

CHAPITRE VII

EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

1 - DEFINITIONS

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

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

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

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

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

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

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

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

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

CHAPITRE VII: EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

1-DÉFINITIONS

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

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

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

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

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

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

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

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

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

laisse refroidir le mélange ensuite, il s'agit d'une *infusion*. L'élution consiste à extraire le soluté fixé à la surface d'un solide par le solvant. C'est le processus mis en œuvre par la chromatographie.

2- EXEMPLES D'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

Les industries agroalimentaires, pharmaceutiques et de la parfumerie utilisent fréquemment ce type d'opération au moyen d'un solvant : l'eau, l'alcool ou les solvants organiques chlorés.

Quelques exemples peuvent être cités.

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

3 - MECANISME D'EXTRACTION : ETAPES DU TRANSFERT DE MATIERE

3.1. Processus élémentaires

L'extraction solide-liquide est réalisée par contact intime du solvant avec le solide et suivi d'une décantation et filtration. Elle se définit comme le résultat du transfert du soluté présent dans le solide vers le liquide. Ce transfert exige un certain temps et introduit la notion de vitesse d'extraction qui est régie par trois processus élémentaires (figure 1).

- 1 - Passage du solvant dans le solide et dissolution du soluté au sein des particules du solide
- 2 - La diffusion du soluté du cœur vers la surface de la particule
- 3 - La diffusion du soluté depuis la surface de la particule vers le cœur du solvant



Figure

3.2. Para

• La nature
une tem
toxique.

• La temp
soluté d
températ

• Degré d
les échan

• Concentr
du solvan
propre du
diffusion
végétales.
lente et q
solvant n'
particules

• Humidité
diffusivité

3.3. Notion d

La tem
mélangeur de
séparation mé

laisse refroidir le mélange ensuite, il s'agit d'une infusion. L'élution consiste à extraire soluté fixé à la surface d'un solide par le solvant. C'est le processus mis en œuvre par la chromatographie.

2-EXEMPLES D'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

Les industries agroalimentaires, pharmaceutiques et de la parfumerie utilisent fréquemment ce type d'opération au moyen d'un solvant : l'eau, l'alcool ou les solvants organiques chlorés.

Quelques exemples peuvent être cités.

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

3- MÉCANISME D'EXTRACTION: ÉTAPES DU TRANSFERT DE MATIÈRE

3.1. Processus élémentaires

L'extraction solide-liquide est réalisée par contact intime du solvant avec le solide et suivie d'une décantation et filtration. Elle se définit comme le résultat du transfert de soluté présent dans le solide vers le liquide. Ce transfert exige un certain temps et introduit la notion de vitesse d'extraction qui est régi par trois processus élémentaires (figure 1).

- 1- Passage du solvant dans le solide et dissolution du soluté au sein des particules du solide
- 2- La diffusion du soluté du cœur vers la surface de la particule
- 3- La diffusion du soluté depuis la surface de la particule vers le cœur du solvant

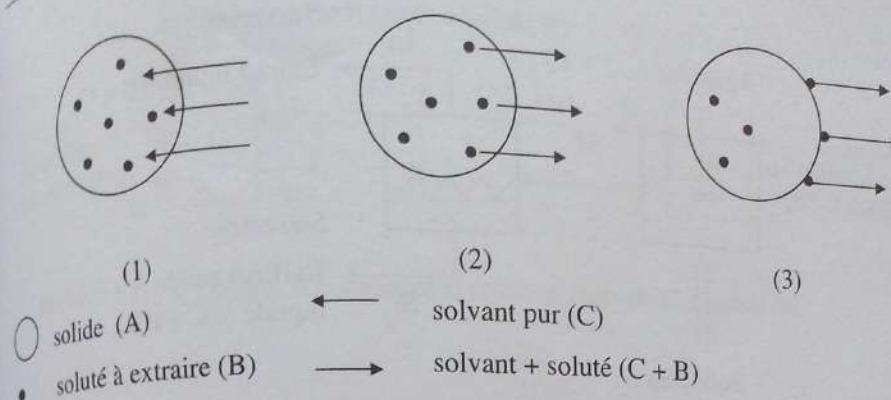


Figure 1 : Mécanisme de transfert du soluté au cours de l'extraction solide-liquide.

3.2. Paramètres agissant sur le transfert de matière

- **La nature du solvant** : Il doit être sélectif, posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée, une faible viscosité et être si possible non toxique, ininflammable et non explosif.
- **La température** : L'élévation de la température augmente généralement, la solubilité du soluté dans le solvant et le coefficient de diffusion du soluté au sein du solvant. Une température trop élevée risque de dégrader les molécules thermosensibles.
- **Degré d'agitation** : maintien le solide en suspension, homogénéise le liquide et favorise les échanges de chaleur et de matière à la surface du solide.
- **Concentration résiduaire du soluté** : la vitesse d'extraction dépend du taux de saturation du solvant. Dans le cas où le soluté est un liquide dans un solide poreux, la dissolution propre du liquide est rapide et la vitesse de transfert dépend surtout de la vitesse de diffusion dans le film liquide à la surface du solide. Néanmoins dans le cas des cellules végétales, à parois très imperméables, c'est la diffusion interne (dialyse) qui est très lente et qui règle la vitesse de transfert car la vitesse de dissolution du soluté dans le solvant n'a qu'un effet négligeable. Ceci revient à dire qu'une agitation vigoureuse des particules dans le solvant a peu d'influence sur un phénomène de dialyse.
- **Humidité** : ce facteur est important dans le cas des solvants hydrophobes car la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide.

3.3. Notion d'étage de transfert : bac mélangeur – décanteur

La totalité du processus peut être décomposé expérimentalement par un bac mélangeur décanteur qui assure le contact entre le solvant liquide et le solide puis la séparation mécanique des deux phases (figure 2).

(1) (2) (3).....

Figure 1: Mécanisme de transfert du soluté au cours de l'extraction solide-liquide.

