

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche  
Scientifique**



**Université Mohamed khider Biskra**

**Faculté sciences et Technologie**

**Département de Chimie industrielle**



**Cours  
Opérations Unitaires 3<sup>ème</sup> année génie  
des procédés**

**Préparée par : Dr. H. REHALI**

# **SOMMAIRE**

## SOMMAIRE

<b>Chapitre 1 : Généralités sur les opérations unitaires</b>		<b>Page</b>
Introduction		<b>1</b>
Divers types des procédés		<b>6</b>
Absorption		<b>6</b>
strippage		<b>9</b>
adsorption		<b>11</b>
désorption		<b>12</b>
Domaine d'application		<b>12</b>
Extraction liquide –liquide		<b>13</b>
Définition		<b>13</b>
principe		<b>13</b>
Domaine d'application		<b>14</b>
Extraction solide-liquide		<b>15</b>
Définition		<b>15</b>
Mécanismes de l'extraction Liquide-Solide		<b>15</b>
Mécanismes de l'extraction Liquide-Solide		<b>15</b>
Domaine d'application		<b>16</b>
Distillation		<b>16</b>
Définition		<b>16</b>
Types de distillation		<b>17</b>
Domaine d'application		<b>18</b>
<b>Chapitre 2 : Absorption</b>		
introduction		<b>20</b>
Absorption		<b>20</b>
définition		<b>20</b>
Equilibre liquide-gaz		<b>21</b>
Conception d'absorption de flux à contre-courant à un étage (tour à garnissage)		<b>22</b>
Absorption multi-étages à contre-courant		<b>22</b>
Représentation graphiquement des équilibres		<b>23</b>
Bilans de matière		<b>26</b>
Méthode de Mac Cabe et Thièle		<b>27</b>
<b>Chapitre 3 : Extraction Liquide – Liquide</b>		
Introduction		<b>30</b>
Diagramme ternaire		<b>30</b>
Lecture de la composition d'un mélange ternaire		<b>31</b>
Détermination de la composition d'un mélange ternaire		<b>32</b>
Diagramme d'équilibre		<b>34</b>
Extraction à un seul étage		<b>38</b>
Rendement de l'extraction		<b>41</b>
extraction multiétages		<b>42</b>
Extraction dans une cascade à courant croisés		<b>42</b>
Extraction dans une cascade à contre		<b>43</b>
<b>Chapitre 4 Extraction liquide-solide (Lixiviation)</b>		
Introduction		<b>46</b>

Définition extraction liquide-solide (Lixiviation)	46
Principe	47
Equilibre solide-liquide	51
Diagramme de Janeck	51
Coefficient de partage ou de distribution	52
Extraction solide-liquide à contre-courant.	53
Détermination du nombre des étages	54
cas de l'extraction à courants croisés	55
<b>Chapitre 5 Distillation</b>	
Introduction	59
Rappel sur les équilibres liquide-vapeur	59
Les différents types de mélanges	59
Lois fondamentales	60
Diagramme isobare d'équilibre liquide-vapeur	65
distillation	66
Définition	66
	67
Mécanisme de la distillation simple	
	67
Rectification	
Définition	67
Mécanisme de Rectification	68
Nombre des plateaux théoriques	69
bilan de matière globa	71
bilan énergétique global	72
Calcul du nombre de plateaux théorique selon la méthode de Mc Cabeet Theile	73
droite opératoire d'enrichissement	78
droite opératoire d'épuisement	79
Calcul du nombre de plateaux théorique minimum et maximum selon la méthode de Mc Cabe et Theile	82
Efficacité	86
Efficacité ponctuelle de Murphree	86
Diagramme de Ponchon-Savarit	88
	88
Méthodologie de traçage du diagramme de Ponchon-Savarit	
	89
Méthodologie du calcule du nombre de plateau théoriques	
	90
Détermination du nombre de plateaux par le calcul	
La formule de Fenske	91
Nombre de plateaux théoriques par la corrélation de Gilliland	91
Références bibliographiques	92



# CHAPITRE 1 GENERALITES SUR Les opérations unitaires

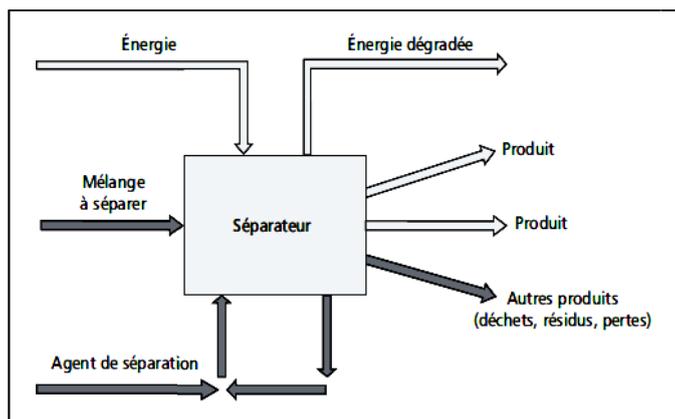
## I.1 Introduction

Dans l'industrie chimique, un procédé de fabrication peut être décomposé en une succession d'opérations qui constituent ses étapes clés, on distingue :

Les opérations de séparation qui sont destinées à séparer et à purifier les constituants d'un mélange; Chaque opération de séparation température fixée).

Les concentrations des mélanges liquide-vapeur).

Exploite les propriétés des milieux multiphasiques (à pression, sont différentes à l'intérieur de chaque phase (liquide, vapeur)



### Schéma général d'une opération de séparation

Les opérations unitaires étudiées dans cette partie sont des opérations de séparation par diffusion qui sont mises en œuvre avec un équilibre entre deux phases : liquide-vapeur (distillation), liquide-liquide (extraction), liquide- solide (cristallisation, adsorption, extraction), liquide-gaz (absorption), solide-gaz (séchage, adsorption). Toutes ces séparations sont régies par des fonctions thermodynamiques qui peuvent être plus ou moins favorables à la séparation mise en oeuvre. Quoiqu'il en soit, il est toujours possible d'agir sur les conditions opératoires pour faire évoluer la séparation dans le sens souhaité par l'opérateur. Cependant, ce cheminement nécessite de connaître

les lois de base et les techniques qui en découlent. Les principaux procédés de séparation sont regroupés dans le tableau 1.1. Lorsque ces séparations ne se font pas par équilibre, la force motrice de la séparation est indiquée à la place de la fonction thermodynamique.

**Tableau 1.1 - Principaux procédés de séparation.**

<b>Procédé</b>	<b>Agent de séparation</b>	<b>Force motrice ou fonction thermodynamique</b>	<b>Applications</b>
<b>Tamassage, criblage</b>	Tamis, crible	Taille des particules	Séparation de solides pulvérulents ( $d > 100 \mu\text{m}$ )
<b>Flottation</b>	Liquide	Mouillabilité de surface	Séparation des minerais de leur gangue
<b>Filtration</b>	Membrane poreuse	Taille des particules	Séparation de solides en suspension dans un liquide ou un gaz ( $d > 10 \mu\text{m}$ )
<b>Triage magnétique</b>	Source magnétique	Mobilité magnétique	Séparation magnétique des métaux ferreux
<b>Triage électrique</b>	Source électrique	Mobilité électrique	Séparation de solides conducteurs
<b>Décantation</b>	Liquide	Masse volumique	Décantation des eaux usées ou de rivière
<b>Centrifugation</b>	Énergie centrifuge	Masse volumique	Séparation de solides en suspension dans un liquide ou un gaz ( $d > 1 \mu\text{m}$ )
<b>Distillation</b>	Chaleur	Volatilité relative	Séparation de mélanges liquides et gazeux (sous pression)
<b>Évaporation</b>	Chaleur	Volatilité relative	Concentration d'une solution par évaporation du solvant
<b>Cristallisation</b>	Refroidissement	Solubilité	Formation de cristaux par refroidissement d'une solution
<b>Extraction liquide-liquide</b>	Solvant	Coefficient de partage	Séparation d'un soluté d'une solution par un solvant
<b>Extraction solide-liquide</b>	Solvant	Coefficient de partage	Séparation d'un soluté d'une matrice solide par un solvant
<b>Absorption</b>	Solvant	Coefficient de transfert	Élimination d'un soluté d'un mélange gazeux
<b>Adsorption</b>	Solide poreux	Coefficient de transfert	Fixation d'une molécule sur un solide adsorbant
<b>Procédés membranaires</b>	Membrane poreuse	Taille des molécules	Tri sélectif de molécules à travers une membrane
<b>Échange d'ions</b>	Solide poreux ionique	Coefficient d'affinité	Échange d'ions entre une solution et une résine échangeuse d'ions

## I.2. Divers types des procédés

### I.2.1. Absorption–Stripping (Désorption)

### 1.2.1.1. Définition

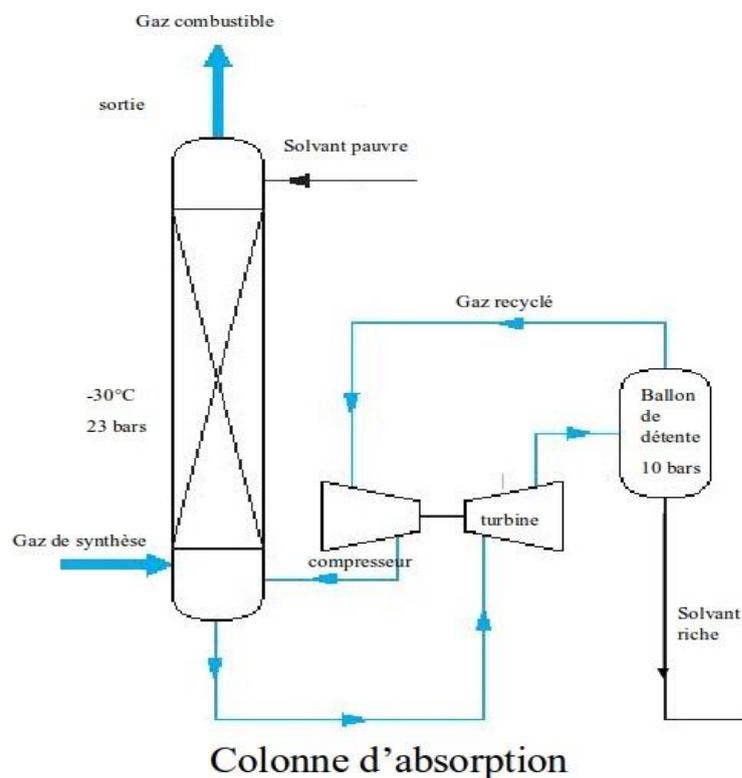
L'absorption se définit simplement comme l'opération fondamentale de transfert dans un liquide d'un ou plusieurs constituants d'un gaz (ou d'une vapeur). On peut exprimer que c'est l'opération d'après laquelle un mélange de gaz (ou de vapeur) est mis en contact avec un liquide afin de séparer, par dissolution (ou absorption) dans celui-ci, un ou plusieurs constituants du mélange gazeux. Cette opération est souvent appelée : lavage des gaz. La récupération, souvent nécessaire, de la substance qui s'est dissoute dans le liquide, est appelée désorption. Les gaz à séparer peuvent être des produits utiles ou nuisibles que l'on désire éliminer d'un gaz porteur destiné à subir ensuite d'autres traitements. Ce substrat est souvent un gaz inerte, c'est-à-dire insoluble dans le liquide absorbant.

### I.2.1.2- Termes utilisés

**Le soluté** ou **absorbât** est le gaz (ou la vapeur) contenu dans le gaz porteur, que l'on doit extraire par dissolution dans le liquide.

**Le diluant** ou **inerte** est le **gaz** (ou vapeur) mélangé au soluté. Il est souvent insoluble ou peu soluble dans le solvant.

Le mélange gaz entrant la colonne est appelé souvent : gaz riche.



Le gaz dépourvu plus ou moins complètement du soluté est appelé : gaz épuisé. **L'absorbant ou solvant** est le liquide destiné à dissoudre le soluté.

La solution est le liquide obtenu par dissolution du soluté dans le solvant, elle porte également le nom de **solution riche**.

Les processus de dissolution d'un gaz dans un liquide sont de nature physique ou chimique

Solubilité ; Lorsqu'un gaz est mis en présence d'un liquide, l'échange de matière entre phases correspondant à l'équilibre peut être supposé réalisé approximativement, après une durée plus ou moins longue suivant le système auquel on a affaire. Dans ces conditions, la connaissance des teneurs en constituants dans chaque phase (solubilités) et notamment de celle du gaz dans le liquide est particulièrement importante

### **Équilibre gaz- liquide**

Les lois de Dalton, de Henry et de Raoult s'appliquent à l'étude théorique des équilibres liquide-gaz de certains mélanges particuliers. Elles relient les pressions partielles du système gaz-liquide à la teneur du gaz dans le solvant ou à sa pression maximale de vapeur.

### **Méthodes d'absorption**

Les principales opérations peuvent être classées d'après le sens du déplacement des fluides, gaz et liquide, en deux catégories :

- L'absorption à co-courant .
- L'absorption à contre-courant

### **Types d'absorption**

- **Absorption physique**

C'est une dissolution physico-chimique faisant appel aux phénomènes de solubilité gaz-liquide sans qu'il y ait aucune transformation chimique des constituants. Le processus d'absorption physique est préféré quand :

- le mélange de gaz d'alimentation et le constituant à absorber sont présents en grande quantité, à pression élevée ;
- la fraction de gaz non absorbée doit présenter une très grande pureté ;
- un ou plusieurs constituants absorbés sélectivement doivent être obtenus soit sous forme enrichie, soit sous forme pure ;
- le soluté doit faire l'objet d'une opération de synthèse ultérieure ;

- **Absorption chimique**

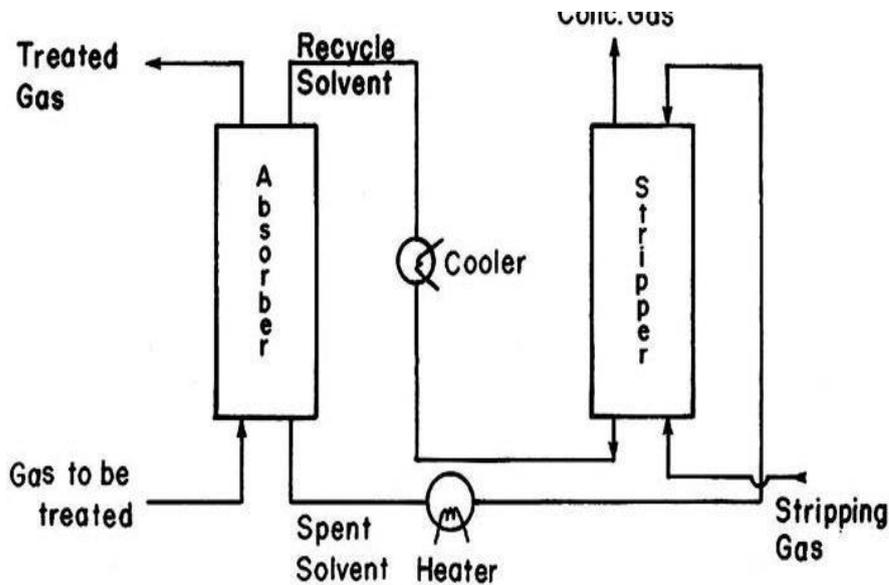
Elle correspond à la dissolution d'un soluté dans un liquide avec formation d'un composé chimique plus ou moins stable. L'absorption présente certaines analogies, en ce qui concerne la nature des processus et de l'appareillage utilisé, avec d'autres opérations de transfert de matière telles que les extractions et la distillation. L'absorption par réaction chimique est adoptée si :

- la récupération du solvant n'exige pas une grande quantité d'énergie ;
- les constituants devant être séparés sont fortement acides et subissent une réaction thermique réversible avec le solvant ;
- les constituants à séparer à partir du mélange d'alimentation sont présents en faible concentration sous une basse pression.

### **Stripping**

L'opération inverse de l'absorption est la désorption ou dégazage (stripping). Elle consiste à éliminer les gaz (ou vapeurs) absorbés dans le liquide, c-à-d. qu'elle provoque le passage ou transfert des gaz du liquide dans un autre gaz (ou vapeur). Elle est réalisée, soit par mise en contact du liquide avec un gaz ou une vapeur qui sert d'agent de désorption, soit encore par chauffage en présence ou non de vapeur d'eau, lorsqu'on a affaire à une combinaison chimique du soluté avec l'absorbant. Lorsque l'absorbât doit être récupéré, ce qui est fréquemment le cas, l'opération de désorption suit celle d'absorption.

La désorption est généralement réalisée par chauffage de la solution ou par injection de vapeur dans celle-ci circulant dans le **désorbeur**, constitué par une colonne à plateaux ou à garnissage. Dans un système qui utilise le chauffage, les courants de gaz et de liquide cheminent à contre-courant; en tête du désorbeur, arrive la solution riche et sort le soluté gazeux tandis que l'on chauffe, à la base, pour éliminer l'absorbât de la solution. Le solvant est renvoyé dans l'absorbeur, après refroidissement, d'abord par échange thermique avec la solution à traiter (celle-ci parvient ainsi préchauffée au désorbeur), puis par un dispositif ordinaire de réfrigération.



### Couplage d' absorption et strippage

#### I.2.1.7. Choix du solvant d'absorption

Si le but de l'opération est de produire une solution spécifique, par exemple la fabrication d'acide chlorhydrique, le solvant est spécifié par la nature du produit. Par contre, si le but recherché est de récupérer ou éliminer un constituant d'un mélange gazeux, alors plusieurs choix sont possibles. Dans ce cas, quelques caractéristiques du solvant sont à prendre en considération.

- Solubilité : sélectivité de l'absorbât, la plus grande possible
- Faible volatilité (pour ne pas être entraîné)
- Faible viscosité (augmentation de la vitesse d'absorption, écoulement plus rapide) puisqu'un solvant moins visqueux est préféré dans le but d'éviter l'engorgement et la chute de pression dans le dispositif de pompage.
- Peu corrosif pour les matériaux
- Non inflammable Peu altérable
- Bas point de congélation
- Prix peu élevé.

#### I.2.1.8 Influence de quelques paramètres

##### Température

la solubilité d'un gaz décroît quand la température augmente.

##### Nature du soluté

on note généralement une augmentation de la solubilité avec une augmentation de la température critique.

##### Solubilité

La solubilité augmente avec la pression partielle du soluté.

# Adsorption

## I.2.2.1.Définition

On parle d'adsorption lorsqu'une substance est fixée à la surface d'un substrat solide. Il y a un phénomène d'adsorption lorsque la densité de présence d'une substance à la surface d'un solide est plus importante que dans la masse du fluide qui le contient. Les phénomènes d'adsorption interviennent dans de nombreuses opérations d'épuration de gaz ou de liquides de nombreuses réactions chimiques catalysées. On distingue deux types d'adsorption:

- **L'adsorption physique**: la molécule adsorbée est retenue sur le substrat par des liaisons de faible intensité de type Van der Waals; l'adsorption physique conduit à la formation de plusieurs couches de substance condensée sur la surface du substrat; l'adsorption physique est exothermique; si la substance adsorbée est gazeuse, la chaleur dégagée est équivalente à la chaleur de condensation de la substance (10 à 40 kJ/mole); l'adsorption physique est sensible à la température; elle diminue lorsque la température augmente
- **L'adsorption chimique**: la molécule est retenue sur le substrat par des liaisons chimiques ou des attractions fortes pour des liaisons chimiques; l'adsorption chimique conduit à la formation d'une couche monomoléculaire de la substance adsorbée sur la surface du substrat; l'adsorption chimique est très exothermique, environ 10 fois plus élevée que l'adsorption physique. Les matériaux adsorbants utilisés dans les industries de procédé sont principalement:
  - des charbons actifs pour retenir des impuretés ou des substances nocives ou odorantes de gaz ou d'eau ...
  - des alumines activées pour le séchage de l'air ou d'autres gaz ...
  - des zéolithes pour la catalyse de réactions ...
  - des silica-gels utilisés pour retenir l'humidité de l'air ou certains gaz ...

Les adsorbants sont dotés d'une très grande surface spécifique ( $\text{m}^2/\text{g}$ ). Cette surface n'apparaît pas à l'extérieur des grains ou particules de matériau mais est due à une très grande porosité constituée par un très grand nombre de pores de très petite taille. Par exemple un charbon actif peut présenter une porosité de 50 à 80% constituée de pores de 1 à 4 nm ( $10^{-3} \mu\text{m}$ ) offrant une surface spécifique de 500 à 1500  $\text{m}^2/\text{g}$ .

La surface spécifique de l'adsorbant est répartie sur les parois des:

- macro-pores (diamètre  $> 50 \text{ nm}$ )
- méso-pores (diamètre  $> 2 \text{ nm}$  et  $< 50 \text{ nm}$ )
- et micro-pores (diamètre  $< 2 \text{ nm}$ )

L'adsorption est un phénomène équilibré qui peut être représenté par l'équation:

## **substance libre + adsorbant $\rightleftharpoons$ substance adsorbée + chaleur**

Si l'adsorbant et la solution (ou le gaz) contenant la substance visée sont maintenus en présence pendant un temps suffisant, la solution s'appauvrit et l'adsorbant se "charge" progressivement; la concentration dans la solution et la "charge" sur l'adsorbant se stabilisent à de nouvelles valeurs correspondant à un équilibre. L'équilibre peut être déplacé dans le sens de l'adsorption en augmentant la pression partielle ou la concentration de la substance visée en diminuant la température. La charge de l'adsorbant à l'équilibre est sa "capacité d'adsorption"; elle est exprimée en masse (ou mole) de substance adsorbée par unité de masse d'adsorbant.

### **Autres paramètres affectant l'adsorption**

**Solubilité de la substance** ; L'adsorption d'une substance à la surface d'un solide est en concurrence avec sa dilution dans le solvant qui l'environne: plus la solubilité dans le solvant est grande, plus l'adsorption sur le solide est faible. La solubilité des substances dépend de leur poids moléculaire; dans une même série de molécules semblables, celles de masse molaire supérieures seront moins solubles leur polarité; les substances polaires seront plus solubles dans les solvants polaires

#### **Le pH du solvant**

Le pH affecte aussi bien la charge de surface de l'adsorbant que la charge du soluté; souvent à pH faible (milieu acide), les substances organiques sont mieux adsorbées.

**Température** : Le phénomène d'adsorption étant généralement exothermique, toute augmentation de température diminue la quantité adsorbée à l'équilibre.

**Autres solutés** : Lorsque plusieurs solutés sont présents simultanément dans la solution, ils sont en concurrence pour s'adsorber sur les mêmes sites récepteurs; la présence d'autres solutés diminue généralement la capacité d'adsorption de la substance visée.

### **La désorption**

La désorption est l'opération inverse de l'adsorption; elle vise à débarrasser l'adsorbant de la substance retenue. La désorption est indispensable pour régénérer l'adsorbant et lui permettre d'effectuer un nouveau cycle récupérer une substance de valeur sous une forme concentrée. La méthode de désorption dépend de la nature de l'adsorbant et des substances adsorbées du but de la désorption (recyclage de l'adsorbant ou récupération de la substance adsorbée). Les techniques courantes sont: élution par un solvant ou un gaz et variation de pression et/ou de température.

#### **I.2.2.4.Applications**

La physisorption sur les solides est fréquemment mise à profit pour la séparation et la purification des gaz ou la séparation de solutés dans les liquides. On utilise le plus souvent les charbons actifs, mais on dispose aussi d'adsorbants comportant des pores de dimensions moléculaires (comme les

zéolites) qui leur confèrent une certaine sélectivité en fonction de la taille et de la forme des molécules. L'analyse chromatographique est basée sur les temps de séjour différents à l'état adsorbé des molécules d'un mélange gazeux ou liquide au cours de sa progression le long d'un adsorbant. La physisorption est enfin la seule méthode dont on dispose pratiquement pour mesurer l'aire des solides poreux ou pulvérulents (catalyseurs, pigments...).

La chimisorption est responsable de la présence constante de couches adsorbées (oxygène, eau, dioxyde de carbone...) à la surface des solides. Il en résulte de grandes difficultés expérimentales pour la préparation et l'étude des surfaces propres : sous une pression de 1 milliardième d'atmosphère, il peut suffire de quelques secondes pour que la surface soit contaminée par une couche chimisorbée ; cela explique la nécessité de pressions des milliers de fois plus faibles (ultravide). Mais l'intérêt essentiel de la chimisorption est de permettre de mieux comprendre le rôle des intermédiaires réactionnels responsables de l'activité et de la spécificité des catalyseurs solides qui jouent un rôle considérable dans l'industrie chimique.

Dans les liquides, l'adsorption joue un rôle déterminant dans la stabilité des états de dispersion d'autres phases (mousses, émulsions, colloïdes). Ces propriétés sont mises à profit dans l'industrie des détergents.

L'adsorption joue un rôle important dans les phénomènes d'adhésion entre surfaces de solides. Elle intervient inévitablement dans le mécanisme de la croissance des cristaux, par migration de molécules à l'état adsorbé. Enfin, l'étude des domaines d'existence et de la structure des phases bidimensionnelles a approfondi nos connaissances sur les états de la matière.

## **Extraction liquide liquide**

### **Définition**

L'extraction liquide- liquide parfois appelée extraction par solvant est une opération de séparation qui fait intervenir un transfert de matière d'un soluté entre deux phases liquides non ou partiellement miscibles entre elles, puis à séparer par décantation les deux liquides obtenus. Ce cours sera limité au cas des systèmes ternaires. On traite le cas des solvants partiellement miscibles et le cas où les solvants sont non miscibles

### **Principe**

Soient **B** et **S** les deux solvants et **A** le soluté qui se distribue entre ces deux phases. Avec **B** le diluant (solvant de base) et **S** le solvant (solvant d'extraction).

Ces phases sont misent en contact pour favoriser le transfert du soluté. La densité des deux phases son différentes donc séparées par décantation. Ces étapes sont réalisées dans un bac mélangeur-

décanteur représenté sur la figure 3.

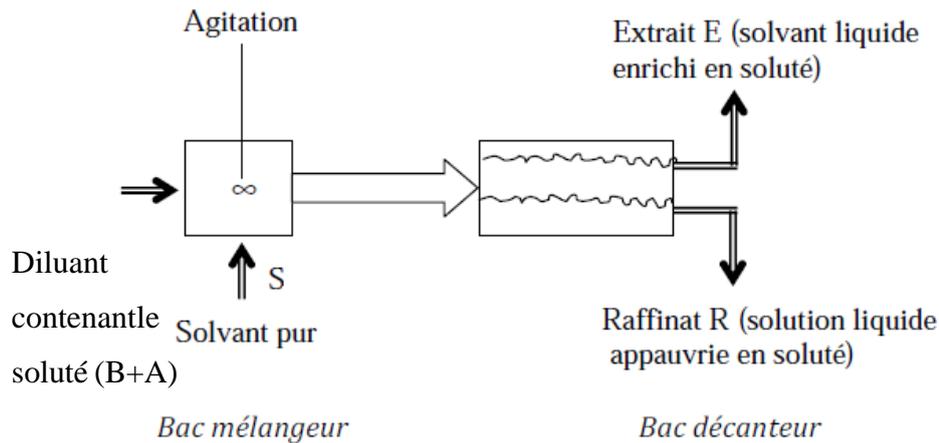


Figure 3 : Schéma d'un bac mélangeur décanteur

La concentration finale du soluté dans chaque phase dépend de sa solubilité dans les liquides mis en jeu (B et S). Le solvant s'enrichi en soluté et est alors appelé **Extrait (E)**, qui est une solution composée essentiellement de S+A extrait avec des traces de B. La solution de départ s'appauvrit en soluté, elle est alors appelée **Raffinat (R)**, qui est une solution composée essentiellement de B+ reste de A avec des traces de S.

