

CHAPITRE IX

EXERCICES AVEC SOLUTIONS DETAILLEES

1 - FONCTIONNEMENT D'UNE COLONNE DE RECTIFICATION AVEC 2 ALIMENTATIONS ET UN SOUTIRAGE INTERMEDIAIRE - COURS AU CHAPITRE III

La séparation d'un mélange binaire benzène-toluène est réalisée au moyen d'une colonne de rectification fonctionnant à la pression atmosphérique avec 2 alimentations F_1 et F_2 et un soutirage S_L ayant pour débits $F_1 = F_2 = S_L = 100 \text{ kmol/h}$ et pour titres $x_{F1} = 0,7$, $x_{F2} = 0,3$, $x_S = 0,5$.

En régime permanent la colonne doit fournir les constituants séparés titrant respectivement $x_D = 0,95$ et $x_B = 0,05$ à des débits identiques $D = B = 50 \text{ kmol/h}$.

1.1. Etude des propriétés du mélange étudié

Le tableau ci-dessous fournit les pressions de vapeur saturantes (mmHg) en fonction de la température ($^{\circ}\text{C}$) des constituants purs benzène (1) et toluène (2).

T ($^{\circ}\text{C}$)	80,1	100	110,6
$P_{\text{sat}}^1 \text{ (mmHg)}$	760	1344	1770
$P_{\text{sat}}^2 \text{ (mmHg)}$	291,5	557	760

1.1.1. Quelles sont les températures d'ébullition de ces constituants à la pression atmosphérique ?

- Quel est le constituant le plus volatil ?
- Que peut-on dire sur le comportement thermodynamique de ces deux constituants au cours du mélange ?

1.1.2. Compléter le tableau joint à la courbe d'équilibre en calculant les titres molaires de la vapeur (y) en équilibre avec le liquide de composition (x). Expliquer comment vous effectuez ce calcul ?

Exercices avec solutions
1.2. Etude de la colonne

1.2.1. A partir des équations opératoires molaires considérées, on ne fera pas les titres de la L'équation

1.2.2. Etablir les (fraction de à l'état v internes d

De la expression f_s avec dans la c

1.2.3. Sachant débit de

- Concl

- Concl

- Concl

- Calcul

1.2.4. - Tracé alim

- Déte sépa

- Con colo

CHAPITRE IX EXERCICES AVEC SOLUTIONS DÉTAILLÉES

1- FONCTIONNEMENT D'UNE COLONNE DE RECTIFICATION

AVEC 2 ALIMENTATIONS ET UN SOUTIRAGE INTERMÉDIAIRE - COURS AU CHAPITRE III

La séparation d'un mélange binaire benzène-toluène est réalisée au moyen d'une colonne de rectification fonctionnant à la pression atmosphérique avec 2 alimentations et F2 et un soutirage SL ayant pour débits $F_1 = F_2 = S_L = 100 \text{ kmol/h}$ et pour titres $x_{p1} = 0,7$, $x_{F2} = 0,3$, $x_s = 0,5$.

En régime permanent la colonne doit fournir les constituants séparés titrant respectivement $x_D = 0,95$ et $x_B = 0,05$ à des débits identiques $D = B = 50 \text{ kmol/h}$.

1.1. Etude des propriétés du mélange étudié

Le tableau ci-dessous fournit les pressions de vapeur saturantes (mmHg) fonction de la température ($^{\circ}\text{C}$) des constituants purs benzène (1) et toluène (2).....

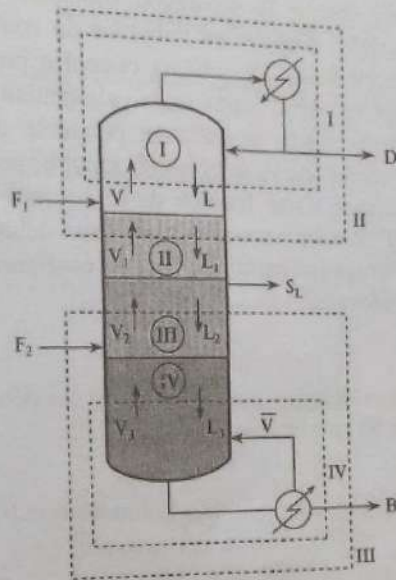
1.1.1. Quelles sont les températures d'ébullition de ces constituants à la pression atmosphérique ?

- Quel est le constituant le plus volatil?
- Que peut-on dire sur le comportement thermodynamique de ces deux constituants au cours du mélange ?

1.1.2. Compléter le tableau joint à la courbe d'équilibre en calculant les titres molaires de la vapeur (y) en équilibre avec le liquide de composition (x). Expliquer comment Vous effectuez ce calcul?

1.2. Etude de la colonne à 2 alimentations et 1 soutirage intermédiaire

1.2.1. A partir du schéma ci-contre établir les équations des 4 droites opératoires en effectuant les bilans molaires dans les 4 domaines considérés. Pour simplifier l'écriture on ne fera pas figurer les indices sur les titres des phases qui se croisent. L'équation $y_n = f(x_{n+1})$ s'écrira $y = f(x)$.



1.2.2. Etablir les expressions de f_1 , f_2 , f_3 (fraction du débit du courant considéré à l'état vapeur) en fonction des débits internes de vapeur dans la colonne.

De la même façon établir les expressions liant $(1 - f_1)$, $(1 - f_2)$ et $(1 - f_3)$ avec les débits internes de liquide dans la colonne.

1.2.3. Sachant que les trois courants F_1 , F_2 et S_1 sont à l'état de liquides bouillants et le débit de vapeur $\bar{V}$ dans le bouilleur est mesuré à 100 kmol/h.

- Conclure sur les valeurs des débits de vapeurs $\bar{V}$, V_1 , V_2 , V_3 en kmol/h.
- Conclure sur les valeurs des débits de liquide L , L_1 , L_2 , L_3 en kmol/h.
- Conclure sur la valeur du taux de reflux R .
- Calculer le débit minimum de la vapeur $V_{\min}$ pour effectuer cette séparation.

1.2.4. - Tracer les 4 droites opératoires et les 3 droites d'état thermiques des 2 alimentations et du soutirage.

- Déterminer le nombre de plateaux théoriques nécessaires pour effectuer cette séparation dans les conditions expérimentales retenues.
- Conclure sur la position optimum des alimentations et du soutirage dans la colonne (numérotation des plateaux croissante du haut vers le bas de la colonne).

1.2. Etude de la colonne à 2 alimentations et 1 soutirage intermédiaire

1.2.1. A partir du schéma ci-contre établir les équations des 4 droites opératoires en effectuant les bilans molaires dans les 4 domaines considérés. Pour simplifier l'écriture, on ne fera pas figurer les indices sur les titres des phases qui se croisent.

L'équation $y_n = f(x_{n+1})$ s'écrira $y = f(x)$.

1.2.2. Établir les expressions de f_1 , f_2 , f_s (fraction du débit du courant considéré à l'état vapeur) en fonction des débits internes de vapeur dans la colonne.

De la même façon établir expressions liant $(1-f_1)$, $(1-f_2)$ et $(1-f)$ avec les débits internes de liquide dans la colonne.

1.2.3. Sachant que les trois courants F_1 , F_2 et S_1 sont à l'état de liquides bouillants et le SL débit de vapeur V dans le bouilleur est mesuré à 100 kmol/h.

- Conclure sur les valeurs des débits de vapeurs V , V_1 , V_2 , V_3 en kmol/h.

- Conclure sur les valeurs des débits de liquide L , L_1 , L_2 , L_3 en kmol/h. -Conclure sur la valeur du taux de reflux R .

-Calculer le débit minimum de la vapeur V_{min} pour effectuer cette séparation.

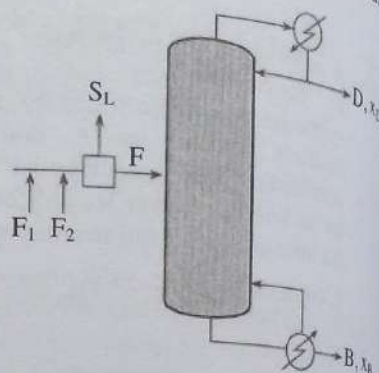
1.2.4. -Tracer les 4 droites opératoires et les 3 droites d'état thermiques des 2 alimentations et du soutirage.

-Déterminer le nombre de plateaux théoriques nécessaires pour effectuer cette séparation dans les conditions expérimentales retenues.

-Conclure sur la position optimum des alimentations et du soutirage dans la colonne (numérotation des plateaux croissante du haut vers le bas de la colonne).

1.3. Etude de la séparation avec 1 alimentation équipée d'un mélangeur et d'un diviseur de courant

Pour obtenir la séparation souhaitée il est possible d'opérer en l'absence du soutirage intermédiaire. Le schéma ci-contre propose d'opérer avec une seule alimentation F obtenue après le mélange préalable des 2 alimentations $F_1 = F_2 = 100 \text{ kmol/h}$, puis, le soutirage d'une fraction de ce courant $S_L = 100 \text{ kmol/h}$ correspondant au débit du soutirage intermédiaire dans la configuration précédente.



Les obligations pour les titres et les débits des distillat et résidu restent les mêmes, $D = B = 50 \text{ kmol/h}$, $x_D = 0,95$, $x_B = 0,05$.

1.3.1. Calculer le titre de l'alimentation F .

1.3.2. Cette nouvelle configuration oblige à augmenter le taux de reflux. On choisit dans ce cas $R' = 2R$ avec R : taux de reflux calculé dans la question II.3.

- Tracer les droites opératoires et la droite d'alimentation.
- Estimer graphiquement le nombre de plateaux théoriques.
- Déterminer la position optimum de l'alimentation F .
- Calculer le débit de vapeur $\bar{V}'$ au bouilleur.
- Calculer le débit de vapeur minimum $V_{\min}$ pour effectuer cette séparation.

1.4. Comparaison des deux configurations

1.4.1. A partir des données ci-dessous calculer les puissances Q_B et Q_B' (en MW) à fournir au bouilleur en régime permanent pour effectuer cette séparation.

1.4.2. Indiquer les avantages et les inconvénients de chaque configuration.

Données :

Enthalpie des corps purs en Btu/lb.mol

Liquide bouillant

Vapeur saturante

Toluène pur

8075

21885

Benzène pur

4900

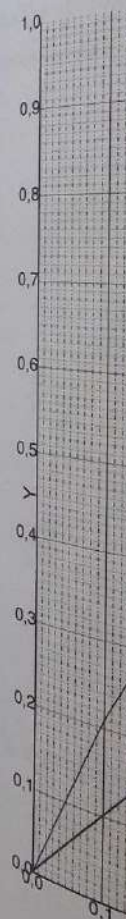
18130

avec 1 Btu = 1,055 KJ

1 lb = 0,4536 kg

Courbe

x	0.1
y	



1.3. Etude de la séparation avec 1 alimentation équipée d'un mélangeur et d'un diviseur de courant

Pour obtenir la séparation souhaitée il est possible d'opérer en l'absence du soutirage intermédiaire. Le schéma ci-contre propose d'opérer avec une seule alimentation F obtenue après le mélange préalable des 2 alimentations $F_1 = F_2 = 100 \text{ kmol/h}$, puis, le F2 soutirage d'une fraction de ce courant SL 100 kmol/h correspondant au débit du soutirage intermédiaire dans la configuration précédente.....

Les obligations pour les titres et les débits des distillat et résidu restent les mêmes. D -

$B = 50 \text{ kmol/h}$, $X_D = 0,95$, $X_B = 0,05$.

1.3.1. Calculer le titre de l'alimentation F.

1.3.2. Cette nouvelle configuration oblige à augmenter le taux de reflux. On choisit dans ce cas $R' = 2R$ avec R : taux de reflux calculé dans la question II.3.

- Tracer les droites opératoires et la droite d'alimentation.
- Estimer graphiquement le nombre de plateaux théoriques.
- Déterminer la position optimum de l'alimentation F.
- Calculer le débit de vapeur V' au bouilleur.
- Calculer le débit de vapeur minimum $V_{\min}$ pour effectuer cette séparation.

1.4. Comparaison des deux configurations

1.4.1. A partir des données ci-dessous calculer les puissances Q_B et Q_B' (en MW) à fournir au bouilleur en régime permanent pour effectuer cette séparation.

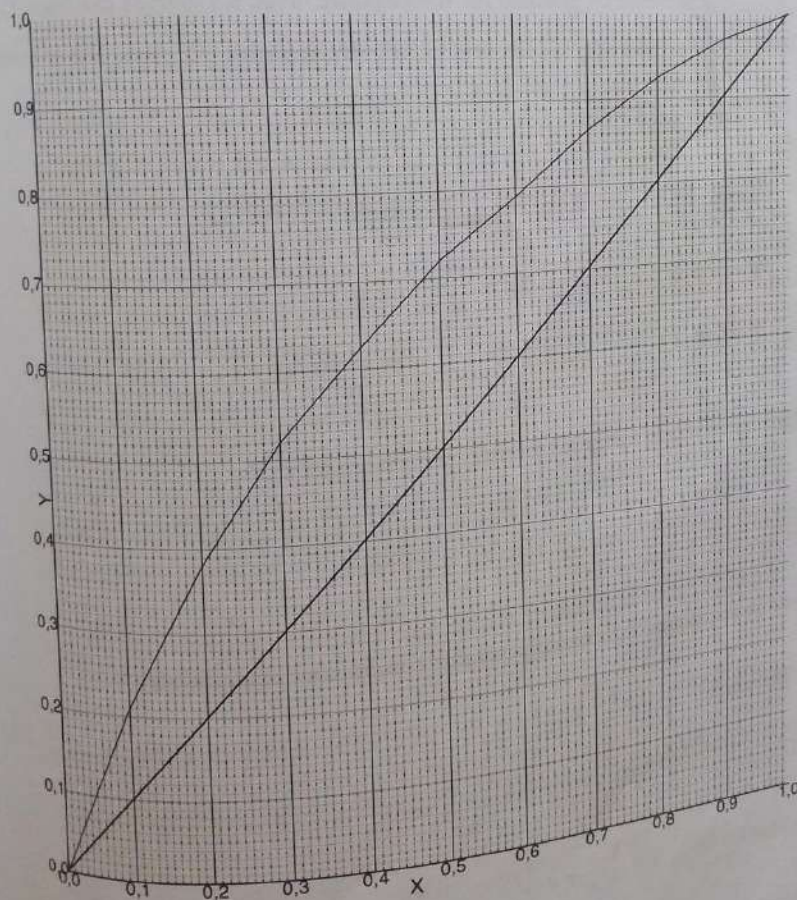
1.4.2. Indiquer les avantages et les inconvénients de chaque configuration.

Données : Enthalpie des corps purs en Btu/lb.mol

Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène

Calcul des titres $y=f(x)$

x	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
y									



Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène

Calcul des titres $y=f(x)$

SOLUTION EXERCICE 1

1.1. Etude des propriétés du mélange étudié

1.1.1. - Benzène : 80,1°C, toluène : 110,6°C

- Constituant le plus volatil : benzène car $P_{\text{sat}} \text{ benzène} > P_{\text{sat}} \text{ toluène}$

- Mélange idéal car composition chimique proche pour les 2 constituants :

$$V_m = h_m = 0, \text{ soit } E_{11} = E_{22} = E_{12}$$

1.2.2. La colonne présente un gradient de température avec les valeurs extrêmes $T_{\text{haut}} = 80,1^\circ\text{C}$ et $T_{\text{bas}} = 110,6^\circ\text{C}$. Le coefficient de volatilité va donc varier selon les

rapports $\alpha = \frac{P_{\text{sat}}^1}{P_{\text{sat}}^2}$ avec :

$$\left. \begin{array}{ll} T = 80,1^\circ\text{C} & \alpha_1 = 2,61 \\ T = 100^\circ\text{C} & \alpha_2 = 2,41 \\ T = 110,6^\circ\text{C} & \alpha_3 = 2,33 \end{array} \right\} \begin{array}{l} \bar{\alpha} = \frac{\sum \alpha}{n} = 2,45 \\ \text{ou} \\ \bar{\alpha} = \sqrt[n]{\alpha_1 \cdot \alpha_2 \cdot \dots \cdot \alpha_n} = 2,45 \end{array}$$

Calcul des vapeurs pour le tableau (voir tableau joint) :

$$y = \frac{\bar{\alpha} \cdot x}{1 + (\bar{\alpha} - 1)x} \quad \text{avec } \bar{\alpha} = 2,45$$

1.2. Etude de la colonne à 2 alimentations et 1 soutirage intermédiaire

1.2.1. Domaine I $y = \frac{L}{V} x + \frac{D}{V} x_D$

Domaine II $y = \frac{L_1}{V_1} x + \frac{D \cdot x_D - F_1 \cdot x_{F1}}{V_1}$

Domaine III $y = \frac{L_2}{V_2} x + \frac{F_2 \cdot x_{F2} - B \cdot x_B}{V_2}$

Domaine IV $y = \frac{L_3}{V_3} x - \frac{B \cdot x_B}{V_3}$

SOLUTION EXERCICE 1

1.1. Etude des propriétés du mélange étudié

1.1.1. - Benzène: 80,1°C, toluène : 110,6°C

- Constituant le plus volatil: benzène car $P_{\text{sat}} \text{ benzène} > P_{\text{sat}} \text{ toluène}$

- Mélange idéal car composition chimique proche pour les 2 constituants: $V_m = h_m = 0$, soit $E_{11} = E_{22} = E_{12}$

1.2.2. La colonne présente un gradient de température avec les valeurs extrêmes $T_{\text{bas}} = 80,1^\circ\text{C}$ et $T_{\text{bas}} = 110,6^\circ\text{C}$. Le coefficient de volatilité va donc varier selon les rapports $\alpha = \dots\dots$

Calcul des vapeurs pour le tableau (voir tableau joint):....

1.2. Etude de la colonne à 2 alimentations et 1 soutirage intermédiaire

1.2.1.

Domaine I

Domaine II

Domaine III

Domaine IV

$$12.2. f_1 = \frac{\bar{V} - V_1}{F_1}$$

$$1 - f_1 = \frac{L_1 - L}{F_1}$$

$$f_S = \frac{V_2 - V_1}{S_L}$$

$$1 - f_S = \frac{L_1 - L_2}{S_L}$$

$$f_2 = \frac{V_2 - V_3}{F_2}$$

$$1 - f_2 = \frac{L_3 - L_2}{F_2}$$

ts :

$$12.3. * F_1 = F_2 = S_L = \text{liquides bouillants} \rightarrow f_1 = f_S = f_2 = 0$$

$$\Rightarrow \bar{V} = V_1 = V_2 = V_3 = 100 \text{ kmol/h}$$

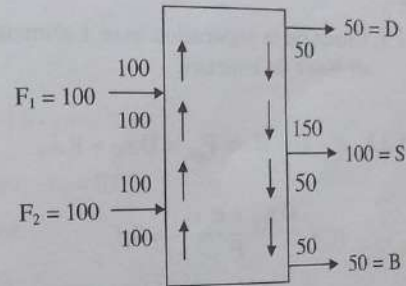
$$* B = 50 \text{ kmol/h}$$

$$L_3 = V_3 + B = 150 \text{ kmol/h}$$

$$L_2 = L_3 - (1 - f_2) F_2 = 50 \text{ kmol/h}$$

$$L_1 = S_L = L_2 = 150 \text{ kmol/h}$$

$$L = L_1 - (1 - f_1) F_1 = 50 \text{ kmol/h}$$



$$* R = \frac{L}{D} = \frac{50}{50} = 1$$

$$* y_{F1} = \frac{\alpha x_{F1}}{1 + (\alpha + 1) x_{F1}} = 0,851$$

$$\frac{R_{\min}}{R_{\min} + 1} = \frac{x_D - y_{F1}}{x_D - x_{F1}} = 0,396 \Rightarrow R_{\min} = 0,6556$$

$$\frac{R_{\min}}{R_{\min} + 1} = \frac{L_{\min}}{V_{\min}} = \frac{R_{\min} D}{V_{\min}} \Rightarrow V_{\min} = D (R_{\min} + 1) = 82,78 \text{ kmol/h}$$

12.4.

Equations-droites

Pentes

Abscisses

$$I : y = 0,5 x + 0,475$$

$$R = \frac{L}{D} = 1 \Rightarrow \frac{R}{R+1} = 0,5 \quad x_D = 0,95$$

$$II : y = 1,5 x - 0,225$$

$$\frac{L_1}{V_1} = 1,5$$

$$III : y = 0,5 x + 0,275$$

$$\frac{L_2}{V_2} = 0,5$$

$$x_B = 0,05$$

$$IV : y = 1,5 x - 0,025$$

$$\frac{L_3}{V_3} = 1,5$$

1.2.2. $f_1 = \dots$

1.2.3. $F = F_2 = S_L = \text{liquides bouillants} \rightarrow f_1 = f_s = f_2 = 0 \rightarrow V = V_1 = V_2 = V_3 = 100 \text{ kmol/h}$

* $B = 50 \text{ kmol/h}$

$L_3 = V_3 + B = 150 \text{ kmol/h}$

$L_2 = L_3 - (1 - f_2) F_2 = 50 \text{ kmol/h}$

$L_1 = S_L = L_2 = 150 \text{ kmol/h}$

$L = L_1 - (1 - f_1) F_1 = 50 \text{ kmol/h}$

* $R = \dots$

* $Y_A = \dots$

1.2.4.

Equations-droites

I : $y = 0,5x + 0,475$ R

II: $y = 1,5x - 0,225$

III: $y = 0,5x + 0,275$

IV : $y = 1,5x - 0,025$

Pentes

$R = \dots$

Abscisses

$X_d = 0,95$

Alimentation F_1

$f_1 = 0 \Rightarrow \text{pente } \infty$

$x_{F_1} = 0,7$

Alimentation F_2

$f_2 = 0 \Rightarrow \text{pente } \infty$

$x_{F_2} = 0,3$

Soutirage S_L

$f_S = 0 \Rightarrow \text{pente } \infty$

$x_S = 0,5$

Nombre de plateaux : 11 : 10 + 1 - voir le tracé

Position des alimentations

 F_1 : entre le plateau 2 et 3 F_2 : entre le plateau 5 et 6

Position du soutirage

 S : entre le plateau 4 et 5

1.3. Etude de la séparation avec 1 alimentation équipée d'un mélangeur et d'un diviseur de courant

$$1.3.1. F = D + B \Rightarrow F_{gF} = D \cdot x_D + B \cdot x_B$$

$$g_F = \frac{D \cdot x_D + B \cdot x_B}{F} = 0,5$$

$$1.3.2. * R' = 2 R = 2$$

* Equations/droites

Pentes

Abscisses

Alimentation F

$f = 0 \rightarrow \text{pente } \infty$

$g_F = 0,5$

Concentration

$\text{pente} = \frac{R}{R+1} = \frac{2}{3}$

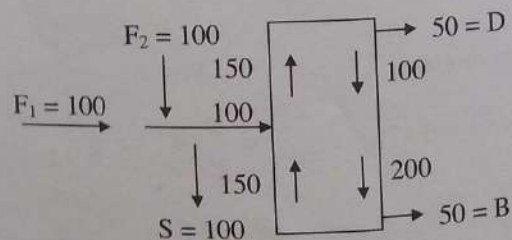
$x_D = 0,95$

Epuisement

$y = 0,66 x + 0,32$

0,66

$x_B = 0,05$



Nombre de plateaux : 10 : 9 + 1 (voir figure)

Position optimum de l'alimentation entre le plateau n° 4 et n° 5 (voir figure)

Alimentation F $f_1 = 0 \Rightarrow$ pente ∞

Alimentation F2 $f_2=0 \Rightarrow$ pente ∞

Soutirage SL $f_s = 0 \Rightarrow$ pente

Nombre de plateaux : 11: 10+1 - voir le tracé

Position des alimentations

F1: entre le plateau 2 et 3

F2: entre le plateau 5 et 6

Position du soutirage S: entre le plateau 4 et 5

1.3. Etude de la séparation avec 1 alimentation équipée d'un mélangeur et d'un diviseur de courant

1.3.1. $F=D+B$ $FED.XD + B.XB.....$

1.3.2. * $R' = 2R=2$

* Equations/droites

Alimentation F

Concentration

Epuisement $y = 0,66 x + 0,32$

Pentes

$f = 0 \rightarrow$ pente ∞

pente =...0,66

Abscisses

$XB = 0,05$

$S = 100$

Nombre de plateaux: 10:9+1 (voir figure)

$50 = B$ $50=B$

Position optimum de l'alimentation entre le plateau n° 4 et n° 5 (voir figure)

* Tout au long de la colonne V est constant

avec $\bar{V}' = L + D$ et $R' = \frac{L}{D} = 2R \Rightarrow \bar{V}' = D(2R + 1) = 150 \text{ kmol/h}$

$$\left. \begin{aligned} * \frac{R_{\min}}{R_{\min} + 1} &= \frac{x_D - y_F}{x_D - x_F} \\ y_F &= \frac{\bar{\alpha} \cdot x_F}{1 + (\bar{\alpha} - 1) x_F} = 0,710 \end{aligned} \right\} \rightarrow R_{\min} = 1,141$$

$$V_{\min} = D(R_{\min} + 1) = 107,066 \text{ kmol/h}$$

1.4. Comparaison des deux configurations

* Dans le bouilleur $\bar{V} = 100 \text{ kmol/h}$ et $\bar{V}' = 150 \text{ kmol/h}$

Dans les deux cas on a du toluène presque pur ($x_B = 0,05$)

Enthalpie de vaporisation pour le toluène pur

$$\Delta H_V = H_V - L_L (21885 - 8075) \times \frac{1,055}{0,4536} = 32119,8 \text{ kJ/mol}$$

$$Q_B = \bar{V} \cdot \Delta H_V = \frac{100}{3600} \cdot 32119,8 = 892 \text{ kW} = 0,89 \text{ MW}$$

$$Q'_B = \bar{V}' \cdot \Delta H_V = \frac{150}{3600} \cdot 32119,8 = 1335 \text{ kW} = 1,33 \text{ MW}$$

$$\text{Soit } Q'_B = 1,5 \cdot Q_B$$

* Paramètres	Configuration 1 (2 alimentations + 1 soutirage)	Configuration 2 (1 alimentation)
Taux de reflux	1	2
Nombre de plateaux	11	10
Position des alimentations et soutirage	$F_1 : n^\circ 2 - n^\circ 3$ $F_2 : n^\circ 5 - n^\circ 6$ $S_L : n^\circ 4 - n^\circ 5$	$F : n^\circ 4 - n^\circ 5$
Débits au bouilleur		200
L (kmol/h)	150	150
V (kmol/h)	100	1,33
Puissance fournie au bouilleur (MW)	0,89	

*Tout au long de la colonne V est constant avec $V' = L + \text{Det } R' \dots$

$V_{\min} = D (R_{\min} + 1) = 107,066 \text{ kmol/h}$

1.4. Comparaison des deux configurations

* Dans le bouilleur $V = 100 \text{ kmol/h}$ et $V' = 150 \text{ kmol/h}$

Dans les deux cas on a du toluène presque pur ($X_B = 0,05$)

Enthalpie de vaporisation pour le toluène pur

$AH_y = H_y - LL (21885 - 8075) \times \dots$

Soit $Q'B = 1,5 \cdot Q_B$

* Paramètres

Taux de reflux

Nombre de plateaux

Position des alimentations et soutirage.....

Débits au bouilleur L (kmol/h) ... V (kmol/h).....

Puissance fournie au bouilleur (MW).....

. Configuration 1

(2 alimentations + 1 soutirage).....

F1: n° 2-n° 3

F2: n° 5-n° 6

SL: n° 4-n° 5

. Configuration 2 (1 alimentation).....

Dans les deux cas il faut traiter une charge de 100 kmol/h titrant 0,5. Le passage de la configuration 1 à 2 est réalisée avec $R' = R \times 2$. Les débits de distillat sont les mêmes. Le nombre de plateaux est proche. L'augmentation du taux de reflux augmente les débits internes ($L = 150 \rightarrow L' = 200$) et ($V = 100 \rightarrow V' = 150$), soit $L' = L \times \frac{2}{1,5}$ et

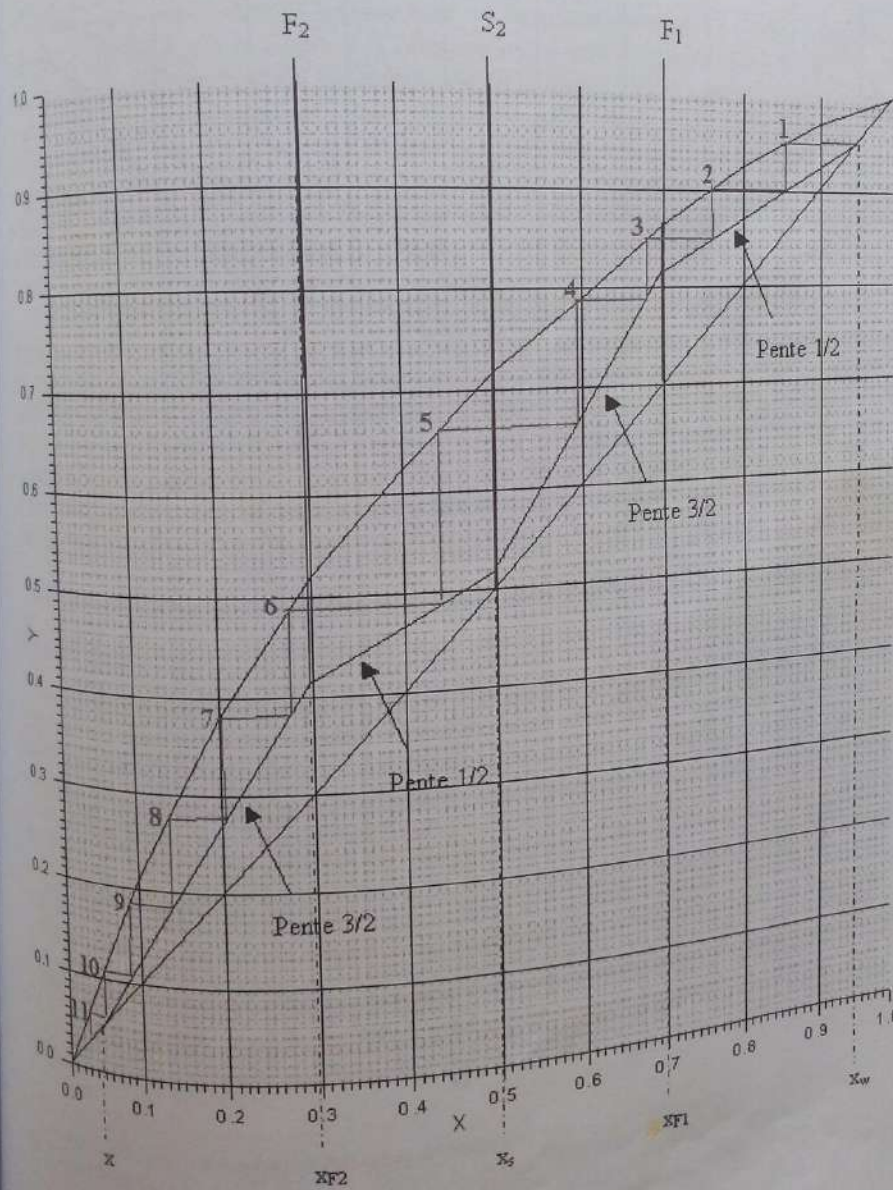
$\bar{V}' = V \times 1,5$. Par conséquent l'énergie à fournir est supérieure dans la configuration 2 avec $Q'_B = Q_B \times 1,5$. Le mode opératoire n° 1 est donc plus intéressant puisque pour les mêmes débits et les mêmes titres des distillat et résidu, la consommation énergétique est plus faible. Il est donc préférable de maintenir les deux alimentations séparées plutôt que de les mélanger avant de l'introduire seule dans la colonne.

Dans les deux cas, il faut traiter une charge de 100 kmol/h titrant 0.5. Le passage et la configuration 1 à 2 est réalisée avec $R' = R \times 2$. Les débits de distillat sont les mêmes. Le nombre de plateaux est proche. L'augmentation du taux de reflux augmente les débits internes ($L = 150 \rightarrow L' = 200$) et ($V = 100 \rightarrow V = 150$) soit $L' = L \times 1,5$ et $V = V \times 1,5$. Par conséquent l'énergie à fournir est supérieure dans la configuration 1 avec $Q = Q \times 1,5$. Le mode opératoire n° 1 est donc plus intéressant puisque pour les mêmes débits et les mêmes titres des distillat et résidu, la consommation énergétique est plus faible. Il est donc préférable de maintenir les deux alimentations séparées plutôt que de les mélanger avant de l'introduire seule dans la colonne.

Colonne à 2 alimentations et 1 soutirage intermédiaire.

Calcul des titres $y = f(x)$

x	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
y	0.21	0.38	0.51	0.62	0.72	0.79	0.85	0.91	0.96



Distillation du mélange Benzène-Toluène

Colonne à 2 alimentations et 1 soutirage intermédiaire.

Calcul des titres $y = f(x)$

Pente 1/2

Pente 3/2

Pente 1/2

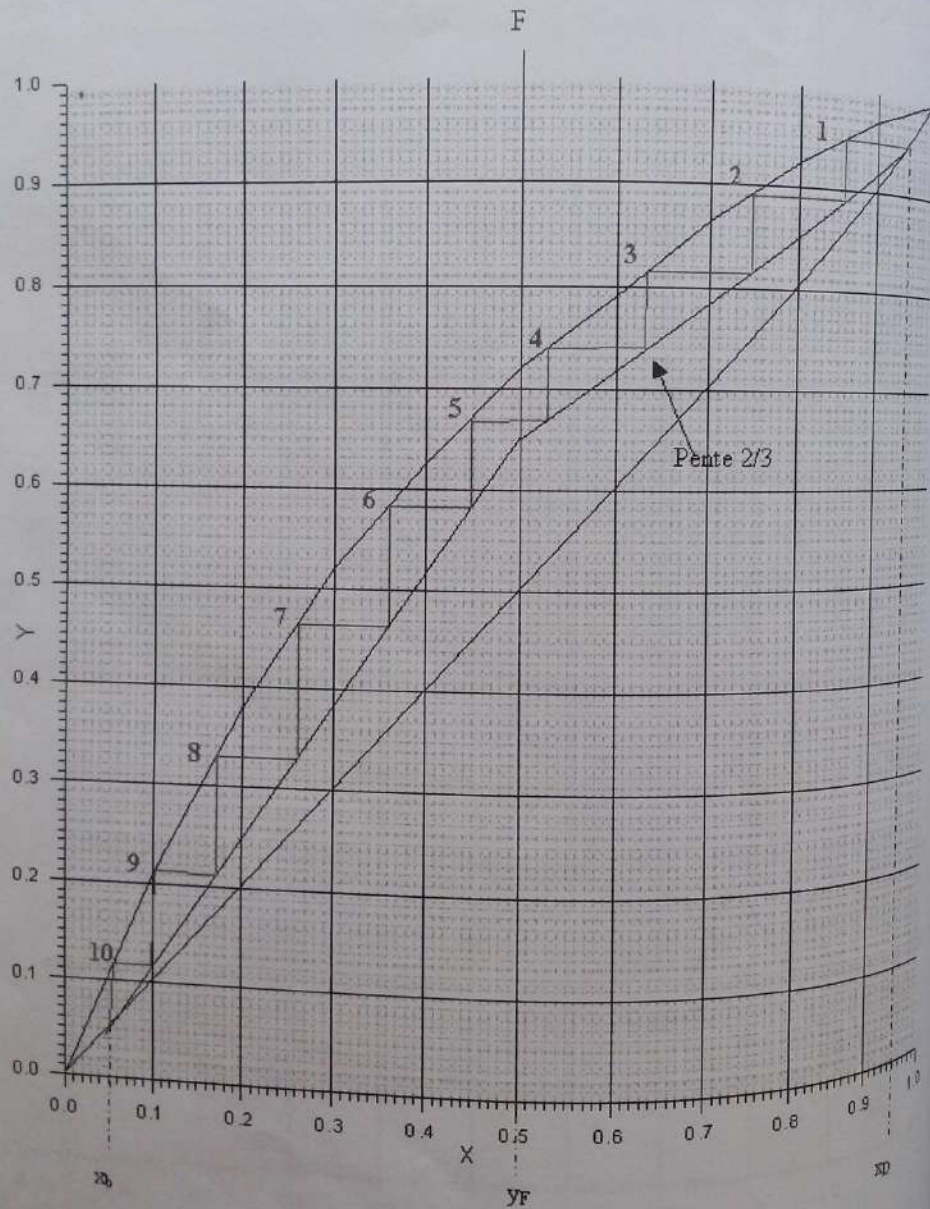
Pente 3/2

Distillation du mélange Benzène-Toluène

Colonne à 1 alimentation équipée d'un mélangeur et d'un diviseur de courant

Calcul des titres $y = f(x)$

x	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
y	0.21	0.38	0.51	0.62	0.72	0.79	0.85	0.91	0.96



2- SEPARATION PAR DISTILLATION

Le processus est essentiellement une colonne de distillation qui, lorsqu'il est

$N_2 : 78\%$

Nous n'avons pas de distillation préliminaire, elle peut assurer avec un bon rendement un mélange binaire souhaité n'est pas une construction de la fonctionnement

La double colonne opérant à pression atmosphérique, haute pression atmosphérique, volatils sous 5 bar. L'oxygène « pur » comme liquide

La description de la figure 3.

L'air, riche en oxygène, est proche des conditions de la colonne haute. La colonne haute est nécessaire à la séparation de l'air ($N_2 + O_2$) en haute pression et en volatils ; à $P = 5$ bar, les molaires du deuxième séparateur

La deuxième colonne de distillation et les températures d'opération

* Les titres molaires x et y pour les gaz

Distillation du mélange Benzène-Toluène

Colonne à 1 alimentation équipée d'un mélangeur et d'un diviseur de courant

Calcul des titres $y = f(x)$

Pente 2/3

2 - SEPARATION DE L'OXYGENE ET DE L'AZOTE DE L'AIR PAR DISTILLATION A HAUTE PRESSION (5 atm) ET BASSE TEMPERATURE (-160°C) - COURS AU CHAPITRE III

191

Le procédé considéré (figure 1) sépare les gaz à basse température et est essentiellement constitué d'une unité de liquéfaction du mélange sous pression associée à une colonne de rectification. Il permet de récupérer les trois constituants essentiels de l'air qui, lorsqu'il est sec est un ternaire de composition molaire suivante :

$$N_2 : 78,08 \% + O_2 : 20,95 \% + Ar : 0,93 \% + \text{impuretés gazeuses} : 0,04 \%$$

Nous nous intéresserons uniquement au fonctionnement de la colonne double de distillation présentée sur la figure 2. Connue sous le nom de double colonne de LINDE, elle peut assurer une production en continu de 1000 tonnes/jour d'oxygène et d'azote purs avec un bon rendement matière. Pour simplifier notre étude nous allons considérer un mélange binaire $N_2 + O_2$ ce qui d'ailleurs se justifie lorsque la pureté de l'oxygène souhaitée n'est pas supérieure à 95 %. Dans ces conditions nous montrerons comment les constructions de type Mc Cabe et Thiele permettent d'obtenir quelques renseignements sur le fonctionnement de l'installation.

