

## TABLE DES MATIERES

## Nomenclature

## CHAPITRE I : LES OPERATIONS UNITAIRES

## 1 – Les procédés industriels

## 2 – Principes mis en jeu dans les opérations de séparation

- 2.1. Schéma du procédé
- 2.2. Sélectivité de l'opération de séparation
- 2.3. Principales opérations de séparation
- 2.4. Exemple d'un procédé continu : la préparation du formaldéhyde

## 3 – Analyse des mécanismes de transfert

- 3.1. Introduction
- 3.2. Rappel sur les transferts au sein d'une phase non homogène
- 3.3. Analyse des transferts de matière dans un milieu biphasique

## 4 – Le transfert de matière en milieu biphasique

- 4.1. L'absorption
- 4.2. Les profils de concentration du soluté à l'interface gaz-liquide : schéma de Nernst
- 4.3. Le transfert de matière gaz-liquide
- 4.4. Rôle de la surface d'échange S
- 4.5. Théorie des deux films : schéma de Lewis et Whitman
- 4.6. Relations entre  $K_g$ ,  $K_L$ ,  $k_g$  et  $k_L$
- 4.7. Modèle d'absorption en milieu turbulent

## 5 – Conclusion

## CHAPITRE II : LES EQUILIBRES LIQUIDE-VAPEUR

## 1 – Conventions et principes

## 2 – Diagrammes d'équilibre de phase (P, T, composition)

- 2.1. Diagramme isobare :  $P = \text{cte}$  ✓
- 2.2. Diagramme isotherme :  $T = \text{cte}$  ✓
- 2.3. Diagramme des titres molaires à  $P = \text{cte}$  : courbe de partage  $y = f(x)$  ✓

## 3 – Equilibre des phases

- 3.1. Rappel de la notion d'équilibre ✓
- 3.2. Cas d'un mélange binaire idéal ✓
- 3.3. Cas des mélanges binaires non idéaux  $E_{AB} \neq E_{AA} \neq E_{BB}$  ✓

## CHAPITRE III : LA DISTILLATION

## 1 – Constations expérimentales

- 1.1. Vaporisation d'un binaire non miscible

## TABLE DES MATIÈRES

### Nomenclature

### CHAPITRE I: LES OPERATIONS UNITAIRES

#### 1 -Les procédés industriels

2 - Principes mis en jeu dans les opérations de séparation 2.1. Schéma du procédé 2.2.

Sélectivité de l'opération de séparation 2.3. Principales opérations de séparation 2.4. Exemple d'un procédé continu : la préparation du formaldéhyde

3 - Analyse des mécanismes de transfert 3.1. Introduction 3.2. Rappel sur les transferts au sein d'une phase non homogène 3.3. Analyse des transferts de matière dans un milieu biphasique

4 - Le transfert de matière en milieu biphasique 4.1. L'absorption 4.2. Les profils de concentration du soluté à l'interface gaz-liquide :

schéma de Nernst 4.3. Le transfert de matière gaz-liquide 4.4. Rôle de la surface d'échange S

4.5. Théorie des deux films : schéma de Lewis et Whitman 4.6. Relations entre  $K_g$ ,  $K_L$ ,  $k_g$  et  $k_L$

4.7. Modèle d'absorption en milieu turbulent

#### 5 - Conclusion

### CHAPITRE II : LES ÉQUILIBRES LIQUIDE-VAPEUR

#### 1 - Conventions et principes

2 - Diagrammes d'équilibre de phase (P, T, composition) 2.1. Diagramme isobare :  $P = \text{cte}$  2.2.

Diagramme isotherme :  $T = \text{cte}$  2.3. Diagramme des titres molaires à  $P = \text{cte}$  : courbe de partage  $y = f(x)$

3 - Equilibre des phases 3.1. Rappel de la notion d'équilibre 3.2. Cas d'un mélange binaire idéal