Si la densité de S est inférieure à celle de B alors E constitue la phase légère et R la phase lourde

**Remarque :** Pour une bonne séparation, il faut non seulement que le soluté présente une plus grande affinité pour le solvant d'extraction S que pour le diluant B mais aussi que B et S soient de masses volumiques différentes et qu'ils soient non ou partiellement miscibles. Quand l'équilibre est établi, l'étage est défini comme étant idéal ou étage théorique et l'équilibre peut être exprimé en termes de facteur d'extraction :

$$E = \frac{\text{quantité de soluté dans l'extrait}}{\text{quantité de soluté dans le raffinat}}$$

### I.2.3.3.Applications

L'extraction liquide liquide a pour but de concentrer, de séparer et de purifier. Parmi les nombreuses applications, on cite : tableau(1)

Tableau 1 application de l'extraction liquide-liquide

Solute	Carrier	Solvents
Acetic Acid	Water	Ethyl acetate, Isopropyl acetate
Aromatics	Paraffins	Diethylene glycol, Furfural, Sulpholane, NMP, DMSO
Caprolactam	Aqueous Ammonium Sulphate	Benzene, Toluene, Chloroform
Benzoic Acid	Water	Benzene
Formaldehyde	Water	Isopropyl ether
Phenol	Water	Benzene
Penicillin	Broth	Butyl acetate
Vanilla	Oxidized liquors	Toluene
Vitamins A, D	Fish liver oils	Liquid propane
Vitamin E	Vegetable oils	Liquid propane
Copper	Acidic leach liquors	Chelating agents in kerosene
Uranium	Acidic leach liquors	Tertiary amines in kerosene

## Extraction liquide solide

### I.2.4.1. Définition

Extraction liquide - solide L'extraction en phase solide (Solid Phase Extraction, SPE) est une autre approche qui offre un certain nombre d'avantages importants. Elle réduit l'utilisation de solvants et l'exposition, diminue les coûts et le temps d'extraction, elle peut être plus sélective par le large choix des phases solides (résines), d'extractant et de solvants, comme elle permet la régénération de la phase solide par un simple lavage adéquat.

### I.2.4.4.2. principe de l'extraction liquide – solide

Est similaire à celle de l'extraction liquide - liquide, sauf, au lieu de deux phases liquides non miscibles, il y a une phase liquide (dan laquelle se trouve l'échantillon) et l'autre solide (adsorbant et/ou support pour extractants). L'approche de base consiste à mettre un échantillon liquide en contact intime avec un composé solide par lequel le composé est retenu sélectivement. L'échantillon retenu par le sorbant est ensuite récupéré par un lavage approprié .

### I .2.4.3. Mécanismes de l'extraction Liquide-Solide

La récupération d'ions métalliques dans une extraction liquide-solide peut se faire par l'un ou une combinaison des mécanismes suivants:

- Adsorption,

- Partage,
- Echange d'ion,
- Complexation.

#### I.2.4.4.Applications

La principale application des extractions est dans la purification des échantillons pour l'analyse quantitative où l'analyte doit être exempt de toutes impuretés interférentes dans l'analyse, dans la pré-concentration des analytes dans une matrice, pour qu'ils deviennent détectables ou quantifiables. Des exemples spécifiques incluent la détermination de pesticides et herbicides dans des sols, détermination des hydrocarbures polycycliques aromatiques dans l'eau potable, polluants gazeux industriels et urbains et les drogues dans les fluides biologiques.

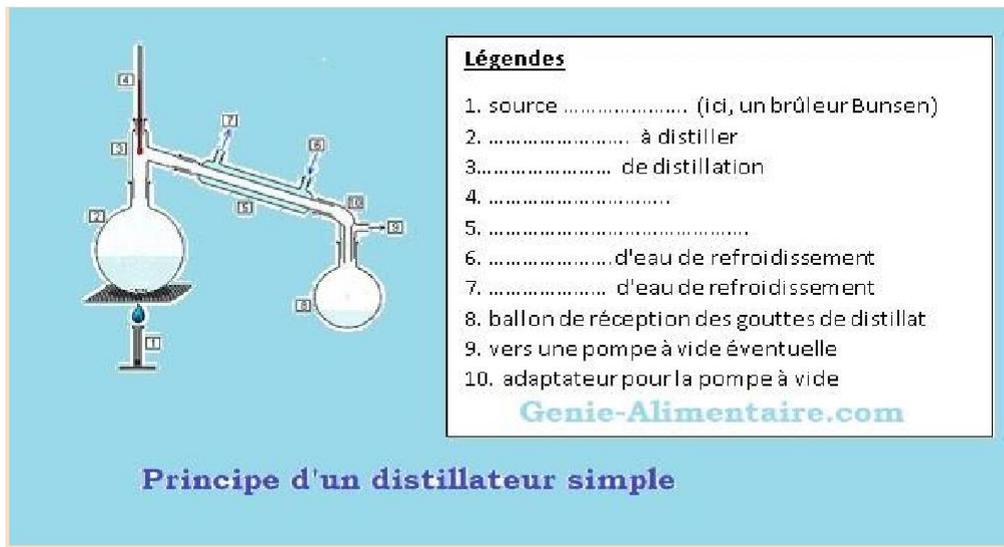
### DISTILLATION

#### Définition

La distillation est un **procédé de séparation** de substances, mélangées sous forme liquide. Elle consiste à porter le mélange à **ébullition** et à recueillir une fraction **légère appelée distillat**, et une fraction **lourde appelée résidu**.

#### Principe

le procédé de **séparation est basé sur la différence de volatilité** (capacité à s'évaporer dépendant de la température) entre les constituants afin de les séparer : le **plus volatil** a une température d'ébullition plus basse que le **moins volatil**, etc. Ainsi, en chauffant le liquide, chaque constituant va être séparé successivement (on parle de coupe de distillation). La vapeur ainsi produite peut être **condensée (distillat)**, et la substance restante est appelée **résidu**. Attention cependant, le distillat n'est pas toujours un produit pur. Il peut être un mélange défini de deux constituants (même non miscibles) : on parle d'**azéotrope**, ou de mélange azéotropique.



## Types de distillation

### Distillation discontinue

Une distillation discontinue est une distillation où le mélange à séparer est chargé une fois dans l'installation et d'où les composants sont distillés les uns après les autres. Ceci implique un changement permanent de la composition du mélange initial et des profils de température.

### Distillation continue

Une distillation continue est une distillation où l'installation de distillation est continuellement alimentée avec le mélange à séparer. Ce type d'installation permet de travailler sans modification des profils de composition ainsi que de température.

### Distillation sous vide

Certains produits sont trop peu volatils à pression ambiante ou se décomposent avant de s'évaporer du fait de leur haut point d'ébullition. Dans ce cas, la pression de l'installation est réduite à l'aide d'une pompe à vide afin de réduire le point d'ébullition.

### Distillation industrielle

La distillation industrielle est un procédé de raffinage qui consiste à traiter le pétrole brut préalablement chauffé à 370 °C afin d'en séparer les différentes fractions. Après vaporisation, il est envoyé dans une tour de distillation atmosphérique. Chaque niveau de température correspond à une étape du fractionnement et donne un produit spécifique : les produits légers sont recueillis dans la partie supérieure de la tour (butane et propane, essence légère ou naphtha), les produits moyens (essence lourde, kérosène et gazole) sont récupérés en soutirage latéral, et le résidu atmosphérique est recueilli au fond de la tour. Cette séparation n'est pas suffisante pour donner toutes les qualités

requis à chacun des produits obtenus. Interviennent alors le craquage et le reformage pour les carburants<sup>25</sup>.

En procédé industriel et dans le cas d'une distillation discontinue, les premières vapeurs qui passent en tête de colonne sont appelées « têtes de distillation », ensuite vient le cœur (souvent le cœur est la substance qui est recherchée dans le mélange introduit dans le distillateur), puis en fin de distillation apparaissent « les queues de distillation ».

Il existe aussi des techniques de distillation sous vide qui visent à abaisser les températures d'ébullition des différents constituants du mélange à distiller, et donc permettent ainsi d'éviter (ou de réduire) les risques de dégradation thermique. De même, des distillations peuvent être effectuées sous pression afin de permettre la séparation de composés très volatils (comme les gaz).

Lorsque les températures d'ébullition sont très voisines, on peut avoir intérêt à utiliser un processus de distillation fractionnée, qui consiste en plusieurs étapes de raffinements successifs. Il est également possible d'introduire une partie du distillat en tête de colonne (dans le cas d'une distillation continue) afin d'améliorer la pureté de la phase vapeur.

### **Domaines d'application**

- Obtenir des solutions alcooliques (éthanol) à partir de produits qui ont subi la fermentation alcoolique comme :
  - alcool blanc ou industriel (éthanol absolue) obtenu à partir de mélasse ou autre produit fermenté servant à faire des boissons alcoolisées (pastis...)
  - eaux de vie : obtenues à partir de fruits fermentés : poire, prune..
  - eaux de vies obtenues à partir de vins :cognac, armagnac : obtenu à partir de vins distillés
  - autres spiritueux obtenus à partir d'autres matières premières agricoles fermentées (Rhum = canne à sucre, mélasse ; whisky= blé, maïs, orge et malt ; vodka= céréale, pommes de terre, et autre saké à partir de riz...)
- Extraire des parfums, et autres arômes.....

# **CHAPITRE II**

## **ABSORPTION ET STRIPPAGE**



## CHAPITRE 2 ABSORPTION ET STRIPPAGE

### Introduction

Dans l'industrie chimique un procédé de fabrication peut être décomposé en une succession d'opérations qui constituent ses étapes clés. On distingue généralement le (ou les) réacteurs qui sont constitués par des enceintes dans lesquelles se déroulent les réactions chimiques, et les opérations de séparations qui sont destinées à séparer et purifier les constituants d'un mélange.

La séparation des constituants d'un mélange gazeux peut être réalisée par différentes méthodes telles que l'absorption, l'adsorption, la condensation précédée d'une compression ou encore la perméation sur membrane.

L'absorption est l'une des méthodes les plus fréquemment utilisées, de plus dans un certain nombre de cas le processus d'absorption est accompagné d'une réaction chimique en phase liquide.

Le principe fondamentale de toute opération unitaire est la mise en contact de phase en présence pour assurer le développement de la réaction, le mécanisme, le transport matière de chaleur et de quantités de mouvement qui ont lieu durant la chaîne de transformation ainsi que la séparation de constituants de mélange résultant, la démarche générale, adoptée pour toute les opérations unitaires consiste en :

- La recherche des données d'équilibre
- L'établissement de bilans de matière et d'énergie
- Le dimensionnement de l'installation.

### Absorption

#### • Définition

**Absorption de gaz** : Il s'agit d'une opération de transfert de masse dans laquelle un ou plusieurs solutés de gaz sont éliminés par dissolution dans un liquide. Le gaz inerte dans le mélange gazeux est appelé "gaz porteur" ou inerte. Un contact intime entre le gaz dissous et le liquide absorbant est obtenu dans un équipement d'absorption approprié, à savoir une tour à plateaux, une colonne à garnissage, une tour de pulvérisation, un épurateur à ventouses, etc. L'opération de désorption ou d'extraction est inverse. **Exemple** : Dans le processus d'absorption de l'ammoniac à partir du mélange air-ammoniac par l'eau, l'air est le gaz vecteur, l'ammoniac est «soluté» et l'eau est absorbante.

Deux types d'opérations d'absorption existent ; **Physique** et **chimique**.

L'absorption se base sur la solubilité des constituants à transférer, d'une part sa solubilité dans le mélange gazeux initial, d'autre part dans le liquide où il va être transféré.

### Equilibre des gaz dans les liquides

Pour la détermination de la force motrice dans toute opération de transfert de masse, la solubilité d'une espèce dans un solvant, c'est-à-dire la distribution d'équilibre entre les phases est importante. Avec l'augmentation de la température, la solubilité d'un gaz dans un liquide diminue. Par conséquent, l'absorption est effectuée à une température plus basse. Au contraire, la désorption se fait à plus haute température.

- **Formulation théorique de l'équilibre liquide-gaz**

Pour une faible concentration de soluté, la loi de Henry est employée pour exprimer l'équilibre entre les phases.

$$P_B = H_B x_B$$

$P_B$  est la pression partielle du soluté B dans la phase gazeuse

$x_B$  est la fraction molaire dans la phase liquide

$H_B$  est la constante de Henry du soluté B

$$y_B = \frac{P_B}{P_{\text{total}}}$$

la fraction molaire du soluté B dans la phase gazeuse peut être décrite par équation:

On obtient l'équation suivante :

$$y_B = \frac{H_B}{P_{\text{total}}} x_B$$

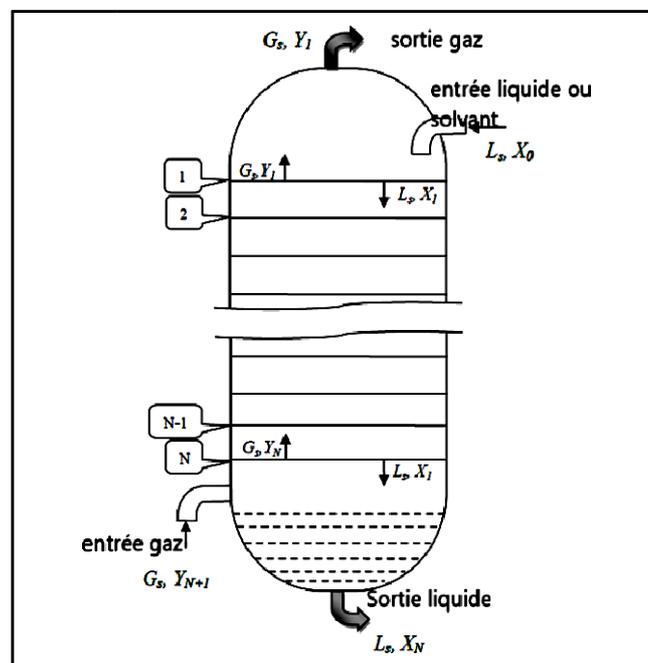
Equation de la courbe de distribution ou d'équilibre est une droite de la pente  $H_B/P_T$  est égale au coefficient de distribution ou d'équilibre  $K$  du soluté A à l'interface gaz-liquide. La solubilité du gaz augmente quand la  $P_B$  augmente est donc à la pression  $P_T$  la plus haute possible alors que la solubilité du soluté B dans le solvant liquide est plus grande que température est plus faible. Ces résultats physico-chimiques de l'équilibre gaz-liquide sont exploités et utilisés comme mode opératoire dans les contacteurs industriels gaz-liquide appelés absorbeurs et inversement dans les strippers (désorbeurs).

## Conception d'une tour d'absorption de flux à contre-courant à un étage (tour à garnissage)

Deux équipements d'absorption de gaz communs sont la tour à garnissage et la tour à plateaux. D'autres équipements d'absorption sont, à savoir, la colonne de pulvérisation, le contacteur agité, l'épurateur à risque, etc. Les phases gazeuses et liquides entrent en contact en plusieurs étapes discrètes. Ainsi, un contact par étapes a lieu dans une colonne à plateau. Mais dans une tour à garnissage, le gaz s'écoulant vers le haut reste en contact avec le liquide s'écoulant dans toute la garniture, à chaque point de la tour. Par conséquent, la tour à garnissage est appelée "équipement de contact différentiel continu". Elle est différente de la colonne de distillation. Dans la colonne de distillation par étages, l'équilibre dans chaque étage ne varie pas de manière continue, tandis que dans la colonne à garnissage, l'équilibre est modifié par point dans chaque position axiale.

### Absorption multi-étages à contre-courant (Absorbeur à plateaux)

Dans la tour d'absorption à plateaux, le contact multi-étagé entre le gaz et le liquide a lieu. Dans chaque plateau, le liquide est amené en contact intime du gaz et l'équilibre est atteint, faisant ainsi une étape idéale. Dans un stade idéal, L'étape la plus importante dans la conception de l'absorbeur de plateaux est la détermination du nombre de plateaux. Le schéma de la tour de plateau est présenté à la **figure II.1**. Le liquide entre par le haut de la colonne tandis que le gaz est ajouté par le bas. L'efficacité des étapes peut être calculée comme suit:



**Figure II.1** : Schéma d'une tour d'absorption

Les paramètres suivants doivent être connus pour la détermination du «nombre d'étages» : (1) débit d'alimentation en gaz, (2) concentration de gaz à l'entrée et à la sortie de la tour, (3) taux de liquide

minimum et (4) données d'équilibre pour la construction de la courbe d'équilibre.

### **Sélection du solvant**

Pour l'absorption et l'extraction, si l'objectif de l'absorption est la séparation d'un composant particulier d'un mélange, le choix de l'absorbant joue un grand rôle et lorsque l'opération d'absorption est utilisée pour préparer une solution, le solvant est sélectionné selon le choix du produit final.

### **Critères pour la sélection d'un solvant sont les suivants**

**A. Solubilité du gaz:** Une solubilité élevée d'un gaz dans le solvant est préférée, en utilisant une faible quantité de solvant. L'absorbant ne doit pas dissoudre le gaz porteur. La nature chimique similaire du soluté et de l'absorbant (solvant) donne une bonne solubilité.

Si la réaction chimique a lieu entre le soluté et le solvant, le taux d'absorption est extrêmement élevé. Mais la réaction devrait être réversible pour récupérer le solvant pendant la désorption.

**B. Volatilité:** faible volatilité ou faible pression de vapeur du solvant améliore l'opération d'absorption (perte de solvant avec le gaz vecteur est très faible). Parfois, un deuxième solvant moins volatil est utilisé pour récupérer le premier solvant.

**C. Viscosité:** Pour une meilleure absorption, un solvant de faible viscosité est nécessaire.

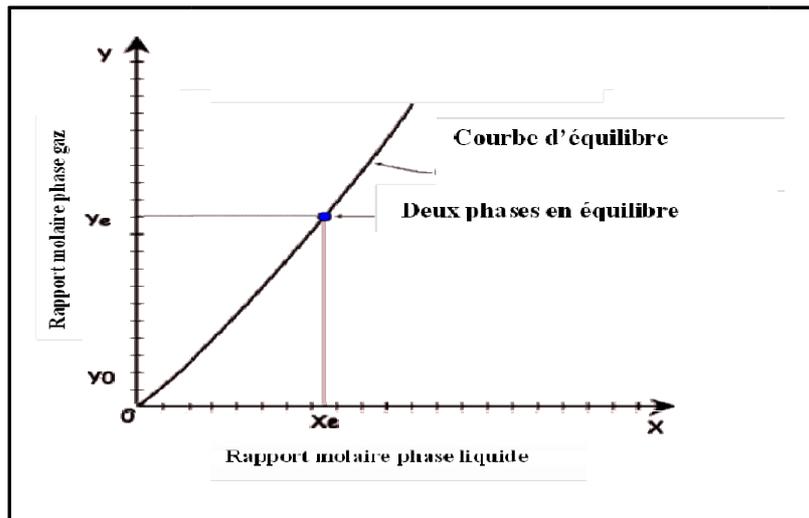
**D. Corrosivité:** Le solvant non corrosif ou moins corrosif réduit les coûts de construction l'équipement ainsi que les coûts d'entretien.

**E. Coût:** Le solvant devrait être bon marché de sorte que les pertes seront insignifiantes et devrait être facilement disponible.

**F. Toxicité et danger:** Le solvant doit être non toxique, ininflammable, non dangereux et doit être chimiquement stable.

### **II.5 Représentation graphiquement des équilibres**

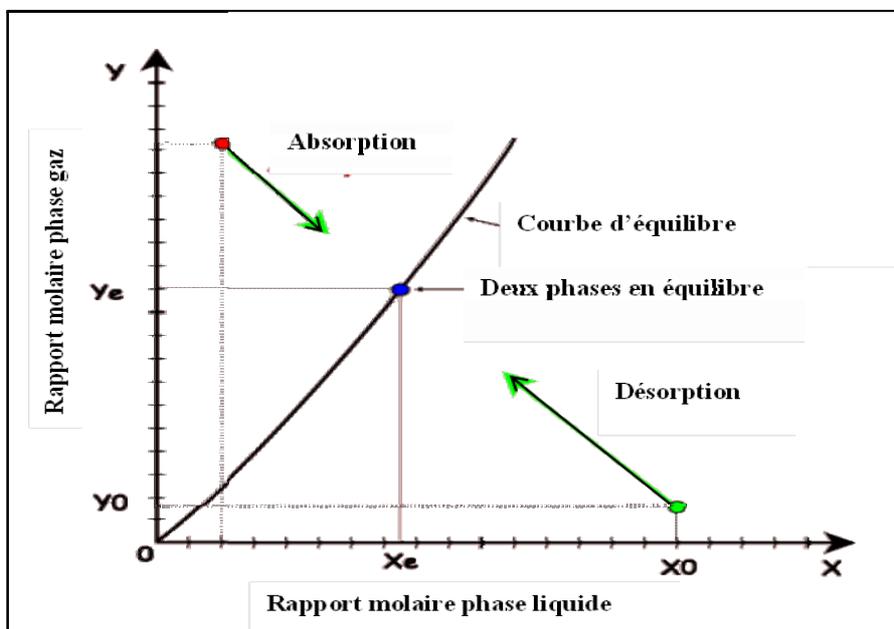
Soient : **Y** rapport molaire en soluté phase gaz, **X** rapport molaire en soluté phase liquide. Le tracé de **Y** en fonction de **X** donne la courbe d'équilibre ou de partage, **figure II.2.**



**Figure II.2 :** Courbe de partage ou d'équilibre en rapport molaire (Solvant et inerte insolubles)

**A. Absorption ou Désorption**

- Si la phase gaz est plus riche en soluté que la phase liquide par rapport à l'équilibre, il y a absorption du soluté par le liquide (**X** augmente, **Y** diminue).
- Si la phase liquide est plus riche en soluté que la phase gaz par rapport à l'équilibre, il y a désorption du soluté vers la phase gaz.



**Figure II.3:** Absorption et désorption

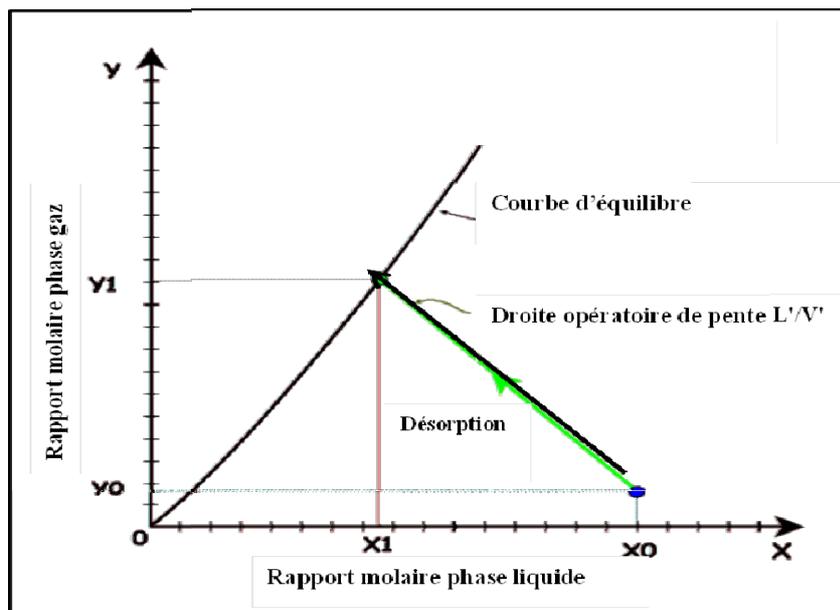
## **B. Désorption à co-courant ou en discontinu**

Le point bleu représente les phases liquides et gaz à l'entrée de l'appareil.

Elles ne sont pas en équilibre. Le long de leur parcours dans l'appareil, chaque phase se rapproche de l'équilibre:

- la phase liquide cède du soluté et son rapport molaire évolue de  $X_0$  vers  $X_1$  ;
- la phase gaz capte ce soluté et son rapport molaire évolue de  $Y_0$  vers  $Y_1$  ;
- le point représentatif des phases au cours de leur évolution dans l'appareil est situé sur la droite verte, nommée droite opératoire, et de pente  $(-L'/V')$  en absorption ou désorption à co-courant.

Le schéma ci-contre (**figure II.4**) représente une désorption à co-courant idéale, où les deux phases en sortie, de rapports molaires  $X_1$  et  $Y_1$ , sont en équilibre.



**Figure II.4 :** Une désorption à co-courant idéale

## Équations de bilan matière pour une absorption

Soit le schéma (figure II.5) de principe suivant :

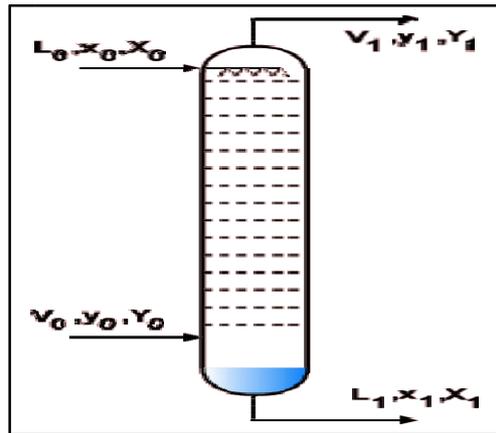


Figure II.5 : Schéma d'une colonne d'absorption

### Notations phase liquide:

- $L$  : Débit de la phase liquide, indice  $0$  à l'entrée,  $1$  à la sortie ;
- $x$  : Titre massique en soluté dans la phase liquide ;
- $X$  : Rapport massique en soluté dans la phase liquide, avec  $X = x/(1-x)$  ;
- $L'$  : Débit du liquide exempt de soluté, c.-à-d.  $L' = L(1-x)$ . Ce débit est constant tout le long de la colonne lorsque le gaz inerte est insoluble dans le liquide.

### Notations phase gaz:

- $V$  débit de la phase gaz à l'entrée, indice  $0$  à l'entrée,  $1$  à la sortie
- $y$  titre massique ou molaire en soluté dans la phase gaz
- $Y$  rapport massique ou molaire en soluté dans la phase gaz, avec  $Y = y/(1-y)$
- $V'$  débit de gaz inerte hors soluté, c.-à-d.  $V' = V(1-y)$ . Ce débit est constant tout le long de la colonne lorsque le gaz inerte est insoluble dans le liquide.

### Bilans matières global, en soluté, en solvant et en inerte ; Eqs (1-4) :

$$L_0 + V_0 = L_1 + V_1 \quad (1)$$

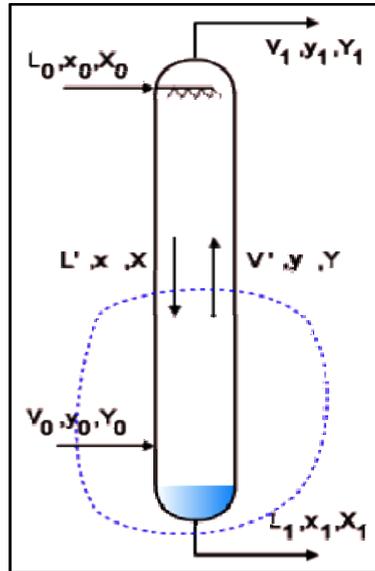
$$L_0 x_0 + V_0 y_0 = L_1 x_1 + V_1 y_1 \quad (2)$$

$$L' = L_0(1 - x_0) = L_1(1 - x_1) \quad (3)$$

$$V' = V_0(1 - y_0) = V_1(1 - y_1) \quad (4)$$

## Droite opératoire et construction de MacCabe et Thiele à contre-courant

Bilan sur la zone limitée :



- Débit de solvant pur:  $L' = L (1-x) = L_0 (1-x_0) = L_1 (1-x_1)$
- Débit d'inerte pur:  $V' = V (1-y) = V_0 (1-y_0) = V_1 (1-y_1)$
- Bilans sur l'enveloppe bleue:  $L x - L_1 x_1 = V y - V_0 y_0$

En remplaçant  $L_1$  par  $L'/(1-x_1)$ ,  $L$  par  $L'/(1-x)$ ,  $V_0$  par  $V'/(1-y_0)$  et  $V$  par  $V'/(1-y)$  on obtient ;Eq (5) :

$$L' x / (1-x) - L' x_1 / (1-x_1) = V' y / (1-y) - V' y_0 / (1-y_0) \quad (5)$$

Soit encore ;Eq. (6)  $L' (X - X_1) = V' (Y - Y_0)$  (6)

qui s'écrit enfin ;Eq. (7) :

$$(Y - Y_0) = (L'/V') (X - X_1) \quad (7)$$

avec  $(L'/V')$  appelé le rapport des inertes.

La dernière équation ; Eq. (7) ; est l'équation de la droite opératoire, qui passe par les points  $(X_1, Y_0)$  et  $(X_0, Y_1)$ , coordonnées des deux extrémités de la colonne. Le tracé de cette droite opératoire sur la courbe d'équilibre permet de déterminer le Nombre d'Etage Théorique NET de la colonne.

### Remarques:

- Cette construction peut être tracée sur la courbe d'équilibre en rapport massique ou en rapport molaire, le rapport  $L'/V'$  devant être dans les mêmes unités.

