

# Université de Rélizane

---

**Formation expérimentale en génie chimique**

---

Master 1<sup>ère</sup> année

---

---

**Travaux Pratiques de Génie Chimique Opérations unitaires**





Sommaire :

<b>TP II : ABSORPTION .....</b>	<b>19</b>
I. INTRODUCTION .....	19
II. APPAREILLAGE (Voir figure 2) .....	20
III. Hydrodynamique.....	22
IV. Calcul du point de fonctionnement de la colonne .....	23
Notion d'Unité de Transfert.....	23
Calcul de la hauteur d'une unité de transfert .....	26
Estimation des hauteurs d'unités de transfert .....	27
V. Manipulations .....	28
Mise en route de la colonne.....	28
Étude hydrodynamique de la colonne.....	28
Étude de l'absorption du gaz carbonique par une solution de monoéthanolamine .....	29





# TP II : ABSORPTION

## Objectifs:

Avec un objectif précis à atteindre, c'est à dire réduire la teneur de  $\text{CO}_2$  dans un débit gazeux à l'aide d'un dispositif d'absorption gaz/liquide, les élèves seront amenés à déterminer les conditions de fonctionnement à mettre en œuvre, compte tenu des contraintes hydrodynamiques et thermodynamique du dispositif. La pratique et l'analyse des méthodes de dimensionnement de colonne seront également abordées.



Cette colonne d'absorption fait partie d'un procédé de récupération du  $\text{SO}_2$  dans l'industrie-- Photo Cansolv

## I. INTRODUCTION

Les opérations de transfert de matière entre phases que l'on rencontre au laboratoire ou dans l'industrie peuvent apparaître différentes, par leurs modes opératoires, comme par la nature des phases en présence. Néanmoins on trouve dans chaque cas trois constituants que l'on appellera **diluant**, **soluté** et **solvant**. La phase à raffiner contient principalement du diluant et du soluté, la phase d'extraction est constituée de solvant avec parfois un peu de soluté.

Comme toute opération de transfert de matière, l'absorption liquide-gaz poursuit l'un des trois objectifs suivants :

- la purification du diluant : le soluté est une impureté gênante et sans valeurs qu'il convient d'éliminer en la rejetant dans l'extrait qui prend alors le nom de solvant souillé. Le diluant purifié est, dans ce cas, appelé raffinat.
- la récupération du soluté : qui est une substance précieuse que l'on désire obtenir pure. Si la séparation directe soluté - diluant s'avère difficile, il peut être plus économique de transférer préalablement le soluté dans un solvant choisi pour que la séparation ultérieure soluté - solvant soit plus aisée. Le diluant appauvri en soluté est alors appelé résidu.
- le fractionnement de plusieurs solutés : il s'agit de profiter des valeurs différentes des vitesses de transfert entre phases de chacun des constituants pour les séparer.

Quel que soit le but à atteindre, le solvant est un intermédiaire qu'il faut ensuite séparer du soluté : soit pour obtenir ce dernier à l'état pur, soit parce qu'on souhaite recycler le solvant. Le séparateur du solvant et du soluté est donc un appareil aussi important que l'échangeur et l'on peut représenter une installation complète par le diagramme de la figure 1.

Les applications de l'absorption gaz - liquide peuvent être classées en grandes familles de procédés :

**Lavage des gaz permanents :**

- lavage des fumées de combustion (extraction de  $\text{SO}_2$ )
- lavage de l'hydrogène du gaz de synthèse de l'amoniac
- lavage du gaz naturel de Lacq (extraction de  $\text{H}_2\text{S}$  et  $\text{CO}_2$ )

**Fermentation et autres procédés biologiques :**

- absorption de  $\text{O}_2$  ou  $\text{CO}_2$  suivie d'une réaction chimique (fabrication des bières, des antibiotiques)
- Aération et digestion des eaux résiduaires.

**Fabrication des acides minéraux :**

- absorption des vapeurs nitreuses pour obtenir l'acide nitrique,
- fabrication de l'acide sulfurique et des oléums,
- fabrication des solutions d'acide chlorhydrique.

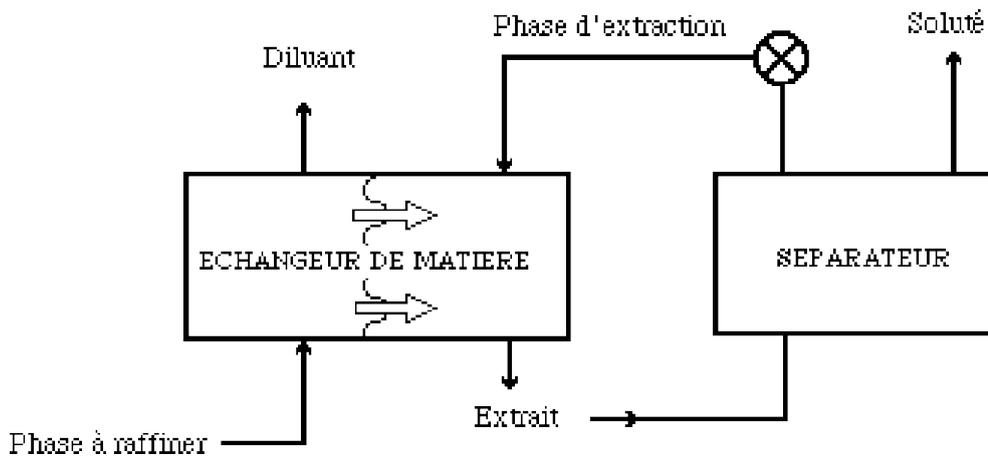


Figure 1 : schéma de principe d'une installation de séparation

Une opération d'absorption gaz - liquide industrielle est, en général, effectuée en continu dans une colonne verticale où les fluides circulent à contre courant. On trouvera sur la figure 3 une représentation schématique des principaux types de contacteurs gaz - liquide.

