

OPERATIONS UNITAIRES

SUPPORT DU COURS

**Niveau 3^{ème} Année Licence
en génie des procédés**

Enseignant : Dr. SAKRI ADEL

UNIVERSITE DE BISKRA

ANNEE UNIVERSITAIRE 2018/2019

SOMMAIRE

Sommaire 1

Chapitre 1 :

Généralités sur les opérations unitaires

1- Introduction	1
II-Quelques types des opérations unitaires	1
II-1 Absorption	1
a- Définition	1
b- Types d'absorption	1
1- Absorption physique	1
• Applications de l'absorption physique	1
2- Absorption avec réaction chimique	2
• Applications de l'absorption avec réaction chimique	2
c- Choix du solvant d'absorption	2
II-2 Extraction	4
a- Définition	4
b- Choix d'un système industriel d'extraction liquide-liquide	4
c- Choix du solvant	4
d- Classification des équipements industriels pour l'extraction liquide-liquide	4
e- Economie des procédés d'extraction liquide-liquide	5
f- Applications industrielles	5
II-3 Adsorption	6
a- Définition	6
b- Types d'adsorption	7
1- Physisorption	7
2- Chimisorption	7
3- Persorption	8
c- Applications	8
II-4 Distillation	8
a- Définition	8
b- Rectification	9

Chapitre 2 :

Absorption et strippage

1- Equilibre liquide-gaz	11
a- Calcul et Bilan	13
b- Concept d'étage théorique	14
c- Méthode de Mac Cabe et Thiele	14
2- Stripping	15
a- Stripping des solutions aqueuses	15
b- Stripping par un gaz incondensable	16
3- Absorption discontinue	17
4- Stripping discontinu	17

Chapitre 3 :

Extraction Liquide – Liquide

1- Introduction	18
2- Système à trois constituants	18
a- Diagramme ternaire	18
a-1 Détermination de la composition d'un mélange ternaire	18
a-2 Détermination de la masse de solvant pour une composition donnée de l'extrait	21

a-3 Détermination Nombre de plateaux théoriques (méthode graphique)	22
---------------------------------------------------------------------	----

Chapitre 4 :

Extraction liquide-solide

1- Définitions	23
2- Applications industrielles d'extraction solide-liquide	24
3- Mécanisme d'extraction : étapes du transfert de matière	24
4- Diagramme de jancsek	25
5- Coefficient de partage ou de distribution	26
6- Extraction à contre-courants	27
6-1 Le principe	27
6-2 Calcul et bilans	28
6-3 Existence d'un pôle P	29
7- Extraction à courants croisés	30

Chapitre 5 :

Distillation

1- Distillation d'un mélange binaire	31
2- Rectification continue	32
3- Calcul et Bilans	33
4- Détermination du nombre des plateaux théoriques minimale	33
4-a La méthode graphique McCabe et Thiele	33
4-a-1 Hypothèses	33
4-a-2 Détermination du nombre des plateaux théorique	34
1- Etude de la section d'enrichissement	34
2- Etude de la section d'épuisement	35
3- Intersection entre les deux droites	36
4- Equation de la droite d'alimentation	36
5- influence de l'alimentation	36
6- Influence du taux de reflux sur le nombre des plateaux	37
7- Calcul de l'efficacité d'une colonne de rectification : (McCabe et Thiele)	38
a) Efficacité globale	38
b) Efficacité de Murphy	38
4-b La méthode graphique de Ponchon -Savarit	39
1- Diagramme enthalpie-concentration	39
2- Bilans matière et bilans enthalpiques sur une colonne	40
3- Principe de la construction de Ponchon-Savarit sur le diagramme (h-H) / (x-y)	41
4- Nombre minimum de plateaux	45
Bibliographie	46

Chapitre I : Généralités sur les opérations unitaires

I- Introduction :

Un procédé de production dans l'industrie chimique peut être contenir une succession d'opérations qui constituent ses étapes élémentaires. On distingue généralement les réacteurs (le cœur de la production) 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 résultant. La maîtrise de ces opérations unitaires est essentielle pour l'optimisation technico-économiques de la production.

II- Quelques types des opérations unitaires :

II-1 Absorption:

a- Définition:

Il s'agit d'un transfert de matière entre deux phases (gazeuse et liquide), cette dernière (la phase liquide) étant constituée d'un corps pur ou d'un mélange de plusieurs substances (solvant). le soluté qui est en transfert et le diluant représenté par un gaz porteur inerte. La désorption est l'opération inverse de l'absorption.

Généralement l'absorption est utilisée pour la purification des gaz, ou bien pour la séparation de mélanges gazeux. Le composé dissous peut être récupéré par distillation, et le solvant pour des considérations économiques doit être recyclé.

b- Types d'absorption :

1- Absorption peut être purement physique :

Le phénomène ne dépend que des équilibres liquide-vapeur comme dans la distillation, exemple le cas de l'absorption des hydrocarbures légers dans un solvant constitué par des hydrocarbures moins volatils.

- **Applications de l'absorption physique:**

L'utilisation du processus d'absorption physique est préférée dans les cas suivants :

- le mélange gazeux 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.

2- Absorption avec réaction chimique :

assez courante dans l'industrie, la réaction chimique d'un ou de plusieurs constituants du mélange gazeux peut se produire avec le solvant exemple : l'absorption du chlore par de l'eau ou avec un soluté dissous dans le solvant comme l'absorption de CO₂ et de H₂S par de l'eau.

Les absorptions avec réaction chimique nécessitent toujours une désorption par stripping à la vapeur ou par distillation, dont le coût peut devenir prohibitif dans certains cas.

• Applications de l'absorption avec réaction chimique:

L'absorption par réaction chimique est préférée pour :

- 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.

c- Choix du solvant d'absorption :

Les critères du choix d'un absorbant :

- un taux d'absorption élevé;
- moins volatile;
- un solvant moins visqueux est préféré dans le but d'éviter l'engorgement et la chute de pression dans le dispositif de pompage;
- la résistance à la corrosion, afin d'éviter des matériaux très chers;
- non inflammables, moins toxiques et chimiquement stables;
- un prix moins élevé.
- sa possibilité de récupération.

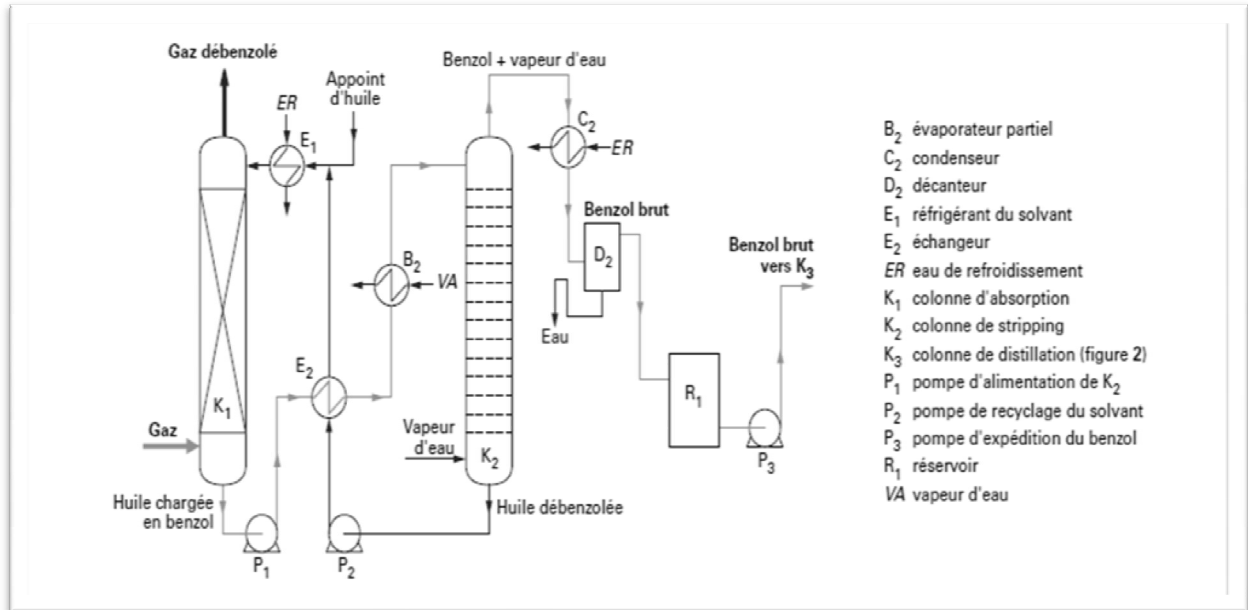


Fig.1 débenzologie de gaz de four à coke

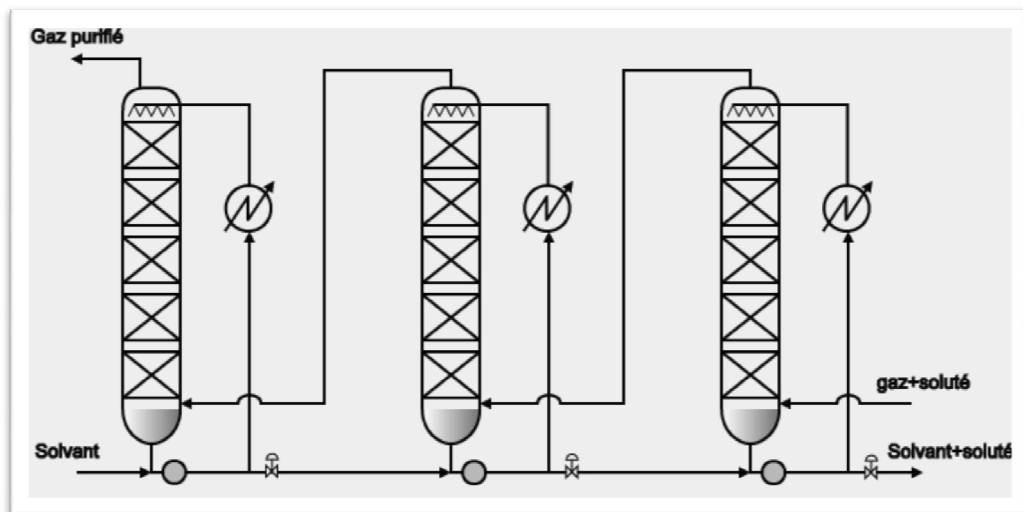


Fig.2 Trois colonnes d'absorption à recirculation, montées en séries à contre-courant

réfrigérant sur chaque ligne de recirculation

appoint solvant frais et sortie gaz purifié sur la colonne n°1

sortie absorbant et alimentation gaz riche sur la colonne n°3

II-2 Extraction:

a- Définition : L'extraction liquide-liquide est une opération qui permet la séparation d'un ou plusieurs constituants par l'utilisation de leur distribution inégale dans deux liquides pratiquement non-miscibles.

Généralement on met en contact **la solution d'alimentation**, contenant les constituants à séparer (**solutés**) avec un autre solvant qui extrait préférentiellement un ou plusieurs des solutés. Le solvant qui contient alors le ou les solutés est désigné sous le terme **d'extrait**, la solution d'alimentation ayant perdu la majeure partie de ces mêmes constituants est appelé **raffinat**.

Le principe de l'extraction liquide-liquide est simple, mais sa mise en place est assez complexe à cause du choix successive du soluté, le système liquide-liquide, le procédé et enfin l'appareil pour assurer les meilleures performances.

b- Choix d'un système industriel d'extraction liquide-liquide :

L'extraction peut se diviser en trois étapes :

- **l'extraction du soluté** par un solvant contenant l'agent de la séparation.
- **le lavage par reflux** pour ré-extraire les impuretés du solvant.
- **la récupération des composés** de l'extrait (solvant et soluté purs), elle peut être faite par une nouvelle extraction liquide-liquide ou par cristallisation, précipitation ou complexations chimiques.

c- Choix du solvant est primordial et très complexe, en effet celui-ci doit satisfaire différentes conditions : avoir une forte capacité d'extraction, une grande sélectivité, des caractéristiques physico-chimiques permettant une récupération à la fois facile du soluté et du solvant, une solubilité négligeable dans le raffinat, être stable chimiquement etc ...

d- Classification des équipements industriels pour l'extraction liquide-liquide :

On distingue trois classes d'appareils d'extraction liquide-liquide :

- **les mélangeurs-décanteurs** : constitués d'une chambre de mélange suivie d'une chambre de décantation. sont caractérisés par une efficacité élevée, une

extrapolation fiable et une grande flexibilité, mais Leurs inconvénients majeurs sont: le coût par étage, le temps de séjour, la taille de l'installation.

- **Les extracteurs-colonnes** : la circulation est due à la différence de densité entre la phase lourde (introduite en haut de colonne) et la phase basse (introduite en bas de colonne).
- **Les extracteurs centrifuges** : peuvent être de deux types soit **à étage** où le mélangeur et décanteur sont regroupés, ou bien **différentiels continus** où les phases circulent à contre-courant dans des garnissages variés.

e- Economie des procédés d'extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est une opération fondamentale à faible coût direct. L'application de cette opération nécessite une étude préalable d'optimisation. Les facteurs suivants sont favorables :

- une forte concentration du soluté à extraire
- le choix dans un mélange à séparer du soluté minoritaire (coût d'extraction d'une mole constant pour un système donné)
- la récupération des sous-produits d'un autre procédé qui fournit des matières premières à bas prix (cas de l'uranium sud-africain extrait des résidus aurifères)

f- Applications industrielles

L'extraction liquide-liquide est beaucoup plus appliquée à la production de l'acide phosphorique très pur, du brome, du nitrate de potassium, et des acides nitrofluorhydriques.

Les applications sont aussi nombreuses et importantes tant au point de vue quantitatif (pétrochimie) que qualitatif (industries alimentaires et pharmaceutique, récupération des polluants dans des effluents d'usine) en chimie organique, parmi les nombreuses applications, on peut citer :

- le raffinage du kérosène;
- la récupération de l'acide acétique de ses solutions aqueuses;
- la préparation des antibiotiques;

- la production de zirconium, hafnium et niobium;
- la séparation du lithium d'autres métaux.

II-3 Adsorption:

a- **Définition:** L'opération unitaire **l'adsorption** est l'accumulation (concentration), à la surface d'un solide (ou d'un liquide) soumis à une atmosphère gazeuse, d'ions, molécules et particules colloïdales provenant de la phase vapeur et qui modifient les propriétés physiques et chimiques de l'adsorbant. L'espèce adsorbée est **l'adsorbat** et la surface adsorbante est **l'adsorbant**.

