

## LIXIVIATION : SOLIDE – EXTRACTION LIQUIDE

### 1. Définition

*La lixiviation* est une opération liquide-solide où un ou des solutés proviennent d'un mélange dans un solide en le mettant en contact avec un solvant liquide. Les deux phases sont en contact intime, le soluté(s) peut se diffuser du solide à la phase liquide, ce qui provoque les composants qui étaient à l'origine dans le solide pour être extrait dans le liquide ou le solvant. Un procédé spécial de lessivage, quand un composant indésirable (saleté) est enlevé d'un solide (vêtements) avec de l'eau, est appelé *lavage*.

### 2. Utilisation

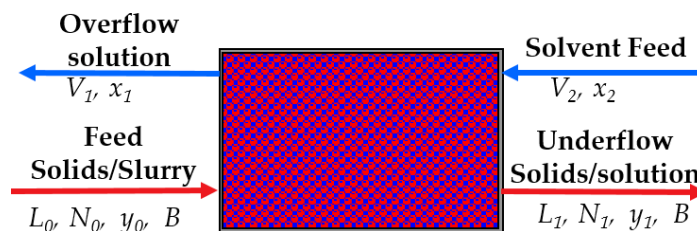
La lixiviation sert à séparer le constituant soluté désiré ou à retirer le composant soluté indésirable de la phase solide.

- La lixiviation est largement utilisée dans les industries biologiques et de transformation des aliments, comme la séparation du sucre des betteraves sucrières avec de l'eau chaude, l'extraction des huiles des arachides, du soja, des graines de tournesol, des graines de coton, des graines de lin, des graines de ricin et des foies de flétan.
- Dans l'industrie pharmaceutique, de nombreux produits sont obtenus par lessivage des racines, des feuilles et des tiges des plantes.
- Dans l'industrie de la transformation des métaux, la lixiviation sert à extraire les métaux de leurs minerais, qui contiennent de nombreux constituants indésirables, sous forme de sels dissous. Voici des exemples :
  - ✓ Les sels de cuivre sont lessivés par dissolution de minerais de cuivre brut à l'aide d'acide sulfurique ou de solutions ammoniacales.
  - ✓ Les sels de nickel sont lessivés à l'aide d'acide sulfurique – ammoniac – mélanges d'oxygène.
  - ✓ L'or est lessivé au moyen d'une solution aqueuse de cyanure de sodium.

### 3. Principes de lixiviation

#### 3.1 Définitions et terminologie

La phase de solution est parfois appelée extrait. La phase solide plus sa solution entraînée est appelée raffinat. Considérant un système avec le soluté A dans un solide représenté comme B à extraire à l'aide du solvant C. Dans la plupart des cas d'application, la concentration de soluté dans le solvant et le trop-plein/les flux d'extrait est indiquée par  $x$ , tandis que celle du soluté dans la solution dans les flux solides/lisiers et sous-courants est indiquée par  $y$



**Figure 1 : Schéma fonctionnel de la lixiviation**

$V$	Masse de la solution de l'extrait	$x$	Composition de A dans l'extrait
		$A$	
$L$	Masse du liquide dans le raffinat	$y_A$	Composition de A dans le raffinat
$B$	Masse de matière sèche de solide sans soluté.		
$N$	Masse du solide sec sans soluté ( $B$ )/Masse de la solution retenue ( $L$ )		

#### Relations d'équilibre dans la lixiviation

Les relations d'équilibre dans la lixiviation sont généralement plus simples que dans les équilibres liquide-liquide. La phase de solution ne contient normalement pas de solides entraînés. Dans certains cas particuliers d'application de lixiviation, pour effectuer des calculs d'équilibre, on suppose généralement que

- Il y a suffisamment de solvant pour que **tout le soluté** contenu dans le solide entrant puisse être dissous dans le liquide.
- L'équilibre est atteint lorsque tout le soluté est dissous.
- **Tout le soluté est complètement dissous dans la première étape.**
- Le solide est insoluble, et aucune adsorption ne se produira du soluté dans le solide, ce qui signifie que la solution dans la phase liquide à partir d'un stade a le même

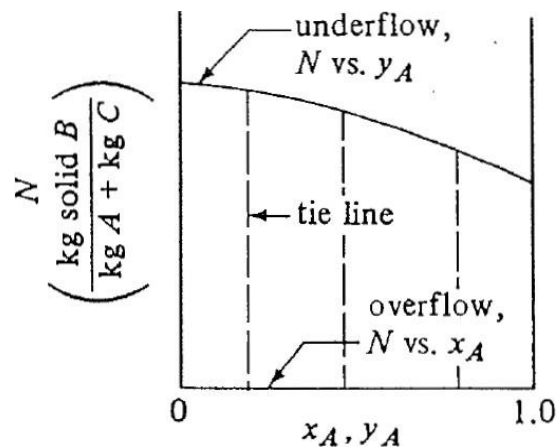
concentration de soluté comme solution restant avec la matrice solide dans le lisier décanté en laissant le même stade.

- Le solide sédimenté laissant une scène contient toujours un peu de liquide.

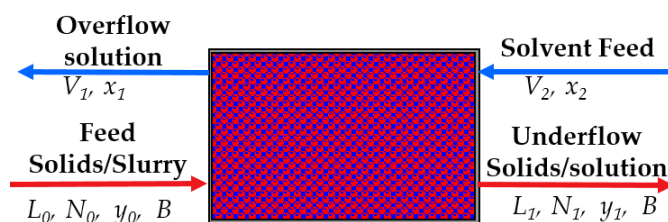
Dans ce cas particulier, la concentration de soluté dans le *flux de trop-plein* est *égale* à celle de la solution liquide accompagnant le flux de lisier ou de sous-écoulement. Par conséquent, sur un tracé x-y, ***la ligne d'équilibre se trouve sur la ligne de 45°.***

Il est à noter que les hypothèses ci-dessus concernent un cas particulier et qu'il faut faire preuve de prudence avant de les appliquer pour s'assurer qu'elles s'appliquent à un cas donné.

Les données d'équilibre pour la lixiviation sont généralement présentées comme des données pour la phase de raffinage mesurée comme le maintien de la solution par le solide



### Bilan de Matière dans la Lixiviation



Le bilan total de la solution (Composant A + Composant C dans la Solution): Entrée = Sortie

Solution dans la boue (Alimentation des solides) + Solvant frais = Solution dans le raffinat + Solution in l'extrait

$$L_0 + V_2 = L_1 + V_1 = M \quad (2)$$

Bilan de matière en soluté (composant A): Entrée = Sortie

Soluté dans l'alimentation solides + Soluté dans l'alimentation solvant frais = Soluté dans le raffinat + Soluté dans l'extrait

$$L_0 y_{A0} + V_2 x_{A2} = L_1 y_{A1} + V_1 x_{A1} = M x_{AM} \quad (3)$$

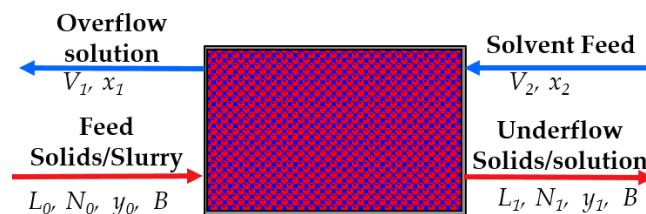
Bilan de matière en solides: Entrée = Sortie

Solides dans l'alimentation solides + Solides dans l'alimentation solvant = Solides dans le raffinat + Solides dans l'extrait

$$B = N_0 L_0 + 0 = N_1 L_1 + 0 = N_M M \quad (4)$$

## Lixiviation à un seul étage

Considérons un seul étage d'un procédé de lixiviation où  $V$  en kg/hr de l'extrait avec composition  $x_A$  et la boue avec solution liquide  $L$  avec composition  $y_A$  et débit de solides sec sans soluté  $B$  in kg/hr.



Bilans de matière sont donnés par les équations (2), (3) et (4)

$$L_0 + V_2 = L_1 + V_1 = M \quad (2)$$

$$L_0 y_{A0} + V_2 x_{A2} = L_1 y_{A1} + V_1 x_{A1} = M x_{AM} \quad (3)$$

$$B = N_0 L_0 + 0 = N_1 L_1 + 0 = N_M M \quad (4)$$

$M$  est le débit total de la solution (A + C) en kg/hr, et  $x_{AM}$  et  $N_M$  sont les coordonnées du point  $M$  sur la représentation graphique d'équilibre  $N$  versus  $x$ - $y$ . À l'aide de la règle du bras de levier de mélange,  $L_1$ ,  $M$  et  $V_1$  doivent se trouver sur une ligne droite parce que  $L_1 + V_1 = M$ . De même,  $L_0$ ,  $M$  and  $V_2$  doivent se trouver sur une ligne droite parce que  $L_0 + V_2 = M$ . Ceci est illustré dans la figure 5. Aussi les compositions  $L_1$  and  $V_1$  doivent se trouver sur une ligne de conjugaison verticale. Le point  $M$  est l'intersection des deux lignes.

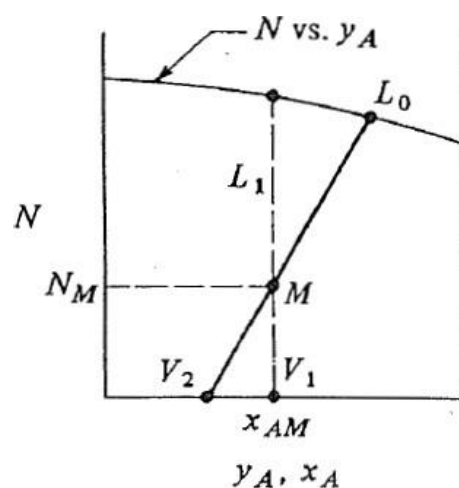
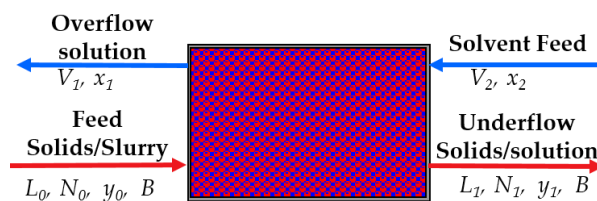


Figure 5: Bilan des matières d'un système de lixiviation à un étage où  $y_A = x_A$

Exemple 1 : Extraction en un seul étage

Lors d'une lixiviation en un seul étage de l'huile de soya provenant de fèves de soya en flocons avec de l'hexane, 100 kg de fèves de soya contenant 20 % en poids d'huile sont lixiviés avec 100 kg de solvant à base d'hexane frais. La valeur de  $N$  pour le raffinat est essentiellement constante à 1.5 kg de solide insoluble/kg de solution retenue. Calculer les quantités et les compositions de  $V_1$  et  $L_1$ . Supposons que l'équilibre de ce système est de  $y_A = x_A$ .



Les informations données peuvent être interprétées comme suit :

- Alimentation de solides (boue) = 100 kg contenant 20 mass.% d'huile (huile est le soluté A)
- Solvant entrant,  $V_2 = 100$  kg (C pure)
- $N_1 = 1.5$  kg de solides sec sans soluté/kg de solution (A+C)

$$\text{Masse de Soluté (A)} = 0.20 \times 100 \quad A = 20 \text{ kg}$$

$$\text{Masse de Solides (B)} = 0.80 \times 100 \quad B = 80 \text{ kg}$$

$$\text{Masse de Solvant (C)} = 0 \text{ kg} \quad C = 0 \text{ kg}$$

Masse de Solution (A + C) = 20 kg      (A + C) = 20 kg Composition de soluté dans la solution entraînée dans l'alimentation des solides :

$$y_0 = \frac{A}{L_0} = \frac{A}{A+C} = \frac{20}{20+0} = 1.0$$

Rétention des solides par la solution entraînée dans l'alimentation de solides (boue) :

$$N_0 = \frac{B}{L_0} = \frac{B}{A+C} = \frac{80}{20+0} = 4.0$$

Si nous traçons cette information sur un diagramme, les *coordonnées de L* seront  $(y_0, N_0) = (1, 0, 4, 0)$

Ensuite, nous devons calculer la masse et compositions des composants pour le flux d'alimentation de solvant.

$$\text{Masse de soluté (A)} = 0 \qquad A = 0 \text{ kg}$$

$$\text{Masse de solides (B)} = 0 \qquad B = 0 \text{ kg}$$

$$\text{Masse de solvant (C)} = 100 \text{ kg} \qquad C = 100 \text{ kg}$$

$$\text{Masse de solution (A + C)} = 20 \text{ kg} \qquad (A + C) = 100 \text{ kg}$$

Composition du soluté A dans l'alimentation du solvant :

$$x_2 = \frac{A}{V_2} = \frac{A}{A + C} = \frac{0}{0 + 100} = 0.0$$

Rétention des solides par la solution entraînée dans l'alimentation du solvant :

$$N_2 = \frac{B}{V_2} = \frac{B}{A + C} = \frac{0}{0 + 100} = 0.0$$

Si nous devons tracer cette information sur le diagramme, les *coordonnées V* seront  $(x_2, N_2) = (0, 0, 0, 0)$ .

En utilisant le bilan de matière, nous pouvons résoudre le problème complètement. En commençant par le bilan total:

$$L_0 + V_2 = L_1 + V_1 = M$$

$$20 + 100 = M \qquad M = 120 \text{ kg}$$

Ensuite, nous pouvons faire le bilan de matière en A :

$$L_0 y_0 + V_2 x_2 = M x_M$$

$$20 \cdot 1.0 + 100 \cdot 0 = 120 \cdot x_M$$

$$x_M = \frac{20 \cdot 1.0 + 100 \cdot 0}{120} = 0.167$$

Ensuite, nous faisons le bilan de matière en solides:

$$B = N_0 L_0 = N_1 L_1 = N_M M$$

$$N_0 L_0 = N_M M$$

$$4 \times 20 = N_M \times 120$$

$$N_M = \frac{4 \times 20}{120} = 0.667$$

Pour tracer le point M sur le diagramme de fonctionnement, les coordonnées de M sont

$$(x_M, N_M) = (0.167, 0.667)$$

La représentation graphique complète de la solution est présentée dans la figure 6.

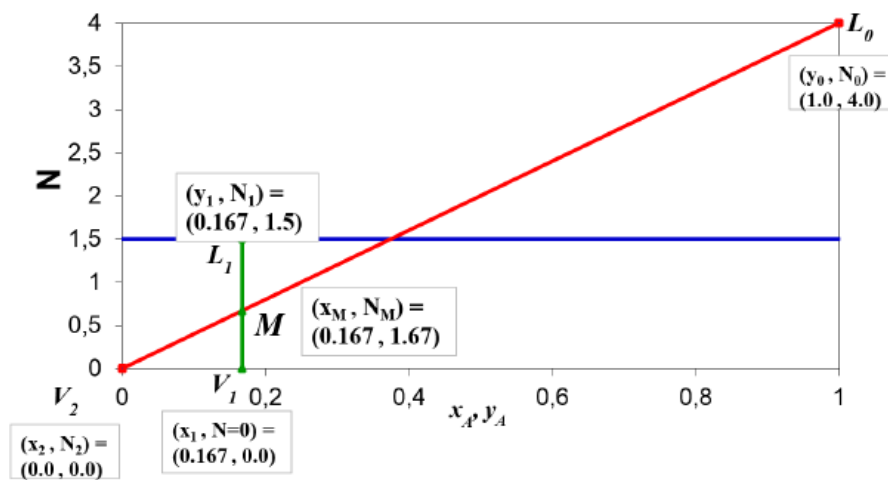


Figure 6: Représentation graphique de l'exemple 1

Nous allons maintenant compléter le bilan de matière de la solution :

$$L_1 + V_1 = M$$

$$L_1 + V_1 = 120$$

$$V_1 = 120 - L_1 \quad (\text{a})$$

Suivi du bilan global de solide :

$$B = N_0 L_0 = N_1 L_1 = N_M M$$

$$N_1 L_1 = N_M M$$

$$1.5 \times L_1 = 0.667 \times 120$$

$$L_1 = \frac{0.667 \times 120}{1.5} = 53.36$$



Substituer  $L_I$  à l'équation (a) nous pouvons trouver  $V_I$  :

$$V_1 = 120 - 53.36 = 66.64$$

Ce bilan massique pourrait également être résolu à l'aide du bras de levier :

$$\frac{\text{Segment } L_1V_1}{\text{Segment } L_1M} = \frac{M}{V_1} \quad \rightarrow \quad V_1 = M \times \frac{\text{Segment } L_1M}{\text{Segment } L_1V_1}$$

Et

$$\frac{\text{Segment } L_1V_1}{\text{Segment } MV_1} = \frac{M}{L_1} \quad \rightarrow \quad L_1 = M \times \frac{\text{Segment } MV_1}{\text{Segment } L_1V_1}$$

## Lixiviation continu en plusieurs étapes à contre-courant

## Introduction

Lors de la lixiviation en plusieurs étapes, le sous-flux de la première étape est alimenté à l'étape suivante pour extraire plus de soluté afin d'améliorer la récupération. De plus, l'alimentation de la solution à un stade donné provient de l'étape suivante dans l'ordre afin de la charger avec plus de soluté. Le principe de fonctionnement du fonctionnement en plusieurs étapes à contre-courant est de maximiser le potentiel d'extraction à travers les étapes en contactant le sous-flux épuisé avec un solvant frais et en même temps en contactant le solvant chargé avec des solides frais. C'est le même principe qui est utilisé pour optimiser la différence de température d'entraînement dans les échangeurs de chaleur à contre-courant.

Un diagramme de flux d'un procédé de lixiviation en plusieurs étapes à contre-courant est présenté à la figure 7. Un autre diagramme de flux provenant d'une des sources de référence est présenté à la figure 8 afin d'illustrer la disposition et la numérotation des étapes à l'aide d'un plus grand nombre de jeux et de ruptures.

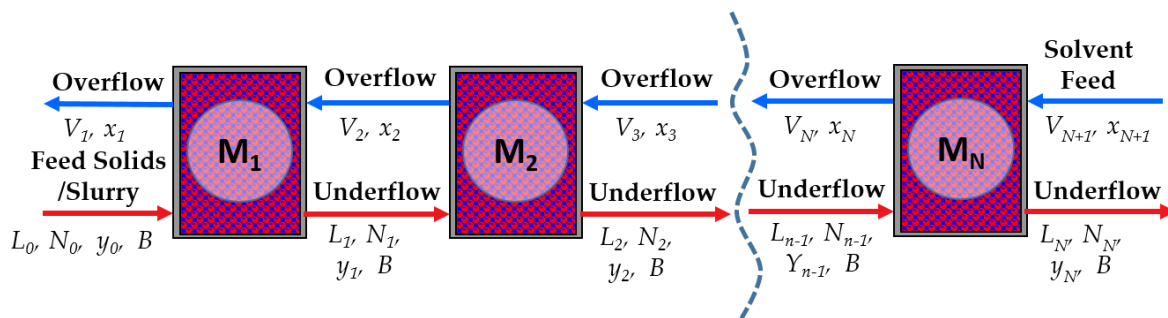


Figure 7 : Diagramme de la lixiviation en plusieurs étapes à contre-courant

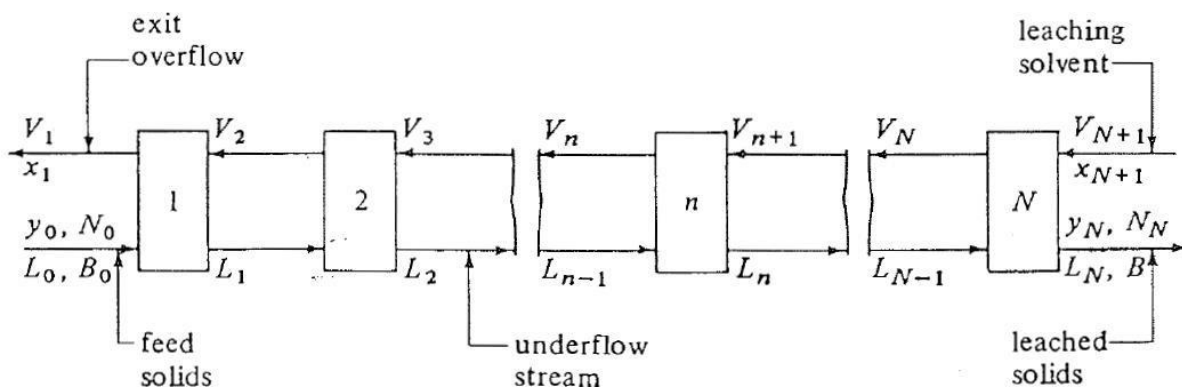


Figure 8 : Diagramme de la lixiviation en plusieurs étapes à contre-courant (réf. ##)

Les étapes sont numérotées dans la direction du flux de solides ou du flux sous-jacent, de gauche à droite. Pour simplifier le référencement, référons-nous aux phases suivantes par cette convention de nommage :

- La phase de débordement liquide qui s'écoule continuellement d'étape en étape de la direction du solvant frais vers la direction du débordement chargé (lixivié ou extrait) sera appelée **phase de débordement, phase de solvant (C) + soluté (A)** ou phase **V**. La composition du soluté dans la **phase V** est indiquée par **x**.
- La solution obstruée ou entraînée dans la boue sous-jacente qui s'écoule en continu d'un stade à l'autre, de la direction des solides frais vers la direction des solides appauvris chargés (raffinat), sera appelée **phase sous-écoulement ou phase L**. **À noter qu'il s'agit également d'une phase de solution liquide avec du solvant (C) + du soluté (A)**. La composition du soluté dans la phase L est indiquée par **y**.
- Les **solides de la phase sous-écoulement du lisier, lorsqu'ils sont mentionnés séparément sans l'inclusion du soluté, seront appelés phase B** ou phase **solide**. On suppose que le solide B est insoluble et n'est pas perdu dans la phase V liquide.
- La **phase de slurry sera réservée à la référence de la slurry sous-liquide combinée qui comprend les solides et sa solution entraînée**.

Le débit des solides, c'est-à-dire la phase B, est constant tout au long des cascades des étapes, de l'étape 1 à l'étape N.

Bilan massique de lessivage en plusieurs étapes à contre-courant

Nous pouvons tracer une limite autour du circuit de lixiviation afin de faire le bilan massique global autour du circuit entier, comme le montre la figure 9.

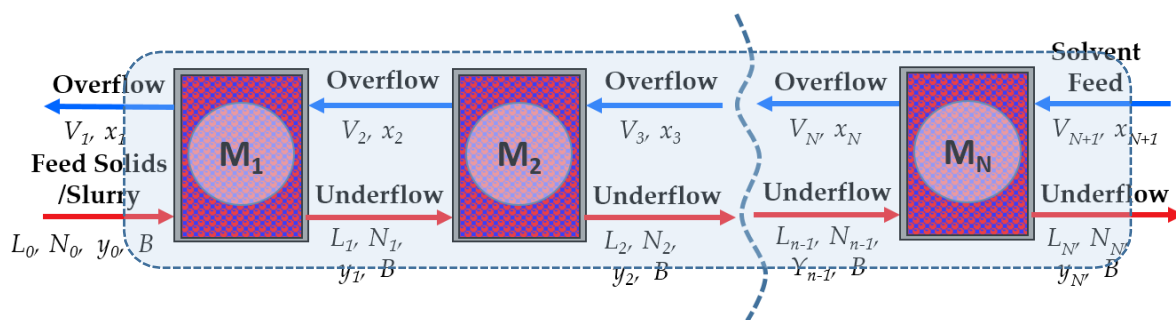


Figure 9 : Limite globale du bilan massique pour le lessivage en plusieurs étapes à contre-courant

$$V_{N+1} + L_0 = V_1 + L_N \quad (5)$$

$$V_{N+1}x_{N+1} + L_0y_0 = V_1x_1 + L_Ny_N \quad (6)$$

Eq.(5) donne  $V_{N+1} = L_N + V_1 - L_0$

On réarrange Eq.(6) , on obtient:

$$V_{N+1}x_{N+1} = V_1x_1 + L_Ny_N - L_0y_0 \quad x_{N+1} = \frac{L_Ny_N}{V_{N+1}} + \frac{V_1x_1 - L_0y_0}{V_{N+1}}$$

On substitue  $V_{N+1}$  donné par l'Eq.(5) dans l'équation ci-dessus, on obtient :

$$x_{N+1} = \frac{L_N}{L_N + V_1 - L_0} y_N + \frac{V_1x_1 - L_0y_0}{L_N + V_1 - L_0}$$

## Extraction Liquide-Solide

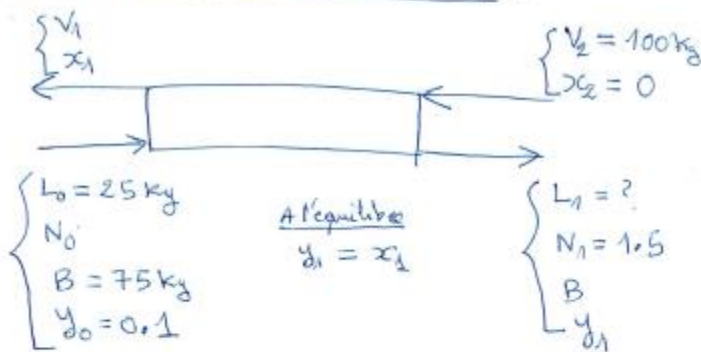
## TD5

## Master 1 GP

**Exercice 1:**

Lixiviation en un seul étage à contre-courant avec système d'équilibre où  $y = x$  avec un solvant frais. Une suspension de graines de soja en flocons pesant au total 100 kg contient 75 kg de solides inertes et 25 kg de solution avec 10 % en poids d'huile et 90 % en poids de solvant hexane. Cette suspension a été mise en contact avec 100 kg d'hexane pur de sorte que la valeur de  $N$  pour le courant inférieur à la sortie soit de 1,5 kg de solide insoluble/kg de solution retenue. Déterminer la quantité et les compositions du courant supérieur  $V_1$  et du courant inférieur  $L_1$  sortant de l'étage. Tracez votre solution sur le diagramme  $N$  en fonction  $y-x$ .

Solution de l'exercice 1 de TD5 :



Bilan de matière global :

$$L_0 + V_2 = V_1 + L_1 = M = 125 \text{ kg} \quad (1)$$

Bilan de matière par rapport au soluté (A) :

$$0.1 \times 25 + 0 \times 100 = L_1 \times y_1 + V_1 \times x_1 = 125 \times x_M \quad (2)$$

Bilan de matière par rapport au solide :

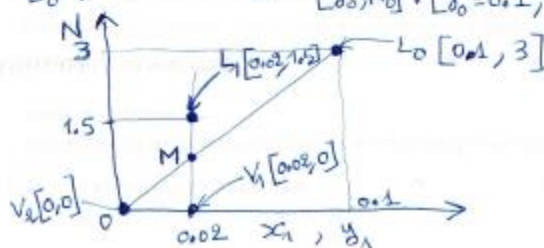
$$N_0 \times L_0 = N_1 \times L_1 \quad \text{avec} \quad N_0 = \frac{B}{L_0} = \frac{75}{25} = 3$$

$$\text{Donc} \quad 3 \times 25 = 1.5 \times L_1 \Rightarrow L_1 = 50 \text{ kg}$$

$$\text{et} \quad V_1 = 125 - L_1 = 125 - 50 = 75 \text{ kg}$$

$$L_1 \text{ a pour coordonnées } [y_1, N_1]: \left[ y_1 = \frac{2.5}{75+50} = 0.02 \right]$$

$$L_0 \text{ a " " } [y_0, N_0]: \left[ y_0 = 0.1, N_0 = \frac{75}{25} = 3 \right]$$

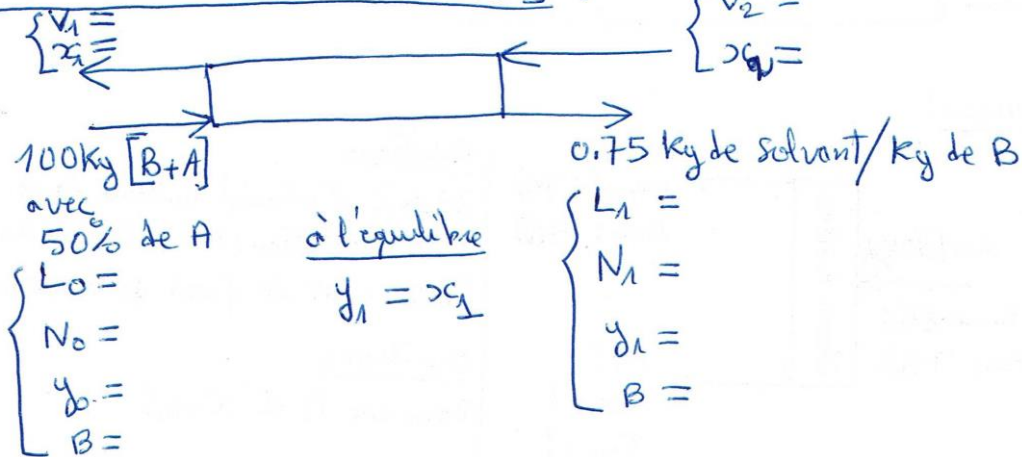


Extraction Liquide-SolideTD5Master 1 GP**Exercice 2:**

Quantité de 100 Kg de solides contenant 50% de matière soluble est lixiviée avec 200 Kg de solvant contenant le même soluté à 3% en poids. Le courant inférieur sortant de l'étage de lixiviation contenant 0.75 Kg de solvant par Kg de solides inertes.

