

Master GPB : Extraction liquide/liquide

Marie DEBACQ

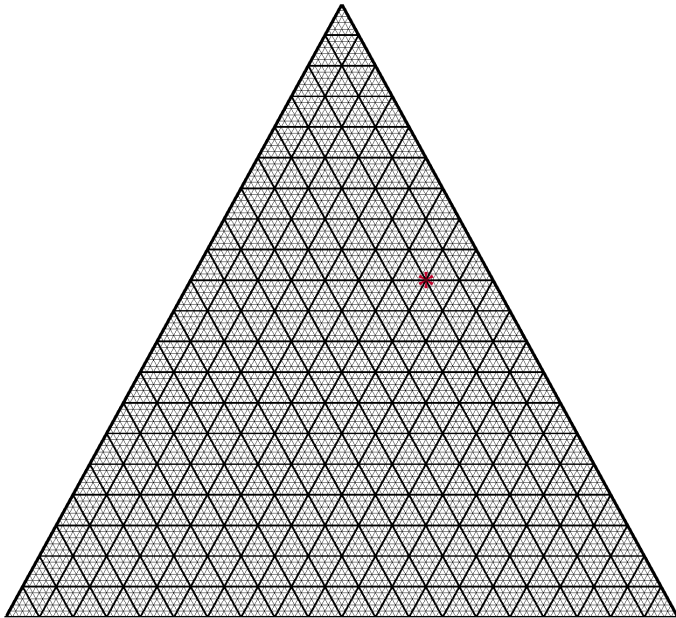
2023



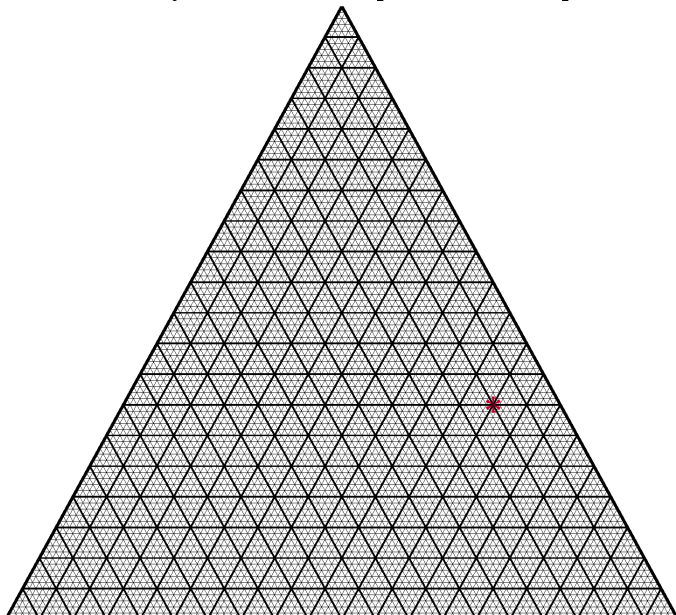
1 TD1 - diagrammes triangulaires

1.1 Lecture sur un diagramme triangulaire

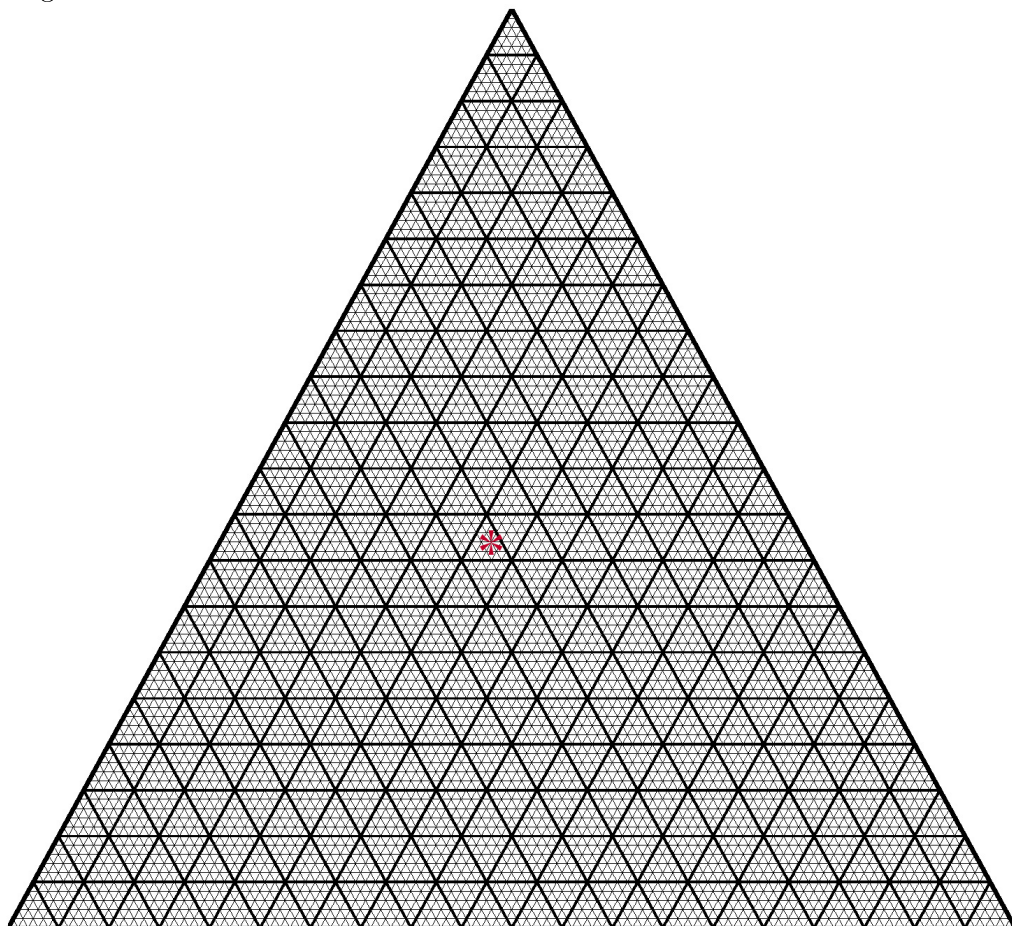
lecture 1 Quel est le titre en soluté du mélange dont le point représentatif est figuré en rouge sur le diagramme ci-dessous ?



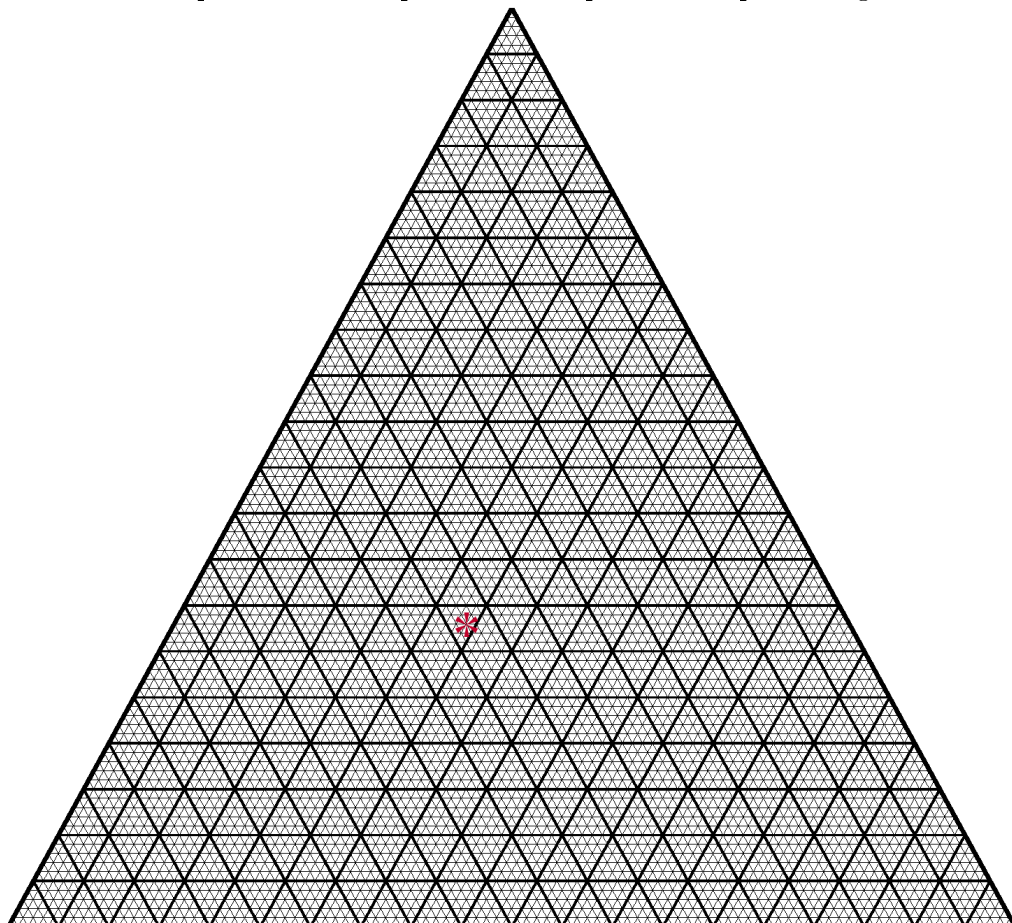
lecture 2 Quelle est la composition correspondant au point rouge ci-dessous ?



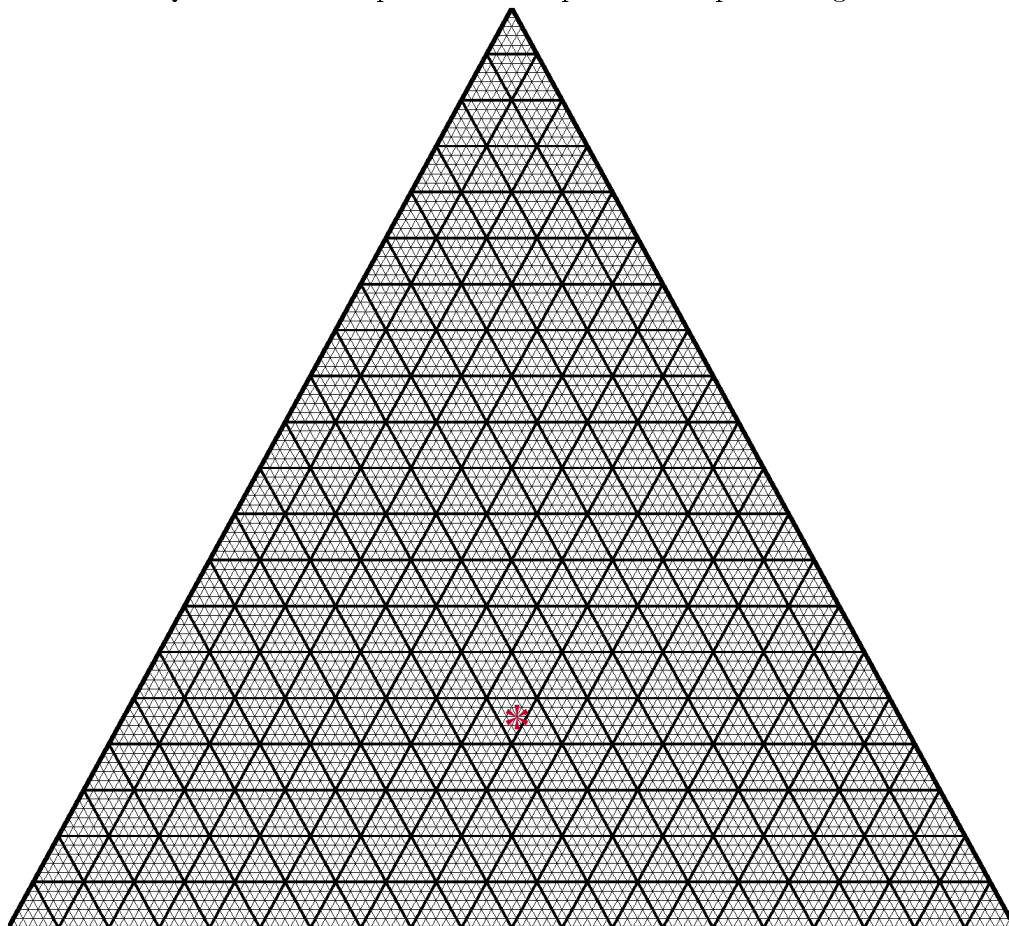
lecture 3 Quel est le titre en soluté du mélange dont le point représentatif est figuré en rouge sur le diagramme ci-dessous ?