**II. APPAREILLAGE (Voir figure 2)**

La colonne d'absorption est constituée d'un tube de verre de 1 m de haut pour 80 mm de diamètre. Le garnissage est formé de selles de Berl 1/8 de pouce. En tête de colonne un distributeur permet d'arroser le garnissage avec le liquide, au pied une buse alimente le système en gaz. Le liquide provient soit du réseau de distribution d'eau lors de l'étude de l'hydrodynamique du système, soit du bac n° 1 pour la partie extraction du TP. On trouve un manomètre différentiel sur le montant droit du support de colonne. Le panneau de contrôle comporte de gauche à droite :

- le débitmètre d'alimentation en liquide : **débit maximum 117 l/h**
- le débitmètre d'alimentation en gaz : **débit maximum 7,2 m<sup>3</sup>/h**
- le débitmètre d'alimentation en  $\text{CO}_2$  : **débit maximum 372 l/h**
- l'analyseur de gaz et son débitmètre d'alimentation,
- le pH-mètre,
- le conductimètre assurant la régulation automatique du niveau de la garde liquide en pied de colonne.

## TP II : ABSORPTION

---

Sous le panneau de contrôle, un pupitre regroupe un interrupteur général à gauche et les commandes des différents appareils :

n° de l'interrupteur	appareil
1	Electrovanne de remplissage du bac n°1
2	Electrovanne d'alimentation de la colonne
8	Electrovanne d'évacuation vers le réseau
3	Electrovanne d'isolement de la pompe (aval)
4	Electrovanne d'isolement de la pompe (amont)
7	Electrovanne d'entrée du bac n°2
9	Electrovanne analyse gaz sortie colonne
10	Electrovanne analyse gaz entrée colonne
bouton orange	commande de la pompe
bouton vert	mise en service du pH-mètre
bouton vert	mise en service de l'analyseur de gaz
bouton rouge	mise en service du conductimètre.

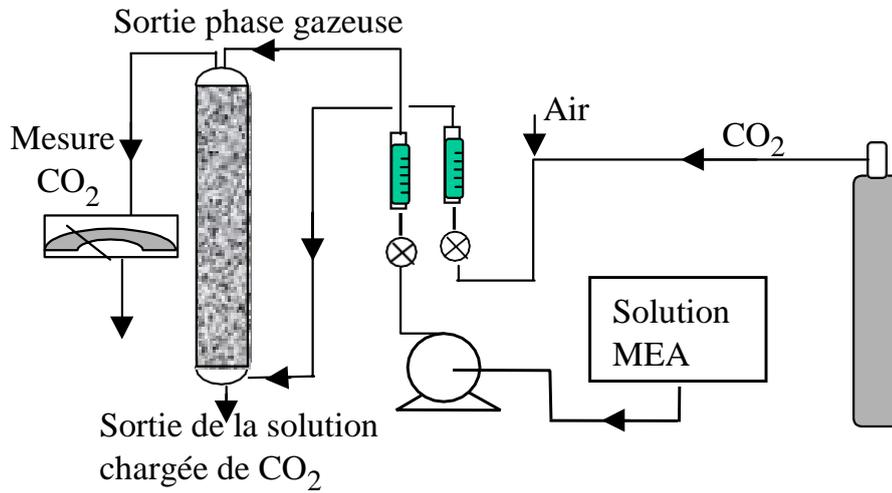


Figure 2: Dispositif expérimental de l'absorption

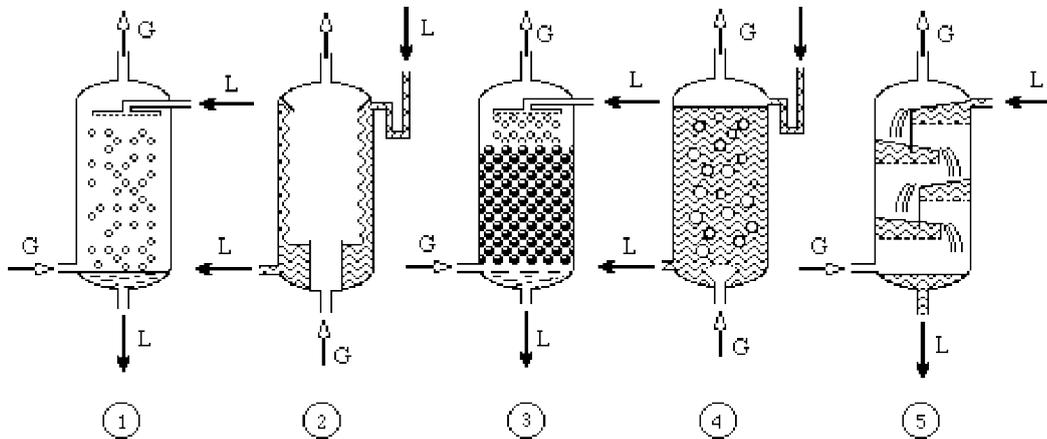


Figure 3 : Les différents types de contacteur gaz-liquide. Colonnes : 1 à gouttes, 2 à film, 3 à garnissage, 4 à bulles, 5 à plateaux perforés