3.2. Paramètres agissant sur le transfert de matière

- . La nature du solvant: Il doit être sélectif, posséder une grande capacité de dissolution, une température d'ébullition peu élevée, une faible viscosité et être si possible non toxique, ininflammable et non explosif.
- . La température: L'élévation de la température augmente généralement, la solubilité du soluté dans le solvant et le coefficient de diffusion du soluté au sein du solvant. Une température trop élevée risque de dégrader les molécules thermosensibles.
- . Degré d'agitation: maintien le solide en suspension, homogénéise le liquide et favorise les échanges de chaleur et de matière à la surface du solide.
- . Concentration résiduaire du soluté : la vitesse d'extraction dépend du taux de saturation du solvant. Dans le cas où le soluté est un liquide dans un solide poreux, la dissolution propre du liquide est rapide et la vitesse de transfert dépend surtout de la vitesse de diffusion dans le film liquide à la surface du solide. Néanmoins dans le cas des cellules végétales, à parois très imperméables, c'est la diffusion interne (dialyse) qui est très lente et qui règle la vitesse de transfert car la vitesse de dissolution du soluté dans le solvant n'a qu'un effet négligeable. Ceci revient à dire qu'une agitation vigoureuse des particules dans le solvant a peu d'influence sur un phénomène de dialyse.
- . Humidité: ce facteur est important dans le cas des solvants hydrophobes car la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide.

3.3. Notion d'étage de transfert : bac mélangeur - décanteur

La totalité du processus peut être décomposée expérimentalement par un bac mélangeur décanteur qui assure le contact entre le solvant liquide et le solide puis la séparation mécanique des deux phases (figure 2).

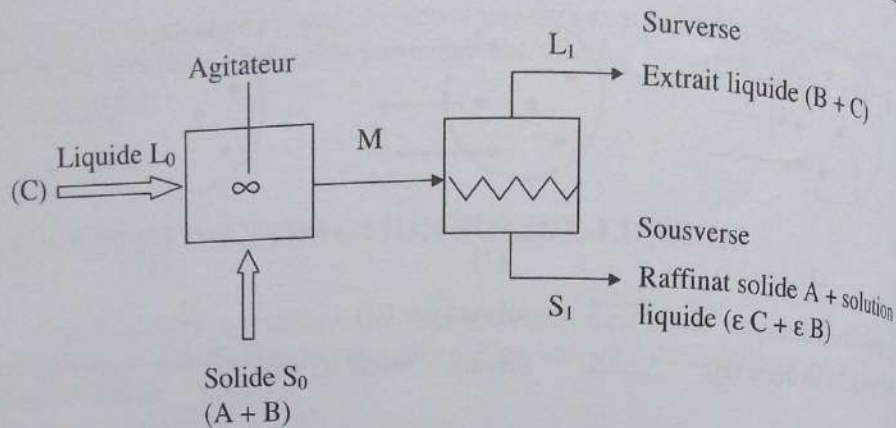


Figure 2 : Bac mélangeur décanteur.

La conception de l'étage idéal est celui d'une extraction pour laquelle la solution séparée du solide (extrait liquide) est en équilibre avec la solution qui se trouve au contact du solide (raffinat solide). Cela revient à considérer que ces 2 liquides ont une même composition $\Rightarrow$ composition de la solution liquide $(B + C) =$ composition de la solution liquide $(\epsilon C + \epsilon B)$.

Cette description de la figure 2 représente ce qui est réalisé dans un réacteur discontinu (extraction dans une ampoule à décanter dans le laboratoire). L'ensemble constitue l'étage unitaire symbolisé par le schéma simplifié suivant :

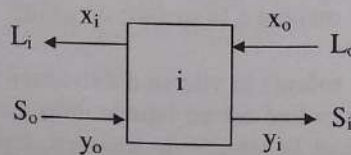


Figure 3 : Représentation d'un étage théorique ou idéal.

Les phases S_0 et L_i puis S_i et L_0 se croisent. Les phases L_i et S_i sont à l'équilibre. Les titres x pour le liquide et y pour le solide correspondent généralement à une valeur (concentration, fraction molaire ou massique...) rapportée à celle du soluté. En régime permanent le bilan sur le soluté peut s'écrire : $L_i \cdot x_i + S_i \cdot y_i = L_0 \cdot x_0 + S_0 \cdot y_0$

Dans l'industrie les extractions se font très souvent selon des opérations continues en raison du grand tonnage de matière à traiter et par des méthodes à contre-courant. Elles sont caractérisées par un cheminement ininterrompu du solide et du solvant. Il existe de nombreux types d'appareils permettant ces opérations : les extracteurs à lit mobile ou fixe et les extracteurs à immersion. Le schéma du procédé est alors représenté par une succession de plateaux (figure 4).

Figure 2: Bac mélangeur décanteur.....

La conception de l'étage idéal est celui d'une extraction pour laquelle la solution, séparée du solide (extrait liquide) est en équilibre avec la solution qui se trouve au contact du solide (raffinat solide). Cela revient à considérer que ces 2 liquides ont une même composition $\Rightarrow$ composition de la solution liquide $(B + C) = \text{composition de la solution liquide } (\varepsilon C + \varepsilon B)$.

Cette description de la figure 2 représente ce qui est réalisé dans un réacteur discontinu (extraction dans une ampoule à décanter dans le laboratoire). L'ensemble constitue l'étage unitaire symbolisé par le schéma simplifié suivant:

Figure 3: Représentation d'un étage théorique ou idéal.....

Les phases S, et L; puis S; et Lo se croisent. Les phases L; et S; sont à l'équilibre. Les titres x pour le liquide et y pour le solide correspondent généralement à une valeur (concentration, fraction molaire ou massique...) rapportée à celle du soluté. En régime permanent le bilan sur la soluté peut s'écrire : $L_j.X_j + S_i.Y_i = L_o.X_o + S_o.Y_o$

Dans l'industrie les extractions se font très souvent selon des opérations continues en raison du grand tonnage de matière à traiter et par des méthodes à contre-courant. Elles sont caractérisées par un cheminement ininterrompu du solide et du solvant. Il existe de nombreux types d'appareils permettant ces opérations: les extracteurs à lit mobile ou fixe et les extracteurs à immersion. Le schéma du procédé est alors représenté par succession de plateaux (figure 4).