Les trois modes classiques de l'adsorption sont :

- L'adsorption d'un gaz pur par un adsorbant, ce qui se manifeste par la chute de pression du gaz mis en contact de l'adsorbant.
- L'adsorption d'un mélange gazeux binaire A + B; si B n'est pas adsorbable, l'adsorption du constituant A est la même que s'il était seul à une pression égale à sa pression partielle. Dans le cas où A et B peuvent être adsorbés, on doit tenir compte de 3 paramètres; en supposant la pression et la température constantes, l'adsorption sera fonction de la composition de la phase gazeuse.
- L'adsorption d'un mélange liquide; utilisable sur le plan pratique dans le cas des mélanges présentant un phénomène d'adsorption préférentielle.

Les surfaces (ou interfaces) adsorbantes sont liquide-gaz, liquide-liquide (émulsions), solide-liquide et solide-gaz.

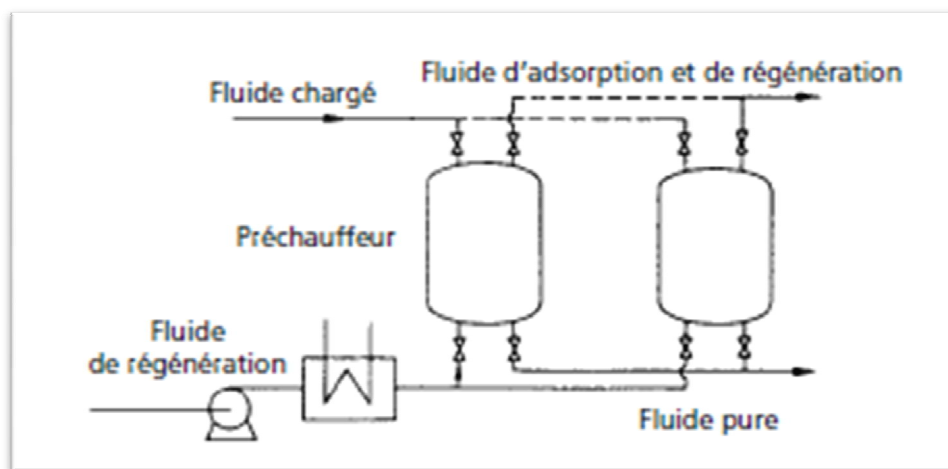


Fig.3 Installation d'adsorption avec deux appareils en adsorption et en régénération.

b- Types d'adsorption:

D'un point de vue thermodynamique, l'adsorption gaz-solide s'effectue à pression et température constantes; il lui correspond en général une diminution d'enthalpie : elle s'accompagne d'un certain dégagement de chaleur (l'énergie d'adsorption). La valeur variable de cette énergie a amené à distinguer deux formes tout à fait différentes d'adsorption.

1- Physisorption

Adsorption type physique, se produit lorsque les forces qui fixent l'adsorbat dans une couche mono ou multimoléculaire à la surface de l'adsorbant sont du même ordre que les **forces de Van der Waals**. Ce type d'adsorption se caractérise par :

- la rapidité dans l'établissement de l'équilibre (dépendant de la température, concentration et pression) entre la phase adsorbée et la phase fluide. Si, parfois, l'équilibre n'est atteint qu'au bout d'un temps plus ou moins long, on admet que cela vient du fait que l'adsorption superficielle est accompagnée d'autres phénomènes sont: dissolution du gaz dans les solides et condensation capillaire dans les pores. On la désigne parfois sous le nom de **sorption**;
- la réduction de la capacité d'adsorption avec l'augmentation de la température;
- une chaleur d'adsorption sensiblement du même ordre que la chaleur de liquéfaction du gaz adsorbé;
- une réversibilité relativement facile.

2- Chimisorption

C'est une adsorption du type chimique, qui résulte des forces de liaison de nature chimique (nettement supérieures aux forces de Van der Waals) avec mise en commun ou transfert d'électrons; il y a donc des ruptures et des créations de liaisons chimiques en surface entre le réactif et les sites actifs de l'adsorbant.

La chimisorption se caractérise par :

- un équilibre long à atteindre entre la phase adsorbée et le milieu fluide;
- une augmentation de la quantité de matière adsorbée avec la température;
- une chaleur dégagée durant l'adsorption comparable aux chaleurs de réaction (de 40 à 100 kJ/mol), environ 10 fois supérieures à l'adsorption physique;

- la non-réversibilité;
- une spécificité marquée, dans le sens que sur un adsorbant déterminé se fixent certains adsorbats (propriété utilisée par la catalyse hétérogène). Quand les conditions s'y prêtent, l'adsorption chimique peut assez souvent se superposer à l'adsorption physique.

3- Persorption

Est un cas particulier de l'adsorption chimique. Certaines molécules d'une substance sont retenues dans les canaux du réseau cristallographique de l'adsorbant jouant ainsi le rôle d'un tamis moléculaire. Par exemple, les aluminosilicates qui retiennent par persorption l'eau, le méthanol, etc.

c- Applications

Parmi les applications, on a :

- le séchage, purification et désodorisation des gaz;
- le raffinage des produits pétroliers;
- la catalyse de contact;
- la déshumidification et la désodorisation de l'air;
- la récupération des solvants volatils et de l'alcool dans le processus de fermentation;
- la décoloration des liquides;
- la chromatographie gazeuse (méthode de fractionnement basée sur les différences de vitesse d'adsorption de substances différentes, sur un adsorbant donné).

II-4 Distillation:

a- Définition:

La distillation est une opération unitaire permettant de séparer les mélanges de liquides. On utilise pour la séparation les différentes volatilités des composants du mélange. Le terme volatilité signifie la tendance que présente une matière à passer de la phase liquide à la phase gazeuse. L'acétone, l'alcool et l'essence sont des exemples de liquides facilement volatils.

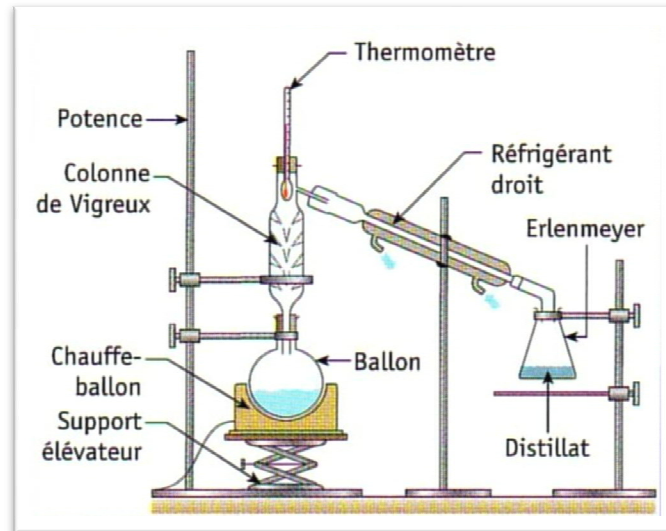


Fig.4 la distillation

Pour obtenir la séparation, le mélange de liquides est porté à ébullition. La phase vapeur obtenue présente plusieurs composants. Cette phase s'enrichit en composés les plus volatils. La phase vapeur est séparée de la phase liquide et est condensée (distillat). Les composés les moins facilement volatils restent quant à eux en majorité dans la phase liquide.

Pour réaliser des séparations poussées (obtention des constituants à des degrés de pureté élevée, en particulier lorsque ceux-ci ont des volatilités voisines), on a souvent recours à la rectification.

b- rectification:

Est une technique qui utilise une distillation répétée dans une colonne de manière à provoquer des échanges entre les phases vapeur montant et liquide refluant dans la colonne. La rectification consiste en un échange de matière entre une phase liquide et une phase vapeur circulant à contre-courant dans une colonne destinée à la mise en contact des deux phases.

La différence entre un fonctionnement en continu et en discontinu réside dans le fait que la composition du mélange chargé dans le bouilleur (chaudière) varie avec le temps en raison de l'évacuation progressive du composant volatil.

La distillation est une opération qui peut s'effectuer sous des pressions extrêmement différentes. Elle se déroule sous pression lorsque la charge traitée est très volatile. L'augmentation de la pression provoque l'augmentation de la température de rosée, la

vapeur peut alors être condensée par de l'eau. On fera appel à la distillation sous vide lorsqu'on aura à distiller un mélange contenant soit des produits fort peu volatils, soit des produits instables thermiquement.

Parmi les innombrables applications de la distillation, il faut souligner que cette opération est à la base du raffinage des pétroles bruts.

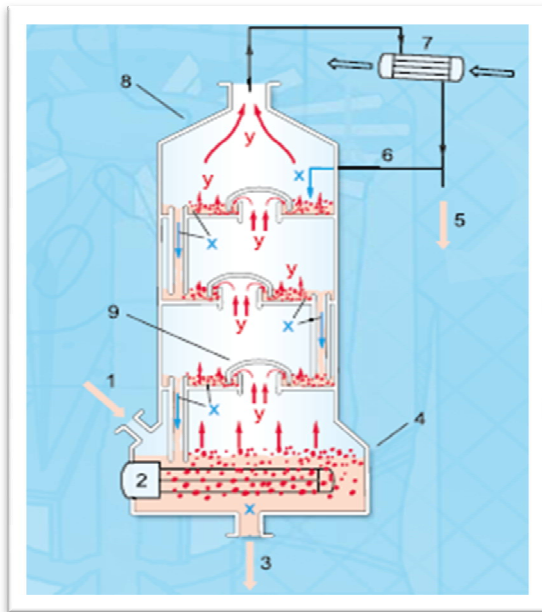


Fig.5 Représentation simplifiée d'une colonne de rectification
 1 alimentation, 2 chauffage du bas de colonne, 3 produit de bas de colonne, 4 bas de colonne, 5 produit de tête, 6 reflux, 7 condenseur, 8 tête de colonne, 9 plateau d'échange (ici: plateau à cloches);
 x phase liquide, y phase gazeuse

Chapitre II : Absorption et stripage

I- Equilibre liquide-gaz

Dans un système gaz-liquide sont en contact il s'établit un équilibre qui dépend de la nature des phases en contact, de la température et de la pression. Le gaz se dissout dans le liquide jusqu'à ce que la concentration d'équilibre soit atteinte; si la concentration de gaz dissous dans le liquide est supérieure à celle d'équilibre, l'excès de gaz passe en phase gazeuse.

Ainsi pour un certain gaz en contact avec un liquide, la concentration à l'équilibre est une fonction de la pression et de la température :

$$C = f(P, T) \quad (1)$$

À une température constante, la relation (1) correspond à la loi de Henry (la pression du gaz est proportionnelle à sa fraction molaire dans le liquide) :

$$P_A = H_A X_A \quad (2)$$

Où la constante de Henry H_A a les dimensions d'une pression.

En tenant compte de la loi de Dalton, selon laquelle, dans un mélange, le rapport de la pression partielle d'un constituant à la pression totale est égal à la fraction molaire du constituant $P_A/P = Y_A$, donc l'équation (2) devient :

$$P Y_A = H_A X_A \quad (3)$$

Avec Y_A la fraction molaire du constituant A dans la phase gazeuse.

Par conséquent, la courbe de distribution sera une droite, dont la pente H_A/P est égale au coefficient de partage du soluté A.

Si le soluté est transféré à partir du liquide vers la phase vapeur, le processus est appelé **stripping** (dégazage); la droite opératoire est située au dessous de la droite d'équilibre (figure 6).

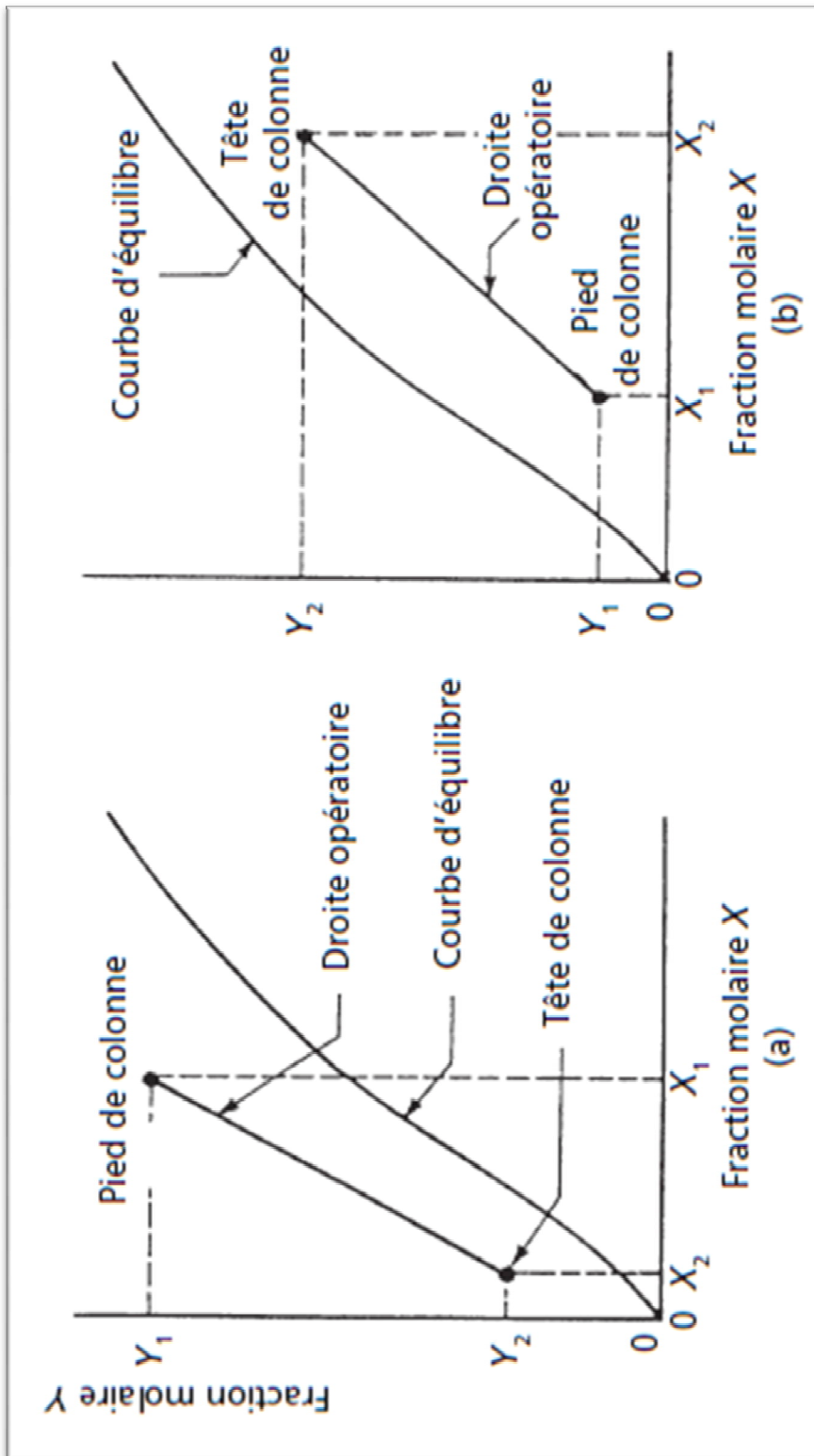


Fig.6 Diagramme d'équilibre et droite d'opération pour :

a) l'absorption; b) le stripping.

a- Calcul et Bilans:

Soit le schéma suivant qui représente les flux entrant et sortant au niveau d'un plateau d'une colonne d'absorption.

