conception et du dimensionnement de l'appareillage.

D'un point de vue hydrodynamique est apparue la nécessité de décrire explicitement les écarts à l'idéalité (écoulement piston) des écoulements de la phase solide et de la phase liquide; ces écarts sont responsables d'une diminution de l'efficacité de l'extracteur. Une description plus fine de la phase solide amène à considérer celle-ci comme une phase dispersée non uniforme en taille et en vitesse.

La modélisation complète de l'extracteur passe donc par un modèle hydrodynamique et un modèle de transfert de matière.

L'objectif est de prédire les distributions en diamètres des particules à tout niveau de la colonne, afin d'en déduire les profils de rétention en phase solide, d'aire interfaciale et de concentrations dans la phase liquide.

V.2 MODELISATION DU FONCTIONNEMENT HYDRODYNAMIQUE

La figure (V.1) montre le schéma simplifié de notre colonne à but expérimental. Au dessus du niveau h_2 , la section droite est S_1 , la section de passage dans le corps de la colonne est S , au dessous du niveau h_3 la section droite est de S_2

La phase continue entre en bas de colonne au niveau h_4 , avec un débit Q_c et sort de la colonne au niveau h_1 . La phase dispersée (grains solides) entre à la tête de la colonne avec un débit Q_d au niveau 0 et sort en bas de la colonne avec un débit Q_t au niveau h_5 .

A la sortie du solide, une quantité du liquide peut être entraînée (débit Q_{St}). Le modèle décrit la colonne du niveau 0 (entrée de la phase dispersée) au niveau h_5 .

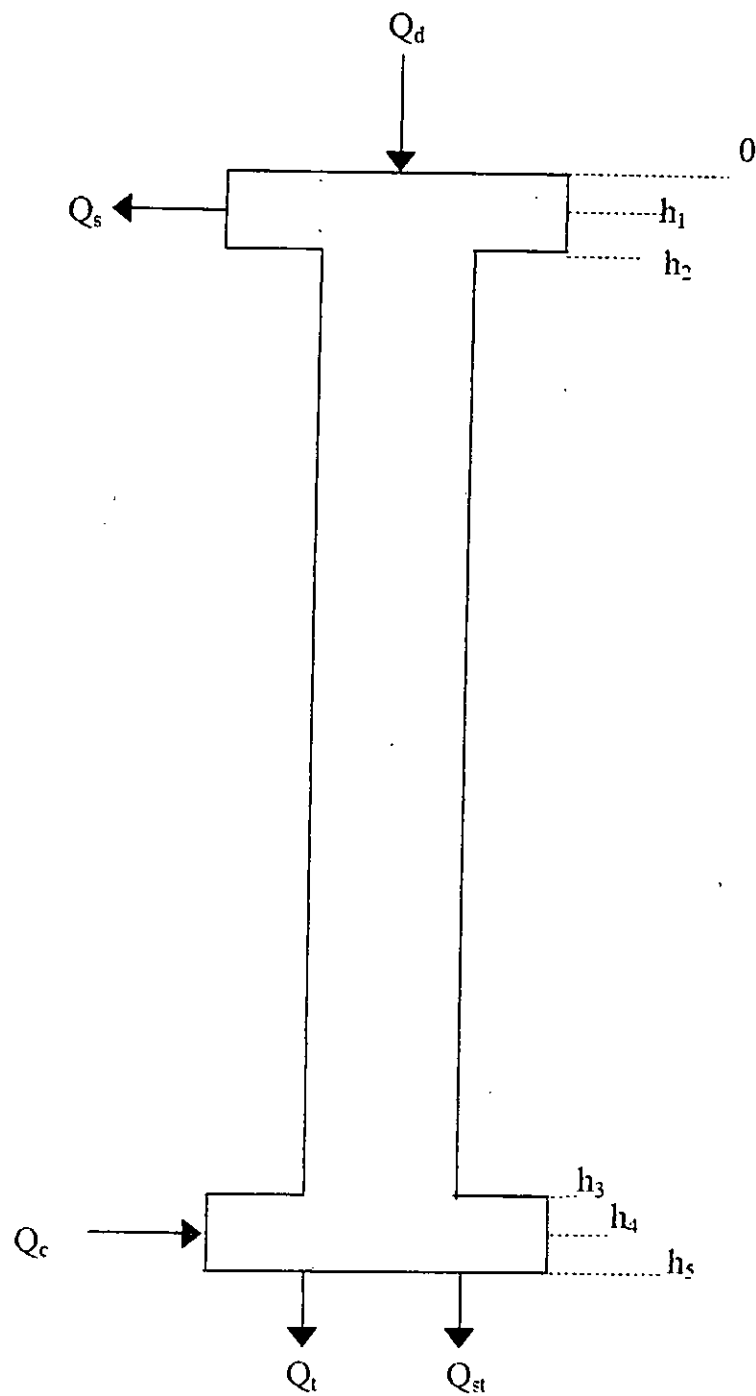


Figure (5.1) : Schéma de la colonne

L'hydrodynamique est décrite à l'aide d'un modèle PISTON-DISPERSION. Le débit de la phase continue traversant une section droite de la colonne peut s'écrire:

$$Q_c(h) = S(h)(1 - \phi(h))U_c(h) - S(h)D_c(h) \frac{\partial}{\partial h}(1 - \phi(h)) \quad (V.1)$$

où $\phi(h)$ représente la rétention, c'est-à-dire la fraction volumique occupée par la phase dispersée au niveau h de la colonne.