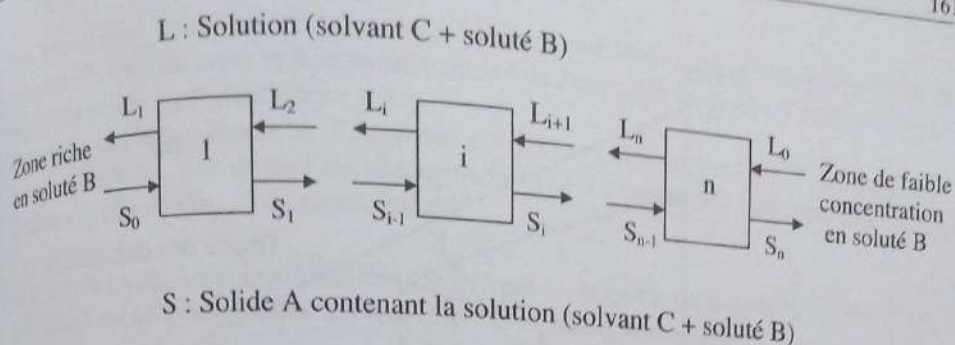


Figure 4 : Représentation d'une extraction liquide-solide continue.

4- REPRESENTATION DES EQUILIBRES DANS L'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

4.1. Le diagramme triangulaire et le diagramme de distribution

Dans le cas de l'extraction solide-liquide on privilégie l'analyse du transfert du soluté B et on adopte la représentation du triangle rectangle d'un emploi plus commode et plus général (figure 5).

D'une manière générale le constituant solide inerte A peut être soluble dans le solvant C. A partir des droites de conjugaison du diagramme ternaire sur la courbe binodale, il est possible de représenter le diagramme de distribution $y = f(x)$ caractérisant les phases à l'équilibre.

On retrouve alors les représentations adoptées en extraction liquide-liquide avec pour un solvant C, un solide A et un soluté B, une courbe d'équilibre et des droites de conjugaison qui caractérisent l'équilibre entre la phase solide et la phase liquide. Puisque l'on considère que le solide A est soluble dans le solvant, on obtient une courbe d'équilibre qui n'est pas sur la bissectrice du diagramme $y = f(x)$ et les droites de conjugaisons ne sont pas verticales.

La partie A'P de la courbe binodale représente la phase solide (y), la partie C'P représente la phase liquide (x). A partir d'un mélange M on obtient à l'équilibre deux phases à l'équilibre de composition $x = \frac{B}{A+B+C}$ et $y = \frac{B}{A+B+C}$ traduisant respectivement les fractions massiques de B dans le liquide et B dans le solide.

L: Solution (solvant C + soluté B)...

S: Solide A contenant la solution (solvant C + soluté B)....

Figure 4: Représentation d'une extraction liquide-solide continue.

4- REPRÉSENTATION DES ÉQUILIBRES DANS L'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

4.1. Le diagramme triangulaire et le diagramme de distribution

Dans le cas de l'extraction solide-liquide, on privilégie l'analyse du transfert du soluté B et on adopte la représentation du triangle rectangle d'un emploi plus commode et plus général (figure 5).

D'une manière générale le constituant solide inerte A peut être soluble dans le solvant C. A partir des droites de conjugaison du diagramme ternaire sur la courbe binodale, il est possible de représenter le diagramme de distribution $y = f(x)$ caractérisant les phases à l'équilibre.

On retrouve alors les représentations adoptées en extraction liquide-liquide avec pour un solvant C, un solide A et un soluté B, une courbe d'équilibre et des droites de conjugaison qui caractérisent l'équilibre entre la phase solide et la phase liquide. Puisque l'on considère que le solide A est soluble dans le solvant, on obtient une courbe d'équilibre qui n'est pas sur la bissectrice du diagramme $y = f(x)$ et les droites de conjugaisons ne sont pas verticales.

La partie A'P de la courbe binodale représente la phase solide (y), la partie C'P représente la phase liquide (x). A partir d'un mélange M on obtient à l'équilibre deux phases à l'équilibre de composition $x = \dots$ traduisant respectivement les fractions massiques de B dans le liquide et B dans le solide.

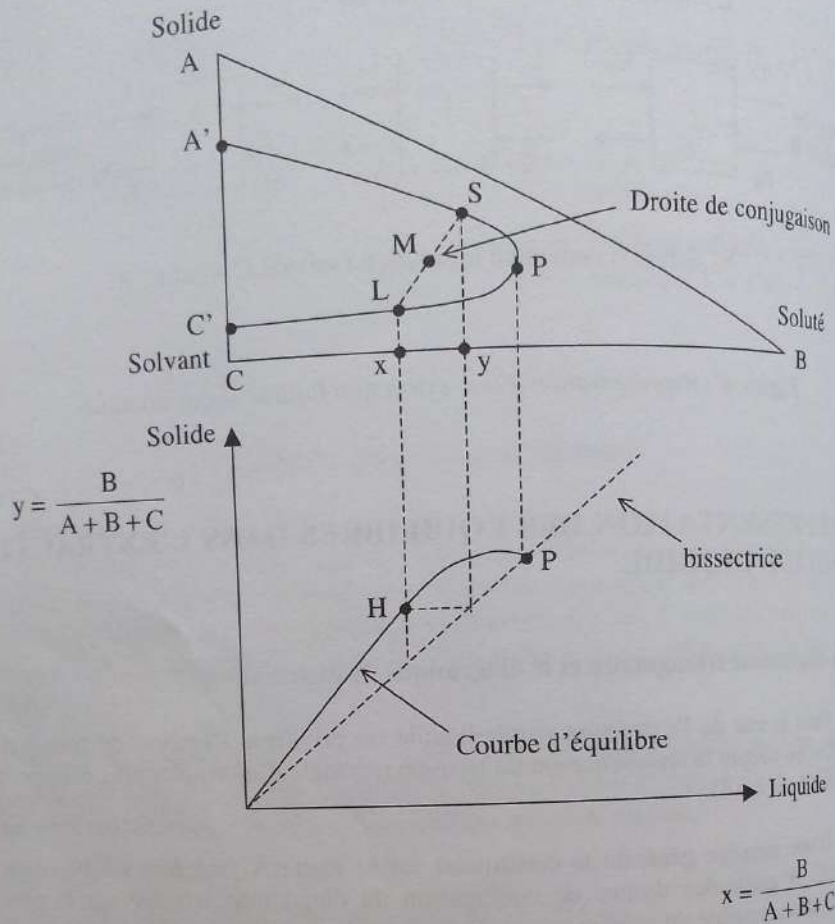


Figure 5 : Représentation des équilibres : la droite de conjugaison LK correspondant au point H.
 x, y : fractions massiques du soluté des phases liquide et solide

4.2. Diagramme ternaire modifié

Les mécanismes d'extraction mettent en jeu de nombreux processus élémentaires : adsorption, absorption, diffusion, solubilité partielle ou totale... Pour simplifier l'étude dans le cas de l'extraction solide-liquide on peut admettre quelques hypothèses simplificatrices.

