

4/73

2ex

UNIVERSITÉ D'ALGER

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ÉTUDES

EXTRACTION

par

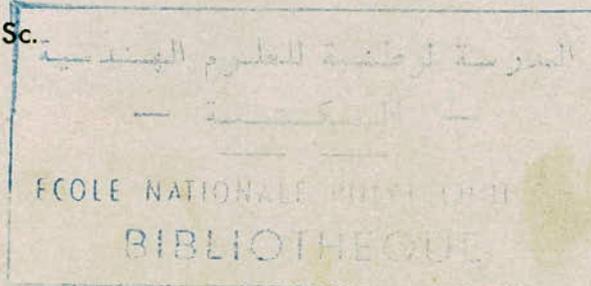
SOLVANT

Proposé par :

G. COGNET Dr.Sc.

Etudie par :

M. KADDOUR - DJEBBAR  
&  
M. LOUCIF



Année Universitaire 1972 - 1973



UNIVERSITE D ALGER  
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département de Génie Chimique

=====

PROJET DE FIN D'ETUDES

EXTRACTION PAR  
SOLVANT

Proposé par  
M<sup>r</sup> G. COGNET, Dr. Sc.

Etudié par  
M. KADDOUR DJEBBAR  
& M. LOUCIF

Année Universitaire 1972 - 1973

La soutenance de ce projet de fin d'Etudes s'est tenue  
le 20 Juin 1973 à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger

C O M M I S S I O N

Président

M<sup>r</sup>. G. COGNET Dr. Sc.                      Professeur à l'E.N.P.A.

Examineurs

MM. WALDE                                      Assistant à l'E.N.P.A.  
MORTAMET                                      Assistant à l'E.N.P.A.

Invités

MM. Le Directeur Administratif de l'UP 5  
ZAIDI  
ROBERT

Nous tenons à remercier les personnes précitées pour avoir  
bien voulu accepter de faire partie de cette commission.

Qu'il nous soit permis d'exprimer toute notre gratitude à tous les professeurs qui ont contribué à notre formation.

Que Monsieur G. COGNET trouve dans ce modeste ouvrage l'expression de notre reconnaissance la plus profonde. Il voulut bien, lorsqu'il nous fallut rédiger ce travail nous éclairer par ses conseils et guider par ses suggestions.

Nous tenons à remercier les responsables de la S.N.C.G. qui ont bien voulu nous fournir les matières premières nécessaires à notre étude expérimentale.

M. KADDOUR DJEBBAR & M. LOUCIF

## S O M M A I R E

### EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

#### I. PARTIE THEORIQUE

- I.1-Mécanisme de l'extraction
- I.2-Facteurs essentiels de l'extraction
- I.3-Théorie de l'optimisation
- I.4-Méthodes de calculs

#### II. PARTIE EXPERIMENTALE

#### III. ANNEXE

- III.1-Nouveau procédé d'extraction sous vide
- III.2-Récupération du solvant
- III.3-Troisième cas d'optimisation

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

La séparation de deux ou plusieurs constituants d'une solution liquide est l'une des opérations les plus rencontrées en Génie Chimique. Il est souvent possible d'accomplir la séparation désirée en amenant le liquide en contact avec un second liquide qui entraîne sélectivement un ou plusieurs des composants de la solution à traiter. La séparation est accomplie parce que certains composants sont plus solubles que d'autres dans le solvant employé.

L'extraction par solvant se rapporte également au traitement d'un solide par un solvant, comme par exemple l'extraction des matières grasses à partir des graines oléagineuses.

Une des applications les plus communes de l'extraction est la séparation de composés difficiles à séparer par distillation car leurs volatilités sont voisines. Exemples :

- séparation des aromatiques: Benzène, Toluène, Xylènes
- extraction des hydrocarbures aromatiques des coupes lubrifiantes par des solvants sélectifs.

Dans certains cas, l'extraction par solvant est employée quand les composants sont sensibles à la chaleur et tendent à se décomposer aux températures de distillation ou d'évaporation.

Dans d'autres cas, l'extraction peut s'avérer économique, même lorsque la distillation est également praticable.

Le procédé d'extraction par solvant entraîne les quatre opérations suivantes :

- a) amener le solvant et la solution (ou le solide) en contact
- b) séparer les deux phases
- c) séparer le soluté de l'extrait
- d) séparer le solvant des deux phases, généralement par distillation.

Le contact intime entre les deux phases peut être accompli par divers moyens :

- agitation mécanique
- contacteur centrifuge
- colonne à plateaux

La difficulté rencontrée dans la séparation des phases est généralement grande quand les deux phases sont dispersées à un haut degré dans l'équipement.

Une grande différence des densités rend la séparation beaucoup plus facile.

---

Le sujet proposé se rapporte à l'étude de l'extraction par solvant. Elle a pour objet d'optimiser l'extraction de l'huile contenue dans les graines de colza d'une part, et de déterminer l'efficacité de l'extracteur liquide-liquide existant au département d'autre part.

## EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

I. PARTIE THEORIQUE

Pour qu'une extraction solide-liquide soit menée rationnellement et économiquement, il est nécessaire d'en bien connaître les facteurs afin de savoir les utiliser au mieux.

Pour extraire l'huile des graines oléagineuses par un solvant, l'équipement destiné à résoudre l'opération devra tenir compte non seulement de la présentation de la matière à traiter et des propriétés du solvant, mais aussi de tous les autres éléments tels que durée de contact, température, pression, etc ...

L'extraction des huiles par solvant à partir des graines oléagineuses jusqu'à la séparation et le stockage de l'huile extraite et du solvant utilisé comprend toute une série d'opérations et de considérations où intervient le Génie Chimique:

- Matutentions
- Préparation des graines et des solvants
- Extraction
- Séparation, séchage puis cuisson des tourteaux
- Evaporation et condensation des solvants
- Dépenses d'énergie...

Nous verrons successivement: -le mécanisme de l'extraction

-l'influence des principaux

facteurs de l'extraction.

I.1-Mécanisme de l'extraction

Nous avons en présence, d'une part, le solvant et d'autre part la graine qui est constituée par quatre éléments:

- une partie solide non grasse qui deviendra le tourteau final
- une matière extractible qui est surtout de l'huile, mais qui contient aussi un peu d'autres éléments.
- de l'eau
- de l'air interstitiel

Pour faciliter le raisonnement, nous admettons que l'eau et la partie solide sont un seul élément étranger, en raison de leur caractère d'insolubilité dans le solvant.

Lorsque la graine est immergée dans le solvant, celui-ci pénètre dans les pores, dissout une partie de l'huile et le liquide formé vient remplir l'espace interstitiel qui était occupé par l'air. Donc ce facteur disparaît aussi.

L'huile se dissout peu à peu dans le solvant, qui devient une solution de plus en plus chargée en matières grasses (miscella).

En fin d'opération, le support inerte conserve encore des traces d'huile et constitue le tourteau résiduel.

L'extraction des matières premières oléagineuses par des solvants pour obtenir des corps gras se base sur le phénomène de transfert qui est un processus assez complexe dont nous n'étudierons que l'aspect essentiel, à savoir la migration d'un constituant d'un solide au sein d'un liquide. Celle-ci s'effectue suivant un processus diffusionnel c'est-à-dire qu'elle résulte du mouvement désordonné de molécules ou de particules fluides.

Le calcul d'une installation d'extraction de matières premières oléagineuses repose aujourd'hui encore, plutôt sur l'empirisme que sur des considérations théoriques tirées des caractéristiques de la matière première et du solvant. L'huile à extraire se trouve soit sur la surface extérieure des particules, soit dans les pores capillaires de diverses dimensions ou bien dans les cellules encore intactes. La répartition quantitative de chacun de ces cas dépend des traitements mécanique et thermique avant l'extraction.

La cinétique du processus occupé relativement peu de chercheurs.

D.F. BOUCHER, J.C. BRIER et J.O. OSBURN (1942) ont fait des expériences sur des plaques poreuses en céramique saturées d'huile de soja. Comme solvant extractif, ils ont utilisé le tétrachloroéthylène ainsi qu'un mélange azéotropique de tétrachlorure de carbone et de dichloroéthylène. Ils ont essayé diverses vitesses d'écoulement

du solvant (Nombre de Reynolds  $N_{Re}=14,7-20400$ ) et ont prouvé que le résultat de l'extraction reste le même. Ils en ont conclu que la résistance du film liquide est minime comparée à la résistance de la diffusion à l'intérieur des pores. Ils ont trouvé que l'extraction est une diffusion moléculaire propre où les coefficients de diffusion sont stables à une température donnée et indépendante de la concentration d'huile dans le solvant, quoique la différence de viscosité entre l'huile et le solvant soit importante.

La relation entre les valeurs des coefficients de diffusion à des températures diverses et les propriétés de l'huile et du solvant a été établie par l'équation:

$$D=3,35 \cdot 10^{-6} (\mu_s / \mu_e)^{0,46}$$

D: coefficient de diffusion en  $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$

$\mu_e$ : viscosité de l'huile en cp

$\mu_s$ : viscosité du solvant en cp

Les valeurs du coefficient de diffusion qui proviennent de cette équation sont valables seulement dans le cas spécial de cette expérience.

J.O. OSBURN et D.L. KATZ (1944) ont essayé d'étudier l'influence de la structure du solide poreux sur le coefficient de diffusion, principalement en ce qui concerne la forme et les dimensions des pores dans les plaquettes de petite épaisseur, où la diffusion est unidirectionnelle et perpendiculaire aux deux faces parallèles. Ils ont examiné sept cas distincts: pores distribués uniformément, capillaires perpendiculaires ou inclinés par rapport à la surface de diffusion, capillaires approvisionnés par des dépôts d'huile à l'intérieur des plaquettes, capillaires avec deux épaisseurs différentes ou plaquettes avec les grandes faces non parallèles.

Dans le cas où les capillaires perpendiculaires à la surface de diffusion ont deux sections transversales différentes, ils ont trouvé un coefficient de diffusion pour chaque section.

Les auteurs ont trouvé une ressemblance très notable entre leurs courbes d'extraction et celles de l'expérience obtenue par l'extraction de l'huile de soja ou de celle de plaquettes en bois préalablement imprégnées d'huile. Cela les a conduit à supposer que dans l'extraction du soja, il existe deux sortes d'huile: celle qui peut être extraite facilement et celle qui l'est difficilement. On a donc deux coefficients de diffusion. On peut alors considérer que la courbe expérimentale de l'extraction du soja est la composante de deux courbes théoriques. Les mêmes résultats sont obtenus en examinant le cas de l'extraction de plaquettes de deux épaisseurs différentes.

Ainsi, tandis qu'avec les matières artificielles (plaques percées en céramique saturées d'huile de soja) l'extraction suit absolument les lois de la diffusion, au contraire avec les matières oléagineuses naturelles on rencontre des divergences sérieuses. L'explication se trouve sûrement dans le fait que le cadre solide artificiel qui porte l'huile est totalement homogène, tandis que le cadre naturel peut être caractérisé par sa grande diversité.

Les essais d'explication du phénomène, à partir des lois de la diffusion en tenant compte de la complexité du support solide, n'ont pas donné entière satisfaction.

Plus tard l'orientation des recherches a changé et il a été considéré que pendant l'extraction des matières premières oléagineuses il se produit un écoulement visqueux dans les pores capillaires. C'est alors la tension superficielle qui pousse le solvant dans les pores de ces matières.

Dans un récent travail, ORESTIS M. ANGELIDIS et ses collaborateurs ont étudié le phénomène dans son ensemble. Des expériences ont été faites sur les graines de coton et principalement sur les grignons d'olives secs ou avec une certaine humidité, à diverses températures, bien broyés ou non, sous forme de plaquettes d'une épaisseur précise ou tels qu'ils sont extraits dans la pratique industrielle. La conclusion qu'ils ont tirée à partir de leurs résul-

tats est que l'extraction des matières premières oléagineuses est un phénomène complexe à cause de la structure du support solide naturel. Dans une forme simplifiée ils ont distingué trois phases principales:

-La première comprend la dissolution de l'huile qui se trouve à la surface extérieure des particules et son voisinage immédiat avec le solvant en circulation.

-La seconde phase est contrôlée par la diffusion de l'huile de l'intérieur des pores, qui entre temps ont été remplis par le solvant. Pendant cette phase la vitesse d'entrée du solvant dans les pores est plus grande que la vitesse de diffusion. La diffusion caractérise cette phase parce que de sa vitesse dépend la quantité d'huile extraite. Suivant les dimensions des pores, on distingue trois catégories de diffusion:

a) la diffusion convective, avec des pores de dimension assez large dans laquelle l'agitation extérieure se transmet à l'intérieur des pores.

b) la diffusion libre où la dimension des capillaires n'empêche pas la diffusion moléculaire dans les pores et l'agitation extérieure n'intervient pas à l'intérieur de ceux-ci.

c) la diffusion empêchée où les dimensions de la molécule diffusante et du capillaire se rapprochent: ils ont observé dans ce cas un freinage de la vitesse de la molécule à cause de l'attraction de celle-ci par les parois des capillaires.

-Durant la troisième phase on constate un écoulement du solvant contenu dans les espaces vides restants des pores capillaires. La vitesse d'écoulement dans ces vides de très petites dimensions est très lente et c'est elle qui détermine le processus d'extraction et non la diffusion. La troisième phase prédomine et contrôle le rendement global de l'extraction. Elle est exprimée par la relation d'OTHMER et coll.

$$E = at^b$$

où l'huile résiduelle (E) est une fonction exponentielle du temps.

L'exposant "b" (chiffre négatif) du temps "t", est stable pour une même matière première, à un degré d'humidité et une température déterminés. Le coefficient "a" dépend pour une même matière à extraire non seulement de l'humidité et de la température, mais aussi du traitement mécanique préalable (pression, broyage). Si sa valeur s'approche de l'unité cela signifie que l'essentiel de l'extraction est réalisé par le troisième processus: la durée de l'extraction sera donc plus longue. Plus le coefficient "a" s'éloigne de l'unité et tend vers zéro, plus le rôle des deux premiers processus croît et, par suite, la durée de l'extraction diminue.

## I.2-Facteurs essentiels de l'extraction

Outre la matière première elle-même, dont la composition peut varier suivant les origines, les récoltes, sa nature et sa préparation, les facteurs essentiels de l'extraction sont les suivants:

- 1) la teneur en humidité de la matière première
- 2) la nature et la quantité des constituants extractibles
- 3) l'épaisseur des particules
- 4) la granulométrie
- 5) le traitement préliminaire de la graine
- 6) la nature des solvants
- 7) la température
- 8) la pression

### 1-Teneur en humidité de la matière première

R. FRANÇOIS (revue Chimie et Industrie Décembre 1966) a observé qu'une diminution de l'humidité de 8 à 5% sans traitement thermique faisait descendre la quantité d'huile extraite (environ d'1% pour le soja). Il ya donc intérêt à réhumidifier les graines avant laminage jusqu'à ce qu'elles aient une teneur en eau de 8 à 9%.

## 2-Nature des constituants extractibles

On sait que l'huile qui est extraite en premier est de meilleure qualité que les fractions moins importantes que l'on peut extraire par la suite avec des difficultés croissantes à mesure que baisse le taux de la matière grasse résiduelle. Par exemple sur un échantillon de graines de soja extraites à l'hexane jusqu'à une teneur de 0,25 % d'huile résiduelle, on treize étapes successives, KARHOVSKY a montré que les premières fractions (jusqu'à 2 % d'huile résiduelle) étaient de couleur et de qualité satisfaisantes alors que les dernières correspondant à des teneurs comprises entre 0,5 et 0,25 % étaient d'un rouge brun très foncé très visqueuses, relativement peu solubles dans l'hexane et d'odeur désagréable. Les premières fractions accusaient une acidité de 0,36% et une perte au raffinage de 6% contre 5% d'acidité et 21,5% de perte au raffinage pour les dernières fractions.

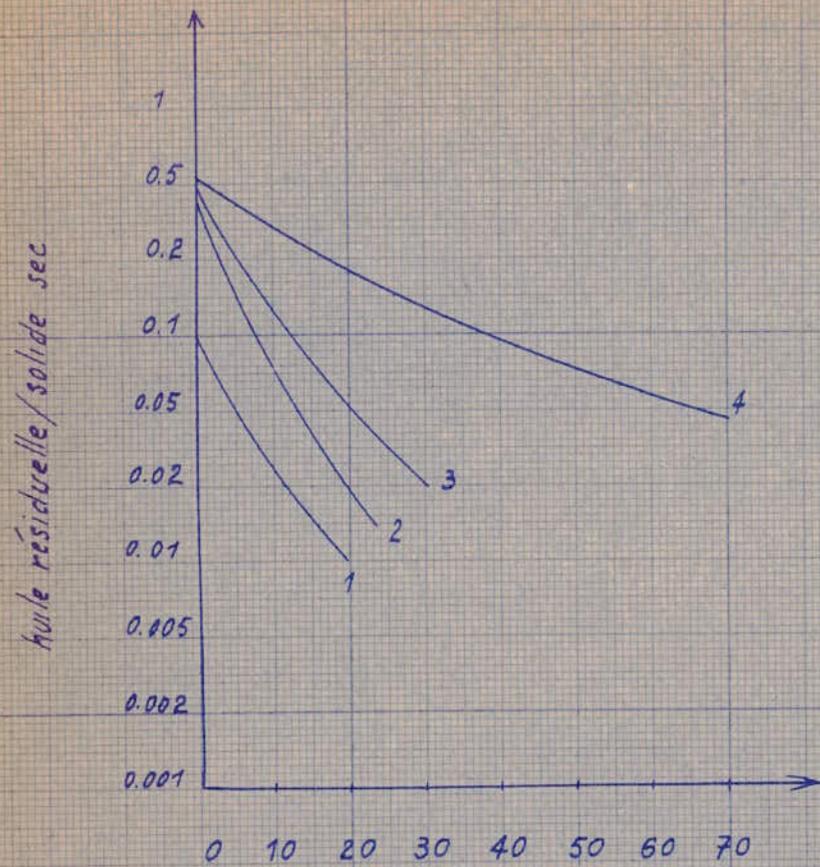
Il convient donc d'arrêter l'extraction à un seuil déterminé pour obtenir le maximum d'huile compatible avec le minimum d'entraînement de matières étrangères.

## 3-Epaisseur des particules

Toujours d'après l'étude faite par R. FRANÇOIS, plus l'épaisseur des particules soumises à l'extraction est faible, meilleure et plus rapide est la pénétration du solvant d'où accroissement de la vitesse d'extraction. C'est ce que montre la figure 1.

## 4-Granulométrie

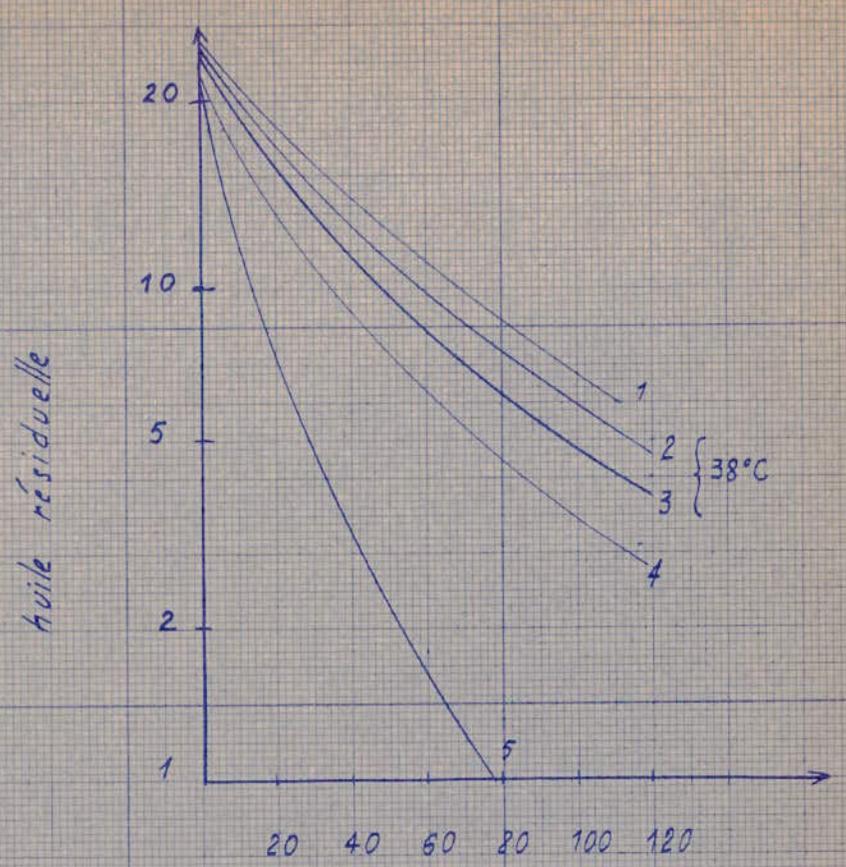
L'épaisseur des particules n'est pas la seule dimension à mettre en cause, car la granulométrie de la matière première est également très importante. C'est ainsi que dans le cas du laminage du soja, à épaisseur égale, étant admis que le volume d'une paillette correspond à celui d'une seule graine, les paillettes les plus grandes seront celles qui auront subi les contraintes les plus élevées,



Durée d'extraction en minutes

Fig 1. Influence de l'épaisseur des particules. Extraction à l'hexane du soja

- 1 - 0,2 mm
- 2 - 0,3 mm
- 3 - 0,4 mm
- 4 - 0,5 mm



Durée d'extraction en minutes

Fig 2. Influence de la nature du solvant

- 1 - 22°C hexane
- 2 - 38°C heptane
- 3 - 38°C hexane
- 4 - 65°C hexane
- 5 - 88°C heptane

leurs cellules seront plus ouvertes donc plus perméables. Elles donneront des vitesses d'extraction plus grandes que les autres.

#### 5-Traitement thermique préliminaire

Un traitement thermique accroît généralement le taux d'extraction. Le chauffage confère à la graine une plus grande plasticité et provoque la coalescence des protéines qui laisse mieux passer l'huile au travers des cellules.

#### 6-Nature des solvants

Les solvants ont des taux d'extraction qui peuvent varier considérablement lorsque l'on passe de l'un à l'autre.

C'est ainsi, d'après l'étude de R. FRANÇOIS, que la graine de soja peut perdre en poids:

- 17,5% par traitement à l'hexane
- 18,4% par traitement au tétrachlorure de carbone
- 19,6% par traitement au trichloroéthylène

Ceci provient en partie, de la présence dans la matière première, en plus des acides gras, de phosphatides, d'insaponifiables et de pigments différemment solubles dans les solvants utilisés.

Pour ce qui est de la nature du solvant, cette influence est également perturbée du fait que la composition de la fraction extraite peut varier avec le solvant.

Dans la figure 2, on peut remarquer que l'extraction à l'heptane se fait légèrement moins vite qu'à l'hexane à la même température. Cependant l'utilisation de l'heptane permet d'opérer à température plus élevée par suite de la différence des points d'ébullition de ces deux solvants. A température élevée le travail à l'heptane se fera plus rapidement qu'à l'hexane.

#### 7-Température

Le graphique de la figure 2 montre que la quantité d'huile

extraite est d'autant plus grande que la température est plus élevée. On désire généralement effectuer l'extraction à des températures aussi hautes que possible, car les hautes températures favorisent la solubilité du soluté dans le solvant et par conséquent les concentrations du soluté dans la solution d'extraction seront plus élevées. Aux températures élevées, la viscosité du liquide est plus basse et les diffusivités plus grandes; et tout ceci conduit à avoir des vitesses d'extraction plus grandes.

Dans le cas de certains produits naturels, les températures trop élevées peuvent conduire à l'extraction de produits indésirables ou à une détérioration chimique du soluté.

#### 8-Influence de la pression

(voir annexe)

I.3-Théorie de l'optimisation

Nous étudierons successivement trois cas d'optimisation qui peuvent se poser à nous:

1-Connaissant le prix du kg d'huile brute, trouver le rendement d'extraction optimum.

2-Trouver le rendement d'extraction optimum correspondant à un prix de revient du kg d'huile brute minimal.

3-La quantité d'huile à produire et la durée d'un cycle sont imposées. On se propose de calculer le programme de réglage de l'unité de sorte que le prix de revient soit minimal.

Cette dernière partie sera étudiée en annexe.

A-Trouver le rendement d'extraction optimum, connaissant le prix du kg d'huile brute.

Appelons:

$\theta$  : le temps en minutes mis pour faire le montage d'extraction introduire la charge et le solvant, faire le montage de distillation, distiller, transvaser.