De la même manière, en faisant le bilan matière sur le solide de la classe de diamètre d , on peut obtenir ainsi le débit de particules de diamètre d traversant une section droite.

$$\delta Q_d(h) = S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D_d(d, h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \quad (V.2)$$

Où $P(d, h) \delta d$ représente la fraction volumique occupée par les particules de diamètre d au niveau h de la colonne.

$P(d, h)$ est une variable de base qui représente la densité de probabilité de présence d'une particule de taille d au niveau h de la colonne avec :

$$\int_0^{d_{max}} P(d, h) \delta d = \phi(h) \quad (V.3)$$

d_{max} : la taille maximale observée dans la colonne ;

$D_c(h)$: Coefficient de diffusion tourbillonnaire de la phase continue ;

$D_d(d, h)$: Coefficient de diffusion tourbillonnaire de la phase dispersée ;

$U_c(h)$: Vitesse de la phase continue au niveau h de la colonne ;

$U_d(d, h)$: vitesse des particules de diamètre d à la hauteur h .

La vitesse $U_d(d, h)$ des particules dépend de la vitesse de la phase continue $U_c(h)$ et de la vitesse relative des particules de diamètre d au niveau h de la colonne, par une relation cinématique simple :

$$U_d(d, h) = U_c(h) + U_r(d, h) \quad (V.4)$$

Les vitesses sont comptées positivement dans la direction d'écoulement de la phase dispersée.

$U_r(d, h)$ est la vitesse relative par rapport à la phase continue qui peut s'exprimer dans le cas d'un système liquide - liquide par la relation suivante:

$$U_r(d, h) = (1 - \phi(h)) \cdot U_r^*(d) \quad (V.5)$$

où $U_r^*(d)$ représente la vitesse de chute d'une particule unique dans la colonne pour des conditions d'agitation spécifiées.

Pour un système liquide - solide, cette relation a été modifiée par Richardson et Zicki (1954) sous la forme:

$$U_r(d, h) = [1 - \phi(h)]^n U_r^*(d) \quad (V.6)$$

où n varie entre 1.4 et 3.6 en fonction du nombre de Reynolds lié à la particule.

A partir d'un bilan de matière, il est possible d'exprimer $U_c(h)$:

on prend les conventions suivantes :

$$\alpha_c = 1 \quad \text{si } h < h_4 \quad \alpha_s = 1 \quad \text{si } h < h_1 \quad (V.7)$$

$$\alpha_c = 0 \quad \text{si } h > h_4 \quad \alpha_s = 0 \quad \text{si } h > h_1 \quad (V.8)$$

Le débit total $Q_T(h)$ traversant une section droite au niveau h $0 < h < L$ s'écrit:

$$Q_T(h) + \alpha_c Q_c = Q_c + Q_{sr} + \alpha_s Q_s \quad (V.9)$$

on a :

$$Q_T(h) = Q_c(h) + \int_0^{d_{\max}} \delta Q_d(h) \quad (V.10)$$

donc

$$Q_T(h) = S(h)[1 - \phi(h)] U_c(h) + S(h) D_c(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} + \int_0^{d_{\max}} S(h) P(d, h) [U_c(h) + U_r(d, h)] \delta d - \int_0^{d_{\max}} S(h) D_d(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \quad (V.11)$$

Le terme $D_d(d, h)$, coefficient de diffusion tourbillonnaire de la phase dispersée, est supposé être du même ordre de grandeur, quelle que soit la taille des particules et en outre être égal au coefficient de dispersion affectant la phase liquide [7]:

$$D_d(d, h) = D_c(h) = D(h) \quad \forall d \quad (\text{V.12})$$

En d'autres termes, cela signifie implicitement que les particules subissent le même effet de mélange axial que la phase continue, cette hypothèse est justifiée dans la mesure où la taille des particules est petite par rapport aux tourbillons générés dans la colonne, responsables de l'agitation [7]. Par ailleurs, elle permet de simplifier notablement l'écriture du modèle.

d'où l'équation (V.11) s'écrit:

$$Q_r(h) = S(h)[1 - Q(h)] U_c(h) + S(h) D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} + \int_0^{d \max} S(h) P(d, h) [U_c(h) + U_r(d, h)] \delta d - \int_0^{d \max} S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \quad (\text{V.13})$$

L'équation (V.13) s'écrit encore:

$$\frac{Q_r(h)}{S(h)} = [1 - \phi(h)] U_c(h) + D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} + \phi(h) U_c(h) + \int_0^{d \max} P(d, h) U_r(d, h) \delta d - D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} \quad (\text{V.14})$$

Car $\int_0^{d \max} P(d, h) U_c(d, h) \delta d = \phi(h) U_c(h)$

et $\int_0^{d \max} P(d, h) U_r(d, h) \delta d$ ne peut pas être intégrée car on ne connaît pas la fonction de variation de U_r en fonction de d .