4.2.1. Hypothèses simplificatrices

- Le soluté B à extraire est soluble en toute proportion dans le solvant C.
- Il n'y a pas d'adsorption sélective de la solution B + C sur le solide inerte A.
- Le temps de contact et l'agitation sont importants.

Figure 5: Représentation des équilibres : la droite de conjugaison LK correspondant point H.
 x, y : fractions massiques du soluté des phases liquide et solide

4.2. Diagramme ternaire modifié

Les mécanismes d'extraction mettent en jeu de nombreux processus élémentaires adsorption, absorption, diffusion, solubilité partielle ou totale... Pour simplifier l'étude dans le cas de l'extraction solide-liquide on peut admettre quelques hypothèses simplificatrices.

4.2.1. Hypothèses simplificatrices

- Le soluté B à extraire est soluble en toute proportion dans le solvant C.
- Il n'y a pas d'adsorption sélective de la solution B + C sur le solide inerte A.
- Le contact et l'agitation sont importants.

Ces hypothèses traduisent des situations idéales pour lesquelles la concentration de la solution (B + C) au cœur et à la surface du solide A sont identiques : $x_i = y_i$. Dans ces conditions la courbe d'équilibre $y = f(x)$ se confond avec la 1^{ère} bissectrice ce qui se traduit par des droites de conjugaison (SL) verticales. La représentation sur la courbe $y = f(x)$ n'offre alors aucun intérêt.

- Si le solide inerte A est insoluble dans le solvant C, la partie liquide de la courbe C'P de la figure 5 est alors confondue avec le côté CB du triangle rectangle.

4.2.2. Représentation de la courbe d'équilibre des compositions des surverses et des sousverses (figure 6)

Lorsque l'ensemble des conditions simplificatrices sont réunies le diagramme ternaire (A + B + C) est représenté en portant

$$z = \frac{A}{B+C} \text{ en fonction de } x = \frac{B_L}{B_L + C_L} \text{ et de } y = \frac{B_S}{B_S + C_S}$$

avec A : masse du solide A inerte [kg] ou [mole]

B : masse du soluté liquide [kg] ou [mole]

C : masse du solvant liquide [kg] ou [mole]

indice S : signifie que le constituant est sur la surface ou dans le solide (sousverse)

indice L : signifie que le constituant est au cœur de la phase liquide (surverse)

Ces masses peuvent être converties en débits dans le cas des procédés en continu [kg/h] ou [mole/h]

x : rapport massique ou molaire du soluté B_L et de la solution liquide (solvant C_L + soluté B_L) de la surverse avec $0 < x < 1$

y : rapport massique ou molaire du soluté B_S et de la solution liquide (solvant C_S + soluté B_S) dans la sousverse avec $0 < y < 1$

z : rapport massique ou molaire du solide A et de la solution liquide (solvant C + soluté B) dans la sousverse ou dans la surverse avec $0 < z < \infty$

Puisque sur la figure 6 la courbe de sousverse n'est pas horizontale, cela signifie que la solution (B + C) au cœur du solide A est adhérente à la surface et z varie avec la composition y de la phase liquide. Lorsque la masse de solution ($B_S + C_S$) retenue par le solide est indépendante de la composition, la courbe des compositions des sousverses est alors une horizontale.

Pour la composition de la solution d'une sousverse S_n donnée, on trouve la valeur de y_{S_n} sur l'axe des abscisses. Celle de la surverse L est x_L . La courbe L'L (figure 6) indique que le solide est soluble dans le solvant C de sorte que $z_L \neq 0$.

Ces hypothèses traduisent des situations idéales pour lesquelles la concentration de la solution (B+C) au cœur et à la surface du solide A et celle de la phase liquide (B + C) autour du solide sont identiques : $X_i = Y_i$.

Dans ces conditions la courbe d'équilibre $y = f(x)$ se confond avec la 1^{ère} bissectrice ce qui se traduit par des droites de conjugaison (SL) verticales. La représentation sur la courbe $y = f(x)$ n'offre alors aucun intérêt.

. Si le solide inerte A est insoluble dans le solvant C, la partie liquide de la courbe C'P de la figure 5 est alors confondue avec le côté CB du triangle rectangle.

4.2.2. Représentation de la courbe d'équilibre des compositions des surverses et des sous verses (figure 6)

Lorsque l'ensemble des conditions simplificatrices sont réunies le diagramme ternaire (A+B+C) est représenté en portant.....

avec

A: masse du solide A inerte [kg] ou [mole]

B: masse du soluté liquide [kg] ou [mole]

C: masse du solvant liquide [kg] ou [mole]

indice S: signifie que le constituant est sur la surface ou dans le solide (sousverse)

indice L : signifie que le constituant est au cœur de la phase liquide (surverse)

Ces masses peuvent être converties en débits dans le cas des procédés en continu [kg/h] ou [mole/h]

x: rapport massique ou molaire du soluté BL et de la solution liquide (solvant C1 + soluté B) de la surverse avec $0 < x < 1$

y: rapport massique ou molaire du soluté Bs et de la solution liquide (solvant Cs + soluté Bs) dans la sousverse avec $0 < y < 1$

z: rapport massique ou molaire du solide A et de la solution liquide (solvant C+ soluté B) dans la sousverse ou dans la surverse avec $0 < z < \infty$

Puisque la figure 6 la courbe de sousverse n'est pas horizontale, cela signifie que la solution (B+ C) au cœur du solide A est adhérente à la surface et z varie avec la composition y de la phase liquide. Lorsque la masse de solution (Bs+Cs) retenue par le solide est indépendante de la composition, la courbe des compositions des surverses est alors une horizontale.