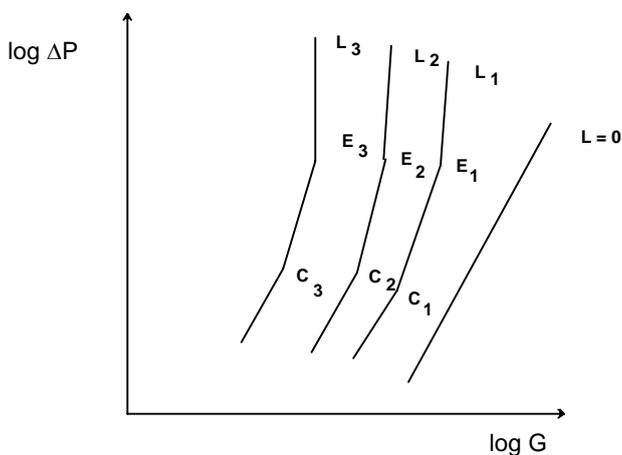


Figure 4 : Variation des pertes de charge en fonction du débit gazeux pour différentes valeurs du débit liquide

### III. Hydrodynamique

Lorsqu'on fait circuler un liquide et un gaz à contre courant à travers un lit de particules solides, on constate que les interactions entre les deux écoulements sont d'autant plus importantes que les débits sont plus élevés.

L'étude expérimentale de la variation de la perte de charge  $\Delta P$  en fonction du débit gazeux  $G$ , pour différentes valeurs du débit liquide, montre l'existence de trois domaines (cf figure 4).

A débit liquide nul, les pertes de charges sont dues à la friction du fluide dans les interstices du garnissage, elles sont alors approximativement proportionnelles au carré de la vitesse du gaz (voir le chapitre généralités sur les écoulements). En coordonnées logarithmiques, la courbe représentative est une droite de pente voisine de 2.

Le premier domaine, à débit liquide non nul, correspond aux faibles valeurs du débit gazeux. Le liquide s'écoule dans le garnissage en n'en mouillant qu'une partie. Les interactions entre les deux écoulements sont négligeables. La variation de  $\Delta P$  en fonction de  $G$  a donc même allure que dans le cas précédent. Dans ce domaine, l'augmentation du débit gazeux a pour effet principal d'accroître la proportion de surface mouillée.

Lorsque le débit gazeux atteint une certaine valeur, correspondant au mouillage à peu près complet du garnissage, les interactions deviennent alors suffisantes pour gêner la descente du liquide qui, à son tour, diminue l'espace libre offert à l'écoulement du gaz. Une partie de l'énergie du flux gazeux est donc utilisée pour maintenir en sustentation une certaine quantité de liquide dans le garnissage. Les pertes de charges deviennent alors proportionnelles à une puissance notablement supérieure à 2 de la vitesse du gaz. On observe un changement de pente dans la droite  $\log(\Delta P) = f(\log G)$ . La région correspondante est la zone de charge de la colonne, le point de discontinuité est le point de charge.

Si l'on continue d'augmenter le débit gazeux, le volume de liquide retenu dans le garnissage augmente rapidement jusqu'à obstruer les interstices du garnissage. Le liquide ne peut plus s'écouler à travers le garnissage et forme une phase continue : c'est l'engorgement. La variation de  $\Delta P$  devient alors extrêmement rapide. Le point de discontinuité apparaissant sur la courbe  $\log(\Delta P) = f(\log G)$  est le point d'engorgement. Le débit  $G$  correspondant à l'engorgement est le débit maximal compatible avec un fonctionnement normal de l'installation.

L'efficacité de l'échange entre phases ne peut être bonne que si la quasi-totalité du garnissage est mouillée. Cependant, dans le cas des garnissages de type selles ou anneaux, l'intervalle entre les points de charge et d'engorgement est souvent assez faible et difficile à mettre en évidence.

#### IV. Calcul du point de fonctionnement de la colonne

Le dimensionnement d'une colonne de séparation est un problème délicat en raison de l'importance de l'investissement qu'un tel appareil représente. D'une manière générale on commence par déterminer le diamètre puis la hauteur de la colonne. Le calcul du diamètre s'effectue à partir de la valeur du débit souhaité pour l'installation. Nous avons vu précédemment que pour un garnissage donné il existe une relation entre les débits maximum pouvant circuler dans la colonne sans engorgement. Les corrélations publiées dans la littérature sous forme d'abaques permettent d'estimer la vitesse du gaz à l'engorgement pour une colonne donnée. Les règles de l'art communément adoptées font que l'on retient comme valeur de fonctionnement une vitesse de gaz de l'ordre de 50% à 80% de la vitesse à l'engorgement. Connaissant le débit et la vitesse du gaz il est alors aisé d'en déduire le diamètre de la colonne. Le calcul de la hauteur de cette dernière est plus complexe et fait appel aux notions de plateau théorique ou d'unité de transfert.

#### Notion d'Unité de Transfert

Pour décrire le fonctionnement de la colonne nous allons faire les hypothèses simplificatrices suivantes :

- les solubilités du diluant dans le solvant et du solvant dans le diluant sont négligeables et seul le soluté ( $\text{CO}_2$ ) est transféré d'une phase à l'autre ;
- l'opération de transfert est isotherme ;
- les solutions sont très diluées et donc la masse volumique de chaque phase peut être considérée comme constante.