- Cette construction peut également être tracée sur la courbe d'équilibre en titre massique ou en titre molaire avec une approximation tout à fait satisfaisante si les titres sont inférieurs à quelques pourcent (1 à 5% par exemple)

### Représentation graphique

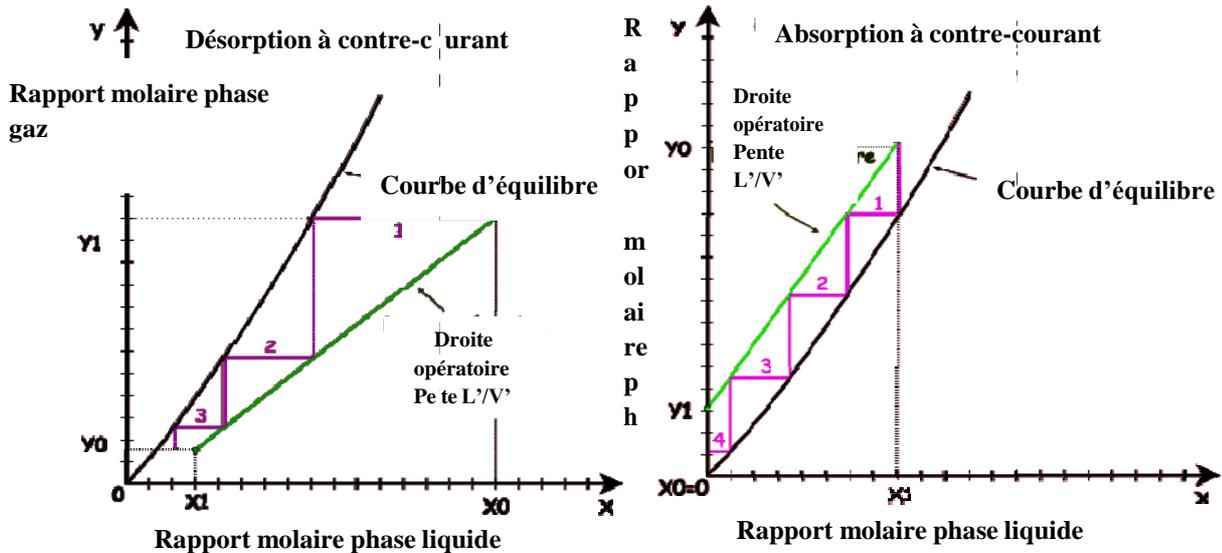


Figure II.6 : Courbe d'équilibre et droite opératoire pour l'absorption et la désorption

### Calcul du point de fonctionnement de la colonne

La figure II.7 met en évidence que :

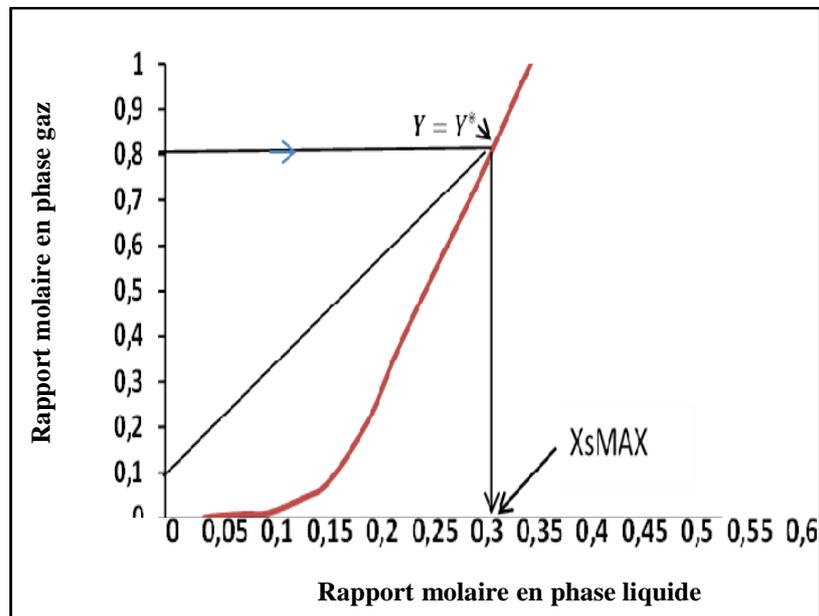
Chaque rapport molaire en phase liquide  $X$  correspond à deux rapports molaires en phase vapeur  $Y$  dont :

$Y^*$  qui sera en équilibre avec la phase liquide de composition  $X$  (les courants  $L$  et  $V$  quittent le même plateau) ;

$Y$  qui vérifie l'équation de la droite opératoire (les courants  $L$  et  $V$  se croisent).

Lorsque  $Y = Y^*$ , on dit que le transfert du soluté cesse, la pente de la droite opératoire est alors minimale et coupe la droite d'équilibre.

La projection du point d'intersection sur l'axe des abscisses donne le rapport molaire maximal du soluté dans la phase liquide ( $X_{s, \max}$ ) :



**Figure II.7** : Détermination du rapport molaire maximal en phase liquide

## **CHAPITRE 3**

### **EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE**

## CHAPITRE3 EXTRACTION LIQUIDE -LIQUIDE

### I n t r o d u c t i o n

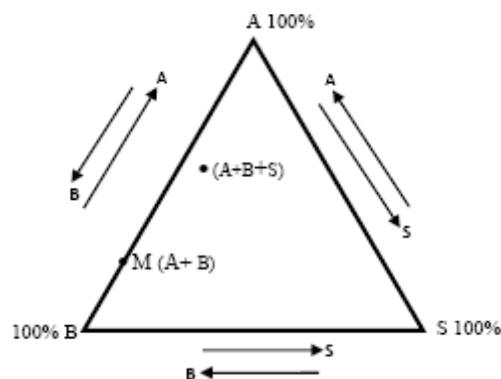
L'extraction liquide- liquide parfois appelée extraction par solvant est une opération de séparation qui fait intervenir un transfert de matière d'un soluté entre deux phases liquides non ou partiellement miscibles entre elles, puis à séparer par décantation les deux liquides obtenus. Ce cours sera limité au cas des systèmes ternaires. On traite le cas des solvants partiellement miscibles et le cas où les solvants sont non miscibles.

#### Diagramme ternaire

La présence de trois constituants dans le mélange liquide, le soluté A et les deux solvants B et S, nous conduit à adopter une représentation graphique au moyen des triangles équilatéraux. Le diagramme triangulaire est le mode de représentation le plus courant des systèmes ternaires (**Figure 1**).

L'utilisation d'un diagramme ternaire découle des règles générales suivantes:

- Chaque sommet du triangle représente un constituant pur (100% de A, 100% de B ou 100% de S).
- Sur chaque coté du triangle on peut indiquer la composition des mélanges binaires A-B, A-S et B-S (entre 0 % et 100 %). par exemple, on lira la teneur en B dans le sens A (0 %) vers B (100 %). La teneur en A se lira dans le sens contraire. Sur la figure 2, le point **M** est représentatif d'un mélange binaire de A et B (avec  $\%A + \%B = 100\%$ ).
- Chaque point à l'intérieur du triangle représente un mélange ternaire A+B+S, avec  $\%A + \%B + \%S = 100\%$ .



**Figure 1** : Diagramme triangulaire

### 1.3. Lecture de la composition d'un mélange ternaire

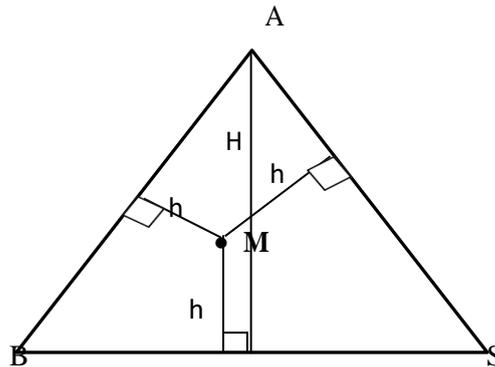
Les propriétés du triangle équilatéral permettent d'effectuer la lecture des concentrations de différentes manières.

#### 1<sup>ère</sup> méthode :

**Par définition** : La somme des hauteurs perpendiculaires issues d'un point M vers les trois cotés du triangle est égale à la hauteur du triangle ;  $H=h_1+h_2+h_3$

Soit un triangle équilatéral dont la hauteur est supposée unitaire H ( $H=1$ ), à partir du point M on trace des segments perpendiculaires aux trois cotés du triangle on trouve :

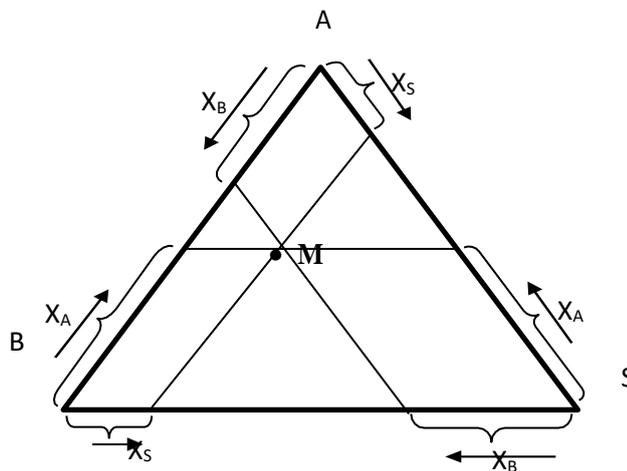
- La composition en A :  $x_A = h_1/H$  ;
- La composition en B :  $x_B = h_3/H$  ;
- La composition en S :  $x_S = h_2/H$ , avec  $x_A + x_B + x_S = 1$  ou 100%.



#### 2<sup>ème</sup> méthode :

- Cette méthode consiste à tracer des parallèles aux trois cotés du triangle passant par le point M.

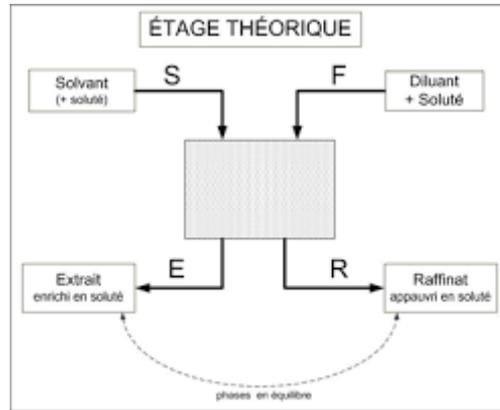
Avec :  $x_A + x_B + x_S = 1$  ou 100%.



## Détermination de la composition d'un mélange ternaire

- **Méthode analytique**

Considérant un mélange ternaire (A+B+S) de masse R qui est mélangé à une solution ternaire (A+B+S) de masse E de compositions distinctes.



**Solution 1** : masse Extait (E) de composition  $x_{AE}$ ,  $x_{BE}$  et  $x_{SE}$

**Solution 2** : masse Raffinat(R) de composition  $x_{AR}$ ,  $x_{BR}$  et  $x_{SR}$

Si on mélange E et R on obtient un mélange ternaire de masse M de composition intermédiaire entre E et R tel que :  $M = E+R$ .

Comment déterminer dans ce cas la composition du mélange M ?

- **Bilan massique global**

$$F+S = E+R = M$$

- **Bilan massique sur le soluté**

• **Bilan massique sur le solvant**  $X_{AF} \cdot F + X_{AS} \cdot S = E \cdot x_{AE} + R \cdot x_{AR} = M \cdot x_{AM}$

• **Bilan massique sur le diluant**  $X_{SF} \cdot F + X_{SS} \cdot S = E \cdot x_{SE} + R \cdot x_{SR} = M \cdot x_{SM}$

$$X_{BF} \cdot F + X_{BS} \cdot S = E \cdot x_{BE} + R \cdot x_{BR} = M \cdot x_{BM}$$

On résous ce système d'équations pour déterminer la composition du mélange M.

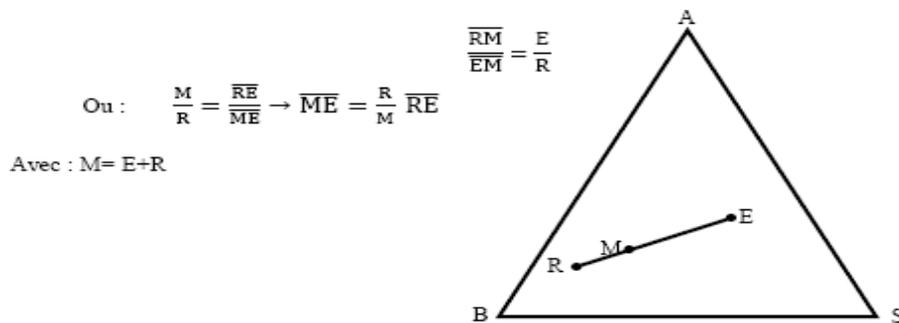
• **Méthode graphique (Règle du bras de Levier)**

Si on connaît la composition de E et de R, on peut les positionner à l'intérieur du triangle.

Le mélange de E et R donne une solution M qui se trouve sur le segment qui relie les points ternaires E et R.

Comment dans ce cas trouver la position du point M sur ce segment pour lire sa composition ?

La position du point M sur la droite ER est donnée par le rapport des longueurs :



**Systèmes ternaires**

Dans le cas d'un système ternaire où :

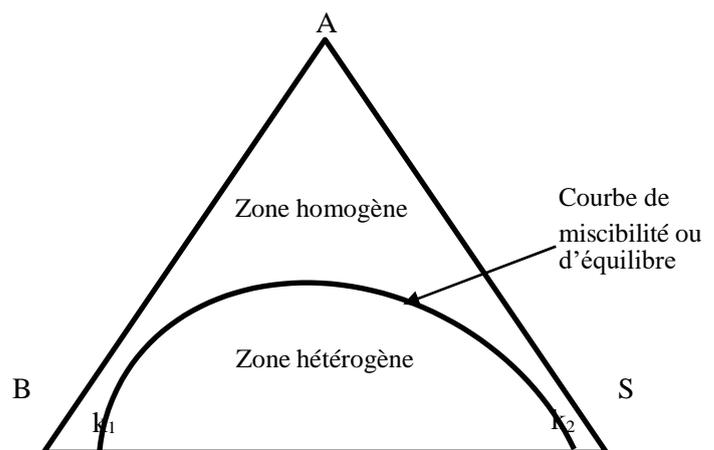
- A, B sont totalement miscibles ;
- A, S sont totalement miscibles ;
- B, S sont partiellement miscibles

Le diagramme d'équilibre de ce système est le suivant :

**Avec :**

**k<sub>1</sub>** : limite de solubilité de S dans B

**k<sub>2</sub>** : limite de solubilité de B dans S



La courbe de miscibilité partage le diagramme en deux régions, en dessous de la courbe il ya un système ternaire à deux phase (zone hétérogène), en dessus le système est homogène.

Soit un système dont la courbe de miscibilité est connue, lorsqu'on mélange (A-B-S), ces derniers vont d'une phase à l'autre en fonction de leurs affinités jusqu'à l'équilibre qui est caractérisé par une composition constante des deux phases (E et R). On parle alors de l'équilibre physico-chimique. E et R dans ce cas sont reliés par un segment de droite appelée « corde d'équilibre » ou « lignes de conjugaison ».

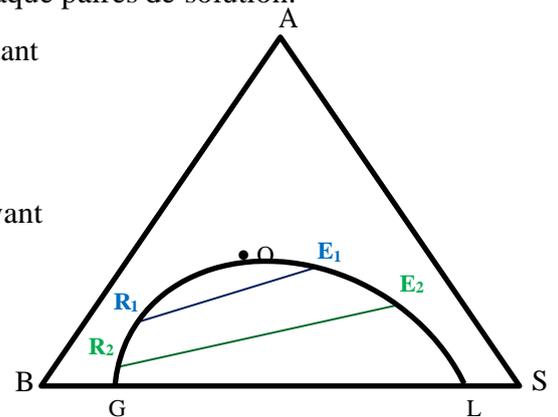
- Pour chaque R il ne peut lui correspondre qu'une seule solution E à l'équilibre et on peut avoir plusieurs cordes correspondant à chaque paires de solution.

- Le tronçon GO est relatif aux phases riches en diluant

(Lieu des compositions des raffinats).

- Le tronçon LO est relatif aux phases riches en solvant

(Lieu des compositions des extraits).

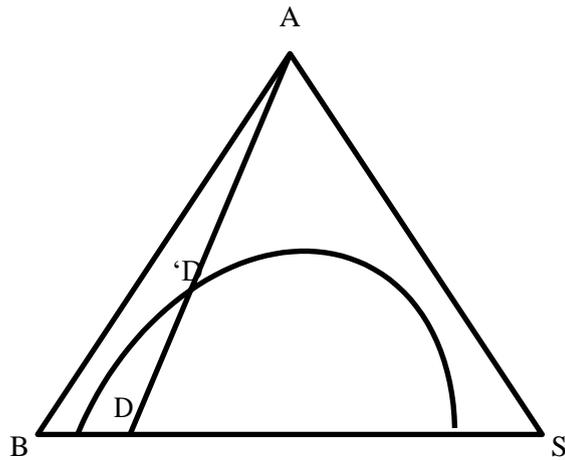


### Détermination expérimentale d'un diagramme ternaire

On prépare des binaires de solvant (S) et diluant (B) auxquels on rajoute du soluté (A) jusqu'à atteindre l'isotherme de solubilité, (passage de deux phases à une phase).

**Par exemple**, le point D est un binaire contenant 20% de S et 80% de B (solution hétérogène). Si à ce binaire on rajoute le constituant A pour obtenir un ternaire le point mélange dans ce cas va se situer sur la droite qui relie D à A.

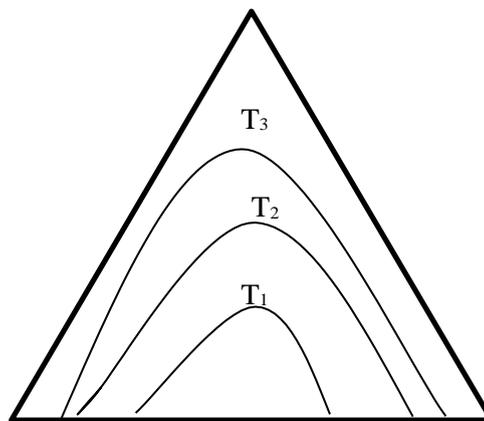
Lorsque on augmente la quantité de A, le point mélange se trouve de plus en plus proche de A. A cause de la solubilité totale de A dans B et S on obtient une solution homogène lorsque la composition de A est au dessus du point D' (limite de solubilité). On prépare de la même manière d'autres binaires afin de déterminer tout les points de la courbe de miscibilité.



### I.6 Effet de la température sur la courbe de miscibilité

La courbe de miscibilité change de position en fonction de la température car la solubilité croît avec l'augmentation de la température. C'est pour cette raison qu'il est toujours conseillé de travailler à faible température.

$$T_1 > T_2 > T_3$$



### Coefficient de partage

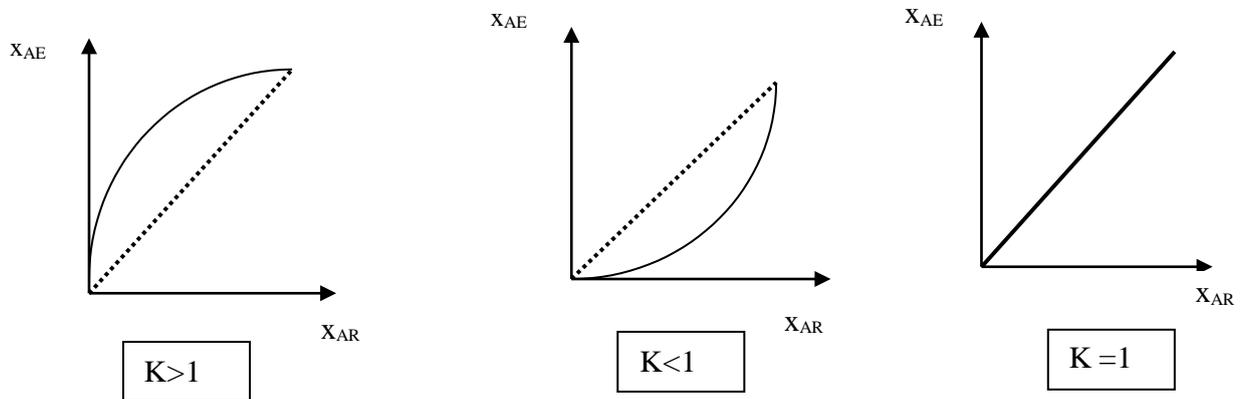
Le partage d'un soluté entre les deux phases liquides à l'équilibre est donné par le coefficient de partage  $K$ . cette grandeur se définit comme le rapport des fractions (massiques ou molaires) du soluté dans l'extrait ( $x_{AE}$ ) et le raffinat ( $x_{AR}$ ).

$$K = \frac{x_{AE}}{x_{AR}}$$

la courbe  $x_{AE} = f(x_{AR})$  est une courbe d'équilibre du soluté entre les deux phases.

Elle est dénommée diagramme de distribution(ou de partage) qui représente la variation de la teneur en soluté dans l'extrait  $x_{AE}$  en fonction de la teneur en soluté dans le raffinat et présente

l'une des formes suivantes :



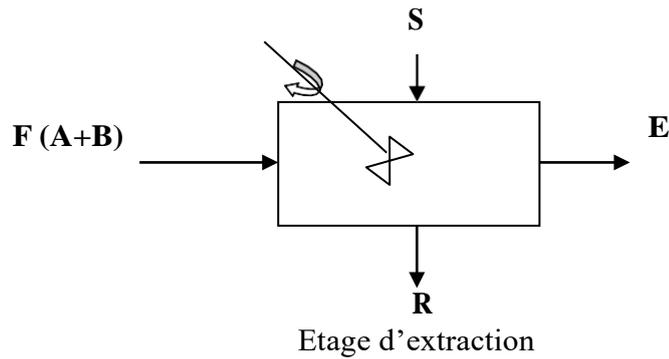
### Le choix de solvant

Le solvant d'extraction doit avoir les caractéristiques suivantes :

- Peut miscible avec le diluant ;
- De masse volumique différente de celle de diluant ;
- Chimiquement inerte et stable vis à vis des autres composants et des parois des installations;
- Non inflammable, non toxique et bon marché.

### I.9 Extraction par étage (cas des solvants partiellement miscibles)

On appelle étage un appareil où on introduit la charge F (A+B) et le solvant d'extraction S. A la sortie de l'étage on obtient un extrait E et un raffinat R.



L'extraction peut se faire en discontinu (Batch) ou en continu.

- Dans le procédé discontinu, on parle de masses ;
- Dans le procédé continu, on parle de débits.

Si on introduit une charge  $F$  de composition en soluté  $x_F$  et un solvant  $S$  de composition en soluté  $x_S$  (si  $S$  est pur  $x_S = 0\%$ ), les compositions de  $E$  et  $R$  dépendent de plusieurs facteurs ayant une influence sur le procédé de l'extraction tels que :

- Le temps de contact (temps de mélangeage).
- La surface de contact (d'échange).

### Etage théorique

On parle d'étage théorique lorsque les courants qui sortent de l'appareil sont en équilibre c'est à dire le temps de contact est suffisamment long et la surface de contact importante pour que l'équilibre soit atteint.

### Calcul des débits et des compositions de E et R

- Si on connaît  $F$ ,  $x_F$ ,  $S$ ,  $x_S$ , (avec  $x_F$  est la composition de la charge en soluté et  $x_S$  la composition du solvant en soluté).
- Si on connaît l'équilibre physico-chimique du système (courbe+cordes).

On mélange  $F$  et  $S$  il se forme un ternaire  $M$  qui va se trouver sur le segment  $FS$  et sa position est donnée par sa composition  $x_M$ .

#### ❖ Méthode analytique

- Bilan massique global

$$F + S = M$$

- **Bilan massique sur le soluté**

$$F \cdot x_F + S \cdot x_S = M \cdot x_M$$

$$x_M = \frac{F \cdot x_F + S \cdot x_S}{F + S}$$

Si S est pur alors  $x_S = 0$   $x_M = \frac{F \cdot x_F}{F + S}$

- ❖ **Méthode graphique (Règle du bras de Levier)**

$$\frac{F}{S} = \frac{MS}{MF} \quad \text{ou} \quad \frac{M}{S} = \frac{FS}{MF}$$

Au point M le mélange est hétérogène et à l'équilibre ce mélange se sépare en deux phases E et R donc le segment (ER) est une corde d'équilibre.

Si nous ne connaissons ni la position de E ni celle de R comment les déterminer dans ce cas ?

- ✓ Si par hasard M tombe sur une corde existante alors la réponse est immédiate car les extrémités de la corde donnent les positions de E et R donc on peut lire leur compositions et leurs débits se calculent soit analytiquement soit graphiquement.

- **Analytiquement**

$$E + R = M$$

$$E \cdot x_E + R \cdot x_R = M \cdot x_M$$

Nous avons deux équations et deux inconnus (E et R) et pour calculer leurs valeurs on résout ce système d'équations.

- **Graphiquement (la règle du bras de Levier)**

$$\frac{M}{E} = \frac{\overline{ER}}{\overline{MR}} \quad \longrightarrow \quad E = \frac{\overline{MR}}{\overline{ER}} \cdot M$$

et  $R = M - E$

- ✓ Si M tombe entre deux cordes voisines, on trace la corde passant par M parallèlement à la corde la plus proche et on trouve les compositions en soluté de l'extrait et de raffinat ( $x_E$  et  $x_R$ ), leur débits se calculent comme ci-dessus.

## Rendement de l'extraction

L'efficacité d'une extraction dépend de la constante de partage  $K$  et du fractionnement des extractions (nombre d'extractions réalisées pour un même volume total de solvant d'extraction). Le rendement d'extraction s'exprime comme étant le rapport entre la quantité de soluté extraite et la quantité du soluté initiale il s'écrit comme suit :

$$\rho = \frac{E \cdot x_{AE}}{F \cdot x_A}$$

## Débit maximum et minimum de solvant

- **Débit minimum de solvant**

Si on connaît la quantité de la charge à séparer  $F$  (l'alimentation), sa composition en soluté  $x_F$ , la quantité de solvant  $S$  et sa composition en soluté  $x_S$ .

Si on utilise une faible quantité en  $S$ , le point du mélange ternaire  $M$  se trouve très proche de  $F$  sur la droite  $FS$  et la limite est donnée par le point  $M_1$  (le point d'intersection de la droite  $(FS)$  avec la courbe de miscibilité) qui représente un mélange ternaire homogène pour lequel l'extraction est impossible.

Le mélange  $M_1$  correspond à la quantité minimale de solvant pouvant être utilisée.

### Analytiquement

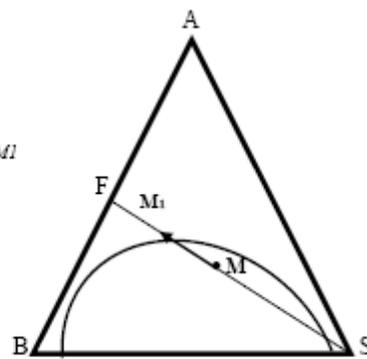
$$F + S_{min} = M_1$$

$$F \cdot x_F + S_{min} \cdot x_S = M_1 \cdot x_{M_1} = (F + S_{min}) \cdot x_{M_1}$$

$$S_{min} = F(x_F - x_{M_1}) / (x_{M_1} - x_S)$$

### Graphiquement

$$S_{min} = F \cdot \frac{M_1 F}{M_1 S}$$



- **Débit maximum de solvant**

Si la quantité de  $S$  est très importante on risque d'obtenir un mélange ternaire homogène et le point  $M$  se déplace vers  $S$  jusqu'à une limite maximale à ne pas dépasser (point ternaire  $M_2$ ). Ce cas correspond à la quantité de solvant maximum pouvant être utilisée.

### Analytiquement

$$F + S_{max} = M_2$$

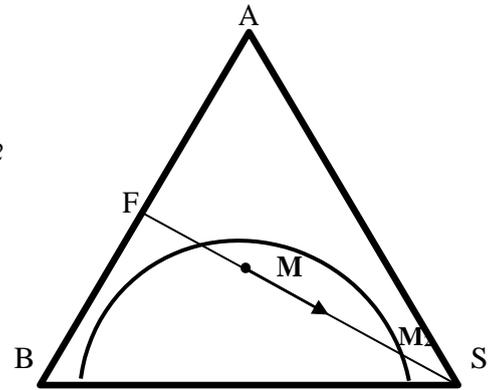
$$F \cdot x_F + S_{max} \cdot x_S = M_2 \cdot x_{M2} = (F + S_{max}) \cdot x_{M2}$$

$$S_{max} = F(x_F - x_{M2}) / (x_{M2} - x_S)$$

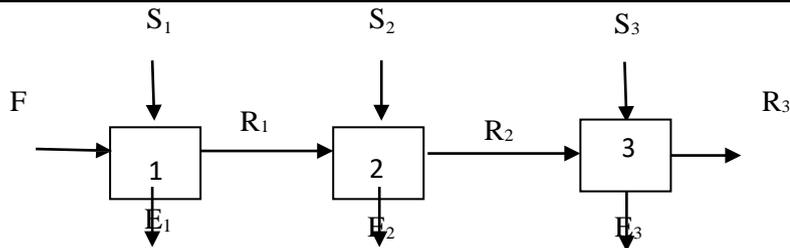
- Donc S doit être choisi entre  $S_{min}$  et  $S_{max}$

### Remarque :

F et S peuvent être des ternaires donc les points F et S seront à l'intérieur du triangle.

