

## Chapitre 14

### Exemple de conception d'un extracteur RDC

#### 14.1 Énoncé du problème

On veut extraire l'acétone diluée dans du toluène en utilisant l'eau comme solvant. Le mélange a un débit de  $10 \text{ m}^3/\text{h}$  et contient  $100 \text{ kg}/\text{m}^3$  d'acétone. On souhaite récupérer un raffinat ne contenant plus que  $10 \text{ kg}/\text{m}^3$  de soluté. Le débit de solvant est de  $8 \text{ m}^3/\text{h}$ .

On demande de calculer la hauteur d'un extracteur RDC permettant de faire cette séparation.

Données :

-La phase raffinat sera la phase dispersée :

$$\rho = 859 \text{ kg}/\text{m}^3 \quad D_{\text{acétone-toluène}} = 2.93 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s} \quad \mu = 5.8 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

$$\sigma = 36.1 \cdot 10^{-3} \text{ N}/\text{m}$$

-La phase extraite sera la phase continue :

$$\rho = 1000 \text{ kg}/\text{m}^3 \quad D_{\text{acétone-eau}} = 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s} \quad \mu = 1 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

Coefficient de partage

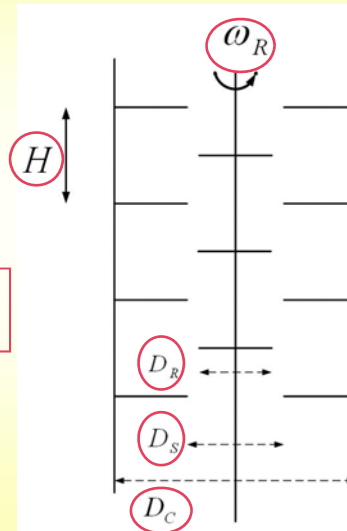
$$m = 1.67 \left[ \frac{\text{kg d'acétone / litre d'eau}}{\text{kg d'acétone / litre de toluène}} = \frac{\partial Y^*}{\partial X} \right]$$

Pour l'extracteur RDC on utilisera les spécifications géométriques suivantes :

$$D_C = 1 \text{ m} \quad H = 0.42 \text{ m} \quad D_R = 0.55 \text{ m}$$

$$D_S = 0.72 \text{ m} \quad \omega_R = 2.5 \text{ tour / s}$$

$$\text{coefficient de restriction} \quad C_R = \left( \frac{D_S}{D_C} \right)^2$$



## 14.2 Vérification des conditions d'engorgement

### 14.2.1 Première méthode:

On définit la vitesse de glissement  $U_s$  (slip velocity) entre les phases par :

$$U_s = \frac{U_d}{\phi} + \frac{U_c}{1-\phi} \quad (1)$$

$\phi$  : la fraction volumique (ou taux de rétention) de la phase dispersée

$U_d$  et  $U_c$  : vitesses superficielles des phases dispersée et continue

$$U_d = \frac{Q_d}{\pi D_c^2/4} \quad U_c = \frac{Q_c}{\pi D_c^2/4} \quad (2)$$

Cette vitesse de glissement  $U_s$  est reliée à une vitesse caractéristique,  $U_0$  :

$$U_s = U_0(1-\phi) \quad (3)$$

et des corrélations permettent d'estimer  $U_0$  pour un grand nombre d'équipement.

$$(1)+(3) \Rightarrow U_s = U_0(1-\phi) = \frac{U_d}{\phi} + \frac{U_c}{1-\phi} \quad (4)$$