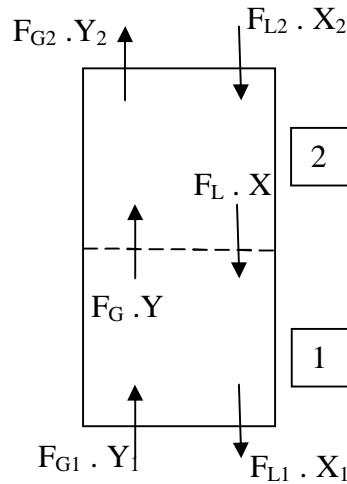


Fig.7 Schéma du bilan de matière dans la colonne d'absorption.

Bilan global de la colonne:

$$F_{G1} + F_{L2} = F_{G2} + F_{L1}$$

Or

$$F_{L1} - F_{L2} = F_{G1} - F_{G2}$$

Bilan partiel:

$$F_{G1} \cdot Y_1 + F_{L2} \cdot X_2 = F_{G2} \cdot Y_2 + F_{L1} \cdot X_1$$

Le bilan dans la partie supérieure de la colonne et pour un niveau quelconque:

$$F_G + F_{L2} = F_{G2} + F_L$$

$$\Leftrightarrow Y \cdot F_G + X_2 \cdot F_{L2} = Y_2 \cdot F_{G2} + X \cdot F_L$$

$$\Leftrightarrow Y = \frac{F_L}{F_G} \cdot X + \left(\frac{F_{G2} \cdot Y_2 - F_{L2} \cdot X_2}{F_G} \right) \text{ représente l'équation de la droite}$$

opérateur.

En général, l'opération unitaire d'absorption est utilisée pour traiter une quantité F_G dont la composition est connue Y_1 dans le but de réduire cette valeur à Y_2 , la

composition X_2 du solvant utilisé pour l'absorption est généralement fixée par des considérations relatives aux procédés.

b- Concept d'étage théorique

Le calcul d'une colonne d'absorption est basé essentiellement sur les bilans et les lois d'équilibre entre phases et a pour but de déterminer le nombre d'étages théoriques nécessaires pour une séparation voulue. Dans le cas de l'absorption, un plateau théorique représente l'élément idéal de contact qui permet au gaz montant du plateau inférieur d'être en équilibre avec le liquide descendant du plateau supérieur.

Le nombre minimum de plateaux théoriques nécessaires à une absorption entre des titres donnés peut se déduire soit par voie graphique par des courbes ou des droites à l'aide des équations de bilans (méthode de McCabe et Thiele par exemple), soit par calcul numérique en écrivant toutes les équations pour chaque plateau et en les résolvants.

c- Méthode de Mac Cabe et Thièle:

La méthode graphique part du diagramme d'équilibre sur lequel on trace la courbe d'équilibre et la droite d'opération. Les points situés sur la courbe d'équilibre représentent l'équilibre des phases gaz-liquide sur les plateaux, alors que les points appartenant à la droite d'opération représentent l'état du système gaz-liquide entre deux positions d'équilibre (plateaux).

Elle consiste à tracer des segments de droite (marches d'escaliers) entre la courbe d'équilibre, la droite d'opération et les points indiquant les titres désirés; c'est le nombre de points touchant la courbe d'équilibre qui donne le nombre minimum de plateaux théoriques.

Dans la **figure 8**, le gaz de fraction Y_1 entre en bas de la colonne et le liquide de concentration $X_1 = X_1$ quitte le plateau N° 1. Ainsi, l'état du système gaz-liquide à l'extrémité inférieure de la colonne (point 1) est caractérisé par les coordonnées $(X_1 ; Y_1)$ ou $(X_1 ; Y_1)$ sur la droite d'opération. Au niveau du plateau 1 s'établit l'équilibre entre le gaz de concentration Y_a qui pénètre dans la colonne et le liquide de concentration X_a qui s'écoule du plateau 2. Entre les plateaux 1 et 2, l'état du système formé par les deux phases est représenté par le point a de coordonnées $(X_a ; Y_a)$ sur la droite d'opération. On continue avec le même raisonnement jusqu'à l'extrémité supérieure où le gaz quitte la colonne à la concentration Y_2 , et où est introduit le

liquide de concentration X_2 . Sur le diagramme, l'état du système à l'extrémité de la colonne est caractérisé par le point d, de coordonnées $(X_d ; Y_d)$. Étant donné que, habituellement, le bout du segment ne coïncide pas avec l'extrémité de la droite opératoire (point 2), la construction graphique se termine au delà du point 2, en d. Une solution analytique est possible dans le cas assez courant où la courbe d'équilibre peut être assimilée à une droite, par exemple lors de l'absorption d'un gaz dilué, obéissant à la loi de Henry. Dans la pratique, le nombre des plateaux réels n'est pas identique au nombre des plateaux théoriques calculé.

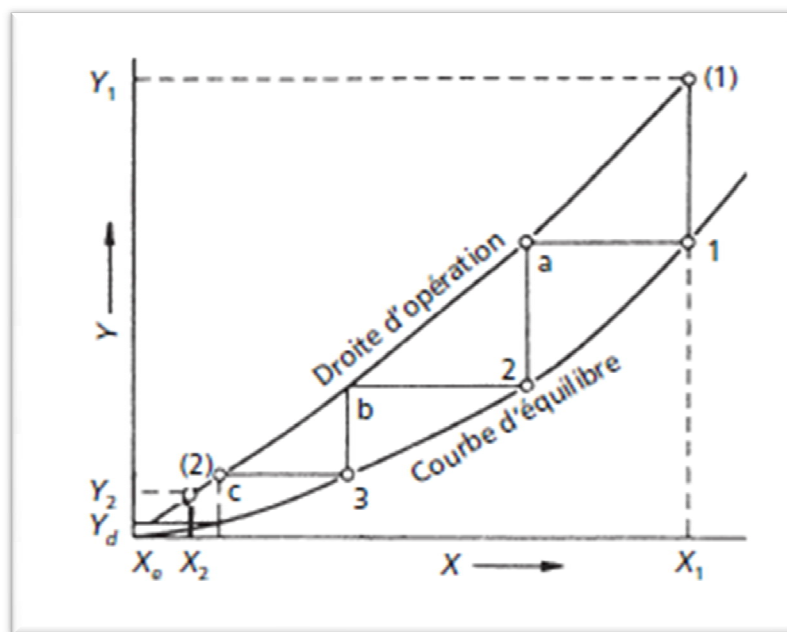


Fig.8 Détermination graphique du nombre de plateaux théoriques pour l'absorption.

2- Stripping :

Les colonnes de stripping sont utilisées dans deux cas, et pour des objectifs assez différents, puisqu'il s'agit dans un cas d'économiser le prix d'un rebouilleur et dans l'autre d'abaisser la température d'ébullition en fond de colonne.

a- Stripping des solutions aqueuses :

Lorsque le produit sortant en fond de colonne est essentiellement de l'eau, la phase vapeur nécessaire au fonctionnement des plateaux d'épuisement peut être introduite directement dans la colonne sous forme de vapeur vive au lieu d'être créée dans un rebouilleur. Le principal intérêt de l'opération est l'élimination du rebouilleur, ce qui

constitue une économie et un avantage si les produits à traiter sont corrosifs ou encrassant (figure 9 a). Ce mode de fonctionnement est fréquent dans le traitement des effluents aqueux. On élimine la plus grande partie des composés organiques par entraînement à la vapeur avant d'envoyer l'effluent, qui sort en fond de colonne, dans une station de traitement biologique. On peut recycler les produits séparés par entraînement à la vapeur.

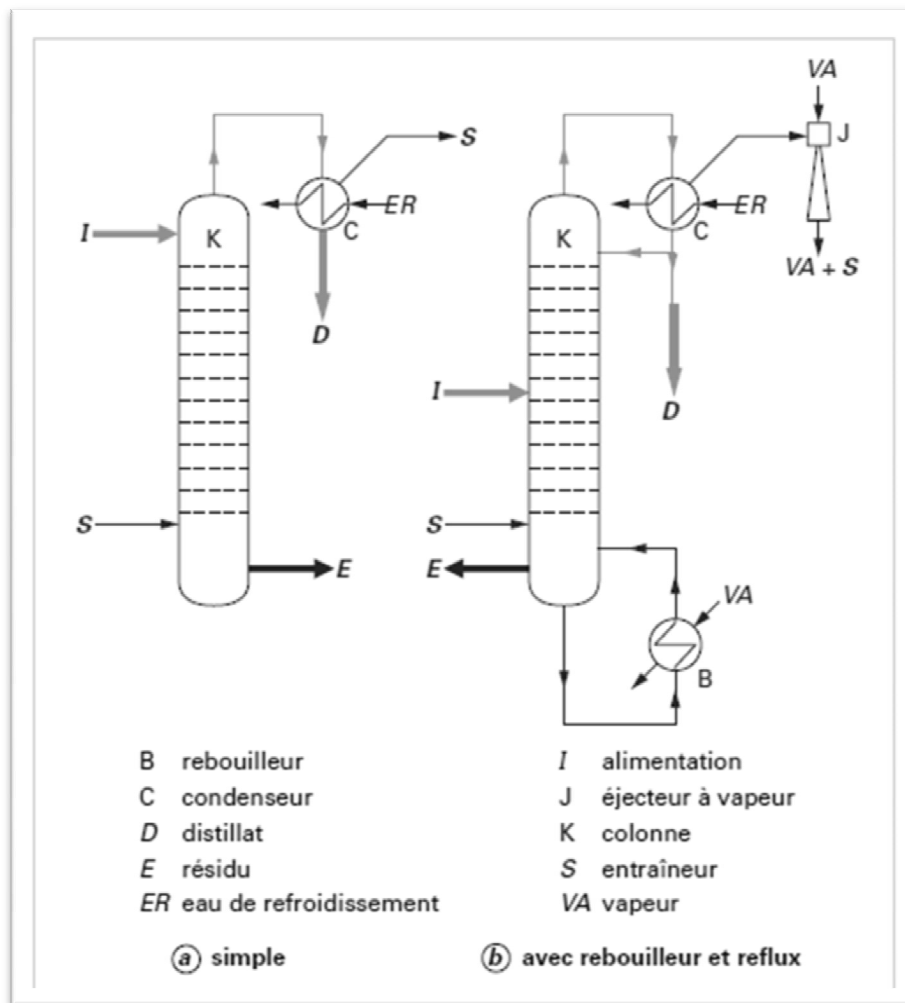


Figure 9 Colonnes de stripping

b- Stripping par un gaz incondensable :

L'élimination d'impuretés volatiles de certains produits thermosensibles n'est pas possible par une distillation classique, même en abaissant la pression à 1 mm de mercure (133 Pa) en tête de colonne, ce qui est pratiquement la limite des opérations industrielles de distillation. L'introduction dans le système d'une vapeur incondensable (dans les conditions opératoires de la colonne) abaisse la pression de vapeur des constituants du mélange liquide et permet leur évaporation à une

température inférieure à la température d'ébullition du mélange sous la pression considérée (figure 9 b). C'est ainsi que l'on améliore le rendement des distillations sous vide des colonnes pétrolières par injection de vapeur en pied de colonne ou que l'on élimine les dernières traces de solvant dans les huiles végétales.

- 3- **Absorption discontinue** : Le solvant est chargé dans le soubassement de la colonne K1 (la figure 10 a.) et il est re-circulé en permanence en tête de colonne par la pompe P1, à travers l'échangeur E, qui permet d'éliminer la chaleur apportée par l'absorption. Le gaz à traiter GR est introduit en fond de colonne et sort en tête GP. Le solvant se charge progressivement en composants absorbables ; quand il est saturé, on le remplace par du solvant neuf. Ce mode opératoire ne s'applique qu'au traitement de flux gazeux intermittents.
- 4- **Stripping discontinu** : Le produit à stripper est chargé dans le soubassement de la colonne K2 (la figure 10 b.). L'entraîneur V est introduit au sein du liquide et entraîne les constituants volatils. La charge s'appauvrit progressivement en ces constituants.

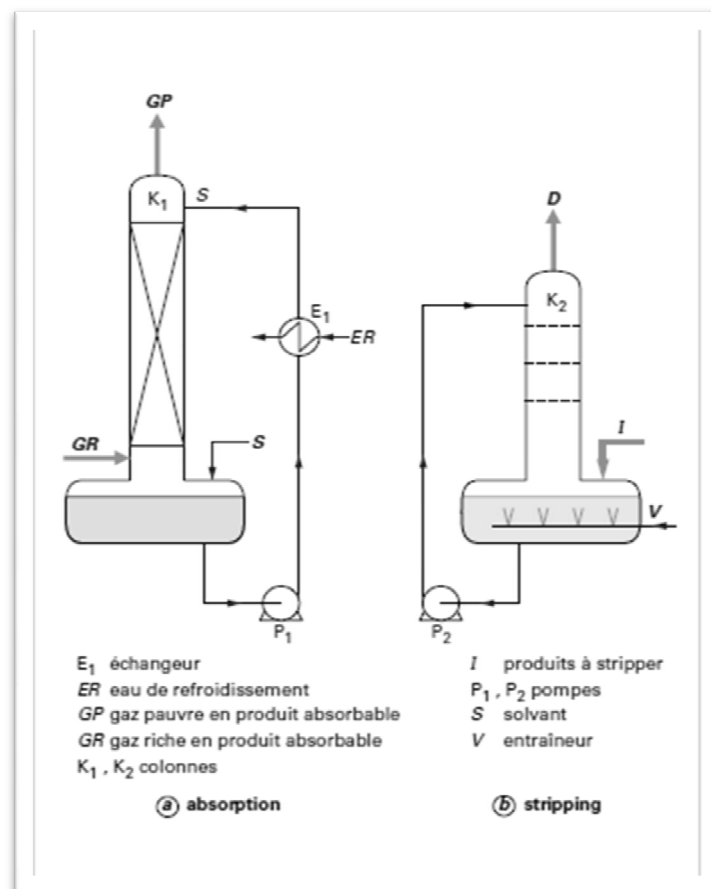


Figure 10 Opérations discontinues d'absorption et de stripping

Chapitre III : Extraction Liquide – Liquide

I- Introduction

Ce procédé de séparation consiste à ajouter à un mélange homogène liquide appelé solution d'alimentation d'où on veut extraire un ou plusieurs constituants (soluté), un autre liquide appelé solvant dans le quelle ces constituants sont solubles. L'extraction se fait dans deux étapes:

Première étape: introduire le solvant dans le mélange initial et assurer un contact suffisant pour que le soluté puisse traverser l'interface vers le solvant.