Après les simplifications, l'équation (V.14) s'écrit

$$\frac{Q_r(h)}{S(h)} = U_c(h) + \int_0^{d \max} P(d, h) U_r(d, h) \delta d \quad (\text{V.15})$$

En combinant les équations (V.9) et (V.15), on obtient l'expression de la vitesse de la phase continue $U_c(h)$.

$$U_c(h) = \frac{Q_t}{S(h)} + \frac{Q_{st}}{S(h)} + \frac{\alpha_s Q_s}{S(h)} - \frac{\alpha_c Q_c}{S(h)} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h) U_r(d, h) \delta d \quad (\text{V.16})$$

$$\begin{aligned} \text{où } S(h) &= S_1 \quad \text{si } h < h_2 \\ S(h) &= S \quad \text{si } h_2 < h < h_3 \\ S(h) &= S_2 \quad \text{si } h > h_3 \end{aligned}$$

Au niveau des changements de section droite, il y a discontinuité de vitesses $U_c(h)$:

$$U_c(h_2^+) = \frac{Q_t + Q_{st} - Q_c}{S} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_2) U_r(d, h_2) \delta d \quad (\text{V.17})$$

$$U_c(h_2^-) = \frac{Q_t + Q_{st} - Q_c}{S_1} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_2) U_r(d, h_2) \delta d \quad (\text{V.18})$$

$$U_c(h_3^+) = \frac{Q_t + Q_{st} - Q_c}{S_2} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_3) U_r(d, h_3) \delta d \quad (\text{V.19})$$

$$U_c(h_3^-) = \frac{Q_t + Q_{st} - Q_c}{S} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_3) U_r(d, h_3) \delta d \quad (\text{V.20})$$

ainsi qu'au niveau des alimentations :

$$U_c(h_4^-) = \frac{Q_t + Q_{st} - Q_c}{S_2} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_4) U_r(d, h_4) \delta d \quad (\text{V.21})$$

$$U_c(h_4^+) = \frac{Q_t + Q_{st}}{S_2} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_4) U_r(d, h_4) \delta d \quad (\text{V.22})$$

$$\text{d'où } U_c(h_4^+) = U_c(h_4^-) + \frac{Q_c}{S_2} \quad (\text{V.23})$$

$$U_c(h_1^-) = \frac{Q_t + Q_{st} + Q_s - Q_c}{S_1} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_1) U_r(d, h_1) \delta d \quad (\text{V.24})$$

$$U_c(h_1^+) = \frac{Q_t + Q_{st} - Q_c}{S_1} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h_1) U_r(d, h_1) \delta d \quad (\text{V.26})$$

$$\text{d'où} \quad U_c(h_1^+) = U_c(h_1^-) - \frac{Q_c}{S_1} \quad (\text{V.27})$$

Le bilan sur les particules de diamètre d dans un élément de la colonne de hauteur ∂h , situé à un niveau h quelconque est le suivant :

$$\text{Entrée : } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \Big|_{h-\partial h/2} \quad (\text{V.28})$$

$$\text{Sortie : } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \Big|_{h+\partial h/2} \quad (\text{V.29})$$

$$\text{Accumulation : } S(h) \delta d \frac{\partial P(d, h)}{\partial t} \delta d \Big|_h \quad (\text{V.30})$$

$$\text{Création} = 0 \quad (\text{V.31})$$

Ce qui entre + ce qui se crée = ce qui sort + ce qui s'accumule

A partir de ce bilan, nous obtenons finalement l'équation générale du modèle hydrodynamique continu:

$$\frac{\partial P(d, h)}{\partial t} = \frac{-\partial}{\partial h} \left[P(d, h) U_d(d, h) \right] + \frac{\partial}{\partial h} \left[D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \right] \quad (\text{V.32})$$

Les conditions limites sont les suivantes :

-A l'alimentation de solide (h=0)

$$\text{Entrée } Q_d f(d) \delta d \quad (V.33)$$

$$\text{Sortie } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \Big|_{h+\delta h/2} \quad (V.34)$$

$$\text{Accumulation } S(h) \delta h \frac{\partial P(d, h)}{\partial t} \delta d \Big|_h \quad (V.35)$$

par passage à la limite $\delta h \rightarrow 0$:

$$P(d, h) U_d(d, h) - D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} = \frac{Q_d f(d)}{S_1} \quad (V.36)$$

Ou $f(d)$ désigne la distribution en taille des particules à l'alimentation.

- Au soutirage de solide (h = L)

$$\text{Entrée } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \Big|_{L-\delta h/2} \quad (V.37)$$

$$\text{Sortie } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) \quad (V.38)$$

$$\text{Accumulation } S(h) \delta h \frac{\partial P(d, h)}{\partial t} \delta d \quad (V.39)$$

En faisant tendre δh vers zéro on obtient l'équation :

$$\frac{\partial P(d, h)}{\partial t} \delta d = 0 \quad (V.40)$$

- A l'alimentation en liquide (h = h₄)

$$\text{Entrée } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \Big|_{h-\delta h/2} \quad (V.41)$$

$$\text{Sortie } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \Big|_{h+\delta h/2} \quad (V.42)$$

$$\text{Accumulation } S(h) \delta h \frac{\partial P(d, h) \delta d}{\partial t} \quad (V.43)$$

à la limite $\delta h \rightarrow 0$ et en tenant compte de l'expression de discontinuité:

$$U_d(d, h_4^+) = U_d(d, h_4^-) + \frac{Q_c}{S_2} \quad (V.44)$$

on obtient

$$P(d, h_4) \frac{Q_c}{S_2} = D(h) \left. \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \right|_{h_4^-}^{h_4^+} \quad (V.45)$$

-Au soutirage de liquide ($h = h_1$).

$$\text{Entrée } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \left. \frac{\partial P(d, h) \delta d}{\partial h} \right|_{h_1 - \delta h/2} \quad (V.46)$$

$$\text{Sortie } S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - S(h) D(h) \left. \frac{\partial P(d, h) \delta d}{\partial h} \right|_{h_1 + \delta h/2} + Q_s P(d, h) \delta d \quad (V.47)$$

$$\text{Accumulation } S(h) \delta h \frac{\partial P(d, h) \delta d}{\partial t} \quad (V.48)$$

avec $\delta h \rightarrow 0$ et de manière analogue ce qui a été obtenu au niveau h_4 on a, en tenant compte de la discontinuité des vitesses.

$$U_d(d, h_1^+) = U_d(d, h_1^-) - \frac{Q_s}{S_1} \quad (V.49)$$

$$D(h) \left. \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \right|_{h_1^-}^{h_1^+} = 0 \quad (V.50)$$

Régime permanent

En régime permanent, des informations sur l'établissement du lit de phase dispersée peuvent être obtenues en intégrant les équations du modèle dynamique sur l'ensemble des tailles de particules et en supposant les dérivées temporelles nulles.