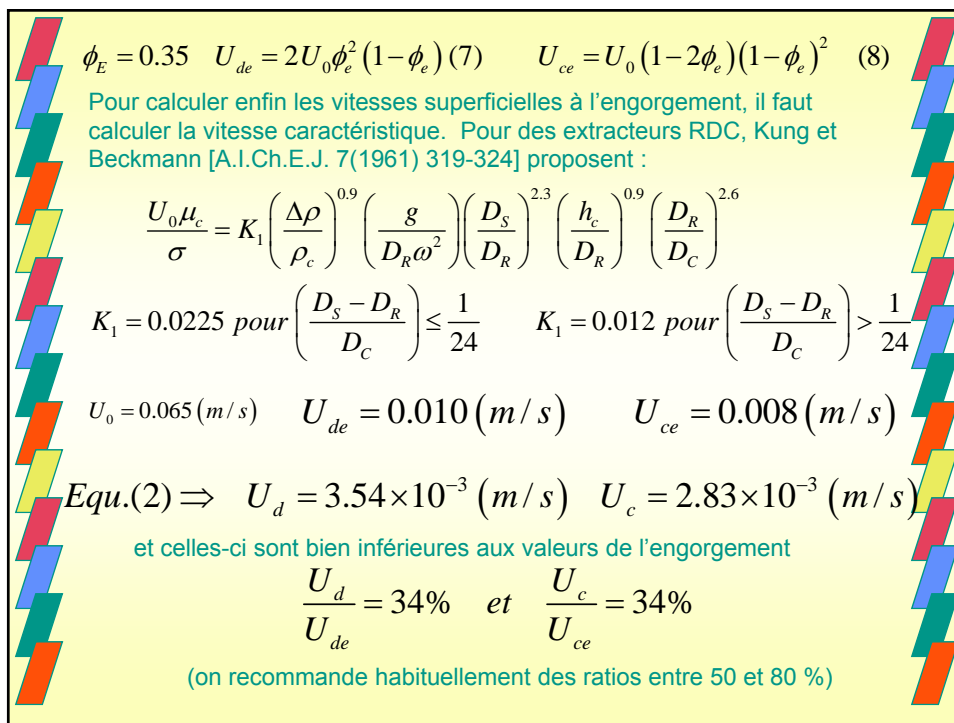
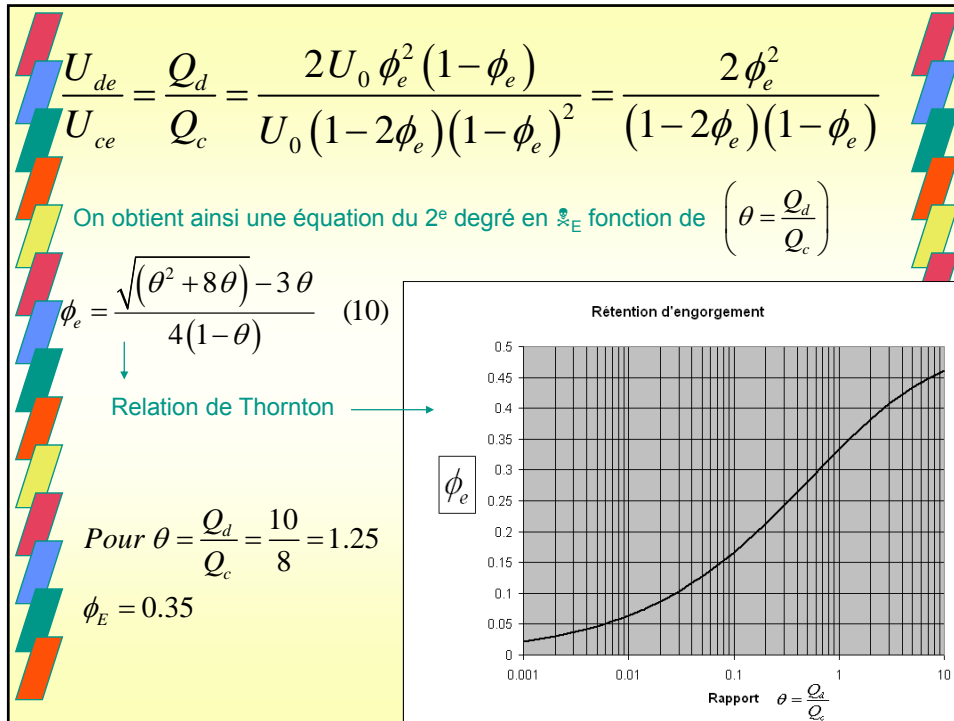
$$U_d = -\frac{\phi}{1-\phi}U_c + U_0\phi(1-\phi) \quad (5)$$