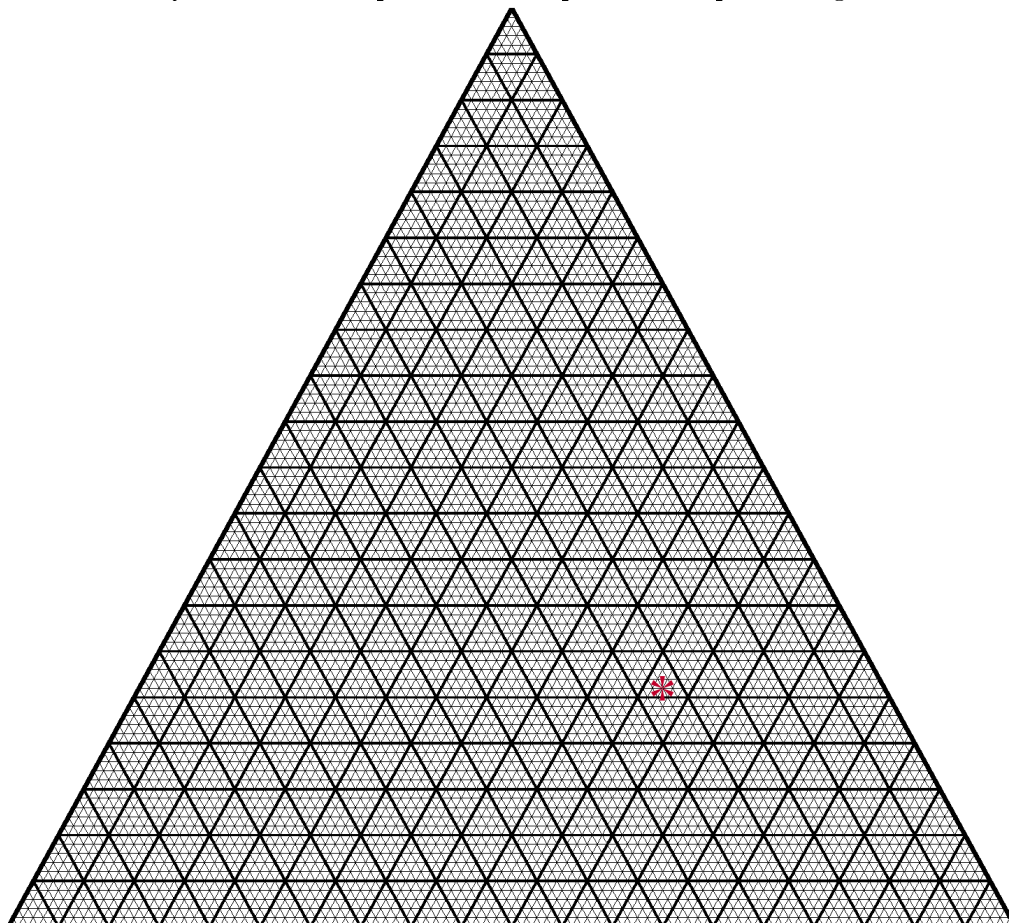
lecture 4 À quelle est la composition correspondant au point rouge ci-dessous ?



lecture 5 Quelle est la composition correspondant au point rouge ci-dessous ?

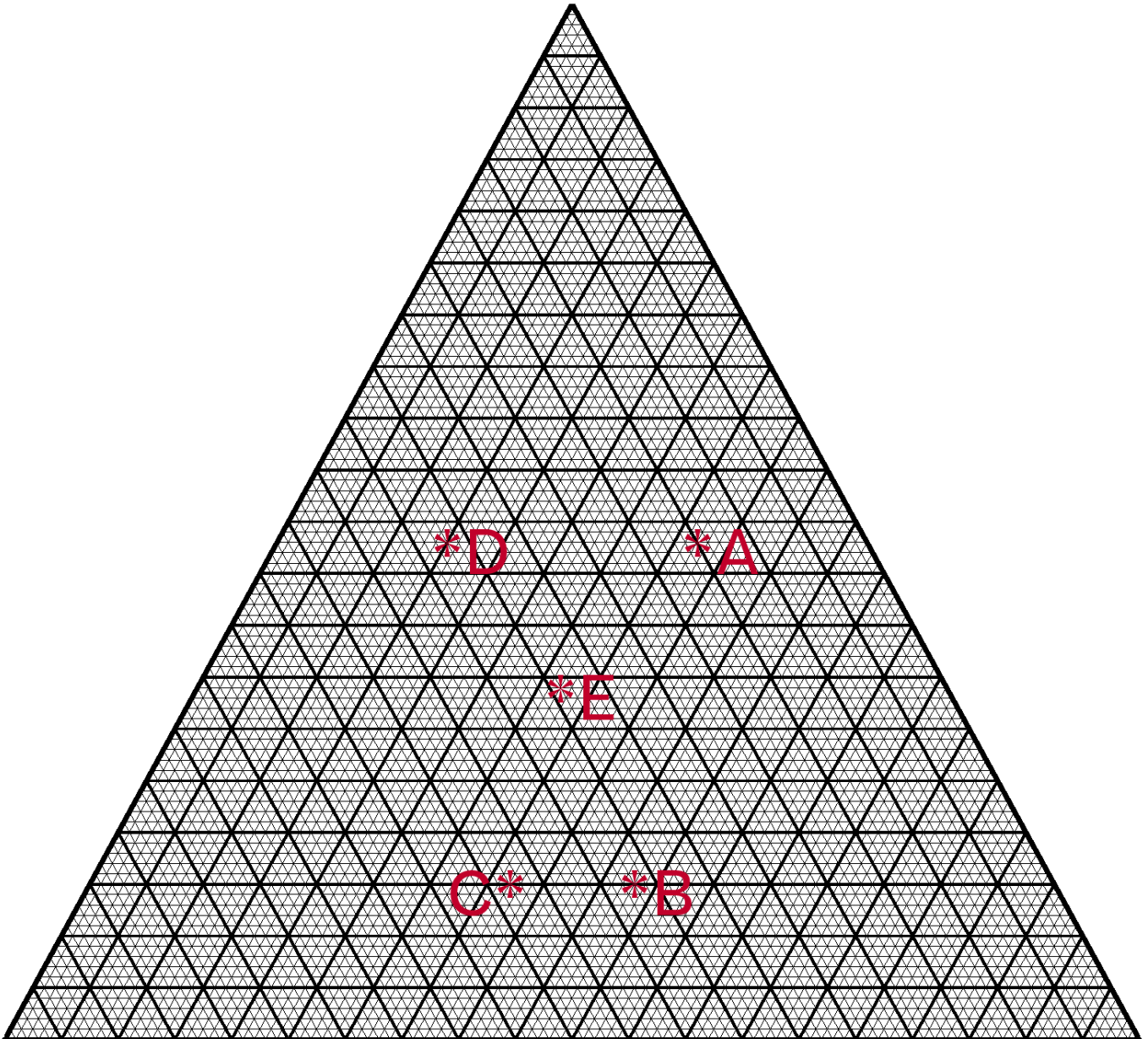


lecture 6 Quelle est la composition correspondant au point rouge ci-dessous ?



1.2 Placer des points sur un diagramme triangulaire

quel point ? On cherche à placer sur le diagramme triangulaire ci-dessous le point correspondant à un mélange de composition : 48% de soluté ; 37% de diluant ; 15% de solvant. De quel point s'agit-il ?

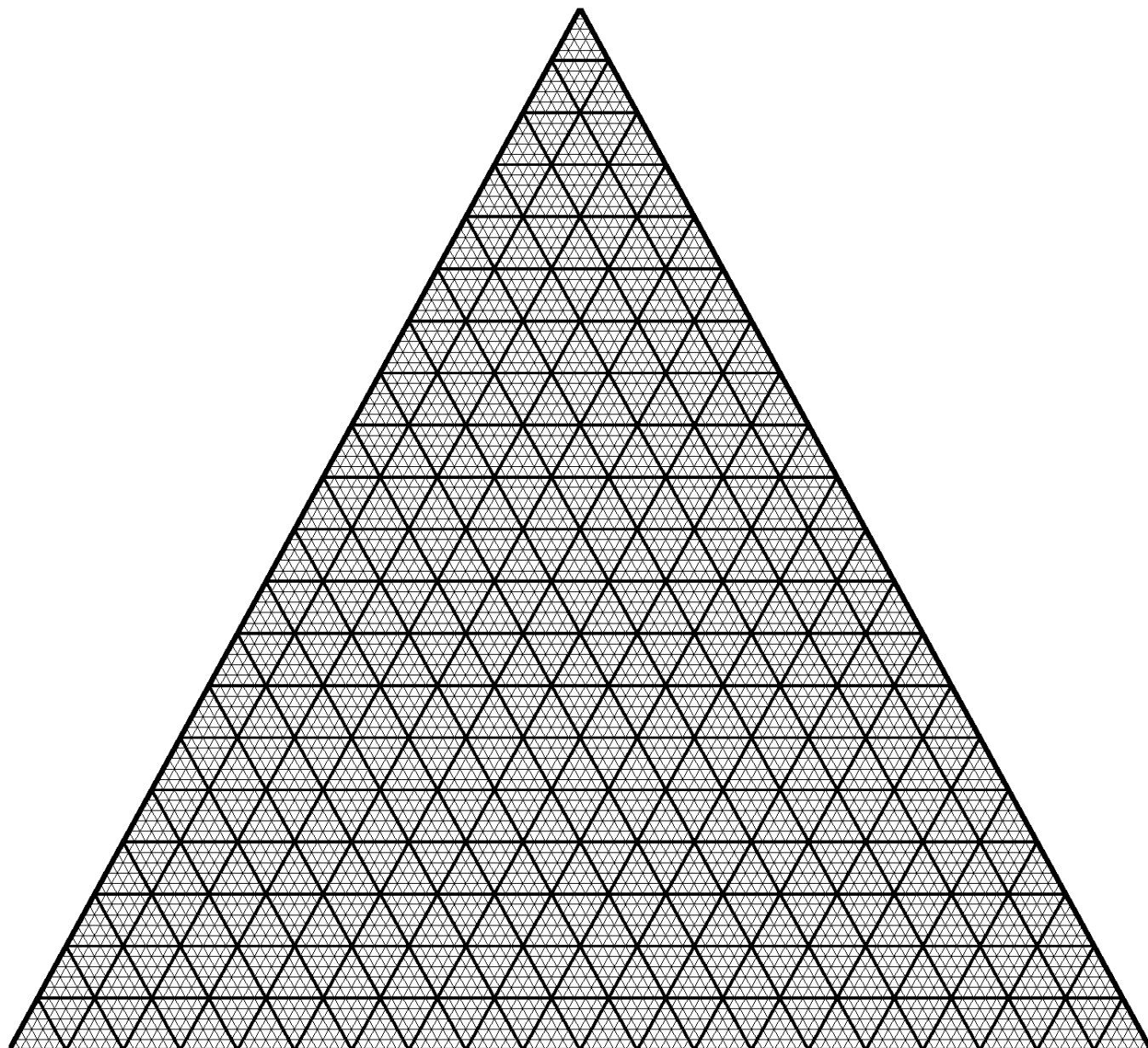


point F Placer sur le diagramme triangulaire ci-dessus le point correspondant à un mélange de composition : 20% de soluté ; 50% de diluant ; 30% de solvant

point G Placer sur le diagramme triangulaire ci-dessus le point correspondant à un mélange de composition : 22% de soluté ; 31% de diluant ; 47% de solvant

points Placer sur le diagramme triangulaire ci-dessous les points correspondants à des mélanges de composition :

point	% de soluté	% de diluant	% de solvant
H	63	12	
I		85	6
J	39		25



Master GPB : Extraction liquide/liquide

Marie DEBACQ

2023



2 TD2 - équilibres et extracteurs simples

exercice A : Système acétone / eau / MIC

Pour le mélange acétone (soluté) / eau (diluant) / méthyl isobutyl cétone (MIC = solvant), tracer :

- l'isotherme de miscibilité (données de la TABLE 1) ;
- les conodales (données de la TABLE 2) ;
- la courbe de construction des conodales.

TABLE 1 – isotherme de miscibilité (% massiques) - données à 25°C

eau	acétone	MIC
2,3	4,6	93,1
3,9	18,9	77,2
4,6	24,4	71,0
5,5	28,9	65,6
7,3	37,6	55,1
10,7	43,2	46,1
14,8	47,0	38,2
18,8	48,5	32,7
32,8	46,7	20,5
33,5	46,4	20,1
45,0	42,6	12,4
64,1	30,9	5,0
75,9	20,9	3,2
94,2	3,7	2,1

TABLE 2 – conodales - données à 25°C

% massique d'acétone dans la phase aqueuse	% massique d'acétone dans le solvant
5,58	10,66
11,83	18,0
15,35	25,5
20,4	30,5
28,2	35,3

- Déterminer les débits maximum et minimum de solvant pur pour une alimentation en solution titrant à 35% massique en acétone dans l'eau avec un débit de 8 kg min⁻¹.
- Quels seraient les titres en acétone dans l'extract et le raffinat à la sortie d'un extracteur simple (considéré comme un étage théorique et fonctionnant en régime permanent) alimenté par 8 kg min⁻¹ d'une solution titrant à 35% en acétone dans l'eau et 5 kg min⁻¹ de MIC ?
- En déduire les débits d'extraits et de raffinat sortants de cet extracteur.

exercice B : Extraction de colorant

On désire extraire d'une solution aqueuse un colorant par du trichloroéthane pur dans un extracteur simple (considéré comme un étage théorique). La solution contient 3 g/L de colorant. Le coefficient de partage dans le domaine de concentrations concerné est de 8,33. Le solvant et le diluant peuvent être considérés comme immiscibles. On souhaite extraire 99,8% de colorant.