3.3. Cas des mélanges binaires non idéaux EAB #EAA EBB

### CHAPITRE III : LA DISTILLATION

#### 1 - Constations expérimentales 1.1. Vaporisation d'un binaire non miscible

|                                                                                       |            |
|---------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 1.2. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $T = \text{cte}$               | 39         |
| 1.3. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à $P = \text{cte}$               | 40         |
| 1.4. Principe de la distillation fractionnée d'un mélange miscible à $P = \text{cte}$ | 41         |
| 1.5. Montage retenu et technologies disponibles                                       | 41         |
| 1.6. Le fonctionnement d'une colonne à plateaux                                       | 44         |
| 1.7. Rectification continue – Distillation à reflux fini                              | 46         |
| 1.8. Conclusions et objectifs                                                         | 47         |
| <b>2 – Rectification continue – Méthode graphique de Mac Cabe et Thiele</b>           | <b>48</b>  |
| 2.1. Le principe                                                                      | 48         |
| 2.2. Bilans matière sur la colonne en régime permanent                                | 48         |
| 2.3. Hypothèses de Mac Cabe et Thiele – Diagramme enthalpique d'un mélange            | 50         |
| 2.4. Construction de Mac Cabe et Thiele                                               | 51         |
| 2.5. Droite d'alimentation - Etat thermique de l'alimentation de la colonne           | 54         |
| <b>3 – Rectification continue – Méthode graphique de Ponchon et Savarit</b>           | <b>62</b>  |
| 3.1. Le domaine d'utilisation                                                         | 62         |
| 3.2. Représentation des équilibres sur un diagramme enthalpique                       | 63         |
| 3.3. Bilans matière et d'énergie : relation entre les phases qui se croisent          | 63         |
| 3.4. Construction de Ponchon et Savarit                                               | 70         |
| 3.5. La zone d'alimentation de la colonne                                             | 72         |
| 3.6. Utilisation des données enthalpiques                                             | 76         |
| <b>4 – Fonctionnement d'une colonne de rectification</b>                              | <b>78</b>  |
| 4.1. Analyse des échanges de matière sur un plateau réel : PR                         | 78         |
| 4.2. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne à plateau                              | 80         |
| 4.3. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne garnie                                 | 82         |
| 4.4. Rectification à reflux total                                                     | 83         |
| 4.5. Détermination de $N_{\min}$ – Equation de Fenske                                 | 84         |
| 4.6. Rectification à reflux minimum $R_{\min}$                                        | 86         |
| 4.7. Calcul du reflux minimum $R_{\min}$                                              | 88         |
| 4.8. Conditions optimales de fonctionnement                                           | 90         |
| <b>5 – Distillation discontinue d'un binaire avec rectification</b>                   | <b>92</b>  |
| 5.1. Choix du mode opératoire                                                         | 92         |
| 5.2. Bilan matière                                                                    | 92         |
| 5.3. Mode de fonctionnement de la colonne                                             | 93         |
| 5.4. Détermination du titre du distillat à l'aide des bilans matière                  | 93         |
| 5.5. La distillation à reflux élevé constant                                          | 95         |
| 5.6. La distillation discontinue à reflux constant                                    | 96         |
| 5.7. La distillation discontinue à reflux variable                                    | 98         |
| 5.8. Remarques sur le mode opératoire                                                 | 100        |
| <b>6 – Comparaison des techniques de distillation</b>                                 | <b>101</b> |
| <b>7 – Distillation des mélanges multicomposants</b>                                  | <b>102</b> |
| 7.1. Analyse des gradients le long de la colonne                                      | 102        |
| 7.2. Définition des constituants clefs                                                | 103        |
| 7.3. Choix de la méthode de séparation                                                | 104        |
| <b>8 – Régulation de la colonne</b>                                                   | <b>105</b> |

1.2. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à  $T = \text{cte}$  1.3. Vaporisation d'un binaire complètement miscible à  $P = \text{cte}$  1.4. Principe de la distillation fractionnée d'un mélange miscible à  $P = \text{cte}$  1.5. Montage retenu et technologies disponibles 1.6. Le fonctionnement d'une colonne à plateaux 1.7. Rectification continue - Distillation à reflux fini 1.8. Conclusions et objectifs

2 - Rectification continue - Méthode graphique de Mac Cabe et Thiele 2.1. Le principe 2.2. Bilans matière sur la colonne en régime permanent 2.3. Hypothèses de Mac Cabe et Thiele - Diagramme enthalpique d'un mélange 2.4. Construction de Mac Cabe et Thiele Q 2.5. Droite d'alimentation - Etat thermique de l'alimentation de la colonne

3 - Rectification continue - Méthode graphique de Ponchon et Savarit 3.1. Le domaine d'utilisation 3.2. Représentation des équilibres sur un diagramme enthalpique 3.3. Bilans matière et d'énergie : relation entre les phases qui se croisent 3.4. Construction de Ponchon et Savarit 3.5. La zone d'alimentation de la colonne 3.6. Utilisation des données enthalpiques

