Extraction liquide-liquide sous champ électrique. Contacteur à électrodes externes.

Dominique Sciolla

▶ **To cite this version:**

Dominique Sciolla. Extraction liquide-liquide sous champ électrique. Contacteur à électrodes externes.. Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1987. Français. NNT : 1987ENMP0108 . tel-00845426

HAL Id: tel-00845426

https://theses.hal.science/tel-00845426

Submitted on 17 Jul 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE SAINT-ETIENNE

N° D'ordre 18 ED

THESE

présentée par

Dominique SCIOLLA

Ingénieur de l'Ecole Centrale des Arts et Manufactures

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS

ET DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

(Spécialité : ENERGETIQUE)

EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE SOUS CHAMP ELECTRIQUE

CONTACTEUR A ELECTRODES EXTERNES

soutenue à SAINT-ETIENNE le 22 décembre 1987

composition du jury :

Messieurs	P. REBOUX	Président
	L. BONNETAIN	Rapporteurs
	J.P. MOULIN	
	A. HANSSENS	Examinateurs
	F. LANCELOT	
	P. PASCAL	
	P. VIGNET	

ppn = 043-761-879
DK = 176433

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE SAINT-ETIENNE

660.28 SCI

N° D'ordre 18 ED

RW 7713

THESE

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE SAINT-ETIENNE
Bibliothèque du Centre SPIN

présentée par

Dominique SCIOLLA

Ingénieur de l'Ecole Centrale des Arts et Manufactures

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS

ET DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

(Spécialité : ENERGETIQUE)

B.R.I.S.E.
3 4200 01252182 5

EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE SOUS CHAMP ELECTRIQUE

CONTACTEUR A ELECTRODES EXTERNES

soutenue à SAINT-ETIENNE le 22 décembre 1987

composition du jury :

Messieurs	P. REBOUX	Président
	L. BONNETAIN	Rapporteurs
	J.P. MOULIN	
	A. HANSSENS	
	F. LANCELOT	Examinateurs
	P. PASCAL	
	P. VIGNET	

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT ETIENNE

Directeur	:	M. Philippe	SAINT RAYMOND
Directeur des Etudes	:	M. Jean	CHEVALIER
Directeur des Recherches	:	M. François	MUDRY
Secrétaire Général	:	M. J.Claude	PIATEK

PROFESSEURS DE 1ère CATEGORIE

MM.	COINDE	Alexandre	Economie
	FORMERY	Philippe	Mathématiques Appliquées
	GOUX	Claude	Métallurgie
	LE COZE	Jean	Matériaux
	LOWYS	Jean-Pierre	Physique
	MATHON	Albert	Gestion
	PERRIN	Michel	Géologie
	PEROCHE	Bernard	Informatique
	PLA	Jean-Marie	Mathématiques
	RIEU	Jean	Mécanique-Résistance des Matériaux
	SOUSTELLE	Michel	Chimie
	VERCHERY	Georges	Mécanique et Matériaux

PROFESSEURS DE 2ème CATEGORIE

MM.	LADET	Pierre	Automatique
	TOUCHARD	Bernard	Physique Industrielle

DIRECTEUR DE RECHERCHE

M.	LESBATS	Pierre	Métallurgie

MAITRES DE RECHERCHE

MM.	BISCONDI	Michel	Métallurgie
	COURNIL	Michel	Chimie
	DAVOINE	Philippe	Hydrogéologie
	DRIVER	Julian	Matériaux
Mle	FOURDEUX	Angeline	Matériaux
MM.	GIRARDOT	Jean-Jacques	Informatique
	GUILHOT	Bernard	Chimie
	KOBYLANSKI	André	Métallurgie
	LALAUZE	René	Chimie
	LANCELOT	Francis	Génie Electrochimique-Biotechnologie
	MONTHEILLET	Franck	Matériaux
	THEVENOT	François	Génie des Matériaux
	THOMAS	Gérard	Chimie
	TRAN MINH	Cahn	Génie Electrochimique-Biotechnologie

PERSONNALITE HABILITEE A DIRIGER LES TRAVAUX DE RECHERCHE.

M.	MAGNIN	Thierry	Matériaux

PROFESSEUR A L'U.E.R. DE SCIENCES DE SAINT-ETIENNE

M.	VERGNAUD	Jean-Marie	Chimie des Matériaux

Ce travail a été effectué au Département d' Industrialisation et d'Essais du Centre d'Etudes Nucléaires de la Vallée du Rhône (CEA),en collaboration avec le Laboratoire d'Electrochimie de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne.

Je tiens à remercier Messieurs F. LANCELOT (ENSMSE) et P. VIGNET (CEA) pour la confiance qu'ils m'ont accordée, l'attention critique et les conseils fructueux qu'ils m'ont apportés tout au long de ce projet.

Je remercie également Monsieur P. REBOUX (ENSMP) qui a dirigé cette thèse et m'a fait l'honneur d'en accepter la présidence.

J'exprime toute ma reconnaissance à Messieurs L. BONNETAIN (ENSEEG), A. HANSSENS (CEA), J.P. MOULIN (SGN), P. PASCAL (BP CHIMIE) qui ont bien voulu examiner ce mémoire et siéger au jury de thèse.

Ma gratitude va également à toute l'équipe technique dont la contribution fut essentielle dans la réalisation de cette étude.

Je souhaite enfin remercier tous mes collègues dont je n'oublie pas l'aide professionnelle et le soutien amical.

TABLE DES MATIERES

RESUME 1

I - INTRODUCTION 3

II - DEFINITIONS ET DESCRIPTION DES MECANISMES ELEMENTAIRES 4

III - BIBLIOGRAPHIE 10

III-1 - Dispersion à l'extrémité d'un capillaire 10
III-2 - Polarisation d'une goutte isolée 17
III-3 - Electrocoalescence 25

IV - PERSPECTIVE DE CETTE ETUDE 32

IV-1 - Colonne à champ continu 32
IV-2 - Colonne à agitation mécanique et électrostatique 33
IV-3 - Colonne à champ alternatif 33

V - BANC D'ESSAI DU CONTACTEUR 36

V-1 - Colonne 36
V-2 - Système automate 37
V-3 - Equipement spécifique 40

VI - ETUDE HYDRODYNAMIQUE 45

VI - Rétention 45
VI-11 - Atténuation du champ électrique et dispersion 49
VI-12 - Nombre de Weber électrostatique et dispersion 52

VI-2 - Remélange et distribution des temps de séjour 57

VII - CARACTERISATION ELECTRIQUE 68

VII-1 - Impédance du contacteur en régime permanent 68
VII-2 - Régime transitoire 71
VII-3 - Signaux instantanés et puissance 72

.../

VIII - TRANSFERT DE MATIERE SOUS CHAMP ELECTRIQUE 75

VIII-1 - Coefficient de transfert à l'interface d'une goutte isolée 77
VIII-2 - Performances du contacteur à champ électrique 81

IX - CONCLUSION 88

ANNEXE A - Appareillages - accessoires 90

ANNEXE B - Boîtier de commande 92

ANNEXE C - Alimentation électrique 97

ANNEXE D - Caractéristiques du système TBP - Dodécane 100

ANNEXE E - Distribution des temps de séjour 101

ANNEXE F - Analyse des distributions des temps de séjour 103

ANNEXE G - Transfert dans un écoulement piston-dispersion 104

ANNEXE H - Identification numérique 106

ANNEXE I - Modèle ellipsoïdal 107

ANNEXE J - Recueil des valeurs expérimentales 109

NOMENCLATURE 117

BIBLIOGRAPHIE 119

LISTE DES FIGURES

II-1	Mécanismes agissant sur les gouttes d'une émulsion soumise à un champ électrique.	p 5
III-1	Modes vibratoires d'une goutte conductrice sous champ électrique [6].	p 12
III-2	Dispersion électrostatique à l'extrémité d'un capillaire.	p 13
III-3	Distorsion du potentiel dans un espace inter-électrode diélectrique faiblement conducteur.	p 15
III-4	Circulation à l'intérieur et au voisinage d'une goutte immobile sous champ électrique [19].	p 20
III-5	Régimes de fonctionnement de la colonne à champ électrique .	p 25
III-6	Goutte placée dans un condensateur cylindrique .	p 29
III-7	Profil d'électrodes générant un champ de force de diélectrophorèse homogène.	p 30
V-1	Electrodes longilignes disposées dans le fût et distribution du champ électrique associé.	p 36
V-2	Electrodes externes accolées à la paroi.	p 37
V-3	Contacteur à électrodes externes.	p 38
V-4	Banc d'essais.	p 39
V-5	Alimentation électrique.	p 41
V-6	Mesure d'intensité.	p 41
VI-1	Rétention à plusieurs débits en fonction de la tension. Système TBP 2 % - Dodécane/Eau.	p 48
VI-2	Rétention à plusieurs débits en fonction de la tension. Système TBP 10 % - Dodécane/Eau.	p 48
VI-3	Section de la colonne et schéma électrique équivalent.	p 49
VI-4	Diagramme des fonctions B(f) et G(f).	p 50
VI-5	Rétention à plusieurs débits et plusieurs fréquences en fonction de la tension. Système TBP 10 % - Dodécane/Eau.	p 53
VI-6	Rétention à plusieurs débits et plusieurs fréquences en fonction de la tension. Système TBP 10 % - Dodécane/HNO3 2N.	p 54
VI-7	Rétention à plusieurs débits et plusieurs fréquences en fonction du champ électrique. Système TBP 10 % - Dodécane/HNO3 2N.	p 55
VI-8	Rétention à plusieurs débits et 50 Hz pour le système TBP 10 % - Dodécane/Eau, 800 Hz pour le système TBP 10 % - Dodécane/HNO3 2N, en fonction du champ électrique.	p 55

VI-9 Rétention à plusieurs débits pour les systèmes TBP 2 % - Dodécane/Eau et TBP 10 % - Dodécane/Eau en fonction de la tension. p 58

VI-10 Rétention à plusieurs débits pour les systèmes TBP 2 % - Dodécane/Eau et TBP 10 % - Dodécane/eau en fonction de la grandeur $\frac{\varepsilon}{\sigma} E^2$ (cm^{-1}). p 58

VI-11 Montage expérimental pour la mesure de DTS par traceur colorant. p 63

VI-12 Cellule de mesure de la densité optique. p 63

VI-13 Enregistrements de la concentration en colorant dans la phase organique à la sortie du contacteur en réponse à une injection impulsion à l'entrée pour diverses tensions. p 64

VI-14 Nombre de Peclet à divers débits en fonction de la tension. p 67

VII-1 Capacité réduite du contacteur à plusieurs débits et plusieurs fréquences en fonction de la tension. p 69

VII-2 Capacité réduite du contacteur à différentes tensions en fonction de la rétention. p 70

VII-3 Intensité efficace à la mise sous tension du contacteur pour différentes tensions. p 71

VIII-1 Courbe de partage de l'acide acétique. Système TBP 30 % - Dodécane/Eau - acide acétique. p 76

VIII-2 Colonnes pour l'expérimentation sur goutte isolée. p 78

VIII-3 Coefficient de transfert pour une goutte isolée. p 81

VIII-4 Profil des concentrations réduites dans la colonne. p 85

LISTE DES TABLEAUX

III-1 Domaine d'applicabilité pour l'extraction sous champ électrique [60, 64] . p 8

III-2 Charges spécifiques dans un aérosol [6]. p 13

III-3 Effets de la tension appliquée au capillaire d'introduction [12]. p 15

III-4 Charge de gouttes formées à l'extrémité d'un capillaire [63]. p 16

III-5 Colonnes à dispersion capillaire sous champ continu . p 18

III-6 Stabilité d'une goutte sous champ électrique [15]. p 19

III-7 Circulation interne induite sous champ électrique [65]. p 22

III-8 Déformation sous champ pulsé [24]. p 23

III-9 Vibration d'une goutte. p 23

III-10	Colonnes à champ alternatif.	p 26
III-11	Caractérisation de l'électrocoalescence.	p 28
III-12	Diélectrophorèse.	p 29
III-13	Colonnes à agitations mécanique et électrostatique.	p 31
VI-1	Propriétés physiques.	p 46
VI-2	Propriétés physiques.	p 46
VI-3	Précision des mesures de rétention.	p 47
VI-4	Valeur des composants électriques du schéma équivalent du contacteur.	p 51
VI-5	Atténuation du champ électrique dans le revêtement d'électrode.	p 51
VI-6	Comparaison des systèmes TBP 2 % - TBP 10 % - Dodécane/Eau.	p 56
VI-7	Variation de la densité optique avec la teneur en colorant.	p 65
VI-8	Comparaison des grandeurs **Z** et L/U.	p 65
VI-9	Nombre de Peclet pour plusieurs tensions à plusieurs débits.	p 66
VII-1	Intensités relevées avec le système TBP 10 % - Dodécane/Eau à 14 KV.	p 70
VII-2	Puissance du contacteur.	p 72
VIII-1	Propriétés physicochimiques.	p 76
VIII-2	Coefficient de transfert hors champ et sous champ électrique.	p 80
VIII-3	Exemple de relevé pour une réextraction.	p 84
VIII-4	Valeur de N et Pe hors champ électrique.	p 85
VIII-5	Nombre d'unités de transfert et rétention à 14 KV.	p 86
VIII-6	Nombre d'unités de transfert en régime de dispersion électrostatique.	p 87

LISTE DES PHOTOGRAPHIES

- Vue de la partie inférieure de la colonne et de son instrumentation (Sondes de tension et de courant, détection d'interface). p 43
- Système de conduite centralisé. p 43
- Décanteur inférieur de la colonne. p 44
- Vue d'ensemble du banc d'essais. p 44
- Régime de pulvérisation, d'électrocoalescence, de dispersion électrostatique. p 47
- Signaux d'intensité et de tension réels à 50, 100, 200 Hz. p 73

RESUME

Après avoir présenté leurs mécanismes de fonctionnement et les domaines auquels elles s'appliquent, nous classons les colonnes d'extraction liquide-liquide sous champ électrique en trois catégories. La critique de ces appareils nous amène à concevoir un contacteur pourvu d'électrodes isolées des fluides par un revêtement diélectrique et alimenté par un générateur haute-tension de fréquence ajustable.

* Etude hydrodynamique
  - La mesure de rétention en phase dispersée permet d'analyser le fonctionnement du contacteur, qui atteint le régime de dispersion électrostatique à 4 kilovolts par centimètre . Nous démontrons les points suivants :

    . Le revêtement d'électrode introduit une atténuation du champ, croissante avec la conductivité de la phase continue et variable avec la fréquence.
    . Le nombre de Weber électrostatique est l'invariant de similitude, déterminant le champ requis pour disperser le milieu diphasique.
    . La fréquence n'influe pas sur la rétention.

  - Nous caractérisons l'écoulement des phases, en analysant la distribution des temps de séjour, grâce à une technique de traçage par un colorant soluble dans la phase continue organique : la dispersion électrostatique assure la minimisation des phénomènes de remélange.

* Comportement électrique
  Le contacteur est équivalent à une capacité, dont la valeur reflète le niveau de rétention en phase dispersée.

* Transfert de matière
  - Pour une goutte isolée à laquelle on applique une sollicitation périodique au moyen d'un champ pulsé, le gain enregistré n'est significatif qu'aux faibles diamètres. Il apparaît peu au niveau du contacteur.

- En régime de dispersion électrostatique, le contacteur atteint des temps d'étage très réduits. La fréquence a une influence notable, le nombre d'unités de transfert pouvant doubler entre 50 et 800 Hertz. L'efficacité globale est liée à l'aire d'échange ainsi qu'à la rapidité des cycles de rupture-coalescence.

I. INTRODUCTION

L'extraction liquide-liquide est, après la distillation, le second procédé de séparation appliqué dans divers secteurs tels l'hydrométallurgie, le nucléaire, la pétrochimie et la pharmacie. On trouve pour mettre en oeuvre cette opération trois gammes d'appareils : les mélangeurs-décanteurs, les colonnes et les extracteurs centrifuges. En terme de performance cinétique, de volume et de technologie, on peut situer les colonnes entre les premiers lents, volumineux et simples et les troisièmes rapides, compacts et complexes. Nous étudions ici un appareil appartenant à la deuxième catégorie.

Nous commençons par rappeler le principe de fonctionnement de cet équipement. Deux fluides immiscibles circulent à contre courant : le mélange contenant le soluté à séparer d'une part, le solvant d'autre part. Afin d'assurer un échange efficace, une des phases est introduite au moyen d'un distributeur qui la disperse. Les gouttes formées se déplacent par gravité et sont recueillies dans un décanteur où elles vont coalescer. La mise en place de garnissages ou de plateaux destinés à provoquer la rupture des gouttes permet d'accroître leur temps de séjour et l'aire spécifique d'échange. Mais ces dispositifs favorisent également la coalescence et la décantation. On doit alors appliquer au milieu diphasique une énergie sous forme de pulsation ou de rotation permettant de retrouver une certaine granulométrie : c'est le principe des colonnes agitées. On en compte de nombreuses variantes : Colonnes à disques tournants, ou vibrant, colonnes pulsées à disques couronnes ou plateaux perforés...

On peut également au moyen d'un champ électrique fournir directement à la phase dispersée l'énergie nécessaire à son contrôle. La famille de colonnes appliquant ce principe est celle des contacteurs à champ électrique. Dépourvus en règle générale, de garnissage et de mécanisme d'agitation, ils sont munis d'électrodes.

Ce travail consiste à préciser les domaines d'application, constitution et fonctionnement d'un appareil de ce type.

--oOo--

II. DEFINITIONS ET DESCRIPTION DES MECANISMES ELEMENTAIRES [1, 2, 3]

L'électrohydrodynamique se définit au confluent de deux branches de la physique que sont l'électromagnétisme et la mécanique des fluides. Si l'on peut recenser un volume important de publications scientifiques relevant de ce domaine, il faut insister sur les applications technologiques parfois spectaculaires qui en découlent illustrées par un nombre élevé de rapports techniques et brevets. Tels sont par exemple les cas de la dispersion électrostatique et de l'électroalescence, mises en oeuvre respectivement pour la projection de produits de revêtement et la déshydratation d'hydrocarbures. Un nouveau secteur s'est plus récemment ouvert à ce type d'application. Il s'agit de l'extraction liquide-liquide. L'étude que nous présentons ici, s'inscrit dans ce cadre. En premier lieu nous allons rappeler les lois régissant l'établissement d'un champ électrostatique et ses manifestations dans une émulsion. Nous préciserons également en donnant des illustrations, les types de milieu et d'opération considérés.

Dans un milieu linéaire homogène isotrope, caractérisé par sa conductivité λ et sa constante diélectrique ε, le champ électrique $\vec{E}$ et la charge d'espace q obéissent aux règles suivantes :

(1) $\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = \vec{0}$	équation de Laplace	II-1
$\varepsilon\varepsilon_0 \vec{\nabla} . \vec{E} = q$	loi de Gauss	II-2
$\frac{\partial q}{\partial t} + \lambda \vec{\nabla} . \vec{E} = o$	conservation de la charge	II-3

Les gouttes peuvent être globalement assimilées à des singularités, charges ou dipôles. On doit également considérer les phénomènes d'interface liés aux propriétés physiques différentes des deux phases liquides en présence. Nous nous référons à la figure II-1 où l'on voit les gouttes d'une émulsion placées entre deux électrodes portées à des potentiels distincts (2). Les effets suivants apparaissent :

(1) $\vec{\nabla}$ désigne le vecteur gradient
$\wedge$ est le produit vectoriel
o est le produit scalaire

(2) Nous assimilons les termes tension et différence de potentiel.

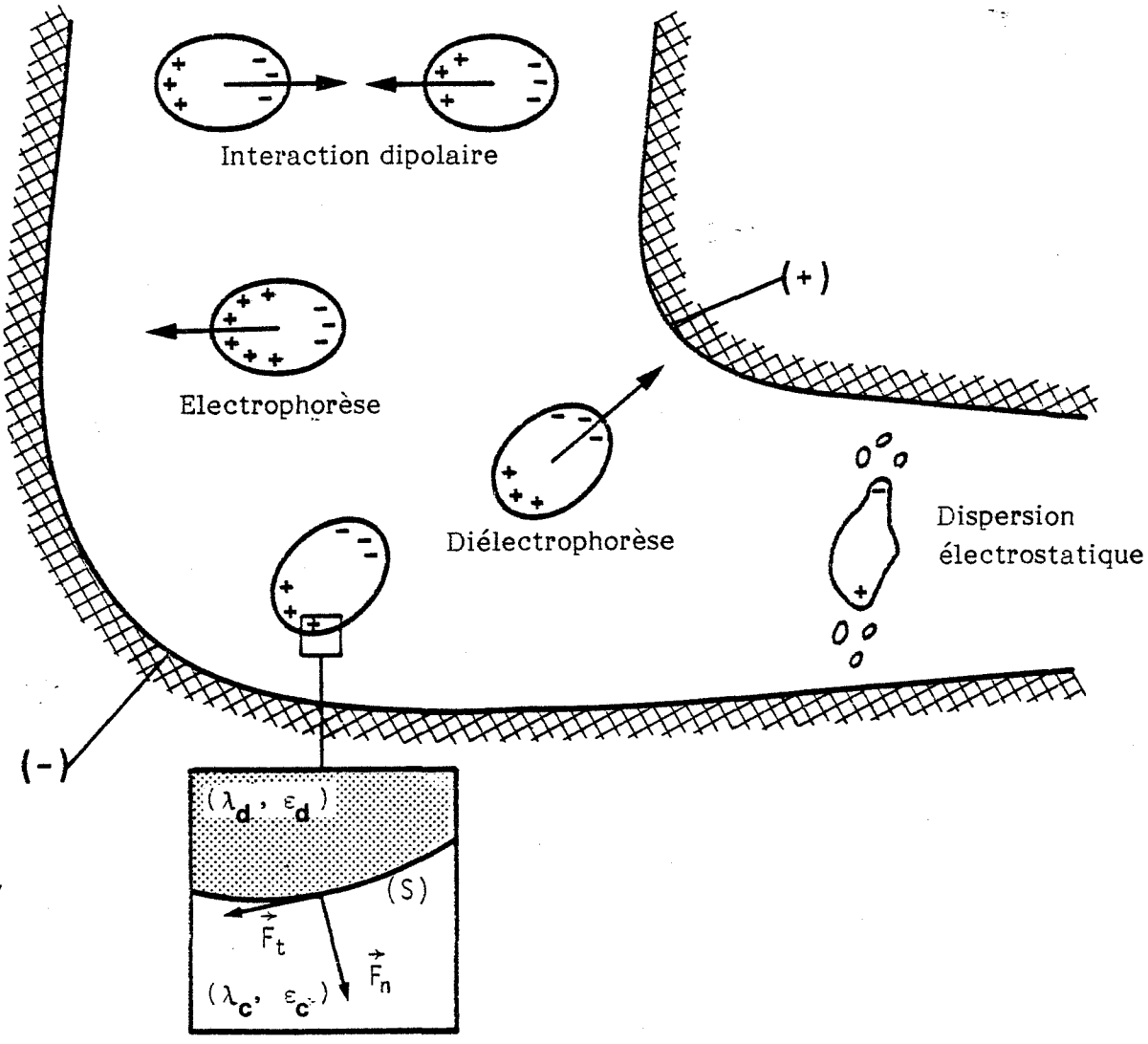

Interaction dipolaire
Electrophorèse
Diélectrophorèse
Dispersion
électrostatique
(+)
(-)
$(\lambda_d, \varepsilon_d)$
(S)
$\vec{F}_t$
$\vec{F}_n$
$(\lambda_c, \varepsilon_c)$

Figure II-1

- Une charge ponctuelle q, placée dans un champ électrique, subit l'action de la force d'électrophorèse.

$$\vec{Fe} = q\vec{E} \qquad \text{II-4}$$

C'est le cas d'une goutte chargée par influence ou au contact d'une électrode. L'élimination de $\vec{E}$ entre les équations II-2 et II-3 permet alors d'écrire

$$\lambda q + \varepsilon\varepsilon_o \frac{\partial q}{\partial t} = 0$$

soit $$q = q_o\, e^{-t/\tau} \quad \text{avec} \quad \tau = \frac{\varepsilon\varepsilon_o}{\lambda} \qquad \text{II-5}$$

τ est le temps de relaxation du milieu continu. Il mesure la demi vie de la charge q et détermine ainsi la durée d'action de la force d'électrophorèse.

- Une goutte soumise à un champ électrique continu ou périodique est polarisée et équivalente à un dipôle de moment $\vec{M}$. Si, de plus, le champ est hétérogène une force de diélectrophorèse intervient :

$$\vec{Fd} = (\vec{\nabla}.\vec{M})\,\vec{E} \qquad \text{II-6}$$

- Entre deux gouttes voisines polarisées s'exerce une force d'attraction dipolaire Fa qui les oriente, les rapproche puis accélère le processus de coalescence.

- A la traversée d'une frontière repérée par un vecteur normal $\vec{n}$, séparant les deux liquides et portant une densité de charge σ, le champ électrique subit une réfraction donnée par :

(1) $$\vec{n} \times \Delta\vec{E} = \vec{0}$$

$$\vec{n} \cdot \Delta\varepsilon\varepsilon_o \vec{E} = \sigma \qquad \text{II-7}$$

(1) Δ est l'opérateur différence.

Cette discontinuité est à l'origine d'une pression électrostatique dont l'expression est :

$$P = \vec{n} . \Delta Te$$

où Te est le tenseur des contraintes :

$$Te_{ij} = \varepsilon\varepsilon_o E_i E_j - \tfrac{1}{2} \varepsilon\varepsilon_o \delta_{ij} E^2 \qquad \text{II-8} \qquad (1)$$

La force tangentielle s'exerçant ainsi à la surface de la goutte est susceptible d'engendrer une circulation interfaciale et une déformation hydrodynamique.

- Une goutte ou un ménisque se déforme dans la direction des lignes de champ. L'expression II-8 détermine également l'intensité de la force normale liée à la pression électrostatique dont l'expression se réduit à la surface d'un conducteur à :

$$P = \tfrac{1}{2} \varepsilon\varepsilon_o E^2 \qquad \text{II-9}$$

On peut, en augmentant sa valeur, provoquer la dispersion électrostatique.

Nous verrons ultérieurement l'importance relative des différents mécanismes que nous avons recencés. Celle-ci dépend du milieu considéré sur lequel nous apportons les précisions suivantes.
Nous devons limiter la valeur des courants et la dissipation thermique par effet Joule. L'application de champ électrique jusqu'à 10^6 $V.m^{-1}$ est ainsi possible dès lors que la conductivité de la phase continue n'excède pas 10^{-6} $\Omega^{-1}.m^{-1}$. Pratiquement, seules les phases organiques peuvent répondre à cet impératif. Nous donnons au Tableau II-1 quelques exemples de systèmes industriels envisageables. Les propriétés des solvants purs sont indiquées. On note parfois des fluctuations importantes après extraction du soluté. C'est ainsi que la méthyl-éthyl-cétone équilibrée avec une solution d'acide acétique 0,5 N voit sa conductivité multipliée par 250, et passer ainsi à 10^{-6} $\Omega^{-1}.m^{-1}$. Un tel système sera adapté, à condition de n'envisager que le traitement d'eau faiblement acide.

(1) δ est le symbole de Kronecker.

Tableau II-1 : Domaine d'applicabilité pour l'extraction sous champ électrique [60, 64]

SECTEUR	OPERATION	SOLUTE	SOLUTION	SOLVANT	λ $\Omega^{-1}m^{-1}$	ϵ
Pharmacie	Extraction d'antibiotique	Pénicilline	Bouillon de fermentation	Acétate de n-amyle	2.10^{-7}	4,7
	Extraction d'alcaloïde	Strychnine	Solution aqueuse	Dibromoéthane	2.10^{-8}	4,8
Agro-alimentaire	Décaféïnation	Caféïne	Solution aqueuse	Trichloréthylène	8.10^{-10}	3,4
Pétrochimie	Procédé SNIA VISCOSA	Caprolactame	Solution de sulfate d'ammonium	Toluène	1.10^{-13}	2,4
	Desasphaltage	Asphalte	Résidu de distillation	Propane liquide	1.10^{-14}	1,6
Traitement d'éffluents	Rejet de papeteries	Acides organiques	Liqueurs noires	Méthyl-éthyl-cétone	4.10^{-9}	19
	Rejet de raffineries	Phénol		Benzène	1.10^{-14}	2,3

Par contre, il n'y a pas de restriction concernant la constante diélectrique du solvant dont la valeur est très souvent comprise entre 1 et 10. Les propriétés de la phase dispersée peuvent être quelconques. Dans le cas des solutions aqueuses la conductivité est en tout état de cause supérieure à celle de l'eau déionisée (5.10^{-6} $\Omega^{-1}.m^{-1}$ environ); elle peut aussi être élevée (10^{-1} $\Omega^{-1}.m^{-1}$ pour de l'acide acétique 0,5 N par exemple). Les constantes diélectriques sont voisines de celle de l'eau pure, soit environ 80.

--oOo--

III. BIBLIOGRAPHIE

Dans l'important volume des travaux incluant l'analyse d'un ou plusieurs mécanismes que nous avons précédemment présenté, nous distinguons ici trois orientations débouchant sur la conception d'appareils d'extraction liquide-liquide électrostatiques de laboratoire.

III.1. Dispersion à l'extrémité d'un capillaire

Les premiers résultats scientifiques acquis concernent la dispersion d'un liquide dans un gaz. Ce procédé a en effet trouvé de nombreuses applications industrielles, encrage, peinture, propulsion spatiale. Nous rapportons ces éléments car ils sont aisément transposables au cas de la dispersion liquide-liquide.

BOSE - cité par [4] - est un des précurseurs de cette technique. ZELENY [5] décrit deux régimes de fonctionnement. Lorsque la tension appliquée reste faible, les gouttes individualisées se détachent à cadence croissante avec le champ. Au delà d'un seuil V proportionnel à $\sqrt{\gamma\, De}$, le ménisque prend une forme conique stable, émettant un jet continu de fines gouttelettes.

Plusieurs auteurs [6, 7] dont HENDRICKS, reprenant la théorie de RAYLEIGH [8], ont évalué ce seuil. Ce dernier propose la loi suivante :

$$V_c = \left(\frac{.5\ De\gamma}{2\varepsilon\varepsilon_o}\right)^{1/2} \qquad \text{III-1}$$

Nous avons comparé ces informations.

Le calcul, selon la formule III-1 conduit à une sous estimation d'environ 25 % par rapport aux valeurs expérimentales. Le tableau suivant reproduit les relevés de ZELENY qui utilise un capillaire de diamètre 0,5 millimètre.

Système	Eau dans l'air	Ethanol dans l'air
V observé (V)	4 000	2 300
Vc calculé d'aprês III-1 (V)	3 200	1 800

eau : $\rho = 1\ 000\ kg.m^{-3}$, $\gamma = 72\ mN.m^{-1}$; éthanol : $\rho = 810\ kg.m^{-3}$, $\gamma \simeq 24\ mN.m^{-1}$

Tableau III-1 : Potentiel critique de dispersion [5]

Une fois détachées du ménisque, les gouttes, chargées par influence, sont accélérées par le champ. HENDRICKS [6] a approfondi l'étude de la charge électrique d'une particule isolée. Appliquant la méthode de Lagrange à une goutte sphérique portant une charge q, il envisage une déformation oscillante de symétrie cylindrique suivant la loi :

$$d = d_0 + \sum d_i \cos(\omega t + \delta) P_i(\cos\theta) \qquad \text{III-2}$$

où P_i est le polynome de Legendre d'ordre i. La fréquence du énième harmonique est calculée :

$$\omega = \left[\frac{8n(n-1)}{\rho d^3} \left((n+2)\gamma - \frac{q^2}{2\pi^2 \varepsilon\varepsilon_0 d^3} \right) \right]^{1/2} \qquad \text{III-3}$$

Cette formule permet d'établir la charge, dite de RAYLEIGH, au delà de laquelle la goutte, instable dès l'ordre 2, se divise

$$Q_R = 2\pi \left(2\ \varepsilon\varepsilon_0\ \gamma\ d^3\right)^{1/2} \qquad \text{III-4}$$

Nous reproduisons figure III-1, l'illustration que donnent ces auteurs des cinq premiers modes vibratoires d'une goutte conductrice hors champ, puis placée dans un champ E tel que

$$\sqrt{\frac{\varepsilon . d}{\gamma}}\ E = 0{,}4 \qquad \text{III-5}$$

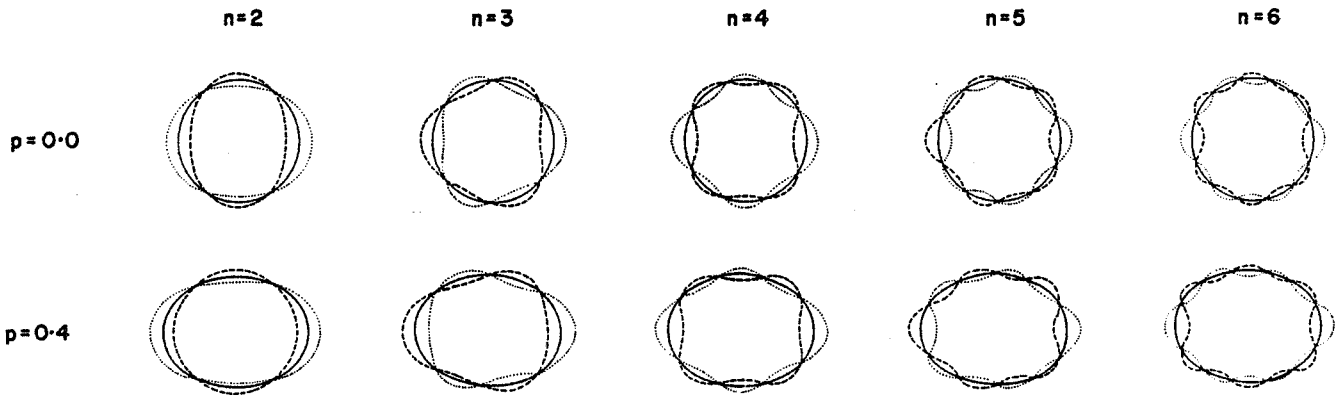


Figure III-1 : Modes vibratoires d'une goutte conductrice sous champ électrique [6]

L'ensemble des corrélations [6, 9, 10, 62] , réalisées sur le spectre de gouttelettes présentes dans un jet électrostatique, repose sur la minoration de l'énergie superficielle et électrique d'une population de particules chargées. RYCE [62] évalue ainsi en première approximation une charge typique de $Q_R/2$, valeur représentative des points expérimentaux donnés par HENDRICKS ; seulement 3 pour mille de ces points se situent au delà de la valeur Q_R. Nous donnons quelques chiffres extraits de ces travaux au tableau III-2. Le fluide - une huile "Octoil" - est dispersé à l'extrémité d'un capillaire de diamètre 0,25 millimètre porté à une tension voisine de 12.10^3 volts. Le spectre de l'aérosol obtenu s'étend de 0,2 à 20 micromètres. On constate que la charge spécifique des gouttes est une fonction décroissante du diamètre.

Diamètre µm	Charge relevée ($\frac{1}{2}Q_R$/2) pC	Densité de charge C/kg
2	0,007	1,6
4	0,019	0,6
8	0,053	0,2
16	0,148	0,07

(huile octoil ρ = 980 kg.m^{-3}, γ = 31 mN.m^{-1})

Tableau III-2 [6] : Charges spécifiques dans un aérosol

Application à l'extraction liquide-liquide (Tableau III-5)

THORNTON et BAILES [11, 12] s'intéressent, les premiers, à cette application. Le montage utilisé pour disperser un fluide est présenté figure III-2. Un capillaire conducteur, porté à une tension constante élevée, plonge dans la phase continue face à une électrode reliée à la terre.

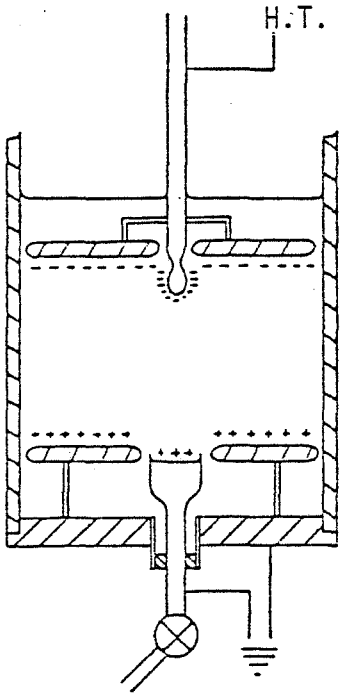


Figure III-2 : Dispersion électrostatique à l'extrémité d'un capillaire [11]

La diminution de la taille de goutte sous l'effet du champ accroît l'aire spécifique d'échange à débit constant. Deux effets suplémentaires sont soulignés :

- Une goutte, portant une charge surfacique σ , voit sa tension interfaciale initiale abaissée à

$$\gamma' = \gamma - \frac{5\sigma^2 d}{4\varepsilon\varepsilon_0} \qquad \text{III-6}$$

- L'action de la force d'électrophorèse augmente sa vitesse de déplacement, ce qui peut être présenté comme une augmentation apparente de la gravité.

$$\Delta\rho' = \Delta\rho + \frac{48\ qE}{\pi d^3 g} \qquad \text{III-7}$$

Dans ces conditions, le coefficient cinétique de transfert est accru, les gouttes étant caractérisées par des nombres de REYNOLDS et de WEBER élevés.

$$Re = \frac{Ud}{\mu_c}$$ rapport force d'inertie - force de viscosité

$$W = \frac{U^2 d\ \rho_c}{\gamma}$$ rapport force d'inertie - force interfaciale

Pour mieux contrôler les phénomènes en jeu, les mesures de diamètre et de vitesse - par cinématographie rapide - et de charge - par électrométrie - ont été effectuées en régime "goutte à goutte" en dessous du seuil de pulvérisation. En outre, le capillaire est entouré d'un anneau de garde autorisant l'application d'un champ uniforme. Les auteurs soulignent cependant la difficulté que pose son évaluation ; dans un milieu diélectrique faiblement conducteur, une distribution de charge d'espace particulièrement dense au voisinage des électrodes apparaît. Il en résulte une distorsion du potentiel telle que celle représentée figure III-3.

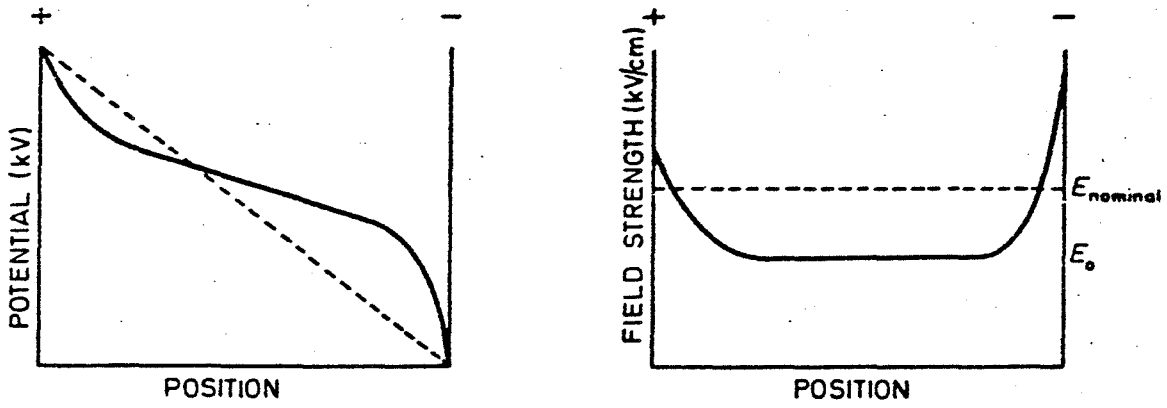


Figure III-3

Les relevés sont, par conséquent, traités par l'analyse dimensionnelle et présentés au moyen de deux corrélations :

$$\frac{d}{De} = f\left[\frac{q^2}{\varepsilon\varepsilon_o De^3}, \frac{De^2 \Delta\rho\, g}{\gamma}\right] \qquad \text{III-8}$$

$$\frac{U\mu_c}{\gamma} = g\left[\frac{q^2}{\varepsilon\varepsilon_o De^3}, \frac{\gamma^3 \rho_c^2}{g\, \mu_c^4 \Delta\rho}\right] \qquad \text{III-9}$$

Quelques chiffres caractérisant le fonctionnement d'une cellule de hauteur inter électrode 8 centimètres, pour la dispersion de furfural dans du n-heptane, à l'extrémité d'un capillaire de diamètre 1,1 millimètre, sont regroupés ci-dessous :

Potentiel kV	Diamètre de goutte mm	Vitesse hors/sous champ $cm.s^{-1}$	Charge pC	Tension interfaciale $mN.m^{-1}$	Densité apparente $kg.m^{-3}$
0	2,2	14,5 / 14,5	0	4,5	460
3,2	2	14,5 / 15,5	46		820
6,4	1,7	15 / 19	75		2 400

Tableau III-3 : Effets de la tension appliquée au capillaire d'introduction [12]

La densité apparente peut être quintuplée.
Un gain très sensible des qualités de l'écoulement en résulte. Les auteurs soulignent toutefois les restrictions d'utilisation propres à ce montage. Le fluide dispersé doit présenter un temps de relaxation très inférieur à la durée de formation des gouttelettes pour qu'elles acquièrent la totalité de leur charge, condition indispensable à l'obtention d'un jet homogène stable et à l'optimisation des effets présentés plus haut. Ce n'est jamais une limitation pour une phase aqueuse dont les temps de relaxation se chiffrent en microsecondes. Le milieu continu, par contre, doit présenter une conductivité suffisamment faible pour assurer la conservation de la charge pendant le temps de transit de la goutte ; c'est une condition plus restrictive. La limite supérieure de conductivité se situe aux environs de 10^{-11} $\Omega^{-1}.m^{-1}$.
BAILES et KABALSI [63] ont utilisé le système eau - n heptane. Ils ont pu observer la décroissance exponentielle de la charge de gouttes formées à l'extrémité d'un capillaire de diamètre 3,25 millimètres pour des hauteurs de chute inférieures à 50 cm, parcourues en 1 à 3 secondes. Nous donnons au tableau III-4 un extrait de leurs résultats.

Champ électrique kV.cm^{-1}	Diamètre de goutte mm	Q_R nC	Charge initiale nC	Charge à 3 sec. nC
0,3	5,7	3,9	0,33	0,19
1,2	5,2	3,4	1,0	0,65
2,2	4,1	2,4	1,8	1,0

eau - n heptane $\lambda_C = 10^{-12}$ $\Omega^{-1}.m^{-1}$ $\varepsilon_C = 2,4$ $\tau_C = 22$ s

$\Delta\rho = 316$ kg.m^{-3} $\gamma = 49$ mN.m^{-1}

Tableau III-4 : Charge de gouttes formées à l'extrémité d'un capillaire [63]

Par la suite BAILES met au point un contacteur où l'introduction en phase dispersée est émergée du liquide continu. On retrouve un dispositif de pulvérisation liquide dans un gaz neutre. Ce montage lui

permet d'utiliser des phases beaucoup plus conductrices (acétate de n-butyle 2.10^{-6} $\Omega^{-1}.m^{-1}$), mais l'action du champ électrique est limitée à la dispersion dans l'air, car les corrections de densité et tension interfaciale n'interviennent plus. Cette dernière façon de procéder élimine les problèmes liés aux amorçages d'étincelles observés, notamment, pour les forts débits de phase dispersée.