- Déterminer la quantité du soluté dans le courant inférieur sortant de l'étage
- Déterminer la quantité du solvant dans le courant supérieur (extrait)
- Déterminer la quantité totale de l'extrait

Solution de l'exercice 2 TD5 :

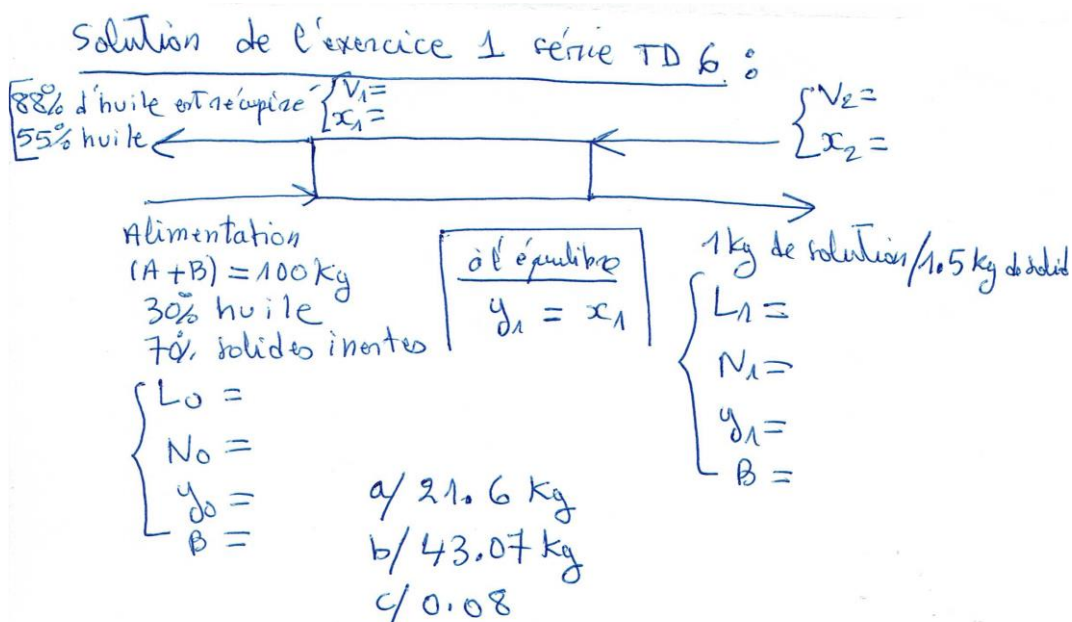


- 10.82 kg
- 156.5 kg
- 201.68 kg

Extraction Liquide-SolideTD6Master 1 GP**Exercice 1:**

Des graines pesant 100Kg contenant 30%(en poids) d'huile sont lixiviées par un solvant pur dans un seul étage à contre courant. 88% d'huile est récupéré dans le courant supérieur sortant de l'étage (extrait) contenant 55% (en poids) d'huile. Dans le courant inférieur sortant de l'étage contenant 1Kg de solution par 1.5 Kg de solides inertes.

- Déterminer la quantité du solvant dans l'extrait (courant supérieur sortant)
- Déterminer la quantité du solvant dans le courant inférieur sortant
- Déterminer la concentration de l'huile dans le courant inférieur sortant

**Exercice 2:**

Lixiviation en un seul étage de l'huile de soja à partir de graines de soja en flocons avec de l'hexane, 100 kg de graines de soja contenant 22 % en poids d'huile sont lixiviés avec de du hexane. Le solvant d'alimentation contient 77.6 kg de hexane et 2.4 kg d'huile de soja. La valeur de N pour le courant inférieur à la sortie est essentiellement constante à 1,5 kg de solide insoluble/kg de solution retenue. Calculer les quantités et compositions du courant supérieur V1 et du courant inférieur L1 sortant de l'étage. Tracez votre solution sur le diagramme N en fonction y-x.