Pour la composition de la solution d'une sousverse S, donnée, on trouve la valeur sur l'axe des abscisses. Celle de la surverse L est XL. La courbe L'L (figure 6)

indique que le solide est soluble dans le solvant C de sorte que $Z_L \neq 0$.

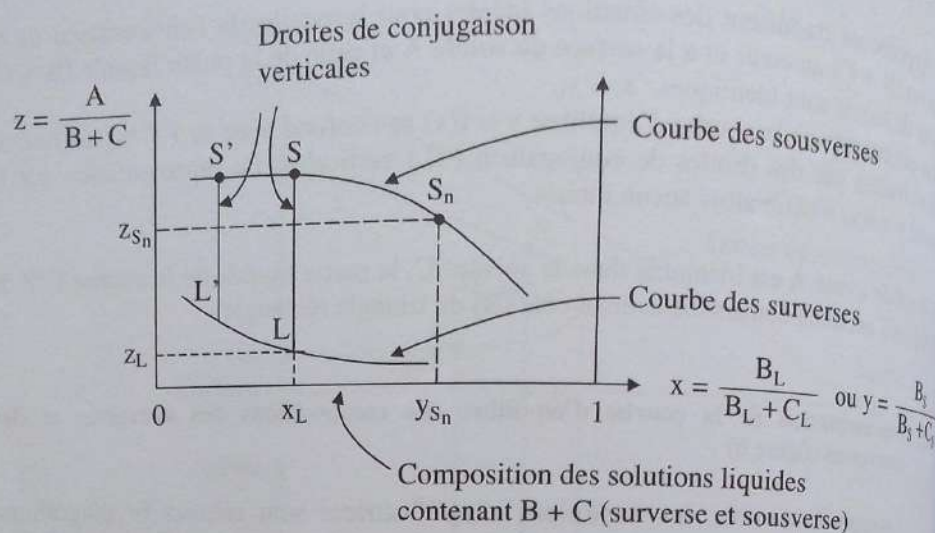


Figure 6 : Diagramme ternaire solide A – solvant C – soluté B avec les droites de conjugaison verticales.

4.2.3. Diagramme de Janecke

Il consiste à porter sur des axes rectangulaires les valeurs $y = f(x)$ avec :

$$y = \frac{C_s}{C_s + A} \quad \text{et} \quad x = \frac{B_L}{C_L + A}$$

A : masse du solide
B : masse de soluté
C : masse de solvant

La particularité très intéressante de cette représentation est que l'addition d'un solvant (C) pur à un mélange déplace le point figuratif du ternaire sur une ligne parallèle aux ordonnées dans le sens croissant tandis que l'élimination du solvant produit le cheminement inverse.

5 – CAS DE L'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE CONTINUE

5.1. Extraction à étage unique

L'analyse du processus de séparation des phases dans le bac mélangeur décanneur revient à considérer d'une façon générale que sur un plateau donné un mélange de décanneur massique M conduit à deux courants, la surverse L et la sousverse S (fig. 7).

En régime permanent le bilan matière global s'écrit :

$$M = L + S \quad (1)$$

Droites de conjugaison....

Courbe des surverses.....

Composition des solutions liquides contenant B + C (surverse et sousverse)...

Figure 6: Diagramme ternaire solide A - solvant C - soluté B avec les droites de conjugaison

4.2.3. Diagramme de Janecke

Il consiste à porter sur des axes rectangulaires les valeurs $y = f(x)$ avec :.....

A: masse du solide

B: masse de soluté

C: masse de solvant

La particularité très intéressante de cette représentation est que l'addition d'un solvant (C) pur à un mélange déplace le point figuratif du ternaire sur une ligne parallèle aux ordonnées dans le sens croissant tandis que l'élimination du solvant produit le cheminement inverse.

5-CAS DE L'EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE CONTINUE

5.1. Extraction à étage unique

L'analyse du processus de séparation des phases dans le bac mélangeur décanteur revient à considérer d'une façon générale que sur un plateau donné un mélange de débit massique M conduit à deux courants, la surverse L et la sousverse S (fig. 7).

En régime permanent le bilan matière global s'écrit:.....(1)

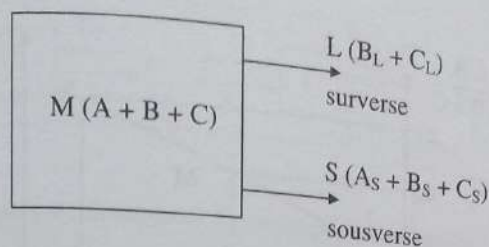


Figure 7 : Extraction à l'étage unique.

Soit les compositions définies précédemment sur la figure 6 avec :

$$\begin{aligned} x_L &= \frac{B_L}{B_L + C_L} & y_S &= \frac{B_S}{B_S + C_S} & \text{et} & x_M &= \frac{B}{B + C} \\ z_L &= \frac{A_L}{B_L + C_L} & z_S &= \frac{A_S}{B_S + C_S} & \text{et} & z_M &= \frac{A}{B + C} \end{aligned}$$

indice L : la composition considérée est celle de la phase liquide dans la surverse

indice S : la composition considérée est celle à la surface du solide dans la sousverse

indice M : la composition considérée est celle du mélange

Le bilan matière pour la surverse :

$$M \cdot x_M = L \cdot x_L + S \cdot y_S \quad (2)$$

Le bilan matière pour la sousverse conduit à :

$$M \cdot z_M = L \cdot z_L + S \cdot z_S \quad (3)$$

Les relations (1) et (2) conduisent à

$$\frac{L}{S} = \frac{x_M - y_S}{x_L - x_M} \quad (4)$$

Les relations (1) et (3) conduisent à

$$\frac{L}{S} = \frac{z_M - z_S}{z_L - z_M} \quad (5)$$

L'égalité des équations (4) et (5) signifie que les points $M(x_M, y_M)$, $L(x_L, y_L)$ et $S(x_S, y_S)$ sont alignés sur la figure 8

avec

$$\frac{x_M - y_S}{x_L - x_M} = \frac{z_M - z_S}{z_L - z_M} \quad (6)$$

Figure 7: Extraction à l'étage unique.