$$U_c = -\frac{1-\phi}{\phi}U_d + U_0\phi(1-\phi)^2 \quad (6)$$

Les conditions d'engorgement correspondent aux vitesses superficielles maximales pour lesquelles le taux de rétention n'augmente plus. À l'engorgement les dérivées de  $U_c$  et  $U_d$  par rapport à  $\phi$  s'annulent et on obtient les expressions des vitesses à l'engorgement  $U_{ce}$  et  $U_{de}$  en fonction de la rétention à l'engorgement :

$$U_{de} = 2U_0\phi_e^2(1-\phi_e) \quad (7)$$

$$U_{ce} = U_0(1-2\phi_e)(1-\phi_e)^2 \quad (8)$$



### 14.2.2 Deuxième méthode pour estimer les conditions d'engorgement

On peut exprimer la vitesse caractéristique par rapport à la vitesse terminale des gouttes :  $U_0 = C_R U_t$  (12)

Le coefficient  $C_R$  est un coefficient de restriction qui tient compte du type de l'extracteur. Pour un RDC, Kumar et Hartland suggèrent :

$$C_R = \left( \frac{D_S}{D_C} \right)^2$$

La vitesse terminale  $U_t$  peut s'exprimer avec la corrélation de Grace (1976):

$$U_t = \frac{\mu_c}{\rho_c d_{32}} Mo^{-0.149} (J - 0.857)$$

$$J = 0.94H^{0.757} \quad \text{pour } 2 < H < 59.3$$

$$J = 3.42H^{0.441} \quad \text{pour } H > 59.3$$

$$H = \frac{4}{3} Eo Mo^{-0.149} \left( \frac{\mu_c}{9 \times 10^{-4}} \right)^{-0.14}$$

$$\text{Nombre d'Eotvos} = Eo = \frac{g \Delta \rho d_{32}^2}{\sigma}$$

$$\text{Nombre de Morton} = Mo = \frac{g \mu_c^4 \Delta \rho}{\rho_c^2 \sigma^3}$$

$$U_t = 0.0876$$

$$U_0 = 0.0454$$

$$U_{de} = 0.00722$$

$$U_{ce} = 0.0057$$

$$\frac{U_d}{U_{de}} = 49\%$$

$$\frac{U_c}{U_{ce}} = 49\%$$

Avec cette approche, on trouve des valeurs de l'engorgement bien différentes de celles obtenues précédemment (mais plus conformes en terme de % d'engorgement)

$$\text{Méthode 1: } \frac{U_d}{U_{de}} = 34\% \quad \text{et} \quad \frac{U_c}{U_{ce}} = 34\%$$

*Attention dans le choix des corrélations !*

### 14.3 Estimation de la rétention de la phase dispersée, du diamètre des gouttes ( $d_{32}$ ) et de l'aire interfaciale d'échange

#### 14.3.1 Rétention de la phase dispersée: Pour un RDC, Kumar et Hartland (Ind. Eng. Chem. Res., 1995, 34, 3925-3940)

$$\phi = \left[ C_1 + \left\{ \frac{\varepsilon}{g} \left( \frac{\rho_c}{g\sigma} \right)^{0.25} \right\}^{p_1} \right] \left[ U_d \left( \frac{\rho_c}{g\sigma} \right)^{0.25} \right]^{p_2} e^{\left( p_3 U_c \left( \frac{\rho_c}{g\sigma} \right)^{0.25} \right)} \left[ d_{32} \left( \frac{\rho_c g}{\sigma} \right)^{0.5} \right]^{p_4} \left( \frac{\Delta\rho}{\rho_c} \right)^{p_5} \times \left( \frac{\mu_d}{\mu_w} \right)^{p_6} C_2 e^{p_7} \left[ H \left( \frac{\rho_c g}{\sigma} \right)^{0.5} \right]^{p_8} \quad (15)$$

$$p_1 = 0.71 \quad p_2 = 0.75 \quad p_3 = 7.3 \quad p_4 = -0.26 \quad p_5 = -0.67 \quad p_7 = -0.21 \quad p_8 = -0.10$$

$$C_1 = 0.32 \quad C_2 = \left( \frac{D_R}{H} \right)^{0.62} \quad \mu_w = 0.001 \text{ Pa.s}$$