$t_e$  : le temps d'extraction en minutes

$P_s$  : le prix du kg de solide en DA/kg

$S$  : la quantité de solide en kg

$P_o$  : le prix du kwh d'énergie en DA/kwh

$E$  : la quantité d'énergie consommée en kwh

$P_h$  : le prix du kg d'huile en DA/kg

$P_o$  : le salaire de l'ouvrier en DA/mn

$F$  : les frais d'entretien de l'installation, de séparation et de récupération des produits en DA/mn

$H$  : la quantité d'huile en kg

L'énergie électrique consommée peut être mise sous la forme:

$$E = \alpha + \beta t_e$$

où  $\alpha$  représente la quantité d'énergie consommée avant  $t_e = 0$   
 Les frais de marche de l'unité se montent donc au cours d'un cycle  
 de durée  $(\theta + t_e)$  à :

$$P_o(\theta + t_e) + P_s \cdot S + P_e(\alpha + \beta t_e) + F(\theta + t_e)$$

Le rapport :

$$\frac{(P_o + F)(\theta + t_e) + P_s \cdot S + P_e(\alpha + \beta t_e)}{\theta + t_e}$$

représente alors les frais de marche de l'unité rapportés à une  
 minute.

Connaissant le prix du kg d'huile brute:  $P_h$ , nous pouvons convertir  
 ces frais de marche de l'unité en débit d'huile "H'", en divisant  
 l'expression ci-dessus par  $P_h$ .

On peut donc conclure que le fonctionnement de l'unité sera  
 bénéficiaire tant que l'écoulement de l'huile se fait à débit supé-  
 rieur à H' trouvé.

Or remarquons que nous avons une équation et deux inconnues  
 H' et  $t_e$ . Une solution graphique peut être envisagée. Pour pouvoir ré-  
 soudre le problème algébriquement, il faudra exprimer H' en fonction  
 de  $t_e$ . Graphiquement le débit d'huile et le temps d'extraction optimums  
 sont déterminés par l'intersection de la courbe :

$$\frac{t_e(P_o + F + \beta P_e) + (P_o + F)\theta + P_s \cdot S + P_e \alpha}{\theta + t_e} = f(t_e)$$

et la droite:  $P_h \cdot H' = f(H')$

Un exemple de calcul est donné dans la partie expérimentale. La figure  
 3 montre la courbe donnant la quantité d'huile extraite en fonction  
 du temps d'extraction. Cette courbe se détermine expérimentalement  
 (voir plus loin: mode opératoire).

Sur le même graphique nous avons fait figurer la droite de pente  $H'_{opt}$  kg/mn, puis la tangente à la courbe parallèle à cette droite qui nous a permis de déterminer le point pour lequel les conditions de marche sont optimums.

B-Trouver le rendement d'extraction optimum correspondant à un prix de revient du kg d'huile brute minimal.

Reprenons les grandeurs définies précédemment. On se propose de déterminer à quel moment, faudra-t-il arrêter l'extraction pour que le prix de revient du kg d'huile recueilli soit minimal.

Pour simplifier le problème, supposons que la quantité de solvant perdue est négligeable et que celui-ci sera presque complètement récupéré. Le prix de revient du kg d'huile sera alors:

$$\frac{P_r}{H} = \frac{(P_o + F)(G + t_o) + P_s \cdot S + P_o(\alpha + \beta t_o)}{H}$$

Cherchons  $t_o$  correspondant à  $\text{Min}\left(\frac{P_r}{H}\right)$

#### Méthode graphique

La courbe expérimentale  $H=H(t_o)$  permet de calculer pour chaque  $t_o$  le prix de revient du kg d'huile.

La courbe  $\frac{P_r}{H} = f(t_o)$  passera par un minimum qui correspondra à l'optimum cherché.

#### Méthode algébrique

Posons que la quantité d'huile extraite au bout d'un temps  $t_o$  suit l'expression donnée par OTHMER pour l'huile résiduelle, à part que dans notre cas "b" sera positif.

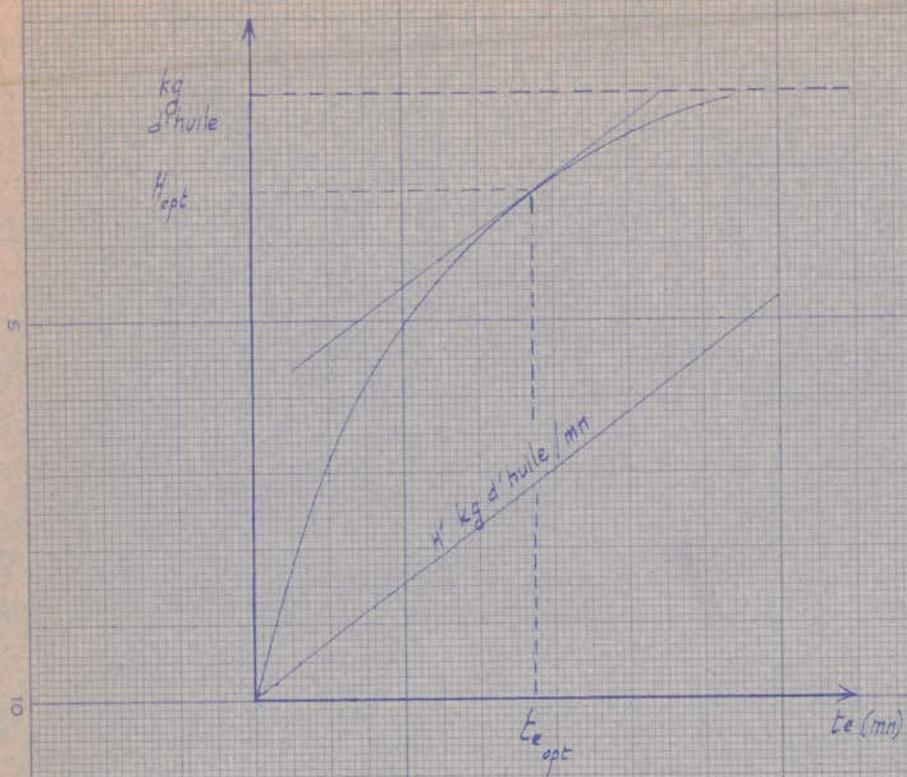


Fig 3. Détermination graphique  
du rendement d'extraction optimum  
le prix du kg d'huile brute étant connu

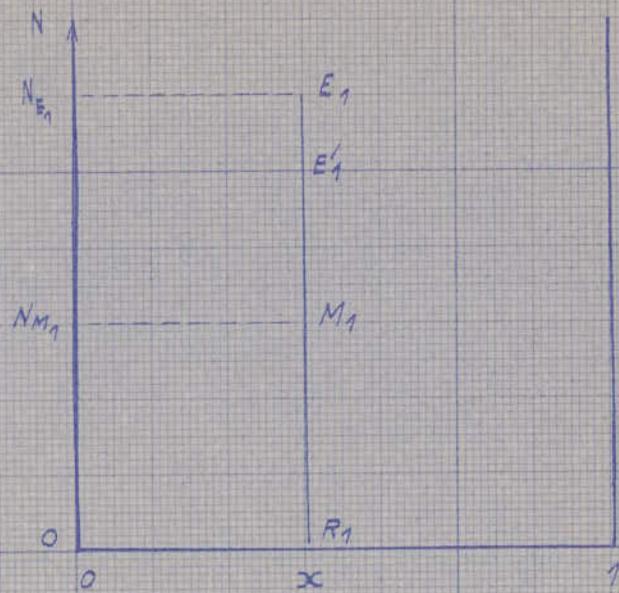


Fig 4

$$H(t_e) = at_e^b$$

a et b étant des constantes à déterminer.

$$\text{Min}_{t_e} \frac{P_r}{H} = \text{Min}_{t_e} \frac{(P_o + F)(\theta + t_e) + P_s \cdot S + P_e(\alpha + \beta t_e)}{a t_e^b}$$

$$\frac{\partial}{\partial t_e} \left[ \frac{(P_o + F)(\theta + t_e) + P_s \cdot S + P_e(\alpha + \beta t_e)}{a t_e^b} \right] = 0$$

$$[(P_o + F) + P_e \beta] at_e^{b-1} - ab \frac{t_e^{b-1}}{t_e^b} \left[ (P_o + F)(\theta + t_e) + P_s \cdot S + P_e(\alpha + \beta t_e) \right] = 0$$

$$t_e (P_o + F + P_e \beta) = b \left[ t_e (P_o + F + \beta P_e) + \theta (P_o + F) + P_s \cdot S + P_e \cdot \alpha \right]$$

$$t_e (P_o + F + P_e \beta) (1 - b) = b \left[ \theta (P_o + F) + P_s \cdot S + P_e \cdot \alpha \right]$$

$$t_{e \text{ opt}} = \frac{b \left[ \theta (P_o + F) + P_s \cdot S + P_e \cdot \alpha \right]}{(1-b)(P_o + F + P_e \beta)}$$

#### I.4-Méthode de calcul

##### Efficacité de l'étage

Considérons une simple extraction, où le solide est "léché" avec assez de solvant pour dissoudre tout le soluté et où il n'y a pas d'adsorption préférentielle du solvant ou du soluté par le solide. Si un temps de contact suffisant entre les deux phases est permis tout le soluté doit être dissout et le mélange obtenu est constitué d'un support inerte insoluble immergé dans une solution de soluté dans le solvant.

Les deux phases insolubles sont alors séparées physiquement. Toute cette opération constitue un étage. Si la séparation mécanique du liquide et du solide était parfaite, il ne devrait pas y avoir de soluté associé au solide quittant l'étage. La séparation complète soluté-solide insoluble aurait été accomplie avec un étage unique. C'est un étage idéal d'une efficacité de 100%.

Dans la pratique l'efficacité est moindre car :

1-Le soluté peut être incomplètement dissout suite à un temps de contact insuffisant.

2-Il est certainement impossible d'effectuer une séparation (mécanique ou physique) parfaite et le solide quittant l'étage retient toujours du liquide dans lequel est dissout du soluté.

##### Equilibre pratique

Dans le cas général, il est beaucoup plus facile d'effectuer les calculs graphiquement comme dans les autres opérations de transfert de matière et ceci nécessite une représentation (graphique) des conditions d'équilibre. Les représentations graphiques seront faites à l'aide de diagrammes triangulaires.

Appelons A : le solvant pur  
 B : le solide insoluble  
 C : le soluté

La concentration en solide insoluble dans le tourteau résiduel peut

être exprimée par:  $N \frac{\text{kg de B}}{\text{kg(A+C)}}$  que le solide soit mouillé de solution ou pas.

x: fraction massique de soluté dans la solution quittant l'étage

y: fraction massique de soluté dans la solution adhérant au solide

Considérons premièrement le cas d'un mélange de solide insoluble, duquel est extrait tout le soluté, immergé dans la solution. Ce mélange est représenté par  $M_1$ . La concentration de la solution claire est x et la concentration de solide insoluble dans le tourteau résiduel est  $N_{M_1}$  (voir la figure 4).

Le liquide clair que nous recueillons est représenté par  $R_1$ . La composition de la solution dans le tourteau résiduel doit être la même que celle du liquide clair recueilli

$$x = y^*$$

La concentration de B dans le tourteau résiduel  $N_{E_1}$  dépend de la durée d'égouttage  $t_1$ . Ainsi  $E_1$  représente le tourteau résiduel. La ligne d'équilibre  $R_1E_1$  joignant les points représentant les deux courants (liquide clair et tourteau résiduel) est verticale. Si le temps d'égouttage est plus faible la concentration en solide insoluble dans le tourteau résiduel est plus basse et est représentée par  $E_1$ . Comme nous le voyons la courbe d'équilibre dépend de la durée d'égouttage. Il faudra donc établir une courbe d'équilibre pratique, dont le temps d'égouttage soit le même que celui de l'installation.

Examinons quelques cas de courbe d'équilibre qui peuvent être rencontrés.

Les graphes de la figure 5 représentent le cas où le soluté C est infiniment soluble dans le solvant A, ainsi x et y varient de zéro à un. La courbe DFE représente le tourteau résiduel. La courbe GHJ représente les compositions de la solution soutirée. Dans ce cas une partie du solide B est partiellement soluble dans le solvant ou que le liquide soutiré a été mal séparé. La ligne d'équilibre telle que FH n'est pas verticale, et cela se produit:

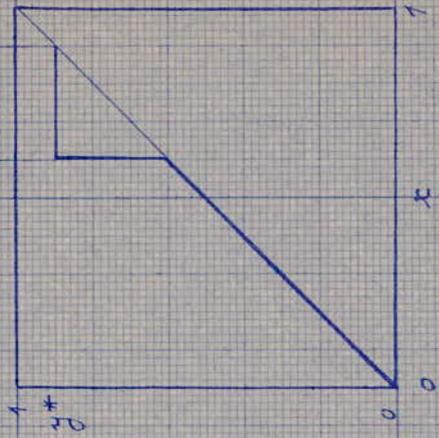
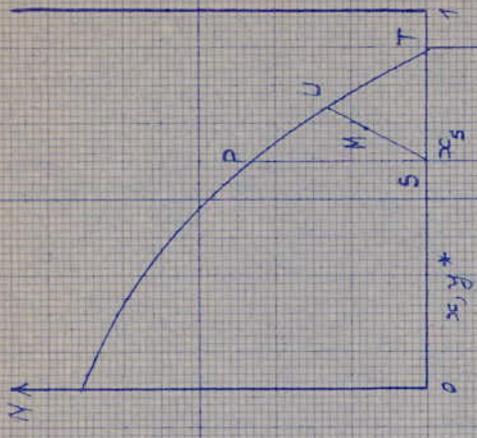


FIG 5

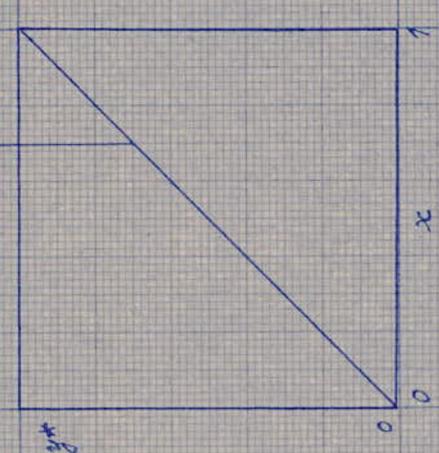
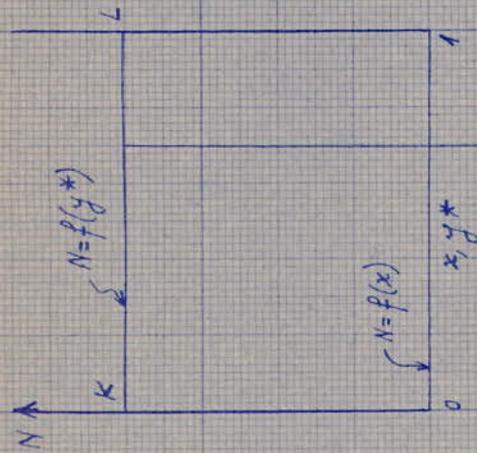


FIG 6

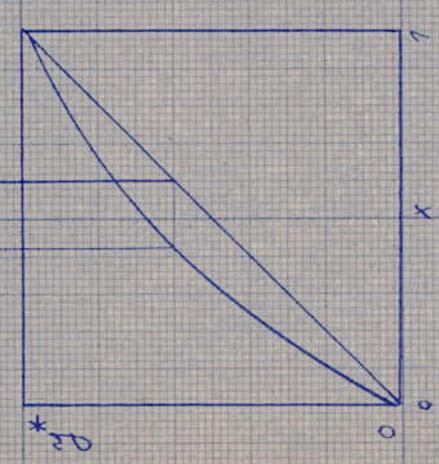
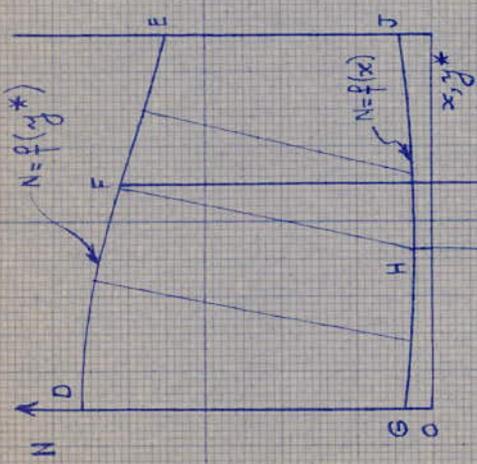


FIG 7

- 1-si le temps de contact liquide-solide n'a pas été assez long pour permettre la dissolution complète du soluté.
- 2-si une adsorption préférentielle du soluté intervient.
- 3-si le soluté n'est pas distribué également entre la solution et le solide à l'équilibre.

La figure 6 montre le cas où il n'y a pas d'adsorption du soluté. Ainsi la solution soutirée a la même composition que la solution retenue. Les lignes d'attache ou d'équilibre sont alors verticales.

$$m = \frac{y^*}{x} = 1$$

$m$  est le coefficient de distribution

La figure 7 représente le cas où la solubilité  $x_s$  de C dans A est limitée. On ne peut pas obtenir une solution plus concentrée que  $x_s$ . Ainsi les lignes d'équilibre convergent vers S. Dans ce cas tout mélange M situé à droite de PS donne une solution saturée et un tourteau résiduel U dont la composition dépend du point M.

Le point T représente la composition du soluté pur après décanation de la solution saturée. Puisque les lignes d'équilibre à gauche de PS sont verticales, il n'y a pas d'adsorption et le liquide soutiré est clair.

### EXTRACTION AVEC UN ETAGE UNIQUE

Considérons un étage réel représenté par la figure 8 où le rectangle représente l'opération entière:

- mise en contact du solide et du solvant d'extraction
- séparation mécanique des phases

Supposons que B soit insoluble dans A

### Bilans de matière

$$N_F \cdot F = E_1 \cdot N_1$$

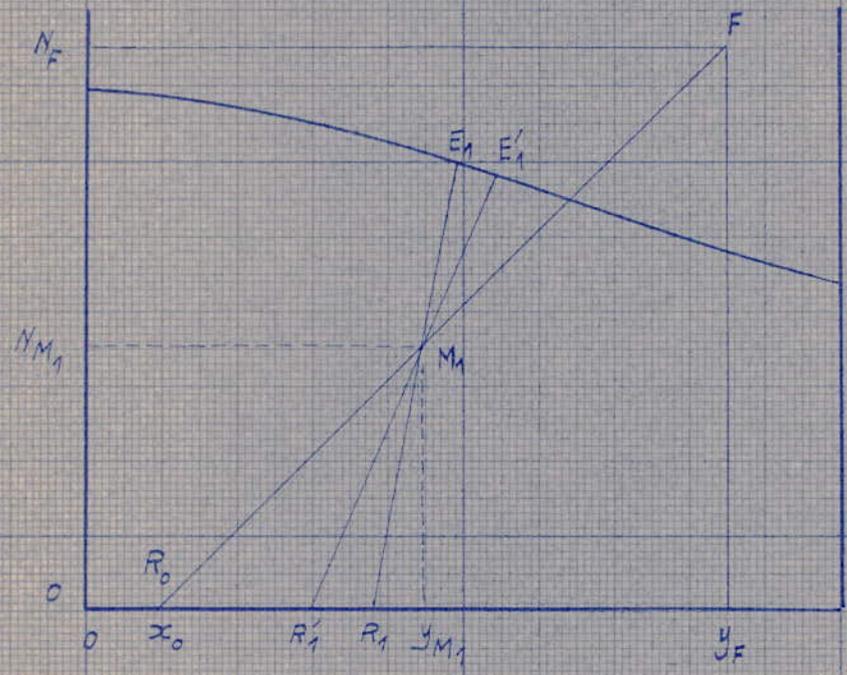
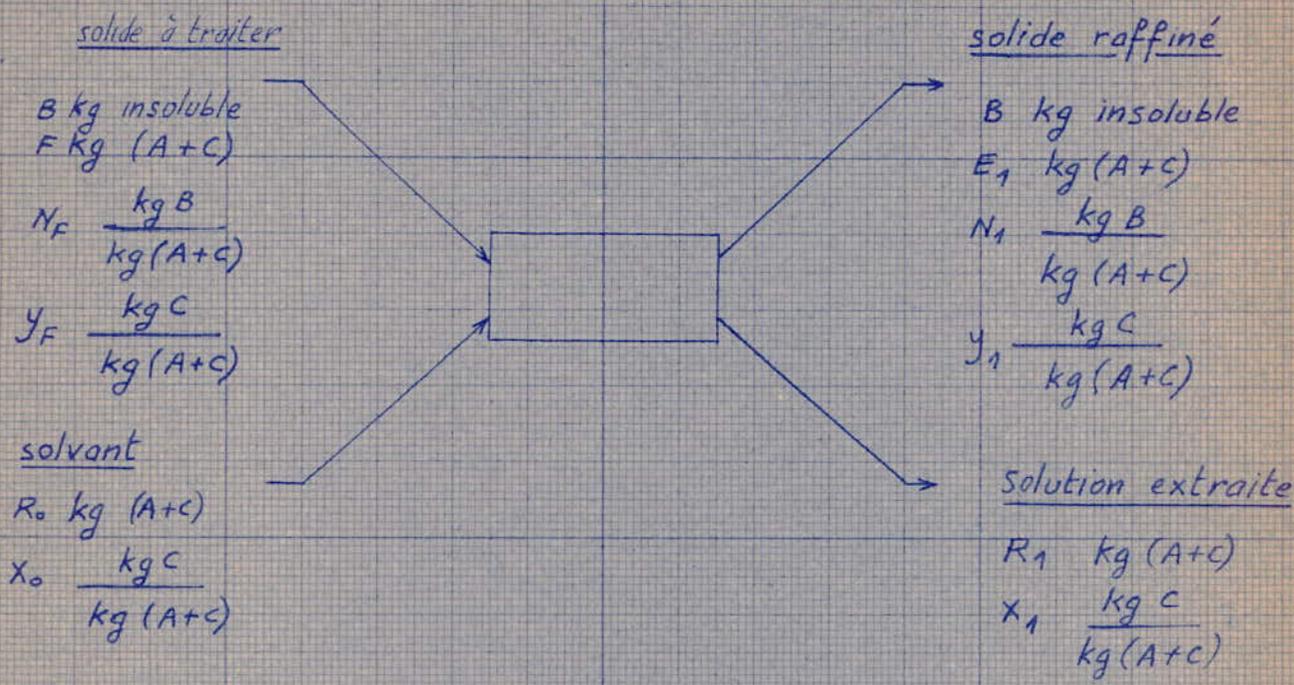


FIG 8

Bilan partiel

$$\text{soluté C : } Fy_F + R_0x_0 = E_1y_1 + R_1x_1$$

$$\text{solvant A : } R_0(1-x_0) + F(1-y_F) = E_1(1-y_1) + R_1(1-x_1)$$

$$\text{solution : } F + R_0 = R_1 + E_1 = M_1$$

$$N_{M_1} = \frac{B}{F+R_0} = \frac{B}{M_1}$$

$$y_{M_1} = \frac{y_F \cdot F + R_0 x_0}{F + R_0}$$

La solution soutirée et le tourteau résiduel sont représentés respectivement par  $R_1$  et  $E_1$ . Si le temps d'égouttage est plus court ils seront représentés par  $R'_1$  et  $E'_1$

EXTRACTION CONTINUE A CONTRE COURANT A ETAGES MULTIPLES

Reportons-nous à la figure 9

Supposons que B soit insoluble dans A.

Bilan global

$$F + R_{N_{p+1}} = R_1 + E_{N_p} = M$$

Bilan pour soluté C

$$Fy_F + R_{N_{p+1}} x_{N_{p+1}} = R_1 x_1 + E_{N_p} y_{N_p} = M y_M$$

$$\text{d'où } N_M = \frac{B}{F + R_{N_{p+1}}}$$

$$y_M = \frac{Fy_F + R_{N_{p+1}} x_{N_{p+1}}}{F + R_{N_{p+1}}}$$

solide à traiter

$B$  kg/hr insoluble

$F$  kg/hr (A+C)

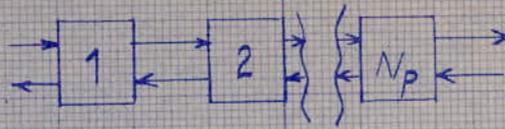
$N_F$

$Y_F$

solution forte

$R_1$  kg/hr (A+C)

$X_1$



solide raffiné

$B$

$E_{Np}$

$Y_{Np}$

$N_{Np}$

$N_{Np}$

solvant

$R_{Np+1}$  kg/hr (A+C)

$X_{Np+1}$

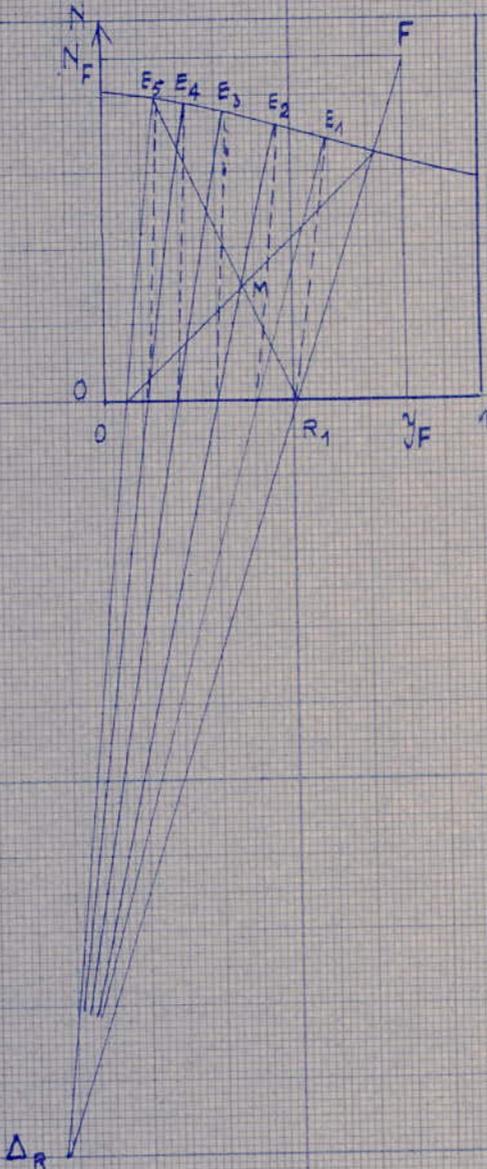


Fig 9. Extraction continue à contre courant à étages multiples

Les points  $E_{II_p}$  et  $R_1$  de la figure 9 représentent les effluents de la cascade et sont reliés par une droite passant par  $M_1$ .