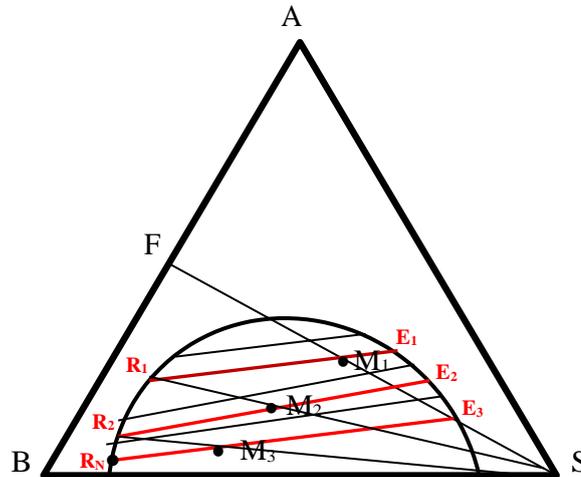


### Extraction dans une cascade d'extracteurs à courants- croisés



- On alimente les étages par un mode croisé des courants F et S.
- Si F,  $x_F$ , S,  $x_S$  sont connues et on veut obtenir un extrait et un raffinat de compositions fixées ( $x_{Rf}$  et  $x_{Ef}$ ).
- Le mode de fonctionnement croisé et sa représentation sur le diagramme ternaire est comme suit :
  - 1- Connaissant F et S on détermine  $M_1$  pour le premier étage à l'aide d'un bilan ou en utilisant la règle du bras de Levier.
  - 2-  $E_1$  et  $R_1$  passent obligatoirement par  $M_1$ . Ils sont obtenus en traçant une corde parallèle à la corde la plus proche passant par  $M_1$ .
  - 3- Pour le deuxième étage, on mélange  $R_1$  et S, donc on joint ces deux points sur le diagramme ternaire et on détermine la position du mélange  $M_2$  en calculant  $x_{M2}$ . On trace une corde passant par  $M_2$  parallèle à la corde la plus proche, on

- trouve les positions des mélanges  $E_2$  et  $R_2$ .
- 4- De la même façon que pour le  $i^{\text{ème}}$  étage, on détermine  $E_i$  et  $R_i$  jusqu'à atteindre la composition du raffinat fixée ou imposée ( $x_{RN}$ ).



Le nombre de cordes d'équilibre construites correspond au nombre d'étages théoriques, on déduit dans cet exemple que :  $R_N=R_3 \rightarrow N=3$ , donc le nombre d'étages théoriques nécessaire pour atteindre  $x_{RN}$  fixée est de 3 étages.

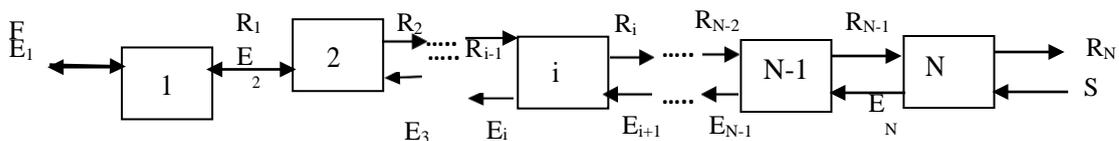
Avec :  $E_T = \sum_{i=1}^N E_i$  (la masse totale de l'extrait)

$E_T \cdot x_{AE} = \sum_{i=1}^N E_i \cdot x_{Ei}$  (Cette quantité représente la masse totale du soluté extraite)

**Remarque :** Il est montré que la séparation est maximale lorsque le solvant est réparti de façon uniforme entre les étages ( $S_1=S_2=\dots=S_i$ ).

**Extraction dans une cascade à contre-courant :** (Méthode de PONCHON et SAVARIT)

On suppose une cascade de  $N$  étages



- Le mode à contre courant consiste à introduire F au premier étage et le solvant S au dernier étage.

Pour cette cascade, il existe toujours un temps de démarrage qui consiste à commencer dans un premier temps à remplir tous les étages avec F puis on envoie S ou le contraire.

- Etablissant le bilan d'une telle cascade.
- Ce qui rentre = Ce qui sort

- **1<sup>er</sup> étage :**

$$F + E_2 = R_1 + E_1$$

$$F - E_1 = R_1 - E_2$$

- **Les deux premiers étages :**

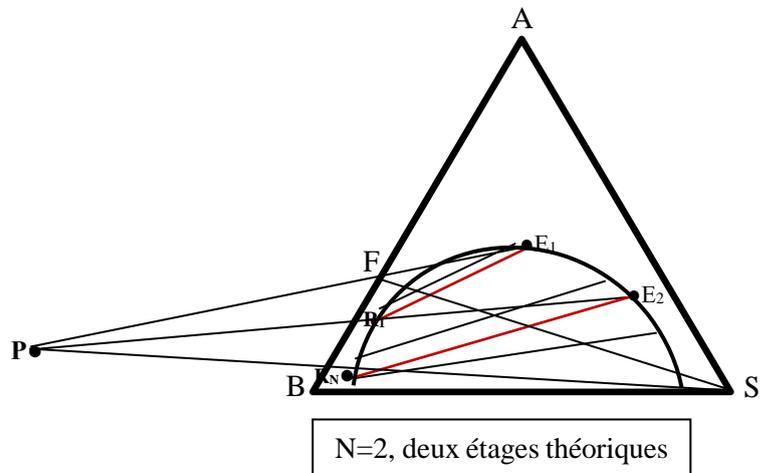
$$F + E_3 = R_2 + E_1$$

$$F - E_1 = R_2 - E_3$$

- **Les i premiers étages :**

$$F + E_{i+1} = R_i + E_1$$

$$F - E_1 = R_i - E_{i+1}$$



- **pour toute la cascade**

$$F + S = E_1 + R_N$$

$$F - E_1 = R_N - S$$

- dans tous les cas, nous avons un terme qui revient c'est  $(F - E_1)$

$$\text{si on pose : } F - E_1 = P \rightarrow F = P + E_1$$

Alors F, P et  $E_1$  sont alignés et F se trouve entre  $E_1$  et P.

- nous avons aussi :  $P = R_N - S \rightarrow R_N = P + S$

Les points  $R_N$ , P et S sont aussi alignés et  $R_N$  se trouve entre P et S.

- l'intersection des droites  $FE_1$  et  $SR_N$  donne le point du mélange P à l'extérieur du triangle (c'est le pôle opératoire).

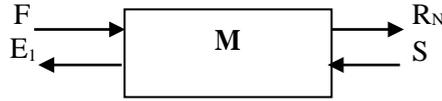
- **Remarque :** le mélange P n'a pas de signification physique sur le diagramme (solution hypothétique) mais constitue un pôle de construction pour évaluer le nombre des plateaux théoriques.

- Connaissant  $E_1$ , on détermine  $R_1$  en traçant la corde d'équilibre.

- Connaissant  $R_1$ , on trace la droite joignant  $R_1$  et P et on la prolonge jusqu'à le côté droit, ce qui détermine la position de  $E_2$  et ainsi de suite jusqu'à atteindre le point du mélange  $R_N$  fixé (composition fixée en soluté).

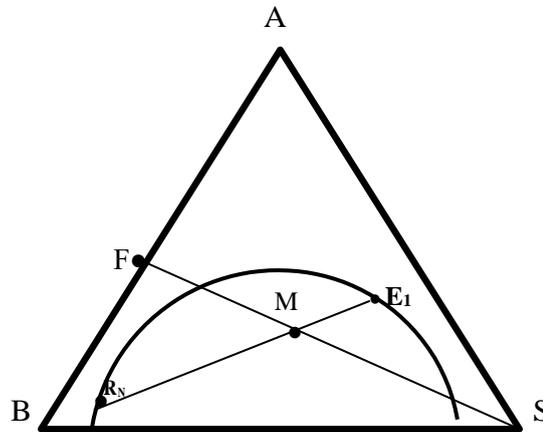
- **Débit de solvant**

Le bilan total de toute la cascade est :  $F+S = E_1+R_N = M$



- Globalement, on mélange F et S (ce qui n'est pas le cas) et le point M n'existe nulle part, on va donc réaliser une construction hypothétique.

Si  $x_{E1}$  et  $x_{R_N}$  sont connus, alors l'intersection de FS et  $E_1R_N$  donne le point M.



Le débit de solvant dans le cas d'extraction à contre courants se calcul comme suit :

- ✓ **Analytiquement** :

$$F+S = M \rightarrow F \cdot x_F + S \cdot x_S = M \cdot x_M$$

$$S = \frac{F(x_F - x_M)}{(x_M - x_S)}$$

- ✓ **Graphiquement** :

$$\frac{F}{S} = \frac{\overline{SM}}{\overline{FM}} \rightarrow S = F \cdot \frac{\overline{FM}}{\overline{SM}}$$

**Remarques:**

- 1- Si le débit de solvant utilisé S est très important ( $S_{max}$ ), on risque d'avoir un extrait dilué et le nombre d'étage dans ce cas réduit.
- 2- Lorsque la droite  $E_1F$  coïncide avec une corde existante, un nombre infini d'étages est nécessaire pour réaliser la séparation désirée.

La quantité de solvant pour laquelle ce cas apparait correspond un débit de solvant minimum ( $S_{min}$ ).

**exemple**

Tracer le diagramme triangle rectangle acétone-eau-chloroforme en utilisant les données ci-dessous (% en poids)

Acétone (diluant)	Eau (solvant)	Chloroforme (soluté)
57.3	7.3	35.4
60.5	11	28
60.	18	22
59.2	23	17.8
58.5	27	14.5
56.6	32.4	11
55.5	34.4	10
54	37.4	8.6
53.2	38.8	8
51.6	41.4	7
49	45.4	5.6

Conodales

Phase extraite			Phase Raffinat		
Acétone	Eau	Chloroforme	Acétone	Eau	Chloroforme
3	96	1	9	1	90
8.3	90.5	1.2	23.7	1.3	75
13.5	85	1.5	32	1.6	66.4
17.4	81	1.6	38	2	60
22.1	76.1	1.8	42.5	2.5	55
31.9	66	2.1	50.5	4.5	45
44.5	51	4.5	58.0	8	34

1/ Déterminer les compositions d'équilibre et les quantités des phases produites lorsqu'on mélange 10 kg d'une solution chloroforme-acétone, 45-55 % en poids, avec 5 kg d'eau.

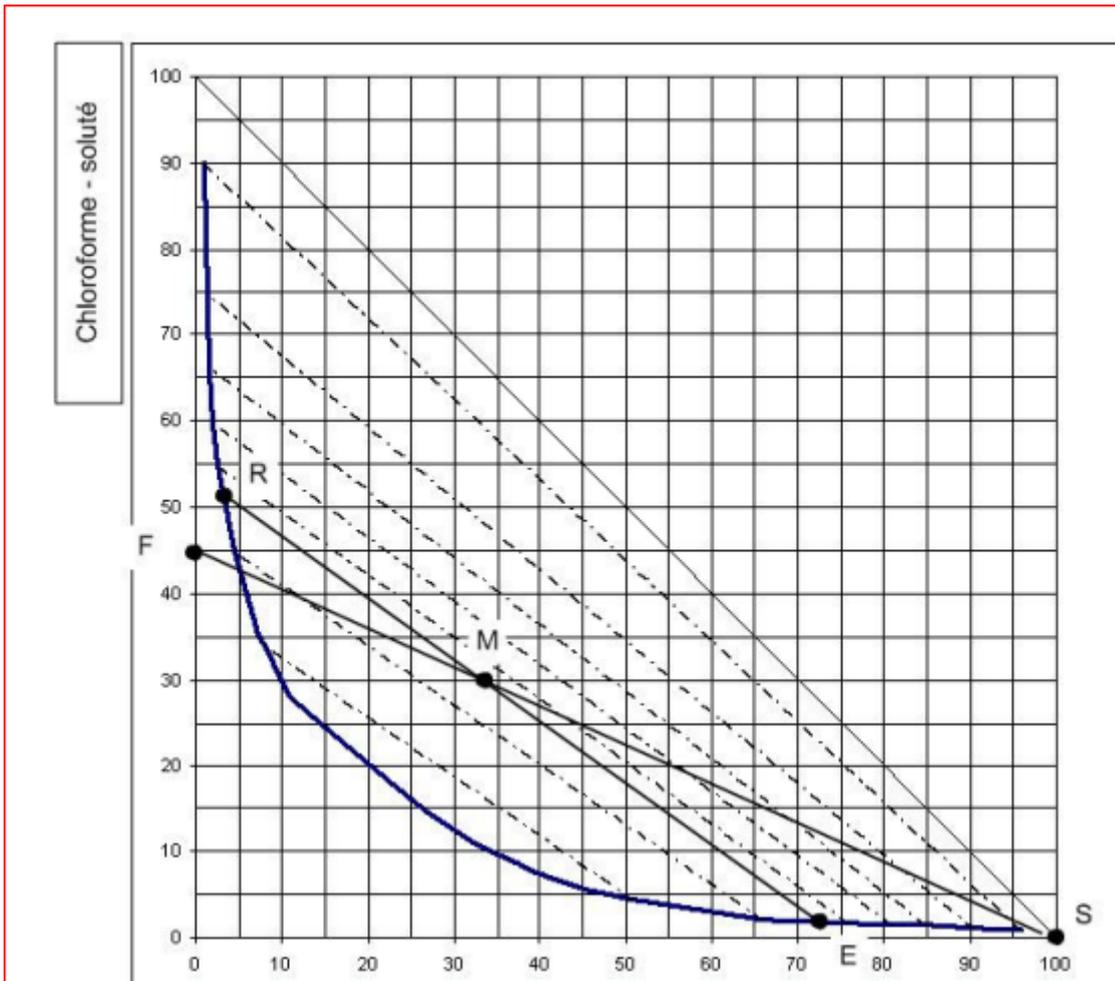
2/ On aurait pu appeler l'acétone le soluté et le chloroforme le diluant. Tracer le diagramme rectangle acétone vs eau ainsi que les conodales.

**La solution**

a) voir le diagramme ci-dessous b) On place F (45% en chloroforme) et le point M se trouve sur le segment FS tel que

$$\frac{FM}{FS} = \frac{5}{10+5} = \frac{1}{3} \Rightarrow FM = \frac{FS}{3}$$

	% soluté	% solvant	% diluant
Raffinat R	51	3	46
Extrait E	2	72.5	25.5



$$\frac{RM}{RE} \approx 0.44 \Rightarrow E = 0.44 \times 15 = 6.6 \text{ kg} \quad R = 0.56 \times 15 = 8.4 \text{ kg}$$

**exemple**

Tracer le diagramme triangle rectangle acétone-eau-chloroforme en utilisant les données ci-dessous (% en poids)

Acétone (diluant)	Eau (solvant)	Chloroforme (soluté)
57.3	7.3	35.4
60.5	11	28
60.	18	22
59.2	23	17.8
58.5	27	14.5
56.6	32.4	11
55.5	34.4	10
54	37.4	8.6
53.2	38.8	8
51.6	41.4	7
49	45.4	5.6

Conodales

Phase extraite			Phase Raffinat		
Acétone	Eau	Chloroform e	Acétone	Eau	Chloroforme
3	96	1	9	1	90
8.3	90.5	1.2	23.7	1.3	75
13.5	85	1.5	32	1.6	66.4
17.4	81	1.6	38	2	60
22.1	76.1	1.8	42.5	2.5	55
31.9	66	2.1	50.5	4.5	45
44.5	51	4.5	58.0	8	34

1/Déterminer les compositions d'équilibre et les quantités des phases produites lorsqu'on mélange 10 kg d'une solution chloroforme-acétone, 45-55 % en poids, avec 5 kg d'eau.

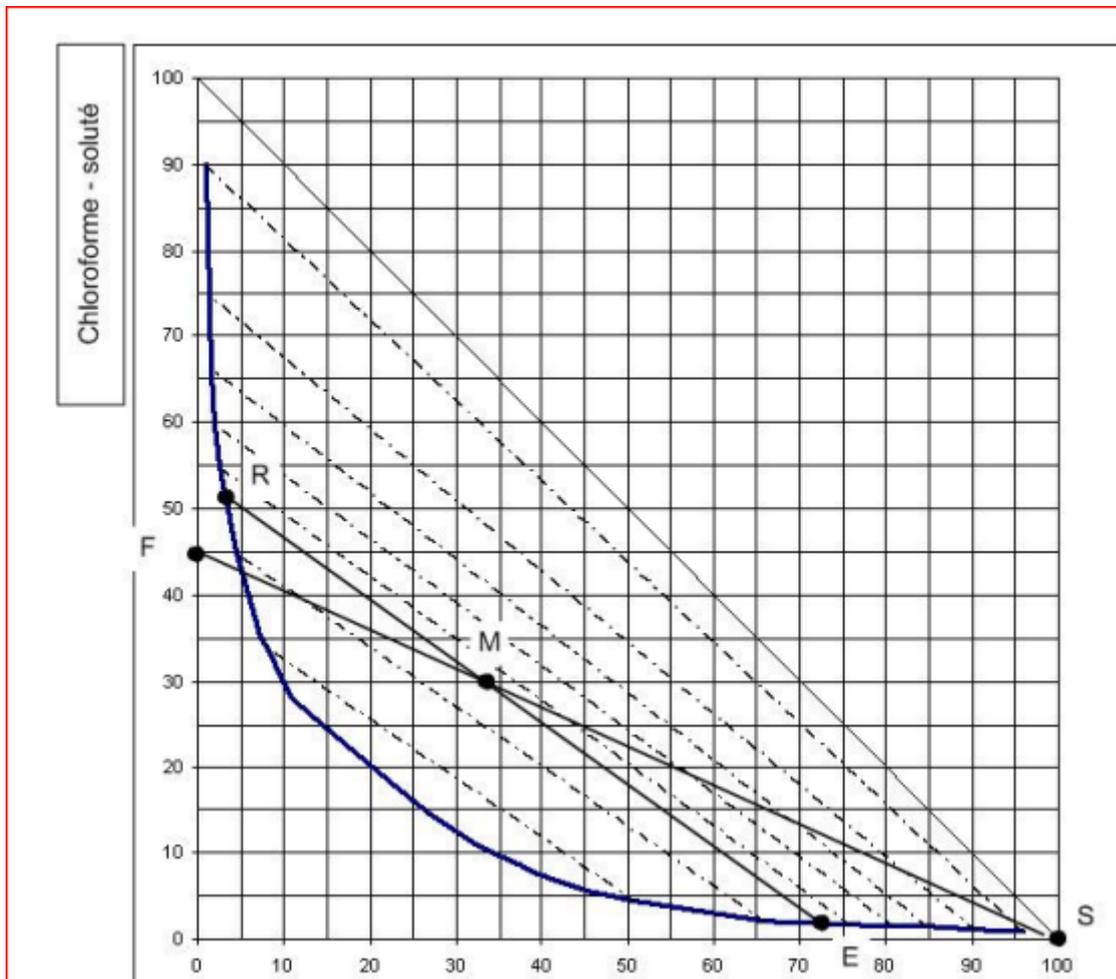
2/ On aurait pu appeler l'acétone le soluté et le chloroforme le diluant. Tracer le diagramme rectangle acétone vs eau ainsi que les conodales.

**La solution**

a) voir le diagramme ci-dessous b) On place F (45% en chloroforme) et le point M se trouve sur le segment FS tel que

$$\frac{FM}{FS} = \frac{5}{10+5} = \frac{1}{3} \Rightarrow FM = \frac{FS}{3}$$

	% soluté	% solvant	% diluant
Raffinat R	51	3	46
Extrait E	2	72.5	25.5



$$\frac{RM}{RE} \approx 0.44 \Rightarrow E = 0.44 \times 15 = 6.6 \text{ kg} \quad R = 0.56 \times 15 = 8.4 \text{ kg}$$

# **CHAPITRE 4**

## **EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE**

## CHAPITRE 4 EXTRACTION SOLIDE- LIQUIDE

### *Introduction*

L'extraction solide - liquide est une technique de séparation en génie des procédés . Cette technique utilise un moyen d'extraction pour séparer sélectivement un ou plusieurs composés d'un mélange sur la base de propriétés chimiques ou physiques. Le moyen d'extraction est pas ou peu miscible avec les composants principaux du mélange alors que le composé à extraire possède plus d'affinité avec le moyen d'extraction qu'avec les composants principaux du mélange. L'opération d'extraction se compose dès lors de 2 parties: une première phase d'extraction proprement dite où on assiste à un transfert du composé à extraire entre le mélange initial et le moyen d'extraction. Pour améliorer le transfert, on mélange de manière vigoureuse le moyen d'extraction avec le mélange initial. Puis la deuxième phase qui consiste en la séparation du moyen d'extraction du mélange principal.

### *Extraction solide – liquide*

#### **1-Définition:**

L'extraction solide-liquide (ESL) est un procédé d'extraction d'un soluté liquide ou solide à partir d'un solide en utilisant un liquide comme solvant d'extraction. Ce procédé fait partie avec l'extraction liquide-liquide des procédés d'extraction par un liquide.  $A_{\text{liquide}}$  et  $A_{\text{solide}}$  représentent, respectivement, les concentrations du soluté A dans la phase liquide et dans la phase solide.

L'élution est aussi considérée comme une extraction solide-liquide. Elle consiste à enlever un soluté adsorbé à la surface d'un solide par simple contact avec un liquide. Elle est surtout utilisée en chromatographie.

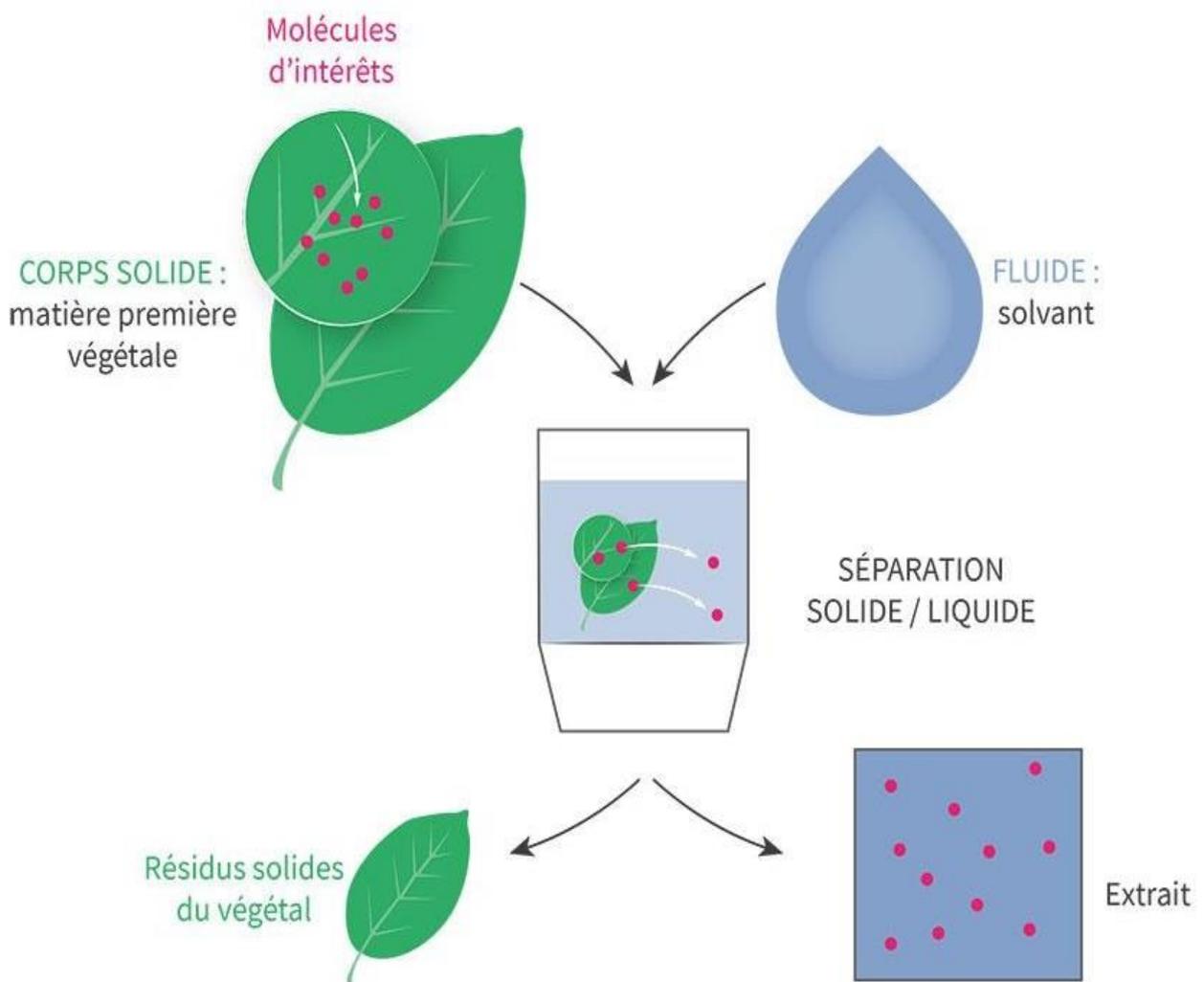
Il est possible d'améliorer l'extraction solide-liquide en augmentant la pression (extraction par liquide pressurisé), en appliquant des ondes ultrasons (extraction assistée par ultrasons) ou des micro-ondes (extraction assistée par micro-ondes). l'extraction solide-liquide peut avoir lieu en utilisant un extracteur4 :

- à lit fixe : extracteur de Soxhlet, extracteur de Twisselmann, percolateur
- à lit mobile : extracteurs à panier mobiles (Bollman) ou à compartiments mobiles

#### **2. Principe**

L'extraction solide-liquide est une opération physique de transfert de matière entre une phase solide, qui contient la substance à extraire et une phase **liquid (le solvant d'extraction)** . Suite au contact entre le solvant et le solide hétérogène, les substances ayant une affinité pour le solvant sont solubilisées et passent de la phase solide dans la phase liquide. Au cours de l'extraction, leurs teneurs (fractions) dans

la phase solide diminuent et leurs concentrations dans la phase liquide augmentent. Le transfert de matière se réalise par diffusion moléculaire et par convection. L'extraction est un processus non stationnaire qui s'arrête au moment où s'établit un équilibre entre les deux phases. Cependant si le solvant est continuellement renouvelé, la diffusion se poursuit jusqu'à épuisement de la phase solide. Généralement, l'extraction n'est pas très sélective. En plus des molécules d'intérêt, d'autres substances sont également co-extraites à partir de la phase solide vers le solvant. La solution obtenue est appelée extrait. La matière solide obtenue après évaporation du solvant est aussi appelée extrait ou extrait sec. La source solide épuisée après l'extraction contient très peu ou pas de soluté. Elle est appelée **raffinat** ou **résidu**



**Figure 1:** Représentation schématique de L'extraction solide-liquide

### 3. Différentes méthodes

a. **Extraction discontinue** Elle met en jeu la macération, qui consiste à laisser tremper le solide dans un solvant à température ambiante, à chaud ou à ébullition pour en extraire les constituants solides. Après filtration, on peut répéter l'opération sur le résidu avec une nouvelle portion de solvant. Cette méthode est rapide mais pas toujours très efficace.

b. **Extraction continue** L'extraction continue est une méthode beaucoup plus longue que l'extraction discontinue, mais plus efficace. ▫ Percolation : elle consiste à faire passer lentement un solvant à travers une couche de substance finement pulvérisée, habituellement contenue dans une cartouche de papier poreux et épais ou une pochette de papier filtre. Pour que la durée de contact entre le solvant et l'échantillon soit assez longue, on utilise l'extracteur de Soxhlet. ▫ Entraînement à la vapeur et hydrodistillation : ce sont deux techniques basées sur la distillation d'un mélange hétérogène eau-composé organique. Elles sont mises en œuvre pour l'isolement des huiles essentielles des plantes ou d'un composé organique situé dans un milieu hétérogène.

### 4. Choix de la phase solide

Le choix de la phase solide (résine) est régi par les critères suivants:

- La phase solide doit être insoluble dans l'eau,
- Possibilité d'être imprégnée par des extractants organiques,
- Grande affinité vis-à-vis de l'élément à extraire,
- Simplicité du procédé du recyclage.