Dans l'équ. (15),  $\varepsilon$  est la puissance d'agitation exprimée en W/kg:  $\varepsilon = 0.077$  (voir annexe Vol. 2)

On trouve ainsi  $\phi = 0.0804 \quad \Rightarrow U_s = 0.047 \text{ (m/s)}$

Commentaire : Un estimé de la rétention peut être obtenu en résolvant (4) qui est du 3e degré en  $\phi$ . Avec cette méthode on trouverait  $\phi = 0.09$

$$U_0(1-\phi) = \frac{U_d}{\phi} + \frac{U_c}{1-\phi} \quad (4)$$

#### 14.3.2 Diamètre de Sauter des gouttes, $d_{32}$ et aire interfaciale.

Kumar et Hartland (Ind. Eng. Chem. Res., 1999, 38, 1040-1056)

$$\frac{d_{32}}{H} = \frac{1.29 \left( \left( \frac{D_s}{D_c} \right)^2 \right)^{0.64}}{2.54 \left( \frac{\sigma}{g\Delta\rho H^2} \right)^{0.5} + \frac{1}{0.97 \left[ \left( \frac{\varepsilon}{g} \left( \frac{\rho_c}{g\sigma} \right)^{0.25} \right)^{0.45} \right] \left[ H \left( \frac{\rho_c g}{\sigma} \right)^{0.5} \right]^{-1.12}}}$$

$$d_{32} = 2.99 \times 10^{-3} \text{ m}$$

$$a = \frac{6\phi}{d_{32}} = 161 \quad [m^2 / m^3]$$

#### 14.4 Estimation des coefficients de transfert de matière

RDC: Kumar et Hartland, Ind. Eng. Chem. Res., 1999, 38, 1040-1056

Phase continue:

$$\frac{\{Sh_c/(1-\phi)\} - Sh_{c,rigid}}{Sh_{c,\infty} - \{Sh_c/(1-\phi)\}} = 5.26 \times 10^{-2} Re^{1/3 + 6.59 \times 10^{-2} Re^{1/4}} \times Sc_c^{1/3} \left( \frac{U_s \mu_c}{\sigma} \right)^{1/3} \frac{1}{1 + \kappa^{1.1}}$$

Phase dispersée :

$$Sh_d = 17.1 + \frac{3.19 \times 10^{-3} (Re Sc_c^{1/3})^{1.7}}{1 + 1.43 \times 10^{-2} (Re Sc_c^{1/3})^{0.7}} \left( \frac{\rho_d}{\rho_c} \right)^{2/3} \frac{1}{1 + \kappa^{2/3}}$$

$$Sh_{c,rigid} = 2.43 + 0.775 Re^{1/2} Sc_c^{1/3} + 0.0103 Re Sc_c^{1/3}$$

$$Sh_{c,\infty} = 50 + \frac{2}{\sqrt{\pi}} (Re Sc_c)^{1/2}$$

$$Sh_c = \frac{k_c d_{32}}{D_c} \quad Sh_d = \frac{k_d d_{32}}{D_d} \quad \text{Sherwood des phases continue et dispersée}$$

$$Sc_c = \frac{\mu_c}{\rho_c D_c} \quad Sh_d = \frac{\mu_d}{\rho_d D_d} \quad \text{Schmidt des phases continue et dispersée}$$

$$Re = \frac{\rho_c U_s d_{32}}{\mu_c} \quad \kappa = \frac{\mu_d}{\mu_c}$$

$$k_c = 7.52 \times 10^{-5} \text{ m/s}$$

$$k_d = 7.95 \times 10^{-5} \text{ m/s}$$

$$\frac{1}{K_x} = \frac{1}{K_d} = \frac{1}{k_d} + \frac{m}{k_c}$$

$$K_x = K_d = 4.87 \times 10^{-5} \text{ m/s}$$

$$\frac{1}{K_y} = \frac{1}{K_c} = \frac{m}{k_d} + \frac{1}{k_c}$$

$$K_y = K_c = 2.92 \times 10^{-5} \text{ m/s}$$

### 14.5 Estimation du coefficient de dispersion axiale de la phase continue

- On va négliger la dispersion de la phase dispersée.