$E_{II_p}$  doit être sur la courbe pratique d'équilibre.

$$F + R_{II_{p+1}} = R_1 + E_{II_p}$$

$$F - R_1 = E_{II_p} - R_{II_{p+1}} = \Delta_R$$

$$F - R_1 = E_3 - R_4 = E_2 - R_3 = E_1 - R_2 = \Delta_R$$

$\Delta_R$  représente la constante différence (E-R) entre chaque étage.  $\Delta_R$  est situé à l'intersection des droites  $FR_1$  et  $E_{II_p}R_{II_{p+1}}$ . Les effluents de chaque étage sont reliés par des lignes d'équilibre pratiques. La droite  $\Delta_R E_1$  coupe l'axe horizontal en  $R_2$ .  $E_2$  est en équilibre avec  $R_2$ .  $\Delta_R E_2$  coupe ce même axe en  $R_3$  etc...

Le nombre d'étages théoriques est donné par le nombre de droites opératoires passant par  $\Delta_R$  depuis  $\Delta_R F$  jusqu'à la droite qui se rapproche le plus de  $\Delta_R E_{II_p}$ .

## II.. PARTIE EXPERIMENTALE

### II.1-Installation

L'installation comprend:

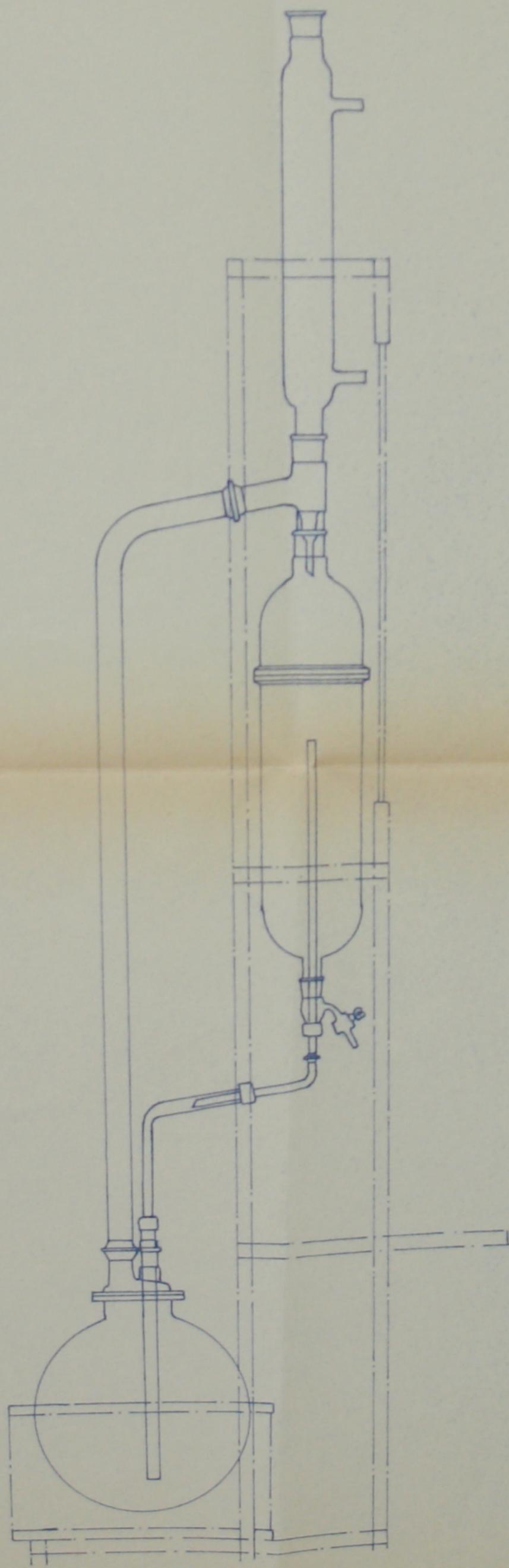
- un chauffe ballon à trois jaquettes chauffantes dont la puissance de chauffe est réglable.
- un compteur électrique permettant de mesurer la quantité d'énergie consommée.
- un ballon de 20 litres dans lequel le solvant sera porté à ébullition.
- un réfrigérant à eau courante de surface d'échange importante
- une colonne pour acheminer les vapeurs de solvant jusqu'au réfrigérant.
- un réservoir dans lequel est placé un sac en toile. Le solide à traiter est placé dans ce sac.
- un siphon reliant le réservoir au ballon de 20 litres.

### II.1.1-Fonctionnement

Le solvant utilisé, placé dans le ballon, est porté à ébullition. Les vapeurs de solvant acheminées par la colonne se condensent dans le réfrigérant et tombent sur le solide contenu dans le sac en toile en passant par un petit arrosoir qui permet une meilleure distribution du solvant dans le solide. Au fur et à mesure que le solvant tombe sur le solide, le niveau du mélange soluté + solvant (appelé miscella) monte dans le réservoir et dans le siphon. Lorsque le point haut du siphon est atteint, la totalité du miscella est transvasé du réservoir au ballon de 20 litres. On dira alors que l'on vient d'effectuer un cycle. Les températures d'ébullition du solvant et du soluté étant différentes, le solvant est vaporisé et sert à effectuer un second cycle alors que le soluté demeure dans le ballon.

Cette installation a pour avantage d'effectuer des extractions avec une quantité de solvant limitée.

# EXTRACTEUR SOLIDE - LIQUIDE



PC00493  
avant p 22

### II.1.2-Modifications apportées à l'installation

Dans ce mode d'extracti en discontinu ou extraction en Soxhlet, le solide n'est pas soumis aux mêmes conditions d'écoulement. Le solvant en ruisselant à travers le lit de solide entraîne avec lui une partie du soluté. De ce fait la partie inférieure du lit est noyée de miscella concentrée en huile. La partie supérieure du lit sera noyée de miscella moins concentré. La quantité de soluté transférée d'une phase à l'autre s'exprime par :

$$\varphi = K.a.(C_e - C).t$$

K : coefficient de transfert

a : aire interfaciale

$C_e$  : concentration en soluté à l'équilibre

Le temps de contact entre les phases devient de plus en plus grand en allant vers le bas du lit.

Donc dans la partie inférieure du lit correspond un temps de contact long mais une faible différence de concentration, et l'inverse pour la partie supérieure. Ce mode d'extraction n'est donc pas très efficace. Pour essayer de soumettre le solide aux mêmes conditions d'écoulement quel que soit la hauteur du lit, nous avons placé au bas du réservoir un système de soutirage continu du miscella.

Le reste du montage étant resté inchangé, nous avons mis hors circuit le siphon et placé entre le ballon et le réservoir 2 robinets

-un robinet qui permet de régler le débit de soutirage du miscella de telle sorte que le lit solide soit constamment immergé dans le solvant.

-un second robinet à trois voies: une voie étant reliée au réservoir, une autre au ballon et la troisième permettant d'effectuer des prélèvements.

## II.2-Mode opératoire

Dans l'expression du prix de revient, figurent des grandeurs sur lesquelles nous pouvons jouer sans affecter le rendement de l'extraction:

$$\frac{P_r}{H} = \frac{(P_o + F)(\theta + t_e) + P_s \cdot S + P_e (\alpha + \beta t_e)}{at_e^b}$$

Pour une quantité donnée d'huile, le prix de revient sera d'autant plus faible que  $\theta$  et  $\alpha$  seront faibles.

Définissons le temps de préchauffage comme étant le temps écoulé à partir de la mise en marche de l'appareil jusqu'au moment où la première goutte de solvant tombe sur le solide dans le cas de l'extraction en Soxhlet. Dans le cas du soutirage continu de miscella on le comptera jusqu'au moment où l'on commence à effectuer le soutirage.

$\theta$  sera faible si on effectue des opérations simultanément, exemple: préparer une nouvelle charge de solide pendant la distillation et effectuer cette distillation juste après l'extraction pour ne pas perdre de temps au préchauffage du mélange. On diminuera le temps de préchauffage en travaillant durant cette période avec une grande puissance de chauffe. Du même coup nous diminuerons  $\alpha$  qui est la quantité d'énergie consommée durant le temps de préchauffage, car l'énergie dissipée à travers le ballon et la colonne sera d'autant plus faible que le temps sera faible.

C'est ce qui ressort d'une première série d'expériences effectuées en Soxhlet avec 12,5 litres d'heptane. Voir le tableau N°1.

Nous mettons donc en marche l'installation avec une grande puissance de chauffe, après avoir introduit le solvant et les graines. Lorsque le lit est complètement immergé dans le solvant, nous effectuons le soutirage pour évacuer la partie inférieure concentrée en huile. Par pesée nous pouvons déterminer la quantité de mélange soutirée. Connaissant le temps de prélèvement, et déduisant la quantité d'huile contenue dans l'échantillon à partir de la courbe d'étalonnage indice de réfraction = f(fraction massique d'huile dans le solvant)

nous pourrions déterminer le débit d'huile au moment  $t_e$ . Le temps d'extraction est compté à partir du moment où l'on commence à soutirer

La quantité d'huile extraite jusqu'au temps  $t_e$  pourra être déterminée par intégration de la courbe: débit d'huile en fonction du temps d'extraction:

$$H = \int_0^{t_e} H'(t_e) dt$$

### II.2.1-Détermination des coefficients a et b

Calculons par intégration graphique (à l'aide de la formule de SIMPSON par exemple), la valeur de H pour 4 ou 5 valeurs du temps d'extraction. Portons ensuite  $\log H$  en fonction de  $\log t_e$ . Nous obtenons une droite dont la pente est égale à "b" et d'ordonnée à l'origine égale à  $\log a$

### II.2.2-Détermination des coefficients $\alpha$ et $\beta$

Le compteur électrique est muni d'un disque. Chaque tour de disque correspond à 19,2 Wh

Connaissant le temps correspondant à un tour de disque, et le temps de préchauffage nous pouvons déterminer d'une part la puissance de chauffe utilisée et d'autre part le coefficient  $\alpha$  qui correspond à l'énergie consommée lors du préchauffage.

Le coefficient  $\beta$  représente la quantité d'énergie consommée par unité de temps.

### EXEMPLE DE CALCUL

Sachant que le disque fait un tour en 50 secondes et que le temps de préchauffage est égale à 30 minutes, exprimer la quantité d'énergie consommée en fonction du temps d'extraction ainsi que la puissance de chauffe P

---


$$P = \frac{\text{Quantité d'énergie en Wh}}{\text{temps correspondant en h}}$$

$$50 \text{ secondes} = \frac{50}{3600} \text{ heure}$$

$$P = \frac{19,2 \cdot 3,6}{50} = 1,382 \text{ kW}$$

$$\alpha = \frac{19,2 \cdot 1,8}{50} = 0,692 \text{ kWh}$$

$$\beta = \frac{19,2}{50} \cdot 60 \cdot 10^{-3} = 0,023 \text{ kWh/min}$$

$$E(t_e) = 0,692 + 0,023 t_e$$

### III. ANNEXE

#### III.1-NOUVEAU PROCÉDE D'EXTRACTION DE L'HUILE DE SOJA SOUS VIDE

La méthode d'extraction de l'huile des graines de soja proposée par E. GULBARAN et N. RENDA (Faculté des sciences, Département de chimie Industrielle, Université d'ANKARA. TURQUIE) opère par percolation de solvant à la température de 55°C sous pression réduite (550-600 mm de mercure) avec un rendement de 100% en huile. Elle est plus intéressante que les procédés classiques, à la fois du point de vue technique et économique, car elle est plus rapide et plus complète, à une température plus basse et elle fournit un miscella clair

#### Description et fonctionnement de l'extracteur

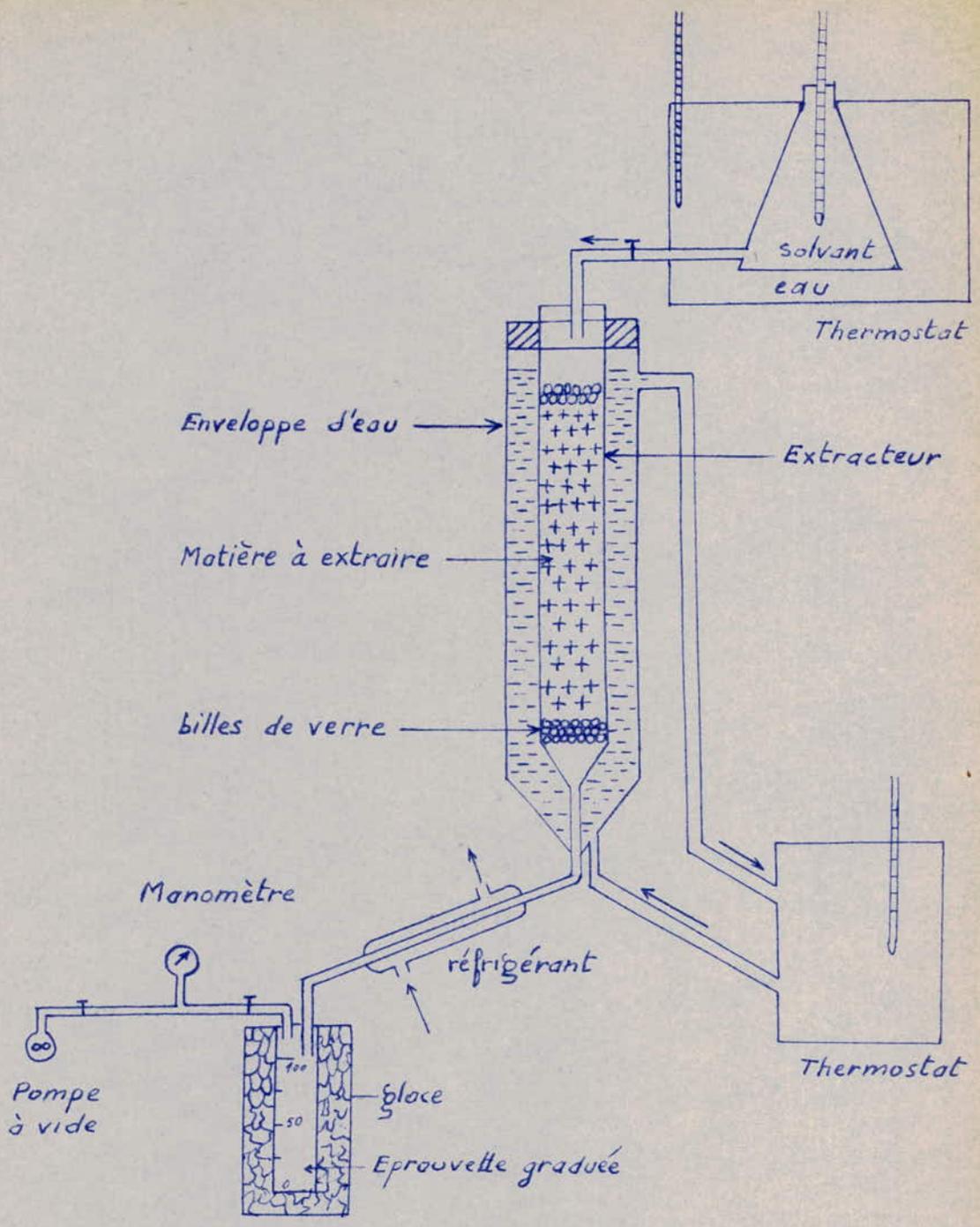
L'appareil (voir figure) est constitué de deux tubes de verre concentriques de 40 cm de longueur, le diamètre du tube intérieur étant de 3,5 cm et celui du tube extérieur de 5 cm.

A la base du tube intérieur qui constitue l'extracteur proprement dit, on dispose une toile fine supportant des billes de verre de 1 à 2 mm de diamètre, destinées à retenir le lit de matière à extraire (100 g). Un thermostat maintient constante la température de l'eau de l'enveloppe entourant l'extracteur. A la base se trouve un dispositif récepteur du miscella, constitué par un réfrigérant à eau et par une éprouvette graduée reliée à une pompe à vide.

Le solvant provenant d'une fiole conique maintenue à température constante, est introduit goutte à goutte à la partie supérieure de l'appareil à une vitesse réglée par un robinet.

L'opération commence dès que la solution coule goutte à goutte dans l'éprouvette graduée sous l'effet de la dépression provoquée par la pompe à vide.

Pendant l'extraction avec les systèmes classiques à contre-courant, la matière à extraire reste toujours en contact avec le miscella et la différence de concentration de l'huile dans les deux phases est faible. Lorsque le solide est en contact avec la solution pauvre ou solvant, la différence de concentration est plus importante de sorte



qu'une plus grande quantité d'huile passe dans le miscella. De plus lorsque l'huile est extraite sous vide la vitesse d'extraction est augmentée. Le tableau 6 rend compte de ce résultat, en comparant les valeurs obtenues par la méthode d'ULLMANN (extraction au Soxhlet) avec celle qui est proposée.

Nous constatons que le nouveau procédé fournit des résultats meilleurs que ceux obtenus avec la méthode d'ULLMANN, ce qui justifie son intérêt à la fois du point de vue technique et économique.

### III.2-RECUPERATION DU SOLVANT

a) La récupération du solvant à partir de l'extrait (le miscella) se fait par distillation. Les températures d'ébullition du solvant et de l'huile étant très éloignées, le montage qui a servi à faire nos expériences a été utilisé pour effectuer la séparation huile-solvant. A cet effet, le réservoir contenant le sac en toile a été mis hors circuit. Les vapeurs de solvant condensées dans le réfrigérant sont recueillies dans un ballon placé juste en dessous.

#### b) Récupération du solvant à partir des tourteaux

A la S.N.C.G. les gaz provenant des tours de distillation et de cuisson des tourteaux sont réceptionnés dans des condenseurs. Le refroidissement se fait à l'eau de mer. Les gaz non condensés sont acheminés vers des réservoirs à réfrigération directe par pulvérisation d'une saumure réfrigérée. L'ensemble passe dans un séparateur hexane liquide-eau saumure. Les gaz incondensables contenant de l'eau passent dans un condenseur à ammoniac liquide (-14, -16°C). La phase liquide passe dans un séparateur hexane-eau. Les gaz incondensables restants sont ensuite envoyés dans deux bacs à charbon actif travaillant alternativement.

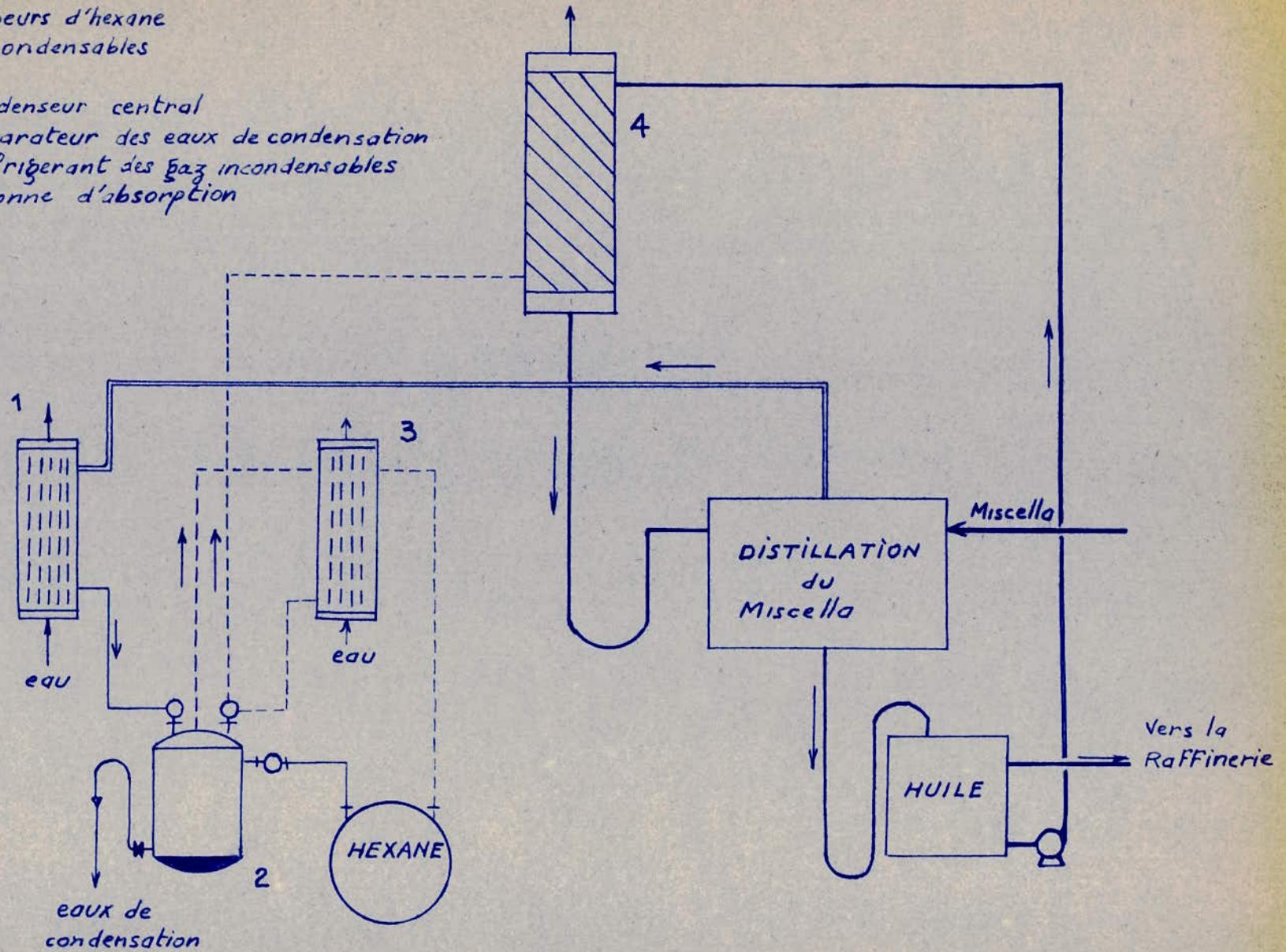
A. S. KONSTAS et S. A. KONSTAS (revue des Oléagineux Février 1971) exposent une nouvelle méthode de récupération des pertes en solvant

MÉTHODE	TEMPS d'Extraction (heures)	ETHER de PETROLE pour 40 gr de matière (cm <sup>3</sup> )	GAZ Employé (litres)	EAU de Refroidissement utilisée (litres)	RENDEMENT en HUILE %
ULLMANN	6	3060	1872	288	100
Nouvelle méthode à la Pression normale	1	40	312	48	33
Nouvelle méthode à la Pression de 600 mm Hg	3/4	40	275	42	100

TABLEAU N° 6

- huile
- hexane
- == vapeurs d'hexane
- in condensables

- 1 condenseur central
- 2 séparateur des eaux de condensation
- 3 réfrigérant des gaz incondensables
- 4 colonne d'absorption



dans les gaz incondensables.

Le procédé consiste à utiliser l'huile végétale produite dans l'usine même pour absorber les vapeurs d'hexane qui s'échappent dans les gaz incondensables.

La figure représente une installation d'absorption de l'hexane utilisant l'huile végétale produite dans l'usine d'extraction.

Les gaz incondensables provenant du condenseur des vapeurs d'hexane passent tout d'abord par un réfrigérant supplémentaire refroidi par une circulation d'eau dont la température ne dépasse pas en général 20°C de façon que la température de ces gaz n'excède pas 25-30°C. Ce réfrigérant d'une surface de quelques mètres carrés garantit que, même dans le cas d'une éventuelle surcharge du condenseur des vapeurs, la température des gaz ne dépasse pas la limite fixée. Ces gaz sont ensuite introduits dans une colonne d'absorption à garnissage (anneaux Rashig, selles de Berl,...). Les corps de remplissage sont arrosés avec l'huile provenant de l'usine même.

