
République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Abderrahmane Mira de Bejaia
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Microbiologie

Opérations Unitaires (Cours et TD)

-  **Extraction liquide-liquide**
-  **Séchage des produits solides**
-  **Cristallisation**

Dr ARKOUB-DJOUDI WARDA

Année universitaire 2017-2018

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Extraction liquide-liquide

I.1. Définition.....	3
I.2. Principe	3
I.3. Applications.....	4
I.4. Diagramme ternaire.....	4
I.4.1. Lecture de la composition d'un mélange ternaire.....	5
I.4.2. Détermination de la composition d'un mélange ternaire.....	6
I.4.3. Systèmes ternaires.....	8
I.4.4. Détermination expérimentale d'un diagramme ternaire.....	9
I.4.5. Effet de la température sur la courbe de miscibilité.....	9
I.4.6. Coefficient de partage.....	10
I.4.7. Le choix de solvant.....	10
I.5. Extraction par étage (cas des solvants partiellement miscibles).....	10
I.5.1. Etage théorique.....	11
I.5.2. Calcul des débits et des compositions de E et R.....	11
I.5.3. Rendement de l'extraction.....	13
I.5.4. Débit maximum et minimum de solvant.....	13
I.5.5. Composition limite de la charge.....	14
I.6. Extraction dans une cascade d'extracteurs à courants-croisés.....	15
I.7. Extraction dans une cascade à contre-courants.....	16
I.8. Extraction dans le cas des solvants non miscibles.....	18
I.9. Appareillage.....	20

CHAPITRE II : Séchage des produits solides

II.1. Définition.....	25
II.2. Objectifs.....	25
II.3. Mécanismes intervenant au cours du séchage.....	26

II.4. Terminologie du séchage.....	26
II.4.1. Caractérisations du produit solide.....	26
II.4.2. Caractérisation de l'air de séchage (Psychrométrie de l'air).....	27
II.5. Mélange de deux masses d'air différentes.....	29
II.6. Cinétique du séchage d'un produit humide.....	30
II.7. Les bilans de matière.....	32
II.8. Bilan thermique d'un séchoir.....	37
II.9. Appareillage.....	38

CHAPITRE III : Cristallisation

III.1. Introduction et définitions.....	40
III.2. Mode de cristallisation et choix de la méthode.....	42
III.3. Effet de la température sur la solubilité.....	42
III.4. Mécanisme de la cristallisation.....	43
III.5. Bilans de matière de la cristallisation.....	44
III. 6. Rendement de cristallisation.....	45
III.7. Bilan de chaleur de la cristallisation.....	46
III.8. Technologie.....	47

Travaux Dirigés

TD 1 : Extraction liquide-liquide.....	51
TD 2 : Séchage des produits solides.....	54
TD 3 : Cristallisation.....	56

Annexes

Annexe A : Diagramme ternaire

Annexe B : Diagrammes psychrométriques de l'air humide

Références bibliographiques

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

De la matière première au conditionnement du produit fini, toute production industrielle fait appel, quelle que soit l'échelle, à une suite coordonnée d'opérations fondamentales distinctes et indépendantes du procédé lui-même que l'on appelle **opérations unitaires**. Tout procédé peut se ramener à une combinaison d'un nombre restreint d'*opérations unitaires*.

Les opérations unitaires représentent donc un concept utilisé par les ingénieurs chimistes ou même biologiques afin de permettre de façon optimale la transformation des substances brutes déterminées en un ou plusieurs produits (naturels ou artificiels) commercialisables ou en produits de base destinés à une autre usine chimique.

Les opérations sont dites **unitaires** car elles se basent sur des règles de nature physique à caractère général et traduisent des transformations simples.

Le principe fondamental de toute opération unitaire est toujours le même, à savoir la préparation et la mise en contact intime des phases en présence pour assurer le développement des réactions, les mécanismes de transport et de transfert de masse (ou matière), de chaleur et de quantité de mouvement qui ont lieu durant la chaîne de transformation, ainsi que la séparation des constituants du mélange résultant.

Le choix d'une opération unitaire dépend de différentes considérations :

- La possibilité effective de séparation sur des bases thermodynamiques ;
- La possibilité offerte par la cinétique physique d'avoir un transfert plus ou moins rapide selon la nature des phases en présence ;
- La volonté d'utiliser préférentiellement certaines sources d'énergie (par exemple : l'énergie électrique) ;
- Le souhait d'économiser de l'énergie ou de diminuer les frais de fonctionnement ainsi que celui d'abaisser les coûts d'investissement.

Dans ce polycopié de cours sont présentées et détaillées trois opérations unitaires les plus utilisées à l'échelle industrielle et qui sont organisées en trois chapitres qui sont : l'extraction liquide-liquide, le séchage des produits solides et la cristallisation. Une série de

travaux dirigés relative à chaque opération unitaire est proposée et à la fin de chaque série sont intégrés les résultats de solution de chaque exercice.

Le polycopié sera un outil pédagogique de grande utilité pour nos étudiants, d'autant plus que la matière investie par ce dernier est d'une importance capitale. Ce cours est destiné aux étudiants de première année Master de différentes spécialités en : Biotechnologie microbienne, Génie chimique, Génie pharmaceutique, Génie alimentaire et en Génie de l'environnement.

CHAPITRE I
EXTRACTION LIQUIDE- LIQUIDE

CHAPITRE I

EXTRACTION LIQUIDE- LIQUIDE

I.1. 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.

I.2. 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 mises en contact pour favoriser le transfert du soluté. La densité des deux phases sont différentes donc séparées par décantation. Ces étapes sont réalisées dans un bac mélangeur-décanteur représenté sur la figure I.1.

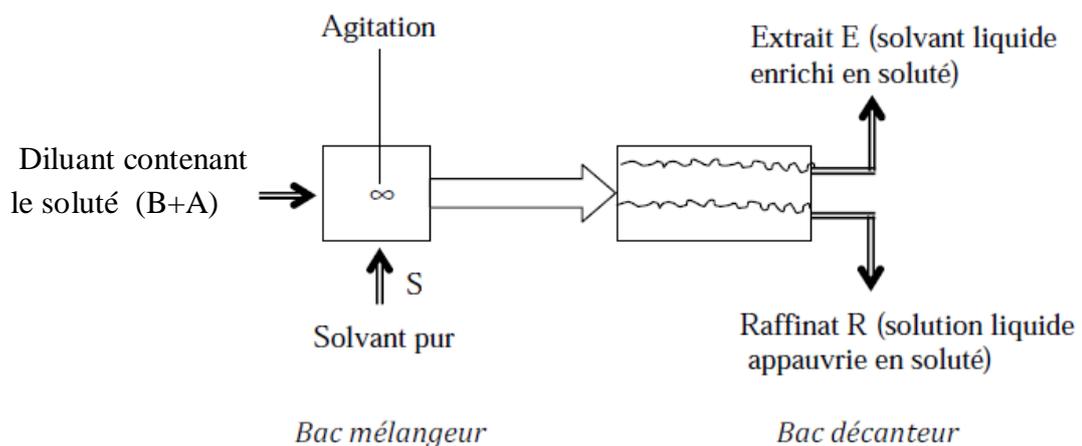


Figure I.1 : Schéma d'un bac mélangeur décanteur

La concentration finale du soluté dans chaque phase dépend de sa solubilité dans les liquides mis en jeu (B et S). Le solvant s'enrichit 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.

3. Applications

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

- Recyclage des solvants ;
- Purification des principes actifs (ex : la pénicilline, les antibiotiques, les vitamines A, B12 et C, les aliments alimentaires dans le domaine pharmaceutique) ;
- Extraction des métaux (cuivre, molybdène, vanadium, tungstène, chrome) dans l'industrie d'hydrométallurgie;
- Récupération de l'uranium.

4. 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 I.2).

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 %.

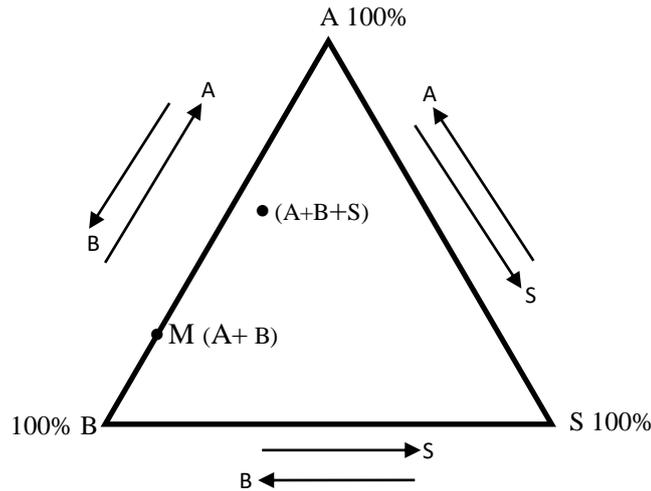


Figure I.2 : Diagramme triangulaire

I.4.1. Lecture de la composition d'un mélange ternaire

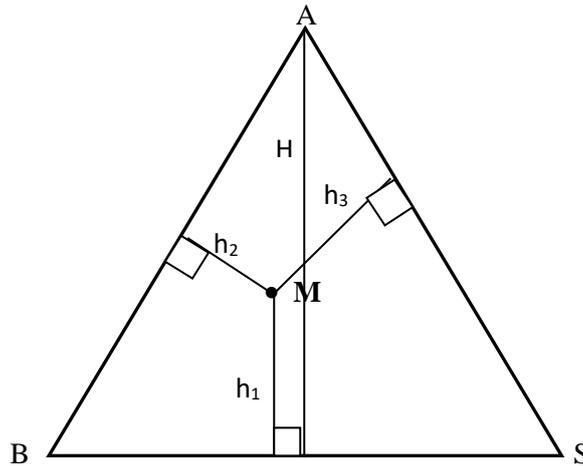
Les propriétés du triangle équilatéral permettent d'effectuer la lecture des concentrations de différentes manières.

1^{ère} 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 :

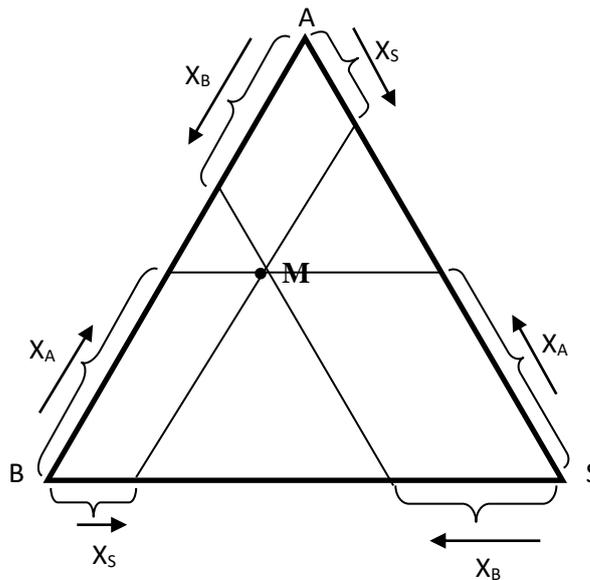
- La composition en A : $x_A = h_1/H$;
- La composition en B : $x_B = h_3/H$;
- La composition en S : $x_S = h_2/H$, avec $x_A + x_B + x_S = 1$ ou 100%.



2^{ème} 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%.



I.4.2. 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 E de composition x_{AE} , x_{BE} et x_{SE}

Solution 2 : masse 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**

$$E+R= M$$

- **Bilan massique sur le soluté**

$$E. x_{AE}+R. x_{AR} = M. x_{AM}$$

- **Bilan massique sur le solvant**

$$E. x_{SE}+R. x_{SR} = M. x_{SM}$$

- **Bilan massique sur le diluant**

$$E. x_{BE}+R. x_{BR} = M. x_{BM}$$

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.

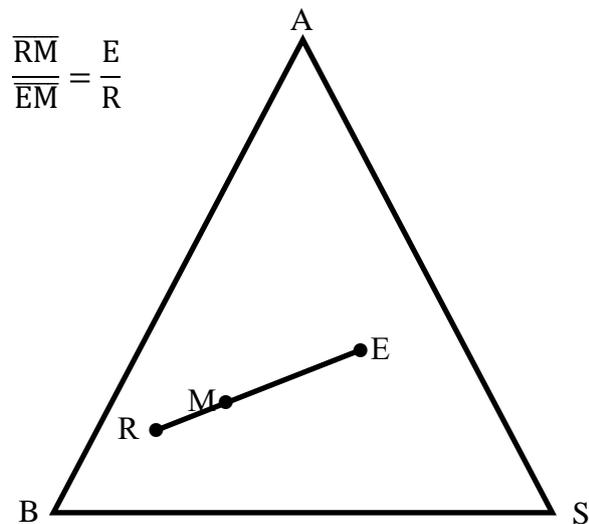
Le mélange de E et R donne une solution M qui se trouve sur le segment qui relie les points ternaires E et R.

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 :

$$\text{Ou : } \frac{M}{R} = \frac{\overline{RE}}{\overline{ME}} \rightarrow \overline{ME} = \frac{R}{M} \overline{RE}$$

Avec : $M= E+R$



I.4.3. Systèmes ternaires

Dans le cas d'un système ternaire où :

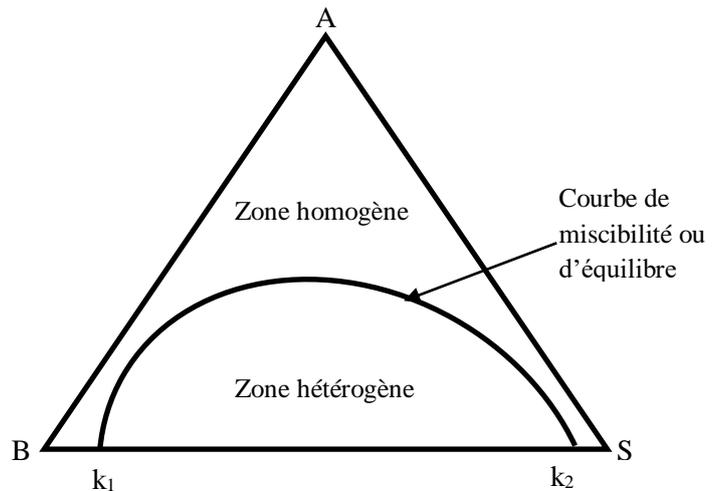
- A, B sont totalement miscibles ;
- A, S sont totalement miscibles ;
- B, S sont partiellement miscibles

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

Avec :

k_1 : limite de solubilité de S dans B

k_2 : 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.

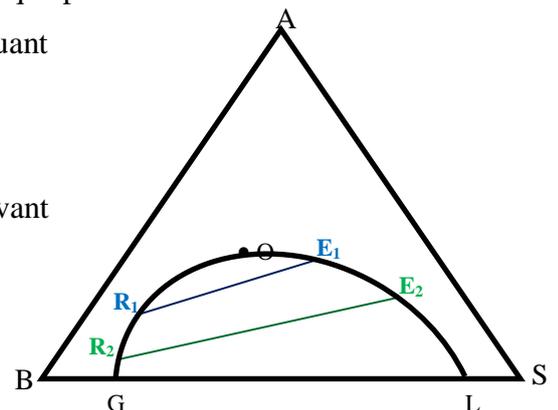
Soit un système dont la courbe de miscibilité est connue, lorsqu'on mélange (A-B-S), ces derniers vont d'une phase à l'autre en fonction de leurs affinités jusqu'à l'équilibre qui est caractérisé par une composition constante des deux phases (E et R). On parle alors de l'équilibre physico-chimique. E 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).