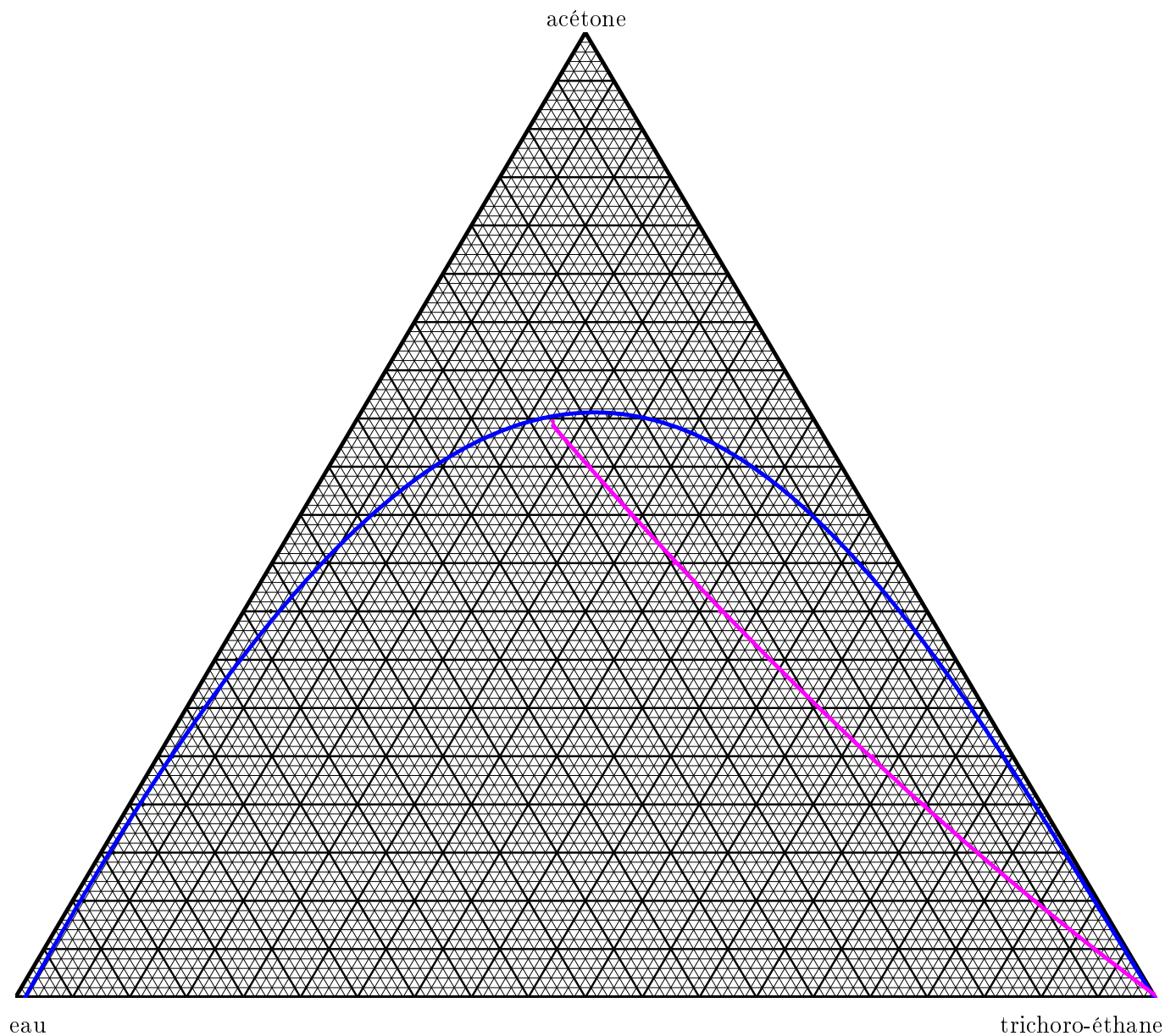
- Déterminer le rapport des débits massiques nécessaire.

exercice C : Système acétone / eau / trichloro-éthane

On veut traiter par extraction liquide/liquide, à 25°C, 2000 kg/h d'un mélange acétone/eau dont le titre massique est de 45% en acétone. On utilise, pour cette opération, le trichloro-éthane-1,1,2 comme agent de séparation. Le débit de trichloro-éthane est de 640 kg/h.

- Quels seront les titres de l'extract et du raffinat sortant d'un extracteur simple dans ces conditions ?
- Quel débit de solvant faudrait-il mettre en œuvre pour atteindre un titre massique de 8% en acétone dans le raffinat sortant de l'extracteur ?

25°C



Master GPB : Extraction liquide/liquide

Marie DEBACQ

2023

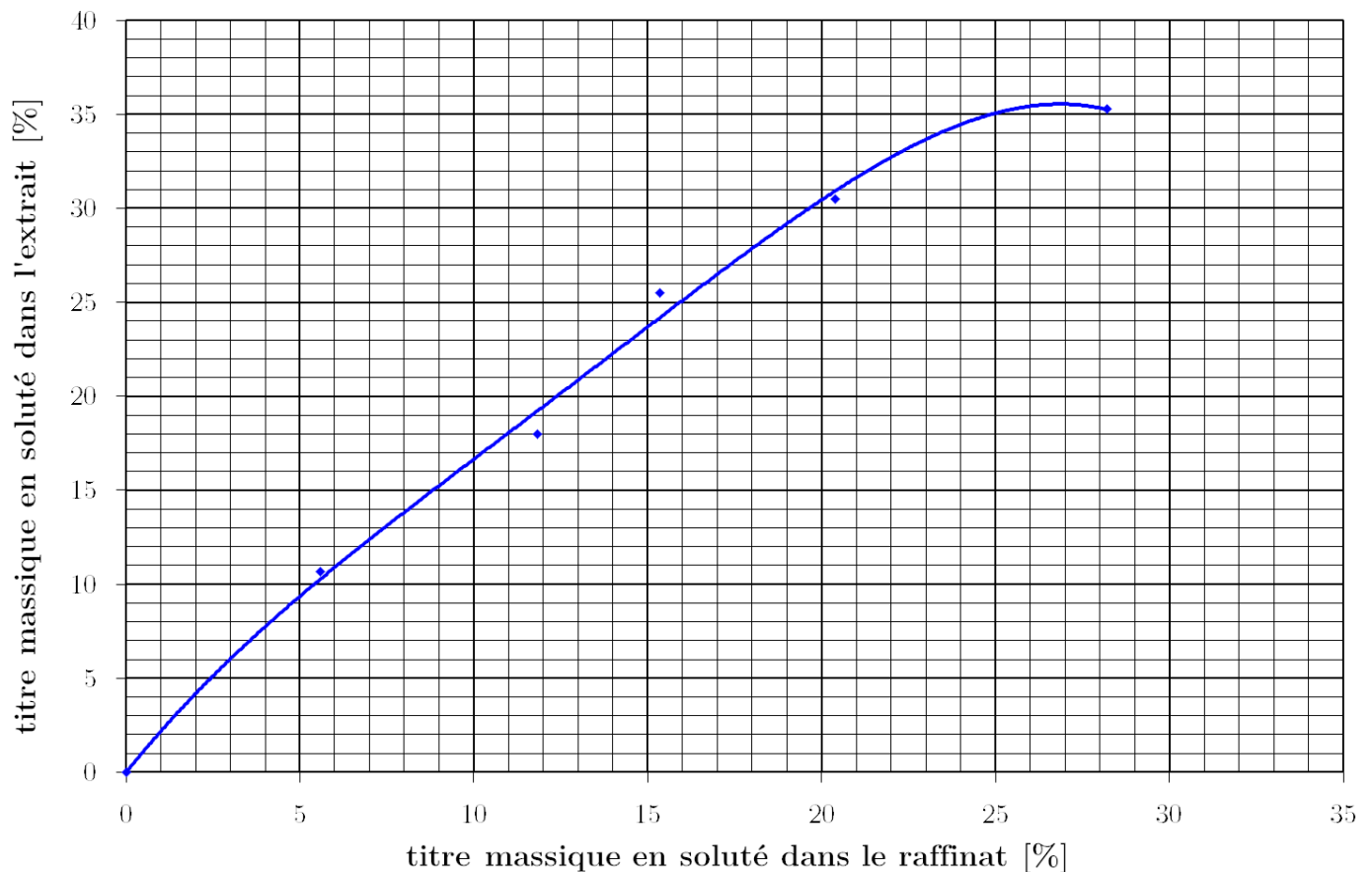


3 TD3 - extracteurs à courants croisés

suite de l'exercice A : Système acétone / eau / MIC

- Qu'en serait-il à la sortie d'un extracteur à courants croisés à 5 étages ? On supposera que le débit de solvant se répartit équitablement entre ces étages.

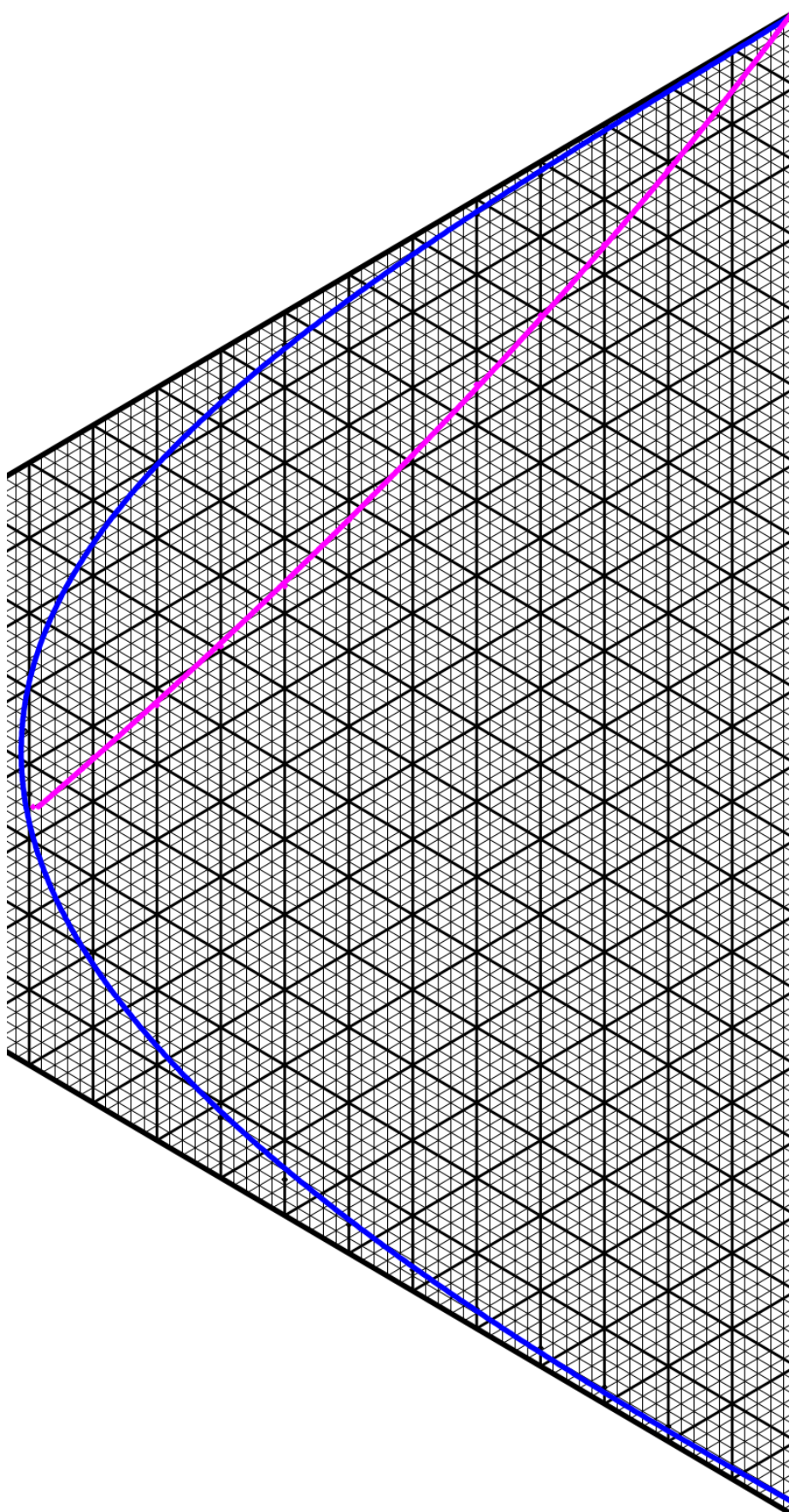
acétone - eau - MIC (25°C)



suite de l'exercice B : Extraction de colorant

- Déterminer le nombre d'étages d'extraction à courants croisés, si on souhaite travailler avec des débits massiques de solution et de solvant identiques.
- Que devient ce nombre d'étages d'extraction à courants croisés, si $V = 0,8 \cdot L$ et si $V = 2,5 \cdot L$?

- Combien d'étages d'extracteur à courants croisés, chacun étant alimenté avec un débit de trichoro-éthane est de 640 kg/h, faut-il mettre en œuvre pour atteindre un titre massique de 8% en acétone dans le raffinat sortant du dernier étage ?
- Quel sera alors le titre de l'extrait, obtenu en mélangeant les extraits issus de chaque étage ?



Master GPB : Extraction liquide/liquide

Marie DEBACQ

2023



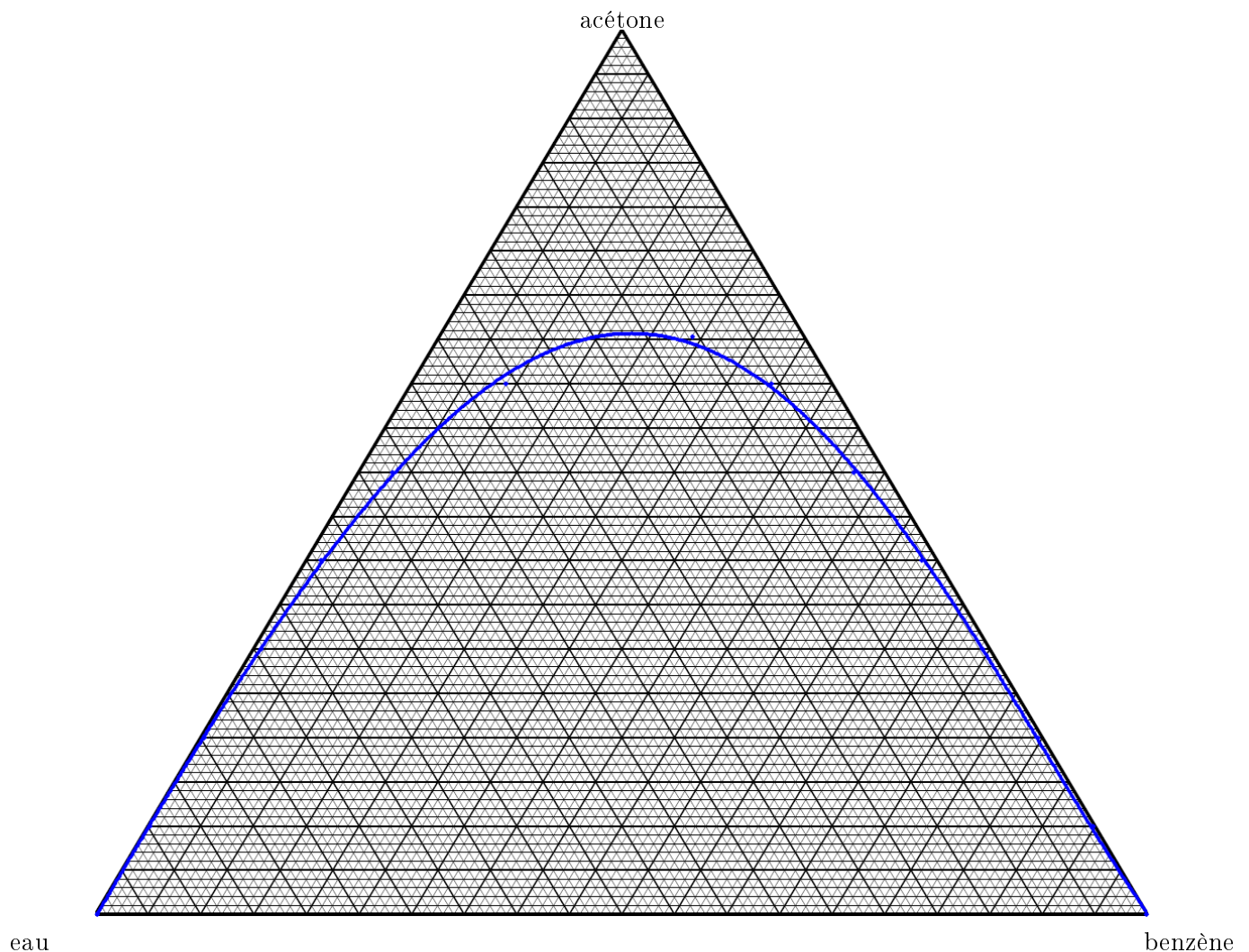
4 TD4 - extracteurs à contre-courant : McCABE & THIELE

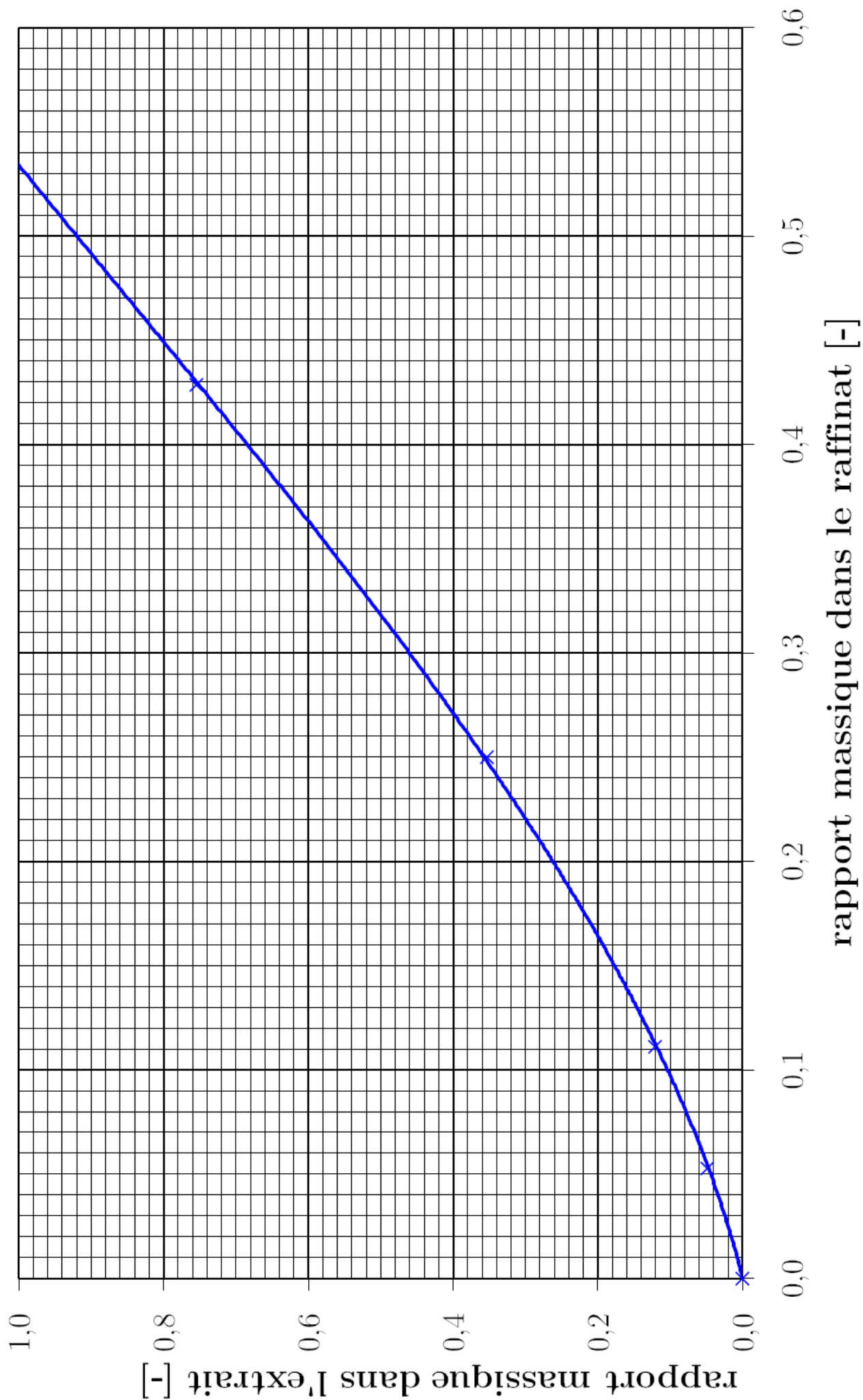
exercice D : Système acétone / eau / benzène

On veut extraire à l'aide de benzène, l'acétone contenu dans une solution aqueuse dont le titre massique est 35% et le débit massique 1000 kg/h. On dispose d'une colonne d'extraction fonctionnant en continu et à contre-courant. L'opération est effectuée à 15°C, en régime stationnaire, avec du solvant pur. Le titre massique en acétone dans le raffinat ne doit pas dépasser 8%.

- Quel débit de solvant faudrait-il utiliser pour obtenir un extrait titrant à 45% en acétone ?
- Déterminer le nombre d'étages théoriques nécessaires pour réaliser cette séparation.
- Qu'advierait-il si on souhaitait obtenir un raffinat titrant à 4% ?

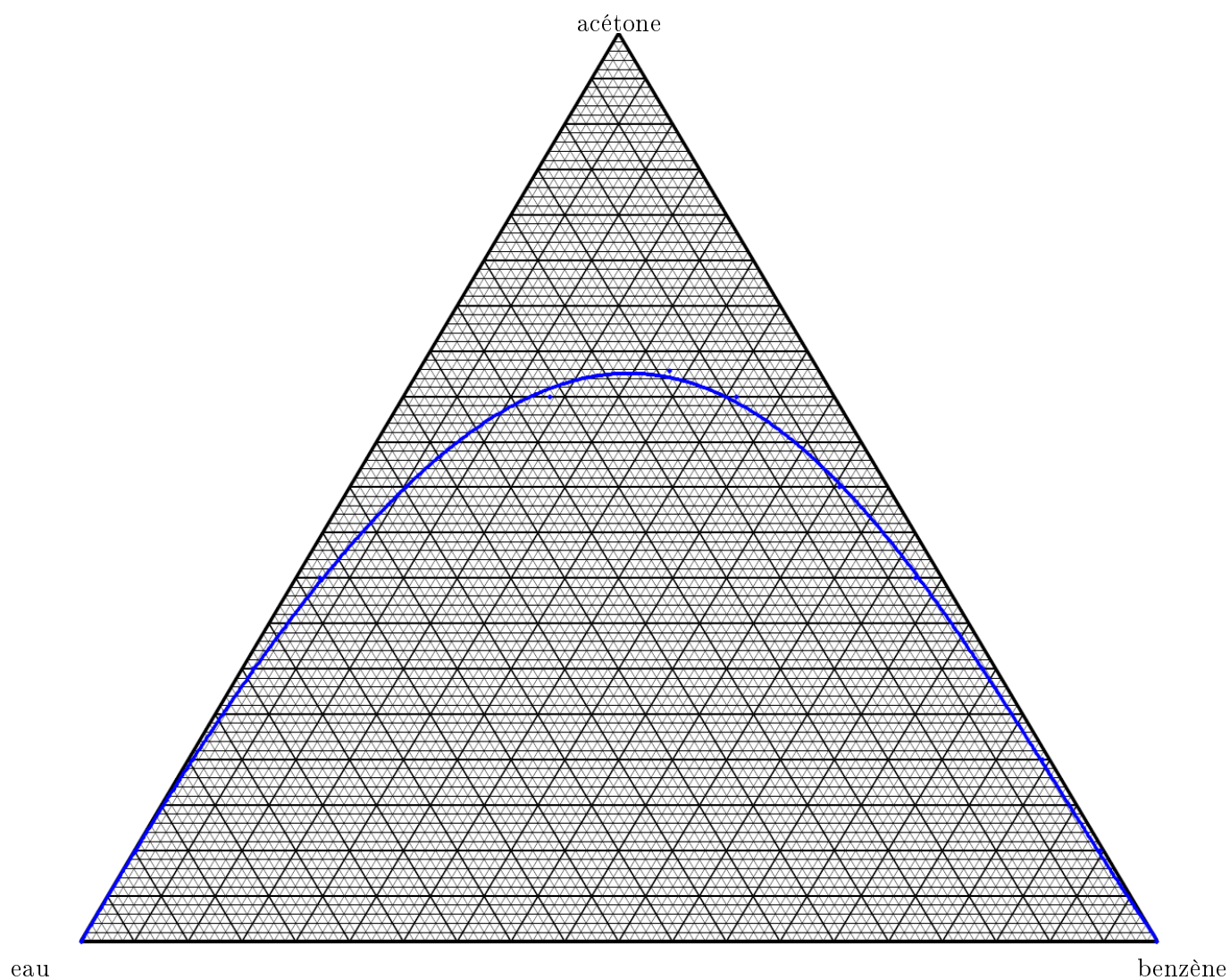
15°C

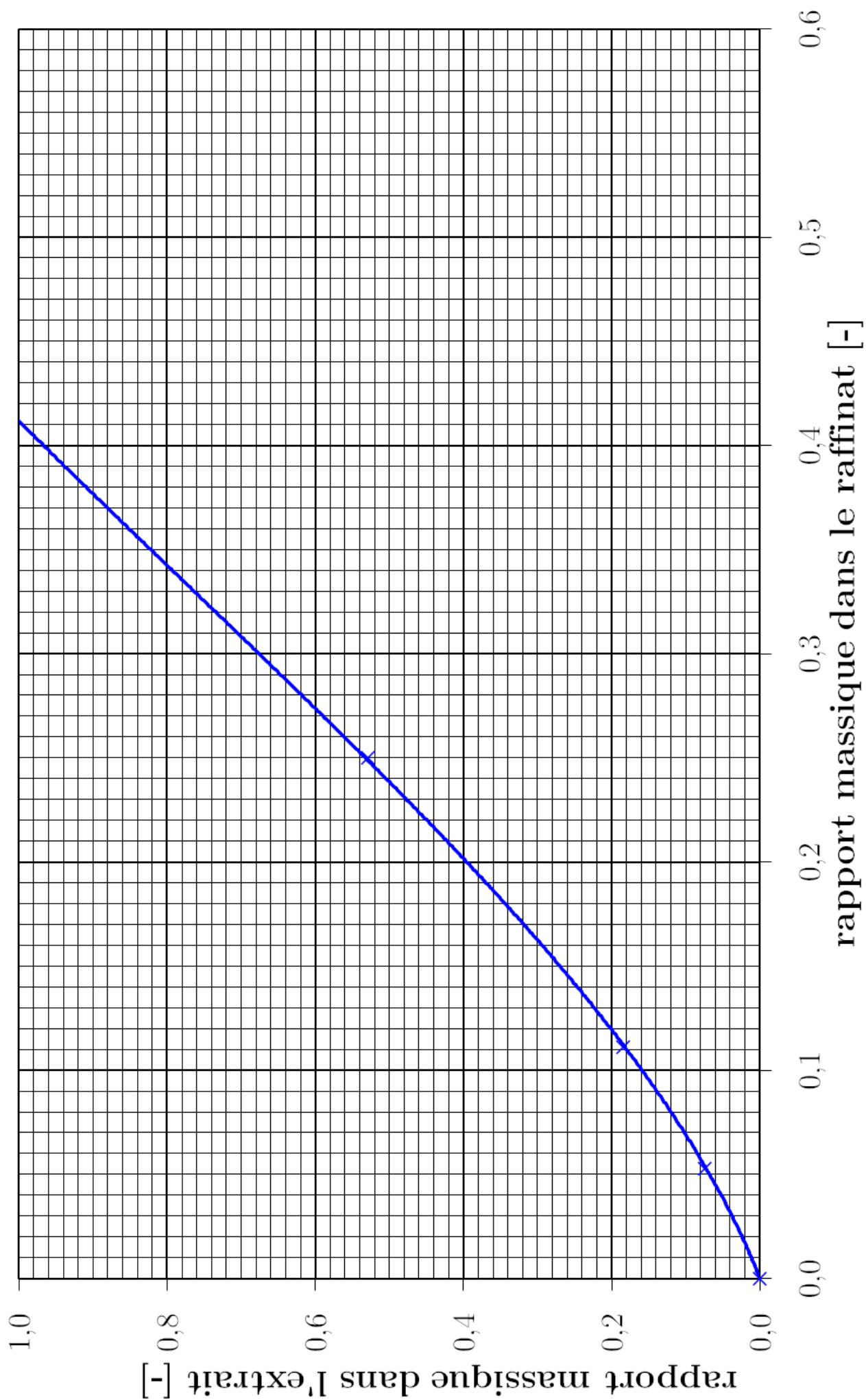




— Qu'advierait-il si on souhaitait obtenir un raffinat titrant à 4% en menant l'opération à 45°C ?

45°C

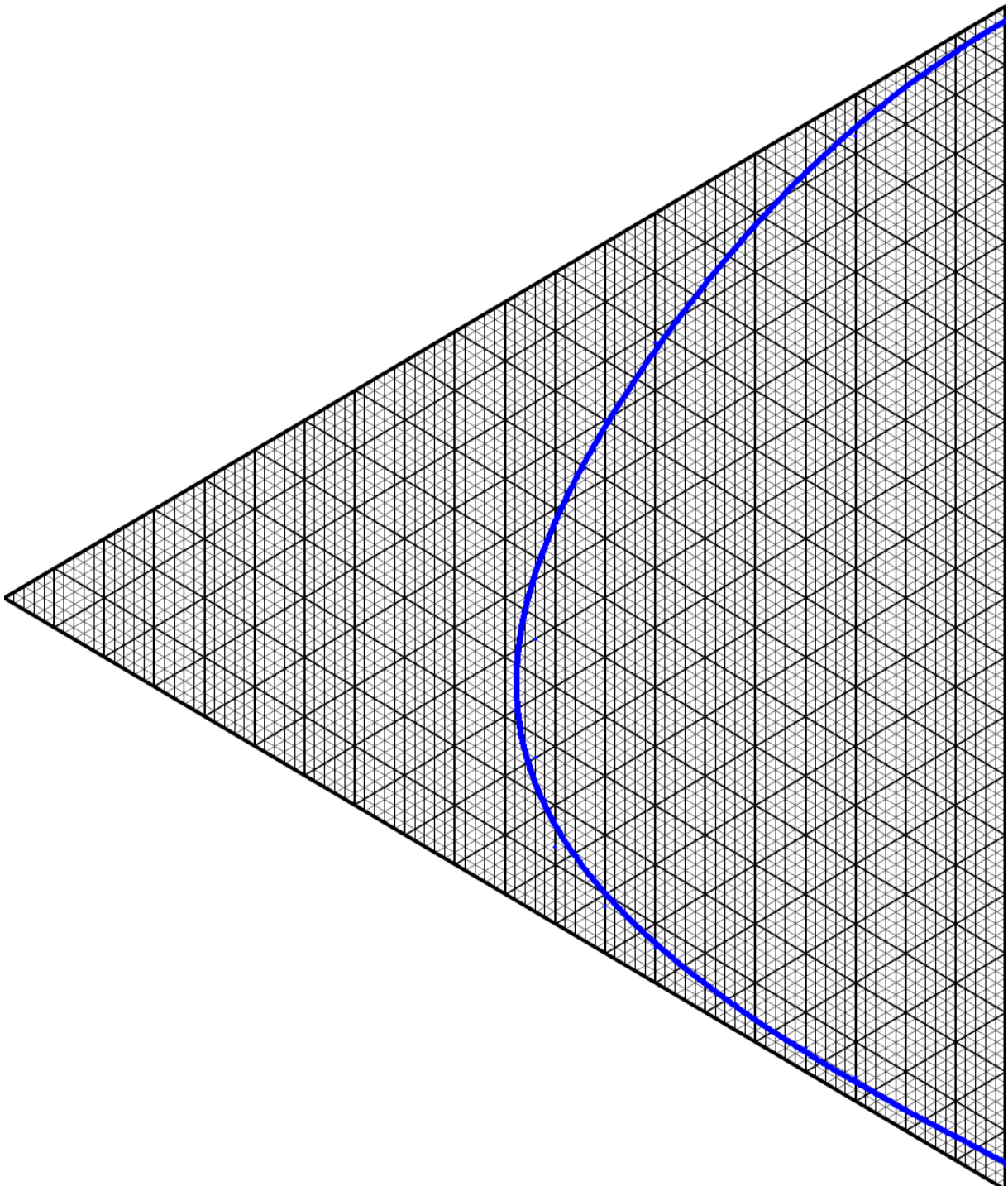


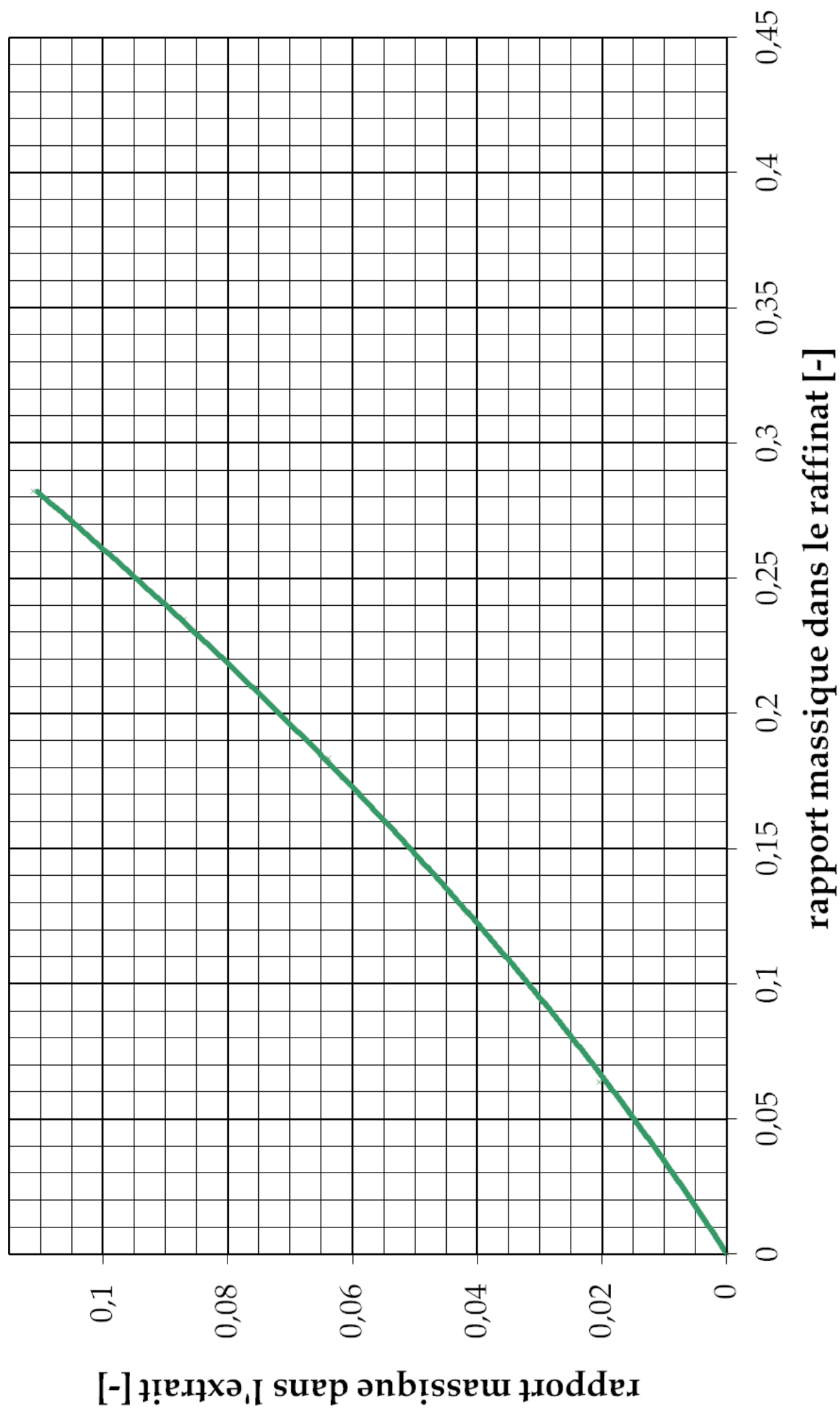


exercice E : Système acide acétique / eau / éther di-isopropylique

On veut extraire à l'aide d'éther di-isopropylique, l'acide acétique contenu dans une solution aqueuse dont le titre massique en acide est 30% et le débit massique total 2000 kg/h. On utilise une colonne d'extraction fonctionnant en continu et à contre-courant. L'opération est effectuée en régime stationnaire, avec un débit massique de solvant pur est 5000 kg/h. Le titre massique en acide dans le raffinat ne doit pas dépasser 2%.

- Déterminer le nombre d'étages théoriques nécessaires pour cette séparation par la méthode de McCabe & Thiele.

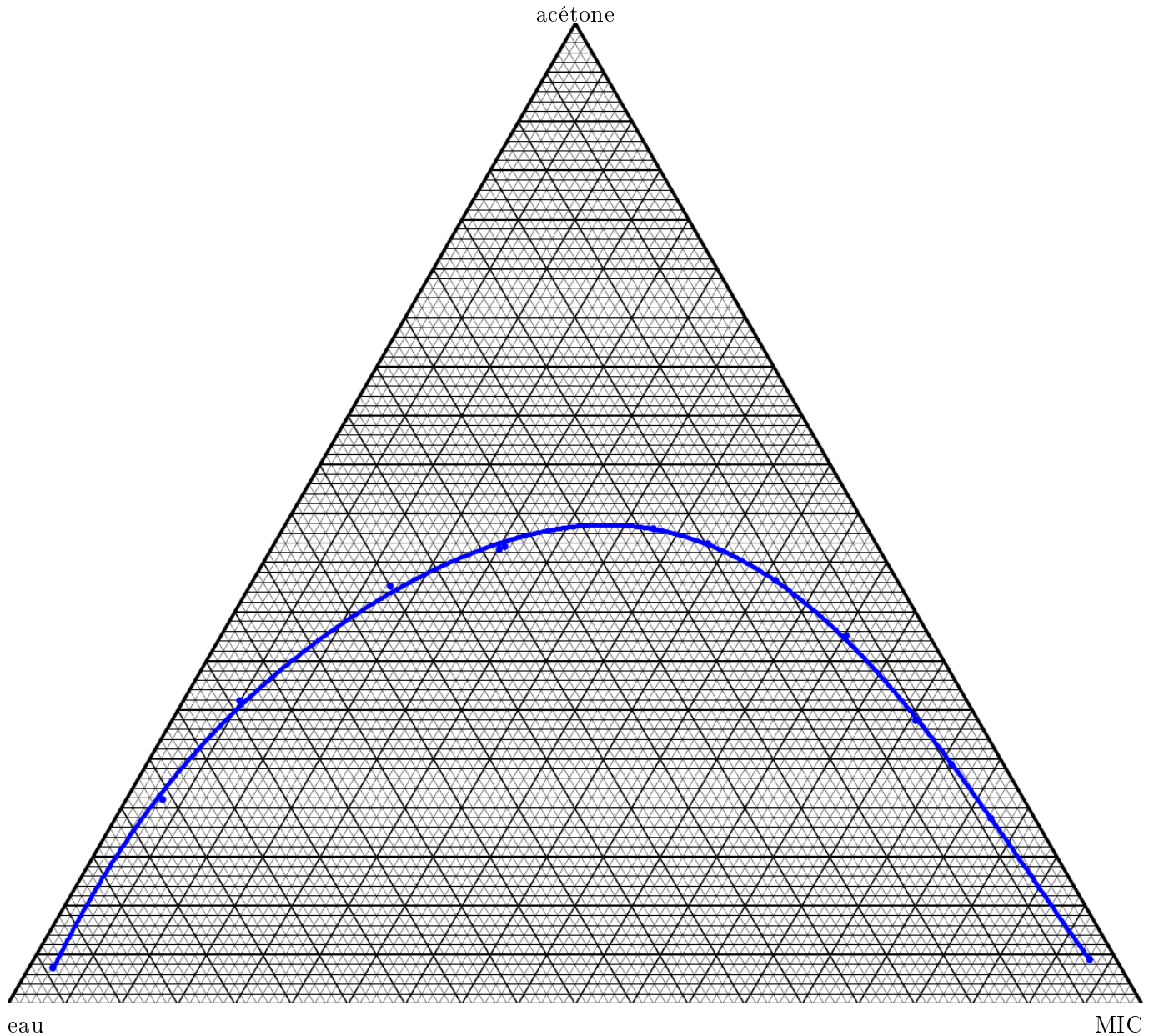


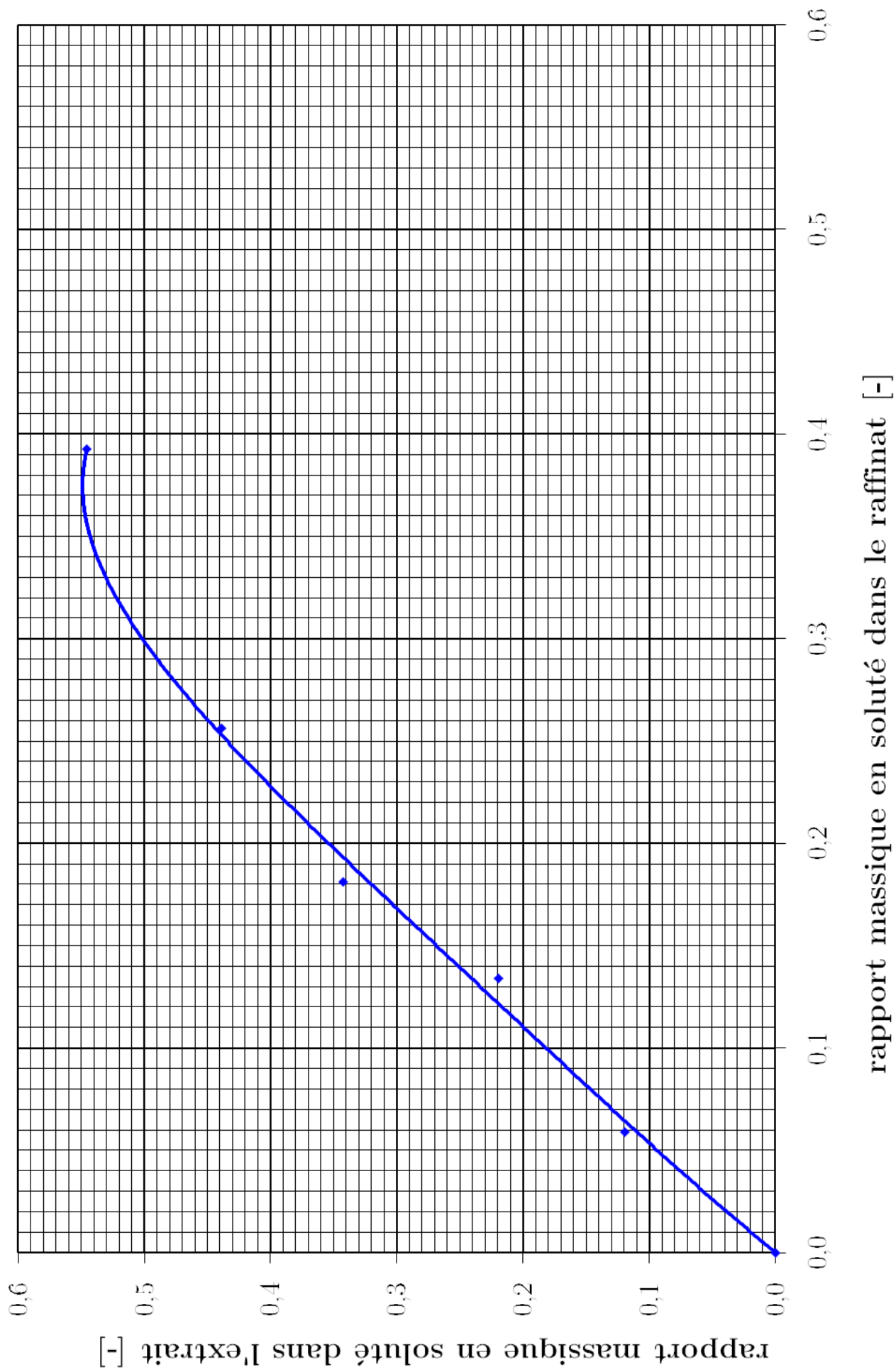


Pour une alimentation en solution titrant à 35% massique en acétone dans l'eau avec un débit de 8 kg min^{-1} , on réalise l'extraction avec 5 kg min^{-1} de MIC dans une colonne fonctionnant à contre-courant et en régime permanent :

- Quel est le titre en acétone dans l'extract, si le raffinat titre à 5% en acétone ?
- En déduire les débits d'extraits et de raffinat sortants de cet extracteur.
- Combien d'étages théoriques comporte cette colonne ?

25°C





Master GPB : Extraction liquide/liquide

Marie DEBACQ

2023



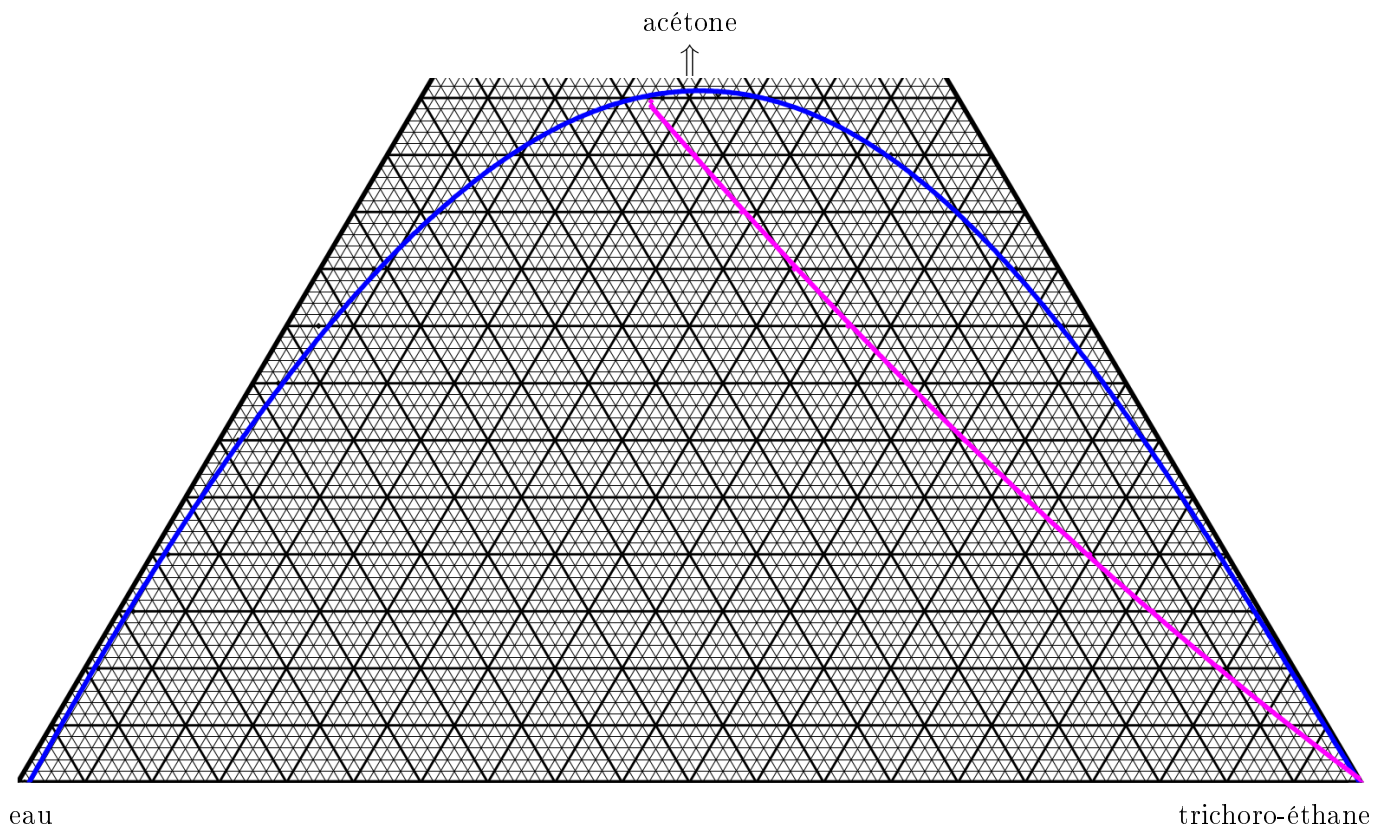
5 TD5 - extracteurs à contre-courant : NET par la méthode du pôle opératoire

fin de l'exercice C : Système acétone / eau / trichloro-éthane

On veut traiter par extraction liquide/liquide, à 25°C, 2000 kg/h d'un mélange acétone/eau dont le titre massique est de 45% en acétone. On utilise, pour cette opération, le trichloro-éthane-1,1,2 comme agent de séparation, et on veut réaliser une extraction à contre-courant, en régime permanent. Le débit de trichloro-éthane est de 640 kg/h et on désire un titre massique de 8% en acétone dans le raffinat sortant de l'extracteur. Déterminer :

- le titre massique y_1 de l'extract ;
- le nombre minimum d'étages, en supposant un équilibre parfait sur chacun de ceux-ci, par la méthode du pôle opératoire ;
- les débits du raffinat (L_n) et de l'extract (V_1), sortant de l'extracteur.

25°C



fin de l'exercice B : Extraction de colorant

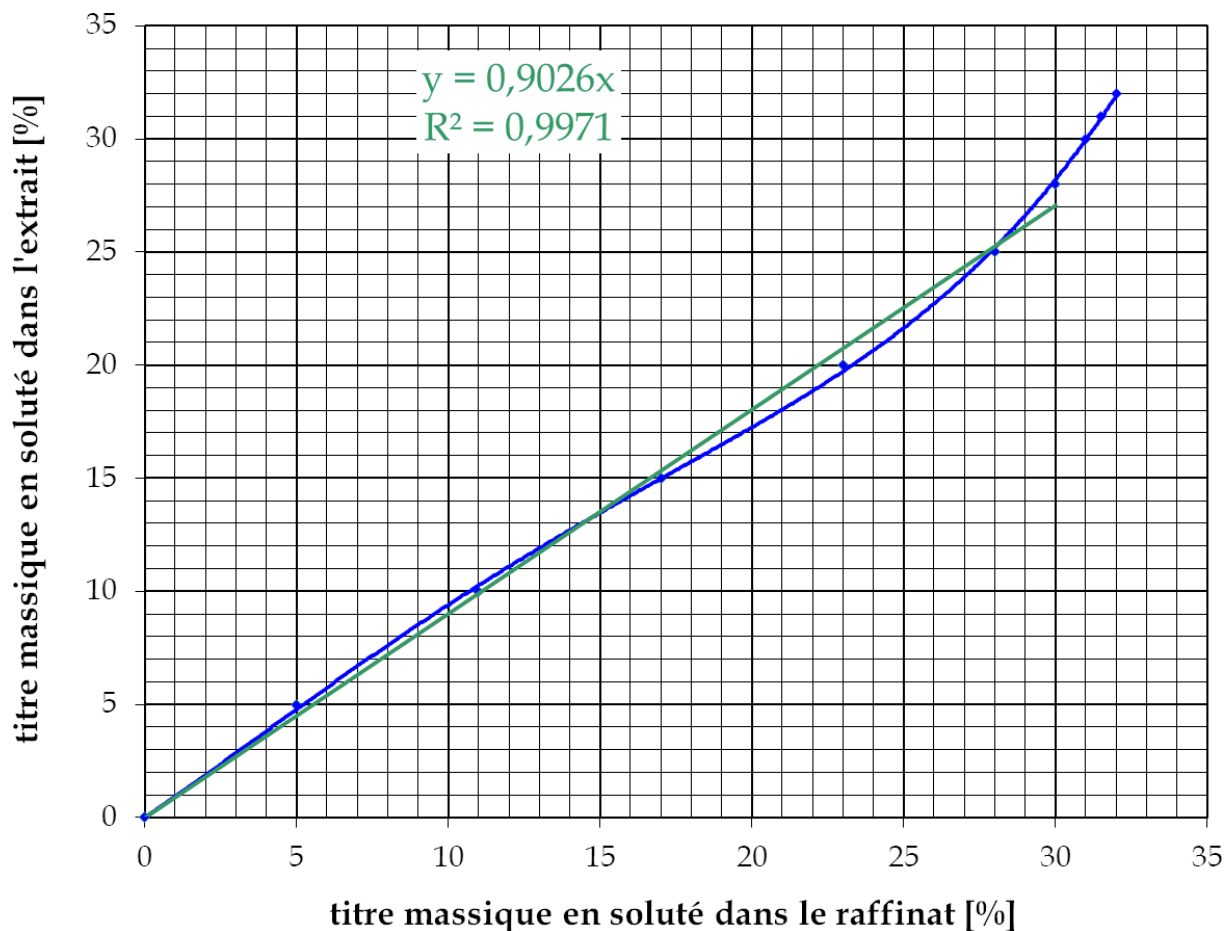
On désire extraire d'une solution aqueuse un colorant par du trichloroéthane pur dans un extracteur continu à contre-courant. La solution contient 3 g/L de colorant. Le coefficient de partage dans le domaine de concentrations concerné est de 8,33. Le solvant et diluant peuvent être considérés comme immiscibles. On souhaite extraire 99,8% de colorant.

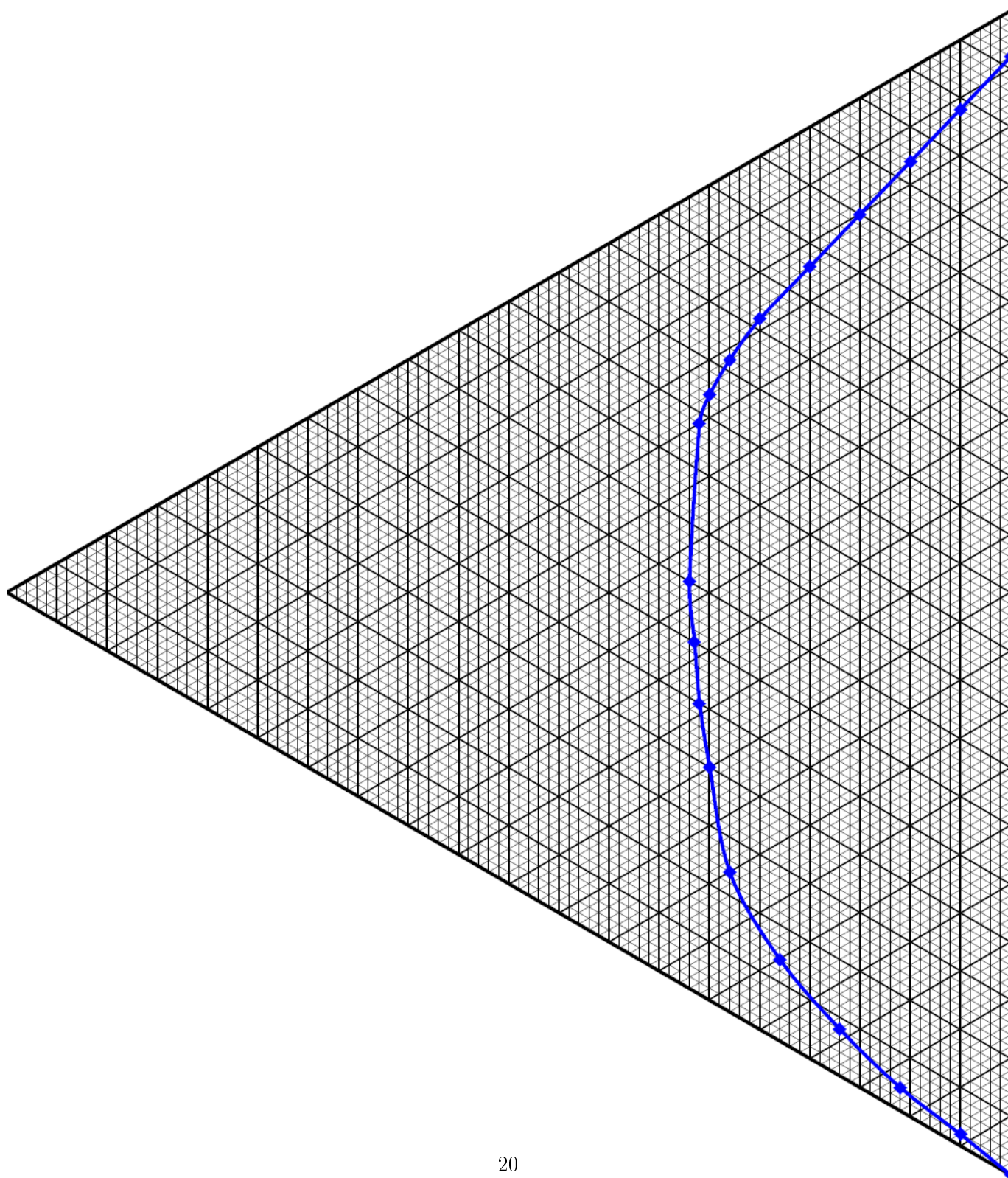
- Déterminer le nombre d'étages d'extraction à contre-courant, si l'on souhaite travailler avec des débits massiques de solution et de solvant identiques.
- Que devient ce nombre d'étages d'extraction à contre-courant, si $V = 0,8 \cdot L$ et si $V = 2,5 \cdot L$?

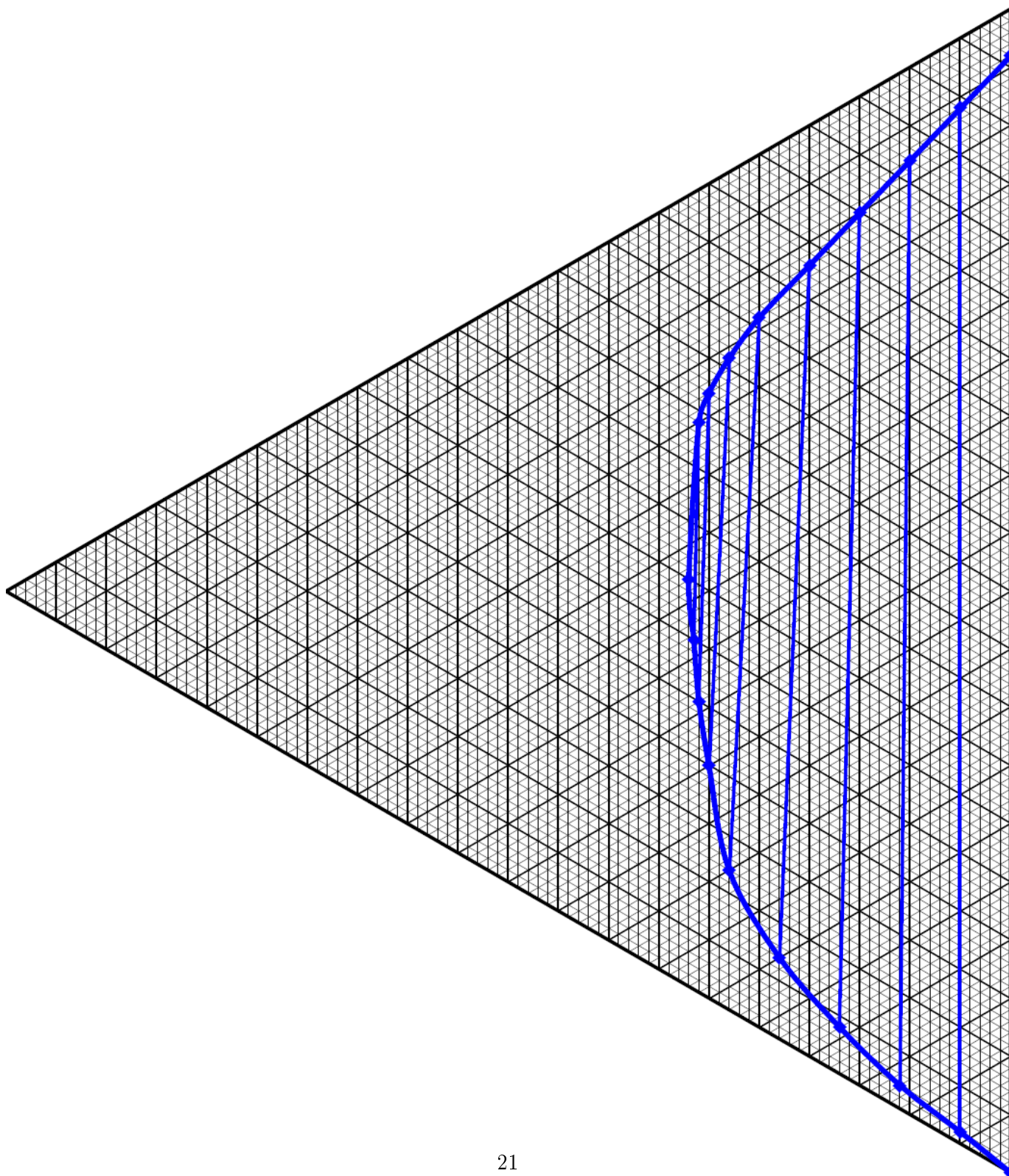
exercice F : Système ternaire inconnu

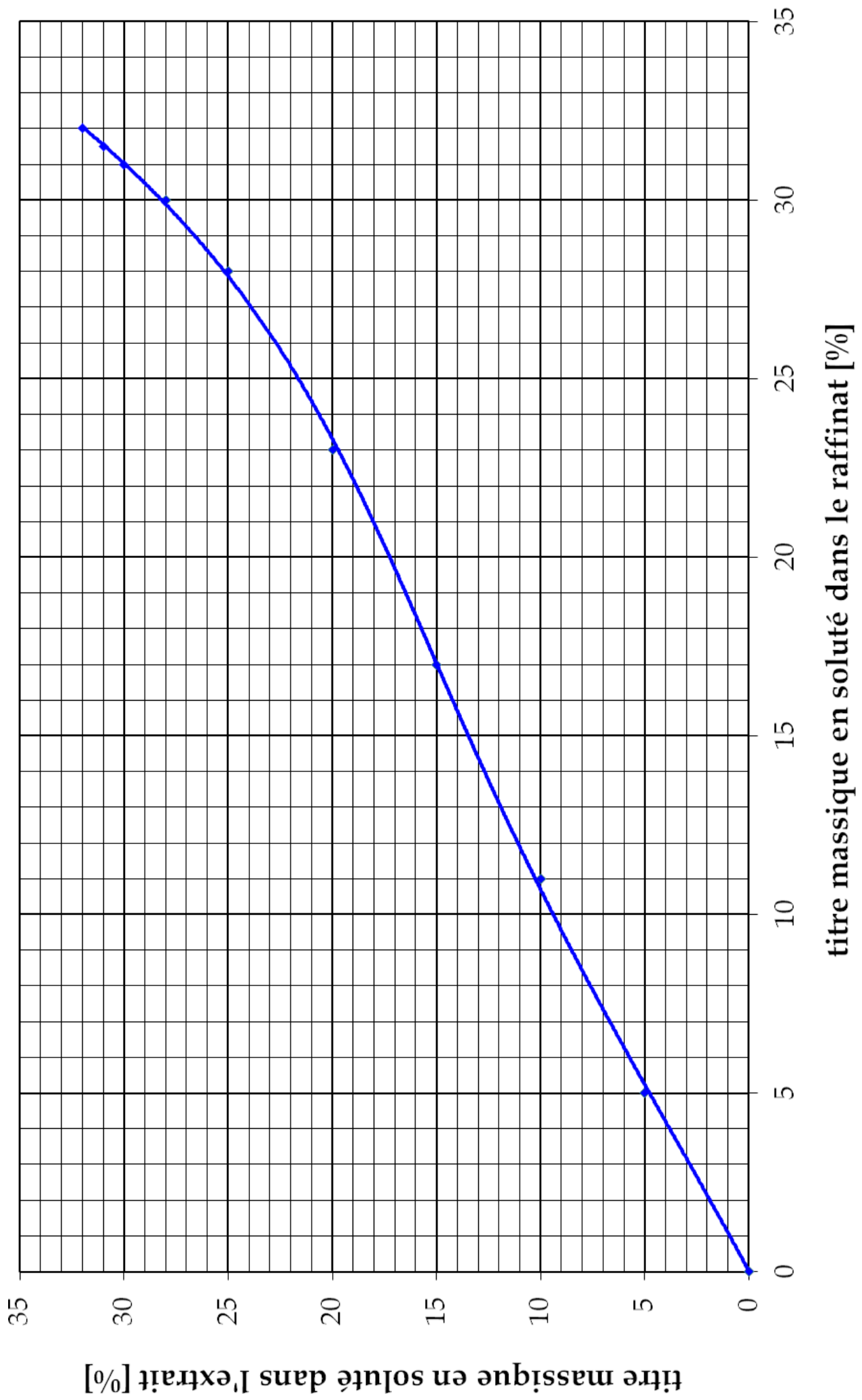
On désire traiter par extraction liquide/liquide une solution de titre massique en soluté 35% dans le diluant. Le solvant retenu est disponible pur. L'opération est réalisée en régime permanent dans un extracteur continu à contre-courant. On souhaite obtenir un raffinat dont la teneur en soluté n'excède pas 5% massique, et un extrait contenant au moins 15% massique de soluté.

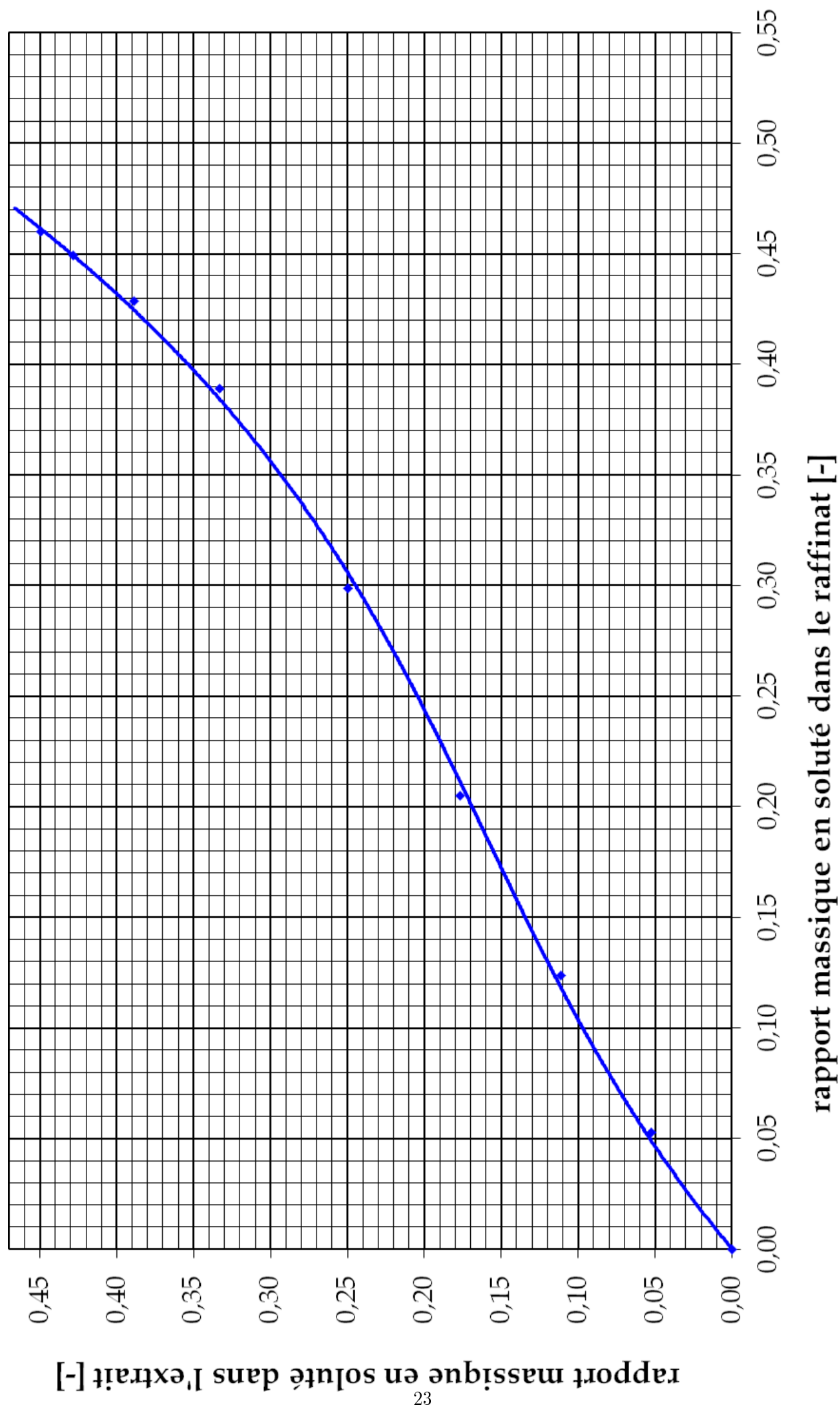
- Déterminer le rapport des débits de solvant et de solution.
- Déterminer, en utilisant toutes les méthodes graphiques que vous connaissez, le nombre d'étages théoriques nécessaires à cette opération. Pour chaque méthode rappeler les hypothèses et discuter leur applicabilité au cas présent ; expliquer brièvement les tracés et calcul. Comparer et commenter les résultats obtenus.
- Quelle valeur donne la méthode d'estimation du nombre d'étages théoriques par calcul ? Est-elle applicable ici et pourquoi ?
- Qu'advierait-il du rapport des débits de solvant et de solution et du nombre d'étages théoriques nécessaires, si l'on souhaite que la teneur en soluté du raffinat n'excède pas 2% massique et que l'extrait contienne au moins 25% massique de soluté ? Il n'est pas utile de ré-expliciter les tracés et calculs ; une seule méthode suffira pour la détermination du nombre d'étages théoriques ; en revanche il est demandé d'expliquer le choix de cette méthode.











Master GPB : Extraction liquide/liquide

Marie DEBACQ

2023



6 TD6 - extracteurs à contre-courant : NUT x HUT

fin de l'exercice F : Système ternaire inconnu

Dans les conditions de travail (température et pression ambiantes), partout dans la colonne, la masse volumique de la phase raffinat sera prise égale à 950 kg m^{-3} et celle de la phase extrait à 1300 kg m^{-3} ; la viscosité dynamique de la phase raffinat sera prise égale à $0,9 \cdot 10^{-3} \text{ Pa s}$ et celle de la phase extrait à $2,1 \cdot 10^{-3} \text{ Pa s}$. La viscosité cinématique de référence pour l'eau vaut $10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. On doit traiter un débit de solution de 1500 kg h^{-1} . On décide de réaliser cette opération dans une colonne garnie de garnissage en vrac (dimension caractéristique $1,3 \text{ cm}$). Le facteur de garnissage vaut $480 \text{ m}^2 \text{ m}^{-3}$. Les produits des coefficients de transfert de matière relatifs aux masses par l'aire interfaciale ont été déterminés expérimentalement : $50,7 \text{ kg m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ pour la phase raffinat et $41,2 \text{ kg m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ pour la phase extrait.

— Évaluer le **diamètre de la colonne**. Pour cela :

1. Calculer l'abscisse de Sherwood :

$$\mathcal{X} = \frac{\text{débit massique liquide lourd}}{\text{débit massique liquide léger}} \cdot \sqrt{\frac{\rho_{\text{léger}}}{\rho_{\text{lourd}}}}$$

2. Déterminer l'ordonnée de LOBO à l'engorgement, à l'aide de la corrélation (valable pour $\mathcal{X} \leq 10$) :

$$\mathcal{Y}_{\text{engorgement}} = 0,684 \cdot \exp \left(-3,61 \cdot \mathcal{X}^{0,286} \right)$$

3. En déduire la vitesse massique du fluide léger à l'engorgement $v_{\text{engorgement}}$ [en $\text{kg m}^{-2} \text{ s}^{-1}$]. On rappelle l'expression de l'ordonnée de LOBO :

$$\mathcal{Y} = \frac{v^2 \cdot F \cdot (\nu_{\text{lourd}}/\nu_{\text{eau}})^{0,2}}{g \cdot \rho_{\text{léger}} \cdot \rho_{\text{lourd}}}$$

4. Calculer le diamètre de la colonne, si on choisit de travailler à 70% de la vitesse massique du liquide léger à l'engorgement :

$$v = 0,70 \cdot v_{\text{engorgement}} = \frac{4 \cdot \text{débit massique liquide léger}}{\pi \cdot (\text{diamètre colonne})^2}$$

— Évaluer la **hauteur de la colonne**. Pour cela :

1. Calculer un des deux NUT ; par exemple celui relatif au raffinat :

$$NUT_R \approx \frac{x_A - x_n}{(x - x^*)_{ml}} = \frac{x_A - x_n}{(x_A - x_A^*) - (x_n - x_n^*)} \cdot \ln \frac{x_A - x_A^*}{x_n - x_n^*}$$

2. Calculer le produit du coefficient de transfert global également côté raffinat [en $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$] par la surface spécifique a [en $\text{m}^2 \text{m}^{-3}$]. On rappelle que :

$$\frac{1}{K_R} = \frac{1}{k'_R} + \frac{1}{K \cdot k'_E}$$

où K est le coefficient de partage.

Et que, lorsqu'ils ne sont pas fournis, les coefficients de transfert relatifs aux masses k' [en $\text{kg m}^{-2} \text{s}^{-1}$] sont liés aux coefficients de transfert de matière relatifs aux titres massiques [en m s^{-1}] par : $k' = k \cdot \rho$, où ρ est la masse volumique de la phase concernée.

Enfin, on peut bien sûr également écrire : $k' \cdot a = (k \cdot a) \cdot \rho$ et

$$\frac{1}{K_R \cdot a} = \frac{1}{k'_R \cdot a} + \frac{1}{K \cdot (k'_E \cdot a)}$$

3. Calculer le HUT correspondant :

$$HUT_R = \left[\frac{L}{K_R \cdot a \cdot \Omega} \right]_{moyen}$$

où Ω est la section de la colonne

On pourra discuter du choix de la valeur de L ...

4. En déduire la hauteur de la colonne.

exercice G : Système éthanol / eau / benzonitrile

On désire traiter par extraction liquide/liquide une solution de titre massique en éthanol 30% dans de l'eau. Le solvant retenu est le benzonitrile. Il est issu d'un recyclage et contient 1% d'eau et 3% d'éthanol. L'opération est réalisée en régime permanent dans un extracteur continu à contre-courant. On doit traiter un débit de 2000 kg h^{-1} de solution. On souhaite obtenir un raffinat dont la teneur en éthanol n'excède pas 2% massique et un extrait contenant au moins 15% massique d'éthanol.

- Déterminer le **débit de solvant** nécessaire pour réaliser cette opération.
- Déterminer le **nombre d'étages théoriques** nécessaires à cette opération.

On décide de réaliser cette opération dans une colonne garnie de selles de Berl en céramique de 1 inch (soit 2,54 cm). Leur facteur de garnissage vaut $F = 360 \text{ m}^2 \text{m}^{-3}$. Les produits des coefficients de transfert de matière par l'aire interfaciale ont été déterminés expérimentalement : $k_R \cdot a = 1,0 \text{ min}^{-1}$ pour la phase raffinat et $k_E \cdot a = 0,7 \text{ min}^{-1}$ pour la phase extrait.

Dans les conditions de travail (température et pression ambiantes), partout dans la colonne, la masse volumique de la phase aqueuse sera prise égale à 997 kg m^{-3} et celle de la phase organique à 1246 kg m^{-3} ; la viscosité dynamique de la phase aqueuse sera prise égale à $0,890 \cdot 10^{-3} \text{ Pa s}$ et celle de la phase organique à $1,267 \cdot 10^{-3} \text{ Pa s}$. La viscosité dynamique de référence pour l'eau vaut $10^{-6} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$.

- Évaluer le **diamètre de la colonne**, si on choisit de travailler à 75% de la vitesse massique du liquide léger à l'engorgement.
- Évaluer la **hauteur de la colonne**.