La solution d'hexane provenant de la colonne d'absorption est réintroduite dans le système de distillation du miscella où elle est mélangée avec l'huile provenant de l'extraction.

Ce dispositif ne demande aucune surveillance et permet une importante réduction des investissements et une énorme simplification de l'appareillage de récupération du solvant des gaz incondensables.

Cet appareillage se réduit essentiellement à une colonne d'absorption et une petite pompe de circulation d'une partie de l'huile produite. Cette huile doit avoir la température ambiante. Si la température de l'huile de la distillation du miscella est élevée, il suffit de prévoir une large tuyauterie entre le réservoir de cette huile et la colonne d'absorption possédant une surface d'échange assez grande.

### III.3- TROISIEME CAS D'OPTIMISATION

La durée du cycle et la quantité produite sont imposées

#### III.3.1 Problème

Le solide A et le solvant B sont mis en contact pour donner un miscella C avec un rendement qui dépend du profil de la température et de la pression. La durée du cycle et la quantité d'huile produite au cours de ce même cycle sont fixées. On se propose de calculer le programme de réglage de l'unité pour la durée du cycle de telle sorte que le prix de revient soit optimal

Appelons:  $u_1, u_2, X$ : les débits des produits A, B, C  
 $u_3$  : la pression  
 $u_4$  : le débit du fluide utilisé pour réchauffer l'unité.

Les coûts qui vont intervenir sont les coûts des produits A, B; le coût du chauffage, le coût de la séparation solvant-huile par distillation et de la séparation solvant raffinat ainsi que les coûts fixes horaires  $q$

Le prix de revient pourra s'exprimer alors :

$$P_r = f(u_1, u_2, u_4, x, q)$$

Supposant que  $x$  s'exprime par:

$$x(t) = g(u_1, u_2, u_3, u_4, t)$$

Le problème du réglage optimal se formulera de la manière suivante

Trouver :  $u_i(t)$   $i = 1, 2, 3, 4$

de telle sorte que pour :  $0 \leq t \leq T_c$

$$\int_0^{T_c} f(u_1, u_2, u_4, x, q) dt \text{ soit minimal}$$

Tandis que :

$$\int_0^{T_c} x \cdot dt = P_c$$

avec comme contraintes:

$$x = g(u_1, u_2, u_3, u_4, t)$$

$$u_1 \geq 0$$

$$u_2 \geq 0$$

$$u_1 + u_2 \leq D$$

$$u_{3\min} \leq u_3 \leq u_{3\max}$$

$$0 \leq u_4 \leq u_{4\max}$$

Ces inégalités représentent des limitations physiques ou technologiques imposées au choix des variables de réglage.

### III.3.2- Solution numérique

Découpons l'intervalle  $(0, T_c)$  en  $N$  périodes d'échantillonnage au cours desquelles les réglages sont maintenus constants. Le problème est alors reformulé

$$\text{Trouver } u_i(n\Delta), \quad i = 1, \dots, 4 \\ n = 0, \dots, (N - 1)$$

de telle sorte que :

$$\sum_{n=0}^{N-1} f(u_1(n\Delta), u_2(n\Delta), u_4(n\Delta), x(n\Delta), q) \cdot \Delta$$

soit minimal tandis que:

$$\sum_{n=0}^{N-1} g(u_1(n\Delta), \dots, n\Delta) \cdot \Delta = P_c$$

L'expression des autres contraintes demeure inchangée

A tout instant,  $n\Delta$  au cours du cycle, l'état du processus peut se caractériser par la quantité  $p$  de produit  $C$  qu'il reste à fabriquer afin d'atteindre l'objectif de production  $P_c$

Il reste à produire  $p$  kg dans l'intervalle  $(n\Delta, (n+1)\Delta)$ , quelle que soit la manière dont ont été réalisés les  $(P_c - p)$  kg déjà produits comment l'unité doit-elle être réglée pour produire ces  $p$  kg avec un prix de revient minimal?

Partant de l'hypothèse que  $p$  kg restent à produire à partir

de  $n\Delta$  et désignant par  $H_n^N(p)$  le prix de revient optimal de production de  $p$  kg entre les instants  $n\Delta$  et  $N\Delta$  ( $N\Delta = T_c$ ), le choix optimal de  $u_i(n\Delta)$  sera la solution de l'équation suivante :

$$H_n^N(p) = \text{Min}_{u_i(n\Delta)} [f(u_1(n\Delta), u_2(n\Delta), u_4(n\Delta), x(n\Delta), q) \Delta + H_{n+1}^N(p - x(n\Delta) \cdot \Delta)] \quad (1)$$

$$x(n\Delta) = g(u_1(n\Delta), u_2(n\Delta), u_3(n\Delta), u_4(n\Delta), n\Delta)$$

L'application de cette formule pour  $n=N-1, N-2, \dots, 2, 1, 0$  résoud le problème.

Pour  $n = N-1$  le second membre de (1) ne comporte plus que le terme en  $f$  et la contrainte de production n'est plus prise en compte

$$H_{N-1}^N(p) = \text{Min}_{u_i[(N-1)\Delta]} f$$

soumise aux inégalités n'est correcte que si, en plus, le choix de  $u_i$  conduit à une valeur de  $[x(N-1)\Delta] \Delta$  égale à la valeur choisie de  $p$ . La solution numérique consiste donc à calculer  $H_{N-1}^N(p)$  pour un certain nombre de valeurs utiles de  $p$ . Entre  $(N-1)\Delta$  et  $N\Delta$  on connaît approximativement la quantité maximale qu'il est possible de produire d'une manière optimale ou non. Constituer ensuite une table de la fonction  $H_{N-1}^N(p)$  et des valeurs optimales de réglages correspondants  $u_i[(N-1)\Delta]$  puis on calcule  $H_{N-2}^N(p)$  pour un autre ensemble de valeurs utiles de  $p$  en utilisant la formule de recurrence.

D'une manière générale, pour une valeur donnée du nouvel ensemble la valeur de  $p - x[(N-2)\Delta] \Delta$  argument de  $H_{N-1}^N$  résultant d'un certain choix des variables de réglage ne coïncidera pas avec une valeur de l'ensemble pour lequel la fonction  $H_{N-1}^N$  a été calculée dans l'étape précédente. Il sera alors nécessaire de procéder par interpolation (ou même par extrapolation) pour obtenir une valeur approchée de  $H_{N-1}^N(p - x[(N-2)\Delta] \Delta)$  on procède ainsi de proche en proche jusqu'à  $H_0^N(p_c)$ .

RESULTATS EXPERIMENTAUX

A-Détermination du rendement optimal d'extraction connaissant le prix du kg d'huile brute.

$$\begin{aligned} \text{Posons : } P_h &= 11 \text{ DA/kg} \\ P_o &= 3 \text{ DA/hr} \\ F &= 1 \text{ DA/hr} \\ P_c &= 0,4 \text{ DA/kWh} \\ P_s &= 0,8 \text{ DA/kg} \end{aligned}$$

Les valeurs de  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\theta$  sont données dans le tableau N°5

$$\begin{aligned} f(t_o) &= \frac{\theta(P_o + F) + P_s S + P_c \alpha + (P_o + F + \beta P_o) t_o}{\theta + t_o} \\ &= \frac{0,0718 t_o + 5,07}{t_o + 50} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} f(H') &= P_h \cdot H'(t_o) \\ &= 11 H'(t_o) \end{aligned}$$

A chaque valeur de  $t_o$  correspond une valeur de  $H'$ , donc une valeur de  $f(t_o)$  et une valeur de  $f(H')$ . La figure 11 montre que pour un temps  $t_o$  inférieur à 21 minutes, ce qui correspond à un débit d'huile supérieur à 0,088 kg/mn, les recettes l'emportent sur les dépenses. On devra donc effectuer l'extraction durant une période inférieure à 21 mn pour que le fonctionnement de l'unité soit bénéficiaire.

Le tableau N°5 donne pour l'extraction à l'hexane de 1,8 kg de solide avec une puissance de chauffe de 0,78 kW :

$$a = 0,29$$

$$b = 0,24$$

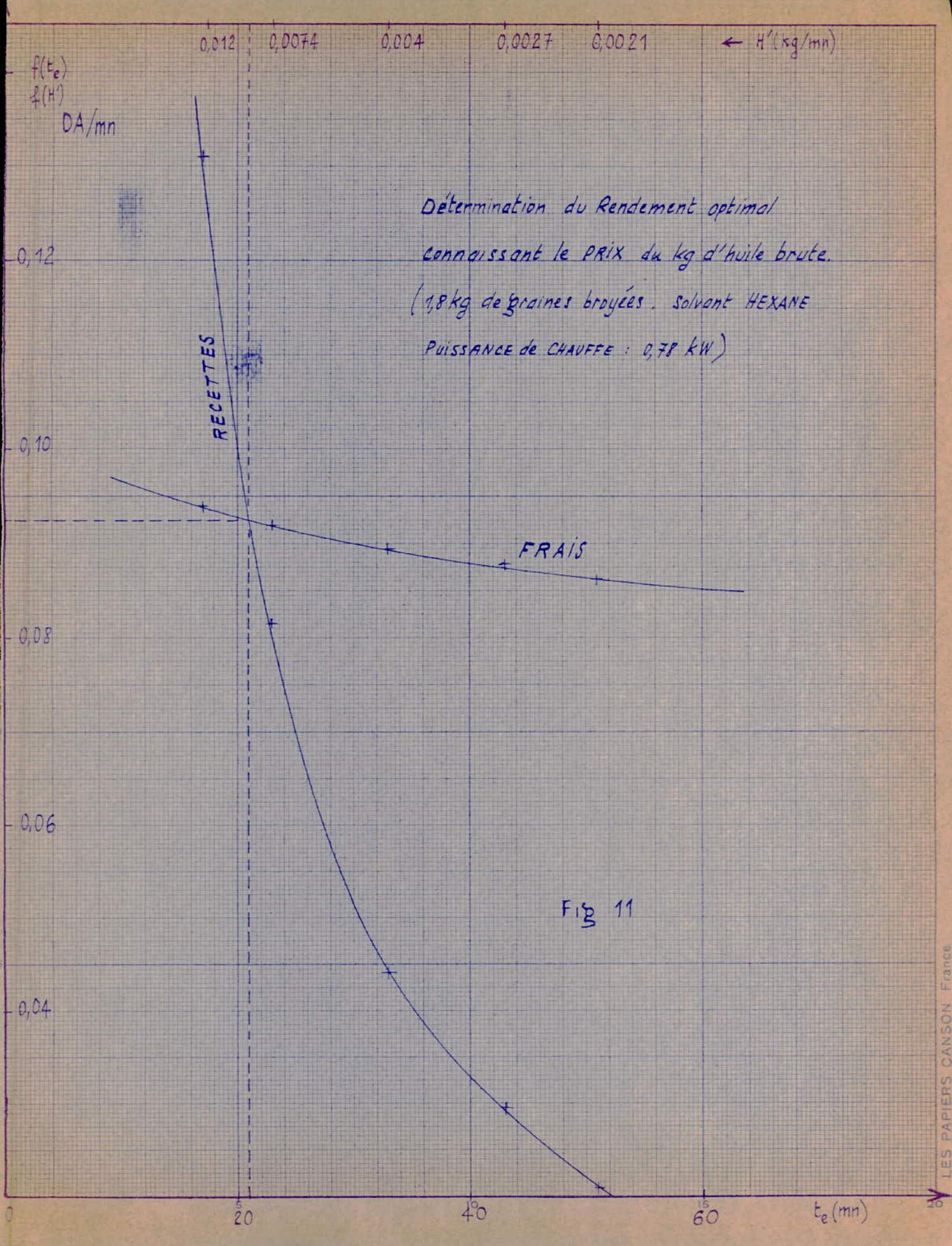
$$\implies H = 0,29(21)^{0,24} = 0,6 \text{ kg}$$

La quantité de matières grasses présente dans le solide est

$$1,8 \times 0,42 = 0,75 \text{ kg}$$

QUANTITE de SOLIDE kg	SOLVANT	PUISSANCE de CHAUFFE kW	$\theta$ (mn)	$\alpha$ kwh	$\beta$ kwh/mn	a	b	$t_{e\ opt}$ (mn)	$P_{r\ opt}$ DA/kg
1,5	HEPTANE	1,38	60	0,965	0,023	0,12	0,34	38	20,6
1,5	HEXANE	1,38	50	0,7	0,023	0,25	0,23	19	14
1,5	HEXANE	0,6	50	0,7	0,01	0,206	0,17	14	18,1
1,8	HEXANE	0,6	50	0,725	0,01	0,277	0,23	21	11,7
1,8	HEXANE	0,78	50	0,725	0,013	0,29	0,24	22	10,9
1,8	HEXANE	1,38	50	0,725	0,023	0,22	0,34	34	10,4

TABLEAU N° 5



d'où le rendement optimal:

$$R_{\text{opt}} = \frac{0,6}{0,75} = 80\%$$

$$t_{\text{c opt}} = 21 \text{ mn}$$

$$H'_{\text{opt}} = 0,088 \text{ kg/mn}$$

B- Détermination du rendement optimum d'extraction correspondant à un prix de revient du kg d'huile brute minimal.

Les résultats obtenus avec l'extraction en Soxhlet sont consignés dans le tableau N°1

Extraction avec soutirage continu

A un temps  $t_e$  nous effectuons un soutirage durant  $t$  minutes. Par pesée nous déterminons la quantité de mélange soutirée:  $n$ . L'indice de réfraction du mélange nous donne la fraction massique de l'huile dans ce mélange grâce à la courbe d'étalonnage: indice de réfraction en fonction de la fraction massique de l'huile dans le mélange. Le produit de la masse du mélange par la fraction massique nous donne la quantité d'huile soutirée. Le débit d'huile au temps  $t_e$  est connu en faisant le rapport de cette quantité d'huile par le temps de prélèvement  $t$ .

$$n \xrightarrow{22^\circ\text{C}} X$$

$$H' = \frac{nX}{t}$$

Par intégration graphique grâce à la formule de SIMPSON nous déterminons la quantité d'huile recueillie jusqu'au temps  $t_e$ :

$$H = \int_0^{t_e} H'(t_e) dt$$

$$= \frac{a}{3} [E + 4I + 2P]$$

a : pas du calcul = 1 minute

15 kg de graines de colza  
 12,5 litres d'HEPTANE  
 Nombre de cycles d'Extraction : 3

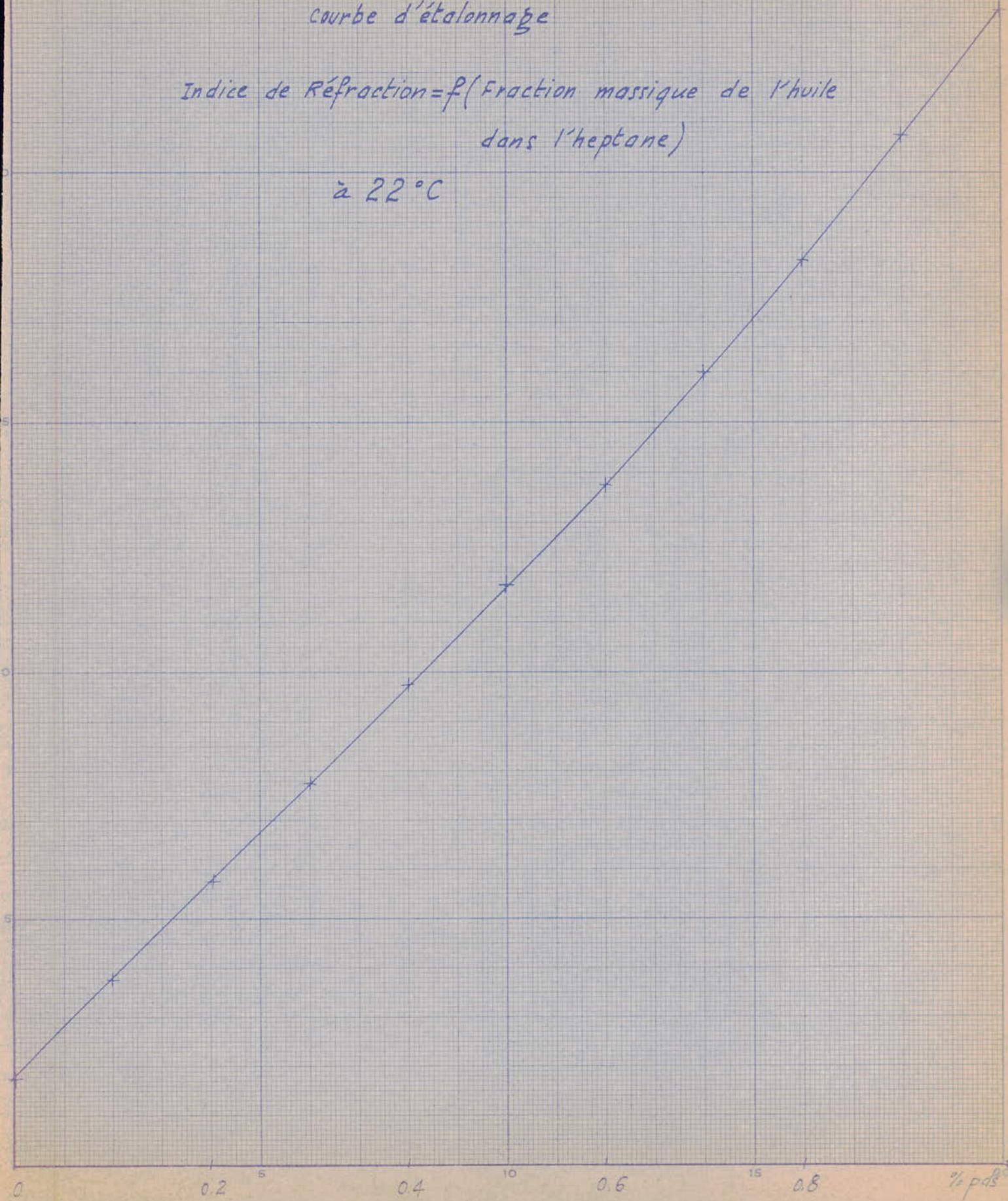
PUISSANCE de CHAUFFE kW	ENERGIE totale con- sommée (kWh)	QUANTITE d'HUILE recueillie kg	TEMPS d'extraction en heures	TEMPS de Préchauf- fe en hr	ENERGIE de Préchauf- fe en kWh	TEMPS de contact net en hr
0,78	2,86	0,57	3,63	0,92	0,72	2,32
0,6	3,36	0,58	5,55	1,21	0,73	3,9
0,8	2,69	0,56	3,35	0,8	0,64	2,27
0,91	2,63	0,55	2,9	0,76	0,69	1,9
0,99	2,42	0,54	2,45	0,65	0,64	1,56
1,38	2,1		1,45	0,47	0,35	

TABLEAU N° 1  
 EXTRACTION EN SOXHLET

courbe d'étalonnage

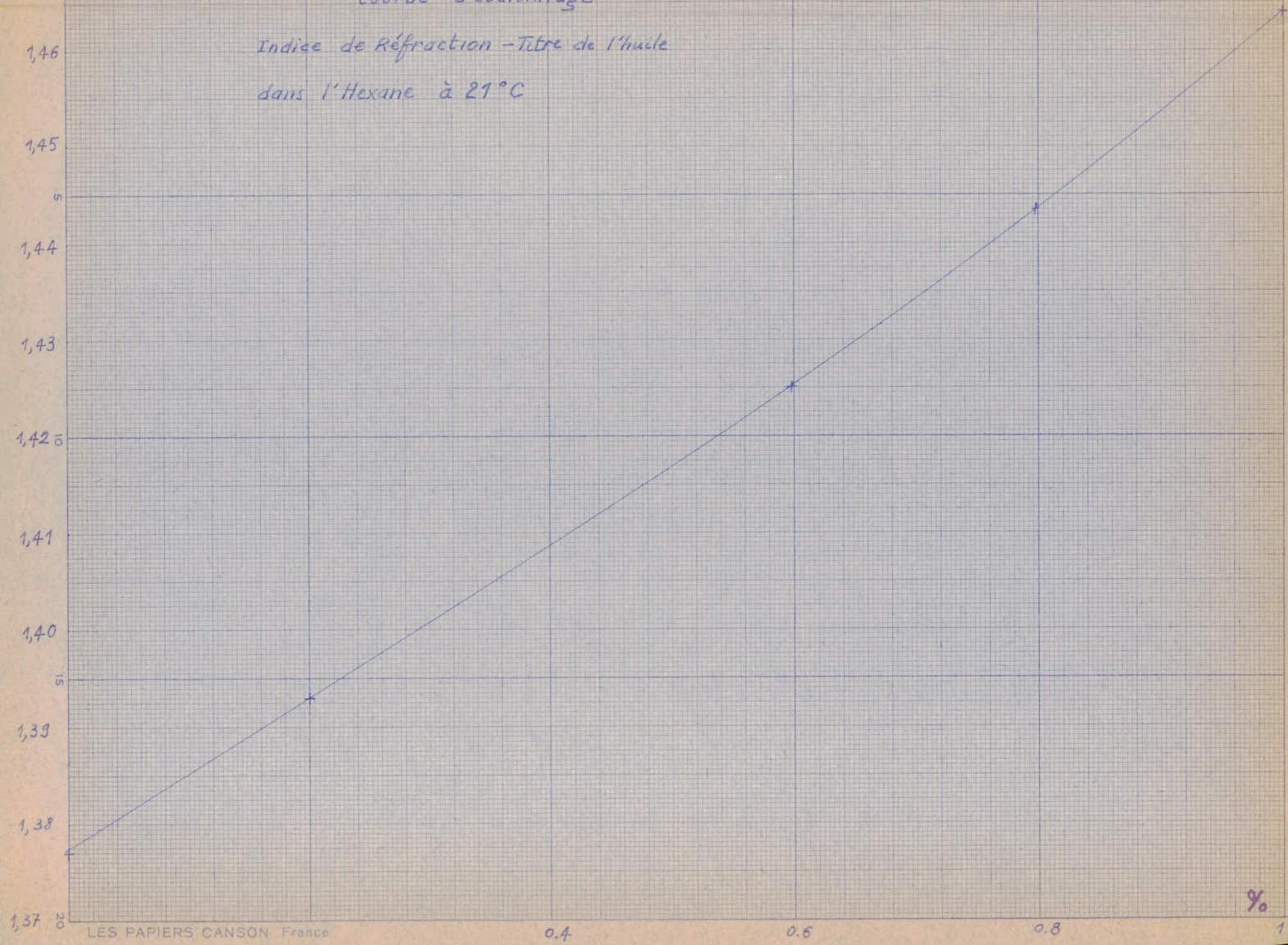
Indice de Réfraction = f(Fraction massique de l'huile dans l'heptane)

à 22°C



courbe d'étalonnage

Indice de Réfraction - Titre de l'huile  
dans l'Hexane à 21°C



E : somme des ordonnées extrêmes =  $H'_0 + H'_n$  avec n pair

I : somme des ordonnées d'indice impair

P : somme des ordonnées d'indice pair

Nous calculons ensuite  $\log t_e$  et  $\log H(t_e)$  (Tableaux 2,3,4) pour 4 ou 5 valeurs qui nous permettent de calculer "a" et "b". Pour cela nous avons utilisé un programme pour calculatrice électronique de la méthode des moindres carrés. Grâce à la formule donnant  $t_{\text{opt}}$  nous avons calculé ce temps optimal; le prix de revient optimal est obtenu après avoir déterminé la quantité d'huile extraite jusqu'à ce temps optimal.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau N° 5.

## CONCLUSIONS

### Influence du mode d'extraction

Dans le cas de l'extraction en Soxhlet le temps de contact liquide-solide, le débit de solvant, la température au sein du réservoir sont fixés dès que la puissance de chauffe est fixée. Le tableau N°1 confirme que la quantité d'huile recueillie est d'autant plus grande que le temps de contact est plus grand c'est à dire que la puissance de chauffe est plus faible. Ainsi dans le cas le plus favorable une quantité de 0,58kg d'huile est recueillie au bout de 5,55 heures.

Dans le cas de l'extraction à l'heptane de 1,5 kg de graines broyées, avec un soutirage continu, la quantité d'huile recueillie au bout de :

$$\frac{42}{60} + 1 = 1,7 \text{ heures}$$

$$\left. \begin{array}{l} \text{(temps de préchauffage = 42 mn)} \\ \text{(temps d'extraction = 60 mn)} \end{array} \right\}$$

est :

$$0,12(60)^{0,34} = 0,48 \text{ kg}$$

Donc économiquement il est préférable d'effectuer les extractions avec soutirage continu.