Soit les compositions définies précédemment sur la figure 6 avec :....

indice L: la composition considérée est celle de la phase liquide dans la surverse

indice S: la composition considérée est celle à la surface du solide dans la sousverse

indice M: la composition considérée est celle du mélange

Le bilan matière pour la surverse:.....(2)

Le bilan matière pour la sousverse conduit à :.....(3)

Les relations (1) et (2) conduisent à.....(4)

Les relations (1) et (3) conduisent à.....(5)

L'égalité des équations (4) et (5) signifie que les points M(X_M , Y_M), L(X_L , Y_L) et S(x_s , y_s) sont alignés.....(6)

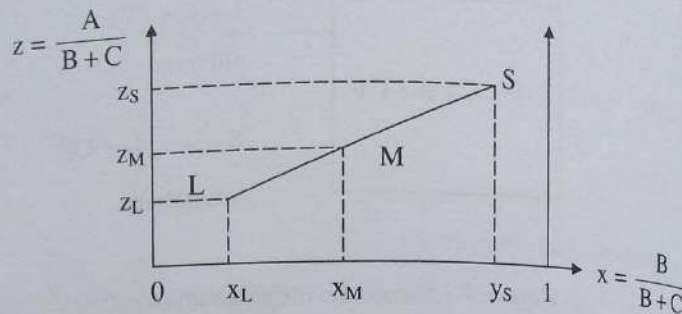


Figure 8 : Points représentatifs des courants S et L issus du mélange M.

Les relations (4) et (5) peuvent également s'écrire :

$$\frac{L}{S} = \frac{\overline{MS}}{\overline{LM}} \quad \text{et} \quad \frac{L}{S} = \frac{\overline{MS}}{\overline{LM}} \quad (7)$$

Cela signifie que la position du point M entre L et S est déterminée par la règle des segments inverses et est accessible par les débits des phases liquides de la surverse L et la sousverse S.

5.2. Cas de l'extraction liquide-solide continue à contre-courant à étages multiples

5.2.1. Introduction

On peut s'inspirer de ce que nous avons déjà exposé dans l'extraction liquide-liquide. Nous allons analyser l'extraction continue à contre-courant à étages multiples dans lesquels il y a mélange du solide et du solvant, extraction et séparation mécanique du solide et de la solution.

Nous allons considérer que l'on se trouve dans les conditions d'équilibre de sousverse variable. Nous avons vu que dans ce cas la courbe de sousverse n'est pas linéaire et que si on a $x_i = y_i$ les droites de conjugaison sont verticales.

Les courants de surverse L et de sousverse S sont indicés avec celui du plateau où la phase est issue.

Nous nous plaçons dans la situation d'un régime permanent. Pour une extraction solide-liquide à n plateaux nous avons le schéma de la figure 9.

5.2.2. Relation entre les phases à l'équilibre

Selon le schéma de la figure 9, les phases L et S de même indice quittent le même plateau ; elles sont à l'équilibre.

Figure 8: Points représentatifs des courants S et L issus du mélange M.

Les relations (4) et (5) peuvent également s'écrire :.....(7)

Cela signifie que la position du point M entre L et S est déterminée par la règle de segments inverses et est accessible par les débits des phases liquides de la surverse L et de la sousverse S.

5.2. Cas de l'extraction liquide-solide continue à contre-courant à étages multiples

5.2.1. Introduction

On peut s'inspirer de ce que nous avons déjà exposé dans l'extraction liquide. Nous allons analyser l'extraction continue à contre-courant à étages multiples dans lesquels il y a mélange du solide et du solvant, extraction et séparation mécanique solide et de la solution.

Nous allons considérer que l'on se trouve dans des conditions d'équilibre à sousverse variable. Nous avons vu que dans ce cas la courbe de sousverse n'est pas linéaire et que si on a $x_1 = y$; les droites de conjugaison sont verticales.

Les courants de surverse L et de sousverse S sont indicés avec celui du plateau dont la phase est issue.

Nous nous plaçons dans la situation d'un régime permanent. Pour une extraction solide-liquide à n plateaux nous avons le schéma de la figure 9.

5.2.2. Relation entre les phases à l'équilibre

Selon le schéma de la figure 9, les phases L et S de même indice quittent le plateau; elles sont à l'équilibre.

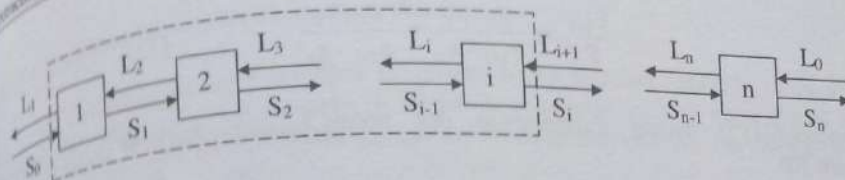


Figure 9 : Schéma de l'extraction solide-liquide.

Les hypothèses retenues pour la notion d'équilibre revient à dire que le liquide de la sousverse à l'intérieur et à la surface du solide S_i a la même composition que le liquide L_i de la surverse, soit $y_i = x_i$, soit encore les droites de conjugaison sont verticales.

5.2.3. Relation entre les phases qui se croisent

A l'aide de la figure 9 nous pouvons effectuer les bilans massiques entre le plateau quelconque de la colonne et une extrémité de la colonne.

Bilan global :
$$L_1 + S_i = L_{i+1} + S_0 \quad (8)$$

La relation (8) peut être exprimée différemment, soit :

$$L_1 - S_0 = L_{i+1} - S_i = P \quad (9)$$

P représente le débit massique net en chaque point de la colonne.

Soit :
$$x = \frac{B_L}{B_L + C_L} \quad y = \frac{B_S}{B_S + C_S} \quad z = \frac{A}{B + C}$$

Les bilans massiques sur les fractions y et z sont effectués à partir des données de la figure 10 pour laquelle nous nous sommes placés dans un cas général puisque la courbe de surverse n'est pas confondue avec l'axe des x .

Le bilan massique sur la fraction x et y s'écrit à partir de (9) :

$$L_{i+1} \cdot x_{i+1} - S_i \cdot y_i = P \cdot x_p = (L_{i+1} - S_i) \cdot x_p \quad (10)$$

$P \cdot x_p$ est le flux net de B dans la colonne

Le bilan massique sur la fraction A s'écrit à partir de (9) :

$$L_{i+1} \cdot z_{i+1} - S_i \cdot z_i = P \cdot z_p = (L_{i+1} - S_i) \cdot z_p \quad (11)$$

$P \cdot z_p$ est le flux net de A dans la colonne

Les relations (10) et (11) conduisent à :

Figure 9: Schéma de l'extraction solide-liquide.