### 5. Application

L'extraction solide-liquide peut être utilisée pour enlever des composés indésirables comme la caféine du café ou pour collecter des composés intéressants comme les métaux. En industries agro-alimentaires, pharmaceutiques et parfumerie :

**Tableau 1** application de l'extraction solide –liquide dans l'industrie

<b>Solide</b>	<b>Liquide d'extraction</b>	<b>Produit fini</b>
Grains de café, feuilles de thé	Eau bouillante	Café instantané, thé instantané
Grains de café, feuilles de thé	Eau bouillante ou solvant organique généralement chloré	Café décaféiné, thé décaféiné
Racines de betteraves	Eau chaude	Sucre
Graines oléagineuses	Hexane	Huiles alimentaires
Plantes médicinales	Eau, alcools, hydrocarbures, solvants chlorés	Un grand nombre de produits à activité pharmacodynamique
Plantes	Alcools, corps gras	Parfums naturels
Écorce de certains arbres	Eau	Tanins naturels

En hydrométallurgie, l'extraction se fait à partir d'un minerai avec une solution d'attaque qui peut être acide, neutre ou alcaline. C'est le cas par exemple des métaux suivants : le zinc, le cuivre, l'or, l'uranium, l'aluminium, le cobalt et le nickel.

## Équilibre solide - liquide

L'équation de Clapeyron s'intègre, entre un point de référence ( $P_0, T_0$ ) de la courbe d'équilibre et un point quelconque de cette même courbe ( $P, T$ ) :

$$P - P_0 = \int_{T_0}^T \frac{L_f}{v_l - v_s} \times \left( \frac{dT}{T} \right) \quad (\text{eq1})$$

$v_l$  et  $v_s$  : Les volumes massiques du liquide et du solide varient très peu avec la température, de même que la chaleur latente de fusion, ainsi :

$$P - P_0 = \frac{L_f}{v_l - v_s} \ln\left(\frac{T}{T_0}\right) \quad (\text{eq2})$$

### Remarque

Les volumes massiques de la phase solide  $v_s$  et liquide  $v_l$  sont très proches, donc  $\frac{L_f}{v_l - v_s}$  est très grand : La pente de la courbe d'équilibre solide - liquide est très grande, et il faut une très grande variation de pression pour changer la température de fusion d'un solide.

### Rappel Cas particulier de l'eau

Nous savons que le volume massique de la glace est supérieur à celui de l'eau liquide :  $\frac{L_f}{v_l - v_s} \leq 0$  ainsi :

Et il est facile de démontrer que la courbe d'équilibre solide-liquide de l'eau a une pente négative dans le plan ( $P, T$ ).

### I.4. Diagramme de Janecke:

On définit des nouvelles variables où les compositions sont exprimées sans tenir compte du solvant. En abscisse, on porte  $X_i$  ou  $Y_i$ , les compositions du raffinat et de l'extrait. En ordonnée, on porte une variable,  $Z_i$  caractérisant la quantité de solvant

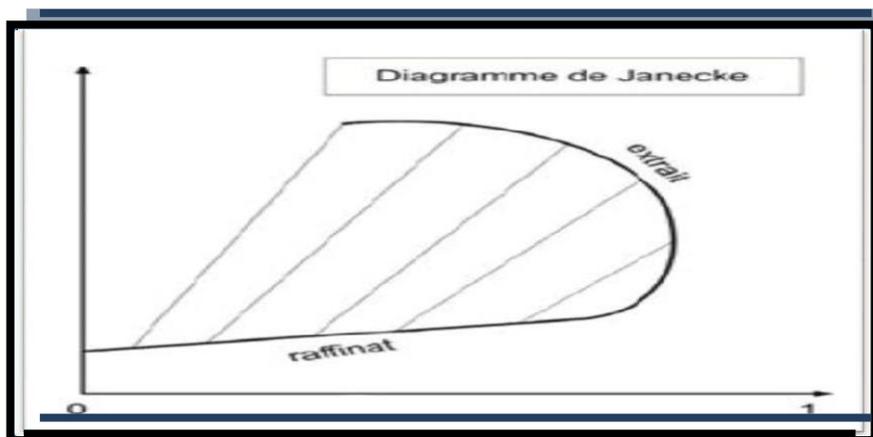


Figure 2 : Diagramme de Janecke

$$x_i = \left[ \frac{\text{soluté}}{\text{soluté} + \text{diluant}} \right]_{\text{raffinat}} \quad (\text{eq3})$$

$$y_i = \left[ \frac{\text{soluté}}{\text{soluté} + \text{diluant}} \right]_{\text{extrait}} \quad (\text{eq4})$$

$$z_i = \left[ \frac{\text{soluté}}{\text{soluté} + \text{diluant}} \right]_{\text{extrait ou raffinat}} \quad (\text{eq5})$$

### Coefficient de partage ou de distribution :

La distribution, ou le partage d'un soluté entre les deux phases à l'équilibre est donnée par le coefficient de partage (ou de distribution, ou de répartition). Cette grandeur se définit comme le rapport des teneurs respectives en soluté dans l'extrait et le raffinat lorsque l'équilibre est réalisé.

Ce coefficient varie avec la nature des constituants en présence, leurs concentrations et la température. Il est peu influencé par la pression.

Il est constant dans le cas de mélanges idéaux, constitués de molécules non associées pour lesquels la loi de Raoult s'applique et lorsque les deux liquides (diluant et solvant) sont parfaitement non miscibles. Dans ce cas la variation de  $y$  en fonction de  $x$  est une droite dont le coefficient directeur est le coefficient de partage.

Dans tous les autres cas on le détermine expérimentalement pour chaque équilibre et  $y = f(x)$  est représenté par une courbe appelée courbe de partage.

$$K_c = \frac{y_i}{x}$$

$y_i$  et  $x_i$  sont les titres en soluté dans l'extrait et le raffinat.

**Remarque 1 :** comparer  $K_c$  avec la constante d'équilibre utilisée en chimie.

**Remarque 2 :**  $y$  et  $x$  sont les titres massiques en soluté dans les deux phases Y et X sont les rapports massiques correspondant On réserve  $y$  et Y pour les phases «légères» (souvent solvant et extrait) et  $x$  et X pour les phases «lourdes» (**souvent charge et raffinat**).

## Extraction à contre courants

### a / Le principe

Dans une colonne d'extraction, au lieu de traiter le raffinat  $R_i$  qui sort de l'étage (i) par du solvant S pur, il est possible de le mettre au contact de l'extrait  $E_{i+1}$  qui sort de l'étage suivant (i + 1). Extraits et raffinats successifs circulent alors à contre-courants de façon à ce que finalement l'alimentation F soit au contact de l'extrait le plus riche,  $E_1 (=E)$  et que le solvant S soit au contact avec le raffinat le plus pauvre,  $R_n (=R)$ .

Pour un volume donné de solvant, ce mode d'extraction est plus efficace que les autres modes cités ci-dessus.

Par suite l'étage (i) reçoit le raffinat  $R_{i-1}$  et l'extrait  $E_{i+1}$ . Il sort de l'étage i un raffinat  $R_i$  et un extrait  $E_i$  qui sont supposés en équilibre.  $R_{i-1}$  et  $E_i$  se correspondent par la courbe opératoire.

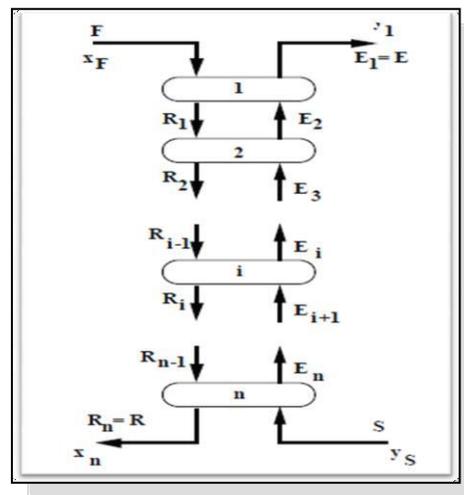


Figure 3 : Extraction à contre courant

### b/ calcul et bilans :

L'écriture du bilan matière permet de connaître la composition du système global et de chacun des sous systèmes (étages).

#### Bilan sur la colonne :

$$\text{Le bilan global : } m_F + m_S = m_E + m_R = m_M \quad (\text{eq6})$$

Pour le soluté (B) :  $m_F \cdot x_F + m_S \cdot y_S = m_E \cdot y_I + m_R \cdot x_n = m_M \cdot x_M$  (eq7)

Ce système de deux équations à huit inconnues peut être résolu si six variables sont connues par ailleurs. En pratique  $m_F$ ,  $m_S$ ,  $x_F$  et  $y_S (= 0)$  sont imposées. En se fixant deux autres variables, par exemple  $x_n$  et  $m_R$ , ce système d'équations peut être résolu. De plus, la combinaison de ces relations permet de déterminer la position du point M dans le diagramme ternaire. Graphiquement, F et S déterminent M. Le point M est à la fois sur les droites FS et ER ( $E_1R_n$ ). R ( $R_n$ ) étant connu, E ( $E_1$ ) est obtenu par l'intersection de RM et de la courbe de démiction. Au point  $E_1$  la conoïdale fait correspondre  $R_1$ .

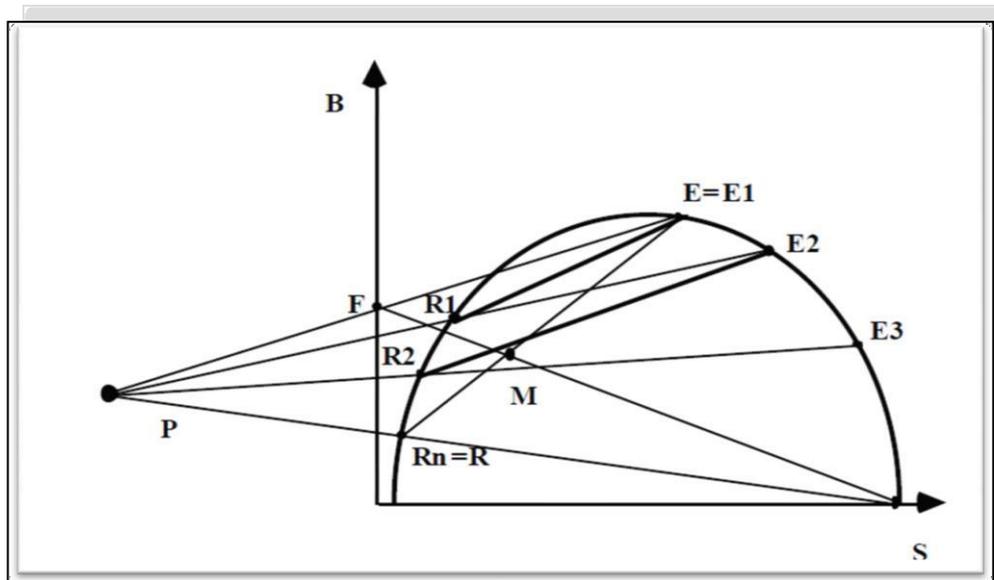
**Bilan sur l'étage i :**

Le bilan global:  $m^{i-1} + m^{i+1} = m^i + m^i_E$

Pour le soluté (B) :  $x^{i-1} \cdot m^i + y^{i+1} \cdot m^{i+1} = x^i \cdot m^i + y^i \cdot m^i$

**Existence d'un pole P**

D'après le bilan global pour la colonne et pour chacun des étages permet d'observer



**Figure 4 :** Construction graphique des étages théoriques.

l'existence d'un pole P par où passent toutes les droites  $R_iE_{i+1}$ .

**Pour la colonne :**  $m_R - m_S = m_F - m_E = Cte = m_P$  (eq8)

Les points P, R, S et P, F, E sont alignés.

Les points F, E, R, S étant connus, P est déterminé graphiquement.

**Pour le premier étage (1):**  $m_{R1} - m_{E2} = m_F - m_E = m_P$  (eq9)

Les points P, R<sub>1</sub>, E<sub>2</sub> sont alignés. R<sub>1</sub> étant connu, le point E<sub>2</sub> l'est à son tour.

De proche en proche, il est possible d'écrire :

**Pour un étage (i) :**  $m_{Ri} - m_{Ei+1} = m_F - m_E = m_P$

Les points P, R<sub>i</sub>, E<sub>i+1</sub> sont alignés et le point R<sub>i</sub> étant connu par la construction graphique précédente, le point E<sub>i+1</sub> est déterminé.

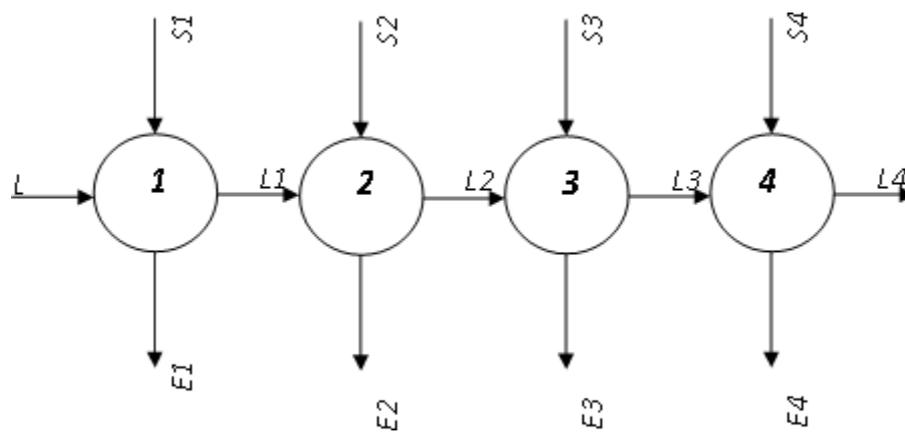
De proche en proche tous les points R<sub>i</sub> et E<sub>i</sub> sont déterminés.

La construction s'arrête quand la droite PR<sub>n</sub>S passe par R ou "dépassé" R.

Chaque droite R<sub>i</sub>E<sub>i</sub> constitue un **étage théorique**.

#### **Extraction à courants croisés :**

L'extraction à courants croisés consiste en une suite d'extraction en un étage telle que le raffinat du premier étage est repris par du solvant frais dans le deuxième étage, et ainsi de suite jusqu'à l'obtention d'un raffinat ayant la pureté désirée. Le principe de ce mode d'extraction est illustré dans la figure (5). Le taux de solvant à utiliser à chaque étage peut être choisi librement, pourvu qu'il réponde aux critères pour l'extraction en un étage. En pratique industrielle, il doit être optimisé de manière à minimiser la quantité totale de solvant mis en œuvre avec un nombre d'étages donné.



**Figure 5** Principe d'extraction à courants croisés

# **CHAPITRE 5**

## **DISTILLATION**



# CHAPITRE 5 : DISTILLATION

## Introduction

La distillation est une des méthodes de séparation les plus importantes dont dispose le génie chimique. Cette opération permet la séparation d'un ou plusieurs constituants d'un mélange liquide, en mettant à profit la différence de volatilité des constituants.

### Rappel sur les équilibres liquide-vapeur

#### .1 . Les différents types de mélanges

Les différents mélanges de liquide peuvent être classés, d'après le nombre de leurs constituants, en mélanges binaires, ternaires...etc. Les mélanges binaires, qui ont été les plus étudiés, seront seuls considérés ici. On distingue deux grandes familles, d'après la solubilité réciproque des constituants :

- **Les mélanges homogènes**

Les deux constituants sont miscibles en toutes proportions.

- **Les mélanges hétérogènes**

Les deux constituants sont partiellement miscibles ou totalement immiscibles. Ces deux familles se subdivisent en deux classes:

- **Les mélanges zéotropes**

Mélanges dits normaux qui n'ont pas de point d'ébullition fixe donc une composition de la phase vapeur toujours différente de la phase liquide.

- **Les mélanges azéotropes**

Mélanges dits anormaux qui forment un azéotrope c'est à dire un liquide dont la composition de la phase liquide est identique à celle de la phase vapeur, ce qui se traduit par un point d'ébullition fixe sous une pression donnée (comme avec un corps pur) ce qui ne permet pas sa séparation par distillation ordinaire.

## Lois fondamentales

### • Titres et pression partielle

Les teneurs d'un mélange se définissent dans les opérations de transfert de matière par les titres :

- **Le titre massique** : c'est le rapport de la masse d'un constituant à la masse totale du mélange.

$$W_i = \frac{m_i}{m_T}$$

$W_i$  : titre massique du constituant  $i$  ;

$m_i$  : masse du constituant  $i$  ;

$m_T$  : masse totale du mélange.

**Le titre molaire** : c'est le rapport du nombre de moles d'un constituant au nombre de moles total du mélange.

$$x_i (y_i) = \frac{n_i}{n_T}$$

Avec :

$n_i$  : nombre de moles du constituant ;

$n_T$  : nombre de moles total du mélange ;

$x_i$  : titre molaire du constituant  $i$  dans la phase liquide ;

$y_i$  : titre molaire du constituant  $i$  dans la phase gazeuse ou vapeur.

### Pression de vapeur saturante

Quand une vapeur et un liquide sont en équilibre (le nombre de molécules qui s'échappent du liquide (vaporisation) est égal au nombre de molécules qui retournent dans le liquide (condensation), la pression développée par la vapeur est appelée pression de vapeur saturante. Elle ne dépend que de la nature du liquide et de sa température.

- **Loi de Dalton**

La loi de Dalton s'applique aux gaz et aux vapeurs sans tenir compte du liquide au contact de la vapeur. On peut l'énoncer de la manière suivante :

$$P_T = \sum_i^n P_i$$

$P_i$  : pression partielle du constituant  $i$  ;

$n$  : nombre de constituants du mélange ;

$P_T$  : pression totale du mélange.

D'après la loi des gaz parfaits  $PV = nRT$ , la loi de Dalton peut s'écrire aussi en faisant intervenir le titre molaire :

$$P_i = y_i P_T$$

Pour un mélange binaire contenant deux gaz parfaits A et B, la pression totale est donnée par la relation suivante :

$$P_T = P_A + P_B$$

Avec :

$$P_A = y_A P_T ; P_B = (1 - y_A) P_T$$

- **Loi de Raoult**

Cette loi est applicable que pour les solutions idéales, c'est à dire les solutions dont les forces intermoléculaires sont identiques ou nulles quelque soit la composition.

Cette loi permet d'exprimer la proportionnalité, pour une température et une pression données, entre la phase vapeur et les compositions de la phase liquide comme suit :

$$P_i = x_i P_i^\circ$$

Avec :

$P_i^\circ$  : la pression de vapeur du constituant  $i$ .

Pour un mélange binaire :

$$P_A = x_A P^\circ$$

$$P_B = (1 - x_B) P^\circ$$

En combinant la loi de Raoult et la loi de Dalton, on peut écrire :

$$P_T = x_A P_A^\circ + (1 - x_A) P_B^\circ$$

- **Volatilités**

La volatilité désigne la plus ou moins grande facilité de vaporisation d'une substance. On distingue la volatilité absolue et la volatilité relative.

1. **Volatilité absolue ( $V$ )**

Elle est définie comme le rapport entre la pression partielle, à l'équilibre, de la substance, dans la phase vapeur et le titre molaire de la substance dans la phase liquide.

$$V_i = \frac{P_i}{x_i}$$

Dans le cas d'un corps pur, la volatilité absolue est égale à la pression de vapeur saturante car  $x_i = 1$ .

2. **Volatilité relative ( $\alpha$ )**

Dans un mélange liquide renfermant deux composants  $i$  et  $j$ , elle est définie comme le rapport entre les volatilités absolues de chaque composant dans le mélange liquide. Elle est exprimée généralement par rapport à la plus grande volatilité, de sorte que sa valeur est supérieure à l'unité.

$$\alpha = \frac{V_i}{V_j} = \frac{P_i x_j}{P_j x_i}$$

En exploitant la loi de Dalton on obtient :

$$\alpha = \frac{y_i x_j}{y_j x_i}$$

## Diagrammes d'équilibre liquide-vapeur

Pour un tel système, mélange binaire liquide-vapeur, il existe trois diagrammes :

- Diagramme isotherme (T fixée) :  $P = f(x_A \text{ ou } y_A)$  ;
- Diagramme isobare (P fixée) :  $T = f(x_A \text{ ou } y_A)$  ;
- Diagramme isobare (P fixée) :  $y_A = f(x_A)$ .

### • Diagramme isotherme

A partir des relations précédentes on aboutit à la relation qui permet de tracer le diagramme  $P_T = f(x_A, y_A)$ .

On a :

$$P_T = x_A P_A^\circ + (1 - x_A) P_B^\circ$$

Donc :

$$x_A = \frac{P_T - P_B^\circ}{P_A^\circ - P_B^\circ}$$

Sachant que :  $P_T = \frac{P_A^\circ x_A}{y_A}$

on obtient :  $P_T = \frac{P_A^\circ P_B^\circ}{P_A^\circ - y_A (P_A^\circ - P_B^\circ)}$

C'est une équation d'une hyperbole.

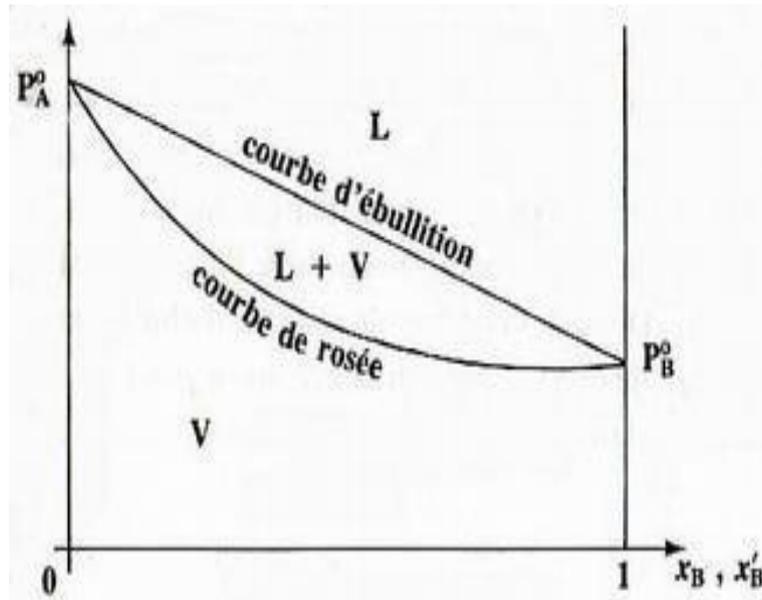


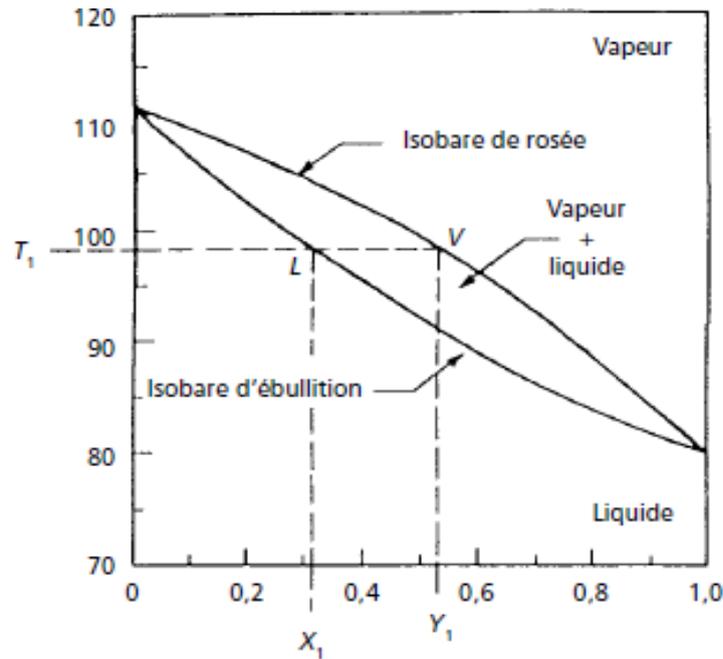
Figure 1 : exemple d'un diagramme isotherme.

• Diagrammes isobares : T – X ou Y

Il est d'usage, en distillation, de fixer la composition d'un mélange liquide binaire par son titre molaire X en constituant le plus volatil et celle d'une vapeur par le titre molaire Y en même constituant. Par détermination expérimentale de la température d'ébullition commençante de différents mélanges de composition connue, on trace la courbe qui représente la variation de cette température en fonction du titre x du liquide. Cette courbe dite isobare d'ébullition qui permet de connaître la composition du mélange qui bout à une température donnée. L'isobare de rosée représente à pression constante la variation de la température de rosée (condensation) en fonction du titre molaire en composé volatil dans la phase vapeur.

$$\text{Courbe de rosée } T = f(y) : \frac{1}{P_T} = \frac{1}{P_A^0} y_A + \frac{1}{P_B^0} (1 - y_A)$$

$$\text{courbe d'ébullition } T = f(x) : P_T = P_A^0 x_A + P_B^0 (1 - x_A)$$



**Figure.2** : exemple d'une courbe d'équilibre isobare d'un mélange binaire.

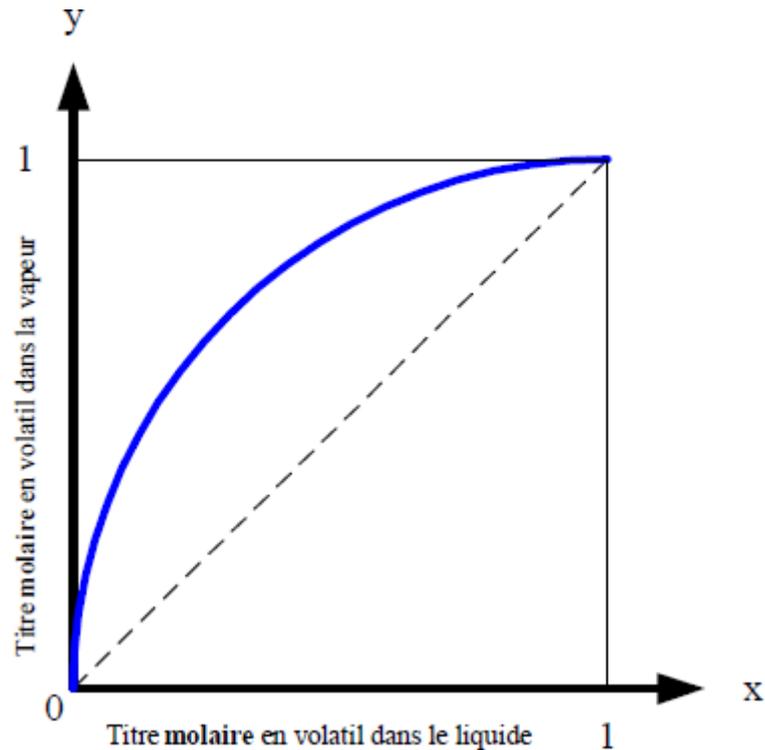
Analyse du graphe : Considérons un mélange binaire de titre molaire  $x_1$ , en le chauffant, le mélange sera liquide jusqu'à la température  $T_1$ , correspondant au point L. Puis ce mélange entrera en ébullition à la température  $T$  et la première bulle de vapeur émise à cette température correspondant au point V aura pour titre molaire  $y_1$ .

• **Diagramme isobare d'équilibre liquide-vapeur :  $y = f(x)$**

Ce diagramme est le plus utilisée dans le domaine de la distillation. Ce diagramme peut être construit en utilisant la relation :

$$y = \frac{\alpha x}{(\alpha - 1)x + 1}$$

C'est l'équation d'une hyperbole, dépend de la nature du mélange, de la température et de la pression.



**Figure 3** : courbe d'équilibre d'un mélange homozyéotrope.

### Influence de la pression sur la courbe d'équilibre

Plus la pression est faible plus la volatilité relative  $\alpha$  est grande et donc la courbe s'éloigne de la diagonale. A la pression critique  $\alpha = 1$ , donc la séparation par distillation est impossible.

### La distillation

- **Définition**

Est un procédé de séparation d'un mélange de substances liquides dont les températures d'ébullition sont différentes. Elle permet de séparer les constituants d'un mélange homogène. Sous l'effet de la chaleur ou d'une faible pression (loi des gaz parfaits), les substances se vaporisent successivement, et la vapeur obtenue est liquéfiée pour donner le distillat.