Le débit de la phase dispersée au niveau h de la colonne s'écrit:

$$Q_d(h) = \int_0^{d_{\max}} S(h) P(d, h) \delta d U_d(d, h) - \int_0^{d_{\max}} S(h) D(h) \frac{\partial P(d, h)}{\partial h} \delta d \quad (\text{V.51})$$

En remplaçant $U_d(d, h)$ par $[U_c(h) + U_r(d, h)]$ dans l'équation (V.51), on aura:

$$\frac{Q_d}{S(h)} = \int_0^{d_{\max}} P(d, h) \delta d [U_c(h) + U_r(d, h)] - D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} \quad (\text{V.52})$$

Et en remplaçant $U_c(h)$ par son expression donnée par l'équation (V.16), sachant que

$$\int_0^{d_{\max}} P(d, h) \delta d = \phi(h)$$

$$\frac{Q_d}{S(h)} + D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} = \int_0^{d_{\max}} P(d, h) \delta d \left[\frac{Q_{S_1} + Q_t + \alpha_S Q_S - \alpha_C Q_C}{S(h)} - \int_0^{d_{\max}} P(d, h) \delta d U_r(d, h) + U_r(d, h) \right] \quad (\text{V.53})$$

soit:

$$\frac{Q_d(h)}{S(h)} + D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} + \phi(h) \frac{[\alpha_C Q_C - Q_t - Q_{S_1} - \alpha_S Q_S]}{S(h)} = -\phi(h) \int_0^{d_{\max}} P(d, h) \delta d U_r(d, h) + \int_0^{d_{\max}} P(d, h) \delta d U_r(d, h) \quad (\text{V.54})$$

Finalement à l'aide de l'expression de $U_r(d, h)$ (équation V.6) et en supposant que $U_r^*(d)$ dans (V.6) est corrélée à la vitesse terminale de chute, elle même proportionnelle à la taille d de la particule, soit $U_r^*(d) = Kd$, il vient

$$\begin{aligned} & \frac{Q_d(h)}{S(h)} + D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} + \phi(h) \frac{[\alpha_C Q_C - Q_t - Q_{S_1} - \alpha_S Q_S]}{S(h)} \\ &= -\phi(h) K(1 - \phi(h))^n \int_0^{d_{\max}} P(d, h) d \delta d + K(1 - \phi(h))^n \int_0^{d_{\max}} P(d, h) d \delta d \\ &= K(1 - \phi(h))^{n+1} \int_0^{d_{\max}} P(d, h) d \delta d \quad (\text{V.55}) \end{aligned}$$

Par définition du diamètre moyen d_{43} ; on trouve que le membre de droite de l'équation (V.55) s'écrit :

$$K(1 - \phi(h))^{n+1} \int_0^{d_{\max}} P(d, h) d \delta d = K(1 - \phi(h))^{n+1} \phi(h) d_{43}(h) \quad (\text{V.56})$$

En régime permanent:

$$Q_d(h) = Q_d \quad (\text{V.57})$$

Entre les alimentations, l'équation (V.55) devient :

$$\frac{1}{K d_{43}(h)} \left[\frac{Q_d}{S(h)} + D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} + \phi(h) \frac{[Q_c - Q_t - Q_{st}]}{S(h)} \right] = \phi(h) (1 - \phi(h))^{n+1} \quad (\text{V.58})$$

Cette équation peut être écrite sous la forme simplifiée:

$$a\phi + b = \phi(1 - \phi)^{n+1} \quad (\text{V.59})$$

avec

$$a = \frac{1}{K d_{43}(h)} \left[\frac{Q_c}{S(h)} - \frac{Q_t}{S(h)} - \frac{Q_{st}}{S(h)} \right] \quad (\text{V.60})$$

$$b = \frac{1}{K d_{43}(h)} \left[\frac{Q_d(h)}{S(h)} + D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} \right] \quad (\text{V.61})$$

La courbe $y = \phi(1 - \phi)^{n+1}$ est fixée pour n fixé, mais la droite $y = a\phi + b$ dépend des conditions opératoires $Q_c, Q_d, Q_t, Q_{st}, d_{43}(h)$, la constante dans la loi de vitesse K et le terme de mélange axial

Pour simplifier l'équation (V.58), nous pouvons supposer que la quantité de particules de solide entraînée en haut de la colonne est négligeable.

soit

$$Q_d = Q_d(h) = Q_t \quad (\text{V.62})$$

donc, on obtient encore :

$$a\phi + b = \phi(1 - \phi)^{n+1} \quad (\text{V.63})$$

mais avec cette fois:

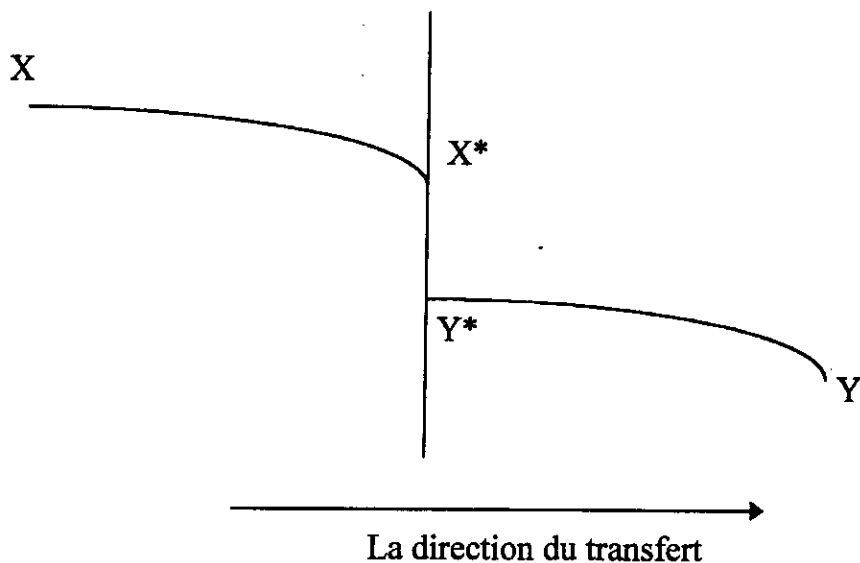
$$a = \frac{1}{K d_{43}(h)} \frac{[Q_c - Q_d]}{S(h)} \quad (\text{V.64})$$

$$b = \frac{1}{K d_{43}(h)} \left[\frac{Q_d(h)}{S(h)} + D(h) \frac{\partial \phi(h)}{\partial h} \right] \quad (\text{V.65})$$

En régime permanent, l'hydrodynamique est entièrement décrite par l'équation (V.63) à tout niveau de la colonne. La solution de cette équation permet de déduire la rétention ϕ . Chercher la solution de (V.63) revient à déterminer l'intersection de la droite $y = a\phi + b$ et de la courbe $z = \phi(1 - \phi)^{n+1}$ pour une condition opératoire fixée.

V.3 MODELISATION DU TRANSFERT DE MATIERE

V.3.1 MISE EN EQUATION DU TERME DE TRANSFERT



Le transfert de matière entre la phase dispersée et la phase continue peut être écrit en fonction de l'aire d'échange, du coefficient de transfert de matière et du potentiel d'échange selon une expression classique. Le débit unitaire de soluté échangé entre la classe de particules de diamètre d et la phase continue s'écrit:

$$\delta\tau = \frac{6}{d} P(d, h) \delta d K_c(d) [Y^*(d, h) - Y(h)] \quad (\text{V.66})$$

A ce stade, il convient de remarquer que dans le cas de particules solides, l'aire d'échange calculée à partir du diamètre de la particule peut être sujette à caution, dans la mesure où la forme et la porosité de la particule interviennent de façon prépondérante. En outre, le coefficient de transfert de matière côté phase continue, K_c n'est pas aisé à déterminer.

Si l'on admet que le coefficient de transfert en phase liquide autour d'une particule suspendue ne dépend pratiquement pas du diamètre de cette particule, nous obtenons le débit de soluté échangé entre la phase dispersée et la phase continue par

unité de volume, en intégrant l'expression précédente sur l'ensemble de la distribution des tailles de particules, soit:

$$\tau = \frac{6}{d_{32}(h)} \phi(h) K_c [Y^*(d, h) - Y(h)] \quad (\text{V.67})$$

où $d_{32}(h)$ est le diamètre de SAUTER de la population de particules au niveau h .

La concentration $Y^*(d, h)$ peut être exprimée en terme de concentration de la phase dispersée $X(d, h)$, à partir de la courbe d'équilibre:

$$Y^* = mX(d, h)$$

La résolution du modèle avec transfert peut se faire en couplant les équations hydrodynamiques et les équations de bilan matière. En pratique, cela revient à remplacer dans les équations hydrodynamiques la variable $(1 - \phi)$ par le produit de variables $(1 - \phi) Y$ et $P(d, h)$ par $P(d, h)X(d, h)$ et à ajouter le terme d'échange précédemment établi.

V.3.1.1 TRANSFERT COTE PHASE CONTINUE

Le débit de soluté contenu dans la phase continue à travers une section droite de la colonne est exprimé de la même manière que pour l'hydrodynamique en utilisant un modèle PISTON - DIFFUSION, soit:

$$Q_{cs}(h) = S(h)[1 - \phi(h)] U_c(h) Y(h) - S(h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} [(1 - \phi(h)) Y(h)]$$

soit encore

$$Q_{cs}(h) = \left[S(h) \{1 - \phi(h)\} U_c(h) - S(h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} \{1 - \phi(h)\} \right] Y(h) - S(h) D(h) [1 - \phi(h)] \frac{\partial}{\partial h} Y(h) \quad (\text{V.68})$$

Compte tenu de l'expression de $Q_c(h)$, on retrouve en fait:

$$Q_{cs}(h) = Q_c(h) Y(h) - S(h) D(h) [1 - \phi(h)] \frac{\partial}{\partial h} Y(h) \quad (V.69)$$

Le bilan sur le soluté, contenu dans la phase continue sur un élément de colonne de hauteur δh , situé à un niveau h quelconque, s'écrit:

$$\text{Entrée : } S(h) [1 - \phi(h)] U_c(h) Y(h) - S(h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} [(1 - \phi(h)) Y(h)] \Big|_{h - \delta h/2} \quad (V.70)$$

$$\text{Sortie : } S(h) [1 - \phi(h)] U_c(h) Y(h) - S(h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} [(1 - \phi(h)) Y(h)] \Big|_{h + \delta h/2} \quad (V.71)$$

$$\text{Accumulation : } S(h) \delta h \frac{\partial [(1 - \phi(h)) Y(h)]}{\partial t} \Big|_h \quad (V.72)$$

$$\frac{\partial}{\partial t} [(1 - \phi(h)) Y(h)] = \frac{\partial}{\partial h} [(1 - \phi(h)) U_c(h) Y(h)] + D(h) \frac{\partial^2}{\partial h^2} [(1 - \phi(h)) Y(h)] + \tau \quad (V.73)$$

où τ est défini par l'équation (V.66).