4 - Fonctionnement d'une colonne de rectification 4.1. Analyse des échanges de matière sur un plateau réel : PR 4.2. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne à plateau 4.3. Calcul de la hauteur réelle d'une colonne garnie 4.4. Rectification à reflux total 4.5. Détermination de  $N_{\min}$  - Équation de Fenske 4.6. Rectification à reflux minimum  $R_{\min}$  4.7. Calcul du reflux minimum  $R_{\min}$  4.8. Conditions optimales de fonctionnement

5 - Distillation discontinue d'un binaire avec rectification 5.1. Choix du mode opératoire 5.2. Bilan matière 5.3. Mode de fonctionnement de la colonne 5.4. Détermination du titre du distillat à l'aide des bilans matière 5.5. La distillation à reflux élevé constant 5.6. La distillation discontinue à reflux constant 5.7. La distillation discontinue à reflux variable 5.8. Remarques sur le mode opératoire

6 - Comparaison des techniques de distillation

7 - Distillation des mélanges multicomposants 7.1. Analyse des gradients le long de la colonne 7.2. Définition des constituants clés 7.3. Choix de la méthode de séparation

8 - Régulation de la colonne

**CHAPITRE IV : L'ABSORPTION**

|                                                                                    |           |
|------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1 – Exemples</b>                                                                | <b>10</b> |
| <b>2 – Mode opératoire et fonctionnement du procédé</b>                            | <b>10</b> |
| 2.1. Objectifs                                                                     | 10        |
| 2.2. Les critères de choix du solvant                                              | 10        |
| 2.3. Influence des paramètres qui permettent de définir les conditions opératoires | 10        |
| <b>3 – Détermination du nombre de plateaux théoriques</b> ✕                        | <b>10</b> |
| 3.1. Introduction                                                                  | 10        |
| 3.2. Courbe d'équilibre                                                            | 10        |
| 3.3. Bilan sur le soluté                                                           | 10        |
| <b>4 – Trace des plateaux théoriques</b>                                           | <b>11</b> |
| 4.1. Absorption du pentane par l'huile de paraffine pure                           | 11        |
| 4.2. Désorption du pentane dans l'huile de paraffine par la phase gazeuse          | 11        |

**CHAPITRE V : DIMENSIONNEMENT D'UNE COLONNE**

|                                                                                       |            |
|---------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>1 – Les contacteurs gaz-liquide</b>                                                | <b>113</b> |
| <b>2 – Notion de nombre et hauteur des plateaux théoriques</b>                        | <b>114</b> |
| 2.1. Détermination du nombre de plateaux théoriques : NPT                             | 114        |
| 2.2. Détermination du nombre de plateaux réels dans les colonnes à plateaux : NPR     | 114        |
| 2.3. Cas des colonnes à garnissage : notion de HEPT                                   | 114        |
| <b>3 – Etude d'une colonne à garnissage</b>                                           | <b>115</b> |
| 3.1. Introduction                                                                     | 115        |
| 3.2. Etude du transfert dans une colonne à garnissage : méthode de Chilton et Colburn | 115        |
| 3.3. Relations entre les coefficients $k_L$ , $k_G$ , $K_L$ et $K_G$                  | 120        |
| <b>4 – Détermination de la hauteur de garnissage</b>                                  | <b>121</b> |
| 4.1. Notion d'unité de transfert                                                      | 121        |
| 4.2. Calcul de la hauteur du garnissage                                               | 123        |
| <b>5 – Définitions des grandeurs HUT et HEPT</b>                                      | <b>127</b> |
| <b>6 – Comparaison des grandeurs NUT et NPT</b>                                       | <b>128</b> |

**CHAPITRE VI : EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE**

|                                                                                  |            |
|----------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>1 – Principes – Définitions</b>                                               | <b>130</b> |
| <b>2 – Exemples d'extraction liquide-liquide</b>                                 | <b>131</b> |
| <b>3 – Représentation des mélanges sur les diagrammes ternaires</b>              | <b>131</b> |
| 3.1. Lecture des diagrammes ternaires                                            | 131        |
| 3.2. Règle des mélanges : relation barycentrique ou règles des segments inverses | 133        |
| 3.3. Représentation des ternaires sur des diagrammes rectangulaires              | 134        |

## CHAPITRE IV : L'ABSORPTION

1 - Exemples 2 - Mode opératoire et fonctionnement du procédé 2.1. Objectifs 2.2. Les critères de choix du solvant 2.3. Influence des paramètres qui permettent de définir les conditions opératoires