QUANTITE de SOLIDE	SOLVANT UTILISE	POISSANCE de CHAUFFE	TEMPS d'Extraction $t_e'$ (min)	DEBIT d' HUILE $H'(t_e')$ gr/min	$\log t_e$	$\log H(t_e)$
1,5 kg de graines broyées 42 % mat. grasses	HEPTANE	1,38 kW	3	48,5	0,954	-0,58
			9	10,4	1,23	-0,49
			20,5	6,8	1,362	-0,44
			38,5	4,45	1,463	-0,40
			48,5	1,84		
1,5 kg de graines broyées 42 % mat. grasses	HEXANE	1,38 kW	2,5	83,5	0,954	-0,383
			14,5	7,2	1,23	-0,317
			29,5	3,6	1,362	-0,29
			44,5	0,9	1,463	-0,273
			59,5	~ 0		

TABLEAU N° 2

QUANTITE de SOLIDE	SOLVANT UTILISÉ	PUISSANCE de CHAUFFE	TEMPS d'Extraction $t_e$ (mn)	DEBIT d'HUILE $H'(t_e)$ g/mn	$\log t_e$	$\log H(t_e)$
1,5 kg de Graines broyées. 42% mat. gras.	HEXANE	0,6 kW	3	44,7	1,23	-0,48
			19	2,69	1,362	-0,458
			35	5,16	1,518	-0,436
			51	0,53		
			67	0,76		
1,8 kg de Graines broyées : 42% mat. gras.	HEXANE	0,6 kW	3	57	1,23	-0,282
			24	5,6	1,362	-0,241
			35	3	1,518	-0,206
			51	1,5	1,634	-0,19
			67	0,7	1,708	-0,182

TABLEAU N° 3

QUANTITE de SOLIDE	SOLVANT UTILISÉ	PUISSANCE de CHAUFFE	TEMPS d'Extraction $t_e'$ (mn)	DEBIT d'HUILE $H'(t_e')$ g/mn	$\log t_e$	$\log H(t_e)$
1,8 kg de graines broyées. 42% mat. gras.	HEXANE	0,78 kW	3	69	1,23	-0,247
			12	6,5	1,362	-0,206
			20,5	10	1,518	-0,169
			27	5,4	1,634	-0,15
			35	3,8	1,708	-0,138
1,8 kg de graines broyées. 42% mat. gras.	HEXANE	1,38 kW	3	67,3	0,954	-0,332
			18,5	8	1,23	-0,227
			34	5,8	1,362	-0,197
			49,5	6,4	1,463	-0,178
			65	2,8		

TABLEAU N° 4

### Influence de la nature des solvants

Le graphe de la figure 12 montre qu'au bout d'un temps  $t_e$  la quantité d'huile extraite à l'hexane est supérieure à celle extraite à l'heptane. Si nous tenons compte des observations faites par R. FRANÇOIS, nous pouvons dire que la température d'extraction doit être la même dans les deux cas.

Signalons d'autre part que le miscella obtenu avec l'hexane est plus clair que le miscella obtenu avec l'heptane. Ce dernier semble dissoudre une petite partie du solide.

### Influence de la quantité de solide et de la puissance de chauffe

Le tableau N° 5 montre que le prix de revient minimal du kg d'huile brute est d'autant plus faible que la quantité de solide traitée est plus grande.

Le tableau N° 5 (1,8 kg de solide) montre que le prix de revient minimal du kg d'huile est d'autant plus petit que la puissance de chauffe est plus grande car toutes choses étant égales par ailleurs la quantité d'huile recueillie augmente avec la puissance de chauffe.

Cela est sans doute dû aux deux facteurs suivants:

-Le débit de solvant croît avec la puissance de chauffe. Ce qui entraîne une plus grande différence de concentration entre le solide et la solution donc un plus grand flux de matière.

-La température d'extraction au sein du réservoir croît également avec la puissance de chauffe, car le temps de séjour d'un élément de volume de solvant à l'extérieur du ballon de 20 litres, est plus faible. Ce temps étant faible, la quantité de chaleur transférée au milieu ambiant est plus faible. Comme la diffusivité augmente avec la température, la quantité d'huile transférée est plus grande.

En conclusion les conditions optimales de travail sont:

-SOLVANT : HEXANE  
 -MODE D'EXTRACTION: SOUTIRAGE CONTINU

1,8 kg de graines de colza  
solvant : HEXANE

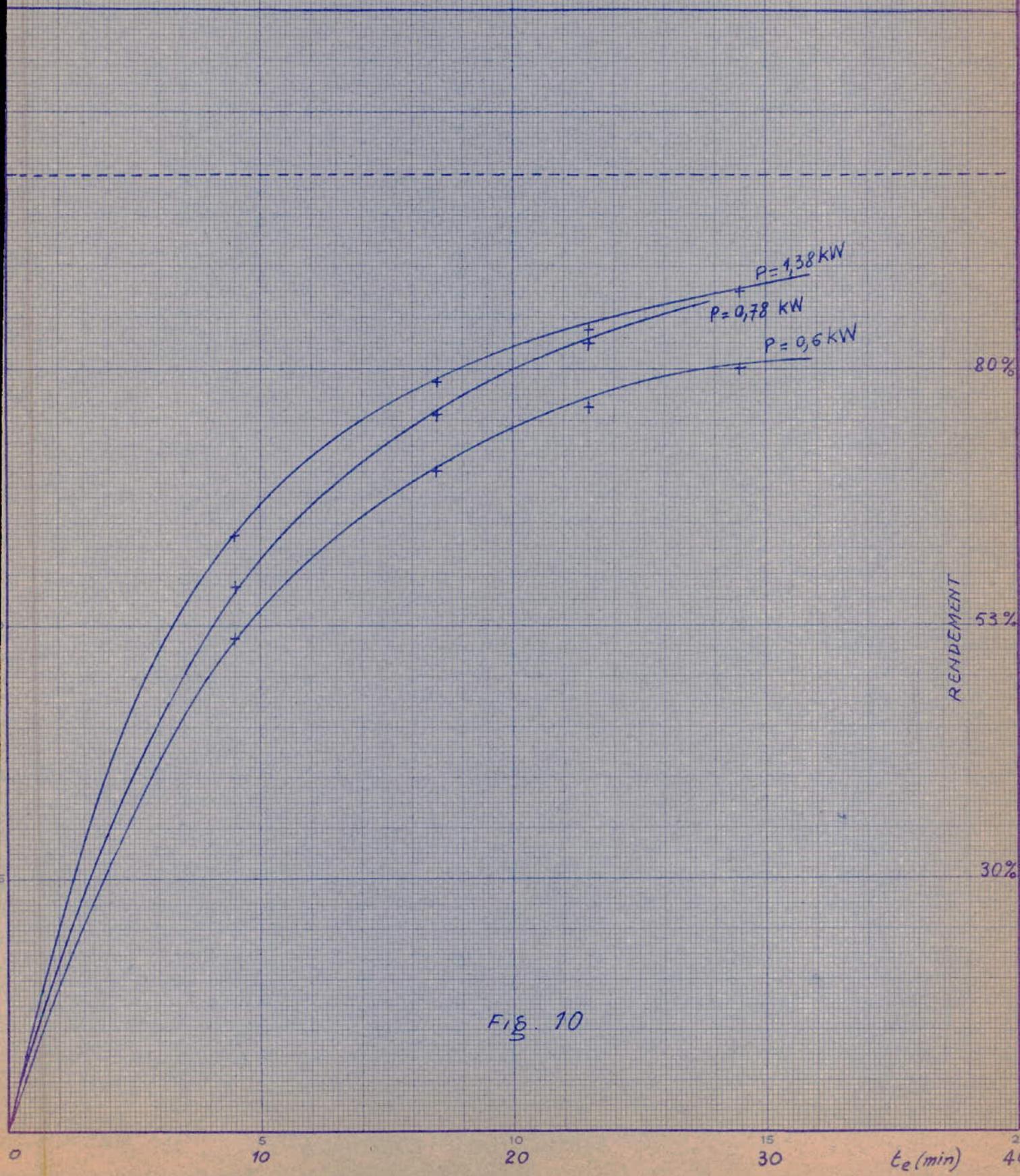


Fig. 10

Extraction de 1,5 kg de graines broyées

PUISSANCE de CHAUFFE = 1,38 kW

kg)

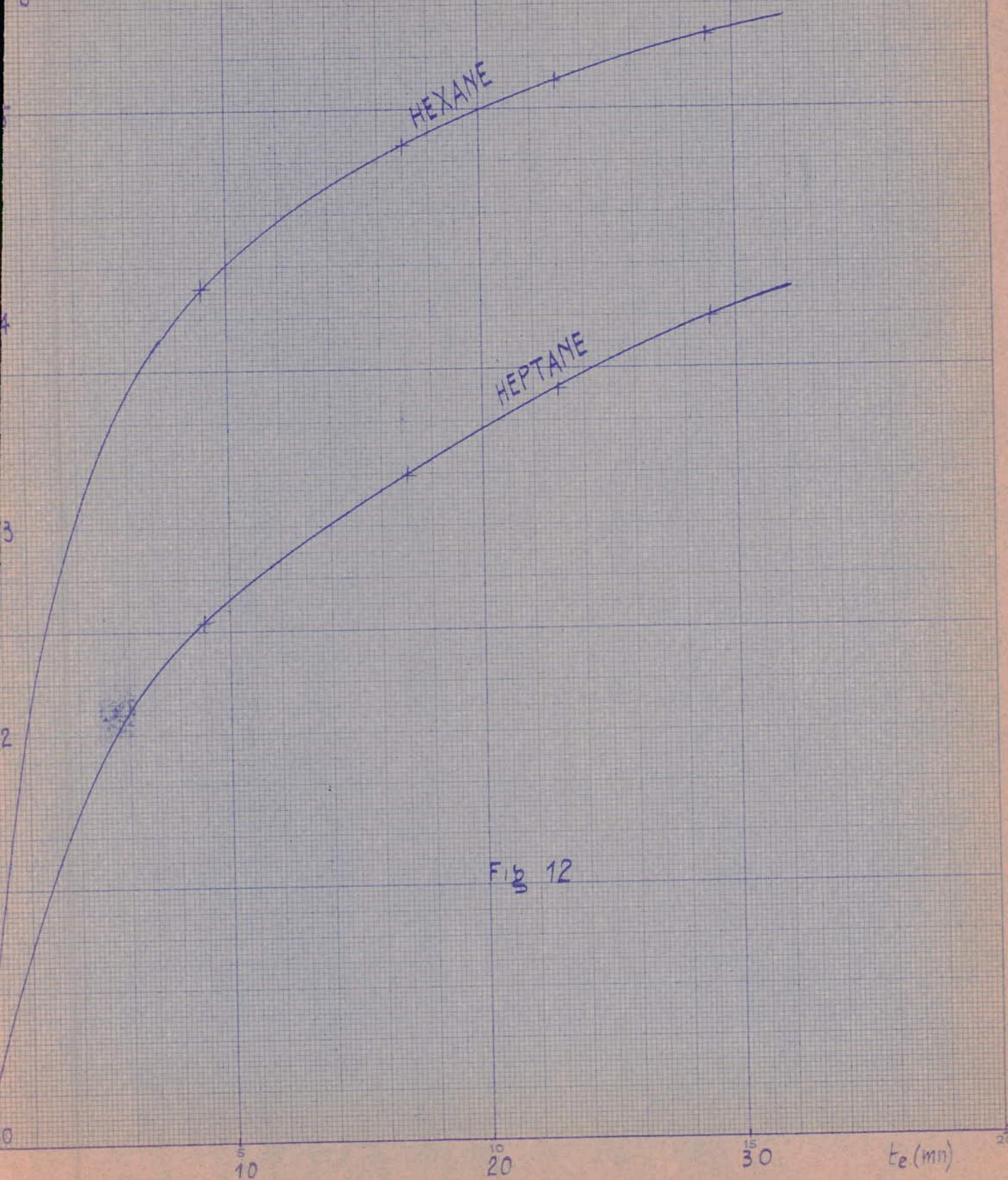


Fig 12

- QUANTITE DE SOLIDE :  $S_{\max} = 1,8 \text{ kg}$
- PUISSANCE DE CHAUFFE :  $P_{\max} = 1,38 \text{ kW}$
- TEMPS D'EXTRACTION :  $t_{e_{\text{opt}}} = 34 \text{ minutes}$
- PRIX DE REVIENT :  $\left\{ \frac{Pr}{H} \right\}_{\text{opt}} = 10,4 \text{ DA/kg}$

=====

## S O M M A I R E

---

### I. INTRODUCTION.

### II. EQUILIBRES LIQUIDE-LIQUIDE TERNAIRES.

- II.1. Généralités.
- II.2. Modes de représentations.
- II.3. Courbe de distribution.
- II.4. Détermination du point critique.
- II.5. Limite de séparation obtenue.

### III. ETUDE DU TRANSFERT ENTRE DEUX FLUIDES.

#### IV. UNITES DE TRANSFERT.

- IV.1. Bilan matière-Courbe opératoire.
- IV.2. Unités de transfert H.U.T., N.U.T.
- IV.3. Transfert d'un seul constituant.
- IV.4. Calcul du nombre d'unités de transfert.

#### V. EXTRACTION A CONTRE COURANT.

- V.1. Définitions.
- V.2. Bilans de matière.
- V.3. Coordonnées triangulaires.
- V.4. Coordonnées rectangulaires.

#### VI. MODE OPERATOIRE.

- VI.1. Détermination des lignes d'équilibre.
- VI.2. Traitement du raffinat.
- VI.3. Traitement de l'extrait.
- VI.4. Détermination du point critique.
- VI.5. Méthodes de détermination de nouvelles lignes d'équilibre.
- VI.6. Application.
- VI.7. Courbe opératoire.

#### VII. APPAREILLAGE.

#### VIII. RESULTATS

## I. INTRODUCTION

L'extraction liquide-liquide est un procédé physique de fractionnement qui permet de faire une séparation des constituants d'un mélange homogène suivant leur solubilité relative en présence d'un solvant.

La nature chimique des constituants joue un rôle primordial sur leur solubilité. Les séparations obtenues par extraction liquide-liquide seront donc d'une nature différente de celles obtenues par distillation.

Il est possible en particulier de séparer les constituants d'un azéotrope qui sont généralement de nature chimique différente. A titre d'exemple, il est impossible de séparer complètement par distillation un mélange de l'éthanol et de benzène, par contre une extraction par l'eau permettra <sup>une</sup> séparation aux prix toutefois d'opérations supplémentaires, car il sera ensuite nécessaire d'éliminer l'eau des fractions obtenues.

Cette nécessité d'éliminer le solvant des fractions obtenues par extraction liquide-liquide fait que l'on pensera en premier à la distillation comme procédé de séparation.

Le système le plus simple que nous pourrions rencontrer en extraction liquide-liquide sera donc un système ternaire.

### II. Les équilibres Liquide- Liquide ternaires

#### II. 1) Généralités:

Un système ternaire, se sépare en deux phases liquides et une phase vapeur à une variance égale à deux d'après la règle des phases  $n + 1 - (\phi - 1) = n + 2 - \phi = 3 + 2 - 3 = 2$  La température étant fixée, il suffira de choisir une concentration <sup>avec</sup> une composition du système pour que la pression, la nature et la quantité des trois phases soient déterminées.

#### II. 2) Modes de représentation :

Ce mode de représentation des équilibres liquide liquide doit:

- mettre en évidence l'isotherme de solubilité
- représenter les phases en équilibre,

- et permettre les calculs de séparation qui sont généralement effectués graphiquement.

a) Diagrammes triangulaires:

C'est le mode de représentation classique des systèmes ternaires, son principal avantage est de permettre la figuration de tous les systèmes ternaires, quelles que soient les concentrations envisagées. Dans ce type de diagramme, les trois constituants ont la même importance et sont représentés par un triangle équilatéral, L'isotherme de solubilité divise ce triangle équilatéral en deux ou trois régions, suivant que le solvant S partiellement miscible avec l'hydrocarbure A, est complètement miscible avec l'hydrocarbure B ou non.

Les phases en équilibre ( raffinat R, pauvre en solvant et extrait E, riche en solvant, sont mises en évidence par quelques lignes d'équilibre qui joignent des points représentatifs des phases en équilibre.

La ligne d'équilibre RE passe par le point M représentatif du mélange initial et le rapport des phases en présence est donné par  $\frac{ME}{MR} = \frac{\text{raffinat}}{\text{extrait}}$

Lorsque l'on modifie la composition du mélange initial les points E et R se déplacent sur l'isotherme de solubilité et peuvent se rejoindre en un point Pc pour lequel les deux phases sont identiques ce point est appelé point critique.

b) Coordonnées rectangulaires

Dans certains cas particuliers, on préfère la représentation en coordonnées rectangulaires. Plusieurs modes de représentation ont été proposés par divers auteurs le plus important semble être celui de Janecke dans lequel on porte en abscisse

$$X = \frac{\% B}{\% A + \% B} = \frac{\text{Corps B}}{\text{corps A} + \text{corps B}} \quad \text{les pourcentages étant des fractions massiques}$$

et en ordonnée

$$Y = \frac{\% S}{\% A + \% B} = \frac{\text{solvant}}{\text{corps A} + \text{Corps B}}$$

Les calculs sont effectués de la même manière que pour le diagramme triangulaire, mais il faut remarquer que les bilans

ainsi calculés ne sont valables que pour les phases débarassées du solvant; comme dans le diagramme triangulaire la ligne d'équilibre RE passe par le point M et le rapport des phases en présence est donné par :

$$\frac{ME}{MR} = \frac{\text{raffinat sans solvant}}{\text{extrait sans solvant}}$$

### II.3- Courbe de distribution

Dans ce système de coordonnées, on porte en abscisse la fraction massique de B dans la phase raffinat  $X_{BR}$  et en ordonnées celle de B dans la phase extrait  $X_{BE}$ . Ces concentrations peuvent être des concentrations vraies ou des concentrations calculées sur les quantités totales des corps A et B sans solvant. La courbe de distribution prend alors dans ce dernier cas le nom de courbe de sélectivité.

### II.4 Détermination du point critique:

Sa détermination expérimentale de l'équilibre liquide-liquide ne donne qu'un nombre limité de lignes d'équilibre.

Pour obtenir toute ligne d'équilibre nécessaire à partir des quelques résultats expérimentaux il faudra utiliser des méthodes d'interpolation. Toutes ces méthodes ont pour but de transformer une ligne d'équilibre en un point. La famille des lignes d'équilibre est ainsi transformée en une courbe dont la courbure devra être aussi faible que possible pour faciliter l'interprétation. Dans le cas le plus favorable, cette courbe est une droite.

### II.5- Limite de séparation obtenue

L'évaluation de la séparation obtenue ne peut se faire qu'après élimination du solvant contenu dans le raffinat et dans l'extrait. Cette séparation peut être évaluée, soit sur le diagramme triangulaire où les projections de R et E sur le côté AB nous donnent les points r et e, représentant le raffinat et l'extrait sans solvant.

Il est possible d'améliorer la séparation obtenue par un étage d'extraction en modifiant la température ou le solvant.

#### a) Influence de la température

En général une diminution de la température opératoire se traduit par une diminution de la zone de miscibilité sur le diagramme ternaire ( ). Ainsi avec

un diagramme du type (de la figure 4) il sera possible, par une diminution de la température d'avoir un extrait limité  $X_{B_{III}}$  supérieur à celui que l'on aurait à une température plus élevée ; en général, le degré de séparation augmente quand la température diminue.

#### b) Influence du solvant

La nature du solvant utilisé influe sur les caractéristiques de l'équilibre liquide-liquide, isotherme de solubilité et lignes d'équilibre.

### III Etude du transfert entre deux fluides

Le phénomène de transfert se fait par diffusion. En général la concentration du constituant qui diffuse varie de part et d'autre de l'interface d'où l'existence d'un transfert dans les deux fluides.

#### Théorie des deux films ( figure 4 )

Lorsque deux fluides I et II circulant à des vitesses différentes  $U_1, U_2$  viennent à être mis en contact, il se forme dans chacun une couche limite de part et d'autre de l'interface ainsi formée.

#### Trois hypothèses sont faites

- a) de chaque côté de l'interface, le transfert s'effectue à travers un film en régime laminaire, et se fait par diffusion moléculaire.
- b) Dans ces films le transfert est permanent et stationnaire. Tout ce qui entre ou sort par la frontière d'un film sort ou entre par l'interface : il n'y a pas d'accumulation due à la convection.

$$N_A = k_{II} (x_1 - x_0) = k_{II} (y_0 - y_1)$$

$k_I$  et  $k_{II}$  sont les coefficients de transfert de matière individuels pour les deux phases

- c) à l'interface, les phases sont en équilibre.

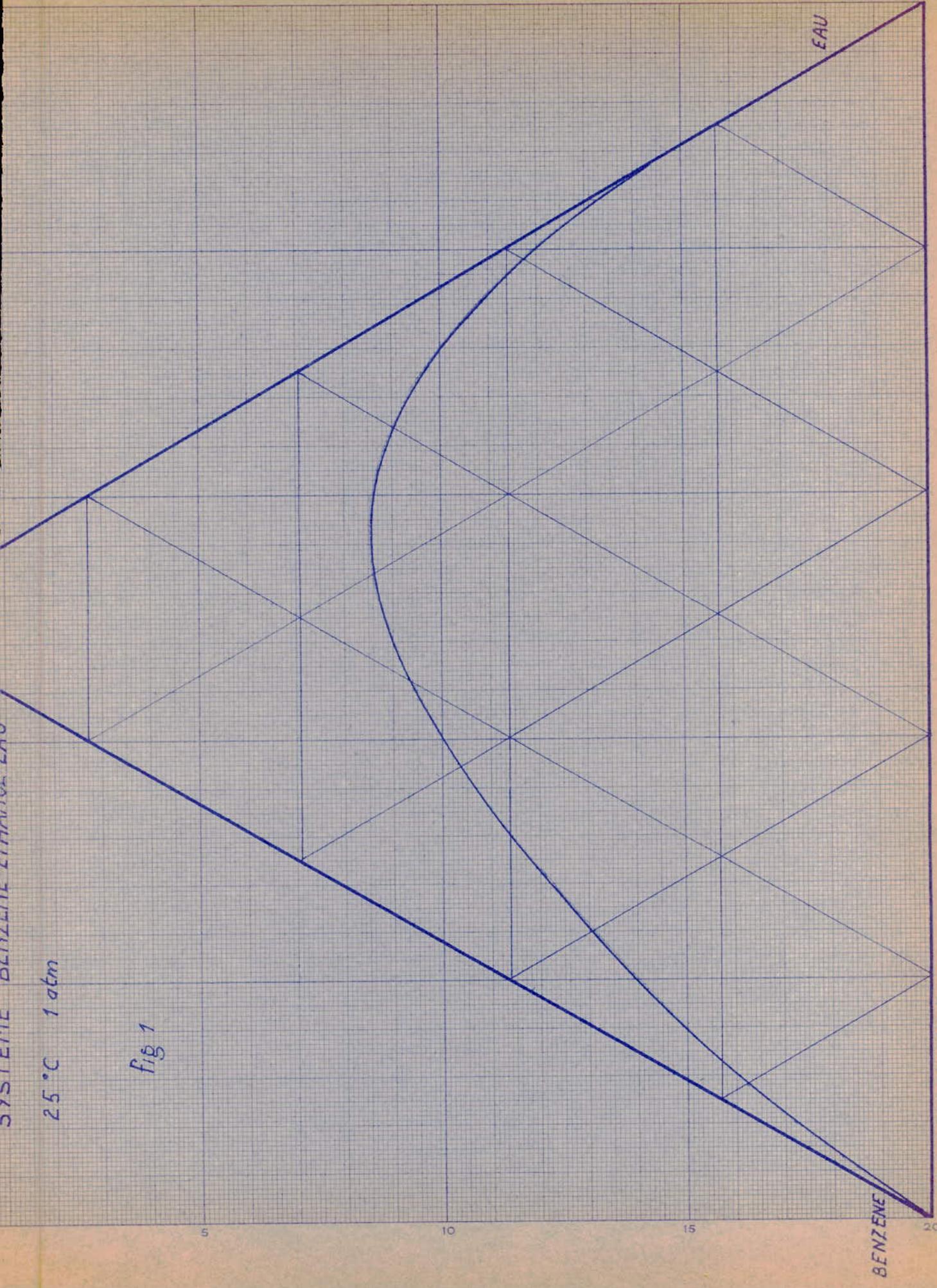
Expérimentalement il est impossible de mesurer  $x_1$  et  $y_1$  car le gradient de concentration se manifeste sur une distance extrêmement faible.

WHITMAN a suggéré que les concentrations interfaciales  $x_1$  et  $y_1$  sont celles de l'équilibre et que la résistance au transfert dans chaque phase est mesurée par son coefficient de transfert. La résistance totale au transfert est la somme de ces

SYSTEME BENZENE-LIMONENE-EAU

25 °C 1 atm

fig 1



résistances.  $x$  et  $y$  sont les fractions molaires du constituant A dans les fluides (I) et (II) respectivement.