TAKAMATSU et al [13] ont repris l'étude hydrodynamique en retirant l'anneau de garde concentrique au capillaire. Ils obtiennent, ainsi, les mêmes résultats en bénéficiant d'un effet de pointe qui leur permet d'utiliser des tensions moins élevées. Ils montrent que la vitesse terminale des gouttes obéit à la corrélation de HU-KINTNER, modifiée pour tenir compte de l'altération sous champ électrique des densité et tension interfaciale apparentes des phases.

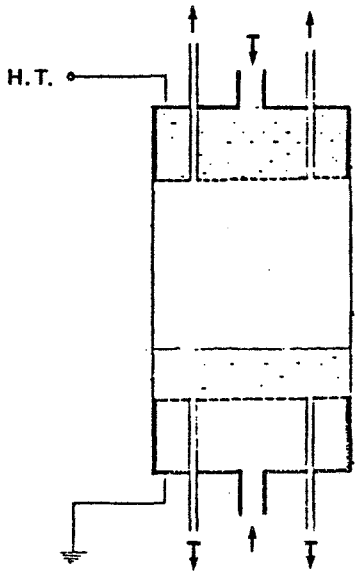
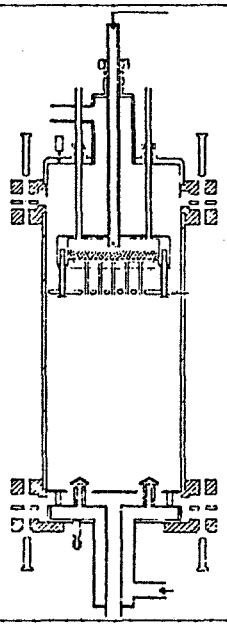
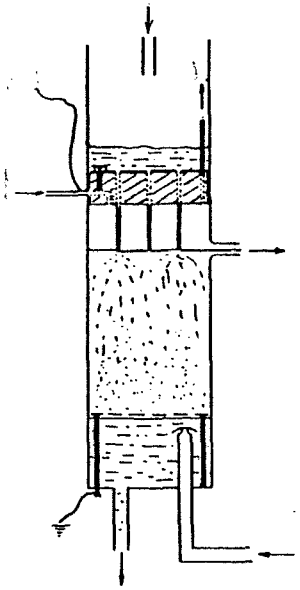
LANCELOT et POISSON-AUFFRERE [14] ont, les premiers, mis à profit et étudié le régime de pulvérisation en milieu liquide. Ils reprennent les modèles validés en gaz-liquide [6, 9, 10]. Ils montrent que l'efficacité augmente considérablement avec la charge électrique.

Nous donnons au tableau III-5 une liste des travaux réalisés avec des contacteurs fonctionnant sur le principe de la dispersion capillaire.

III.2. Polarisation d'une goutte isolée

Par opposition à ce qui précède, les études portant sur la polarisation d'une goutte isolée ont été effectuées en champ alternatif ou continu, souvent appliqué transversalement à l'écoulement. Les expériences de WILSON et TAYLOR [16] et de NOLAN [15] sont les premières à fournir des observations détaillées de la déformation et de la rupture d'une goutte sous champ électrique. Comme pour la dispersion capillaire, ces auteurs considèrent le cas des liquides dans l'air. Depuis lors de nombreux travaux ont été consacrés à l'étude du phénomène. O'KONSKI et al 17 assimilent la goutte à un ellipsoïde de révolution et calculent son excentricité en minimisant son énergie. Cette approche permet de déterminer un seuil de dispersion correspondant à une valeur critique du nombre de Weber électrostatique (cf annexe I).

Tableau III-5 : Colonnes à dispersion capillaire sous champ continu

AUTEURS	THORNTON, BROWN [11]	BAILES, THORNTON [12]	BAILES
MONTAGE			
Diamètre cm Hauteur utile cm	9 8	9 10	10 18
Tension KV	15	10	50
Débit spécifique $l.h^{-1}.cm^{-2}$	2	?	0,3
Phase continue Phase dispersée Soluté	Toluène Eau Acétone	n-heptane Furfuraldéhyde	Acétate de n-butyle Eau Acétone
Rapport de performance sous champ électrique	Efficacité augmentée d'un facteur 2 à 3	Nombre d'unité de transfert augmenté d'un facteur 1,5 à 1,8	Efficacité augmentée d'un facteur 1,6

$$We = \frac{\varepsilon \varepsilon_0 E^2 d}{\gamma}$$ rapport pression électrostatique sur pression interfaciale III-10

TAYLOR [18] reprend le modèle de l'ellipsoïde et calcule directement l'équilibre des forces s'exerçant au pôle et à l'équateur. Les deux modes de calcul sont en accord et, dans la majorité des cas, représentatifs des observations. Nous indiquons en tableau III-6 des exemples de valeurs fournies par NOLAN pour l'éclatement de gouttes d'eau en chute libre dans l'air.

Diamètre de goutte mm	Champ critique expérimental $kv.cm^{-1}$	Champ critique théorique $kv.cm^{-1}$
2,6	11	11
3,7	9,6	9,5
6,4	6,9	7,2

eau dans l'air $\varepsilon = 1$, $\gamma = 72\ mN.m^{-1}$

Tableau III-6 : Stabilité d'une goutte sous champ électrique [15]

Les éléments ci-dessus s'étendent au cas des milieux diphasiques liquides. Dans ce domaine quelques faits [20] restent cependant inexpliqués jusqu'à l'analyse de TAYLOR [19] . Pour les liquides diélectriques, dont les conductivités sont du même ordre de grandeur, l'interaction du champ électrique et des charges interfaciales induit une force tangentielle à l'origine d'une mise en circulation des fluides. La figure III-4 présente l'allure des lignes de courant caractéristiques de l'écoulement pour une goutte sphérique. La pression qui en résulte engendre une déformation hydrodynamique susceptible d'allonger la goutte dans une direction perpendiculaire au champ. TORZA et al [21] démontrent que ce dernier phénomène dépend de la fréquence utilisée ; ils classent les systèmes en trois catégories selon les valeurs relatives des temps de relaxation :

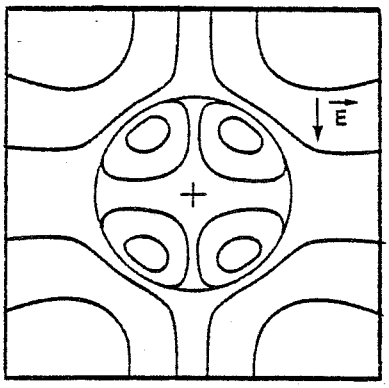


Figure III-4 : Circulation à l'intérieur et au voisinage d'une goutte immobile sous champ électrique [19]

a) $\frac{\tau_d}{\tau_c} < 1$

b) $1 < \frac{\tau_d}{\tau_c}$

c) $\zeta < \frac{\tau_d}{\tau_c}$

où $\zeta = 1 + \frac{5(1 + \mu_d/\mu_c)}{16 + 19\,\mu_d/\mu_c} \quad \frac{\left(\frac{\lambda_c}{\lambda_d} - 1\right)^2}{\frac{\lambda_d}{\lambda_c}}$ III-11

La déformation stationnaire α est une fonction d'expression complexe de la fréquence f. Sont établies les règles suivantes :

- Pour les systèmes de catégorie a), avec comme cas particulier celui des phases aqueuses dispersées dans une phase organique :

  $\frac{\partial \alpha}{\partial f} \leqslant 0 \qquad \alpha > 0$

  l'élongation est d'amplitude décroissante avec la fréquence.

- Pour les systèmes de catégorie b) :

  $\frac{\partial \alpha}{\partial f} > 0 \qquad \alpha > 0$

  l'élongation est d'amplitude croissante.

- Seuls les systèmes de la catégorie c) présentent effectivement une circulation interne significative. La déformation, nulle pour une fréquence critique f_c, est positive au delà, mais négative en deçà, la goutte s'étirant alors dans une direction perpendiculaire au champ.

$$\frac{\partial \alpha}{\partial f} > 0 \qquad f > f_c \Rightarrow \alpha > 0 \qquad f < f_c \Rightarrow \alpha < 0$$

Application à l'extraction liquide liquide (Tableau III-10)

Les premières études de ce type portent sur le transfert de chaleur. MORISSON et al [22], puis BERG et al [23] ont estimé l'influence de la circulation électrohydrodynamique. Ils considèrent le cas d'une goutte en déplacement laminaire soumise à un champ modéré qui ne la déforme pas. Leur calcul montre que le gain prévisible dépend des valeurs relatives de deux vitesses :

- U vitesse terminale de chute par gravité

- V vitesse maximale à l'interface sous l'influence électrostatique d'expression

$$V = 9E^2 \varepsilon_d \frac{1 - \varepsilon_c \lambda_d / \varepsilon_d \lambda_c}{20\left(2 + \frac{\lambda_d}{\lambda_c}\right)^2 (\mu_c + \mu_d)} \qquad \text{III-12}$$

L'influence du champ devient sensible pour une valeur critique du nombre adimensionnel W_1 :

$$W_1 = \frac{4V\ (1 + \mu_d/\mu_d)}{U} = 1 \qquad \text{III-13}$$

Comme nous l'indiquons plus haut cet effet n'est appréciable que pour les systèmes de conductivités comparables. Nous l'illustrons au tableau III-7, extrait d'un rapport de thèse de CHANG [65]. Ce dernier constate qu'il n'existe aucun cas dans la littérature où l'effet du champ électrique sur l'efficacité d'une opération de transfert de matière est imputable à un accroîssement de la circulation interne.

Phase continue	λ_c $\Omega^{-1}.m^{-1}$	ε_c	Phase dispersée	λ_d $\Omega^{-1}.m^{-1}$	ε_d	U $cm.s^{-1}$	V $cm.s^{-1}$	W_1	Ec $kV.cm^{-1}$
Toluène	10^{-13}	2,4				56	0	2.10^{-9}	5,2
Acétate d'éthyle	9.10^{-8}	6,0	Eau déionisée	5.10^{-6}	80	43	- 0,43	- 0,14	3,0
MIBK (1)	5.10^{-6}	13				90	38	6	2,0

Calculs relatifs à une goutte de diamètre 2 mm sous un champ de 1 $kv.cm^{-1}$ (Ec est la valeur du champ critique de dispersion).

Tableau III-7 : Circulation interne induite sous champ électrique [65]

Certains chercheurs se sont intéressés à l'utilisation de signaux électriques de formes appropriées. Ainsi MORI et al [24] appliquent une tension pulsée à une colonne où la phase dispersée circule en goutte à goutte. Ils enregistrent l'amplitude de la déformation et observent un optimum d'efficacité en transfert de chaleur pour la fréquence maximale provoquant une déformation complète de la goutte. Par ailleurs, il est alors possible de provoquer l'éclatement sous un champ d'amplitude inférieure à la valeur donnée par le nombre de Weber critique. Nous fournissons au Tableau III-8 un extrait de leurs observations. La déformation est chiffrée par le rapport grand axe sur petit axe de l'ellipsoïde.

(1) Méthyl-iso-butylcétone. L'emploi de cette phase organique, relativement conductrice, est possible ici compte tenu de la valeur modérée du champ appliqué.

Diamètre mm	Déformation à f < 3 Hz	> 6 Hz	Fréquence optimale Hz
3,9	1,16	1,11	3,5
4,4	1,2	1,13	3,2
5,9	1,32	1,19	2,9

Eau - huile silicone $\Delta\rho = 70\ kg.m^{-3}$, $\gamma = 30\ mN.m^{-1}$, $\varepsilon_c = 2,9$

Tableau III-8 : Déformation sous champ pulsé [24]

CHANCE [66] suggère l'utilisation de champ pulsé, accordé sur la fréquence de résonance d'amplitude, pour une goutte assimilée à un oscillateur harmonique. Les caractéristiques, fréquence propre et amortissement, sont données par SCHROEDER [58] et LAMB [59]. Peu de résultats sont cependant publiés et nous nous limiterons à illustrer cette approche au tableau III-9 pour le système que nous utiliserons par la suite. La goutte est conductrice et sollicitée par la pression électrostatique, proportionnelle au carré de la valeur du champ. Dans le cas d'un champ électrique alternatif la fréquence sera donc ajustée à la moitié des valeurs indiquées.

Diamètre mm	Fréquence propre Hz	Taux d'amortissement	Fréquence de résonance Hz
0,5	190	0,013	174
1	72	0,05	69
2	27	0,2	26

Eau-dodécane TBP 30 % , $\Delta\rho = 240\ kg\ m^{-3}$, $\gamma = 11\ mN.m^{-1}$,
$\nu = 1,3\ mPa.s$, $\varepsilon = 2$

Tableau III-9 : Vibration d'une goutte

Nous notons, que pour un tel système peu amorti, les fréquences propre et de résonance sont pratiquement confondues.

AGAIEV [25] propose le premier une colonne équipée d'un garnissage électrifié à une tension suffisante pour dépasser le seuil critique de dispersion. L'émulsion ainsi sollicitée est le siège de très intenses mécanismes de rupture et de coalescence. KOWALSKI et al [26] étudient une colonne où les électrodes sont des tiges recouvertes de polyéthylène disposées le long des parois. Le champ utilisé est alternatif. Une étude hydrodynamique leur permet d'établir une corrélation reliant le nombre de Weber électrostatique, relatif au diamètre de Sauter (1) d_{32}, et la rétention (2) β :

$$\frac{\varepsilon_o \varepsilon E^2 d_{32}}{\gamma} = 6{,}25\,\beta + 0{,}2 \qquad \text{III-14}$$

La turbulence du milieu liée à la dispersion accroît le coefficient de transfert K. Ils corrèlent cet effet par la relation :

$$\frac{K}{K_o} = \left(1 + \left(\frac{\varepsilon_o \varepsilon E^2}{\Delta\rho\, g d}\right)^{3{,}7}\right)^{0{,}125} \qquad \text{III-15}$$

MARTIN [27] met au point et étudie une colonne du même type. Il distingue différents modes de fonctionnement, cf figure III-5. Sous un faible champ, on observe un régime de coalescence où la phase dispersée s'écoule rassemblée en volumes importants. Aux tensions les plus élevées, la dispersion assure une bonne homogénéité de l'émulsion, à condition que le débit en phase dispersée ne soit pas trop élevé. Une corrélation voisine de l'équation III-14 est obtenue.

(1) Le diamètre de Sauter est la grandeur $\Sigma n_i d_i^3 / \Sigma n_i d_i^2$

(2) La rétention est la fraction volumique occupée par la phase dispersée.

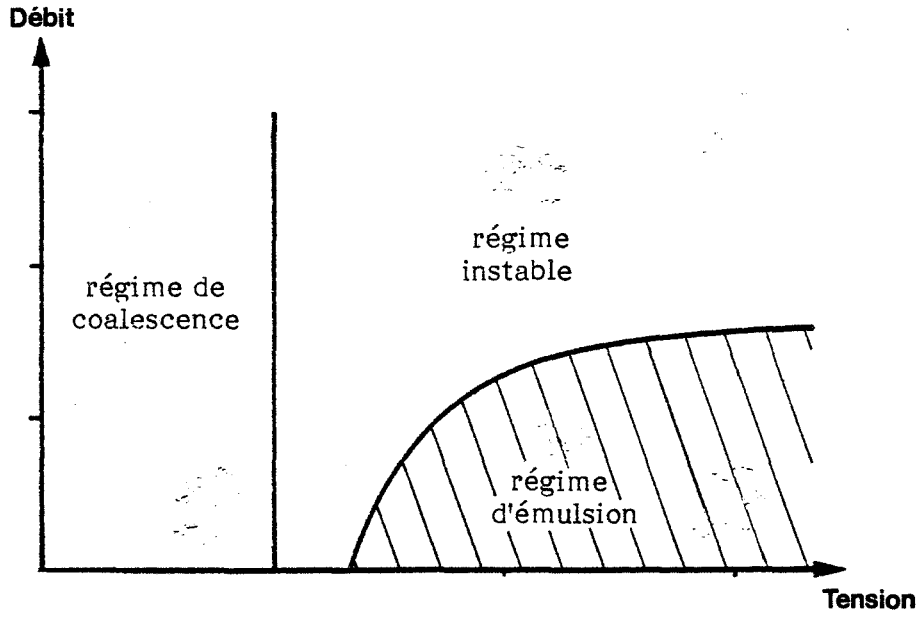


Figure III-5 : Régimes de fonctionnement de la colonne à champ électrique [27]

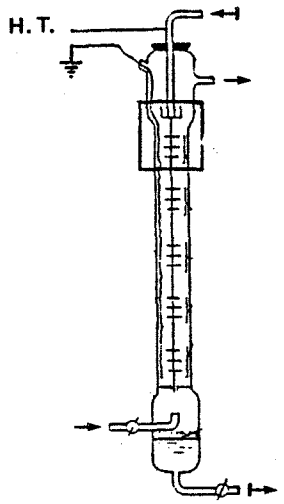
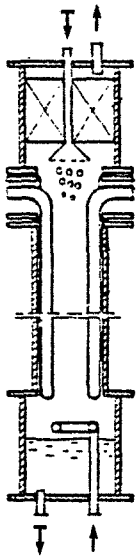
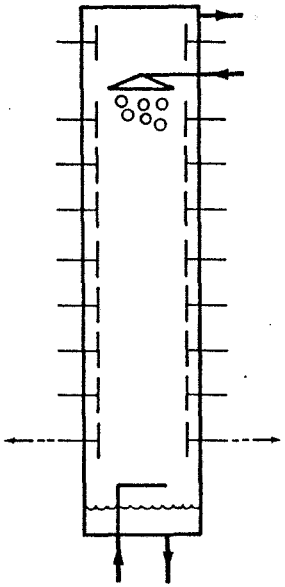
FOMBARLET [40] étudie une colonne où les électrodes sont transversales et confectionnées en cables gainés de PVdF (1). Cette géométrie est défavorable pour l'efficacité globale dans la mesure où elle augmente le remélange axial. En revanche, elle apporte une solution au problème d'extrapolation en diamètre car on conserve la distance inter-électrode.
Nous regroupons au tableau III-10 les informations parues sur les travaux que nous venons d'évoquer.

III.3. Electrocoalescence

Nous présentons ici les travaux relatifs aux opérations de coalescence sous champ électrique. Le sujet très vaste de la séparation de fines émulsions, dont un exemple précis est la déshydratation des

(1) PVdF Polyfluorure de vinylidène.

Tableau III-10 : Colonnes à champ alternatif

AUTEURS	AGAIEV [25]	KOWALSKI [26]	MARTIN [27]	FOMBARLET [40]
MONTAGE				
Diamètre cm hauteur utile cm	4,5 70	5 45	3,9 100	5 47,5
Tension/ Champ KV KV.cm^{-1}	50 Hz 5 KV.cm^{-1}	50 Hz 11 KV	50 Hz 15 KV	50 Hz 15 KV
Débit spécifique l.h^{-1}.cm^{-2}	0,5	0,13 à 0,26	0,5 à 3	0,2
Phase continue Phase dispersée Soluté	Gazole Furfuraldéhyde Aromatiques	Xylène/Ccl_4 Eau Acide acétique	Solvesso 150 Hcl 6N Phosphate de tri-butyle	Kérosène + échangeur d'ions Terre rare en milieu nitrique
Rapport de performance sous champ électrique	HEPT = 30 à 60 cm Division par un facteur 2,4	Efficacité avoisinant 0,95 triplée à décuplée selon le rapport des débits	Hauteur d'unité de transfert de 15 cm à 0,5 l.h^{-1}.cm^{-2} divisée par un facteur 15	Hauteur d'étage théorique divisée par un facteur 5

hydrocarbures, déborde du cadre de cette étude. Nous renvoyons à la bibliographie d'HOVARONGKURA [29] très complète à cet égard. Nous nous limitons à la présentation des mécanismes de base intervenant de façon prépondérante dans les électrocoalesceurs qui s'intègrent dans les appareils d'extraction liquide-liquide.

La force d'attraction éprouvée par deux gouttes voisines polarisées par un champ électrique a fait l'objet de calcul détaillé par DAVIES [62]. Une estimation numérique met en évidence la faible portée de celle-ci. Sa valeur est comparable au poids de la particule considérée pour un espacement voisin du centième du diamètre. Il n'y a pas à notre connaissance de résultats expérimentaux permettant de recouper ces informations théoriques.

CHARLES et MASON [33] en étudiant le processus - plus simple à mettre en oeuvre - de la coalescence de goutte à une interface plane donnent une série de résultats exploitables. Le phénomène se déroule en un laps de temps - ou retard - durant lequel le film de phase continue isolant la particule de la phase décantée, se draine progressivement et mincit jusqu'à atteindre une épaisseur critique où il se rompt brutalement. Le champ électrique agit en provoquant une augmentation apparente de la gravité, la force résultante ayant pour expression :

$$Fa = \frac{\pi}{6} d^3 \Delta\rho \; g + \frac{3}{8} \varepsilon\varepsilon_o E^2 \frac{\pi d^3 \Delta\rho g d}{2} \qquad \text{III-16}$$

Cette force accélère le drainage et augmente artificiellement l'épaisseur de claquage du film. Le temps de retard est diminué d'autant plus que la tension appliquée est élevée. On peut définir par extrapolation un seuil, au delà duquel le retard peut être considéré comme nul. Nous donnons au tableau III-11 un ensemble de données chiffrant ces effets.

Champ $KV.cm^{-1}$	F_a/F_g	Retard s	Epaisseur de film de claquage μm
0	1	5,8	< 1
0,16	9	3,6	3
0,32	20	1,8	6
0,48	34	0,25	17

Goutte d'eau déionisée de 2,5 mm de diamètre dans du kérosène (seuil estimé à 450 $V.cm^{-1}$).

$\Delta\rho = 200$ kg m^{-3}, $\varepsilon = 2$

Tableau III-11 : Caractérisation de l'électrocoalescence

Lorsqu'on atteint le seuil de coalescence dipolaire instantanée, la performance des électrocoalesceurs n'est plus limitée que par le déplacement sous champ électrique. Dans une émulsion, PEARCE [34] observe la formation de chaînes de gouttelettes orientées suivant les lignes de champ. SADECK et HENDRICKS [35] travaillant en champ continu, évaluent le taux de collision des gouttes mues par la force d'électrophorèse. Dans les deux cas, on souligne l'importance des phénomènes de transport qui permettent le rapprochement des gouttes entre elles. Nous ne revenons pas sur l'électrophorèse dont il a été question au chapitre III-1. La diélectrophorèse est une autre force intervenant en champ continu comme en alternatif. Elle résulte de l'interaction entre le champ hétérogène et un dipôle. BENGUIGUI et al [36] établissent son expression. En toute généralité pour une tension de fréquence f on observe respectivement les régimes diélectrique et conducteur :

$$F_d = \varepsilon_c \frac{\pi d^3}{4} \frac{\varepsilon_d - \varepsilon_c}{\varepsilon_d + 2\varepsilon_c} \nabla E^2 \cos^2 2\pi ft \quad \text{si} \quad 2\pi ft \gg 1$$

$$F_d = \varepsilon_c \frac{\pi d^3}{4} \frac{\lambda_d - \lambda_c}{\lambda_d + 2\lambda_c} \nabla E^2 \cos^2 2\pi ft \quad \text{si} \quad 2\pi ft \ll 1 \qquad \text{III-17}$$

En l'absence de données expérimentales sur les vitesses de déplacement par diélectrophorèse, en milieu liquide-liquide, nous évaluerons le rapport de la force F_d au poids apparent pour des gouttelettes placées dans un condensateur à armatures coaxiales cylindriques tel que représenté figure III-6. Les valeurs, indépendantes de la taille de goutte, dépendent largement de sa position (cf tableau III-12).

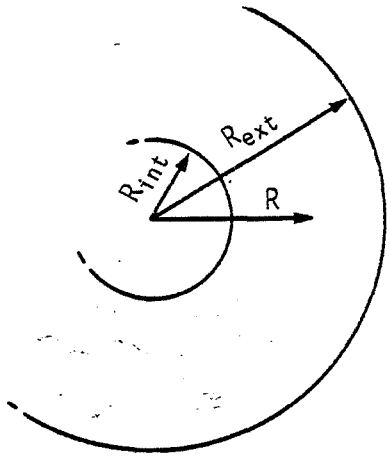


Figure III-6 : Goutte placée dans un condensateur cylindrique

Distance au centre cm	F_d/P
1,4	0,7
2	0,23
2,8	0,09

Goutte d'eau dans du dodécane $\Delta\rho = 240\ kg.m^{-3}$, $\varepsilon = 2$

Tableau III-12 : Diélectrophorèse

On peut toutefois concevoir une géométrie isomotrice où le champ de force est homogène garantissant une meilleure efficacité de concentration. On démontre qu'en symétrie cylindrique les surfaces d'électrodes doivent alors correspondre à l'équation :

$$r^{3/2} \sin \frac{3\theta}{2} = cte \qquad \text{III-18}$$

soit un profil tel que celui présenté ci-après.

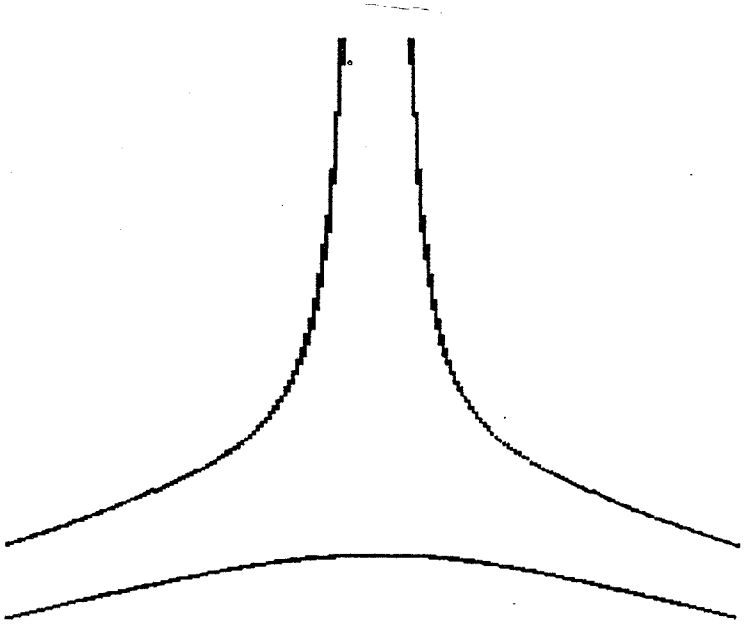


Figure III-7 : Profil d'électrodes générant un champ de force de diélectrophorèse homogène

Application à l'extraction liquide-liquide (tableau III-13)

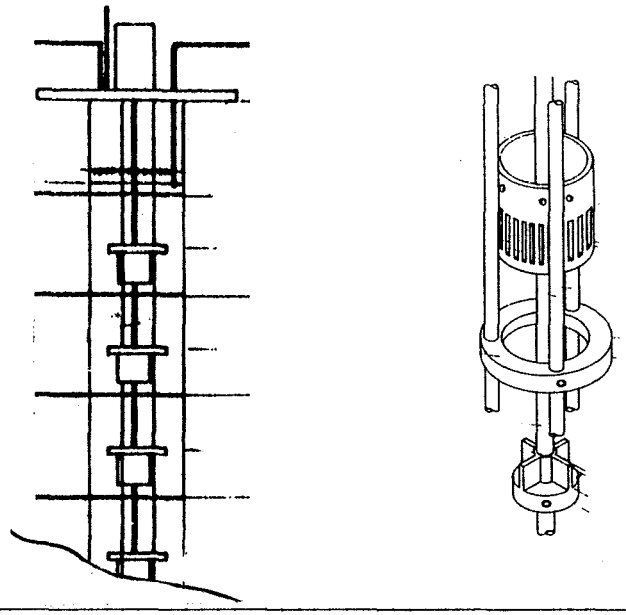
BETHUEL et al [37] ont mis en place un électrocoalesceur à l'extrémité d'une colonne pulsée pour limiter les entraînements de phase dispersée. Ce dispositif améliore la stabilité hydraulique et facilite la conduite d'installations comprenant plusieurs colonnes, fonctionnant en série à la limite de l'engorgement.

KNEULE et NEMEC [38] introduisent des étages de coalescence en alternance avec les zones de dispersion dans une colonne à disques tournants. L'application d'un champ permet d'augmenter les débits spécifiques en conservant une bonne efficacité.

STITT et BAILES [39] développent une colonne du même type. A débit donné la rétention de phase dispersée est proportionnelle au rapport $N^2\ V^{-0.5}$. (N vitesse de rotation, V tension électrique). En faisant varier le débit des phases, la vitesse d'écoulement passe par un maximum séparant deux régimes hydrauliques. Pour une rétention donnée, l'efficacité de transfert est croissante avec la tension appliquée.

Nous regroupons au tableau III-13 les caractéristiques de ces contacteurs.

Tableau III-13 : Colonnes à agitations mécaniques et électrostatique

AUTEURS	KNEULE et NEMEC [38]	STITT et BAILES [39]
MONTAGE		
Diamètre cm Hauteur utile cm	11 100	7,1 50
Tension KV	2 KV	2 KV pulsé 4 Hz
Débit spécifique $l.h^{-1}.cm^{-2}$	2,5 à 6,3	1,5 n-méthyl-pyrolidone-2-éthylène-glycol
Phase continue Phase dispersée Soluté	Kérosène Eau n-Butylamine	Hydrocarbure isoparaffinique isopropyl-benzène
Rapport de performance sous champ électrique	Efficacité de Murphree multipliée par 1,8 à 3,8 $l.h^{-1}.cm^{-2}$ (0,27 à 0,49)	NUT passant de 2,8 à 7,5 pour une même rétention de 0,15 à 1 et 1,4 KV

IV. PERSPECTIVE DE CETTE ETUDE

Nous classons en trois familles les contacteurs liquide-liquide à champ électrique de type colonne. Nous en faisons la critique,et justifions la technologie retenue dans le cadre de cette étude.

IV.1. Colonne à champ continu

La dispersion capillaire est très restrictive vis à vis des fluides utilisables. La phase continue doit être suffisamment isolante afin que le temps de relaxation soit supérieur au temps de séjour des gouttes. La phase dispersée doit, au contraire, être conductrice pour acquérir rapidement par influence une charge spécifique élevée. Nous rappelons les valeurs retenues par BAILES :

$$\lambda_c < 10^{-11} \ \Omega^{-1}.m^{-1}$$
$$\lambda_d > 10^{-10} \ \Omega^{-1}.m^{-1}$$

La "qualité" de dispersion décroît avec le débit d'autant plus vite que ces conditions sont mal respectées comme le montre POISSON-AUFFRERE. MARTIN montre que l'effet de pointe à l'extrémité d'un capillaire isolé est perdu lorsqu'on met en place un réseau capable d'assurer un débit réparti sur une section importante.
La structure interne d'une colonne, fonctionnant sur ce principe, est constituée d'un empilement de plateaux perforés conducteurs portés à des tensions allant jusqu'à 15 KV sur un espacement de 10 cm (appareil de THORNTON). Un tel montage dans lequel les phases sont en contact direct avec les sources de courant occasionne des courts-circuits fatals pour le fonctionnement. BAILES y remédie en ménageant un espace balayé à l'azote sous le plateau pulvérisateur. Cela lui permet, en outre, d'utiliser des phases continues beaucoup plus conductrices. Néanmoins, dans ce dernier cas, il perd tout le gain attribuable à la charge nette des gouttes et limite les performances de l'appareil. Par ailleurs, sa complexité ne facilite pas l'extrapolation à un ensemble multi-étagé.

IV.2. Colonne à agitation mécanique et électrostatique

L'équipement, par des électrocoalesceurs, de colonnes mécaniquement agitées a été envisagé.
STITT explique l'accroissement des performances par la cinétique de transfert accrue lors des cycles de rupture coalescence intensément renouvelés. L'utilisation de champ électrique, dans ce cas, est un perfectionnement de l'appareillage initial dont la structure interne devient très complexe. On ne met pas en oeuvre la dispersion électrostatique.

IV.3. Colonne à champ alternatif

Les contacteurs développés par KOWALSKI et MARTIN fonctionnent sur le principe de la polarisation électrique. L'écoulement est gravitaire. Le recours à des champs continus n'étant pas nécessaire, ces appareils sont pourvus d'électrodes isolées des phases par un revêtement diélectrique et alimentées par un générateur de tension alternative ou pulsée. Les restrictions physico-chimiques concernant les phases sont moins sévères que pour les colonnes à champ continu. MARTIN estime le critère suivant :

$$\lambda_c < 10^{-7}\ \Omega^{-1}.m^{-1}$$

Pour une phase aqueuse dispersée tout risque de court-circuit est évité. Le recours à la dispersion électrostatique et la possibilité de disposer des électrodes longitudinales dans le sens de l'écoulement permet de concevoir une colonne de structure interne très simple, aisément extrapolable en hauteur.
Cette dernière famille d'appareils nous paraît la plus prometteuse pour une application industrielle des champs électriques à l'extraction liquide-liquide. Dans l'ensemble des travaux effectués sur le sujet on relève cependant les limitations suivantes :

- Les générateurs asservis au réseau de distribution, donnent des champs alternatifs de fréquence 50 ou 60 Hz. Il nous paraît important de faire de ce paramètre un degré de liberté supplémentaire pour d'une part mieux comprendre le comportement électrique de la colonne d'extraction, et d'autre part définir l'existence d'une fréquence optimale.

- Les performances ont été évaluées en terme de hauteur d'étage (HEPT) ou en terme d'efficacité de Murphree. Ces indicateurs donnent une information globale. Nous essaierons pour notre part de chiffrer séparément le gain apporté par les contacteurs électrostatiques en termes de :

  . coefficient de transfert
  . dispersion
  . remélange interne

--oOo--

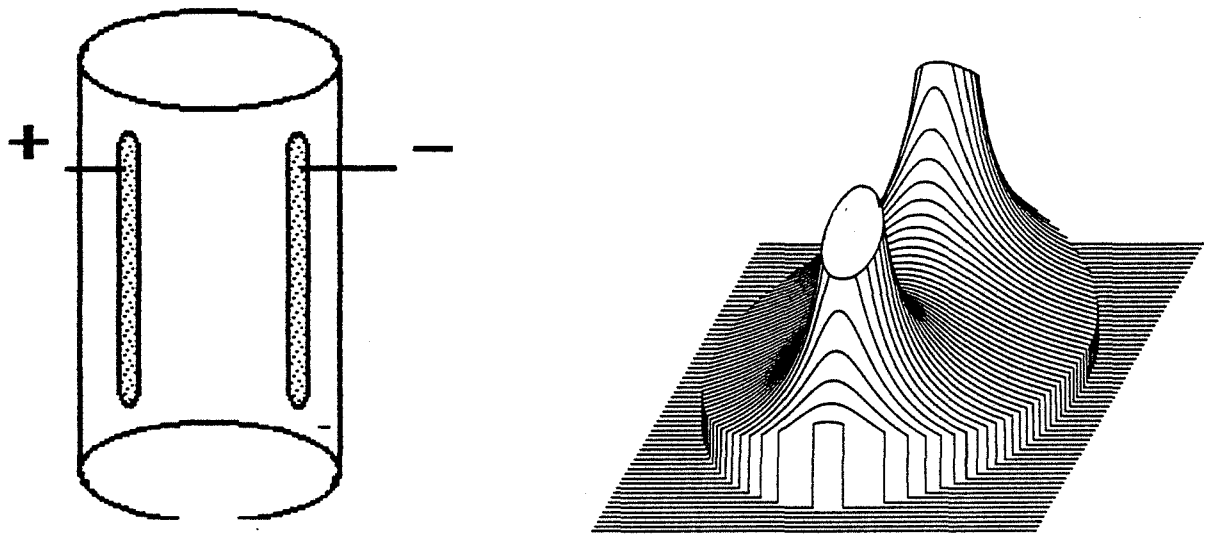


Figure V-1 : Electrodes longilignes disposées dans le fût et distribution du champ électrique associé.

V. BANC D'ESSAI DU CONTACTEUR

Notre étude s'appuyant largement sur des données expérimentales acquises avec un équipement entièrement développé à cet effet, nous commençons par le décrire.

V.1. Colonne

La colonne représentée figure V-3, est de diamètre 40 mm et de hauteur 1 800 mm. Nous allons décrire les trois tronçons qui la constituent : la zone de mélange centrale et les décanteurs d'extrémités.

Fût :

Sa constitution dépend de la géométrie d'électrode retenue. MARTIN [27] adopte la structure schématisée figure V-1. De minces barreaux métalliques sont engagés dans un tube en PVdF préalablement imprégné de pyralène. Il réalise ainsi des éléments fiables - durée de vie de l'ordre de la centaine d'heures avant détérioration ou claquage - pourvus d'une épaisseur d'isolation voisine du millimètre. La configuration retenue a toutefois l'inconvénient d'introduire une carte de champ - cf figure V-1 - favorisant la diélectrophorèse susceptible d'aggraver la tendance au ruissellement sur les électrodes. Le montage de couronnes déflecteurs en PtFE (1) s'est ainsi révelé nécessaire. Par ailleurs, cette distribution ne facilite pas l'interprétation des phénomènes observés.

(1) PtFE : Polytétrafluoroéthylène, "Téflon".

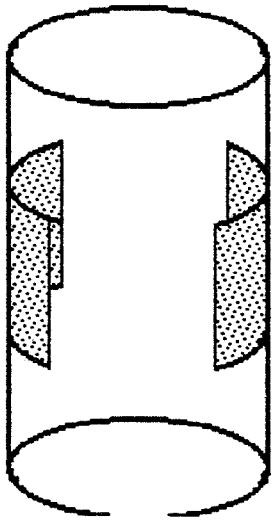


Figure V-2 : Electrodes externes accolées à la paroi

L'utilisation d'une alimentation électrique à fréquence ajustable rend possible des épaisseurs d'isolation plus importantes (plusieurs millimètres). Rien ne s'oppose alors à mettre en place ces électrodes à l'extérieur. C'est ce que nous avons fait en utilisant un ruban conducteur (polyuréthane-aluminium) accolé aux parois, figure V.2. Le champ interne ainsi obtenu est relativement homogène.
Deux fûts ont été réalisés. La visualisation de l'écoulement nécessaire pour l'étude hydrodynamique nous a conduit à retenir initialement le "plexiglass". Néanmoins la mauvaise tenue de ce matériau aux agents chimiques utilisés pour le transfert de matière nous a contraint à faire un double en PVdF.

Séparateur supérieur

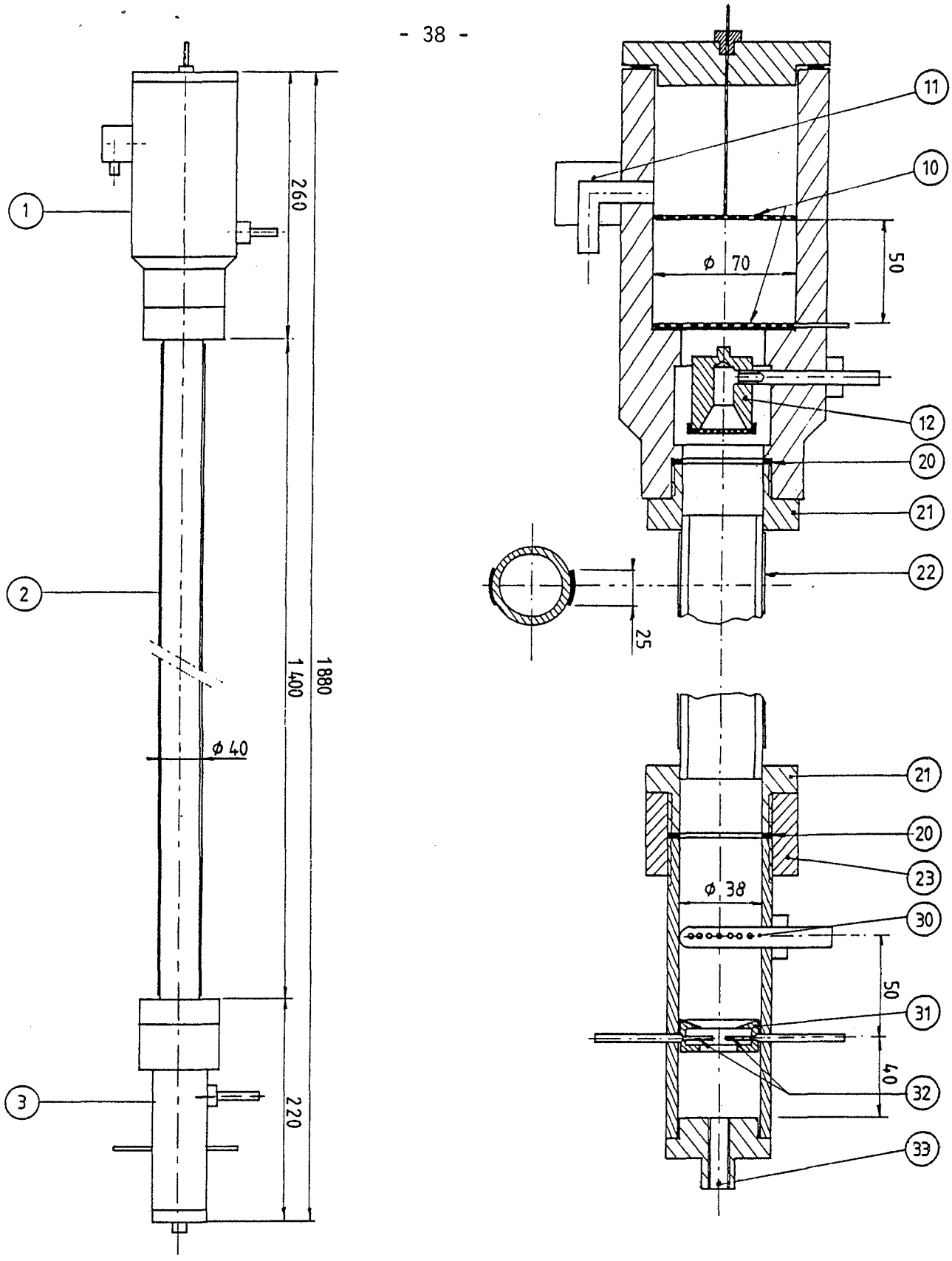
La pièce supérieure usinée en PVdF supporte le distributeur ; la taille initiale des gouttelettes ne conditionne pas le fonctionnement du contacteur lorsqu'une tension lui est appliquée. Un électrocoalesceur destiné à stopper les entraînements de fines gouttes, le surmonte. Le champ électrique y est appliqué au moyen de deux plateaux métalliques perforés disposés dans la section élargie.

Décanteur inférieur

La partie inférieure réalisée en "plexidur", T incorpore le distributeur de phase continue. En dessous se trouve le décanteur de phase dispersée. La détection d'interface par mesure de conductivité est réalisée au moyen de deux électrodes métalliques ; celles-ci sont maintenues en vis à vis dans une couronne circulaire interne en PtFE, destinée à limiter les ruissellements ainsi que la turbulence à la frontière séparant les fluides.