La double colonne de LINDE schématisée sur la figure 3 comprend une première colonne opérant à pression élevée surmontée d'une deuxième colonne opérant à la pression atmosphérique. Ce montage se caractérise par un condenseur en tête de colonne haute pression qui assure simultanément la fonction de bouilleur de la colonne à la pression atmosphérique. En effet, la température d'ébullition de l'azote (constituant le plus volatil) sous 5 atm ($\approx 95 \text{ K}$) est supérieure à celle de l'oxygène sous 1 atm ($\approx 90 \text{ K}$). L'oxygène « pur » dans le bouilleur de la colonne à pression atmosphérique agit alors comme liquide réfrigérant du condenseur de la colonne haute pression.

La description de la circulation des flux en régime permanent peut être suivie sur la figure 3.

L'air, refroidi à environ $100 \text{ K} \approx -173^\circ\text{C}$ et comprimé à 5-6 atmosphères, est proche des conditions de condensation. Introduit dans le bouilleur-échangeur de la colonne haute pression, l'air se condense et apporte par sa chaleur latente l'énergie nécessaire à la distillation des constituants. On peut considérer que l'alimentation de la colonne haute pression s'effectue à l'état de liquide bouillant (l_b) avec un débit molaire d'air ($N_2 + O_2$) : $F = 100 \text{ mol/h}$ et un titre molaire $g_F = 0,79$. Cette première séparation à haute pression concentre l'azote en tête de colonne puisqu'il s'agit du constituant le plus volatil ; à $P = 5 \text{ atm}$, $T_{eb}(N_2) \approx 95 \text{ K} \approx -178^\circ\text{C}$ et $T_{eb}(O_2) \approx 110 \text{ K} \approx -163^\circ\text{C}$. Les titres molaires du distillat D , $x_D = 0,98$ et du résidu W , $x_W = 0,60$ traduisent le fait qu'une deuxième séparation est nécessaire si l'on souhaite récupérer de l'oxygène pur.

La deuxième rectification a lieu à $P = 1 \text{ atm}$ pour laquelle les corps purs ont les températures d'ébullitions suivantes $T_{eb}(N_2) \approx 77 \text{ K} \approx -194^\circ\text{C}$ et $T_{eb}(O_2) \approx 90 \text{ K} \approx -$

* Les titres molaires sont donnés par rapport au constituant le plus volatil : l'azote : avec x pour les liquides et y pour les gaz

SÉPARATION DE L'OXYGÈNE ET DE L'AZOTE DE L'AIR PAR DISTILLATION A HAUTE PRESSION (5 atm) ET BASSE TEMPÉRATURE (-160°C) - COURS AU CHAPITRE III

Le procédé considéré (figure 1) sépare les gaz à basse température et est essentiellement constitué d'une unité de liquéfaction du mélange sous pression associée à une colonne de rectification. Il permet de récupérer les trois constituants essentiels de l'air qui, lorsqu'il est sec est un ternaire de composition molaire suivante :

N₂: 78,08 % + O₂: 20,95 % + Ar: 0,93 % + impuretés gazeuses: 0,04 %

Nous nous intéresserons uniquement au fonctionnement de la colonne double de distillation présentée sur la figure 2. Connue sous le nom de double colonne de LINDE, elle peut assurer une production en continu de 1000 tonnes/jour d'oxygène et d'azote purs avec un bon rendement matière. Pour simplifier notre étude nous allons considérer un mélange binaire N₂ + O₂ ce qui d'ailleurs se justifie lorsque la pureté de l'oxygène souhaitée n'est pas supérieure à 95 %. Dans ces conditions, nous montrerons comment les constructions de type McCabe et Thiele permettent d'obtenir quelques renseignements sur le fonctionnement de l'installation. La double colonne de LINDE schématisée sur la figure 3 comprend une première colonne opérant à pression élevée surmontée d'une deuxième colonne opérant à la pression atmosphérique. Ce montage se caractérise par un condenseur en tête de colonne haute pression qui assure simultanément la fonction de bouilleur de la colonne à la pression atmosphérique. En effet, la température d'ébullition de l'azote (constituant le plus volatil) sous 5 atm (≈ 95 K) est supérieure à celle de l'oxygène sous 1 atm (≈ 90 K). L'oxygène « pur » dans le bouilleur de la colonne à pression atmosphérique agit alors liquide réfrigérant du condenseur de la colonne haute pression.

La description de la circulation des flux en régime permanent peut être suivie sur la figure 3. L'air, refroidi à environ 100 K $\approx 173^\circ\text{C}$ et comprimé à 5-6 atmosphères, est proche des conditions de condensation. Introduit dans le bouilleur-échangeur de la nécessaire à la distillation des constituants. On peut considérer que l'alimentation de la colonne haute pression, l'air se condense et apporte par sa chaleur latente l'énergie d'air (N₂ + O₂): $F = 100$ mol/h et un titre molaire $g_F = 0,79$. Cette première séparation à colonne haute pression s'effectue à l'état de liquide bouillant (lb) avec un débit molaire haute pression concentré de l'azote en tête de colonne puisqu'il s'agit du constituant le plus volatil; à $P = 5$ atm, $T_{eb}(\text{N}_2) \approx 95$ K $\approx -178^\circ\text{C}$ et $T_{eb}(\text{O}_2) \approx 110$ K $\approx -163^\circ\text{C}$. Les titres molaires du distillat D, $x_D = 0,98$ et du résidu W, $x_W = 0,60$ traduisent le fait qu'une deuxième séparation est nécessaire si l'on souhaite récupérer de l'oxygène pur.

La deuxième rectification a lieu à $P = 1$ atm pour laquelle les corps purs ont les températures d'ébullitions suivantes $T_{eb}(\text{N}_2) \approx 77$ K $\approx -194^\circ\text{C}$ et $T_{eb}(\text{O}_2) \approx 90$ K $\sim -$

* Les titres molaires sont donnés par rapport au constituant le plus volatil: l'azote : avec x pour les liquides et y pour les gaz

183°C. Le distillat liquide de débit molaire D après détente de $P = 5 \text{ atm}$ à $P = 1 \text{ atm}$ est introduit à l'état de liquide bouillant (lb) en haut de la colonne à basse pression. Le résidu liquide de débit molaire W après détente de $P = 5 \text{ atm}$ à $P = 1 \text{ atm}$ alimente également la colonne basse pression à l'état de liquide bouillant (lb). Les deux constituants « purs » sont alors soutirés à l'état de vapeur saturante ; en tête de colonne, le distillat D' riche en azote titre $y_{D'} = 0,99$ alors que le résidu W prélevé au-dessus du bouilleur est riche en oxygène et titre $y_{W'} = 0,05$.

2.1. Bilans en régime permanent

2.1.1. Calculer les débits D et W en posant les bilans matière sur la colonne haute pression.

2.1.2. Calculer les débits D' et W' en posant les bilans matière sur le procédé.

2.2. Construction de McCabe et Thiele de la colonne basse pression

2.2.1. A l'aide de la figure 4, établir les équations des droites opératoires en posant les bilans dans le domaine de concentration et dans le domaine d'épuisement. On admettra que les hypothèses de Lewis sont satisfaites.

2.2.2. A l'aide du diagramme d'équilibre (figure 5), déterminer graphiquement le nombre d'étages théoriques en s'aidant de la partie agrandie du diagramme. On rappelle que le résidu W' et le distillat D' sont soutirés à l'état de vapeur. Numérotier les plateaux dans l'ordre croissant de bas en haut de la colonne.

- Combien y a-t-il de plateaux dans la colonne ?
- Sur quel plateau l'alimentation W doit-elle être effectuée ?
- Quel est le titre $x_{W'}$ du liquide dans le bouilleur-condenseur ?

2.3. Construction de McCabe et Thiele de la colonne haute pression

2.3.1. Rappelons que la puissance nécessaire pour vaporiser le mélange (95 % d'oxygène) du bouilleur de la colonne basse pression est apportée par la condensation du mélange (98 % d'azote) en tête de la colonne haute pression, ce qui impose le débit de vapeur d'azote V au dernier plateau.

En admettant que l'on est en présence d'oxygène et d'azote purs on se propose de calculer le taux de reflux $R = \frac{L}{D}$ dans la colonne haute pression.

- Calculer le débit de vapeur V à l'aide du bilan énergétique du bouilleur-condenseur en considérant que seulement 90 % de la puissance contenue dans le flux de vapeur d'azote V est transférée au flux d'oxygène liquide dans le bouilleur (voir données et figure 3).
- Calculer la puissance fournie à l'oxygène du bouilleur.
- Calculer le débit de reflux L et le taux de reflux R .

183°. Le distillat liquide de débit molaire D après détente de $P=5$ atm à $P=1$ atm est introduit à l'état de liquide bouillant (lb) en haut de la colonne à basse pression. Le résidu liquide de débit molaire W après détente de $P = 5$ atm à $P = 1$ atm alimente également la colonne basse pression à l'état de liquide bouillant (lb). Les deux constituants <<purs >> sont alors soutirés à l'état de vapeur saturante; en tête de colonne, le distillat D' riche en azote titre $Y_{D'} = 0,99$ alors que le résidu W prélevé au-dessus du bouilleur est riche en oxygène et titre $y_{W'} = 0,05$.

2.1. Bilans en régime permanent

2.1.1. Calculer les débits D et W en posant les bilans matière sur la colonne haute pression.

2.1.2. Calculer les débits D' et W' en posant les bilans matière sur le procédé.

2.2. Construction de McCabe et Thiele de la colonne basse pression

2.2.1. A l'aide de la figure 4, établir les équations des droites opératoires en posant les bilans dans le domaine de concentration et dans le domaine d'épuisement. On admettra que les hypothèses de Lewis sont satisfaites.

2.2.2. A l'aide du diagramme d'équilibre (figure 5), déterminer graphiquement le nombre d'étages théoriques en s'aidant de la partie agrandie du diagramme. On rappelle que le résidu W' et le distillat D' sont soutirés à l'état de vapeur. Numéroter les plateaux dans l'ordre croissant de bas en haut de la colonne.

- Combien y a-t-il de plateaux dans la colonne ?
- Sur quel plateau l'alimentation W doit-elle être effectuée ?
- Quel est le titre x_W du liquide dans le bouilleur-condenseur ?

2.3. Construction de McCabe et Thiele de la colonne haute pression

2.3.1. Rappelons que la puissance nécessaire pour vaporiser le mélange (95% d'oxygène) du bouilleur de la colonne basse pression est apportée par condensation du mélange (98 % d'azote) en tête de la colonne haute pression, ce qui impose le débit de vapeur d'azote V au dernier plateau.

En admettant que l'on est en présence d'oxygène et d'azote purs on se propose de calculer le taux de reflux $R = L/D$ dans la colonne haute pression.

- Calculer le débit de vapeur V à l'aide du bilan énergétique du bouilleur condenseur en considérant que seulement 90 % de la puissance contenue dans le flux de vapeur d'azote V est transférée au flux d'oxygène liquide dans le bouilleur (voir données et figure 3).
- Calculer la puissance fournie à l'oxygène du bouilleur.
- Calculer le débit de reflux L et le taux de reflux R .

2.3.2. A l'aide du diagramme d'équilibre (figure 6), déterminer graphiquement le nombre de plateaux théoriques.

Références : Techniques de l'Ingénieur, traité génie des procédés chimiques (figures 1 et 2) J. 6020 pp 1974-1975 – Handbook Chemical Engineering.

Données :

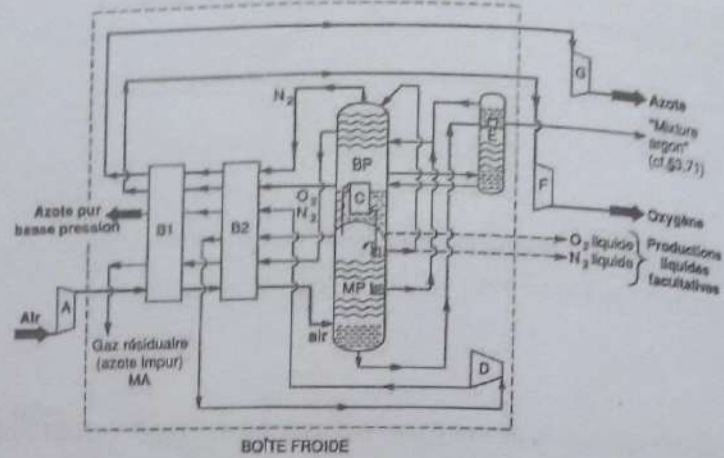
- Chaleur latente de vaporisation de l'oxygène pur sous 1 atm : $L_{O_2} = 6,81 \text{ kJ/mole}$
- Chaleur latente de vaporisation de l'azote pur sous 5 atm : $L_{N_2} = 4,83 \text{ kJ/mole}$

2.3.2. A l'aide du diagramme d'équilibre (figure 6), déterminer graphiquement le nombre de plateaux théoriques.

Références: Techniques de l'Ingénieur, traité génie des procédés chimiques (figures 1 et 2) J. 6020 pp 1974-1975 - Handbook Chemical Engineering.

Données :

- Chaleur latente de vaporisation de l'oxygène pur sous 1 atm : $Lo_2 = 6,81 \text{ kJ/mole}$
- Chaleur latente de vaporisation de l'azote pur sous 5 atm : $LN_2 = 4,83 \text{ kJ/mole}$



- | | | | |
|----------|--|----|--|
| A | compresseur d'air | D | turbine de détente d'azote (production de froid) |
| B1 et B2 | échangeurs (épuration et refroidissement de l'air) | E | colonne de « mixture argon » (cf. § 3,71) |
| C | condenseur-vaporisateur (cf. fig. 2) | F | compresseur d'oxygène |
| BP | colonne basse pression | G | compresseur d'azote |
| MP | colonne moyenne pression | MA | mise à l'air |

Figure 1 : Appareil de distillation de l'air « simple cycle sur échangeurs réversibles ».

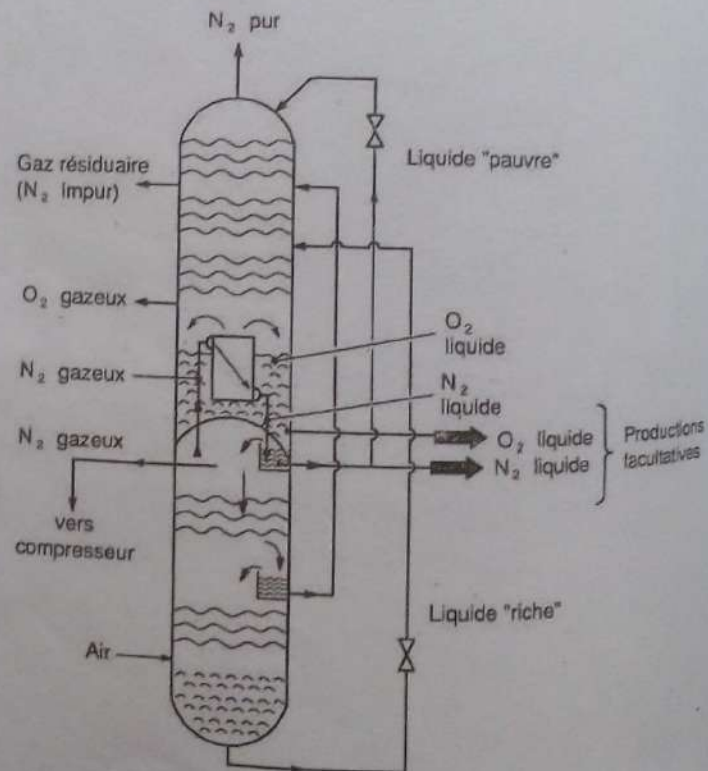


Figure 2 : Détail du fonctionnement du condenseur-vaporisateur dans la double colonne de distillation.

Figure 1: Appareil de distillation de l'air « simple cycle sur échangeurs réversibles>.....

Figure 2: Détail du fonctionnement du condenseur-vaporisateur dans la double colonne de distillation.....

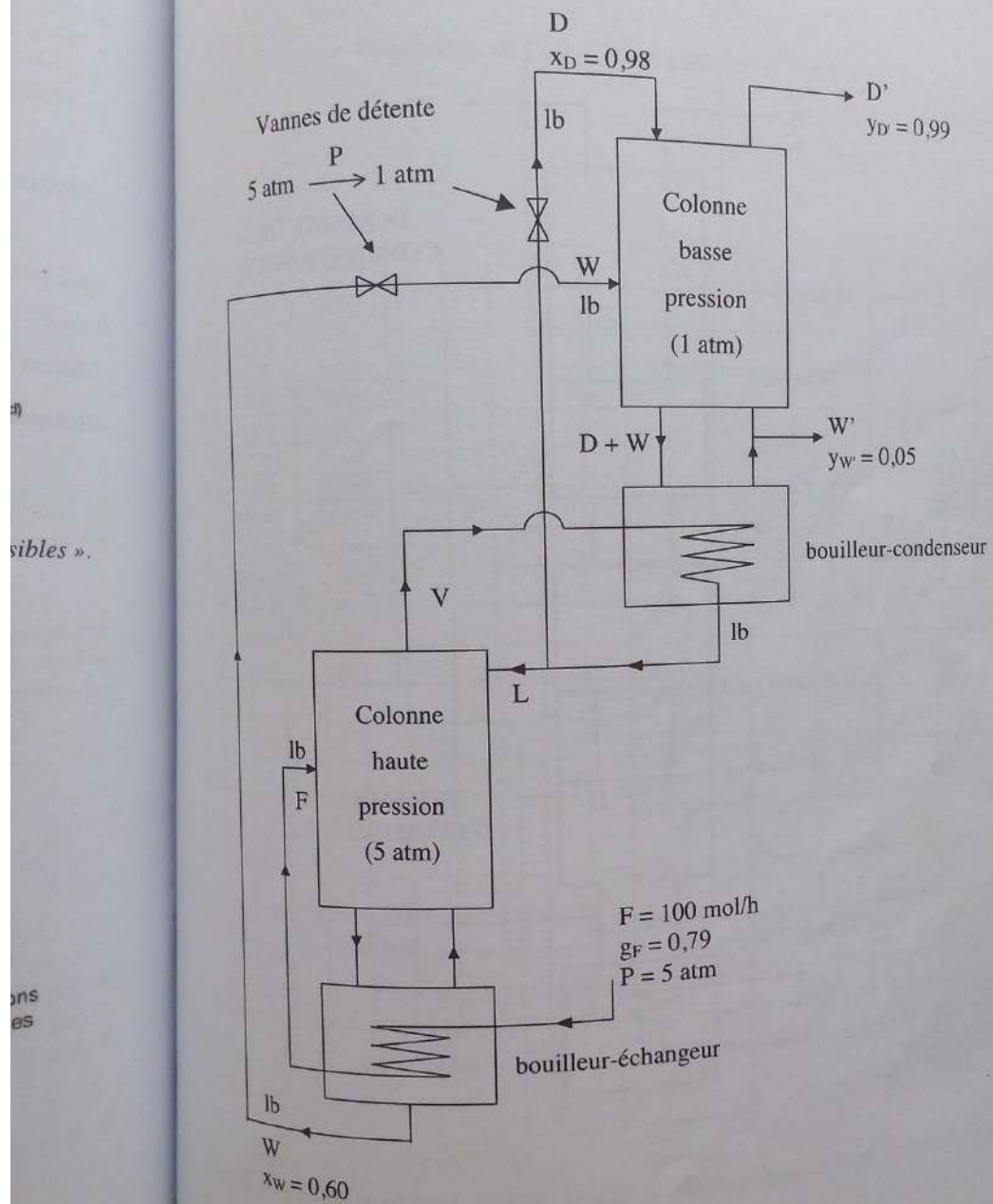


Figure 3 : Schéma de la double colonne de LINDE (Notation, lb : liquide bouillant).

Vannes de détente.....

Colonne basse pression (1 atm).....
bouilleur-condenseur

Colonne haute pression (5 atm).....
bouilleur-échangeur

Figure 3: Schéma de la double colonne de LINDE (Notation, lb: liquide bouillant).

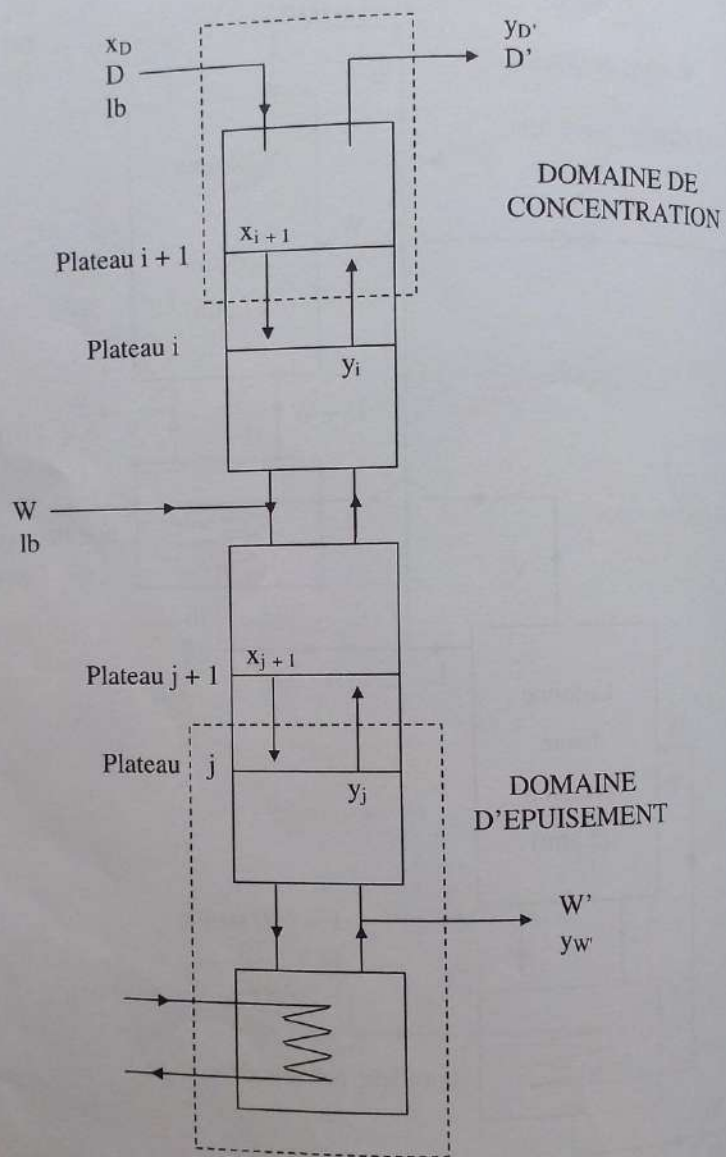


Figure 4 : Schéma de la colonne basse pression ($P = 1 \text{ atm}$)
(Notation, lb : liquide bouillant).

DOMAINE DE CONCENTRATION

DOMAINE D'ÉPUISEMENT

Figure 4: Schéma de la colonne basse pression ($P = 1 \text{ atm}$)
(Notation, lb: liquide bouillant)

Distillation de l'air à basse pression (1 atm)

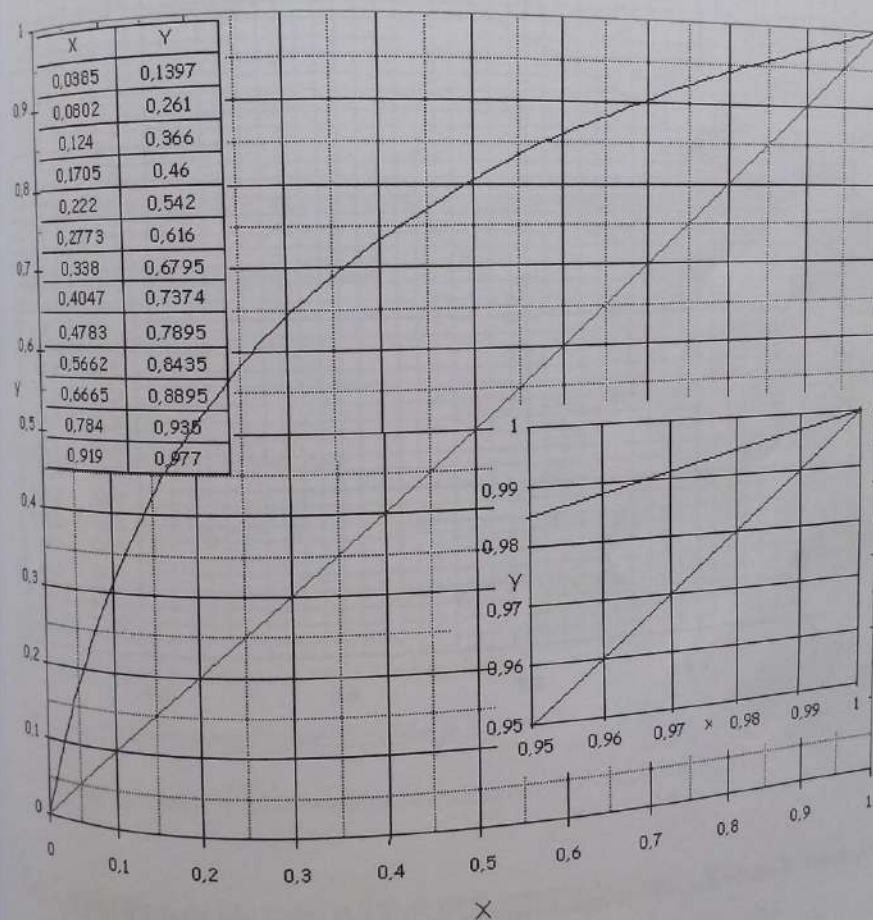


Figure 5 : Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P = 101,3 \text{ kPa}$.
 Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide
 y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

Distillation de l'air à basse pression (1 atm)

Figure 5: Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P = 101,3 \text{ kPa}$.

Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

Distillation de l'air à haute pression (5 atm)

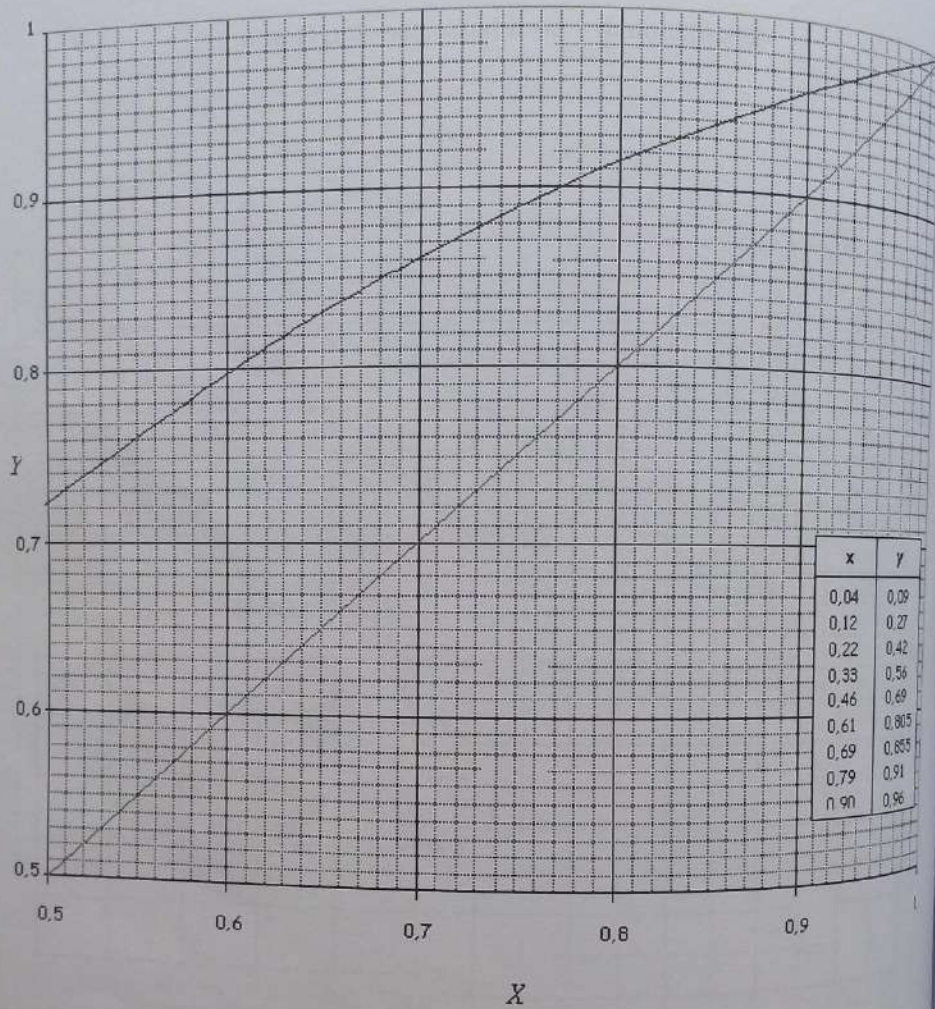


Figure 6 : Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P = 506,5 \text{ kPa}$.

Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

Distillation de l'air à haute pression (5 atm)

Figure 6: Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P=506,5$ kPa.

Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

SOLUTION EXERCICE 2

2.1. Bilan en régime permanent

* $F = D + W$ (colonne haute pression)

$$F \cdot g_F = D \cdot x_D + W \cdot x_W = D \cdot x_D + (F - D) \cdot x_W$$

$$D = 50 \text{ mol/h} \quad W = 50 \text{ mol/h}$$

* $F = D' + W'$ (procédé)

$$F \cdot g_F + D' \cdot y_{D'} + W' \cdot y_{W'} = D' \cdot y_{D'} + (F - D') \cdot y_{W'}$$

$$D' = 78,72 \text{ mol/h} \quad W' = 21,28 \text{ mol/h}$$

2.2. Construction de Mc Cabe et Thiele de la colonne basse pression

Equation de la droite de concentration

$$D \cdot x_D + D' \cdot y_i = D \cdot x_{i+1} + D' \cdot y_{D'} \quad \text{soit} \quad y_i = \frac{D}{D'} x_{i+1} - \frac{D}{D'} x_D + y_{D'}$$

$$y_i = 0,635 x_{i+1} - 0,3675$$

Equation de la droite d'épuisement

$$(D + W) x_{j+1} = D' \cdot y_j + W' \cdot y_{W'} \quad \text{soit} \quad y_j = \frac{F}{D'} x_{j+1} - \frac{W'}{D'} y_{W'}$$

$$\text{soit} \quad y_j = 1,270 x_{j+1} - 0,0135$$

Nombre de plateaux (figure 5) : $8 = 7 + \text{bouilleur}$

Plateau de l'alimentation (figure 5) : entre le 5 et le 6^e

Le titre $x_{W'}$ du liquide dans le bouilleur-condenseur : $x_{W'} \approx 0,02$

2.3. Construction de Mc Cabe et Thiele de la colonne haute pression

* Bilan énergétique : débit de vapeur V

$$L_{N_2} \cdot V \cdot 90 \% = L_{O_2} \cdot (D + W) \rightarrow V = \frac{L_{O_2}}{L_{N_2}} \times \frac{F}{0,9} = 156,66 \text{ mol/h}$$

* Puissance fournie à l'oxygène : P

$$P = L_{N_2} \cdot V \cdot 0,9 = 4,83 \cdot \frac{156,66}{3600} \cdot 0,9 = 0,189 \text{ kW}$$

$p = 506,5 \text{ kPa}$

y
0,09
0,27
0,42
0,56
0,69
0,805
0,855
0,91
0,96

SOLUTION EXERCICE 2

2.1. Bilan en régime permanent

* $F=D+W$ (colonne haute pression) $F.g_r=D.X_D+W.X_w = D.X_D + (F-D) x_w$ $D = 50 \text{ mol/h}$ $W = 50 \text{ mol/h}$

* $F=D'+W'$ (procédé) $F.g_F + D'.Y_{D'} + W'.y_w = D'.y_{D'} + (F-D') y_w$ $D' = 78,72 \text{ mol/h}$ $W' = 21,28 \text{ mol/h}$

2.2. Construction de Mc Cabe et Thiele de la colonne basse pression

Equation de la droite de concentration.....

Equation de la droite d'épuisement.....

Nombre de plateaux (figure 5): $8 = 7 + \text{bouilleur}$

Plateau de l'alimentation (figure 5): entre le 5 et le 6o

Le titre x_w , du liquide dans le bouilleur-condenseur : $X_w \approx 0,02$

2.3.Construction de Mc Cabe et Thiele de la colonne haute pression

*Bilan énergétique : débit de vapeur V

*Puissance fournie à l'oxygène : P

* Débit L : $V = L + D \rightarrow L = 106,66 \text{ mol/h}$

* Reflux : $R = \frac{L}{D} = 2,133$

* Nombre de plateaux (figure 6) : 5

Position de l'alimentation (figure 6) : entre le plateau n° 2 et n° 3

Débit L: $V=L+D \rightarrow L=106,66 \text{ mol/h}$

* Reflux : $R=2,133$

*Nombre de plateaux (figure 6):5

Position de l'alimentation (figure 6): entre le plateau no 2 et n° 3

Distillation de l'air à basse pression (1 atm)

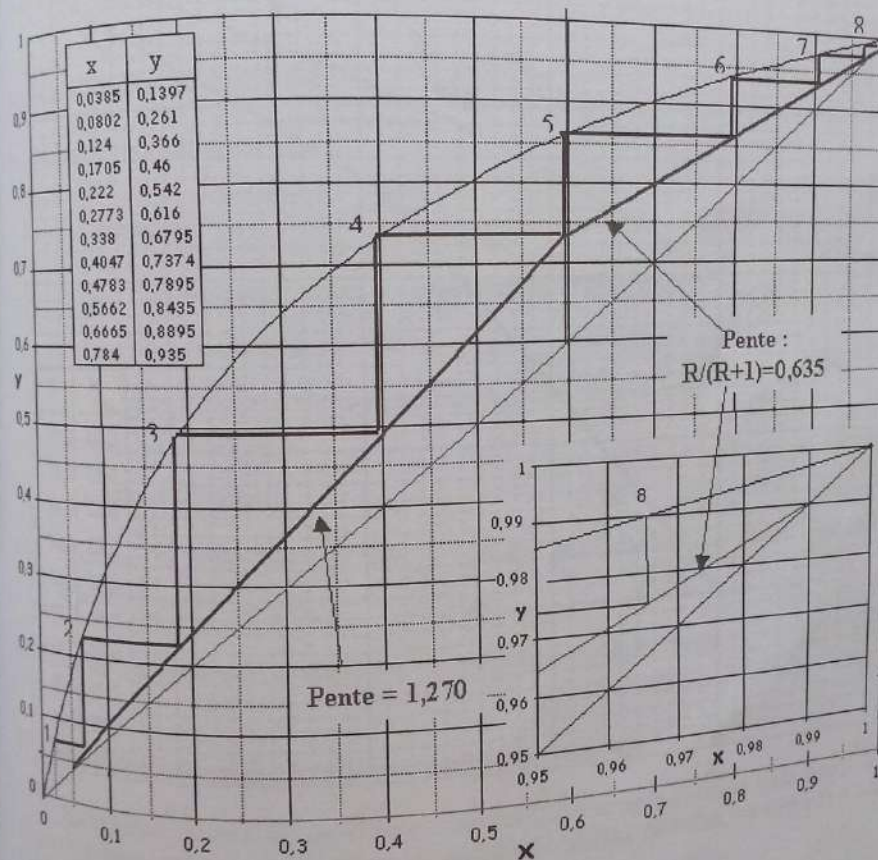


Figure 5 : Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P = 101,3 \text{ kPa}$.

Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

Distillation de l'air à basse pression (1 atm)

Figure 5: Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P = 101,3 \text{ kPa}$.

Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

Distillation de l'air à haute pression (5 atm)

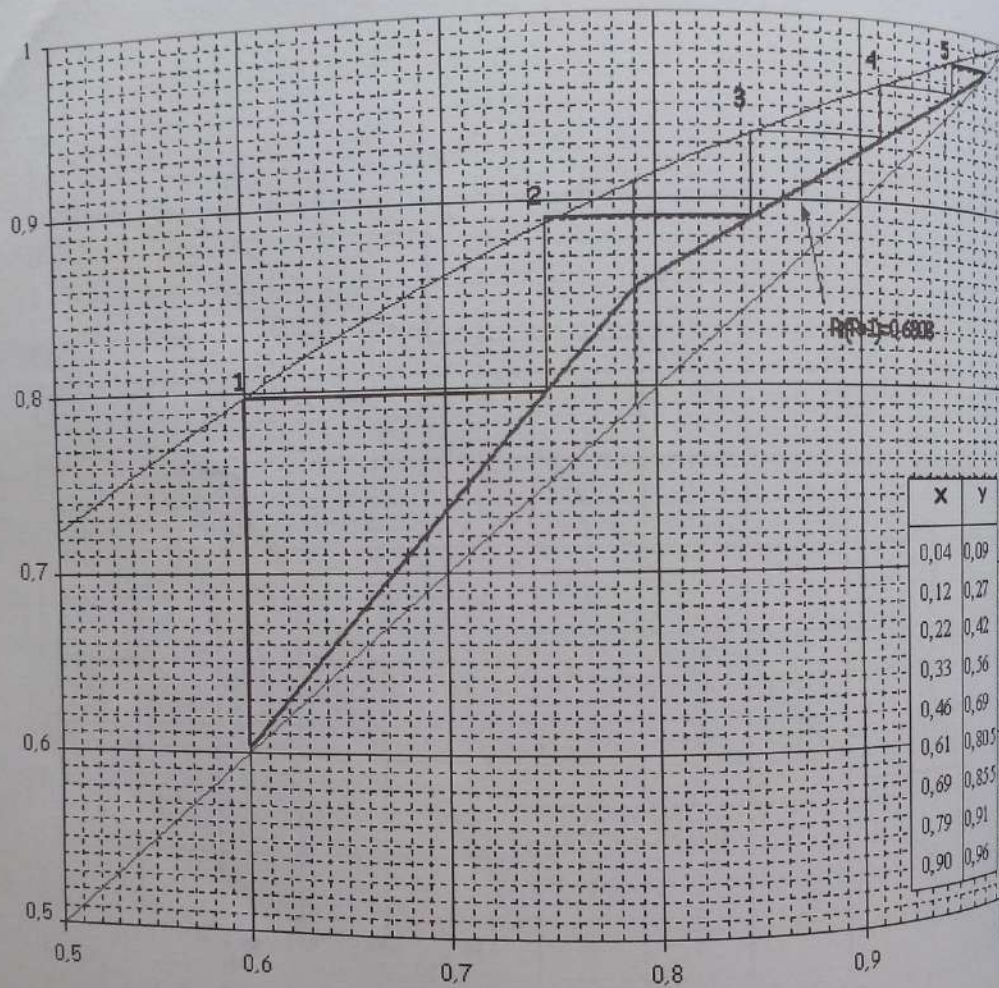


Figure 6 : Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P = 506,5 \text{ kPa}$.

Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

Distillation de l'air à haute pression (5 atm)

Figure 6: Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange azote-oxygène à $P=506,5$ kPa.

Avec x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

3 - ETUDE DE LA RENTABILITE ECONOMIQUE D'UNE DISTILLATION CONTINUE - COURS AU CHAPITRE III

203

On souhaite séparer un mélange équimolaire benzène-toluène avec une colonne de rectification fonctionnant en mode discontinu. Le volume du mélange introduit initialement dans le bouilleur est de 100 kmols et on se propose de déterminer la solution la plus rentable économiquement pour 2 conditions opératoires.

3.1. Bilan matière sur la colonne

En adaptant les notations suivantes :

D : nombre de moles du distillat

B : nombre de moles dans le bouilleur

x_D : titre molaire instantané en benzène dans le distillat

$\bar{x}_D$: titre molaire moyen en benzène dans le distillat

x_B : titre molaire instantané en benzène dans le bouilleur

indice i : état initial

indice f : état final

3.1.1. Exprimer le bilan matière sur la colonne pour établir la relation permettant d'accéder au titre moyen du distillat $\bar{x}_D$.

3.1.2. Exprimer le bilan différentiel pour établir la relation de Rayleigh.

3.2. Distillation discontinue à reflux constant (x_D variable)

La colonne utilisée est constituée d'un bouilleur et de 4 plateaux réels soit $N = 5$ étages de partage présentant une efficacité de 100 %. Le taux de reflux est fixé à $R = 4$ au cours de la séparation.

3.2.1. Déterminer à l'aide de la figure 1, les couples x_D et x_B obtenus au cours du temps. Compléter son tableau A.

3.2.2. A l'aide de la figure 2, déterminer le rapport $\ln \frac{B_i}{B_f} = q_1$ lorsque l'on cesse la distillation pour $x_{Bf} = 0,1$.

a - Expliquer votre démarche. Remplir le tableau B1.

b - En déduire les valeurs D_F , B_F et $\bar{x}_D$.

y
0,09
0,27
0,42
0,56
0,69
0,805
0,855
0,91
0,96

506,5 kPa.

3- ETUDE DE LA RENTABILITÉ ÉCONOMIQUE D'UNE DISTILLATION CONTINUE - COURS AU CHAPITRE III

On souhaite séparer un mélange équiolaire benzène-toluène avec une colonne de rectification fonctionnant en mode discontinu. Le volume du mélange introduit initialement dans le bouilleur est de 100 kmoles et on se propose de déterminer la solution la plus rentable économiquement pour 2 conditions opératoires.

3.1. Bilan matière sur la colonne

En adaptant les notations suivantes :

D: nombre de moles du distillat

B: nombre de moles dans le bouilleur

X_p : titre molaire instantané en benzène dans le distillat

X_D titre molaire moyen en benzène dans le distillat

X_B : titre molaire instantané en benzène dans le bouilleur

indice i : état initial

indice f: état final

3.1.1. Exprimer le bilan matière sur la colonne pour établir la relation permettant d'accéder au titre moyen du distillat X_D .

3.1.2. Exprimer le bilan différentiel pour établir la relation de Rayleigh.

3.2. Distillation discontinue à reflux constant (x_D variable)

La colonne utilisée est constituée d'un bouilleur et de 4 plateaux réels soit $N=5$ étages de partage présentant une efficacité de 100 %. Le taux de reflux est fixé à $R = 4$ au cours de la séparation.

3.2.1. Déterminer à l'aide de la figure 1, les couples X_D et X_B obtenus au cours du temps. Compléter son tableau A.

3.2.2. A l'aide de la figure 2, déterminer le rapport $\ln B_i - q$, lorsque l'on cesse la distillation pour $X_B = 0,1$.

a-Expliquer votre démarche. Remplir le tableau B1.

b-En déduire les valeurs DF, BF et XD

3.2.3. Etude énergétique de la séparation à reflux constant

- Etablir l'expression générale donnant la chaleur fournie au bouilleur en fonction de ΔH_{vap} , R et D . On négligera l'énergie nécessaire pour élever le mélange à la température de bulle.
- Avec R constant, et si ΔH_{vap} est considéré comme constante au cours de l'opération, et à l'aide des données, calculer :
 - le nombre de moles vaporisées : V_1 . Commenter.
 - la chaleur fournie au bouilleur Q_{B1} en MJ.
- A partir de la relation de Rayleigh il est possible de déterminer le temps « t_1 » nécessaire pour effectuer cette opération à reflux constant que l'on calculera sachant que :

$$t_1 = (R + 1) \frac{B_i(e^q - 1)}{V e^q} \quad \text{avec} \quad R : \text{taux de reflux}$$

B_i : nombre de moles dans le mélange initial

$$q = \ln \frac{B_i}{B_f}$$

V : débit de vapeur de la colonne fixé à 75 kmol/h

- Calculer la puissance P_1 à fournir au bouilleur en KW

3.3. Distillation discontinue à reflux variable (x_D constant)

A partir du même mélange initial (équimolaire de 100 kmol) on se propose de maintenir le titre en distillat constant $x_D = 0,9$ en faisant varier le taux de reflux au cours de la séparation.

Dans ce cas on utilise une colonne comprenant 1 bouilleur et 6 plateaux réels, soit $N = 7$ plateaux d'échange de rendement 100 %.

3.3.1. Détermination des valeurs extrêmes des reflux R_i et R_f

- Comment peut-on fixer le taux de reflux initial R_i .
- On augmentera le reflux jusqu'à une valeur R_f pour laquelle le titre du bouilleur aura atteint $x_{Bf} = 0,1$.
 - Pour ces conditions de fin de distillation ($x_D = 0,9$ et $x_{Bf} = 0,1$) calculer le taux de reflux minimum $R_{\text{min}f}$. La valeur de y_{Bf} est obtenue graphiquement.
 - Vérifier si pour $R_f = 1,5.R_{\text{min}f}$, la colonne utilisée est capable d'atteindre la séparation souhaitée à l'aide de la figure 3. Expliquer et conclure.

3.3.2. Détermination du volume de la recette D en fonction de R .

- Etablir l'expression donnant le nombre de moles D recueilli au distillat en fonction de B_i , x_{B1} , x_B et x_D .

3.2.3. Étude énergétique de la séparation à reflux constant

a - Etablir l'expression générale donnant la chaleur fournie au bouilleur fonction de AH_{vap} , R et D . On négligera l'énergie nécessaire pour élever le mélange à la température de bulle.

b-Avec R constant, et, si AH_{vap} est considéré comme constante au cours de l'opération, et à l'aide des données, calculer:

- le nombre de moles vaporisées : $V1$. Commenter.

- la chaleur fournie au bouilleur Q_B , en MJ.

c - A partir de la relation de Rayleigh il est possible de déterminer le temps « t » nécessaire pour effectuer cette opération à reflux constant que l'on calculera sachant que :

$$t1 = (R+ 1) B (e-1) V.e9 \text{ avec}$$

R : taux de reflux

B : nombre de moles dans le mélange initial

$$q = \ln/B1 Bf$$

V : débit de vapeur de la colonne fixé à 75 kmol/h

d - Calculer la puissance $P1$ à fournir au bouilleur en KW

3.3. Distillation discontinue à reflux variable (x_p constant)

A partir du même mélange initial (équimolaire de 100 kmoles) on se propose de maintenir le titre en distillat constant $x_p = 0,9$ en faisant varier le taux de reflux au cours de la séparation.

Dans ce cas on utilise une colonne comprenant 1 bouilleur et 6 plateaux réels, soit $N = 7$ plateaux d'échange de rendement 100 %.

3.3.1. Détermination des valeurs extrêmes des reflux R_i et R_f .

a- Comment peut-on fixer le taux de reflux initial $R1$.

b- On augmentera le reflux jusqu'à une valeur R_f pour laquelle le titre du bouilleur aura atteint $X_B = 0,1$.

- Pour ces conditions de fin de distillation ($x_p = 0,9$ et $X_R = 0,1$) calculer le taux de reflux minimum R_{minf} . La valeur de Y_{BF} est obtenue graphiquement.

- Vérifier si pour $R_f = 1,5.R_{minf}$, la colonne utilisée est capable d'atteindre la séparation souhaitée à l'aide de la figure 3. Expliquer et conclure.

3.3.2. Détermination du volume de la recette D en fonction de R .

a - Etablir l'expression donnant le nombre de moles D recueilli au distillat en fonction de B_i , X_{Bi} , X_B et X_D .

b- A l'aide des figures 3 et 4, déterminer x_B pour les différents taux de reflux. Compléter les tableaux C_1 et C_2 .

3.3. Etude énergétique de la séparation à reflux variable

a- Donner l'expression de la chaleur fournie au bouilleur Q_B lorsque R et D varient.

b- A l'aide de la figure 5, estimer le nombre de moles vaporisées : V_2 . Remplir le tableau D et expliquer votre démarche. Conclure sur la valeur obtenue compte tenu du nombre de moles de benzène au départ dans le bouilleur.

c- Calculer la chaleur fournie au bouilleur Q_{B2} avec ΔH_{vap} considérée constante au cours de l'opération.

d- Calcul de la valeur moyenne $\overline{Q_{B2}}$

- A l'aide de la figure 2 estimer $q_2 = \ln \frac{B_i}{B_f}$. Remplir le tableau B_2 et déduire les valeurs B_f et D_f .

- Donner l'expression conduisant à $\overline{Q_{B2}}$ pour $R = \overline{R}$.

- Expliquer comment vous évaluer le reflux moyen $\overline{R}$ à l'aide de la figure 5 et calculer $\overline{Q_{B2}}$.

e- A partir de la relation de Rayleigh il est possible de déterminer le temps « t_2 » nécessaire pour effectuer cette opération à reflux variable :

$$t_2 = \frac{B_i(x_D - x_{B_i})}{V} \int_{x_{B_f}}^{x_{B_i}} \left[\frac{1}{(1 - L/V)(x_D - x_B)^2} \right] dx_B$$

V : débit de vapeur dans la colonne fixé à 75 kmol/h

L : débit de liquide dans la vapeur

A l'aide de la figure 6 calculer le temps t_2 . Remplir le tableau E .

f- Calculer la puissance P_2 à fournir au bouilleur en KW.

3.4. Pour les 2 conditions retenues, remplir le tableau F .

Comparer les valeurs et donner vos conclusions sous le tableau F .

Données : ΔH_{vap} du benzène pur : 30770 KJ/Kmol

ΔH_{vap} du toluène pur : 31198 KJ/Kmol

b- À l'aide des figures 3 et 4, déterminer X_B pour les différents taux de reflux. Compléter les tableaux C1 et C2.

3.3.3. Étude énergétique de la séparation à reflux variable

a- Donner l'expression de la chaleur fournie au bouilleur Q_B lorsque R et D varient.

b- A l'aide de la figure 5, estimer le nombre de moles vaporisées : V_2 . Remplir le tableau D et expliquer votre démarche. Conclure sur la valeur obtenue compte tenu du nombre de moles de benzène au départ dans le bouilleur.

c- Calculer la chaleur fournie au bouilleur Q_{12} avec AH_{vap} considérée constante au cours de l'opération.

d- Calcul de la valeur moyenne Q_{B2}

- A l'aide de la figure 2 estimer $q_2 = \ln B$: B_f Remplir le tableau B2 et déduire les valeurs B_f et D_f .

- Donner l'expression conduisant à Q_{B2} pour $R = R$

- Expliquer comment vous évaluer le reflux moyen R à l'aide de la figure 5 et calculer Q_{B2}

e- A partir de la relation de Rayleigh il est possible de déterminer le temps « t » nécessaire pour effectuer cette opération à reflux variable:.....

V : débit de vapeur dans la colonne fixé à 75 kmol/h

L : débit de liquide dans la vapeur

A l'aide de la figure 6 calculer le temps t_2 . Remplir le tableau E. f- Calculer la puissance P_2 à fournir au bouilleur en KW.

3.4. Pour les 2 conditions retenues, remplir le tableau F. Comparer les valeurs et donner vos conclusions sous le tableau F.

Données: AH_{vap} du benzène pur: 30770 KJ/Kmol

AH_{vap} du toluène pur: 31198 KJ/Kmol

*Tableau F : Distillation discontinue du mélange benzène-toluène à $P = 101,3 \text{ kPa}$.
Comparaison des 2 modes opératoires.*

Paramètres	Distillation à R constant	Distillation à R variable
Nombres d'étages N	5	7
B_i (kmoles)	100	100
x_{Bi}	0,5	0,5
D_F (kmoles)		
x_{Df}	$\bar{x}_D =$	$x_D = 0,9$
B_F		
x_{Bf}		
Reflux	$R = 4$	$\bar{R} =$
Nombre de moles vaporisées	$V_1 =$	$V_2 =$
Q_B [MJ]	$Q_{B1} =$	$Q_{B2} =$
t (h)	$t_1 =$	$t_2 =$
P [KW]	$P_1 =$	$P_2 =$

Commentaires – conclusions

Tableau F: Distillation discontinue du mélange benzène-toluène à $P = 101,3 \text{ kPa}$,
Comparaison des 2 modes opératoires.

Paramètres.....

Distillation à R constant.....

Distillation à R variable.....

Commentaires - conclusions

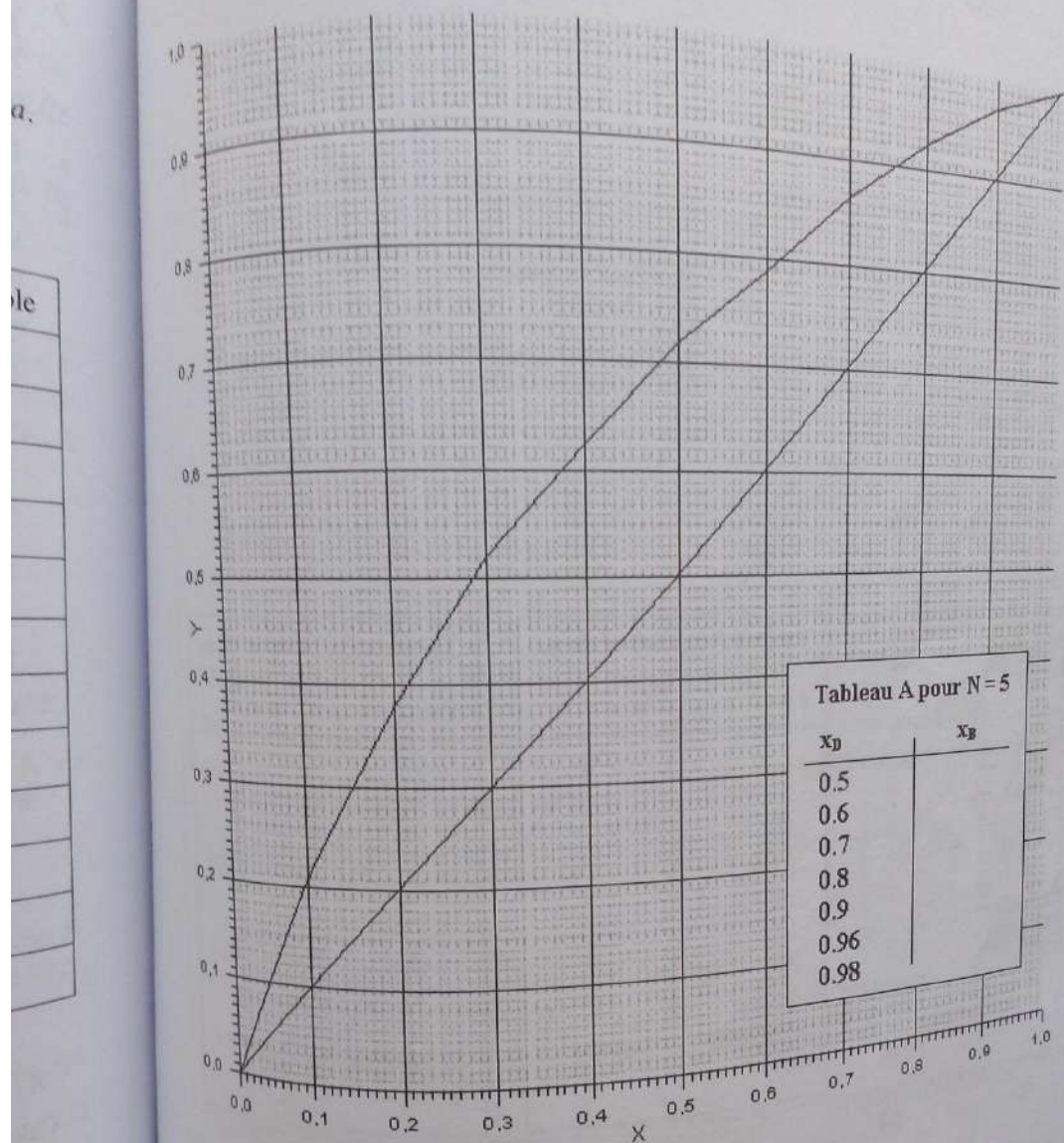


Figure 1 : Distillation discontinue à reflux constant : $R = 4$
 Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange benzène-toluène
 x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide
 y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur

Tableau A pour $N=5$

Figure 1: Distillation discontinue à reflux constant: $R=4$

Courbe d'équilibre liquide-vapeur du mélange benzène-toluène

x : titre molaire de l'azote dans la phase liquide

y : titre molaire de l'azote dans la phase vapeur



Détermination graphique de $\ln (B_i/B_f) = q$

II - Reflux variable ($x_D=0.9$) : $q_2 =$

Surface unitaire = 0.05

Tableau B1: Calcul de q_1

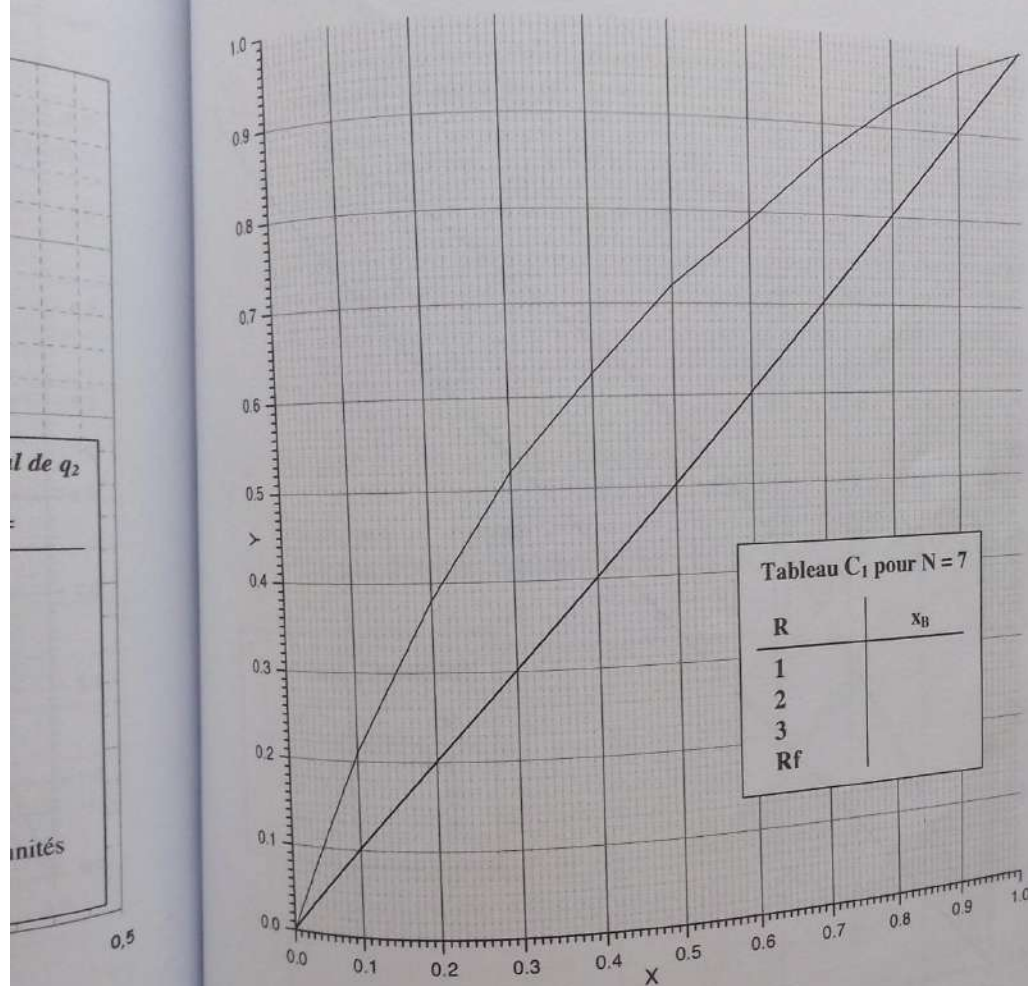
Tableau B2: Calcul de q

Figure 2: Distillation discontinue du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$

Détermination graphique de $\ln(B_i/B) = q$

I- Reflux constant: $R=4$: $q_1=$

II- Reflux variable ($x_p=0.9$): $q_2=$



101.3 kPa

Figure 3 : Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0,9$)
 Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P = 101,3$ kPa

x : titre molaire du benzène dans la phase liquide

y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

Tableau C1 pour $N = 7$

Figure 3: Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0,9$)

Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$

x : titre molaire du benzène dans la phase liquide

y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

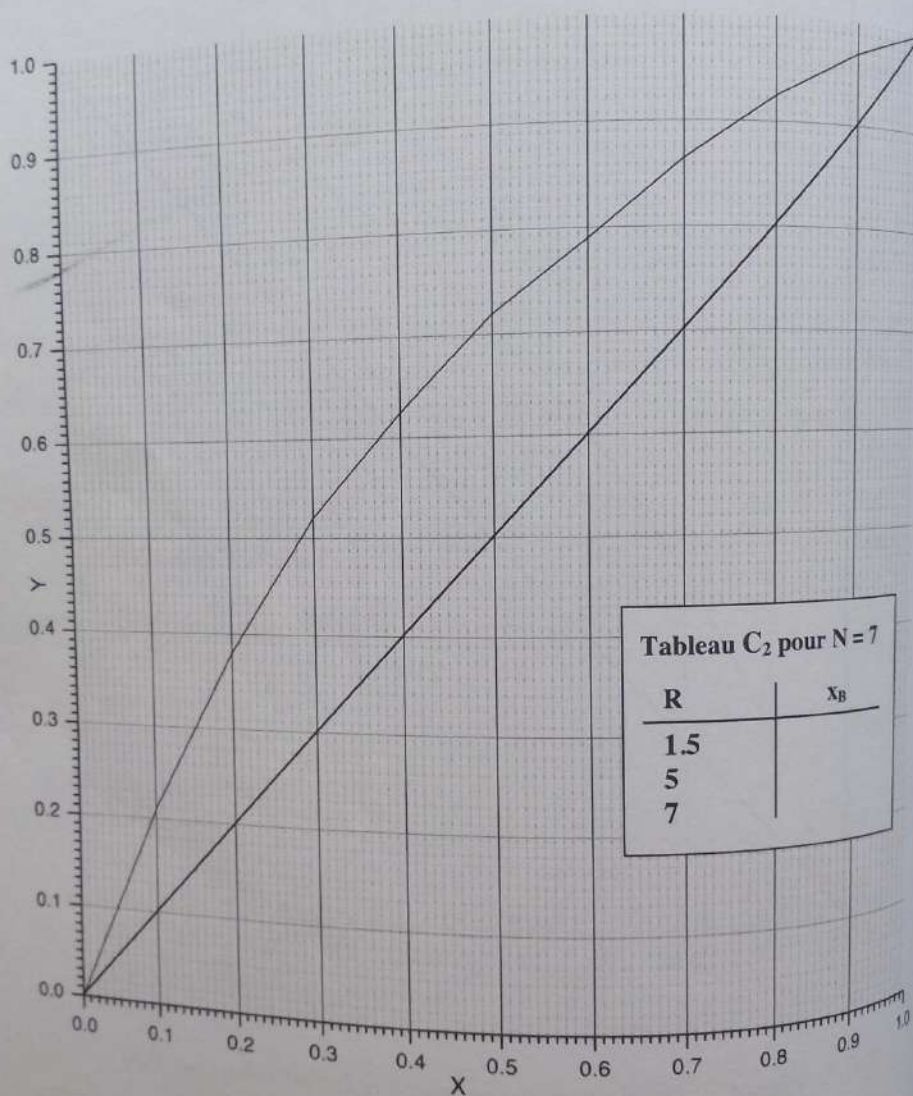


Figure 4 : Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0,9$)
 Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P = 101,3 \text{ kPa}$

x : titre molaire du benzène dans la phase liquide
 y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

Tableau C2 pour N=7

Figure 4: Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0,9$)

Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$

x: titre molaire du benzène dans la phase liquide

y: titre molaire du benzène dans la phase vapeur

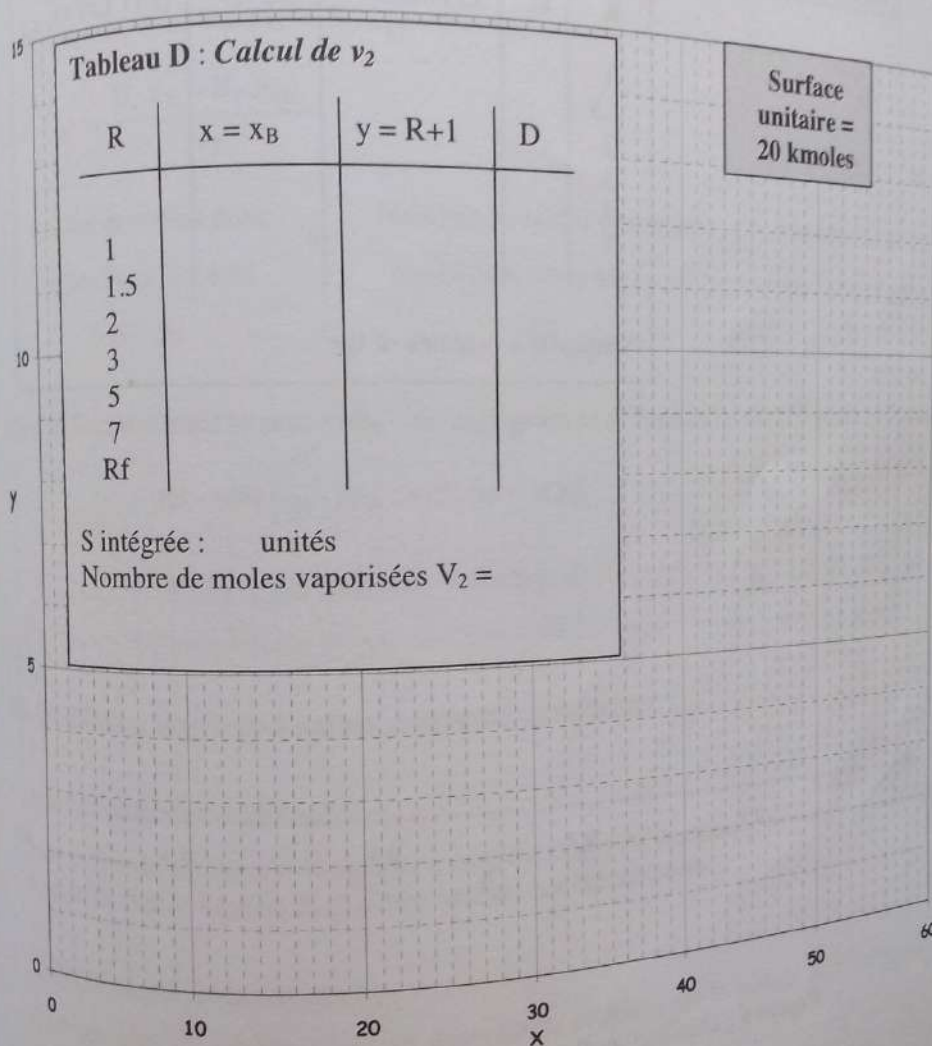


Figure 5 : Distillation discontinue du mélange Benzène-Toluène
à $P = 101.3 \text{ kPa}$ à reflux variable
Détermination du nombre de moles vaporisées v par intégration graphique

Tableau D: Calcul de v_2

Surface unitaire = 20 kmoles.....

S intégrée : unités.....

Nombre de moles vaporisées V_2 =.....

Figure 5: Distillation discontinue du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3$ kPa à reflux variable

Détermination du nombre de moles vaporisées v par intégration graphique

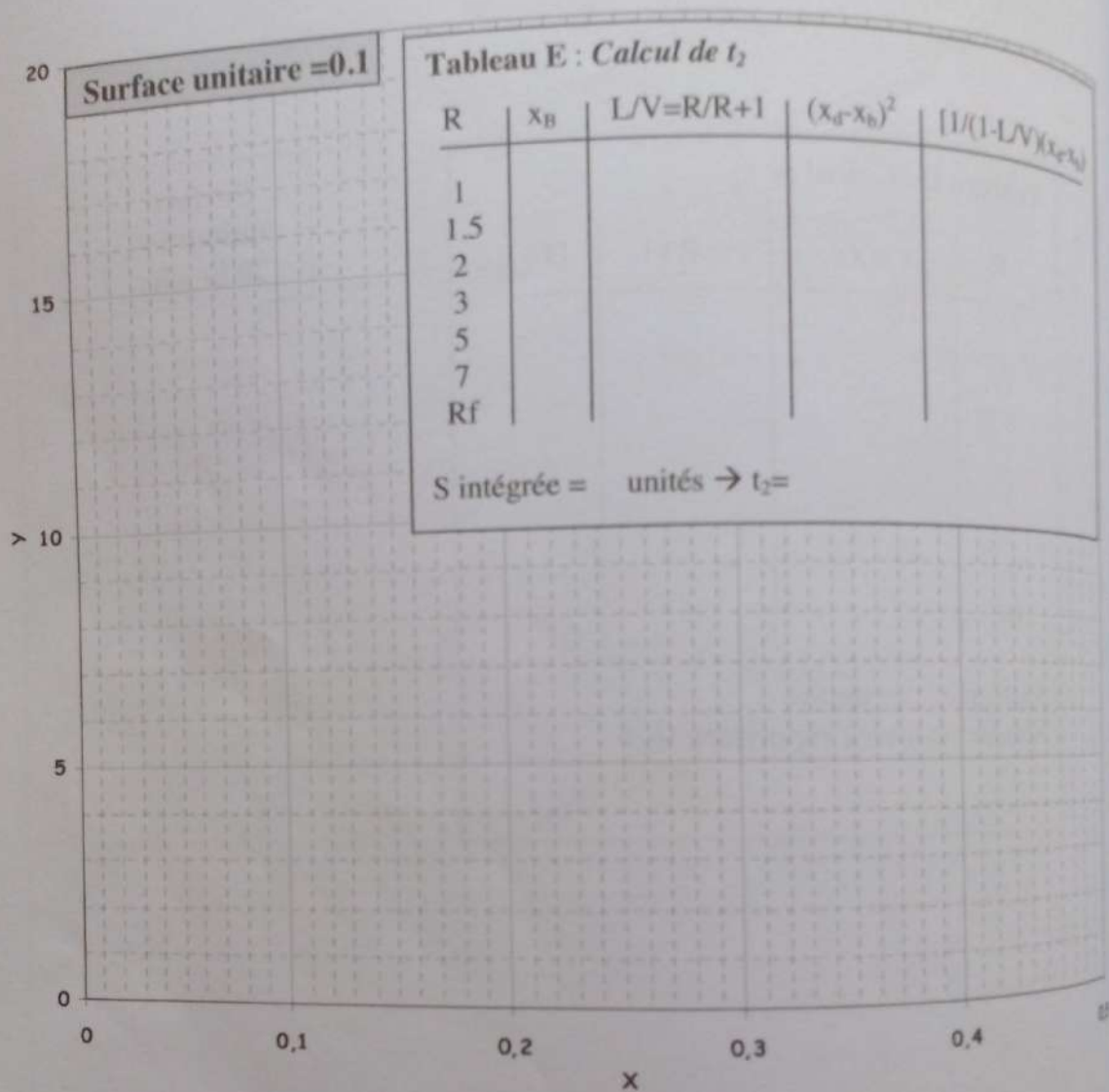


Figure 6 : Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0.9$)
 du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$
 Détermination graphique du temps de distillation pour $V = 75 \text{ kmol/h}$

Surface unitaire $\approx 0.1 \dots$

Figure 6: Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0,9$) du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$

Détermination graphique du temps de distillation pour $V = 75 \text{ kmol/h}$

SOLUTION EXERCICE 3

213

3.1. Bilan matière sur la colonne

$$D_F = B_i - B_F \rightarrow D_F \cdot \bar{x}_D = B_i \cdot x_{B_i} - B_F \cdot x_{B_F}$$

$$\bar{x}_D = \frac{B_i \cdot x_{B_i} - B_F \cdot x_{B_F}}{D_F}$$

Nombre de moles dans le bouilleur à $t + dt$	+	Nombre de moles recueillies au distillat entre t et $t + dt$	=	Nombre de moles dans le bouilleur à t
$B - dB$	+	dB	=	B

Bilan sur le constituant le plus volatil en négligeant la différentielle de 2^{ème} ordre : $dB \cdot dx_B$

$$(B - dB)(x_B - dx_B) + dB \cdot x_D = B \cdot x_B$$

$$B \cdot dx_B = (x_D - x_B) dB \rightarrow \text{relation de Rayleigh } \ln \left(\frac{B_i}{B_F} \right) = \int_f^i \frac{dx_B}{x_D - x_B}$$

3.2. Distillation continue à reflux constant (x_D variable)

* Voir la figure 1 et le tableau A

Pour éviter de surcharger la figure, 3 conditions ont été retenues : $x_D = 0,5$ / $x_D = 0,7$ et $x_D = 0,98$. Sur le tableau A d'autres valeurs ont été reportées.

* Voir la figure 2 et le tableau B₁

On trace $1/x_D - x_B = f(x_B)$ à partir des valeurs obtenues sur le tableau A. L'intégration est menée entre $x_i = 0,5$ et $x_F = 0,1$

$$\ln \frac{B_i}{B_F} = 0,7 \Rightarrow \frac{B_i}{B_F} = 2,01$$

$$\text{Comme } D_F = B_i - B_F = \left(B_i - \frac{B_i}{2,01} \right) = 50,25 \text{ kmol} \Rightarrow B_F = 49,75 \text{ kmol}$$

A l'aide du bilan de la 1^{ère} question : $\bar{x}_D = 0,896$

SOLUTION EXERCICE 3

3.1. Bilan matière sur la colonne

* $DF = \dots\dots$

* Nombre de moles dans le bouilleur à $t + \dots$

Nombre de moles recueillies au distillat entre t et $t + dt \dots\dots$

Nombre de moles le bouilleur à $t + td \dots\dots$

Bilan sur le constituant le plus volatil en négligeant la différentielle de 2ème ordre : $dB \cdot dx_B$

$$(B - dB)(X_B - dx_B) + dB \cdot X_D = B \cdot X_B$$

$$B \cdot dx_B = (X_D - X_B) dB \rightarrow \text{relation de Rayleigh Ln} \dots\dots$$

3.2. Distillation continue à reflux constant (X_D variable)

* Voir la figure 1 et le tableau A

Pour éviter de surcharger la figure, 3 conditions ont été retenues : $X_D = 0,5$, $x_D = 0,7$ et $X_D = 0,98$. Sur le tableau A d'autres valeurs ont été reportées.

* Voir la figure 2 et le tableau B1

On trace $1/X_D \cdot X_B = f(X_B)$ à partir des valeurs obtenues sur le tableau A. L'intégration est menée entre $x_B = 0,5$ et $X_F = 0,1 \dots\dots$

Comme $D = B_1 - B_F = \dots\dots$

A l'aide du bilan de la 1ère question: $X_D = 0,896$

$$\left. \begin{array}{l} * dQ_B = \Delta H_{vap} \times dV \\ V = L + D \\ R = \frac{L}{D} \end{array} \right\} V = (R + 1) D \quad \left. \begin{array}{l} Q_B = \int \Delta H_{vap} (R + 1) dD \\ \text{Si } R = \text{cte et } \Delta H_{vap} = \text{cte} \Rightarrow Q_B = \Delta H_{vap} (R + 1) \int_1^F dD \end{array} \right\}$$

$$\text{Si } D_1 = V \quad Q_B = \Delta H_{vap} (R + 1) D_F$$

$$V_1 = (R + 1) D_F = 249 \text{ kmol}$$

En admettant que la vapeur soit uniquement constituée de benzène au niveau du bouilleur tout au long de l'opération, chaque mole est donc vaporisée 5 fois, puisque l'on récupère seulement 50,25 kmol au distillat.

La chaleur fournie au bouilleur dépend de l'enthalpie du mélange équiolaire. On admet

$$\overline{\Delta H_V} = \frac{\Delta H_1 + \Delta H_2}{2}, \text{ soit } \Delta H_V = 30984 \text{ kJ/kmol.}$$

$$\text{Puisque } V_1 = 249 \text{ kmol} \Rightarrow Q_{B1} = \Delta H_V \cdot V_1 = 7715 \text{ MJ}$$

L'expression de t_1 proposée dans les ouvrages spécialisés conduit à $t_1 = 12100 \text{ s} = 3 \text{ h } 20$.

La puissance P_1 à fournir au bouilleur est donc

$$P_1 = \frac{Q_{B1}}{t_1} = 637 \text{ kW}$$

3.3. Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = \text{constant}$)

* R_i ne doit pas être inférieur à une valeur estimée par la pente de la droite opératoire pour $R = R_{min}$

$$R_{min} = \frac{x_D - y_B}{y_B - x_B} = R_i$$

$$\text{Pente pour } R_{min} : \frac{R_{min}}{R_{min} + 1} = \frac{x_D - y_D}{x_D - x_B} = 0,45$$

Intersection de la droite opératoire avec la courbe d'équilibre avec

$$x_B = 0,5 \text{ et } y_B = 0,72 \Rightarrow R_i = 0,8$$

$$R_F = 1,5 R_{min} \text{ avec } x_D = 0,9 \text{ et } x_B = 0,1$$

$$\text{pour } x_B = 0,1 \rightarrow y_B = 0,2$$

$$R_{min_F} = 7 \Rightarrow R_F = 10,5$$

$$* dQ_B = A H_{vap} \times dV \dots\dots$$

En admettant que la vapeur soit uniquement constituée de benzène au niveau du bouille tout au niveau tout au long de l'opération, chaque mole est donc vaporisée 5 fois, puisque l'on récupère seulement 50,25 kmol au distillat.

La chaleur fournie au bouilleur dépend de l'enthalpie du mélange équiolaire. On admet $AH_Y = AH_1 + 2AH_2$, soit $AH_Y = 30984 \text{ kJ/kmol}$.

Puisque $V_1 = 249 \text{ kmol} \Rightarrow Q_{B1} = A H_Y \cdot V_1 = 7715 \text{ MJ}$

L'expression de t_1 proposée dans les ouvrages spécialisés conduit à $t_1 = 12100 \text{ s} = 3 \text{ h } 20$.