V.3.1.2 TRANSFERT COTE PHASE DISPERSÉE

Le débit de soluté contenu dans les particules de diamètre d et de concentration X au niveau h de la colonne peut être exprimé à l'aide d'un modèle PISTON-DIFFUSION.

$$\delta^2 Q_{ds}(d, h, X) = S(h) X P(d, h, X) U_d(d, h) \delta X \delta d - S(h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} [X P(d, h, X) \delta X \delta d] \quad (V.74)$$

où $P(h, d, X)$ désigne la distribution volumique des particules de diamètre d au niveau h de la colonne, et de concentration X .

En intégrant cette équation pour toutes les concentrations, nous obtenons le débit du soluté dans les particules de classe d à travers une section droite, caractérisées par une concentration moyenne $\bar{X}(d, h)$.

$$\delta Q_{ds}(d, h) = S(h) \bar{X}(d, h) U_d(d, h) \delta d - S(h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} [\bar{X}(d, h) P(d, h) \delta d] \quad (V.75)$$

En tenant compte de l'expression de $\delta Q_d(h)$ établie pour l'hydrodynamique, cette équation devient:

$$\delta Q_{ds}(d, h) = \delta Q_d(h) \bar{X}(d, h) - S(h) D(h) P(d, h) \delta d \frac{\partial}{\partial h} \bar{X}(d, h) \quad (V.76)$$

Le bilan sur le soluté, contenu dans les particules de classe d dans un élément de colonne de hauteur δh à un niveau h quelconque s'écrit:

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial t} [\bar{X}(d, h) P(d, h)] &= - \frac{\partial}{\partial h} [\bar{X}(d, h) P(d, h) U_d(d, h)] + D(h) \frac{\partial^2}{\partial h^2} \\ &\quad - [\bar{X}(d, h) P(d, h)] - \int \delta^2 \tau \delta X \end{aligned} \quad (V.77)$$

V.4 LES CONDITIONS AUX LIMITES

Le bilan sur le soluté contenu, dans la phase continue, sur un élément de hauteur δh situé aux deux extrémités de la colonne, à l'entrée et à la sortie de la solution, nous donne les conditions aux limites suivantes :

V.4.1 COTE PHASE CONTINUE

- Condition limite au niveau $h = 0$ (à l'alimentation en solide)

$$[1 - \phi(h)] Y(h) U_c(h) - D(h) \frac{\partial}{\partial h} [(1 - \phi(h)) Y(h)] = 0 \quad (V.78)$$

En tenant compte de la condition limite hydrochimique, nous obtenons donc :

$$\frac{\partial}{\partial h} Y(h) = 0 \quad \text{à} \quad h=0 \quad (V.79)$$

- Condition limite au niveau $h = L$

$$Y(h) \left[\{1 - \phi(h)\} U_c(h) - \frac{Q_{st}}{S(h)} \right] - D(h) \frac{\partial}{\partial h} [(1 - \phi(h)) Y(h)] = 0 \quad (V.80)$$

avec la condition limite hydrodynamique, cette équation devient :

$$\frac{\partial}{\partial h} Y(h) = 0 \quad \text{à } h=L \quad (\text{V.81})$$

De même, au niveau de l'alimentation et du soutirage de la phase continue, le bilan conduit aux conditions aux limites suivantes :

-Condition au niveau $h=h_4$ (à l'entrée de solution)

$$\frac{Q_c}{S(h)} [Y_f \{1 - \phi(h)\} Y(h)] + D(h) \left[\frac{\partial}{\partial h} \{1 - \phi(h)\} Y(h) \right]_{h_4} = 0 \quad (\text{V.82})$$

soit :

$$\left[D(h) (1 - \phi(h)) \frac{\partial}{\partial h} Y(h) \right]_{h_4} = - \frac{Q_c}{S_2} [Y(h) - Y_f] \quad \text{à } h = h_4. \quad (\text{V.83})$$

ou Y_f désigne la concentration de la solution à l'entrée.

- Condition au niveau $h = h_1$ (au soutirage de la solution)

$$D(h) \frac{\partial}{\partial h} [\{1 - \phi(h)\} Y(h)]_{h_1} - \frac{(1-\phi(h)) Q_s Y}{S_1} = (1-\phi(h)) Y(h) U_c(h) \quad (\text{V.84})$$

avec la condition hydrodynamique:

$$\left[D(h) \{1 - \phi(h)\} \frac{\partial Y(h)}{\partial h} \right]_{h_1} = 0 \quad \text{à } h = h_1 \quad (\text{V.85})$$

V.4.2 COTE PHASE DISPERSEE

De la même manière qu'avec la phase continue, le bilan sur le soluté continu dans les particules de la classe d , sur un élément de colonne de hauteur δh , situé aux niveaux de l'entrée et du soutirage de la solution et de la phase dispersée nous permet d'obtenir les conditions limites suivantes :

- Condition au niveau $h=0$ (à l'alimentation du solide)