En traçant la courbe d'équilibre pour le constituant A. Le point (figure 5) Q ( $x_i, y_i$ ), appartenant à la courbe d'équilibre représente les conditions à l'équilibre. Le point P ( $x_o, y_o$ ) représente les conditions à l'extérieur du film. La pente de PQ est  $\frac{y_i - y_o}{x_i - x_o} = -\frac{K_I}{k_{II}}$  ( d'après la relation précédente ).

Pour déterminer les coefficients de transfert individuels  $k_I$  et  $k_{II}$  on doit définir les coefficients de transfert globaux par :

$$K_I = \frac{N_A}{x^* - x_o} \quad \text{et} \quad K_{II} = \frac{N_A}{y_o - y^*}$$

$x^*$  : fraction molaire de A dans (I) en équilibre avec  $y_o$  dans (II)

$y^*$  " " " " dans (II) en équilibre avec  $x_o$  " (I)

En remplaçant  $N_A$  par sa valeur on aura :

$$\frac{K_I}{k_I} = \frac{x_o - x_i}{x_o - x^*} \quad \text{et} \quad \frac{K_{II}}{k_{II}} = \frac{y_i - y_o}{y^* - y_o}$$

si la courbe d'équilibre est une droite de pente  $m$  (figure 6 )

$$m = \frac{y_i - y_o}{x_i - x^*} \quad y_i - y_o = m(x_i - x^*)$$

$$\frac{k_I}{K_I} = \frac{x_o - x^*}{x_o - x_i} = \frac{x_o - x_i + x_i - x^*}{x_o - x_i} = 1 + \frac{x_i - x^*}{x_o - x_i}$$

$$= 1 + \frac{y_i - y_o}{m(x_o - x_i)} = 1 + \frac{k_I}{nk_{II}}$$

$$\boxed{\frac{1}{K_I} = \frac{1}{k_I} + \frac{1}{nk_{II}}}$$

On aurait de même :

$$\boxed{\frac{1}{K_{II}} = \frac{1}{k_{II}} + \frac{m}{k_I}}$$

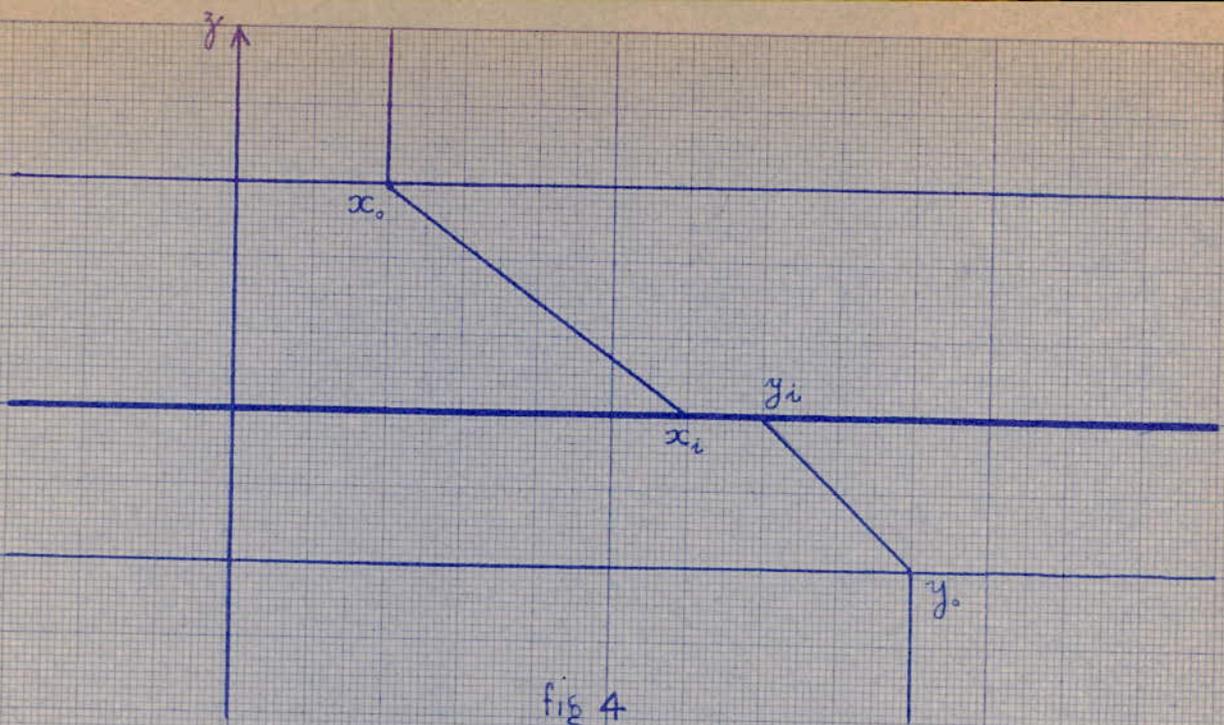


fig 4

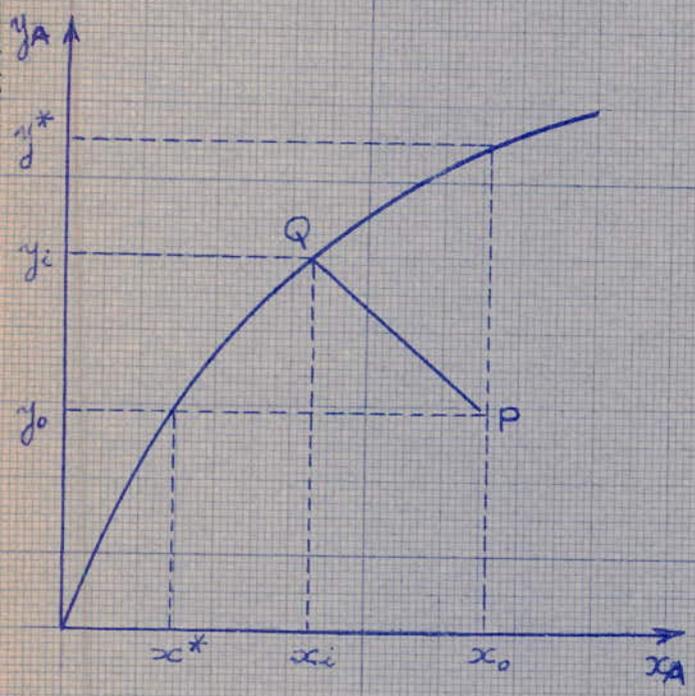


fig 5

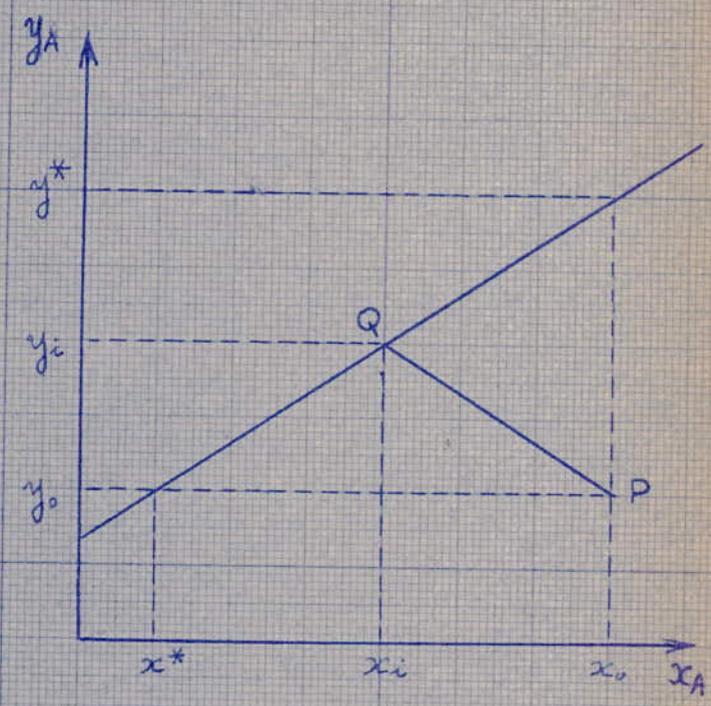


fig 6

Ces deux relations traduisent l'additivité des résistances au transfert.

#### IV. UNITES DE TRANSFERT

Dans ce paragraphe nous nous proposons d'évaluer l'efficacité globale d'un appareil à contact continu fonctionnant à contre courant.

On dit qu'un appareil est à contact continu si le contre courant existe effectivement en tout point.

#### VI 1 - Bilan matière, courbe opératoire

On pourra comparer l'extracteur à une colonne schématisée par la figure 7 Soient  $x$  et  $y$  les fractions molaires d'un constituant donné dans les fluides (I) et (II) respectivement et  $Q_I$  et  $Q_{II}$  les débits molaires des fluides. A l'entrée dans la colonnes différentes grandeurs porteront l'indice 0 et à la sortie l'indice 1.

En faisant le bilan matière on aura :

$$Q_I x + Q_{II} y_1 = Q_I x_0 + Q_{II} y$$

La relation ci-dessus est l'équation de la courbe opératoire . Généralement  $Q_I$  et  $Q_{II}$  dépendent de  $x$  et  $y$ .

Si  $Q_I$  et  $Q_{II}$  sont constants, la courbe opératoire sera une droite de pente  $\frac{Q_I}{Q_{II}}$

#### IV 2) Unités de transfert H.U.T. NUT

Pour évaluer le transfert total effectué dans une colonne, nous allons la diviser en sections d'épaisseur infiniment petite et écrire que dans cette section, la quantité du constituant A perdu par l'un des fluides est passée dans l'autre par suite du transfert.

Si  $S$  est la section de la colonne, le volume de la section est  $V = Sdz$

A l'intérieur de cette section, les deux fluides sont séparés par un interface dont l'aire sera :

$$dA = aSdz$$

où  $a$  est l'aire interfaciale par unité de volume.

Soit  $N_A$  la densité du flux molaire du constituant A dans la section; la quantité de ce constituant perdue (ou gagnée) par le fluide (I) sur la distance  $dz$  est :

$$d(Q_I x) = N_A dA \text{ comme } N_A = k_I (x - x_i) = k_{II} (y_i - y) = K_I (x - x^*) = K_{II} (y^* - y)$$

$$\begin{aligned}
 d(Q_1 x) &= k_1 (x - x_1) dA \\
 &= k_1 (x - x_1) S \cdot a \cdot dz \\
 &= K_1 (x - x^*) S \cdot a \cdot dz
 \end{aligned}$$

#### IV.3) Transfert d'un seul constituant

On rencontre ce cas lorsque chaque fluide est composé d'un inerte et d'un soluté seul susceptible de franchir l'interface. Sauf dans le cas de concentrations très faibles les débits par unité de section :

$$q_I = \frac{Q_I}{S} \quad \text{et} \quad q_{II} = \frac{Q_{II}}{S}$$

ne sont plus constants le long de la colonne.

Nous utiliserons les débits en inerte  $p'$  et  $q'$  et les rapports molaires :

$$X = \frac{x}{1-x} \quad \text{et} \quad Y = \frac{y}{1-y}$$

$$\begin{aligned}
 \text{nous avons : } q_I x &= q_I' X \\
 q_{II} y &= q_{II}' Y
 \end{aligned}$$

Nous allons évaluer la variation de  $q_I x$

$$d(q_I x) = d(q_I' X) = q_I' dX = q_I' \frac{dx}{(1-x)^2} = q_I \frac{dx}{1-x}$$

le bilan local du transfert s'écrit maintenant :

$$d(q_I x) = q_I \frac{dx}{1-x} = k_1 \cdot a (x - x_1) dz = K_1 \cdot a (x - x^*) dz$$

dans le cas de la théorie des deux films où un seul constituant est en mouvement :

$$\begin{aligned}
 N_A &= - \frac{C_1 \cdot D_{AB}}{\delta_1 (1-x_A)_M} \cdot dx_A \\
 \Rightarrow K_1 &= \frac{C_1 \cdot D_{AB}}{\delta_1 (1-x)_M}
 \end{aligned}$$

$(1-x)_M$  étant la moyenne logarithmique de  $(1-x)$  entre l'interface et l'extrémité du film dans le fluide (I).

D'après l'équation du bilan local du transfert on a :

$$\frac{k_1 \cdot a}{q} dz = \frac{dx}{(1-x)(x-x_i)}$$

q'on peut écrire aussi:

$$\frac{k_1 \cdot a (1-x)_M}{q} dz = \frac{(1-x)_M}{(1-x)(x-x_i)} dx$$

après intégration on aura:

$$\frac{k_1 \cdot a (1-x)_M}{q_I} H = \int_{x_0}^{x_1} \frac{(1-x)_M}{(1-x)} \frac{dx}{x-x_i}$$

→ le nombre d'unités de transfert est défini ainsi par:

$$N_I = \int_{x_0}^{x_1} \frac{(1-x)_M}{(1-x)} \frac{dx}{(x-x_i)}$$

et la hauteur équivalente à une unité de transfert est définie par:

$$HUT_I = \frac{q_I}{k_I (1-x)_M \cdot a}$$

Pour avoir les grandeurs globales, il suffit de changer  $x_1$  en  $x^*$  et  $k_I$  en  $K_I$ ,  $(1-x)_M$  devenant la moyenne logarithmique de  $(1-x)$  et  $(1-x^*)$ .

#### IV.4) Calcul du nombre d'unités de transfert

Ce calcul est possible dès qu'on connaît la courbe d'équilibre et la courbe opératoire

$$N_{oI} = \int_{x_0}^{x_1} \frac{(1-x)_M}{1-x} \frac{dx}{x-x^*} = \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{(1-x) \ln \frac{(1-x^*)}{(1-x)}}$$

a) Intégration graphique:

1<sup>er</sup> cas si  $x$  est petit

$(1-x)$  et  $(1-x)_M$  sont voisins de 1

$$N_{oI} = \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{x-x^*}$$

2<sup>ème</sup> cas si  $x$  et  $x^*$  sont voisins

En faisant un développement limité de  $(1-x) \ln \frac{(1-x^*)}{1-x}$  en fonction de  $(x-x^*)$ :

$$(1-x) \ln \frac{1-x^*}{1-x} = (x-x^*) - \frac{1}{2} (x-x^*)^2 + o(x-x^*)^3$$

En se limitant au terme du premier ordre on trouve:

$$N_{oI} = \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{x-x^*}$$

On retrouve la même relation que dans le cas 1; donc on peut tracer

$\frac{1}{x-x^*} = f(x)$  et on calcule l'aire limitée par cette courbe,  $x_0, x_1$  et l'axe des abscisses

Si on ne peut pas faire l'une ou l'autre des approximations précédentes on tracera  $(1-x) \ln \frac{1-x^*}{1-x} = f(x)$  et on calculera l'aire de la même manière.

b) Intégration numérique

équation de la courbe d'équilibre:  $y = nx^* + p$

équation de la courbe opératoire:  $q_I(x-x_0) = q_{II}(y-y_1)$  (2)

où  $q_I$  et  $q_{II}$  sont supposés constants.

D'après l'équation (2) on a:  $y = y_1 + \frac{q_I}{q_{II}}(x-x_0)$

$$nx^* + p = y_1 + \frac{q_I}{q_{II}}(x-x_0) \implies x^* = \left( \frac{q_I}{q_I + nq_{II}} \right) (x-x_0) + \frac{y_1 - p}{n}$$

$$x-x^* = x - \frac{q_I}{mq_{II}} (x-x_0) - \frac{y_1 - p}{m}$$

$$N_{OI} = \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{(x-x^*)} = \frac{1}{1 - \frac{q_I}{q_{II} \cdot m}} \ln \left[ \frac{mx_1 - y_1 + \frac{q_I}{q_{II}} x_0 + p}{mx_0 - y_1 + \frac{q_I}{q_{II}} x_0 + p} \right]$$

### V - Extraction à contre -Courant -

#### V 1. Définition

L'extraction à contre courant est une opération physicochimique au cours de laquelle un transfert de matière s'effectue entre deux liquides circulant dans les sens opposés.

#### exemple

L'extraction à contre courant se fait dans une série de mélangeurs- décanteurs- ( . . . )

Nous admettons que chaque mélangeur - décanteur correspond à un étage théorique.

#### V. 2) Bilans de matière

Bilan des produits entrant et quittant l'extracteur.

$$F + S = E_1 + R = M$$

Bilan des produits entrant et quittant le 1<sup>er</sup> étage:

$$F + E_2 = E_1 + R_1$$

bilan des produits entrant et quittant le n eme étage

$$R_{n-1} + S = E_n + R_n$$

ces équations peuvent s'écrire.

$$F - E_1 = P_n - S = R_1 - E_2 = R_2 - E_3 = \dots = P$$

#### V. 3) Coordonnées triangulaires:

$$F = E_1 + P$$

$$R_n = S + P$$

$$R_i = E_{i+1} + P$$

Les relations définissent un mélange fictif  $R^Q$  présenté par un point P situé sur  $FE_1$  et  $R_n S$ . Toute droite obtenue en joignant le point figuratif d'un Raffinat  $R_i$  au point figuratif de l'extrait  $E_{i+1}$  croisant le raffinat passe par P..

<sup>i</sup>  
Ce point P est appelé pôle, foyer ou point opératoire.

#### V. 4) Coordonnées rectangulaires

Si le nombre d'étages théoriques est assez élevé la construction graphique en coordonnées triangulaires devient extrêmement confuse, il est alors plus avantageux d'utiliser un diagramme rectangulaire.

##### 1) Courbe de distribution (figure 2)

Elle lie les concentrations en B des phases en équilibre, c'est à dire quittant un étage théorique.

Une ligne d'équilibre  $R_m E_m$  du diagramme triangulaire est représentée par un point de la courbe de distribution.

##### 2) Courbe opératoire

C'est la courbe lieu des points ayant comme coordonnées les concentrations des raffinats quittant les divers étages  $R_m$  et celles des extraits  $E_{m+1}$  croisant ces raffinats. Tout point K de la courbe opératoire correspond sur le diagramme triangulaire à une droite  $E_{m+1} R_m$  passant par le pôle.

##### Equation de la courbe opératoire :

Le bilan relatif du corps B des liquides entrant et quittant la portion de la colonne comprise entre 1 et m inclus s'écrit :

$$X_{BE_{m+1}} = \frac{R_m}{E_{m+1}} X_{BR_m} + \frac{E_1}{E_{m+1}} X_{BE_1} - \frac{F}{E_{m+1}} X_{BF}$$

##### 3) L'hydrocarbure A et le Solvant S sont immiscibles

Si l'addition de faibles quantités de soluté B aux liquides A et S n'augmente pas leurs solubilités mutuelles déjà faibles, la construction graphique peut alors être simplifiée en choisissant des unités convenables pour exprimer les concentrations.

$$y = \frac{X_{BE}}{X_{SE}} \quad \text{et} \quad x = \frac{X_{BR}}{X_{AR}}$$

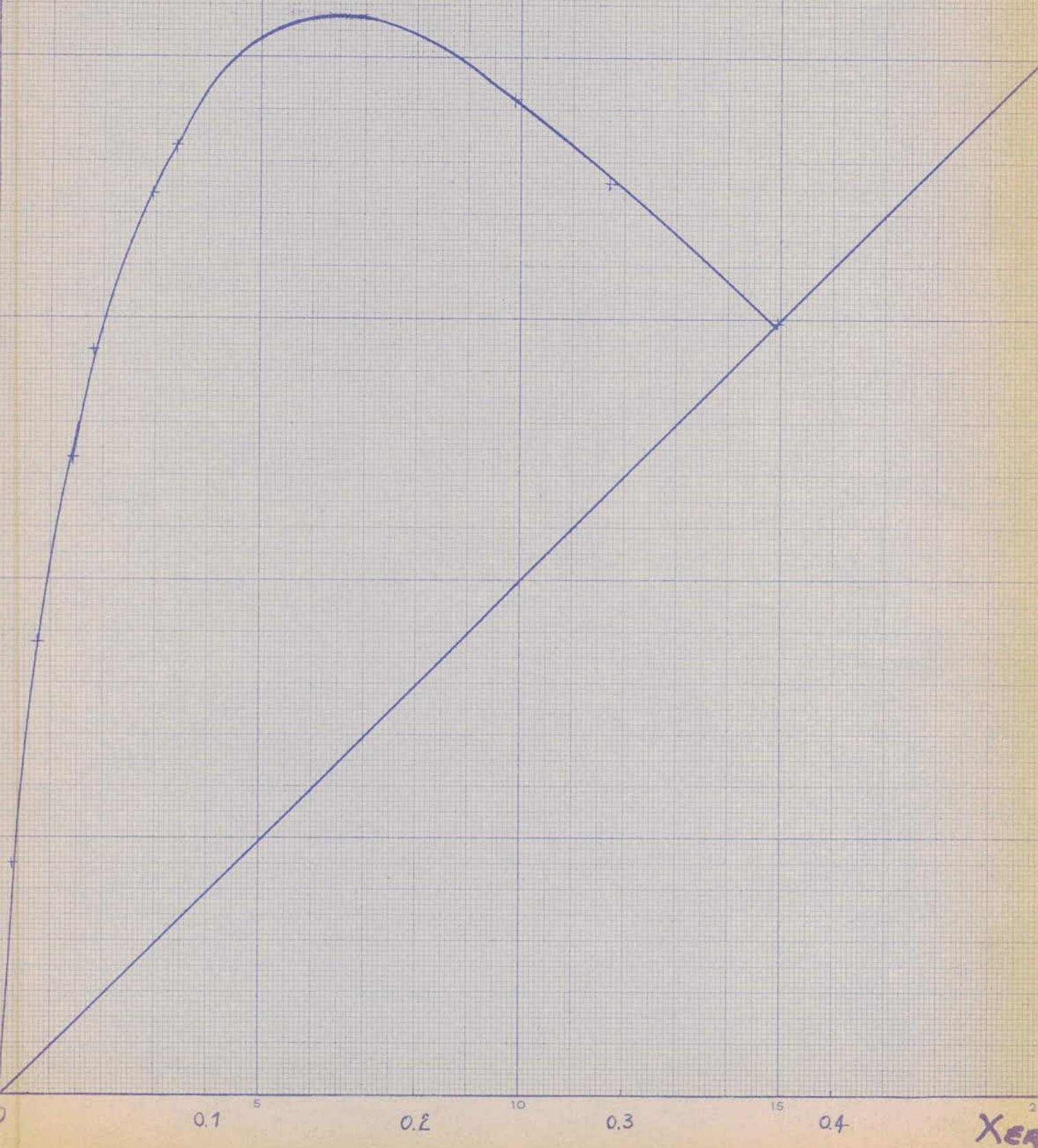
Soit la charge F introduite dans l'appareil, elle contient une quantité de corps A qui reste sensiblement constante au cours de l'écoulement des raffinats dans la colonne et se retrouve inchangée dans le raffinat final.

De même les extraits et le solvant contiennent la même quantité de solvant, le bilan relatif en B des produits entrant et quittant la portion de colonne comprise entre les étages 1 et m inclus étant :

$X_{EE}$

COURBE de DISTRIBUTION

fig 2



$X_{EE}$

$$FX_{BF} + E_{n+1}X_{BE_{n+1}} = E_1X_{BE_1} + R_nX_{BR_n}$$

$$\text{or } F = \frac{A}{X_{AF}}, \quad R_n = \frac{A}{X_{AR_n}}, \quad E_{n+1} = \frac{S}{X_{SE_{n+1}}}$$

$$\text{Donc } Ax_F + Sy_{n+1} = Ax_{rn} + Sy_1$$

L'équation de la courbe opératoire est :

$$y_{n+1} = \frac{A}{S} x_n + y_1 - \frac{a}{S} x_F$$

#### Extraction à contre-courant avec reflux

Il est souvent intéressant d'obtenir un extrait plus riche en soluté que l'extrait  $E_F$  obtenu par extraction à contre courant simple. Ceci peut être réalisé en recyclant dans la colonne une fraction de l'extrait débarassé totalement ou en partie du solvant, le reflux de raffinat est obtenu en recyclant dans l'appareil une partie du raffinat saturée de solvant.

### VI. Mode opératoire

#### VI.1 - Détermination des lignes d'équilibre

La charge F (70% massique en benzène et 30% en éthanol) et l'eau sont mises en contact dans une batterie de mélangeurs-décanteurs. L'agitation est réalisée par des pompes permettant d'obtenir un mélangeage correct des deux phases. On soutire l'extrait et le raffinat lorsque le régime est permanent. L'extrait et le raffinat sont pesés séparément pour obtenir un bilan matière.