La puissance P , à fournir au bouilleur est donc $P_1 = Q_{B1}/t_1 = 637 \text{ kW}$

3.3. Distillation discontinue à reflux variable ($x_p = \text{constant}$)

* R , ne doit pas être inférieure à une valeur estimée par la pente de la droite opératoire pour

$R = R_{\min}$

$R_{\min} = \dots\dots\dots$

Pente pour $R_{\min} : \dots\dots\dots$

Intersection de la droite opératoire avec la courbe d'équilibre avec

$X_B = 0,5$ et $y_B = 0,72 \Rightarrow R_1 = 0,8$

$R_p = 1,5 R_{\min}$ avec $X_D = 0,9$ et $x_B = 0,1$

pour $X_B = 0,1 \rightarrow Y_B = 0,2$

$R_{\min} = 7 \Rightarrow R_p = 10,5$

$$\left. \begin{array}{l} \text{Si } R_F = 10,5 \rightarrow \frac{R_F}{R_F + 1} = 0,913 \\ \text{avec } (x_D, x_D) = (0,9/0,9) \end{array} \right\} \begin{array}{l} \text{pour } N = 7 \\ \text{Figure 3} \end{array}$$

$x_B = 0,095 < 0,1$
la colonne permet donc
d'atteindre la valeur $x_D = 0,1$

Le volume de la recette D est calculée à l'aide de $D = B_i \left(\frac{x_{B_i} - x_B}{x_D - x_B} \right)$ qui dépend du
titre x_B .

Les valeurs de x_B qui sont liées au taux de reflux sont reportées sur les tableaux C₁ et
C₂ des figures 3 et 4.

• Chaleur fournie au bouilleur

$$\left. \begin{array}{l} dQ_B = \Delta H_{\text{vap}} \cdot dV \\ V = (R + 1) D \end{array} \right\} \xrightarrow{\Delta H_{\text{vap}} = \text{cte}} Q_B = \Delta H_{\text{vap}} \int_{D=D_{\min}}^{D=D_{\max}} (R + 1) dD$$

La figure 5 après intégration entre $D_{\min} = 0$ kmol et $D_{\max} = 50,31$ kmol conduit à $V_2 =$
155 kmol. Chaque mole de benzène est vaporisée 3 fois.

La chaleur fournie au bouilleur est obtenue par

$$Q_{B_2} = \overline{\Delta H}_{\text{vap}} \cdot V_2 = 4802 \text{ MJ}$$

La figure 2 après intégration graphique conduit à $\ln \frac{B_i}{B_F} = 0,685$

$$\text{soit } B_F = 50,25 \text{ kmol} \quad \text{et} \quad D_F = 49,75 \text{ kmol}$$

La figure 5 pour $S_1 = S_2$ donne $\bar{R} + 1 = 3,3$ } $\bar{Q}_{B_2} = \overline{\Delta H}_{\text{vap}} (\bar{R} + 1) D_F = 5070,4 \text{ MJ}$
puisque $D_F = 49,60$ kmol

La surface intégrée sur la figure 6 entre $x_B = 0,1$ et $x_B = 0,5$ conduit à 4 unités. Pour
 $V = 75$ kmol/h, $x_D = 0,9$, $B_i = 100$ kmol, $x_{B_i} = 0,5$ on obtient :

$$t_2 = 7680 \text{ s} = 2 \text{ h } 08$$

La puissance P_2 à fournir au bouilleur est alors

$$P_2 = \frac{Q_2}{t_2} = 625 \text{ kW}$$

Si $R_F = 0,913 R_F + 1$ Si $R_p = 10,5 \rightarrow$ avec $(X_D, X_D) = (0,9/0,9)/$ pour $N = 7$ Figure 3

$X_B = 0,095 < 0,1$ la colonne permet donc d'atteindre la valeur $x_p = 0,1$

Le volume de la recette D est calculée à l'aide de $D = B_i \dots$ qui dépend du titre X_B .

Les valeurs de X_B qui sont liées au taux de reflux sont reportées sur les tableaux C1 et C2 des figures 3 et 4.

* Chaleur fournie au bouilleur $dQ_B = A H_{vap} . dV \dots$

La figure 5 après intégration entre $D_{min} = 0$ kmol et $D_{max} = 50,31$ kmol conduit à $V_2 = 155$ kmol. Chaque mole de benzène est vaporisée 3 fois.

La chaleur fournie au bouilleur est obtenue par $Q_{B2} = A H_{vap} . V_2 = 4802$ MJ

La figure 2 après intégration graphique conduit à $\ln \dots$
soit.....

La figure 5 pour $S_1 = S_2$ donne $R + 1 = 3,3$ puisque $DF = 49,60$ kmol.....

La surface intégrée sur la figure 6 entre $X_B = 0,1$ et $X_B = 0,5$ conduit à 4 unités. Pour
 $V = 75$ kmol/h, $X_D = 0,9$, $B_i = 100$ kmol, X_B ;

$t_2 = 7680$ s = 2h 08

= 0,5 on obtient :

La puissance P_2 à fournir au bouilleur est alors

$P_2 = Q_2 / t_2 = 625$ kW

3.4. Comparaison des 2 modes opératoires (tableau F)

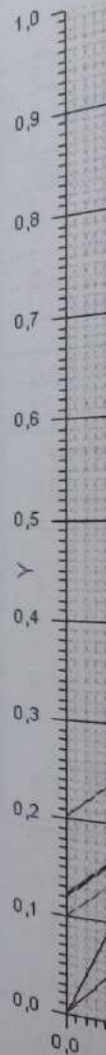
Paramètres	Distillation à R constant	Distillation à R variable
Nombres d'étages N	5	7
B_i (kmoles)	100	100
x_{Bi}	0,5	0,5
D_F (kmoles)	50,25	49,75
x_{Df}	$\bar{x}_D = 0,896$	$x_D = 0,9$
B_F (kmoles)	49,75	50,25
x_{Bf}	0,1	0,095
Reflux	$R = 4$	$\bar{R} = 2,3$
Nombre de moles vaporisées	$V_1 = 249$	$V_2 = 155$
Q_B [MJ]	$Q_{B1} = 7715$	$Q_{B2} = 4802$
t (h)	$t_1 = 3h20$	$t_2 = 2h08$
P [KW]	$P_1 = 637$	$P_2 = 625$

Commentaires – conclusions

Les conditions retenues permettent dans chaque cas d'obtenir des titres et des volumes des constituants séparés très proches.

En revanche le fonctionnement à reflux variable conduit à une consommation énergétique plus faible $Q_{B2} \approx 0,6 \cdot Q_{B1}$, un temps de traitement diminué $t_2 \approx 2/3 t_1$. La puissance installée est identique ($P_1 = 637$ et $P_2 = 625$ KW).

Le fonctionnement à reflux variable conduit en fait à limiter le nombre de moles vaporisées 155 kmoles au lieu de 249 kmoles mais nécessite d'utiliser une colonne plus performante : 7 plateaux au lieu de 5 plateaux.



3.4. Comparaison des 2 modes opératoires (tableau F)

Paramètres

Distillation à R constant

Distillation à R variable

Nombre de moles vaporisées

Commentaires - conclusions

Les conditions retenues permettent dans chaque cas d'obtenir des titres et des volumes des constituants séparés très proches.

En revanche le fonctionnement à reflux variable conduit à une consommation énergétique plus faible $Q_{B2} = 0,6.Q_B$, un temps de traitement diminué $\approx \frac{2}{3}$. La puissance installée est identique ($P_1 = 637$ et $P_2 = 625\text{KW}$).

Le fonctionnement à reflux variable conduit en fait à limiter le nombre de moles vaporisées 155 kmoles au lieu de 249 kmoles mais nécessite d'utiliser une colonne plus performante: 7 plateaux au lieu de 5 plateaux.

a R variable

0
5
75
0,9
5
5
2,3
55
802
08
25

titres et des

consommation
 $\approx 2/3 t_1$. La

ore de moles
 colonne plus

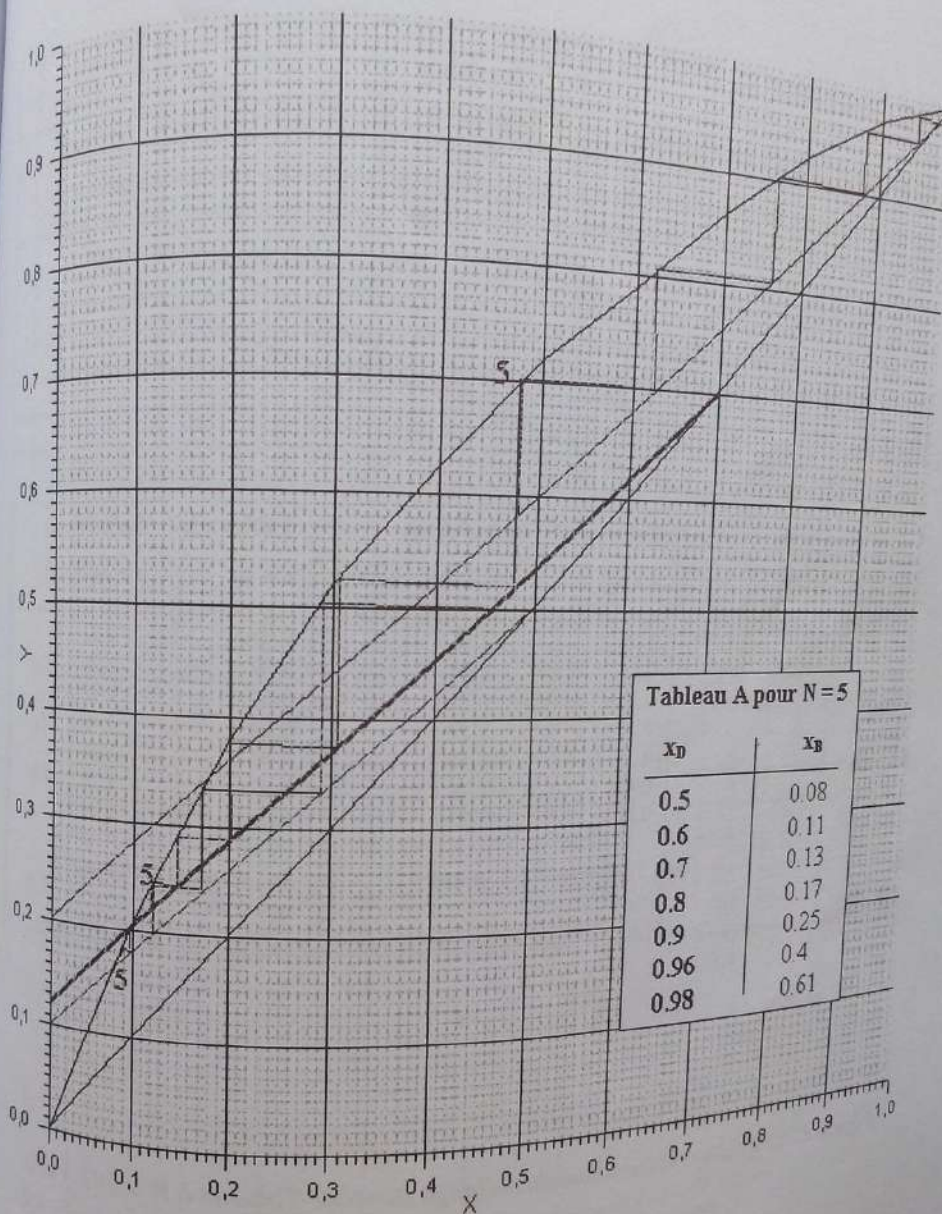


Figure 1 : Distillation discontinue à reflux constant : $R = 4$
 Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène
 x : titre molaire du benzène dans la phase liquide
 y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

Tableau A pour N=5

Figure 1: Distillation discontinue à reflux constant: $R=4$ Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène

x: titre molaire du benzène dans la phase liquide

y: titre molaire du benzène dans la phase vapeur

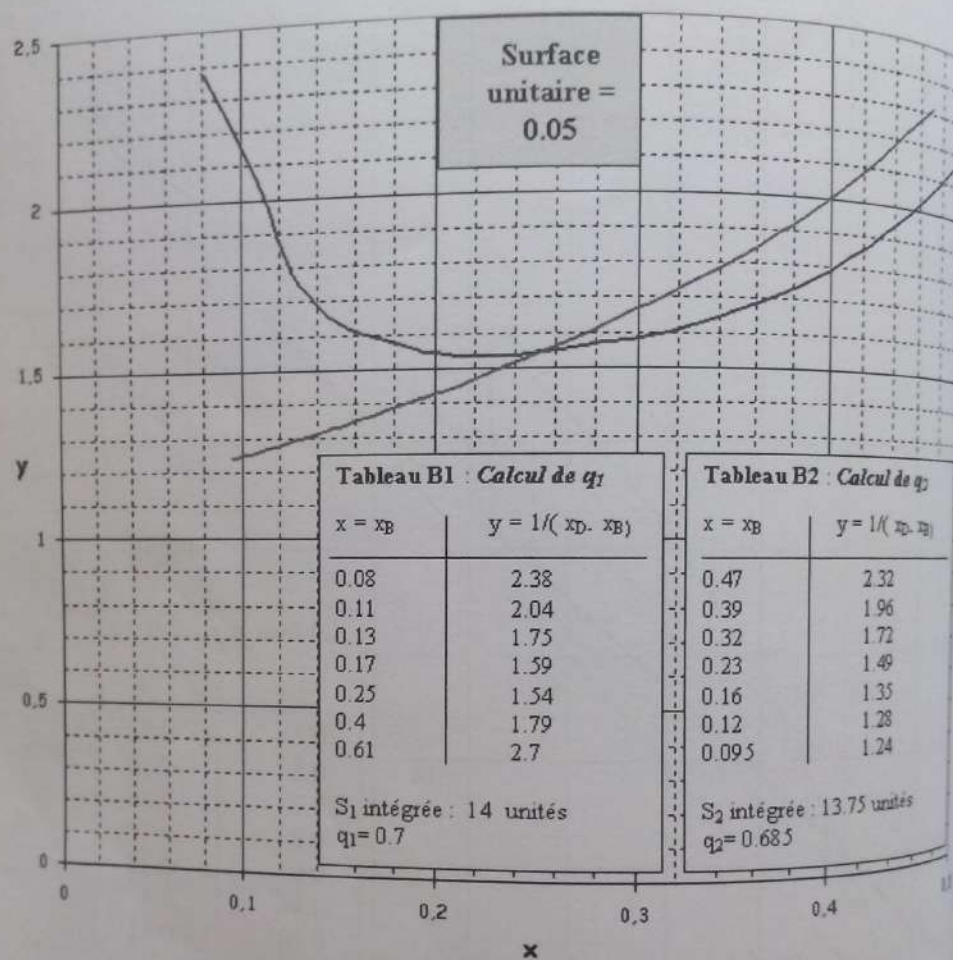


Figure 2 : Distillation discontinue du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$

Détermination graphique de $\ln(B_i/B_f) = q$

I. Reflux constant : $R = 4$: $q_1 = 0.7$

II. Reflux variable ($x_D = 0.9$) : $q_2 = 0.685$

Surface unitaire = 0.051

Tableau B1 Calcul de q Si intégrée: 14 unités

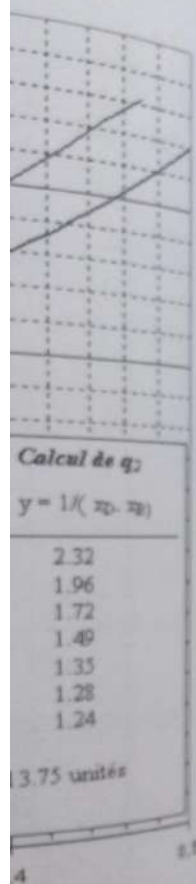
Tableau B2: Calcul de q S2 intégrée: 13.75 unités

Figure 2: Distillation discontinue du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$

Détermination graphique de $\ln(B_1/B_2) = q$

I. Reflux constant: $R=4$; $q_1=0.7$

II. Reflux variable ($x_D = 0.9$): $q_2= 0.685$



$P = 101.3 \text{ kPa}$

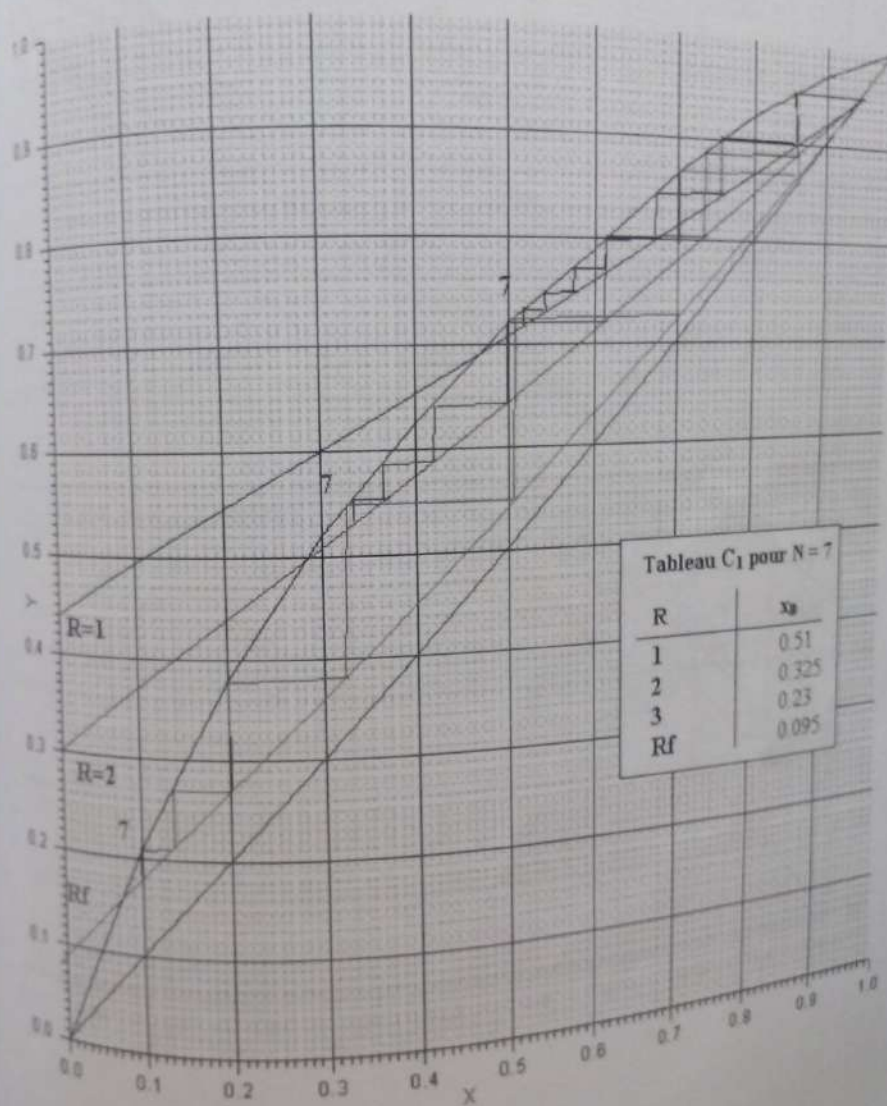


Figure 3 : Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0.9$)
 Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$
 x : titre molaire du benzène dans la phase liquide
 y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

Tableau Ci pour $N=7$

Figure 3: Distillation discontinue à reflux variable ($x_p=0.9$)

Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P=1013 \text{ kPa}$

x : titre molaire du benzène dans la phase liquide

y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

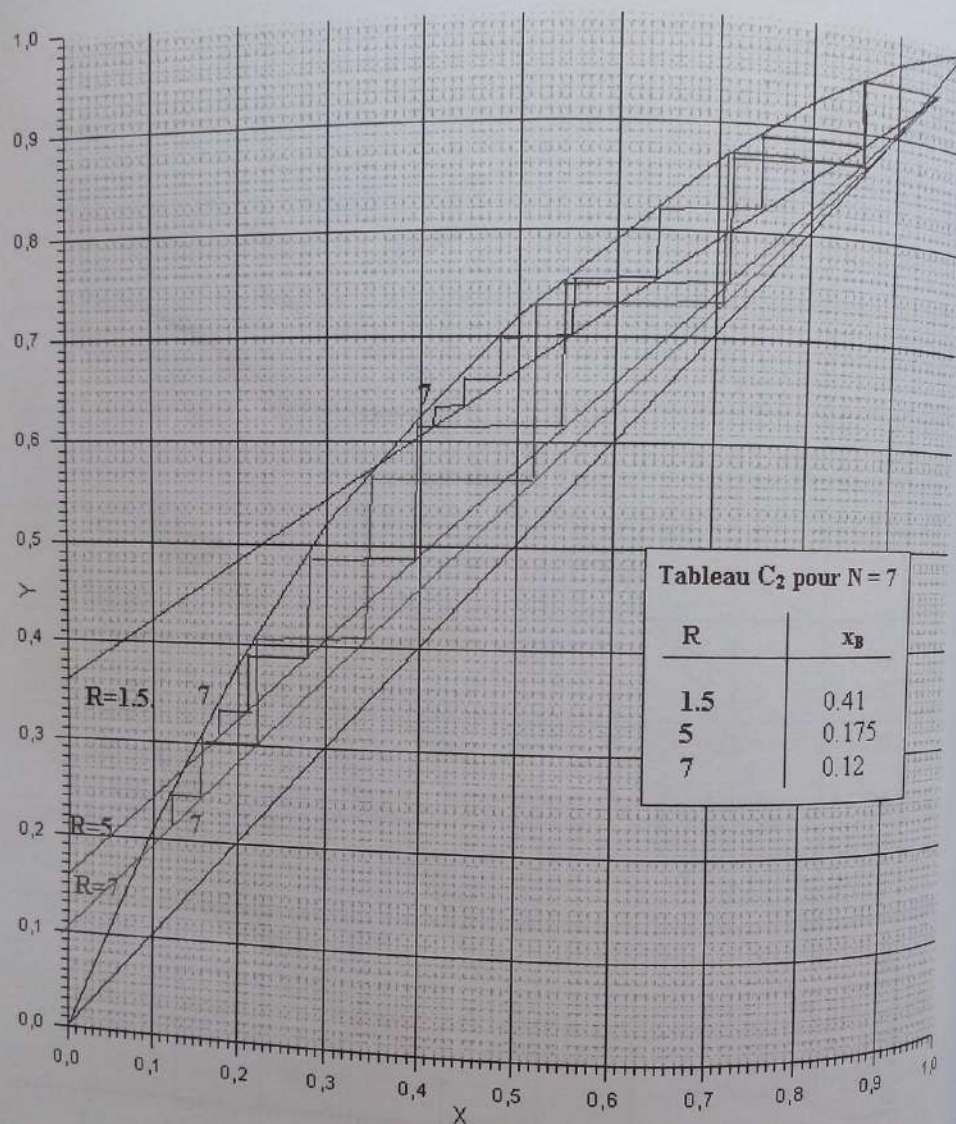


Figure 4 : Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0.9$)
 Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$
 x : titre molaire du benzène dans la phase liquide
 y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

Tableau C2 pour $N = 7$

Figure 4: Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0.9$)

Courbe d'équilibre Liquide-Vapeur du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3 \text{ kPa}$

x : titre molaire du benzène dans la phase liquide

y : titre molaire du benzène dans la phase vapeur

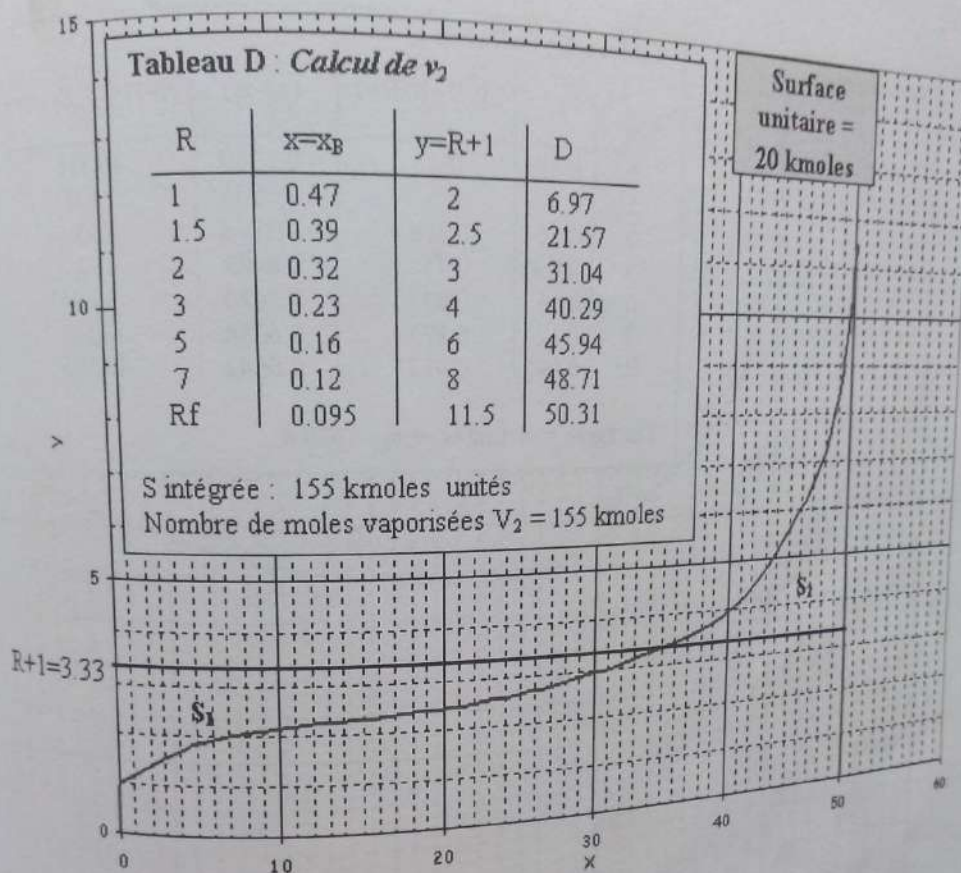


Figure 5 : Distillation discontinue du mélange Benzène-Toluène
 à $P = 101.3$ kPa à reflux variable
 Détermination du nombre de moles vaporisées v par intégration graphique

Tableau D: Calcul de v_y

S intégrée: 155 kmoles unités

Nombre de moles vaporisées $V_2 = 155$ kmoles

Figure 5: Distillation discontinue du mélange Benzène-Toluène

à $P = 101.3$ kPa à reflux variable

Détermination du nombre de moles vaporisées v par intégration graphique

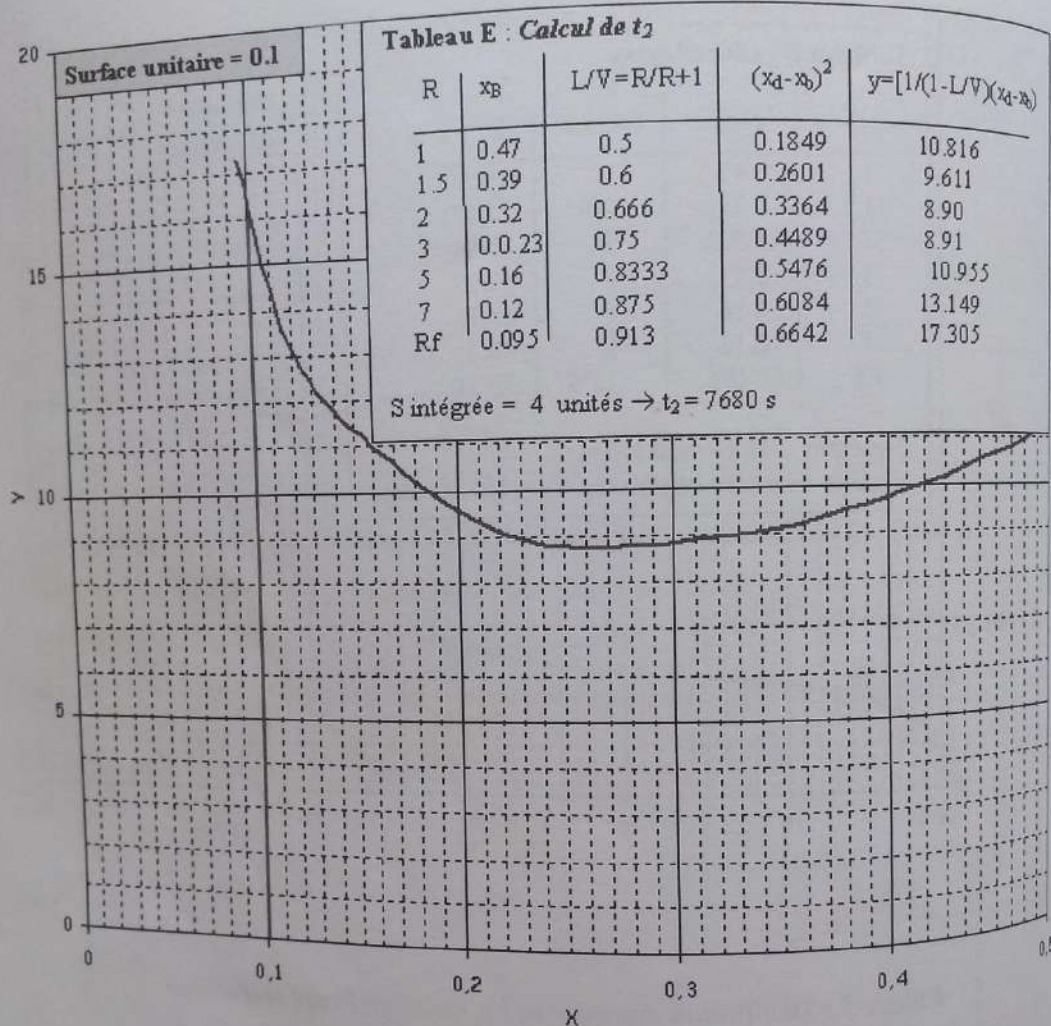


Figure 6 : Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0.9$)
du mélange Benzène-Toluène à $P = 101.3$ kPa
Détermination graphique du temps de distillation pour $V = 75$ kmol/h

Surface unitaire = 0.1

Tableau E Calcul de t_z

S intégrée 4 unités $\rightarrow t_2 = 7680$ s

Figure 6: Distillation discontinue à reflux variable ($x_D = 0.9$) du mélange Benzène-Toluène à
 $P = 101.3$ kPa

Détermination graphique du temps de distillation pour $V=75$ kmol/h

4- CALCUL DE LA HAUTEUR D'UNE COLONNE D'ABSORPTION A GARNISSAGE - COURS AU CHAPITRE IV ET V

On désire traiter $1000 \text{ Nm}^3/\text{h}$ d'un gaz de raffinerie à $y_0 = 3 \%$ en moles de H_2S . Ce gaz peut être considéré comme un mélange de H_2S et d'un hydrocarbure de masse moléculaire 51. La teneur en H_2S de ce mélange doit être ramenée à $y_s = 0,03 \%$. On dispose pour cela d'une colonne à garnissage et d'un solvant : une solution aqueuse de monoéthanolamine à $15,3 \%$ en poids. L'opération de séparation a lieu à 40°C sous 10^5 Pa . On souhaite déterminer la hauteur de garnissage nécessaire pour effectuer cette absorption. Le garnissage utilisé est constitué d'anneaux de Raschig de 51 mm de diamètre en céramique empilés en vrac.

Données physiques à 40°C et 10^5 Pa

Concentration du soluté H_2S à l'équilibre thermodynamique dans la phase gazeuse d'hydrocarbure (y en % mol) et la phase liquide aqueuse de monoéthanolamine à $15,3 \%$ (x en % mol)

x en % mol de H_2S	y en % mol de H_2S
0,643	0,132
1,06	0,395
1,35	0,658
1,855	1,315
2,85	3,95
3,34	6,58

Masse volumique du liquide

$$\rho_l : 0,996 \text{ g/cm}^3$$

Masse volumique du gaz

$$\rho_g = 1,97 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$$

Viscosité du liquide

$$\mu_l : 1,02 \text{ cPo (centipoise)}$$

Coefficient de diffusion de H_2S dans le liquide

$$D_l = 2 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$$

Coefficient de diffusion de H_2S dans le gaz

$$D_g = 0,09 \text{ cm}^2/\text{s}$$

4.1. Détermination des conditions d'écoulement des fluides

4.1.1. Bilan molaire de la colonne en régime permanent

- Que peut-on dire sur la valeur des débits molaires L_0 et L_s d'une part G_0 et G_s et d'autre part
- Exprimer le bilan molaire de la colonne et établir l'équation de la droite opératoire $y_{n-1} = f(x_n)$.

4- CALCUL DE LA HAUTEUR D'UNE COLONNE D'ABSORPTION À GARNISSAGE-COURS AU CHAPITRE IV ET V

On désire traiter $1000 \text{ Nm}^3/\text{h}$ d'un gaz de raffinerie à $y = 3 \%$ en moles de H_2S . Ce gaz peut être considéré comme un mélange de H_2S et d'un hydrocarbure de masse moléculaire 51. La teneur en H_2S de ce mélange doit être ramenée à $y = 0,03 \%$. On dispose pour cela d'une colonne à garnissage et d'un solvant : une solution aqueuse de monoéthanolamine à $15,3 \%$ en poids. L'opération de séparation a lieu à 40°C sous 10 Pa . On souhaite déterminer la hauteur de garnissage nécessaire pour effectuer cette absorption. Le garnissage utilisé est constitué d'anneaux de Raschig de 51 mm de diamètre en céramique empilés en vrac.

Données physiques à 40°C et 10 Pa

Concentration du soluté H_2S à l'équilibre thermodynamique dans la phase gazeuse d'hydrocarbure (y en % mol) et la phase liquide aqueuse de monoéthanolamine à $15,3 \%$ (x en % mol)

x en % mol de H_2S

y en % mol de H_2S

Masse volumique du liquide.....

Masse volumique du gaz.....

Viscosité du liquide.....

Coefficient de diffusion de H_2S dans le liquide $D = 2.10 \text{ cm}^2/\text{S}$

Coefficient de diffusion de H_2S dans le gaz $D_g = 0,09 \text{ cm}^2/\text{S}$

4.1. Détermination des conditions d'écoulement des fluides

4.1.1. Bilan molaire de la colonne en régime permanent

a - Que peut-on dire sur la valeur des débits molaires L_o et L_s d'une part G_o et G_s et d'autre part

b - Exprimer le bilan molaire de la colonne et établir l'équation de la droite opératoire

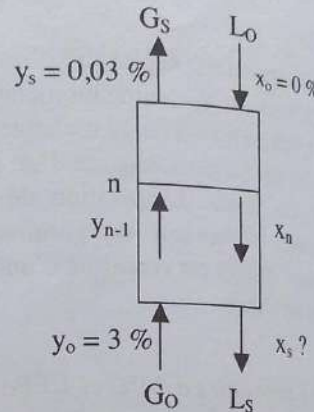
$Y_{n-1} = f(x_n)$.

*Nm³/h : normaux m³/h : c'est le débit volumique du gaz dans les conditions standard 10⁵Pa et 0°C = 273 K.

c - Déterminer graphiquement (figure 1) la valeur du taux de solvant molaire minimum :

$$\left(\frac{L}{G}\right)_{\min}$$

d - En adoptant un taux de solvant supérieur de 15 % au taux de solvant minimum, en déduire le rapport des débits molaires $(L/G)_{\text{mol}}$ et le titre de la phase aqueuse x_s après passage dans la colonne.



4.1.2. Calcul des débits

Après la correction de température pour le débit gazeux, et, la prise en compte des compositions chimiques du gaz et du liquide on obtient les valeurs des débits suivants :

$$G = 2259 \text{ kg/h} = 44742 \text{ mol/h} \quad L = 1198 \text{ kg/h}$$

En déduire le débit molaire de la phase liquide.

4.1.3. Calcul de la vitesse maximale du gaz U_M dans la colonne vide (figure 2)

La vitesse U_M est accessible à l'aide de l'abaque de Sherwood, Shipley et Holloway modifié par Eckert. Il permet de prévoir pour une valeur fixée de $x = \left(\frac{L}{G}\right)_{\text{mas}}$, la valeur de y qui dépend des propriétés physiques du fluide et des caractéristiques du garnissage :

$$y = \frac{U_M^2 a \psi}{g \varepsilon^3} \left(\frac{\rho_g}{\rho_l}\right) \mu_1^{0.2}$$

a - Calculer la valeur de $x = \left(\frac{L}{G}\right)_{\text{mas}} \sqrt{\frac{\rho_g}{\rho_l}}$

b - A l'aide de l'abaque, déterminer la valeur de y à la limite de l'engorgement et lorsque le garnissage est en vrac.

c - En déduire la vitesse maximale du gaz U_M dans la colonne vide.

* Nm³/h: normaux m³/h: c'est le débit volumique du gaz dans les conditions standard 10 Pa et 0°C = 273 K.

c - Déterminer graphiquement (figure 1) la valeur du taux de solvant molaire minimum:...

d - En adoptant un taux de solvant supérieur de 15 % au taux de solvant minimum, en déduire le rapport des débits molaires (L/G)mol et le titre de la phase aqueuse xs après passage dans la colonne.

4.1.2. Calcul des débits

Après la correction de température pour le débit gazeux, et, la prise en compte des compositions chimiques du gaz et du liquide on obtient les valeurs des débits suivants :

$$G = 2259 \text{ kg/h} = 44742 \text{ mol/h}$$

$$L = 1198 \text{ kg/h}$$

En déduire le débit molaire de la phase liquide.

4.1.3. Calcul de la vitesse maximale du gaz U_m dans la colonne vide (figure 2)

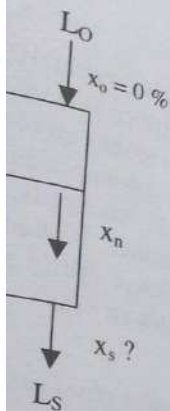
La vitesse U_m est accessible à l'aide de l'abaque de Sherwood, Shipley et Holloway modifié par Eckert. Il permet de prévoir pour une valeur fixée de $x = \dots\dots\dots$

valeur de y qui dépend des propriétés physiques du fluide et des caractéristiques du garnissage: $y = \dots\dots\dots$

a- Calculer la valeur de $x = \dots\dots\dots$

b- A l'aide de l'abaque, déterminer la valeur de y à la limite de l'engorgement et lorsque Le garnissage est en vrac.

c- En déduire la vitesse maximale du gaz U_M dans la colonne vide.



en compte des
bits suivants :

ey et Holloway
 $\left(\frac{\rho_g}{\rho_l}\right)_{\text{mas}} \sqrt{\frac{\rho_g}{\rho_l}}$, la
ctéristiques du

ent et lorsque

Données :

Pour les calculs vous utiliserez les grandeurs ci-dessous avec les dimensions et les valeurs indiquées.