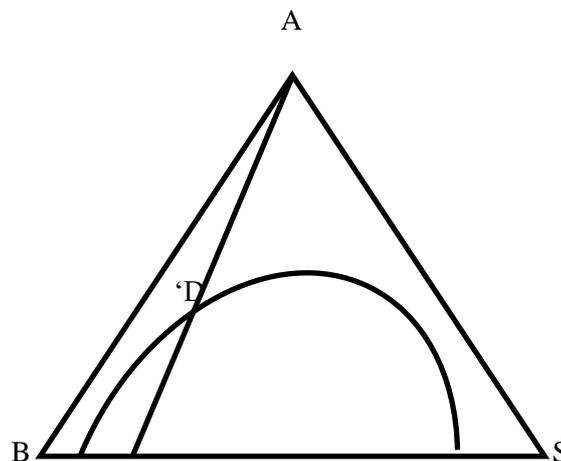


I.4.4. Détermination expérimentale d'un diagramme ternaire

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.

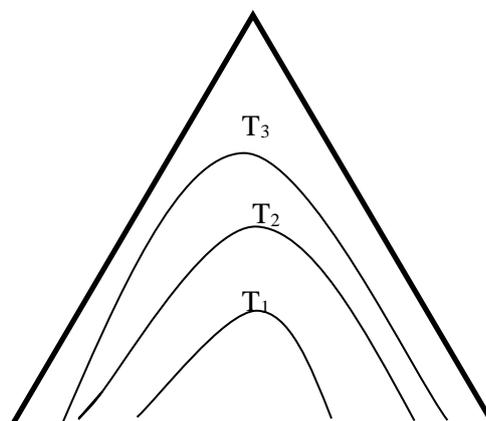
Lorsque on augmente la quantité de A, le point mélange se trouve de plus en plus proche de A. A cause de la solubilité totale de A dans B et S on obtient une solution homogène lorsque la composition de A est au dessus du point D' (limite de solubilité). On prépare de la même manière d'autres binaires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



I.4.5. 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.

$$T_1 > T_2 > T_3$$

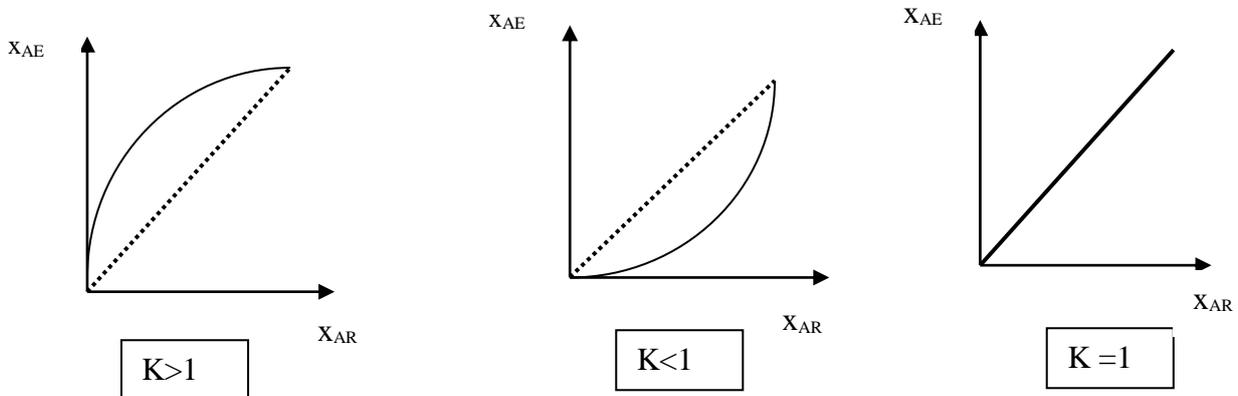


I.4.6. Coefficient de partage

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 :

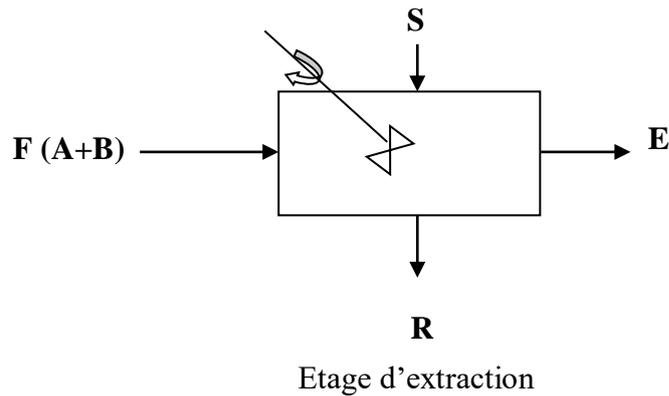


I.4.7. Le choix de solvant

- ✚ 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.

5. 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).

I.5.1. 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.

I.5.2. 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)**

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

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.

I.5.3. 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 :

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

I.5.4. 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 **M₁** (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 **M₁** correspond à la quantité minimale de solvant pouvant être utilisée.

Analytiquement

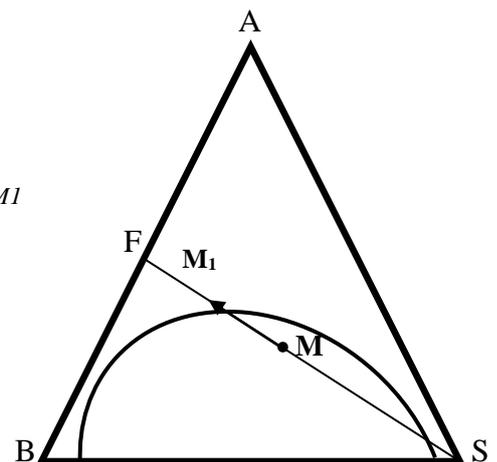
$$F + S_{min} = M_1$$

$$F \cdot x_F + S_{min} \cdot x_S = M_1 \cdot x_{M1} = (F + S_{min}) \cdot x_{M1}$$

$$S_{min} = F(x_F - x_{M1}) / (x_{M1} - x_S)$$

Graphiquement

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



• **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.

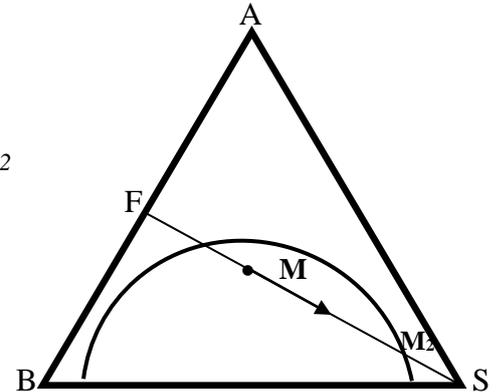
Analytiquement

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

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

$$S_{max} = F(x_F - x_{M_2}) / (x_{M_2} - x_S)$$

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

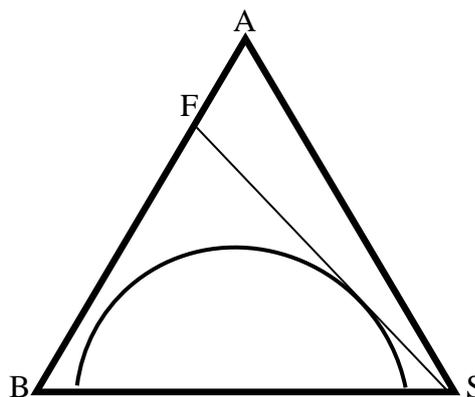


Remarque :

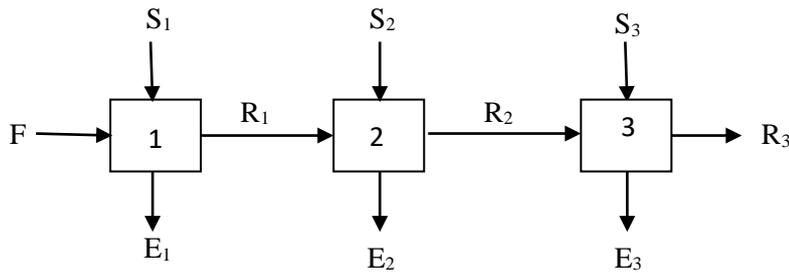
F et S peuvent être des ternaires donc les points F et S seront à l'intérieur du triangle.

I.5.5. Composition limite de la charge

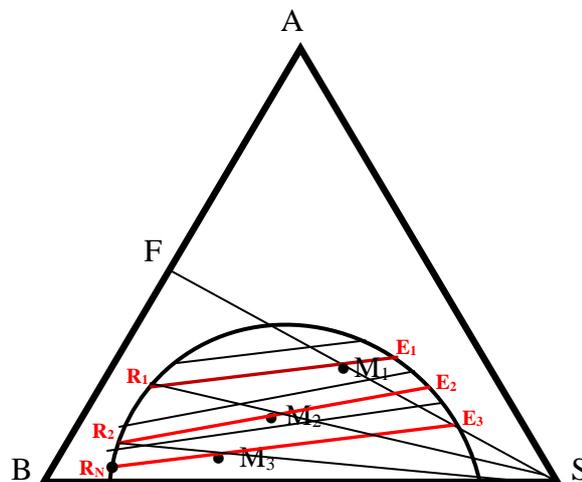
Si la composition de la charge x_F est supérieure à une composition limite maximale x_{Fmax} ($x_F \geq x_{Fmax}$), il n'est pas possible d'obtenir le système hétérogène et par conséquent pas d'extraction. Dans ce cas (FS) est tangente à la courbe de miscibilité.



I.6. 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 joints 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.

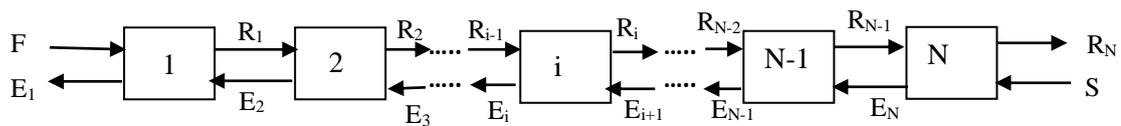
Avec : $E_T = \sum_{i=1}^N E_i$ (la masse totale de l'extrait)

$E_T \cdot x_{AE} = \sum_{i=1}^N E_i \cdot x_{Ei}$ (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 ($S_1=S_2=.....S_i$).

I.7. 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^{er} étage :**

$$F + E_2 = R_1 + E_1$$

$$F - E_1 = R_1 - E_2$$

• **Les deux premiers étages :**

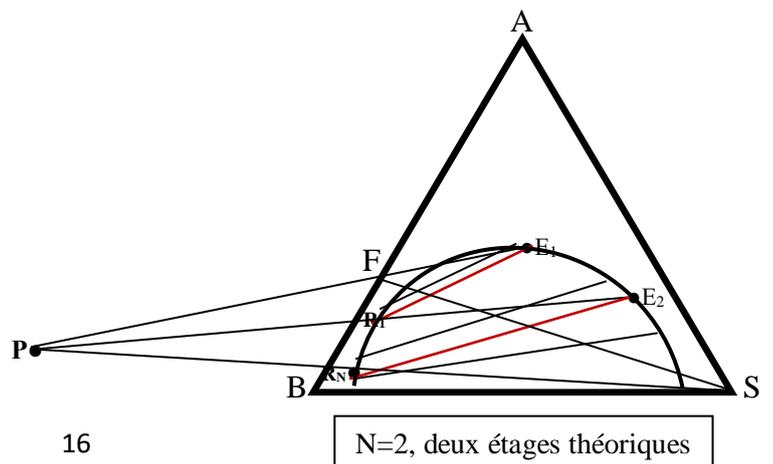
$$F + E_3 = R_2 + E_1$$

$$F - E_1 = R_2 - E_3$$

• **Les i premiers étages**

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

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



• **pour toute la cascade**

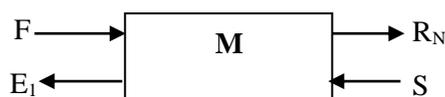
$$F+S = E_1 + R_N$$

$$F - E_1 = R_N - S$$

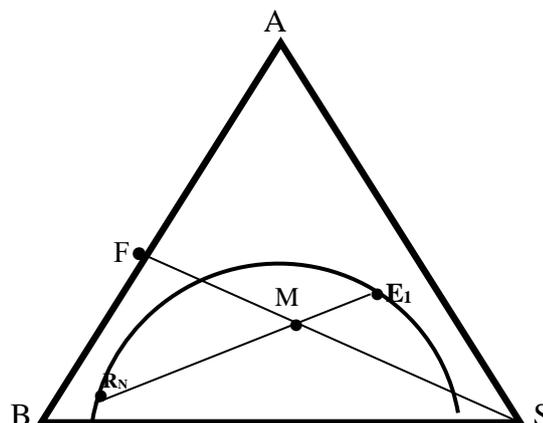
- dans tous les cas, nous avons un terme qui revient c'est $(F - E_1)$
 si on pose : $F - E_1 = P \rightarrow F = P + E_1$
 Alors F, P et E_1 sont alignés et F se trouve entre E_1 et P.
- nous avons aussi : $P = R_N - S \rightarrow R_N = P + S$
 Les points R_N , P et S sont aussi alignés et R_N se trouve 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 coté 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_{RN} 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}).

I.8. Extraction dans le cas des solvants non miscibles

Dans le cas des solvants non miscibles, on exprime les compositions du système ternaire par des fractions relatives.

- Soit B Kg de solvant de base de composition X_0 en soluté.
- Soit S Kg de solvant d'extraction de composition Y_0 en soluté.

Avec : $X_0 = \frac{m_A}{m_B}$ et $Y_0 = \frac{m_A}{m_S}$

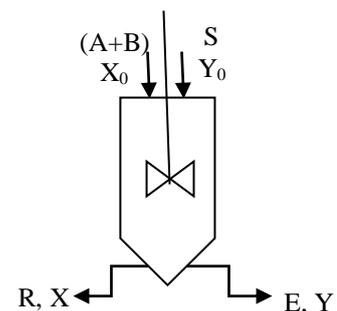
Lors de l'extraction on abouti à un état d'équilibre avec un extrait de composition Y et un raffinat de composition X.