Entre le bas de la colonne et une section quelconque à la cote z l'équation de bilan sur le soluté s'écrit :

$$Gy_e + Lx_s = Gy + Lx \quad \text{Soit} \quad \frac{L}{G} = \frac{y_e - y}{x_s - x} \quad (1)$$

qui est l'équation de la droite opératoire dans laquelle G et L représentent respectivement le débit du gaz et du liquide (molaire ou massique), x et  $x_s$  les titres en soluté de la phase liquide à la cote z et en bas de la colonne, enfin y et  $y_e$  sont les titres en soluté de la phase gazeuse aux mêmes endroits.

Le bilan en soluté sur un élément de colonne d'épaisseur dz peut s'obtenir en dérivant l'expression précédente :

$$G dy = L dx = dN \quad (2)$$

Où dN représente le flux de soluté transféré d'une phase à l'autre dans la tranche de volume  $S \cdot dz$ , S représentant l'aire de la section droite de la colonne. On aurait pu aussi obtenir ces équations en écrivant explicitement le bilan des flux entrants et sortants de cet élément de volume comme montré au paragraphe 5.2 du chapitre de la distillation.

On écrit alors que le flux dN de soluté est proportionnel à la surface d'échange A entre les phases (en  $m^2/m^3$ ) et à une différence de titre, qui est la force motrice du transfert ; le coefficient de proportionnalité est un coefficient de transfert, k, qui est une mesure de la facilité avec laquelle le transfert a lieu. Ainsi, si on raisonne sur la phase gazeuse :

$$dN = k_g (A S dz) (y - y_i) \quad (3a)$$

et sur la phase liquide :

$$dN = k_l (A S dz) (x_i - x) \quad (3b)$$

$k_g$  et  $k_l$  sont les coefficients de transfert dans la phase gazeuse et la phase liquide, et  $(y - y_i)$  et  $(x_i - x)$  les forces motrices dans chacune des 2 phases. Les produits  $k_g \cdot (A S dz)$  et  $k_l \cdot (A S dz)$  sont les conductances de transfert dans les 2 phases.

Mais on ne connaît pas les compositions à l'interface  $x_i$  et  $y_i$ . On raisonne donc sur l'ensemble des 2 phases, en posant :

$$dN = K_G (A S dz) (y - y^*) \quad (4a)$$

$$dN = K_L (A S dz) (x^* - x) \quad (4b)$$

Où  $x^*(y)$  est la fraction massique d'une phase liquide qui serait en équilibre avec la phase gazeuse de composition y ; de même  $y^*(x)$  représente le titre d'une phase gazeuse qui serait en équilibre avec le liquide de composition x. Les différences  $(y - y^*)$  et  $(x^* - x)$  représentent les écarts par rapport à l'équilibre thermodynamique évalués sur l'ensemble des 2 phases.

En remplaçant dans l'équation (2) dN par son expression tirée de (4a) et (4b), et en séparant les variables on obtient :

$$dz = \frac{G}{A S K_G} \frac{dy}{y - y^*} = \frac{L}{A S K_L} \frac{dx}{x^* - x} \quad (5) \text{ et } (6)$$

Si les termes  $G/(A S K_G)$  et  $L/(A S K_L)$  varient peu, on peut écrire, en intégrant :

$$Z = \frac{G}{A S K_G} \int_{y_s}^{y_e} \frac{dy}{y - y^*} = \frac{L}{A S K_L} \int_{x_e}^{x_s} \frac{dx}{x^* - x} \quad (7) \text{ et } (8)$$

On définit alors, pour chaque phase, une Unité de Transfert comme une portion de colonne réalisant des séparations définies respectivement par :

$$\int_{y_s}^{y_e} \frac{dy}{y - y^*} = 1 \quad \int_{x_e}^{x_s} \frac{dx}{x^* - x} = 1$$

Les titres  $x_e$ ,  $y_e$ ,  $x_s$  et  $y_s$  sont les titres à l'entrée et à la sortie de cette portion de colonne. On définit pour chaque phase une hauteur d'unité de transfert (HUT) et un nombre d'unités de transfert (NUT) par :

$$HUT_G = \frac{G}{A S K_G} \quad \text{et} \quad HUT_L = \frac{L}{A S K_L}$$

$$NUT_G = \int_{y_s}^{y_e} \frac{dy}{y - y^*} \quad \text{et} \quad NUT_L = \int_{x_e}^{x_s} \frac{dx}{x^* - x}$$

Et l'on peut exprimer la hauteur totale de la colonne, Z, sous la forme :  
 $Z = (\text{hauteur d'une unité de transfert}) * (\text{nombre d'unités de transfert})$

$$Z = HUT_G * NUT_G = HUT_L * NUT_L$$

Calcul du nombre d'unité de transfert d'une séparation

La notion d'unité de transfert permet de caractériser un appareil donné ; la hauteur de l'unité de transfert est d'autant plus grande que l'opération est plus difficile, c'est à dire que le coefficient de transfert ou l'aire d'échange sont plus petits.

Le calcul du Nombre d'Unités de Transfert (NUT) peut se faire par intégration graphique. La figure 5 montre la construction des courbes  $1/(y-y^*)$  et  $1/(x^*-x)$  à partir de la courbe de partage et de la droite opératoire. La mesure des aires comprises sous les courbes entre les bornes d'intégration fournit les valeurs des nombres d'unités de transfert.