- Pour le coefficient de la phase continue, on utilise la corrélation de Kumar et Hartland, pour RDC Can. J. Chem. Eng. 70 (1992) 77-86:

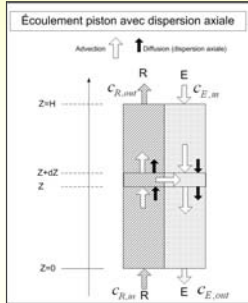
$$\frac{E_c}{(H U_c / (1 - \phi))} = K_1 + K_2 \frac{U_d}{U_c} + \left[ K_3 \frac{\omega D_R}{U_c} + \frac{K_4}{K_5 + \frac{\omega D_R}{U_c}} \right] \left( \frac{U_c D_R \rho_c}{\mu_c} \right)^{p_1} \left( \frac{D_C}{D_R} \right)^{p_2} \left( \frac{D_C}{H} \right)^{p_3} \phi$$

$$K_1 = 0.42 \quad K_2 = 0.29 \quad K_3 = 1.26 \times 10^{-2} \quad K_4 = 13.38 \quad K_5 = 3.18$$

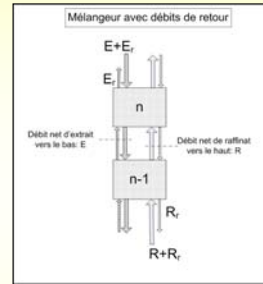
$$p_1 = -0.08 \quad p_2 = 0.16 \quad p_3 = 0.10$$

$$E_c = 1.44 \times 10^{-3} \text{ m}^2 / \text{s}$$

Si on utilise le modèle de mélangeurs avec débit de retour pour représenter la dispersion, on peut estimer (si n est suffisamment grand) le coefficient:



$$\frac{1}{Pe_c} = \frac{1}{n} \left( \alpha_c + \frac{1}{2} \right)$$



$$Peclet_y = Pe_y = Pe_c = \frac{U_i H_{colonne}}{E_c} = \frac{U_i (H \times n)}{E_c}$$

$$\alpha_c = \frac{E_c}{U_i H} - 0.5 = 0.71$$

$$\frac{1}{Pe_c} = \frac{1}{n} \left( \alpha_c + \frac{1}{2} \right) = \frac{E_c}{U_i (H \times n)}$$

## 14.6 Calcul nombre d'étages

14.6.1 Nombre d'étages théoriques: Avec Kremser, on obtient :

$$A = \frac{R}{mE} = 0.748 \quad Y_{N+1} = 0 \quad X_0 = 100 \quad X_N = 10 \quad Y = 112.5 \quad m = 1.67$$

$$N = \frac{\text{Log} \left[ \left( \frac{A-1}{A} \right) \left( \frac{Y_{N+1} - mX_0}{Y_1 - mX_0} \right) + \frac{1}{A} \right]}{\text{Log}(A)} = 4.08$$

14.6.2 Nombre d'étages avec effet du transfert de matière (sans dispersion axiale)

En tenant compte du transfert de matière sur chaque compartiment de l'extracteur RDC, on peut calculer l'efficacité de Murphree en phase raffinat (equ. 12.27 et 12.28)

$$E_{MR} = \frac{NUT_R}{1 + NUT_R} \quad NUT_R = \frac{K_x a V_n}{R}$$

( $V_n$  = volume d'un compartiment du RDC)