• **Bilan sur les solvants :**

$$B+S = B+S$$

• **Bilan sur le soluté :**

$$B \cdot X_0 + S \cdot Y_0 = B \cdot X + S \cdot Y$$



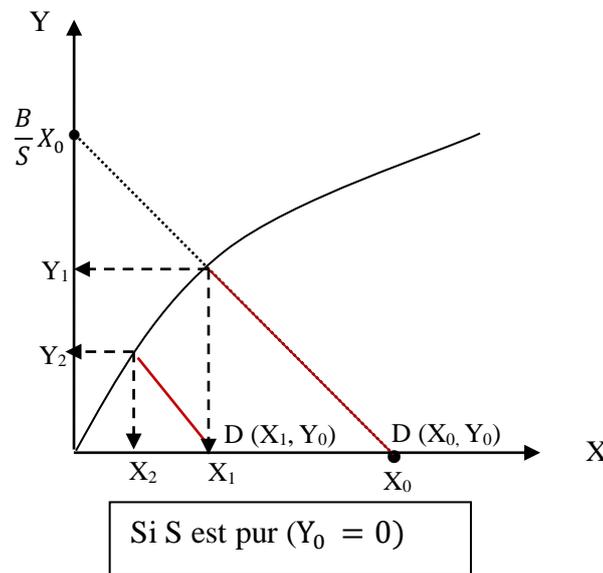
$$Y = -\frac{B}{S}X + \frac{B}{S}X_0 + Y_0 \text{ c'est l'équation de la droite opératoire.}$$

Dans les coordonnées X, Y, le processus peut être présenté comme suit :

- 1- Tracer la courbe d'équilibre $Y^* = K X$;
- 2- Fixer la position du point D de coordonnées (X_0, Y_0) ;
- 3- Tracer la droite opératoire de pente $-\frac{B}{S}$

❖ **Si S est pur ($Y_0 = 0$) :**

$$Y = -\frac{B}{S}X + \frac{B}{S}X_0$$

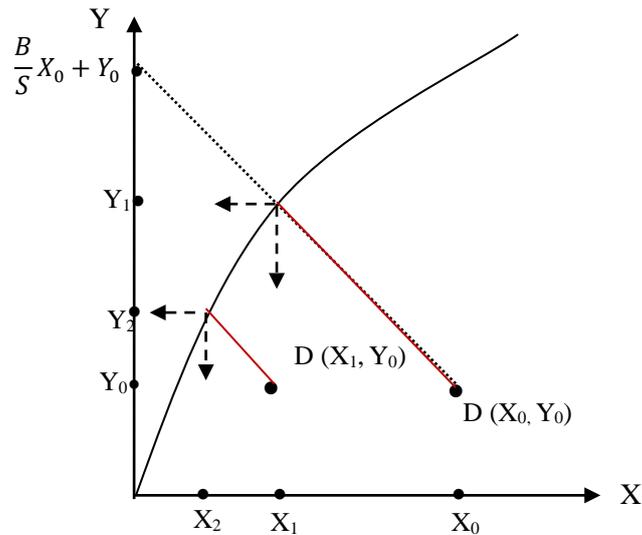


❖ **Si S n'est pas pur, $Y_0 \neq 0$:**

$$Y = -\frac{B}{S}X + \frac{B}{S}X_0 + Y_0$$

Pour tracer cette droite opératoire, il suffit d'avoir au moins deux points :

- L'ordonnée à l'origine (pour $X=0, Y=\frac{B}{S}X_0 + Y_0$);
- Le point D de coordonnées (X_0, Y_0) ;



Si S n'est pas pur ($Y_0 \neq 0$)

Remarques:

- 1- Le nombre de droites opératoires égal au nombre d'étages utilisés pour l'extraction.
- 2- Si la quantité de S est la même dans les étages, les droites opératoires sont parallèles.

I.9. Appareillage

D'une façon générale, tout transfert de matière d'une phase à une autre est directement fonction du contact réalisé entre les phases. Dans l'extraction liquide-liquide, les deux phases sont des liquides dont les densités sont par conséquent proches, d'où la difficulté de bien mélanger et surtout bien séparer. Il faut donc souvent fournir de l'énergie mécanique extérieure pour réaliser le contact. L'appareillage peut être prévu pour travailler en continu ou en discontinu.

a)- Les mélangeurs-décanteurs

Dans le cas de l'extraction discontinue le mélangeur-décanteur peut consister en un seul et même appareil. Il se compose d'une chambre de mélange où se produit la mise en contact intime des phases. Ensuite le mélange passe dans la chambre de décantation où les deux phases sont séparées par gravité (figure a). En vue d'améliorer l'efficacité globale, on peut utiliser plusieurs unités en contre-

courant ou co-courant. Le transfert des phases entre les différentes unités nécessite l'emploi de pompes extérieures.

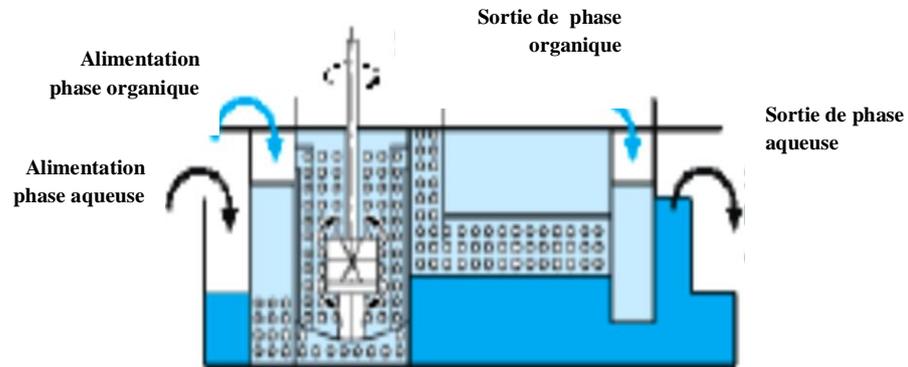


Figure a : Mélangeur-décanteur

b)- Colonnes d'extraction

Les colonnes d'extraction peuvent être considérées comme des appareils à étages multiples non séparés. Ce sont des tours verticales dans lesquelles l'extrait et le raffinat circulant en continu à contre-courant, se mélangent puis se décantent. Lorsque la solution est le liquide lourd elle est introduite à la partie supérieure, tandis que le solvant, liquide léger, pénètre à la partie inférieure. L'extrait est éliminé à la partie supérieure tandis que le raffinat est soutiré à la base. La séparation des deux phases est réalisée simplement par gravité ou par une action centrifuge.

Les différences entre les types d'appareils proviennent surtout des moyens utilisés pour la mise en contact des phases liquides.

- *Colonnes à pulvérisation*

La colonne est remplie d'un liquide formant la phase continue que traverse le liquide dispersé en fines gouttelettes. Les gouttelettes coalescent et se rassemblent en une phase homogène qu'on sépare de la phase continue. Suivant les quantités relatives de liquide léger et de liquide lourd, la phase dispersée est soit le liquide léger, soit le liquide lourd, soit les deux

à la fois. Ces colonnes sont de construction facile et peu onéreuse et elles peuvent être nettoyées dans difficultés.

- ***Colonnes à garnissage***

Ce sont des colonnes à pulvérisation remplies de petits objets tels que des anneaux Raschig. Le rôle du garnissage est d'accroître la turbulence de la phase continue provoquant une grande dispersion des gouttes et la formation de films de liquide. Les dispositifs généralement adoptés dans les colonnes à garnissage comprennent une succession de zones garnies séparées par un espace sans garnissage. L'une des phases mouille le garnissage et s'écoule sous forma de film tandis que l'autre circule à l'état de gouttelettes. Leurs capacité de traitement est inférieure aux colonnes à pulvérisation.

- ***Colonnes à plateaux perforés***

Elles sont constituées par une tour garnie de plaques perforées, pour la production de la phase dispersée, reliées à des déversoirs destinés à l'écoulement de la phase continue. Les trous ont un diamètre de 1,5 à 10 mm et les plateaux sont espacés de 15 à 60 cm.

Les gouttelettes de liquide léger, obtenues par le passage à travers les trous d'un plateau, s'élèvent dans la phase continue lourde, puis coalescent et s'accumulent en une couche de liquide léger, sous le plateau situé au dessus. Lorsque la pression hydrostatique du liquide de cette couche est suffisante, le liquide léger passe à travers les trous du plateau et est transformé à nouveau en gouttelettes qui se dispersent dans la phase continue supérieure. Quant au liquide lourd (phase continue), il circule par gravité d'un plateau à celui situé au-dessous par l'intermédiaire des déversoirs. Chaque plateau constitue un étage.

- ***Colonnes pulsées***

Ce sont des colonnes à plateaux perforés sans déversoir ou à garnissage dans lesquelles les mouvements turbulents des liquides sont provoqués par des pulsations alternatives très rapides sous l'influence du mouvement imprimé au liquide, de bas en haut, par le pulseur le liquide léger divisé en fines gouttelettes passe au travers du liquide lourd et se rassemble à la base du plateau situé au dessus. Par le déplacement en sens inverse, de haut en bas, on provoque le passage du liquide lourd sous forme de gouttelettes dans le liquide léger. Ce liquide se rassemble ensuite à la partie supérieure du plateau inférieur. Le mouvement alternatif imprimé aux liquides de la colonne arrive à déplacer les gouttelettes de chaque phase à travers des

couches alternées de liquides lourd et léger donnant lieu à un contact très efficace. Les pulsations sont produites par une pompe à diaphragme ou par air comprimé.

- *Colonnes agitées*

Ce sont des colonnes qui comportent un arbre axial portant à des intervalles réguliers des turbines séparées par deux disques portant de larges trous. Ces disques fixent délimitent des étages d'extraction et évite le mélange axial. Suivant le taux d'ouverture des disques, on peut obtenir une grande efficacité avec un débit spécifique faible. D'autre part, la dimension des gouttelettes de la phase dispersée diminue lorsque la vitesse de rotation de la turbine augmente, il en résulte dans ce cas que l'efficacité augmente mais le débit diminue (figure b).

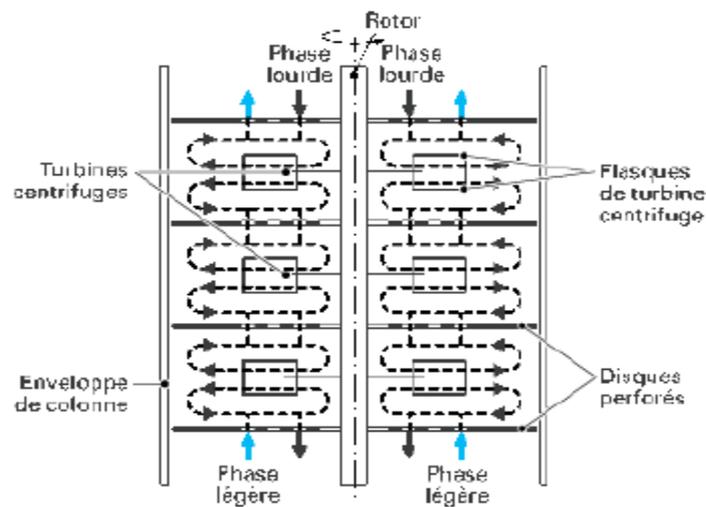


Figure b : Colonne agitée

- *Extracteurs centrifuges*

La dispersion et la séparation des phases peuvent être grandement accélérées par la force centrifuge. Le plus utilisé des appareils basés sur ce principe est l'extracteur **Podbielniak**. Un tambour horizontal, constitué de couches successives de cylindres perforés de trous, tourne à grande vitesse (2000 à 5000 trs/mn). Par l'axe du tambour pénètrent les deux phases à mélanger. La phase légère est dirigée à la périphérie, la phase lourde au centre du tambour.

Sous l'effet de la force centrifuge, le liquide lourd passe à travers les cylindres perforés pour aller à la périphérie et il déplace ainsi la phase légère et la traverse. Ces deux liquides

ressortent par l'axe du tambour (figure c). Les extracteurs centrifuges sont employés pour les liquides facilement émulsifiables, dont les différences de masses volumiques sont faibles.

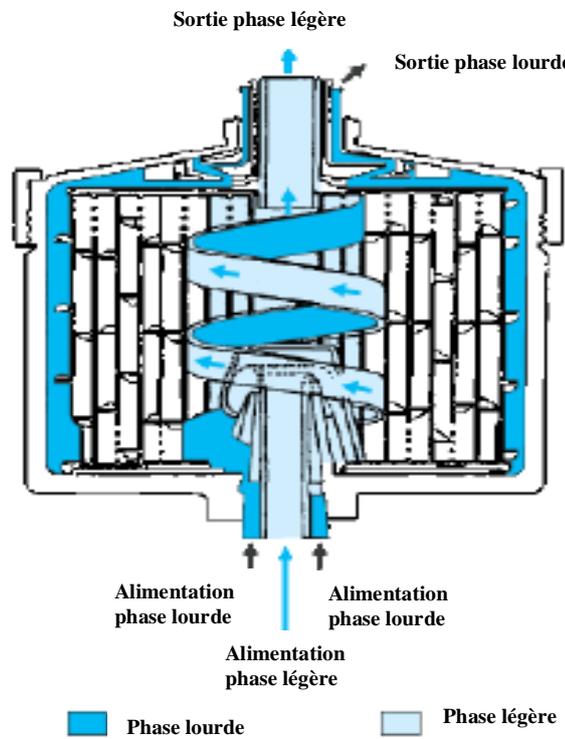


Figure c : Extracteur centrifuge

CHAPITRE II
SECHAGE DES PRODUITS
SOLIDES

CHAPITRE II

SECHAGE DES PRODUITS SOLIDES

II.1. Définition

Le séchage est une opération unitaire ayant pour but **d'éliminer par évaporation** un liquide imprégnant un solide. Le terme **déshydratation** a un sens plus restrictif : il ne concerne que **l'élimination de l'eau** dans un solide ou un liquide.

Il est courant de faire une distinction entre le séchage **par ébullition** et le séchage **par entraînement** :

- Pour le séchage **par ébullition**, le produit est porté à la température d'ébullition du liquide qu'il contient.
- Pour le séchage **par entraînement**, le produit est mis en contact avec un gaz en mouvement (de l'air chaud et sec). Ce gaz est en général conditionné de manière à ce que sa température soit supérieure à celle du produit à sécher et la pression de vapeur du solvant inférieure à la pression dans l'enceinte de séchage .

II.2.Objectifs

Le séchage est largement utilisé dans l'industrie alimentaire et chimique où il vient souvent en complément d'opérations comme l'évapo-concentration, la décantation, la filtration ou l'essorage. Il se pratique dans plusieurs cas :

- le liquide résiduel est incompatible avec la suite du procédé.
- Le produit humide se conserve mal (modification de l'aspect physique par agglomération des grains).
- le coût du transport est plus élevé en présence de liquide.
- le séchage permet outre l'élimination du liquide, la création de modifications de la structure interne du solide soit par exemple l'apparition d'une structure poreuse.

Le champ d'application du séchage est particulièrement large: produits chimiques, produits pharmaceutiques, produits agro-alimentaires, matières plastiques, papiers, bois...

II.3. Mécanismes intervenant au cours du séchage

Le séchage est une opération unitaire mettant en jeu un transfert de matière et un transfert de chaleur. Ce dernier fait appel aux trois modes de transfert de chaleur :

- **Séchage par convection** : On envoie sur le produit à sécher un courant d'air chaud qui fournit la chaleur nécessaire à l'évaporation de l'eau et entraîne la vapeur formée.

Exemples : le séchage de plantes aromatiques, de fruits, de grains, de boues d'épuration, de céramiques...

- **Séchage par conduction** : L'énergie thermique nécessaire au séchage est apportée non pas par un gaz en mouvement autour du produit à sécher, mais par contact direct entre le produit et une paroi chauffée.

Exemple : la pâte à papier

- **Séchage par rayonnement** : la chaleur est apportée au produit à sécher par des ondes électromagnétiques générées soit par des dispositifs électroniques, soit par élévation de la température d'un émetteur infrarouge. Ce mode de séchage est destiné aux produits en plaques (cartons) ou en film (tissu, papier), mais aussi aux produits granulaires de faibles épaisseur (1 à 2cm).

II.4. Terminologie du séchage

II.4.1. Caractérisations du produit solide

- **Humidité d'un solide**

On définit l'**humidité d'un solide** comme la masse d'eau en kg contenue dans 1 kg de solide sec (c'est en fait l'expression d'un rapport massique). On utilise fréquemment des pourcentages.

- Lorsque le produit à sécher est très humide, l'eau qu'il contient est qualifiée de **libre**.

- Lorsque le produit à sécher n'est pas très humide, l'eau qu'il contient est qualifiée de **liée**.

- Un liquide pur émet à la température T une pression notée P^0 appelée **tension de vapeur ou pression de vapeur saturante**.

- Un liquide imbibant (mouillant) un solide à la température T émet une pression de vapeur P_m .

