



HAL
open science

Développement de nouveaux contacteurs millifluidiques à contre-courant pour l'extraction liquide-liquide

Bastien Jally, Etienne Defoort, Fabrice Lamadie, Herve Roussel

► To cite this version:

Bastien Jally, Etienne Defoort, Fabrice Lamadie, Herve Roussel. Développement de nouveaux contacteurs millifluidiques à contre-courant pour l'extraction liquide-liquide. SFGP 2024 - 19ème Congrès Français de Génie des Procédés, Oct 2024, Deauville, France. cea-04803711

HAL Id: cea-04803711

<https://cea.hal.science/cea-04803711v1>

Submitted on 25 Nov 2024

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.

Développement de nouveaux contacteurs millifluidiques à contre-courant pour l'extraction liquide-liquide

Bastien JALLY¹, Etienne DEFOORT², Fabrice LAMADIE¹, et Hervé ROUSSEL¹

¹CEA, DES, ISEC, DMRC, Univ. Montpellier, Marcoule, France

²CEA, DES, ISAS, DRMP, Saclay, France

bastien.jally@cea.fr

RESUME

Le développement de procédés d'extraction liquide-liquide nécessite des essais de démonstration portant sur le cycle complet (ensemble des opérations d'extraction et désextraction). Dans le cadre du traitement des matières nucléaires, il est souhaitable de réaliser ces essais dans des contacteurs d'un volume aussi réduit que possible afin de minimiser les quantités de matière engagées. Ces essais sont jusqu'à présent conduits dans des mélangeurs-décanteurs, appropriés pour des débits de quelques centaines de mL/h et dont la réduction en taille a atteint ses limites (Roussel, H et Charton, S, 2016). En effet, à mesure que les dimensions diminuent, les forces surfaciques s'accroissent en affectant l'hydrodynamique, particulièrement au niveau des orifices d'entrée et de sortie. Dans le cas de colonnes miniatures, ces effets apparaissent près des garnissages. Obtenir des débits stables constitue alors un défi, surtout lorsque deux phases doivent s'écouler à contre-courant dans ces espaces confinés.

Dans l'optique de relever ce défi, le CEA a récemment conçu quatre nouveaux prototypes fonctionnant à contre-courant, dont deux fonctionnant en mode alterné : une seule phase à la fois est contrainte de circuler dans ces contacteurs étroits. Les deux autres sont des colonnes, alimentées en continu, dans lesquelles une pulsation vient apporter l'énergie mécanique nécessaire au passage des phases au travers de garnissages.

Les deux contacteurs alternés présentés sont gravés sur 2 mm dans une plaque de PMMA. Les phases y sont injectées de part et d'autre, avec un temps de repos permettant leur décantation et leur circulation progressive. Le premier prototype (Fig. 1a), composé de trois cellules verticales (d'environ 1 mL) connectées en série, est inspiré d'une série de publications (Xu *et coll.*, 2016, Xie *et coll.*, 2018). Le second prototype (Fig. 1b) est une création originale possédant quatre cellules, cette fois circulaires (env. 0,33 mL) et munies de garnissages gravés pour générer une émulsion plus fine. La première colonne pulsée miniature (Fig. 2a) est gravée dans une plaque de PMMA et mesure une cinquantaine de mm de haut. Ses garnissages gravés s'apparentent à des plateaux perforés. La seconde colonne (Fig. 2b) est de dimensions légèrement supérieures (155 mm de haut) et garnie de plaquettes amovibles et de perforations variables.

Les essais ont été conduits en utilisant de l'acide nitrique dilué comme phase aqueuse (4 mol/L, $\rho = 1,104 \text{ g.cm}^{-3}$, $\mu = 1,21 \text{ mPa.s}$), et une huile isoparaffinique (Isane IP175) en présence ou non d'extractant (TBP) comme phase organique (30% vol., $\rho = 0,846 \text{ g.cm}^{-3}$, $\mu = 1,92 \text{ mPa.s}$). La tension interfaciale mesurée est de l'ordre de 14 mN/m. Lorsque cela a été possible, les performances de séparation ont été quantifiées en termes de nombre d'étages théoriques (NET) par la méthode de McCabe et Thiele.

La circulation des phases à contre-courant est réalisable avec les quatre prototypes présentés. En revanche, la génération d'une émulsion avec des tailles de gouttes inférieures au millimètre n'est pas garantie, et se fait généralement au détriment de remélange ou d'une mauvaise séparation en sortie d'appareil. Les essais d'extraction d'acide nitrique par du TBP montrent que l'efficacité des contacteurs doit être améliorée. Dans les conditions *a priori* optimales, le NET est inférieur ou égal à 1 pour la batterie à flux alternés, 2,2 pour le millicontacteur à cellules, environ 1 pour la première millicolonne pulsée et 1,4 pour la seconde.

Des stratégies différentes sont à adopter en fonction du contacteur pour trouver expérimentalement un point de fonctionnement stable (amplitude, fréquence, type de pulsation, débits, phases de repos entre deux injections). C'est la principale difficulté rencontrée avec les contacteurs alternés, alors que les millicolonne sont plus facilement opérables. Un aspect notable de cette étude est l'importance du dispositif de pulsation pour ces dernières : pulsation pneumatique, pompe à piston rotatif, ou micro-pompe à membrane. Ces travaux montrent qu'il vaut mieux découpler la pulsation de l'alimentation et du soutirage des phases. Les savoir-faire et connaissances acquis sont mis à profit puisque ces études sont poursuivies et financées par le gouvernement

dans le cadre de France 2030 via le Programme d'Investissement d'Avenir (PIA) MiRAGe : Outils Microfluidiques pour une R&D Accélérée sur les procédés de recyclage.

MOTS-CLES DU THEME

Hydrométallurgie, intensification.

MOTS-CLES LIBRES

Miniaturisation, millifluidique, extraction liquide-liquide, colonne pulsée.

FIGURES

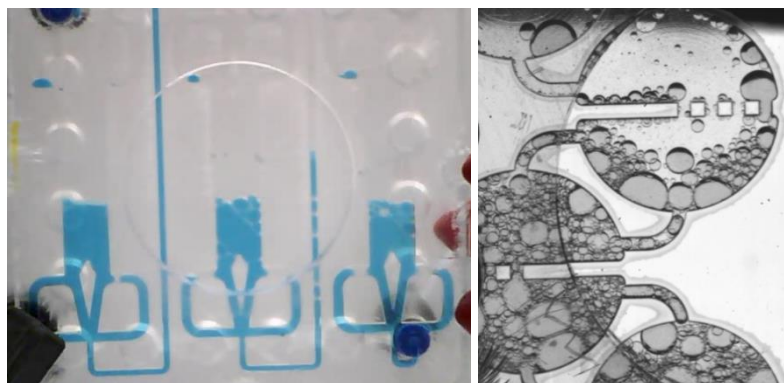


Fig. 1. Photographies des contacteurs à flux alternés en fonctionnement.
(a) : « Batterie à flux alternés » inspirée de Xu *et coll.*, 2016 (b) millicontacteur à cellules alternées



Fig. 2. Photographies des milli-colonnes pulsées en fonctionnement
(a) Prototype gravé dans du PMMA (b) Prototype avec garnissages amovibles

REFERENCES

Roussel, H. et Charton S., 2016, Design, Development and Testing of Miniature Liquid-liquid Extraction Contactors for R&D Studies in Nuclear Environment, *ATALANTE 2016 International Conference on Nuclear Chemistry for Sustainable Fuel Cycles*, Procedia Chemistry 21:487-494, <https://doi.org/10.1016/j.proche.2016.10.068>

Xu, C., Shan J., et Yifeng C., 2016, Countercurrent Droplet-Flow-Based Mini Extraction with Pulsed Feeding and without Moving Parts. *American Institute of Chemical Engineers Journal* 62:3685-3698, <https://doi.org/10.1002/aic.15267>.

Xie, T., et Cong X., 2018, High-Throughput Countercurrent Microextraction in Passive Mode. *Lab on a Chip* 18:1471-1484, <https://doi.org/10.1039/C7LC01244F>