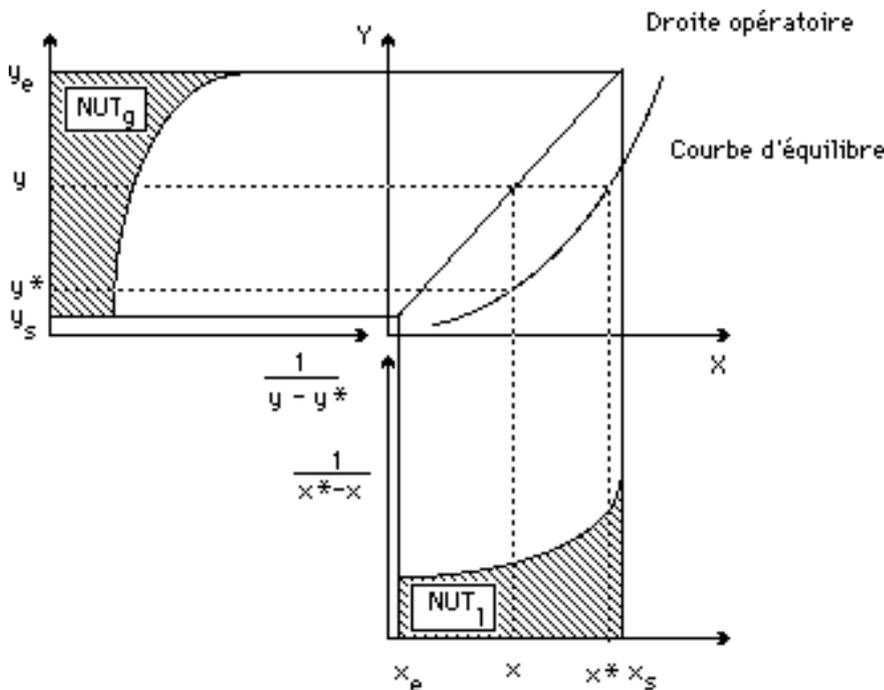


Figure 5 : calcul du nombre d'unités de transfert par intégration graphique

**Calcul de la hauteur d'une unité de transfert**

Le calcul de la HUT (Hauteur d'une Unité de Transfert) passe par la connaissance de l'aire d'échange A et des coefficients d'échange  $K_L$  et  $K_G$ . Nous avons vu lors de l'étude hydrodynamique que l'aire d'échange dépend du régime d'écoulement des deux phases, elle est généralement fournie par le fabricant du garnissage sous forme de corrélation. Une seconde difficulté réside dans l'estimation des coefficients de transfert. Nous allons donc maintenant nous intéresser aux mécanismes de transfert de matière entre phases. On peut schématiquement distinguer trois étapes dans le processus de transfert du soluté entre phases :

- transfert du soluté depuis le sein d'une phase vers l'interface,
- franchissement de l'interface,
- transfert du soluté depuis l'interface au cœur de la seconde phase.

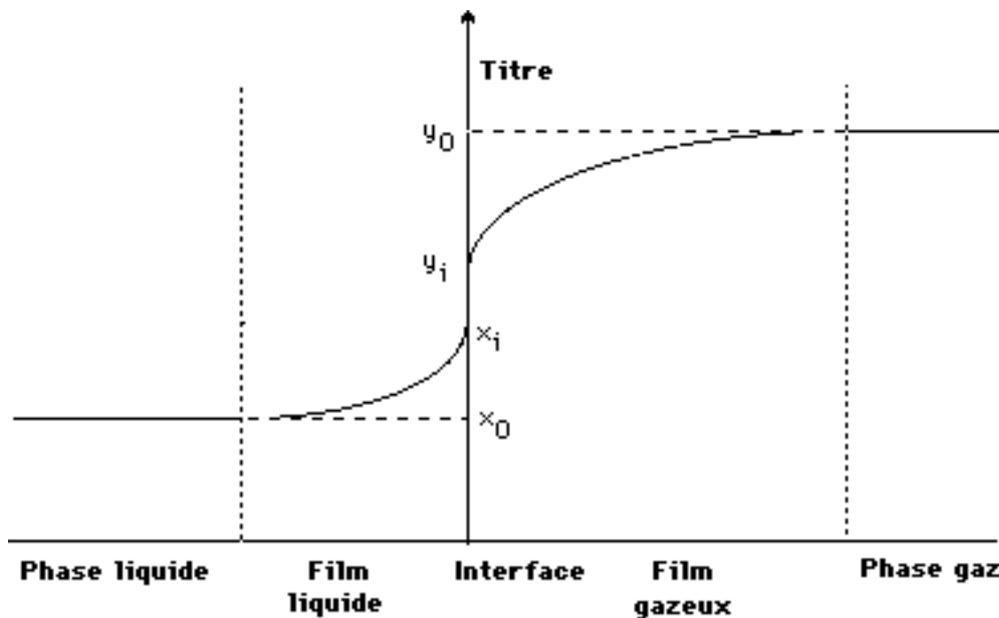


Figure 6 : variations des concentrations dans les films gaz-liquide

Dans ce qui suit, nous supposerons que les deux phases sont à l'équilibre à l'interface : les concentrations locales sont les concentrations d'équilibre et il n'y aura pas de résistance interfaciale au transfert. Le problème se réduit à l'étude du processus de transfert de soluté au sein d'une phase limitée par une interface.

La densité de flux du soluté à travers l'interface,  $n$ , peut se mettre sous la forme :

$$n = k_l (x_i - x) = k_g (y - y_i) \tag{9} \text{ et } (10)$$

$$n = K_L (x - x^*) = K_G (y - y^*) \tag{11} \text{ et } (12)$$

Avec les conventions suivantes :  $x$  et  $y$  représentent les titres en soluté dans les phases liquide et gaz respectivement, et l'indice  $i$  indique l'interface. Ces relations permettent de tirer l'expression de  $K_G$  et  $K_L$  en fonction de  $k_g$ ,  $k_l$ , et de la pente locale de la courbe d'équilibre égale à :

$$\alpha = \frac{y_i - y^*}{x_i - x} \tag{13}$$

Il suffit pour cela d'utiliser la loi d'additivité des résistances en série, par exemple (cf fig. 7) :

$$\begin{aligned} (y - y^*) &= (y - y_i) + (y_i - y^*) \\ &= (y - y_i) + a (x_i - x) \end{aligned} \tag{14}$$

soit, à l'aide de (9), (10) et (12) :

$$\frac{n}{K_G} = \frac{n}{k_g} + \alpha \frac{n}{k_1} \Rightarrow \frac{1}{K_G} = \frac{1}{k_g} + \alpha \frac{1}{k_1}$$

ou en terme de hauteur d'unité de transfert :  $HUT_G = hut_g + \alpha \frac{G}{L} hut_1$

Avec :

$$hut_1 = \frac{L}{A.S.k_1} \quad hut_g = \frac{G}{A.S.k_g}$$

De même, on tirerait :

$$\frac{1}{K_L} = \frac{1}{k_1} + \frac{1}{\alpha.k_g} \quad \text{et} \quad HUT_L = hut_1 + \frac{L}{\alpha.G} hut_g$$

La démonstration effectuée ci-dessus suppose qu'il n'y ait pas de réaction chimique du soluté en phase liquide. Ce n'est pas le cas ici, le CO<sub>2</sub> étant consommé par une réaction acido-basique. Il en résulte que la résistance au transfert de matière dans la phase liquide est abaissée par l'effet de pompage dû à la réaction.

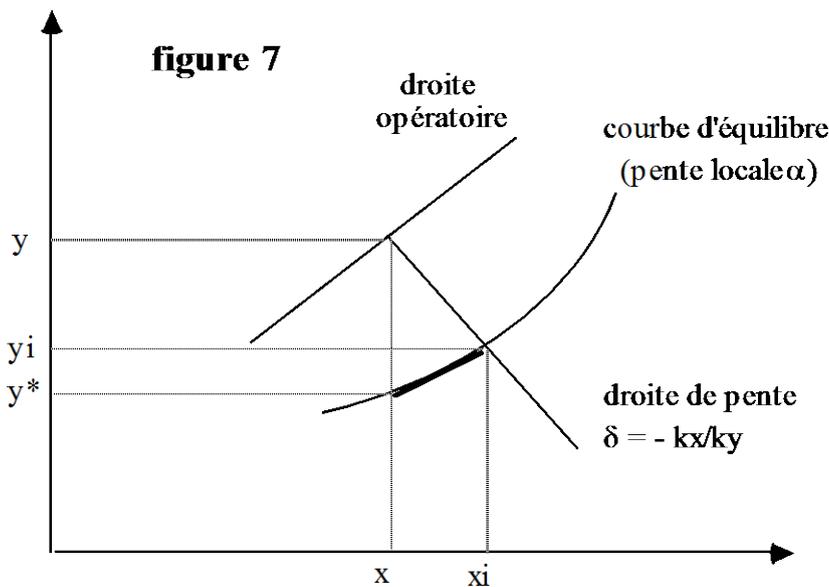


Figure 7: Pente locale à la courbe d'équilibre

#### Estimation des hauteurs d'unités de transfert

(Voir polycopier OpUn du Prof. D. Morvan pages 78 et 79)

Les hauteurs d'unités de transfert globales,  $HUT_G$  et  $HUT_L$ , sont caractéristiques de l'installation (couple phase gazeuse / phase liquide, mais aussi nature du garnissage) alors que les hauteurs d'unités de transfert de film,  $hut_g$  et  $hut_l$ , sont caractéristiques de chacune des phases et peuvent être estimées indépendamment à l'aide de corrélations.

Formule de PRATT pour les gaz:

$$hut_g = \frac{1}{C} \frac{\varepsilon \left( \frac{d_e G}{\mu_g \varepsilon} \right)^{0,25}}{A \left( \frac{\mu_g}{\rho_g D_g} \right)^{0,67}}$$

Dans laquelle :

- $\varepsilon$  : fraction de vide = 0,61
- A : surface spécifique du garnissage,
- $D_e$  : diamètre équivalent du garnissage =  $4\varepsilon / A$
- G : débit massique de gaz par unité de surface,
- $\mu_g$  et  $\rho_g$  : viscosité et masse volumique du gaz,  $\mu_g = 165 \text{ e-6 g. cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $\rho_g = 1,25 \text{ e-3 g. cm}^{-3}$
- $D_g$  : coefficient de diffusion dans la phase gazeuse,
- C : constante sans dimension valant 0,07 pour les selles de Berl.

*Formule de SHERWOOD & HOLLOWAY pour les liquides :*

$$hut_l = a \left( \frac{L}{\mu} \right)^n \left( \frac{\mu}{\rho_l D_l} \right)^{0,5}$$

Avec :

- L : débit massique de liquide par unité de surface,
- $\mu_l$  et  $\rho_l$  : viscosité et masse volumique du liquide,  $\mu_l = 0,01 \text{ g. cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $\rho_l = 1 \text{ g. cm}^{-3}$
- $D_l$  : coefficient de diffusion dans le liquide,
- n : exposant généralement voisin de 0,25,
- a : constante caractéristique du garnissage et valant 0,12 en unité CGS pour les selles de Berl.

## V. Manipulations

### Mise en route de la colonne

L'étude hydrodynamique se fera en utilisant l'eau et l'air des réseaux de distribution de l'école.

- Vérifier que les vannes de régulation des quatre débitmètres sont fermées (ne pas forcer).
- Appuyer sur le bouton "marche" de l'interrupteur général situé à gauche sur la console de commande.
- Vérifier qu'aucune électrovanne n'est ouverte.
- Mettre en service le conductimètre assurant la régulation de niveau de la garde liquide en pied de colonne (interrupteur rouge),
- Ouvrir l'électrovanne permettant l'évacuation du liquide en sortie de colonne (Electrovanne n° 8)
- Ouvrir à fond les vannes manuelles d'arrivées d'eau et d'air situées sur le mur en bas à droite de la bouteille de CO<sub>2</sub>.
- Ouvrir l'électrovanne d'alimentation en eau du montage (Electrovanne n° 2)

### Étude hydrodynamique de la colonne

Commencer par bien mouiller le garnissage en engorgeant (légèrement !) la colonne.

Étudiez alors l'évolution des pertes de charge dans la colonne en fonction du débit gazeux pour différentes valeurs du débit liquide. On débutera en mesurant  $\Delta P$  en fonction du débit gazeux pour un débit liquide nul, puis

pour des valeurs croissantes du débit liquide, soit  $D_l = 0 / 10 / 30 / 60 / 100$  l/h par exemple. On attendra au moins cinq minutes entre le moment où l'on change la valeur du débit de liquide et celui où l'on effectue les mesures afin que la colonne soit en équilibre hydrodynamique. **On repèrera visuellement les points d'engorgement.**

Tracez le réseau des courbes  $\log(\Delta P) = f(\log G)$  sur papier millimétré format A4, en faisant figurer les débits en kg/min.

En déduire la courbe des lieux d'engorgement  $G = f(L)$  et tracer cette dernière sur une nouvelle feuille en exprimant les débits en litre par minute.

Vérifiez la corrélation  $G^{1/3} + 0,374 L^{1/2} = \text{constante}$  où les débits sont exprimés en litre par minute et trouvez la valeur numérique de cette constante.

### Étude de l'absorption du gaz carbonique par une solution de monoéthanolamine

#### Manipulation

On veut ramener la concentration de  $\text{CO}_2$  dans de l'air de 9% à 3% (en volume).

A partir des données (tableau), construisez la courbe d'équilibre donnant le **titre massique**,  $y$ , de  $\text{CO}_2$  dans la phase gazeuse en équilibre avec une solution de monoéthanolamine de **titre massique** en  $\text{CO}_2$ ,  $x$ , donné.

Tracez les droites de fonctionnement, correspondant à un taux de solvant égal à 2 fois le taux minimal, et permettant de ramener à 5 % en volume le titre en  $\text{CO}_2$  d'un gaz initialement à 9 %. (en volume) par lavage avec une solution 0,5 N en monoéthanolamine.

Déterminez alors les débits à mettre en oeuvre sur l'installation pour que l'on soit à 50% de l'engorgement. Détaillez les calculs.

Préparez environ 10 litres d'une solution 0,5N de monoéthanolamine (à vérifier auprès de l'enseignant), et la mettre dans le bac de gauche.

Effectuez la séparation.

**ATTENTION** : à la fin de la manipulation, bien laver toutes les canalisations ayant été au contact de la monoéthanolamine (celle-ci formant un magnifique complexe bleu avec le cuivre).

#### Exploitation des résultats

Obtenez-vous la séparation désirée ? Conclusions.

Calculez les  $\text{NUT}_G$  et  $\text{NUT}_L$  de la séparation obtenue. Tirez-en les  $\text{HUT}_G$  et  $\text{HUT}_L$  et comparez-les avec les estimations tirées des corrélations. Conclusions ?

Où se situe la principale résistance au transfert ?

A partir des  $\text{HUT}_G$  et  $\text{HUT}_L$  obtenus expérimentalement, estimez le débit de la solution de 0,5N de monoéthanolamine à mettre en oeuvre pour ramener à 1,5% en volume le titre en  $\text{CO}_2$  d'un gaz initialement à 9 % et dont le débit est égal à celui calculé dans la partie précédente. Vérifier expérimentalement la validité de votre calcul et concluez.

#### Coefficients de diffusions du dioxyde de carbone :

$$D_g = 0,10 \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$D_l = 2,7 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$$

**Courbe d'équilibre** : solution 0,5 M en monoethanolamine à 25°C

---

Pression partielle de CO <sub>2</sub> (torr)	mole de CO <sub>2</sub> par mole d'amine
735.7	1.004
251.8	0.886
99.6	0.795
44.2	0.720
10.8	0.607

J. Perry: Chemical Engineering Handbook. Ed Mc Graw-Hill. 1963

Surface spécifique du garnissage (selles de Berl) A : 1360 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>

Fraction de vide  $\varepsilon$  : 0.61

ETUDE HYDRODYNAMIQUE

G								
L								
ΔP								
G								
L								
ΔP								
G								
L								
ΔP								
G								
L								
ΔP								
G								
L								
ΔP								



ABSORPTION

Corrélation  $G^{1/3} + 0,374 L^{1/2} = b$ ,  $b =$

	hut g	hut l	HUT G	HUT L	NUT L	NUT G
Théor.						
Exp.						



## TP N°2. Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide est une méthode de séparation et de purification basée sur la différence de solubilité d'un soluté dans deux phases non miscibles.

### 1. But

- Connaître le principe d'extraction liquide-liquide ;

### 2. Principe de l'extraction liquide-liquide

On cherche à extraire un **soluté** contenu dans un mélange liquide homogène constitué de soluté et diluant, nommé **charge**. On utilise pour cela une quantité d'un **solvant** qui ne doit pas être miscible avec le diluant, mais être miscible avec le soluté. Les deux phases liquides **charge + solvant** sont mélangées intimement (mélange non homogène) et le soluté se distribue dans chacune des phases selon un équilibre physico-chimique. Le mélange non homogène est alors décanté en deux phases non miscibles :

- ◆ L'extrait, contenant majoritairement du solvant et le soluté extrait ;
- ◆ Le raffinat contenant majoritairement du diluant, ainsi que le soluté non extrait.

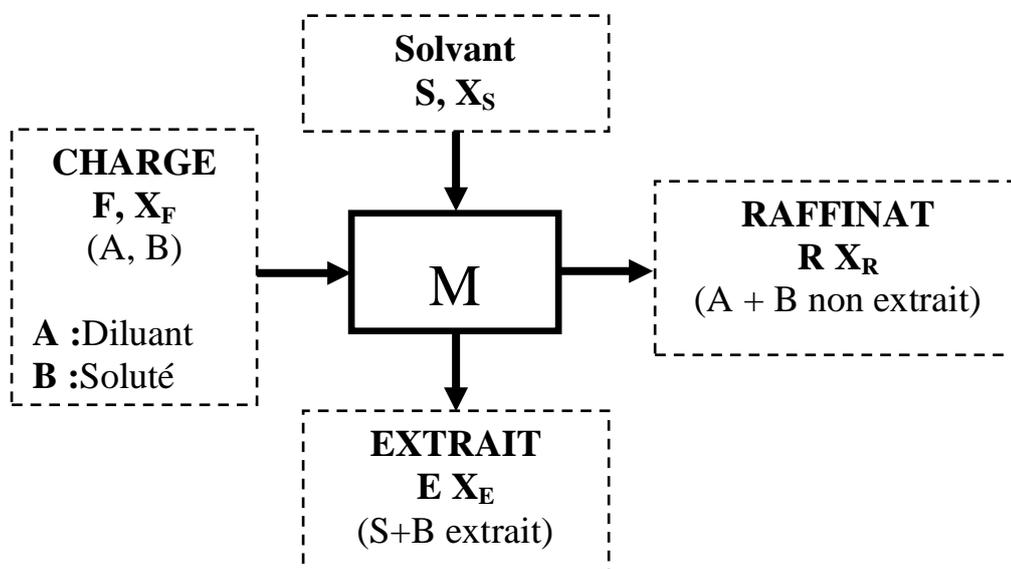


Fig.1. Principe de l'extraction liquide-liquide.

### 3. Manipulation

1. Dans une ampoule à décanter introduire une charge de 100g (35g d'acétone + 65g d'eau) et y ajouter 25g de chlorobenzène.
2. Agiter durant 3 minutes en dégazant de temps en temps. Poser l'ampoule sur support et laisser décanter quelques minutes "laisser décanter en enlevant le bouchon".
3. Deux phases apparaissent. Recueillir la phase inférieure dans le bécher 1 et la phase supérieure dans le bécher 2.

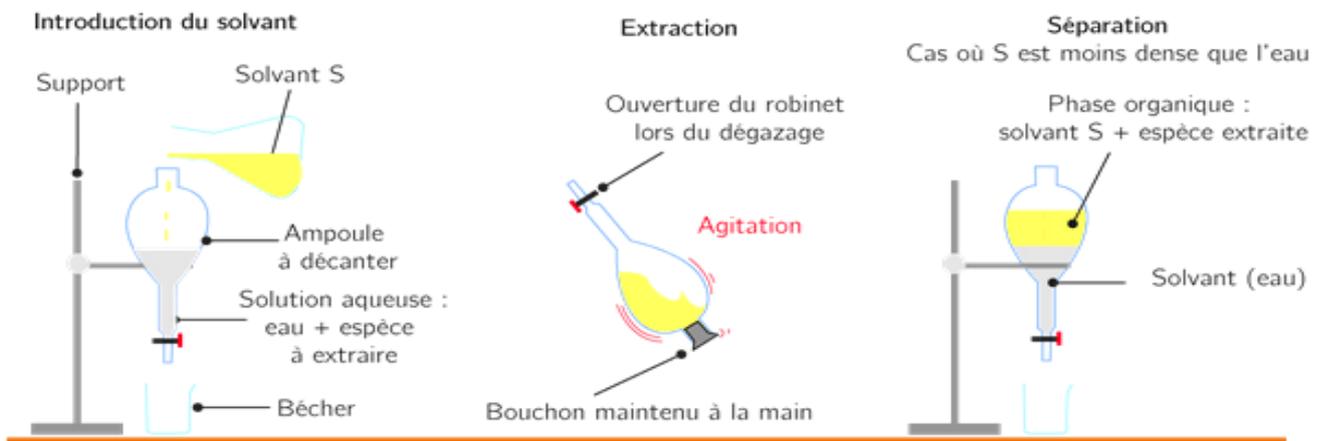


Fig.2. Les trois étapes d'une extraction par solvant.

### 4. Résultats et calculs

1. Donner des bilans sur cette extraction (bilan global et bilan partiel) ;
2. Peser les quantités de l'extrait et du raffinat issus de cette extraction ;
3. Déterminer les compositions du mélange des deux phases  $F+S$ ,  $X_{MA}$ ,  $X_{MB}$  et  $X_{MS}$ .
4. Qu'avez-vous fait et appris dans ce TP ?