V.2. Système automate

A l'échelle pilote de laboratoire, nous utilisons des quantités de phase modérées (30 - 60 litres/heure). Nous sommes donc à même de con-



MATERIAUX		1 DECANTEUR SUPERIEUR	×	2 FUT ϕ40 ep. 5	□	3 DECANTEUR INFERIEUR	■
				ϕ40 ep. 2.4	×		
PVDF	×	10 Electrodes de l'électro-		20 Joint d'étanchéité	○	30 Entrée de phase continue	×
PTFE	○	coalesceur (plateaux	+	21 Manchon	× □	31 Couronne déflecteur	○
PLEXIGLASS	□	perforés)		22 Electrodes de dispersion		32 Electrodes de détection	
PLEXIDURT	■	11 Sortie de phase continue	×	(rubans accolés)	+	d'interface	+
METAL	+	12 Entrée de phase dispersée	×	23 Raccord	×	33 Sortie de phase dispersée	×

Figure V-3

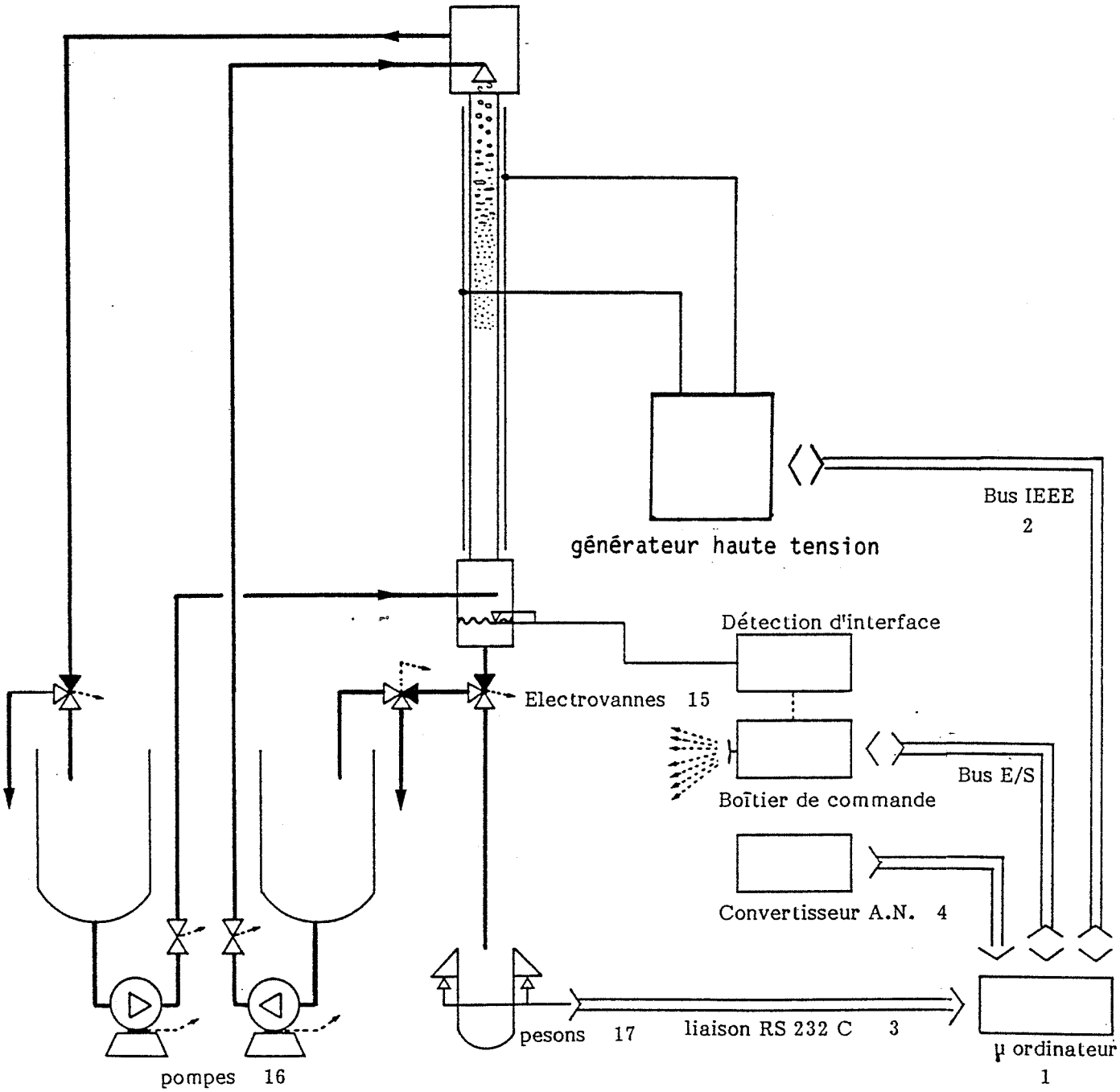

Bus IEEE
2
générateur haute tension
Détection d'interface
Electrovannes 15
Bus E/S
Boîtier de commande
Convertisseur A.N. 4
pesons 17
liaison RS 232 C 3
µ ordinateur
1
pompes 16

Figure V-4

trôler efficacement les propriétés physico-chimiques déterminantes. En revanche la maîtrise de mesures impliquant de faibles volumes ou de multiples échantillonnages n'est pas aisée. A titre d'exemple la rétention de phase dispersée dans la colonne représente une quantité comprise entre 10 et 90 centimètre-cubes. La mesure d'intensité sur le circuit haute tension très fluctuante demandera des relevés d'une centaine de valeurs.

Nous avons par conséquent conçu un système de conduite et acquisition centralisé grâce à un micro-ordinateur (1) (1). Cet ensemble schématisé figure V-4 est susceptible d'effectuer des cycles expérimentaux programmés sans intervention de l'opérateur. Il regroupe les éléments suivants :

- Un bus d'instrumentation IEEE (2) assure le dialogue avec le générateur et les multimètres programmables utilisés pour contrôler l'alimentation électrique. Ce système standard est de mise en oeuvre souple et rapide. Il contraint par contre l'utilisateur à employer un langage peu structuré comme le BASIC.
- Une liaison série aux normes RS232C (3) autorise le suivi des pesées (17) . Nous y aurons recours pour l'évaluation des débits et de la rétention.
- Nous avons développé un tiroir de commande composé de modules reliés à un bus de liaison commun. La structure en est détaillée en annexe B. Certains de ces modules sont équipés de quatre relais à commande manuelle ou programmée. Nous les utilisons pour actionner les électrovannes (15) et les pompes (16) . D'autres sont conçus pour acquérir - sur interruption programmable, le cas échéant - des entrées logiques sur quatre voies. Nous en avons besoin notamment pour la détection du niveau d'interface. Une option prévue sur ces modules permet d'exploiter la fonction compteur du PIA (2) pour générer un signal alternatif pulsé.

(1) Ces repérages renvoient à l'annexe A où l'on trouve le libellé des appareils.
(2) PIA : peripheral interface adaptator : interface entre le calculateur et le bus de liaison externe.

- Un convertisseur analogique numérique ④ assure la saisie avec gain programmable d'une voie différentielle parmi huit.
  L'ensemble de ces appareils est alimenté par un réseau onduleur. En outre, les liaisons analogiques ou logiques avec les composants haute tension sont galvaniquement isolées. Nous atteignons ainsi un bon niveau d'immunité vis à vis des perturbations électromagnétiques ce qui améliore la fiabilité.

V.3. Equipement spécifique

Alimentation électrique du contacteur

Nous avons réalisé un générateur haute tension dont le schéma de principe est présenté figure V-5. Un synthétiseur ⑤ délivre le signal à un amplificateur ⑥ capable d'alimenter un transformateur symétrique à faible perte ⑦. Nous maîtrisons les phénomènes transitoires à la mise sous tension ainsi qu'à la coupure grâce au montage d'un interrupteur statique de type Triac dans le circuit primaire. L'amplitude est ajustée au moyen d'une sonde capacitive ⑧ reliée à un voltmètre ⑨. Nous donnons en annexe C le détail du contrôle d'un tel générateur. Les caractéristiques principales en sont :

Tension variable de 0 à 2 x 7,5 kV par pas de 1 dB
Bande passante à ±3 B de 45 à 1600 Hz
Puissance apparente de 1 kV.A

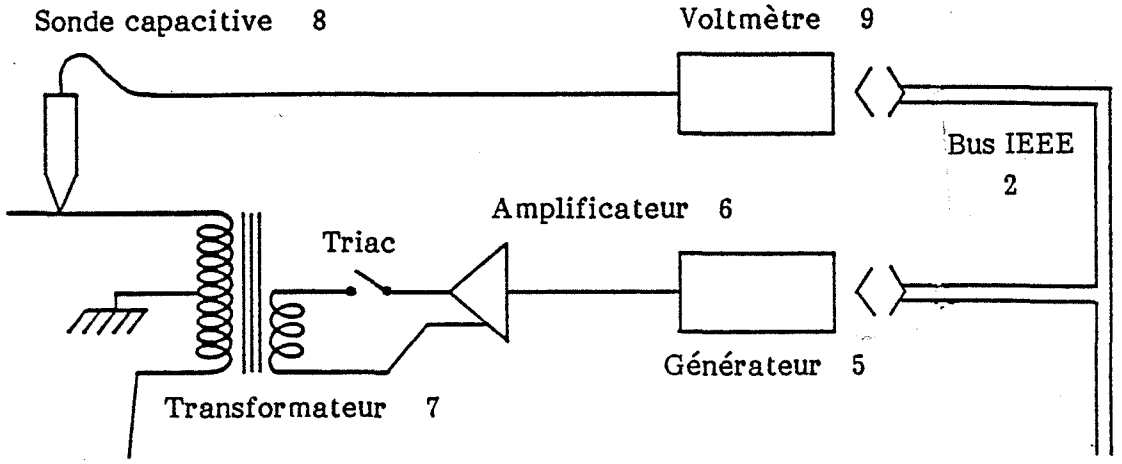


Figure V-5

Mesure d'intensité

Cette grandeur est évaluée sur le circuit secondaire haute tension au moyen d'une sonde inductive (10) placée au plus près du contacteur. Le signal issu de ce capteur ayant une amplitude voisine du millivolt est traité par un amplificateur d'instrumentation (11) de gain 60 décibels avant d'être appliqué au multimètre. Ce dernier est un voltmètre synchrone (12) capable d'effectuer des séries de mesures et un traitement statistique. Deux valeurs seulement sont alors transmises à l'ordinateur : La moyenne et la variance, cette dernière pour contrôler la validité de l'information. La sensibilité atténuée de la sonde à basse fréquence nous contraint à étalonner ce montage schématisé figure V-6.

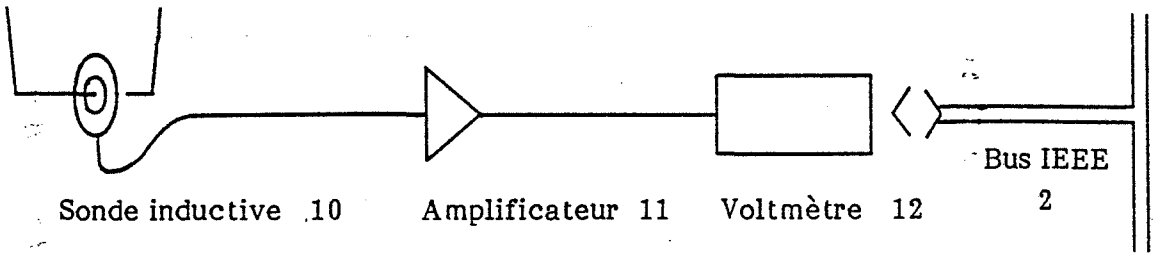
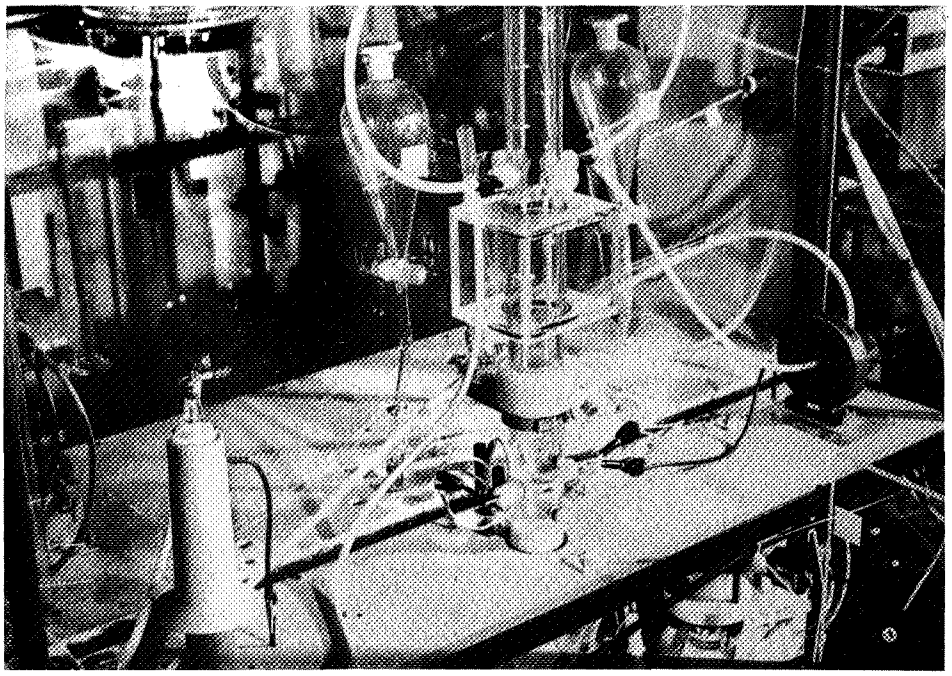


Figure V-6

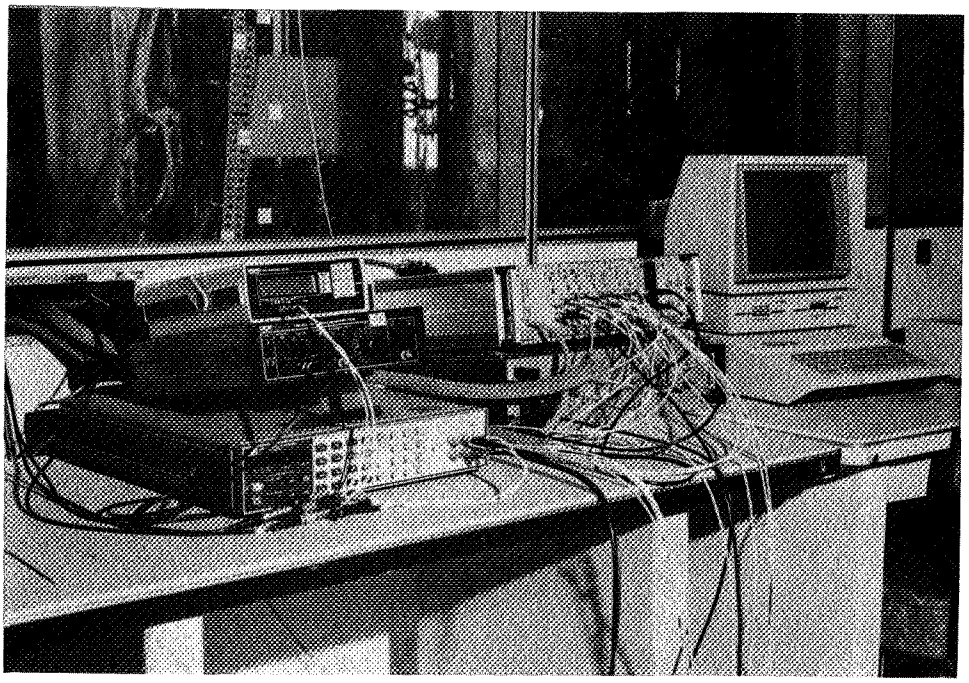
Régulation d'interface

La détection du niveau de phase lourde dans le décanteur inférieur de la colonne est faite par conductimétrie.
Le signal détecteur est appliqué à un couple d'électrodes dont on peut règler l'écartement et la surface mouillable pour adapter la constante de cellule au type de phases utilisées. Ce signal est de 0,6 Volt, symétrique et de fréquence 25 KHz ; ces caractéristiques garantissent une bonne sensibilité au contact de la phase électrolytique et l'élimination efficace, par filtrage actif de la composante basse fréquence induite par le champ électrique dans la partie utile de la colonne.
La sortie logique correspondante à cette détection est reliée à un module du boîtier de commande. Elle est utilisée soit en asservissement direct pour actionner une électrovanne, soit en entrée prioritaire contrôlée par l'ordinateur qui autorise ou non la régulation et dévie éventuellement le trop plein de phase (mesure de la rétention par pesée).
La description que nous venons de donner concerne les éléments intervenant dans toute expérience. Nous y reviendrons cependant pour préciser la configuration adoptée liée au mode opératoire d'une part et ajouter les appareils de mesure spéciaux également mis en oeuvre.

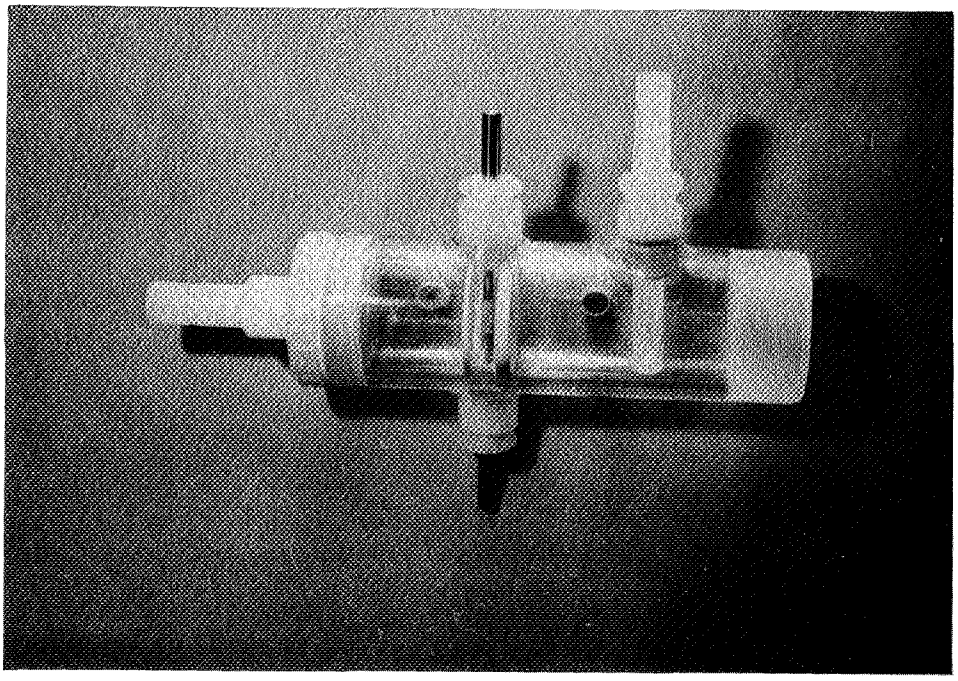
--oOo--



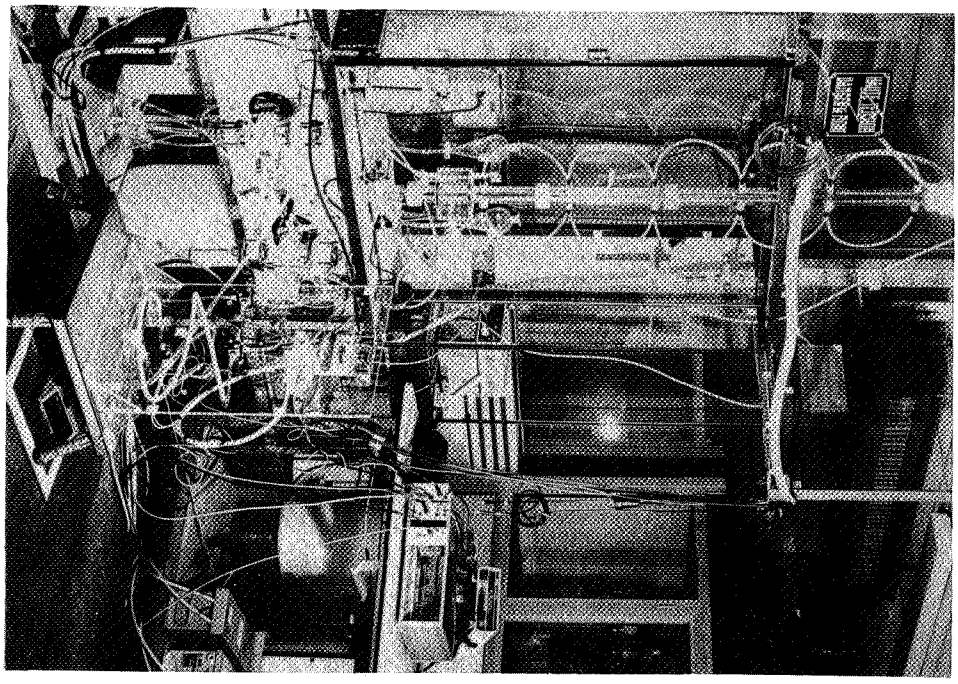
Vue de la partie inférieure de la colonne et de son instrumentation. (Sondes de tension et de courant, détection d'interface).



Système de conduite centralisé



Décanteur inférieur de la colonne



Vue d'ensemble du banc d'essais

VI. ETUDE HYDRODYNAMIQUE

Sous l'angle hydrodynamique nous allons examiner les deux points conditionnant les performances de toute colonne : la rétention de phase dispersée dont dépendent temps de séjour et aire d'échange ; la qualité d'écoulement lié aux remélanges susceptibles de diminuer l'efficacité globale.

Rétention

L'aire d'échange pour une famille de gouttes caractérisée par un diamètre de Sauter d_{32} et sa fraction volumique β ou rétention est donnée par :

$$\mathbf{A} = \frac{\pi \Sigma n_i d_i^2}{V} = \frac{\Sigma n_i d_i^3}{V} \quad \frac{\Sigma n_i d_i^3}{\Sigma n_i d_i^2} = \frac{6\beta}{d_{32}}$$

Elle est ainsi présentée comme une fonction de deux variables indépendantes que sont β et d_{32}. Pour une colonne pulsée, l'accumulation de phase dispersée est attribuée à un effet de drainage dû à la pulsation au travers des garnissages [42]. Nous pouvons considérer que est effectivement une fonction de deux variables. Pour le contacteur à champ électrique en revanche, la valeur de β est liée à la diminution du diamètre moyen sous l'effet du champ électrique. **A** n'est plus fonction que d'une variable. Nous sommes ainsi à même de caractériser le fonctionnement du contacteur par le suivi de la rétention.
En nous appuyant sur cette possibilité, nous allons dans les deux paragraphes suivants donner les éléments destinés à guider la conception de la colonne :

- La qualité d'isolation à mettre en oeuvre dépend de la conductivité λ_c de la phase organique.
- La valeur du champ capable d'assurer la dispersion et par conséquent, l'espacement des électrodes compte tenu des niveaux de tension admissibles, est déduite du Weber critique

associé à la phase organique. C'est donc ici le rapport ε / γ de la permittivité à la tension interfaciale qui importe.

Phases

Nous utilisons une phase organique comprenant du phosphate de tri-butyle dilué dans du Dodécane (1) équilibrée avec une phase aqueuse d'acide nitrique. L'annexe D regroupe quelques caractéristiques de ce système. En jouant sur la dilution entre 0 et 30 % et l'acidité entre 0 et 3 N, on peut ajuster les tension interfaciale, conductivité et constante diélectrique. Nous reportons dans les tableaux suivants les mesures de propriétés électriques physico-chimiques dont nous avons besoin.

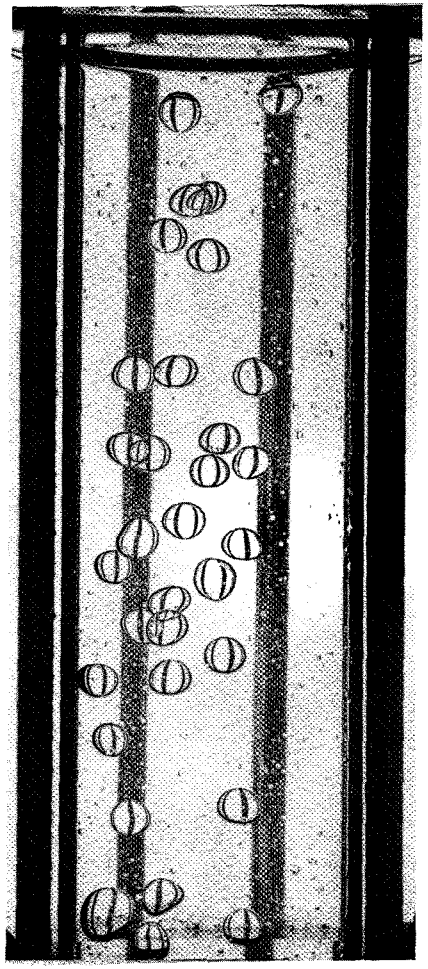
TBP 10 % Dodécane équilibré avec	Constante diélectrique ε_c	Conductivité λ_c $\Omega^{-1}\ m^{-1}$
HNO3 1N	2,6	$1,6.10^{-8}$
2N	2,8	1.10^{-7}
3N	3,0	$3,8.10^{-7}$

Tableau VI-1 : Propriétés physiques

	Densité	Viscosité ν mPa.s	Tension interfaciale γ $mN.m^{-1}$	Constante diélectrique
TBP 2 % Dodécane	0,76	1,36	18	2
10 % Dodécane équilibré avec de l'eau	0,78	1,42	12	2,4

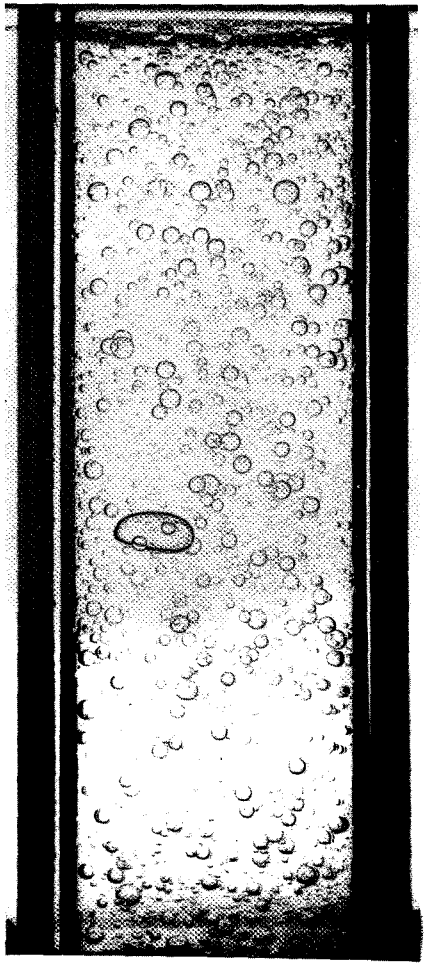
Tableau VI-2 : Propriétés physiques

(1) Nous noterons TBP x % Dodécane pour désigner une phase comprenant x % en volume de phosphate de tri-butyle dilué dans du dodécane.



1
Régime de pulvérisation
(V = 0 kV)

2
Régime d'électrocoalescence
(V ≃ 5 kV)



3
Régime de dispersion
électrostatique
(V ≃ 15 kV)

Mode opératoire

Les mesures de rétention sont faites par pesée après coupure des débits et décantation dans la colonne sous le contrôle de l'ordinateur. Le mode opératoire est repétitif. La précision est limitée par le capteur de détection d'interface. On note une amélioration lorsque le champ est appliqué. La lecture du niveau d'interface est alors meilleure du fait de la coalescence accélérée. L'expérience nous a permis d'évaluer les données suivantes :

Débit de phase dispersée $l.h^{-1}.cm^{-2}$	précision absolue % hors tension	sous tension	gamme de rétention %
< 1,5	± 0,1	± 0,05	1-3
> 2	± 0,5	± 0,2	4-9

Tableau VI-3 : Précision des mesures de rétention

Nous décrivons en premier lieu les régimes hydrodynamiques observés à différentes tensions en nous référant aux photographies ci-contre.

- A tension nulle, la colonne est à pulvérisation simple photo 1.
- Lorsqu'une tension inférieure à 5 - 8 KV est appliquée, seul le processus d'électrocoalescence intervient. La phase initialement pulvérisée par le distributeur, s'agglomère sous forme de bouchons, photo 2.
- Au delà de 10 KV la dispersion électrostatique agit. Les gouttes se rompent et acquièrent des vitesses transversales élevées. Le diamètre moyen est ainsi abaissé tandis que le milieu diphasique est le siège de mouvements turbulents très intenses, photo 3.

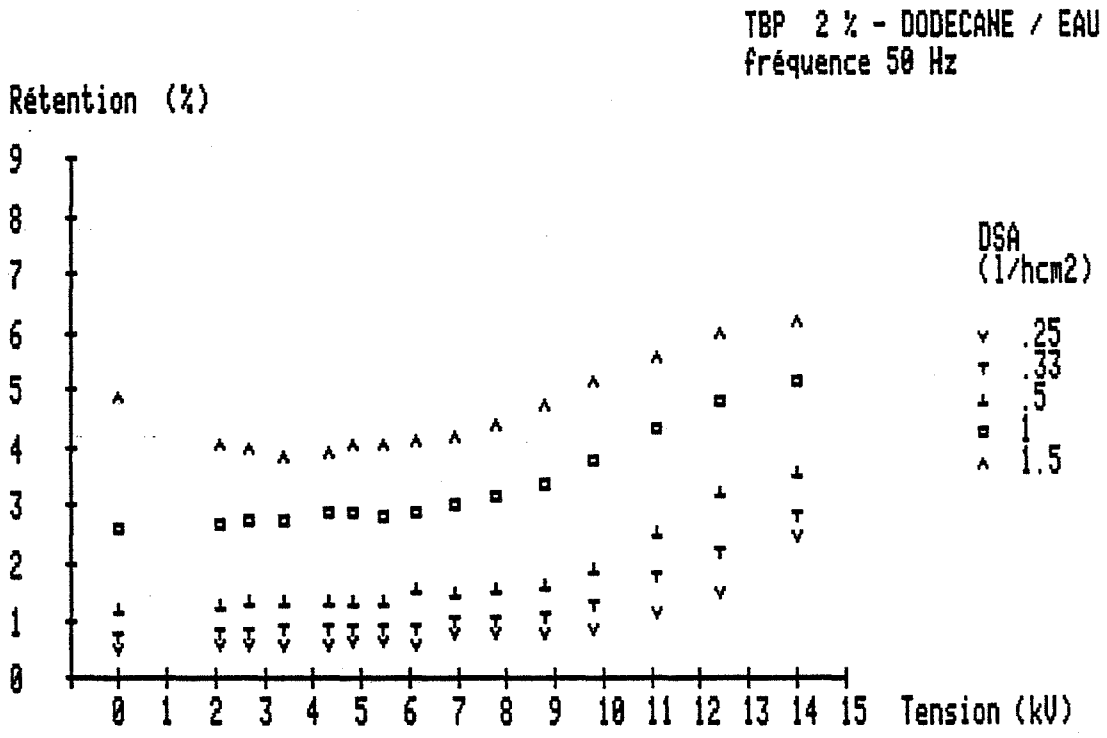


Figure IV-1

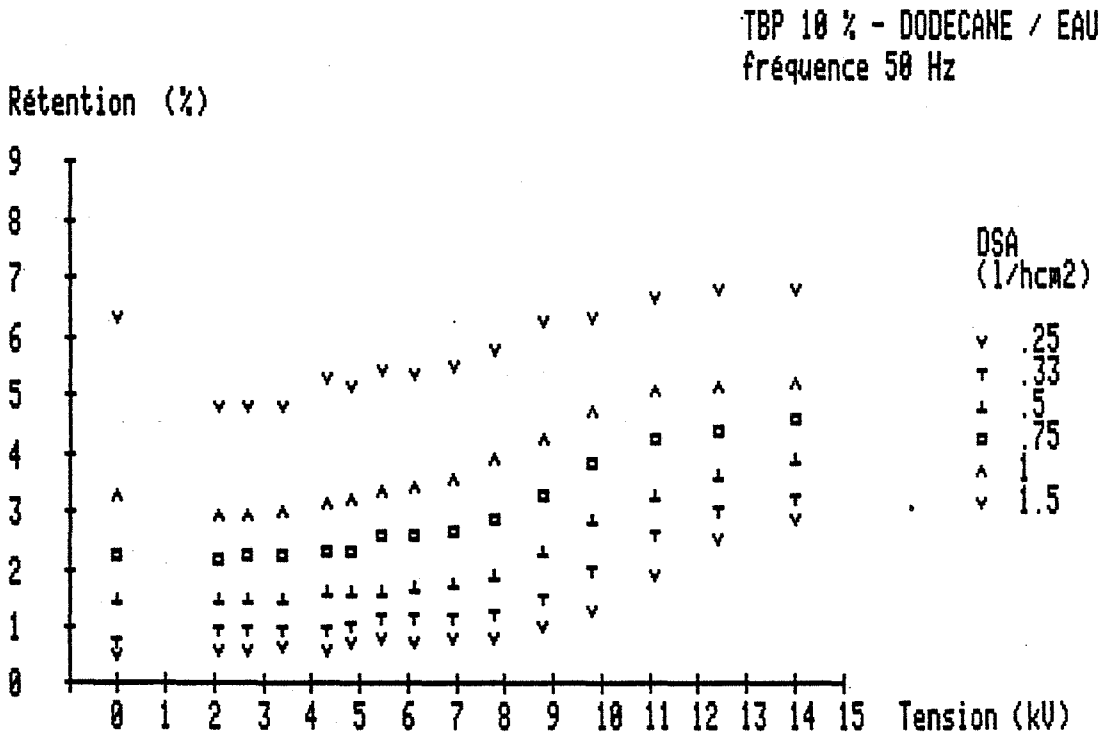


Figure IV-2

Nous allons retrouver ces divers régimes en commentant les figures IV-1 et IV-2 (1). Nous y présentons les mesures de rétention à plusieurs débits spécifiques de phase dispersée en fonction de la tension appliquée. Les systèmes utilisés sont le TBP 2 % Dodécane et le TBP 10 % dodécane équilibrés avec de l'eau.

Par rapport au point acquis à tension nulle, la courbe de rétention présente d'abord un fléchissement surtout sensible aux forts débits. Ceci est la manifestation de l'électrocoalescence qui draine la phase pulvérisée sous forme de bouchons en chute gravitaire très rapide le long de la colonne.

Les valeurs mesurées croissent ensuite au fur et à mesure que l'on augmente la tension. En effet, la dispersion électrostatique apparaît progressivement en n'affectant initialement que la fraction des gouttes les plus volumineuses.

La courbe présente enfin un palier aux tensions les plus élevées. Par rapport à la rétention à champ nul deux cas se présentent :

- Aux faibles débits le niveau de rétention atteint est jusqu'à six fois plus élevé. La pulvérisation électrostatique affecte le milieu diphasique de façon homogène dans l'espace et stable dans le temps.
- Aux débits élevés par contre les valeurs sont assimilables. On observe alors un élargissement du spectre des tailles de goutte ainsi que des instabilités hydrodynamiques qui se traduisent par des fluctuations locales du niveau de rétention. Ce dernier régime, qui compromet l'efficacité du contacteur, traduit la supériorité des mécanismes d'électrocoalescence comparés à ceux de dispersion lorsque la rétention avoisine les 5 - 6 % pour les systèmes de phases considérés.

Nous reviendrons ultérieurement sur la comparaison des faisceaux de points présentés ci-dessus.

(1) Nous regroupons annexe J les tableaux des valeurs numériques correspondant à l'ensemble des points expérimentaux reportés sur les figures de ce type.

VI.1.1. Atténuation du champ électrique et dispersion

GALVIN [47], étudiant l'électrocoalescence, explique une baisse d'efficacité aux basses fréquences par une atténuation du champ électrique efficace au sein de la phase organique. Nous partons de la même hypothèse.

Le champ électrique agissant dans le liquide se déduit de la tension appliquée si l'on connait le schéma équivalent de la colonne. Celui-ci est présenté figure VI-3. Selon le modèle classique la phase diélectrique est assimilée à un réseau R-C [2]. La paroi également, mais étant donné la résistivité très élevée des matériaux utilisés (10^{14} Ω.m environ) on ne retient, aux fréquences usuelles, que la partie capacitive C_p. C_c est une capacité de fuite correspondant aux lignes de champ refermées dans la paroi ou à l'extérieur du corps de la colonne.

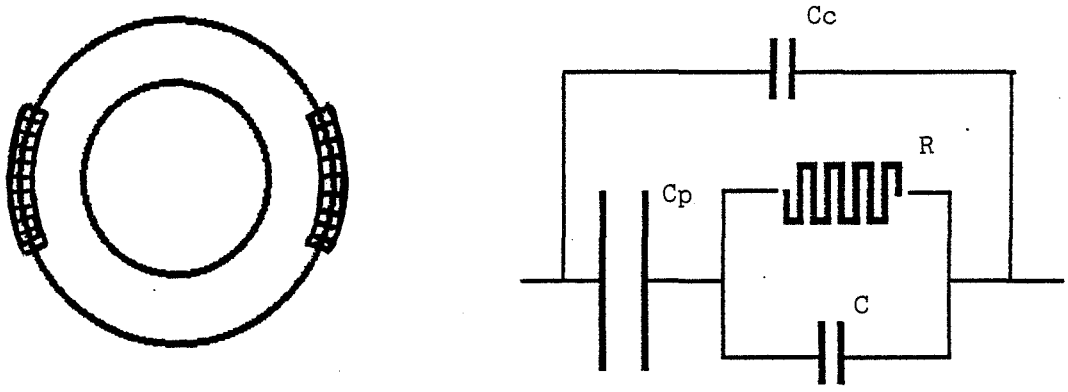
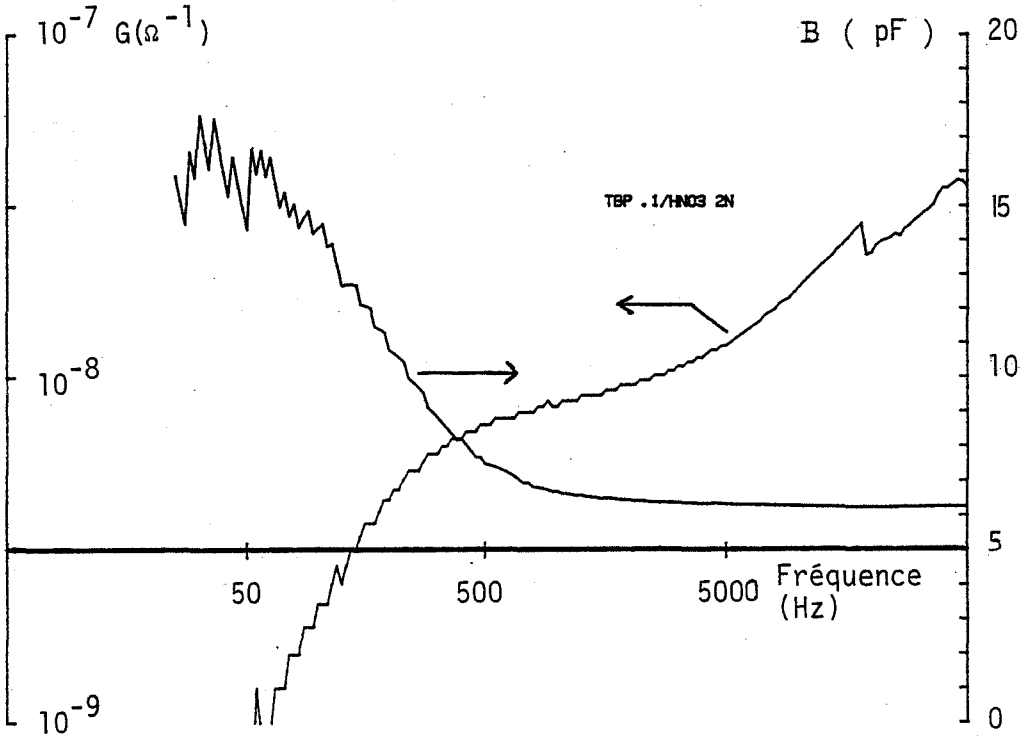


Figure VI-3 : Section de la colonne et schéma électrique équivalent

Nous déterminons expérimentalement ces valeurs au moyen d'un analyseur d'impédance programmable (13). Cet appareil mesure sur une plage de fréquence f de 50 à 50 000 Hertz les parties réelles et imaginaires de la conductance sous la forme G(f) et B(f) avec la relation

$$\frac{1}{Z} = G + 2\pi \; ifB$$



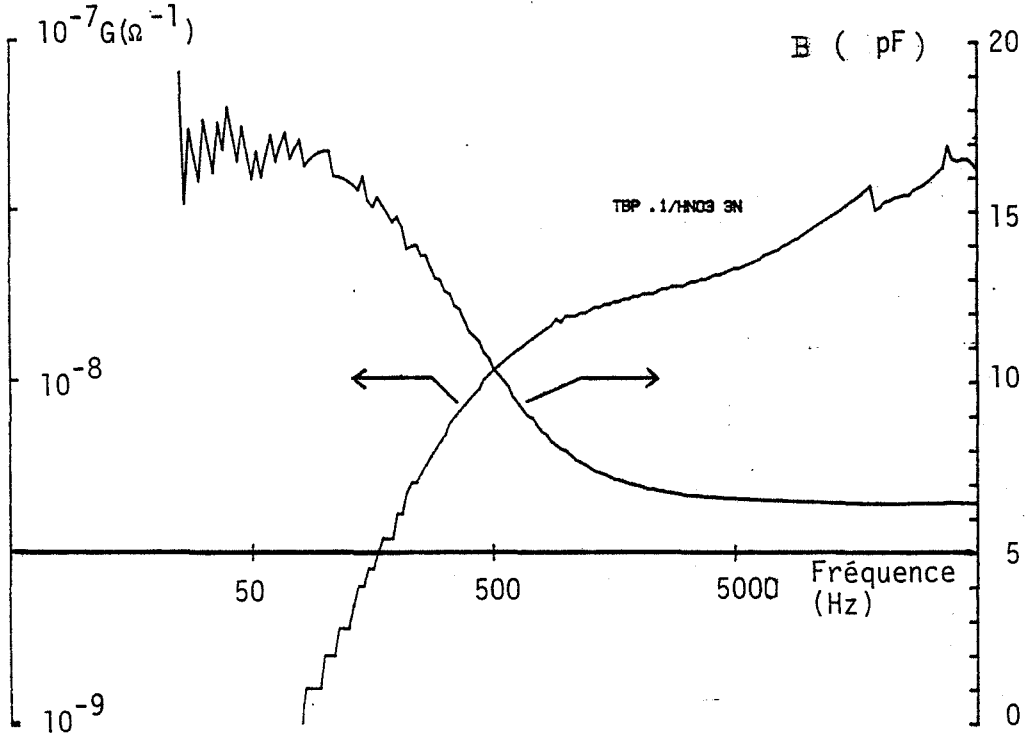


Figure VI-4 : Diagramme des fonctions B(f) et G(f)

Pour un réseau R-C parallèle nous avons simplement

$$G = \frac{1}{R} \quad , \quad B = C$$

Nous utilisons une cellule cylindrique à influence totale (14) pour évaluer ainsi directement les caractéristiques ε et λ des phases organiques utilisées.
Pour le schéma équivalent présenté figure VI-3, le calcul conduit à :

$$G = R\omega^2 C_p^2 / [\, 1 + R^2 \omega^2 (C_p + C)^2] \ ,$$

$$B = C_p + C_c + R^2 \omega^2 \quad (C_p + C)(C_p C_c + C_c C + C C_p) / [\, 1 + R^2 \omega^2 (C_p + C)^2 \,]$$

$$\omega = 2 \pi f$$

Les mesures sont effectuées sur un tronçon de la colonne. A vide et en présence d'eau, elles donnent directement les valeurs C_p et C_c. Les mesures pratiquées avec des phases organiques fournissent des caractéristiques telles qu'illustrées figure VI-4. Nous en déduisons les valeurs de R et C en minimisant l'écart de la valeur théorique à la valeur observée pour quatre fréquences de 100, 316, 1000 et 3160 Hertz. La méthode d'identification numérique est décrite en annexe H.

Le tableau VI-4 regroupe les valeurs de R et C. Les propriétés électriques des phases ont été indiquées plus haut. Compte tenu de l'incertitude propre à ce type de mesure la confrontation de la valeur RC et du temps de relaxation ε/λ de la phase correspondante, ne révèle un accord qu'en ordre de grandeur.