En supposant que toutes les particules alimentées dans la colonne ont la même concentration en soluté, X_f .

$$\bar{X}(d, h) P(d, h) U_d(d, h) - D(h) \frac{\partial}{\partial h} [\bar{X}(d, h) P(d, h)] = - \frac{Q_d}{S_1} X_f f(d) \quad (\text{V.86})$$

En tenant compte de la condition limite de l'hydrodynamique, cette équation devient :

$$P(d, h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} X(h) = \frac{Q_d}{S_1} X_f f(d) \quad (\text{V.87})$$

-Condition au niveau $h = L$ (au soutirage du slide)

$$D(h) \frac{\partial}{\partial h} [P(d, h) \bar{X}(d, h)] = 0 \quad (V.88)$$

ou encore, avec la condition hydrodynamique:

$$P(d, h) D(h) \frac{\partial}{\partial h} \bar{X}(d, h) = 0 \quad (V.89)$$

- Condition au niveau $h = h_4$ (à l'entrée de la solution)

$$\bar{X}(d, h) P(d, h) \frac{Q_c}{S_2} = [D(h) \frac{\partial}{\partial h} \bar{X}(d, h) p(d, h)]_{h_4}^{h_1} = 0 \quad (V.90)$$

$$D(h) P(d, h) \cdot \frac{\partial}{\partial h} \bar{X}(d, h) \Big|_{h_4}^{h_1} = 0 \quad (V.91)$$

en introduisant la condition hydrodynamique .

- Condition au niveau $h = h_1$ (au soufrage de la solution)

$$\bar{X}(d, h) P(d, h) (U_d(d, h) + \frac{Q_s}{S_1}) - [D(h) \frac{\partial}{\partial h} P(d, h) \bar{X}(d, h)]_{h_1}^{h_4} = 0 \quad (V.92)$$

avec la condition hydrodynamique, nous avons enfin :

$$[D(h) P(d, h) \frac{\partial}{\partial h} \bar{X}(d, h)]_{h_1}^{h_4} = 0 \quad (V.93)$$

Conclusion

Pour l'utilisation d'un tel modèle, il faut utiliser les méthodes numériques, donc il s'agira de réécrire toutes les équations avec les variables discrétisées.

NOMENCLATURE

CHAPITRE V

Nomenclature : Chapitre 05

a	: coefficient défini par l'équation (60)	
b	: coefficient défini par l'équation (61)	
d	: Diamètre de particules.....	[m]
d_{max}	: Plus grand diamètre de particules dans la colonne.....	[m]
$d_{32}(h), d_{32}$: diamètre moyen volume-surface (diamètre de SUATER) au niveau h.....	[m]
$d_{43}(h), d_{43}$: diamètre moyen défini dans le texte.....	[m]
$D_c(h)$: Coefficient de diffusion tourbillonnaire de la phase continue.....	[$m^2.s^{-1}$]
$D_d(d,h)$: Coefficient de diffusion tourbillonnaire de la phase dispersée.....	[$m^2.s^{-1}$]
$f(d)$: Fraction en volume des particules de la classe d dans l'alimentation de la phase dispersée.....	
h	: Niveau hauteur dans la colonne.....	[m]
h_0	: Niveau d'alimentation de la phase dispersée.....	[m]
h_1	: Niveau de soutirage de la phase continue.....	[m]
h_2	: Niveau de changement de la section droite en haut de colonne	[m]
h_3	: Niveau de changement de la section droite en bas de colonne	[m]
h_4	: Niveau d'alimentation de la phase continue.....	[m]
h_5	: Niveau de soutirage de la phase dispersée.....	[m]
$K_c(d)$: Coefficient de transfert de matière.....	[$m.s^{-1}$]
K	: Constante de vitesse effective.....	[s^{-1}]
L	: Hauteur de la colonne, niveaux de soutirage de la phase dispersée.....	[m]
m	: Coefficient de partage	
$P(d, h)$: Densité de probabilité de présence des particules de diamètre d au niveau h de la colonne.....	
$P_X(d, h, X)$: Double densité de probabilité de présence des particules de diamètre d et de concentration X au niveau h	
Q_c	: Débit d'entrée de la phase continue.....	[$m^3.S^{-1}$]
$Q_c(h)$: Débit de la phase continue traversant une section au niveau h de la colonne	[$m^3.s^{-1}$]
Q_d	: Débit d'entrée de la phase dispersée.....	[$m^3.s^{-1}$]
$Q_d(h)$: Débit de la phase dispersée traversant une section au niveau h de la colonne	[$m^3.s^{-1}$]
Q_{st}	: Débit de la phase continue soutiré au niveau L	[$m^3.s^{-1}$]
Q_t	: Débit de Sortie de la phase dispersée.....	[$m^3.s^{-1}$]
Q_T	: Débit Total d'entrée dans la colonne.....	[$m^3.s^{-1}$]