- Dans le cas de l'eau libre, $P_m = P^{\circ}$.
- Dans le cas de l'eau liée, $P_m < P^{\circ}$.

- **Humidité relative d'équilibre du solide**

On donne le nom d'humidité relative d'équilibre au rapport :

$$Y' = P_m / P^{\circ}$$

II.4.2. Caractérisation de l'air de séchage (Psychrométrie de l'air)

- **Humidité relative de l'air**

L'**humidité relative** ε s'exprime comme le quotient de la pression partielle de vapeur d'eau (P_v) contenue dans l'air par la pression de vapeur saturante (P°) à la même température.

L'humidité relative est souvent nommée **degré hygrométrique ou le taux de saturation** :

$$\varepsilon = P_v / P^{\circ} ; 0 \% \leq \varepsilon \leq 100\%$$

- Si $\varepsilon = 0 \% \rightarrow P_v = 0$, dans ce cas l'air est sec ;
- Si $\varepsilon = 100 \% \rightarrow P_v = P^{\circ}$, dans ce cas l'air est saturé en vapeur d'eau ;
- Le séchage s'effectue tant que $P_m > P_v$;
- Le séchage d'arrête lorsque $P_m = P_v \rightarrow Y' = \varepsilon$.

- **Humidité absolue de l'air**

On définit l'**humidité absolue de l'air** comme la masse d'eau en kg associée à 1 kg de l'air sec. On le notera Y.

Si P_v est la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air et si le mélange gazeux suit la loi de **DALTON** sous une pression totale P_T ($P_i = y_i \cdot P_T$) alors:

$$Y = \frac{m_{ev}}{m_a} = \frac{18}{29} \cdot \frac{P_v}{(P_T - P_v)} = 0,62 \cdot \frac{P_v}{(P_T - P_v)}$$

Avec p_i est la pression partielle de l'élément i et y_i est sa fraction molaire absolue.

Démonstration :

Nous avons :
$$P_v = y_v \cdot P_T = \frac{n_e}{n_T} \cdot P_T = \frac{m_{ev}}{M_e \cdot n_T} \cdot P_T \dots \dots \dots (1)$$

$$P_a = y_a \cdot P_T = \frac{n_a}{n_T} \cdot P_T = \frac{m_a}{M_a \cdot n_T} \cdot P_T \dots \dots \dots (2)$$

$$\frac{(1)}{(2)} \leftrightarrow \frac{P_v}{P_a} = \frac{m_{ev}}{m_a} \cdot \frac{M_a}{M_e} = \frac{m_{ev}}{m_a} \cdot \frac{29}{18}$$

Sachant que : $P_a = P_T - P_v$;
$$\frac{m_{ev}}{m_a} = Y = \frac{18}{29} \frac{P_v}{(P_T - P_v)} = 0,62 \cdot \frac{P_v}{(P_T - P_v)}$$

- **Humidité absolue de l'air à la saturation**

La valeur maximale de la teneur en eau correspond à la saturation de l'air ($P_v = P^\circ$) :

$$Y_s = 0,62 \frac{P^\circ}{(P_T - P^\circ)}$$

- **Volume massique de l'air**

Le volume massique de l'air est le volume occupé par 1kg d'air sec associé à la vapeur d'eau qu'il contient.

$$V_H = 22,4 \cdot \frac{T}{273} \cdot \left(\frac{1}{29} + Y \cdot \frac{1}{18} \right) \cdot \frac{1}{P_T} \quad \left(m^3 / kg \text{ air sec} \right)$$

- **Enthalpie de l'air humide**

L'enthalpie de l'air humide définit le contenu énergétique de cet air.

- Selon la formule de **RAMZINE** : $H = 595 \cdot Y + (0,24 + 0,47 \cdot Y) \cdot T$
(kcal/kg air sec) ; T (°C)

- Par l'utilisation du diagramme psychrométrique :

$$H = H_{\text{air sec}} + (H_{\text{air sat}} - H_{\text{air sec}}) \cdot \phi \quad (\text{kJ/kg air sec})$$

- **Température sèche (T_s)**

C'est la température indiquée par un thermomètre ordinaire exposé à un courant d'air.

- **Température de rosée (T_R)**

C'est la température à laquelle la vapeur d'eau contenue dans l'air commence à se condenser ($P_v = P^\circ$).

- **Température humide (ou température de bulbe humide) (T_h)**

C'est la température de l'air saturé en vapeur d'eau. Elle est mesurée par un thermomètre dont la sonde (le bulbe) est enrobée d'une mèche humidifiée en permanence par de l'eau pure placée dans un courant d'air.

On mesure les températures sèche et humide au moyen d'un appareil comportant deux thermomètres, appelé **psychromètre (figure II.1)**.

Les caractéristiques de l'air ambiant extérieur sont déterminées à l'aide du diagramme psychrométrique par mesure de la température sèche et humide.

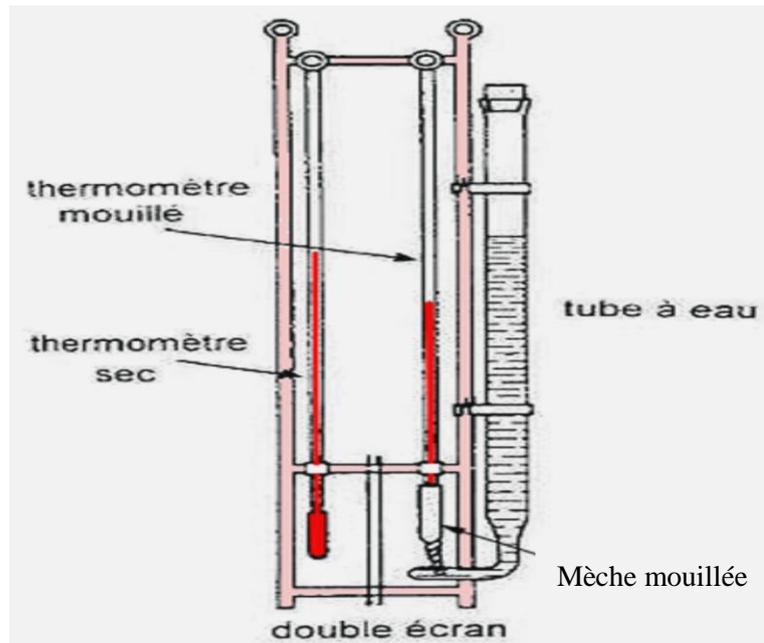


Figure II. 1. Psychromètre

II.5. Mélange de deux masses d'air différentes

Soient les deux masses d'air ; m_1 de caractéristiques (T_1, Y_1, H_1) et m_2 de caractéristiques (T_2, Y_2, H_2) .

En mélangeant ces deux quantités, on aura :

Bilan massique global : $m_m = m_1 + m_2$ (Kg d'air sec)(1)

Bilan massique de l'eau : $m_m \cdot Y_m = m_1 \cdot Y_1 + m_2 \cdot Y_2$ (Kg H₂O vapeur)(2)

(1)+(2) : $m_m (1+Y_m) = m_1(1+Y_1) + m_2(1+Y_2)$ (Kg d'air humide)

De (2) nous avons : $Y_m = \frac{m_1 \cdot Y_1 + m_2 \cdot Y_2}{m_m}$

- Si d'autre part, l'échange se fait de manière adiabatique :

$m_m \cdot H_m = m_1 \cdot H_1 + m_2 \cdot H_2$ (3)

$$H_m = \frac{m_1 \cdot H_1 + m_2 \cdot H_2}{m_m}$$

Les expressions (2) et (3) peuvent se mettre sous la forme :

$$Y_m (m_1 + m_2) = m_1 \cdot Y_1 + m_2 \cdot Y_2 \rightarrow m_1(Y_m - Y_1) = m_2 \cdot (Y_2 - Y_m) \dots \dots \dots (4)$$

$$H_m (m_1 + m_2) = m_1 \cdot H_1 + m_2 \cdot H_2 \rightarrow m_1(H_m - H_1) = m_2 \cdot (H_2 - H_m) \dots \dots \dots (5)$$

$$(5)/(4) \rightarrow \frac{(H_m - H_1)}{(Y_m - Y_1)} = \frac{(H_2 - H_m)}{(Y_2 - Y_m)} = \text{tg} \alpha \dots \dots \dots (6)$$

L'égalité des rapports de l'équation (6) se traduit par l'alignement des points 1, 2 et m sur le diagramme enthalpique de l'air humide (Annexe II) (figure II.2).

D'une manière générale, le résultat d'un mélange binaire est donné par le point qui se situe sur la droite joignant les points correspondant aux constituants 1 et 2.

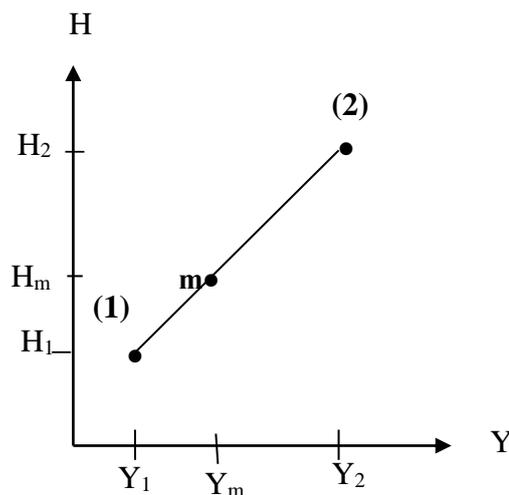


Figure II. 2 : caractéristiques d'un mélange de deux masses d'air différentes

II.6. Cinétique du séchage d'un produit humide

Dans le cas d'un produit solide séché par entraînement, l'expérience de base consiste à placer le produit dans un courant d'air parfaitement maîtrisé (température, humidité, vitesse) et à enregistrer l'évolution de sa masse au cours du temps, par des pesées à intervalles de temps réguliers.

- Périodes de séchage

Deux types de courbes permettent de décrire l'évolution du produit au cours du séchage :

- la teneur en eau sèche n_s (rapporté à la matière sèche : kg eau liquide/kg matière sèche) du produit, en fonction du temps (t) obtenue directement à partir de l'enregistrement de la masse au cours du temps, connaissant la teneur en eau initiale du produit (figure 3) ;
- En portant la vitesse de séchage (dn_s/dt) en fonction du temps, on obtient ainsi une autre courbe dont l'allure est donnée sur la figure 4.

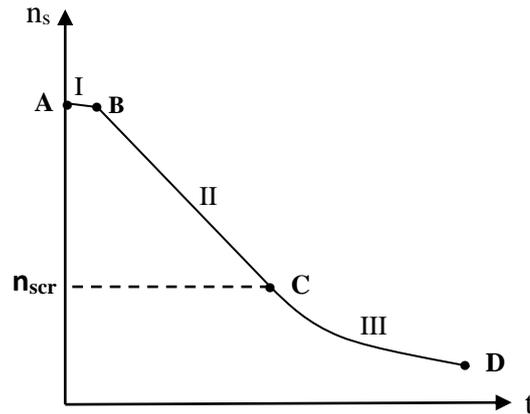


Figure II. 3 : Courbe de séchage $n_s = f(t)$

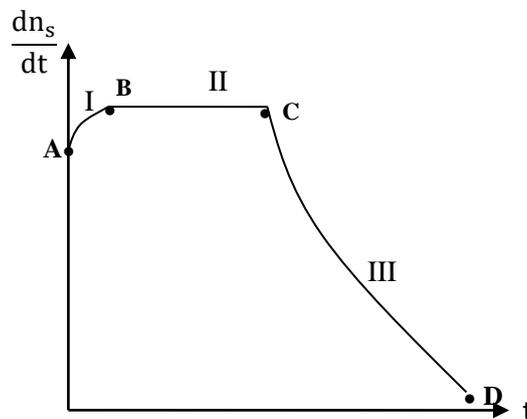


Figure II. 4 : Courbe de séchage $\frac{dn_s}{dt} = f(t)$

D'après les deux types de représentation, on distingue trois périodes de séchage :

Période I : la phase transitoire de mise en température du produit à sécher (AB) ;

Période II : la phase à vitesse de séchage constante (BC).

Pendant toute la durée de cette période qui se poursuit jusqu'au point critique (point c), la surface du produit est saturée en eau. Cette situation résulte soit de la présence d'eau en quantité importante à la surface du produit, soit d'une diffusion d'eau, du sein du produit vers sa surface externe, suffisamment rapide. La température du solide reste constante et égale à la température humide du fluide de séchage (T_h) et la nature du solide n'intervient pas au cours de cette période.

Période III : la phase à vitesse de séchage décroissante ou période ralentie (CD).

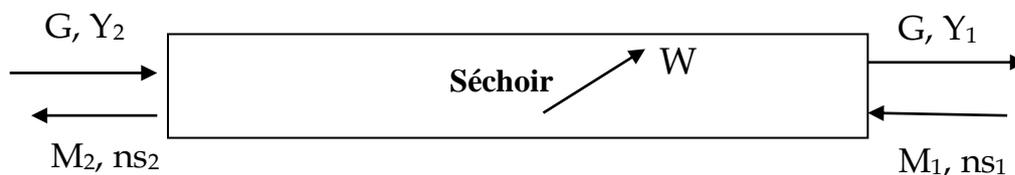
Pendant cette période de séchage, le transfert de l'eau au sein du produit n'est plus assez rapide et le taux d'humidité à partir duquel la vitesse de séchage se met à décroître est le taux d'humidité critique n_{scr} .

Les facteurs qui peuvent augmenter la cinétique de séchage sont :

- La diminution de l'humidité absolue de l'air sec ;
- L'élévation de la température de l'air de séchage ;
- L'augmentation du coefficient de transfert thermique par une augmentation de la vitesse de circulation de l'air ;
- L'augmentation de la surface spécifique du solide ce qui entraîne l'augmentation de la surface d'échange.

7. Les Bilans de matière

• Séchage adiabatique à contre courant



Avec :

- M_1 et M_2 sont les masses du produit humide à l'entrée et à la sortie du séchoir ;

- ns_1 et ns_2 sont les teneurs humides en eau du produit à l'entrée et à la sortie du séchoir (en % massique : kg H₂O/kg produit humide);
- W est la masse d'eau évaporée lors du séchage ;
- G : la masse d'air absolument sec (kg air sec) ;
- Y_2 : humidité absolue de l'air à l'entrée du séchoir (kg H₂O/kg air sec) ;
- Y_1 : humidité absolue de l'air à la sortie du séchoir (kg H₂O/kg air sec).