#### VI.2 - Traitement du raffinat

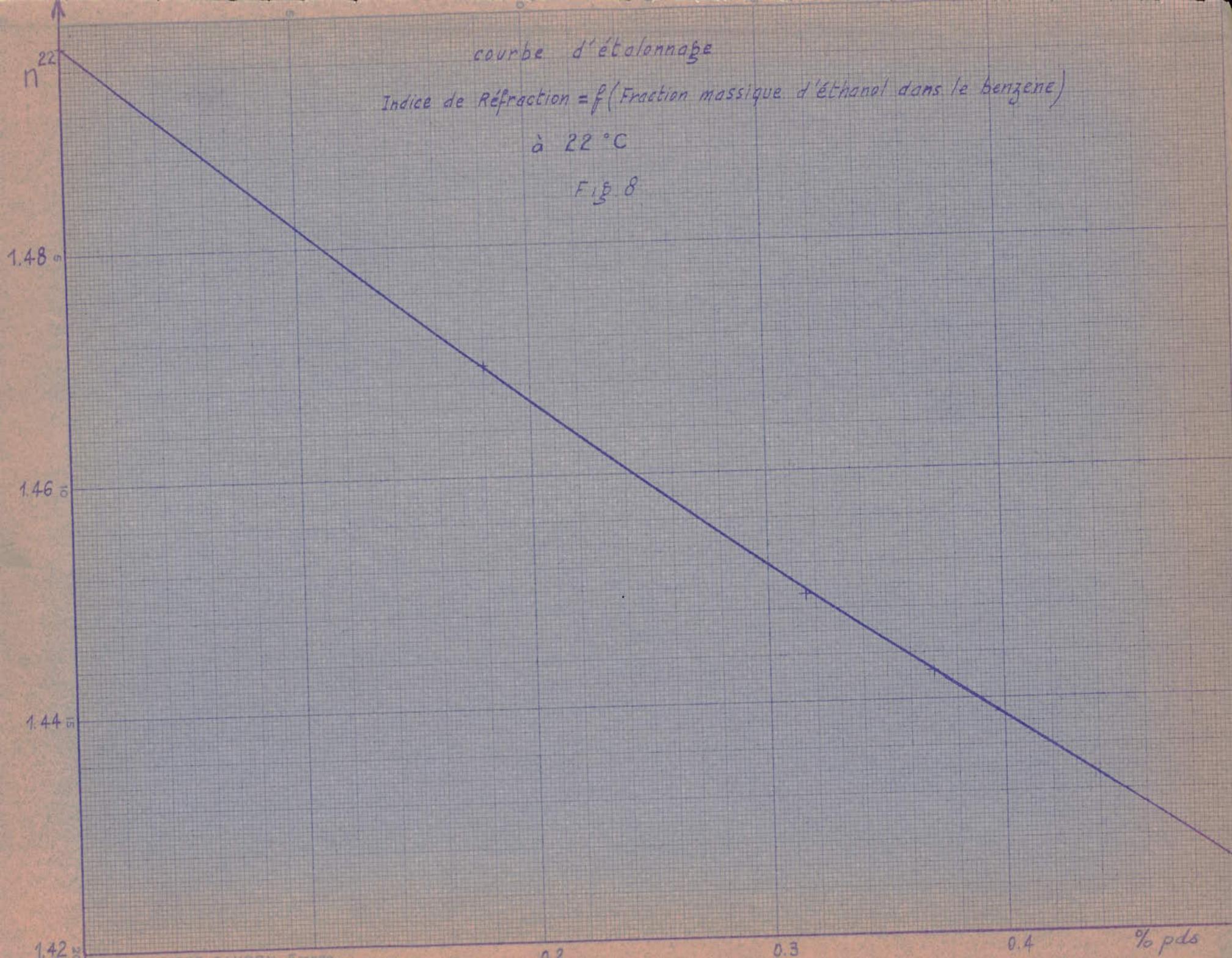
La phase raffinat pauvre en eau et riche en hydrocarbure est posée. Puis nous mesurons son indice de réfraction. On porte cette valeur sur une courbe d'étalonnage que nous avons tracée au préalable (fig. 8) : Indice de réfraction en fonction du % poids d'éthanol dans le mélange éthanol-benzène. On peut alors déterminer la composition du mélange des hydrocarbures.

courbe d'étalonnage

Indice de Réfraction =  $f$  (Fraction massique d'éthanol dans le benzène)

à 22 °C

FIG. 8



### VI. 3. Traitement de l'extrait

La phase extrait riche en eau et pauvre en hydrocarbure est la même façon pesée avant et après élimination du solvant qui se fait par distillation. Son indice de réfraction nous permet de déterminer la concentration en éthanol. Les phases en équilibre (raffinat R et extrait E) sont mises en évidence par quelques lignes d'équilibre qui joignent les points représentatifs des phases en équilibre.

### VI 4. Détermination du Point critique

La détermination du point critique est indispensable pour le tracé définitif de l'isotherme de solubilité, les lignes d'équilibre déterminées expérimentalement ne nous permettent pas d'obtenir entièrement l'isotherme de solubilité; on utilise une méthode graphique pour situer le point critique et de vérifier l'exactitude par une méthode expérimentale.

#### VI 4.1 - Méthode graphique fig 9

Nous avons utilisé la méthode proposée par les International critical Tables et par Sherwood, cette méthode consiste à tracer à partir des points représentants la composition des raffinats des parallèles à la branche BS et à partir des points représentant la composition des extraits des parallèles à la branche AB. L'intersection de ces parallèles nous donne une courbe qui doit couper l'isotherme au niveau du point critique.

Dans le cas le plus favorable, cette courbe est une droite.

#### VI 4.2 Méthode expérimentale

Nous allons déterminer la position exacte du point critique à l'aide de la méthode de titration par apparition du trouble.

On verse dans un bécher une quantité connue d'un mélange éthanol-eau dans des proportions obtenues en traçant la droite  $AP_cN$  (fig 10)

A (Benzène)

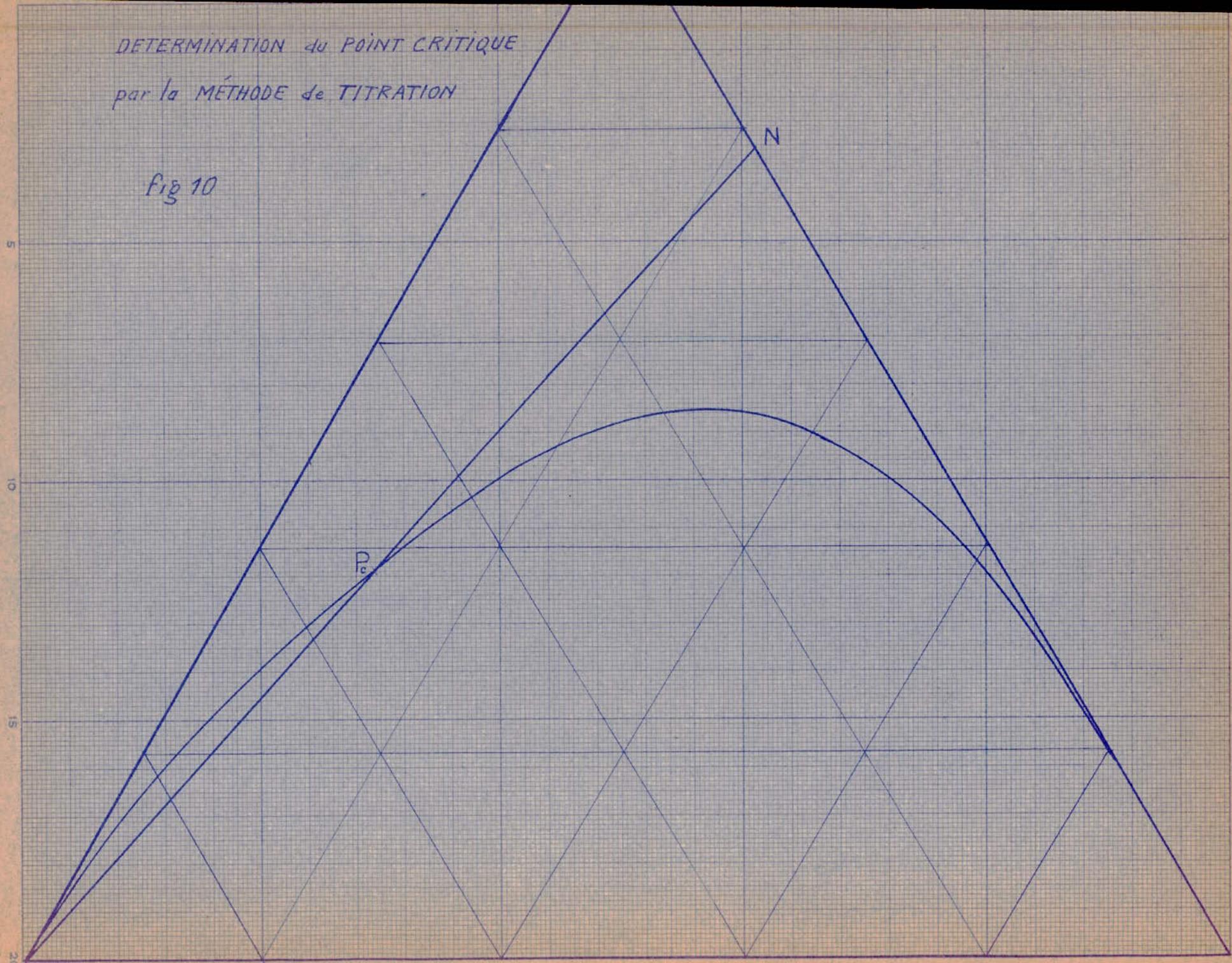
P (point critique obtenu graphiquement)

N) point coupant la branche BS) c'est ce point qui nous donne la composition du mélange éthanol - eau.

On ajoute ensuite à l'aide d'une burette graduée du benzène, on évolue alors sur la droite NA jusqu'à l'apparition d'un trouble, on est alors au point P expérimental, la décantation est très lente et si l'on obtient deux phases identiques on

DETERMINATION du POINT CRITIQUE  
par la MÉTHODE de TITRATION

Fig 10



quantité et qualité on peut considérer que nous sommes bien au point critique. Sinon suivant la quantité des phases obtenues on peut se situer au dessus ou en dessous du point critique.

Pour la détermination des deux points extrêmes de l'isotherme situés sur la branche AS, on utilise la même méthode en ajoutant tantôt l'eau dans le Benzène tantôt le benzène dans l'eau.

#### VI.5-Méthode de calcul pour la détermination de nouvelles lignes d'équilibre

A partir d'une composition du raffinat on déduit la composition de la phase extrait en utilisant la construction du point critique.

Soit E et R, les points qui représentent l'extrait et le raffinat. Le point F représente la charge ( 70% en Benzène et 30% en Ethanol ).

La droite FS coupe la droite RE en M et en appliquant la règle de levier on aura:

$$\frac{MF}{MS} = \frac{S}{F} = A \quad (\text{Taux de solvant})$$

$$\frac{MR}{ME} = \frac{E}{R} = B$$

Les droites SE et AB se COUPENT en e de même SR et AB se coupent en r et e représentent les compositions du raffinat et de l'extrait sans solvant.

$$F + S = R + E$$

$$\text{avec } E = B.R$$

$$F + S = R(1 + B)$$

$$1 + \frac{S}{F} = \frac{R}{F}(1 + B)$$

$$1 + A = \frac{R}{F}(1 + B) \implies R = F \left( \frac{1 + A}{1 + B} \right)$$

De même:

$$E = F.B \left( \frac{1 + A}{1 + B} \right)$$

### VI.6- Application

Une charge F, mélange des corps A et B est traitée par un solvant S de manière à produire un extrait  $E_1$  de composition fixée. Les débits respectifs de charge et de solvant sont connus l'extraction se fait dans une batterie de mélangeurs-décanteurs fonctionnant à contre-courant.

Quelle sera la composition du raffinat  $R_n$  obtenu et combien d'étages théoriques seront nécessaires pour effectuer cette extraction

#### VI.6.1- composition du raffinat

Le bilan établi pour la série entière donne:

$$F + S = E_1 + R_n = M$$

M représente le mélange global F + S, il est situé sur la droite FS du diagramme triangulaire. Par application de la règle du levier  $R_n, E_1, M$  sont alignés; par suite  $E_1$  et M étant connus, il est facile de placer  $R_n$  sur l'isotherme de solubilité.

Cette construction graphique donne donc la composition du raffinat ainsi que les poids respectifs de chaque phase par l'application de la règle de levier.

#### VI.6.2- Efficacité de l'appareil

Du premier étage sort un raffinat  $R_1$  en équilibre avec l'extrait  $E_1$  (Fig:13). Sur le diagramme triangulaire  $E_1 R_1$  est donc une ligne d'équilibre qu'il est facile de tracer puisque  $E_1$  est connu.  $R_1$  croise l'extrait  $E_2$  quittant l'étage suivant. La droite  $R_1 E_2$  passe par le pôle P, qu'il suffit de placer pour déterminer la position de  $E_2$  sur l'isotherme.  $E_2$  est en équilibre avec  $R_2$ , donc  $E_2 R_2$  est une ligne d'équilibre; dans notre exemple  $R_n$  et  $R_2$  sont confondus, la construction graphique nous ayant amenés à tracer deux lignes d'équilibre; nous en concluons que l'appareil à utiliser pour effectuer la séparation proposée doit avoir une efficacité de deux étages théoriques.

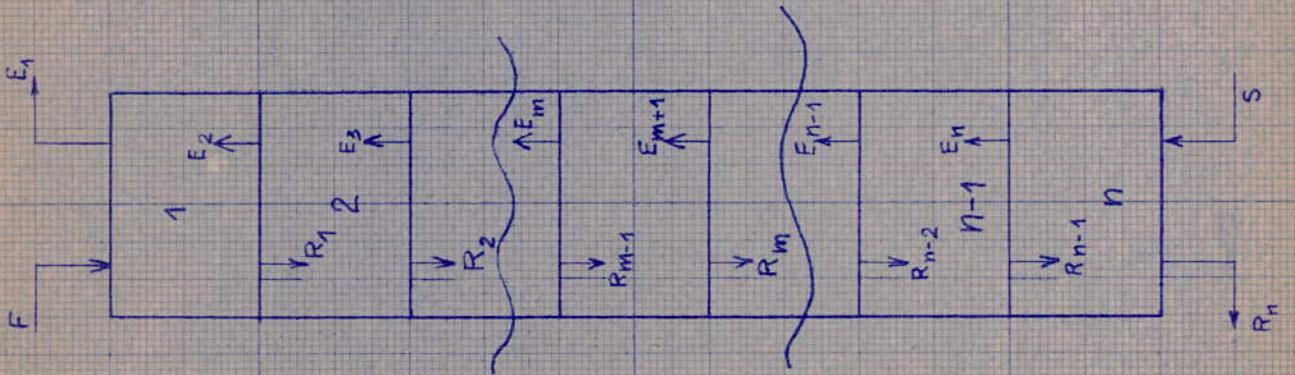


Fig 7

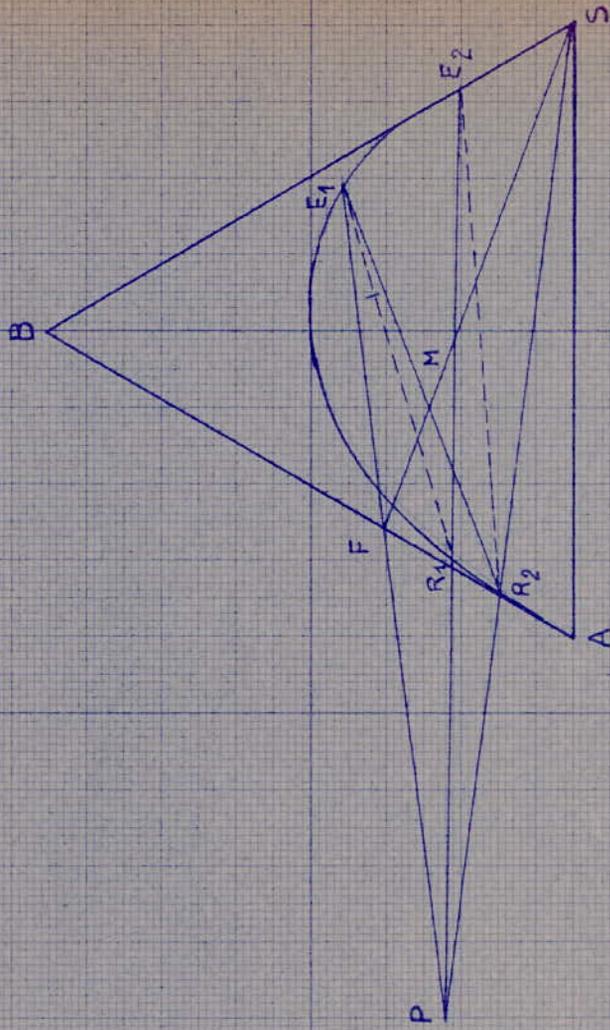


Fig 13

### VI.6.3-Position du pôle

La position du pôle dépend:

- De la pente des lignes d'équilibre
- Du rapport des quantités de solvant et de charge

Nous allons examiner l'effet du taux de solvant ( $S/F$ ) sur la position du pôle. Prenons comme exemple le cas d'une charge  $F$  traitée par des quantités croissantes de solvant, le raffinat final étant  $R_n$ . L'examen de la figure:14 montre que le point  $M$ , représentant le mélange global, se rapproche de  $S$  quand le taux de solvant croit ; tandis que le pôle situé sur  $R_nS$  s'éloigne d'abord de  $A$  vers la gauche, puis s'approche de  $S$  par la droite. Quand  $M$  tend vers  $J$ ,  $P$  tend vers  $S$ , position limite correspondante au "Taux maximum de solvant".

En effet pour  $M$  en  $J$ , la quantité de solvant est telle qu'il y a disparition d'une phase.

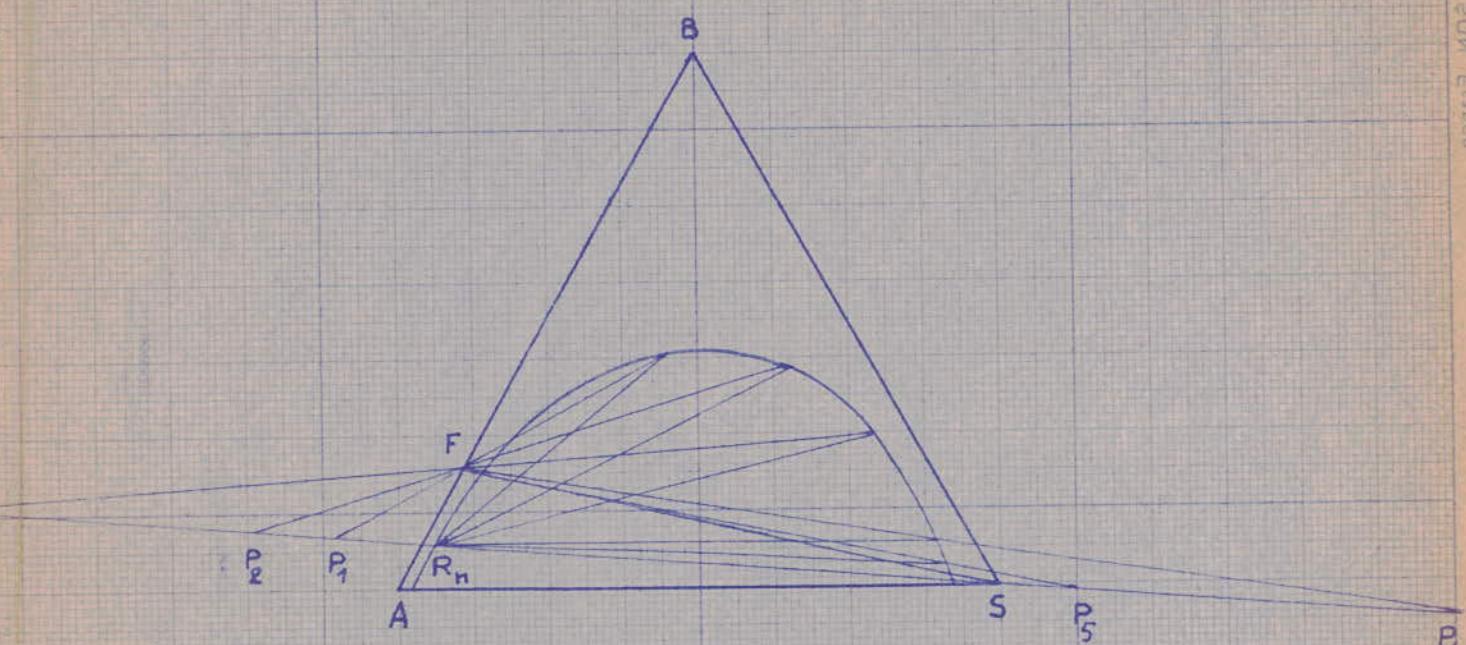
### VI.6.4-Taux minimum de solvant.

En supposant qu'au cours de la construction graphique précédente une des lignes d'équilibre passe par le pôle. La construction est arrêtée, nous obtenons un nombre infini d'étages théoriques et il lui correspond un taux minimum de solvant ce que nous allons montrer à l'aide de la figure 15.

Sur cette figure, nous avons tracé une série de lignes d'équilibre jusqu'à leur intersection avec la droite  $R_nS$ . Toute une portion de  $R_nS$  est coupée par les lignes d'équilibre. Le segment de  $R_nS$  ainsi balayé est limité du côté gauche par  $P_L$  (point d'intersection le plus éloigné de  $R_n$ )

Sur  $R_nS$ , tout point à droite de  $P_L$  se trouve donc sur une ligne d'équilibre, alors que chaque point à gauche de  $P_L$  n'est pas situé sur une telle ligne.

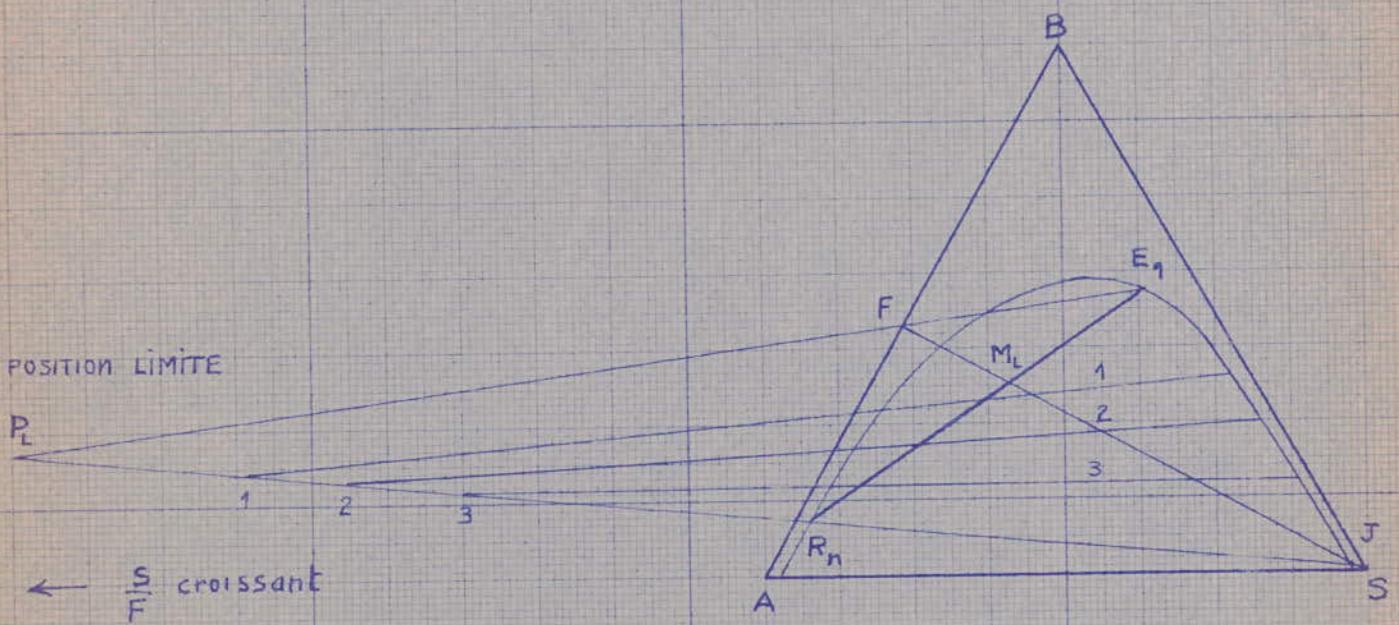
En conclusion pour que la construction graphique soit possible, il faut que le pôle soit à gauche de  $P_L$ .



←  $\frac{S}{F}$  croissant

←  $\frac{S}{F}$  croissant

Fig 14



POSITION LIMITE

←  $\frac{S}{F}$  croissant

Fig 15

Il est donc nécessaire d'utiliser un taux de solvant supérieur à celui correspondant à  $P_L$  qui définit ainsi la quantité minimum de solvant à utiliser pour traiter une certaine charge  $F$ .