#### Exemple

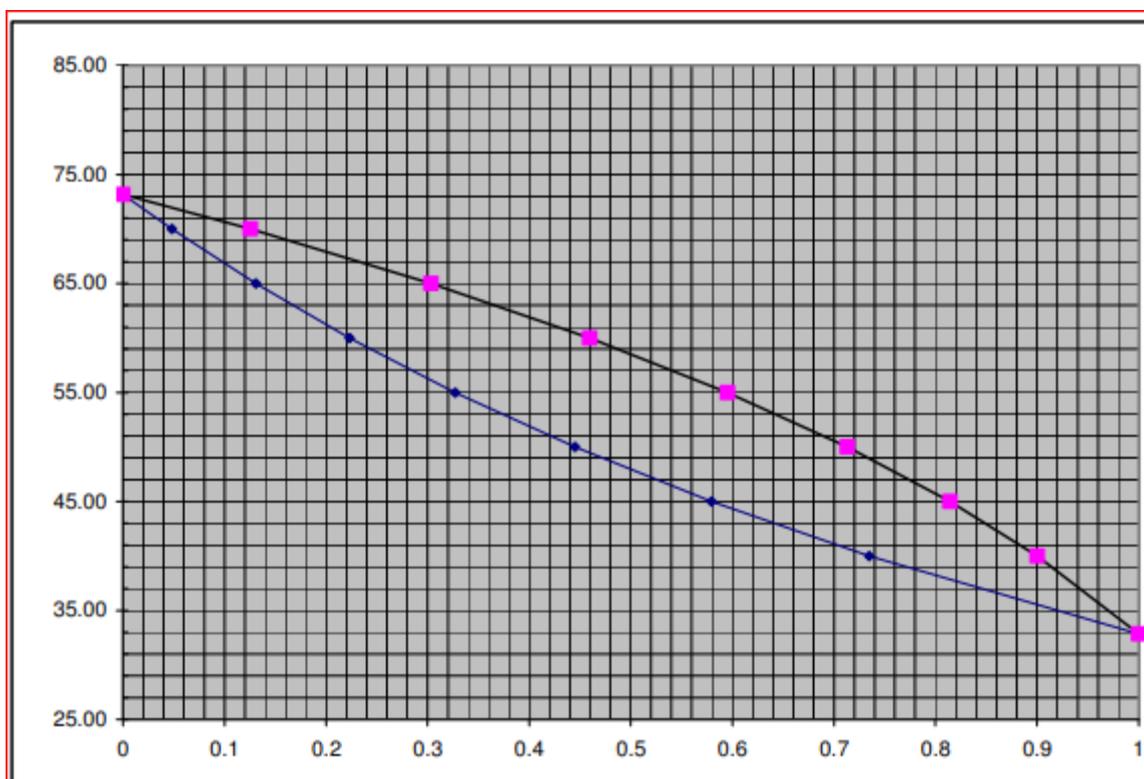
1/Tracer la courbe d'équilibre  $T$  vs  $x$ - $y$  pour le mélange binaire n-butane et n-pentane sous une pression de 44.7 psi (3.04 atmosphères). Les données sont classées dans le tableau ci dessous

2/Tracer la courbe  $y=f(x)$

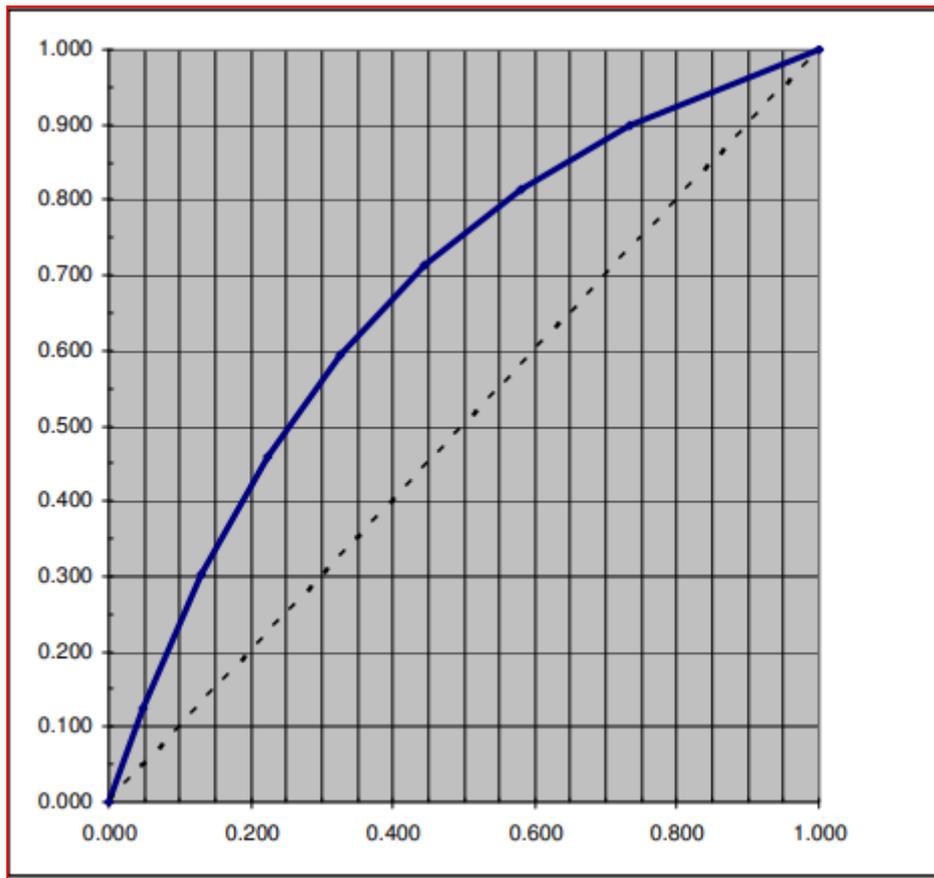
T	psat-nbut	psat-npent	x	y	Volatilité y/x
32.86	2310.35	680.17	1.000	1.000	1.000
40.00	2831.89	867.22	0.735	0.900	1.226
45.00	3245.96	1020.42	0.580	0.814	1.405
50.00	3703.10	1193.79	0.445	0.713	1.603
55.00	4205.81	1388.99	0.327	0.595	1.820
60.00	4756.53	1607.74	0.223	0.459	2.059
65.00	5357.70	1851.81	0.131	0.303	2.319
70.00	6011.73	2122.98	0.048	0.125	2.602
73.18	6456.28	2310.35	0.000	0.000	2.794

La solution

## II Tracer les courbes T vs x ou T vs y



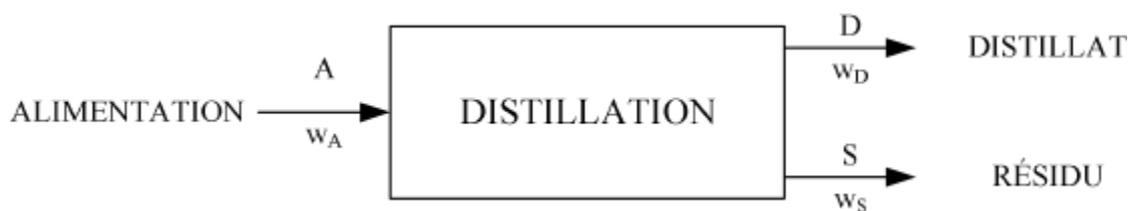
2/ tracer  $Y=f(X)$



Soit un mélange n-butane n-pentane de composition 30%-70% molaire sous 3.04 atm. Ce mélange, initialement gazeux, est refroidi. À quelle température apparaîtra la première goutte de liquide et quelle sera sa composition ( $T_{eb}$ ) ?

Avec le graphique  $T$  vs  $x$ - $y$ , pour une composition vapeur  $y=0.3$ , on a  $T=65\text{ °C}$  et la composition du liquide est  $x=0.13$ .

### Schématisation de la distillation



**Figure 4** : schéma de la distillation.

A, D et S : représentent respectivement les masses ou les débits (massiques ou molaires) de

l'alimentation, du distillat et du résidu.

$w_A$ ,  $w_D$  et  $w_S$  : représentent respectivement les titres massiques en constituant volatil dans l'alimentation, le distillat et le résidu.

**Rappel** : les courbes d'équilibre sont tracées pour des titres molaires, et la plupart du temps les bilans matières sont effectués avec des titres massiques. Il faut donc savoir passer de l'un à l'autre rapidement et facilement.

$$x_A = \frac{\frac{W_A}{M_A}}{\frac{W_A}{M_A} + \frac{W_B}{M_B}} \quad \text{et} \quad x_B = \frac{\frac{W_B}{M_B}}{\frac{W_A}{M_A} + \frac{W_B}{M_B}} \quad \text{eq. 1 et eq. 2}$$

$$W_A = \frac{x_A M_A}{x_A M_A + x_B M_B} \quad \text{et} \quad W_B = \frac{x_B M_B}{x_A M_A + x_B M_B} \quad \text{eq. 3 et eq. 4}$$

## Mécanisme de la distillation simple

Les vapeurs émises sont aussitôt séparées du mélange: elles sont condensées et éliminées de l'appareil sans retour au bouilleur. Il n'y a en fait qu'un seul contact entre le liquide et la vapeur, à la surface du bouilleur.

On va considérer le cas le plus simple du mélange zéotropique A-B où B est le composé le plus volatil : à l'instant où les premières vapeurs sont dégagées leur composition est plus riche en B que le mélange initial. Au cours du temps, la fraction molaire en B du liquide dans le bouilleur diminue car il s'évapore une proportion plus grande de B que de A. Les vapeurs seront toujours plus riches en B mais leur composition montrera une teneur en B plus faible qu'initialement. On obtient donc un distillat de moins en moins concentré en B. A la fin il ne reste pratiquement que du composé A dans le bouilleur et les vapeurs sont donc pratiquement uniquement composées de A. L'inconvénient de la distillation simple: on aboutit à une mauvaise séparation.

### Rectification

- **Définition**

La rectification est assimilée à une distillation répétée et concerne les mélanges à séparer dont les différences de volatilité sont faibles. Cette opération consiste à séparer plusieurs constituants d'un mélange liquide par échange de matière entre une phase vapeur et une phase liquide au moyen d'une série de vaporisations et de condensations entre ce liquide et cette vapeur qui cheminent à contre-courant dans une colonne.

La rectification permet de faire la séparation des composants de mélanges liquides dans un état de pureté très grand.

- **Mécanisme de la rectification**

Circulant à contre-courant tout au long de la colonne. La vapeur qui parvient en tête de colonne est entièrement condensée: une partie des condensats est éliminée de la colonne et constitue le distillat. L'autre partie retourne dans la colonne par gravité et constitue le reflux.

Sur chaque plateau un équilibre s'établit entre le liquide qui reflue et la vapeur qui monte. Le liquide s'appauvrit en composé le plus volatil qui se vaporise et la vapeur s'appauvrit en composé le moins volatil qui se condense.

On observe donc les évolutions suivantes :

- le titre en plus volatil augmente dans la phase vapeur quand on monte dans la colonne ;
- le titre en plus volatil diminue dans la phase liquide quand on descend dans la colonne ;
- la température diminue quand on monte dans la colonne.

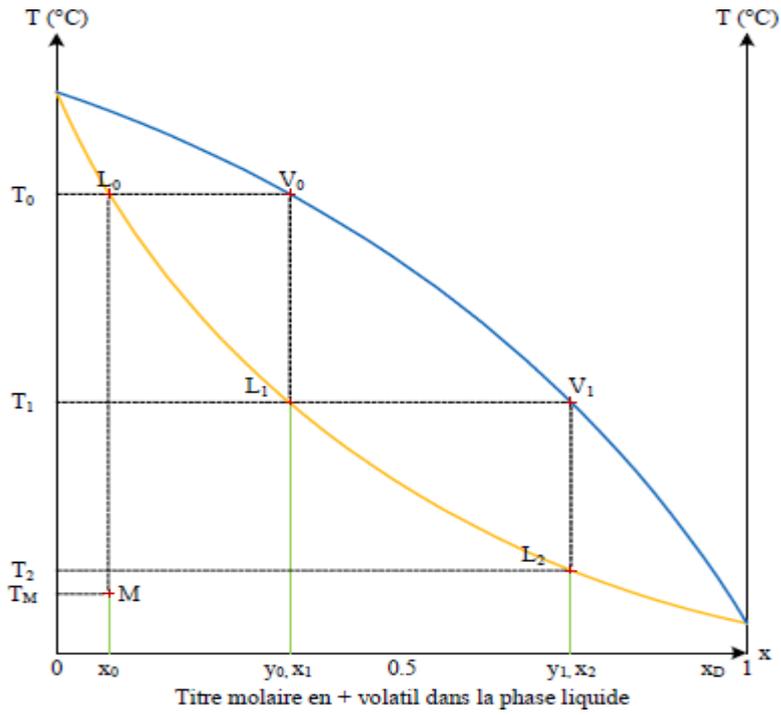
La qualité de la séparation sera donc fonction du

- nombre de plateaux de la colonne ;
- le rapport des volatilités des constituants ;
- le taux de reflux dans la colonne ;
- le temps de contact (fonction de la hauteur de la colonne) entre liquide et vapeur ;
- L'efficacité du contact liquide-vapeur.

Chauffons un mélange binaire M. Au point  $L_0$  le mélange entre à ébullition et la vapeur émise est  $V_0$ . Si on condense cette vapeur, elle donnera un liquide de même composition :  $y_0 = x_1$ .

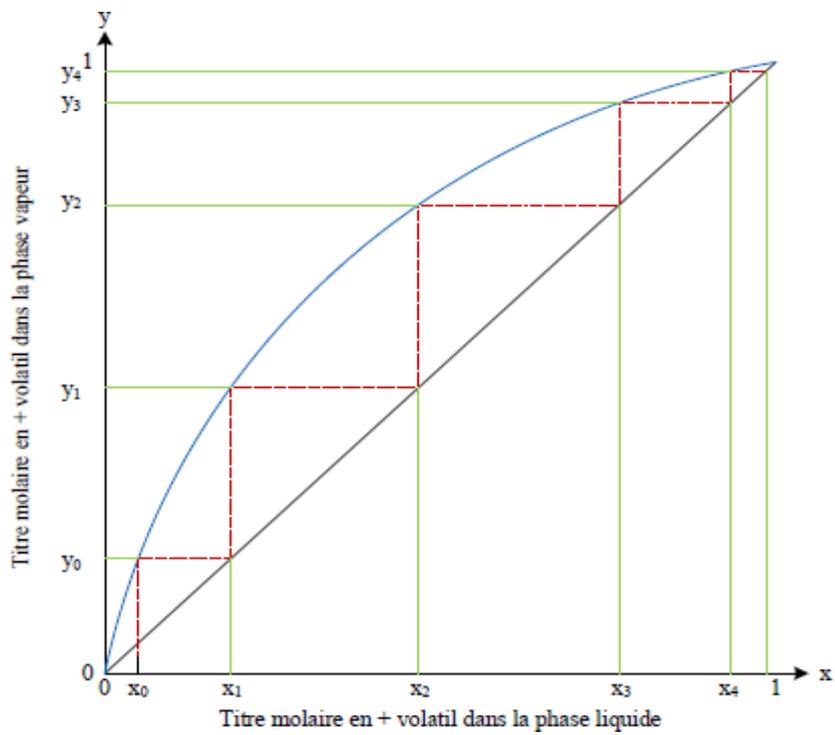
Ce liquide entrera en ébullition au point  $L_1$  et la vapeur émise de composition  $y_1$ . Si on condense cette vapeur  $V_1$  elle donnera un liquide de composition identique :  $y_1 = x_2$ .

On voit que de proche en proche, après une série de vaporisation - condensation, le liquide condensé s'enrichit en volatil.



**Figure 4** : mécanisme de la rectification dans la courbe isobare.

Cette séparation, à partir du binaire initial M, peut se traduire sur la courbe d'équilibre :



**Figure 5** : mécanisme de la rectification dans la courbe d'équilibre.

### I.3.5. Nombre des plateaux théoriques

Le rôle du plateau est d'enrichir simultanément la vapeur en produit léger et le liquide en produit lourd.

On va se proposer de déterminer le nombre de plateaux nécessaire pour parvenir à séparer un mélange binaire à un instant donné de la rectification. Ce calcul a un très grand intérêt car il est utilisé en première approche pour la construction ou l'utilisation des colonnes industrielles.

Connaissant la fraction molaire en constituant le plus volatil du mélange liquide initial dans le bouilleur, on va rechercher le nombre d'étages (plateaux) théoriques nécessaire pour obtenir à cet instant en tête des vapeurs (un distillat) de fraction molaire  $X_D$ .

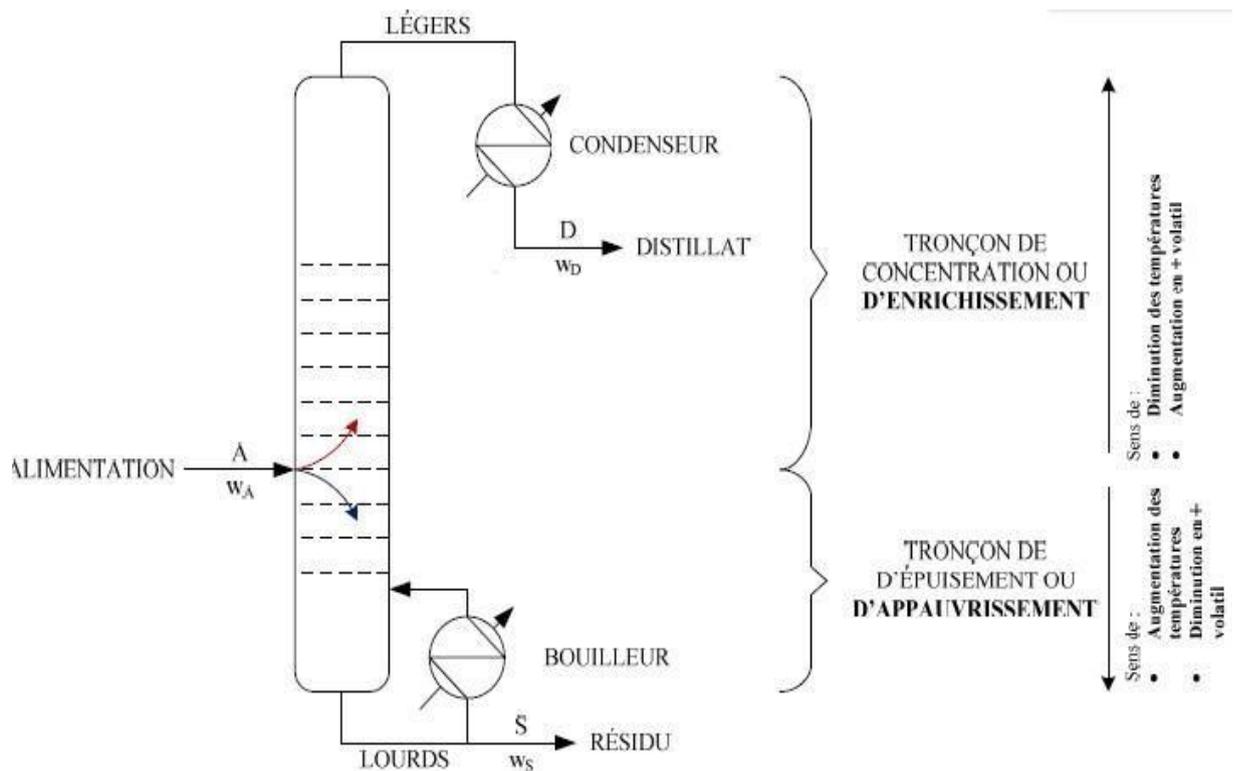
La détermination de  $N_{\min}$  pour effectuer une séparation donnée à partir d'un mélange connu et dans des conditions définies peut être faite soit par voie graphique, en traduisant les équations de bilans par des courbes et/ou des droites (méthodes de McCabe et Thiele, Ponchon-Savarit), soit par calcul numérique en écrivant toutes les équations pour chaque plateau et en les résolvants.

#### 1. Rectification continue

En rectification continue, on introduit dans la colonne le mélange à séparer à débit constant.

Celui-ci rencontre la vapeur montante du tronçon d'épuisement et le liquide descendant du tronçon d'enrichissement. Le constituant volatil se concentre dans la partie supérieure ; une partie assure le reflux dans la colonne, l'autre constitue le distillat qui est soutirée en continu.

Le constituant le moins volatil se concentre en bas de colonne d'où il est éliminé en continu. Il s'établit dans l'appareil un régime stationnaire, ce qui simplifie considérablement l'étude du procédé par rapport à la rectification discontinue où tous les paramètres varient en fonction du temps.



**Figure 6** : schéma d'une colonne de rectification fonctionne en continue.

### Le bilan de matière global

$$A = D + S \quad \text{eq.5}$$

A : est le débit massique en (Kg/h) ou molaire en (mol/h) de l'alimentation ;

D : est le débit massique en (Kg/h) ou molaire en (mol/h) du distillat ;

A : est le débit massique en (Kg/h) ou molaire en (mol/h) du résidu.

Pour le constituant le plus volatile :

$$A \cdot x_A = D \cdot x_D + S \cdot x_S \quad \text{eq.6}$$

$x_A$ : la fraction molaire du constituant le plus volatil dans l'alimentation ;

$x_D$ : la fraction molaire du constituant le plus volatil dans le distillat ;

$x_S$ : la fraction molaire du constituant le plus volatil dans le résidu.

## Le bilan énergétique global

On suppose qu'il n'y a pas de pertes thermiques, le bilan énergétique global d'une colonne de rectification est donné par :

$$A \cdot h'_A + Q_B = R \cdot h'_R + D \cdot h'_D + Q_C \quad (\text{J/h}) \quad \text{eq.7}$$

Avec :

$h'_R$ : enthalpie massique ou molaire du résidu ;

$h'_D$ : enthalpie massique ou molaire du distillat ;

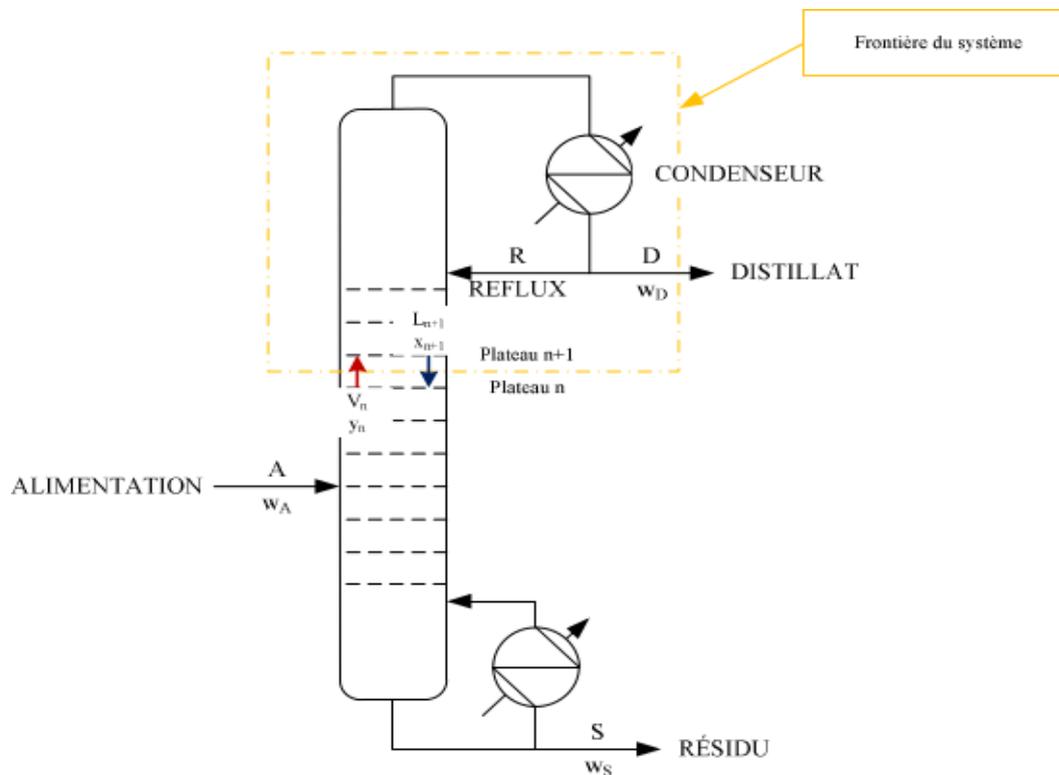
$h'_A$  (ou  $h''_A$ ): enthalpie massique ou molaire de l'alimentation.

## Calcul du nombre de plateaux théorique minimum selon la méthode de Mc Cabeet

Theile : cas où  $T_A = T_{\text{éb}}$

### Zone d'enrichissement – droite opératoire à taux de reflux connu

Considérons pour notre étude une colonne à plateau :



**Figure 7:** schéma d'une colonne de rectification fonctionne en continue – zone d'enrichissement.

L et V : représentent respectivement les débits molaires de liquide et de vapeur.

### L'équation de la droite opératoire d'enrichissement

Écrivons le bilan matière dans la région délimité par la frontière entre le plateau n et le haut de colonne (sortie distillat) :

$$\text{BMG : } V_n = L_{n+1} + D \quad \text{eq. 8}$$

$$\text{Bilan partiel en plus volatil : } y_n V_n = x_{n+1} L_{n+1} + D x_D \quad \text{eq.9}$$

$$\text{d'ou } y_n = \frac{L_{n+1}}{V_n} x_{n+1} + \frac{D}{V_n} x_D \quad \text{eq. 10}$$

$$\text{d'après (III. 8) on a } y_n = \frac{L_{n+1}}{L_{n+1} + D} x_{n+1} + \frac{D}{L_{n+1} + D} x_D \quad \text{eq. 11}$$

La méthode de Mac Cabe et Thiele consiste à considérer que les débits molaires de liquide et de vapeur dans la colonne sont constants, ce qui implique que  $L_{n+1} = R$

$$y_n = \frac{R}{R + 1} x_{n+1} + \frac{D}{R + 1} x_D \quad \text{eq. 12}$$

En faisant intervenir le taux de reflux :  $T_R = \frac{R}{D}$

$$y_n = \frac{T_R}{T_R + 1} x_{n+1} + \frac{x_D}{T_R + 1} \quad \text{eq. 13}$$

Ce qui est souvent simplifié par l'expression suivante :

$$y = \frac{T_R}{T_R + 1} x + \frac{x_D}{T_R + 1} \quad \text{eq. 14}$$

C'est l'équation de la droite opératoire d'enrichissement d'une pente  $\frac{T_R}{T_R + 1}$  et d'ordonnée

$$\frac{x_D}{T_R + 1} .$$

### Bilan énergétique sur le condenseur

Le débit calorifique  $Q_c$  du condenseur, représente la quantité de chaleur par unité de temps absorbée par le fluide réfrigérant (eau ou air) :

$$V \cdot h''_v = R \cdot h'_R + D \cdot h'_D + Q_c \quad (\text{J/h}) \quad \text{eq.15}$$

Avec :

$h''_v$ ,  $h'_R$  et  $h'_D$ : respectivement, les enthalpies molaires ou massiques des phases vapeur, liquide et distillat.

En prenant :  $h'_R = h'_D$  et  $\Delta H_{vap} = h''_v - h'_L$

On aboutit à :  $Q_c = V \cdot (\Delta H_v)_D$  III.16

### Remarque

Généralement dans les calculs, une valeur moyenne de l'enthalpie molaire de vaporisation ( $\Delta H_v$ ) est donnée. En cas où la moyenne n'est pas donnée, on calcule l'enthalpie moyenne de vaporisation en tête de colonne par:

$$(\Delta H_v)_D = x_D(\Delta H_v)(1) + (1 - x_D)(\Delta H_v)(2) \quad \text{III. 17}$$

Avec : (1) et (2) désignant respectivement, le constituant volatil et le moins volatil.

### Détermination du taux de reflux

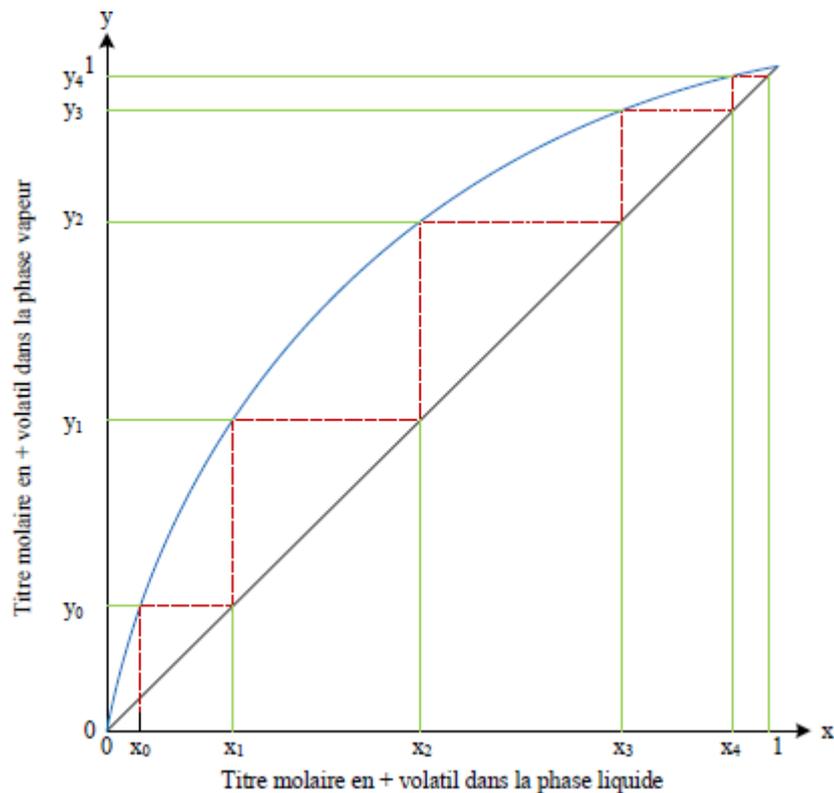
On peut donc connaissant la composition du distillat et le taux de reflux, construire la droite opératoire sur la courbe d'équilibre et ainsi déterminer le nombre de plateaux théoriques.