L : débit massique du liquide : 1198 kg/h

G : débit massique du gaz : 2259 kg/h

ρ_l : masse volumique du liquide : 0,996 g/cm³

ρ_g : masse volumique du gaz : 1,97.10⁻³ g/cm³

μ_l : viscosité du liquide, en centipoise : 1,02 cPo

g : accélération de la pesanteur : 981 cm/s²

a : surface spécifique du garnissage : 0,95 cm²/cm³

ε : fraction de vide du garnissage [-] : 0,75

U_M : vitesse maximale du gaz dans la colonne vide [cm/s]

$\psi = \frac{\rho_{H_2O}}{\rho_L}$: terme correctif pour les liquides visqueux de densité différente de celle de l'eau [-] : 1,004

4.1.4. Calcul du diamètre de la colonne

Dans la pratique, pour un empilement d'anneaux Raschig en vrac, on fixe la vitesse du gaz U_G à 60 % de la vitesse U_M .

a - Calculer le débit volumique du gaz G (1000 Nm³/h) corrigé de l'effet de température ($T = 313$ K).

b - Calculer le diamètre D de la colonne nécessaire dans les conditions choisies : 10⁵ Pa, 313 K, $U_G = 0,6 U_M$.

4.2. Calcul de la hauteur du garnissage

4.2.1. Calcul des hut de film

Les hut_l et hut_g sont accessibles par les expressions suivantes :

Celle de Sherwood et Holloway pour hut_l

$$hut_l = B \left(\frac{L'}{\mu_l} \right)^{0,25} \left(\frac{\mu_l}{\rho_l D_l} \right)^{0,5}$$

Celle de Pratt pour hut_g

$$hut_g = \frac{1}{C} \cdot \frac{\varepsilon}{a} \left(\frac{d_g \cdot G'}{\mu_g \varepsilon} \right)^{0,25} \left(\frac{\mu_g}{\rho_g D_g} \right)^{0,67}$$

Données:

Pour les calculs vous utiliserez les grandeurs ci-dessous avec les dimensions et les valeurs indiquées.

L: débit massique du liquide: 1198 kg/h

G: débit massique du gaz: 2259 kg/h

Pi: masse volumique du liquide: 0,996 g/cm³

Pg: masse volumique du gaz: 1,97.103g/cm³

M: viscosité du liquide, en centipoise: 1,02 cPo

g: accélération de la pesanteur : 981 cm/s²

a: surface spécifique du garnissage: 0,95 cm²/cm³

ε: fraction de vide du garnissage [-]: 0,75

UM: vitesse maximale du gaz dans la colonne vide [cm/s]

y= PH,O/PL : terme correctif pour les liquides visqueux de densité différente de celle de l'eau [-]: 1,004

4.1.4. Calcul du diamètre de la colonne

Dans la pratique, pour un empilement d'anneaux Raschig en vrac, on fixe la vitesse du gaz UG à 60 % de la vitesse UM-

a - Calculer le débit volumique du gaz G (1000 Nm³/h) corrigé de l'effet de température (T=313 K).

b-Calculer le diamètre D de la colonne nécessaire dans les conditions choisies: 10⁵Pa, 313 K, UG=0,6 UM-

4.2. Calcul de la hauteur du garnissage

4.2.1. Calcul des hut de film

Les hut, et hut, sont accessibles par les expressions suivantes :

Celle de Sherwood et Holloway pour hut hut1 = B.....

Celle de Pratt pour hutg hut1g = 1/C.....

Calculer les valeurs de hut_l et hut_g . En comparant les deux valeurs obtenues conclure sur les résistances au transfert côté gaz et côté liquide.

Données : Pour calculer les grandeurs hut_l et hut_g vous utiliserez les grandeurs ci-dessous avec les dimensions et les valeurs indiquées ou à calculer.

μ_l : viscosité du liquide (en poise) : $1,02 \cdot 10^{-2} \text{Po}$ [g/cm.s]

ρ_l : masse volumique du liquide : $0,996 \text{ g/cm}^3$

D_l : coefficient de diffusion de H_2S dans le liquide : $2 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$

B : constante de fonction de la nature et les dimensions du garnissage [unité CGS] : 0,28

$L' = \frac{L}{S}$: débit massique du liquide par unité de surface [g/cm².s]

L : débit massique du liquide : 332,77 g/s

S : section de passage de la colonne à vide : $0,247 \cdot 10^4 \text{ cm}^2$

$G' = \frac{G}{S}$: débit massique du gaz par unité de surface [g/cm².s]

G : débit massique du gaz : 627,5 g/s

μ_g : viscosité du gaz (en poise) : $9 \cdot 10^{-5} \text{Po}$ [g/cm.s]

ρ_g : masse volumique du gaz : $1,97 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$

D_g : coefficient de diffusion de H_2S dans le gaz : $0,09 \text{ cm}^2/\text{s}$

ϵ : fraction de vide du garnissage [-] : 0,75

$d_e = \frac{4\epsilon}{a}$: diamètre équivalent du garnissage [cm]

a : surface spécifique du garnissage : $0,95 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$

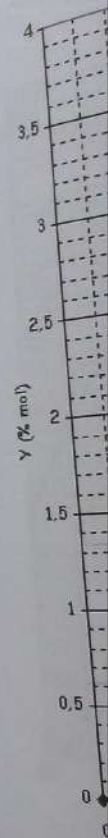
C : constante fonction de la nature et les dimensions du garnissage [-] : 0,105

4.2.2. A l'aide des valeurs de hut_l et hut_g calculées précédemment déterminer la valeur du

$$\text{rapport } \delta = - \frac{k_l}{k_g}$$

4.2.3. Tracer la courbe permettant d'accéder à la valeur de nut_g (figure 3) après avoir complété le tableau.

4.2.4. Conclure sur la hauteur du garnissage.



Calculer les valeurs de h_{ut} , et h_{utg} . En comparant les deux valeurs obtenues conclure sur les résistances au transfert côté gaz et côté liquide.

Données:

Pour calculer les grandeurs h_{ut} , et h_{utg} , vous utiliserez les grandeurs ci-dessous avec les dimensions et les valeurs indiquées ou à calculer.

μ : viscosité du liquide (en poise): $1,02 \cdot 10^{-4}$ Po [g/cm.s]

ρ_l : masse volumique du liquide: $0,996$ g/cm³

D_1 : coefficient de diffusion de H₂S dans le liquide: $2 \cdot 10^{-5}$ cm²/s

B: constante de fonction de la nature et les dimensions du garnissage [unité CGS]: 0,28

$L' = L/S$: débit massique du liquide par unité de surface [g/cm².s]

L: débit massique du liquide: $332,77$ g/s

S: section de passage de la colonne à vide: $0,247 \cdot 10^{-4}$ cm²

$G' = G/S$: débit massique du gaz par unité de surface [g/cm².s]

G: débit massique du gaz : $627,5$ g/s

μ_g : viscosité du gaz (en poise): $9 \cdot 10^{-5}$ Po [g/cm.s]

ρ_g : masse volumique du gaz: $1,97 \cdot 10^{-3}$ g/cm³

D_g : coefficient de diffusion de H₂S dans le gaz : $0,09$ cm²/s

ϵ : fraction de vide du garnissage [-]: 0,75

d_e : diamètre équivalent du garnissage [cm]

a: surface spécifique du garnissage: $0,95$ cm²/cm³

C: constante fonction de la nature et les dimensions du garnissage [-]: 0,105

4.2.2. A l'aide des valeurs de h_{ut1} , et h_{utg} , calculées précédemment déterminer la valeur du rapport $\delta = -k_1/k_g$

4.2.3. Tracer la courbe permettant d'accéder à la valeur de h_{ut} (figure 3) après avoir complété le tableau.

4.2.4. Conclure sur la hauteur du garnissage.

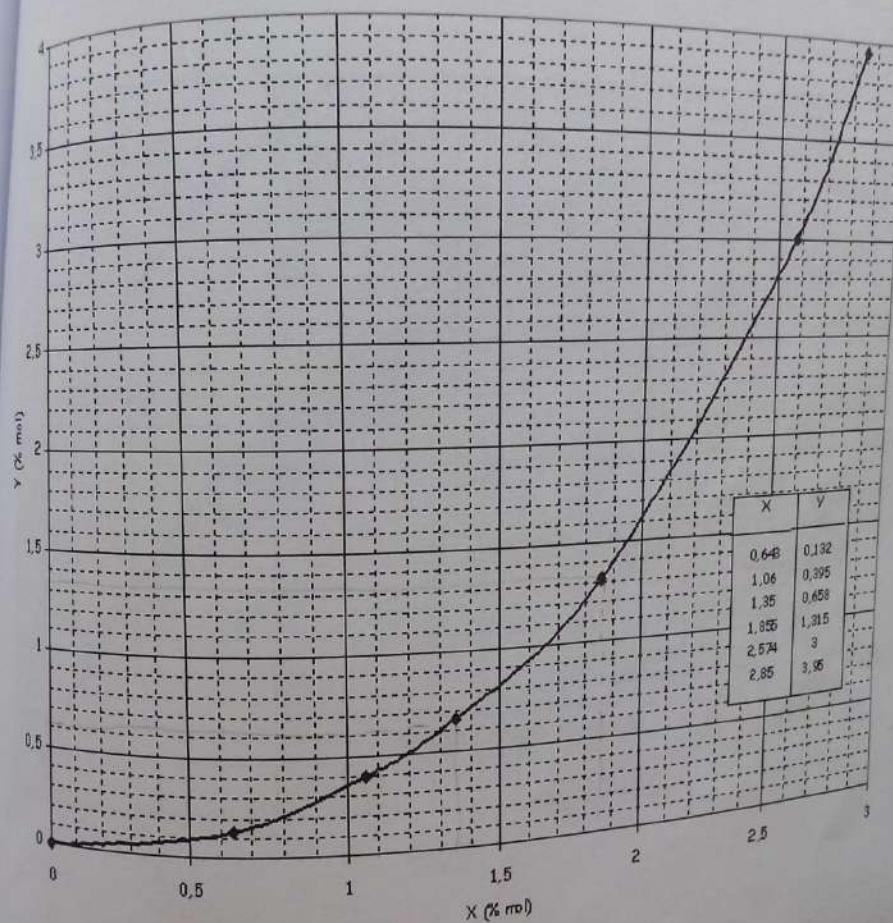


Figure 1 : Courbe d'équilibre liquide – gaz à $T = 40^\circ\text{C}$ et $P = 10^5 \text{ Pa}$
 Avec : $y = \%$ mol de H_2S dans le gaz d'hydrocarbures
 $x = \%$ mol de H_2S dans la solution aqueuse liquide à 15,3% de monoéthanolamine

Figure 1: Courbe d'équilibre liquide - gaz à $T = 40^{\circ}\text{C}$ et $P = 10^{\circ}\text{ Pa}$

Avec : $y = \%$ mol de H_2S dans le gaz d'hydrocarbures

$x = \%$ mol de H_2S dans la solution aqueuse liquide à 15.3% de monoéthanolamine

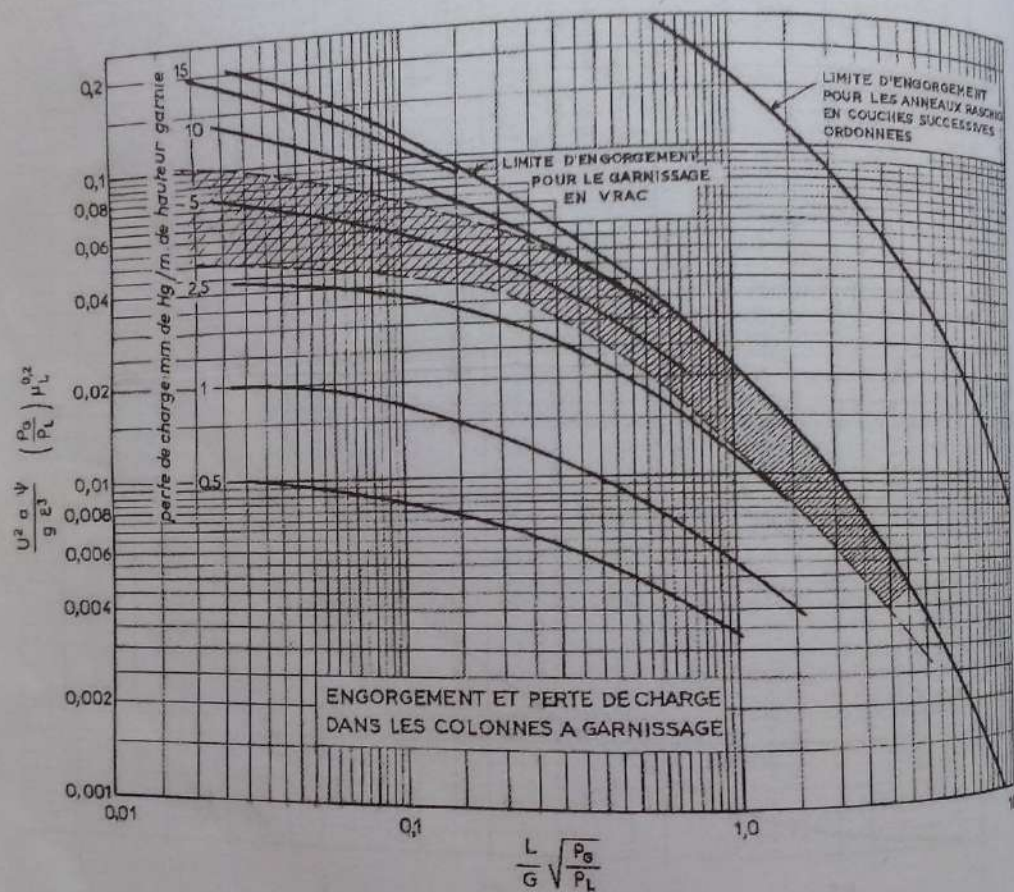


Figure 2 : Abaque de Sherwood, Shippley et Holloway modifié par Eckert.

LIMITE D'ENGORGEMENT POUR LE GARNISSAGE EN VRAC

perfe de charge.mm de Hg/m.de hauteur garnie

ENGORGEMENT ET PERTE DE CHARGE DANS LES COLONNES À GARNISSAGE

LIMITE D'ENGORGEMENT POUR LES ANNEAUX RASCHIG EN COUCHES SUCCESSIVES
ORDONNÉES

Figure 2 : Abaque de Sherwood, Shippley et Holloway modifié par Eckert.

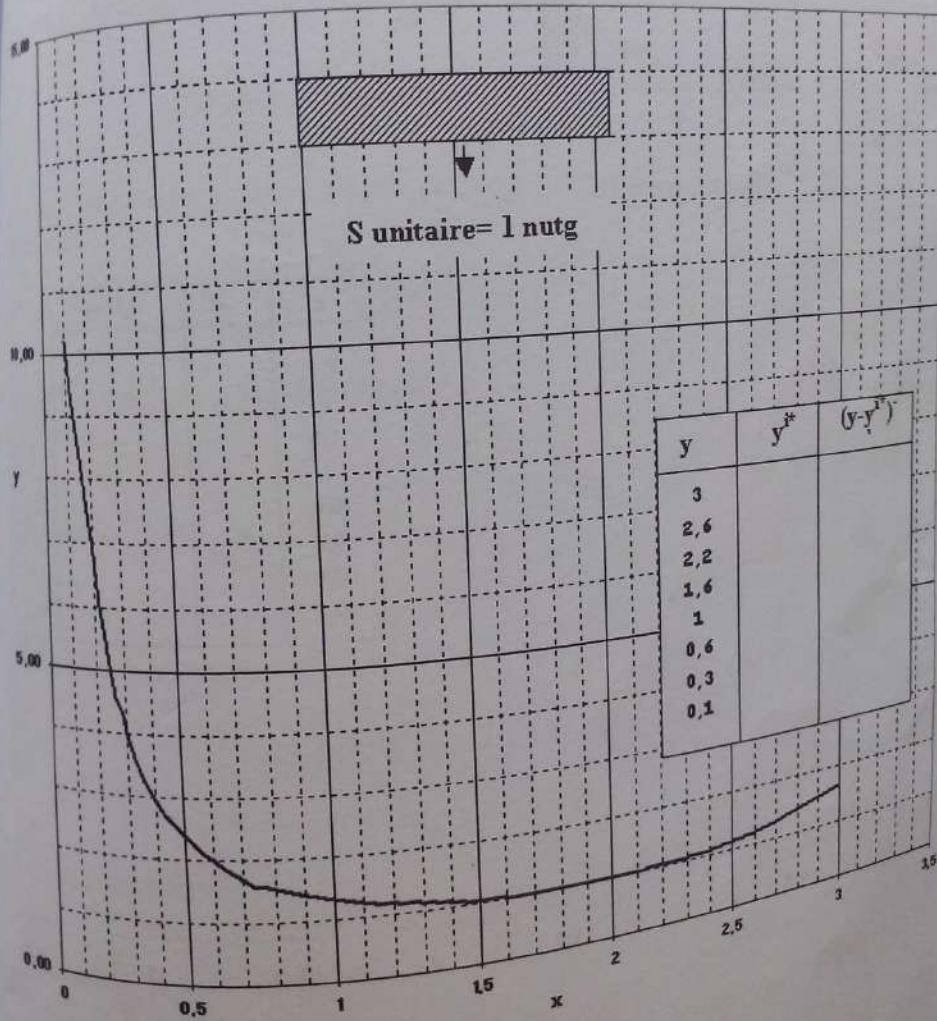
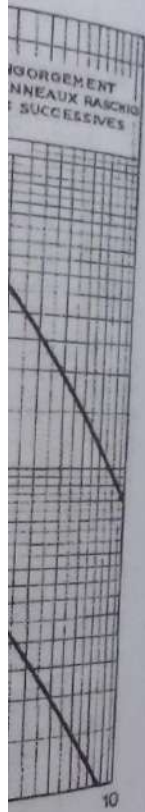


Figure 3 : Détermination graphique de $nut_g = \int_{y^*}^{y_0} \frac{dy}{y - y^*}$

S unitaire= 1 nutg

Figure 3: Détermination graphique de nutg

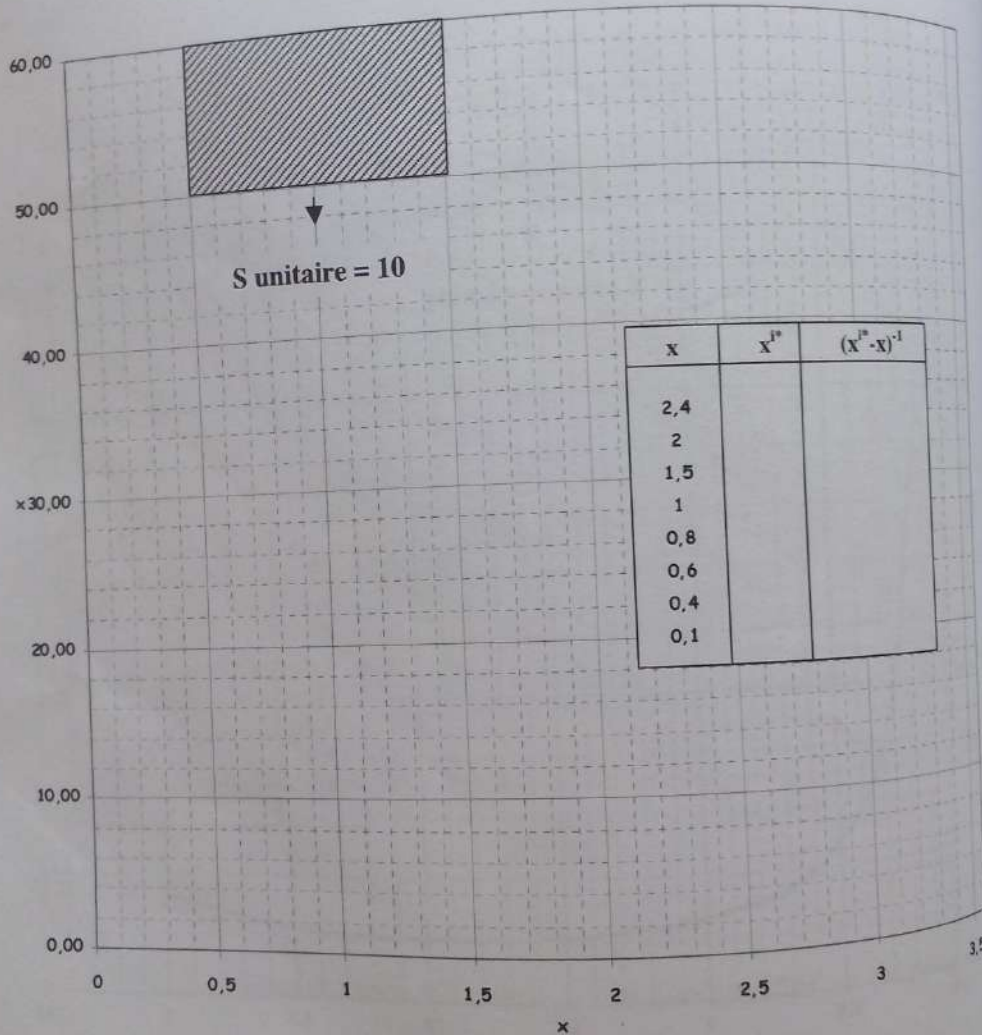


Figure 4 : Détermination graphique de $nut_1 = \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{x^{i^*} - x}$

S unitaire = 10

Figure 4: Détermination graphique de n_{uti} =.....

SOLUTION EXERCICE 4

231

4.1. Détermination des conditions d'écoulement des fluides

4.1.1. Bilan molaire de la colonne en régime permanent

Les concentrations de $[H_2S]$ sont faibles dans les phases liquide et gazeuse. On admet $L_0 = L_S = L$ et $G_0 = G_S = G$

$$G \cdot y_0 + L \cdot x_n = L \cdot x_S + G \cdot y_{n-1} \text{ soit } y_{n-1} = \frac{L}{G} (x_n - x_S) + y_0$$

Le taux de solvant molaire minimum est celui en dessous duquel la séparation n'est plus possible.

Sur la figure 1 $\left(\frac{L}{G}\right)_{\min}$ est obtenu en joignant les points $(x_0/y_S) = (0/0,03)$ avec $(x_S/y_0) = (2,574/3)$. On obtient par la pente $\left(\frac{L}{G}\right)_{\min} = 1,15$.

On adopte $\frac{L}{G} = \left(\frac{L}{G}\right)_{\min} + 15\% \left(\frac{L}{G}\right)_{\min}$ soit $\frac{L}{G} = 1,33$ ce qui conduit à $x_S = 2,24\%$.

4.1.2. Calcul des débits

$$\frac{L}{G} = 1,327 \Rightarrow L = 1,327 \times 44742 = 59367 \text{ mol/h}$$

4.1.3. Calcul de U_M

$$* x = \left(\frac{L}{G}\right) \cdot \sqrt{\frac{\rho_g}{\rho_l}} = 0,02358$$

* A l'aide de l'abaque (figure 2) : pour $x = 0,0236 \Rightarrow y = 0,21$

* L'expression donnée dans l'énoncé $y = f(u_M)$ conduit à $U_M^2 = 4,5838 \cdot 10^4 \text{ cm}^2/\text{s}^2$ soit $U_M = 2,14 \text{ n/s}$

4.1.4. Calcul du diamètre de la colonne

$$U_G = 0,6 U_M = 1,28 \text{ m/s}$$

SOLUTION EXERCICE 4

4.1. Détermination des conditions d'écoulement des fluides

4.1.1. Bilan molaire de la colonne en régime permanent

Les concentrations de $[H_2S]$ sont faibles dans les phases liquide et gazeuse. On admet $L_o = L_s = L$ et $G_o = G_s = G$

$$G.y_o + L.x_n = L.x_s + G.y_{n-1} \text{ soit } y_{n-1} = \frac{L}{G} (X_n - X_s) + Y_o$$

Le taux de solvant molaire minimum est celui en dessous duquel la séparation n'est plus possible.

Sur la figure 1 $(L/G)_{\min}$ est obtenu en joignant les points $(x_o/y_s) = (0/0,03)$ avec $(x_s/y_o) = (2,574/3)$. On obtient par la pente $(L/G)_{\min} = 1,15$.

On adopte $L/G = (-) \dots$ soit $L/G = 1,33$ ce qui conduit à $x_s = 2,24 \%$.

4.1.2. Calcul des débits

$$L/G = 1,327 = L = 1,327 \times 44742 = 59367 \text{ mol/h}$$

4.1.3. Calcul de UM

$$* X = \dots = 0,02358$$

* A l'aide de l'abaque (figure 2): pour $x = 0,0236$ $y = 0,21$

* L'expression donnée dans l'énoncé $y = f(u_m)$ conduit à $U = 4,5838.10 \text{ cm/s}^2$ soit $UM = 2,14 \text{ n/s}$

4.1.4. Calcul du diamètre de la colonne $UG = 0,6 \text{ UM} = 1,28 \text{ m/s}$

Le débit volumique du gaz est après correction sur la température

$$G = 1000 \times \frac{313}{273} = 1146 \text{ m}^3/\text{h} = 0,318 \text{ m}^3/\text{s}$$

On dispose de la relation $S = \frac{G}{U_G} = 0,2479 \text{ m}^2$

Soit le diamètre $D = \sqrt{\frac{4S}{\pi}} = 56,2 \text{ cm}$

4.2. Calcul de la hauteur de garnissage

L'expression de Sherwood et Holloway avec les données conduit à $hut_l = 12,1 \text{ cm}$.

Celle de Pratt avec les données conduit à $hut_g = 49,8 \text{ cm} \approx 4 hut_l$.

On peut dire que la résistance au transfert de matière se situe du côté du gaz. L'étape limitante du transfert de matière est donc dans la phase gazeuse. En première approximation on peut écrire $hut_g = HUT_G$. La hauteur de garnissage sera donc estimée à l'aide de hut_g .

$$\text{On a la relation } m = \frac{k_l}{k_m} = \frac{L}{G} \left(\frac{hut_g}{hut_l} \right) = 5,46$$

Sur la figure 1 bis on a tracé des droites parallèles de pente $\delta = -m = -5,46$ qui conduit à des couples de points (y, y^{i*}) et (x, x^{i*}) .

Sur la figure 3 on trace $\frac{1}{(y - y^{i*})} = f(y)$ et sur la figure 4 $\frac{1}{(x - x^{i*})} = f(x)$.

L'intégration graphique entre $y_s = 0,03 \%$ et $y_0 = 3 \%$ sur la figure 3 conduit à la valeur de $nut_g = 5,7$.

L'intégration graphique entre $x_0 = 0 \%$ et $x_s = 2,24 \%$ sur la figure 4 conduit à la valeur de $nut_l = 21,2$.

Les hauteurs calculées sont donc :

$$\text{pour le gaz } h_g = hut_g \times nut_g = 2,8 \text{ m}$$

$$\text{pour le liquide } h_l = hut_l \times nut_l = 2,6 \text{ m}$$

On prend la hauteur la plus élevée qui est celle calculée sur le gaz. On peut par sécurité rajouter 1 nut_g soit une valeur de 6,7 qui conduit à une hauteur finale de 3,5 m de garnissage. Cette hauteur permettra donc d'assurer la séparation du mélange dans les conditions opératoires retenues.

Le débit volumique du gaz est après correction sur la température

$$G = 1000 \times \dots = 1146 \text{ m}^3/\text{h} = 0,318 \text{ m}^3/\text{s}$$

On dispose de la relation $S = G/UG = 0,2479 \text{ m}^2$

Soit le diamètre $D = \dots = 56,2 \text{ cm}$

4.2. Calcul de la hauteur de garnissage

L'expression de Sherwood et Holloway avec les données conduit à $hut_1 = 12,1 \text{ cm}$.

Celle de Pratt avec les données conduit à $hut_g = 49,8 \text{ cm} \approx 4 \text{ hut}_1$.

On peut dire que la résistance au transfert de matière se situe du côté du gaz. L'étape limitante du transfert de matière est donc dans la phase gazeuse. En première approximation on peut écrire $hut_g = HUTG$. La hauteur de garnissage sera donc estimée à l'aide de hut_g .

On a la relation $m = \dots = 5,46$

Sur la figure 1 bis on a tracé des droites parallèles de pente $8 = -m = -5,46$ qui conduit à des couples de points (y, y_i^*) et (x, x_i^*) .

Sur la figure 3 on trace $(y - y_i^*) = f(y)$ et sur la figure 4 $= f(x)$.

L'intégration graphique entre $y_s = 0,03 \%$ et $y_o = 3 \%$ sur la figure 3 conduit à la valeur de $nut_g = 5,7$.

L'intégration graphique entre $x_0 = 0 \%$ et $x_s = 2,24 \%$ sur la figure 4 conduit à la valeur de $nut_1 = 21,2$.

Les hauteurs calculées sont donc :

pour le gaz $hg = hut \times nut_g = 2,8 \text{ m}$

pour le liquide $h_1 = hut \times nut_1 = 2,6 \text{ m}$

On prend la hauteur la plus élevée qui est celle calculée sur le gaz. On peut par sécurité ajouter 1 nut_g , soit une valeur de 6,7 qui conduit à une hauteur finale de 3,5 m de garnissage.

Cette hauteur permettra donc d'assurer la séparation du mélange dans les conditions opératoires retenues.

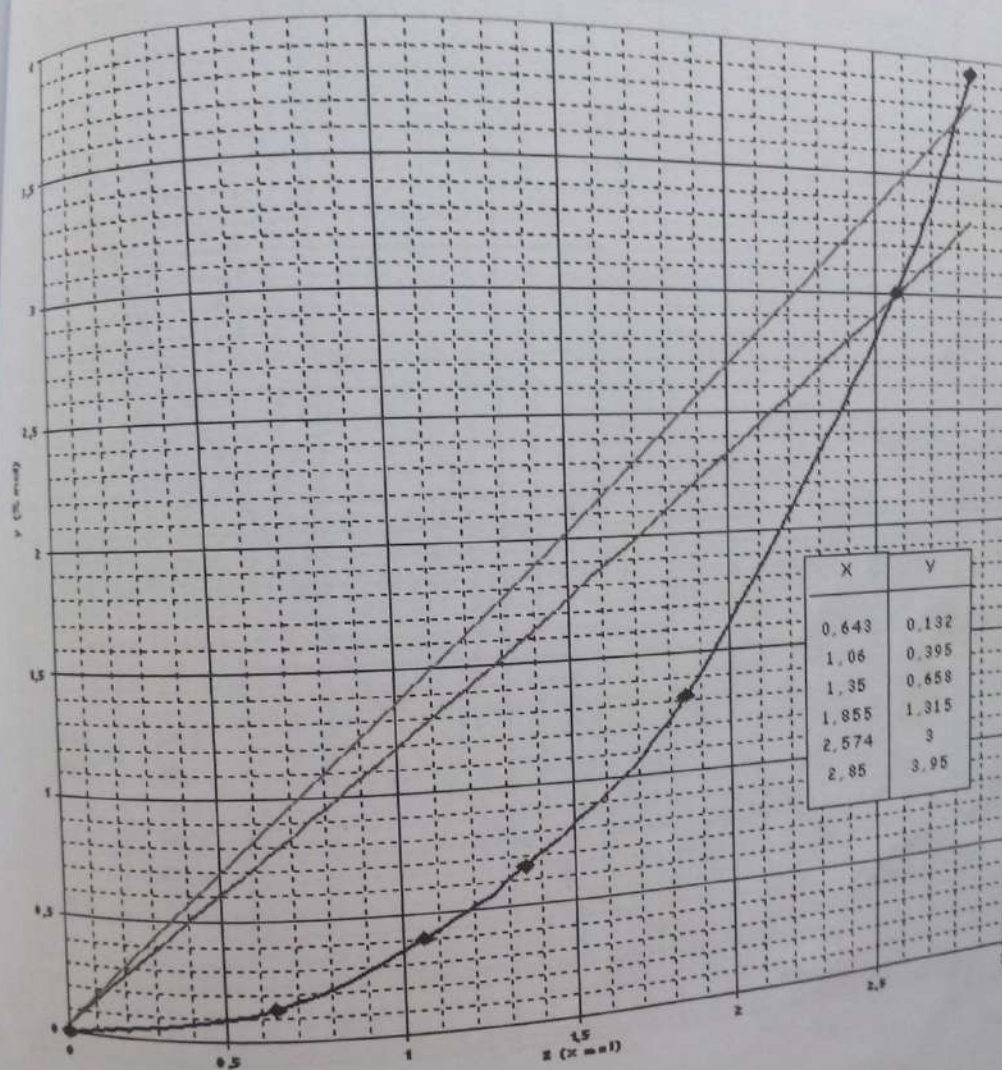


Figure 1 : Calcul du taux du solvant molaire minimum.
 Courbe d'équilibre liquide - gaz à $T = 40^{\circ}\text{C}$ et $P = 10^5 \text{ Pa}$
 Avec : $y = \%$ mol de H_2S dans le gaz d'hydrocarbures
 $x = \%$ mol de H_2S dans la solution aqueuse liquide à 15.3%
 de monoéthanolamine

Figure 1: Calcul du taux du solvant molaire minimum.
Courbe d'équilibre liquide - gaz à $T = 40^{\circ}\text{C}$ et $P = 10' \text{ Pa}$

Avec : $y = \% \text{ mol de H}_2\text{S dans le gaz d'hydrocarbures}$

$x = \% \text{ mol de H}_2\text{S dans la solution aqueuse liquide à } 15.3\% \text{ de monoéthanolamine}$

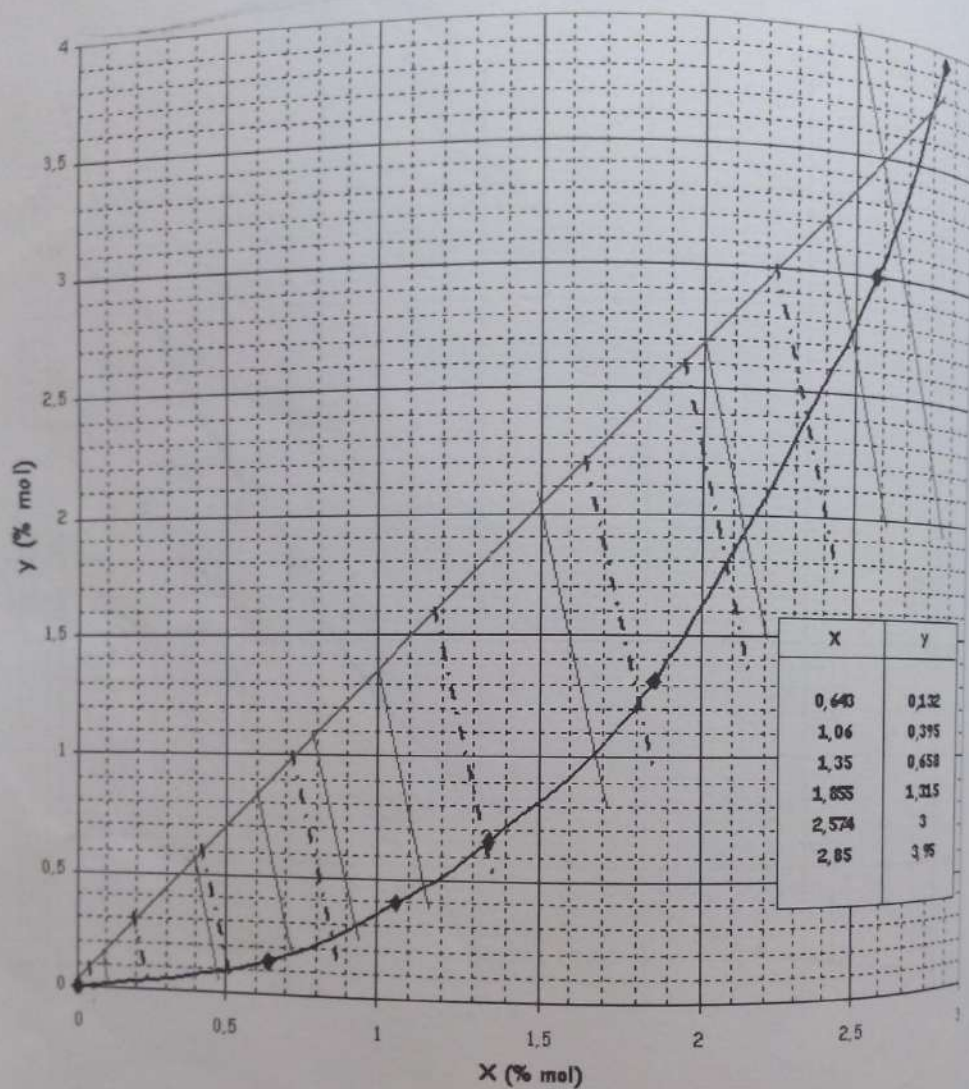


Figure 1 bis : Détermination des couples de points (x,y) à partir de la valeur $\delta = -m = -5,46$ pour calculer la hauteur du garnissage.

Courbe d'équilibre liquide - gaz à $T = 40^\circ\text{C}$ et $P = 10^5 \text{ Pa}$

Avec : $y = \%$ mol de H_2S dans le gaz d'hydrocarbures

$x = \%$ mol de H_2S dans la solution aqueuse liquide à 15,3% de monoéthanolamine

Figure 1 bis : Détermination des couples de points (x,y) à partir de la valeur $\delta = -m = -5,46$ pour calculer la hauteur du garnissage.

Courbe d'équilibre liquide - gaz à $T = 40^{\circ}\text{C}$ et $P = 10 \text{ Pa}$

Avec : $y = \%$ mol de H_2S dans le gaz d'hydrocarbures

$x = \%$ mol de H_2S dans la solution aqueuse liquide à 15.3% de monoéthanolamine

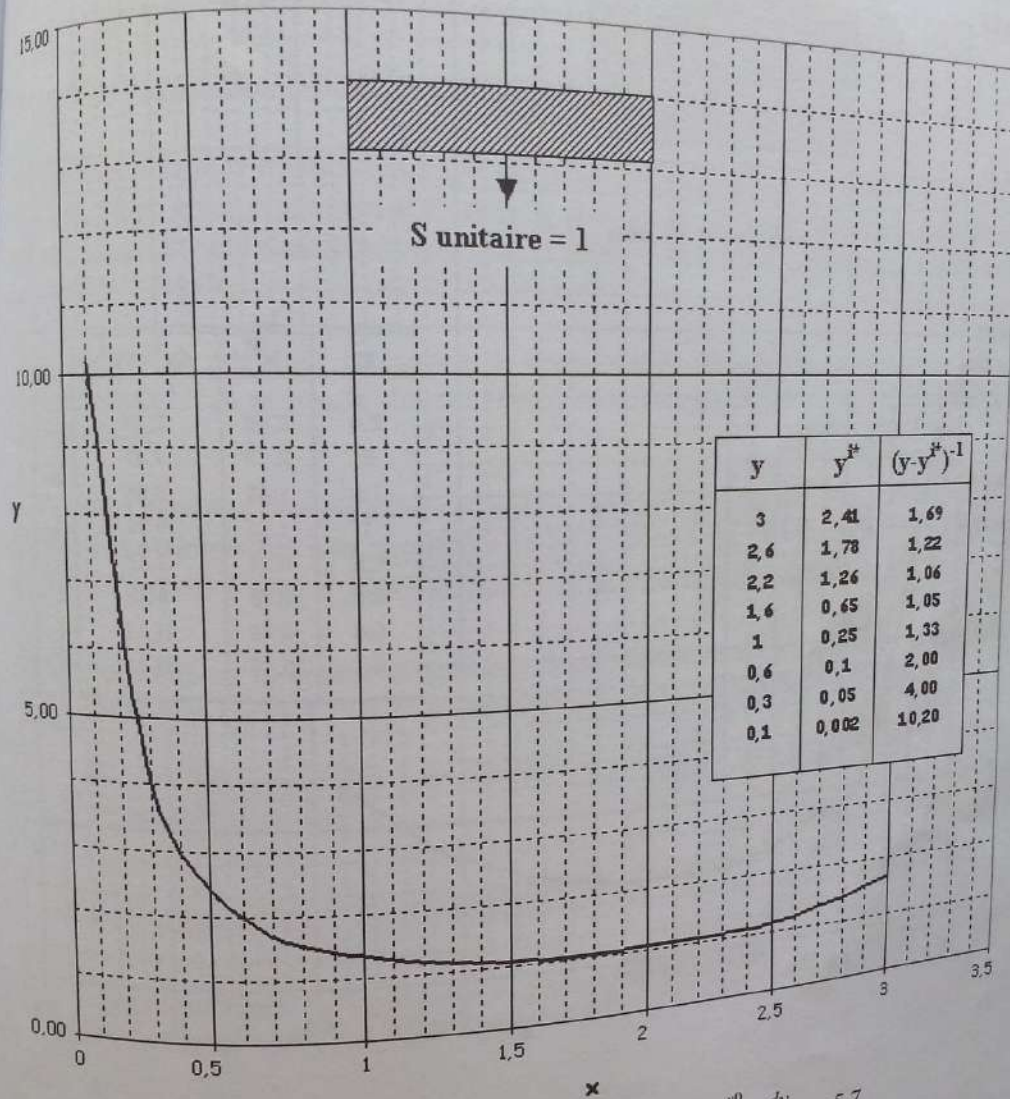


Figure 3 : Détermination graphique de $nut_g = \int_{y_s}^{y_0} \frac{dy}{y - y^*} = 5.7$

$y_s = 0.03$ et $y_0 = 3$

S unitaire = 1

Figure 3: Détermination graphique de $nutg = \dots\dots\dots$

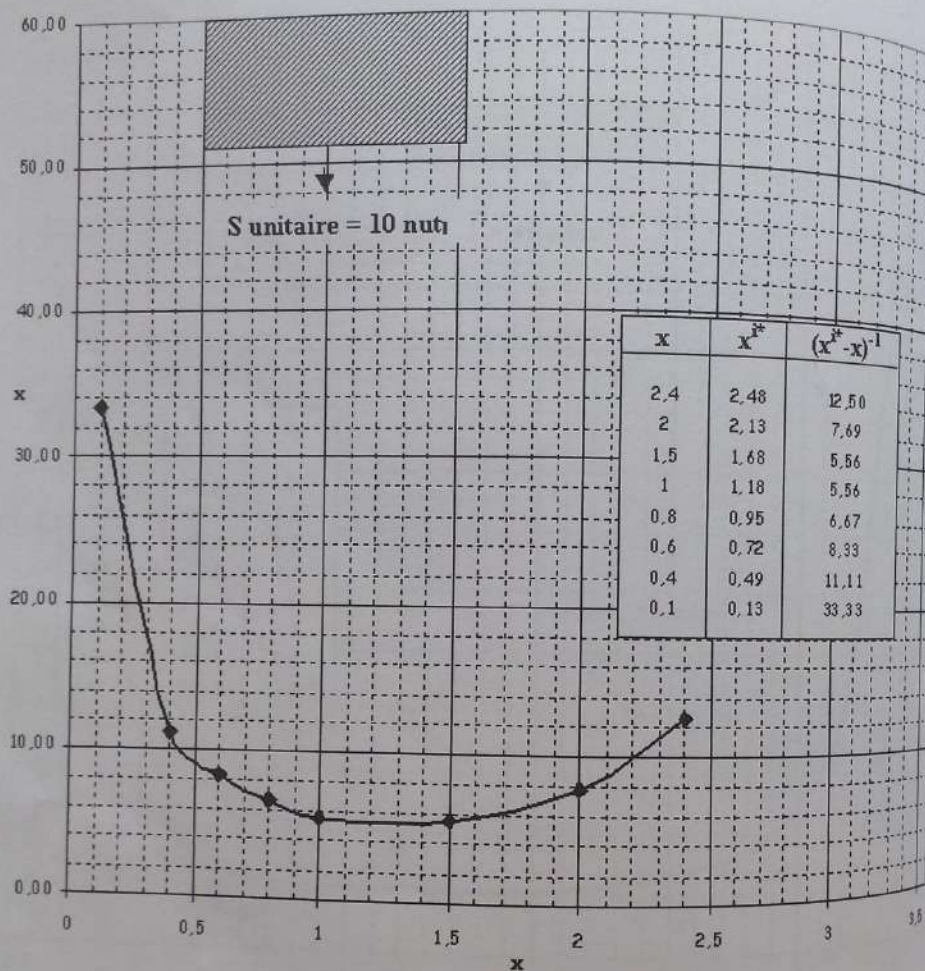


Figure 4 : Détermination graphique de $nut_1 = \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{x^{1/n} - x} = 21,2$

$$x_1 = 2,238 \text{ et } x_0 = 0$$

5- EXTR L'EAU COU

5.1. Cas de l

On souhaite
= 0,001. Ne
lorsque les c
et pour le so

Nous adme
comportem
non miscibl

La courbe c
(1950). Les
l'eau liquic

5.1.1. Pou ma

A
du

x c

L
le

x

C
F

5.1.2. Ca

A l'aide

a) Calc
l'ali

b) C

S unitaire = 10 nutl

Figure 4: Détermination graphique de $\text{nutl} = \dots = 21,2$. $X_s = 2.238$ et $x_0 = 0$

5- EXTRACTION DE LA NICOTINE (C) EN SOLUTION DANS L'EAU (A) PAR LE KEROSENE (B) A $T = 20^{\circ}\text{C}$ ET $P = 10^5 \text{ Pa}$ - COURS AU CHAPITRE VI

5.1. Cas de l'extraction liquide-liquide continue à contre courant

On souhaite réduire la fraction massique de la nicotine diluée dans l'eau de $x'_0 = 0,01$ à $x'_n \approx 0,001$. Nous nous proposons d'évaluer le nombre de plateaux théoriques nécessaires lorsque les débits sont respectivement pour la solution aqueuse de nicotine $A' = 1000 \text{ kg/h}$ et pour le solvant (le kérosène pur) $B = 1200 \text{ kg/h}$.

Nous admettrons que dans la gamme de concentration considérée, les solutions ont un comportement idéal, et que le diluant (l'eau) et le solvant (le kérosène) sont totalement non miscibles.

La courbe d'équilibre fournie a été déterminée par Claffey et al, Ind. Eng. Chem., 42, 166 (1950). Les coordonnées sont exprimées en kg de nicotine/kg de liquide ; avec « x » pour l'eau liquide et « y » pour le kérosène liquide (voir le tableau des données).

5.1.1. Pour utiliser la courbe d'équilibre il est nécessaire de transformer les fractions massiques x'_0 et x'_n [-] en concentration x_0 et x_n [kg nicotine/kg d'eau].

A partir des données on peut calculer ces valeurs qui sont reportées sur le schéma du procédé ci-dessous

$$x_0 = \frac{0,01}{1 - 0,01} = 0,010101 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$$

La concentration y_0 (kg nicotine / kg kérosène) en équilibre avec x_0 est obtenue par lecture graphique : $y_0 = 0,0093$ (figure 1)

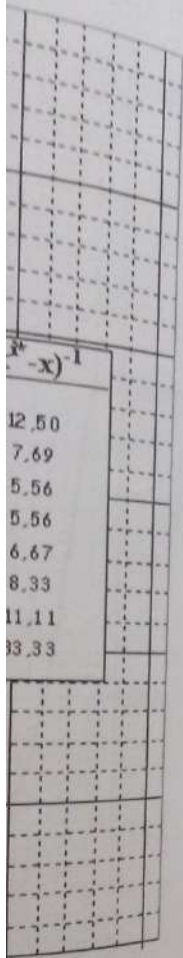
$$x_n = \frac{0,001}{1 - 0,001} = 0,001001 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$$

Conclure sur la masse de nicotine par kilogramme d'eau, qui est transférée de la phase aqueuse vers la phase organique.

5.1.2. Calcul des débits

A l'aide du schéma du procédé ci-dessous :

- Calculer le débit de l'eau de l'alimentation $A \equiv [\text{kg d'eau/h}]$ et le débit de nicotine de l'alimentation $C \equiv [\text{kg nicotine/h}]$.
- Calculer le débit de nicotine transféré dans la phase organique $\phi \equiv [\text{kg nicotine/h}]$.



3,5

= 0

5- EXTRACTION DE LA NICOTINE (C) EN SOLUTION DANS L'EAU (A) PAR LE KÉROSÈNE (B) A $T = 20^{\circ}\text{C}$ ET $P = 105 \text{ Pa}$ - COURS AU CHAPITRE VI

5.1. Cas de l'extraction liquide-liquide continue à contre courant

On souhaite réduire la fraction massique de la nicotine diluée dans l'eau de $x' = 0,01$ à $x'_n = 0,001$. Nous nous proposons d'évaluer le nombre de plateaux théoriques nécessaires lorsque

et pour les débits sont respectivement pour la solution aqueuse de nicotine $A' = 1000 \text{ kg/h}$ le solvant (le kérosène pur) $B = 1200 \text{ kg/h}$.

Nous admettrons que dans la gamme de concentration considérée, les solutions ont un comportement idéal, et que le diluant (l'eau) et le solvant (le kérosène) sont totalement non miscibles.

La courbe d'équilibre fournie a été déterminée par Claffey et al, Ind. Eng. Chem., 42, 166 (1950). Les coordonnées sont exprimées en kg de nicotine/kg de liquide; avec « x » pour l'eau liquide et « y » pour le kérosène liquide (voir le tableau des données).

5.1.1. Pour utiliser la courbe d'équilibre il est nécessaire de transformer les fractions massiques x' , et x'_n [-] en concentration x , et x_n , [kg nicotine/kg d'eau].

A partir des données on peut calculer ces valeurs qui sont reportées sur le schéma du procédé ci-dessous

$$X^o = 0,01/1-0,01 = 0,010101 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$$

La concentration y_o (kg nicotine / kg kérosène) en équilibre avec x , est obtenue par lecture graphique : $y_o = 0,0093$ (figure 1)

$$X_n = 0,001/1-0,001 = 0,001001 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$$

Conclure sur la masse de nicotine par kilogramme d'eau, qui est transférée de la phase aqueuse vers la phase organique.

5.1.2. Calcul des débits

A l'aide du schéma du procédé ci-dessous :

a) Calculer le débit de l'eau de l'alimentation $A = [\text{kg d'eau/h}]$ et le débit de nicotine de l'alimentation $C = [\text{kg nicotine/h}]$.

b) Calculer le débit de nicotine transféré dans la phase organique = [kg nicotine/h].

Solution aqueuse de nicotine

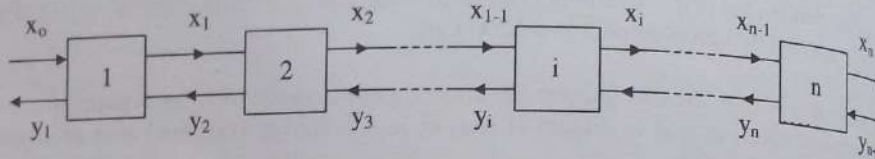
$$A' = 1000 \text{ kg/h} \quad \left\{ \begin{array}{l} A = \text{kg d'eau/h} \\ C = \text{kg nicotine/h} \end{array} \right.$$

$$x'_0 = 0,01 = 1 \%$$

$$x_0 = 0,010101 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$$

$$x'_n = 0,001 = 1 \text{‰}$$

$$x_n = 0,001001 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$$

*Solution organique de nicotine*

$$y_1 = \text{kg de nicotine/kg de kérosène}$$

$$y_{n+1} = 0 \text{ kg de nicotine/kg de kérosène}$$

$$B = 1200 \text{ kg de kérosène/h}$$

5.1.3. Construction de Mc Cabe et Thiele (figure 1)

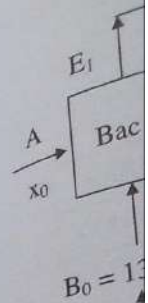
- Calculer la pente de la droite opératoire : rapport des débits d'eau de l'alimentation (A) et de kérosène pur (B).
- Exprimer la pente de la droite opératoire à l'aide des concentrations x_0 , x_n , y_{n+1} , y_1 , et conclure sur la valeur de y_1 .
- Tracer la droite opératoire et déterminer le nombre de plateaux théoriques nécessaires à cette extraction à contre courant.

5.1.4. Considérons maintenant que la colonne présente un nombre de plateaux théoriques infini

- Quelle valeur prend alors le débit B de kérosène pur (kg/h) pour la même réduction de teneur en nicotine, de 1% à 1‰, dans la phase aqueuse dont le débit d'eau A est identique au cas précédent soit 990 kg d'eau/h.
- Calculer la diminution (en %) du débit massique de kérosène lorsque l'on opère avec un nombre de plateaux infini.

5.2. Cas de l'extraction liquide-liquide continue en courant croisé

On souhaite toujours réduire la fraction massique de la nicotine diluée dans l'eau de $x'_0 = 0,01$ à $x'_n = 0,001$. Nous nous proposons d'évaluer le nombre « n » de bac mélangeur-décanteur nécessaires en courant croisé pour des débits de solution aqueuse de nicotine $A' = 1000 \text{ kg/h}$ et de kérosène pur $B_i = 132 \text{ kg/h}$.



On utilise

5.2.1. Co

- Ca
- A
- D
- m
- C

5.2.2. C**5.3. C**

Repo

Solution aqueuse de nicotine

$A' = 1000 \text{ kg/h}$

$x'_o = 0,01 = 1\%$

$X_o = 0,010101 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$

$x'_n = 0,001 = 100$

$X_n = 0,001001 \text{ kg nicotine/kg d'eau}$

Solution organique de nicotine

$Y_1 = \text{kg de nicotine/kg de kérosène}$

$Y_{n+1} = 0 \text{ kg de nicotine/kg de kérosène}$

$B = 1200 \text{ kg de kérosène/h}$

5.1.3. Construction de Mc Cabe et Thiele (figure 1)

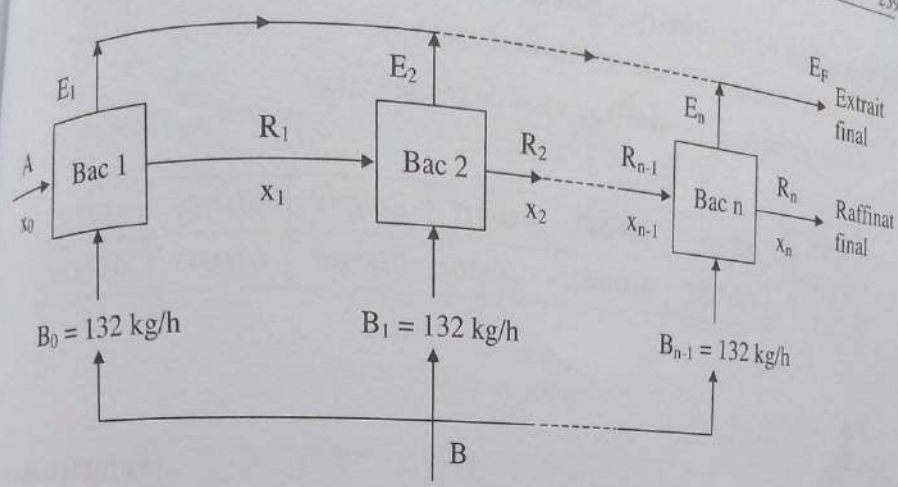
- Calculer la pente de la droite opératoire : rapport des débits d'eau de l'alimentation (A) et de kérosène pur (B).
- Exprimer la pente de la droite opératoire à l'aide des concentrations X_o , X_n , y_{n+1} , Y_1 , et conclure sur la valeur de Y_1 .
- Tracer la droite opératoire et déterminer le nombre de plateaux théoriques nécessaires à cette extraction à contre courant.

5.1.4. Considérons maintenant que la colonne présente un nombre de plateaux théoriques infini

- Quelle valeur prend alors le débit B de kérosène pur (kg/h) pour la même réduction de teneur en nicotine, de 1% à 1°/00, dans la phase aqueuse dont le débit d'eau A est identique au cas précédent soit 990 kg d'eau/h.
- Calculer la diminution (en %) du débit massique de kérosène lorsque l'on opère avec un nombre de plateaux infini.

5.2. Cas de l'extraction liquide-liquide continue en courant croisé

$X'_o = 0,01$ à $x'_n = 0,001$. Nous nous proposons d'évaluer le nombre «n» de bac On souhaite toujours réduire la fraction massique de la nicotine diluée dans l'eau de mélangeur-décanteur nécessaires en courant croisé pour des débits de solution aqueuse de nicotine $A' = 1000 \text{ kg/h}$ et de kérosène pur $B_i = 132 \text{ kg/h}$.



On utilisera les valeurs fournies et calculées dans l'extraction à contre courant soit :

- $x_0 = 0,010101$ kg nicotine /kg d'eau
- $x_n = 0,001001$ kg nicotine /kg d'eau
- $A = 990$ kg d'eau/h

5.2.1. Construction graphique (figure 1)

- a) Calculer les pentes des droites opératoires à l'aide des débits d'eau de l'alimentation A et du kérosène pur Bi
- b) Déterminer graphiquement le nombre de bac « n » nécessaire pour avoir une fraction massique $x_A = 1\%$.
- c) Conclure sur le débit total de kérosène B nécessaire pour effectuer l'opération

5.2.2. Calculer le débit massique de kérosène nécessaire pour faire l'opération en 1 seul bac ; on utilisera pour cela les valeurs lues sur le graphe (x_0, x_n, y_0, y_n) et le débit A = 990 kg d'eau/h

5.3. Comparaison de la méthode à contre courant et à courants croisés

Reporter le tableau ci-joint sur votre copie en le complétant et en le commentant.

	Nombre de plateaux théoriques	Débit total de kérosène en kg/h
Extraction à contre courant	$n =$	$B = 1200$
	$n = \infty$	$B =$
Extraction à courants croisés	$n =$	$B =$
	$n = \infty$	$B =$

Extrait final
Raffinat final

On utilisera les valeurs fournies et calculées dans l'extraction à contre courant soit :

$X_o = 0,010101$ kg nicotine /kg d'eau

$X_n = 0,001001$ kg nicotine /kg d'eau

$A = 990$ kg d'eau/h

5.2.1. Construction graphique (figure 1)

- Calculer les pentes des droites opératoires à l'aide des débits d'eau de l'alimentation A et du kérosène pur B_i
- Déterminer graphiquement le nombre de bac « n » nécessaire pour avoir une fraction massique $X_A = 1/100$.
- Conclure sur le débit total de kérosène B nécessaire pour effectuer l'opération

5.2.2. Calculer le débit massique de kérosène nécessaire pour faire l'opération en 1 seul bac; on utilisera pour cela les valeurs lues sur le graphe (x_o , X_n , Y_o , Y_n) et le débit $A = 990$ kg d'eau/h

5.3. Comparaison de la méthode à contre courant et à courants croisés

Reporter le tableau ci-joint sur votre copie en le complétant et en le commentant.

Extraction à contre courant

Extraction à courants croisés.....

Nombre de plateaux théoriques.....

Débit total de kérosène en kg/h.....

Données : Titre de l'équilibre de la nicotine dans l'eau et le kérosène

x : masse de nicotine (kg)/masse d'eau (kg)

y : masse de nicotine (kg)/masse de kérosène (kg)

x	0	0,001011	0,00246	0,00502	0,00751	0,00998	0,0204
y	0	0,000807	0,001961	0,00456	0,00686	0,00913	0,01870

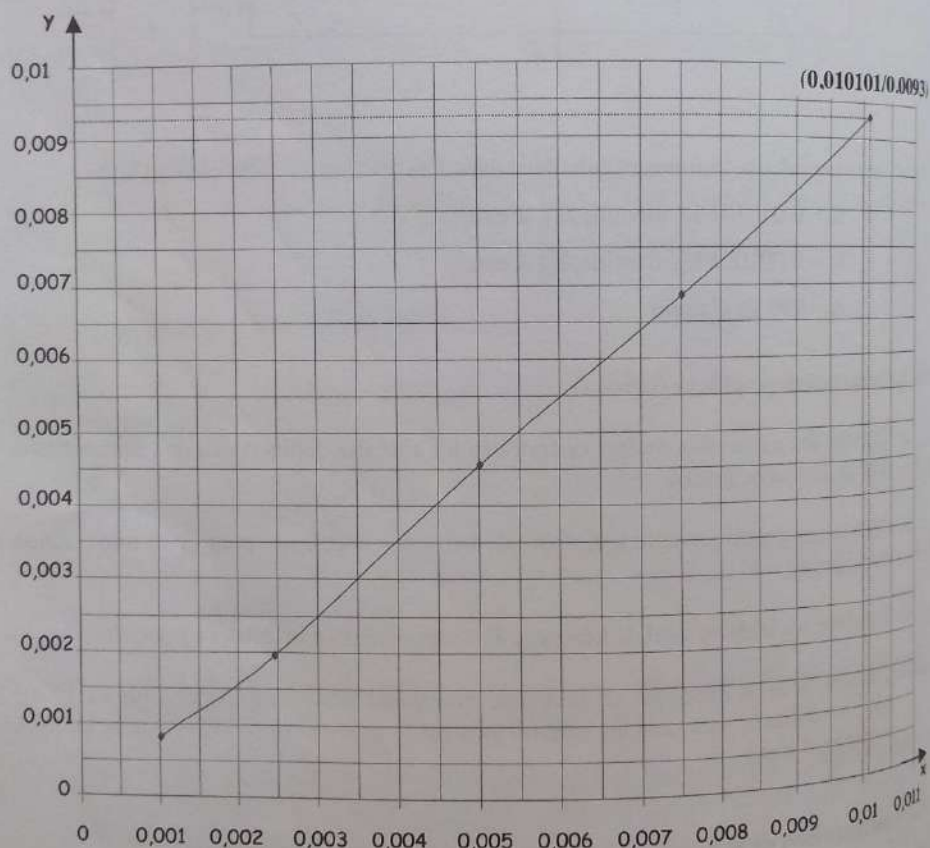


Figure 1 : Courbe d'équilibre $y=f(x)$ du mélange biphasique à $T=20^\circ\text{C}$

Avec x = masse de nicotine (kg)/ masse d'eau (kg)

y = masse de nicotine (kg)/ masse de kérosène (kg)

Exercices avec

SOLUTION

5.1. Cas de

* La mass
phase or

* Calcul d

* Débit d

* Constr

Pente

Le tracé

* Lors
devi

Dir

5.2. C

* P

Données : Titre de l'équilibre de la nicotine dans l'eau et le kérosène

x: masse de nicotine (kg)/masse d'eau (kg)

y: masse de nicotine (kg)/masse de kérosène (kg)

Figure 1: Courbe d'équilibre $y=f(x)$ du mélange biphasique à $T=20^{\circ}\text{C}$

Avec x = masse de nicotine (kg)/ masse d'eau (kg)

y = masse de nicotine (kg)/ masse de kérosène (kg)

SOLUTION EXERCICE 5

241

5.1. Cas de l'extraction liquide-liquide continue à contre courant

* La masse de nicotine par kilogramme d'eau transférée de la phase aqueuse vers la phase organique est $x_0 - x_n = 0,010101 - 0,001001 = 0,0091$ kg nicotine/kg d'eau.

* Calcul des débits

$$\left. \begin{aligned} A &= A'(1 - 0,01) = 990 \text{ kg d'eau/h} \\ C &= A'(1 - 0,9) = 10 \text{ kg de nicotine/h} \end{aligned} \right\} A + C = 1000 \text{ kg/h}$$

* Débit de nicotine transféré dans la phase organique

$$\phi = A(x_0 - x_n) = 990 \times 0,0091 = 9,009 \text{ kg nicotine/h}$$

* Construction de Mc Cabe et Thiele (figure 1 bis)

$$\text{Pente de la droite opératoire } \frac{A}{B} = \frac{990}{1200} = 0,825$$

$$\frac{A}{B} = \frac{y_1 - y_{n+1}}{x_0 - x_n} = 0,825 \Rightarrow y_1 = 0,0075075 \text{ kg nicotine/kg kérosène}$$

Le tracé de la droite opératoire et celui des plateaux conduit à 7 plateaux.

* Lorsque le nombre de plateaux est ∞ , on a $y_1 \rightarrow y_0 = 0,0093$. La relation précédente devient :

$$\frac{A}{B} = \frac{y_0 - y_{n+1}}{x_0 - x_n} \Rightarrow B = \frac{0,010101 - 0,001001}{0,0093 - 0} \times 990$$

$$B = 968,71 \text{ kg kérosène/h}$$

Diminution du débit

$$- \left(\frac{1200 - 968,71}{1200} \right) \times 100 = - 19,33 \%$$

5.2. Cas de l'extraction liquide-liquide continue en courant croisé

* Pente des droites opératoires

$$- \frac{A}{B} = - \frac{990}{132} = - 7,5 = \frac{dy}{dx}$$

SOLUTION EXERCICE 5

5.1. Cas de l'extraction liquide-liquide continue à contre courant

* La masse de nicotine par kilogramme d'eau transférée de la phase aqueuse vers la phase organique est $x_0 - X_n = 0,010101 - 0,001001 = 0,0091$ kg nicotine/kg d'eau.

* Calcul des débits

$$0101/0.0093)$$

$$A = A'(1-0,01) = 990 \text{ kg d'eau/h}$$

$$C = A'(1-0,9) = 10 \text{ kg de nicotine/h}$$

$$A + C = 1000 \text{ kg/h}$$

* Débit de nicotine transféré dans la phase organique

$$O = A(x_0 - X_n) = 990 \times 0,0091 = 9,009 \text{ kg nicotine/h}$$

* Construction de Mc Cabe et Thiele (figure 1 bis)

$$\text{Pente de la droite opératoire } A/B = 990/1200 = 0,825 \dots = 0,0075075 \text{ kg nicotine/kg kérosène}$$

Le tracé de la droite opératoire et celui des plateaux conduit à 7 plateaux.

* Lorsque le nombre de plateaux est ∞ , on a $y_1 \rightarrow y_0 = 0,0093$. La relation précédente devient : $A/B = \dots \dots B = 968,71 \text{ kg kérosène/h}$

$$\text{Diminution du débit } - \dots \dots \times 100 = -19,33 \%$$

5.2. Cas de l'extraction liquide-liquide continue en courant croisé

* Pente des droites opératoires - $A/B = 990/132-7,5 = dy/dx$

- * Construction graphique (figure 1 ter)

Les droites opératoires sont toutes parallèles et le nombre total de plateaux est $n = 19$ bacs.

- * Le débit total de kérosène pur est alors de

$$B = n \times B_i = 19 \times 132 \text{ kg/h} = 2508 \text{ kg/h}$$

- * Débit de kérosène nécessaire pour faire l'opération en 1 seul bac

$$-\frac{A}{B} = \frac{y_n - 0}{x_n - x_0} = \frac{0,0008}{0,001001 - 0,010101} = -\frac{0,0008}{0,0091}$$

$$\text{soit } B = 11261 \text{ kg/h}$$

5.3. Comparaison des deux méthodes

Mode opératoire	Débit total de kérosène en kg/h	Nombre de plateaux théoriques
Extraction à contre courant	$B = 1200$ $B = 968$	$n = 7$ $n = \infty$
Extraction à courants croisés	$B = 2508$ $B = 11261$	$n = 19$ $n = 1$

Quelque soit le mode opératoire, l'augmentation du nombre d'étages théoriques permet de diminuer la consommation de kérosène.

L'extraction à contre courant est moins consommatrice de kérosène que l'extraction à courants croisés dans les conditions retenues ($B_i = 132 \text{ kg/h}$) et permet de travailler avec un nombre de plateaux inférieur.

* Construction graphique (figure 1 ter)

Les droites opératoires sont toutes parallèles et le nombre total de plateaux est $n = 19$ bacs.

* Le débit total de kérosène pur est alors de $B = n \times B_1 = 19 \times 132 \text{ kg/h} = 2508 \text{ kg/h}$

* Débit de kérosène nécessaire pour faire l'opération en 1 seul bac- $A/B = \dots 0,0008$
 $/0,001001 - 0,010101 = 0,0008 / 0,0091$ soit $B = 11261 \text{ kg/h}$

5.3. Comparaison des deux méthodes

Mode opératoire

Débit total de kérosène en kg/h

Nombre de plateaux théoriques

Extraction à contre courant $B = 1200$ $B = 968$ $B = 2508$ $B = 11261$

Extraction à courants croisés $n=7$ $n = \infty$ $/n = 19$ $n = 1$

Quelque soit le mode opératoire, l'augmentation du nombre d'étages théoriques permet de diminuer la consommation de kérosène.

L'extraction à contre courant est moins consommatrice de kérosène que l'extraction à courants croisés dans les conditions retenues ($B_1 = 132 \text{ kg/h}$) et permet de travailler avec un nombre de plateaux inférieur.

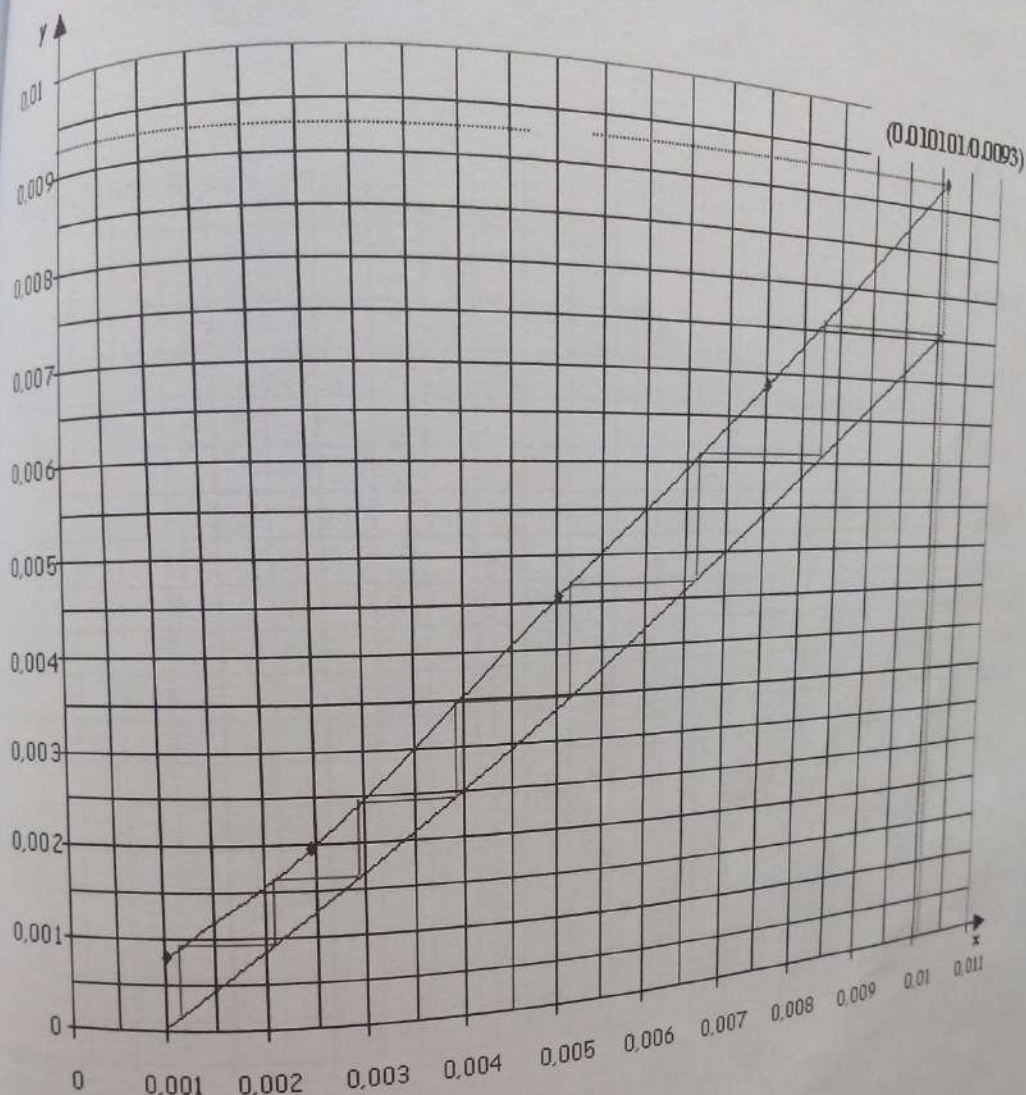


Figure 1 bis : Détermination du nombre de plateaux théoriques nécessaires dans le cas de l'extraction à contre courant.
 Courbe d'équilibre $y = f(x)$ du mélange biphasique à $T = 20^\circ\text{C}$
 avec $x = \text{masse de nicotine (kg) / masse d'eau (kg)}$
 $y = \text{masse de nicotine (kg) / masse de kérosène (kg)}$

Figure 1 bis : Détermination du nombre de plateaux théoriques nécessaires dans le cas de l'extraction à contre courant.

Courbe d'équilibre $y = f(x)$ du mélange biphasique à $T=20^{\circ}\text{C}$
avec x = masse de nicotine (kg)/masse d'eau (kg)
 y = masse de nicotine (kg)/masse de kérosène (kg)

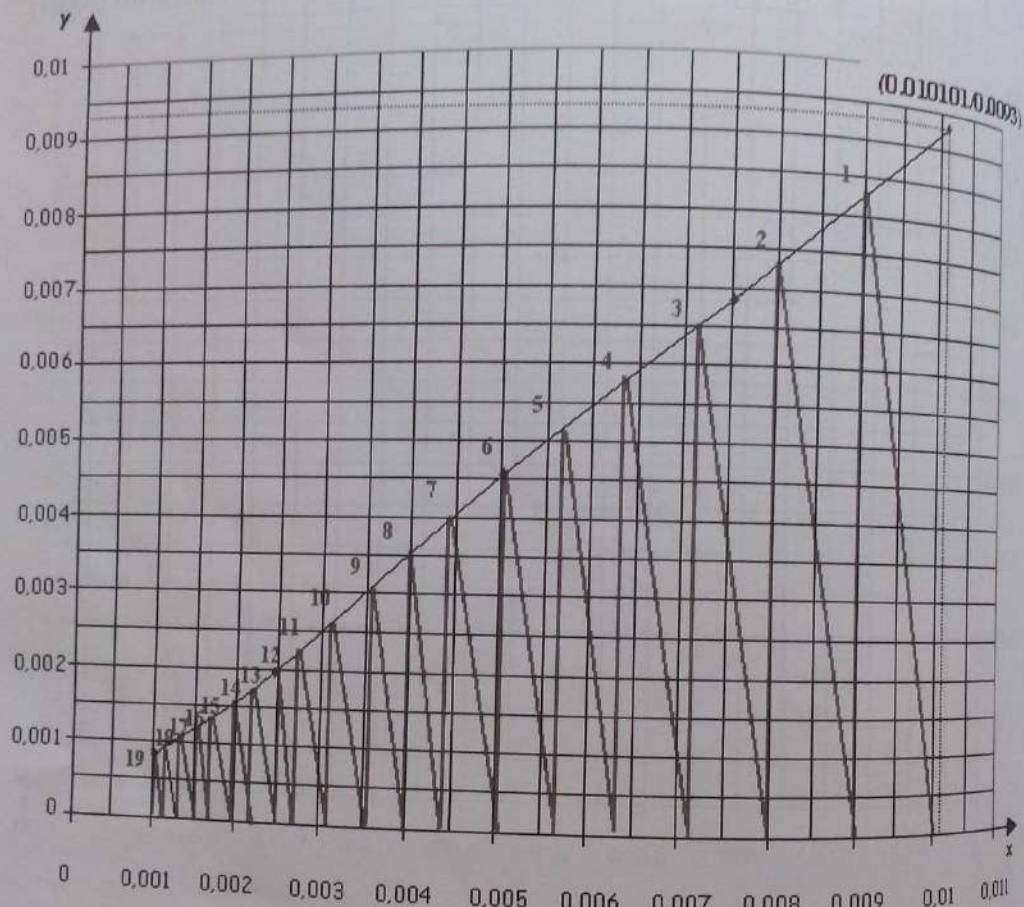


Figure 1 ter : Détermination du nombre de plateaux théoriques nécessaires dans le cas de l'extraction à courant croisé.

Courbe d'équilibre $y = f(x)$ du mélange biphasique à $T = 20^\circ\text{C}$

avec x = masse de nicotine (kg)/masse d'eau (kg)

y = masse de nicotine (kg)/masse de kérosène (kg)

Figure 1 ter: Détermination du nombre de plateaux théoriques nécessaires dans le cas de l'extraction à courant croisé.

Courbe d'équilibre $y = f(x)$ du mélange biphasique à $T = 20^{\circ}\text{C}$
avec $x = \text{masse de nicotine (kg)}/\text{masse d'eau (kg)}$
 $y = \text{masse de nicotine (kg)}/\text{masse de kérosène (kg)}$

6 - PURIFICATION DU ZIRCONIUM PAR EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE AVEC SECTION DE LAVAGE - COURS AU CHAPITRE VI

Le zirconium employé dans l'industrie nucléaire doit être purifié. Il doit en particulier présenter une teneur en hafnium la plus faible possible car cet élément présente une trop grande section efficace de capture des neutrons.

Le procédé mis au point au CEA consiste à séparer les sels métalliques de $Zr(NO_3)_4$ et $Hf(NO_3)_4$ en phase gazeuse en présence de HNO_3 et $NaNO_3$ par le phosphate de tributyle (TBP) dilué à 40% en volume dans un diluant inerte (White Spirit) acidifié par HNO_3 (voir le schéma du procédé en figure 1).

Dans ces conditions le zirconium se concentre dans la phase organique et l'hafnium dans la phase aqueuse.

Selon le schéma ci-joint, l'alimentation contenant les nitrates de Zr et Hf divise l'installation en deux parties : une section de lavage et une section d'extraction. Les deux sections peuvent être présentées par des bacs mélangeurs décanteurs permettant d'assurer l'équilibre.

Vous complèterez le schéma ci-joint au cours de vos calculs et vous le joindrez à votre copie.

Nomenclature :

Les concentrations sont exprimées en moles par litre (M/l). Elles se notent Y dans la phase organique et X dans la phase aqueuse.

Les débits sont exprimés en litre par heure (l/h). Ils se notent S pour la phase aqueuse, E pour la phase organique et F pour l'alimentation.

L'indice supérieur correspond au numéro du plateau dont la phase est issue.

L'indice inférieur indique le symbole du composé auquel on se réfère : Zr ou Hf

Données

* Caractéristiques de l'alimentation séparant la section de lavage et d'extraction

Débit : $F = 48 \text{ l/h}$

Concentrations : $X_{Zr}^F = 0,123 \text{ M/l}$

$X_{Hf}^F = 2,46 \cdot 10^{-3} \text{ M/l}$

$X_{HNO_3}^F = 3 \text{ M/l}$

$X_{NaNO_3}^F = 3,5 \text{ M/l}$

6-PURIFICATION DU ZIRCONIUM PAR EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE AVEC SECTION DE LAVAGE-COURS AU CHAPITRE VI

Le zirconium employé dans l'industrie nucléaire doit être purifié. Il doit en particulier présenter une teneur en hafnium la plus faible possible car cet élément présente une trop grande section efficace de capture des neutrons.

Le procédé mis au point au CEA consiste à séparer les sels métalliques de Zr (NO₃)₄ et Hf (NO₃)₄ en phase gazeuse en présence de HNO₃ et NaNO₃ par le phosphate de tributyle (TBP) dilué à 40% en volume dans un diluant inerte (White Spirit) acidifié par HNO₃ (voir le schéma du procédé en figure 1).

Dans ces conditions, le zirconium se concentre dans la phase organique et l'hafnium dans la phase aqueuse.

Selon le schéma ci-joint, l'alimentation contenant les nitrates de Zr et Hf divise l'installation en deux parties : une section de lavage et une section d'extraction. Les deux sections peuvent être présentées par des bacs mélangeurs décanteurs permettant d'assurer l'équilibre.

Vous complétez le schéma ci-joint au cours de vos calculs et vous le joindrez à votre copie.

Nomenclature:

Les concentrations sont exprimées en moles par litre (M/l). Elles se notent Y dans la phase organique et X dans la phase aqueuse.

Les débits sont exprimés en litre par heure (l/h). Ils se notent S pour la phase organique, E pour la phase aqueuse et F pour l'alimentation.

L'indice supérieur correspond au numéro du plateau dont la phase est issue. L'indice inférieur indique le symbole du composé auquel on se réfère : Zr ou Hf

Données

*Caractéristiques de l'alimentation séparant la section de lavage et d'extraction Débit: F= 481/h

Concentrations: X=0,123 M/l

XHF = 2,46.10⁻³M/l

X FNO₃ = 3M/l

X NaNO₃ = 3,5M/l

- * Caractéristiques de la phase aqueuse introduite à l'extrémité de la section de lavage

Débit : $E^0 = 48 \text{ l/h}$

Concentrations : $X_{\text{HNO}_3}^0 = 3 \text{ M/l}$

$$X_{\text{NaNO}_3}^0 = 3,5 \text{ M/l}$$

- * Caractéristiques de la phase organique introduite à l'extrémité de la section d'extraction

Débit : $S^{n+1} = 100 \text{ l/h}$

Concentrations : $Y_{\text{TBP}}^{n+1} = 2,25 \text{ M/l}$

$$Y_{\text{HNO}_3}^{n+1} = 1,6 \text{ M/l}$$

$$Y_{\text{NaNO}_3}^{n+1} = 0 \text{ M/l}$$

- 6.1. On admet que les phases organique et aqueuses sont immiscibles. On admet également que les solutions aqueuse et organique sont des solutions idéales dans le domaine de concentration considéré, c'est à dire que l'opération s'effectue sans changement de volume le long de la colonne. On considère enfin le fonctionnement en régime permanent.

Compte tenu de ces hypothèses, que peut-on dire des débits S^1 et S^{n+1} ; E^0 et E^k ; E^{n+1} et E^n . Calculer la valeur du débit E^n

- 6.2. On peut vérifier expérimentalement que le nitrate de sodium de la phase aqueuse est insoluble dans la phase organique.

6.2.1. Quel est le titre $Y_{\text{NaNO}_3}^1$ de la phase organique en sortie de colonne.

6.2.2. En posant le bilan global et celui sur le nitrate sur l'ensemble de la colonne, calculer le titre de la phase aqueuse $X_{\text{NaNO}_3}^n$.

- 6.3. On souhaite récupérer le zirconium le plus pur possible dans de bonnes conditions de rendement.

Le rendement de l'extraction exigé est $R = 98\%$ avec :

$$R = \frac{\text{Débit du zirconium récupéré dans la phase organique}}{\text{Débit du zirconium introduit dans l'alimentation}}$$

Le facteur de décontamination du zirconium traduisant l'élimination de l'hafnium dans la phase organique est défini de la façon suivante :

6.3.1. Exprimer la valeur de

6.3.2. Comparer

6.3.3. En posant X_{Zr}^n et

Comparer les réalisées

6.4. Représenter

6.4.1. Les coefficients de distribution être coefficients de dilution. On considère les coefficients

Indice

Identifier les joints

6.4.2. Les intensités

Etat

A

B

C

* Caractéristiques de la phase aqueuse introduite à l'extrémité de la section de lavage

Débit: $E_0 = 48 \text{ l/h}$

Concentrations: $X_{\text{HNO}_3} = 3 \text{ M/l}$

$X_{\text{NaNO}_3} = 3,5 \text{ M/l}$

* Caractéristiques de la phase organique introduite à l'extrémité de la section d'extraction

Débit: $S_{n+1} = 100 \text{ l/h}$

Concentrations: $Y_{\dots} = 2,25 \text{ M/l} \dots\dots\dots$

6.1. On admet que les phases organique et aqueuses sont immiscibles. On admet également que les solutions aqueuse et organique sont des solutions idéales dans le domaine de concentration considéré, c'est à dire que l'opération s'effectue sans changement de volume le long de la colonne. On considère enfin le fonctionnement en régime permanent.

Compte tenu de ces hypothèses, que peut-on dire des débits S_1 et S_{n+1} ; E et E^* ; E et E . Calculer la valeur du débit E_n

6.2. On peut vérifier expérimentalement que le nitrate de sodium de la phase aqueuse est insoluble dans la phase organique.

6.2.1. Quel est le titre Y_{NaNO_3} , de la phase organique en sortie de colonne.

6.2.2. En posant le bilan global et celui sur le nitrate sur l'ensemble de la colonne, calculer le titre de la phase aqueuse X_{NaNO_3}

6.3. On souhaite récupérer le zirconium le plus pur possible dans de bonnes conditions de rendement.

Le rendement de l'extraction exigé est $R = 98\%$ avec :

$R = \text{Débit du zirconium récupéré dans la phase organique} / \text{Débit du zirconium introduit dans l'alimentation}$

Le facteur de décontamination du zirconium traduisant l'élimination de l'hafnium dans la phase organique est défini de la façon suivante:

$$K = \frac{Y_{Zr}^1}{Y_{Hf}^1} \cdot \frac{X_{Hf}^F}{X_{Zr}^F} = 200$$

6.3.1. Exprimer le rendement de l'extraction et calculer la valeur de Y_{Zr}^1 . Conclure sur la valeur de Y_{Hf}^1 à l'aide de K .

6.3.2. Comparer $\frac{Y_{Zr}^1}{Y_{Hf}^1}$ avec $\frac{X_{Zr}^F}{X_{Hf}^F}$ et commenter.

6.3.3. En posant les bilans matière sur l'ensemble de la colonne, calculer les valeurs de X_{Zr}^n et X_{Hf}^n . Comparer X_{Hf}^n et X_{Hf}^F et commenter.

Comparer les rapports $\frac{Y_{Zr}^1}{X_{Zr}^n}$ puis $\frac{X_{Hf}^n}{Y_{Hf}^1}$ pour conclure sur la séparation réalisée.

6.4. Représentation graphique des échanges de matière dans la colonne

6.4.1. Les courbes d'équilibre pour le zirconium et l'hafnium dans chaque phase peuvent être considérées comme des droites. En effet, l'acide nitrique se comporte comme un diluant puisqu'il n'intervient pas dans l'efficacité du processus de séparation. On considère alors qu'à la température et à la pression de fonctionnement les coefficients de partage K_{Zr} et K_{Hf} entre les deux phases sont constants.

$$K_{Zr} = \frac{Y_{Zr}^m}{X_{Zr}^m} = 1,2 \quad K_{Hf} = \frac{Y_{Hf}^m}{X_{Hf}^m} = 0,12$$

Indice m : plateau quelconque le long des colonnes de lavage et d'extraction.

Identifier les droites d'équilibre $Y_{Zr} = f(X_{Zr})$ et $Y_{Hf} = f(X_{Hf})$ sur les graphes ci-joints.

6.4.2. Les droites opératoires sont obtenues à partir des bilans matière entre les plateaux intermédiaires p et q et les extrémités de chaque colonne.

Etablir les équations des droites opératoires en fonction des titres et des débits.

A - de la section de lavage $Y^{p+1} = f(X^p)$ pour Zr et Hf

B - de la section d'extraction $Y^q = f(X^{q+1})$ pour Zr et Hf .

C - Identifier ces droites opératoires sur les graphes ci-joints et repérer les points A et A' des ordonnées à l'origine pour les droites de lavage respectivement du zirconium et de l'hafnium, et, les points B et B' de l'intersection des droites d'extraction sur l'axe des abscisses.

$K = \dots\dots\dots = 200$

6.3.1. Exprimer le rendement de l'extraction et calculer la valeur de Y. Conclure sur la valeur de Y à l'aide de K.

Hf

Y

XE

6.3.2. Comparer.....avec....et commenter.

6.3.3. En posant les bilans matière sur l'ensemble de la colonne, calculer les valeurs de X_{nZr} , et X_{nHf} . Comparer X_{nHf} et X_{fHf} et commenter.

Comparer les rapports Y_{1Zr}/X_{nZr} puis X_{nHf}/Y_{1Hf} pour conclure sur la séparation réalisée.

6.4. Représentation graphique des échanges de matière dans la colonne

6.4.1. Les courbes d'équilibre pour le zirconium et l'hafnium dans chaque phase peuvent être considérées comme des droites. En effet, l'acide nitrique se comporte comme un diluant puisqu'il n'intervient pas dans l'efficacité du processus de séparation. On considère alors qu'à la température et à la pression de fonctionnement les coefficients de partage K_z , et K_{Hf} entre les deux phases sont constants.

$K_{Zr} = \dots\dots\dots = 1,2$... $K_{Hf} = \dots\dots\dots = 0,12$

Indice m: plateau quelconque le long des colonnes de lavage et d'extraction.

Identifier les droites d'équilibre $Y_z = f(X_z)$ et $Y_{Hf} = f(X_{Hf})$ sur les graphes ci-joints.

6.4.2. Les droites opératoires sont obtenues à partir des bilans matière entre les plateaux intermédiaires p et q et les extrémités de chaque colonne.

Établir les équations des droites opératoires en fonction des titres et des débits.

A- de la section de lavage $Y = f(X)$ pour Zr et Hf

B- de la section d'extraction $Y = f(X)$ pour Zr et Hf.

C- Identifier ces droites opératoires sur les graphes ci-joints et repérer les points A et A' des ordonnées à l'origine pour les droites de lavage respectivement du zirconium et de l'hafnium, et, les points B et B' de l'intersection des droites d'extraction sur l'axe des abscisses.

- D - Comment peut-on accéder graphiquement aux valeurs X_{Hf}^F et X_{Zr}^F ?
- E - Quel est le rôle de la section de lavage ?

6.5. Evaluation du nombre de plateau

La détermination du nombre de plateau nécessaire dans la colonne de lavage et dans la colonne d'extraction pour chaque constituant (Hf et Zr) fait appel à une méthode par approximation successive.

On choisit l'un des deux constituants, le zirconium par exemple, pour débiter la construction de Mac Cabe et Thiele. On fixe arbitrairement le nombre de plateaux « k » dans la colonne de lavage. On débute le tracé au point A. En s'appuyant sur la droite de lavage et la droite d'équilibre on trace les « k » plateau et on passe alors dans le domaine d'extraction. Le tracé entre la droite d'équilibre et la droite d'extraction conduit à « n » plateau en atteignant exactement ou pas le titre B.

Si on atteint exactement ou pas le titre B, on vérifie alors sur le graphe de l'hafnium que les nombres « k » et « n » choisis sont suffisants pour effectuer l'opération et obtenir exactement la valeur de B'. Dans le cas où B' trouvé graphiquement est différent de la valeur théorique il faut augmenter ou diminuer les nombres « k » et « n ».

6.5.1. Faire la construction en choisissant $k = 2$

6.5.2. Donner le nombre de plateau pour le zirconium et pour l'hafnium dans la section de lavage et dans la section d'extraction.

6.5.3. Peut-on envisager de choisir $k = 3$? Commenter votre réponse.

D- Comment peut-on accéder graphiquement aux valeurs X_{fHF} et X_{fZr} ?

E- Quel est le rôle de la section de lavage?

6.5. Evaluation du nombre de plateau

La détermination du nombre de plateau nécessaire dans la colonne de lavage et dans la colonne d'extraction pour chaque constituant (Hf et Zr) fait appel à une méthode par approximation successive.

On choisit l'un des deux constituants, le zirconium par exemple, pour débiter la construction de McCabe et Thiele. On fixe arbitrairement le nombre de plateaux «k» dans la colonne de lavage. On débute le tracé au point A. En s'appuyant sur la droite de lavage et la droite d'équilibre on trace les "k" plateau et on passe alors dans le domaine d'extraction. Le tracé entre la droite d'équilibre et la droite d'extraction conduit à «n» plateau en atteignant exactement ou pas le titre B.

Si on atteint exactement ou pas le titre B, on vérifie alors sur le graphe de l'hafnium que les nombres «k» et «n» choisis sont suffisants pour effectuer l'opération et obtenir exactement la valeur de B'. Dans le cas où B' trouvé graphiquement est différent de la valeur théorique il faut augmenter ou diminuer les nombres "k" et "n".

6.5.1. Faire la construction en choisissant $k = 2$

6.5.2. Donner le nombre de plateau pour le zirconium et pour l'hafnium dans la section de lavage et dans la section d'extraction.

6.5.3. Peut-on envisager de choisir $k = 3$? Commenter votre réponse.

ALIMENTATION

$$E^0 = 48 \text{ l/h (HNO}_3 + \text{Na)}$$

$$F = 48 \text{ l/h (Zr(NO}_3)_4 + \text{HF (NO}_3)_4 + \text{HNO}_3 + \text{NaNO}_3 + \text{H}_2\text{O)}$$

$$E^n =$$

$$X_{\text{Hf}}^0 = 0$$

$$X_{\text{Hf}}^F = 2,46 \cdot 10^{-3} \text{ M/l}$$

$$X_{\text{Hf}}^n =$$

$$X_{\text{Zr}}^0 = 0$$

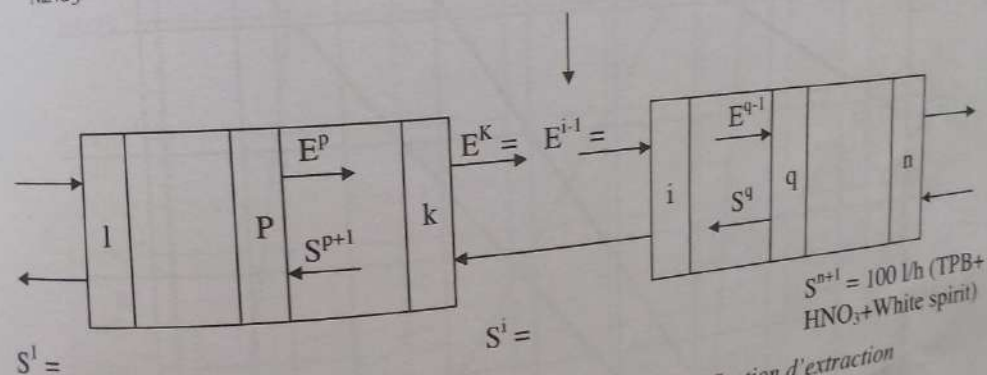
$$X_{\text{Zr}}^F = 0,123 \text{ M/l}$$

$$X_{\text{Zr}}^n =$$

$$X_{\text{NaNO}_3}^0 = 3,5 \text{ M/l}$$

$$X_{\text{NaNO}_3}^F = 3,5 \text{ M/l}$$

$$X_{\text{NaNO}_3}^n =$$



Section de lavage

Section d'extraction

$$Y_{\text{Hf}}^1 = 0$$

$$Y_{\text{Hf}}^{n+1} = 0$$

$$Y_{\text{Zr}}^1 =$$

$$Y_{\text{Zr}}^{n+1} = 0$$

$$Y_{\text{NaNO}_3}^1 =$$

$$Y_{\text{NaNO}_3}^{n+1}$$

Figure 1 : Purification du zirconium par extraction liquide-liquide.

ALIMENTATION

E-48 l/h ($\text{HNO}_3 + \text{Na}$).....

F= 48 l/h ($\text{Zr}(\text{NO}_3)_4 + \text{HF} (\text{NO}_3)_4$).....

Section de lavage.....

Section d'extraction.....

Figure 1: Purification du zirconium par extraction liquide-liquide.

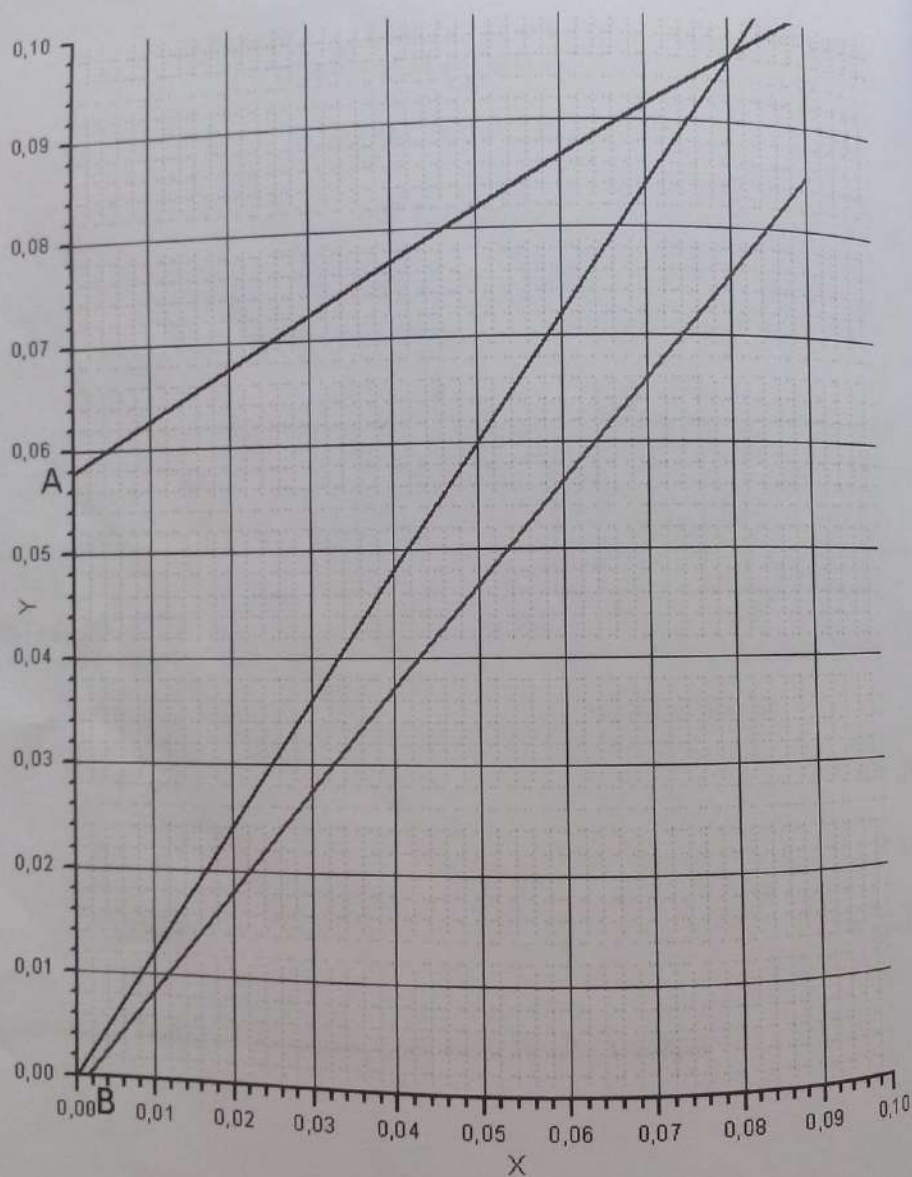


Figure 2 : Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide.
Graphe du zirconium

Figure 2: Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide.
Graphe du zirconium

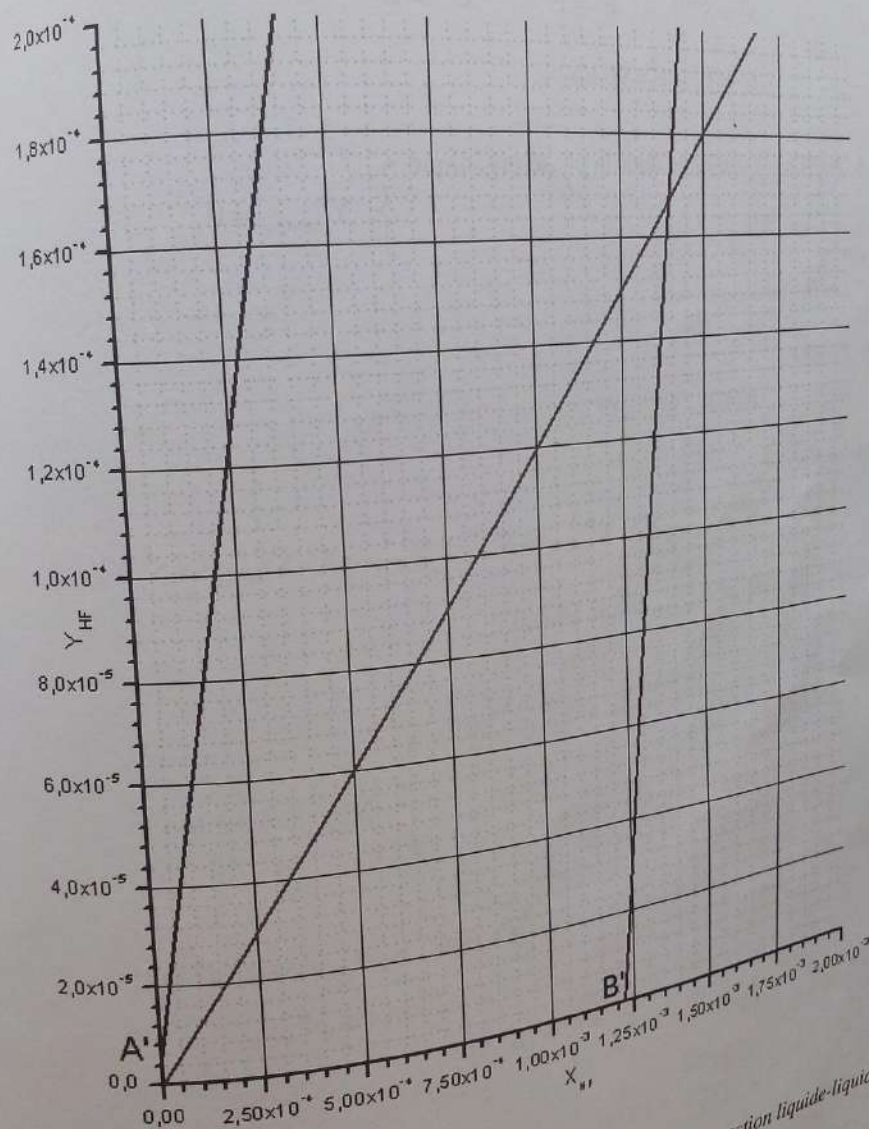


Figure 3 : Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide.
Graphe de l'hafnium.

Figure 3: Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide.
Graphe de l'hafnium.

SOLUTION EXERCICE 6

6.1. Les hypothèses permettent d'écrire

$$S^1 = S^{n+1} \quad E^0 = E^k \quad E^{i-1} = E^n$$

$$E^n = E^0 + F = 96 \text{ l/h}$$

$$6.2. * \text{ NaNO}_3 \text{ est insoluble dans la phase organique} \left. \begin{array}{l} Y_{\text{NaNO}_3}^{n-1} = 0 \\ Y_{\text{NaNO}_3}^1 = 0 \end{array} \right\}$$

* Les bilans conduisent à

Bilan global :

$$E^0 + F + S^{n+1} = E^n + S^1$$

Bilan sur NaNO_3 :

$$E^0 \cdot X_{\text{NaNO}_3}^0 + F \cdot X_{\text{NaNO}_3}^F + S^{n+1} \cdot Y_{\text{NaNO}_3}^{n+1} = E^n \cdot X_{\text{NaNO}_3}^n + S^1 \cdot Y_{\text{NaNO}_3}^1$$

Puisque $Y_{\text{NaNO}_3}^{n+1} = 0$ et $Y_{\text{NaNO}_3}^1 = 0$ on obtient :

$$X_{\text{NaNO}_3}^n = \frac{E^0 \cdot X_{\text{NaNO}_3}^0 + F \cdot X_{\text{NaNO}_3}^F}{E^n} \left. \begin{array}{l} \\ \text{avec } E^n = F + E^0 \end{array} \right\} X_{\text{NaNO}_3}^n = 3,5 \text{ M/l}$$

$$6.3. * R = \frac{S^1 \cdot Y_{\text{Zr}}^1}{F \cdot X_{\text{Zr}}^F} = 98 \% \Rightarrow Y_{\text{Zr}}^1 = \frac{F \cdot X_{\text{Zr}}^F}{S^1} \cdot 0,98 \Rightarrow Y_{\text{Zr}}^1 = 57,8 \cdot 10^{-3} \text{ M/l}$$

$$Y_{\text{Hf}}^1 = \frac{Y_{\text{Zr}}^1 \cdot X_{\text{Hf}}^F}{K \cdot X_{\text{Zr}}^F} \Rightarrow Y_{\text{Hf}}^1 = 5,78 \cdot 10^{-6} \text{ M/l}$$

$$* \frac{Y_{\text{Zr}}^1}{Y_{\text{Hf}}^1} = \frac{57,8 \cdot 10^{-3}}{5,78 \cdot 10^{-6}} = 10000$$

$$\frac{X_{\text{Zr}}^F}{X_{\text{Hf}}^F} = \frac{0,123}{2,46 \cdot 10^{-3}} = 50$$

Dans la phase organique sortante, la teneur en Hf est 10000 fois plus faible que celle du Zr. Dans l'alimentation la teneur en Hf n'est que 50 fois plus faible que celle de Zr. On retrouve bien le facteur de décontamination :

$$\frac{10000}{50} = 200 = K$$

Exercices avec solution

* Les bilans

Bilan global :

Bilan sur le zirc

Bilan sur l'ha

* On a

On retrouve
l'alimentat

* On

La teneur
de la phas

La teneur
phase or

La sépar

6.4. Re

A l'aide
d'ident

A parti

* Bil

Bil

Bi

SOLUTION EXERCICE 6

6.1. Les hypothèses permettent d'écrire

$$S' = S_{n+1} \quad E_0 = E_k \quad E_{i-1} = E'' \quad E'' = E^\circ + F = 96 \text{ l/h}$$

6.2. * NaNO_3 est insoluble dans la phase organique

$$Y_{n-1} \text{NaNO}_3 = 0 \dots\dots$$

* Les bilans conduisent à

$$\text{Bilan global : } E^\circ + F + S_{n+1} = E'' + S_1$$

$$\text{Bilan sur NaNO}_3: E^\circ \cdot X \text{NaNO}_3 + F \cdot X E \text{NaNO}_3 + S_{n+1} \cdot Y_{n+1} \text{NaNO}_3 = E'' \cdot X \text{NaNO}_3$$

$$\text{Puisque } Y_{\text{NaNO}_3} = 0 \text{ et } Y_{\text{NaNO}_3} \dots\dots\dots$$

$$6.3. * R = F/X = 98 \% \Rightarrow Y = F/X \cdot S_1 \dots\dots\dots 0,98 \quad Y = 57,8 \cdot 10^3 \text{ M/l}$$

Dans la phase organique sortante, la teneur en Hf est 10000 fois plus faible que celle du Zr.

Dans l'alimentation la teneur en Hf n'est que 50 fois plus faible que celle de Zr. On

retrouve bien le facteur de décontamination : $10000 / 50 = 200 = K$

* Les bilans matière sur le procédé nous donne :

$$\text{Bilan global : } E^0 + S^{N+1} + F = S^1 + E^n$$

Bilan sur le zirconium :

$$E^0 \cdot 0 + S^{N+1} \cdot 0 + F \cdot X_{Zr}^F = S^1 \cdot Y_{Zr}^1 + E^n \cdot X_{Zr}^n$$

$$\text{soit } X_{Zr}^n = \frac{F \cdot X_{Zr}^F - S^1 \cdot Y_{Zr}^1}{F + E_0} = 1,29 \cdot 10^{-3} \text{ M/l}$$

Bilan sur l'hafnium :

$$E^0 \cdot 0 + S^{N+1} \cdot 0 + F \cdot X_{Hf}^F = S^1 \cdot Y_{Hf}^1 + E^n \cdot X_{Hf}^n$$

$$\text{soit } X_{Hf}^n = \frac{F \cdot X_{Hf}^F - S^1 \cdot Y_{Hf}^1}{F + E_0} = 1,22 \cdot 10^{-3} \text{ M/l}$$

$$* \text{ On a } \frac{X_{Hf}^F}{X_{Hf}^n} \approx 2$$

On retrouve dans la phase aqueuse sortante pratiquement tout l'hafnium introduit dans l'alimentation car le rapport des débits $E^n/F = 2$.

$$* \text{ On a } \frac{Y_{Zr}^1}{X_{Zr}^n} \approx 45 \text{ et } \frac{X_{Hf}^n}{Y_{Hf}^1} \approx 4000$$

La teneur en zirconium dans la phase organique sortante est 45 fois plus élevée que celle de la phase aqueuse sortante.

La teneur en hafnium dans la phase aqueuse sortante est 4000 fois plus élevée que dans la phase organique sortante.

La séparation de Hf et Zr est très efficace.

6.4. Représentation graphique des échanges de matière

A l'aide des informations fournies dans l'énoncé et les figures jointes, il est possible d'identifier les droites opératoires et débiter la construction graphique.

A partir des bilans matière on peut établir les équations des droites opératoires.

* Bilan sur la section de lavage

$$\text{Bilan global : } S^{p+1} + E^0 = S^1 + E^p$$

$$\text{Bilan sur Zr : } S^{p+1} \cdot Y_{Zr}^{p+1} + E^0 \cdot 0 = S^1 \cdot Y_{Zr}^1 + E^p \cdot X_{Zr}^p$$

* Les bilans matière sur le procédé nous donne:

Bilan global : $E + S + 1 + F = S' + E''$

Bilan sur le zirconium: $E \cdot 0 + S + 1 \cdot 0 + F \cdot X = S' \cdot Y_2 + E'' \cdot X_2$

soit $X = \frac{FX - S'Y}{F + E_0} = 1,29.103 \text{ M/l}$

Bilan sur l'hafnium: $E_0 \cdot 0 + S + 1 \cdot 0 + F \cdot X = S' \cdot Y_{HF} + E'' \cdot X_{HF}$ soit....

* On a $X_{HF} \approx 2$

On retrouve dans la phase aqueuse sortante pratiquement tout l'hafnium introduit dans l'alimentation car le rapport des débits $E''/F = 2$.

* On a ≈ 45 et ≈ 4000

La teneur en zirconium dans la phase organique sortante est 45 fois plus élevée que celle de la phase aqueuse sortante.

La teneur en hafnium dans la phase aqueuse sortante est 4000 fois plus élevée que dans la phase organique sortante.

La séparation de Hf et Zr est très efficace.

6.4. Représentation graphique des échanges de matière

A l'aide des informations fournies dans l'énoncé et les figures jointes, il est possible d'identifier les droites opératoires et débiter la construction graphique.

A partir des bilans matière on peut établir les équations des droites opératoires.

* Bilan sur la section de lavage

Bilan global : $S_P + 1 + E_S + E_P$

Bilan sur Zr : $S_P + 1 \cdot Y_P + E_0 = S'Y + E \cdot X$

$$Y_{Zr}^{p+1} = \frac{E^p}{S^{p+1}} \cdot X_{Zr}^p + \frac{S^1}{S^{p+1}} \cdot Y_{Zr}^1$$

$$Y_{Zr}^{p+1} = 0,48 \cdot X_{Zr}^p + 57,8 \cdot 10^{-3}$$

$$\text{Bilan sur Hf : } Y_{Hf}^{p+1} = \frac{E^p}{S^{p+1}} \cdot X_{Hf}^p + \frac{S^1}{S^{p+1}} \cdot Y_{Hf}^1$$

$$Y_{Hf}^{p+1} = 0,48 \cdot X_{Hf}^p + 5,78 \cdot 10^{-6}$$

* Bilan sur la section d'extraction

$$\text{Bilan global : } S^q + E^n + E^{q-1} + S^{n-1}$$

$$\text{Bilan sur Zr : } S^q \cdot Y_{Zr}^q + E^n \cdot X_{Zr}^n = E^{q-1} \cdot X_{Zr}^{q-1} + S^{n-1} \cdot 0$$

$$Y_{Zr}^q = \frac{E^{q-1}}{S^q} \cdot X_{Zr}^{q-1} - \frac{E^n}{S^q} \cdot X_{Zr}^n$$

$$Y_{Zr}^q = 0,96 \cdot X_{Zr}^{q-1} - 1,24 \cdot 10^{-3}$$

$$\text{Bilan sur Hf : } Y_{Hf}^q = \frac{E^{q-1}}{S^q} \cdot X_{Hf}^{q-1} - \frac{E^n}{S^q} \cdot X_{Hf}^n$$

$$Y_{Hf}^q = 0,96 \cdot X_{Hf}^{q-1} - 1,17 \cdot 10^{-3}$$

On peut vérifier le positionnement des droites sur les figures jointes (figures 2 et 3).

On peut accéder aux valeurs de X_{Hf}^F et X_{Zr}^F en prolongeant les droites opératoires jusqu'à leur intersection.

La section de lavage permet de diminuer la teneur en Hf présente dans la phase organique entre le plateau k et le plateau n° 1. Les valeurs de ces titres $Y_{Hf}^1 = 0,12 \cdot 10^{-3}$ M/l et $Y_{Hf}^k = 5,78 \cdot 10^{-6}$ M/l montrent que la teneur en Hf dans la phase organique est diminuée d'un facteur 21 dans la colonne de lavage.

6.5. * La construction en choisissant $k = 2$ conduit aux tracés donnés dans les figures 2 et 3.

* Les nombres de plateaux pour l'hafnium sont
2 pour la section de lavage
1 pour la section d'extraction

Bilan sur Hf: YP.....

* Bilan sur la section d'extraction

Bilan global: $S_9 + E + E-1 + S-1$

Bilan sur Zr: $S.Y_2 + E''$. $X_2 = E_1 X_2 + S_{n-1.0}$

Bilan sur Hf: Y.....

On peut vérifier le positionnement des droites sur les figures jointes (figures 2 et 3).

On peut accéder aux valeurs de X_I et X_{II} , en prolongeant les droites opératoires jusqu'à

La section de lavage permet de diminuer la teneur en Hf présente dans la phase organique entre le plateau k et le plateau n° 1. Les valeurs de ces titres $Y_i = 0,12.10 \text{ M/l}$ et $5,78.10 \text{ M/l}$ montrent que la teneur en Hf dans la phase organique est diminuée d'un

facteur 21 dans la colonne de lavage.

6.5. * La construction en choisissant $k = 2$ conduit aux tracés donnés dans les figures et 3.

* Les nombres de plateaux pour l'hafnium sont

2 pour la section de lavage

1 pour la section d'extraction

Les nombres de plateaux pour le zirconium sont
2 pour la section de lavage
15 pour la section d'extraction

- * On peut avoir 3 plateaux et même plus pour le zirconium. Il est en revanche impossible de considérer 3 plateaux et plus dans l'hafnium. En effet la droite d'équilibre coupe la droite d'extraction à $Y = 0,17 \cdot 10^{-3} \text{ M/l}$ alors que le 3^e plateau serait à $Y \gg 0,2 \cdot 10^{-3} \text{ M/l}$, ce qui est impossible.

Les nombres de plateaux pour le zirconium sont

2 pour la section de lavage

15 pour la section d'extraction

* On peut avoir 3 plateaux et même plus pour le zirconium. Il est en revanche impossible de considérer 3 plateaux et plus dans l'hafnium. En effet la droite d'équilibre coupe la droite d'extraction à $Y=0.17.10^{-10}$ M/l alors que le 3^e plateau serait à $Y \gg 0.2.10^{-10}$ M/l, ce qui est impossible.

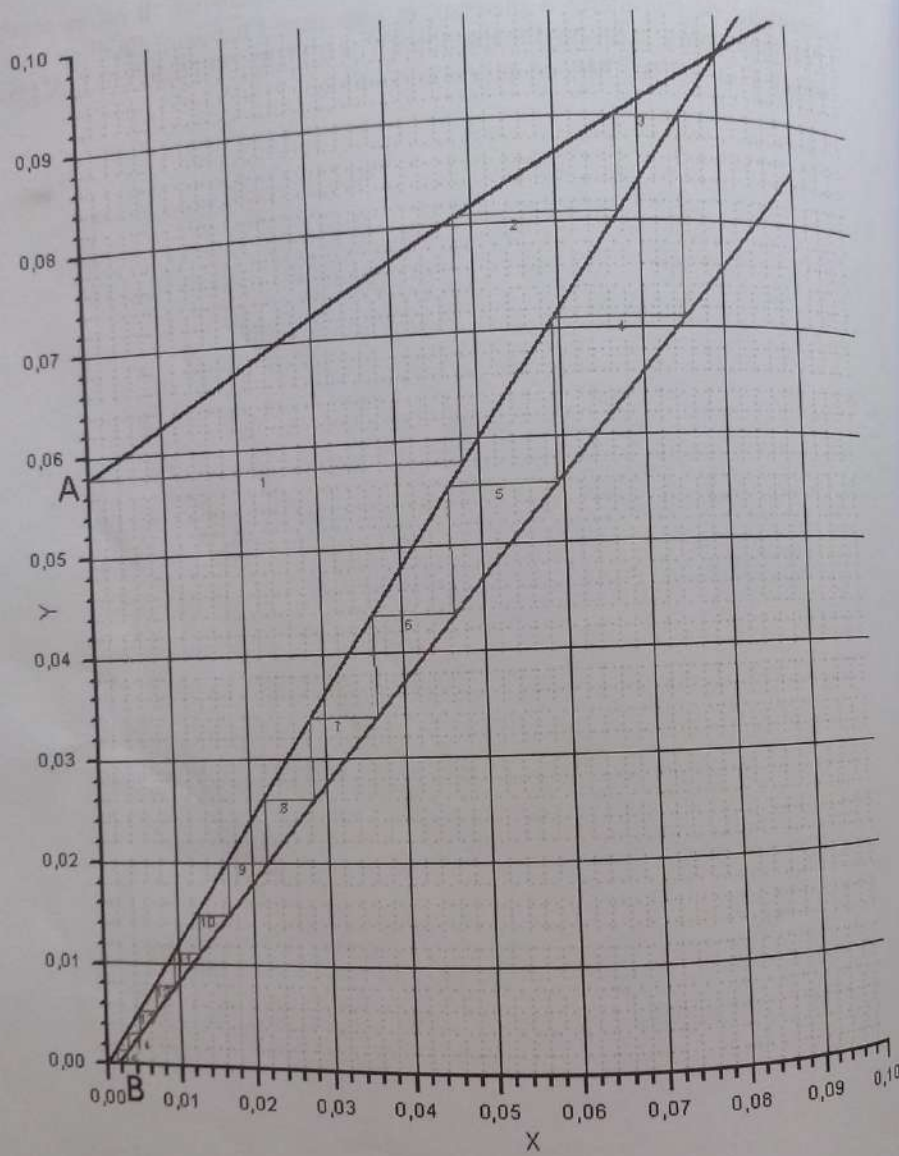


Figure 2 : Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide.
Graphe du zirconium.

Figure 2: Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide
Graphe du zirconium.

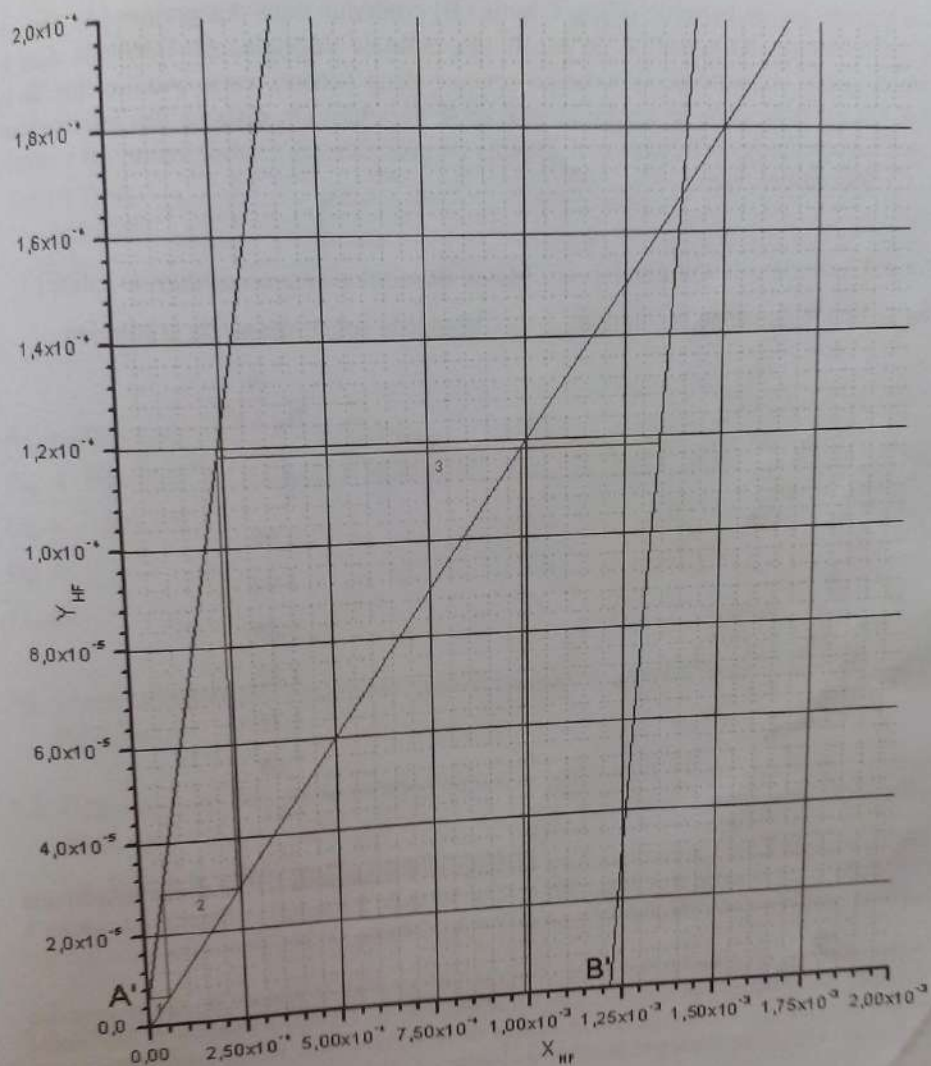


Figure 3 : Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide.
Graphe de l'hafnium.

Figure 3: Séparation du zirconium et de l'hafnium par extraction liquide-liquide.
Graphe de l'hafnium.

7 - EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE EN CONTINU A CONTRE-COURANT : EXTRACTION DE L'HUILE CONTENUE DANS DES GRAINES PAR LE BENZENE - COURS AU CHAPITRE VII

On veut extraire par du benzène (C), une huile (B) contenue dans des graines (A). On sait que le solide inerte (A) constitué de parois des cellules végétales est insoluble dans le benzène et que la quantité de la solution retenue dans l'inerte varie avec le titre de la solution. On est donc dans le cas de la sousverse variable. On dispose des informations suivantes concernant les différents constituants en présence (A : solide-inerte ; B : soluté-huile ; C : solvant-benzène).

Titre de l'huile dans la solution [-]
Masse de l'huile/masse de la solution

$$y = \frac{B_s}{B_s + C_s}$$

0

0,1

0,2

0,3

0,4

0,5

0,6

0,7

Masse de la solution retenue dans le solide [-]

Masse du solide/masse de la solution

$$z = \frac{A}{B_s + C_s}$$

2

1,98

1,94

1,89

1,82

1,75

1,68

1,61

Le débit massique S_0 de l'alimentation au 1^{er} étage s'effectue sous forme d'une suspension épaisse de $A = 2000$ kg/h, $B = 800$ kg/h et $C = 50$ kg/h. La solution liquide introduite à l'étage « n » est constituée de $B = 20$ kg/h et $C = 1310$ kg/h.

Le solide inerte sortant au dernier étage contient 120 kg d'huile résiduelle. On se propose de calculer les compositions (x , y , z) et les débits (A , B , C) des surverses et sousverses entrantes et sortantes. On admet que le liquide de la surverse à la même composition que pour la sousverse. On complètera le schéma ci-joint.

Exercices avec solution

$A_{L1} =$ kg/h
 $B_{L1} =$ kg/h
 $C_{L1} =$ kg/h
 $x_{L1} =$
 $z_{L1} =$

Zone à forte concentration en huile

$A_{S0} = 2000$
 $B_{S0} = 800$
 $C_{S0} = 50$
 $x_{S0} =$
 $y_{S0} =$

7.1. Trace point

7.2. Détermination des compositions et des débits à l'étage n
En

7.3. Calcul des débits

7.4. Composition des surverses et sousverses

7.5. Bilan global de la colonne

7-EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE EN CONTINU À CONTRE COURANT: EXTRACTION DE L'HUILE CONTENUE DES GRAINES PAR LE BENZÈNE - COURS AU CHAPITRE VII

On veut extraire par du benzène (C), une huile (B) contenue dans des graines (A). On sait que le solide inerte (A) constitué de parois des cellules végétales est insoluble dans le la quantité de la solution retenue dans l'inerte varie avec le titre de la solution. On est donc dans le cas de la sousverse variable. On dispose des informations suivantes concernant les différents constituants en présence (A: solide-inerte; B: soluté benzène et que huile; C: solvant-benzène).

Titre de l'huile dans la solution [-]

Masse de l'huile/masse de la solution $y = B_s / B_s + C_s$

Masse de la solution retenue dans le solide [-]

Masse du solide/masse de la solution $Z = A / B_s + C_s$

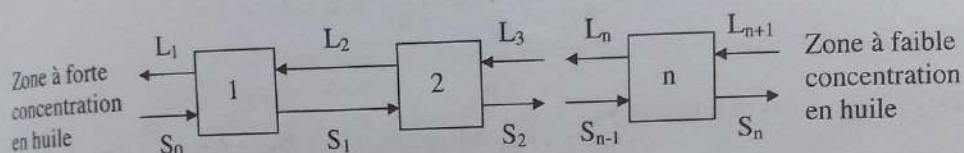
Le débit massique S_o de l'alimentation au 1^o étage s'effectue sous forme d'une suspension épaisse de $A = 2000 \text{ kg/h}$, $B = 800 \text{ kg/h}$ et $C = 50 \text{ kg/h}$. La solution liquide introduite à l'étage << n >> est constituée de $B = 20 \text{ kg/h}$ et $C = 1310 \text{ kg/h}$.

Le solide inerte sortant au dernier étage contient 120 kg d'huile résiduelle. On se propose de calculer les compositions (x, y, z) et les débits (A, B, C) des surverses et sousverses entrantes et sortantes. On admet que le liquide de la surverse à la même composition que pour la sousverse. On complétera le schéma ci-joint.

$$\begin{array}{l}
 A_{L_1} = \text{kg/h} \\
 B_{L_1} = \text{kg/h} \\
 C_{L_1} = \text{kg/h} \\
 x_{L_1} = \\
 y_{L_1} =
 \end{array}
 \left. \begin{array}{l}
 \\
 \\
 \\
 \\
 \end{array} \right\} A+B+C = \text{kg/h}$$

$$\begin{array}{l}
 A_{L_{n+1}} = 0 \text{ kg/h} \\
 B_{L_{n+1}} = 20 \text{ kg/h} \\
 C_{L_{n+1}} = 1310 \text{ kg/h} \\
 x_{L_{n+1}} = \\
 z_{L_{n+1}} =
 \end{array}
 \left. \begin{array}{l}
 \\
 \\
 \\
 \end{array} \right\} A+B+C = 1330 \text{ kg/h}$$

SURVERSES



SOUSVERSES

$$\begin{array}{l}
 A_{S_0} = 2000 \text{ kg/h} \\
 B_{S_0} = 800 \text{ kg/h} \\
 C_{S_0} = 50 \text{ kg/h} \\
 x_{S_0} = \\
 y_{S_0} =
 \end{array}
 \left. \begin{array}{l}
 \\
 \\
 \\
 \end{array} \right\} A+B+C = 2850 \text{ kg/h}$$

$$\begin{array}{l}
 A_{S_n} = \text{kg/h} \\
 B_{S_n} = 120 \text{ kg/h} \\
 C_{S_n} = \text{kg/h} \\
 y_{S_n} = \\
 z_{S_n} =
 \end{array}
 \left. \begin{array}{l}
 \\
 \\
 \\
 \end{array} \right\} A+B+C = \text{kg/h}$$

- 7.1. Tracer la courbe des sousverses variables sur un diagramme ternaire modifié. Placer le point S_0 .
- 7.2. Déterminer le titre de la solution liquide retenue par l'inertie à la sortie du dernier étage « n » : y_{S_n} .
En déduire la valeur de C_{S_n} et celle de z_{S_n} .
- 7.3. Calculer les valeurs de $x_{L_{n+1}}$ et $z_{L_{n+1}}$ puis toutes les valeurs du courant L_1 .
- 7.4. Placer les points S_n , L_{n+1} et L_1 et déterminer graphiquement le nombre de plateaux.
- 7.5. Les points L_{n+1} et L_1 peuvent être obtenus graphiquement à l'aide de la règle des segments inverses à partir des points S_0 (0,941/2,353) et S_n (0,118/1,966) et des données initiales pour les courants L_{n+1} et L_1 .
Expliquer les étapes de vos calculs et des tracés.

$AL_{n+1} = \dots A+B+C = 1330 \text{ kg/h}$
 CL_{n+1}

SURVERSEES

Zone à forte concentration en huile

Zone à faible concentration en huile

SOUSVERSEES

$A_{so} = 2000 \text{ kg/h}$ $A+B+C = 2850 \text{ kg/h}$... $A+B+C = \dots \text{kg/h}$

7.1. Tracer la courbe des sousverses variables sur un diagramme ternaire modifié. Placer le point So .

7.2. Déterminer le titre de la solution liquide retenue par l'inertie à la sortie du dernier étage «n»:
 $Y_{sn'}$

En déduire la valeur de C_s , et celle de Z_{Sn}

7.3. Calculer les valeurs de XL_{+1} et ZL_{n+1} puis toutes les valeurs du courant L_1 .

7.4. Placer les points Sn , L_{n+1} et Li et déterminer graphiquement le nombre de plateaux.

7.5. Les points L_{n+1} et Li peuvent être obtenus graphiquement à l'aide de la règle des segments inverses à partir des points So (0,941/2,353) et Sn (0,118/1,966) et des données initiales pour les courants L_{n+1} et L_1 .

Expliquer les étapes de vos calculs et des tracés.

SOLUTION EXERCICE 7

1) Les coordonnées du point $S_0 (y_{S_0}, z_{S_0})$ peuvent être obtenues avec les données

$$y_{S_0} = \frac{B_{S_0}}{B_{S_0} + C_{S_0}} = \frac{800}{850} = 0,941$$

$$z_{S_0} = \frac{A_{S_0}}{B_{S_0} + C_{S_0}} = \frac{2000}{850} = 2,353$$

2) On dispose des définitions $y_{S_n} = \frac{B_{S_n}}{B_{S_n} + C_{S_n}}$ et $z_{S_n} = \frac{A_{S_n}}{B_{S_n} + C_{S_n}} \Rightarrow \frac{z_{S_n}}{y_{S_n}} = \frac{A_{S_n}}{B_{S_n}}$

Puisqu'il n'y a pas d'inerte A dans le courant L_{n+1} et que cet inerté est insoluble dans le solvant, on a $A_{L_1} = 0$ kg/h et la totalité du débit A_{S_0} se retrouve en $A_{S_n} = 2000$ kg/h

$$\frac{z_{S_n}}{y_{S_n}} = \frac{2000}{120} = 16,666$$

Cette valeur représente la pente d'une droite sur laquelle se trouve le point S_n . Ce point se trouve à l'intersection avec la courbe des surverses. Le point d'intersection a pour abscisse $y_{S_n} = 0,118$.

$$\text{On en déduit la valeur de } C : y_{S_n} = \frac{B_{S_n}}{B_{S_n} + C_{S_n}} = 0,118 = \frac{120}{120 + C_{S_n}}$$

$$C_{S_n} = 897 \text{ kg/h}$$

$$\text{On en déduit la valeur de } z_{S_n} = \frac{A_{S_n}}{B_{S_n} + C_{S_n}} = \frac{2000}{897 + 120} = 1,966$$

$$3) \quad z_{L_{n+1}} = 0 \quad x_{L_{n+1}} = \frac{B_{L_{n+1}}}{B_{L_{n+1}} + C_{L_{n+1}}} = \frac{20}{1330} = 0,015$$

En régime permanent :

$$\left. \begin{array}{l} B_{L_1} + B_{S_n} = B_{S_0} + B_{L_{n+1}} \\ B_{L_1} = 800 + 20 - 120 \rightarrow B_{L_1} = 700 \\ C_{L_1} + C_{S_n} = C_{S_0} + C_{L_{n+1}} \\ C_{L_1} = 50 + 1310 - 827 = 463 = C_{L_1} \end{array} \right\} \rightarrow \begin{array}{l} z_{L_1} = 0 \\ x_{L_1} = \frac{B_{L_1}}{C_{L_1} + B_{L_1}} = 0,602 \end{array}$$

SOLUTION EXERCICE 7

1) Les coordonnées du point So (Y_{so} Z_{so}) peuvent être obtenues avec les données

$$y_{so} B_{so} = \dots\dots\dots 0,941$$

$$Z_{so} = \dots\dots\dots 2,353$$

2) On dispose des définitions $Y_{sn} = B_{sn} + C_{sn} \dots\dots\dots$

Puisqu'il n'y a pas d'inerte A dans le courant L_{n+1} et que cet inerté est insoluble dans le solvant, on a $A_{11} = 0$ kg/h et la totalité du débit A_{so} se retrouve en $A_{s1} = 2000$ kg/h

$$Z_{sn} / y_{sn} = 2000 / 120 = 16,666$$

Cette valeur représente la pente d'une droite sur laquelle se trouve le point S_n . Ce point se trouve à l'intersection avec la courbe des surverses. Le point d'intersection a pour abscisse $Y_{sp} = 0,118$.

$$\text{On en déduit la valeur de C: } Y_{sn} = B_{sn} + C_{sn} \dots\dots\dots = 0,118 = 120 / 120 + C_{sn}$$

$$C_{sn} = 897 \text{ kg/h}$$

$$\text{On en déduit la valeur de } Z_{sn} = 2000 / 897 + 120 = 1,966$$

$$3) Z_{L_{n+1}} = 0 \quad X_{L_{n+1}} \dots\dots B_{L_{n+1}} \quad B_{L_{nt}} + C_{L_{nt}} \dots\dots\dots = 0,015$$

En régime permanent:

$$B_{L1} + B_{sn} = B_{so} + B_{L_{n+1}}$$

- 4) Puisque l'on admet que le liquide de la surverse a même composition que le liquide en équilibre de la sousverse, les droites de conjugaison sont verticales.
Le tracé conduit à 4 plateaux puisque S_n est compris entre 3 et 4. Trois plateaux sont insuffisants.

- 5) Le point M à l'intersection des segments $\overline{S_0 L_{n+1}}$ et $\overline{S_n L_1}$ est tel que les débits des phases doivent répondre aux relations suivantes :

$$L_1 + S_n = L_{n+1} + S_0 = M$$

Ce point pivot M représente donc la somme des débits des phases entrantes ou la somme des débits des phases sortantes.

La règle des segments inverses permet d'écrire :

$$\frac{S_0}{L_{n+1}} = \frac{\overline{ML_{n+1}}}{\overline{MS_0}} \text{ et } \frac{S_n}{L_1} = \frac{\overline{ML_1}}{\overline{MS_n}}$$

ou encore :

$$\frac{L_1}{L_1 + S_n} = \frac{\overline{MS_n}}{\overline{L_1 S_n}} \text{ et } \frac{L_{n+1}}{L_{n+1} + S_0} = \frac{\overline{MS_0}}{\overline{L_{n+1} S_0}}$$

Les données du courant L_{n+1} permettent de positionner ce point comme nous l'avons vu dans la question précédente L_{n+1} (0,015/0).

On mesure sur le diagramme la longueur du segment $\overline{L_{n+1} S_0}$. Le rapport des débits

$$\frac{L_{n+1}}{L_{n+1} + S_0} = \frac{1330}{1330 + 851} = 0,61.$$

Pour placer le point M sur le diagramme, on a la relation

$$\overline{MS_0} = 0,61 \overline{L_{n+1} S_0}$$

Le tracé de la droite $S_n M$ et son prolongement donne à l'intersection de l'axe des abscisses le point L_1 de coordonnées (0/0,6).

La règle des segments inverses peut être vérifiée en mesurant les segments $\overline{MS_n}$ et $\overline{L_1 S_n}$ et vérifie la relation sur les rapports des débits des solutions

$$\frac{\overline{MS_n}}{\overline{L_1 S_n}} = \frac{L_1}{L_1 + S_n} = \frac{1163}{1163 + 1017} = 0,533$$

Lorsque l'on connaît la longueur des segments et un des deux débits L_1 ou S_n , on peut calculer l'autre.

Les coordonnées du point M peuvent être également déterminées en écrivant les bilans :

$$\text{Bilan global : } S_0 + L_{n+1} = M$$

$$\text{Bilan sur la solution : } S_0 \cdot y_{S_0} + L_{n+1} \cdot x_{L_{n+1}} = M \cdot x_M$$

$$\rightarrow x_M = 0,376$$

4) Puisque l'on admet que le liquide de la surverse a même composition que le liquide en équilibre de la sousverse, les droites de conjugaison sont verticales.

Le tracé conduit à 4 plateaux puisque S est compris entre 3 et 4. Trois plateaux sont insuffisants.

5) Le point M à l'intersection des segments S_oL_{n+1} et SL , est tel que les débits des phases doivent répondre aux relations suivantes : $L_1 + S_n = L_{n+1} + S_o = M$

Ce point pivot M représente donc la somme des débits des phases entrantes ou la somme des débits des phases sortantes.

La règle des segments inverses permet d'écrire :.....
ou encore:.....

Les données du courant L_{n+1} permettent de positionner ce point comme nous l'avons vu dans la question précédente L_{n+1} (0,015/0).

On mesure sur le diagramme la longueur du segment $L_{n+1}S_o$. Le rapport des débits $L_{n+1} / L_{n+1} + S_o = 1330 / 1330 + 851 = 0,61$.

Pour placer le point M sur le diagramme, on a la relation $MS_o = 0,61 L_{n+1}S_o$

Le tracé de la droite SM et son prolongement donne à l'intersection de l'axe des abscisses le point L1 de coordonnées (0/0,6).

La règle des segments inverses peut être vérifiée en mesurant les segments MS, et LIS et vérifie la relation sur les rapports des débits des solutions.....=0.533

Lorsque l'on connaît la longueur des segments et un des deux débits L, ou S, on peut calculer l'autre.

Les coordonnées du point M peuvent être également déterminées en écrivant les bilans:

Bilan global: $S_o + L_{n+1} = M$ $L_{n+1} \cdot X_{L_{n+1}} = M \cdot X_M$

Bilan sur la solution: $S_o \cdot Y_{S_o} + L_{n+1} \cdot X_{L_{n+1}} \rightarrow X_M = 0,376$

$$\left. \begin{aligned} A_{L_1} &= 0 \text{ kg/h} \\ B_{L_1} &= 700 \text{ kg/h} \\ C_{L_1} &= 463 \text{ kg/h} \end{aligned} \right\} A+B+C = 1163 \text{ kg/h}$$

$$x_{L_1} = 0,602$$

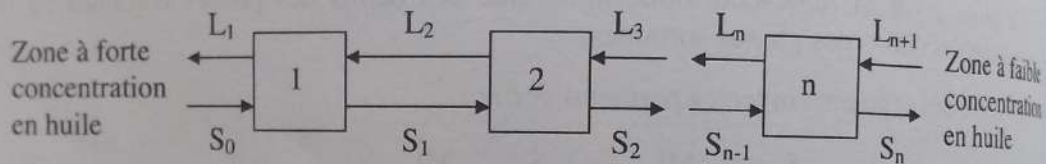
$$z_{L_1} = 0$$

$$\left. \begin{aligned} A_{L_{n+1}} &= 0 \text{ kg/h} \\ B_{L_{n+1}} &= 20 \text{ kg/h} \\ C_{L_{n+1}} &= 1310 \text{ kg/h} \end{aligned} \right\} A+B+C = 1330 \text{ kg/h}$$

$$x_{L_{n+1}} = 0,015$$

$$z_{L_{n+1}} = 0$$

SURVERSES



SOUSVERSES

$$\left. \begin{aligned} A_{S_0} &= 2000 \text{ kg/h} \\ B_{S_0} &= 800 \text{ kg/h} \\ C_{S_0} &= 50 \text{ kg/h} \end{aligned} \right\} A+B+C = 2850 \text{ kg/h}$$

$$x_{S_0} = 0,941$$

$$y_{S_0} = 2,353$$

$$\left. \begin{aligned} A_{S_n} &= 2000 \text{ kg/h} \\ B_{S_n} &= 120 \text{ kg/h} \\ C_{S_n} &= 897 \text{ kg/h} \end{aligned} \right\} A+B+C = 3017 \text{ kg/h}$$

$$y_{S_n} = 0,118$$

$$z_{S_n} = 1,966$$

ALI...=.....0 kg/h..= 700 kg/h A+B+C = 1163 kg/h
CL1 = 463 kg/h XL1 = 0,602

SURVERSES

Zone à forte concentration en huile.....

Zone à faible concentration en huile.....

SOUSVERSES

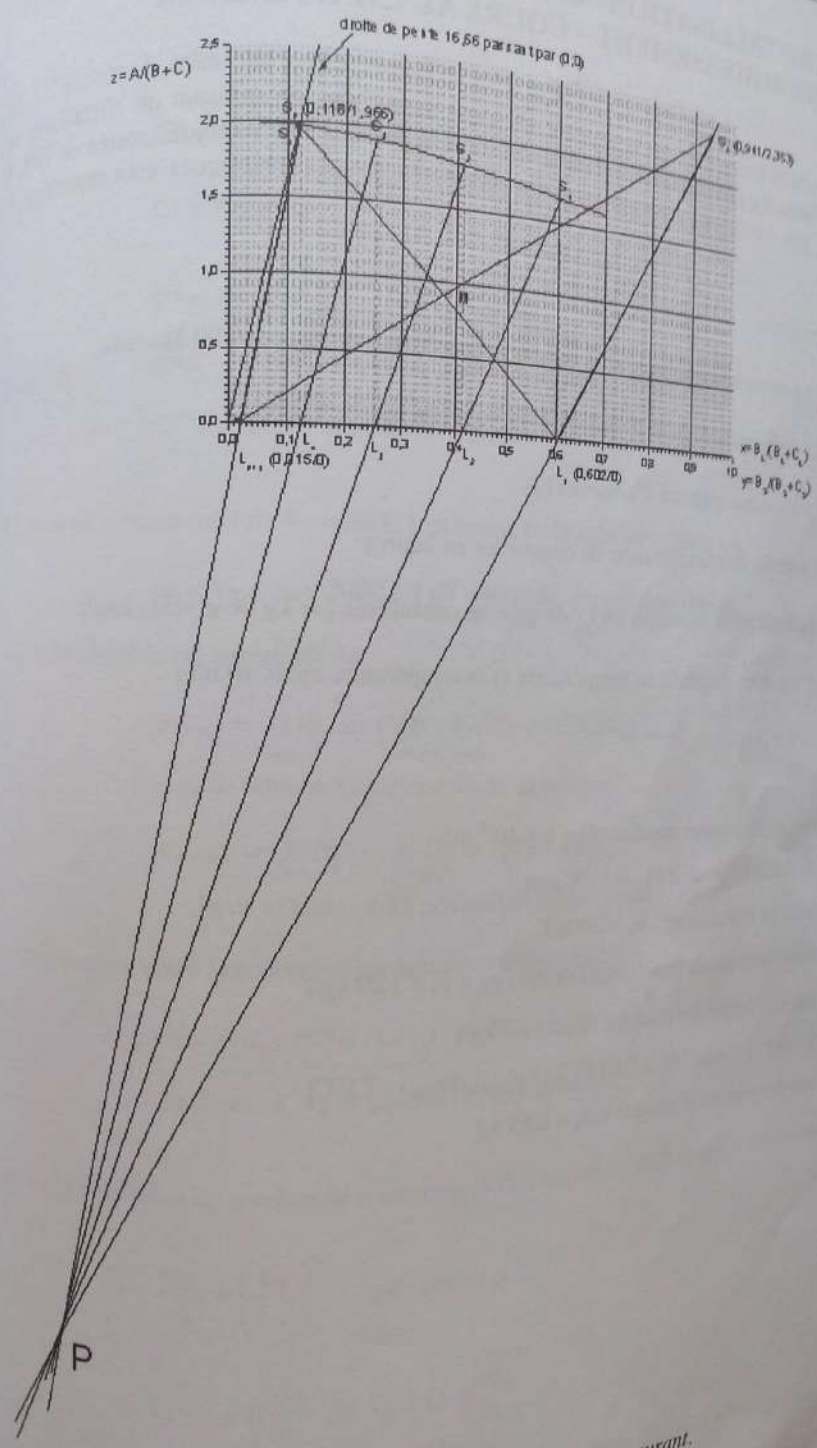
Asn = 2000 kg/h Bso = 800 kg/h A+B+C = 2850 kg/h Bsn = 120 kg/h

A+B+C=3017 kg/h.....

$B+C = 1330 \text{ kg/h}$

Zone à faible concentration en huile

$B+C = 3017 \text{ kg/h}$



Extraction liquide-solide en continu à contre-courant.
Extraction de l'huile contenue dans des graines par le benzène.

Extraction liquide-solide en continu à contre-courant.

Extraction de l'huile contenue dans des graines par le benzène.

8 – CRISTALLISATION : CALCUL DU PROFIL DE REFROIDISSEMENT – COURS AU CHAPITRE VIII

On souhaite cristalliser de la glycine, dissoute dans l'eau, en utilisant un cristalliseur de 3000 litres. La cristallisation sera réalisée en refroidissant une solution saturée de 70°C à 15°C. Les conditions d'opération et les propriétés physico-chimiques sont reportées ci-après.

Déterminer :

- 7.1. La concentration initiale et la concentration finale en $\text{kg}_{\text{glycine}}/100 \text{ kg}_{\text{solution}}$
- 7.2. La production maximale (m_f) de chaque lot en kg de glycine
- 7.3. La taille des cristaux d'amorce (L_s)
- 7.4. Le temps de cristallisation de chaque lot en heures
- 7.5. Le rendement théorique en kg de glycine cristallisée par kg de glycine totale
- 7.6. L'équation du profil de température et la température après 10 min

Données :

Vitesse de croissance linéaire : $G = 6 \times 10^{-8} \text{ m/s}$

Taille finale du produit : $L_f = 1100 \mu\text{m}$

Volume du cristalliseur : $V_c = 3000 \text{ l}$

Masse volumique de la solution initiale : $\rho_0 = \rho_f = 1,07 \text{ kg/l}$

Masse volumique des cristaux : $\rho_s = 1,62 \text{ kg/l}$

Solubilité : $C^* = 0,0166 + 0,0135 T (\text{kg}_{\text{glycine}}/\text{kg}_{\text{eau}})$; $T [^\circ\text{C}]$

Masse des cristaux d'amorce : $m_s = 0,65 \text{ kg}$

8-CRISTALLISATION: CALCUL DU PROFIL DE REFROIDISSEMENT - COURS AU CHAPITRE VIII

On souhaite cristalliser de la glycine, dissoute dans l'eau, en utilisant un cristalliseur de 3000 litres. La cristallisation sera réalisée en refroidissant une solution saturée de 70°C à 15°C. Les conditions d'opération et les propriétés physico-chimiques sont reportées ci- après.

Déterminer :

- 7.1. La concentration initiale et la concentration finale en kg glycine/100 kg solution
- 7.2. La production maximale (m) de chaque lot en kg de glycine
- 7.3. La taille des cristaux d'amorce (Ls)
- 7.4. Le temps de cristallisation de chaque lot en heures
- 7.5. Le rendement théorique en kg de glycine cristallisée par kg de glycine totale
- 7.6. L'équation du profil de température et la température après 10 min

Données :

Vitesse de croissance linéaire : $G = 6 \times 10^{-8}$ m/s

Taille finale du produit : $L = 1100$ μm

Volume du cristalliseur : $V = 3000$ l

Masse volumique de la solution initiale : $\rho_0 = \rho_f = 1,07$ kg/l

Masse volumique des cristaux : $\rho_c = 1,62$ kg/l

Solubilité : $C^* = 0,0166 + 0,0135 T$ (kg glycine/kg eau); T [°C] Masse des cristaux d'amorce : $m_c = 0,65$ kg

SOLUTION EXERCICE 8

8.1. L'équation de solubilité appliquée à $T = 70^\circ\text{C}$ et $T = 15^\circ\text{C}$ conduit à

$$C^*_{70} = 0,1666 + 0,135 \times 70 = 0,9616 \text{ kg glycine/kg d'eau}$$

$$C^*_{70} = 0,9616 \frac{\text{kg glycine}}{\text{kg d'eau}} \times \frac{1 \text{ kg d'eau}}{1,9616 \text{ kg solution}} \times 100$$

$$C^* = 49,02 \text{ kg glycine/100 kg solution}$$

De même

$$\begin{aligned} C^*_{15} &= 0,0166 + 0,0135 \times 15 = 0,2191 \text{ kg glycine/kg d'eau} \\ &= 17,97 \text{ kg glycine/100 kg solution} \end{aligned}$$

8.2. Pour un volume total de $V_T = 3000 \text{ l}$, la masse de la solution initiale est

$$m_i = V_T \times \rho_0 = 3000 \times 1,07 = 3210 \text{ kg de solution initiale}$$

La solution initiale est constituée de

$$m_{\text{H}_2\text{O}} = \underbrace{3210}_{\text{kg de solution}} \times \underbrace{(100 - 49,02)}_{\text{kg d'eau/100 kg de solution}} = 1634,5 \text{ kg d'eau}$$

$$m_{\text{glycine}} = \underbrace{3210}_{\text{kg de solution}} \times \underbrace{49,02}_{\text{kg glycine/100 kg de solution}} = 1573,5 \text{ kg glycine}$$

Le bilan matière entre la concentration initiale et finale conduit à :

$$m_F = \underbrace{m_{\text{H}_2\text{O}}}_{\text{kg d'eau}} \times \underbrace{(C^*_{70} - C^*_{15})}_{\text{kg de glycine/100 kg de solution}} = 1634,5 (0,916 - 0,2191) = 1213,6 \text{ kg glycine}$$

8.3. A partir du bilan du nombre de cristaux et si l'on néglige la nucléation on peut écrire :

$$\frac{m_S}{m_F} = \left(\frac{L_S}{L_F} \right)^3 \quad \text{qui conduit à}$$

$$L_F = L_S \sqrt[3]{\frac{m_F}{m_S}} \quad \text{et} \quad L_S = L_F \sqrt[3]{\frac{m_S}{m_F}}$$

Pour les cristaux d'amorce de masse totale $m_S = 0,65 \text{ kg}$ de taille finale $L_F = 1100 \mu\text{m}$

BARRET
ALOÏSI

IERCIER
IERCIER
IERCIER
SNARD
L BRIE
IKETSA
E COAT
ATTOUI

VSARD
CHÈZE
ZELOS
ROUÉS
JNEUF

CHÈZE
AWKA
MOREL
STIEN
VICOT

AVRE

GELIS
ROOT
ROOT

BERT
BERT
AUX
BRE
BRE
ME
IET

NE
JO

ES
ES
ES
D
IT
E
E
E
T

T
:
:
:

SOLUTION EXERCICE 8

8.1. L'équation de solubilité appliquée à $T = 70^{\circ}\text{C}$ et $T = 15^{\circ}\text{C}$ conduit à

$$C^*_{70} = 0,1666 + 0,135 \times 70 = 0,9616 \text{ kg glycine/kg d'eau}$$

$$C^*_{70} = 0,9616 \text{ kg glycine/kg d'eau} \times 1 \text{ kg d'eau} = 0,9616 \text{ kg solution} \times 100$$

De même

$$C^* = 49,02 \text{ kg glycine/100 kg solution}$$

$$C^*_{15} = 0,0166 + 0,0135 \times 15 = 0,2191 \text{ kg glycine/kg d'eau} = 17,97 \text{ kg glycine/100 kg solution}$$

8.2. Pour un volume total de $V_T = 3000 \text{ l}$, la masse de la solution initiale est

$$m_1 = V_T \times \rho_0 = 3000 \times 1,07 = 3210 \text{ kg de solution initiale}$$

La solution initiale est constituée de

$$m_{H_2O} = 3210 \times (100 - 49,02) = 1634,5 \text{ kg d'eau}$$

$$\text{kg de solution} \times \text{kg d'eau/100 kg de solution}$$

$$m_{\text{glycine}} = 3210 \times 49,02 = 1573,5 \text{ kg glycine}$$

$$\text{kg de solution} \times \text{kg glycine/100 kg de solution}$$

Le bilan matière entre la concentration initiale et finale conduit à :

$$MF = m_{H_2O} (C^*_{70} - C^*_{15}) = 1634,5 (0,916 - 0,2191) = 1213,6 \text{ kg glycine}$$

$$\text{kg d'eau} \times \text{kg de glycine/100 kg de solution}$$

8.3. A partir du bilan du nombre de cristaux et si l'on néglige la nucléation on peut écrire :....

Pour les cristaux d'amorce de masse totale $m_s = 0,65 \text{ kg}$ de taille finale $LF = 1100 \mu\text{m}$

$$L_S = 1100 \sqrt[3]{\frac{0,65}{1213,6}} \rightarrow L_S = 89,3 \mu\text{m}$$

8.4. A l'aide de l'équation CCG (Constant Crystal Growth) on peut écrire :

$$L_F = L_S + Gt \quad \text{soit } t = \frac{L_F - L_S}{G} = \frac{1100 \times 10^{-6} - 893 \cdot 10^{-6}}{6 \cdot 10^{-8}} \quad [\text{s}]$$

$$t = 16845 \text{ s} = 4,7 \text{ heures}$$

8.5. Le rendement théorique est exprimé par :

$$\eta = \frac{m_F}{m_{\text{glycine}}} \times 100 = \frac{1213,6}{1575,5} \times 100 = 77,03 \%$$

8.6. En combinant la ligne d'opération et la courbe de solubilité, on obtient :

$$C = C^0 - \frac{m_S}{m_{\text{H}_2\text{O}}} \left[\frac{(L_S + Gt)^3}{L_S^3} - 1 \right]$$

avec C_0 : concentration initiale : 0,9616 kg glycine/kg d'eau

$m_{\text{H}_2\text{O}}$: masse totale de solvant : 1634,5 kg d'eau

m_S : masse totale des amorce : 0,65 kg de cristaux

L_S : taille des cristaux d'amorce : $89,3 \cdot 10^{-6} \text{ m}$

G : vitesse de croissance linéaire : $6 \cdot 10^{-8} \text{ m/s}$

L'expression de la solubilité $C = 0,0166 + 0,0135 T$ peut être égalisée à la précédente ce qui conduit à

$$T = 70 - 5,9385 \cdot 10^{-5} t - 3,9605 \cdot 10^{-8} t^2 - 8,9343 \cdot 10^{-12} t^3$$

avec $t \equiv [\text{s}]$ et $T \equiv [^\circ\text{C}]$

Ainsi pour $t = 10 \text{ mn} = 600 \text{ s} \Rightarrow T = 69,9^\circ\text{C}$

$$L_s = 1100 \dots \rightarrow L_s = 89,3 \mu\text{m}$$

8.4. A l'aide de l'équation CCG (Constant Crystal Growth) on peut écrire :

$$LF = L_s + Gt \text{ soit } t = (LF - L_s) / G = (1100 \times 10^{-6} - 893 \cdot 10^{-6}) / 6 \cdot 10^{-8} \text{ [s]}$$

$$t = 16845 \text{ s} = 4,7 \text{ heures}$$

8.5. Le rendement théorique est exprimé par :

$$n = \frac{MF}{m_{\text{glycinex}}} \cdot 100 = \frac{1213,6}{1575,5} \times 100 = 77,03 \%$$

8.6. En combinant la ligne d'opération et la courbe de solubilité, on obtient :

$$C = C_0 - \frac{m_s}{m_{H_2O}} \cdot (L_s + Gt)^3$$

avec C_0 : concentration initiale: 0,9616 kg glycine/kg d'eau

m_{H_2O} : masse totale de solvant : 1634,5 kg d'eau

m_s : masse totale des amorces: 0,65 kg de cristaux

L_s : taille des cristaux d'amorce : 89,3.106 m

G : vitesse de croissance linéaire : 6.10-8 m/s

L'expression de la solubilité $C = 0,0166 + 0,0135 T$ peut être égalisée à la précédente ce qui conduit à

$$T = 70 - 5,9385 \cdot 10^5 t^{-3,9605 \cdot 10^{-12}} - 8,9343 \cdot 10^{-12} \text{ avec } t = \text{[s]} \text{ et } T = \text{[}^\circ\text{C]}$$

Ainsi pour $t = 10 \text{ mn} = 600 \text{ s} \Rightarrow T = 69,9^\circ\text{C}$

C

I