Les hypothèses retenues pour la notion d'équilibre revient à dire que le liquide de la sousverse à l'intérieur et à la surface du solide S; a la même composition que le liquide L de la surverse, soit $y_1 = x_i$, soit encore les droites de conjugaison sont verticales.

5.2.3. Relation entre les phases qui se croisent

A l'aide de la figure 9 nous pouvons effectuer les bilans massiques entre le plateau quelconque de la colonne et une extrémité de la colonne.

Bilan global :.....(8)

La relation (8) peut être exprimée différemment, soit :....(9)

P représente le débit massique net en chaque point de la colonne.....

Soit:

Les bilans massiques sur les fractions y et z sont effectués à partir des données de figure 10 pour lesquelles nous nous sommes placés dans un cas général puisque la courbe de surverse n'est pas confondue avec l'axe des X.

Le bilan massique sur la fraction x et y s'écrit à partir de (9):.....(10)

PXp est le flux net de B dans la colonne

Le bilan massique sur la fraction A s'écrit à partir de (9):.....(11)

Pyp est le flux net de A dans la colonne

Les relations (10) et (11) conduisent à :.....

$$\frac{L_{i+1}}{S_i} = \frac{y_i - x_p}{x_{i+1} - x_p} = \frac{z_i - z_p}{z_{i+1} - z_p} \quad (12)$$

La relation (12) traduit l'alignement des points L_{i+1} (x_{i+1}, z_{i+1}), S_i (y_i, z_i) et $P(x_p, z_p)$ (figure 10).

Le point P n'a pas de signification physique sur le diagramme mais constitue un pôle de construction. Cette relation entre les phases qui se croisent L_{i+1} et S_i est en particulier applicable aux 2 extrémités de la colonne.

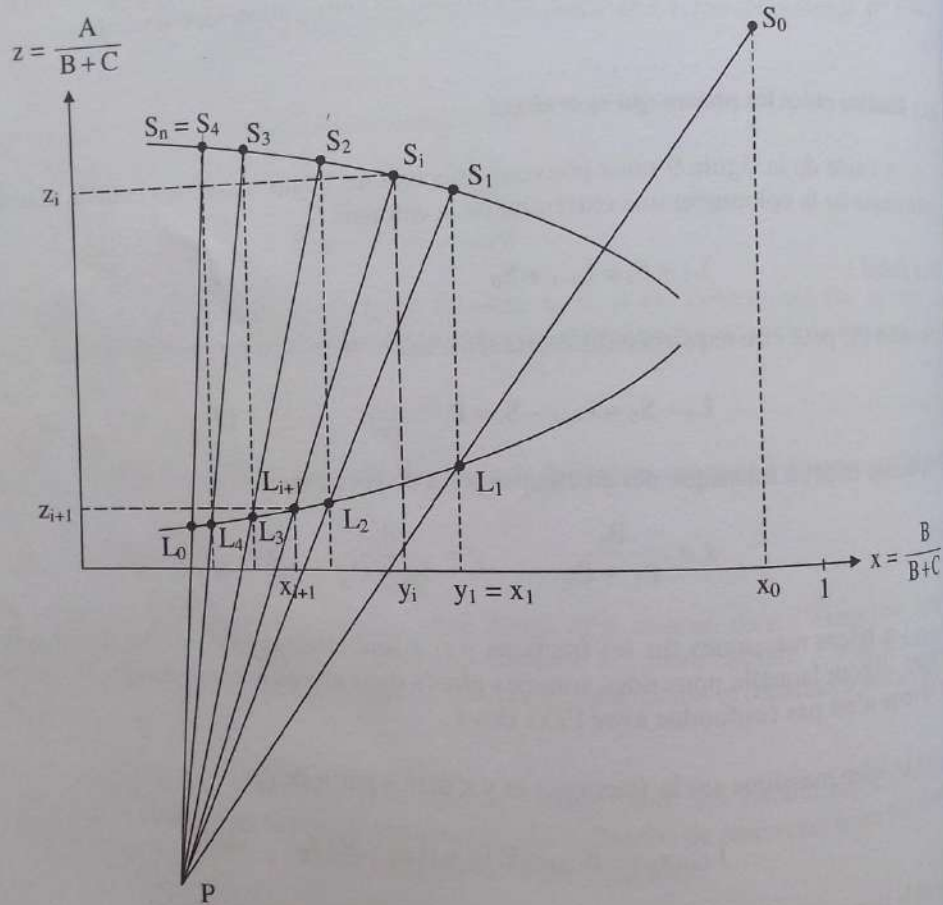


Figure 10 : Bilan sur les phases qui se croisent S_i et L_{i+1} .

La connaissance des titres de ces phases permet de positionner le point P en traçant les droites L_1S_0 et L_0S_n . En effet les phases L_1 et S_0 se croisent à une extrémité et les phases L_0 et S_n à l'autre extrémité.

.....(12)

La relation (12) traduit l'alignement des points L_{i+1} (X_{i+1}, Z_{i+1}), S_i (y_i, z_i) et $P(x)$ (figure 10).

Le point P n'a pas de signification physique sur le diagramme mais constitue un pôle de construction. Cette relation entre les phases qui se croisent L_{i+1} et S_i est en particulier applicable aux 2 extrémités de la colonne.

Figure 10: Bilan sur les phases qui se croisent S_i et L_{i+1} .

La connaissance des titres de ces phases permet de positionner le point P en traçant les droites L_1S_o et L_oS_n . En effet les phases L_i et S_o se croisent à une extrémité et les phases L_o et S_n à l'autre extrémité.

5.2.4. Détermination du nombre de plateaux théoriques

A partir du point L_1 , l'équilibre de phases L_1 et S_1 nous donne le point S_1 en traçant la verticale en L_1 . La surverse S_1 croise la sousverse L_1 , ces deux points sont alignés avec P . Le tracé de S_1P donne L_2 qui est en équilibre avec S_2 . On obtient S_2 en traçant la verticale en L_2 ... etc...