3 - Détermination du nombre de plateaux théoriques X 3.1. Introduction 3.2. Courbe d'équilibre 3.3. Bilan sur le soluté

4 - Trace des plateaux théoriques 4.1. Absorption du pentane par l'huile de paraffine pure 4.2. Désorption du pentane dans l'huile de paraffine par la phase gazeuse

## CHAPITRE V: DIMENSIONNEMENT D'UNE COLONNE

1 - Les contacteurs gaz-liquide

2 - Notion de nombre et hauteur des plateaux théoriques 2.1. Détermination du nombre de plateaux théoriques : NPT 2.2. Détermination du nombre de plateaux réels dans les colonnes à plateaux : NPR 2.3. Cas des colonnes à garnissage : notion de HEPT

3 - Etude d'une colonne à garnissage 3.1. Introduction 3.2. Étude du transfert dans une colonne à garnissage : méthode de Chilton et Colburn 3.3. Relations entre les coefficients  $k_L$ ,  $k_G$ ,  $K_L$  et  $K_G$

4 - Détermination de la hauteur de garnissage 4.1. Notion d'unité de transfert 4.2. Calcul de la hauteur du garnissage

5 - Définitions des grandeurs HUT et HEPT

6 - Comparaison des grandeurs NUT et NPT

## CHAPITRE VI: EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE

1 - Principes - Définitions

2 - Exemples d'extraction liquide-liquide

3 - Représentation des mélanges sur les diagrammes ternaires 3.1. Lecture des diagrammes ternaires 3.2. Règle des mélanges : relation barycentrique ou règles des segments inverses 3.3. Représentation des ternaires sur des diagrammes rectangulaires

|                                                                         |            |
|-------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>4 – Les diagrammes de solubilité partielle</b>                       | <b>135</b> |
| 4.1. Systèmes à trois liquides et un, deux ou trois binaires            | 135        |
| 4.2. Système à 2 liquides partiellement solubles et un solide           | 137        |
| <b>5 – Choix du solvant</b>                                             | <b>138</b> |
| 5.1. La sélectivité $\beta$                                             | 139        |
| 5.2. Régénération et recyclage du solvant                               | 139        |
| 5.3. Densité                                                            | 139        |
| 5.4. Tension interfaciale                                               | 139        |
| 5.5. Autres propriétés                                                  | 140        |
| <b>6 – Courbe de distribution et droites de conjugaison (conodales)</b> | <b>140</b> |
| <b>7 – Schéma des procédés d'extraction liquide-liquide</b>             | <b>141</b> |
| 7.1. Introduction et conventions                                        | 141        |
| 7.2. Extraction à étage unique                                          | 142        |
| 7.3. Extraction à étages multiples et courants croisés                  | 144        |
| 7.4. Extraction continue à contre-courant                               | 146        |
| 7.5. Extractions à deux alimentations                                   | 152        |
| <b>8 – Conclusion</b>                                                   | <b>156</b> |

## CHAPITRE VII : EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

|                                                                                      |            |
|--------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>1 – Définitions</b>                                                               | <b>157</b> |
| <b>2 – Exemples d'extraction solide-liquide</b>                                      | <b>158</b> |
| <b>3 – Mécanisme d'extraction : étapes du transfert de matière</b>                   | <b>158</b> |
| 3.1. Processus élémentaires                                                          | 158        |
| 3.2. Paramètres agissant sur le transfert de matière                                 | 158        |
| 3.3. Notion d'étage de transfert : bac mélangeur – décanteur                         | 159        |
| <b>4 – Représentation des équilibres dans l'extraction solide-liquide</b>            | <b>161</b> |
| 4.1. Le diagramme triangulaire et le diagramme de distribution                       | 161        |
| 4.2. Diagramme ternaire modifié                                                      | 162        |
| <b>5 – Cas de l'extraction solide-liquide continue</b>                               | <b>164</b> |
| 5.1. Extraction à étage unique                                                       | 164        |
| 5.2. Cas de l'extraction liquide-solide continue à contre-courant à étages multiples | 166        |
| 5.3. Efficacité des étages                                                           | 170        |

## CHAPITRE VIII : CRISTALLISATION INDUSTRIELLE

|                                                     |            |
|-----------------------------------------------------|------------|
| <b>1 – Définitions</b>                              | <b>171</b> |
| <b>2 – Exemples d'applications</b>                  | <b>171</b> |
| <b>3 – Courbes de solubilité et mode opératoire</b> | <b>171</b> |
| 3.1. Courbe de solubilité : courbe d'équilibre L-S  | 171        |
| 3.2. Cristallisation – Courbe de sursaturation      | 172        |

4 - Les diagrammes de solubilité partielle 4.1. Systèmes à trois liquides et un, deux ou trois binaires 4.2. Système à 2 liquides partiellement solubles et un solide

5 - Choix du solvant 5.1. La sélectivité B 5.2. Régénération et recyclage du solvant 5.3. Densité 5.4. Tension interfaciale 5.5. Autres propriétés

6 - Courbe de distribution et droites de conjugaison (conodales)

7 - Schéma des procédés d'extraction liquide-liquide 7.1. Introduction et conventions 7.2. Extraction à étage unique 7.3. Extraction à étages multiples et courants croisés 7.4. Extraction continue à contre-courant 7.5. Extractions à deux alimentations

8 - Conclusion

## CHAPITRE VII: EXTRACTION SOLIDE-LIQUIDE

1 - Définitions

2 - Exemples d'extraction solide-liquide

3 - Mécanisme d'extraction : étapes du transfert de matière 3.1. Processus élémentaires 3.2. Paramètres agissant sur le transfert de matière 3.3. Notion d'étage de transfert : bac mélangeur - décanteur

4 - Représentation des équilibres dans l'extraction solide-liquide 4.1. Le diagramme triangulaire et le diagramme de distribution 4.2. Diagramme ternaire modifié

5 - Cas de l'extraction solide-liquide continue 5.1. Extraction à étage unique 5.2. Cas de l'extraction liquide-solide continue à contre-courant à étages multiples 5.3. Efficacité des étages

## CHAPITRE VIII : CRISTALLISATION INDUSTRIELLE

1 - Définitions

2 - Exemples d'applications

3- Courbes de solubilité et mode opératoire 3.1. Courbe de solubilité : courbe d'équilibre L-S 3.2. Cristallisation - Courbe de sursaturation

|                               |     |
|-------------------------------|-----|
| 4 – Approche phénoménologique | 173 |
| 4.1. Processus de nucléation  | 173 |
| 4.2. Processus de croissance  | 174 |
| 4.3. Phénomènes particuliers  | 177 |
| 5 – Conclusion                | 178 |

#### CHAPITRE IX : EXERCICES AVEC SOLUTIONS DETAILLEES

|                                                                                                                                      |     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 1 – Fonctionnement d'une colonne de rectification avec 2 alimentations et un soutirage intermédiaire                                 | 180 |
| 2 – Séparation de l'oxygène et de l'azote de l'air                                                                                   | 191 |
| 3 – Etude de la rentabilité économique d'une distillation continue                                                                   | 203 |
| 4 – Calcul de la hauteur d'une colonne d'absorption à garnissage                                                                     | 223 |
| 5 – Extraction de la nicotine (C) en solution dans l'eau (I) par le kérosène (B) à $T = 20^{\circ}\text{C}$ et $P = 10^5 \text{ Pa}$ | 237 |
| 6 – Purification du zirconium par extraction liquide-liquide avec section de lavage                                                  | 245 |
| 7 – Extraction solide-liquide en continu à contre courant : extraction de l'huile contenue dans des graines par le benzène           | 258 |
| 8 – Cristallisation : calcul du profil de refroidissement                                                                            | 264 |

#### INDEX

267

#### OUVRAGES RECOMMANDES

269

4 - Approche phénoménologique 4.1. Processus de nucléation 4.2. Processus de croissance  
4.3. Phénomènes particuliers

5 - Conclusion

## CHAPITRE IX : EXERCICES AVEC SOLUTIONS DÉTAILLÉES

1 - Fonctionnement d'une colonne de rectification avec 2 alimentations et un soutirage intermédiaire

2 - Séparation de l'oxygène et de l'azote de l'air 3- Etude de la rentabilité économique d'une distillation continue

4 - Calcul de la hauteur d'une colonne d'absorption à garnissage

5 - Extraction de la nicotine (C) en solution dans l'eau (1) par le kérosène (B) à  $T = 20^{\circ}\text{C}$  et  $P = 10\text{Pa}$

6 - Purification du zirconium par extraction liquide-liquide avec section de lavage

7 - Extraction solide-liquide en continu à contre courant : extraction de l'huile contenue dans des graines par le benzène

8 - Cristallisation : calcul du profil de refroidissement

INDEX

OUVRAGES RECOMMANDÉS