Deuxième étape: les deux liquides sont séparés en deux phases distinguées, peuvent être soutirés sans que l'une entraîne l'autre. La phase enrichie en soluté s'appel EXTRAIT et la phase pauvre en soluté s'appel RAFFINAT.

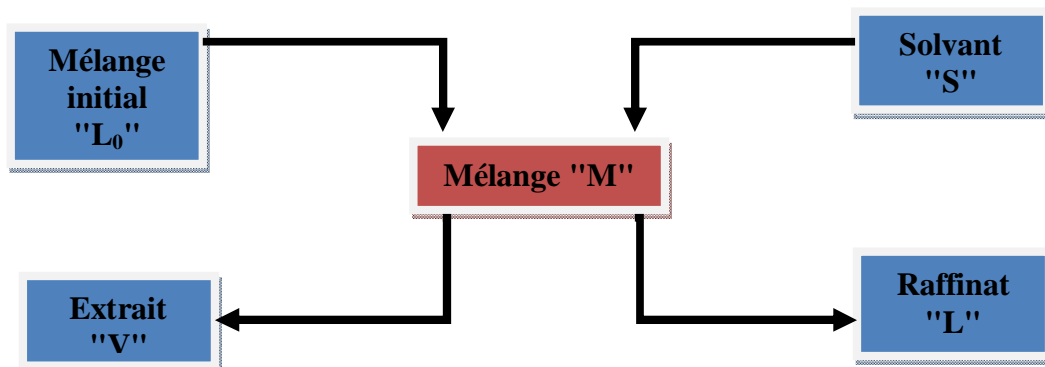


Figure 11 Schéma représentative d'un système d'extraction

2- Système à trois constituants:

a- Diagramme ternaire:

a-1 Détermination de la composition d'un mélange ternaire:

Soit le mélange L composé de: 20% de A, 30% de B et 50% de C, cette composition est peut être représentée graphiquement comme il est illustré par la figure suivante:

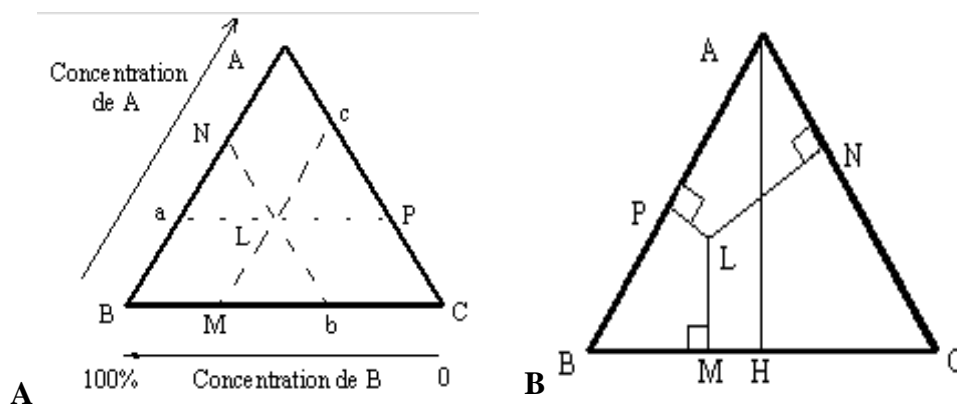
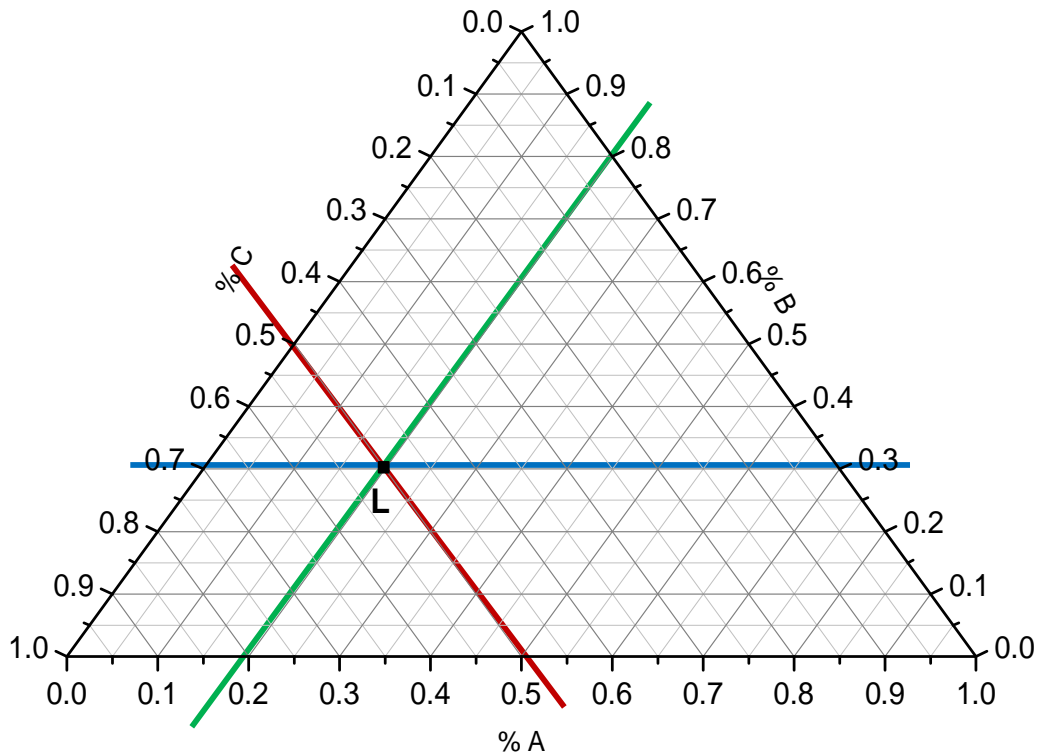


Figure 12 Détermination de la composition d'un mélange ternaire par les méthodes graphiques (parallèles deux côtés et perpendiculaire aux côté opposé)

La figure 12.A représente la représentation originale de *ROOZEBOOM*. Soit un point L. Par ce point traçons les trois parallèles aux trois côtés du triangle équilatéral. Le

principe de cette représentation repose sur le fait que la somme des segments $LM + LN + LP = AB$. Par définition on pose :

$$\left. \begin{array}{l} - \text{ masse de A} = w_A = a LM = a Ba \\ - \text{ masse de B} = w_B = a LP = a Cb \\ - \text{ masse de C} = w_C = a LN = a Ac \end{array} \right\} \Rightarrow \frac{w_A}{w_{\text{totale}}} = \frac{Ba}{BA}$$

où a est un coefficient de proportionnalité.

Donc, si Ba représente la concentration de A, tous les mélanges ayant cette concentration se trouvent sur le segment aP et ainsi sur chacun des trois côtés. Cette représentation, quoique très judicieuse, oblige à établir le sens des graduations des pourcentages. La (figure 12.A) a retenu le sens trigonométrique inverse (les sens des aiguilles d'une montre). On aurait très bien pu "polariser" le triangle en sens contraire. Ce mode de représentation force donc à un effort particulier de lecture.

Il existe une autre façon plus commode de lire ce diagramme. En effet, si d'un point intérieur L (Figure 12.B) on élève les trois hauteurs relatives à chacun des côtés, les segments LM , LN et LP , la somme $LM + LN + LP = AH$ quelle que soit la position du point L. Par définition on pose :

$$\left. \begin{array}{l} - \text{ masse de A} = w_A = b LM \\ - \text{ masse de B} = w_B = b LN \\ - \text{ masse de C} = w_C = b LP \end{array} \right\} \Rightarrow \frac{w_A}{w_{\text{totale}}} = \frac{LM}{AH}$$

Notons que les deux modes de représentation conduisent à la même position du point L pour un mélange de composition donnée. La représentation en est cependant plus symétrique puisqu'il n'est plus nécessaire d'indiquer comment est "polarisé" le triangle. On trouve d'ailleurs dans le commerce des diagrammes préparés dans l'esprit de cette représentation.

Quoiqu'il en soit, dans chacune des deux approches, un mélange ne contenant pas de A se trouve représenté par un point du côté BC.

a-2 Détermination de la masse de solvant pour une composition donnée de l'extrait

Dans ce qui a précédé, il s'agissait de caractériser l'extrait et le raffinat pour une masse de solvant donnée. Dans certains cas, on impose la composition de l'extrait, et il est nécessaire de déterminer la masse de solvant à introduire. La position de l'extrait E étant imposée, on peut en déduire celle du raffinat R (car ces deux phases sont à l'équilibre défini par la conoïdale passant par E). Le point M représentatif du mélange est à l'intersection entre la conoïdale ER et la droite FS, car on a toujours $M = F + S = E + R$. La masse de solvant nécessaire pour produire un extrait de composition définie s'appuie sur la règle du bras de levier : $\frac{S}{F} = \frac{MF}{MS}$ pour laquelle on connaît la masse de l'alimentation et on mesure sur le graphe les distances MF et MS.

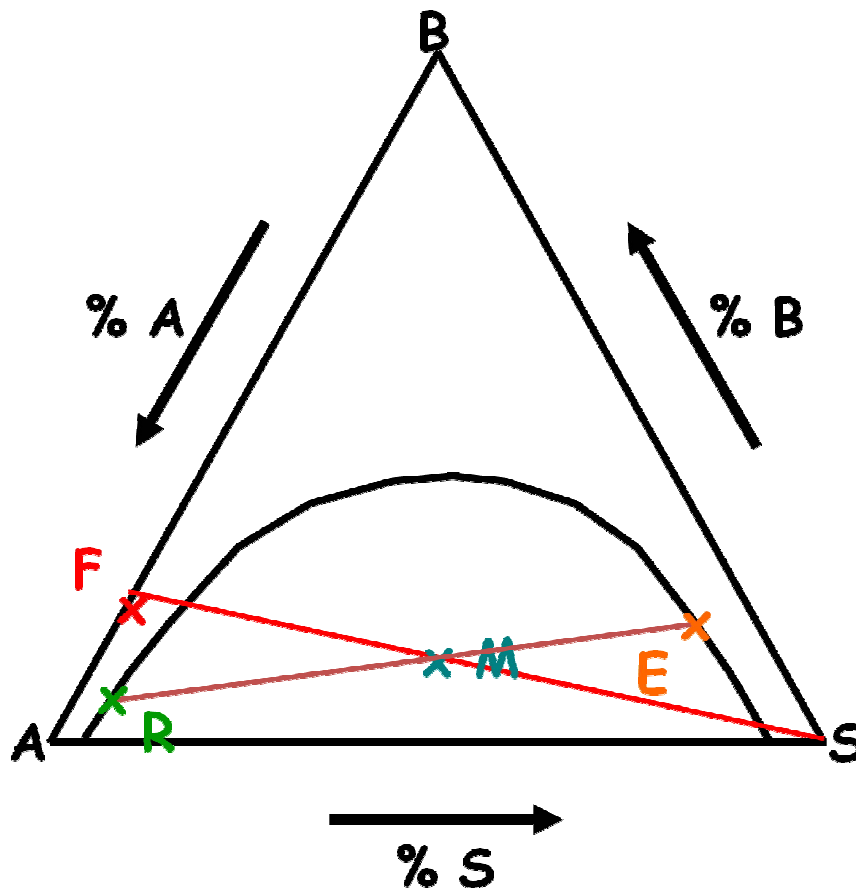


Figure 13 Détermination de la masse de solvant pour une composition donnée de l'extrait

a-3 Détermination Nombre de plateaux théoriques (méthode graphique).

On utilise pour cette détermination le diagramme rectangulaire. Il est indispensable de connaître : Les rapports massiques en soluté en tête de colonne dans chacune des phases en présence Les rapports massiques en soluté en Pied de colonne La connaissance des débits massiques peut permettre de vérifier la cohérence des résultats, en permettant de déterminer la pente de la droite opératoire. Ces valeurs seront extraites du tableau précédent en transformant les titres massiques en rapports massiques.

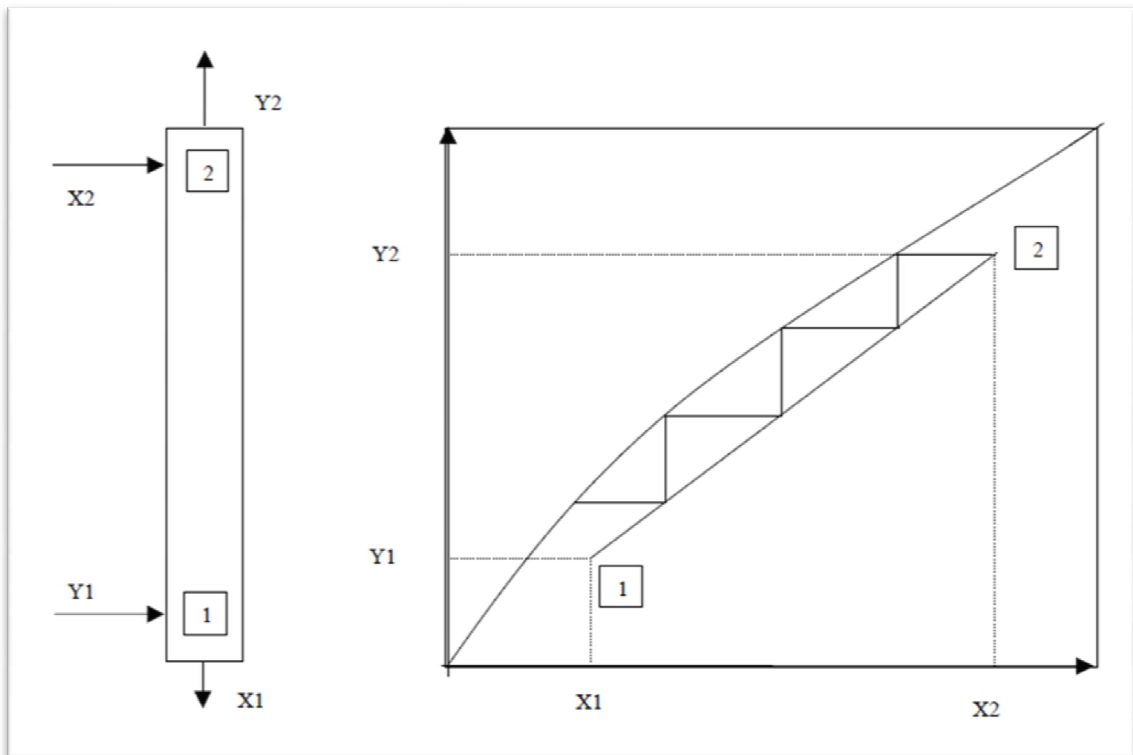


Figure 14 Détermination graphique du NET (nombre étages théoriques) par la méthode de Mac Cabe et Thiele

Chapitre IV : Extraction liquide-solide (Lixiviation)

1 – Définitions :

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui a pour but, par immersion dans un liquide et mise en solution d'extraire un ou plusieurs constituants d'un solide.