$Q_T(h)$: Débit Total traversant une section droite au niveau h de la colonne.....	[$m^3.s^{-1}$]
$Q_{cs}(h)$: Débit de soluté en phase continue traversant une section droite au niveau h de la colonne	[$m^3 .s^{-1}$]
$Q_{ds}(h)$: Débit de soluté en phase dispersée traversant une section droite au niveau h de la colonne.....	[$m^3 .s^{-1}$]
S : Aire de section droite de la partie $h_2 < h < h_3$	[m^2]
S_1 : Aire de section droite de la partie haute de la colonne	[m^2]
S_2 : Aire de section droite de la partie basse de la colonne	[m^2]
$S(h)$: Aire de section de la colonne au niveau h	[m^2]
t : Temps.....	[s]
$U_c(h)$: vitesse de la phase continue au niveau h de la colonne.....	[$m s^{-1}$]
$U_d(d, h)$: vitesse de particules de diamètre d au niveau h de la colonne.....	[$m s^{-1}$]
$U_r(d, h)$: vitesse relative de particules de diamètre d au niveau h de la colonne ..	[$m s^{-1}$]
$U_r^*(d, h)$: vitesse terminale d'une particule de diamètre d dans la colonne	[ms^{-1}]
$U_t(d)$: vitesse terminale d'une particule de diamètre d	[$m.s^{-1}$]
$\bar{X}(d, h)$: concentration moyenne en soluté des particules de diamètre d au niveau h	[$mol.m^{-3}$]
X_F : Concentration en soluté à l'alimentation de la phase dispersée.....	[$mol.m^{-3}$]
$Y(h)$: Concentration en soluté dans la solution au niveau h de la colonne.....	[$mol.m^{-3}$]
Y_F : Concentration en soluté à l'alimentation de la phase continue	[$mol.m^{-3}$]
Y^* : concentration en soluté de la phase continue.....	[$mol.m^{-3}$]
$\alpha_c \alpha_s$: coefficients définis dans le texte	
$\phi(h), \phi$: rétention au niveau h de la colonne	
$\tau(h), \tau$: débit unitaire d'échange du soluté dû au transfert de matière entre les deux phases	[$mol.m^{-3}.s^{-1}$]

CONCLUSION

CONCLUSION

L'étude et la modélisation de l'extraction solide-liquide nous paraissent d'une grande importance, surtout dans le cas d'un solide végétal dont les ressources en produits à haute valeur ajoutée ne sont plus à démontrer.

Dans cette étude nous avons présenté le cas d'une extraction en continu à contre-courant dans une colonne pulsée.

Dans une première partie nous avons fait le point sur la théorie existante et pouvant décrire les phénomènes de transfert entre une phase solide et une phase liquide. Nous avons adapté des résultats obtenus dans le cas de l'adsorption qui est également un transfert solide-liquide.

Dans la deuxième partie, nous nous sommes intéressés à l'aspect technologique de l'installation concerné ou nous avons abordé les problèmes d'alimentation et de soutirage des deux phases. Une proposition de montage à type expérimental est donnée.

Et enfin selon le schéma expérimental proposé, nous avons développé un modèle mathématique décrivant celle-ci. Ce modèle tient compte de l'écoulement non idéal (piston-dispersion) et de la non-uniformité de la répartition du diamètre des particules (bilan de population).

Pour tester la validité de ce modèle et donc simuler le fonctionnement de la colonne d'extraction, il faudra réaliser des expériences simples tout en évaluant la granulométrie du solide à l'alimentation et en estimant les vitesses de chute libre, la dispersion axiale etc....

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. LEYBROS, P. FREMEAUX.
Extraction solide-liquide, techniques de l'ingénieur, J 2780, J 2782, 9-1990.
- [2] N. BEN YAHIA.
Modélisation de l'extraction des essences du bois de cèdre de l'atlas par l'hexane, projet fin d'études, ENP ALGER, 1988.
- [3] M. HADJ SAID.
Extraction des résinoïdes par solvants volatils du bois de cèdre de l'atlas, purification et séparation des extraits, projet de fin d'études, ENP ALGER, 1988.
- [4] R. W. ROUSSEAU.
Hand Bbook of separation process technology, édition Wiley, NEW YORK, 1987.
- [5] J. P. MOULIN, D. PAREAU, M. RAKIB, M. STAMBOULI.
Transfert de matière, techniques de l'ingénieur, J 1070, J 1075, 9-1989.
- [6] P. R. KASTEL, N. R. AMUDSON.
Analytical solution for simples systems in moving bed adsorbers. Ind. and Eng. Chemistry, juillet 1952, vol.44 n 7, pp 1704-1711.
- [7] G. SRISIWAN.
Extraction solide-liquide en colonne pulsée à disques et couronnes : modélisation et application au cas du tanin, thèse de doctorat, INP TOULOUSE, 1988.
- [8] C. HAUNOLD.
Extraction de pyréthrine, analyse du procédé discontinu et de l'influence des ultrasons : modélisation et mise en oeuvre d'un procédé continu, thèse de doctorat, INP TOULOUSE, 1991.

[9] A. LALOU, P. GUIRAUD, L. RIGAL. G. CASAMATTA.

Extraction d'hémicelluloses de coques de tournesol en colonne pulsée : mise au point et modélisation d'un procédé pour un matériau végétal complexe, 5^{ème} congrès français de génie des procédés.

[10] X. L'équipement industriel en verres spéciaux, coming process system EIVS, LYON, 1978.

[11] P. TRAMBOUZE.

Les réacteurs chimiques conception/calcul/mise en œuvre, édition technip, PARIS, 1984.

[12] J. P. TRONTIGNON, A. DOBRACZYNSKI.

Précis de matières plastiques, édition Nathan, PARIS, 1984.

[13] J. P. TRONTIGNON, R. QUATREMER.

Précis de constructions mécaniques, édition Nathan, PARIS, 1985.

[14] B. CASTEN.

Mise en forme des solides, techniques de l'ingénieur, J 3380, 1995.

[15] B. RANEUR , J. CHARPIN.

Etat des particules solides, techniques de l'ingénieur, P 1050, 1987.

[16] X. L'équipement industriel en verres spéciaux, coming process system EIVS, LYON, 1979.