Plusieurs cas peuvent être envisagés suivant le taux de reflux appliqué :

#### Taux de reflux maximum (reflux total)

Une colonne fonctionne à reflux total lorsque toute la vapeur condensée en tête de colonne est renvoyée dans la colonne, c'est à dire lorsque l'on ne soutire pas de distillat. Dans ce cas l'équation de la droite opératoire est :  $y_n = x_{n+1}$

Le reflux total est utilisé pour la détermination expérimentale du nombre de plateaux théoriques dont on peut disposer dans une colonne.



**Figure 8 :** calcul du nombre de plateaux d'une colonne de rectification fonctionne en continue à reflux total.

- **Taux de reflux minimum**

Lorsque l'intersection de la droite opératoire et de la courbe d'équilibre atteint le point O, dont l'ordonnée représente la composition de la vapeur émise par le bouilleur, on s'aperçoit qu'il faut un nombre infini de plateaux théoriques.

La valeur correspondante au taux de reflux est le taux de reflux minimum  $TR_m$ .

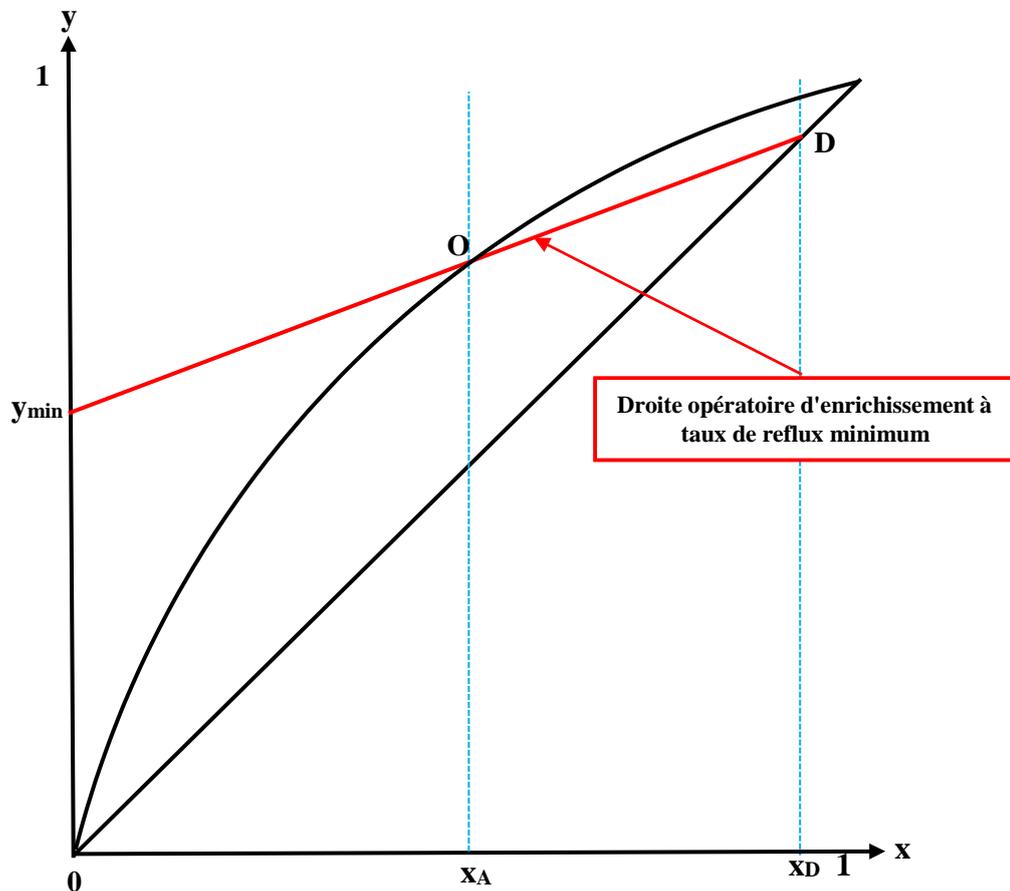
Équation de la droite opératoire :

$$y = \frac{T_{Rmin}}{T_{Rmin} + 1} x + \frac{x_D}{T_{Rmin} + 1} \quad \text{eq. 18}$$

La méthodologie de détermination du taux de reflux minimum est comme suit ; sur la courbe d'équilibre :

1. Placer le point  $x_D$ ,  $x_A$ ,  $x_S$ , sur l'axe des x ;
2. Tracer les verticales passant par ces 3 points ;
3. Placer le point D de coordonnées  $(x_D ; y_D = x_D)$  ;

4. Placer le point O, intersection de la verticale passant par  $x_A$ , et la courbe d'équilibre ;
5. Tracer la droite opératoire passant par O et D. C'est la droite opératoire minimum ;
6. Lire sur l'axe des ordonnées la valeur  $y_{\min}$ , intersection entre la droite opératoire et l'axe des ordonnées.



**Figure 8** : traçage de la droite opératoire d'enrichissement à taux reflux minimum.

Sachant que :

$$y_{\min} = \frac{x_D}{T_{R\min} + 1} \quad \text{eq. 19}$$

Donc :

$$T_{R\min} = \frac{x_D}{y_{\min}} - 1 \quad \text{eq. 20}$$

### Taux de reflux (optimal)

Pour une séparation donnée, le taux de reflux doit être choisi entre le taux de reflux maximum et le taux de reflux minimum, à une valeur qui sera la plus économique. Le taux de reflux optimal se situe en général, près de la valeur minimum.

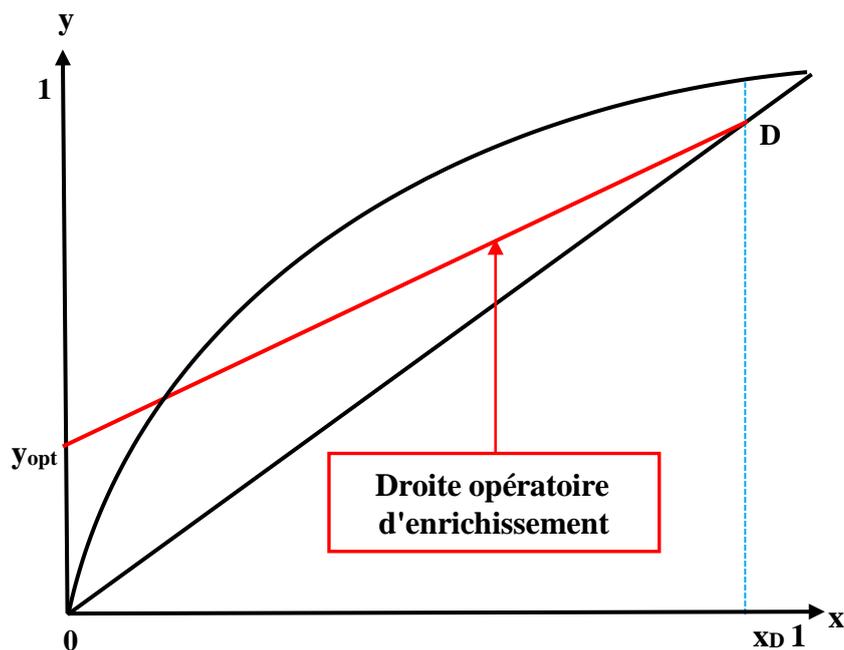
$$T_R = K \cdot T_{R\text{mini}} \quad \text{eq.21}$$

Avec :  $1.05 \leq K \leq 1.5$

### Méthodologie de traçage de la droite opératoire d'enrichissement

Sur la courbe d'équilibre :

1. Placer le point  $y_{op}$  :  $y_{op} = \frac{x_D}{T_R + 1}$  ;
2. Placer le point D de coordonnées  $(x_D ; y_D = x_D)$  ;
3. Tracer la droite opératoire passant par D et  $y_{op}$ . C'est la droite opératoire d'enrichissement.



**Figure 9** : Méthodologie de traçage de la droite opératoire d'enrichissement.

## Zone d'épuisement – droite opératoire d'épuisement

### Bilan de matière

$$L' = V' + S \quad \text{eq. 22}$$

$V'$ : est le débit molaire ou massique des vapeurs ascendantes vers la section rectificative ;

$L'$ : est le débit molaire ou massique du liquide descendant.

Le bilan de matière global du constituant le plus volatil :

$$L'x_1 = V'y_1 + SX_s \quad \text{eq. 23}$$

### Bilan énergétique

$$S \cdot h'_s + V' \cdot h''_v = L' \cdot h'_L + Q_B \quad \text{eq.24}$$

Avec :  $h''_v$ ,  $h'_L$  et  $h'_s$  respectivement, les enthalpies molaires des phases vapeur, liquide et résidu.

En prenant :  $h'_L = h'$  et  $H = h''_y - h'_\varphi$

$$\text{On aboutit à : } Q_B = V' \cdot (\Delta H_{\text{vap}})_S \quad \text{eq.25}$$

### Remarque

On calcule l'enthalpie moyenne de vaporisation au bas de la colonne par la relation:

$$(\Delta H_V)_S = x_S(\Delta H_V)(1) + (1 - x_S)(\Delta H_V)(2) \quad \text{eq.26}$$

Avec : (1) et (2) désignant respectivement, le constituant volatil et le moins volatil.

### L'équation de la droite d'épuisement

À partir du bilan de matière, on trouve :

$$y = \frac{L'}{V'}x - \frac{S}{V'}x_s \quad \text{eq. 27}$$

Sachant que :  $L' = A + R$  et  $V' = V = R + D$

Donc :

$$y = \left(\frac{R + A}{R + D}\right) x - \left(\frac{A - D}{R + D}\right) x_s \quad \text{eq. 28}$$

C'est l'équation de la droite opératoire d'épuisement. Cette équation peut être donnée par sous la forme suivante :

$$y = \left(\frac{T_a + T_R}{T_R + 1}\right) x - \left(\frac{T_a - 1}{T_R + 1}\right) x_s \quad \text{eq. 29}$$

Avec :

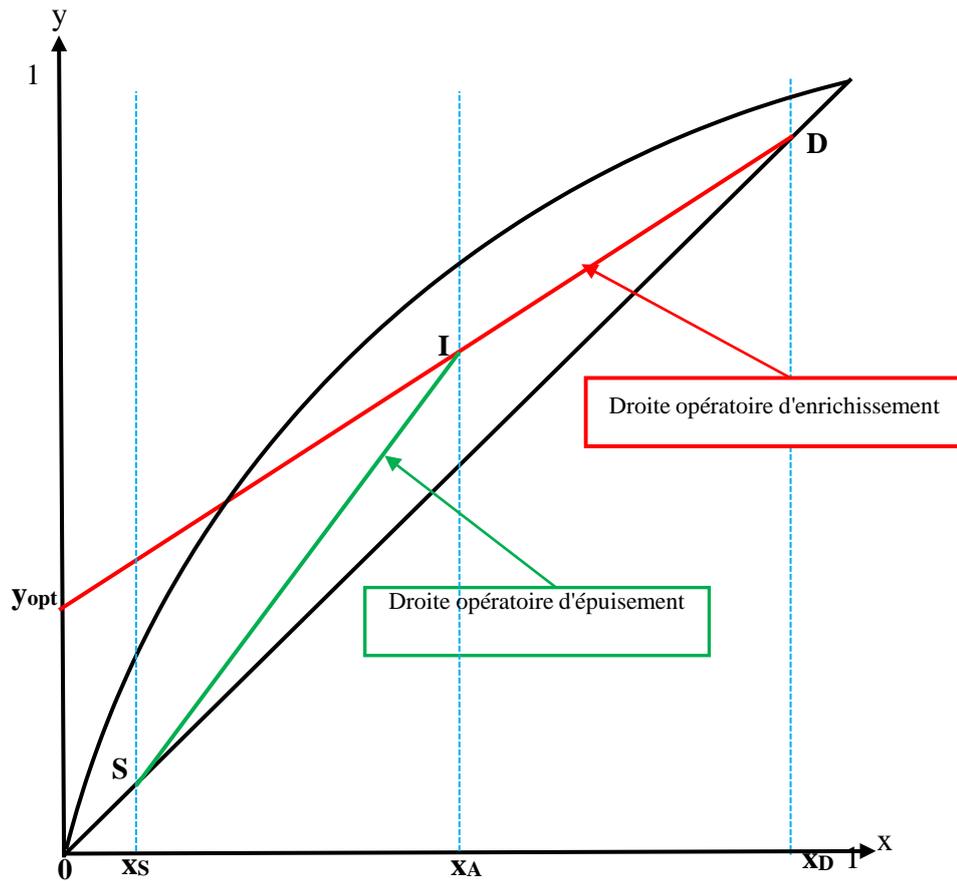
$T_a$  : est le taux d'alimentation =  $A/D$

$T_R$  : est le taux de reflux =  $R/D$

### **Méthodologie de traçage de la droite opératoire d'épuisement**

Sur la courbe d'équilibre :

1. Placer le point I, intersection entre la verticale passant par  $x_A$  et la droite opératoire d'enrichissement ;
2. Placer le point S de coordonnées  $(x_s ; y_s = x_s)$  ;
3. Tracer la droite opératoire passant par S et I. C'est la droite opératoire d'épuisement.

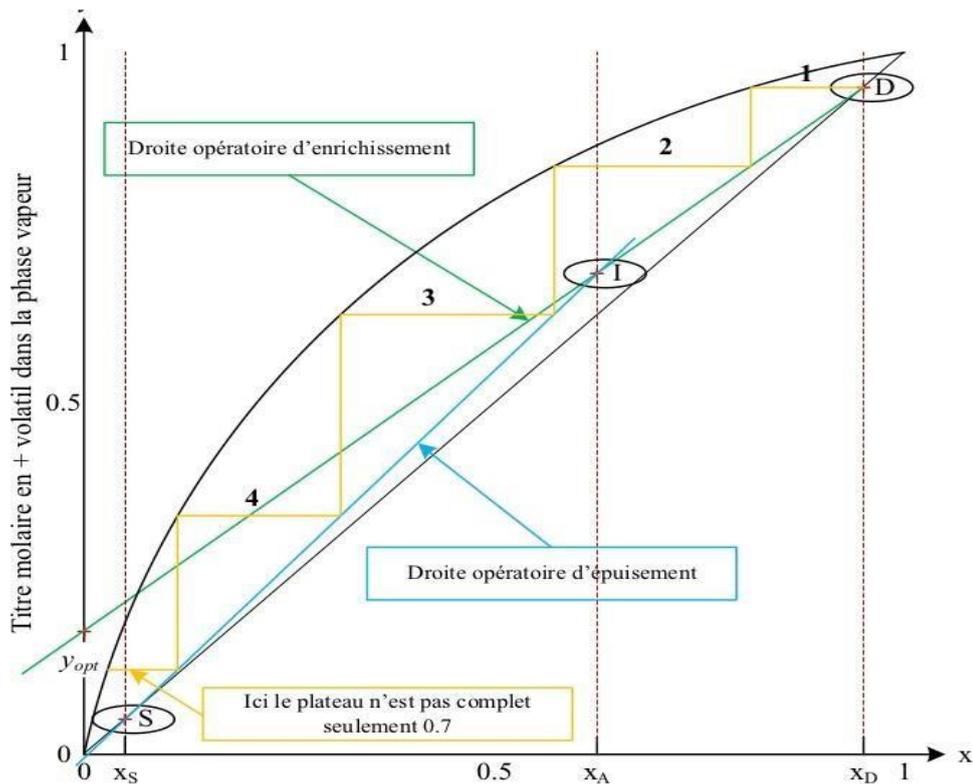


**Figure 10 :** Méthodologie de traçage de la droite opératoire d'épuisement.

- **Méthodologie du calcul du nombre de plateaux**

Sur la courbe d'équilibre :

1. À partir du point D tracer une horizontale allant jusqu'à la courbe d'équilibre ;
2. De ce point tracé une verticale allant jusqu'à la droite opératoire d'enrichissement ;
3. De là tracer une horizontale jusqu'à la courbe d'équilibre ;
4. Continuez ainsi jusqu'à ce qu'une horizontale coupe, la verticale passant par  $x_A$  ;
5. Du point de la courbe d'équilibre tracé une verticale allant jusqu'à la droite opératoire d'épuisement.
6. Continuez ainsi jusqu'à ce qu'une horizontale coupe, la verticale passant par  $x_S$  ;
7. Compter le nombre de plateaux obtenu (nombre de triangle).



**Figure 11** : méthodologie de calcul du nombre de plateau théorique.

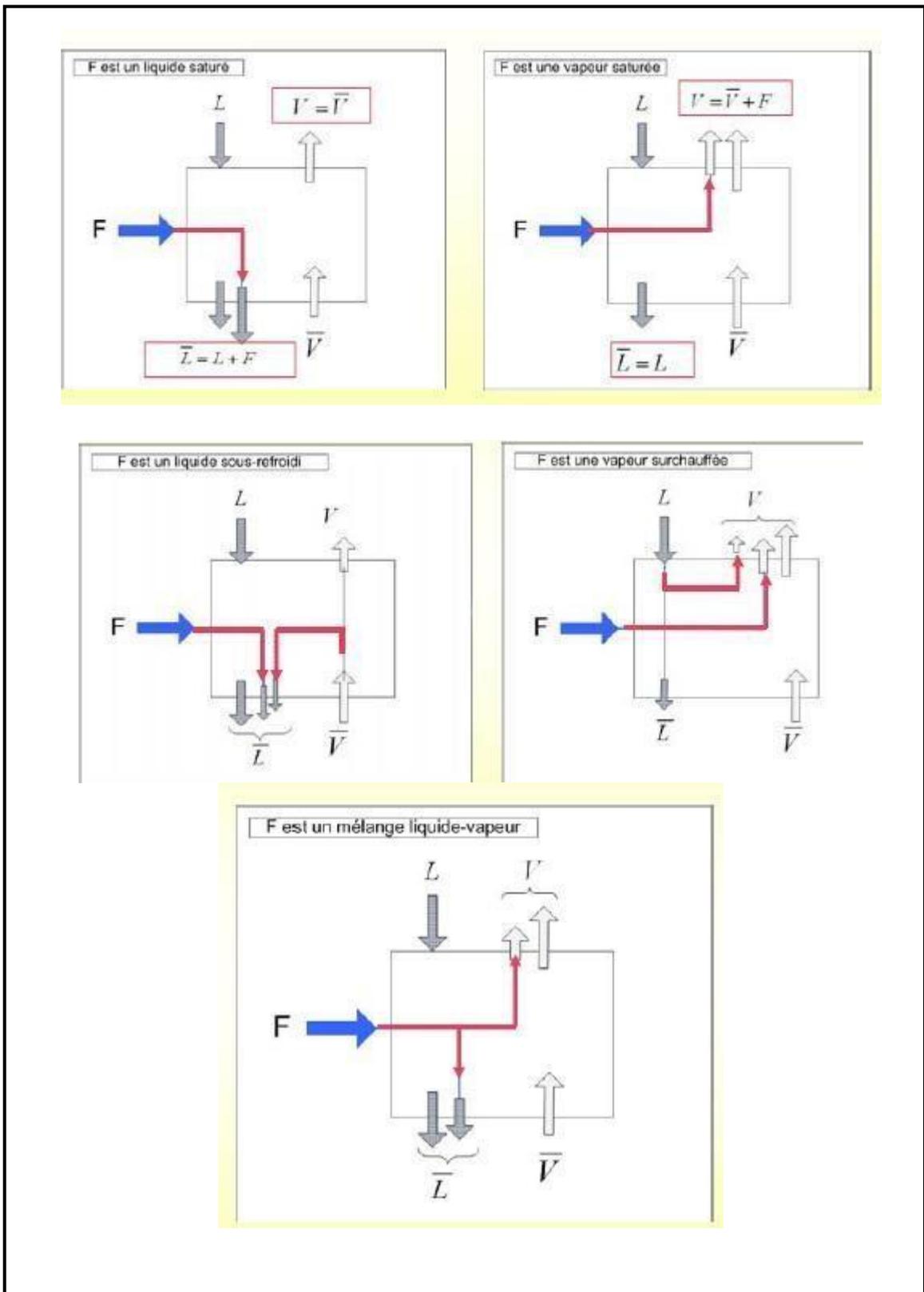
### Remarques

1. Le point d'alimentation doit se trouver au niveau du plateau situé le plus près du point d'intersection des deux droites opératoires.
2. La construction de McCabe et Thiele peut se faire soit à partir du point S, soit à partir du point D. Certains auteurs préconisent de commencer simultanément de D et W, et d'évaluer l'incertitude au niveau du plateau d'alimentation.

### Calcul du nombre de plateaux théorique minimum selon la méthode de Mc Cabe et Theile : cas où $T_A \neq T_{eb}$

#### Bilan sur le plateau d'alimentation

Sur le plateau d'alimentation, la redistribution du courant d'alimentation dépend de ses conditions thermodynamiques par rapport à celles du plateau.



**Figure 12 :** les différents cas de la redistribution du courant d'alimentation sur le plateau d'alimentation.

## La droite de l'alimentation

Considérons les équations des deux droites opératoires et cherchons l'intersection de ces deux droites. Il faut résoudre :

$$y = \frac{L}{V}x + \frac{D}{V}x_D \quad (\text{eq. 30}) \quad \text{et} \quad y = \frac{L'}{V}x - \frac{S}{V}x_B \quad (\text{eq. 31})$$

On multiplie (III.30) par V, (III.31) par V' et on retranche les 2 relations :

$$Vy = Lx + Dx_D ; \quad V'y = L'x - Sx_S \quad \text{eq. 32}$$

$$y(V - V') = x(L - L') + (Dx_D + Sx_S) \quad \text{eq. 33}$$

Sachant que :  $Ax_A = Dx_D + Sx_S$

$$\Rightarrow y(V - V') = x(L - L') + Ax_A$$

$$y = \frac{(L - L')}{(V - V')}x + \frac{A}{(V - V')}x_A \quad \text{eq. 34}$$

Ainsi l'intersection des deux droites vérifie cette dernière l'équation qui est l'équation d'une troisième droite qu'on appelle la droite de l'alimentation.

On introduit alors le coefficient, q, comme caractérisant les variations du débit liquide entre les zones de rectification et d'épuisement. Cette variation va être quantifiée par rapport au débit A. On appelle q, la fraction de A qui descend sous forme liquide :

$$q = \frac{L' - L}{A} - L' = L + qA \quad \text{eq. 35}$$

Bilan sur l'étage d'alimentation :  $A + L + V' = V + L'$

$$\Rightarrow L' - L = A + V' - V$$

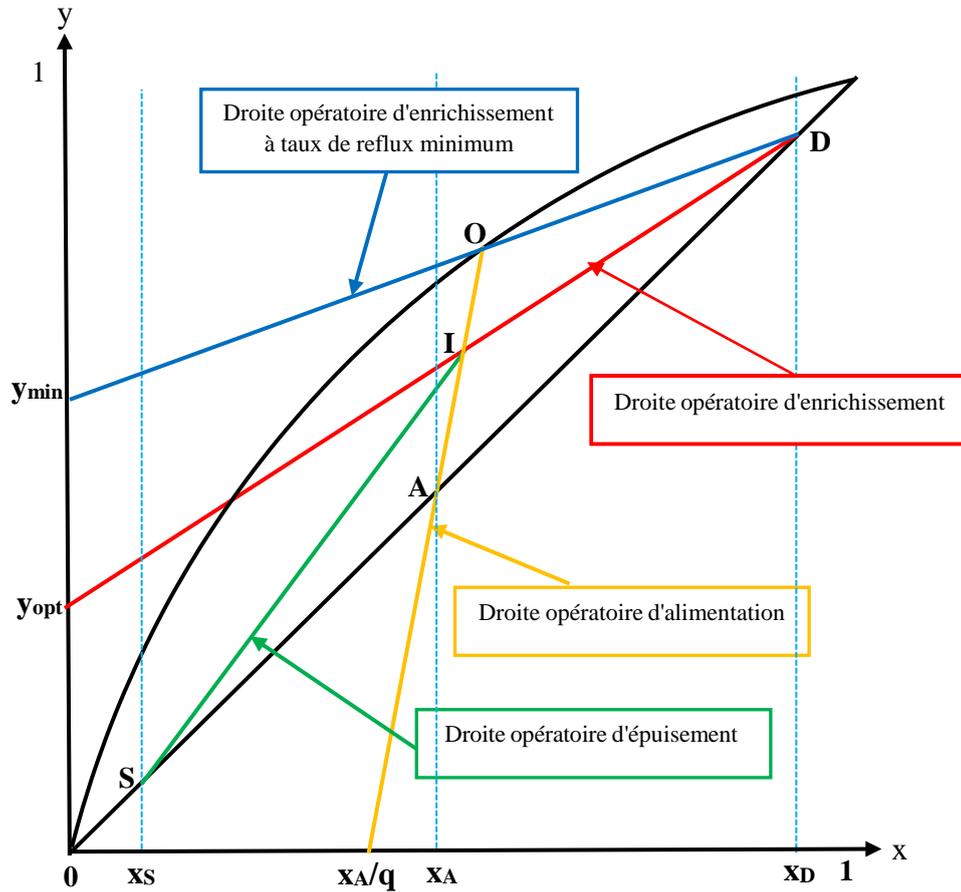
$$\Rightarrow V - V' = (1 - q)A$$

$$\text{Donc : } y = \frac{q}{(q - 1)}x - \frac{x_A}{(q - 1)} \quad \text{eq. 36}$$

Cette droite est très importante dans la rectification, car :

- Elle coupe la courbe d'équilibre et la droite de ( $T_{Rmin}$ ) au point (O).

- Elle coupe la diagonale au point A de coordonnées  $(x_A, x_A)$ .
- Elle coupe l'axe des abscisses au point  $(x_A/q, 0)$ .
- Elle coupe les deux droites de rectification et d'épuisement au point commun I.



**Figure 13** : méthodologie de traçage de la droite d'alimentation.

### Bilan enthalpique sur l'étage d'alimentation

$$Ah'_A + Lh'_L + Vh''_V = L'h'_L + Vh''_V \quad \text{eq. 37}$$

Avec les hypothèses de Lewis, on suppose que :

$$h'_L = h''_L \quad \text{et} \quad h''_V = h'_V$$

L'équation (III.37) devient :

$$Ah'_A + Lh'_L + Vh''_V = L'h'_L + Vh''_V$$

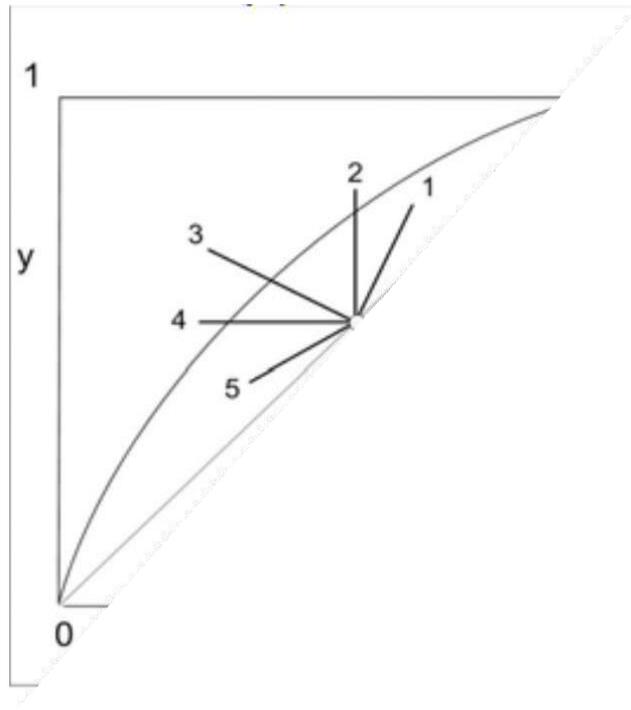
$$Ah'_A = h'_L(L' - L) + h''_V(V - V')$$

$$Ah'_A = h'_L qA + h''_V(1 - q)A$$

$$(h''_V - h'_A) = q(h''_V - h'_L)$$

$$q = \frac{(h''_V - h'_A)}{(h''_V - h'_L)} = 1 + \frac{Cp_A(T_{eb} - T_A)}{\Delta H_{vA}} \quad \text{eq. 38}$$

$T_A$  et  $T_{eb}$  : est la température de l'alimentation et d'ébullition respectivement.