Il s'agit d'une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide contenant la matière à extraire et une phase liquide, le solvant.

Le champs d'application de l'extraction solide-liquide étant très vaste, le grand nombre de vocables employées pour définir les opérations et les produits circulants impose la définition de quelques termes couramment utilisés.

Le liquide d'extraction, appelé solvant, dissout un (ou plusieurs) constituant solide ou liquide, dénommé soluté(s) pour donner une solution ou extrait (solvant + soluté(s)). Le solide appauvri en soluté(s) est appelé raffinat ou résidu ; il est inerte ou insoluble. Les noms de **surverse** ou **sousverse** sont employés pour désigner les phases sortantes des appareils industriels fonctionnant en continue. La solution extraite sort par la partie supérieure, le solide inerte par la partie inférieure.

On peut noter des définitions de quelques extractions solide-liquide respectant un mode opératoire particulier :

La lixiviation lavage ou lessivage (leaching en anglais) : elle s'applique essentiellement en hydrométallurgie ou dans le cas de la pollution des nappes phréatiques par les déchets des décharges : le solide divisé est mis en contact à un liquide s'écoulant à chaud ou à froid, qui solubilise le soluté.

La macération : est la mise en contact plus ou moins prolongée à froid d'un liquide et du solide (des plantes) en vue d'extraire les parties solubles. Cette opération est fréquente pour l'extraction des parfums.

La percolation : consiste à mettre en contact un lit de particule et un fluide en écoulement généralement chaud, pour extraire en continu le soluté. La préparation du café relève de cette opération.

La décoction : consiste à mettre en contact un solide divisé en suspension dans un liquide à l'ébullition. C'est le principe utilisé parfois pour le thé. Lorsque le fluide s'écoule sur le solide à une température légèrement inférieure à la température d'ébullition et que l'on laisse refroidir le mélange ensuite, il s'agit d'une infusion.

L'éluion : consiste à extraire le soluté fixé à la surface d'un solide par le solvant. C'est le processus mis en œuvre par la chromatographie.

2-Applications industrielles d'extraction solide-liquide :

Quelques exemples peuvent être cités.

- La caféine est extraite à l'eau du café et du thé. Le café décaféiné est obtenu par son élimination de la caféine du grain vert ou par des solvants chlorés.
- Les parfums naturels sont isolés des plantes (fleurs, racines, tiges) par les alcools ou les corps gras et donnent des teintures, infusions ou pommades.
- Les huiles alimentaires (colza, soja, tournesol, arachide) sont extraites des graines oléagineuses par pression puis extraction à l'hexane.
- L'or et l'argent sont isolés des minerais par dissolution dans une solution de cyanure de potassium.
- Le cuivre est extrait des minerais à faible teneur (< 1,5 %) sous forme de sulfate par l'acide sulfurique ou une solution de sulfate ferrique.

3-Mécanisme d'extraction : étapes du transfert de matière

3.1. Processus élémentaires

L'extraction solide-liquide est réalisée par contact intime du solvant avec le solide et suivi d'une décantation et filtration. Elle se définit comme le résultat du transfert du soluté présent dans le solide vers le liquide. Ce transfert exige un certain temps et introduit la notion de vitesse d'extraction.

- 1 – Passage du solvant dans le solide et dissolution du soluté au sein des particules du solide

- 2 – La diffusion du soluté du cœur vers la surface de la particule
- 3 – La diffusion du soluté depuis la surface de la particule vers le cœur du solvant

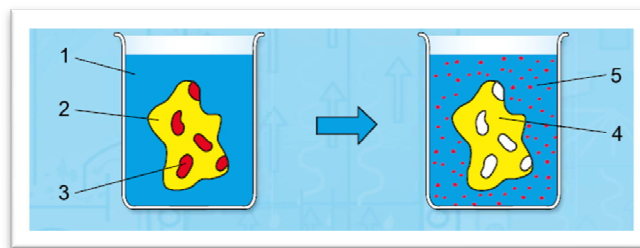


Figure 15 Extraction schématique, avant extraction (à gauche) et après extraction (à droite): **1** solvant, **2** matières à extraire (phase stationnaire avec soluté), **3** soluté, **4** phase stationnaire lavée, **5** solvant avec soluté dissous

Afin d'obtenir une extraction aussi rapide et complète que possible, le solvant nécessite de grandes surfaces d'échange et des chemins diffusionnel courts. Ceci peut être obtenu par le broyage de la matière solide à extraire. Une granulométrie trop petite peut entraîner la formation de grumeaux et rendre le passage du solvant plus difficile. Dans la forme la plus simple de cette opération unitaire la matière à extraire et le solvant sont bien mélangés. Ensuite, le solvant contenant le soluté dissous est séparé et régénéré. La matière à extraire peut également être présente comme lit fixe et traversée par le solvant. Dans une autre forme d'application, la matière à extraire est déplacée dans le solvant. La régénération du solvant est le plus souvent effectuée par évaporation / distillation. Le solvant est évaporé et il reste une solution d'extrait concentrée comme produit. Le solvant est condensé et peut être réutilisé.

4-Diagramme de Janeck:

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

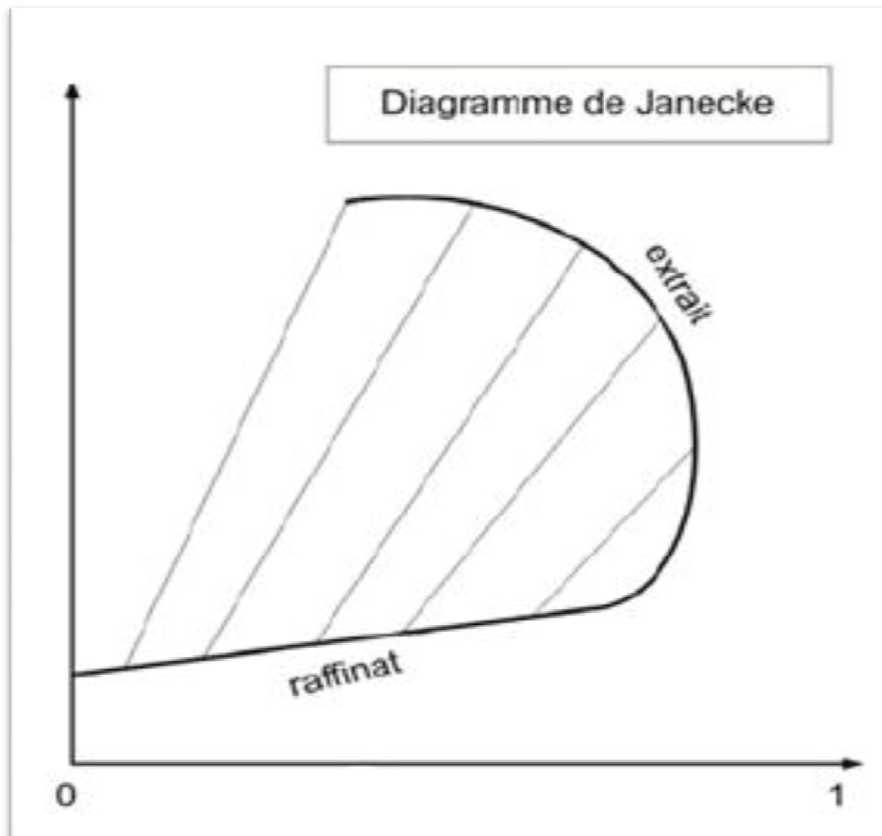


Figure 16 Diagramme de Janecke

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

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

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

5-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.

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

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).

6-Extraction à contre-courants

6-1 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.

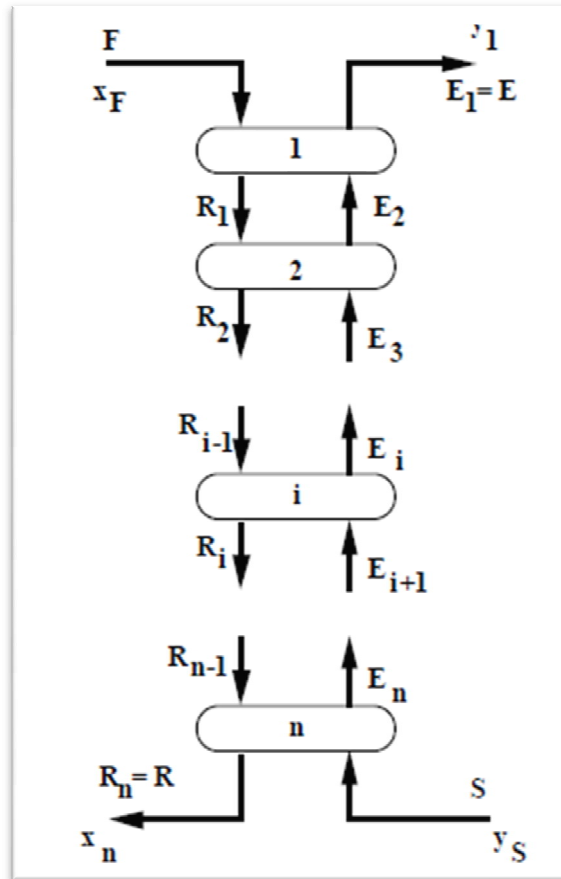


Figure 17 Extraction à contre courant

6-2 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 :

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

$$\text{Pour le soluté (B) : } m_F \cdot x_F + m_S \cdot y_S = m_E \cdot y_1 + m_R \cdot x_n = m_M \cdot x_M$$

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 E₁ la conoïdale fait correspondre R₁.

Bilan sur l'étage i :

$$\text{Le bilan global: } m_R^{i-1} + m_E^{i+1} = m_R^i + m_E^i$$

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

6-3 Existence d'un pole P

D'après le bilan global pour la colonne et pour chacun des étages permet d'observer l'existence d'un pole **P** par où passent toutes les droites R_iE_{i+1}.

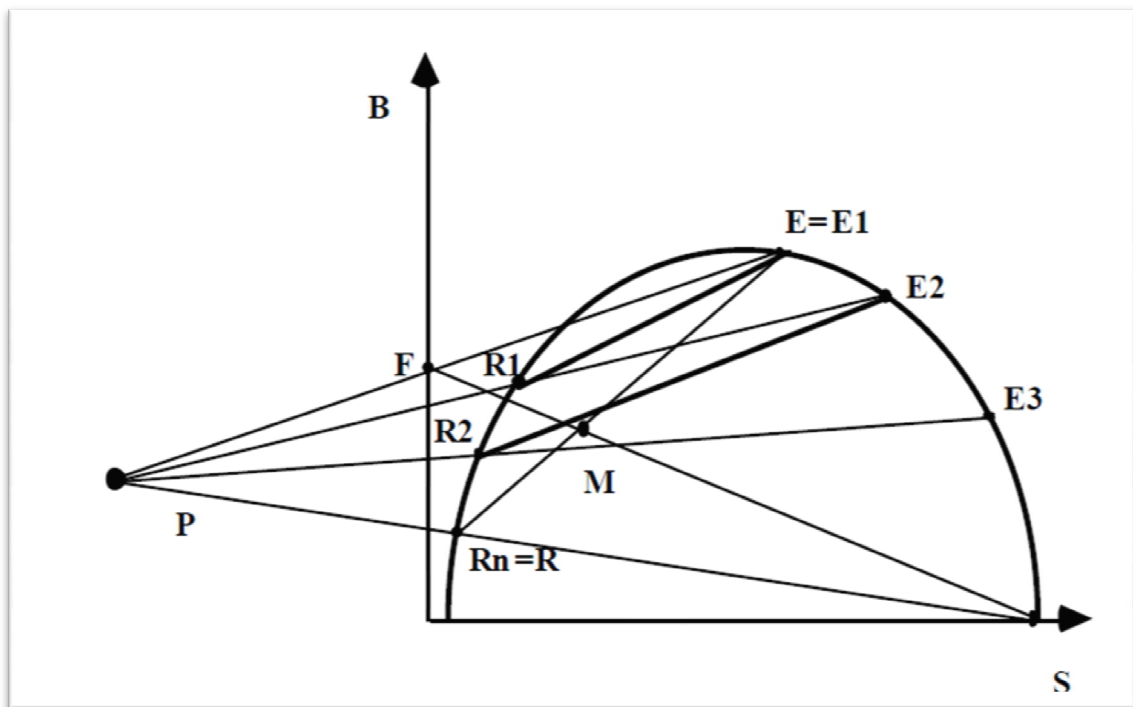


Figure 18 Construction graphique des étages théoriques.

$$\text{Pour la colonne : } m_R - m_S = m_F - m_E = \text{Cte} = m_P$$

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

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

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

Les points P, R₁, E₂ sont alignés. R₁ étant connu, le point E₂ l'est à son tour.

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

Pour un étage (i) : $m_{R_i} - m_{E_{i+1}} = m_F - m_E = m_P$

Les points P, R_i , E_{i+1} sont alignés et le point R_i étant connu par la construction graphique précédente, le point E_{i+1} est déterminé.

De proche en proche tous les points R_i et E_i sont déterminés.

La construction s'arrête quand la droite PR_nS passe par R ou "dépassé" R.

Chaque droite R_iE_i constitue un **étage théorique**.

7-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 (17). 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.