TBP 10 % Dodécane équilibré avec	Résistance linéique Ω.m	Capacité linéique $pC.m^{-1}$	RC µs	ε/λ µs
Eau	$> 10^8$			
HNO3 1N	60.10^6	14	840	1 400
2N	$7,1.10^6$	15	107	250
3N	$3,1.10^6$	17	53	70

$C_p = 70\ pF.m^{-1}$ $C_c = 16\ pF.m^{-1}$

Tableau VI-4

Nous pouvons maintenant calculer l'atténuation pour deux systèmes que nous dirons "isolant" (TBP Dodécane-eau) et conducteur (TBP-Dodécane HNO3 2N) :

TBP 10 % Dodécane équilibré avec	Atténuation à 50	100	200	400	800 Hz
Eau	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
HNO3 2N	0,15	0,29	0,5	0,69	0,78

Tableau VI-5

La réponse est celle d'un filtre passe-haut atténuant le signal en dessous d'une fréquence de coupure égale à :

$$f_c = 1/2\,\pi\, RC_p$$

Cette fréquence n'excède pas quelques Hertz pour le système "isolant" dont le gain est ainsi constant dans toute la plage de fréquence considérée. Pour le système "conducteur" par contre on calcule $f_c \simeq 500$ Hz et l'atténuation croît régulièrement en dessous de cette valeur.

Nous avons procédé à des mesures de rétention en utilisant ces phases. En portant en abscisse la tension appliquée, les systèmes "isolant" et "conducteur" se différencient figures VI-5 et VI-6. Pour le premier en effet la fréquence ne joue pas alors qu'elle disperse les points pour le second.

Nous pouvons graduer autrement l'axe des abscisses en y portant la valeur du champ efficace, figure VI-7. Cette présentation donne pour le système "conducteur" une cohésion aux points représentatifs qui s'ajustent alors sur une courbe unique. Ceci confirme la validité du calcul d'atténuation.

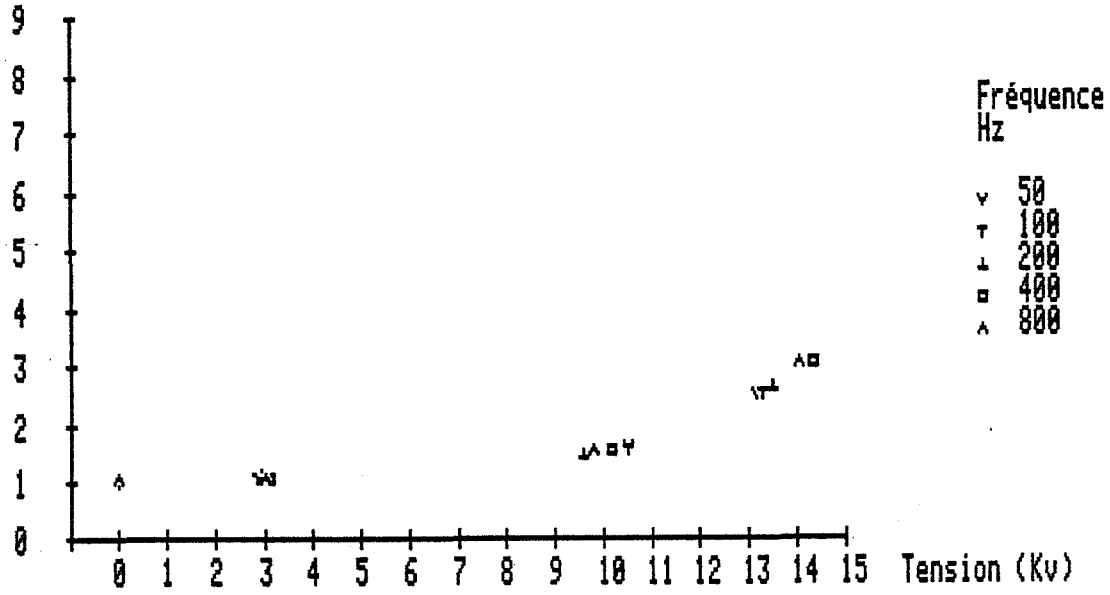
Nous présentons enfin figure VI-8 deux courbes acquises l'une à basse fréquence avec le système "isolant", la seconde à haute fréquence pour le système conducteur. Nous portons en abscisse la valeur efficace du champ. La bonne superposition de ces courbes atteste encore de la validité du modèle et de son aptitude à prédire le niveau d'atténuation introduit par le revêtement isolant des électrodes pour un système donné.

En outre, les résultats exposés montrent que la fréquence du champ utilisé est sans effet sur la rétention et n'affecte probablement pas de façon significative le diamètre moyen des gouttes soumises au champ électrique.

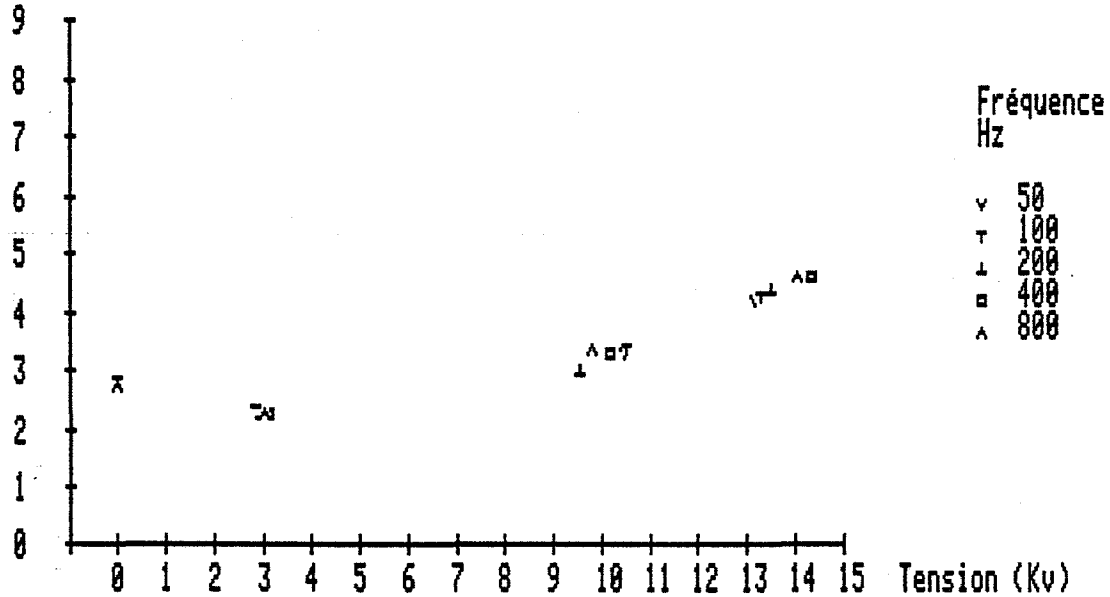
VI.1.2. Nombre de Weber électrostatique et dispersion

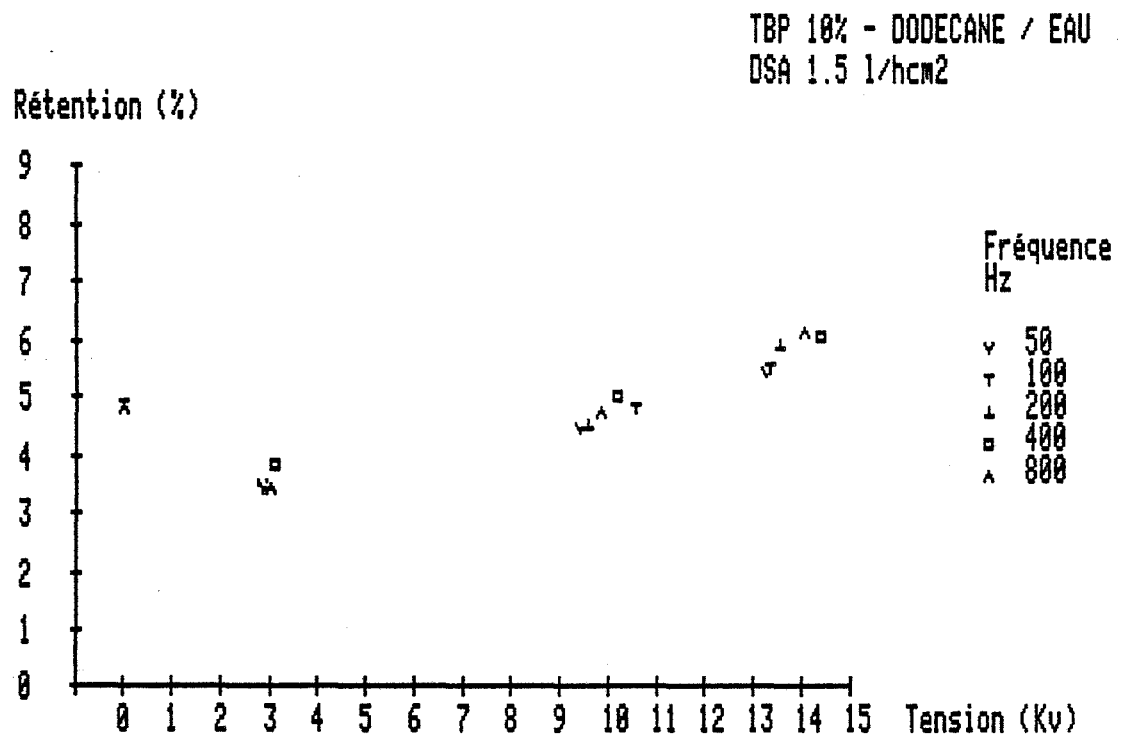
Nous considérons un couple de phases isolantes se différenciant par leurs permittivité et tension interfaciale. La conductivité est telle

TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA .5 l/hcm2



TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA 1 l/hcm2




TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA 1.5 l/hcm2
Rétention (%)
Fréquence Hz
50
100
200
400
800
Tension (Kv)

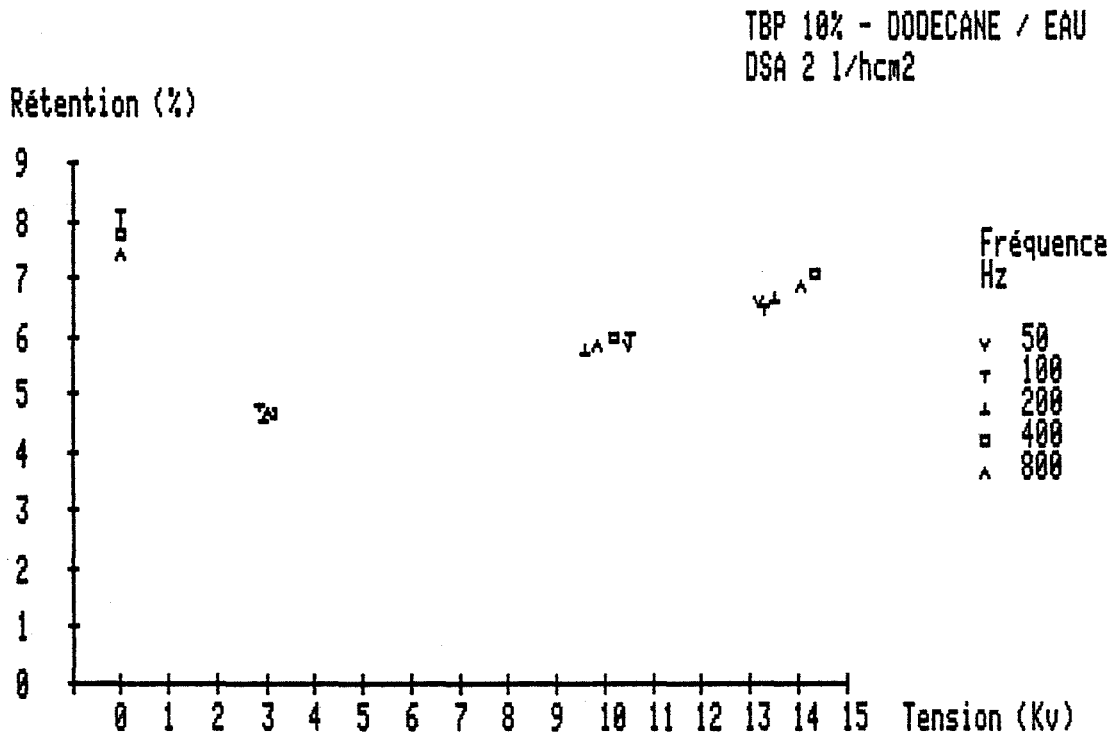
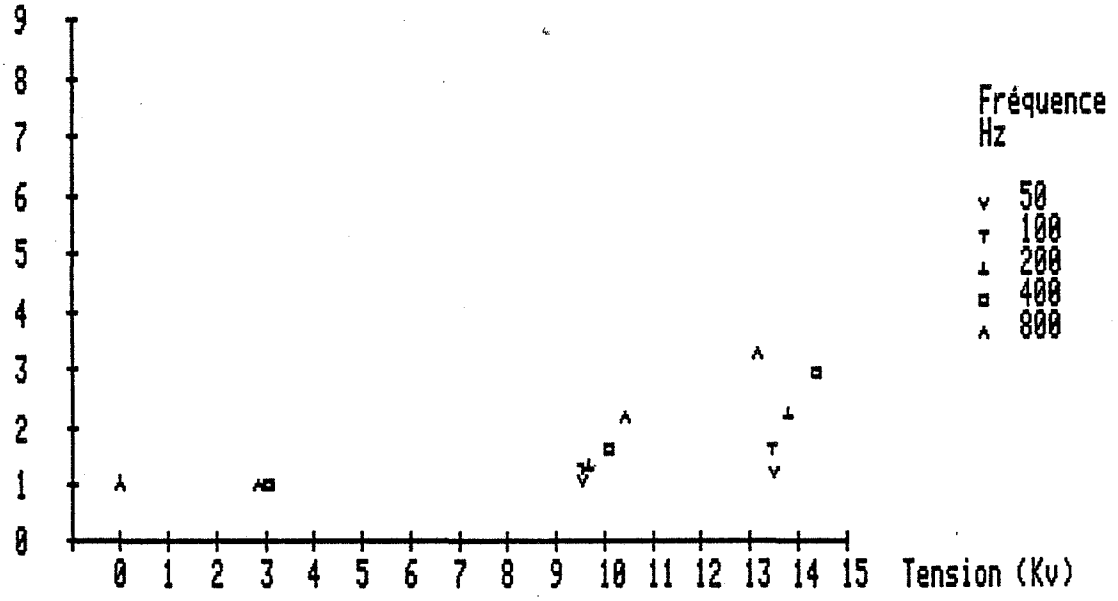
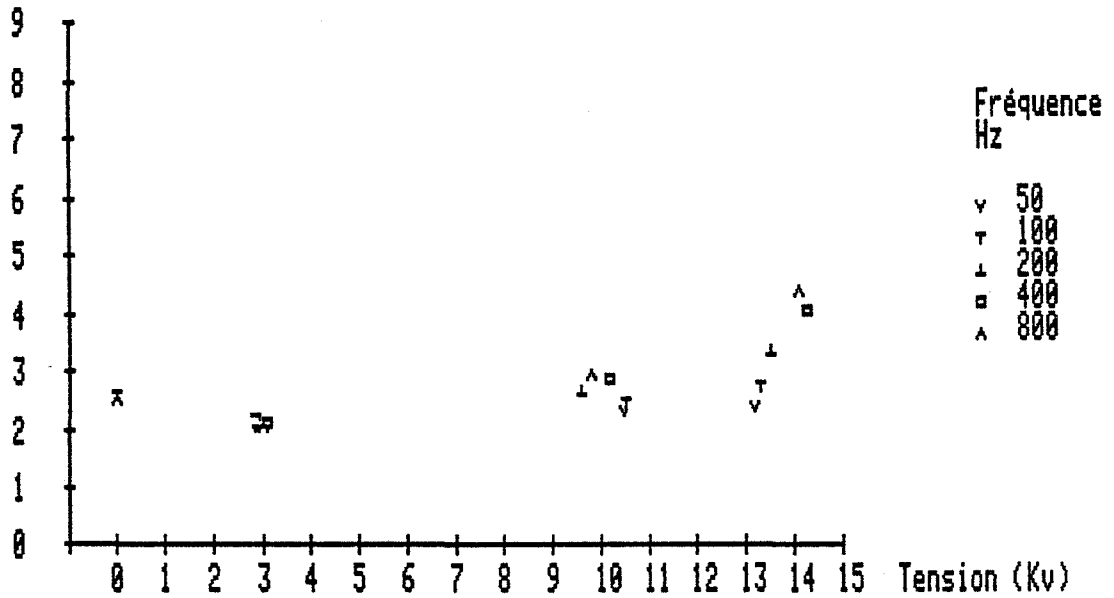

TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA 2 l/hcm2
Rétention (%)
Fréquence Hz
50
100
200
400
800
Tension (Kv)

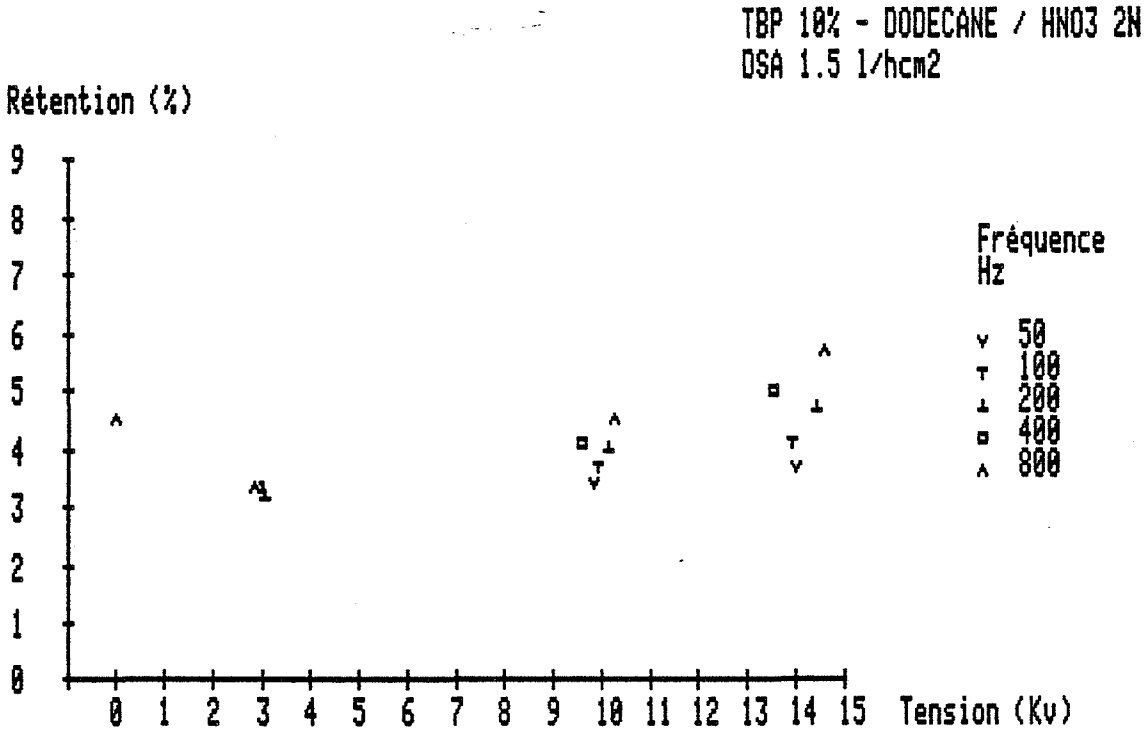
Figure VI-5

TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA .5 l/hcm2



TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA 1 l/hcm2




TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA 1.5 l/hcm2
Rétention (%)
Fréquence
Hz
50
100
200
400
800
Tension (Kv)

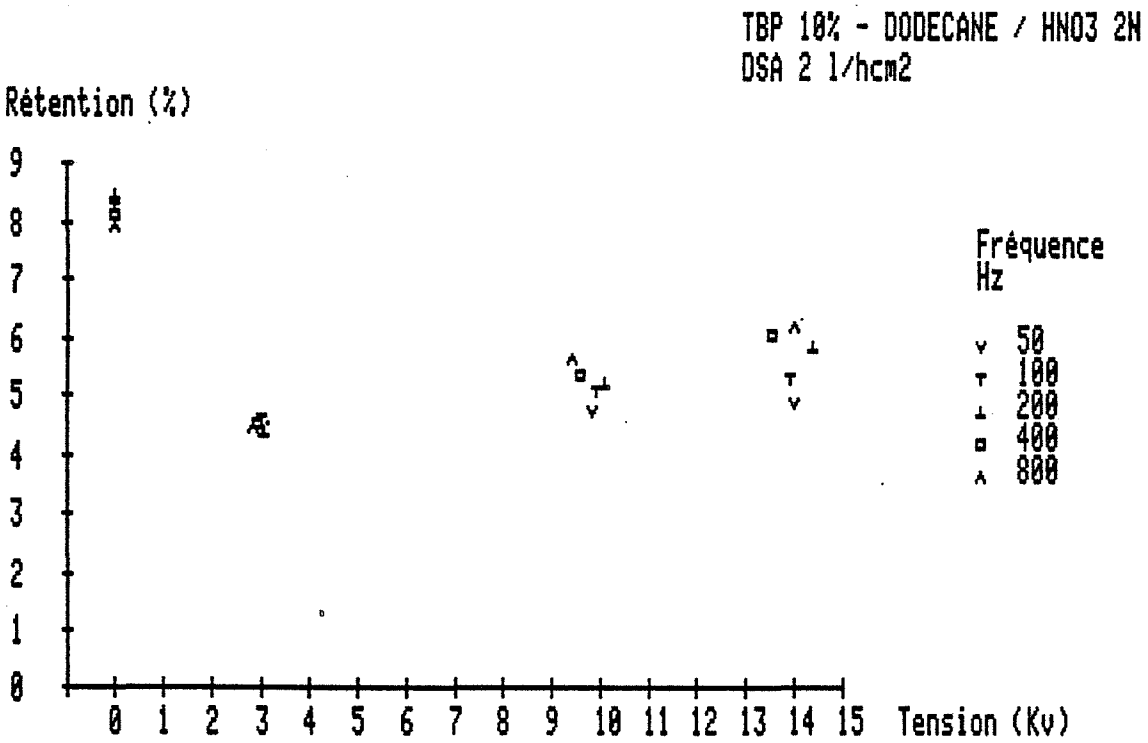
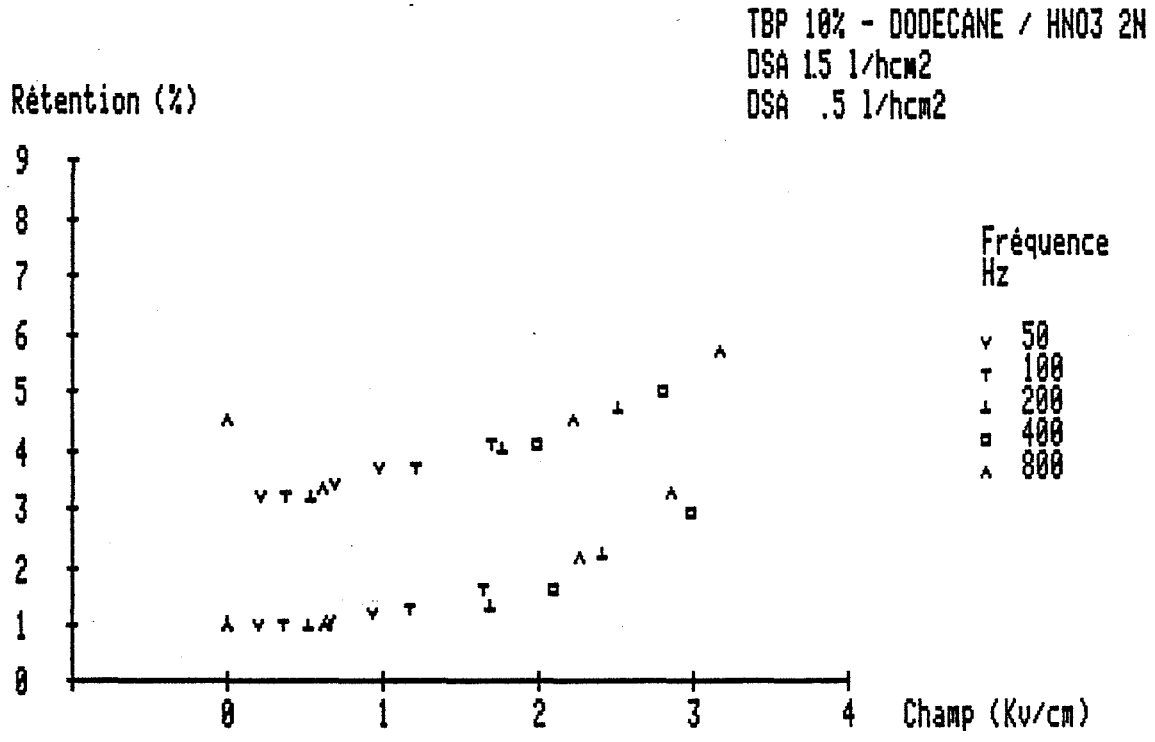

TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA 2 l/hcm2
Rétention (%)
Fréquence
Hz
50
100
200
400
800
Tension (Kv)

Figure VI-6


TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA 1.5 l/hcm2
DSA .5 l/hcm2
Rétention (%)
Fréquence Hz
50
100
200
400
800
Champ (Kv/cm)

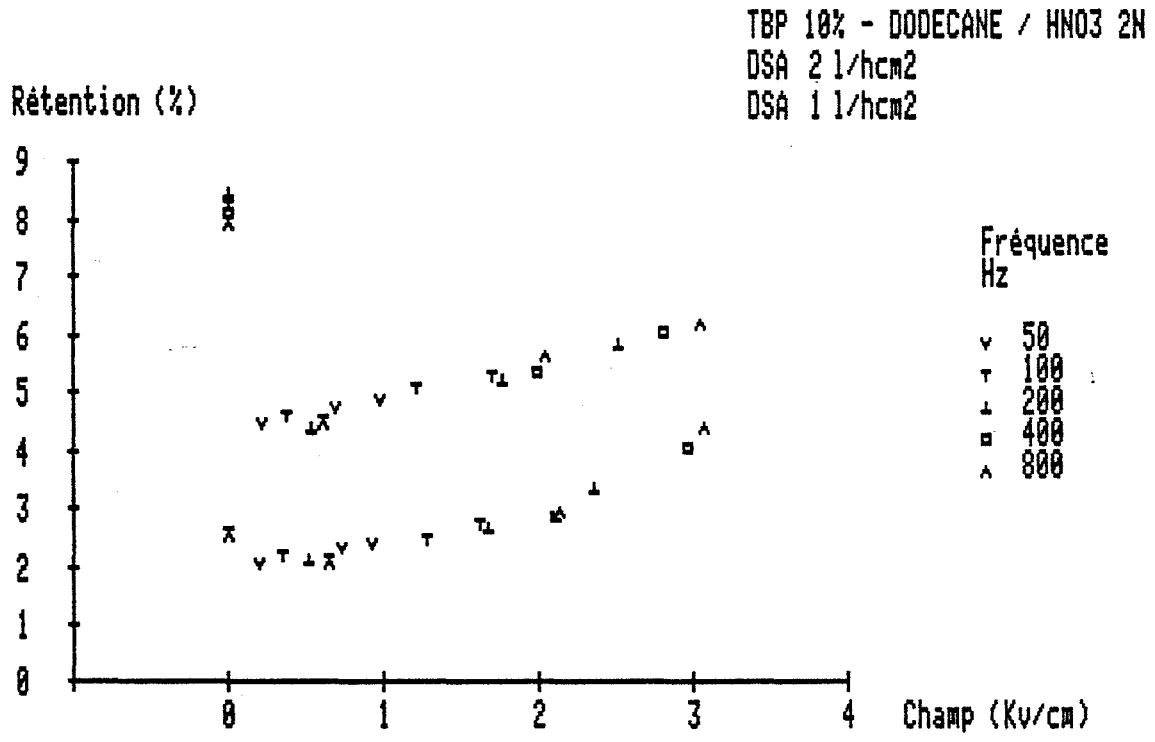
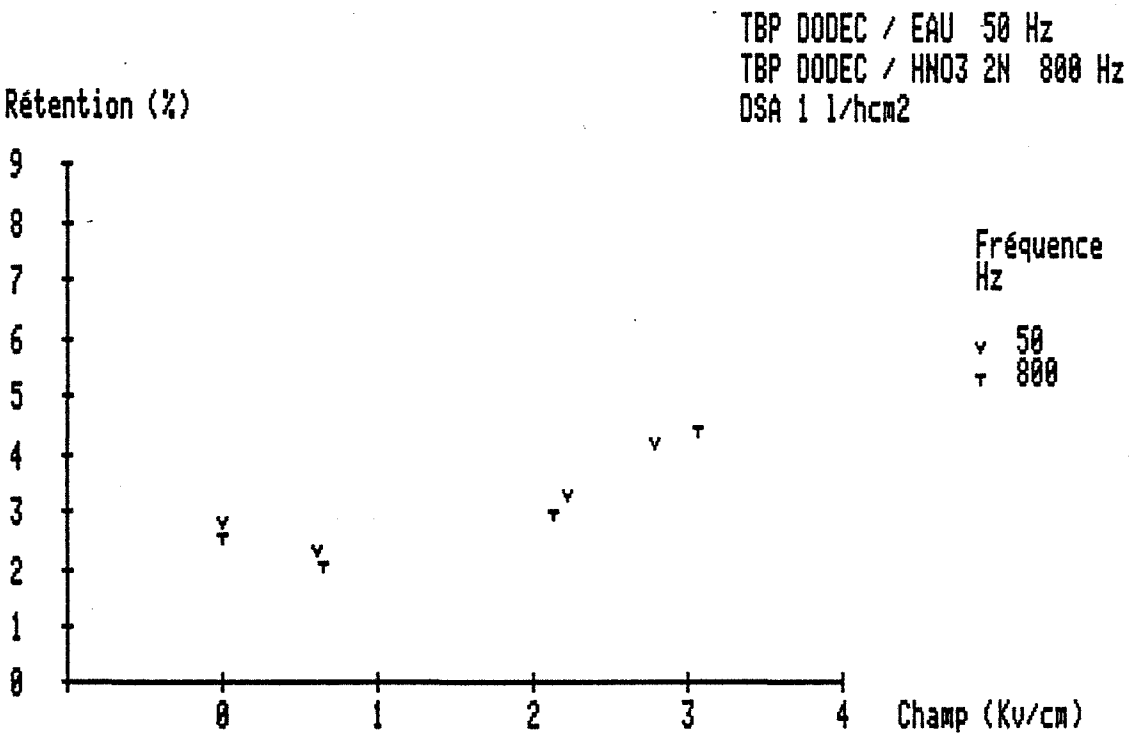

TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA 2 l/hcm2
DSA 1 l/hcm2
Rétention (%)
Fréquence Hz
50
100
200
400
800
Champ (Kv/cm)

Figure VI-7

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE SAINT-ETIENNE
Bibliothèque du Centre SPIN



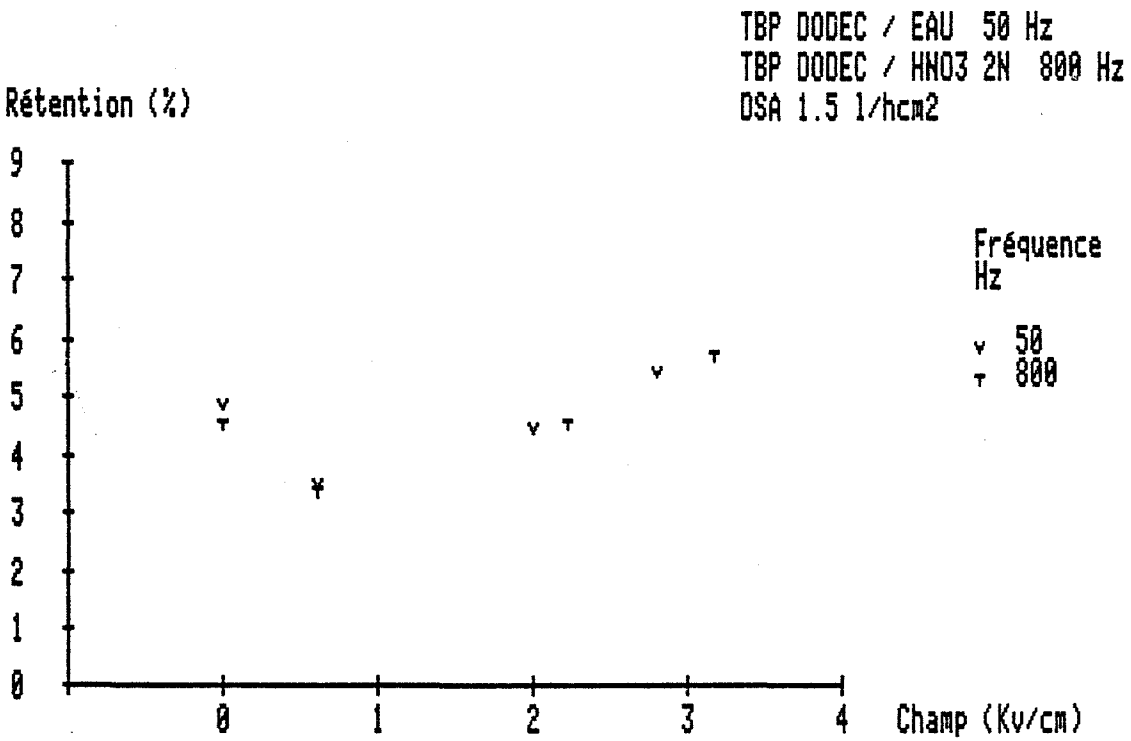


Figure VI-8

qu'aucun écart d'atténuation lié au revêtement d'électrode n'intervient.

Nous rappelons que la rupture d'une goutte isolée se produit pour une valeur critique du nombre de Weber :

$$W_c = \epsilon\epsilon_o E^2 d/\gamma = 0,41$$

Dans une émulsion soumise à un champ électrique, KOWALSKI [25] trouve par contre que ce nombre est une fonction affine de la rétention. MARTIN [27] confirme cette loi en proposant la relation :

$$\frac{\epsilon\epsilon_o E^2 d_{32}}{\gamma} = 5,6\beta + 0,12 \qquad \text{(système TBP 2 \% - Solvesso 150)}$$

Pour un écoulement gravitaire diphasique, on montre par ailleurs que la rétention ne dépend que de la vitesse terminale des gouttes prises isolément. Cette vitesse a pour expression (VIGNES 45).

$$V = \frac{d}{4,2} \left(\frac{g\Delta\rho}{\rho_c}\right)^{2/3} \left(\frac{\rho_c}{\mu_c}\right)^{1/3} \left[1 - \frac{g\Delta\rho d^2}{6}\right]$$

Nous considèrons deux systèmes - TBP- 2 %-Dodécane et TBP- 10 % - Dodécane équilibré avec de l'eau. Les propriétés ont été indiquées plus haut (Tableaux VI-1 et VI-2). Le calcul des vitesses terminales de gouttes de diamètre voisin du millimètre révèle un écart relatif de 9 % (Tableau VI-6). On peut donc envisager de comparer les mesures de rétention relevées pour chacun d'entre eux.

	$\sqrt{\epsilon/\gamma}$	V^∞ cm.s^{-1}
TBP 2 % Dodécane	0,33	5,9
TBP 10 % Dodécane	0,45	5,4

Tableau VI-6

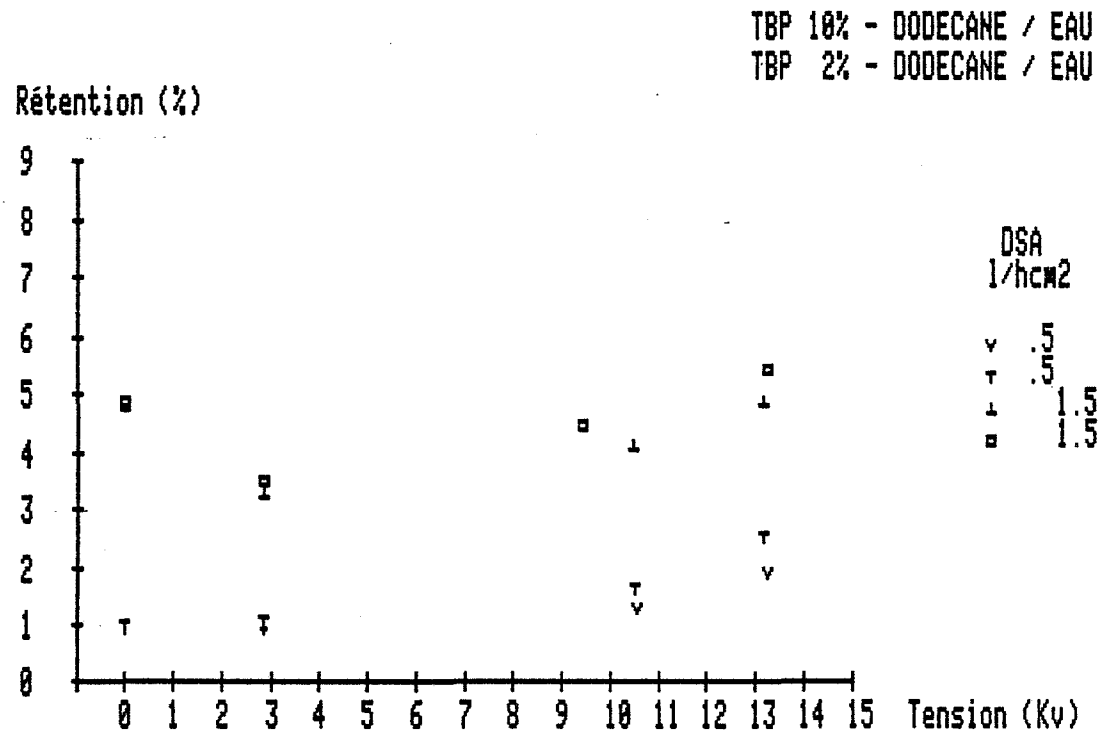
Nous donnons une première présentation des points acquis figure VI-9. Pour une tension donnée, la rétention mesurée avec le second système de phases est supérieure à celle observée avec le premier. Ainsi, la dispersion n'est elle pas aussi "efficace" dans les deux cas. Figure VI-10 nous graduons différemment l'axe des abscisses en y portant la grandeur $\frac{\varepsilon}{\gamma} E^2$ (cm^{-1}). On constate alors que les points expérimentaux enregistrés pour les deux systèmes s'intègrent dans une courbe caractéristique unique. Nous confirmons ainsi que le nombre de Weber est un critère réaliste d'extrapolation. Connaissant l'hydrodynamique du contacteur pour un système de référence, il est possible d'évaluer le champ requis pour obtenir un fonctionnement analogue avec un système différent par ses propriétés ε et γ.

IV.2. Remélange et distribution des temps de séjour

Nous décrivons l'écoulement des fluides. Côté phase dispersée l'hypothèse d'un régime Piston sera retenue. Pour la phase continue, la détermination d'une distribution des temps de séjour nous permettra de quantifier le comportement piston-dispersion.
L'aire d'échange déduite de la description - rétention et granulométrie - de la phase dispersée n'est pas le seul paramètre déterminant l'efficacité d'une opération d'extraction méthodique, c'est à dire réalisée à contre courant. La maîtrise de l'écoulement global compte également. PRATT [46] décrit les deux phénomènes principaux venant la contrarier.

- La dissipation de l'énergie potentielle des gouttes sous forme de tourbillons et l'effet de sillage accompagnant leur chute occasionnent un remélange arrière ou backmixing affectant la phase continue.
- La distribution des tailles de gouttes induit l'effet, dominant pour la phase dispersée, de remélange avant ou forward-mixing, avance prise par les gouttes les plus volumineuses.