On compte le nombre de droites de conjugaison (les verticales) qui donne le nombre d'équilibre donc le nombre de plateaux. On obtient pour notre construction (figure 10) 4 plateaux.

5.2.5. Relations pour calculer les débits des phases entrante et sortante

Soit le point Q (figure 11) l'intersection des segments S_0L_0 et S_nL_1 . La règle des segments inverses nous permet d'écrire que le rapport des bilans massiques est accessible avec le rapport de la longueur de deux segments, soit :

$$\frac{\overline{S_0Q}}{\overline{QL_0}} = \frac{L_0}{S_0} \quad \text{et} \quad \frac{\overline{S_nQ}}{\overline{QL_1}} = \frac{L_1}{S_n}$$

Ainsi la mesure de la longueur des segments permet d'accéder au rapport des débits entrants puis des débits sortants qui doivent être égaux en régime permanent. Il est également possible de vérifier si les débits de la surverse et la sousverse sont constants tout au long de la colonne.

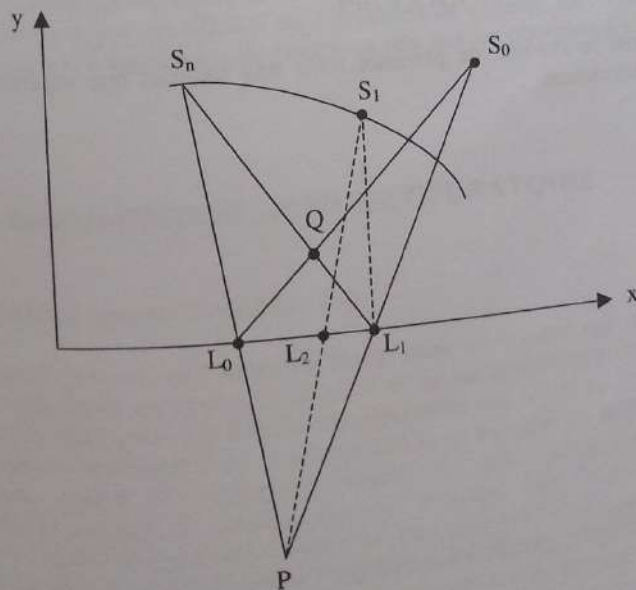


Figure 11 : Calcul des débits L et S .

5.2.4. Détermination du nombre de plateaux théoriques

A partir du point L1, l'équilibre de phases Li et Si nous donne le point S1 en avant la verticale en L. La surverse Si croise la sousverse L1, ces deux points sont alignés avec P. Le tracé de SIP donne L2 qui est en équilibre avec S2. On obtient S2 en avant la verticale en L2... etc...

On compte le nombre de droites de conjugaison (les verticales) qui donne le nombre d'équilibre donc le nombre de plateaux. On obtient pour notre construction (figure10) 4 plateaux.

5.2.5. Relations pour calculer les débits des phases entrante et sortante

Soit le point Q (figure 11) l'intersection des segments SoLo et SL1. La règle des segments inverses nous permet d'écrire que le rapport des bilans massiques est accessible avec le rapport de la longueur de deux segments, soit :.....

Ainsi la mesure de la longueur des segments permet d'accéder au rapport des débits entrants puis des débits sortants qui doivent être égaux en régime permanent. Il est également possible de vérifier si les débits de la surverse et la sousverse sont constants tout au long de la colonne.

Figure 11: Calcul des débits L et S.

5.3. Efficacité des étages

La détermination graphique du nombre d'étages théoriques se rapporte à des conditions idéales pour lesquelles il y a équilibre entre la solution séparée du solide et celle qui se trouve en contact du solide. Cet équilibre conduit à $x_i = y_i$. Cet équilibre théorique est très long à atteindre de sorte que dans la pratique il n'est jamais obtenu. Il en résulte que pour le nombre de plateaux théoriques calculés on extrait une quantité de soluté toujours inférieure à celle prévue. L'efficacité ou rendement est la traduction de cet écart entre les conditions idéales et les conditions réelles. L'efficacité Murphree détaillée dans le chapitre sur la distillation est également utilisée en extraction.

Elle s'exprime par la formule :

$$\eta = \frac{x_0 - x}{x_0 - x^*} = 1 - \frac{x - x^*}{x_0 - x^*}$$

x_0 : titre du soluté à l'origine dans le solide (pas d'extraction)

x : titre moyen du soluté dans le solide après l'extraction

x^* : titre du soluté dans le solide à l'équilibre avec une phase liquide de titre y

On a $0 \% < \eta < 100 \%$ qui représente le rapport de la quantité de soluté extraite au bout du temps considéré et la quantité de soluté que l'on devrait extraire dans les conditions d'équilibre.

On a la relation entre le nombre de plateaux réels NPR et le nombre de plateaux théoriques NPT

$$NPR \times \eta = NPT$$

Ainsi le nombre de plateaux réels doit toujours être supérieur au nombre de plateaux théoriques.

5.3. Efficacité des étages

La détermination graphique du nombre d'étages théoriques se rapporte à des conditions idéales pour lesquelles il y a équilibre entre la solution séparée du solide et celle qui se trouve en contact du solide. Cet équilibre conduit à $x_i = y_i$. Cet équilibre théorique est très long à atteindre de sorte que dans la pratique il n'est jamais obtenu. Il en résulte que pour le nombre de plateaux théoriques calculés on extrait une quantité de soluté toujours inférieure à celle prévue. L'efficacité ou rendement est la traduction de cet écart entre les conditions idéales et les conditions réelles. L'efficacité Murphree détaillée dans le chapitre sur la distillation est également utilisée en extraction.

Elle s'exprime par la formule :.....

x_0 : titre du soluté à l'origine dans le solide (pas d'extraction)

$\bar{x}$: titre moyen du soluté dans le solide après l'extraction

x^* : titre du soluté dans le solide à l'équilibre avec une phase liquide de titre y

On a $0 \% < \eta < 100 \%$ qui représente le rapport de la quantité de soluté extraite au bout du temps considéré et la quantité de soluté que l'on devrait extraire dans les conditions d'équilibre.

On a la relation entre le nombre de plateaux réels NPR et le nombre de plateaux théoriques NPT

$$NPR \times \eta = NPT$$

Ainsi le nombre de plateaux réels doit toujours être supérieur au nombre de plateaux théoriques.