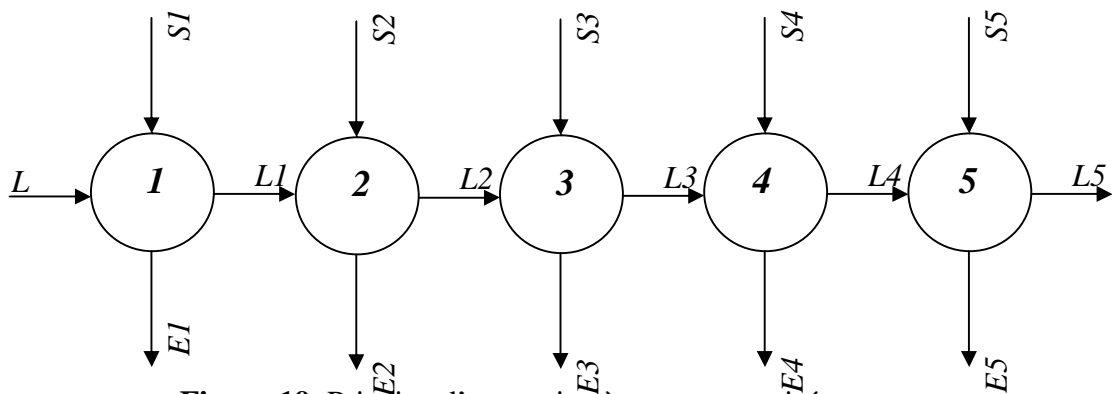


Figure 19 Principe d'extraction à courants croisés

Chapitre V : Distillation

1-Distillation d'un mélange binaire :

Soit un mélange binaire A, B à séparer (A étant le constituant le plus volatil). On peut imaginer de placer ce mélange dans des conditions de pressions et de température telles qu'il apparaisse deux phases (liquide et vapeur), la vapeur étant naturellement enrichie en A, le liquide en B.

Une colonne à distiller est un appareil permettant l'échange de matière et de chaleur entre une phase vapeur ascendante et une phase liquide descendante. C'est un contacteur gaz-liquide multi-étagé qui est constitué d'un ensemble de plateaux comme illustré ci-contre. Le mélange à distiller, qu'on appelle l'**alimentation F** (de composition z_F), est introduit à un certain niveau de la colonne. Pour obtenir le contre courant gaz / liquide deux pièces d'équipements sont alors très importantes: en pied de colonne, il y a un **rebouilleur** qui permet de vaporiser le liquide alors qu'en tête, il y a un **condenseur** qui permet de condenser le courant vapeur V sortant. Une partie du liquide récupéré au condenseur est alors retourné dans la colonne: c'est le **reflux, L**. L'autre partie est récupéré est constitue le **distillat, D** (composition x_D). En pied de colonne, on récupère le **résidu B** (composition x_B).

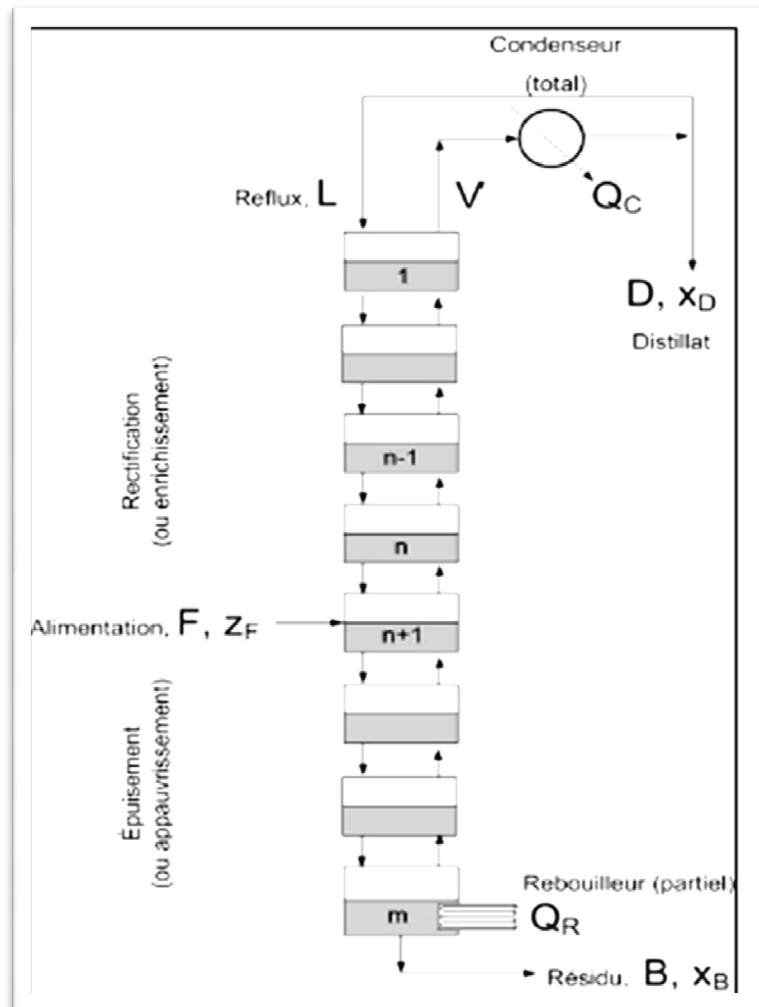


Figure 20 Colonne à distillation d'un mélange binaire

Les zones de la colonne situées respectivement au dessus et en dessous de l'alimentation s'appellent respectivement les zones de rectification (ou d'enrichissement) et d'épauement (ou d'appauvrissement). On caractérise le reflux par le taux de reflux. Le taux de reflux interne est le rapport du débit liquide retourné en tête, L , sur le débit de vapeur sortant de la colonne V . Le taux de reflux externe est le rapport du débit liquide retourné en tête L , sur le débit de distillat, D , produit.

On note le reflux interne $R = L/V$, et le reflux externe $R = L/D$

2-Rectification continue :

Est un procédé dont lequel on introduit dans une colonne de distillation un mélange binaire à séparer avec un débit d'alimentation constant noté \dot{F} et on soutire un distillat et un résidu avec un débit constant noté : \dot{D} , \dot{W} respectivement.

Bilan de matière et thermique de la colonne :

3-Calcul et bilans :**Bilan de la matière :**

$$\dot{F} = \dot{D} + \dot{W}$$

Bilan énergétique :

$$\dot{F} \cdot \dot{F} = \dot{D} \cdot H_D + \dot{W} \cdot H_w$$

Bilan de matière du constituant le plus léger :

$$x_F \cdot \dot{F} = x_D \cdot \dot{D} + x_w \cdot \dot{W}$$

Calcul le débit du distillat :

$$\begin{cases} \dot{F} = \dot{D} + \dot{W} \\ x_F \cdot \dot{F} = x_D \cdot \dot{D} + x_w \cdot \dot{W} \end{cases} \Rightarrow \dot{D} = \frac{\dot{F}(x_F - x_w)}{(x_D - x_w)}$$

Calcul le débit du résidu :

$$\begin{cases} \dot{F} = \dot{D} + \dot{W} \\ x_F \cdot \dot{F} = x_D \cdot \dot{D} + x_w \cdot \dot{W} \end{cases} \Rightarrow \dot{W} = \frac{\dot{F}(x_F - x_D)}{(x_w - x_D)}$$

4-Détermination du nombre des plateaux théoriques minimale :**4-a La méthode graphique (McCabe et Thiele) :****4-a-1 Hypothèses :**

- 1- La colonne est adiabatique, il n'y a pas d'échange de chaleur avec le milieu extérieur.
- 2- La chaleur molaire de vaporisation des constituants sont égales.
- 3- Les chaleurs du mélange des deux composés en phase liquide sont négligeables.
- 4- L'équilibre liquide – vapeur est atteint sur chaque plateau de la colonne (étage théorique)

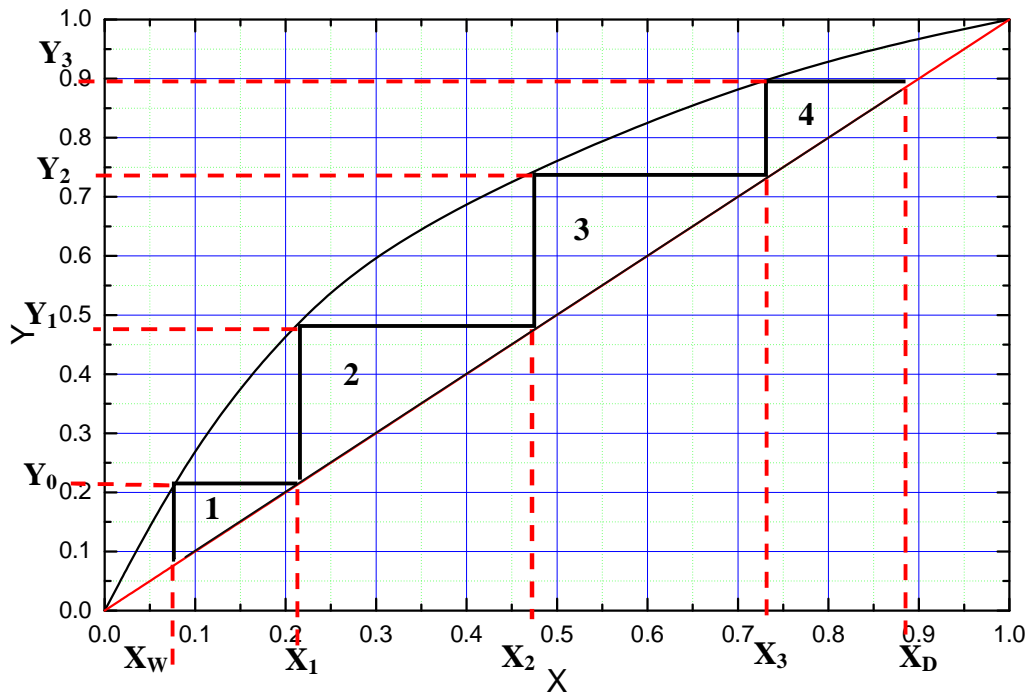


Figure 21 nombre des plateaux minimal par la méthode graphique

4-a-2 Détermination du nombre des plateaux théorique :

1- Etude de la section d'enrichissement :

Bilan global de la section :

$$V = R + D$$

Bilan produit volatil (étage n+1) :

$$V \cdot y_n = R \cdot x_{n+1} + D \cdot x_D$$

Bilan produit volatil (étage n) :

$$V \cdot y_{n-1} = R \cdot x_n + D \cdot x_D$$

En général on obtient :

$$V \cdot y_n = R \cdot x_{n+1} + D \cdot x_D$$

Donc :

$$\begin{cases} y_n = \frac{R}{V} \cdot x_{n+1} + \frac{D}{V} \cdot x_D \\ V = R + D \end{cases}$$

Finalement on obtient :

$$y = \frac{\text{taux de reflux}}{\text{taux de reflux} + 1} \cdot x + \frac{1}{\text{taux de reflux} + 1} \cdot x_D$$

Cette dernière relation représente l'équation générale de droite opératoire de la section d'enrichissement

Avec les conditions aux limites :

$$\text{si } x = 0 \rightarrow y_0 = \frac{x_D}{\text{taux de reflux} + 1}$$

$$\text{si } x = x_D \rightarrow y = x_D$$

2- Etude de la section d'épuisement :

Bilan global :

$$\begin{cases} R' = V' + W \\ R' = R + F \end{cases}$$

Bilan au niveau du plateau m :

$$R' = V' + W \Rightarrow V' = R' - W$$

Bilan du produit léger au niveau du plateau m :

$$V' \cdot y_m = R' \cdot x_{m+1} - W \cdot x_W$$

En général on obtient :

$$y = \frac{\rho}{\rho - 1} \cdot x - \frac{1}{\rho - 1} \cdot x_W$$

Cette dernière relation représente l'équation générale de droite opératoire de la section d'épuisement

Avec les conditions aux limites :

$$\text{si } x = x_W \rightarrow y = x_W$$

3- Intersection entre les deux droites :

On a les équations générales suivantes :

$$\begin{cases} V \cdot y_n = R \cdot x_{n+1} + D \cdot x_D \\ V' \cdot y_m = R' \cdot x_{m+1} - W \cdot x_W \end{cases}$$

L'égalité de ces deux équations implique $x = x_F$

4- Equation de la droite d'alimentation :

$$y = \frac{q}{q-1} \cdot x - \frac{1}{q-1} \cdot x_F$$

Cette dernière relation représente l'équation générale de droite opératoire d'alimentation

Avec

$$q = \frac{R' - R}{F} = \frac{H_V - H_F}{H_V - H_R} \quad \text{et pour } x = x_F \rightarrow y = x_F$$

5- influence de l'alimentation :

le tableau suivant représente l'effet de la nature d'alimentation sur la pente de la droite opératoire.