La mise en évidence de ces phénomènes remonte aux travaux de GEANKOPIS et al [48] qui décèlent un effet d'extrémité dans l'efficacité des échangeurs de matière en analysant les profils de concentration des deux phases. La non idéalité des flux se traduit par des discontinui-


TBP 10% - DODECANE / EAU
TBP 2% - DODECANE / EAU
Rétention (%)
DSA
l/hcm2
.5
.5
1.5
1.5
Tension (Kv)

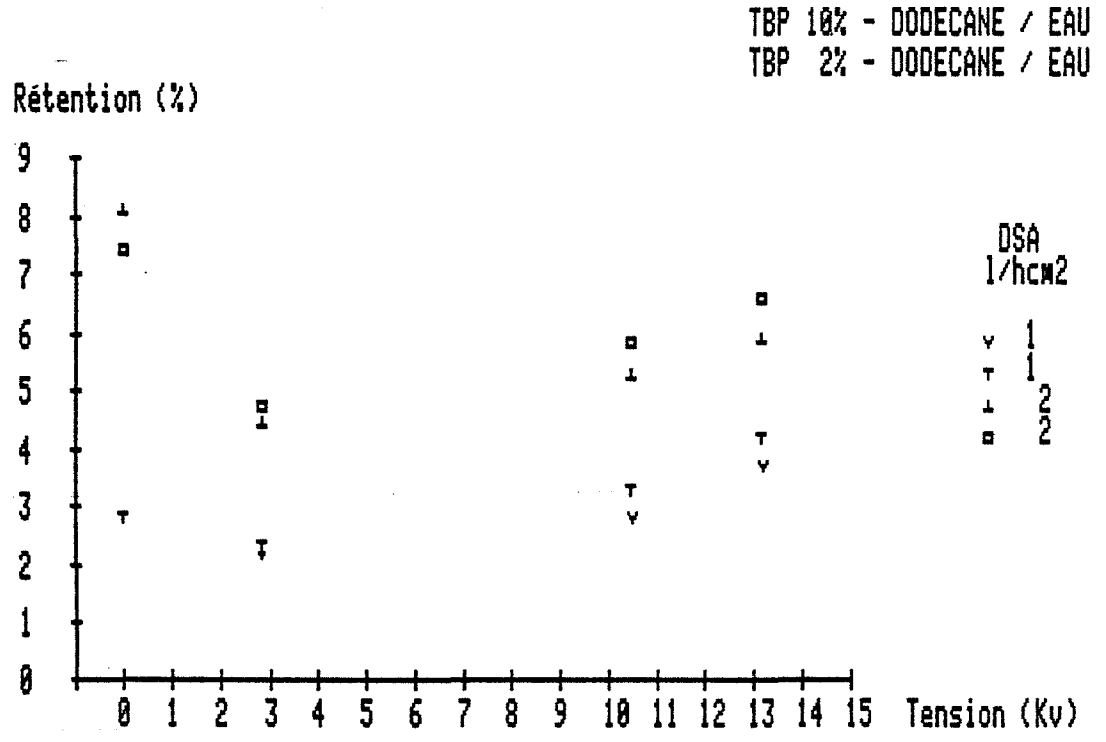
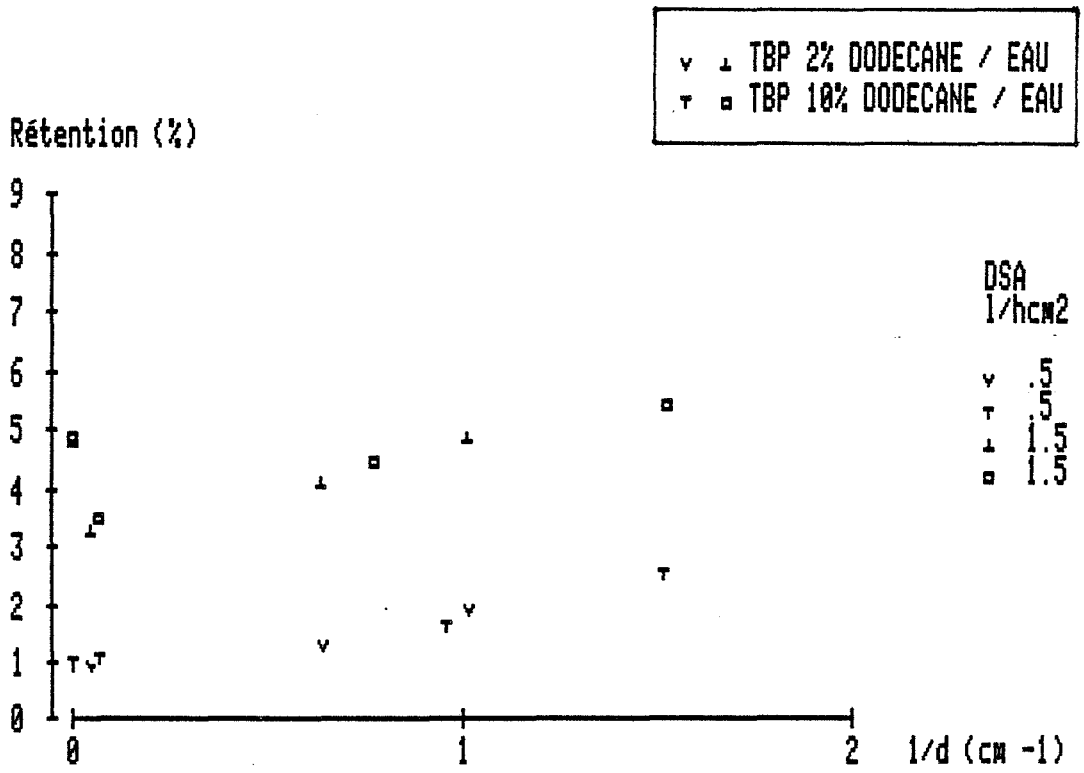

TBP 10% - DODECANE / EAU
TBP 2% - DODECANE / EAU
Rétention (%)
DSA
l/hcm2
1
1
2
2
Tension (Kv)

Figure VI-9


TBP 2% DODECANE / EAU
TBP 10% DODECANE / EAU
Rétention (%)
DSA
1/hcm2
.5
.5
1.5
1.5
1/d (cm -1)

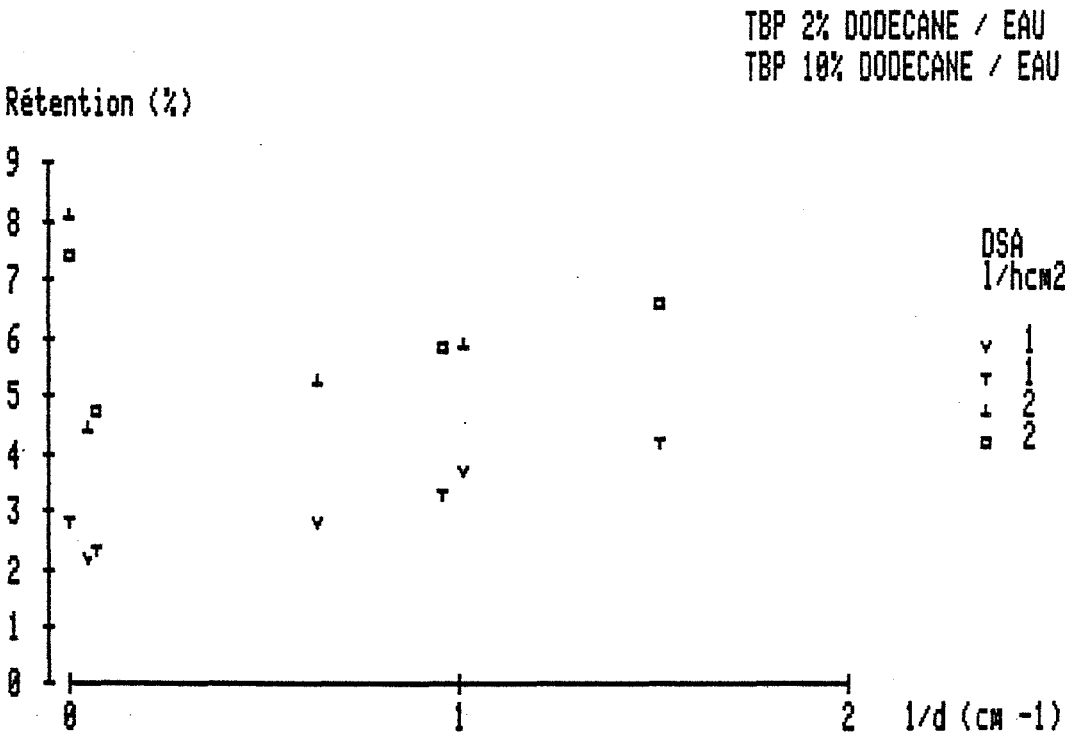
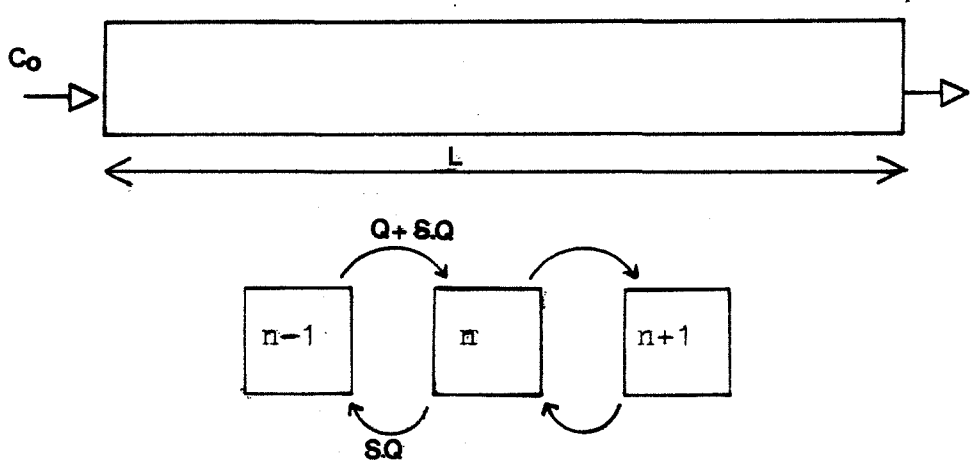

TBP 2% DODECANE / EAU
TBP 10% DODECANE / EAU
Rétention (%)
DSA
1/hcm2
1
1
2
2
1/d (cm -1)

Figure VI-10

tés aux entrées, un resserrement des profils de concentration et une diminution corrélative du potentiel de transfert.
SLEICHER et MIYAUCHI [49] ont interprêté cela à l'aide d'un modèle piston avec dispersion axiale. Avant d'aborder l'analyse du phénomène qui repose sur la détermination de distribution des temps de séjour, nous reprenons la description de ce modèle.

Phase continue

Soit une colonne de longueur L de section Ω parcourue par une fluide à un débit Q. On peut représenter l'écoulement - figure ci-dessous-par le passage à travers N bacs parfaitement mélangés entre lesquels une fraction $\delta.Q$ reflue. Les cas particuliers du déplacement piston - $\delta = 0$, $N = \infty$ - ou du mélangeur parfait, - $\delta = 0$, $N = 1$, sont aisément reconnaissables. Considérons la concentration c d'un soluté dans ce système :



L'équation d'évolution s'écrit :

$$Q\,(c_{n-1} - c_n) + \delta.Q(c_{n+1} - 2c_n + c_{n-1}) = \frac{\delta.Q}{N}\,\frac{dc_n}{dt}$$

en faisant tendre N vers l'infini nous avons :

$$-\,Q.\frac{\partial c}{\partial z} + \delta.\frac{L}{N}.Q\,\frac{\partial^2 c}{\partial z^2} = S.\frac{\partial c}{\partial t}$$

en posant $u = Q/S$ et en admettant $\lim_{N \to \infty} \frac{\delta}{N} = 1/Pe$

$$\frac{\partial}{\partial z}\left[-Uc + \frac{UL}{Pe}\,\frac{\partial c}{\partial z}\right] = \frac{\partial c}{\partial t}$$

le premier membre décrit un mouvement caractérisé par :

- une vitesse piston Uc

- une vitesse dispersion $\mathcal{F} D \cdot \frac{\partial C}{\partial Z}$ correspondant à un mécanisme diffusionnel suivant une loi de Fick. Le nombre Pe est le Peclet de la colonne : $Pe = \frac{UL}{D}$. Il chiffre l'importance relative de la vitesse piston par rapport au mélange dispersif.

Le modèle continu auquel on aboutit introduit une simplification par rapport au modèle discret puisqu'il supprime la variable N. Son utilisation est parfaitement justifiée dans le cas des contacteurs continus où il n'existe aucune notion physique de type bac. Par ailleurs, nous vérifierons cette représentation à postériori.
A l'entrée d'un réacteur piston dispersion alimenté avec un débit U et une concentration c_o, la valeur de c immédiatement aval est déterminée par l'égalité des flux :

$$U\, c_o = U.c - D \cdot \frac{\partial c}{\partial z}$$

On décrit ainsi le saut de concentration caractéristique observé.

Phase dispersée

Nous faisons l'hypothèse d'un écoulement piston.
En effet le schéma précédent ne peut simuler le "forward mixing" de la phase dispersée. Expérimentalement LOUTATY et al [51], LETAN et KEHAT [52], étudiant le transfert de chaleur dans une colonne à pulvérisation, n'observent aucun saut de température à l'entrée de phase dispersée. On peut faire le raisonnement suivant :

- Le système le plus simple d'une population de gouttes monodispersée sans interaction ne présente aucun "forwardmixing". Pour les colonnes pulsées le remélange de la phase dispersée est lié à celui de la phase continue, présentant des circulations à grande échelle.

- Une distribution de la taille des gouttes peut induire une ségrégation. Mais les interactions par "rupture-coalescence" la pondèrent. L'écoulement s'égalise ainsi au point de retrouver un caractère piston.

Nous retenons cette conclusion pour le contacteur à champ électrique.

Distribution des temps de séjour de la phase continue [54]

Le type d'écoulement piston dispersif de la phase continue introduit une distribution des temps de séjour caractéristique, dont nous rappelons la nature avant de l'étudier au moyen d'une technique de traçage. Dans le débit Q de fluide sortant de la colonne, la fraction ayant séjourné une durée t_s est donnée par :

$$dQ = e\,(ts).dts\ Q$$

où, par définition, e(t) est la densité de probabilité encore appelée distribution des temps de séjour. Si nous imposons une concentration de traceur en entrée x(t), la sortie y(t) intégrant les différents "âges de vie" dans le volume étudié a pour expression :

$$y(t) = \int_0^t e(t-t')\ x(t')\ dt'$$

y est le produit de convolution de x par e. L'écriture est simplifiée dans l'espace de Laplace avec :

$$Y(S) = E(S).\ X(S) \quad \text{où} \quad A(S) = \int_0^\infty a(t)\ e^{-\ ts}\ dt$$

E est la fonction de transfert du système. L'expression de E pour un système piston dispersion fermé aux extrémités est calculé en annexe E. Nous trouvons :

$$E(S) = \frac{4q\ \exp\frac{Pe}{2}\ (1 - q)}{(1 + q)^2 - (1 - q)^2\ \exp\ (-\ Peq)}$$

$$\text{avec} \quad q = \sqrt{1 + 4\ \frac{S\tau}{Pe}} \quad \text{où} \quad \tau = \frac{L}{U}$$

Il s'agit d'une fonction de deux variables, Pe déjà défini plus haut et τ , temps de séjour moyen dans la colonne. Elle s'identifie directement en enregistrant la réponse y(t) à une injection impulsion $\delta(t)$ de Dirac. De façon pratique nous la déterminons par la méthode des deux mesures due à ARIS [56] fondée sur la déconvolution des deux signaux x et y. En procédant ainsi on élimine la fonction de transfert M introduite par l'appareillage de détection et de mesure par le biais de l'expression :

$$M(S).Y(S) = E(S).M(S).X(S)$$

L'identification de E sera faite au moyen d'un programme mis au point par WILHELM [55] dont nous présentons l'algorithme en annexe F.

Montage expérimental

Nous utilisons du TBP 2 % - dodécane équilibré avec de l'eau. Le traceur est un colorant Rouge Soudan insoluble en phase aqueuse. La figure VI-11 représente l'ensemble du dispositif mis en place pour effectuer ces mesures.

Un serpentin, d'une capacité de 100 centimètre cube, sert de réservoir à colorant. Il est préalablement drainé par environ 300 centimètre cube de phase colorée qui s'écoulent aux effluents. Un second drainage permet ensuite, le serpentin une fois isolé, de rincer les canalisations communes par du liquide clair.

Le circuit d'alimentation normal du contacteur est alors mis en place et les phases claires, peuvent circuler. Une fois le régime hydrodynamique permanent atteint, l'injection est réalisée par la mise en série du serpentin contenant la phase colorée.

Dès la détection d'une légère coloration à la sortie, le fluide, jusque là recyclé, est renvoyé aux effluents. On ne consomme ainsi à chaque essai qu'un volume minimal de phase organique égal à environ trois fois la capacité du contacteur.

Les opérations ci-dessus sont réalisées aux moyens d'électrovannes commandées par l'ordinateur. On peut ainsi s'assurer de la fiabilité et de la reproductibilité des résultats.

Le dosage en ligne est réalisé par photométrie, dans une cellule conçue à cet effet (figure VI-12), reliée à un colorimètre différen-

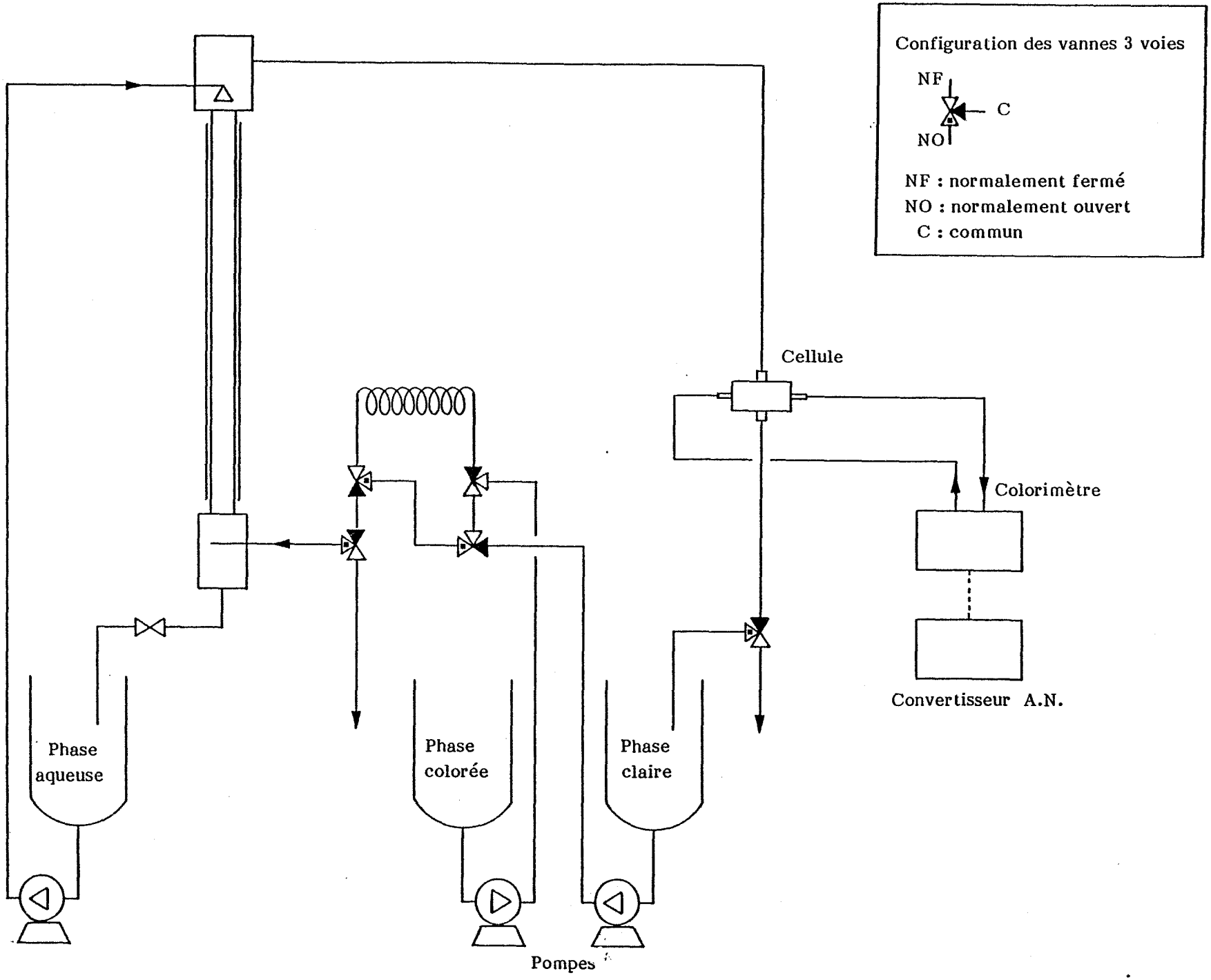
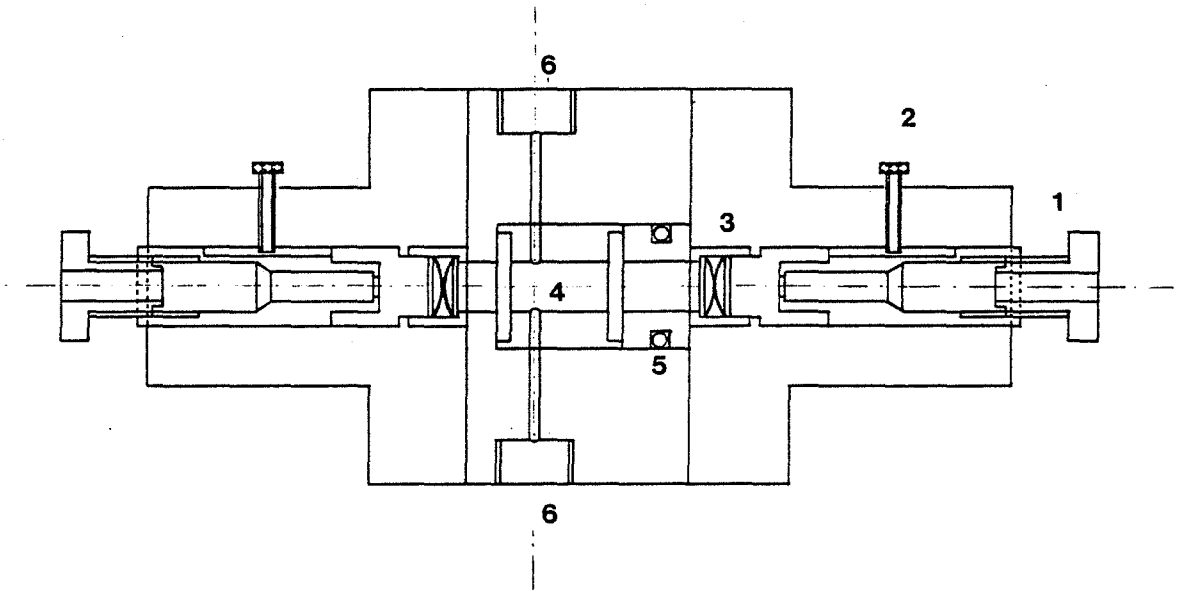

Configuration des vannes 3 voies
NF
C
NO
NF : normalement fermé
NO : normalement ouvert
C : commun
Cellule
Colorimètre
Convertisseur A.N.
Phase aqueuse
Phase colorée
Phase claire
Pompes

Figure VI -11

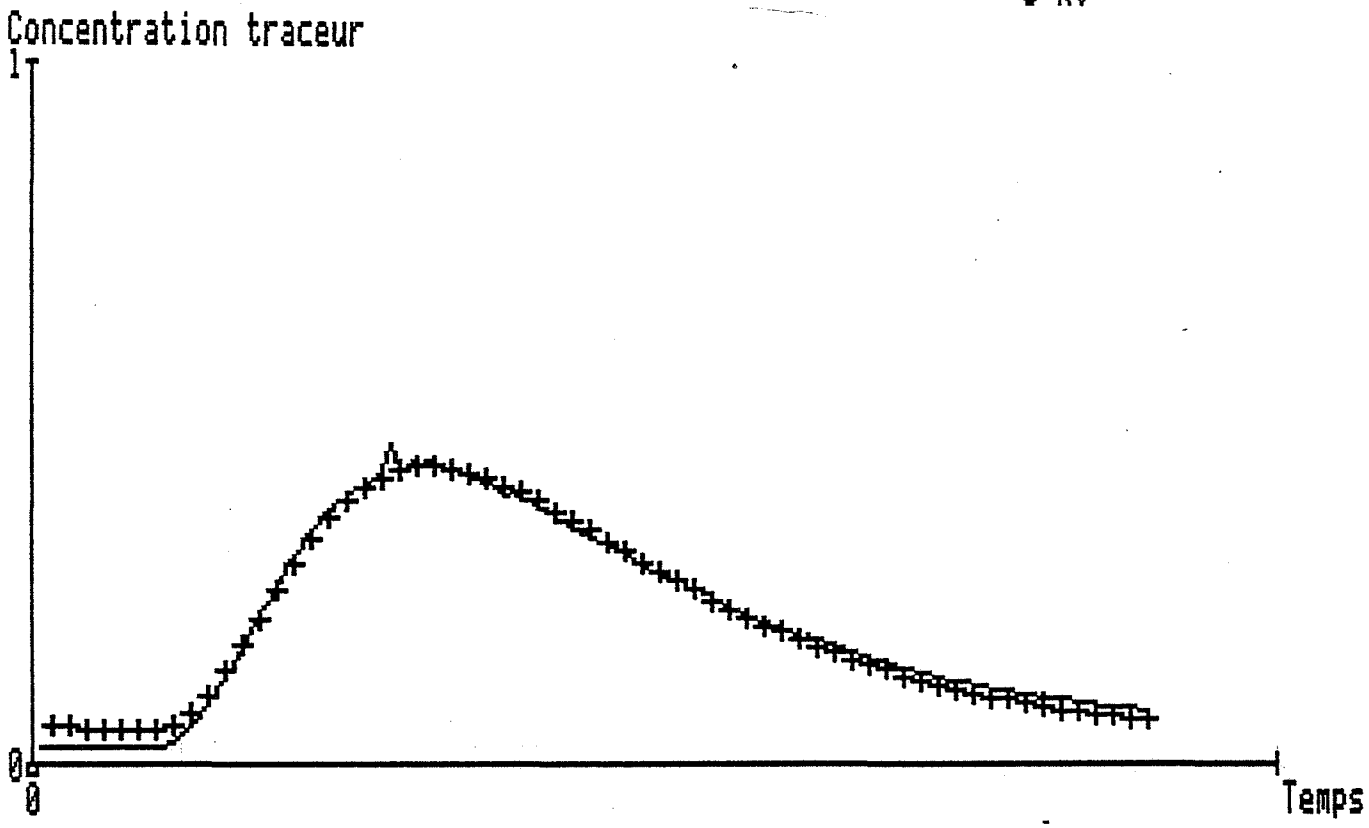
tiel (19) au moyen de fibres optiques. Cet appareil effectue la mesure d'absorption simultanée sur deux longueurs d'onde définies par un jeu de filtres recevant chacun la moitié du faisceau transmis par l'échantillon. La première de ces "couleurs" - 520 nanomètres - est atténuée par le colorant à doser ; la seconde - 650 nanomètres - ne l'est pas comme nous l'indique un spectre d'absorption relevé par ailleurs. Par différence entre les deux signaux, l'appareil est capable de fournir une indication précise de la teneur en colorant en éliminant les atténuations de mode commun liées par exemple au passage dans la cellule de fines gouttelettes de phase dispersée susceptibles d'affaiblir la transmission. Malgré cette précaution, nous n'effectuons les mesures qu'à la fréquence de 50 Hz. L'utilisation de fréquences plus élevées pose en effet un problème d'opacité pour la phase organique chargée de fines à la sortie du contacteur.



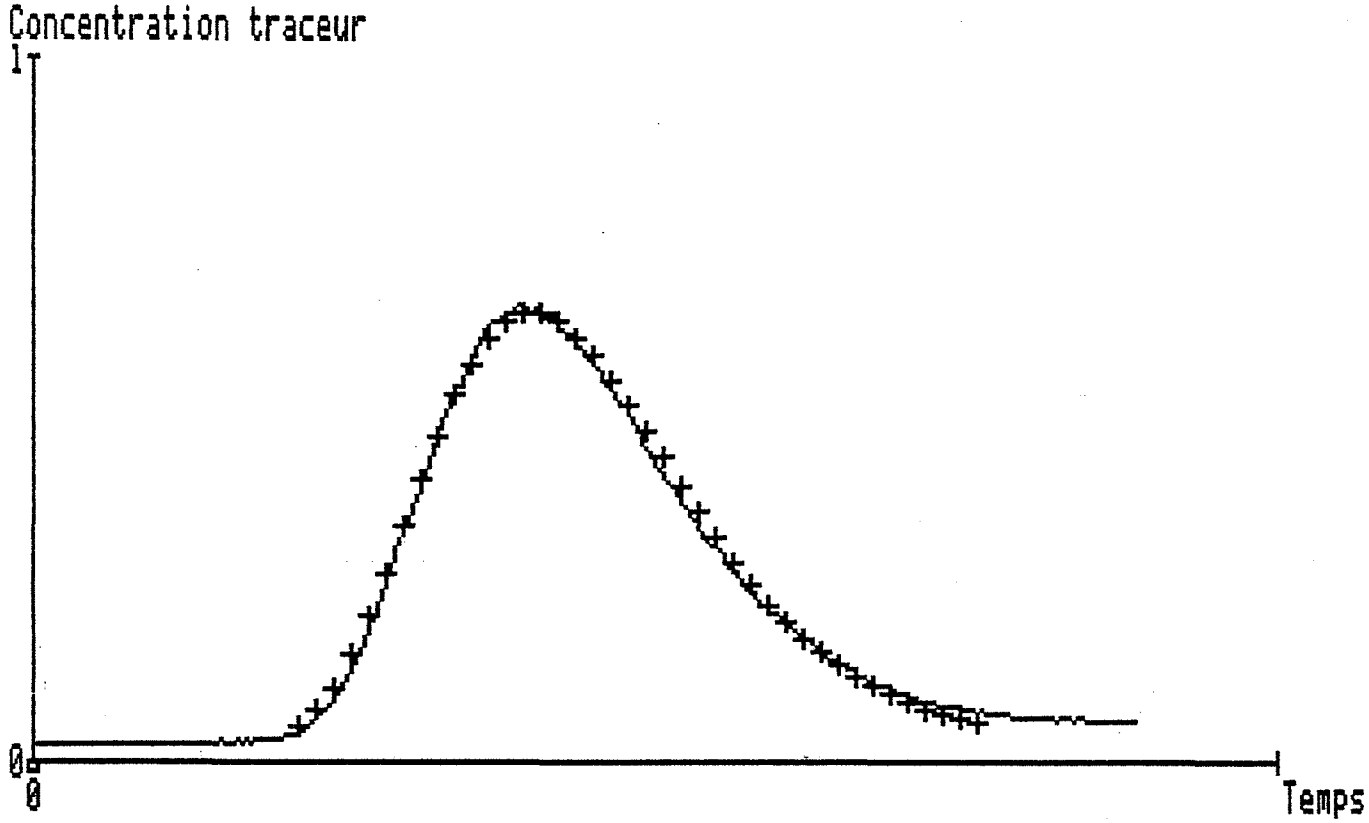
(1) guidage des fibres optiques
(2) vis de blocage des fibres
(3) condenseur optique
(4) cavité
(5) joint d'étanchéité
(6) connexion du circuit fluide

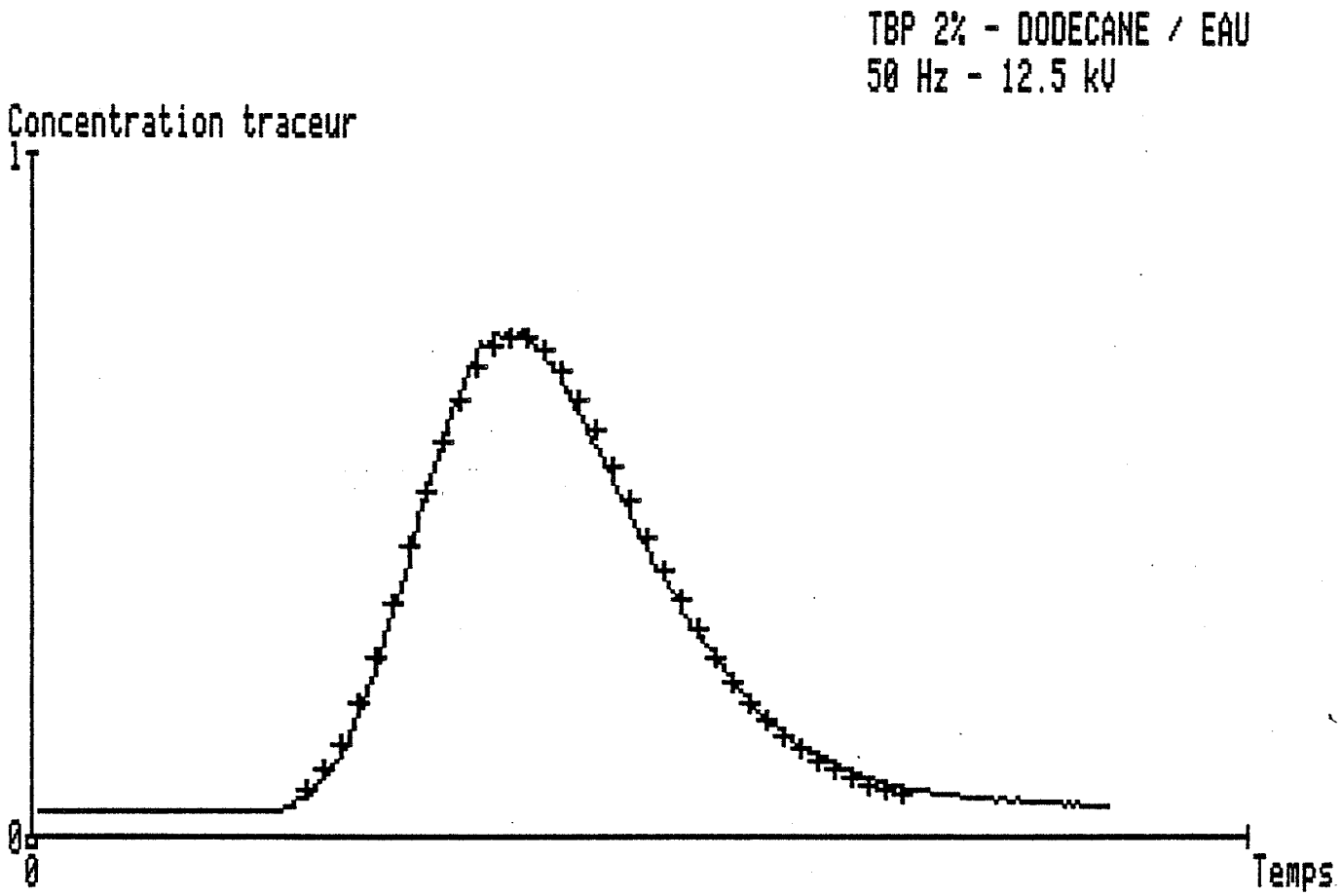
Figure VI-12 : Cellule de mesure de la densité optique

TBP 2% - DODECANE / EAU
- 0 kV



TBP 2% - DODECANE / EAU
50 Hz - 11 kV





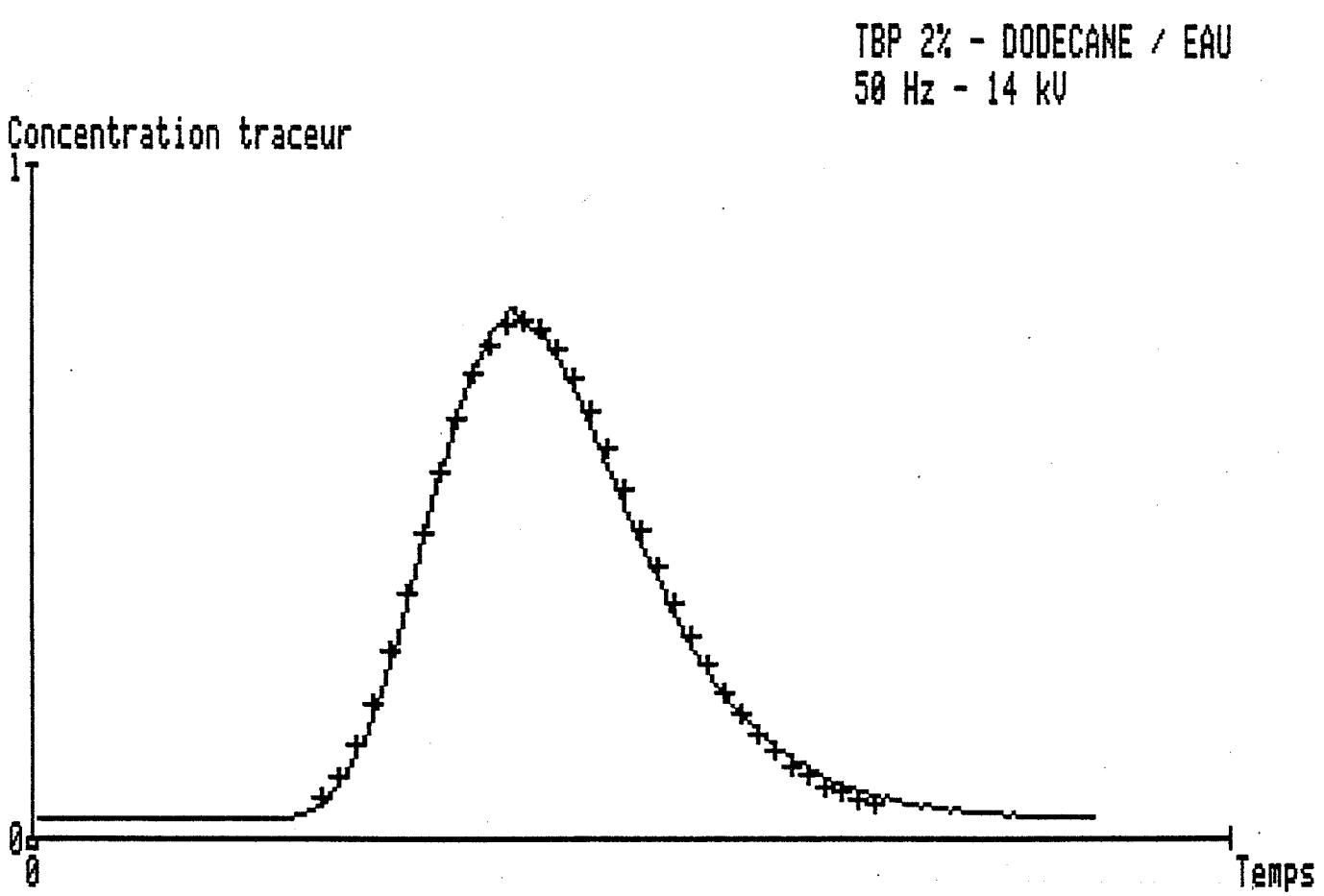


Figure VI-13 : Enregistrements de la concentration en colorant dans la phase organique à la sortie du contacteur en réponse à une injection impulsion à l'entrée, pour diverses tensions.

Des essais préalables nous ont permis de vérifier la linéarité de la chaîne de mesure pour des densités optiques comprise entre 0 et 1. La teneur adoptée pour nos expériences est d'environ 5 milligrammes par litre de phase, (tableau VI-7).

Teneur en colorant $mg.l^{-1}$	7,5	3,75	1,87	0,94
Densité optique	1,1	0,54	0,27	0,14

Tableau VI-7

Dépouillement et bilan des mesures

L'acquisition du signal en sortie est réalisée en 256 échantillonnages sur une durée comprise entre 2 et 5 minutes selon le débit des phases. La figure VI-13 reproduit les distributions obtenues pour un débit donné à quatre tensions différentes.
La courbe est ensuite analysée pour être identifiée au profil théorique le mieux ajusté. La courbe en trait discontinu calculée est en bon accord avec le tracé expérimental. Il faut cependant vérifier la cohérence du modèle en comparant le temps de séjour moyen calculé τ et la valeur directe L/U qui doivent être égaux. Nous faisons cette vérification pour l'ensemble des relevés effectués à trois débits et quatre tensions (tableau VI-8).

Tension KV / Débit spécifique aqueux $l.h^{-1}.cm^{-2}$	0	11	12,5	14	L/U
0,33	860	1160	1180	1180	1140
0,45	680	860	870	850	830
0,7	410	540	530	530	540

Tableau VI-8 : Paramètre τ (s) et L/U

Hors tension, l'accord entre les valeurs τ et L/U n'est pas très bon. Le modèle n'est pas bien adapté. En effet, pour les colonnes à pulvérisation travaillant à faible rétention, HANSON [57] souligne l'importance de la diffusion de type Taylor, remélange lié au profil de vitesse du fluide en écoulement laminaire.
En régime de dispersion par contre la modélisation est fidèle, l'écart relatif entre ces deux valeurs n'excédant pas 4 %.
Les nombres de Peclet identifiés sont donnés tableau VI-9.

Tension KV Débit spécifique aqueux $l.h^{-1}.cm^{-2}$	0	11	12,5	14
0,33	7,5	22	29	33
0,5	6,7	26	33	35
0,75	8,0	35	39	42

Tableau VI-9 : Nombre de Peclet

Hors tension la valeur de Pe obtenue est pratiquement indépendante du débit. Sous tension, le nombre de Peclet est au moins trois fois supérieur. Il croît avec elle pour atteindre environ 40 au débit le plus élevé (cf figure VI-14). Cette tendance traduit la largeur à mi-hauteur variable des distributions reproduites figure VI-13.

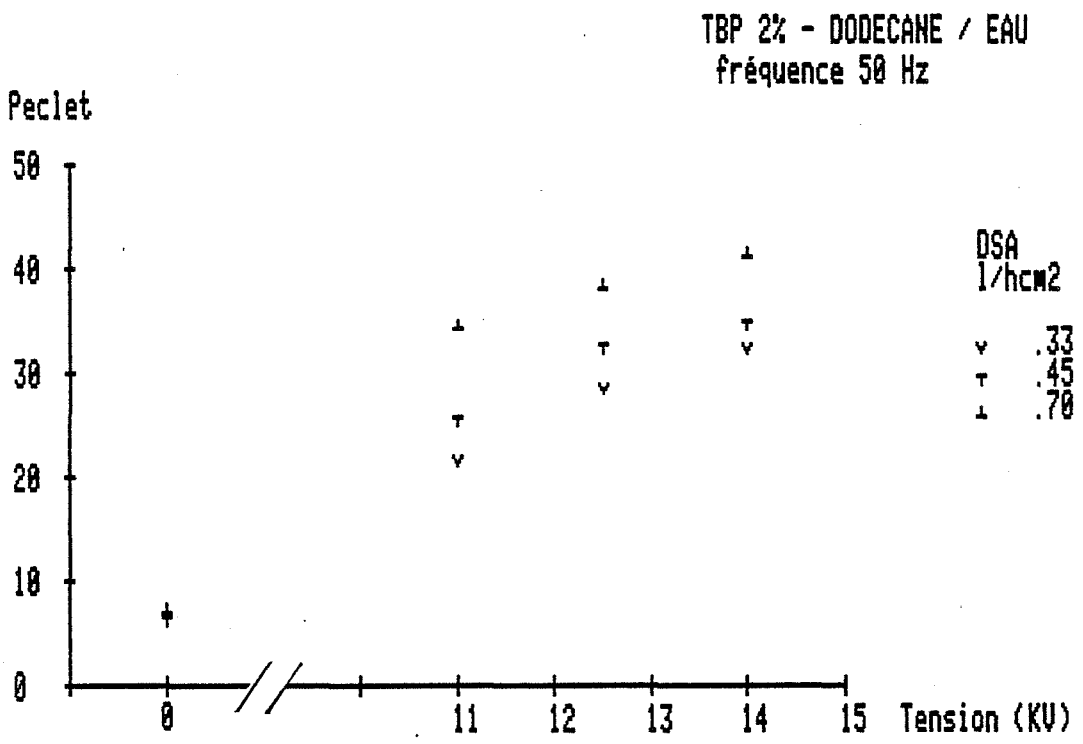


Figure VI-14 : Nombre de Peclet à divers débits en fonction de la tension

Qualitativement, l'énergie électrique n'a pas le même effet que l'énergie mécanique qui finit par augmenter le remélange dans les colonnes pulsées ou à disques tournants.
Ce résultat nous est favorable, la dispersion électrostatique apportant un gain simultané en aire interfaciale et qualité d'écoulement. Elle agit en effet dans un plan radial et n'entraîne aucune circulation axiale à l'échelle de la colonne. Par ailleurs, l'effet de sillage accompagnant la chute des gouttes est d'autant moins sensible que celles-ci cassent et coalescent rapidement.
Quantitativement, nous reviendrons sur ce résultat en analysant l'efficacité globale du contacteur pour un transfert de matière. Le modèle piston dispersion, dont nous avons montré la validité, doit nous permettre de retrouver les profils de concentration en soluté dans la colonne.

--oOo--

VII. CARACTERISATION ELECTRIQUE

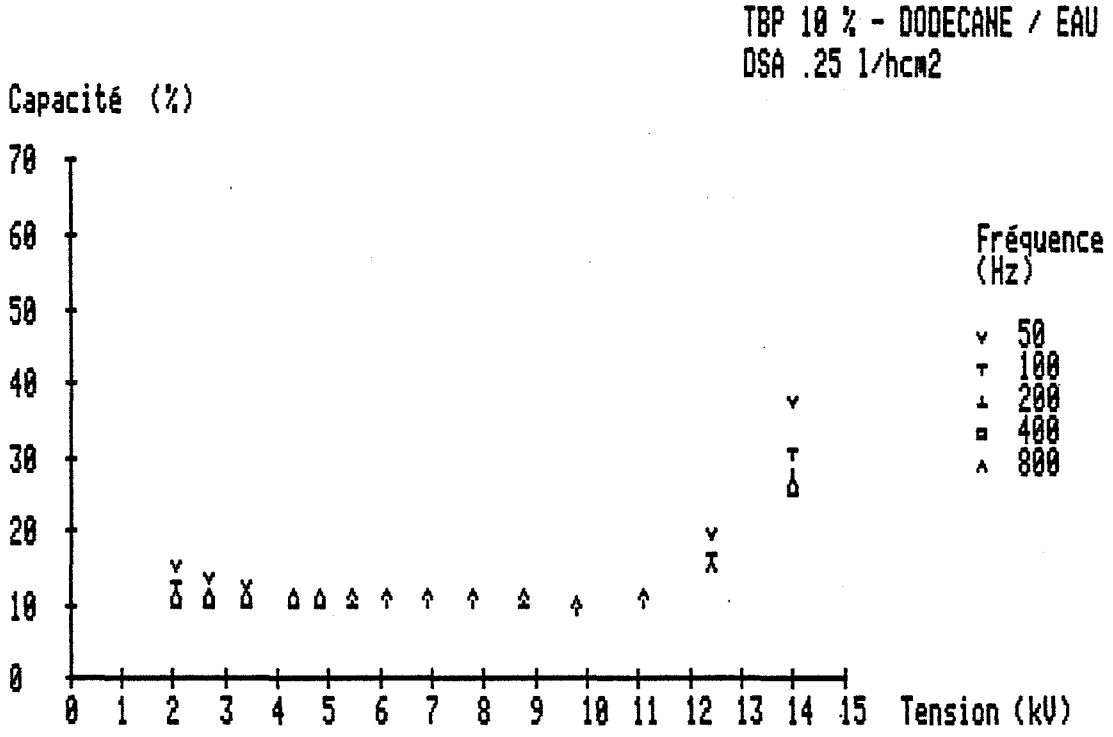
Nous détaillons dans ce chapitre les observations faites sur le signal électrique haute tension délivré au contacteur en nous intéressant à leur signification et aux applications possibles.