$$NUT_R = 0.931$$

$$E_{MR} = 0.482$$



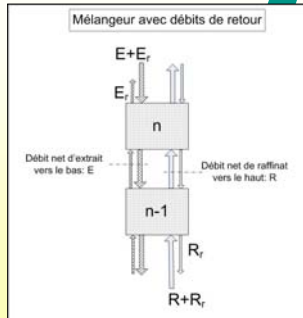
et le nombre d'étages avec transfert de matière et sans dispersion est donné par l'équation 12.19

$$N = \frac{\text{Log} \left[ \left( \frac{A-1}{A} \right) \frac{(Y_{n+1} - mX_0)}{(Y_1 - mX_0)} + \frac{1}{A} \right]}{\text{Log} [1 + (A-1)E_{MR}]} = 9.15$$

14.6.3 Nombre d'étages avec effet du transfert de matière et de la dispersion axiale: cas du modèle de mélangeurs avec débit de retour

On utilisera la solution analytique dans le cas où la phase dispersée est en écoulement piston [ Lo T., M.H.I. Baird et C. Hanson, Handbook of Solvent Extraction (1991) Krieger Publishing Company p 212).

La hauteur de chaque étage (ou compartiment de l'extracteur) est H; le raffinat entrant à l'étage 1 et l'extractant entrant à l'étage N, l'expression des concentrations adimensionnelles dans les phases sortant de chaque étage (n) sont les suivantes :



$$X = \frac{C_x - C_{y,in}}{m} \frac{C_{x,in} - C_{y,in}}{m}$$

$$Y = \frac{C_y - C_{y,in}}{m} \frac{C_{x,in} - C_{y,in}}{m}$$

$$X_n = A_1 + A_3 \mu_3^n + A_4 \mu_4^n$$

$$Y_n = A_1 + A_3 a_3 \mu_3^n + A_4 a_4 \mu_4^n$$

$$\mu_3 = 1 - \frac{\beta}{2} - \left[ \left( \frac{\beta}{2} \right)^2 - \gamma \right]^{1/2}$$

$$\mu_4 = 1 - \frac{\beta}{2} + \left[ \left( \frac{\beta}{2} \right)^2 - \gamma \right]^{1/2}$$

$$\beta = \frac{1 + N_{ox}^1 (2 - A + \alpha_y)}{(1 + \alpha_y)(1 + N_{ox}^1)}$$

$$\gamma = \frac{N_{ox}^1 (1 - A)}{(1 + \alpha_y)(1 + N_{ox}^1)}$$

$$A_i = \frac{D_{Ai}}{D_{A1} + D_A}$$

$$D_A = a_4 (\mu_4 - 1) - a_3 (\mu_3 - 1)$$

$$D_{A1} = A [a_4 \mu_4^N (\mu_3 - 1)] - a_4 \mu_3^N (\mu_4 - 1)$$

$$D_{A3} = a_4 (\mu_4 - 1)$$

$$D_{A4} = -a_3 (\mu_3 - 1)$$

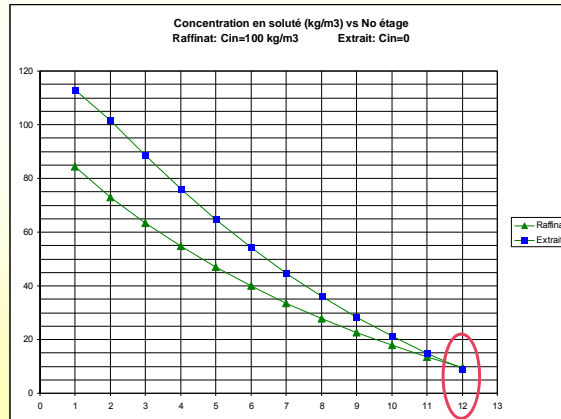
$$a_i = \frac{1}{\mu_i} \left[ 1 + \frac{1 + N_{ox}^1}{N_{ox}^1} (\mu_i - 1) \right] \quad \text{pour } i = 3 \text{ ou } i = 4$$

$$N_{ox}^1 = \frac{K_x a H}{U_x} = \frac{K_d a H}{U_d}$$

$$A = \text{facteur d'extraction} = \frac{R}{mE}$$

On fait le calcul pour différentes valeurs de  $N$  (de 5 à 25) et on trouve que pour  $N=12$  on rencontre la spécification (soluté à  $9.6 \text{ kg/m}^3$ ) dans le raffinat de sortie. La hauteur de la colonne est donc :

$$H_{\text{colonne}} = N \times H = 12 \times 0.42 = 5.04 \text{ m}$$



#### 14.7 Commentaires

☞ Cet exemple illustre bien les effets importants dans le calcul d'un extracteur:

- du transfert de matière
- et de la dispersion axiale

**Attention:** Pour estimer le coefficient  $\alpha_c = \alpha_E = \frac{E_R}{E}$  (mélangeurs avec débit de retour), avec la corrélation de Strand, Olney et Ackerman AIChE J. 8 (1962) 252, on calculerait:

$$\alpha_c = 2.61 \quad (\text{vs } 0.71)$$

Et dans ce cas, il faudrait alors  $N=19$  étages ... !!!

$$H_{\text{colonne}} = N \times H = 19 \times 0.42 = 7.98 \text{ m}$$

## 14.7 Commentaires (suite)

Pour un nouveau système, la prédiction de la taille des gouttes, coefficients de transfert de matière et de dispersion axiale peut devenir problématique et il est prudent de prévoir des essais pilote !

La solution analytique (équations 30-33) qui tient compte de la dispersion axiale de la phase continue, correspond à la situation où la phase raffinat est dispersée .

Dans l'Annexe du Volume 2 des notes de cours, équations pour  
- cas où la phase extraite est la phase dispersée .  
- et aussi en l'absence de dispersion axiale dans les deux phases

Dans l'Annexe du Volume 2 des notes de cours, en plus du RDC, il y a les équations pour le dimensionnement de trois autres types d'extracteurs : Kühni, Karr, et les colonnes pulsées.

## 14.8 Références bibliographiques pertinentes à la conception des colonnes d'extraction

Design aspects of pulsed sieve plate columns

Yadav RL, Patwardhan AW Chemical Engineering Journal 138 (2008) 389-415

Performance and scale-up of Karr Reciprocating Plate Extraction Columns

Smith K.H., Bowser T., Stevens G.W. Industrial & Engineering Chemistry Research 47 (2008) 8368-8375

Computational strategies for sizing liquid-liquid extractors

Kumar A., Hartland S., Industrial & Engineering Chemistry Research 38 (1999) 1040-1056

Correlations for the prediction of mass transfer coefficients in single drop systems and liquid-liquid extraction columns. Kumar A., Hartland S., Trans. IChemE 77 (1996) 372-394

Unified correlations for the prediction of drop size in liquid-liquid extraction columns.

Kumar A., Hartland S., Industrial & Engineering Chemistry Research 35 (1996) 2682-2695

A Unified correlation for the prediction of dispersed-phase holdup in liquid-liquid extraction columns.

Kumar A., Hartland S., Industrial & Engineering Chemistry Research 34 (1995) 3925-3940

Structured packings in liquid-liquid extraction

Seibert A.F. Humphrey J.L. Separation Science and Technology 30 (1995) 1139-1155

Prediction of axial mixing Coefficients in RDC and asymmetric RDC Extraction column

Kumar A., Hartland S., Canadian Journal of Chemical Engineering 70 (1992) 77-87

**Handbook of Solvent Extraction**

Lo T., M.H.I. Baird et C. Hanson, Krieger Publishing Company. Reprint Edition 1991 (ISBN 0-89464-546-3).

En français:

Extraction liquide-liquide : Modélisation des colonnes Jean Leybros, Techniques de l'ingénieur J2 765 pages 1-20

Extraction liquide-liquide : Description des appareils Jean Leybros, Techniques de l'ingénieur J2 764 pages 1-16

Procédés de séparation : techniques, sélection, dimensionnement. Jimmy L. Humphrey et George E Keller Dunod, Paris 2001 (ISBN 2 10 0052187) [traduction de Separation Process Technology McGraw- Hill 1997].