Tableau 1 influence de la nature de l'alimentation sur la pente de la droite opératoire

q	Nature d'alimentation	Pente de la droite d'alimentation $q = \frac{q}{q-1}$
$q > 1$	Liquide froid	> 1
$q = 1$	Liquide bouillant	∞
$0 < q < 1$	Liquide-vapeur	$0 < \frac{q}{q-1} < \infty$
$q = 0$	Vapeur saturée	0
$q < 0$	Vapeur surchauffée	> 0

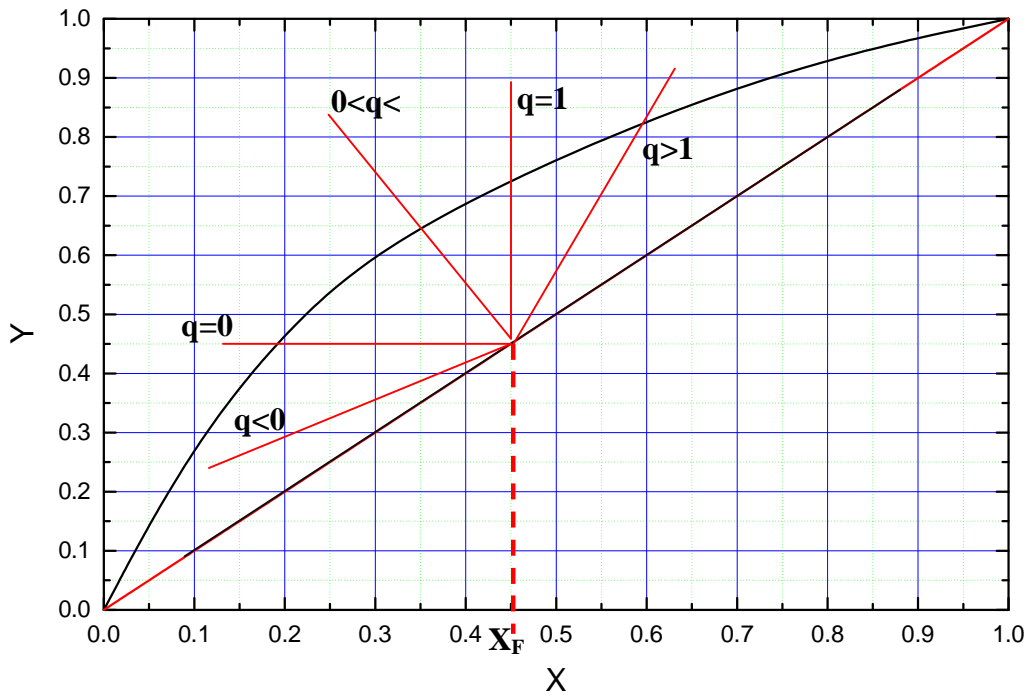


Figure 22 différentes positions de la droite opératoire de l'alimentation

6- Influence du taux de reflux sur le nombre des plateaux :

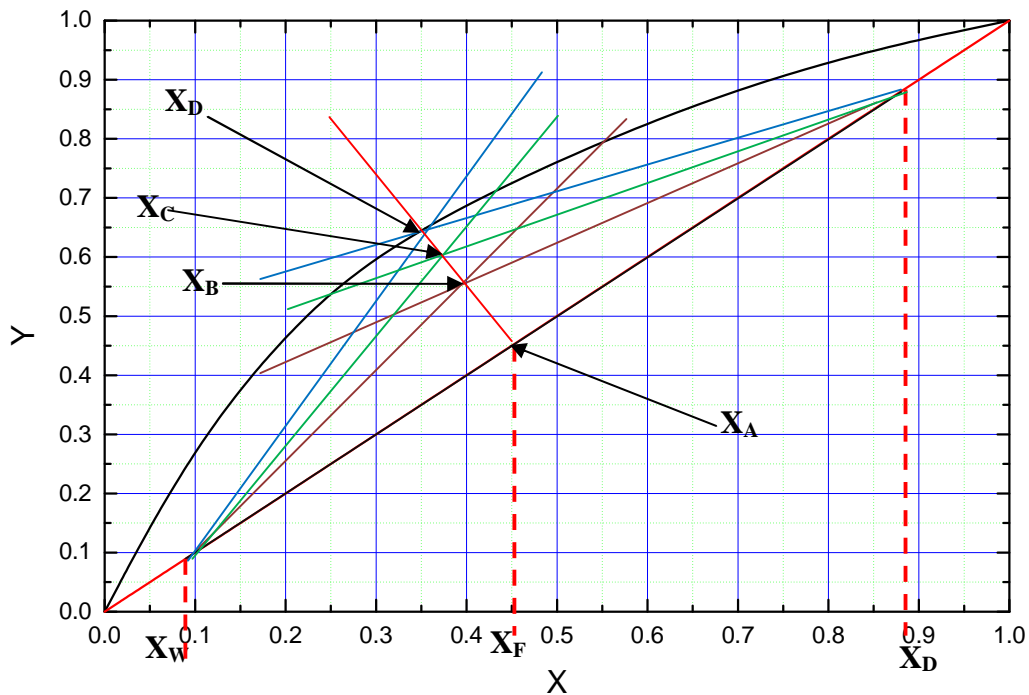


Figure 23 Effet du taux de reflux sur l'intersection des droites opératoires

Cas A : taux de reflux maximal \rightarrow nombre de plateaux minimal \rightarrow la droite opératoire enrichissement confondue avec la diagonale.

Cas B et C : taux de reflux point B $>$ taux de reflux point C \rightarrow nombre de plateaux cas B $<$ nombre de plateaux cas C.

Cas A : taux de reflux minimal \rightarrow nombre de plateaux maximal

$$\left(x = 0 \text{ et } y = \frac{x_D}{\text{taux de reflux minimal} + 1} \right)$$

7- Calcul de l'efficacité d'une colonne de rectification : (méthodes graphiques de Mac Cabe et Thiele).

a) Efficacité globale :

L'efficacité globale de la colonne est définie par l'équation suivante :

$$\eta = \frac{\text{nombre d'étage théorique}}{\text{nombre d'étage réel}}$$

Cette efficacité a pour but de transformer le nombre d'étage théorique en nombre d'étage réel.

b) Efficacité de Murphy :

1- Dans la phase vapeur :

L'efficacité de Murphy notée η est exprimée par la relation suivante :

$$\eta_{Murphy} = \frac{(y_n - y_{n-1})}{(y^* - y_{n-1})} \cdot 100 \%$$

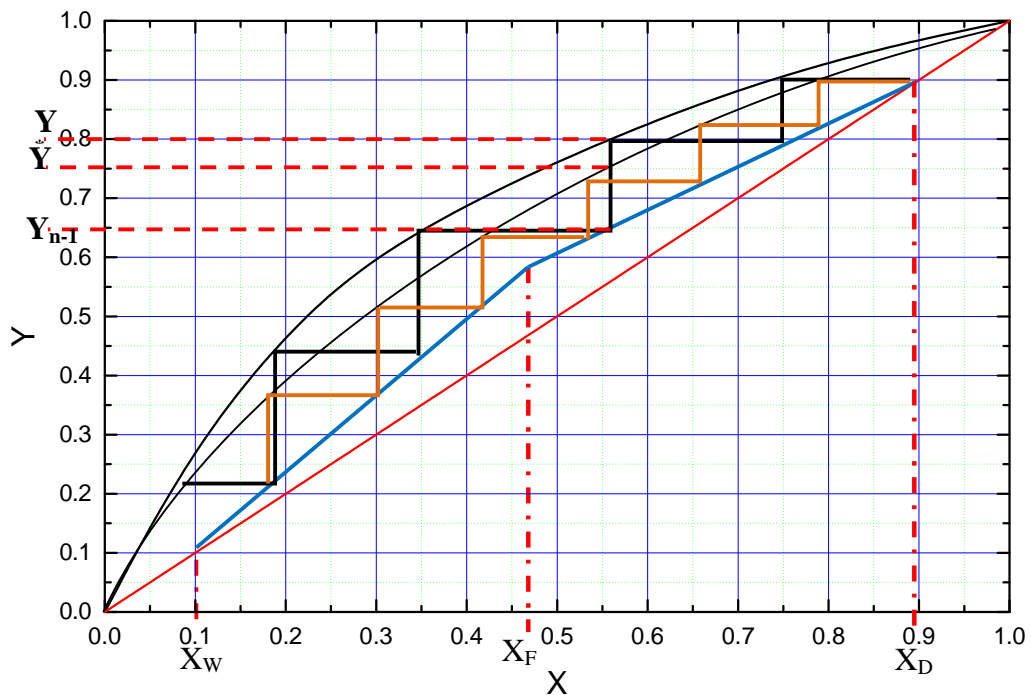


Figure 24 Détermination de l'efficacité de Murphy graphiquement (pour la phase vapeur)

2- Dans la phase liquide :

Dans ce cas l'efficacité de Murphy est donnée par l'équation suivante :

$$\eta_{Murphy} = \frac{(x_n - x_{n-1})}{(x^* - x_{n-1})} \cdot 100 \%$$

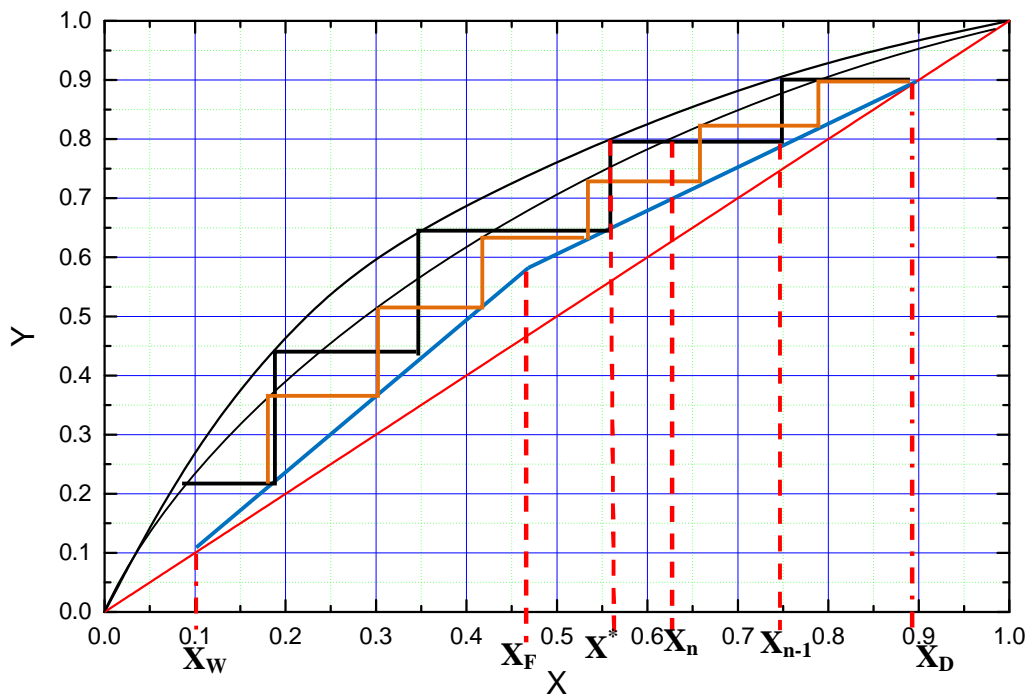


Figure 25 Détermination de l'efficacité de Murphy graphiquement (pour la phase liquide)

4-b La méthode graphique de PONCHON et SAVARIT :

Cette méthode nécessite la connaissance du diagramme enthalpie/composition, son avantage est de connaître le nombre de plateaux, les compositions, les températures et les enthalpies des différentes phases aux niveaux de chaque étage, sans prendre en considération les hypothèses de LEWIS, contrairement à la construction de McCabe et Thiele, qui nécessite uniquement la connaissance du diagramme (y,x).

1-Diagramme enthalpie-concentration :

Les fractions molaires x (liquide) ou y (vapeur) sont représentés sur l'axe des abscisses et celui des ordonnées représente l'enthalpie. Les courbes h_L et h_V représentent les enthalpies d'un liquide et d'une vapeur saturée successivement. Les parties inférieures et supérieures du graphe correspondent aux domaines des phases liquides et vapeur. Entre les deux courbes, il y a l'existence des deux phases liquide et

vapeur dont les compositions d'équilibre à une certaine température sont aux extrémités d'une conoïdale (ou ligne de conjugaison). Les isothermes dans les zones monophasiques liquide ou vapeur indique le niveau enthalpique d'un liquide sous refroidi ou d'une vapeur surchauffée. L'utilisation de la règle des bras de levier inverse permet le calcul des quantités respectives de chacune des phases d'un mélange liquide vapeur.

2-Bilans matière et bilans enthalpiques sur une colonne :

Bilans sur la zone d'enrichissement :

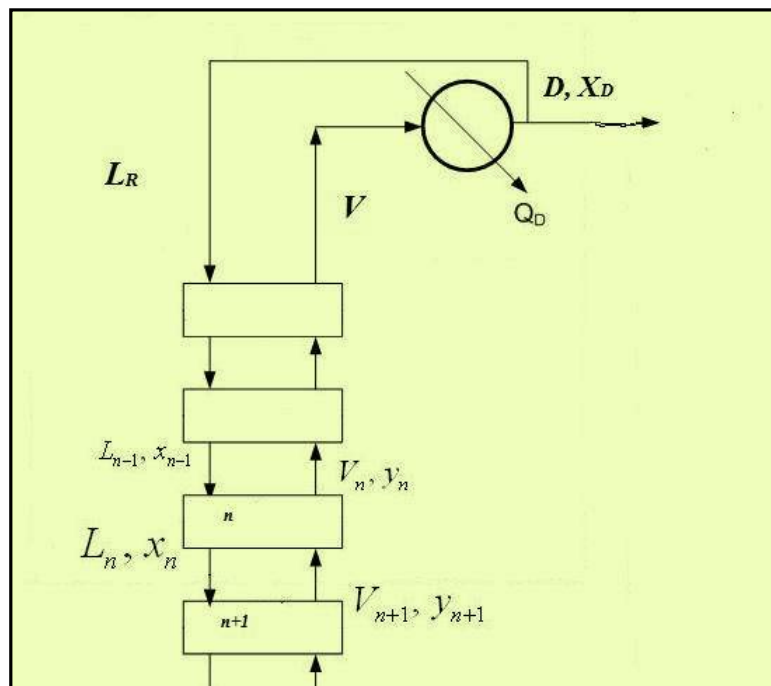


Figure 26 la section d'enrichissement de la colonne de rectification
Bilan matière partiel et total:

$$V_{n+1} = L_n + D$$

$$Y_{n+1} \cdot V_{n+1} = X_n \cdot L_n + X_D \cdot D$$

Bilan enthalpique:

$$H_{n+1} \cdot V_{n+1} + q_D \cdot D = h_n \cdot L_n + h_D \cdot D$$

$$\Rightarrow \frac{H_{n+1} - h_n}{Y_{n+1} - X_n} = \frac{h_D - q_D - H_{n+1}}{X_D - Y_{n+1}}$$

Sur le diagramme enthalpique (h-H) / (x-y) : En effet, le membre de gauche correspond à la pente de la droite qui passe par les 2 points de coordonnées $[x_n, h_n]$ et $[y_{n+1}, H_{n+1}]$, et que le membre de droite correspond à la pente de la droite passant par les deux points $[x_D, h_D - q_D]$ et $[y_{n+1}, H_{n+1}]$. Si deux droites passent par un même point et ont même pente alors elles sont confondues.

Les trois points suivants $1:[x_n, h_n]$, $2:[y_{n+1}, H_{n+1}]$, $3:[x_D, h_D - q_D]$ sont donc alignés et la droite ainsi définie s'appelle **la droite opératoire**. Les points **1** et **2** correspondent aux courants liquides et vapeur qui se croisent entre deux plateaux. Le point **3** s'appelle **le pôle P'** de la zone d'enrichissement. Il existe une droite opératoire particulière pour chaque croisement des courants liquide et vapeur, cependant, toutes les droites opératoires passent par le pôle P'.