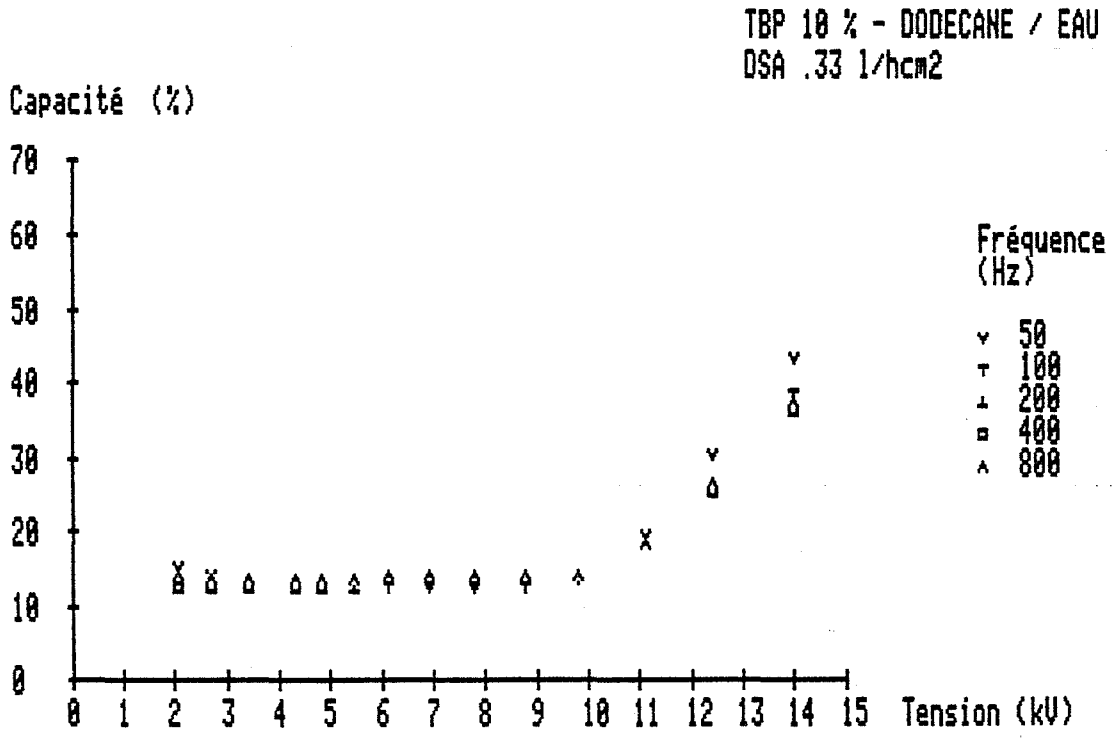
Mode opératoire

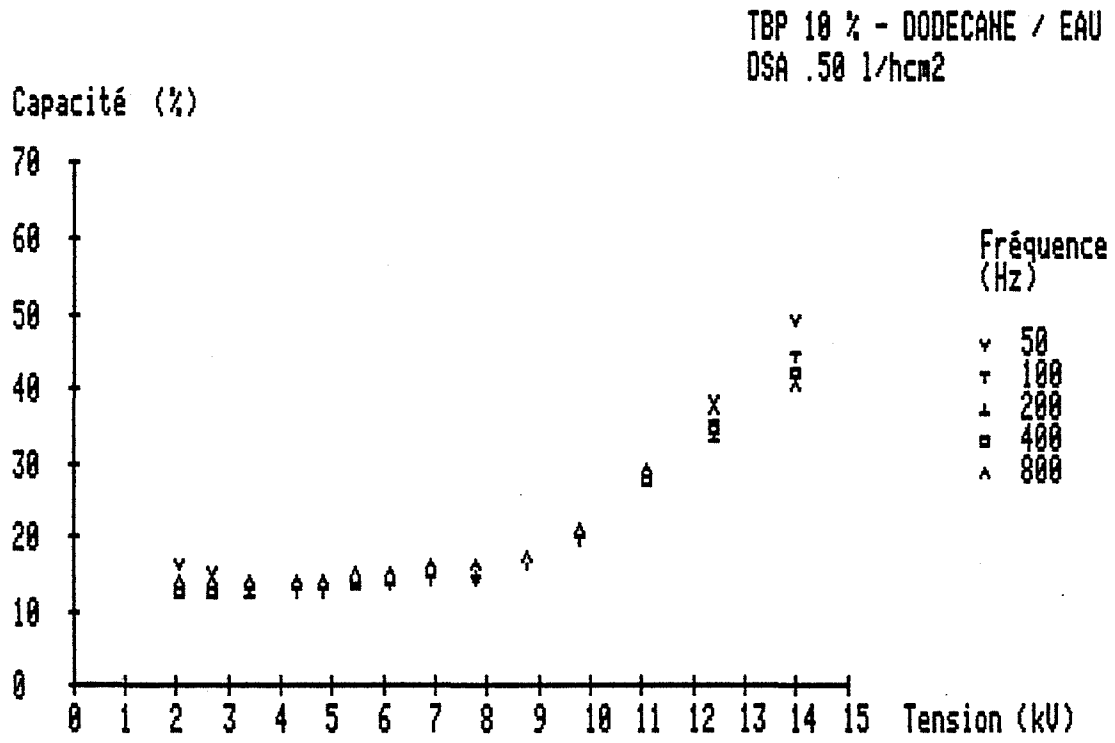
Sans reprendre la description, déjà faite, de l'équipement utilisé, nous soulignons le rôle important du système automatisé pour la conduite de nos essais.
Les signaux à acquérir sont ici très faibles - quelques millivolts pour l'intensité - et variables. Des enregistrements multiples sont nécessaires pour établir une moyenne significative et estimer l'erreur par la variance associée. Chaque valeur saisie demande ainsi une intégration coûteuse en temps. Nous devons aussi compter avec la mise en régime hydraulique du contacteur. A titre d'exemple, nous présentons plus loin l'enregistrement d'intensité transitoire suivant la mise sous tension de la colonne. Une telle courbe reproduit la moyenne de cinquante tests représentant chacun plus de trois minutes d'exécution.

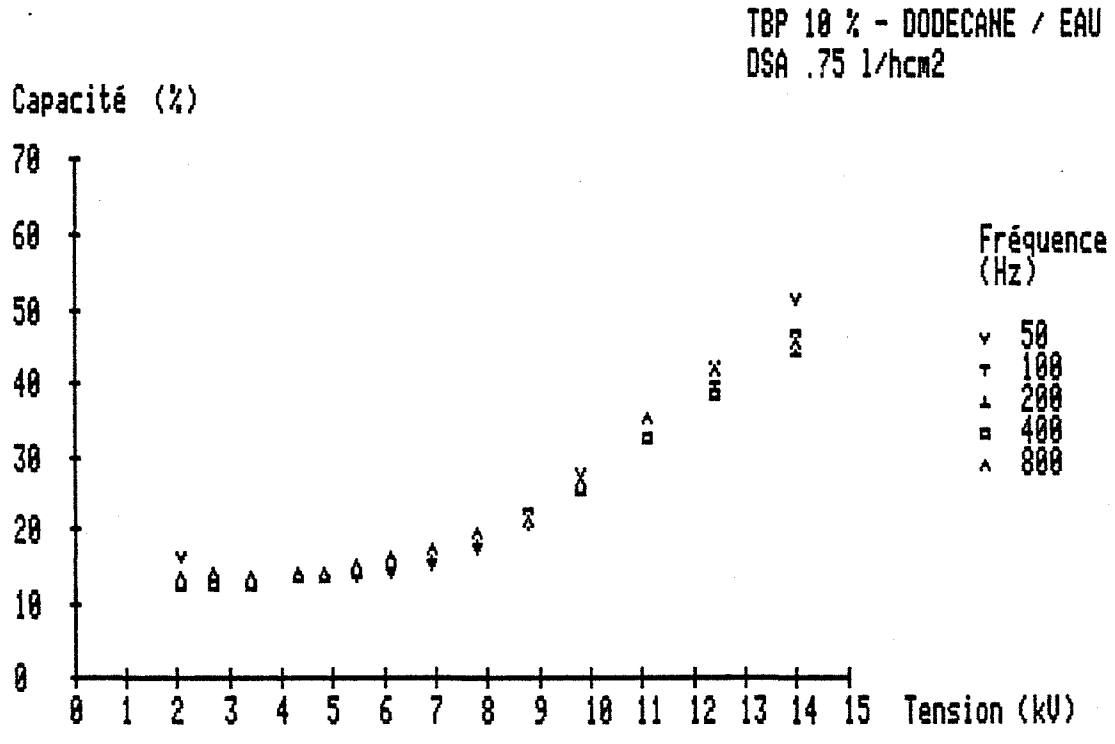
VII.1. Impédance du contacteur en régime de dispersion permanent

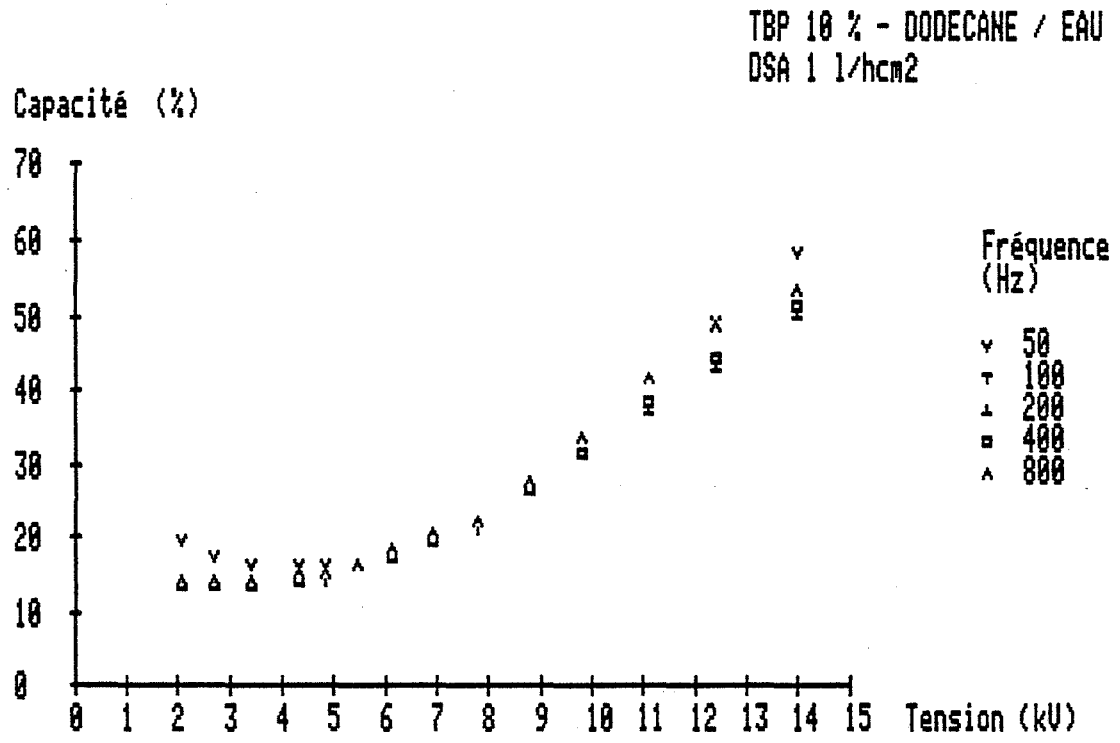
Le schéma électrique équivalent introduit figure VI-3 permet de prévoir un comportement capacitif en présence de phase dispersée. On peut ainsi assimiler le contacteur à une capacité équivalente à une fraction de l'isolation d'électrode. Cette grandeur que nous appelons capacité réduite est présentée figure VII-1 en fonction de la tension à divers débits. La bonne superposition des points obtenus entre 50 et 800 Hertz ne doit pas faire oublier que les intensités correspondantes varient de 1 à 16.
C'est ce que nous relevons dans le tableau VII-1.


TBP 10 % - DODECANE / EAU
DSA .25 l/hcm2
Capacité (%)
70
60
50
40
30
20
10
0
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Tension (kV)
Fréquence (Hz)
50
100
200
400
800


TBP 10 % - DODECANE / EAU
DSA .33 l/hcm2
Capacité (%)
70
60
50
40
30
20
10
0
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Tension (kV)
Fréquence (Hz)
50
100
200
400
800


TBP 10 % - DODECANE / EAU
DSA .50 l/hcm2
Capacité (%)
70
60
50
40
30
20
10
0
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Tension (kV)
Fréquence (Hz)
50
100
200
400
800


TBP 10 % - DODECANE / EAU
DSA .75 l/hcm2
Capacité (%)
70
60
50
40
30
20
10
0
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Tension (kV)
Fréquence (Hz)
50
100
200
400
800


TBP 10 % - DODECANE / EAU
DSA 1 l/hcm2
Capacité (%)
70
60
50
40
30
20
10
0
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Tension (kV)
Fréquence (Hz)
50
100
200
400
800

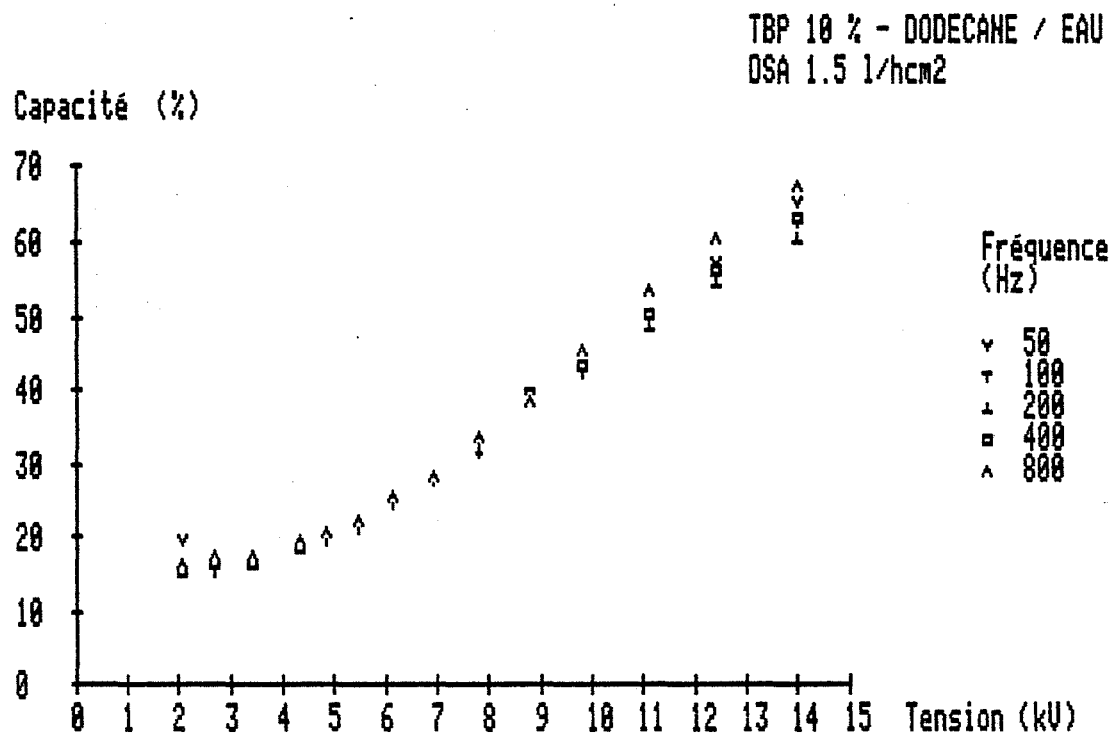

TBP 10 % - DODECANE / EAU
DSA 1.5 l/hcm2
Capacité (%)
70
60
50
40
30
20
10
0
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Tension (kV)
Fréquence (Hz)
50
100
200
400
800

Figure VII-1

Nous trouvons donc là une validation très claire de l'hypothèse formulée ci-dessus.

Fréquence (Hz)	800	400	200	100	50
Intensité (mA)	4,41	2,27	1,12	0,59	0,31

Tableau VII-1 : Intensités relevées avec le système TBP-10 % Dodécane équilibré avec de l'eau à 0,5 $l.h^{-1}.cm^{-2}$ et 14 KV.

En retenant la valeur moyenne des mesures de capacité réduite aux différentes fréquences utilisées nous obtenons à divers débits un réseau de points présenté figure VII-2. Nous mettons en évidence l'existence d'une relation sensiblement affine entre capacité et rétention. On peut ainsi concevoir une méthode d'évaluation du débit et de la rétention en temps réel sur une installation, sans contact avec les phases. Une telle application ne peut s'envisager qu'en présence de conditions physico-chimiques et thermodynamiques stables.

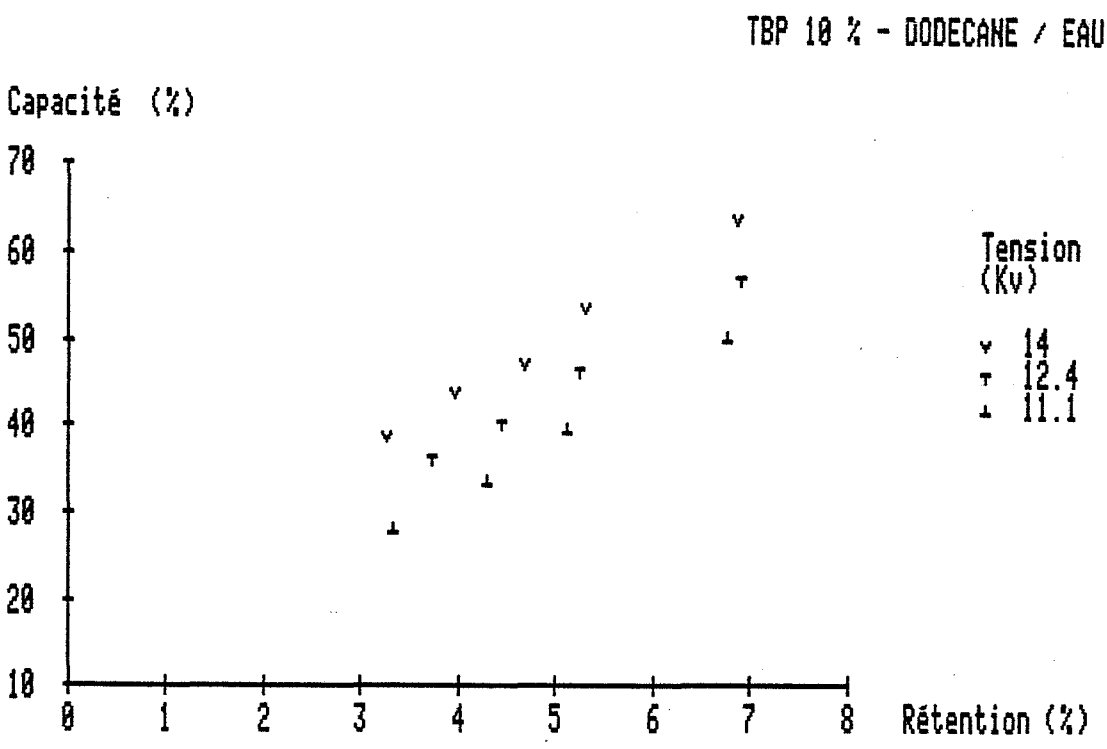


Figure VII-2

VII.2. Impédance en régime transitoire

Nous apportons ici un complément à ce qui vient d'être exposé. Nous avons en effet établi l'existence d'une relation entre capacité et rétention. La liaison n'est pas univoque. Nous le mettons en évidence par des mesures transitoires effectuées à la mise sous tension du contacteur. Un exemple en est donné figure VII-3. Le contacteur fonctionnant hors tension, les débits sont coupés et la tension appliquée immédiatement après. La durée de l'enregistrement étant de quelques secondes, il n'y a aucune variation significative du taux de rétention. Cependant, l'intensité présente une surévaluation transitoire liée au processus de dispersion apparaîssant ainsi comme consommateur de courant. Qualitativement, ceci reflète l'état du milieu diphasique autorisant le passage du courant dans le contacteur. L'impédance est donc liée de façon significative à la granulométrie de l'émulsion. Soulignons que l'on peut, par ce moyen, étudier les réactions de la colonne vis à vis des perturbations ou pendant les phases momentanées - montée en régime notamment.

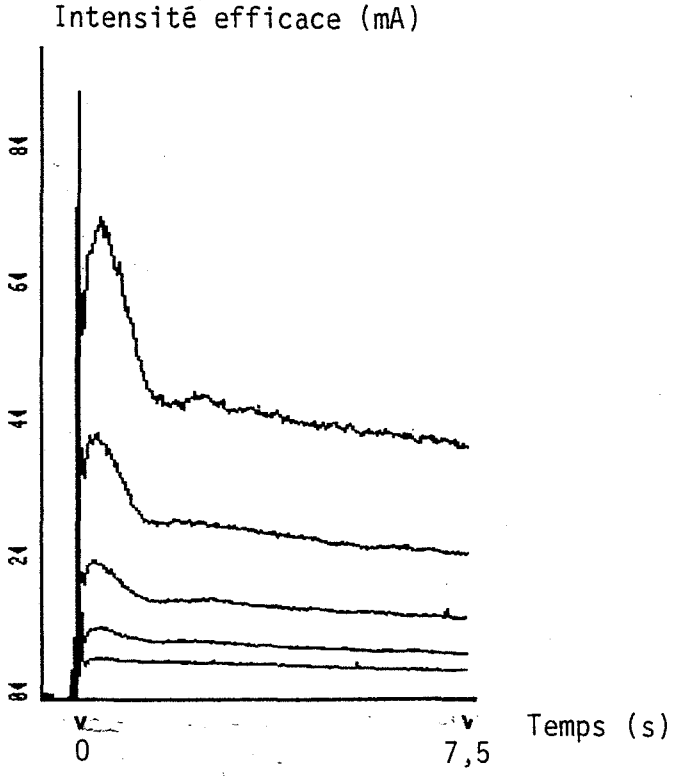


Figure VII-3

VII.3. Signaux instantanés et puissance

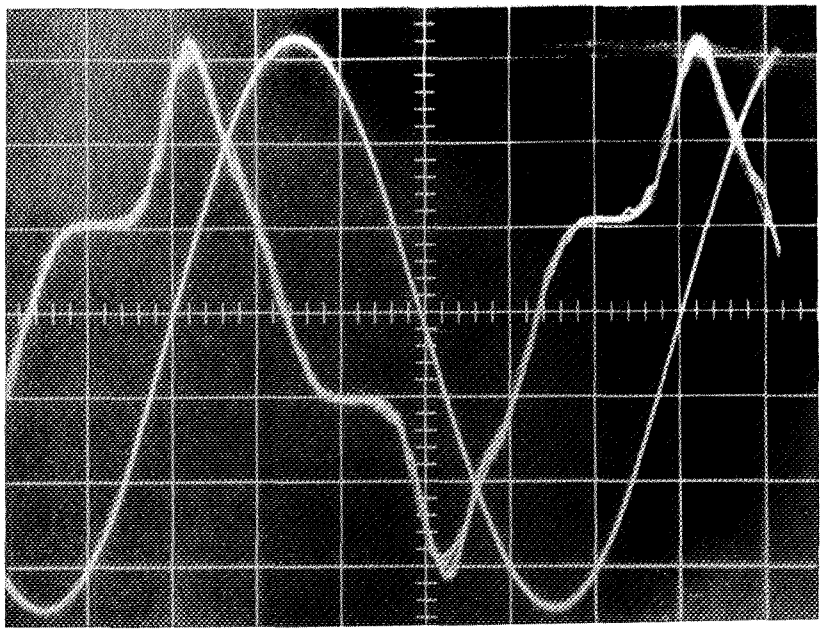
Nous n'avons jusque là considéré que les valeurs efficaces des paramètres électriques. Un examen des signaux instantanés est susceptible de fournir des informations supplémentaires. Nous donnons figure VII-4 un enregistrement des grandeurs u et i en régime établi aux fréquences 50, 100 et 200 Hz, toutes choses égales par ailleurs. Une différence sensible apparaît dans la forme du signal i. Nous avons utilisé un oscilloscope numérique (20) ainsi qu'un analyseur spectral (21) pour chiffrer ces écarts.

La décomposition en série de Fourier du signal met en évidence l'existence d'un harmonique de rang trois de valeur relative décroissante avec la fréquence. Corrélativement, le déphasage toujours proche de $\pi/2$ décroît entraînant une augmentation de la puissance réelle. Nous donnons au tableau VII-2 les valeurs qui ont été relevées en utilisant le corps de colonne en PVdF et le système de phase TBP 30 % dodécane à un débit de 0,5 $l.h^{-1}.cm^{-2}$. La capacité d'électrode avec ce matériau a été évalué et ressort à 550 pF soit 390 $pF.m^{-1}$. L'unité retenue est le kilowatt par mètre cube de réacteur.

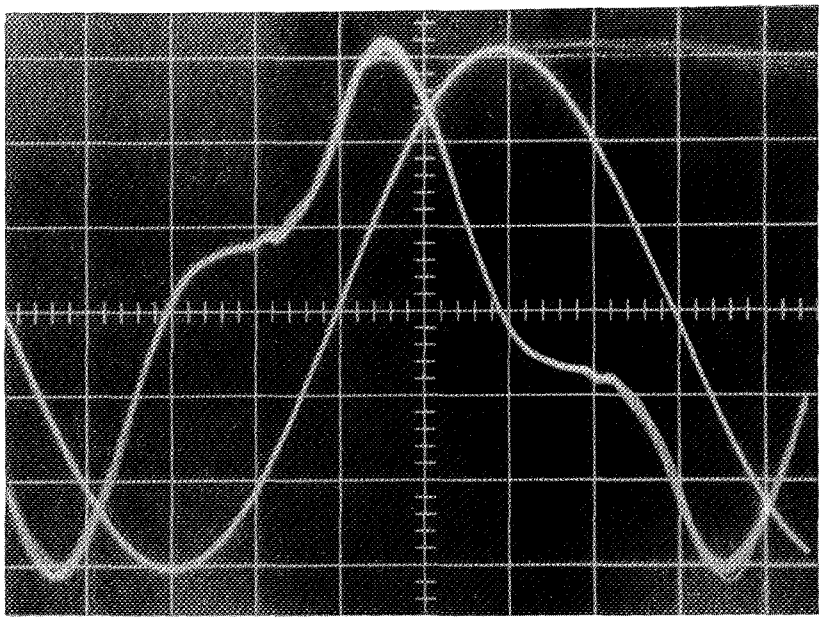
Tension 14 KV fréquence 50 Hz	Harmonique de rang 3 rapporté à la valeur efficace%	Déphasage $+\pi/2$ °	Puissance apparente $kW.m^{-3}$	Puissance réelle $kW.m^{-3}$
50	0,40	4°	21	0,77
100	0,37	7°	43	3,7
200	0,25	9°	84	12
400	0,18	10°	191	24

Tableau VII-2 : Puissance du contacteur

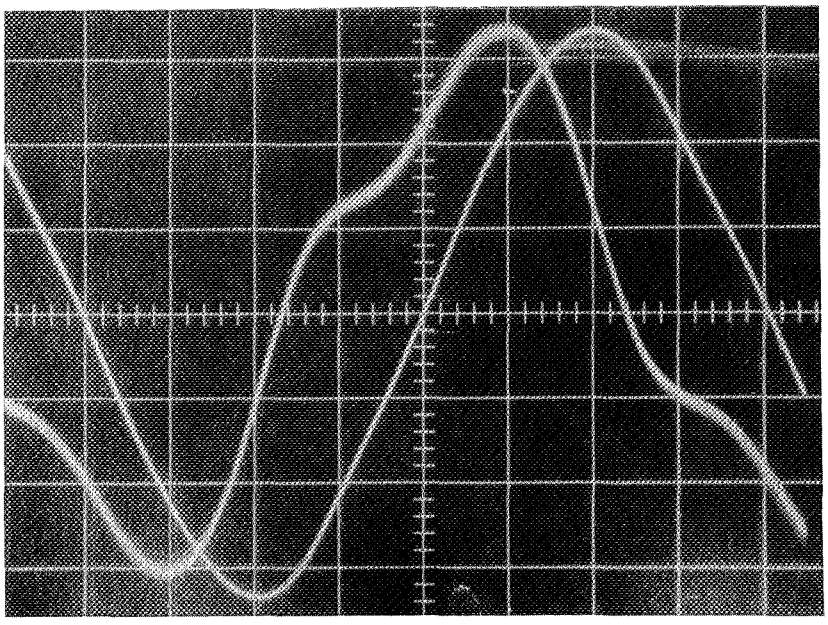
Ces données prouvent que le milieu diphasique réagit différemment aux diverses fréquences. C'est une constatation que l'on peut étayer par des observations de la colonne en fonctionnement : nous avons noté la



Fréquence 50 Hz



Fréquence 100 Hz



Fréquence 200 Hz

propension du système à générer des fines gouttelettes d'autant plus marquée aux fréquences les plus élevées. Une analyse conjointe des signaux électriques et de la granulométrie devrait éclaicir ces mécanismes mais déborde nettement du cadre de cette étude.
Nous retiendrons, pour notre part, la vérification que le contacteur fonctionnant en dispersion est assimilable à une capacité. La puissance appelée est ainsi essentiellement réactive, mais l'usage de fréquence élevée s'accompagne d'une augmentation préjudiciable de l'énergie dissipée sous forme thermique dans le milieu diphasique.

--oOo--

VIII. TRANSFERT DE MATIERE SOUS CHAMP ELECTRIQUE

Le nombre d'unité de transfert N d'un contacteur regroupe en un terme deux aspects de son aptitude à assurer l'échange : l'aire interfaciale d'une part, le coefficient de transfert de l'autre. Martin [27] les a évalués séparément. Il en déduit dans le cas le plus favorable un accroissement sous champ électrique de ces deux facteurs respectifs de 400 et 250 pour cent. Nous allons aborder ce chiffrage différemment et de la façon suivante :

- Dans un premier temps, nous considérons une goutte isolée. Nous ne provoquons pas sa rupture mais exerçons une pression électrostatique périodique au moyen d'un champ pulsé. Connaissant l'aire interfaciale, nous en déduirons ainsi l'effet d'une sollicitation ménagée sur le coefficient de transfert.
- Nous nous intéressons ensuite au contacteur proprement dit, sachant que l'efficacité mesurée englobe une variété de phénomènes indépendants - aire interfaciale, coefficients de transfert propres aux différentes phases - rupture, transport et coalescence - traversées par les gouttes.

Phases

Nous considérons ici le système ternaire TBP - 30 % Dodécane, eau - acide acétique. L'acide est dosé par titrimétrie directe en phase aqueuse et en retour, après réextraction par un excès de soude, en phase organique. La courbe de partage que nous avons déterminé pour des normalités en phase aqueuse inférieures à 0,5 N est assimilable à une droite d'équation (figure VIII-1) :

$$y = \frac{1}{m} x \quad \text{où} \quad \frac{1}{m} = 0{,}52$$

Les propriétés physico-chimiques ont également été déterminées et sont indiquées tableau VIII-1.

Mode opératoire

Pour les mesures faites sur les gouttes isolées, nous avons procédé à une extraction d'acide acétique 0,25 N. Nous travaillons ainsi avec une phase organique pratiquement neutre et dont la conductivité reste faible. Cela facilite l'interprétation puisque l'atténuation électrique dans le revêtement d'électrode n'intervient pas.
Pour le contacteur à champ électrique, c'est par contre une réextraction d'acide d'une phase organique 0,125 N que nous avons mise en oeuvre. Le transfert direct est en effet susceptible d'accélérer les phénomènes de coalescence et pénalise les performances relevées, notamment lors des tests effectués hors champ électrique.

masse volumique ρ	820 $kg.m^{-3}$
tension interfaciale γ	10 $mN.m^{-1}$
constante diélectrique ε	3,15
viscosité ν	1,7 $mPa.s^{-1}$

Tableau VIII-1

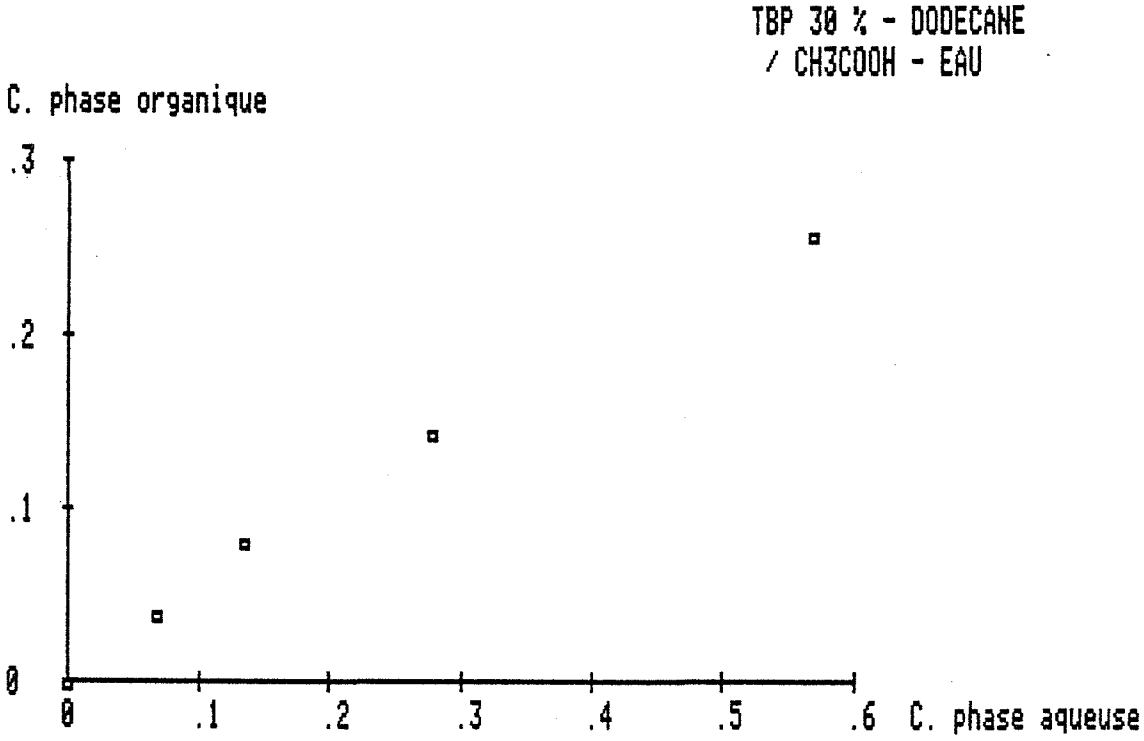


Figure VIII-1

VIII.1. Coefficient de transfert à l'interface d'une goutte isolée

Nous commençons par reprendre la description théorique du phénomène. La synthèse de VIGNES [45] sur l'hydrodynamique des dispersions montre que l'on peut classer les systèmes au moyen d'un nombre adimensionnel P.

$$P = \rho_c^2 \sigma^3 / g \Delta\rho \mu_c^4$$

Dans le cas présent sa valeur montre l'existence de deux régimes dans le mouvement de chute libre pour une goutte isolée :

- un régime intermédiaire où la vitesse suit une loi

$$V^\infty \sim d \left(1 - \frac{g \Delta\rho}{6\gamma} d^2\right)$$

- un régime d'Eotvos où la vitesse se stabilise à un niveau indépendant de la taille avec :

$$d > d_L = \left(\frac{3\gamma}{\Delta\rho g}\right)^{1/2} \quad , \quad V^\infty \simeq 1.5 \left(\frac{g \Delta\rho \gamma}{\rho_c^2}\right)^{1/4}$$

Dans ce dernier cas, les gouttes de grosse taille sont déformées et présentent un mouvement vibratoire au delà de certaines valeurs critiques des nombres de Reynolds et de Weber W.
La déformation peut être évaluée par le rapport grand axe sur petit axe si l'on assimile la goutte à un ellipsoïde avec [57] :

$$\frac{b}{a} = 1 + 0{,}09 \, (W)^{0{,}95} \quad \text{où} \quad W = \frac{w^2 d \rho}{\gamma}$$

L'étude des gouttes vibrantes par SCHROEDER et al [58] montre par ailleurs que la fréquence propre peut être évaluée par :

$$f_o = \frac{21}{2\pi} \left(\frac{\gamma_d^{0{,}23}}{(3\rho_d + 2\rho_c) d^3}\right)^{1/2}$$

LAMB [59] calcule la relaxation mécanique dont dépend l'amortissement du système et donne :

$$\tau = \rho_d d^2 / 20 \mu_d$$

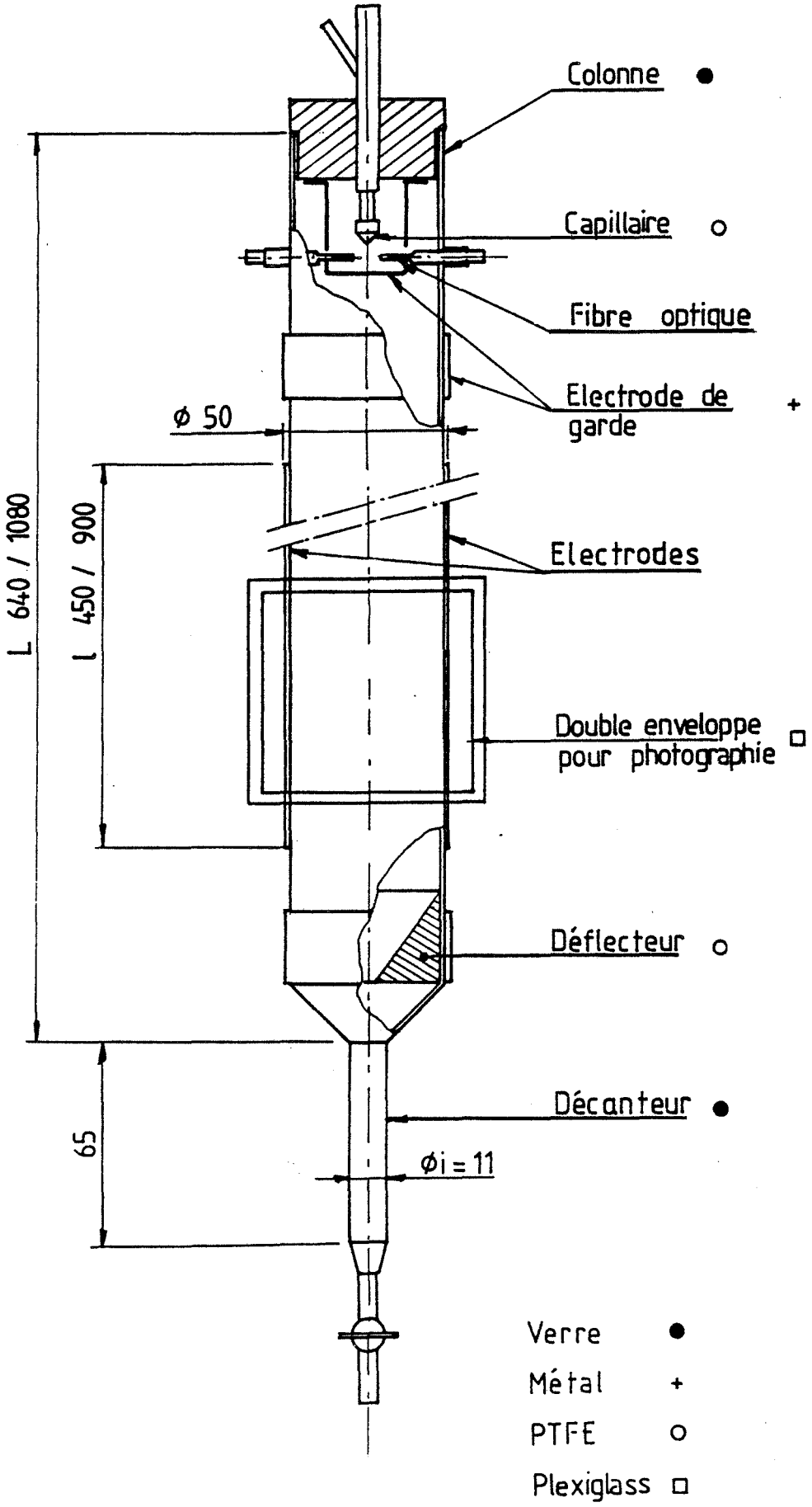


Figure VIII-2 : Colonnes pour l'expérimentation sur goutte isolée

Nous pouvons ainsi évaluer la fréquence correspondant à la résonance d'amplitude :

$$f = f_o \, (1 - 1/f_o \, \tau^{\,2})^{1/2}$$

En terme de transfert, une goutte oscillante présente, du fait de la circulation interne accrue, un coefficient de transfert K supérieur à celui que l'on peut mesurer pour une goutte de petit volume ($d < d_L$) dite rigide.

Nous choisissons donc d'évaluer le coefficient K pour des gouttes de diamètre inférieur à d_L en leur appliquant une sollicitation périodique de fréquence f au moyen du champ électrique ; le but est d'amener artificiellement ces gouttes rigides dans les conditions favorables du régime d'Eotvos.

Valeurs des paramètres et montage expérimental

Pour le système que nous avons retenu nous calculons :

$$d_L \simeq 4 \text{ mm} \quad V_L \simeq 11{,}5 \text{ cm.s}^{-1} \quad f_L \simeq 11 \text{ Hz}$$

Le montage expérimental comprend un jeu de deux colonnes en verre représenté figure VIII-2. Les gouttes sont introduites à l'extrémité d'un capillaire muni d'embout en PtFE interchangeable permettant de générer des gouttes de diamètre voulu. Une électrode de garde le soustrait à toute influence électrostatique. Cet écran franchi, la goutte traverse la hauteur utile de colonne équipée de deux électrodes externes. Elle arrive enfin au niveau d'un déflecteur la repositionnant à la verticale d'un décanteur au fond duquel elle va coalescer. Un capteur optique, placé en dessous du capillaire, détecte le passage des gouttes et transmet cette information au micro-ordinateur qui édite en fin d'expérience les tailles de gouttes et chiffre la valeur d_{32} du diamètre de Sauter associé. Une bonne régularité du débit étant évidemment nécessaire, nous avons utilisé une pompe doseuse à galets (18).