➤ **Bilan de matière sur le produit à sécher**

Le produit humide entre dans le séchoir à une masse (M_1) et une humidité (ns_1) ; il ressort sec à une masse plus faible (M_2) avec une humidité résiduelle plus faible (ns_2) en perdant une quantité d'eau de masse W , donc le bilan s'écrit :

$$M_1 = M_2 + W$$

➤ **Bilan de matière sur le produit absolument sec**

Soit M la masse du produit sec

Nous avons : $M_1 = M + M_1 \cdot ns_1 \rightarrow M = M_1 (1 - ns_1) \dots \dots \dots (1)$

Aussi $M_2 = M + M_2 \cdot ns_2 \rightarrow M = M_2 (1 - ns_2) \dots \dots \dots (2)$

De (1) et (2) $\rightarrow M_1 (1 - ns_1) = M_2 (1 - ns_2)$

On peut alors exprimer M_2 en fonction de M_1 :

$$M_2 = M_1 \cdot \frac{(1 - ns_1)}{(1 - ns_2)}$$

- La quantité d'eau évaporée ou échappée du produit est :

$$W = M_1 - M_2$$

$$W = M_1 - [M_1 (1 - ns_1) / (1 - ns_2)]$$

$$W = M_1 \cdot \frac{(ns_1 - ns_2)}{(1 - ns_2)}$$

Ou :

$$W = M_2 \cdot \frac{(ns_1 - ns_2)}{(1 - ns_1)}$$

➤ **Bilan sur l'air de séchage**

Soient :

Nous avons : $G \cdot Y_1 = G \cdot Y_2 + W$

Donc: $G (Y_1 - Y_2) = W$

D'où : $G = \frac{W}{(Y_1 - Y_2)}$

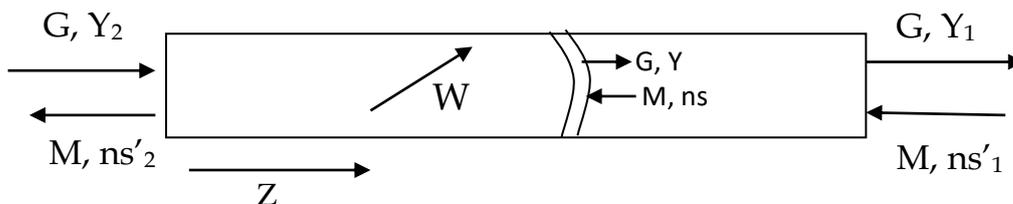
Ce bilan matière sur l'eau dans l'air permet de déterminer le débit d'air sec permettant d'éliminer W kg d'eau.

➤ **On définit le débit spécifique d'air :**

$$l = G/W$$

$$l = \frac{1}{(Y_1 - Y_2)} \quad (\text{kg d'air sec/kg H}_2\text{O évaporée})$$

➤ **Bilan en eau du séchoir**



Avec: ns'₁ et ns'₂ sont des teneurs sèches (kg H₂O/kg produit sec)

M est la masse ou débit du produit sec

Le bilan global sur le séchoir : $M \cdot ns'_1 + G \cdot Y_2 = M \cdot ns'_2 + G \cdot Y_1$

$$M (ns'_1 - ns'_2) = G (Y_1 - Y_2)$$

$$\frac{M}{G} = \frac{(Y_1 - Y_2)}{(ns'_1 - ns'_2)}$$

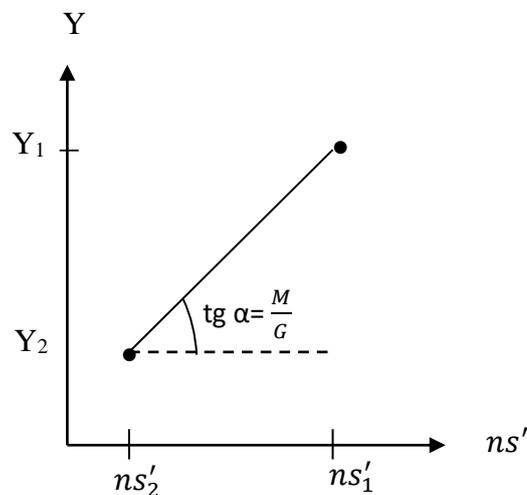
Ce bilan pourrait être fait à n'importe quelle distance (Z) comptée à partir de l'entrée du séchoir, et il peut être représenté dans la diagramme $Y = f(ns')$ par une droite opératoire passant par les points correspondants aux deux extrémités de l'installation.

$$M \cdot ns' + G \cdot Y_2 = M \cdot ns'_2 + G \cdot Y$$

$$Y = \frac{M}{G} \cdot ns' - \frac{M}{G} \cdot ns'_2 + Y_2$$

$$Y = \frac{M}{G} \cdot ns' - \frac{M}{G} \cdot ns'_2 + Y_2$$

L'expression de la droite opératoire



➤ **Calcul de la longueur d'un séchoir**

En appliquant le bilan de matière sur toute l'installation :

$$M \cdot ns_1 + G \cdot Y_2 = M \cdot ns_2 + G \cdot Y_1$$

$$G (Y_1 - Y_2) = M (ns_1 - ns_2) = W$$

Ce bilan différentiel de l'eau dans une tranche d'épaisseur dz indiquant qu'un flux de matière (vapeur d'eau) est passé du produit vers l'air s'écrit :

$$G dy = M dns = \phi dS$$

ϕ est le flux de transfert de matière

Si on s'intéresse à la phase gazeuse où le coefficient de transfert de matière est **K** :

$$G dy = K (Y' - Y) dS$$

Y' : humidité absolue à la surface du matériau

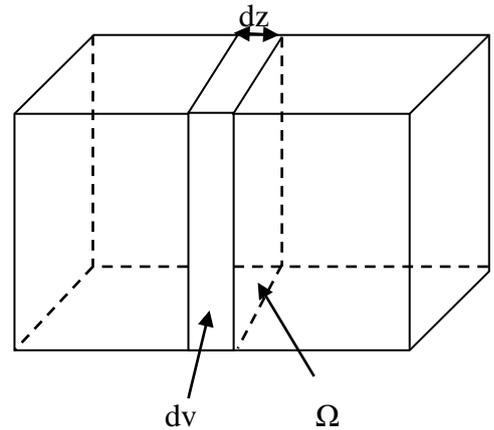
Soient :

a : la surface spécifique du matériau (m^2/m^3) ;

Ω : La section droite du séchoir.

$$dS = a \cdot dv$$

$$dS = a \cdot \Omega \cdot dz$$



Nous aurons alors : $G dy = K \cdot a \cdot \Omega \cdot (Y' - Y) dz$

Donc :
$$dz = \frac{G}{K \cdot a \cdot \Omega} \frac{dy}{(Y' - Y)}$$

$$Z = \frac{G}{K \cdot a \cdot \Omega} \int_{Y_2}^{Y_1} \frac{dy}{(Y' - Y)}$$

On appelle le rapport $\frac{G}{K \cdot a \cdot \Omega}$ par HUT (la Hauteur de l'Unité de Transfert) et $\int_{Y_2}^{Y_1} \frac{dy}{(Y' - Y)}$ par NUT (le Nombre d'Unité de Transfert).

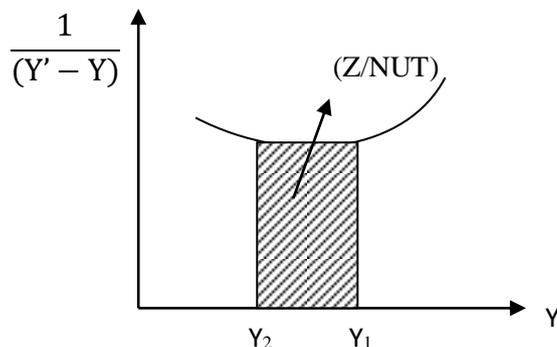
$$Z = HUT \cdot \int_{Y_2}^{Y_1} \frac{dy}{(Y' - Y)}$$

- Dans le cas du séchage de l'eau libre (période à vitesse de séchage constante), $Y' = Y_s$,

Dans ce cas : $Z = HUT \ln \frac{(Y_s - Y_2)}{(Y_s - Y_1)}$

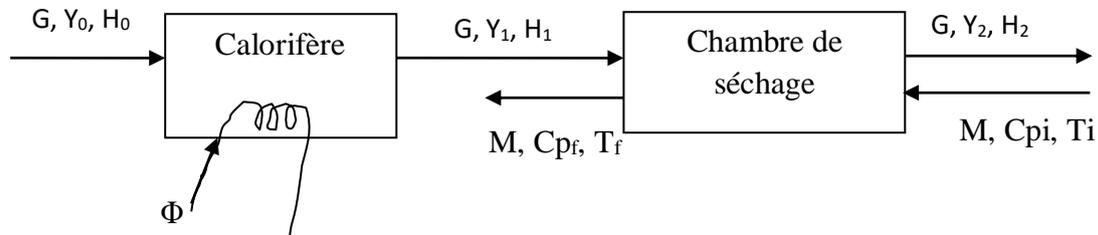
- Dans le cas de l'eau liée, on utilise la méthode graphique en traçant la courbe

$$\frac{1}{(Y' - Y)} = f(Y) :$$



II.8. Bilan thermique d'un séchoir

Dans le séchage continu par convection, il est nécessaire d'utiliser les enthalpies. On considère dans ce cas le calorifère et la chambre de séchage.



Le calorifère (le préchauffeur) sert à augmenter la température de l'air avant son entrée dans la chambre de séchage. Il faut remarquer que ce calorifère ne modifie pas l'humidité absolue de l'air ($Y_0 = Y_1$).

• Le bilan de transfert de chaleur du séchoir

Ce qui entre = Ce qui sort

$$G.H_0 + M.C_{pi}.T_i + W.C_{pH_2O} + \Phi + L.C_{pL}.T_{Li} = G.H_2 + M.C_{pf}.T_f + L.C_{pf}.T_{Lf}$$

Si on se place dans l'hypothèse d'un processus adiabatique, on admet alors qu'il n'y a pas de pertes thermiques et que le solide ne subit aucune variation de température entre l'entrée et la sortie du sécheur. Dans ce cas, la quantité de chaleur dans la chambre de séchage est adiabatique et le seul apport d'énergie est la puissance thermique au calorifère (Φ) qui permet la vaporisation d'un débit massique d'eau W . On aura alors :

$$H_1 = H_2$$

On en déduit que la quantité de chaleur fournie au calorifère pour évaporer W est :

$$\Phi = G (H_2 - H_0)$$

Dans ce cas, la quantité de chaleur à fournir au calorifère pour faire évaporer 1 kg d'eau est :

$$\Phi = \frac{(H_2 - H_1)}{(Y_2 - Y_1)}$$

II.9. Appareillage

La classification des appareils peut s'effectuer suivant le procédé (continu ou discontinu), le mode de séchage (convection, conduction ou rayonnement), ou le type de produits traités (solide en blocs, poudre, pâte, film...).

• Séchage par conduction

Les étuves constituent un exemple séchoir en discontinu : elles conviennent pour de faibles quantités ou pour des produits coûteux exigeants des conditions de séchage très particulières.

On peut donner deux exemples de séchoirs continus :

- *Les sécheurs à tambour rotatifs* : ils sont constitués par un long cylindre légèrement incliné tournant à l'intérieur d'une enceinte chauffée par des gaz de combustion d'un brûleur. Le solide descend sous l'action de la gravité et de l'entraînement. Le mouvement de rotation permet le renouvellement du solide au niveau des surfaces chauffantes. Ils sont très appropriés pour des produits minéraux supportant des températures élevées.
- *Les séchoirs à cylindres* : ils sont constitués cylindres creux animés d'un lent mouvement de rotation et chauffés à l'intérieur par un fluide caloporteur. La matière à sécher s'écoule entre les cylindres. Ils conviennent pour les produits sous forme de films (textiles, papier, matière plastique)...

• Séchage par convection

On distingue pour les séchoirs discontinus ceux fonctionnant par léchage (courant de gaz parallèle à la matière) et ceux fonctionnant par traversée (courant de gaz perpendiculaire à la matière). Dans les étuves le produit est fixé sur des plateaux.

Deux exemples importants de séchoirs continus peuvent être indiqués :

- *Les sécheurs à tambour rotatif* : ils présentent de grandes analogies avec les séchoirs du même type fonctionnant par conduction mais ici l'air chaud est directement en contact avec le produit. Ce type de séchage est adapté aux produits pulvéruleux non collants.
- *Les séchoirs à lits fluidisés* : ce séchage convient pour des poudres divisées qui sont placées sur un support poreux. Un courant d'air chaud est soufflé sous la

couche de matière et un lit fluidisé s'établit ; les échanges thermiques sont alors intenses et l'efficacité du séchage est très grande.

- **Séchage par atomisation**

Ce procédé est applicable directement à des solutions, des émulsions ou des suspensions fines. Il permet notamment de regrouper en une seule opération la suite d'opérations de cristallisation, de filtration et d'essorage.

Le système de pulvérisation en très fines gouttelettes du liquide préchauffé conditionne l'efficacité du séchage. Il est constitué d'une turbine tournante à grande vitesse. L'air est introduit chaud par un disperseur dans la chambre. Pendant son trajet dans l'appareil, toute l'eau est évaporée par l'air.

Ces séchoirs fonctionnent en continu et s'appliquent à de grosses productions. Ils ont l'inconvénient de nécessiter la vaporisation de très grandes quantités de solvants et consomment donc beaucoup d'énergie ce qui freine leur développement. Beaucoup de produits peuvent être séchés par ce procédé :

- Produits minéraux (pigments, engrais...).
- Produits organiques (colorants, polymères, produits pharmaceutiques...).
- Produits alimentaires.
- Lessives.

CHAPITRE III
CRISTALLISATION

CHAPITRE III

CRISTALLISATION

III.1. Introduction et définitions

La cristallisation est le changement d'état qui donne lieu dans un liquide ou une vapeur, à la formation d'une phase solide cristallisée, caractérisée par une structure géométrique régulière et organisée.

Cette opération permet la récupération de substances dissoutes dans un solvant, de séparer également une impureté se trouvant dans un solide ainsi que la purification de certains composés (les sels).

On distingue deux types de cristallisation :

- Par **voie sèche** (**Figure III.1**): on part d'un solide fondu, et on opère la cristallisation par refroidissement de ce solide. L'alimentation est un solide fondu (donc un liquide ou une pâte), pur ou un mélange de plusieurs constituants. La sortie du procédé est constituée d'une ou plusieurs phases solides.

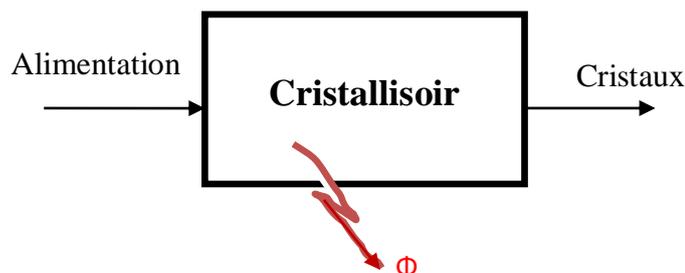


Figure III.1. Séchage par voie sèche

- Par **voie humide** ou cristallisation en solution (**Figure III.2**) : le soluté est initialement en phase liquide dans un solvant. Il est cristallisé au sein de la solution soit par évaporation de solvant, soit par refroidissement de la solution, soit les deux. En sortie du procédé on obtient ainsi 2 ou 3 phases : une phase vapeur (constituée de solvant pur), une phase solide cristallisée (qui peut

contenir ou non le solvant) et une phase liquide contenant du solvant et du soluté dissous (eaux mères ou liqueur mère),

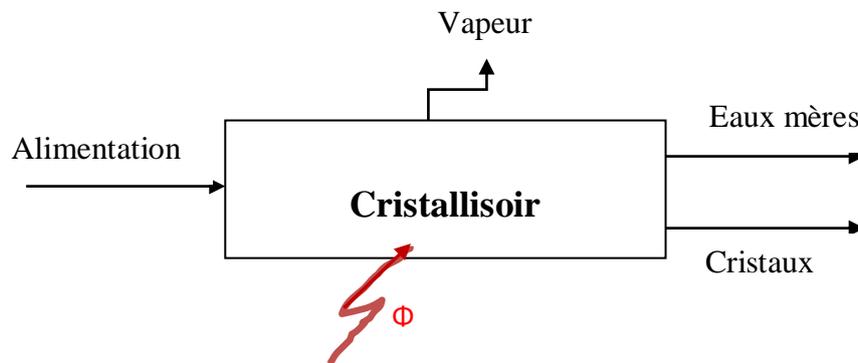


Figure III.2 : Séchage par voie humide

Dans la suite de ce cours, on ne considère que **la cristallisation en solution** ou **par voie humide**.