3- Principe de la construction de Ponchon-Savarit sur le diagramme (h-H) / (x-y)

- les courants qui sortent d'un étage sont en équilibre et correspondent aux extrémités d'une conoïdale (équilibre thermodynamique).
- les courants qui se croisent appartiennent à une droite opératoire passant par le pôle P' (équations de bilans matière partiel, total et de bilan enthalpique).

Sur le diagramme suivant, supposons que la vapeur V_n sortant du plateau n soit connue (point **a**). Cette vapeur croise le liquide L_{n-1} et pour trouver le point **b** qui lui est associé, on trace la droite **a-P'** et dont l'intersection avec la courbe enthalpique du liquide donne le point b. Le liquide L_{n-1} est en équilibre avec une vapeur V_{n-1} , le point **c**, qui est à l'extrémité de la conoïdale passant par b. Puis on répète la construction à partir de c pour trouver les compositions suivantes.

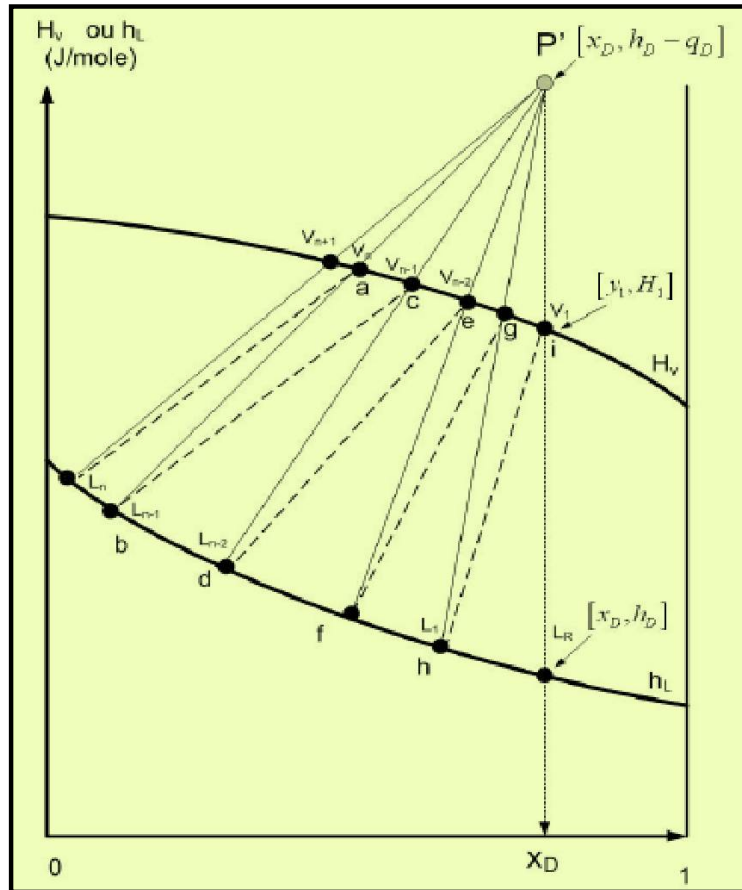


Figure 27 représentations de la méthode de Ponchon – Savarit de la section d'enrichissement

Bilans sur la zone d'épuisement :

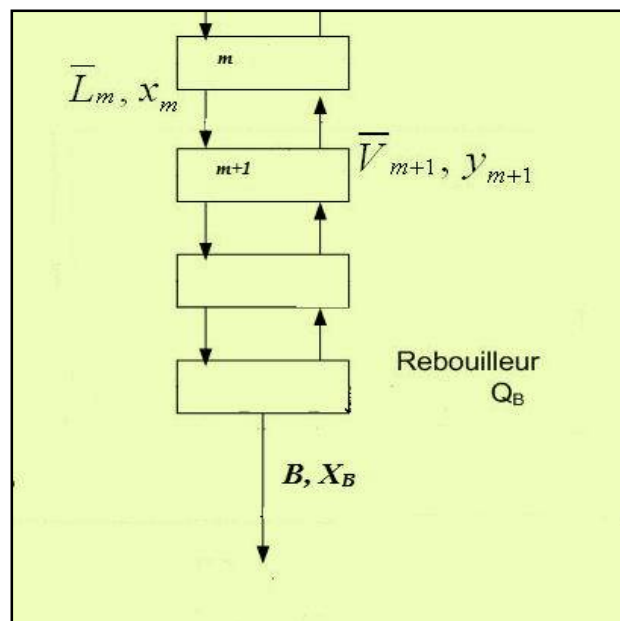


Figure 28 la section d'épuisement de la colonne de rectification

Bilan massique :

$$\bar{L}_m = \bar{V}_{m+1} + B$$

$$X_m \cdot \bar{L}_m = Y_{m+1} \cdot \bar{V}_{m+1} + X_B \cdot B$$

Bilan enthalpique :

$$h_m \cdot \bar{L}_m + q_B \cdot B = H_{m+1} \cdot \bar{V}_{m+1} + h_B \cdot B$$

$$\Rightarrow \frac{H_{m+1} - h_m}{Y_{m+1} - X_m} = \frac{(h_B - q_B) - H_{m+1}}{X_B - Y_{m+1}}$$

Cette dernière équation sur le diagramme enthalpique (h-H) / (x-y), permet de définir une droite opératoire passant par les trois points de coordonnées $[y_{m+1}, H_{m+1}]$, $[x_m, h_m]$ et $[x_B, h_B - q_B]$; ce dernier point étant **le pôle P''**, de la zone d'épuisement. Dans la zone d'épuisement toutes les droite opératoires qui caractérisent le croisement des courants liquide et vapeur entre deux plateaux passent par le pôle P''.

Bilans sur toute la colonne :

$$F = D + B$$

$$X_F F = X_D D + X_B B$$

Bilan enthalpique :

$$h_F F + q_B B + q_D D = h_D D + h_B B$$

$$\Rightarrow \frac{h_F - (h_B - q_B)}{Z_F - X_B} = \frac{(h_D - q_D) - h_F}{X_D - Z_F}$$

Cette expression indique que les 3 points $[x_D, h_D - q_D]$, $[z_F, h_F]$ et $[x_B, h_B - q_B]$ et sont alignés: il s'agit du **pole P'**, du point correspondant à l'alimentation et du **pole P''**.

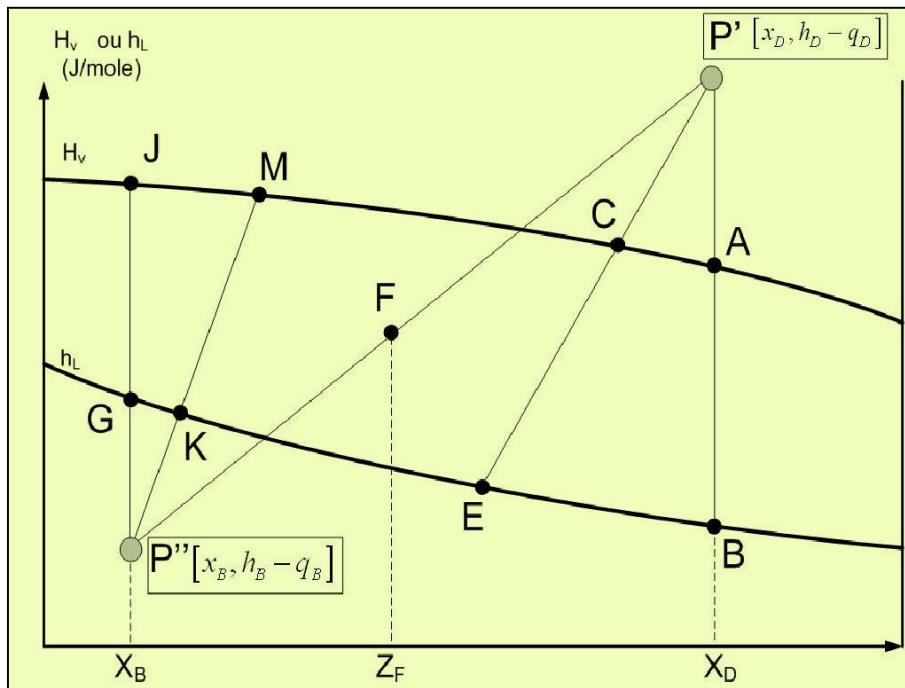


Figure 29 Représentation de la méthode de Ponchon – Savarit sur toute la colonne de rectification

Position optimale de l'alimentation :

L'alimentation est sur le plateau dont la conoïdale coupe la ligne joignant les pôles $P'P''$.

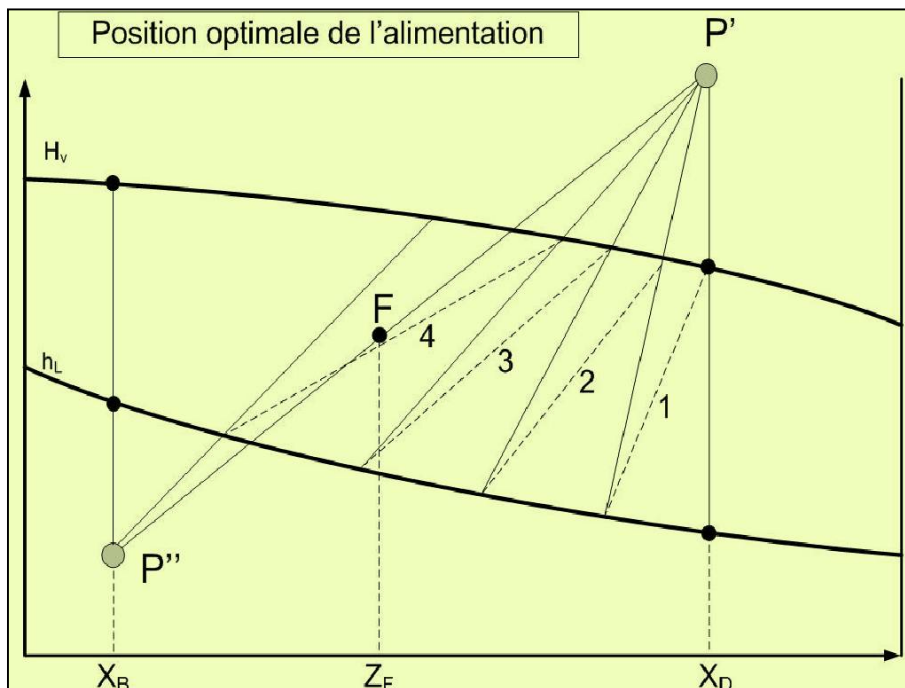


Figure 30 Représentation graphique du plateau d'alimentation par la méthode de Ponchon – Savarit

4-Nombre minimum de plateaux :

On l'obtient en fonctionnant à reflux total où toutes les droites opératoires sont des verticales. Dans l'exemple sous dessous (le diagramme enthalpie - composition) il faut au minimum 5 plateaux pour faire la séparation.

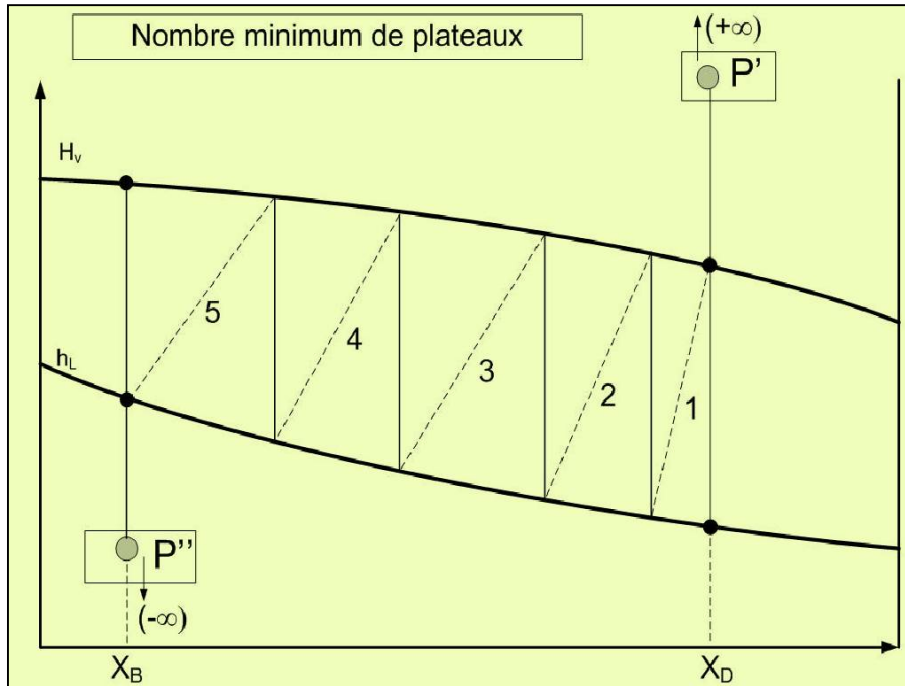


Figure 31 Représentation et détermination graphique du nombre minimum de plateaux par la méthode de Ponchon – Savarit

BIBLIOGRAPHIE :

Livres et Cours :

- 1- Emilian Koller, aide-mémoire génie chimique; 3^{ème} Edition; l'usine nouvelle Dunod, paris, 2010
- 2- Jean Piere Wauquier, raffinage du pétrole. tome 2. procédés de séparation, , (1^{ière}ed), éditions technip, 1998
- 3- Morvan Daniel, les opérations unitaires : procédés industriels cours et exercices corrigés ,Ellipses, Technosup, 2009
- 4- Thierry Cachot, « la distillation diabétique expérimentation et applications industrielles », thèse Doctorat en génie des procédés, institut national polytechnique de lorraine 1992
- 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
- 7- Nadine Le Bolay, Gilbert Casamatta, cours : extraction liquide - liquide; chapitre 3 extraction à contact simple,; inp-ensiacet, France
- 8- René Rhode, cours :Extraction liquide – liquide Lycée Pradeau La Sède Tarbes, France ,1998

Pages et sites web :

- 1- La distillation fractionnée, disponible sur le site web : <http://clemspreims.free.fr/chimie-montage/distillation.html>
- 2- manuel distillation et rectification, équipements pour l'enseignement technique – la société GUNT, Allemagne, disponible sur le site web : http://www.gunt.de/download/distillation_rectification_french.pdf
- 3- les diagrammes de phase : les systèmes ternaires, université de Quèbec, Canada, disponible sur le site web : http://www.uqac.ca/chimie_ens/thermochimie/cadres/cadre_chap_12.htm
- 4-manuel :d'extraction pulsée, atelier inter universitaire de génie des procédés, INP, ENSIACET, Toulouse, France disponible sur le site web :http://www.aigep.fr/joomla/images/manuel_extraction_puls%c3%a9e.pdf