Finalement  $M$ , point représentatif du mélange global doit se placer entre  $M_L$  (taux de solvant minimum) et  $J$  (taux de solvant maximum).

En coordonnées rectangulaires le taux minimum de solvant se traduit par un point commun entre les courbes de distribution et opératoire. La construction s'effectue par paliers d'une manière analogue à celle de Mac Cabe et Thiele utilisée en distillation.

On aura donc un nombre infini d'étages car il ne nous est pas possible d'atteindre le point d'intersection des deux courbes.

#### VI.7- Courbe opératoire Figure 16

Dans le cas général, on ne peut pas utiliser l'équation de la courbe opératoire pour sa construction car  $E_{m+1}$  et  $R_n$  ne sont pas constants et leurs variations sont inconnues.

Une construction graphique aisée permet heureusement de déterminer cette courbe.

En effet le diagramme triangulaire et le pôle  $P$  étant connus il suffit de tracer des droites passant par  $P$  et coupant l'isotherme d'équilibre pour situer les points  $E_{m+1}$  et  $R_m$ . Une simple lecture du graphique triangulaire donne alors les concentrations de ces phases, ce qui nous permet de tracer la courbe opératoire.

### APPAREILLAGE

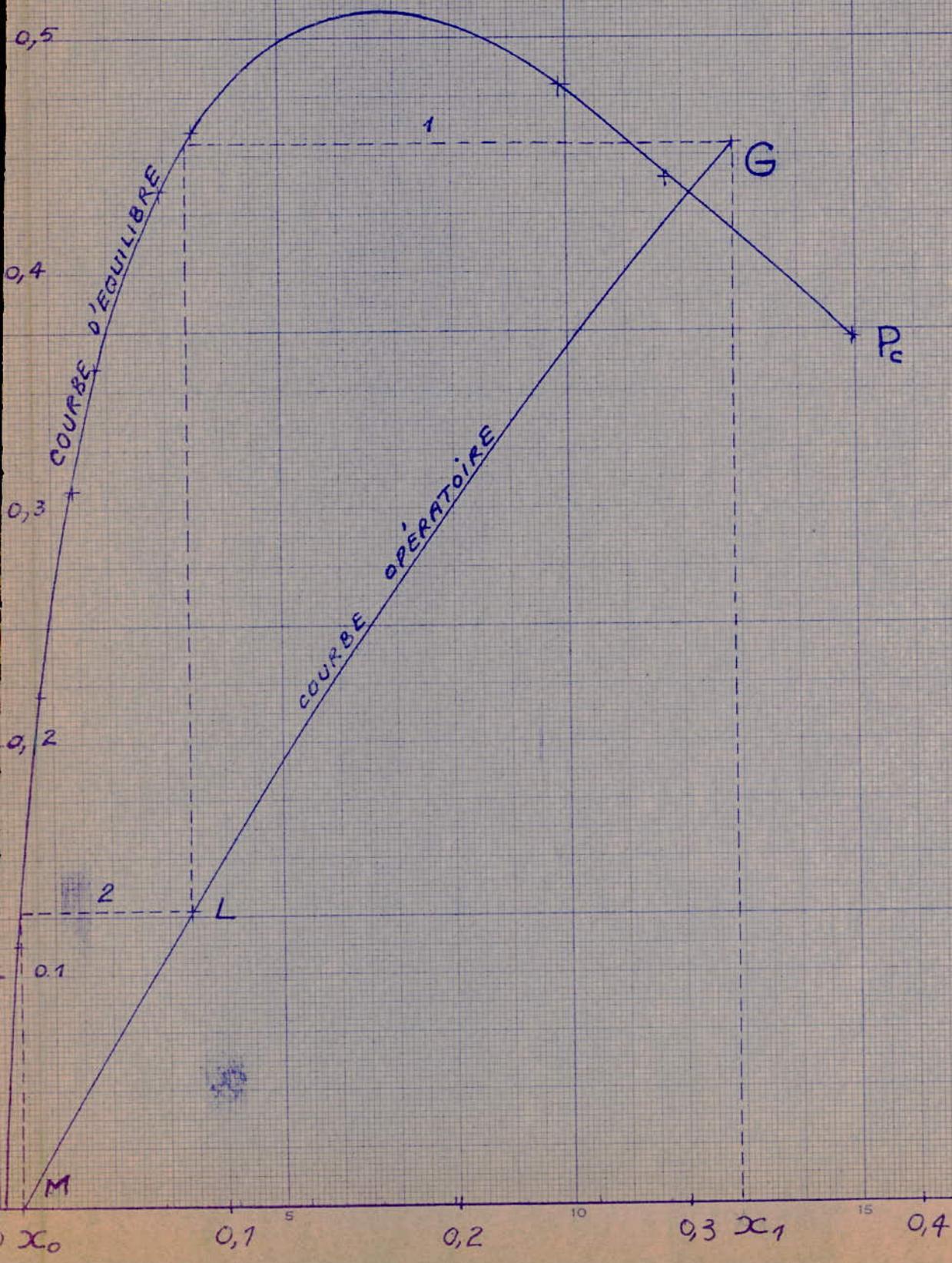
#### 1. Assemblage de l'extracteur:

L'extracteur utilisé fonctionne à contre courant et d'une manière discontinue. Il se compose:

- de la table
- des systèmes de separation

$X_{EE}$

Fig 16



$X_{ER}$

- des pompes
- des réservoirs
- du Tableau de commande

### 1.1. La Table

Elle est en acier, le plateau de la table est en bois est recouvert d'une plaque d'acier traité empêchant la corrosion provoquée par certains solvants.

### 1.2 Systèmes de séparation: fig 11

Les systèmes de séparation sont des pots en verre. La modification de la surface de séparation des phases s'obtient à l'aide <sup>des</sup> couvercles munis d'un rodage. la douille à laquelle le couvercle est attachée librement est maintenue grace à un bouchon de matière plastique. Chaque bouchon est pourvu d'un trou d'aération.

### 1.3 Les pompes fig 12

Les pompes sont de type à circulation de conception simple; le bouchon est revêtu de téflon. Elles permettent le mélangeage du solvant avec la charge pour permettre une séparation efficace, elles sont mises en rotation grâce à 2 moteurs électriques

### 1.4 Réservoirs fig 12

Ce sont des bacs de  
400 mm de longueur  
100 mm de largeur et  
500 mm de hauteur

Ils permettent l'alimentation des systèmes de séparation grace à des pompes d'admission

### 2.5. Table de commande : fig(12) :

les commandes des moteurs d'admission et de mélangeage sont électriques.

### 2- Mise en oeuvre:

Les bouchons, en PVC, les douilles et les couvercles doivent être retirés, pour permettre aux liquides lourds de remplir jusqu'au milieu des systèmes de séparation. Remplir ensuite avec le liquide léger boucher ensuite le rodage en verre du système de séparation avec le bouchon en PVC en tournant le couvercle. Tourner ensuite la douille de manière à placer la surface de séparation à la hauteur voulue. La :

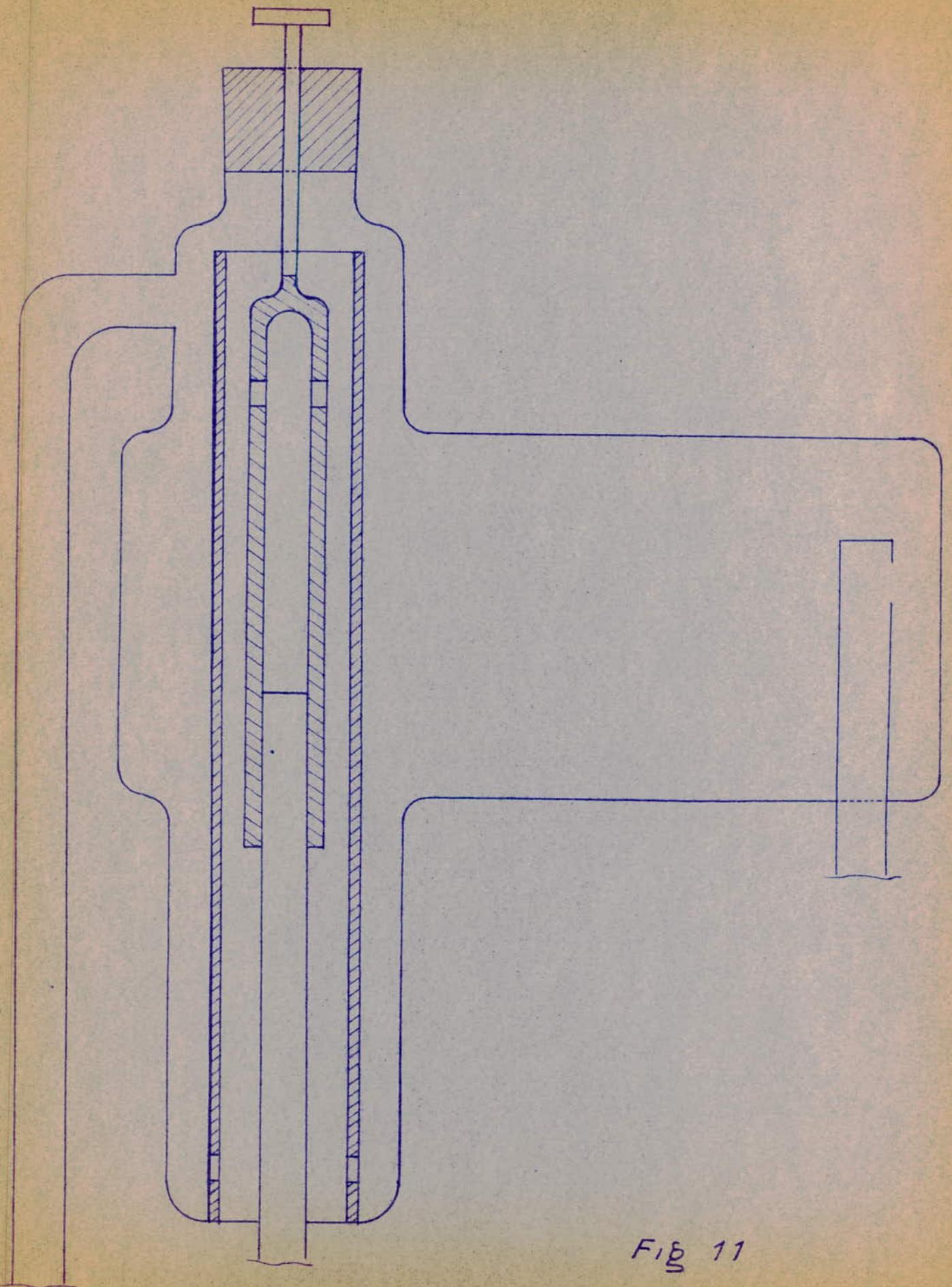


Fig 11

régulation exacte se fait pendant que l'appareil, travaille en tournant millimètre par millimètre en observant la surface de séparation des phases. Une manipulation trop brusque et approximative entraîne une perturbation dans les systèmes de séparation, parcequ'une quantité assez grande de liquide passe d'un séparateur à l'autre; en procédant sans à coup, l'extracteur atteint son équilibre en 3 ou 4 heures; les surfaces ne doivent plus se mouvoir de manière notable - si on constate de trop grands mouvements, réduire l'admission.

b- La mise en oeuvre de l'extracteur peut avoir lieu également lorsque les systèmes de séparation sont vides, si on place les trop pleins des couvercles au milieu du séparateur grâce à la douille et si on met en marche toutes les pompes de mélange, ainsi que la pompe d'admission on attend jusqu'à ce que la phase lourde s'écoule par l'autre côté. En suite seulement peut commencer le remplissage de la phase légère, cette méthode dure sensiblement plus longtemps que celle indiquée ci-dessus.

### VIII. RESULTATS EXPERIMENTAUX

$$F = 3,7 \implies F = 4,7 \text{ l/h}$$

$$S = 50 \implies S = 1,28 \text{ l/h}$$

#### Calcul des débits massiques

$$\text{Masse volumique du mélange F} \quad d_F = 0,851 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{Masse volumique du solvant S} \quad d_S = 1 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{Masse volumique de l'extrait E} \quad d_E = 0,916 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{Masse volumique du raffinat R} \quad d_R = 0,871 \text{ g/cm}^3$$

$$F = 4,7 \cdot 0,851 \text{ kg/h} = 4 \text{ kg/h}$$

$$S = 1,28 \cdot 1 \text{ kg/h} = 1,28 \text{ kg/h}$$

#### Application de la règle du levier

$$\frac{MF}{MS} = \frac{S}{F} = \frac{1,28 \text{ kg/h}}{4 \text{ kg/h}} = 0,32$$

$$\implies \frac{MF}{0,32} = \frac{MS}{1} = \frac{MF+MS}{0,32+1} = \frac{FS}{1,32} = \frac{22,2}{1,32} = 16,8$$

$$MS = 16,8$$

$$\implies MF = 16,8 \cdot 0,32 = 5,4$$

$$\text{Indice de refraction du melange F} \quad n_F^{22} = 1,452 \implies x_{EF} = 0,3$$

$$\text{Indice de refraction du raffinat R} \quad n_R^{22} = 1,497 \implies x_{ER} = 0,01$$

On a vu dans la partie théorique :

$$R = F \frac{1 + A}{1 + B}$$

$$E = F \cdot B \left( \frac{1 + A}{1 + B} \right)$$

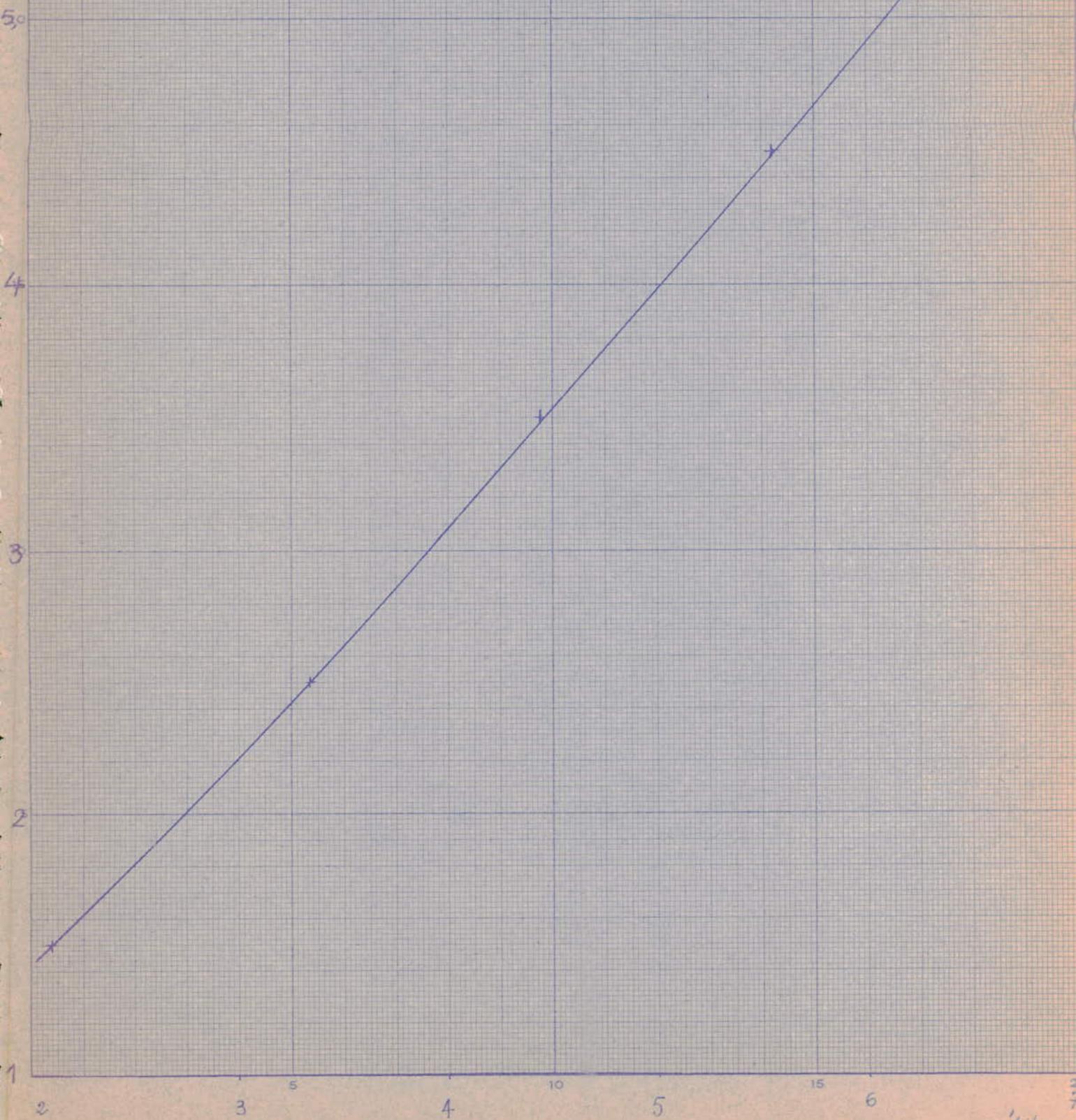
$$\text{avec } A = S/F = \frac{MF}{MS} = 0,32 \quad (\text{Taux de solvant})$$

$$\text{et } B = E/R = \frac{MR}{ME} = \frac{9,9}{10,4} = 0,95$$

$$R = 4 \cdot \frac{1 + 0,32}{1 + 0,95} = \frac{4 \cdot 1,32}{1,95} = 2,7 \text{ kg/h}$$

$$E = 4 \cdot 0,95 \left( \frac{1 + 0,32}{1 + 0,95} \right) = 2,57 \text{ kg/h}$$

courbe d'étalonnage  
du rotamètre N°2



Débit  
litres/hr

Bilan de matière global

$$F + S = R + E$$

(kg/h)    4 + 1,28 = 2,7 + 2,57    (kg/h)

Bilans partiels

En éthanol:

$$R.x_{ER} + E.x_{EE} = S.x_{ES} + F.x_{EF}$$

$$2,7.0,01 + 2,57.0,456 = 0 + 4.0,3$$

$$1,2 \text{ kg/h} = 1,2 \text{ kg/h}$$

En benzene:

$$F.x_{BF} + S.x_{BS} = R.x_{BR} + E.x_{BE}$$

$$4.0,7 + 0 = 2,7.0,99 + 2,57.0,058$$

$$2,8 \text{ kg/h} = 2,81 \text{ kg/h}$$

En solvant:

$$F.x_{SF} + S.x_{SS} = R.x_{SR} + E.x_{SE}$$

$$0 + 1,28.1 = 0 + 2,57.0,496$$

$$1,28 \text{ kg/h} = 1,275 \text{ kg/h}$$

Valeurs de la courbe opératoire

$$G \begin{cases} X_{EE_1} = 0,456 \\ X_{EI} = 0,324 \end{cases} \quad \text{Et } L \begin{cases} X_{EE_n} = 0,128 \\ X_{ER_1} = 0,084 \end{cases}$$

$$M \begin{cases} X_{ES} = 0 \\ X_{ER_n} = 0,01 \end{cases}$$

La méthode de Simpson nous permet d'écrire:

$$\frac{h}{3} ( E + 4.I + 2.P ) = N.U.T$$

h: pas ou largeur de l'intervalle

E: Ordonnées extrêmes

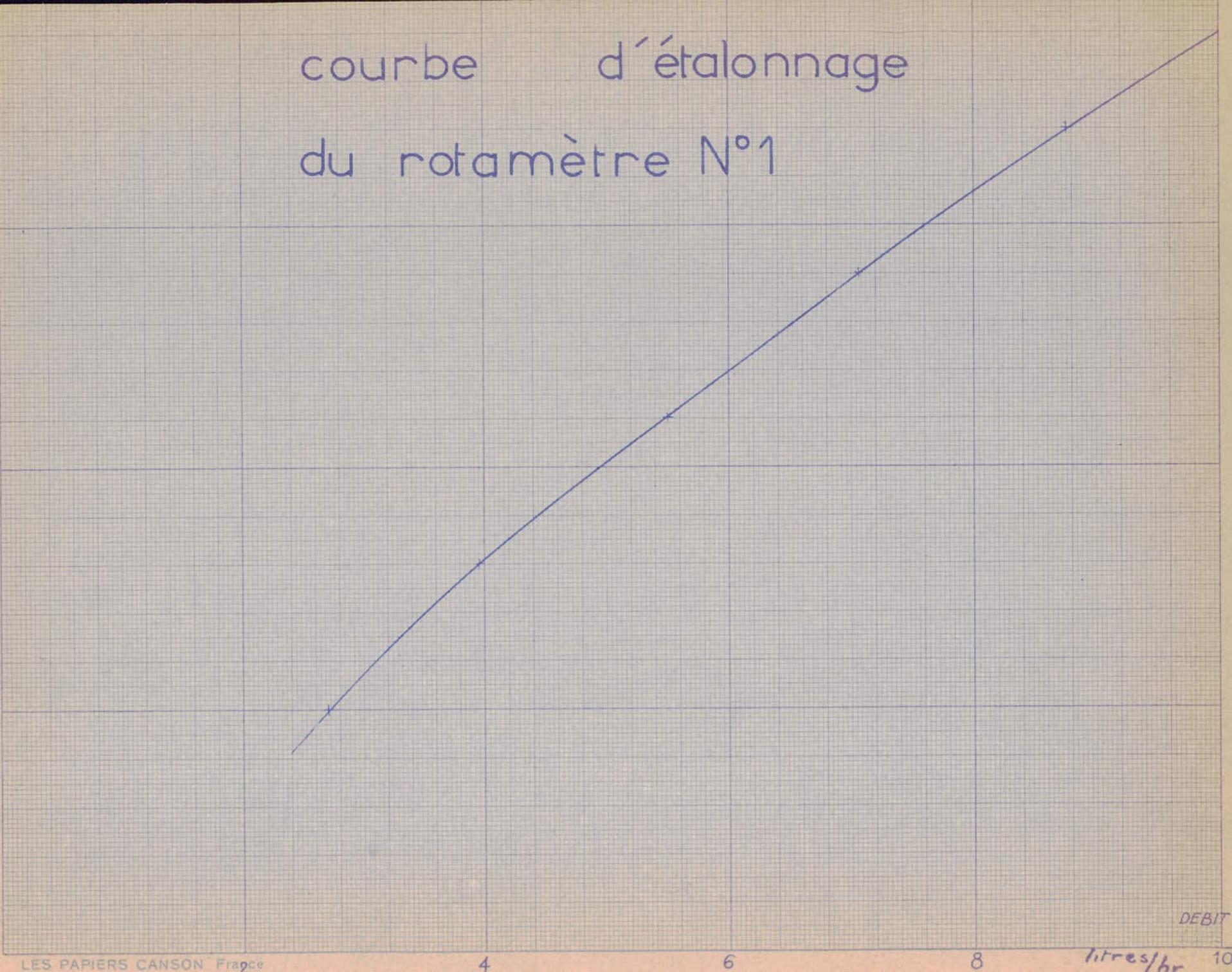
I: ordonnées d'ordre impair

P: ordonnées d'ordre pair

$$N.U.T = 4,42$$

courbe d'étalonnage  
du rotamètre N°1

200  
150  
100  
50



$x \cdot 10^3$	$(x - x^*) \cdot 10^3$	$\frac{1}{x - x^*}$
10	7,5	133,3
41,2	37,5	26,6
72,5	65,0	15,4
103,8	91,2	10,95
135	117,5	8,5
166,2	142,5	7,01
197,5	165,0	6,06
229	187,5	5,34
260	207,5	4,82
291	225	4,45
322,5	237,5	4,22

CONCLUSIONS

Cette étude sommaire sur l'extraction liquide-liquide nous a permis de montrer qu'il est possible de séparer les constituants d'un azéotrope qu'on n'aurait pas pu faire économiquement par un autre procédé de séparation .

Nous avons remarqué que l'efficacité de l'appareil dépend

-du système choisi

- et du rapport des quantités de solvant et de charge.

La construction graphique nous a donné :

le nombre de plateaux théoriques  $n = 2$

Ce qui correspond à une efficacité de un cinquième de plateau par étage expérimental.

Cette différence assez grande par rapport aux provisions du constructeur provient de :

- l'importance des débits de charge

- le système étudié nécessite seulement un extracteur à trois étages

=====

## B I B L I O G R A P H I E

G. COGNET                      Transfert de matière  
TREYBAL                        Mass Transfert  
TREYBAL                        Liquid -Liquid    Extraction  
BROWN                         Unit Opération

### Revues

Y.L. GLADEL & J. DURANDET      Revue I F P (1960)  
Chimie & Industrie      Vol. 96 N° 6 Mars 1967  
"                            "      Vol. 103 N° 10 Juin 1970  
"                            "      Vol. 97 N° 6 Décembre 1966

### Revues des Oléagineux

N° 8-9    Aout Septembre 1968  
N° 11     Novembre            1968  
N° 12     Décembre            1970  
N° 2      Février                1971