Le champ électrique appliqué sera alternatif pulsé. Nous renvoyons à l'annexe C où l'on représente l'allure de ce signal. La fréquence porteuse de 400 Hz est découpée par un signal pilote de fréquence accordable entre 0,5 et 50 Hertz adaptée à la sollicitation recher-

chée. Cette solution est imposée par le choix d'une technologie d'électrodes isolées par un revêtement diélectrique.
KOMOTORI et al [24] ayant mis en oeuvre une telle expérience pour le transfert de chaleur ont utilisé des électrodes nues et une tension continue pulsée. Dans ces conditions cependant ils se sont heurtés à deux limitations : les gouttes les plus fines très sensibles à l'électrophorèse sont rapidement incontrôlables et sont projetées contre les électrodes. Par ailleurs, la fréquence de l'alimentation qu'ils utilisent ne dépasse pas quelques Hertz.
Rappelons la détermination du coefficient de transfert K. Le transfert de matière pour un soluté à la concentration c dans une phase organique dont la concentration à l'équilibre est c* est décrit par :

$$\frac{1}{6}\,\pi d^3 \cdot \frac{dc}{dt} = K\,\pi d^2\,(c - c^*)$$

soit en admettant que la phase organique est neutre c* = 0,

$$\text{Log}\,\frac{c_i}{c_f} = \frac{6K}{d}\,t$$

où c_i c_f désignent les concentrations au début et au terme du parcours effectué par la goutte à l'exclusion des effets de bords. Pour s'affranchir de ceux-ci, on opère avec deux longueurs de colonne selon un même mode opératoire. Le rapport des concentrations finales c_1 et c_2 ainsi que l'écart des temps de parcours Δt permettent alors d'accéder directement à la valeur de K :

$$\text{Log}\,\frac{c_1}{c_2} = \frac{6K}{d}\,t$$

Résultats obtenus

Nous avons reporté au tableau VIII-2 les mesures que nous avons effectuées.
La déformation que nous avons calculée avec et sans champ (annexe I) modifie la surface spécifique. L'écart relatif à la surface d'une sphère de même volume n'est cependant supérieur à 3 % dans aucun cas.

Certaines tendances ont pu être dégagées.
Au delà d'une certaine tension - nombre de Weber d'environ 0,2 - il n'y a pratiquement plus aucun gain en efficacité.
Nous relevons également une insensibilité des performances à la fréquence utilisée dans un domaine d'au moins - 50 à + 200 % de la fréquence de résonance d'amplitude.
Le résultat essentiel concerne la comparaison des coefficients avec et hors tension. Nous l'illustrons figure VIII-3. Pour les gouttes les plus fines, l'application du champ apporte un gain de 100 %. Cette marge diminue au fur et à mesure que le diamètre augmente pour ne plus atteindre que 10 % environ à la limite supérieure du régime intermédiaire.
Ces éléments permettent de penser que d'autres processus en dehors du gain en surface interfaciale interviennent de façon prédominante dans l'efficacité du contacteur. Il apparaît que les phases de rupture-coalescence très renouvelées dans ce type d'échangeur justifient un apport significatif qui demanderait à être mieux appréhendé.

Diamètre mm	Vitesse de chute $cm.s^{-1}$	Coefficient hors champ / sous champ 10^{-5} $m.s^{-1}$	
3,8	12	3,0	3,4
3,1	12	2,4	3,5
2,2	10	1,7	2,5
1,7	7	1,0	2

Tableau VIII-2 : Coefficient de transfert hors champ et sous champ (le nombre de Weber électrostatique est dans tous les cas de 0,1)

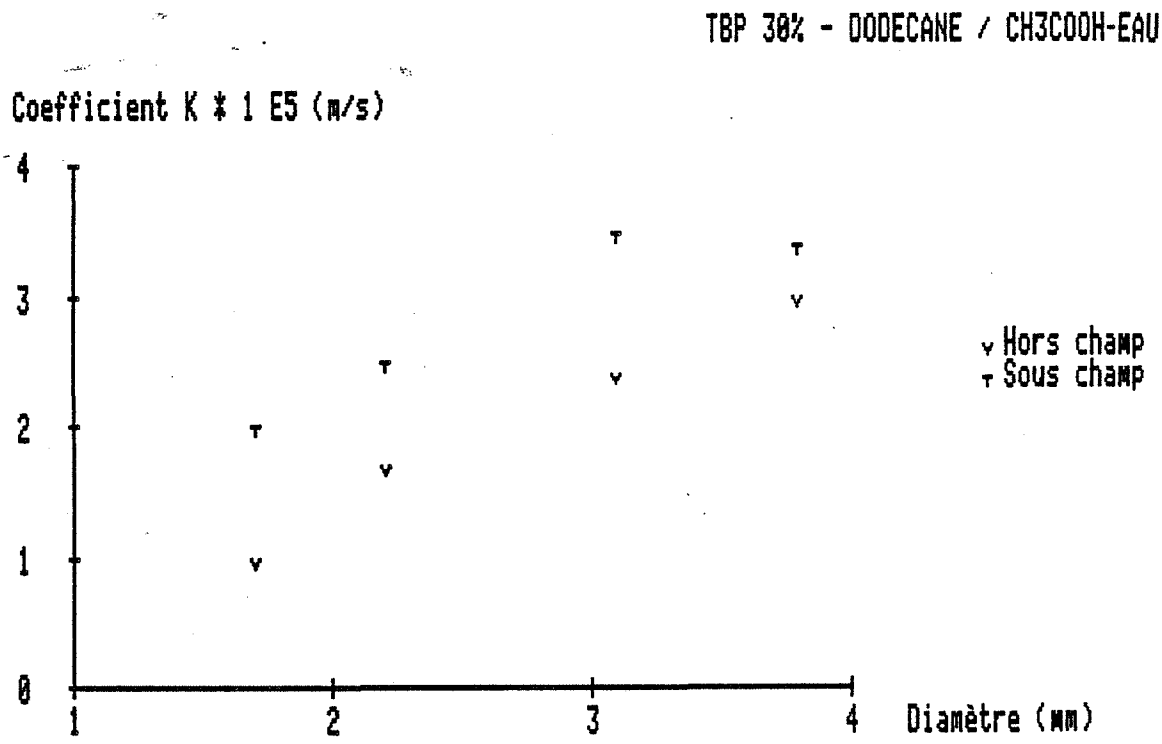


Figure VIII-3 : Coefficient de transfert pour une goutte isolée

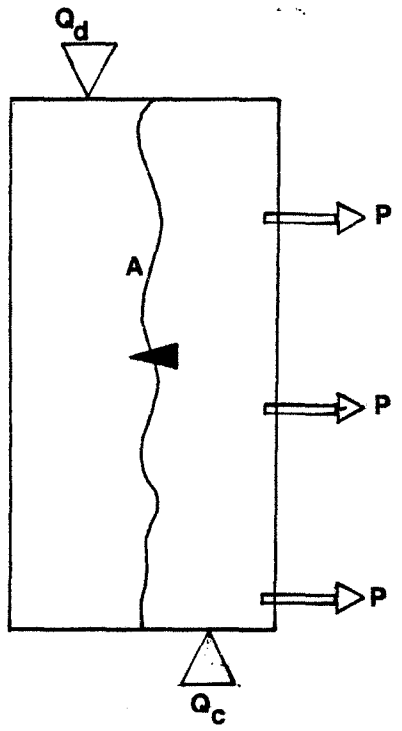
VIII.2. Performances du contacteur à champ électrique

Nous nous intéressons maintenant à l'efficacité globale du contacteur. Nous nous appuierons sur le résultat acquis au chapitre VI-2 : la phase dispersée est en écoulement piston ; la phase continue par ailleurs suit une loi piston dispersif. Nous pouvons, dans ces conditions, calculer le profil de la concentration d'un soluté le long de la colonne au cours d'une opération de transfert.
Nous regroupons sur le schéma ci-après les notations retenues.

L hauteur de la colonne
Q_c débit de la phase organique
Q_d débit de phase aqueuse
A aire interfaciale spécifique
Ω section de colonne

axe z repéré de haut en bas

P Prise-échantillon



Dans le calcul détaillé annexe G apparaissent trois grandeurs sans dimensions :

- Le facteur d'extraction $r = \frac{Q_c}{mQ_d}$. Il détermine la droite opératoire et par conséquent les concentrations extrêmes en sortie que l'on atteint dans un échangeur parfait à entrées données. Par raison de symétrie nous l'ajustons au mieux à la valeur 1. Le débit de phase organique sera ainsi pratiquement double du débit aqueux.

- Le nombre d'unité de transfert dont nous avons déjà précisé la signification :

$$N_C = \frac{K_C \mathbf{A} L \Omega}{Q_C}$$

ou $$N_D = r\, N_C = \frac{K_D \mathbf{A} L \Omega}{Q_D}$$

dans le cas où $r = 1$, ces nombres prennent une valeur commune N.

- Le nombre de Peclet caractérisant le remélange en phase organique :

$$Pe = \frac{Q_c L}{\Omega D}$$

Nous pourrons calculer les valeurs de N et Pe par identification des profils de concentration relevés dans la colonne en service.

Montage et mode opératoire

Pour mener à bien ces essais, nous avons utilisé le corps de colonne en PVdF capable de résister aux phases utilisées. La constante diélectrique élevée de ce matériau ($\varepsilon \simeq 8$), ainsi que la faible épaisseur des parois de 2,4 millimètres sont telles que l'atténuation du champ électrique est ici indépendante de la fréquence, même pour la phase la plus conductrice que nous avons à considérer. Nous donnons ci après la valeur indicative de la fréquence de coupure qui est très basse :

phase organique 0,125 N	$\lambda = 8.10^{-9}\ \Omega^{-1}.m^{-1}$
capacité linéique du revêtement d'électrode	$C_p = 390\ pF.m^{-1}$
Fréquence	$f_c < 5\ Hz$

Dans sa partie active la colonne est pourvue d'un ensemble de deux fois trois piquages destinés à prélever des échantillons de chaque phases. Les côtes relatives à la hauteur totale sont respectivement de 0,96, 0,6, 0,28. Le premier est situé très près de l'entrée de phase continue afin de mieux évaluer le saut de concentration caractérisant le remélange.

Le débit total de prélèvement n'excède pas 5 % du débit circulant dans le contacteur. Des essais préalables nous ont conduit à abandonner l'échantillonnage de la phase dispersée. L'utilisation de capillaires hydrophiles permet au mieux de récupérer un mélange diphasique comprenant une fraction égale à la rétention en phase lourde. Cet extrait est ainsi inexploitable, les concentrations évoluant vers l'équilibre après le prélèvement.

Pour ce qui est de la phase organique en revanche, le prélèvement quasi-monophasique ne présente pas de difficulté. Le mode opératoire

retenu est le suivant :. la mise en régime permanent du contacteur est supposée ne pas dépasser deux temps de séjour. Les prélèvements sont alors effectués à débit modéré et constant sur une période voisine de deux temps de séjour de façon à récupérer le volume minimum nécessaire à nos analyses. L'on procède enfin à la prise d'échantillons aux sorties de l'appareil. Les débits sont par ailleurs contrôlés par pesée.

Nous déterminons ensuite six titres d'acidité, vérifions le bilan matière et procédons à l'identification des paramètres N et Pe. Le coefficient r est toujours voisin de 1, mais est néanmoins réévalué en tenant compte des mesures de débit.

Un exemple de bilan donné par cette procédure est fourni tableau VIII-3.

Débit aqueux théorique	: 0,5 $l.h^{-1}.cm^{-2}$
Tension appliquée	: 14 KV
Acidité de la phase organique	: 0,13 N
Débit de la phase organique	: 8,9 $l.h^{-1}$
Débit de phase aqueuse	: 4,4 $l.h^{-1}$
Soit un facteur d'extraction	: r = 0.95
Relevés des concentrations	:
Sortie phase aqueuse	: 0,227 N
Profil de la phase organique	:
z = 0,96	: 0,126 N
0,6	: 0,097 N
0,28	: 0,064 N
Bilan $2\,\frac{\Delta\phi_o - \Delta\phi_A}{\Delta\phi_o + \Delta\phi_A}$	: - 7 %
d'où la valeur corrigée	: r' = 0,93

Tableau VIII-3 : Exemple de relevé pour une réextraction

Résultats

Nous donnons tableau VIII-4 les valeurs relevées pour deux débits spécifiques Q_d/Ω , la colonne fonctionnant hors tension. Un exemple de profil identifié est présenté figure VIII-4. On observe à l'entrée

un saut de concentration important caractéristique du remélange. De faibles valeurs du nombre de Peclet sont ainsi évaluées. De même le nombre d'unité de transfert est peu élevé. Le contacteur dans ces conditions n'assure qu'une efficacité comprise entre 30 et 40 %.

Débit spécifique aqueux $l.h^{-1}.cm^{-2}$	N	Pe
0,5	1	14
1	1	5

Tableau VIII-4

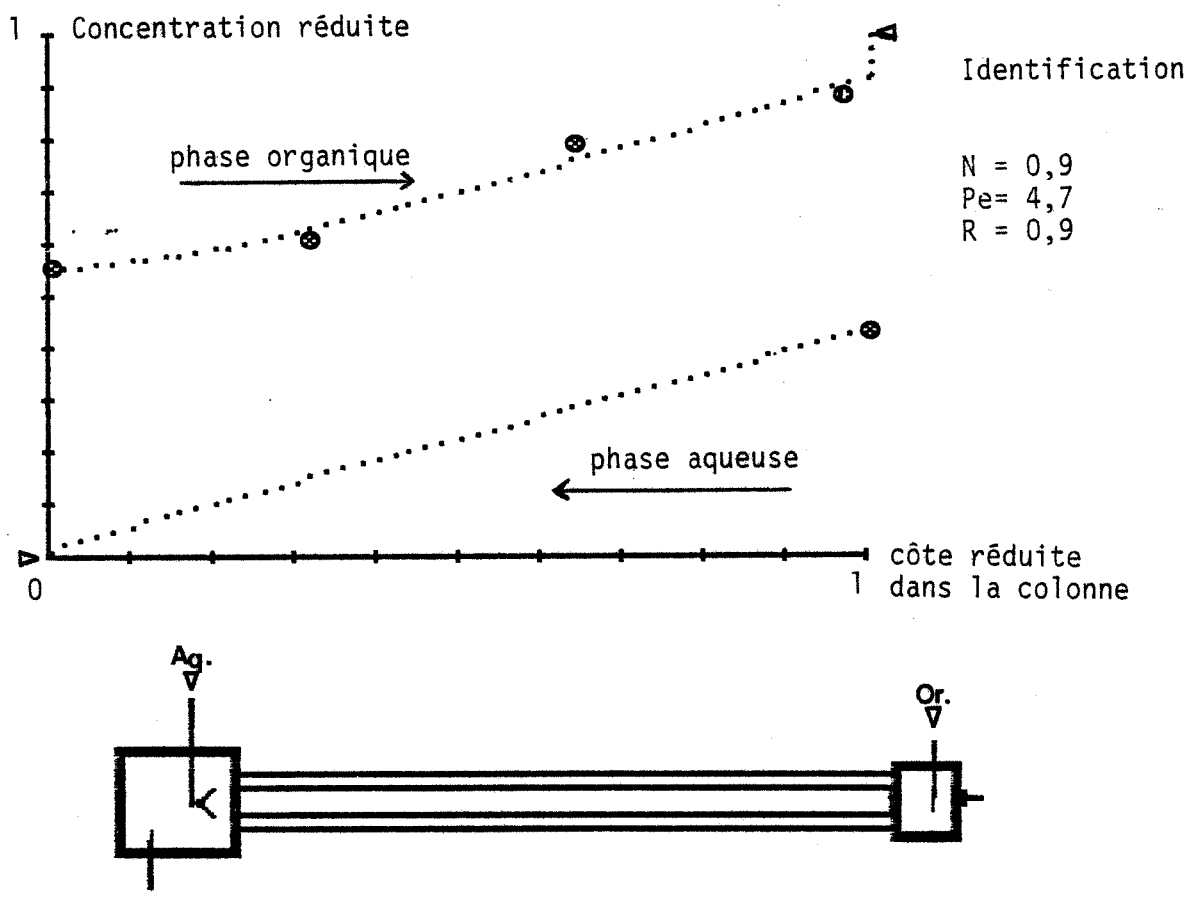


Figure VIII-4 : Profil des concentrations réduites dans la colonne

Effet de la fréquence

Nous avons procédé à des mesures d'efficacité en dispersion électrostatique sous 14 KV à trois fréquences 50, 100 et 200 Hz. A cette dernière valeur, un échauffement sensible d'environ 2°C atteste la dissipation d'une puissance active d'environ 15 W dans le contacteur, ce qui constitue une limite à ne pas dépasser. Les relevés de la rétention ne montrent aucune différence sensible, l'atténuation n'intervenant pas ici comme nous l'avons déjà montré.
L'ensemble des identifications réalisées sur les profils de concentration de la colonne soumise au champ électrique aboutissent à des valeurs de Peclet très élevées. L'écoulement de la phase organique est pratiquement piston. En définitive, l'efficacité ne sera plus fonction que d'un facteur : le nombre d'unité de transfert N. C'est une tendance que nous avions noté dans l'étude hydrodynamique. Elle se confirme ici de façon spectaculaire. Le tableau VIII-5 regroupe les résultats de ce test effectué à 14 KV pour un débit total de 1,5 $l.h^{-1}.cm^{-2}$.

Fréquence Hz	50	100	200
N	5,2	6,3	8,9
β %	4,3	4,5	4,5

Tableau VIII- 5 : NUT et rétention à 14 KV

Entre 50 et 200 Hz, le nombre d'unité de transfert augmente de 70 %. La rétention étant constante, on ne peut attribuer ceci à une augmentation d'aire spécifique d'échange. C'est donc la rapidité des ruptures et coalescences successives des gouttelettes qui justifie ce gain.

Effet de la tension

Le tableau VIII-6 regroupe les valeurs relevées pour deux débits et quatre tensions de dispersion. La fréquence est fixée à 100 Hz.

Débit spécifique aqueux $l.h^{-1} cm^{-2}$	tension kV 11	12,5	14	16
0,5	5,1	6,5	7	8,7
1	3,1	3,2	3,5	3,7

Tableau VIII-6 : Nombre d'unité de transfert en régime de dispersion électrostatique

L'efficacité du contacteur, avec près de 9 unités de transfert, est supérieure à 90 %. On peut évaluer le temps d'étage, rapport de la hauteur d'unité au débit spécifique total. Le calcul pour les deux débits testés conduit à une valeur commune d'environ 40 secondes. Ainsi, il est illusoire de vouloir augmenter la capacité d'une telle colonne en augmentant le débit de passage.
Ceci importe pour déterminer une extrapolation. On peut en effet préférer l'installation d'une colonne unique de hauteur H à deux colonnes juxtaposées de hauteur H/2.

Nous retenons de ce chapitre les informations suivantes :
En utilisant comme outil d'investigation le champ électrique pulsé nous avons montré une augmentation d'au mieux 100 % du coefficient de transfert pour les gouttes rigides isolées. Aux fréquences utilisables dans le contacteur à champ électrique, ce mécanisme n'affecte que les gouttes très fines, soit une fraction volumique minime de la phase dispersée. Il est donc marginal.
Au niveau du contacteur nous confirmons l'effet très positif de limitation du remélange par action du champ électrique. La phase organique est en écoulement piston.
Les essais réalisés à fréquence variable révèlent un gain potentiel de 70 %, ce à rétention constante. Nous attribuons ceci à l'influence, déterminante sur le coefficient de transfert, de la dynamique de rupture-coalescence en phase dispersée.
L'efficacité atteinte est tout à fait correcte, et nous chiffrons un temps d'étage, à peu près identique aux débits spécifiques de 1,5 et 3 $l.h^{-1}.cm^{-2}$, égal à 40 secondes.

--oOo--

IX. CONCLUSION

Nous avons développé un outil constitué par le contacteur à électrodes externes, un générateur de tension à fréquence variable et un banc d'essais automatisé. Nous l'avons exploité pour en retirer les éléments suivants sous l'angle.

- Technologie :

  L'usage de phase de conductivité élevée s'accompagne d'une atténuation du champ utile dans le revêtement d'électrode que nous pouvons chiffrer. Ceci conditionne le choix de l'épaisseur et du matériau constituant la paroi de colonne.

  Le nombre de Weber électrostatique est le facteur d'échelle déterminant le niveau de champ électrique utile requis pour assurer une bonne qualité de dispersion. Cet aspect définit l'écartement maximal des électrodes, soit pour le contacteur ici présenté la section de la colonne.

- Contrôle :

  Le suivi de l'impédance du contacteur autorise le contrôle continu de la rétention en phase dispersée.

- Hydrodynamique :

  La dispersion sous champ électrique minimise le remélange axial.

- Transfert de matière :

  En dehors de l'effet sus-mentionné, l'efficacité du contacteur est en grande partie attribuable à l'intensité des cycles de rupture-coalescence affectant la phase dispersée.

Nous avons ainsi dégagé les principales règles de constitution et de fonctionnement de ce type d'appareillage. Nous pensons qu'un effort reste à faire pour mieux appréhender le mécanisme élémentaire de la rupture sous champ électrique. Il est en effet souhaitable de minimiser le nombre de ruptures disymétriques ainsi que la génération de fines gouttelettes que nous voyons apparaître notamment aux fréquences élevées. Ce travail devrait reposer sur l'analyse conjointe d'images et des intensités instantanées.

--oOo--

ANNEXE A : APPAREILLAGES ET ACCESSOIRES

APPAREILLAGES PRINCIPAUX	ACCESSOIRES
(1) Microordinateur APPLE IIe	
(2)	Carte liaison IEEE 488 APPLE
(3)	Carte liaison RS232C ERIM
(4)	Carte entrée sortie U/AD UMICROCOMPUTERS LTD
(5) Générateur ENERTEC 4416/2	
(6) Amplificateur DYNACORD PAA 1200	
(7) Transformateur CECLA 36188	
(8) Sonde de tension TEKTRONIX P6015	
(9) Voltmètre ENERTEC 7150	
(10) Sonde de courant PEARSON 110-150	
(11)	Ampli d'instrumentation EG-G BROOKDEAL 5004
(12) Voltmètre synchrone HP-3456 A	
(13) Impédancemètre TACUSSEL	
(14)	Cellule FERRISOL
(15)	Electrovannes : SKINNER HONEYWELL V50H06 1103 - FLUOROCARBON DV3-122 D2
(16) Pompe MILROYAL-DOSAPRO SMRD	
(17) Balance METTLER PE 3000	
(18) Pompe Peristaltique ISMATEC	
(19) Colorimètre HERRMAN MORITZ TELEPHOT 2122 I	
(20) Oscilloscope numérique TEKTRONIX 7854	
(21) Analyseur SPECTRAL DYNAMIC III SD 345	

ANNEXE A : APPAREILLAGES ET ACCESSOIRES

APPAREILLAGES PRINCIPAUX	ACCESSOIRES
(22)	Capacité HT 250/2000 pF LCC
(23) Electromètre KEITHLEY 616	
(24) Multimètre FLUKE 8060 A	
(25) Générateur HT BRANDENBURG 2807 RD	
(26) Appareil photographique NIKON FG	
(27) Flash TTL NIKON SB200	
(28) Objectif PK3 + 100 mm F 2,8 NIKON	

ANNEXE B : BOITIER DE COMMANDE

Le Bus de liaison autorisant la communication avec les modules du boîtier de commande est issu d'un circuit PIA MC 6821.

Le côté ouvert à la périphérie comprend deux ports bi-directionnels PA et PB ainsi que 4 lignes de dialogue. La configuration suivante a été retenue :

- Le port PA véhicule huit lignes de donnée en lecture ou écriture.
- Les six lignes basses PBØ-PB5 du port B sont des sorties d'adressage décodées pour fournir un espace de 4 x 16 octets, soit une capacité de 256 états logiques.
- Les accès à PA et PB sont effectués par handshake sous contrôle des lignes de dialogue CA2 CB2 - signaux DATA READY/DATA TAKEN.
- Les lignes CA1 et CB1 sont deux entrées à l'écoute des requêtes d'interruption à quatre niveaux issues de la périphérie - signal DATA VALID.
- Les lignes PB6 PB7 sont réservées aux fonctions spécifiques horloge et compteur du PIA.

Cette configuration de même que l'ensemble des échanges effectués sont codés sous la forme de routines en langage assembleur 6502 appelées par le programme BASIC.

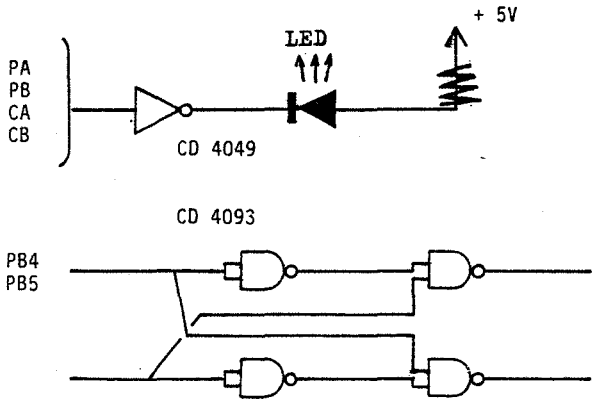
Le Bus précédemment décrit est distribué sur un châssis dans lequel viennent se connecter les modules adaptés aux différents besoins de communication. Ceux-ci sont constitués d'une carte assemblée à un élément de façade supportant les interrupteurs voyants et embases requis.

Module alimentation

C'est un module très simple assurant la fourniture à l'ensemble du boîtier des tensions de + 5 + 12 et - 5 volt continu et 24 volt alternatif 50 Hz commutés par un relais commun de mise en/hors service.

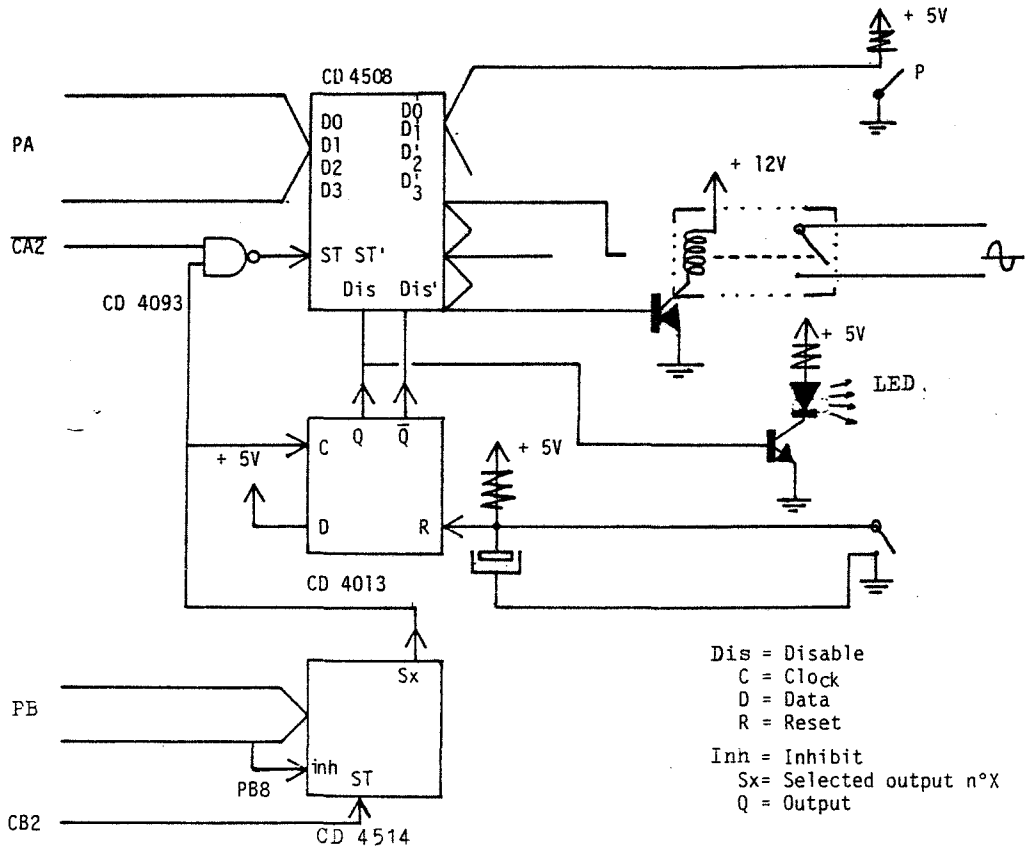
Module visualisation

Ce module est, comme le précédent, un élément de "mise en service" assurant la connection du bus au châssis, le cablage étant lui même amené par la façade avant et relié par "Wrapping" au niveau de la carte. Cette implantation permet donc l'utilisation parallèle ou optionnelle de plusieurs boîtiers distincts.
Un décodage partiel des lignes PB4 et PB5 est effectué au moyen d'un circuit CD 4093. Par ailleurs l'affichage grâce à un jeu de LED frontales alimentées par quatre buffers CD 4049 facilite les tests de mise au point ou de maintenance.



Module sorties

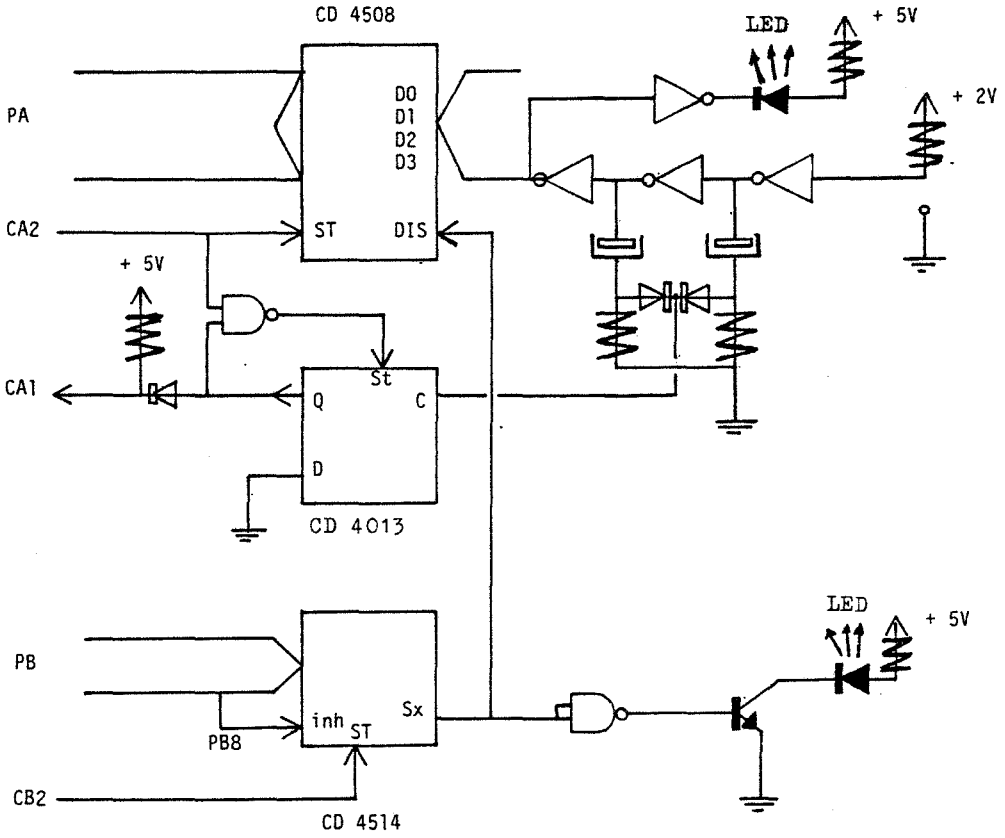
La carte supporte quatre relais commutant une tension de 24 volts alternatif capable d'actionner les électrovannes et les pompes.
Le circuit CD 4508 est un double échantillonneur bloqueur sur quatre voies. Les sorties sont superposées deux à deux l'un des groupes présentant un état haute impédance selon la sélection complémentaire effectuée par les signaux Q $\bar{Q}$ issus du monostable CD 4013.
Les sorties manuelles sont actives à l'initialisation. Elles reflètent la configuration affichée par l'opérateur à l'aide des interrupteurs montés en façade. L'ordinateur prend le contrôle en sélectionnant l'adresse sur le port PB reconnue par le décodeur 4-16 CD 4514, lorsqu'une des lignes PB8 ou PB9 l'y autorise (décodage 2 x 16). La bascule CD 4013 permute alors l'état des sorties Q et $\bar{Q}$ ce qui active à leur tour les sorties programmées du CD 4508. Ce dernier échantillonne alors sur l'ordre $\overline{CA2}$ transmis via une des portes du CD4093 quatre des lignes du port de donnée PA.
La reprise en manuel est possible à tout moment par initialisation du circuit CD 4013 au moyen d'un contact fugitif placé en façade.



Module entrées

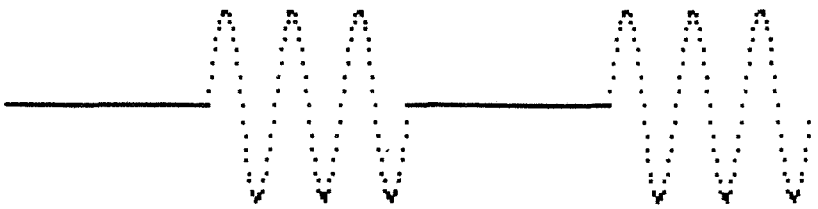
La carte prend en compte quatre entrées TTL dont deux sont de type haute impédance les deux autres étant de type collecteur ouvert. Toute transition sur une d'elles déclenche un signal sur la ligne d'interruption CA1. Le transfert peut donc se produire sur initiative de la périphérie.

Quatre buffers CD 4049 traitent les signaux d'entrée. Ils fournissent une impulsion positive à une bascule CD 4013 donnant un état d'alarme sur la ligne CA1. L'adressage effectué par l'ordinateur est reconnu encore par le décodeur CD 4514, cf module sorties. Celui-ci autorise l'accès de l'échantillonneur CD 4508 sur le port PA où les données périphériques se trouvent écrites. La lecture par l'ordinateur est accompagnée d'une impulsion CA2 parvenant via une porte du CD 4093 à la seule carte consultée pour désarmer CA1. Néanmoins d'autres cartes ayant émis une demande d'accès entre temps peuvent maintenir cette ligne au même niveau actif.



"Option alimentation pulsée"

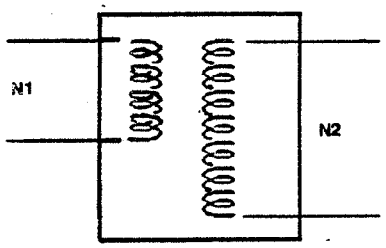
Il s'agit de générer une haute tension alternative pulsée. A cette fin un interrupteur statique TRIAC, placé dans le circuit primaire de l'alimentation haute tension, sera activé par un signal porte synchrone. Une adaptation des modules précédemment décrits permet de réaliser très simplement cette fonction.
Pour le module d'entrée une voie recevant le signal TTL de synchronisation issu du synthétiseur sera reliée à la ligne PB6. Sur cette dernière le Timer du PIA est capable de décompter un nombre programmé de périodes. Le 'Time out" génère une interruption autorisant l'ordinateur à inverser la commande appliquée à la gachette du TRIAC. Pour celle-ci l'utilisation d'un relais n'est pas appropriée. Sur le module de sortie c'est donc la commande logique du relais qui sera directement câblée.



ANNEXE C : ALIMENTATION ELECTRIQUE

- **Contrôle du gain en tension**

Les équations régissant le fonctionnement d'un transformateur parfait sont :

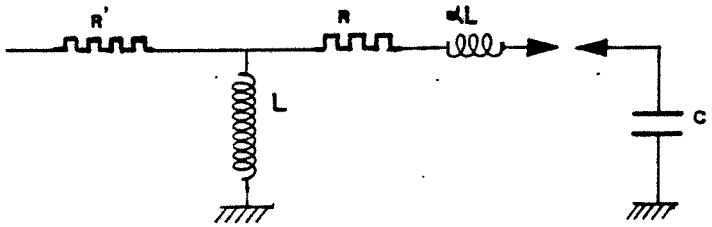


$$\begin{cases} U_1 = n_1 \dfrac{d\Phi}{dt} \\ U_2 = n_2 \dfrac{d\Phi}{dt} \\ n_1 i_1 + n_2 i_2 = 0 \end{cases}$$

Le nombre $m = \frac{n_2}{n_1}$ est le rapport de transformation. Une charge Z placée au secondaire est équivalente à Z/m^2 côté primaire en effet :

$$U_2 = Z i_2 \iff U_1 = \frac{Z}{m^2} i_1$$

Nous représentons ainsi le schéma équivalent complet rapporté au primaire d'un transformateur industriel alimentant une capacité C (cas du contacteur électrostatique en régime de dispersion).



L est la réluctance du circuit magnétique. R et R' sont les résistances des bobinages. α L est l'inductance de perte. Pour notre installation les valeurs suivantes ont été évaluées :

$R \simeq 2\,\Omega$

$R' \simeq 10\ K$

$L \simeq 2{,}5\ H$

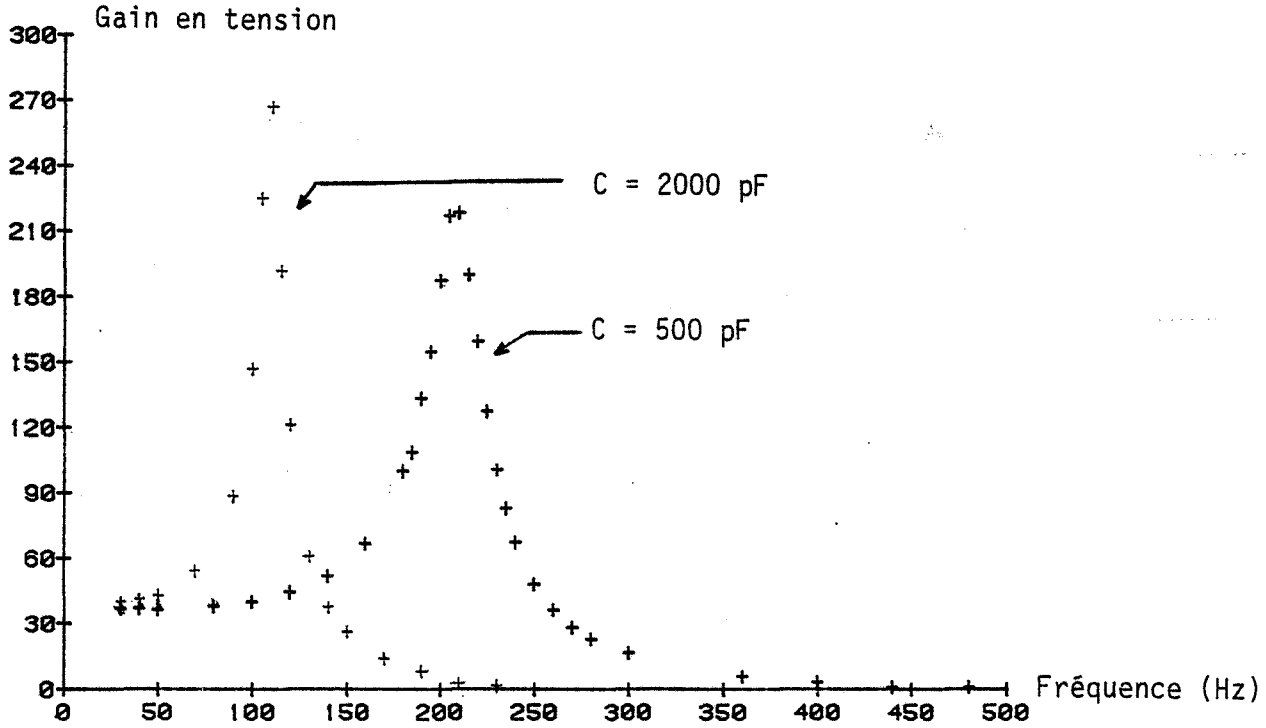
$\alpha L \simeq 0{,}2\ H$

$m \simeq 70$

Un tel montage donne lieu à un phénomène de surtension appliquée à la capacité pour une fréquence d'accord série f donnée par :

$$\alpha L\, m^2 C\, (2\Pi f)^2 = 1$$

Nous avons relevé à titre d'exemple le rapport d'élévation apparent en tension du transformateur pour une fréquence comprise entre 50 et 500 Hz avec deux charges capacitives de 500 et 2000 pF (22) . Le résultat est le suivant :



Il existe une dérive importante de ce facteur. La haute tension devra être évaluée constamment par mesure directe au secondaire grâce à une sonde diviseuse HT.

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE SAINT-ETIENNE
Bibliothèque du Centre SPIN

- Contrôle des transitoires

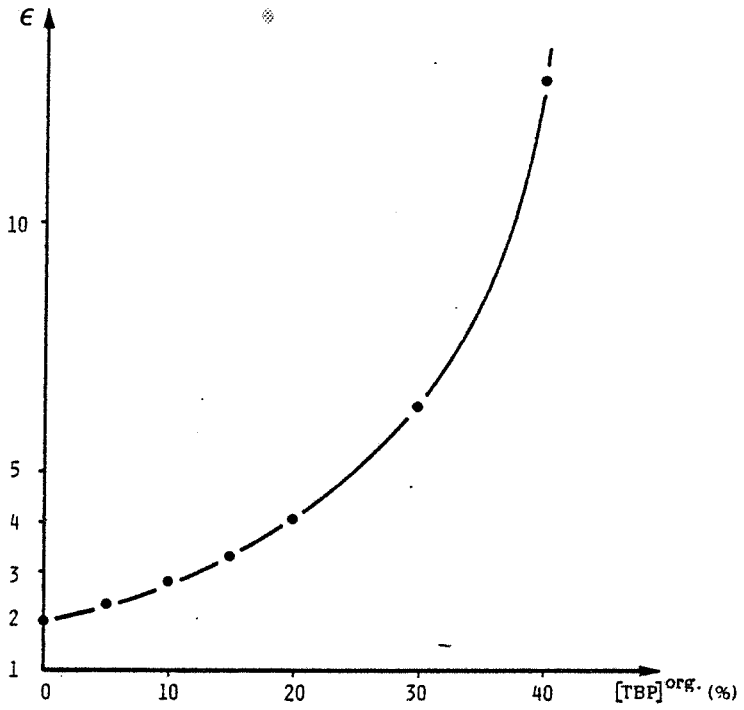
Le circuit présenté précédemment a une impédance fortement réactive. A la mise sous tension l'inductance est prépondérante. Elle est le siège d'une surtension, lorsque l'amorçage coïncide avec le passage par zéro de la tension. Il y a par contre surintensité si cet amorçage correspond à un extremum de tension. A la coupure, le circuit présente une impédance purement résistive pour une fréquence d'accord parallèle donnée par :

$$L\, m^2 C\, (2\Pi f)^2 = 1$$

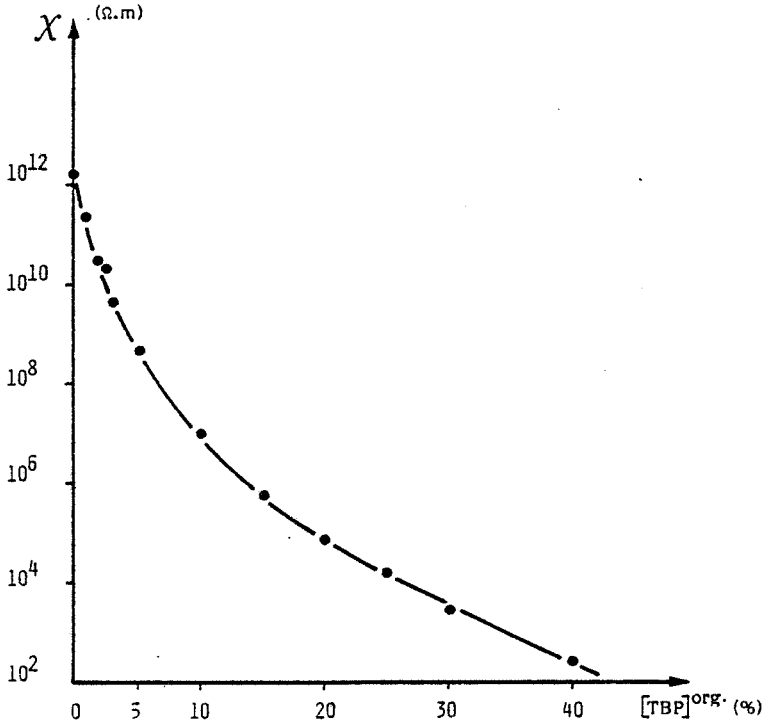
En dehors de ce cas particulier un excédent d'énergie réactive reste à écouler. Ces phénomènes nous conduisent à monter dans le circuit primaire un interrupteur statique TRIAC. Son déclenchement est synchronisé avec les extrema de tension de façon à limiter les surtensions qui, répercutées au secondaire, entraînent des décharges auxquelles toute l'instrumentation est particulièrement sensible. Lors de l'extinction, le TRIAC reste naturellement conducteur jusqu'à la première annulation du courant où l'énergie réactive du système a déjà fortement diminué. Nous sommes également à même de générer ainsi des trains d'onde, constituant un signal alternatif pulsé dans une large plage de fréquence et sans dommage pour l'installation.