- Lorsqu'un **soluté** a la propriété de se dissoudre dans un **solvant**, on dit de ce soluté qu'il est **soluble**.
- Pour une température donnée, un **solvant** (phase liquide) ne peut dissoudre qu'une certaine quantité de solide ; exprimée en masse ou nombre de moles, cette quantité correspond à la concentration maximale. On dit que la solution est **saturée** (solution mère ou liqueur).
- La masse maximale de solide qui peut se dissoudre dans 100 g de solvant désigne **la solubilité (S)**.

$$S = \frac{\text{masse maximale du soluté anhydre dissout}}{100 \text{ g de solvant}}$$

Exemple: dans 100 g d'eau à 20 °C, on peut dissoudre au maximum 36,4 g de sulfate d'aluminium anhydre, donc $S = 0,364$

- Une solution est dite saturée lorsqu'elle vérifie la solubilité.
- **La sursaturation** est l'état et la propriété d'une solution dont la teneur en soluté est supérieure à la saturation.

III.2. Mode de cristallisation et choix de la méthode

Le but de toute opération de cristallisation étant de provoquer une sursaturation, on dispose de plusieurs méthodes pour obtenir la cristallisation d'une solution saturée, en fonction de l'allure de la courbe de solubilité :

1. La cristallisation par refroidissement de la solution.
2. La cristallisation par évaporation partielle du solvant.
3. La cristallisation par ajout d'un solvant dans lequel le soluté n'est pas soluble.
4. La cristallisation par précipitation, résultat d'une réaction chimique.

L'étude des courbes de solubilité permet de choisir l'un des procédés de cristallisation. Le procédé par refroidissement ne s'emploie que dans le cas où la solubilité augmente notablement avec la température. Dans le cas où la solubilité varie peu avec la température, le procédé par évaporation se justifie. On peut aussi combiner le refroidissement et l'évaporation.

III.3. Effet de la température sur la solubilité

La solubilité d'une substance dépend de la température du solvant. En effet, nous pourrions dissoudre beaucoup plus de sel de table dans 100 ml d'eau chaude que dans 100 ml d'eau froide. Pour connaître la solubilité d'une substance, nous avons donc recours à des courbes de solubilité, **la figure III.3** représente les solubilités des solutions aqueuses de quelques sels.

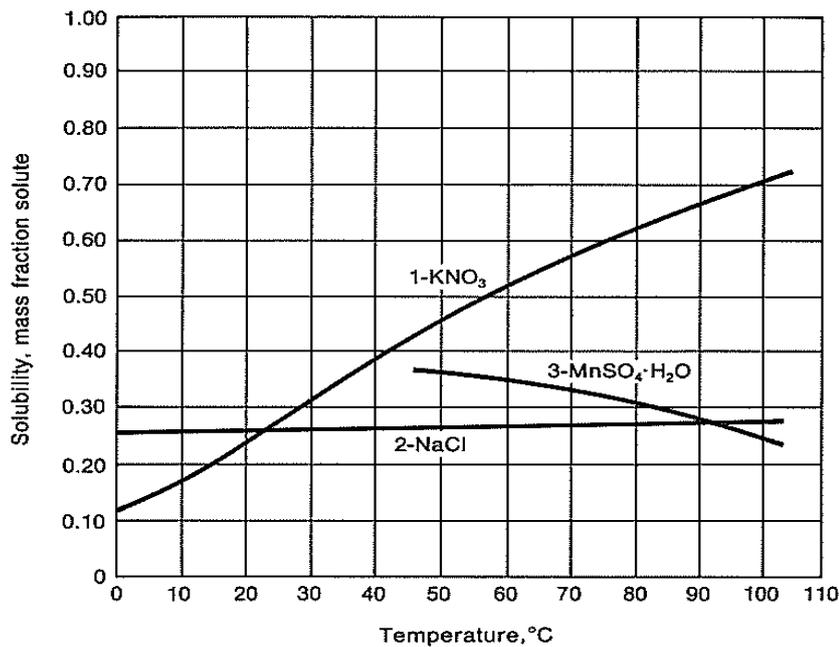


Figure III.3 : Solubilité de divers sels dans l'eau

On voit sur cette figure que la plus grande solubilité est pour le sel du nitrate de potassium (courbe 1).

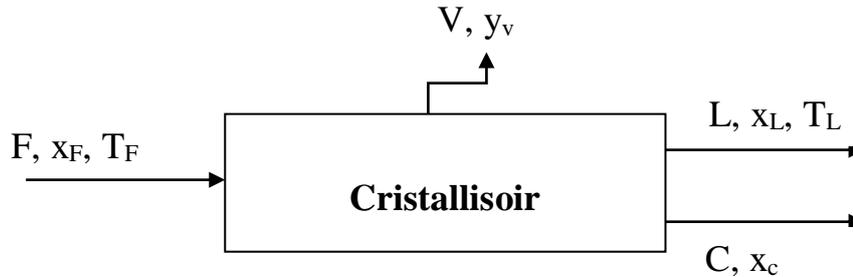
III.4. Mécanisme de la cristallisation

Une opération de cristallisation comprend trois étapes :

- **La sursaturation** de la solution ;
- **La germination ou la nucléation** (formation de germes ou sites cristallins) ;
Lorsqu'une solution atteint un degré de sursaturation excédant la sursaturation limite, elle produit un nombre très élevé de cristaux très fins, les nucléi.
La nucléation peut être **primaire** lorsque l'apparition des germes se fait dans un milieu où il n'existe encore aucun cristal, ou **secondaire**, lorsque la solution contient déjà un certain nombre de germes (à partir des particules solides préexistantes : poussières, verre, etc.).
- **La croissance** ; c'est le grossissement des germes en cristaux. La vitesse de grossissement des cristaux dépend du degré de sursaturation, de la vitesse d'évaporation du solvant, de la vitesse de refroidissement. Maîtrisant la vitesse de production de nouveaux cristaux et le grossissement des cristaux existants, il est possible d'établir les conditions d'obtention du maximum de cristaux d'une taille voulue.

III.5. Bilans de matière de la cristallisation

La cristallisation, opération de transfert de matière et de chaleur, ne peut être mise en œuvre industriellement que si l'on connaît les quantités déposées et les quantités de chaleur dégagées ou absorbées. La détermination de ces grandeurs par des relations massiques et thermiques est nécessaire pour le choix d'un appareillage convenable.



- F : Débit (masse) de l'alimentation ;
- L : Débit de la solution mère (liqueur) ;
- C : Débit des cristaux formés ;
- V : Débit du solvant évaporé ;
- x_F, x_L : Les compositions massiques de l'alimentation et de la solution mère respectivement.
- x_c : Fraction massique des cristaux formés qui se calcul comme suit :
-

$$x_c = \frac{\text{Masse molaire des cristaux anhydres}}{\text{Masse molaire des cristaux hydratés}}$$

Exemple : le sulfate de sodium déca hydraté ($\text{Na}_2\text{SO}_4, 10 \text{ H}_2\text{O}$)

$$x_c = \frac{23 * 2 + 32 + 16 * 4}{(23 * 2 + 32 + 16 * 4) + 10 * (2 * 1 + 16)} = 0,441$$

- y_v : Fraction massique en soluté du solvant évaporé.

a). Cristallisation avec évaporation d'une partie de solvant

✓ **Bilan global**

$$F = L + C + V \dots \dots \dots (1)$$

✓ **Bilan sur le soluté**

$$F \cdot x_F = L \cdot x_L + C \cdot x_c + V \cdot y_v \dots\dots\dots(2)$$

➤ Lorsque le solvant évaporé ne contient pas de soluté ($y_v = 0$), dans ce cas on aura :

$$F \cdot x_F = L \cdot x_L + C \cdot x_c \dots\dots\dots(3)$$

À partir de (3) on peut déduire la quantité de cristaux formés tel que :

$$C = \frac{F \cdot x_F - L \cdot x_L}{x_c}$$

Sachant que selon (1), $L = F - C - V$, on aura alors :

$$C = \frac{F \cdot (x_F - x_L) + V \cdot x_L}{(x_c - x_L)}$$

➤ Si les cristaux ne sont pas hydratés, c'est à dire que $x_c = 1$ dans ce cas :

$$C = \frac{F \cdot (x_F - x_L) + V \cdot x_L}{(1 - x_L)}$$

b). **Cristallisation sans élimination du solvant (V=0)**

Dans ce cas, la quantité des cristaux formés est :

$$C = \frac{F \cdot (x_F - x_L)}{(1 - x_L)}$$

c). Relation entre la fraction massique et la solubilité.

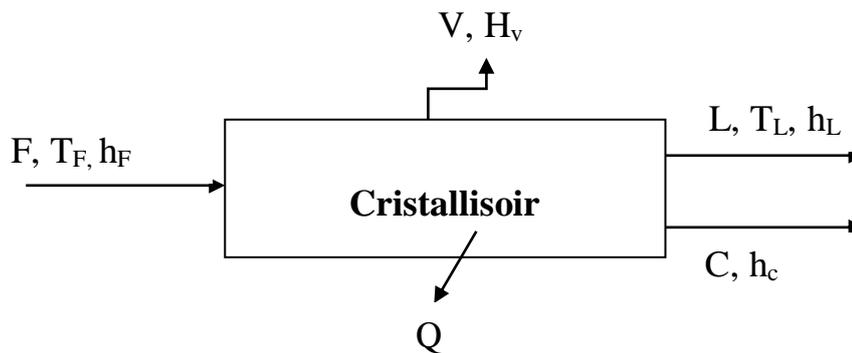
✓ La solubilité (S) est la masse de soluté dissoute dans 100 g de solvant (fraction massique relative)

✓ la fraction massique en soluté est : $x = S / (S + 1)$.

III.6. Rendement de cristallisation

C'est la masse des cristaux récupérés reportée à la masse des cristaux récupérables (contenus dans l'alimentation): $\eta = \frac{C \cdot x_c}{F \cdot x_F}$

III.7. Bilan de chaleur de la cristallisation



Pour une cristallisation avec refroidissement de la solution et avec élimination d'une partie de solvant on a :

Arrivée de la chaleur

1. avec la charge (l'alimentation) : $F \cdot C_{pF} \cdot T_F$
2. la chaleur dégagée au cours de la cristallisation: $C \cdot q_c$

Sortie de la chaleur

1. Avec la solution mère : $L \cdot C_{pL} \cdot T_L$
2. Avec les cristaux : $C \cdot C_{pC} \cdot T_L$
3. avec le solvant dégagé : $V \cdot C_{pH_2O} \cdot T_L$
4. avec l'agent de refroidissement : Q

Donc on a :

$$F \cdot C_{pF} \cdot T_F + C \cdot q_c = L \cdot C_{pL} \cdot T_L + C \cdot C_{pC} \cdot T_L + V \cdot C_{pH_2O} \cdot T_L + Q$$

Où :

C_{pF} , C_{pL} , C_{pC} , C_{pH_2O} : Les capacités calorifiques de l'alimentation, de la solution mère, des cristaux et de l'eau (j/kg. K) ;

T_F : La température de l'alimentation (°K);

T_L : La température de la solution mère et des cristaux (°K);

q_c : Chaleur dégagée par les cristaux (j/kg);

Q : Chaleur évacuée lors du refroidissement.

1. Si la charge (l'alimentation) est un mélange de solution mère et des cristaux, il n'y a pas dans ce cas la chaleur de formation des cristaux, ces derniers ne font que croître, donc $q_c = 0$ et le bilan s'écrit :

$$F.C_{pF}.T_F = L.C_{pL}.T_L + C.C_{pC}.T_L + V.C_{pH_2O}.T_L + Q$$

2. Si en plus on n'a pas d'évaporation, donc $V = 0$, alors :

$$F.C_{pF}.T_F = L.C_{pL}.T_L + C.C_{pC}.T_L + Q$$

3. Dans le cas de l'évaporation sans refroidissement :

$$F.C_{pF}.T_F = L.C_{pL}.T_L + C.C_{pC}.T_L + V.C_{pH_2O}.T_L$$

III.8. Technologie

Vu la complexité des procédés utilisés pour la cristallisation, on peut trouver divers types d'appareils. Dans ce paragraphe on présente quelques types de cristalliseurs industriels.

1. Cristalliseur par refroidissement simple (figure III.4)

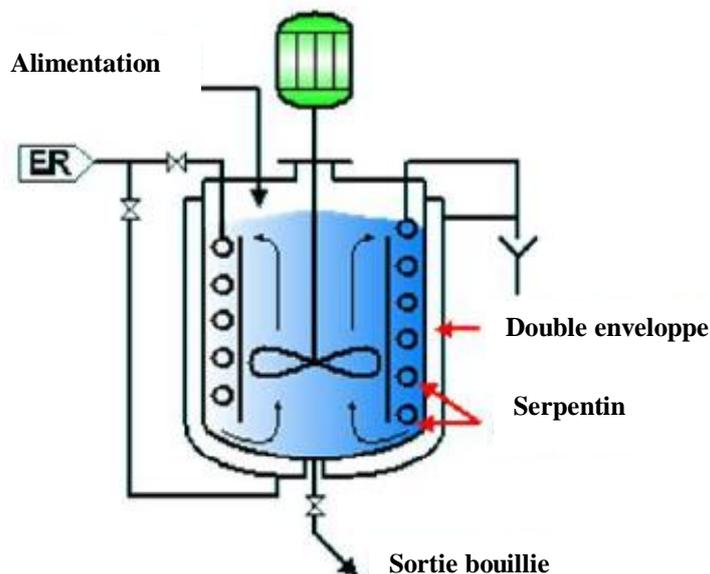


Figure III.4. Cristalliseur par refroidissement simple

- Cuve avec double-enveloppe et/ou serpentin d'échange thermique alimentés en fluide de refroidissement (eau, eau glycolée ou saumure pour des niveaux de température inférieurs) (figure III.4).

- Agitation avec baffles pour forcer la circulation vers le serpentin et la paroi du cristalliseur.
- Alimentation directe dans la cuve, contenant la bouillie (eaux mères+cristaux en suspension).
- Refroidissement de l'alimentation par contact direct avec la bouillie.
- Fonctionnement en continu ou en discontinu.

2. Cristalliseur par refroidissement et classification type OSLO (figure III.5)

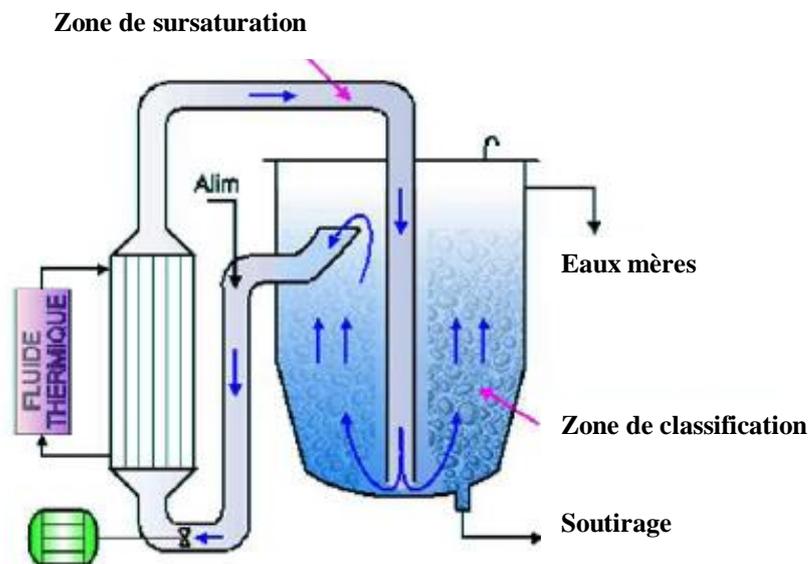


Figure III.5. Cristalliseur par refroidissement et classification type OSLO

- Reprise de la solution saturée vers le haut de la cuve, mélange avec l'alimentation, et pompage vers le réfrigérant (figure III.5).
- Refroidissement de la solution dans un échangeur à l'aide d'un fluide thermique adapté (eau glycolée, saumure.....).
- En sortie d'échangeur, la solution est légèrement sursaturée, sans pour autant amorcer la cristallisation (faible temps de séjour et faible sursaturation, d'où peu de germination).
- Introduction de la solution refroidie au fond de cuve du cristalliseur, de façon à provoquer un courant ascendant dans la cuve.
- Grossissement des cristaux dans la cuve avec classification par la taille dans la zone de circulation ascendante.

- Les cristaux ayant atteint une taille suffisante décantent malgré le courant ascendant et sont soutirés au fond de l'appareil.
- Les cristaux n'ayant pas suffisamment grossi pour décanter stagnent dans la zone de nourrissage, ou sont recyclés vers le réfrigérant avec la solution saturée.
- Les eaux mères peuvent être soutirées dans la zone supérieure du cristalliseur, ou en mélange avec les cristaux dans le fond de la cuve.
- Le débit de circulation permet de régler la taille des cristaux soutirés.

3. Cristalliseur par évaporation isotherme (figure III.6)

La cristallisation est obtenue en concentrant la solution évaporée au delà de la saturation. L'évaporation à l'ébullition peut se faire à pression atmosphérique, donc avec une température élevée et une solubilité élevée. Les solutions doivent alors être fortement concentrées.

Il est souvent plus intéressant de réaliser une évaporation à l'ébullition sous vide, ce qui permet d'abaisser considérablement la température et donc la solubilité. L'opération sous vide permet ainsi des productions de cristaux importantes à partir de solutions moyennement concentrées (figure III.6).

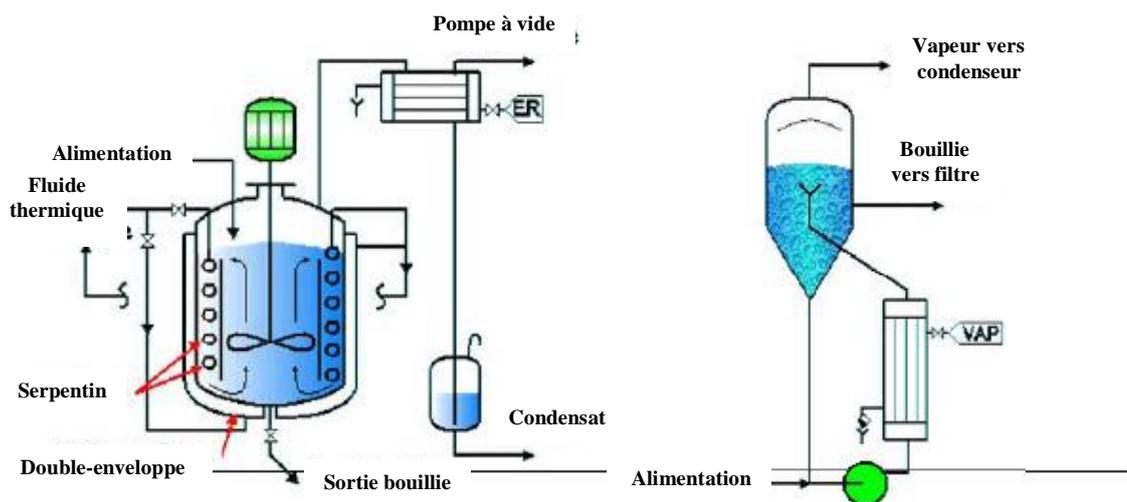


Figure III.6. Cristalliseur par évaporation isotherme

4. Cristalliseur-évaporateur Krystal (figure III.7)

- Reprise de la solution saturée vers le haut de la cuve de cristallisation, mélange avec l'alimentation et pompage vers le rebouilleur.
- Surchauffe ou vaporisation partielle de la solution dans un échangeur à l'aide de la vapeur d'eau.
- Détente et évaporation de la solution dans la tête d'évaporation de l'appareil.
- Retour de la solution concentrée et sursaturée par une jambe plongeant au fond de la cuve de cristallisation, de façon à provoquer un courant ascendant dans la cuve.
- Grossissement des cristaux dans la cuve avec classification par la taille dans la zone de circulation ascendante.
- Les cristaux ayant atteint une taille suffisante décantent malgré le courant ascendant et sont soutirés au fond de l'appareil.
- Les cristaux n'ayant pas suffisamment grossi pour décanter stagnent dans la zone de nourrissage, ou sont recyclés vers le réfrigérant avec la solution saturée.
- Les eaux mères peuvent être soutirées dans la zone supérieure du cristalliseur, ou en mélange avec les cristaux dans le fond de la cuve.
- Le débit de circulation permet de régler la taille des cristaux soutirés.

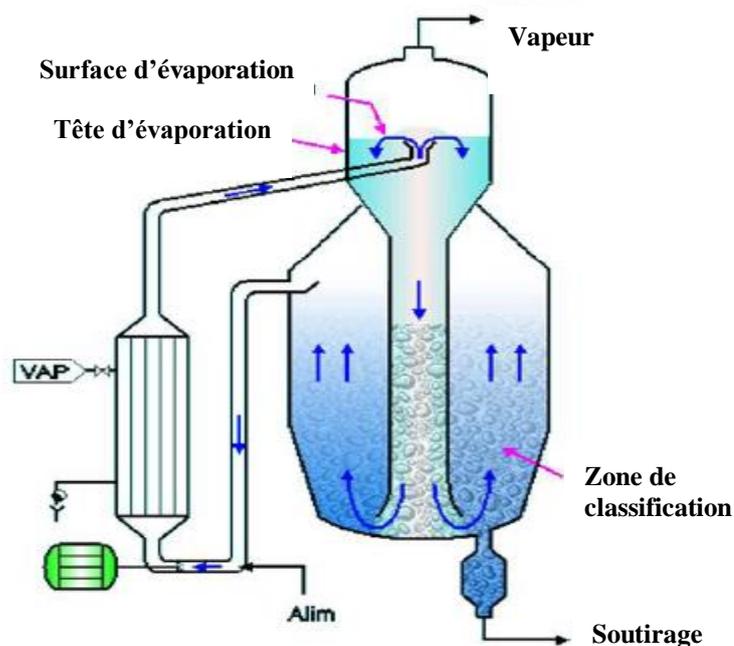


Figure III.7. Cristalliseur-évaporateur Krystal

TRAVAUX DIRIGES

TD 1 : Extraction liquide-liquide

Exercice 1 (extraction à un étage)

1)- En considérant l'éther comme le solvant, tracer la courbe de miscibilité du système (eau-acide acétique-éther isopropylique).

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

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

3)- 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.

- Trouver les masses et compositions de l'extrait et du raffinat en utilisant le diagramme triangulaire rectangle.

- Calculer le rendement de l'extraction réalisée.

Equilibre eau - acide acétique - éther isopropylique					
Données expérimentales en titres massiques (%)					
Phase aqueuse			Phase organique		
titre eau	titre acide acétique	titre éther isopropylique	titre eau	titre acide acétique	titre éther isopropylique
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

TD 1 : Extraction liquide-liquide

Exercice 2 (extraction à courant-croisé)

1000 Kg d'une solution d'acide acétique (**A**) à 35 % dans l'eau (**B**) doit être extraite 2 fois avec de l'ether isopropylique (**S**) à 20 °C. On utilise pour cela 420 Kg de ce solvant pour chaque extraction. En utilisant les données d'équilibre du ternaire (eau- acide acétique-ether isopropylique) de l'exercice 1 :

- Déterminer la concentration en acide acétique et les quantités des différents flux après chaque extraction.
- Calculer le rendement de l'extraction dans ce cas.

Exercice 3 (extraction à contre-courant)

100 kg d'une solution d'acétone à **50 %** (% massique) dans l'eau doit être extraite une fois par le chlorobenzène. La concentration finale du raffinat ne doit pas dépasser **2 %**.

A/ Si l'extraction se fait en une seule fois, déterminer :

1. la quantité de solvant utilisée ;
2. la quantité d'extrait sans solvant et sa composition ;
3. les quantités minimale et maximale de solvant ;

B/ Si l'extraction se fait à contre courant en continue avec un rapport solvant /solution égal à 1, déterminer :

1. les débits de raffinat et d'extrait ainsi que leur composition ;
2. le nombre d'étage théoriques par la méthode de PONCHON et SAVARIT.

TD 1 : Extraction liquide-liquide

Composition des phases en équilibre (% massique)

Phase aqueuse			Phase organique		
Eau	Acétone	Chlorobenzène	Eau	Acétone	Chlorobenzène
99.89	0.00	0.11	0.18	0.00	99.82
89.79	10	0.21	0.49	10.79	88.72
79.69	20	0.31	0.79	22.23	76.98
69.42	30	0.58	1.72	37.48	60.80
58.64	40	1.36	3.05	49.44	47.51
46.28	50	3.72	7.24	59.19	33.57
27.41	60	12.59	22.85	62.07	15.08

Exercice 4 : (Solvants non miscibles)

On souhaite récupérer l'acide acétique contenu dans 3 kg de solution aqueuse à 12% massique en acide. On dispose pour cela de 5 kg d'acétate d'éthyle. On se place dans l'hypothèse solvant et diluant immiscibles.

- 1) Calculer les masses et titres massiques du raffinat et de l'extrait obtenu si l'extraction est faite en une fois dans une ampoule à décanter.
- 2) Calculer les masses et titres massiques du raffinat et des extraits obtenus si l'extraction est faite en 4 fois en prenant chaque fois 1.25 kg d'éther. Calculer la masse et le titre massique de l'extrait total.
- 3) Comparer dans les deux cas le rendement de l'extraction, définit comme:
 - $\eta = 1 - (\text{masse de soluté dans le raffinat}) / (\text{masse de soluté dans l'alimentation})$

Données: coefficient de partage exprimé en rapport massique noté $K_{eq}=1$, solvant et diluant immiscibles.

TD2 : Séchage des produits solides

Exercice 1

Supposant qu'un jour les données concernant le temps soient :

$T=72$ °F, l'humidité relative de l'air (degré hygrométrique) de 63 % et la pression totale de 29.76 mmHg. A partir de ces données calculer :

- 1- la pression de vapeur de l'eau si la pression de vapeur saturante $P_0 = 0.7906$ mmHg ;
- 2- l'humidité absolue de l'air ;
- 3- l'humidité absolue à la saturation ;
- 4- le pourcentage d'humidité ;
- 5- le point ou la température de rosée.

Solution : $P_v = 0.498$ mmHg, $Y = 0.0105$, $Y_s = 0.0169$, $\phi = 62$ %, $T_R = 54$ °F

Exercice2

De l'air à $T = 76$ °F et de pourcentage d'humidité $\phi = 50\%$ est disponible.

Déterminer :

- 1- l'humidité absolue ;
- 2- la température humide de l'air ;
- 3- la température de rosée ;
- 4- l'humidité absolue à la saturation

Solution : $Y = 0.015$, $T_h = 68 \pm 1$ °C, $T_R = 65 \pm 1$ °C, $Y_s = 0.02$

Exercice 3

Déterminer l'humidité absolue et le pourcentage d'humidité de l'air dont :

$$T_s = 45 \text{ °C}$$

$$T_h = 30 \text{ °C}$$

TD2 : Séchage des produits solides

Solution: $Y= 0.023$, $\varphi= 47\%$

Exercice 4

On réalise le séchage d'un matériau en utilisant un mélange d'air frais de masse M_0 et d'air de recirculation de masse M_2 . Sachant que le rapport massique ; $M_0/M_2 = 1/3$, et avant d'introduire cet air dans la chambre de séchage il est chauffé dans un calorifère.

Déterminer tous les paramètres de ce mélange à l'entrée et à la sortie du calorifère si :

- la température de l'air de séchage à la sortie du calorifère est $T_1 = 50^\circ \text{C}$.

* Air frais

$$T_0 = 25^\circ \text{C}$$

$$\varphi_0 = 50 \%$$

* Air de recirculation

$$T_2 = 35^\circ \text{C}$$

$$\varphi_2 = 60 \%$$

Solution :

- Les caractéristiques du mélange d'airs à l'entrée du calorifère ($Y_e = 0.019$, $H_e = 19.4 \text{ Kcal/Kg air sec}$, $T_e = 32^\circ \text{C}$, $\varphi_e = 61.3\%$)
- Les caractéristiques du mélange d'airs à la sortie du calorifère ($Y_s = 0.019$, $H_s = 23.75 \text{ Kcal/Kg air sec}$, $T_s = 50^\circ \text{C}$, $\varphi_s = 21.83\%$)

Exercice 5

25000 Lb/h de matériau humide sont séchés dans un séchoir. Ce matériau contient 5 % d'eau à l'entrée du séchoir et 0.1 % à sa sortie (% rapporté à la masse du matériau humide).

- Déterminer le débit du matériau sortant du séchoir ainsi que le débit d'eau qui s'échappe du matériau.

Solution : $M_2 = 23774 \text{ Lb/h}$

$W = 1226 \text{ Lb/h}$

TD 3 : Cristallisation

Exercice 1

Un cristalliseur est destiné à produire 1 tonne par heure de sulfate ferreux heptahydraté, ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), à partir d'une solution aqueuse de sulfate ferreux saturée à 50°C . Cette solution est introduite à 50°C dans le cristalliseur, et se refroidit par contact avec la masse cristallisant à 20°C .

- 1- Calculer le titre massique des solutions saturées à 50°C et à 20°C , et le titre des cristaux hepta-hydratés.
- 2- Déterminer les débits massiques de la solution sortant du cristalliseur et de la solution d'alimentation pour obtenir la quantité désirée de cristaux.
- 3- Calculer enfin le rendement de la cristallisation.

Données:

- solubilités, en g de FeSO_4 pour 100 g d'eau: à 50°C , 48.6 g/100g d'eau, et à 20°C , 26.5 g/100g d'eau.
- masse molaire du sulfate de fer II anhydre $M = 152 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$,
- masse molaire du sulfate de fer II heptahydraté : $M = 278 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.

Solution : $x_A=32.7\%$, $x_L=20.95\%$, $x_C=54.68\%$, $L=1.871 \text{ t}\cdot\text{h}^{-1}$, $A=2.871 \text{ t}\cdot\text{h}^{-1}$, $\eta=58.2\%$.

Exercice 2

Calculer la quantité de cristaux de $\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ précipités au cours du refroidissement de 10000 kg d'une solution saturée de 80°C à 35°C .

$K=39 \text{ g/mol}$, $C=12 \text{ g/mol}$, $O=16 \text{ g/mol}$

Solution: : $x_A=58\%$, $x_L=53\%$, $x_C=79.3\%$, $C=1923,07 \text{ kg}$

Exercice 3

On cristallise à 10°C une tonne de solution aqueuse de nitrate de sodium au titre massique de 52 %, prise à 60°C .

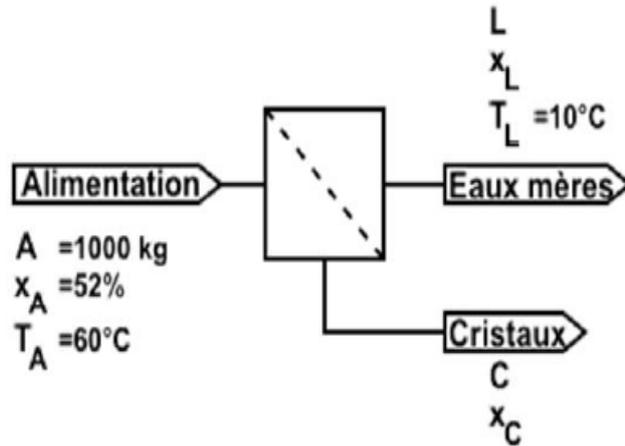
- 1- Calculer le taux de saturation de la solution d'alimentation à 60°C .
- 2- Calculer la masse de cristaux formés après refroidissement à 10°C .

TD 3 : Cristallisation

3- Calculer le rendement de la cristallisation effectuée.

Données :

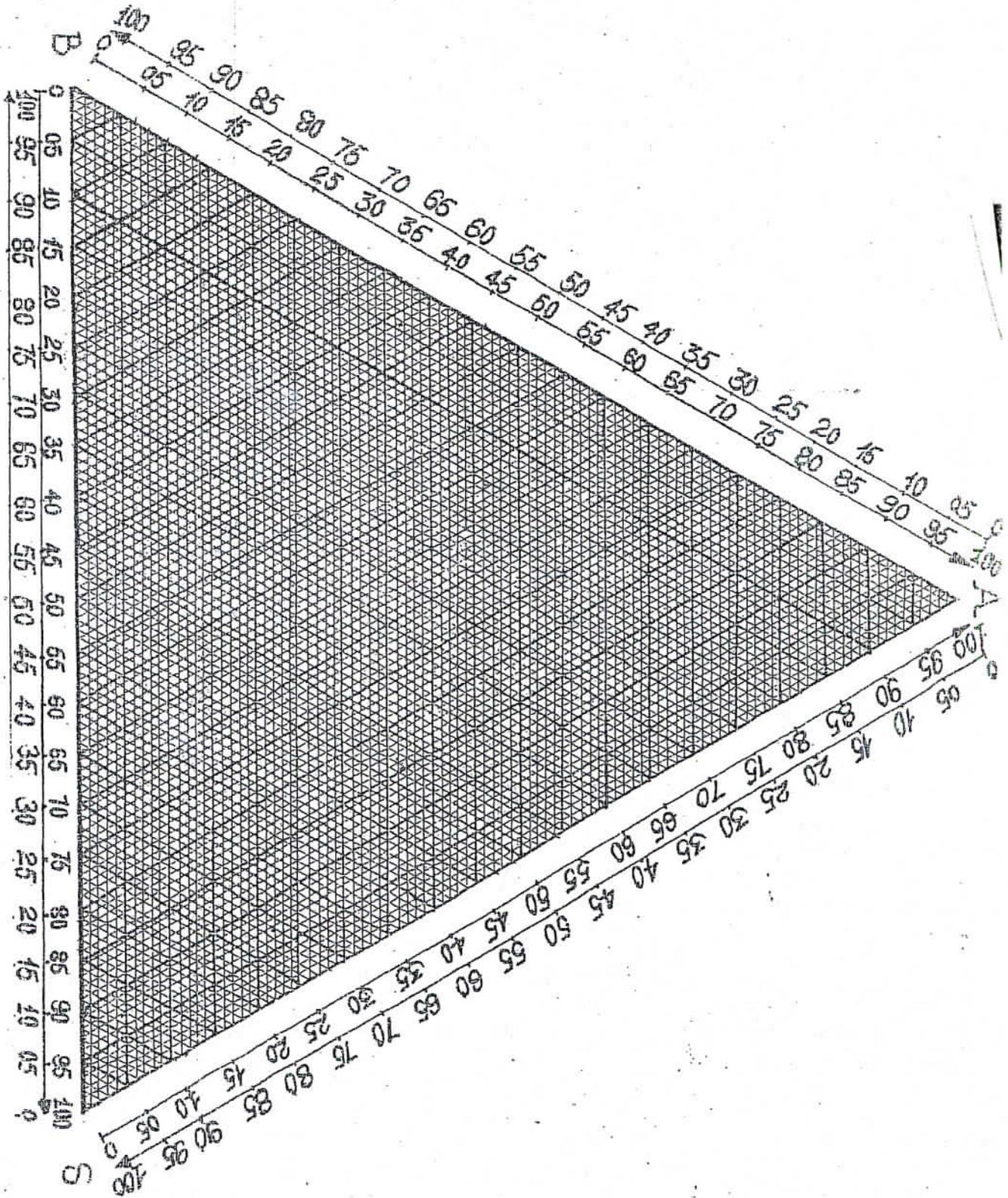
- Solubilité à 10 °C : 80 g de NaNO₃ /100g d'eau
- Solubilité à 60 °C : 124 g de NaNO₃ /100g d'eau



Solution : $x_A 87.4\%$, $C = 863.9 \text{ kg}$, $\eta = 26.2\%$

ANNEXES

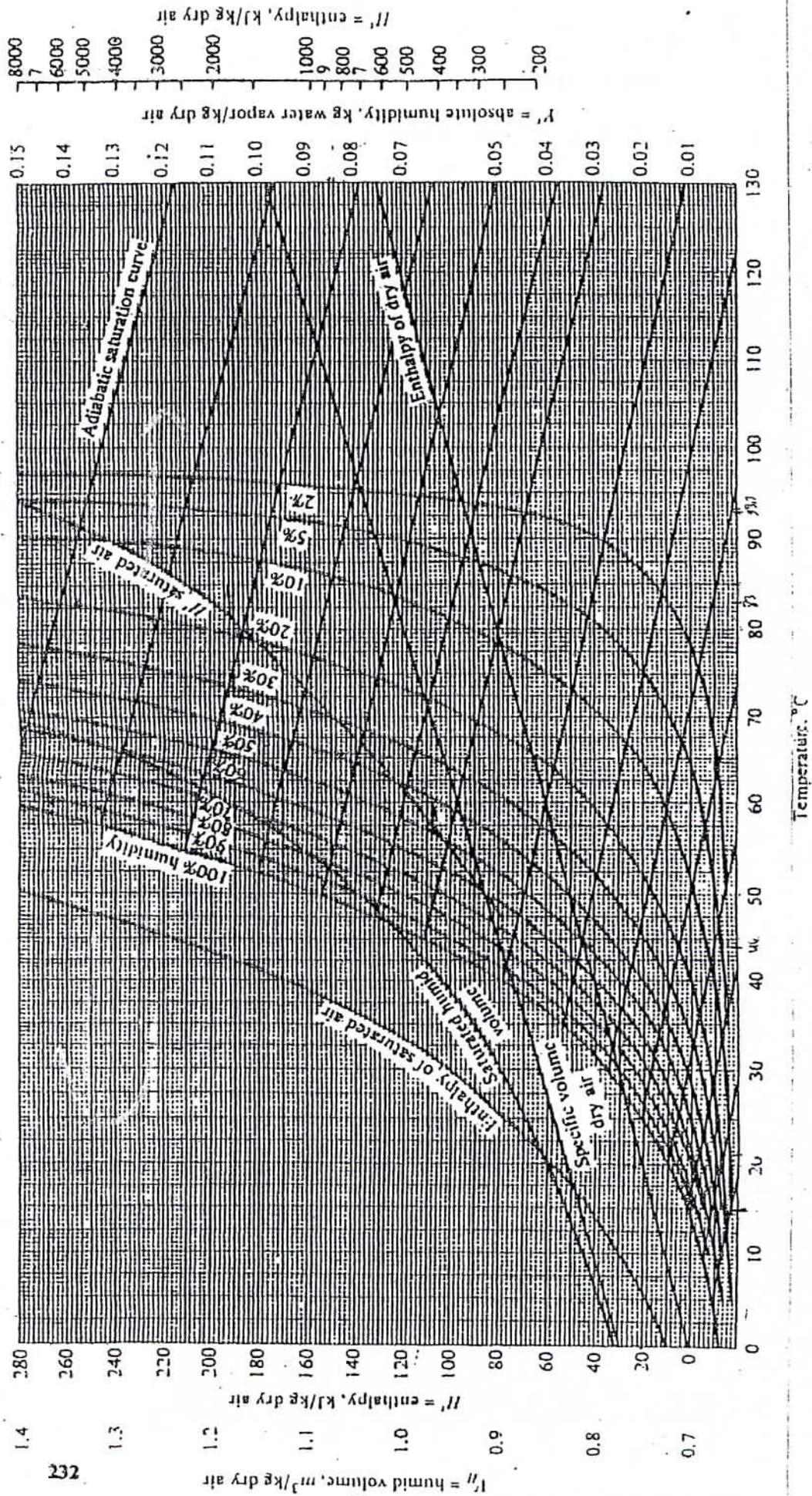
ANNEXE A
DIAGRAMME TERNAIRE



ANNEXE B

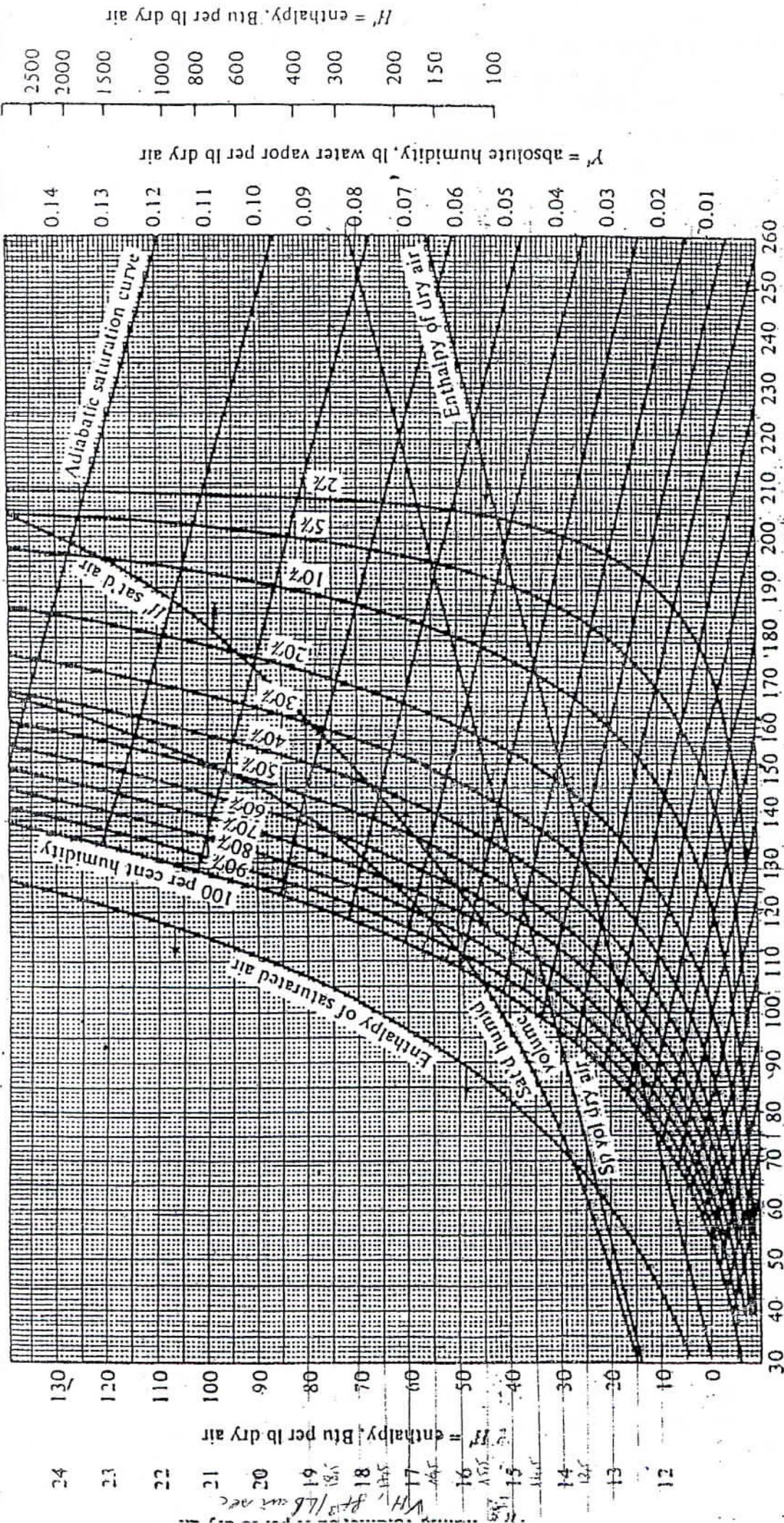
DIAGRAMMES

PSYCHROMETRIQUES



(a)

Figure 7.5 (a) Psychrometric chart for air-water vapor, 1 std atm abs, in SI units.



Temperature °F

(b)

$$c_c = \int (\cdot ^\circ F)$$

Figure 7.5 (b) Psychrometric chart for air-water vapor, 1 std atm abs, in English engineering units.

$$c_c = 32 + 1.8 c_c$$

H' = enthalpy, Btu per lb dry air

Y' = absolute humidity, lb water vapor per lb dry air

2500
2000
1500
1000
800
600
400
300
200
150
100

0.14
0.13
0.12
0.11
0.10
0.09
0.08
0.07
0.06
0.05
0.04
0.03
0.02
0.01

130

24

120

23

110

22

100

21

90

20

80

19

70

18

60

17

50

16

40

15

30

14

20

13

10

12

0

11

30

14

40

15

50

16

60

17

70

18

80

19

90

20

100

21

110

22

120

23

130

24

$W, \text{ lb}_m / \text{lb}_m \text{ air}$
 $H, \text{ Btu} / \text{lb}_m \text{ air}$
 $H', \text{ Btu} / \text{lb}_m \text{ dry air}$

Références bibliographiques

- Moulin J-P., Rakib M., Stambouli M., Pareau D. Transfert de matière : Opérations compartimentées idéales. Techniques de l'Ingénieur. j1072a.
- Moulin J-P., Rakib M., Stambouli M., Pareau D. Transfert de matière : Extraction liquide-liquide. Techniques de l'Ingénieur. J1073a.
- McCabe W.L., Smith J.C., Harriott P. (1993). Unit Operations of Chemical Engineering, 5^{ème} Edition. McGraw –Hill Chemical Engineering Series. p. 614-645.
- Koller E. (2001). Aide mémoire de Génie Chimique. Edition DUNOD. Paris.
- Treybal R.E. (1981). Mass-Transfer Operations. 3^{ème} Edition. International Edition. p. 477-541.
- Morvan D. (2009). Les Opérations Unitaires, Procédés Industriels : Cours et exercices corrigés. Edition Ellipses.
- Cote G. Extraction liquide-liquide : Présentation générale. Techniques de l'ingénieur. J 2760.
- Charreau A, Cavaillé. Séchage : théorie et calculs. Techniques de l'ingénieur J2480.
- Vasseur J. Séchage convectif par air chaud. Techniques de l'ingénieur J2452.
- Bimbenet J-J, Bonazzi C. Séchage des produits alimentaires : Principes. Techniques de l'ingénieur F 3000.
- Boistelle R., Klein J-P., Dugua J. Cristallisation : Aspects théoriques. Techniques de l'Ingénieur. J 1500.
- Klein J-P., Boistelle R., Dugua J. Cristallisation industrielle : Aspects pratiques. Techniques de l'Ingénieur. J 2788.