**Figure 14** : les différents états de l'alimentation.

- $q > 1$  (cas 1): l'alimentation est un liquide froid ;
- $q = 1$  (cas 2): l'alimentation est un liquide saturé ;
- $0 < q < 1$  (cas 3): l'alimentation est un mélange liquide – vapeur ;
- $q = 0$  (cas 4): l'alimentation est une vapeur saturée. Le débit molaire de liquide reste constant ;
- $q < 0$  (cas 5): l'alimentation est une vapeur surchauffée.

## Effacité

Un étage théorique ne constitue pas un plateau réel car en réalité les phases qui quittent un plateau ne sont pas en équilibre ; les durées de contact au niveau du plateau pour la surface de contact disponible sont insuffisantes pour que l'équilibre soit atteint.

## Effacité globale (E)

On définit donc une grandeur pour connaître le nombre de plateaux réels à utiliser connaissant le nombre de plateaux théoriques : c'est l'efficacité de relation :

$$E = \frac{NPT}{NPR} \times 100 \quad \text{eq. 39}$$

Avec :

NPR: le nombre de plateaux réel.

E varie généralement entre 0,6 et 0,9.

## Exemple

On retrouve dans un entrepôt d'une raffinerie une vieille colonne à distiller et on identifie qu'elle est composée de 5 plateaux. Afin de déterminer l'efficacité de cette colonne, on l'installe et on l'alimente avec un mélange isopropanol-éthylbenzène dont les données d'équilibre sont les suivantes :

x	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90
y	30	48	67	78	84	88	91	93	94	97

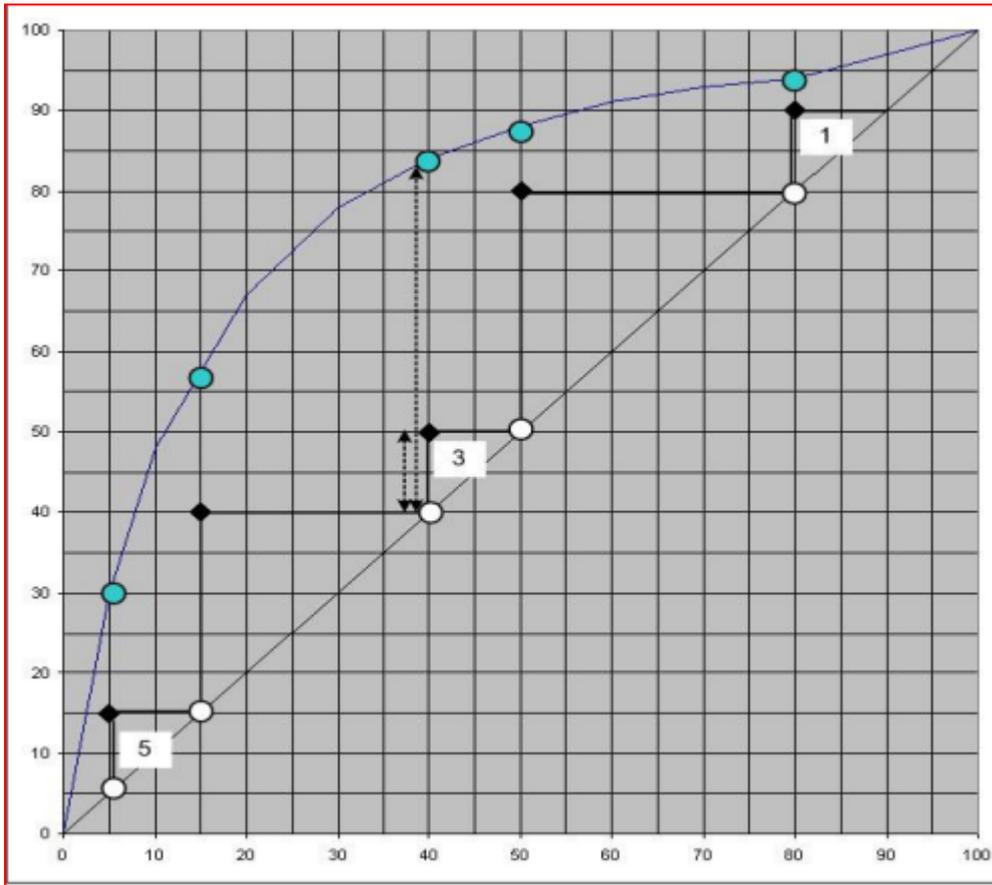
Dans des conditions de reflux total, vous mesurez les concentrations des phases sur chaque plateau et vous obtenez les résultats suivants :

No du plateau	1 (tête)	2	3	4	5 (pied)
x(iso-prop)	0.8	0.5	0.4	0.15	0.05
Y(iso-prop)	0.9	0.8	0.5	0.4	0.15

Déterminer les efficacités en phase vapeur de chaque plateau

### La solution

Tracer la courbe d'équilibre  $Y=f(X)$



On place les points des courants sortant de chaque étage (courbe de pseudo-équilibre) et la construction permet le calcul des efficacités sur chaque étage à l'aide de la relation 3-21 Pour le no 3 par exemple :

$$E_3 = \frac{(50 - 40)}{(84 - 40)} = \frac{10}{44} = 0.23 \quad E_1 = 0.71 \quad E_2 = 0.79 \quad E_4 = 0.60 \quad E_5 = 0.40$$

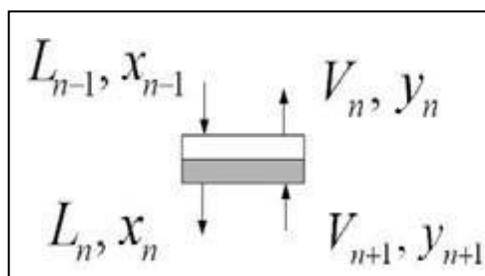
Le plateau 3 est défectueux.

### Efficacité ponctuelle de Murphree

L'efficacité ponctuelle de Murphree se déduit à partir de considérations de transfert de masse; inférieure à 1, elle s'écrit pour la phase gazeuse :

$$E = \frac{y_n - y_{n+1}}{y_n^* - y_{n+1}} \quad \text{eq. 40}$$

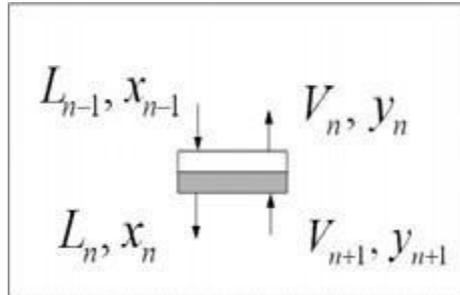
Où  $y_n^*$  est la composition d'une vapeur hypothétique qui serait en équilibre avec le liquide  $L_n(x_n)$ .



De même, on définit l'efficacité de Murphree en phase liquide par :

$$E = \frac{X_n - X_{n-1}}{\frac{X_n^* - X_{n-1}}{n}} \quad \text{eq. 41}$$

Où  $x_n^*$  est la composition de liquide hypothétique qui serait en équilibre avec la vapeur  $V_n$  ( $y_n$ ).



## Calcul du nombre de plateaux théoriques par la méthode de Ponchon-Savarit

### Diagramme de Ponchon-Savarit

Ce diagramme donne la représentation la plus complète de l'équilibre liquide vapeur d'un mélange binaire. Il est constitué essentiellement par les deux courbes donnant les enthalpies du liquide (isobare de rosée) et de la vapeur saturée (isobare d'ébullition) en fonction des teneurs  $x_i$  et  $y_i$ . Les compositions à l'équilibre sont reportées sur ces courbes.

### Méthodologie de traçage du diagramme de Ponchon-Savarit

Pour faciliter le traçage de ces courbes, on tiendra compte des simplifications suivantes :

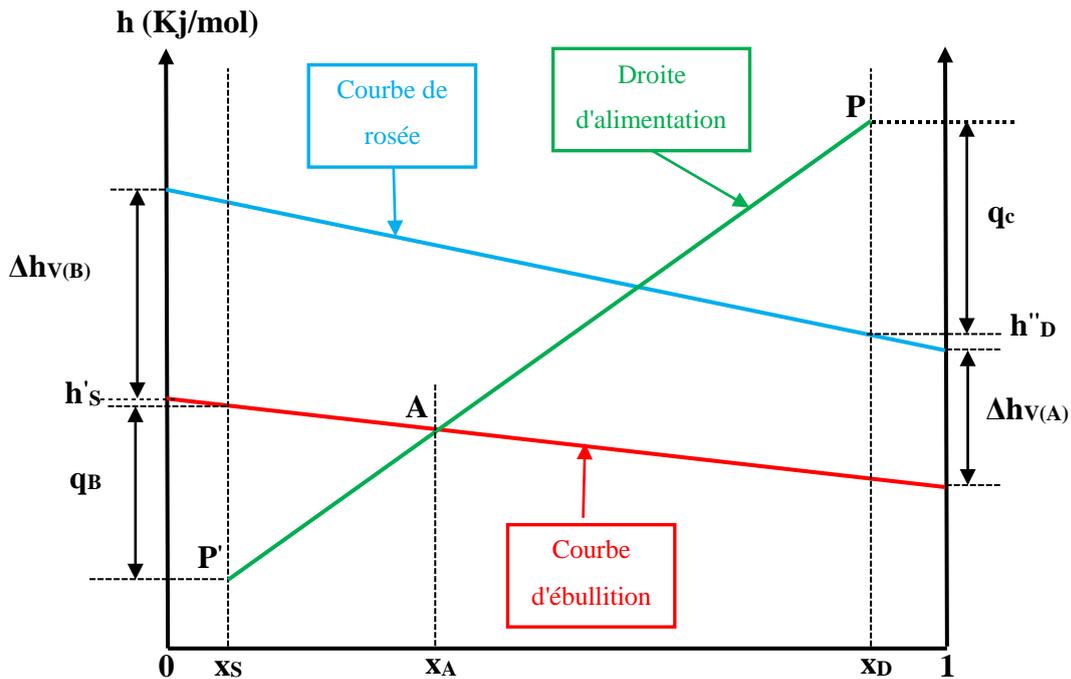
- 1- On suppose que ces deux courbes ont une allure linéaire ;
- 2- On suppose que lorsque  $T = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$ ,  $h = 0 \text{ J/mol}$ , c.à.d. on travaille en  $^\circ\text{C}$  pour les températures, en décalant les enthalpies molaires de  $(273.C_p)$ .

Sur la courbe  $h = f(x / y)$  :

- 1- Tracer la courbe d'ébullition entre les deux points :  $h'_A = C_{PA} * T_{ebA}$  et  $h'_B = C_{PB} * T_{ebB}$  ;

Tracer la courbe de rosée entre les deux points  $h''_A = h'_A + \Delta h_{V(A)}$  et  $h''_B = h'_B + \Delta h_{V(B)}$  ;

- 2- Designer le point  $P(x_s, h'_D + q_C)$  appelé le pôle d'enrichissement, il se situe au dessus de la courbe de rosée :  $q_C = Q_C / D$  ;
- 3- Designer le point  $P'(x_s, h'_s - q_B)$  appelé le pôle de l'épuisement, il se situe au dessous de la courbe de l'ébullition :  $q_B = Q_C / S$  ;
- 4- Tracer la droite d'alimentation en reliant les deux points  $PP'$ .



**Figure 15:** méthodologie de la construction du diagramme de Pochon-Savarit.

### Remarque

- Si l'alimentation entre à sa température d'ébullition, le point (A) se situe sur la courbe d'ébullition.
- Si l'alimentation entre à une température inférieure à la température d'ébullition, le point (A) se situe au dessous de la courbe d'ébullition.

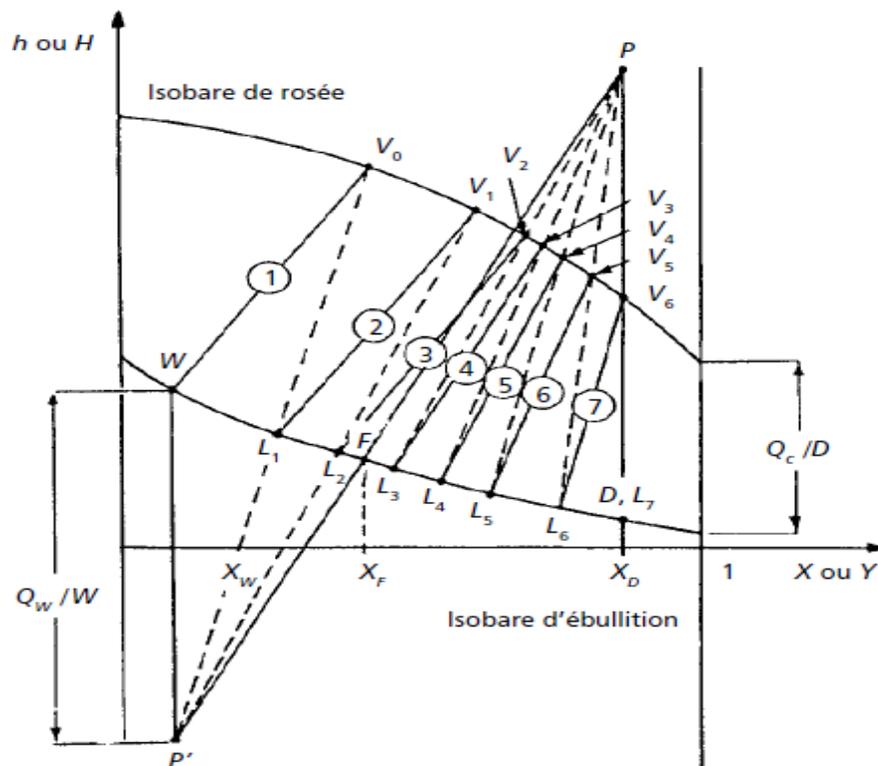
### Méthodologie du calcul du nombre de plateau théoriques

Sur ce diagramme, un plateau théorique est représenté par une droite de conjugaison (isotherme) joignant un point de la courbe  $h$  d'abscisse  $X_i$  (courbe de  $L_i$ ) avec un point de la courbe  $h$  d'abscisse  $Y_i$  (courbe de  $V_i$ ), ces points étant obtenus au moyen de la courbe d'équilibre. Les droites reliant les points représentant, d'une part dans la section de rectification, et d'autre part dans la section d'épuisement, les  $X_i$  et les  $Y_{i-1}$ , sont concourantes.

On porte sur l'isobare de rosée la valeur de  $Y_S$  (ou  $Y_0$ ) et on trace la droite  $X_S Y_S$  (isotherme) qui représente le premier plateau. On rejoint ensuite  $Y_S$  à  $P'$  et l'intersection de cette droite avec la courbe  $h$  donne le point  $X_1$ , composition du liquide s'écoulant du premier plateau. De  $X_1$  on rejoint  $Y_1, L_1$  ce qui donne le deuxième plateau et ainsi de suite.

Lorsque la droite PF coupe une isotherme, on passe du tronçon d'épuisement au tronçon de rectification, la construction se continuant en se servant du point P. Le dernier isotherme sera tracé lorsqu'il arrive au point  $X_D$  ou le dépasse.

Le décompte d'isothermes donne le nombre de plateaux théoriques (ici l'opération envisagée nécessite sept plateaux théoriques: quatre plateau de rectification, un plateau d'alimentation et deux plateaux d'épuisement).



**Figure III.15** : méthodologie du calcul du nombre de plateaux théoriques par le diagramme Ponchon-Savarit.

### Détermination du nombre de plateaux par le calcul

Il est possible de calculer le nombre de plateaux théoriques que doit avoir une colonne pour réaliser une séparation donnée, lorsqu'on opère à reflux total et que la volatilité  $\alpha$  des constituants du mélange en cause peut être considérée comme constante pendant la durée de l'opération.

## La formule de Fenske

La formule de Fenske permet de déterminer le nombre minimal de plateau  $N_{min}$  (bouilleur compris), à taux de reflux infini.

$$n = \frac{1}{\ln \alpha_{min}} \ln \left[ \left( \frac{x_D}{1 - x_D} \right) \left( \frac{1 - x_S}{x_S} \right) \right] \quad \text{eq. 42}$$

$\alpha_{min}$  : la volatilité moyenne de A par rapport à B dans la colonne.

## Nombre de plateaux théoriques par la corrélation de Gilliland

Gilliland propose une corrélation empirique unique, entre le nombre d'étages théoriques  $N$  et le taux de reflux  $T_R$ .

$$\frac{N - N_{min}}{N + 1} = \frac{T_R - T_{Rmin}}{T_R + 1} \quad \text{eq. 43}$$

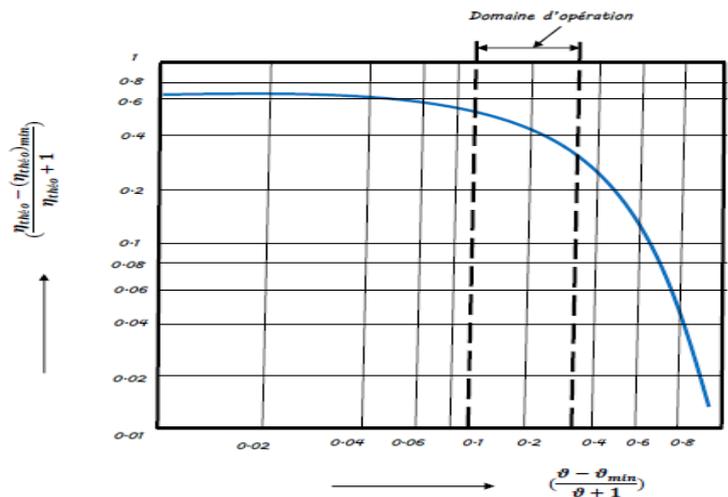


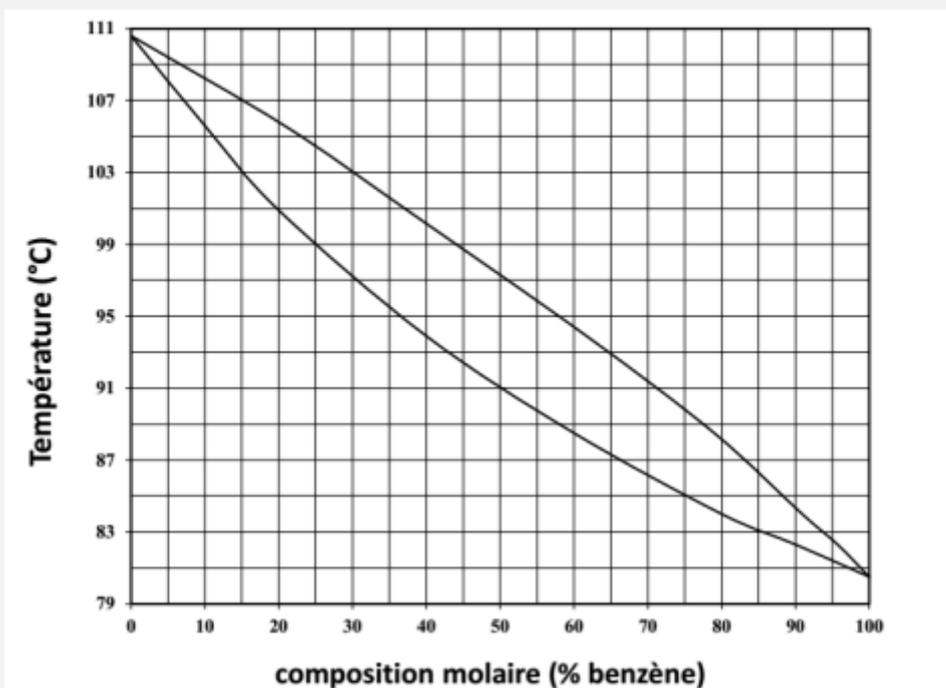
Figure 17 : diagramme de Gilliland.

### Exercice 1

Indiquer les noms des deux courbes tracées.

- Déterminer les températures d'ébullition du benzène et du toluène et préciser lequel de ces deux composés est le plus volatil.
- Déterminer la température d'ébullition d'un mélange dont la fraction molaire en benzène est de 0,35. En déduire la composition des premières vapeurs obtenues.
- La température d'ébullition d'un mélange benzène – toluène est de 85 °C. Quelle est la composition molaire en toluène de ce mélange ?
- Quelle est la température d'ébullition d'un mélange benzène – toluène dont la composition massique en toluène est de 70 % ? Données :  $M_{\text{toluène}} = 92 \text{ g.mol}^{-1}$   $M_{\text{benzène}} = 78 \text{ g.mol}^{-1}$

DOCUMENT : diagramme binaire isobare benzène – toluène établi à la pression atmosphérique



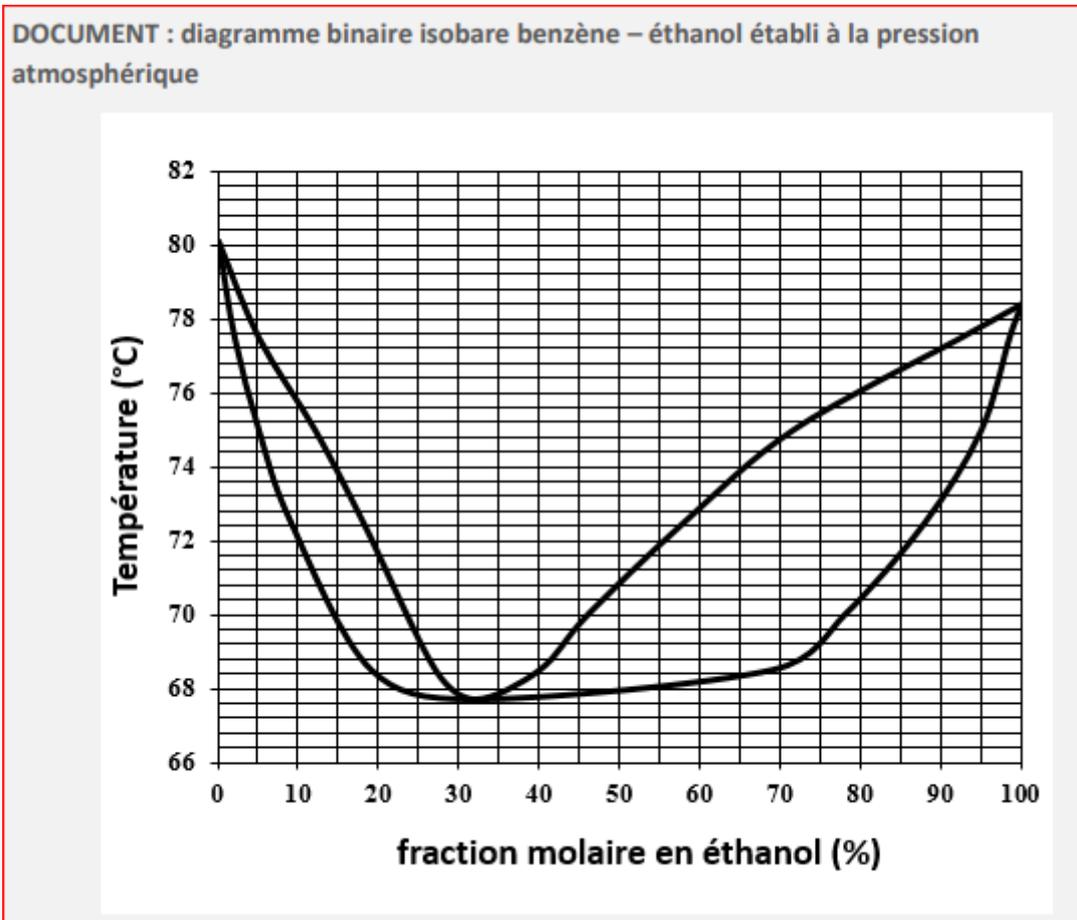
### Exercice 2

- Indiquer les noms des portions de courbes tracées.
- Déterminer les températures d'ébullition du benzène et de l'éthanol.
- Indiquer le nom du mélange binaire correspondant à une composition molaire d'environ 68 % en benzène.
- Déterminer la température d'ébullition d'un mélange dont la fraction molaire en éthanol

est de 0,05. En déduire la composition des premières vapeurs obtenues.

5. Déterminer la température d'ébullition d'un mélange dont la fraction molaire en benzène est de

0,10. En déduire la composition des premières vapeurs obtenues.



### Exercice 3 :

1/ On considère 1 kg de mélange contenant 40% d'eau, 20% d'acide acétique, et 40% d'éther isopropylique.

- a- Représenter sur le diagramme ternaire le point M représentatif du mélange.
- b- Déterminer les noms, les masses et les compositions des phases obtenues à l'équilibre.

2/ On traite dans une ampoule à décanter 100g d'un mélange eau - acide acétique à 10% massique en acide, par 270 g d'éther isopropylique.

- a- Trouver les masses et compositions de l'extrait et du raffinat en utilisant le diagramme triangulaire.
- c- Calculer le rendement de l'extraction réalisée.

**Les Données :** le Diagramme triangulaire de mélange ternaire (Eau - Acide acétique – Ether isopropylique) est donné :

**Données d'équilibre ( $\rightleftharpoons$ ) :**

Equilibre eau - acide acétique - éther isopropylique					
Données expérimentales en titres massiques (%)					
Phase aqueuse			Phase organique		
titre eau	titreacideac étique	titreétherisopr opylique	titre eau	titreacideac étique	titreétherisopr opylique
98.1	0.7	1.2	0.5	0.2	99.3
91.7	6.4	1.9	1	1.9	97.1
84.4	13.3	2.3	1.9	4.8	93.3
71.1	24.5	3.4	3.9	11.4	84.7
58.9	36.7	4.4	6.9	21.6	71.5
45.1	44.3	10.6	10.8	31.1	58.1
37.1	46.4	16.5	15.1	36.2	48.7

### Exercice 4

On relève sur la colonne de rectification continue d'un mélange binaire propanol-1-Isopropanol, les conditions opératoires suivantes:

<b>Y</b>	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1
<b>X</b>	0	0.06	0.12	0.19	0.27	0.36	0.45	0.57	0.69	0.83	1

On donne : Débit d'alimentation  $A=5000\text{g}\cdot\text{h}^{-1}$ , titre molaire en isopropanol de l'alimentation  $x_A^{\text{mol}}=30\%$ , titre molaire du distillat  $x_D^{\text{mol}}=60\%$ , titre molaire du résidu  $x_R^{\text{mol}}=10\%$  et volatilité relative est égale à 1,8.

- 1°) Tracer sur un papier millimétrique la courbe d'équilibre liquide-vapeur de ce mélange.
- 2°) Déterminer le nombre d'étage minimum pour réaliser cette séparation
- 3°) Confirmer votre résultat par un calcul analytique.

4°) Déterminer le taux de reflux minimum pour réaliser cette séparation.

5°) Pour le taux de reflux appliqué de **1.4** , déterminer les débits de distillat et résidu D et R ,le NET et le plateau d'alimentation.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

---

## Références bibliographiques

1. Stéphane Bostyn, Olivier Chedeville and Henri Fauduet , Génie chimique et des procédés Procédés de séparation et de réaction 2019
2. Emilian Koller , Aide-mémoire , Génie chimique 4<sup>ème</sup> Edition 2013
3. Sellami Mohamed Hassen , Distillation et rectification (cours et exercices), 2015
4. Laouedj Nadja, cours opération unitaire , université Mohamed Boudiaf 2018
5. Jean Charles Cicile, distillation. absorption étude pratique , l'institut du génie chimique de Toulouse, techniques de l'ingénieur J2610
6. Bernard P.A. Grandjean, cours : distillation & extraction volume 1, université Laval , Québec, Canada, 2013

### Pages et sites web :

<http://chimie.sup.pagesperso-orange.fr/extraction-liquide.htm>

<https://docs.google.com/viewerng/viewer?url=http://www.grandjean-bpa.com/distil/dist-chap9.pdf>

<http://www.grandjean-bpa.com/distil/dist-chap10.pdf>

<https://www.universalis.fr/encyclopedie/distillation/>

<http://www.phywe.fr/786/apg/267/pid/26680/Rectification:-nombre-de-plateaux-theoriques-dune-colonne-de-distillation.htm>

<http://www.grandjean-bpa.com/distil/DistillationExtraction-V1.pdf>

<https://www.grandjean-bpa.com/distil/DistillationExtraction-V2.pdf>

<http://www.vaucanson.org/php5/Accueil/index.php/comment-adapter-le-four-solaire-a-la-l-hydrodistillation/698-les-techniques-de-distillation>

<https://spcl.ac->

[http://montpellier.fr/moodle/pluginfile.php/3365/mod\\_resource/content/8/Fiche%20extraction.pdf](http://montpellier.fr/moodle/pluginfile.php/3365/mod_resource/content/8/Fiche%20extraction.pdf)

[https://www.gunt.de/images/download/extraction\\_french.pdf](https://www.gunt.de/images/download/extraction_french.pdf)