ANNEXE D : CARACTERISTIQUES DU SYSTEME TBP-DODECANE

Nous rapportons ici des courbes publiées concernant les caractéristiques de phases organiques composées de TBP dilué dans du dodécane.



Permittivité relative des mélanges TBP-Dodécane équilibrés avec de l'acide nitrique 2N



Résistivité des mélanges TBP-Dodécane équilibrés avec de l'acide nitrique 2N

ANNEXE E : DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR

Un traceur est dilué dans un fluide en écoulement dans un conduit de longueur L. La loi de vitesse est du type piston dispersif fermé aux extrémités. Dans ces conditions, la teneur c (t,z) suit la loi :

$$D \frac{\delta^2 c}{\delta+2} - U \frac{\delta c}{\delta z} - \frac{\delta c}{\delta t} = 0$$

$$ce = U\, c(0^+) - D \frac{\delta c}{\delta z}(0^+)$$

$$\frac{\delta c}{\delta z}(L^-) = 0$$

En coordonnées adimensionnelles $z' = \frac{z}{L}$ et $t' = t \cdot \frac{u}{L}$ on a :

$$\cdot \frac{1}{Pe} - \frac{\delta^2 c}{\delta z'} - \frac{\delta c}{\delta z'} - \tau \frac{\delta c}{\delta t'} = 0$$

$$c_e = c(0^+) - \frac{1}{Pe} \frac{c}{\delta z'}(0^+)$$

$$\frac{\delta c}{\delta z'}(1^-) = 0$$

La transformée de Laplace appliquée à l'équation différentielle conduit à l'écriture :

$$\frac{1}{Pe} \frac{\delta^2 \bar{c}}{\delta z'} - \frac{\delta \bar{c}}{\delta z'^{--}} - \tau s \bar{c} = 0$$

La solution est ainsi de la forme

$$\bar{c} = Ae^{\alpha z} + Be^{\beta z}$$

où . et ß sont solutions de $r^2 - Per - Pe\tau s = 0$

et A et B sont déduits des conditions aux limites.

Nous poserons $c_e = \delta(0)$ impulsion de dciac à l'origine du temps.
Nous calculons alors :

$$\bar{c}(s) = \frac{4q}{(1+q)^2-(1-q)^2\exp(-Peq)} \exp \frac{Pe}{2}(1-q)z'$$

Avec $q = \sqrt{1+\frac{4s\tau}{Pe}}$

La valeur E(s) s'identifie par construction à $\bar{c}(s)$ pour z = 1

ANNEXE F : ANALYSE DES DISTRIBUTIONS DES TEMPS DE SEJOUR

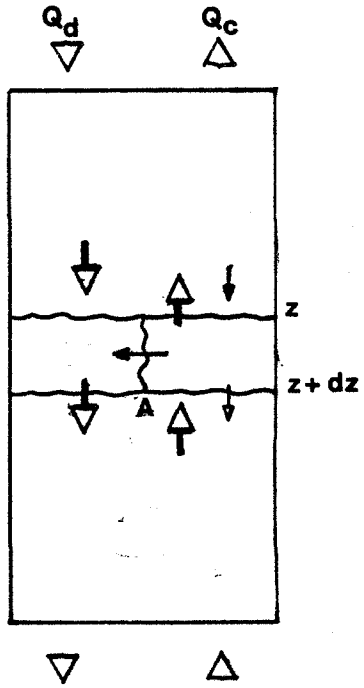
Le logiciel que nous utilisons pour dépouiller les enregistrements de distribution des temps de séjour comporte les modules suivants :

- transformée de Fourier des enregistrements Ce et Cs
- calcul de la réponse en fréquence du système $\overline{C_S'} = E\overline{C_e}$
- calcul de l'erreur $|\bar{C}_S^i - \bar{C}_S|$ équivalente à l'erreur $|C_S' - C'|$ d'après le théorème de Parseval.
- minimisation de cette erreur par ajustement des paramètres Pe et du modèle de transfert E. L'algorithme est récurrent de type Gauss Newton.

Pour l'utilisation qui en a été faite, le signal d'entrée n'a pas été enregistré mais reconstitué par le calcul, les spectres en fréquence de l'impulsion C_e et de la réponse C_s étant très différents.

L'analyse d'un échantillonnage sur 256 points requiert environ 10 minutes d'exécution sur le microordinateur utilisé (1).

ANNEXE G : TRANSFERT DANS UN ECOULEMENT PISTON DISPERSION



Q_c débit de phase continue

Q_d débit de phase dispersée

$c_c^* = m\, c_d$ loi d'équilibre

Q_c/mQ_d facteur d'extraction

concentrations réduites

$$x = \frac{c_c - c_{de}/m}{c_{ce} - c_{de}/m}$$

$$y = \frac{c_d - c_{de}}{mc_{ce} - c_{de}}$$

A Aire volumique d'échange

K_c Coefficient de transfert rapporté à la phase continue

K_d Coefficient de transfert rapporté à la phase dispersée

Ω Section de colonne

L Hauteur de colonne

$n = z/L$ Côte réduite

$$N = \frac{K_c A L \Omega}{Q_c} = \frac{K_d A L \Omega}{Q_d} \cdot \frac{1}{r}$$

Nombre d'unités de transfert

D Coefficient de diffusion

$$Pe = \frac{Q_c L}{\Omega D}$$ Nombre de peclet

Nous écrivons le bilan de matière relatif à une zone d'épaisseur dz :

$$\begin{cases} Q_d c_d\,(z) = Q_d c_d\,(z + dz) + A\,\Omega\,Kd\,(c_d - c_d^*) \\ Q_c c_c\,(z + dz) - D\Omega\left(\frac{\delta c_e}{\delta z}\right)_z + A\Omega\,Kd\,(c_d - c_d^*) = Q_c c_c(z) - D\Omega\left(\frac{\delta c_c}{\delta z}\right)_{z+dz} \end{cases}$$

Soit en coordonnées réduites :

$$\begin{cases} \frac{\delta y}{\delta n} - Nr\,(x-y) = 0 \\ \frac{\delta^2 x}{\delta n^2} + Pe\,\frac{\delta x}{\delta n} - NPe\,(x-y) = 0 \end{cases}$$

Les conditions aux limites s'écrivent :

$$\begin{cases} y\,(0) = 0 \\ \dfrac{\delta x}{\delta t}\,(0) = 0 \end{cases}$$

Dans le cas où r = 1 la résolution conduit au résultat :

$$y = 1/\left(e^{-(N+Pe)} - \frac{(N+Pe)(N+Pe+NPe)}{N^2} - 1\right)\left[e^{-(N+Pe)n} - \frac{Pe}{N}(N+Pe)n - 1\right]$$

$$x = -\frac{Pe}{N}/\left(e^{-(N+Pe)} - \frac{(N+Pe)(N+Pe+NPe)}{N^2} - 1\right)\left[e^{-(N+Pe)n} + (N+Pe)n + \frac{N^2 + NPe + p^2}{NPe}\right]$$

L'efficacité que l'on peut assimiler à y (1) vaut ainsi :

$$\left[e^{-(N+Pe)} - \frac{Pe}{N}(N+Pe) - 1\right] / \left[e^{-(N+Pe)} - \frac{(N+Pe)(N+Pe+NPe)}{N^2} - 1\right]$$

ANNEXE H : IDENTIFICATION NUMERIQUE

Soit à trouver le minimum d'une fonction scalaire g du vecteur $\tilde{x}$ de la forme :

$$g(\tilde{x}) = \sum_{1}^{m} f_i(\tilde{x})^2 = \{f(\tilde{x})\}^t \quad \{f(\tilde{x})\}$$

où f est une fonction vectorielle dont les m composantes fi $(\tilde{x})$ sont des fonctions quelconques du vecteur $\tilde{x}$ de dimension n avec $m \geq n$.
Nous développons la fonction f au premier ordre au voisinage du point $\tilde{x}_k$.

$$f(\tilde{x}_{KH}) = f(\tilde{x}_K + \delta\tilde{x}_K) = f(\tilde{x}_k) + J(\tilde{x}_k).\delta\tilde{x}_k$$

où $J(\tilde{x}_k)$ est la matrice jacobienne m x n des $\frac{\delta f_i}{\delta x_j}$ $i = 1,m$ $j = 1,n$
La fonction $g(\tilde{x}_{k+1})$ s'écrit alors :

$$g(\tilde{x}_{k+1}) = f(\tilde{x}_k) + J(\tilde{x}_k).\ \tilde{x}_k\}^t \{f(\tilde{x}_k) + J(\tilde{x}_k).\ \delta\tilde{x}_k\}$$

Soit $$g(\tilde{x}_{k+1}) = g(\tilde{x}_k) + 2f^t(\tilde{x}_k)\ J(\tilde{x}_k)\ \delta\tilde{x}_k$$
$$+ \delta\tilde{x}_k{}^t\ J(\tilde{x}_k)^t\ J(\tilde{x}k)\ \delta\tilde{x}_k$$

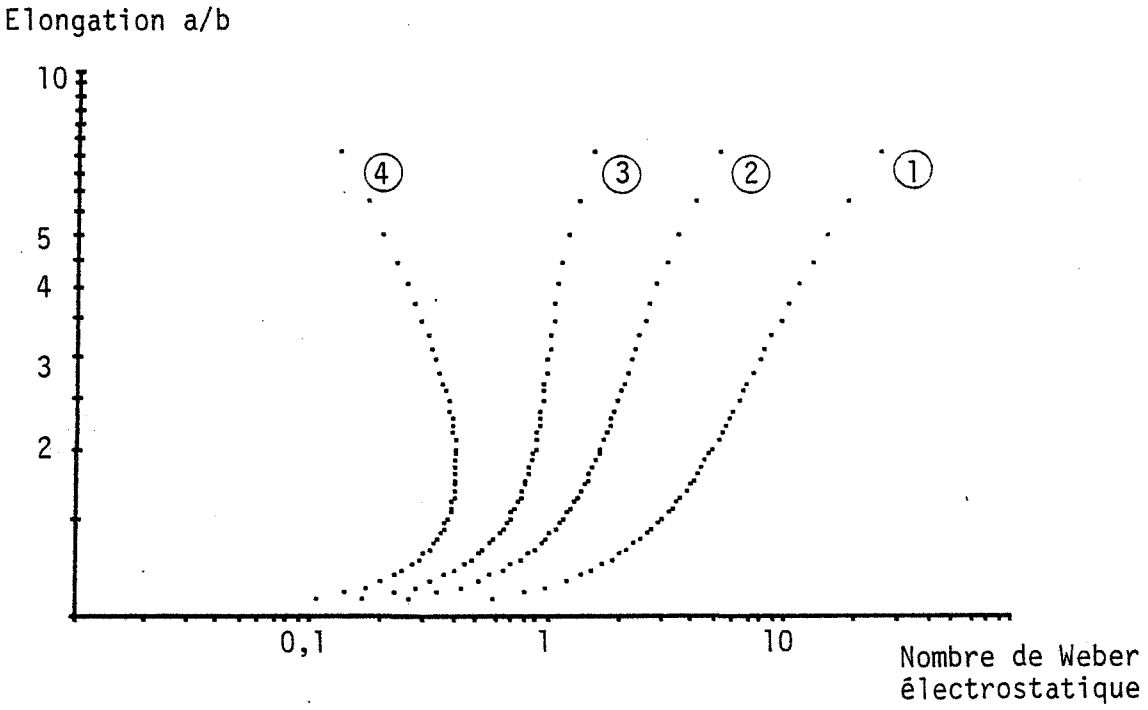
Le minimum de cette forme quadratique est obtenu pour un accroissement

$$\tilde{x}_k = -\ [J(\tilde{x}^k)^t\ J(\tilde{x}^k)]^{-1}\ J(\tilde{x}^k)^t\ f(\tilde{x})$$

C'est ainsi que nous calculons de proche en proche le vecteur solution d'une inéquation type.

$$\forall \varepsilon \qquad \|f(\tilde{x}) - f(\tilde{x}_0)\| < \varepsilon$$

ANNEXE I : MODELE ELLIPSOIDAL



Soit une goutte de diamètre d de constante diélectrique ε_d placée dans un milieu de constante diélectrique ε_c. Sous l'action d'un champ électrique nous supposons qu'elle prend la forme d'un ellipsoïde de révolution d'axes principaux a et b.

L'énergie électrostatique a pour expression.

$$E_e = \frac{2\pi}{3} a b^2 (\varepsilon_d - \varepsilon_c) / \left[1 + \frac{(\varepsilon_c - \varepsilon_d)}{2\varepsilon_d e^3} \frac{b^2}{\log\left(\frac{1+e}{1-e}\right) - 2e}\right]$$

où e est l'excentricité $e = \sqrt{1 - \frac{b^2}{a^2}}$

L'énergie due à la pression interfaciale vaut quant à elle

$$E_s = \frac{\pi d^2 \gamma}{2} \left(\frac{b}{a}\right)^{2/3} \left[1 + \frac{a}{eb} \text{ ATN } \left(\frac{ae}{b}\right)\right]$$

La minimisation de l'énergie totale $E_e + E_s$ définit la position d'équilibre de la goutte. Nous présentons la déformée b/a ainsi calculée pour quatre systèmes, le nombre de Weber étant compris entre 0 et 100.

- Système ① $\varepsilon_d/\varepsilon_c = 2$ ② $\varepsilon_d/\varepsilon_c = 4$ ③ $\varepsilon_d/\varepsilon_c = 8$

  La courbe obtenue est univoque, chaque augmentation du champ étirant un peu plus la goutte. La dérivée seconde de l'énergie, toujours négative, indique que la position d'équilibre est stable. Aucune rupture n'est théoriquement prévisible.

- Système ④ $\varepsilon_d/\varepsilon_c$ très grand. C'est le cas des gouttes conductrices plongées dans une phase organique diélectrique. La courbe présente un point à tangente verticale repéré par :

$$W_e = 0,409 \quad \frac{a}{b} = 1,839$$

La portion inférieure est caractérisée par une dérivée seconde de l'énergie négative. La goutte y est stable. La position supérieure correspond par contre à un équilibre instable et en pratique impossible à observer. La valeur critique du nombre de Weber caractérisant la rupture d'une goutte est ainsi donnée par le point à tangente verticale soit :

$$W_e = 0,409$$

ANNEXE J : RECUEIL DES VALEURS EXPERIMENTALES

J1 : Rétention de phase dispersée à divers débits
(Figures VI-1 et VII-2)

TBP 2% - DODECANE / EAU Fréquence 50 Hz

Tension (KV) DSA	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1	0
.25	2.51	1.53	1.19	.91	.88	.85	.83	.65	.7	.76	.68	.68	.63	.63	.61
.33	2.85	2.27	1.81	1.32	1.13	1.09	1.06	.94	.92	.91	.92	.94	.87	.85	.78
.5	3.66	3.27	2.59	1.98	1.72	1.61	1.56	1.6	1.4	1.45	1.41	1.4	1.42	1.35	1.27
1	5.24	4.91	4.4	3.84	3.45	3.23	3.08	2.97	2.84	2.92	2.94	2.79	2.8	2.76	2.66
1.5	6.24	6.03	5.66	5.23	4.8	4.48	4.29	4.21	4.1	4.1	4	3.89	4.04	4.1	4.98

TBP 10 % - DODECANE / EAU Fréquence 50 Hz

Tension (KV) DSA	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1	0
.25	2.95	2.59	1.96	1.33	1.05	.84	.85	.79	.84	.78	.66	.72	.69	.63	.57
.33	3.27	3.1	2.66	2.04	1.53	1.29	1.24	1.2	1.19	1.05	1.04	1	1.01	1	.81
.5	3.97	3.73	3.33	2.94	2.41	1.96	1.84	1.73	1.7	1.66	1.71	1.57	1.55	1.53	1.55
.75	4.69	4.46	4.3	3.92	3.35	2.97	2.74	2.7	2.65	2.42	2.4	2.34	2.33	2.27	2.3
1	5.32	5.25	5.13	4.79	4.32	3.98	3.66	3.47	3.42	3.27	3.24	3.09	3.03	3	3.34
1.5	6.88	6.91	6.76	6.38	6.34	5.86	5.55	5.44	5.53	5.2	5.35	4.89	4.89	4.89	6.4

J2 : Intensité (mA) délivrée au contacteur à différentes fréquences (Figures VII-2)

TBP 10 % - DODECANE / EAU DSA .25 l/hcm2

Tension (KV)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
FREQ (Hz)														
50	.26	.16	.12	.1	.09	.08	.07	.07	.06	.05	.05	.04	.03	.03
100	.47	.31	.23	.2	.18	.16	.15	.13	.11	.1	.09	.07	.06	.05
200	.88	.6	.48	.41	.37	.33	.3	.26	.23	.2	.18	.14	.11	.09
400	1.69	1.19	.96	.82	.76	.67	.6	.53	.47	.4	.36	.29	.23	.17
800	3.45	2.38	1.91	1.64	1.52	1.34	1.2	1.06	.94	.83	.74	.59	.46	.36

TBP 10 % - DODECANE / EAU DSA .33 l/hcm2

Tension (KV)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
FREQ (Hz)														
50	.29	.21	.15	.11	.1	.09	.08	.07	.06	.05	.05	.04	.03	.03
100	.53	.38	.29	.22	.19	.18	.16	.14	.12	.11	.1	.08	.06	.05
200	1.05	.75	.57	.46	.4	.35	.32	.28	.24	.21	.19	.15	.12	.09
400	2.07	1.5	1.15	.92	.8	.73	.65	.56	.5	.43	.38	.3	.24	.19
800	4.2	3.06	2.29	1.84	1.65	1.45	1.3	1.15	1	.88	.79	.62	.49	.39

TBP 10 % - DODECANE / EAU DSA .5 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.31	.24	.18	.13	.11	.09	.08	.07	.06	.06	.05	.04	.03	.03
100	.59	.45	.35	.26	.22	.19	.16	.14	.12	.11	.1	.08	.06	.05
200	1.12	.87	.7	.53	.44	.37	.33	.29	.25	.22	.2	.15	.12	.09
400	2.27	1.77	1.39	1.06	.89	.77	.67	.57	.51	.44	.39	.31	.24	.19
800	4.41	3.73	2.9	2.17	1.78	1.53	1.37	1.18	1.05	.91	.81	.64	.5	.39

TBP 10 % - DODECANE / EAU DSA .75 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.32	.25	.2	.15	.12	.1	.08	.07	.06	.06	.05	.04	.03	.03
100	.6	.48	.38	.3	.24	.2	.17	.15	.12	.11	.1	.08	.06	.05
200	1.17	.95	.76	.6	.5	.4	.34	.29	.26	.22	.2	.15	.12	.09
400	2.41	1.9	1.53	1.18	1	.82	.7	.59	.51	.45	.39	.3	.24	.19
800	4.76	3.97	3.22	2.42	1.95	1.65	1.4	1.21	1.05	.91	.81	.62	.5	.38

TBP 10 % - DODECANE / EAU DSA 1 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.35	.28	.22	.17	.14	.11	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.03
100	.66	.52	.42	.33	.27	.22	.18	.15	.13	.11	.1	.08	.06	.05
200	1.28	1.02	.83	.66	.54	.44	.37	.31	.27	.23	.2	.16	.12	.1
400	2.58	2.08	1.69	1.33	1.08	.88	.73	.62	.54	.46	.4	.31	.25	.19
800	5.31	4.4	3.55	2.76	2.21	1.76	1.5	1.27	1.08	.93	.83	.64	.5	.39

TBP 10 % - DODECANE / EAU DSA 1.5 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.38	.31	.25	.2	.17	.13	.11	.09	.08	.07	.06	.04	.03	.03
100	.74	.6	.5	.4	.34	.27	.22	.18	.15	.13	.11	.08	.06	.05
200	1.45	1.19	.98	.81	.68	.55	.44	.37	.31	.26	.22	.17	.13	.1
400	3	2.45	2.02	1.62	1.36	1.09	.89	.74	.62	.52	.45	.34	.27	.2
800	6.27	5.14	4.21	3.34	2.69	2.18	1.78	1.48	1.24	1.05	.91	.69	.54	.41

J3 : Intensité (mA) délivrée au contacteur à différentes fréquences (non figuré)

TBP 2% - DODECANE / EAU DSA .25 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.17	.11	.1	.09	.09	.08	.07	.06	.05	.05	.04	.03	.02	.02
100	.31	.24	.21	.19	.17	.16	.14	.12	.11	.1	.09	.07	.05	.04
200	.64	.47	.42	.39	.36	.33	.28	.25	.22	.2	.18	.14	.11	.08
400	1.27	.98	.87	.8	.74	.65	.58	.51	.44	.39	.35	.28	.22	.17
800	2.69	1.96	1.75	1.59	1.47	1.3	1.16	1.03	.92	.81	.72	.57	.46	.36

TBP 2% - DODECANE / EAU DSA .33 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.22	.15	.12	.1	.09	.08	.07	.06	.05	.05	.04	.03	.03	.02
100	.4	.28	.23	.2	.18	.16	.14	.12	.11	.1	.09	.07	.05	.04
200	.78	.55	.45	.4	.37	.33	.29	.26	.23	.2	.18	.14	.11	.08
400	1.52	1.1	.93	.82	.74	.67	.58	.51	.46	.4	.35	.29	.23	.17
800	3.1	2.2	1.86	1.64	1.52	1.34	1.2	1.06	.94	.83	.74	.57	.46	.36

TBP 2% - DODECANE / EAU DSA .5 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.23	.16	.13	.1	.09	.08	.07	.06	.05	.05	.04	.03	.03	.02
100	.45	.32	.25	.21	.19	.17	.15	.13	.11	.1	.09	.07	.05	.04
200	.88	.66	.52	.43	.39	.34	.3	.26	.23	.2	.18	.14	.11	.09
400	1.79	1.31	1.04	.87	.78	.69	.6	.53	.46	.4	.36	.29	.23	.17
800	3.79	2.75	2.13	1.79	1.56	1.42	1.23	1.06	.94	.83	.74	.59	.46	.37

TBP 2% - DODECANE / EAU DSA 1.5 l/hcm2

Tension (KV) FREQ (Hz)	14	12.4	11.1	9.8	8.8	7.8	6.9	6.1	5.5	4.8	4.3	3.4	2.7	2.1
50	.31	.24	.19	.15	.13	.11	.09	.08	.07	.06	.05	.04	.03	.03
100	.59	.47	.38	.31	.25	.21	.18	.15	.13	.11	.1	.08	.06	.05
200	1.21	.96	.79	.63	.53	.43	.37	.3	.26	.23	.2	.16	.12	.1
400	2.48	1.99	1.61	1.28	1.06	.88	.75	.62	.53	.45	.4	.31	.25	.19
800	5.58	4.34	3.39	2.66	2.21	1.8	1.5	1.24	1.08	.93	.83	.64	.5	.39

J4 : Tension (KV), rétention (%) et intensité (µA) à différents débits pour différents systèmes (Figures VI-5, VI-6, VI-7, VI-8, VI-9, VI-10, VII-5).

TBP 2% - DODECANE / EAU
DSA .5 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.27	6.62
	Ret	1.02	.98	1.32	1.94
	Int	0	96	172	218
100	Tens	0	1.42	5.28	6.66
	Ret	1.05	1.05	1.34	2.02
	Int	0	111	291	390
200	Tens	0	1.47	4.8	6.77
	Ret	1.03	1.04	1.24	2.26
	Int	0	164	488	786
400	Tens	0	1.56	5.09	7.18
	Ret	1.1	1.12	1.37	2.67
	Int	0	309	1028	1789
800	Tens	0	1.51	4.92	7.01
	Ret	1.05	1.09	1.34	2.67
	Int	0	584	1977	3433

TBP 2% - DODECANE / EAU
DSA 1.5 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.24	6.59
	Ret	4.89	3.36	4.17	4.92
	Int	0	69	189	323
100	Tens	0	1.42	5.25	6.64
	Ret	5.2	3.19	4.28	5.07
	Int	0	95	363	667
200	Tens	0	1.47	4.78	6.75
	Ret	5.19	3.2	4.03	5.18
	Int	0	153	613	1424
400	Tens	0	1.56	5.08	7.17
	Ret	5.25	3.15	4.25	4.91
	Int	0	311	1392	3094
800	Tens	0	1.51	4.91	7.01
	Ret	5.29	3.21	4.16	5.13
	Int	0	606	2587	5481

TBP 2% - DODECANE / EAU
DSA 1 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.25	6.6
	Ret	2.87	2.23	2.85	3.75
	Int	0	84	173	267
100	Tens	0	1.42	5.27	6.65
	Ret	2.9	2.28	2.85	3.91
	Int	0	107	316	522
200	Tens	0	1.47	4.8	6.77
	Ret	2.9	2.18	2.76	4.2
	Int	0	161	537	1150
400	Tens	0	1.57	5.09	7.19
	Ret	2.88	2.2	2.91	4.62
	Int	0	314	1173	2678
800	Tens	0	1.51	4.93	7.02
	Ret	2.82	2.22	2.82	4.22
	Int	0	597	2229	4806

TBP 2% - DODECANE / EAU
DSA 2 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.24	6.59
	Ret	8.23	4.55	5.34	6
	Int	0	68	219	377
100	Tens	0	1.42	5.25	6.63
	Ret	7.54	4.3	5.37	5.79
	Int	0	98	448	793
200	Tens	0	1.47	4.78	6.75
	Ret	8.44	4.39	5.24	6.01
	Int	0	160	741	1592
400	Tens	0	1.56	5.08	7.17
	Ret	8.08	4.45	5.52	5.9
	Int	0	326	1666	3497
800	Tens	0	1.51	4.86	7.03
	Ret	6.84	4.33	5.38	5.7
	Int	0	626	2984	6857

TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA 1 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.24	6.59
	Ret	2.84	2.42	3.35	4.22
	Int	0	38	178	323
100	Tens	0	1.42	5.25	6.64
	Ret	2.87	2.36	3.43	4.34
	Int	0	78	354	624
200	Tens	0	1.47	4.78	6.75
	Ret	2.84	2.33	3.11	4.5
	Int	0	146	593	1298
400	Tens	0	1.56	5.08	7.17
	Ret	2.82	2.33	3.39	4.68
	Int	0	318	1333	3034
800	Tens	0	1.51	4.9	7.03
	Ret	2.79	2.33	3.42	4.7
	Int	0	625	2600	6000

TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA 2 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.24	6.59
	Ret	7.49	4.83	5.91	6.66
	Int	0	53	271	434
100	Tens	0	1.42	5.26	6.64
	Ret	8.2	4.79	6.04	6.51
	Int	0	91	529	829
200	Tens	0	1.47	4.79	6.76
	Ret	8	4.71	5.85	6.77
	Int	0	165	878	1739
400	Tens	0	1.56	5.09	7.18
	Ret	7.89	4.77	6.07	7.14
	Int	0	353	2023	3904
800	Tens	0	1.51	4.92	7.03
	Ret	7.5	4.73	5.95	6.98
	Int	0	692	3698	7365

TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA 1.5 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	4.71	6.62
	Ret	4.96	3.55	4.57	5.49
	Int	0	114	227	431
100	Tens	0	1.42	5.28	6.67
	Ret	4.88	3.52	4.87	5.57
	Int	0	116	479	782
200	Tens	0	1.47	4.8	6.77
	Ret	4.95	3.54	4.57	5.97
	Int	0	177	763	1602
400	Tens	0	1.56	5.09	7.19
	Ret	4.93	3.88	5.06	6.16
	Int	0	351	1732	3663
800	Tens	0	1.51	4.92	7.03
	Ret	4.9	3.5	4.83	6.17
	Int	0	667	3190	6840

TBP 10% - DODECANE / EAU
DSA .5 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.25	6.59
	Ret	1.1	1.18	1.67	2.59
	Int	0	36	138	221
100	Tens	0	1.42	5.26	6.64
	Ret	1.09	1.18	1.65	2.59
	Int	0	70	282	433
200	Tens	0	1.47	4.79	6.76
	Ret	1.16	1.19	1.56	2.7
	Int	0	141	504	900
400	Tens	0	1.56	5.08	7.17
	Ret	1.16	1.11	1.61	3.18
	Int	0	306	1086	2161
800	Tens	0	1.51	4.9	7.02
	Ret	1.17	1.17	1.63	3.18
	Int	0	605	2110	4157

TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA .5 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.48	4.77	6.76
	Ret	1.09	1.04	1.15	1.31
	Int	0	124	373	567
100	Tens	0	1.46	4.78	6.74
	Ret	1.07	1.06	1.32	1.67
	Int	0	164	543	850
200	Tens	0	1.48	4.84	6.9
	Ret	1.13	1.08	1.4	2.31
	Int	0	233	810	1439
400	Tens	0	1.54	5.05	7.2
	Ret	1.06	1.07	1.67	3
	Int	0	405	1449	3059
800	Tens	0	1.43	5.22	6.59
	Ret	1.06	1.1	2.22	3.34
	Int	0	743	3189	5693

TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA 1.5 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.53	4.93	7.01
	Ret	4.58	3.32	3.5	3.76
	Int	0	113	369	580
100	Tens	0	1.51	4.97	6.97
	Ret	4.58	3.28	3.74	4.16
	Int	0	174	574	941
200	Tens	0	1.54	5.06	7.21
	Ret	4.58	3.31	4.09	4.8
	Int	0	242	945	1781
400	Tens	0	1.46	4.8	6.78
	Ret	4.64	3.41	4.18	5.08
	Int	0	370	1525	3029
800	Tens	0	1.42	5.13	7.29
	Ret	4.6	3.41	4.58	5.77
	Int	0	655	3340	7202

TBP 10% - DODECANE / HNO3 2N
DSA 1 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.43	5.24	6.59
	Ret	2.66	2.14	2.36	2.45
	Int	0	204	421	549
100	Tens	0	1.42	5.26	6.64
	Ret	2.63	2.27	2.52	2.84
	Int	0	172	592	815
200	Tens	0	1.47	4.79	6.75
	Ret	2.68	2.21	2.7	3.41
	Int	0	237	794	1388
400	Tens	0	1.56	5.09	7.14
	Ret	2.64	2.21	2.93	4.15
	Int	0	399	1445	2991
800	Tens	0	1.5	4.91	7.05
	Ret	2.58	2.13	3.02	4.45
	Int	0	670	2597	5877

TBP 10 % - DODECANE / HNO3 2N
DSA 2 l/hcm2

freq					
50	Tens	0	1.53	4.92	7
	Ret	8.28	4.55	4.79	4.97
	Int	0	112	369	594
100	Tens	0	1.51	4.96	6.96
	Ret	8.32	4.67	5.17	5.39
	Int	0	189	603	998
200	Tens	0	1.54	5.05	7.2
	Ret	8.58	4.47	5.28	5.94
	Int	0	244	1029	1929
400	Tens	0	1.46	4.79	6.77
	Ret	8.2	4.62	5.44	6.12
	Int	0	378	1728	3336
800	Tens	0	1.42	4.7	7
	Ret	8.02	4.55	5.7	6.24
	Int	0	684	3257	6600

NOMENCLATURE

a Grand axe de l'ellipsoïde (m)

A Aire interfaciale spécifique (m^{-1}

b Petit axe de l'ellipsoïde (m)

B Inverse de la capacitance (Ω^{-1})

C Admittance (Ω^{-1})

C_c, C_p capacités linéiques de fuite, de paroi ($C.m^{-1}$)

C_{de}, C_{ds} concentration du soluté en phase dispersée ($mole.l^{-1}$)

c, c_{ce}, c_{cs} concentration du soluté en phase continue ($mole.l^{-1}$)

d Diamètre de goutte (m)

D Coefficient de diffusion ($m^2.s^{-1}$)

D_e Diamètre de capillaire (m)

E, E_c Champ électrique ($V.m^{-1}$)

e(t), $\underline{E}(s)$ Distribution des temps de séjour et sa transformée de Laplace.

f, F_o Fréquence, fréquence propre (Hz)

F_e, F_d, F_a Forces d'électrophorèse, de diélectrophorèse, d'attraction dipolaire.

g Accélération de la pesanteur ($m.s^{-2}$)

K_c, K_d Coefficient de transfert côté phase continue, côté phase dispersée ($m.s^{-1}$).

L Longueur de colonne (m)

1/m Coefficient de la droite de partage

M Moment dipolaire (C.m)

N Nombre d'unité de transfert

P_e Nombre de Peclet

q Charge (C)

Q, Q_c, Q_d, Débits ($l.h^{-1}$)

Q_R Charge de Rayleigh (C)

R_e Nombre de Reynolds

R Résistivité ($\Omega.m$)

T_e Tenseur des contraintes électrostatiques ($N.m^{-2}$)

u, o Vitesse ($m.s^{-1}$)

V, V_c Tension, tension critique (V)

W, W_e Nombres de Weber

z Côte en hauteur de colonne (m)

Z Impédance (Ω)

α Déformation

β Rétention de phase dispersée

γ Tension interfaciale ($N.m^{-1}$)

ε_0 Permittivité du vide ($F.m^{-1}$)

ε Permittivité relative

ν Viscosité (Pa.s)

λ Conductivité ($\Omega^{-1}.m^{-1}$)

ω Vitesse angulaire ($rad.s^{-1}$)

Ω Section de colonne (m^2)

$\rho, \rho_c, \Delta\rho$ Masse volumique ($kg.m^{-3}$)

σ Densité de charge ($C.m^{-2}$)

τ Constante de temps (s)

BIBLIOGRAPHIE

[1] STRATTON, Electromagnetic theory, Mc Graw-Hill (1941)

[2] COELHO, Physics of Dielectrics, Elsevier (1979)

[3] J.R. MELCHER, GI TAYLOR, Electrohydrodynamics, J. WILEY

[4] A.G. BAILEY, Sci. Prog., 61, 555 (1974)

[5] J. ZELENY, Proc Camb Phil. Soc. 18, 71 (1915)

[6] C.D. HENDRICKS, S.B. SAMPLE, B. RAGHUPATHY, Int. J. Engng Sci., 8, 97 (1970)

[7] G. TAYLOR, Proc. Roy. Soc. London ser. A, 313, 453 (1969)

[8] J.W.S. RAYLEIGH, Phil. Mag., 14, 184 (1882)

[9] R.L. NEUBAUER, B. VONNEGUT, J. Col. Sci., 10, 158 (1955)

[10] S. OGATA, K. TAN, N. NISHIJIMA, J. CHANG, AICHE J., 31, 62 (1985)

[11] J.D. THORNTON, Instn Chem. Eng. Symp. Ser. 3, 14 (1974)

[12] P.J. BAILES, J.D. THORNTON, Proc. ISEC, 233 (1977)

[13] T. TAKAMATSU, M. YAMAGUCHI, T. KATAYAMA, J. Chem. Eng. of Japan 16,324 (1983)

[14] F. LANCELOT, G. POISSON-AUFFRERE, C.R. Acad. Sci., Ser. C, 287, 21 (1978)

[15] J.J. NOLAN, Proc. Roy. Irish Acad., 37, 28 (1926)

[16] C.T.R. WILSON, G.I. TAYLOR, Proc. Camb. Phil. Soc., 22, 728 (1925)

[17] C.T. O'KONSKI, F.E. HARRIS, J. Phys. Chem. 61, 1172 (1957)

[18] G. TAYLOR, Proc. Roy. Soc. London, ser.A 280, 383 (1964)

[19] G. TAYLOR, Proc. Roy. Soc.London, ser. A, 291, 159 (1966)

[20] R.S. ALLAN, S.G. MASON, Proc. Roy. Soc.London, ser. A 267, 62 (1962

[21] S. TORZA, R.G. COX, S.G. MASON, Phil. Trans. Roy. Soc. 269, 295 (1971)

[22] S.K. GRIFFITHS, F.A. MORRISSON, J. Coll. Inters. Sci. 2, 514 (1983)

[23] L.S. CHANG, J.C. BERG, AICHE J., 31, 551 (1985)

[24] Y.H. MORI, T. TOCHITANI, K. KOMOTORI, N. KAJI, J. Heat Transfert, 102, 32 (1980)

[25] W. KOWALSKI, Z. ZIOLKOWSKI, I. Che. E. 21, 323 (1981)

[26] A.A. AGAIEV, P.Ch. ABDULLAEV Izv. VUZ Neft i gaz, 3, 53 (1969)
[27] L. MARTIN, Thèse ENSMSE (1984)
[28] L.C. WATERMAN, Chem. Eng. Prog., 61, 51 (1965)
[29] A.D. HOVARONGKURA, Ph. D. Thesis, West Virginia University (1979)
[30] E. BORZABADI, A.G. BAILEY, J.of Electrostatics, 5, 369 (1978)
[31] G.H. JOFFRE, J. Mec. th. Ap., 3, 545 (1984)
[32] O.A. BASARAN, L.E. SCRIVEN, Proc. of the 2nd Int. Conference on Drops and Bubbles, 322 (1981)
[33] C.E. CHARLES, S.G. MASON, J. Col. Sci., 15, 105 (1960)
[34] C.A.R. PEARCE, British J. of Appl. phys., 5, 136 (1954)
[35] S.E. SADEK, C.D. HENDRICKS, Ind. Eng. Chem. Fund., 13 (1974)
[36] I.J. LIN, L. BENGUIGUI, Sep. Sci. Tech., 20, 359 (1985)
[37] L. BETHUEL, T. DUJARDIN, L. MARTIN, Brevet n°
[38] F. KNEULE, J. NEMEC, Chem. Ing. Tech., 12, 851 (1963)
[39] E.H. STITT, P.J. BAILES, Proc. ISEC, 3, 63 (1986)
[40] C. FOMBARLET, Thèse ENSMSE (1984)
[41] G. POISSON - AUFFRERE, Thèse ENSMSE n° 20 CI (1980)
[42] J. DUHAMET, Thèse ECP (1985)
[43] P. LEROY, Rapport CEA R3207 (1967)
[44] G. ASCH, les capteurs en instrumentation, DUNOD (1983)
[45] A. VIGNES, Génie chimique 93, 5, 129 (1965)
[46] H.R.C. PRATT, Chem. Eng. Australia, 5, 31 (1980)
[47] G.P. GALVIN, I. Chem. E. Symposium ser. n° 88
[48] C.J. GEANKOPLIS, A.N. HIXSON, Ind Engng. Chem., 42, 1141 (1950)
[49] C.A. SLEICHER, AICHE J. 5, 115 (1959)
[50] T. MIYAUCHI, T. VERMEULEN, Ind. Engng. Chem. Fund., 2, 113 (1963)
[51] R. LOUTATY, A. VIGNES, P. LEGOFF, Chem. Engng. Sci., 24, 1795, (1970)
[52] R. LETAN, E. KEHAT, AICHE J., 11, 804 (1965)
[53] V. ROD, T. MISEK, Proc. ISEC, La Haye, Pays Bas (1971)
[54] J. VILLERMAUX, Génie de la Réaction Chimique, Lavoisier (1982)
[55] A.M. WILHELM, Thèse INPT n° 277 (1983)
[56] R. ARIS, Proc. Roy. Soc. London, 235, 67 (1956)
[57] C. HANSON, Recent Advances in liquid liquid Extraction, Pergamon Press (1971)

[58] R.R. SCHROEDER, R.C. KINTNER, AICHE J. 11, 5, (1965)
[59] S.H. LAMB, Hydrodynamics, Dover publications N.Y. (1945)
[60] C. HANSON, Handbook of solvent extraction, Interscience Publication Wiley et Sons (1984)
[61] N.N. LEBEDEV, Zhur. Tekh. Fiz., 32, 375, (1962)
[62] M.H. DAVIS, Quart J. Mech. Appl. Math, 17, 499 1964)
[62] S.A. RYCE, J. Col. Sci., 19, 490 (1964)
[63] P.J. BAILES, M. KABALSI, J. Electrostatics, 10, 81 (1981)
[64] R.E. TREYBAL, Liquid extraction, Mc GRAW HILL, 13 (1964)
[65] L.S. CHANG, PH. D University of Washington, (1983)
[66] A. CHANCE, DEA CEA-ENSMP (1982)

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE St ETIENNE

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE PARIS

AUTORISATION de SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'article 15 Titre III de l'arrêté du 5 juillet 1984 relatif aux études doctorales,

Vu les rapports de présentation de :

M. Lucien BONNETAIN
M. Jean Paul MOULIN

Monsieur Dominique SCIOLLA

est autorisé à présenter une thèse en soutenance en vue de l'obtention du diplôme de DOCTEUR de L'ECOLE DES MINES DE PARIS et de L'ECOLE DES MINES DE SAINT-ETIENNE, spécialité : **ENERGETIQUE**

Fait à St Etienne le : 2 décembre 1987

Le Directeur de l'E.M.S.E

Ph. SAINT RAYMOND

Le Directeur de l'E.M.P

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE
DES MINES DE PARIS
60, BOULEVARD SAINT-MICHEL
75272 PARIS CEDEX 06

Jacques LEVY

RESUME

Après avoir présenté leurs mécanismes de fonctionnement et les domaines auxquels elles s'appliquent, nous classons les colonnes d'extraction liquide-liquide sous champ électrique en trois catégories. La critique de ces appareils nous amène à concevoir un contacteur pourvu d'électrodes isolées des fluides par un revêtement diélectrique et alimenté par un générateur haute-tension de fréquence ajustable.

- Etude hydrodynamique

. La mesure de rétention en phase dispersée permet d'analyser le fonctionnement du contacteur, qui atteint le régime de dispersion électrostatique à 4 kilovolts par centimètre. Nous démontrons les points suivants :

- Le revêtement d'électrode introduit une atténuation du champ, croissante avec la conductivité de la phase continue et variable avec la fréquence.

- Le nombre de Weber électrostatique est l'invariant de similitude, déterminant le champ requis pour disperser le milieu diphasique.

- La fréquence n'influe pas sur la rétention.

. Nous caractérisons l'écoulement des phases, en analysant la distribution des temps de séjour, grâce à une technique de traçage par un colorant soluble dans la phase continue organique : la dispersion électrostatique assure la minimisation des phénomènes de remélage.

- Comportement électrique

Le contacteur est équivalent à une capacité, dont la valeur reflète le niveau de rétention en phase dispersée.

- Transfert de matière.

- Pour une goutte isolée à laquelle on applique une sollicitation périodique au moyen d'un champ pulsé, le gain enregistré n'est significatif qu'aux faibles diamètres. Il apparaît peu au niveau du contacteur.

- En régime de dispersion électrostatique, le contacteur atteint des temps d'étage très réduits. La fréquence a une influence notable. Le nombre d'unités de transfert pouvant doubler entre 50 et 800 Hertz. L'efficacité globale est liée à l'aire d'échange ainsi qu'à la rapidité des cycles de rupture-coalescence.

MOTS-CLES : EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE - CHAMP ELECTRIQUE - TRANSFERT DE MATIERE - DISPERSION ELECTROSTATIQUE - CONTACTEUR A CHAMP ELECTRIQUE - COEFFICIENT DE TRANSFERT - REMELANGE - DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR