

THESE

Présentée pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

École doctorale : Science des procédés

Spécialité : Génie des procédés et de l'environnement

Par M. Geoffrey PETIT

Olivier SIMONIN

Bo LECKNER

M.

M.

<u>Titre de la thèse</u> :CONTRIBUTION A L'ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DU
COMPORTEMENT DES PHASES GAZ ET SOLIDE DANS UN LIT
FLUIDISE CIRCULANT : APPLICATION AU PROCEDE FCC

Soutenue le 21 Novembre 2005 devant le jury composé de :

- M. Jamal CHAOUKI Président
- M. Mehrdji HEMATI Directeur de thèse
 - Directeur de thèse
 - Rapporteur
- M. Khalil SHAKOURZADEH Rapporteur
- M. Régis ANDREUX Membre
- M. Gilles FERSCHNEIDER Invité

<u>Resume</u>

Le réacteur polyphasique du procédé FCC (Fluid Catalytic Cracking) met en jeu des transferts couplés de chaleur et de matière accompagnés par des transformations chimiques rapides. L'anisotropie de l'écoulement dans ce type de réacteur est à l'origine de l'existence de différentes zones se comportant différemment vis-à-vis du mélange. Ces particularités des lits fluidisés circulants peuvent avoir des conséquences directes sur la sélectivité et le rendement du réacteur industriel. Ce travail a pour objectif d'étudier l'influence des paramètres opératoires sur le mélange gaz-solide dans le riser d'un pilote froid de FCC.

<u>L'étude expérimentale</u> repose sur la caractérisation du mélange gaz-solide en suivant l'évolution spatio-temporelle de la concentration d'un traceur pour chaque phase. A l'issue de cette étude, nous avons conclu que les phénomènes de recirculation de solide se font au voisinage de la paroi. Une augmentation du flux de solide se traduit par une diminution de la dispersion axiale de la phase solide, une augmentation de la dispersion axiale de la phase gazeuse et une réduction de l'écart entre le temps de séjour des phases gaz et solide.

La simulation 3D, effectuée à l'aide du code de calcul Saturne_Polyphasique@Tlse, permet de reproduire la structure verticale de l'écoulement alors qu'il subsiste des lacunes quant à la prédiction de la structure radiale où aucune recirculation de solide en proche paroi n'est observée.

<u>SUMMARY</u>

The multiphase reactor of the FCC (Fluid Catalytic Cracking) process involves coupled heat and mass transfers accompanied by fast chemical transformations. The flow anisotropy in a riser creates an intensity of mixing variable from a region to another one. It is accountable of various zones behaving differently towards the mixing. These particularities of the circulating fluidized bed hydrodynamics can have direct consequences on the selectivity and the efficiency of the industrial reactor. The work objective is to study the influence of the operating parameters on the phenomena of gas and solid mixing in the riser of a FCC cold pilot.

The *experimental study* is based on the characterisation of the gas-solid mixing by following the temporal evolution of the concentration of a tracer for every phase. At the end of this study, we showed that the phenomena of recirculation of solid are done in the vicinity of the wall. An increase of the solid flow results in a reduction in the axial dispersion of the solid phase, an increase in the axial dispersion of the gas phase and a reduction of the difference between the residence time of the gas and solid phases.

The <u>three dimensional calculations</u>, made with the CFD code <u>Saturne_Polypohasique@Tlse</u> allows to reproduce the vertical structure of the flow whereas the prediction of the radial structure is not very well predicted. Indeed, no recirculation of solid in close wall is observed.

TABLE DES MATIERES

Nomenclature	1
Introduction	5
Première partie	9
Chapitre 1 : Etat de l'art sur les lits fluidisés circulants	11
1. APPLICATION AU PROCEDE FCC	13
2. TECHNOLOGIE LIEE AUX LITS FLUIDISES CIRCULANTS	15
3. COMPORTEMENT HYDRODYNAMIQUE DES PARTICULES DE FCC VIS-A-VIS DE LA FLUIDISATION	16
4. STRUCTURE HYDRODYNAMIQUE DES LITS FLUIDISES CIRCULANTS	20
4.1. Structure verticale	20
4.2. Structure radiale	21
5. MODELISATION HYDRODYNAMIQUE DES LITS FLUIDISES CIRCULANTS	22
6. CONCLUSION	24
Chapitre 2 : Outils expérimental et numérique	27
I. OUTIL EXPERIMENTAL	31
1.1. DESCRIPTION GENERALE DU PILOTE FROID	
1.2. DESCRIPTION DES DIFFERENTS ELEMENTS DE L'INSTALLATION	
1.2.1. Le riser	
1.2.3. Circuit d'air	
1.3. Metrologie	
1.3.1. Système de mesure des débits d'air de fluidisation	
1.3.2. Système de mesure du débit de solide	
1.3.3. Mesure de pression	40
1.3.4. Mesure de flux massique local de solide	41
1.4. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	44
2. PRESENTATION DE L'OUTIL DE SIMULATION	47
2.1. MODELISATION DES ECOULEMENTS DIPHASIQUES GAZ-PARTICULES	47
2.1.1. Modélisation de la phase continue	48

2.1.2. Corrélations turbulentes fluide-particules	
2.1.3. Modélisation de la phase dispersée	53
2.1.4. Traçage numérique	
2.2. PRESENTATION DES CONDITIONS DE SIMULATION	
2.2.1. Propriétés des phases continue et dispersée	
2.2.2. Conditions opératoires de l'étude	
2.2.3. Domaines de calcul : maillage 3D	
2.2.4. Conditions limites (entrée, sortie et parois)	
2.2.5. Protocole numérique	
2.3. GRANDEURS DE CARACTERISATION	62
3. CONCLUSION	66

Chapitre 3 : Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude expérimentale). 69

1. DEFINITIONS DES CRITERES DE L'ETUDE	
2. COMPORTEMENT HYDRODYNAMIQUE GLOBAL DU RISER	75
3. ETUDE DE LA STRUCTURE VERTICALE DE L'ECOULEMENT	78
3.1. CONDITIONS OPERATOIRES DE L'ETUDE	
3.2. PRESENTATION ET ANALYSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX	79
3.2.1. Reproductibilité des essais	
3.2.2. Présentation des résultats	80
3.2.3. Analyse des résultats	
4. ETUDE DE LA STRUCTURE RADIALE DE L'ECOULEMENT	97
4.1. CONDITIONS OPERATOIRES ET PARAMETRES DE L'ETUDE	97
4.2. PRESENTATION ET ANALYSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX	
4.2.1. Reproductibilité des essais	
4.2.2. Analyse des flux descendants	
4.2.3. Présentation et analyse des résultats	
5. Conclusion	

Chapitre 4 : Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude numérique)......113

1. STRUCTURE DE L'ECOULEMENT	
1.1. Structure globale de l'ecoulement	
1.2. Structure verticale de l'ecoulement	
1.3. Structure radiale de l'ecoulement	
2. ANALYSE DES RESULTATS NUMERIQUES	

1	Conclusion	125
	2.2.2. Maillage	132
	2.2.1. Turbulence du fluide	130
	2.2. Etude de sensibilite	130
	2.1. PRISE EN COMPTE DU PHENOMENE D'AGGLOMERATION EPHEMERE	124

Seconde partie	
Chapitre 1 : Etat de l'art de l'étude du mélange en LFC	139
1. NOTIONS DE DISTRIBUTIONS DES TEMPS DE SEJOUR (DTS)	141
1.1. MODELES A PLUSIEURS PARAMETRES	141
1.2. MODELES A DISPERSION AXIALE	
1.3. APPLICATION A L'ECOULEMENT GAZ/SOLIDE : MODELE DE RHODES	
2. Synthese des resultats de la litterature	144
2.1. Comportement de la phase solide	144
2.1.1. Choix de la méthode de traçage	
2.1.2. Etude paramétrique	
2.1.3. Synthèse de l'étude bibliographique sur le mélange solide	
2.2. LE COMPORTEMENT DE LA PHASE GAZEUSE	
2.2.1. Choix de la méthode de traçage	
2.2.2. Différents résultats bibliographiques	
2.2.3. Synthèse de l'étude bibliographique sur le mélange gazeux	
3. CONCLUSION	

Chapitre 2 : Etude expérimentale du comportement de la phase solide171

1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR LES MESURES DE DTS	
1.1. Principe	175
1.2. Systeme de prelevement et d'echantillonnage	176
1.3. PROTOCOLE EXPERIMENTAL	179
1.4. PROTOCOLE D'ANALYSE CONDUCTIMETRIQUE (DETERMINATION DE LA CONCENTRATION EN S	sel)180
1.5. DEFINITION DES CRITERES DE L'ETUDE	
1.5.1. Détermination du temps physique correspondant à chaque échantillon	
1.5.2. Bilan global sur le sel	
1.5.3. Distribution des temps de séjour	
1.5.4. Temps caractéristiques et coefficient d'étalement	
1.6. CONDITIONS OPERATOIRES ET PARAMETRES DE L'ETUDE	

2. PRESENTATION ET DISCUSSION DES RESULTATS	
2.1. Analyse des resultats	
2.1.1. Influence de la position radiale et axiale	189
2.1.2. Influence du débit de circulation de solide	
1.2.3. Influence de la vitesse du gaz	
2.2. MODELISATION DES RESULTATS	
2.2.1. Présentation de l'outil de modélisation et choix du modèle	
2.2.2. Interprétation des résultats de modélisation	
2.3. SIMULATION NUMERIQUE DES ESSAIS DE TRAÇAGE EN PHASE SOLIDE	
3. CONCLUSION	212

Chapitre 3 : Etude expérimentale du comportement de la phase gazeuse215

1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR LES MESURES DE DTS	
1.1. Principe	219
1.2. Systeme d'injection	219
1.3. MESURE DE LA CONCENTRATION EN TRACEUR	
1.4. ESSAIS PREALABLES A LA DETERMINATION DES DTS DE LA PHASE GAZEUSE	
2. PRESENTATION ET DISCUSSION DES RESULTATS	
2.1. CONDITIONS OPERATOIRES	227
2.2. PRESENTATION DES RESULTATS	
2.2.1. Reproductibilité des essais	
2.2.2. Résultats de traçage	
2.3. MODELISATION DES RESULTATS	231
2.3.1. Première approche (déconvolution)	
2.3.2. Seconde approche (combinaison de la fonction de transfert du système d'analyse et de celle	du riser)
2.4. INTERPRETATION DES RESULTATS DE MODELISATION	
2.5. SIMULATION NUMERIQUE DES ESSAIS DE TRAÇAGE EN PHASE GAZ	
3. CONCLUSION	244

Conclusion et perspectives	
Références bibliographiques	

Annexes

Annexe 1 : Profils verticaux de gradients de pression	255
Annexe 2 : Profils radiaux de flux massique de solide	263
Annexe 3 : Notions théoriques sur les DTS	277
Annexe 4 : Modèle Piston à Dispersion Axiale (PDA)	285
Annexe 5 : Distribution granulométrique des cristaux de NaCl	289
Annexe 6 : Courbes d'étalonnages des particules de sel et de FCC	293

L'aboutissement d'une thèse n'est pas le fruit du travail d'une seule personne, bien au contraire. Ainsi, je tiens à remercier, par ces quelques lignes, les personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ces trois années de recherche.

Du fait de l'imposante installation expérimentale utilisée dans ces travaux, l'accomplissement de cette étude aurait été impossible sans la participation de l'équipe technique du Laboratoire de Génie Chimique de Toulouse.

Ainsi, je tiens à remercier en premier lieu toute l'équipe technique ayant participé de près ou de loin à ce projet et plus particulièrement **Richard Mole** qui, grâce à son professionnalisme et sa grande expérience du milieu industriel, m'a été d'une aide précieuse dans le redémarrage de l'unité sur le nouveau site du LGC, à Basso Cambo et dans les premières campagnes d'essais. Je tiens à le féliciter aussi pour sa disponibilité, sa bonne humeur et sa gentillesse.

Mes remerciements vont ensuite à **Michel Molinier**, pour son engouement et sa modestie ainsi qu'à **Jean Louis Nadalin**, pour sa disponibilité. Leur grande compétence technologique et leur ingéniosité m'ont toujours aidé à résoudre mes problèmes techniques.

Je souhaite aussi exprimer toute ma gratitude au Professeur Mehrdji Hémati de m'avoir retenu pour effectuer cette thèse. En choisissant de travailler dans son équipe, je savais que j'allais apprendre énormément au niveau scientifique mais le résultat est allé au-delà de mes espérances. A son contact, j'ai pu non seulement me perfectionner dans le domaine des solides divisés mais aussi acquérir une méthodologie de travail rigoureuse. J'ai beaucoup appris aussi à ses côtés sur le plan des relations humaines, tant professionnelles que personnelles. Plus qu'un directeur de thèse, j'ai découvert en sa personne un ami, avec qui, je l'espère, j'aurai encore l'occasion de travailler dans ma future vie professionnelle.

De plus, je tiens à remercier le Professeur **Olivier Simonin** d'avoir co-encadré ces travaux. Ayant une formation d'Ingénieur en Génie Chimique, mon adaptation dans le domaine de la Mécanique des Fluides numérique a été quelque peu difficile mais j'ai pu tout de même apprendre énormément dans ce domaine au contact d'Olivier. Merci à lui pour m'avoir fait découvrir ce "monde particulier" qu'est celui de la simulation numérique.

J'adresse ensuite mes remerciements à **Thierry Gauthier**, ingénieur de recherche à l'Institut Français du Pétrole, pour m'avoir permis de réaliser cette thèse avec l'IFP et d'avoir encadré ces travaux pendant quelques mois. Merci aussi à **Régis Andreux** et **Gilles Ferschneider**, ingénieurs de recherche à IFP, pour avoir poursuivi l'encadrement de ces travaux après le départ de Thierry. Malgré la distance nous séparant, nous avons pu, par le biais de nos différentes discussions, mener à bien ce projet.

Je souhaite aussi remercier le Professeur **Bo Leckner**, de l'Université de Chalmers (Göteborg, Suède), ainsi que le Professeur **Khalil Shakourzadeh**, de l'Université de Technologie de Compiègne, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail. Je tiens aussi à remercier le Professeur **Jamal Chaouki**, de l'école polytechnique de Montréal, d'avoir accepté de présider le jury de ma thèse.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à **Claudine Lorenzon** pour m'avoir aidé à remplir les nombreuses tâches administratives et à résoudre les problèmes logistiques que j'ai pu rencontrer au cours de mes trois années passées au LGC. Merci pour sa sympathie, sa disponibilité, son implication et son professionnalisme.

Je tiens à remercier aussi **Céline Beyret**, stagiaire DUT dans l'équipe pendant 4 mois, qui a contribué à un certain nombre de mesures expérimentales. Sa rigueur et sa motivation m'ont permis de gagner beaucoup de temps.

Un grand merci aussi à **Caroline Saulnier**, doctorante à l'IMFT ainsi qu'à **Hervé Neau**, ingénieur de recherche à l'IMFT, pour leurs nombreuses explications ainsi que pour leur patience face au néophyte que j'étais en mécanique des fluides numérique...

De plus, je souhaite remercier chaleureusement l'ensemble des doctorants et stagiaires du laboratoire qui contribuent à l'excellente ambiance qui y règne. Un merci plus particulier à Alberto, Antonin et Loïc pour leur soutien dans les moments difficiles, pour leur amitié et pour les excellents moments qu'ils m'ont permis de vivre pendant ces trois années de notre vie que nous ne sommes pas prêts d'oublier...

Enfin, je tiens à adresser mes derniers mots à ma famille. Merci à mes parents de m'avoir soutenu jusqu'au bout et d'avoir largement contribué à mon parcours... Merci aussi pour le soutien permanent de Sophie, sa patience et sa gentillesse, surtout dans la dernière période de la thèse.

NOMENCLATURE

Ar : Nombre d'Archimède (ou nombre de Galilée : Ga) défini comme :

$Ga = \frac{d_p^3 \rho_1 (\rho_2 - \rho_1)g}{2}$	(-)
μ^2 C(t): concentration de traceur en sortie (DTS)	(g/g)
C_0 : concentration initiale de traceur	(g/g)
C _n : coefficient de traînée	(5 , 5)
d : diamètre des particules	() (m)
$\mathbf{u}_{\mathbf{p}}$: drametre des particules	(111)
	(m)
$\mathbf{D}_{\mathbf{ax}}$: coefficient de dispersion axiale	(m^2/s)
D _{rad} : coefficient de dispersion radiale	(m^{2}/s)
E _j : fluctuation de pression différentielle normée	(-)
E(t) : distribution des temps de séjour	(s^{-1})
e_c : coefficient de restitution de l'énergie cinétique de translation lors des chocs particule-particule	(-)
$\mathbf{e}_{\mathbf{w}}$: coefficient de restitution de l'énergie cinétique de translation lors des chocs particule-paroi	(-)
F(t) : fonction de répartition	(%)
F : Flux massique de solide	$(kg/m^2/s)$
g : accélération de la pesanteur	(m/s^2)
\mathbf{g}_{0} : fonction de corrélation de paire de particules	(-)
G_s : Flux massique de solide	$(kg/m^2/s)$
H _R : hauteur du réacteur	(m)
$I'_{k,i}$: transfert interfacial de quantité de mouvement de la phase k	$(kg/m^2/s)$
k : énergie de turbulence de la phase continue	(m^2/s^2)
L _{acc} : longueur de la zone d'accélération	(m)
L _R : longueur du réacteur	(m)
m _{cata} : masse de catalyseur dans le riser	(kg)
m _i : masse de l'échantillon i	(g)
N : nombre de RAC	(-)

Pe : Nombre de Péclet	(-)
Pe _s : nombre de Péclet de la phase solide	(-)
P_n : pression moyenne de la phase n	(Pa)
$\Delta \mathbf{P}$: Perte de charge	(Pa)
q ₁₂ : covariance fluide/particule	(m^2/s^2)
$q_{2^{2}}$: énergie cinétique d'agitation de la phase dispersée	(m^2/s^2)
Re : nombre de Reynolds	(-)
Re _p : nombre de Reynolds particulaire	(-)
R _{1,ij} : tenseur des contraintes de Reynolds de la phase continue ($R_{1,ij} = \langle u'_{1,i}u'_{1,j} \rangle_1$)	(m^2/s^2)
R _{2,ij} : tenseur des contraintes cinétiques de la phase dispersée ($R_{2,ij} = \langle c'_i c'_j \rangle$)	(m^2/s^2)
S : Coefficient d'étalement de la DTS	(-)
t_e : espérance de vie d'une molécule	(s)
t _{géom} : temps de séjour géométrique	(s)
t _i : âge interne d'une molécule	(s)
\overline{t} : temps de séjour moyen	(s)
t _{0,5} : temps de séjour médian	(s)
U_c : vitesse de transition de fluidisation	(m/s)
Ug : vitesse superficielle du gaz	(m/s)
U _k : vitesse complète de fluidisation	(m/s)
U _{tr} : vitesse de transport du solide	(m/s)
$U_{n,i}$: vitesse moyenne de la phase n dans la direction i	(m/s)
$u''_{1,i}$: partie fluctuante de la vitesse locale instantanée de la phase continue	(m/s)
$V_{d,i}$: vitesse de dérive due à la turbulence	(m/s)
$V_{r,i}$: vitesse moyenne relative entre les deux phases	(m/s)
$V_{s,0.5}$: vitesse du centre de gravité du traceur	(m/s)

Symboles grecs

α_k : fraction volumique de la phase k	(-)
ε : taux de dissipation de l'énergie cinétique deturbulence de la phase continue	(m^2/s^3)

ρ_k : masse volumique de la phase k	(kg/m^3)
ρ_k : masse volumique de la phase k	(kg/m^3)
μ_k : viscosité dynamique de la phase k	(Pa.s)
μ_w : coefficient de frottement des chocs particule-paroi	(-)
v_k : viscosité cinématique de la phase k	(m^{2}/s)
v_1^t : viscosité turbulente du fluide	(m^2/s)
σ_j : écart type des fluctuations de pression	(-)
$\sigma_{j,n}$: écart type normé des fluctuations de pression	(-)
σ^2 : variance de la DTS	(-)
τ_g : temps de séjour géométrique	(s)
τ_r : taux de récupération de traceur	(-)
τ_{12}^{t} : temps caractéristique de la turbulence du fluide "vu" par les particules	(s)
τ_{12}^{F} : temps de relaxation de la particule	(s)
φ_c : coefficient collisionnel	(-)

Indices

1 : phase continue (gaz)
2: phase dispersée (solide)
ax : axial
éq : relatif aux propriétés des particules équivalentes
i,j :coordonnées spatiales
R:réacteur (ou riser)
rad : radial
t: relatif à la vitesse terminale de chute libre des particules
tr : relatif à la vitesse de transport des particules

<u>INTRODUCTION</u>: Contexte – Problématique scientifique et industrielle – Stratégie d'étude

Le procédé de craquage catalytique du pétrole, ou procédé FCC (Fluid Catalytic Cracking) est un procédé présent dans la majorité des raffineries dans le monde permettant la conversion de charges lourdes de pétrole en produits légers valorisables. Depuis sa commercialisation dans les années quarante, ce procédé a connu de nombreuses améliorations mais reste de nos jours le sujet de nombreuses recherches du fait de l'accroissement d'un certain nombre de contraintes liées notamment aux économies d'énergie ou à la législation.

Dans le procédé de craquage catalytique, la charge, introduite sous forme de fines gouttelettes, est vaporisée au contact du catalyseur chaud. Les réactions rapides et sélectives de transformation chimique s'opèrent dans un écoulement gaz-solide ascendant, dit "réacteur à lit fluidisé circulant". La modélisation de ce type de réacteur polyphasique est complexe car il met en jeu des transferts couplés de chaleur et de matière accompagnés par des transformations chimiques rapides. Il faut préciser que l'intensité de ces transferts et la sélectivité des réactions sont fortement dépendantes de l'hydrodynamique du système. En effet, l'anisotropie de l'écoulement dans un riser créé une intensité du mélange variable d'une région à l'autre. Elle est ainsi à l'origine de différentes zones d'écoulement se comportant différemment vis-à-vis du mélange tant au niveau radial (zone centrale diluée et zone annulaire concentrée) qu'au niveau axial (zone dense en bas du riser et d'une zone diluée en haut). Ces phénomènes hydrodynamiques sont aussi à l'origine de la formation d'agglomérats éphémères de particules de catalyseur ou de recirculations de solide aux parois. Ces particularités de l'hydrodynamique dans les lits fluidisés circulants liées aux importants phénomènes de mélange sont des points critiques à ne pas négliger lors de l'extrapolation de ces unités car ils ont pour conséquence directe une baisse des sélectivités et des rendements du réacteur industriel, notamment en ce qui concerne le rétromélange du gaz et des particules de catalyseur. Ce dernier dépend des paramètres opératoires, de la configuration géométrique du réacteur et du dispositif d'alimentation de la charge dans l'unité.

L'étude du mélange passe par les mesures de la distribution des temps de séjour (DTS). Les difficultés de ces mesures dans un réacteur à lit fluidisé circulant par rapport aux systèmes classiques sont liées à la rapidité des écoulements (temps de séjour inférieurs à quelques secondes) et à la nature polyphasique du milieu étudié. En effet, la technique de DTS est souvent utilisée pour les réacteurs monophasiques. Des précautions particulières sur la méthode de

traçage, la position et la détection du traceur ainsi que sur l'exploitation des données doivent être prises.

La thèse a pour **objectif** d'étudier sur le plan expérimental et théorique l'hydrodynamique de l'écoulement et plus particulièrement le comportement du gaz et des particules dans le riser. **L'étude expérimentale** est réalisée sur une maquette froide de dix mètres de hauteur au Laboratoire de Génie Chimique de Toulouse (LGC). Les essais sont effectués dans les conditions ambiantes avec un catalyseur de craquage catalytique fourni par l'Institut Français du Pétrole (IFP). Les plages de variations de la vitesse superficielle du gaz et du flux de solide sont respectivement de 5 à 7 m/s et de 40 à 160 kg/m²/s. Outre les mesures classiques de caractérisation hydrodynamique (profils verticaux de gradients de pression et profils radiaux de flux massique de solide), nous réalisons des études de Distribution des Temps de Séjour en injectant sous forme d'un échelon un traceur gazeux (hélium) et sous forme d'une impulsion un traceur solide (NaCl). La détection du traceur en sortie et à différents niveaux du riser nous permet d'acquérir les données nécessaires pour valider les prédictions des simulations tridimensionnelles de CFD. L'exploitation de ces données à l'aide d'un modèle monodimensionnel (piston-dispersion axiale) doit nous permettre d'accéder à l'effet des conditions opératoires sur le rétromélange gazeux et solide.

En ce qui concerne **l'aspect théorique**, la simulation tridimensionnelle de l'écoulement est effectuée à l'aide du code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse* développé par EDF. La version utilisée est une version périphérique développée par l'Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse (IMFT). La modélisation est du type modèle à deux fluides (Euler-Euler) basée sur une approche statistique de moyenne de phase pour la phase continue et sur le formalisme de la théorie cinétique des milieux granulaires pour la phase dispersée. A cause de la particularité des particules de catalyseur FCC (classe A de la classification de Geldart), le code doit être validé et adapté à la fluidisation rapide de ces particules avant d'être employé pour simuler les expériences de DTS.

Ce mémoire se décompose en deux grandes parties :

- la première partie décrivant la caractérisation hydrodynamique du riser se décompose en quatre chapitres. Le premier constitue une synthèse des connaissances sur les lits fluidisés circulants. Le deuxième chapitre est une présentation du dispositif expérimental et du code de calcul numérique utilisés. Dans les chapitres 3 et 4, nous présenterons et analyserons respectivement les résultats expérimentaux et numériques,

- la seconde partie décrivant la caractérisation du comportement des phases solide et gaz se décompose en trois chapitres. Le premier constitue un état de l'art sur les différentes techniques de mesure et les principaux résultats bibliographiques concernant l'aspect du mélange gaz-solide en lit fluidisé circulant. Les deux derniers chapitres, ayant la même structure, se décomposent en trois parties :
 - la mise au point et la description des outils et des protocoles de mesure de DTS,
 - l'étude paramétrique,
 - l'interprétation et modélisation des résultats de DTS.

Ils se rapportent à l'étude du comportement respectif de la phase solide (chapitre 2) et de la phase gazeuse (chapitre 3) en lit fluidisé circulant.

Partie 1 :

Caractérisation hydrodynamique

- <u>Chapitre 1</u>: Etat de l'art sur les lits fluidisés circulants
- <u>Chapitre 2</u>: Outils expérimental et numérique
- <u>Chapitre 3</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude expérimentale)
- <u>Chapitre 4</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude numérique)

Cette première partie est divisée en quatre chapitres portant respectivement sur :

- la synthèse des connaissances sur les lits fluidisés circulants (LFC),
- la présentation du dispositif expérimental sur lequel ont été effectuées toutes les mesures expérimentales présentées dans ce mémoire et du code de calcul numérique utilisé.
- la présentation et la discussion des résultats expérimentaux relatifs à la caractérisation verticale et radiale de l'écoulement au sein du riser,
- la présentation et la discussion des résultats numériques relatifs à la caractérisation verticale et radiale de l'écoulement au sein du riser

Chapitre 1 : Etat de l'art sur les lits fluidisés circulants

1. APPLICATION AU PROCEDE FCC	13
2. TECHNOLOGIE LIEE AUX LITS FLUIDISES CIRCULANTS	15
3. COMPORTEMENT HYDRODYNAMIQUE DES PARTICULES DE FCC VIS-A-VIS DE L	A
FLUIDISATION	16
4. STRUCTURE HYDRODYNAMIQUE DES LITS FLUIDISES CIRCULANTS	20
4.1. Structure verticale	20
4.2. Structure radiale	21
5. MODELISATION HYDRODYNAMIQUE DES LITS FLUIDISES CIRCULANTS	22
6. CONCLUSION	24

Sachant que la distribution des temps de séjour des phases continue et dispersée dans un réacteur à lit fluidisé circulant (LFC) est fortement dépendante de son hydrodynamique, nous présenterons en premier lieu une revue bibliographique succincte sur les LFC.

Après avoir décrit brièvement le procédé FCC, nous présenterons successivement l'aspect technologique des LFC, la description de la structure verticale et radiale de l'écoulement et la modélisation empirique et théorique des LFC.

1. Application au procédé FCC

Le procédé FCC (Fluid Catalytic Cracking) a été mis au point dans les années quarante afin de convertir les coupes lourdes de pétrole en produits légers valorisables (essences ayant un indice d'octane supérieur à 90, du gazole, fuels domestiques, ...). Ce procédé s'est rapidement imposé du fait de ses bonnes propriétés de transfert thermique, de son excellente flexibilité de la gestion du catalyseur, de sa remarquable adaptabilité à la demande du marché, de ses très bons rendements et de sa bonne sélectivité. Parmi les inconvénients de ce procédé, on peut citer :

- la séparation de la suspension gaz-solide,
- l'attrition du catalyseur,
- le contrôle du temps de séjour des réactifs et des produits gazeux ainsi que celui des particules de catalyseur qui est loin d'être parfaitement compris.

Le procédé de craquage catalytique se divise en deux parties (Figure 1) :

- la **partie réactionnelle** dans laquelle la réaction catalytique et la régénération du catalyseur sont effectuées,
- la **partie de fractionnement**, où les différents produits sont séparés. Cette dernière ne sera pas développée dans ce mémoire.



Figure 1. Schéma d'un procédé FCC

La charge pétrolière est introduite sous forme de fines gouttelettes en pied d'un contacteur gaz-solide co-courant appelé riser à des températures de l'ordre de 250°C. Au contact des particules chaudes de catalyseur provenant directement de la section de régénération (environ 700°C), la charge, une fois vaporisée, est transformée en hydrocarbures légers.

En tête de riser, une première séparation des gaz produits et du catalyseur est effectuée par un séparateur rapide. Les particules résiduelles en suspension dans le courant gazeux sont collectées par une succession de cyclones en série. Les produits gazeux sont finalement dirigés vers la partie fractionnement. Après la séparation, le catalyseur est initialement dirigé vers la section de stripping où une injection de vapeur d'eau permet la récupération partielle d'hydrocarbures entraînés ou adsorbés par le catalyseur.

Dans le régénérateur, une combustion à température contrôlée élimine le coke formé sur le catalyseur pendant la réaction catalytique. Le cycle réaction-régénération est schématisé sur la Figure 2. On remarque sur cette figure que la chaleur produite lors de la combustion du coke, emmagasinée par les particules de catalyseur, permet d'entretenir les réactions endothermiques du craquage et de compenser les pertes thermiques de l'unité.

Dans ce travail, nous nous intéresserons essentiellement à l'hydrodynamique du lit fluidisé circulant de l'unité de craquage catalytique (riser).



Figure 2. Cycle réaction-régénération du procédé FCC (Gauthier, 2000)

2. Technologie liée aux lits fluidisés circulants

Le principe du lit fluidisé circulant (LFC) a été imaginé par les pétroliers pour le craquage catalytique du pétrole dans les procédés FCC. Les LFC présentent un grand intérêt pour les réactions rapides hétérogènes (catalytiques) car ils combinent une transformation endothermique quasi instantanée des réactifs à un recyclage du catalyseur après avoir été régénéré et préchauffé. De plus, le contact entre les deux phases est bien meilleur qu'en lit fluidisé classique du fait de l'absence de bulles qui court-circuitent une partie du gaz. Par contre, les fortes vitesses de gaz mises en jeu en LFC amplifient un phénomène parasite déjà existant dans les lits fluidisés classiques : l'attrition du solide qui entraînent la formation de fines.

Un lit fluidisé circulant se compose toujours :

- d'un riser,
- d'un dispositif de séparation gaz-solide en sortie du riser
- et d'une jambe de retour.

Le **riser** est un contacteur vertical gaz-solide à co-courant; le gaz est injecté à sa base au travers d'un distributeur qui assure la bonne répartition de celui-ci. Le raccordement du riser au système de séparation, peut être abrupt ou progressif. Selon Jin et coll., 1988; Brereton et Grace, 1993; Qia-yu et Hai, 1993 ; Grace, 1996; Gupta et Berruti, 2000; Harris et coll., 2003, la forme géométrique du rétrécissement en sortie du riser a un impact significatif sur son hydrodynamique.

Le système de séparation gaz-solide est composé de plusieurs cyclones. Les cyclones primaires (en sortie de riser) doivent traiter une suspension contenant une charge de solide importante. Ils ne peuvent pas être dimensionnés par les méthodes de calculs classiques. Muschelknautz (1993) et Leward et coll. (1994) ont défini une nouvelle méthode de dimensionnement des cyclones primaires des LFC.

La **jambe de retour** se compose d'un tube vertical, soit simple, soit muni d'un réservoir de solide afin de disposer d'un inventaire plus important dans la boucle. Une vanne, mécanique ou non, permet de contrôler le débit de circulation de solide. Pour les vannes non mécaniques, le solide est transporté vers le riser en aérant la vanne. Elles sont particulièrement avantageuses du fait de leur robustesse, de leur simplicité technologique, de leur résistance aux milieux hostiles et de leur faible coût de fabrication. Les plus répandues sont les vannes non mécaniques en L.

3. Comportement hydrodynamique des particules de FCC vis-à-vis de la fluidisation

Les particules de FCC sont des fines poudres (diamètre compris entre 30 et 150 μ m) et de faibles masses volumiques (inférieures à 1800 kg/m³). Elles appartiennent au groupe A de la classification de Geldart (Figure 3).



Figure 3. Classification de Geldart (1973)

Pour ces particules, la présence des **forces d'adhésion interparticulaires** (les forces d'attraction de type Van der Waals ou les forces électrostatiques) peut conduire à leur agglomération. Selon Schubert (1981), pour les particules de taille inférieure à 100 μ m (groupe A), les forces de cohésion peuvent être classées dans l'ordre croissant suivant : force de gravité, forces électrostatiques, forces de Van der Waals (Figure 4). Ainsi, lors de la fluidisation rapide



de ces particules, les forces d'origine hydrodynamiques sont exercées sur des entités (agrégats) dont la taille est largement supérieure à celle des particules individuelles.

Figure 4. Influence du diamètre des particules sur les forces de cohésion (Schubert, 1981).

Par conséquent, **l'agglomération éphémère** constitue un phénomène important dans la fluidisation rapide des particules de FCC. D'une part, elle modifie la structure de l'écoulement et d'autre part, elle réduit l'efficacité du contact gaz-solide. Pour cette raison, de nombreuses études expérimentales et numériques cherchent à comprendre les mécanismes d'agglomération en vue de sa prise en compte dans les modèles de réacteur. La formation d'agglomérats éphémères (ou clusters) dans la fluidisation rapide des particules du groupe A de la classification de Geldart a été mise en évidence dans les travaux de Yerushalmi et Cankurt (1978) et confirmée dans ceux de Li et Kwauk (1980) par la mesure des gradients locaux de pression dans la zone diluée. Leurs résultats présentent des écarts importants avec la valeur que donnerait la mesure si les particules étaient uniformément réparties. Horio et Morishita (1988) ont justifié l'existence de clusters en utilisant des sondes optiques.

Rhodes et Mineo (1990) ont observé la présence d'agglomérats éphémères descendants le long des parois en utilisant une caméra rapide. Pour leur part, Li et Xia (1990) ont utilisé une micro caméra rapide pour étudier la forme de ces clusters. Ils ont montré qu'ils étaient en forme de filaments au centre pour tendre vers une forme sphérique aux parois. Ces résultats sont confirmés par les observations de Horio et Kuroki (1993) qui ont constaté la présence de clusters même dans la zone diluée de l'écoulement. Enfin, selon eux, ces agglomérats sont formés pour minimiser l'énergie de dissipation, réduire la force de traînée entre le gaz et les particules et maintenir un état stable. Les travaux expérimentaux portant sur l'identification des différents régimes de fluidisation de particules solides ont montré que le comportement des particules de classe A vis-à-vis de la fluidisation diffère de ceux observés avec d'autres familles de poudre (Figure 5). On remarque la présence d'un régime de fluidisation particulaire ou homogène non détecté pour les autres groupes et un régime de fluidisation turbulente bien distinct pour ces particules.

Notons que la définition et la méthode de détermination des vitesses caractéristiques de ces différents régimes de fluidisation ont été amplement abordés dans les ouvrages classiques de fluidisation (Kunii et Levenspiel, 1969 ; Davidson et coll., 1985 ; Geldart, 1986) et dans les thèses de K. Tannous (1990), de S. Diguet (1996) et de S. Dounit (2001).



Figure 5. Principaux régimes de fluidisation des particules selon leur appartenance aux différents groupes de la classification de Geldart (Kunii et Levenspiel, 1969)

Notons que le comportement du lit dense, observé en bas du riser, est souvent assimilé au régime de fluidisation turbulente. La vitesse de transition caractérisant ce régime est déterminée par la mesure des fluctuations de la chute de pression à travers le lit en fonction de la vitesse de gaz. La Figure 6, où est présentée l'évolution de l'écart type des fluctuations de la chute de pression en fonction de la vitesse, montre la présence de deux vitesses caractéristiques U_c et U_k définies respectivement par Yerushalmi et Cankurt (1979) comme les vitesses de transition et complète de fluidisation. Il faut préciser que ces deux grandeurs sont facilement accessibles expérimentalement pour les particules du groupe A mais leur existence pour les autres types de

particules n'est pas clairement mise en évidence. D'une manière générale, à partir de U_c , les phénomènes de rupture des bulles provoqués par les mouvements de circulation intense de solide conduit à une diminution progressive de la taille des bulles. Au delà de U_k , le lit est constitué d'agrégats de particules en mouvement très intense. La disparition des bulles entraîne une répartition plus homogène du gaz et du solide. Mori et coll. (1988) ont proposé des corrélations pour déterminer ces transitions de régime :

$$\operatorname{Re}_{c} = 0,36Ar^{0,472} \tag{1}$$

$$\operatorname{Re}_{k} = 1,46 \operatorname{Ar}^{0,472} \tag{2}$$



Superfical gas velocity

Figure 6. Définition des vitesses de transition Uc et U_k basées sur l'écart type des fluctuations de pression (Yerushalmi et Cankurt, 1979)

Au-delà de U_k , l'entraînement des particules solides dans le courant gazeux prend de l'importance et en absence d'un système de recyclage, le lit a tendance à se vider. La transition entre le régime de fluidisation turbulente et le lit transporté est caractérisée par une vitesse critique appelée la vitesse de transport U_{tr} . Sa détermination repose sur la mesure de l'évolution de la perte de charge par unité de longueur mesurée en bas du lit en fonction du flux de solide (G_s) à diverses valeurs de vitesses de gaz (Figure 7). Pour des vitesses inférieures à la vitesse de transport, on note une augmentation brutale de la perte de charge qui correspond à l'accumulation de la poudre dans le lit. Dans le cas contraire, la perte de charge augmente progressivement. Pour l'exemple présenté sur la Figure 7, tirée des travaux de Mori et coll. (1988), U_{tr} correspond à une valeur proche de 5,6 m/s.



Figure 7. Détermination de la vitesse de transport par suivi de la perte de charge par unité de longueur en fonction du débit de circulation solide (Mori et coll., 1988)

4. Structure hydrodynamique des lits fluidisés circulants

4.1. Structure verticale

Lors de la fluidisation rapide (vitesse de gaz largement supérieure à la vitesse de transport), le riser est divisé en deux zones : une zone dense en bas de la colonne qualifiée comme la **zone d'accélération** et une zone diluée en haut appelée la **zone établie** (Figure 8).

La première zone est assimilée dans certains travaux à un lit turbulent (Bolton et coll., 1988) et dans d'autres à un lit bouillonnant (Werther et Avidan, 1994). Ceci provient sans doute de l'influence non négligeable de la géométrie des installations sur l'hydrodynamique. Cette zone peut être divisée en deux régions distinctes : une région dense proprement dite où la concentration volumique de solide reste élevée et une région intermédiaire dans laquelle on observe une diminution exponentielle de la rétention de solide. Cette dernière a un comportement semblable à celui de la zone de désengagement d'un lit fluidisé.

La seconde zone, diluée en solide, dite établie, est caractérisée par une faible variation de la concentration longitudinale de solide.

L'allure du profil axial de fraction volumique de solide dans le riser est souvent assimilée à une courbe en forme de "S". La longueur de la zone d'accélération dépend des propriétés physiques des phases, des conditions opératoires ainsi que de la géométrie de la colonne, comme le témoigne l'équation (1) tirée des travaux de Wong (1991) obtenue lors d'essais réalisés avec les particules de classe B :

$$\frac{L_{acc}}{D_{R}} = 7,92.10^{8} \left(\frac{D_{R}}{d_{p}}\right)^{-0.76} \left(\frac{\rho_{p}}{\rho_{g}}\right)^{-1,21} \left(1 + \frac{G_{s}}{\rho_{g}u_{g}}\right)^{0.28} \operatorname{Re}_{p}^{-0.97}$$
(1)



Figure 8. Structure de l'écoulement axial d'un lit fluidisé circulant proposée par Rhodes et coll. (1998)

4.2. Structure radiale

Sur une section droite du riser, on distingue deux zones : une zone centrale diluée et une zone concentrée aux parois avec un écoulement descendant ou faiblement ascendant (Figure 9). Cette structure d'écoulement est, dite "cœur-anneau", a été observée par un certain nombre d'auteurs (Bader et coll., 1988; Mineo, 1989; Tung et coll., 1989; Rhodes, 1990 et 1992 ; Karri et Knowlton, 1999). Selon les travaux de Rhodes (1990) menés avec des particules d'alumine ($d_p = 64 \ \mu m$ et $\rho_p = 1800 \ \text{kg/m}^3$), l'épaisseur de la zone centrale décroît (profils de flux massique deviennent paraboliques) avec :

- l'augmentation du flux de solide,
- la diminution de la vitesse du gaz.

Cette même tendance est confirmée dans les travaux de Wei et coll. (1997) effectués avec des particules de FCC.



Figure 9. Profils de vitesse de particules de FCC dans un LFC (Neri et Gidaspow, 2000)

5. Modélisation hydrodynamique des lits fluidisés circulants

L'évolution des modèles appliqués aux réactions chimiques suit celle des modèles hydrodynamiques à quelques années d'intervalle. En ce qui concerne la modélisation de l'écoulement gaz-solide, il s'agit d'un exercice difficile car la description des phases dépend de nombreux paramètres. La tendance du solide à s'agglomérer rend cette modélisation encore plus complexe surtout pour les particules de classe A. D'une manière générale, l'hydrodynamique du LFC peut être représenté par deux approches : l'une empirique et l'autre théorique. En ce qui concerne les modèles empiriques, une bibliographie détaillée à ce propos est présentée dans les travaux de thèse Diguet (1996). Cette famille de modèle est divisée en deux rubriques :

- les modèles mono directionnels. Ils sont divisés à leur tour en deux catégories. Les modèles d'entraînement (Li et Kwauk, 1980; Rhodes et Geldart, 1986; Bolton et Davidson, 1988; Kunii et Levenspiel, 1991 et 1995) et les modèles d'entraînement faisant intervenir le facteur de glissement (Patience et Chaouki, 1992). Ces modèles, basés sur des concepts différents, essaient de représenter l'influence du taux de circulation de solide sur les profils axiaux de concentration en solide. L'échec relatif de ces représentations provient de l'analyse monodirectionnelle de phénomènes qui sont au moins bidimensionnels.

les modèles cœur-anneau. Le principe de la modélisation "cœur-anneau" a été introduit par Nakamura et Capes (1973) afin de tenir compte de l'hétérogénéité radiale de l'écoulement.
Ces auteurs ont proposé de diviser la section droite du riser en deux zones : une zone diluée au centre et une zone dense à proximité des parois. Les différents modèles cœur-anneau proposés dans la littérature se distinguent par la caractérisation du comportement des deux phases dans les deux zones, l'estimation des coefficients d'échange traduisant les transferts de masse et de quantité de mouvement entre les deux zones et la taille de la zone annulaire. Hartge et Resner (1988), Berruti et Karogerakis (1989), Rhodes (1990) ont développé des modèles permettant de modéliser les profils de vitesse du gaz et du solide ainsi que le flux de solide échangé entre le cœur et l'anneau. L'inconvénient principal est qu'ils nécessitent tous des données expérimentales de profils axiaux de pression et ne fournissent des résultats que pour la zone établie de l'écoulement. Harris et Davidson (1993) ont introduit des bilans de matière et de quantité de mouvement écrits dans le cœur et dans l'anneau. L'inconvénient de cette modélisation est le manque d'information sur les transferts entre les deux zones. Selon Horio et coll., 1988 ; Ishii et coll., 1989; Pugsley et Berruti, 1996; Smolders et Baeyens, 2000, la prise en compte du phénomène d'agglomération dans le modèle cœur-anneau, surtout dans la zone annulaire, permet de mieux reproduire les résultats expérimentaux.

Modélisation locale (théorique)

Cette approche a conduit à l'établissement de deux familles de modèles : les **modèles continus** (approche Euler/Euler) et les **modèles discrets** (Euler/Lagrange). Dans ce travail, nous avons retenu le formalisme eulérien pour chacune de deux phases, appelé aussi modélisation à deux fluides. En ce qui concerne la modélisation Euler-Lagrange appliquée à un LFC, le lecteur peut se reporter aux travaux de Helland et coll. (1999). La modélisation du type modèle à deux fluides (Euler-Euler) considère un système gaz-solide comme une interpénétration de deux phases distinctes et continues et est basée sur une approche statistique de moyenne de phase pour la phase continue et sur le formalisme de la théorie cinétique des milieux granulaires pour la phase dispersée. Les équations de transport régissant les phases sont les équations de conservation de la masse, de quantité de mouvement et de l'énergie de chacun des constituants. Les interactions entre phase sont traduites par un couplage de ces équations par des termes de transfert de masse, de quantité de mouvement et d'énergie.

L'une des premières études mettant en application le modèle à deux fluides est celle de Ding et Gidaspow (1990) où il est proposé de calculer une viscosité collisionnelle et les contraintes cinétiques de la phase dispersée en ne prenant pas en compte la turbulence. L'approche ainsi proposée permet de montrer la faisabilité de ce type de modélisation pour la prédiction des écoulements gaz-solide en LFC. Gidaspow et Huilin (1996) apportent une correction au modèle de Ding et Gidaspow en modifiant l'expression de la viscosité cinétique de la phase dispersée. Cela permet d'obtenir des résultats satisfaisants en simulations bidimensionnelles instationnaires sur un lit fluidisé circulant avec des particules de catalyseur de FCC (Neri et Gidaspow, 2000). Benyahia et coll. (1999, 2000) ont quant à eux obtenus des résultats insatisfaisants avec la même modélisation sur un LFC avec des particules de catalyseur de FCC.

Balzer et coll. (1995) utilisent un modèle à deux fluides prenant en compte la turbulence du fluide et le couplage complet entre phases. Les résultats numériques de simulations bidimensionnelles coïncident relativement bien aux résultats expérimentaux malgré une surestimation de la hauteur du lit lorsque la taille des particules diminue.

Dans les travaux de Balzer et Simonin (1997) le couplage entre phase dans le champs turbulent est amélioré en ajoutant l'influence de la phase dispersée sur la viscosité turbulente de la phase continue dans le modèle k- ε . La simulation tridimensionnelle instationnaire d'un pilote de chaudière à charbon a permis de valider le modèle.

La même modélisation est retenue par Ferschneider et Mège (2001) afin de prédire la structure radiale cœur-anneau de l'écoulement gaz-solide dans un LFC utilisant des particules FCC.

Les équations du modèle à deux fluides seront décrites dans le chapitre 2 de cette partie.

6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit brièvement le **procédé de craquage catalytique** de coupes lourdes de pétrole en lit fluidisé circulant, appelé procédé FCC ou Fluid Catalytic Cracking, ainsi que l'aspect technologique des lits fluidisés circulants.

Nous avons présenté aussi une étude bibliographique du **comportement hydrodynamique des particules de classe A de la classification de Geldart** vis-à-vis de la fluidisation. Ainsi, nous avons vu que l'agglomération éphémère de ce type de particules est un phénomène à ne pas négliger dans la compréhension des écoulements de ces particules car il modifie la structure de l'écoulement et réduit l'efficacité de contact gaz-solide. La tendance de ces particules à s'agglomérer rend la modélisation (globale et locale) encore plus complexe.

La revue bibliographique de la **structure hydrodynamique** des lits fluidisés circulants a montré aussi que la *structure verticale* pouvait être divisée en deux régions principales :

- une zone dense à la base de la colonne, appelée zone d'accélération
- une zone diluée, appelée zone d'écoulement établi.

En ce qui concerne la structure radiale, deux régions sont distinguées :
- une zone centrale, appelée "cœur" de l'écoulement, caractérisée par un mouvement ascendant des particules,
- une zone annulaire, appelée "anneau", caractérisée par un mouvement descendant ou faiblement ascendant.

Cette structure radiale est communément qualifiée de structure "cœur-anneau".

Les études expérimentales sur le sujet ont conduit à un certain nombre de **modélisations empiriques**. Ces modèles ne sont valables que pour des géométries et des conditions opératoires bien définies. Ainsi, le développement de la **modélisation locale** (CFD) constitue une voie prometteuse pour la description des écoulements industriels.

Partie 1 :

Caractérisation hydrodynamique

- <u>Chapitre 1</u>: Etat de l'art sur les lits fluidisés circulants
- <u>Chapitre 2</u> : Outils expérimental et numérique
- <u>Chapitre 3</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude expérimentale)
- <u>Chapitre 4</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude numérique)

Chapitre 2 : Outils expérimental et numérique

1. OUTIL EXPERIMENTAL	
1.1. DESCRIPTION GENERALE DU PILOTE FROID	
1.2. DESCRIPTION DES DIFFERENTS ELEMENTS DE L'INSTALLATION	
1.2.1. Le riser	
1.2.2. Système de récupération et de circulation des poudres	
1.2.3. Circuit d'air	
1.3. Metrologie	
1.3.1. Système de mesure des débits d'air de fluidisation	
1.3.2. Système de mesure du débit de solide	
1.3.3. Mesure de pression	
1.3.4. Mesure de flux massique local de solide	41
1.4. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	44
2. PRESENTATION DE L'OUTIL DE SIMULATION	47
2.1. MODELISATION DES ECOULEMENTS DIPHASIQUES GAZ-PARTICULES	47
2.1.1. Modélisation de la phase continue	
2.1.2. Corrélations turbulentes fluide-particules	
2.1.3. Modélisation de la phase dispersée	53
2.1.4. Traçage numérique	
2.2. PRESENTATION DES CONDITIONS DE SIMULATION	
2.2.1. Propriétés des phases continue et dispersée	
2.2.2. Conditions opératoires de l'étude	
2.2.3. Domaines de calcul : maillage 3D	
2.2.4. Conditions limites (entrée, sortie et parois)	
2.2.5. Protocole numérique	
2.3. GRANDEURS DE CARACTERISATION	62
3. CONCLUSION	66

Ce chapitre, se rapportant à la présentation des outils expérimental et numérique, se décompose selon les deux axes suivants :

- la description détaillée du dispositif expérimental, des différents éléments qui le composent et de la métrologie utilisée,
- la présentation de la modélisation des écoulements gaz/solide implantée dans le code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse*.

1. Outil expérimental

Le banc d'essais dont nous disposons a été dimensionné lors de la thèse Andreux (2001) à partir d'une étude de similitude par rapport à un réacteur industriel. L'objectif de ce travail était l'étude d'un séparateur gaz-solide, positionné en sortie du riser permettant d'assurer une séparation rapide des gaz de réaction et des particules de catalyseur.

L'objectif de la présente étude est l'analyse du comportement des phases gazeuse et solide dans ce banc d'essais hydrodynamique. Notons que la boucle de circulation de solide, fonctionnant à température et pression ambiantes, a été modifiée dans le but d'effectuer les mesures de Distribution des Temps de Séjour (DTS) du gaz et du solide. Dans ce paragraphe, nous allons présenter le pilote froid et ses dispositifs annexes.

1.1. Description générale du pilote froid

Suite à l'explosion de l'usine AZF et la destruction du Laboratoire de Génie Chimique, le pilote a été remonté sur le nouveau site du LGC. Des modifications conséquentes ont été apportées pour répondre aux contraintes liées à l'encombrement de l'installation et aux limitations en hauteur des nouveaux locaux. En effet, la hauteur de plafond désormais disponible est de 7,3 m or l'installation mesurait 11 m. Il a donc été nécessaire de réduire la hauteur du riser (passage de 11 à 9 m) et de creuser dans le sol une cavité de trois mètres de profondeur sur quatre mètres de côté. Le montage de l'installation a été achevé au mois d'octobre 2003.

Le dispositif expérimental (Figure 1) est constitué de :

- une canalisation verticale transparente (riser) de section carrée de 11 cm de côté et de 9 m de hauteur,
- un système de récupération et de circulation de solide,
- un circuit d'air.

Les essais ont été réalisés avec les particules de FCC dont les propriétés physiques sont regroupées dans le Tableau 1 et sur la Figure 2. Les propriétés de l'air ainsi que les vitesses caractéristiques des particules FCC sont aussi consignées dans ce même tableau.

Conditions ambiantes	
Pression [Pa]	10 ⁵
Température [°C]	20
Gaz (air)	
Masse volumique [kg/m ³]	1,2
Viscosité dynamique [Pa.s]	1,8.10 ⁻⁵
Solide (particules FCC)	
Diamètre moyen (d ₅₀) [µm]	70
d ₁₀ [µm]	35
d ₉₀ [µm]	125
Masse volumique [kg/m ³]	1400
Vitesse terminale de chute libre [m/s]	0,18
Vitesse de transport* [m/s]	1,7

Tableau 1. Propriétés physiques de la phase gazeuse et solide et vitesses caractéristiques des particules solides

*: estimée par la relation de Lee&Kim (1990)

**: estimée par la relation de Baeyens et Geldart (1973)



Figure 1. Schéma du dispositif expérimental



Figure 2. Distribution granulométrique des particules de FCC

Comme on constate, les particules de catalyseur ont une distribution granulométrique comprise entre 10 et 200 μ m avec un diamètre médian de 70 μ m (mesure par granulométrie laser).

1.2. Description des différents éléments de l'installation

1.2.1. Le riser

Le riser est une colonne de neuf mètres de haut et de section carrée de onze centimètres de côté. Il est réalisé en altuglass (plastique transparent) comme le montre la photo de la Figure 3 et se compose de cinq tronçons : quatre de deux mètres et un de un mètre, raccordés par deux brides de un centimètre d'épaisseur, entre lesquelles s'insert un joint plat de cinq millimètres pour assurer l'étanchéité à l'air et au solide.



Figure 3. Elément en altuglass

La distribution de l'air dans le riser est assurée à l'aide d'un distributeur à plaque perforée. Il est constitué de 64 orifices de 7 mm de diamètre, régulièrement répartis suivant une maille carrée de 12 mm. La perte de charge à travers le distributeur est évaluée à 3000 Pa pour une vitesse superficielle de gaz de 7 m/s. Le solide alimente le riser par la vanne en L visible sur la Figure 4. Le débit d'aération de la vanne est fixé à 5 m³/h. Le débit maximal de solide pouvant être assuré par le pilote est de 7 t/h.



Vanne en L (alimentation en solide)

Figure 4. Alimentation du riser en air et en solide

La connexion entre la sortie du riser et le système de récupération des particules solides se fait par l'intermédiaire de deux coudes à 90° non abrupts et d'un rétrécissement (Figure 5).

1.2.2. Système de récupération et de circulation des poudres

En sortie du riser, la suspension gaz-solide est dirigée vers le système de récupération des poudres qui se compose de :

- un bac de décantation cylindro-conique en acier inoxydable ; son diamètre est de 63,5 cm et sa hauteur est de 2,47 m. Il permet de récolter la majorité des particules en sortie de riser,
- deux cyclones identiques en acier inoxydable dont les dimensions sont précisées dans la Figure 6 ; elles ont été déterminées à partir de la méthode de Zenz (1976). Ces cyclones sont disposés en série, l'un à l'intérieur du bac de décantation et l'autre en sortie, qui récupèrent les particules résiduelles entraînées par le courant gazeux. Nous avons remarqué lors des essais que le second cyclone ne récupère qu'une quantité extrêmement faible des fines poussières.



Figure 5. Sortie du riser, entrée du bac de décantation et second cyclone

D _c (mm)	214	
H _e (mm)	94	
L _e (mm)	45	
S _c (mm)	107	
D _o (mm)	85	
$L_{c}(mm)$	299	
$Z_{c}(mm)$	534	
D _s (mm)	85	

Figure 6. Dimensions des cyclones de l'installation

A la base du bac de décantation, un jeu de deux vannes à manchon dirige les particules solides soit vers le réservoir de stockage fluidisé, soit vers un lit fluidisé annexe. De plus, la sortie du second cyclone est reliée par l'intermédiaire d'une jambe de retour à la partie inférieure du bac de stockage. Par ailleurs, elle est munie d'un système constitué d'un tube en verre gradué et d'une vanne à manchon. Ce dispositif est prévu pour la mesure éventuelle du débit de solide à la sortie du second cyclone.

L'inventaire de solide est de 360 kg. Il se trouve en état fluidisé dans un bac de stockage en acier inoxydable de 46 cm de diamètre et de 3,7 m de hauteur. La vitesse de fluidisation est de 7 cm/s et le fond du bac est constitué par un cône de 23,8 cm de hauteur. Le distributeur du gaz employé est du type "sparger" (Figure 7). Il est constitué de 166 orifices de 1,8 mm de diamètre positionnés selon une maille carrée de 30 mm.



Figure 7. Distributeur de type "sparger" du bac de stockage fluidisé seul (gauche) et pris entre les brides de raccord (droite)

1.2.3. Circuit d'air

Les travaux de Diguet (1996) ont montré que les phénomènes électrostatiques créés par la circulation de particules solides dans le riser peuvent perturber de manière significative les mesures de la perte de charge et du débit de circulation de solide. Afin de minimiser les effets électrostatiques, une humidification préalable de l'air est fortement conseillée. Selon cet auteur et Andreux (2001), une valeur d'humidité relative de l'ordre de 80 % peut être considérée comme la valeur optimale pour un bon fonctionnement de l'unité.

Ainsi, l'air comprimé du réseau, après la détente à 0,75 bar de pression absolue, pénètre dans un dévésiculeur où il est mélangé avec un courant de vapeur d'eau provenant d'une chaudière (Figure 8). Sur le circuit de vapeur est placée une vanne électrique dont l'ouverture est commandée par un régulateur PID relié à un hygromètre placé à l'entrée du riser. Au cours des essais, le débit de vapeur a été modulé de telle sorte que l'humidité relative de l'air d'alimentation reste constante, de l'ordre de 80%.



Chaudière à vapeur (capacité : 12,6 kg/h)

Figure 8. Système de production de vapeur

1.3. Métrologie

1.3.1. Système de mesure des débits d'air de fluidisation

Les mesures des débits d'air de fluidisation dans le bac de stockage et dans le lit fluidisé annexe sont réalisées à l'aide de trois rotamètres dont les gammes de mesures sont respectivement : [0-70], [0-25] et [0-15] Nm³/h. Le débit dans le riser est mesuré à l'aide d'un débitmètre à flotteur dont la gamme de mesures s'étend de 0 à 420 Nm³/h. Tous les débitmètres sont étalonnés par le constructeur pour une pression relative de 0,5 bar. Notons que pour chaque essai, le débit total d'air traversant le système est vérifié à l'aide d'un tube de Pitot positionné sur la sortie gaz du second cyclone.



Figure 9. Débitmètres pour la mesure des débits d'air

1.3.2. Système de mesure du débit de solide

Le principe de la mesure est basé sur la détermination de la perte de charge au sein du lit fluidisé annexe. Pour ce faire, la totalité du courant solide sortant du bac de décantation est dirigé, à l'aide du jeu de deux vannes à manchon, vers le lit fluidisé annexe, pendant un temps prédéfini. Sachant que dans un lit fluidisé, la perte de charge est directement reliée à la masse de solide présente en son sein, on peut facilement accéder à la valeur du débit de solide par le biais d'une courbe d'étalonnage, préalablement établie, donnant l'évolution de la masse de solide en fonction de la perte de charge.

Le schéma du lit fluidisé annexe employé est présenté sur la Figure 10. C'est un réservoir en acier inoxydable de 30,7 cm de diamètre et de 2 m de hauteur. Un distributeur de type plaque perforée assure la bonne fluidisation du lit. Il est composé de 300 orifices de 1 mm de diamètre répartis selon une maille carrée de 15 mm. La vitesse de fluidisation est de l'ordre de 7 cm/s. Au

centre de ce distributeur, est placé un tube cylindrique (goulotte) pénétrant de 12 cm dans le lit fluidisé annexe. Une vanne à manchon est positionnée à sa base afin de permettre le remplissage du lit, pendant la période de mesure, ainsi que sa vidange. Deux orifices de prises de pression sont positionnés sur le lit ; le premier est situé à 10 cm du couvercle tandis que le second est situé à 10 cm au-dessus du distributeur. La courbe d'étalonnage est représentée sur la Figure 11.



Figure 10. Schéma du lit fluidisé annexe



Figure 11. Courbe d'étalonnage du lit fluidisé annexe

1.3.3. Mesure de pression

La caractérisation verticale de l'écoulement est réalisée grâce à un ensemble de quinze capteurs de pression différentielle. Il s'agit de capteurs bidirectionnels (possibilité de mesure de pression positive et négative) à membrane inox de la société SETRA et de type MC267 4-20 mA.

Le positionnement des capteurs a été fait de telle sorte qu'il permette de distinguer précisément les phénomènes ayant lieu dans les différentes zones. La zone d'accélération (ou zone basse) nécessite par exemple plus de capteurs que la zone où l'écoulement est établi. Le premier capteur permet de mesurer la différence de pression sur une tranche de 0,20 m située à la base du riser. Les treize capteurs suivants sont reliés à des prises de pression distantes de 0,10 m sur le premier mètre, de 0,20 m sur le deuxième mètre, et de 0,50 m jusqu'au sommet (capteur n°2 à 14). De plus, la perte de charge totale du riser est déterminée à l'aide du capteur n°15 relié à deux prises de pression situées aux deux extrémités du riser, la première à 0,22 m du distributeur et la seconde à 8 m du distributeur. Il existe aussi deux autres capteurs qui donnent accès à la perte de charge totale dans le bac de stockage (capteur n°16) et dans le lit fluidisé annexe (capteur n°17). Leur plage de mesure est consignée dans le Tableau 2.

A noter que pour des forts flux de solide, des problèmes de remplissage partiel des prises de pression existent. L'utilisation de filtres dans les travaux de Andreux (2001) n'a pas amélioré les conditions de mesures étant donné qu'ils sont rapidement colmatés. Ainsi, il semble que la meilleure alternative soit d'effectuer les mesures de pression sans filtre en purgeant régulièrement les flexibles de mesure de pression.

Numéro de capteur	Plage de mesure
1 à 4	+/- 1000Pa
5 à 11	+/- 500Pa
12 à 14	+/- 250Pa
15	0-12500Pa
16	0-31000Pa
17	0-12500Pa

Tableau 2. Capteurs de pression différentielle et leurs caractéristiques

Afin de réaliser l'acquisition des données, les capteurs sont reliés à un ordinateur via deux cartes d'acquisition. L'enregistrement des données est effectué à l'aide d'un logiciel commercial

(DT Vee[©]). Cet ensemble permet le suivi de l'évolution dans l'espace et dans le temps de la pression dans le riser.

1.3.4. Mesure de flux massique local de solide

Dispositif expérimental et principe de la mesure

Les mesures de flux massique local de solide sont effectuées à l'aide d'une sonde intrusive de prélèvement identique à celle utilisée par de nombreux auteurs comme Rhodes (1990), Diguet (1996) ou Andreux (2001). La sonde est en acier inoxydable, mesure 200 mm de longueur et possède un diamètre intérieur de 4 mm (Figure 12a). L'épaisseur de la paroi est de 1 mm.

Les travaux de Andreux (2001) montrent que l'épaisseur de la paroi de la sonde a une influence significative sur la mesure de flux massique de solide et que l'affinage de son extrémité est indispensable pour ne pas perturber localement l'écoulement. Ainsi, l'épaisseur de la paroi de la sonde est rendue négligeable à son extrémité par meulage. De plus, cet auteur, qui a travaillé sur la même installation et dans des conditions opératoires identiques que la présente étude, a montré que l'écoulement était symétrique selon la largeur et la profondeur du riser. Ainsi, seuls les demi-profils de flux massiques de solide sont déterminés. Les profils entiers peuvent être obtenus par symétrie de ces derniers.

Ce type de sonde permet de mesurer le flux massique net local de solide suivant différentes directions par simple rotation de celle ci. Le flux ascendant est déterminé lorsque l'extrémité de la sonde est dirigée vers le bas face à l'écoulement tandis que le flux descendant est obtenu lorsque celle-ci est orientée vers le haut. La somme de ces deux flux correspond au flux net.

Elle est introduite dans le riser par les orifices de prise de pression. Notons qu'il est important de relier la sonde à la terre pour éviter tout problème lié à l'électricité statique.

La sonde aspire localement la suspension grâce à une pompe à vide. Le débit d'aspiration est fixé par le biais d'un rotamètre. Le mélange gaz-solide est ensuite dirigé vers un erlenmeyer ; après séparation par décantation et filtration, le solide est pesé (Figure 12b). Connaissant le temps de prélèvement, le débit massique peut facilement être déterminé à partir de la masse de solide récoltée. Le flux massique est obtenu en faisant intervenir la section de la sonde d'aspiration.



Figure 12. (a) Photo de la sonde de prélèvement (b) Schéma de principe de la mesure du flux massique local de solide

Caractérisation de la plage de débit d'aspiration

Les travaux de Bierl et coll. (1980), Rhodes (1990) et Andreux (2001) ont montré que la mesure du flux massique local de solide n'est pas affectée par le débit d'aspiration sur une gamme de débit d'aspiration bien définie appelée par abus de langage "plage d'isocinétisme". Comme ces auteurs, nous avons déterminé cette gamme de débit.

Ainsi, dans ce paragraphe, nous présentons l'étude réalisée pour déterminer l'influence du débit d'aspiration sur les mesures des flux locaux de solide. Nous nous intéresserons dans cette étude aussi bien aux valeurs nettes que ascendantes et descendantes.

Nous avons représenté sur la Figure 13 l'évolution du flux massique net de solide au centre du riser en fonction du débit d'aspiration dans la sonde de prélèvement pour le cas particulier d'un flux moyen de solide de 133 kg/m²/s. Nous pouvons noter l'existence d'une gamme de débit d'aspiration pour laquelle la mesure du flux massique de solide n'est pas influencée. Cette zone, entourée d'une ellipse sur la Figure 13, correspond à la "plage d'isocinétisme". Celle-ci a été établie pour les différents flux de solide étudiés et pour les différentes positions de la sonde. Les mesures ont été effectuées pour une position du rotamètre située dans la "plage d'isocinétisme".



Figure 13. Détermination expérimentale de la plage d'isocinétisme de la sonde de prélèvement au centre du riser, à une hauteur de 8,50 m (Gs = 133 kg/m²/s)

Sensibilité de la mesure à la masse prélevée (ou à la durée de prélèvement)

Nous avons étudié l'influence de la masse prélevée (durée d'échantillonnage) sur la précision des mesures de flux massique local de solide effectuées. La Figure 14 montre que pour un flux moyen de solide de 133 kg/m²/s, le flux local mesuré devient indépendant de la masse prélevée au-delà de 120 g. Pour des valeurs inférieures, les valeurs élevées de flux de solide peuvent être attribuées à l'activation soudaine du système de prélèvement.

Notons que cette étude a été effectuée pour les différents flux de solide retenus : 46, 76, 133 et 160 kg/m²/s. A partir des résultats obtenus, nous avons déterminé la masse minimale de solide à prélever (ou le temps minimal de prélèvement) pour ces différents flux de solide. Ainsi, la masse de solide à prélevée a été fixée à 150 g pour les deux plus faibles flux, à 200 g pour un flux de 133 kg/m²/s et à 250 g pour un flux de 160 kg/m²/s.



Figure 14. Influence de la masse prélevée sur la mesure du flux massique local de solide au centre du riser et à 8,50 m (Gs = 133 kg/m²/s)

1.4. Protocoles expérimentaux

La mise en œuvre d'une manipulation suit les quatre grandes étapes suivantes :

- conditionnement de l'air de fluidisation,
- mise en circulation du solide,
- acquisition de données,
- arrêt du pilote.

Les paragraphes qui suivent décrivent ces différentes étapes sauf la troisième qui dépend bien entendu des mesures que l'on souhaite réaliser.

× Conditionnement de l'air de fluidisation

Lors du démarrage du pilote, la vanne papillon, se trouvant à la base du bac de stockage, est fermée. Cette vanne est reliée à une électrovanne qui permet de commander son ouverture à distance. Les vannes à manchon en amont et en aval du lit fluidisé annexe sont fermées et celle en amont du réservoir de stockage est ouverte.

Une fois ces vérifications faites, il s'agit d'alimenter le pilote (lit fluidisé annexe et riser) en air sec, puis de mettre en marche la chaudière en fixant dans un premier temps la consigne d'hygrométrie à 40 %. Il est nécessaire d'attendre environ trois quarts d'heure avant que la chaudière ne se mette en régime. La consigne est ensuite augmentée de 20 % en 20 % jusqu'à la

valeur de 80 %. Ces précautions doivent être prises afin d'éviter toute condensation de la vapeur dans les débitmètres, sur les parois du riser et sur le distributeur.

× Mise en circulation du solide

Quand les conditions opératoires de l'écoulement monophasique sont satisfaites (hygrométrie et débit), le pilote est alimenté en solide en ouvrant la vanne papillon. Le réglage du flux de solide se fait par le biais de la vanne à guillotine située en aval de la vanne papillon et en amont de la vanne non mécanique en L. La mesure du flux moyen de solide nécessite l'utilisation du lit fluidisé annexe comme décrit précédemment. Une fois le débit de la boucle de circulation mesuré, le lit fluidisé annexe est vidangé en plusieurs fois successives. Il est important de vidanger progressivement le lit afin d'éviter tout déséquilibre ou tout engorgement du système. Ainsi, classiquement, le lit est vidangé par évacuations successives d'environ 8 kg de solide, ce qui correspond à une diminution de la perte de charge dans le lit d'environ 500 Pa.

Signalons que, pour les conditions opératoires fixées, les mesures sont effectuées en régime établi. Il est atteint lorsque les critères suivants sont vérifiés :

- les fluctuations du débit d'air dans le système ne dépassent pas 2 % de la valeur de consigne. De plus, l'écart entre la valeur du débit total lue sur les débitmètres et celle déterminée par le tube de Pitot reste inférieure à 3 %,
- les pertes de charge dans le riser et celle dans le lit fluidisé de stockage restent indépendantes du temps d'opération (pas de dérive).

Nous avons représenté sur la Figure 15 un enregistrement des fluctuations de pression au cours du temps dans le riser et dans le bac de stockage obtenu pour un flux de solide de 100 kg/m²/s. Notons que l'ouverture de la vanne papillon se traduit par l'augmentation quasi instantanée de la perte de charge totale dans le riser (zone 1 de la Figure 15). Le régime établi (fluctuations de pression indépendantes du temps) est atteint dès 40 s. Aux alentours de 400 s, la circulation de solide est arrêtée (zone 2 de la Figure 15) pendant une trentaine de secondes ; il peut être noté que lors du redémarrage de la circulation de solide, la perte de charge dans le riser reprend la même valeur qu'avant la perturbation engendrée par l'arrêt de la circulation de solide. Le retour au régime permanent ne prend pas plus de 40 s. Notons que cette perturbation n'entraîne aucune modification de l'enregistrement dans le bac de stockage.



Figure 15. Courbes de pertes de charge dans le riser et dans le bac de stockage (Gs = 100 kg/m²/s et Ug = 7 m/s)

D'une manière générale, comme nous l'avons constaté sur la Figure 15, le régime permanent est atteint en moins d'une minute. Cependant, les mesures ont toujours été effectuées au-delà d'une heure de fonctionnement après avoir vérifié l'absence d'une dérive éventuelle sur l'enregistrement des pertes de charge dans le riser et dans le bac de stockage. A titre d'exemple, la Figure 16 montre qu'il n'existe aucune différence entre l'enregistrement effectué après quatre heures de fonctionnement et celui réalisé au début de la manipulation (Figure 15).



Figure 16. Courbes de pertes de charge dans le riser et dans le bac de stockage sur une durée de 60 min et après 4 h de fonctionnement (Gs = 100 kg/m²/s et Ug = 7 m/s)

× <u>Arrêt du pilote</u>

Tout comme pour le démarrage du pilote, il est très important de respecter rigoureusement la procédure lors de l'arrêt de l'installation.

En premier lieu, il s'agit de couper l'alimentation en solide par le biais de la vanne papillon commandée par électrovanne. Si d'autres essais sont prévus dans la semaine, il n'est pas indispensable de fermer la vanne à guillotine. Par contre, si un arrêt prolongé des manipulations est à prévoir, cette fermeture est préconisée. En effet, dans ce cas, il a pu être observé lors du redémarrage, des débits plus faibles de solide pour une même ouverture de la vanne guillotine. Cette chute de débit est certainement liée à la création d'un dôme au niveau de la vanne du fait de la nature cohésive des particules solides employées (classe A de la classification de Geldart). Ce dôme a pour conséquence directe d'obstruer plus ou moins la canalisation. La solution réside dans la manipulation répétée (ouverture/fermeture) de la vanne pour faciliter la destruction du dôme.

Il s'agit ensuite d'arrêter le système d'humidification en éteignant la chaudière. A cet instant, il ne faut absolument pas arrêter la fluidisation des réservoirs. En effet, avant l'arrêt définitif du pilote, il est indispensable de "sécher" les particules solides avec l'air sec. Dans le cas contraire, les chances d'agglomérer les particules seraient réellement accrues ce qui aurait pour conséquence directe un colmatage des distributeurs des bacs fluidisés.

Trois ou quatre heures plus tard, il s'agit de stopper la fluidisation des bacs et de la vanne en L en réduisant progressivement les débits d'air.

Enfin, la dernière étape de l'arrêt du pilote consiste à vidanger le bac de mélange de l'air sec et de la vapeur d'eau où une certaine quantité d'eau condensée a été piégée.

2. Présentation de l'outil de simulation

Ce paragraphe est consacré dans un premier temps à la présentation de la modélisation implantée dans le code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse*. Ce code de calcul a été initialement développé par EDF ; la version utilisée est une version périphérique développée par l'IMFT. Puis dans un second temps, nous présentons les conditions de simulation retenues dans notre étude.

2.1. Modélisation des écoulements diphasiques gaz-particules

L'idée de base de la modélisation des **milieux continus** consiste à considérer un élément de volume et d'écrire les équations de bilan de matière, de quantité de mouvement et d'énergie qui gouvernent leur écoulement. Ces équations sont valables à tout moment et en tout point du fluide

considéré. Dans le cas des **milieux diphasiques**, on peut écrire les équations locales instantanées pour chaque phase ainsi que l'équation locale instantanée régissant les conditions à l'interface entre les deux phases. La résolution de cet ensemble d'équations nécessite un maillage plus fin que les petites échelles de longueur de l'écoulement et un pas d'intégration (temps) plus court que les échelles de temps des plus rapides fluctuations, ce qui n'est pratiquement pas possible à réaliser. Pour réduire la difficulté, on introduit la notion de moyenne sur les équations locales instantanées. Les équations ainsi obtenues constituent les équations de base du **modèle dit à deux fluides**. Ces équations peuvent être intégrées avec un pas de temps plus important et un maillage plus gros. Par contre, cette méthode donne lieu à un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues d'où la nécessité d'introduire des équations supplémentaires pour fermer le système appelées **relations de fermeture**.

Ce type de modélisation est implanté dans le code de calcul que nous utilisons. Ce **modèle à deux fluides** (Euler-Euler) est basé sur une approche statistique de moyenne de phase pour la phase continue et sur le formalisme de la théorie cinétique des milieux granulaires pour la phase dispersée (Gobin et coll., 2003).

La **phase continue** est décrite par un modèle k- ϵ . Il est fondé sur une hypothèse de viscosité turbulente. Il consiste en un système d'équations de transport sur la conservation de l'énergie cinétique de la turbulence (k), et sur la dissipation visqueuse de la turbulence (ϵ).

En ce qui concerne la **phase dispersée**, la théorie cinétique des gaz appliquée aux milieux granulaires permet d'établir les équations de transport des moments de la fonction de distribution des particules (densité numérique, vitesse, énergie cinétique d'agitation, …). La modélisation des contraintes cinétiques et collisionnelles des particules est basée sur le modèle de fermeture q_2^2 - q_{12} , développé spécifiquement pour les lits fluidisés et qui prend simultanément en compte les collisions interparticulaires, l'entraînement par la turbulence du gaz et l'influence du frottement fluide-particule (q_2^2 représentant l'énergie cinétique d'agitation de la phase dispersée et q_{12} la covariance des vitesses fluide/particule).

2.1.1. Modélisation de la phase continue

De manière générale, pour les systèmes isothermes et sans transfert de masse, les équations de conservation de la masse et de la quantité de mouvement établies pour la phase continue s'écrivent de la manière suivante :

× Equation de conservation de la masse

$$\frac{\partial}{\partial t} (\alpha_1 \cdot \rho_1) + \frac{\partial}{\partial x_i} (\alpha_1 \cdot \rho_1 \cdot U_{1,i}) = 0$$
⁽¹⁾

où α_1 : taux de présence de la phase continue,

- ρ_1 : masse volumique de la phase continue,
- $U_{1,i}$: vitesse moyenne de la phase continue dans la direction i.

* Equation de conservation de la quantité de mouvement

$$\frac{\partial}{\partial t} (\alpha_{1} \rho_{1} U_{1,i}) + \frac{\partial}{\partial x_{j}} (\alpha_{1} \rho_{1} U_{1,j} U_{1,i}) = -\frac{\partial}{\partial x_{j}} (\alpha_{1} \rho_{1} \langle u_{1,i}^{"} u_{1,j}^{"} \rangle + \Theta_{1,ij})
+ \alpha_{1} \rho_{1} g_{i} - \alpha_{1} \frac{\partial P_{1}}{\partial x_{i}} + I_{1,i}$$
(2)

- où P_1 : pression moyenne de la phase continue,
 - g_i : accélération de la pesanteur,
 - $I_{1,i}$: représente le taux de transfert interfacial de quantité de mouvement entre les deux phases diminué de la contribution du gradient de pression moyen du gaz.

Les vitesses moyennes fluctuantes sont définies à partir de l'opérateur moyenne $\langle _ \rangle$ de la façon suivante : $U_{1,i} = \langle u_{1,i} \rangle$, $u_{1,i}^{"} = u_{1,i} - U_{1,i}$

 $\langle u_{1,i}^{"}u_{1,j}^{"}\rangle$ représente le tenseur de Reynolds (R_{1,ij}) et $\Theta_{1,ij}$, le tenseur de viscosité moléculaire (diffusion laminaire dans la phase continue).

Transfert de quantité de mouvement

Le transfert de quantité de mouvement est effectué dans le cas spécifique d'un écoulement gazsolide avec des particules solides denses ($\rho_2/\rho_1 >>1$) par la force de traînée :

$$I_{2,i} = -I_{1,i} = -\alpha_2 \rho_2 \frac{1}{\tau_{12}^F} V_{r,i}$$
(3)

 τ_{12}^F est le temps caractéristique d'entraînement des inclusions par le mouvement du fluide ou temps de relaxation des particules. Il s'exprime par l'utilisation de deux lois empiriques différentes dépendant de la valeur de α_2 : relations de Wen et Yu (1965) en écoulements dilués et relations d'Ergun (1952) en écoulements denses. Selon Gobin et coll. (2003), et contrairement à des études précédentes comme Balzer et coll. (1995) et Ding et Gidaspow (1990), la transition

d'une loi à l'autre n'existe pas à une valeur constante de α_2 . Ainsi, pour assurer une continuité entre ces deux expressions, τ_{12}^F s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{1}{\tau_{12}^{F}} = \frac{3}{4} \frac{\rho_{1}}{\rho_{2}} \frac{\langle |V_{r}| \rangle_{2}}{d_{p}} Min[C_{D,WU}; C_{D,Erg}]$$

$$avec \quad C_{D,Erg} = 200 \frac{\alpha_{2}}{\text{Re}_{p}} + \frac{7}{3} \quad , \quad \text{Re}_{p} = \frac{\alpha_{1} \langle |V_{r}| \rangle_{2} \overline{d}}{v_{1}}$$

$$et \quad C_{D,WY} = \begin{cases} \frac{24}{\text{Re}_{p}} [1 + 0.15 \text{Re}_{p}^{0.687}] \alpha_{1}^{-1.7} & , \quad \text{Re}_{p} < 1000 \\ 0.44 \alpha_{1}^{-1.7} & , \quad \text{Re}_{p} \ge 1000 \end{cases}$$

 $V_{r,i} = [U_{2,i} - U_{1,i}] - V_{d,i}$ est la vitesse relative moyenne entre phases ; $V_{d,i}$ est la vitesse de glissement entre phase due au transport de la turbulence de la phase dispersée par la turbulence du fluide (Simonin, 2000). Elle est modélisée par l'approximation suivante :

$$V_{d,i} = -D_{12}^{t} \left[\frac{1}{\alpha_2} \frac{\partial \alpha_2}{\partial x_i} - \frac{1}{\alpha_1} \frac{\partial \alpha_1}{\partial x_i} \right]$$

 D'_{12} est le coefficient de dispersion fluide-particules qui est proportionnel à la covariance des vitesses fluide-particules $q_{12} = \langle u''_{1,i}u''_{2,i} \rangle_2$ et à un temps caractéristique d'interaction entre les particules et la turbulence du fluide, τ'_{12} . Ce temps caractérise la turbulence du fluide "vue" par les particules et prend en compte l'effet de croisement de trajectoires liées au glissement moyen entre les phases. Ce coefficient de dispersion fluide-particules s'exprime par la relation suivante :

$$D_{12}^{t} = \frac{1}{3}q_{12}\tau_{12}^{t}$$

avec $\tau_{12}^{t} = \frac{\tau_{1}^{t}}{\sigma_{\alpha}} \cdot \left[1 + C_{\beta} \cdot \xi_{r}^{2}\right]^{-1/2} \quad o\dot{u} \quad \xi_{r} = \frac{\left<|V_{r}|\right>_{2}}{\sqrt{\frac{2}{3}k}}$

 $\sigma_{\scriptscriptstyle \alpha}\,$ est pris égal au nombre de Schmidt ou de Prandtl de la phase continue

 C_{β} est le coefficient de croisement de trajectoires, dont la valeur est fixée à 1,8.

Turbulence de la phase continue

Le modèle de turbulence de la phase continue est un **modèle k-ɛ** modifié afin de prendre en compte le transfert interfacial de quantité de mouvement entre la phase continue (fluide) et la phase dispersée (particules).

Ainsi, ce modèle consiste à établir une équation de transport de l'énergie cinétique de la turbulence, $k = \frac{1}{2} \cdot \left\langle u_{1,i}^{"} u_{1,i}^{"} \right\rangle_{1}$, et une équation de transport de son taux de dissipation, ε . Il est à noter que ces modèles établis par Elgobashi et Abou-Arab (1983) sont valables :

- dans les conditions où le diamètre des particules considérées est largement inférieur à l'échelle caractéristique de l'écoulement turbulent,
- dans les systèmes dilués turbulents avec haut nombre de Reynolds particulaire.

Par analogie au cas monophasique, les **tensions de Reynolds** sont exprimées selon la relation suivante (hypothèse de Boussinesq) :

$$R_{1,ij} = \left\langle u_{1,i}^{"} u_{1,j}^{"} \right\rangle_{1} = -v_{1}^{t} \left[\frac{\partial U_{1,i}}{\partial x_{j}} + \frac{\partial U_{1,j}}{\partial x_{i}} \right] + \frac{2}{3} \delta_{ij} \left(k + v_{1}^{t} \frac{\partial U_{1,m}}{\partial x_{m}} \right)$$
(4)

Où v_1^t représente la viscosité turbulente du fluide et est exprimée par :

$$\boldsymbol{v}_1^t = \boldsymbol{C}_\mu^* \cdot \frac{\boldsymbol{k}}{\varepsilon} \tag{5}$$

Dans le cas des écoulements gaz-particules, l'influence des particules sur la turbulence de la phase fluide peut être prise en compte en réalisant une modification de C^*_{μ} intervenant dans le calcul de la viscosité turbulente. Ainsi, Balzer et Simonin (1997) proposent la relation suivante :

$$C_{\mu}^{*} = C_{\mu} \left[1 + C_{12} \frac{\alpha_{2} \rho_{2}}{\alpha_{1} \rho_{1}} \frac{k}{\varepsilon \cdot \tau_{12}^{F}} \left(1 - \frac{q_{12}}{2k} \right) \right]^{-1} \quad \text{et } C_{12} \approx 0,34$$
(6)

Par ailleurs, l'équation de transport de l'énergie cinétique turbulente (k) est obtenue par la relation suivante :

$$\alpha_{1}\rho_{1}\left(\frac{\partial k}{\partial t}+U_{1,j}\frac{\partial k}{\partial x_{j}}\right)=\underbrace{\frac{\partial}{\partial x_{j}}\left(\alpha_{1}\rho_{1}\frac{v_{1}^{t}}{\sigma_{q}}\frac{\partial k}{\partial x_{j}}\right)}_{diffusion}-\underbrace{\alpha_{1}\rho_{1}R_{1,ij}\frac{\partial U_{1,i}}{\partial x_{j}}}_{production}-\underbrace{\alpha_{1}\rho_{1}\varepsilon}_{dissipation}+\Pi_{k}$$
(7)

Quant à l'équation de transport du taux de dissipation (ɛ), elle s'écrit :

$$\alpha_{1}\rho_{1}\left(\frac{\partial\varepsilon}{\partial t}+U_{1,j}\frac{\partial\varepsilon}{\partial x_{j}}\right)=\underbrace{\frac{\partial}{\partial x_{j}}\left(\alpha_{1}\rho_{1}\frac{v_{1}^{t}}{\sigma_{\varepsilon}}\frac{\partial\varepsilon}{\partial x_{j}}\right)}_{diffusion}-\underbrace{\alpha_{1}\rho_{1}\frac{\varepsilon}{k}C_{\varepsilon,1}R_{1,ij}\frac{\partial U_{1,i}}{\partial x_{j}}}_{production}-\underbrace{\alpha_{1}\rho_{1}\frac{\varepsilon}{k}C_{\varepsilon,2}}_{dissipation}+\Pi_{\varepsilon} \tag{8}$$

Les termes d'interaction turbulente fluide-particules sont fermés par les Π_k et Π_{ε} apparaissant dans les équations 9 et 10. Ces termes de couplage inverse s'expriment par :

$$\Pi_{k} = \frac{\alpha_{2}\rho_{2}}{\tau_{12}^{F}} \left(-2k + q_{12} + V_{d,i} V_{r,i}\right)$$
(9)

$$\Pi_{\varepsilon} = C_{\varepsilon,3} \frac{\varepsilon}{k} \Pi_{k} \tag{10}$$

Les différentes constantes du modèle sont consignées dans le Tableau 3.

$\sigma_{_{q}}$	$\sigma_{_{arepsilon}}$	C_{μ}	$C_{\varepsilon,1}$	$C_{\varepsilon,2}$	$C_{\varepsilon,3}$
1	1,3	0,09	1,44	1,92	1,2

Tableau 3. Constantes du modèle $k - \varepsilon$

2.1.2. Corrélations turbulentes fluide-particules

L'équation de la covariance des vitesses fluctuantes fluide-particules, q_{12} , est obtenue à partir des équations lagrangiennes du mouvement des particules, en privilégiant le transport par la vitesse des inclusions (Simonin et coll., 1993) :

$$\alpha_{2}\rho_{2}\left(\frac{\partial q_{12}}{\partial t}+U_{2,j}\frac{\partial q_{12}}{\partial x_{j}}\right) = \underbrace{\frac{\partial}{\partial x_{j}}\left(\alpha_{2}\rho_{2}\frac{v_{12}^{\prime}}{\sigma_{q}}\frac{\partial q_{12}}{\partial x_{j}}\right)}_{I} - \underbrace{\frac{\alpha_{2}\rho_{2}\varepsilon_{12}}{\Pi}}_{I} + \underbrace{\frac{\Pi_{q_{12}}}{\Pi}}_{III} - \underbrace{\frac{\alpha_{2}\rho_{2}R_{12,ij}}{I}\frac{\partial U_{2,i}}{\partial x_{j}}}_{IV} - \underbrace{\frac{\alpha_{2}\rho_{2}R_{12,ij}}{V}\frac{\partial U_{2,i}}{\partial x_{j}}}_{V} + \underbrace{\frac{\Omega_{q_{12}}}{\Omega}}_{V} + \underbrace{\frac{\Omega_{q_{12}}}{\Omega$$

Où les différents termes représentent :

- *I*: transport turbulent de la covariance,
- *II*: destruction de la covariance sous l'action de la viscosité du fluide et de la décorrélation entre les mouvements fluctuants liée au glissement entre les deux phases. Ce terme est modélisé comme suit : $\varepsilon_{12} = \frac{q_{12}}{\tau_{12}^{t}}$,
- III : interaction entre les mouvements fluctuants de chaque phase. Il s'écrit :

$$\Pi_{q_{12}} = -\frac{\alpha_2 \rho_2}{\tau_{12}^F} \left[\left(1 + \frac{\alpha_2 \rho_2}{\alpha_1 \rho_1} \right) q_{12} - 2k - 2\frac{\alpha_2 \rho_2}{\alpha_1 \rho_1} q_2^2 \right]$$
(12)

IV et V: production induite par les gradients de vitesses moyennes.

Les corrélations fluide-particules R_{12,ij} sont modélisées par analogie avec la modélisation de la turbulence de la phase continue, à l'aide du concept de viscosité turbulente :

$$R_{12,ij} = -\frac{v_{12}^{t}}{1+\eta_{r}} \left(\frac{\partial U_{1,i}}{\partial x_{j}} + \frac{\partial U_{2,j}}{\partial x_{i}} \right) + \frac{1}{3} \delta_{ij} \left[q_{12} + \frac{v_{12}^{t}}{1+\eta_{r}} \left(\frac{\partial U_{1,m}}{\partial x_{m}} + \frac{\partial U_{2,m}}{\partial x_{m}} \right) \right] + \frac{\eta_{r}}{1+\eta_{r}} \left(R_{1,ij} - \frac{2}{3} k \delta_{ij} \right)$$

$$(13)$$

La viscosité turbulente fluide-particules, v_{12}^{\prime} , s'écrit en fonction de la covariance entre les vitesses fluctuantes et le champ caractéristique d'interaction des particules avec la turbulence du fluide :

$$v_{12}^{t} = \frac{1}{3}q_{12}\tau_{12}^{t} \tag{14}$$

2.1.3. Modélisation de la phase dispersée

Concernant la phase dispersée, la théorie cinétique des milieux granulaires, qui n'est qu'une extension de la classique théorie cinétique des gaz au cas des écoulements granulaires, a été introduite afin de décrire le comportement des particules solides au sein d'un milieu dense où les interactions particulaires sont importantes.

Dans ces conditions, pour une population de particules identiques sphériques et non élastiques, l'équation de conservation en terme de fonction de distribution d'une particule, $f_2(x,c,t)$, peut être écrite. Rappelons que cette fonction est définie comme suit : la probabilité de trouver une particule à une position comprise entre x et x+dx ayant une vitesse comprise entre c et c+dc est $f_2 \cdot dx \cdot dc$. Cette équation, connue sous le nom de l'équation de Maxwell-Boltzmann, s'exprime par :

$$\frac{\partial f_2}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_i} \left(c_i \cdot f_2 \right) + \frac{\partial}{\partial c_i} \left(\frac{F_i}{m_p} \cdot f_2 \right) = \frac{\partial f_2}{\partial t} \bigg|_{coll}$$
(15)

Où :

 c_i : "vitesse instantanée" de la particule dans l'espace des phases,

 $\frac{\partial f_2}{\partial t}\Big|_{coll}$: taux de variation de la fonction de distribution f_2 dû aux chocs interparticulaires,

 F_i : résultante des forces exercées sur une particule de masse m_p .

Selon les modèles de fermeture choisi (prise en compte de l'action du fluide interstitiel), cette force peut prendre plusieurs formes. Ainsi, dans la théorie cinétique des gaz et des milieux granulaires secs, F_i se ramène à la seule force de gravité. Cependant, afin de prendre en compte

l'effet induit par la présence du gaz interstitiel, Simonin (1995) propose d'écrire cette force sous la forme suivante pour les particules denses :

$$\frac{F_i}{m_p} = g_i - \frac{1}{\rho_2} \cdot \frac{\partial P_1}{\partial x_i} - \frac{c_i - \widetilde{u}_{1,i}}{\tau_{12}^F}$$
(16)

Où le premier terme de droite est le terme de gravité, le second terme représente les forces dues à la pression du fluide environnant et le dernier correspond à la force de traînée exercée sur la particule par ce fluide environnant. Ce dernier s'écrit en fonction de l'écart entre la vitesse de la particule (c_i) et celle de l'écoulement du fluide localement non perturbé ($\tilde{u}_{1,i}$).

La moyenne d'ensemble d'une grandeur quelconque $\Psi(x,c,t)$ est alors définie, en utilisant la fonction de distribution f₂, comme suit :

$$\langle \psi(c) \rangle = \frac{1}{n_p} \int \psi(c) \cdot f_2(x, c, t) dc \tag{17}$$

Où *dc* représente un élément de volume dans l'espace des vitesses entourant le point c, et n_p est le nombre de particules par unité de volume, défini comme l'intégrale de la fonction de distribution de vitesse d'une seule particule sur tout le domaine de variation de la vitesse :

$$n_p = \int f_2(x,c,t) dc \, .$$

En multipliant l'équation (15) par $\psi(c)$ et en l'intégrant sur tout le domaine de variation de la vitesse, on obtient l'équation de transport de la propriété $\langle \psi(c) \rangle$:

$$\frac{\partial}{\partial t} (n_p \langle \psi \rangle) + \frac{\partial}{\partial x_i} (n_p \langle c_i \cdot \psi \rangle) - n_p \left[\left\langle \frac{\partial \psi}{\partial t} \right\rangle + \left\langle c_i \frac{\partial \psi}{\partial x_i} \right\rangle + \left\langle \frac{F_i}{m_p} \frac{\partial \psi}{\partial c_i} \right\rangle \right] = C(\psi)$$
(18)

Où $C(\psi)$ représente la variation de la grandeur ψ due aux collisions binaires des particules.

L'équation de transport d'un moment d'ordre q, $M_{ij\dots q} = \langle c'_i c'_j \dots c'_q \rangle$ peut être obtenue en remplaçant dans l'équation (18) ψ par $c'_i c'_j \dots c'_q$. Les c'_i représentent les fluctuations de la vitesse des particules exprimée par $c'_i = c_i - \langle c_i \rangle$.

Le formalisme de la théorie cinétique des milieux granulaires permet de construire les équations de transport en terme de moments des particules : nombre moyen de centres de particules, vitesse moyenne de translation,... Cependant, lorsque la fonction de distribution, f_2 , varie lentement à l'échelle du diamètre des particules, on peut faire le lien entre ces grandeurs et

celles obtenues pour la phase continue. Ainsi, en remarquant que le produit $n_p \cdot m_p$ est équivalent à $\alpha_2 \cdot \rho_2$, où $\alpha_2 = 1 - \alpha_1$ représente le taux de présence de la phase dispersée, les équations de continuité et de quantité de mouvement relatives à la phase dispersée peuvent se mettre sous une forme similaire à celle de la phase continue.

× Equation de conservation de la masse

En remplaçant ψ par m_p dans l'équation (18), on retrouve l'équation de continuité de la phase dispersée :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_2 \cdot \rho_2) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\alpha_2 \cdot \rho_2 \cdot U_{2,i}) = 0$$
⁽¹⁹⁾

 $U_{2,i}$ étant la vitesse moyenne des particules.

* Equation de conservation de la quantité de mouvement

En remplaçant ψ par c_i dans l'équation (18), on trouve l'équation de quantité de mouvement relative à la phase dispersée :

$$\alpha_{2}\rho_{2}\left(\frac{\partial U_{2,i}}{\partial t}+U_{2,j}\frac{\partial U_{2,i}}{\partial x_{j}}\right)=-\frac{\partial}{\partial x_{j}}\left(\alpha_{2}\rho_{2}R_{2,ij}+\Theta_{2,ij}\right)+\alpha_{2}\rho_{2}\left\langle\frac{F_{i}}{m_{p}}\right\rangle$$
(20)

Où : $R_{2,ii}$ est le tenseur des contraintes cinétiques,

 $\Theta_{2,ij}$ tenseur des contraintes collisionnelles.

En remplaçant l'expression de la force $\frac{F_i}{m_p}$ donnée par l'équation (16) dans l'équation (18), nous retrouvons une équation équivalente à l'équation de transport de quantité de mouvement de la phase continue :

$$\alpha_{2}\rho_{2}\left(\frac{\partial U_{2,i}}{\partial t} + U_{2,j}\frac{\partial U_{2,i}}{\partial x_{j}}\right) = -\frac{\partial}{\partial x_{j}}\left(\alpha_{2}\rho_{2}R_{2,ij} + \Theta_{ij}\right) + \alpha_{2}\rho_{2}g_{i}$$

$$-\alpha_{2}\frac{\partial P_{1}}{\partial x_{i}} - \frac{2\alpha_{2}\rho_{2}}{\tau_{12}^{F}}\left[V_{r,i}\right]$$
(21)

× <u>Relation de fermeture</u>

Termes collisionnels

Dans le formalisme de la théorie cinétique des gaz, l'expression des termes collisionnels $C(\psi)$ sont établis à partir d'une hypothèse sur les collisions binaires de particules et à partir d'une autre

sur le chaos moléculaire qui correspond à la déccorrélation des vitesses des particules au moment du choc.

Dans la première, nous considérons que les collisions faisant intervenir plus de deux particules sont négligeables devant les collisions binaires. La variation de $C(\psi)$ due aux collisions s'exprime alors uniquement en fonction de $f_{12}^{(2)}(x_1, x_2, c_1, c_2, t)$, densité de probabilité que la particule 1 et 2 soient respectivement aux positions x_1 et x_2 aux vitesses c_1 et c_2 au temps t.

Dans la seconde hypothèse, nous considérons que la densité de probabilité à deux particules $f_{12}^{(2)}$ est égale au produit des densités de probabilité à une particule $f_1^{(1)}$ et $f_2^{(1)}$ des particules 1 et 2 corrigée par un facteur g_0 appelé fonction d'autocorrélation. Ce facteur prend en compte le fait qu'en milieux denses, les positions des deux particules entrant en collision ne sont pas statistiquement indépendantes (Enwald et coll., 1996). Dans le code de calculs *Saturne_Polyphasique@Tlse*, la formulation de Lun et Savage (1986) est utilisée

$$g_0 = \left(1 - \frac{\alpha_2}{\alpha_{2m}}\right)^{-2,5\alpha_2} \tag{22}$$

où : α_{2m} est la concentration volumique de solide au compactage maximum, imposé à 64 %.

La variation collisionnelle $C(\psi)$ de la grandeur ψ est obtenue par l'intégration de la variation locale de ψ due à une collision binaire sur l'ensemble des collisions binaires statistiquement possibles. Finalement, l'expression de $C(\psi)$ peut se mettre sous la forme suivante :

$$C(\psi) = \chi(\psi) - \frac{\partial}{\partial x_i} \Theta_i(\psi) - \frac{\partial U_{2,j}}{\partial x_i} \cdot \Theta_i\left(\frac{\partial \psi}{\partial c_i}\right)$$
(23)

Le terme $\chi(\psi)$ est un terme source représentant la dissipation de la grandeur ψ au cours des collisions inélastiques. Le terme $\Theta_i(\psi)$ représente le transport de ψ durant les collisions binaires.

Par calcul analytique, Jenkins et Richman (1985) puis He et Simonin (1994) ont pu donner une écriture explicite des termes de redistribution et de transport jusqu'au deuxième ordre. Ils ont été utilisés par Balzer et coll. (1985) pour la définition du modèle de viscosité $q_2^2 - q_{12}$ implanté dans *Saturne_Polyphasique@Tlse*. Ces termes sont détaillés dans la thèse Andreux (2001).

Modèle de viscosité

Pour l'obtention des relations de fermeture intervenant dans le modèle de viscosité, nous renvoyons aux travaux de Boelle (1997). Dans le modèle de viscosité, il s'agit de fermer le système au niveau des termes de contraintes cinétiques intervenant dans les équations de quantité

de mouvement. L'écriture de l'équation de transport de l'énergie cinétique, q_2^2 , qui apparaît dans ces équations, passe par l'écriture de l'équation de transport des contraintes cinétiques $R_{2,ij}$ en faisant une sommation sur les termes i et j. Ainsi, pour des écoulements denses à phase dispersée, on a la relation suivante :

$$\alpha_{2}\rho_{2}\left(\frac{\partial q_{2}^{2}}{\partial t}+U_{2k}\frac{\partial q_{2}^{2}}{\partial x_{k}}\right)=-\frac{1}{2}\frac{\partial}{\partial x_{k}}\left(\alpha_{2}\rho_{2}S_{2,jjk}+\Theta_{jjk}\right)$$
$$-\left(\alpha_{2}\rho_{2}R_{2,jk}+\Theta_{jk}\right)\frac{\partial U_{2,j}}{\partial x_{k}}$$
$$+\frac{\alpha_{2}\rho_{2}}{\tau_{12}^{F}}\left(q_{12}-2q_{2}^{2}\right)+\frac{1}{2}\chi_{jj}$$
(24)

Dans cette équation on a noté $S_{2,jjk} = \langle c'_j c'_j c'_k \rangle$ et $\Theta_{jjk} = \Theta_k (\rho_2 c_j c_j)$ Pour les moments d'ordre 3 $S_{2,jjk}$, l'hypothèse de diffusivité mène à :

$$\alpha_2 \rho_2 S_{jjk} + \Theta_{jjk} \approx - \left(K_2^{cin} + K_2^{coll}\right) \frac{\partial q_2^2}{\partial x_k}$$

où K_2^{cin} et K_2^{coll} sont respectivement le coefficient de diffusion cinétique de l'agitation de la phase dispersée et le coefficient de diffusion collisionnelle de l'agitation de la phase dispersée :

$$K_{2}^{cin} = \left(1 + \frac{5}{9}\xi_{c}\frac{\tau_{12}^{F}}{\tau_{2}^{C}}\right)^{-1} \left[\left(\frac{5}{9}\tau_{12}^{F}\frac{2}{3}q_{2}^{2}\left(1 + \alpha_{2}g_{0}\varphi_{c}\right)\right) + \frac{2}{3}\frac{C_{s}}{C_{\mu}}\tau_{12}^{t}\frac{1}{3}q_{12}\right]$$
$$K_{2}^{coll} = \frac{6}{5}\alpha_{2}g_{0}\left(1 + e_{c}\right)\left[K_{2}^{cin} + \frac{10}{9}d_{p}\sqrt{\frac{T}{\pi}}\right]$$

avec les coefficients collisionnels suivants :

$$\varphi_c = \frac{3}{5} (1 + e_c)^2 (2e_c - 1)$$
$$\xi_c = \frac{1}{100} (1 + e_c) (49 - 33e_c)$$

et τ_2^C le temps caractéristique des collisions interparticulaires soit le temps moyen entre deux collisions binaires subies par une particules quelconque :

$$\tau_2^{C} = \left[\frac{6\alpha_2 g_0}{d_p} \sqrt{\frac{16}{\pi} \frac{2}{3} q_2^2}\right]^{-1}$$

2.1.4. Traçage numérique

Le traçage de la phase k par des particules traçantes est simulé numériquement à l'aide de l'introduction d'un scalaire S qui est transporté par la phase tracée. L'équation générale de transport d'un tel scalaire s'écrit sous la forme suivante :

$$\alpha_k \rho_k \frac{\partial}{\partial t} S + \alpha_k \rho_k \frac{\partial}{\partial x_i} S U_{k,i} = -\frac{\partial}{\partial x_i} \alpha_k \rho_k \left\langle u_{k,i}^* S^* \right\rangle_k$$
(25)

Le protocole d'injection expérimental est appliqué numériquement en imposant la valeur du scalaire à une valeur de 100 %. Pour simuler l'injection du **traceur solide** sous la forme d'une impulsion, la valeur du scalaire sera maintenue à 100 % pendant une durée de une seconde physique. Le calcul est ensuite prolongé avec une valeur de scalaire nulle afin de simuler la vidange du système en particules traçantes. En ce qui concerne le **traceur gazeux** injecté expérimentalement sous la forme d'un échelon, la valeur du scalaire sera maintenue à 100 %

2.2. Présentation des conditions de simulation

2.2.1. Propriétés des phases continue et dispersée

La **phase continue** est de l'air aux conditions normales de température et de pression. Il est incompressible et isotherme. Ses propriétés physiques sont :

▲
$$ρ_1 = 1,2 \text{ kg/m}^3$$
,

▲ $\mu_1 = 1, 8.10^{-5}$ Pa.s

En ce qui concerne la **phase dispersée**, les particules utilisées ont les mêmes propriétés physiques que les particules de FCC utilisées dans l'étude expérimentale :

★
$$d_2 = 70 \mu m$$
,

▲
$$ρ_2 = 1400 \text{ kg/m}^3$$
.

Elles sont considérées comme parfaitement sphériques et lisses d'où un facteur de forme égal à un. De plus, les collisions entre particules sont inélastiques, et le coefficient de restitution, e_c , est égal à 0,9.

2.2.2. Conditions opératoires de l'étude

Les conditions opératoires utilisées dans les simulations sont identiques à celles utilisées dans l'étude expérimentale. La vitesse de l'air de fluidisation est de 7 m/s, soit 305 Nm^3/h ou 0,102 kg/s. Les flux de solide étudiés sont de 46, 76 et 133 kg/m²/s.

2.2.3. Domaines de calcul : maillage 3D

Les travaux de la thèse Andreux (2001) portant sur la simulation du même riser ont montré qu'un maillage 2D n'est pas suffisant pour représenter les phénomènes hydrodynamiques. Pour cette raison, nous n'avons effectué que des simulations tridimensionnelles.

Pour limiter les temps de calcul des simulations 3D de l'étude, la boucle de circulation complète n'est pas prise en compte. La configuration géométrique retenue pour les simulations est le riser de notre dispositif expérimental dont la sortie est composée d'un coude non abrupt de 90° et d'un rétrécissement.

Maillage

Deux maillages 3D ont été réalisés pour l'étude numérique à l'aide du logiciel SIMAIL 6.4. Le premier est un maillage standard possédant environ 30000 cellules alors que le second, plus raffiné, en possède quatre fois plus, soit 120000 cellules. Le riser est à section carrée avec une largeur de 0,11 m (axes Ox et Oz) et une hauteur de 9 m (axe Oy).

Le **maillage** $n^{\circ}1$ (Figure 17) possède 10 cellules suivant la largeur et la profondeur. Le premier nœud est positionné à 4,6 mm de la paroi. Au centre, la largeur de maille est de 16,8 mm. Il possède 312 cellules selon la hauteur. La hauteur des mailles est de 2,9 cm. L'entrée du solide est latérale et approximativement de section carrée (6,0 x 5,3 cm), discrétisée avec 6 nœuds suivant la hauteur et la largeur.



Figure 17. Maillage n°1 du riser

Le **maillage n°2** (Figure 18) possède 20 cellules suivant la largeur et la profondeur. Le premier nœud est positionné à 3,5 mm de la paroi. Au centre, la largeur de la maille est de 5,5 mm. Il possède 600 cellules selon la hauteur. La hauteur des mailles est de 1,5 cm. L'entrée du solide est identique au maillage précédent.



Figure 18. Maillage n°2 du riser

La Figure 19 représente la sortie du riser qui est composée, conformément au dispositif expérimental, d'un coude à 90° non abrupt et d'un rétrécissement.



Figure 19. Sortie du riser (maillage n°2)

2.2.4. Conditions limites (entrée, sortie et parois)

La géométrie possède une entrée principale d'air de fluidisation ayant une vitesse uniforme à la base du riser, une entrée latérale de solide et une sortie. Les débits d'injections d'air de
fluidisation et de particules solides sont constants. Nous présentons dans le paragraphe qui suit les conditions limites imposées.

× *Entrée principale d'air*

Le débit massique d'air de fluidisation de toutes les simulations réalisées est de 0,102 kg/s, soit une vitesse superficielle de 7 m/s. Le profil de vitesse est uniforme sur l'entrée, avec une diminution de la valeur à la paroi traduisant le frottement visqueux du fluide. L'écoulement est monophasique.

× Entrée latérale de solide

Comme sur l'installation expérimentale, cette entrée est diphasique. Le débit massique de l'air injecté correspond à celui injecté dans la vanne en L non mécanique du pilote, soit 1,7.10⁻³ kg/s. Le profil de vitesse est uniforme. La vitesse d'injection des particules est égale à la vitesse de l'air estimée expérimentalement en l'absence de solide à partir du débit d'air d'aération et de la section de l'entrée latérale, soit 2,5 m/s. La concentration volumique de solide est ajustée de telle sorte que le flux donné dans les conditions opératoires soit respecté. Les valeurs du taux de présence de particules en entrée sont consignées dans le Tableau 4.

Tableau 4. Valeurs du taux de présence de particules solides pour les différents flux massiques de solide étudiés

Gs (kg/m²/s	46	76	133
α_2 (%)	5,0	8,3	14,5

× <u>Sortie du système</u>

La sortie est une entrée-sortie libre, autrement dit, elle correspond à des conditions de pression imposées. Ce type de condition limite peut induire un écoulement rentrant ou sortant du domaine de calcul. La pression imposée en sortie est une dérivée normale du gradient de pression tangentiel nulle, c'est-à-dire une recopie du profil de pression amont.

× <u>Parois</u>

Pour la phase continue, l'écoulement est considéré avec frottement visqueux aux parois et pour la phase dispersée, les rebonds à la paroi sont élastiques sans frottement.

2.2.5. Protocole numérique

Notons que les simulations ont été effectuées sur une station de calculs Silicon Graphic et sur un PC Linux équipé d'un processeur P4 de 3,4 GHz.

Les calculs sont tous initiés sans solide dans le domaine de calcul. A partir du moment où la masse de solide dans le riser devient indépendante du temps, les calculs des moyennes débutent.

Du fait de la géométrie tridimensionnelle utilisée, les temps de calculs sont très longs. En effet, selon la finesse du maillage employé, une seconde physique est simulée entre 40 (maillage n°1) et 100 heures CPU (maillage n°2). Le pas de temps est uniforme et le pas de temps initial de référence est de 0,015 s.

2.3. Grandeurs de caractérisation

La caractérisation de l'écoulement dans le riser est effectuée avec des grandeurs moyennées dans le temps à partir du moment où le régime est établi. Les différentes grandeurs que le code, en version standard, fournit sont : les vitesses des deux phases dans les trois directions, la concentration volumique de solide, la pression, la turbulence et la dissipation de la phase continue, l'agitation et la covariance de la phase dispersée, les fluctuations de vitesses dans les trois directions.

Quelques lignes de programmation permettent d'accéder aux grandeurs suivantes : la masse instantanée de solide dans le riser, les temps caractéristiques τ_{12}^t , τ_{12}^F et τ_2^C , les flux massiques positifs et négatifs dans chaque direction.

Masse totale de solide dans le riser

La masse totale de solide dans le riser est un critère de convergence de la simulation vers un écoulement instationnaire développé. Elle est calculée au cours de la simulation à une fréquence temporelle fixée. Le début de la convergence correspond au temps à partir duquel la valeur moyenne de cette grandeur devient indépendante du temps.

La masse de solide est calculée à partir de la concentration volumique réelle de solide. La Figure 20 présente un exemple de l'évolution temporelle de la masse de solide dans le riser au cours du calcul.



Figure 20. Exemple d'évolution temporelle de la masse de solide dans le riser obtenue pour un flux de solide de 133 kg/m²/s

Profil vertical de gradient de pression

Les profils verticaux de gradients de pression moyenne qui seront présentés dans le chapitre 3 de la première partie de ce mémoire (Caractérisation hydrodynamique du riser) sont calculés à partir des pressions moyennes fournit directement par le code. Ces valeurs sont obtenues sur la même paroi que sur le dispositif expérimental (paroi parallèle à l'injection de solide). Notons tout de même que les profils établis au centre ou sur la paroi opposée sont identiques. Les gradients locaux sont déterminés par la relation suivante :

$$Grad\overline{P} = -\frac{\overline{P}(x_{j+1}) - \overline{P}(x_{j-1})}{x_{j+1} - x_{j-1}}$$

avec $\overline{P}(x_i)$ la pression moyenne au nœud du maillage x_j dans la direction indicée par j.

Nous avons représenté sur la Figure 21 un exemple de profil vertical de gradients de pressions moyennes obtenues pour un flux de 133 kg/m²/s.



Figure 21. Exemple d'un profil vertical de gradients de pressions moyennes obtenu pour un flux de solide de 133 kg/m²/s

Profils radiaux de flux massiques de solide

La caractérisation de l'hydrodynamique au sein du riser passe aussi par l'établissement des profils radiaux de flux massiques nets de solide. Le flux massique est calculé par la relation suivante :

 $\overline{F(x_j)} = \overline{\alpha_2(x_j)\rho_2(x_j)U_2(x_j)}$

 $\overline{F(x_j)}$ étant le flux massique net moyen de solide au nœud du maillage x_j dans la direction indicée par j.

Nous avons représenté sur la Figure 22 un exemple de profils radiaux obtenus pour un flux de 133 kg/m²/s selon la largeur (Ox) et la profondeur (Oz) du riser à une hauteur de 8,50 m audessus du distributeur.



Figure 22. Exemple de profils radiaux de flux massique de solide obtenus à 8,50 m du distributeur, selon la largeur (Ox) et la profondeur (Oz) du riser (Gs = $133 \text{ kg/m}^2/\text{s}$)

Temps caractéristiques

Pour caractériser notre écoulement, nous avons aussi utilisé les rapports de temps caractéristiques suivants :

$$\sqrt{\frac{\tau_{12}^{t}}{\tau_{12}^{F}}}$$
 : caractérise l'efficacité d'entraînement des particules par la turbulence du gaz,
 $\sqrt{\frac{\tau_{12}^{F}}{\tau_{2}^{C}}}$: caractérise l'influence des collisions interparticulaires comparée à l'influence du

fluide ou encore la compétition entre l'entraînement des particules par l'écoulement (la traînée) et les collisions.

Rappelons la définition des temps caractéristiques :

- $\checkmark \tau_{12}^{t}$: caractérise la turbulence du fluide "vue" par les particules et prend en compte l'effet de croisement de trajectoires liées au glissement moyen entre les phases,
- $\checkmark \tau_{12}^F$: caractérise l'entraînement des inclusions par le mouvement du fluide ; il est appelé aussi temps de relaxation des particules.
- $\checkmark \tau_2^C$: caractérise les collisions interparticulaires soit le temps moyen entre deux collisions binaires subies par une particules quelconque.

Fluctuations de vitesses

Cette grandeur permet de donner des informations intéressantes quand aux fluctuations de vitesses horizontales et verticales sur la section du riser. Un exemple de profils radiaux de

fluctuations de vitesses verticales obtenu à une hauteur de 6,60 m et à un flux de solide de 133 kg/m²/s est représenté sur la Figure 23.



Figure 23. Exemples de profils radiaux des fluctuations de vitesses verticales selon la largeur (Ox) et la profondeur (Oz) du riser, à une hauteur de 6,60 m (Gs = $133 \text{ kg/m}^2/\text{s}$)

3. Conclusion

Ce chapitre est divisé en deux sections se rapportant respectivement à la description des outils expérimental et numérique.

Dans la première section, nous décrivons tout d'abord le pilote froid de FCC ainsi que les différents éléments qui le composent :

- le riser,
- le système de récupération et de circulation des poudres,
- le circuit d'air de fluidisation.

Ensuite, nous avons présenté les différentes métrologies et le protocole expérimental retenus pour effectuer notre étude hydrodynamique.

Dans la seconde section, nous décrivons l'outil numérique à disposition ainsi que les conditions de simulations retenues.

Nous avons présenté le modèle à deux fluides implanté dans le code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse*. Ce modèle est basé sur une approche statistique de moyenne de phase pour la phase continue et sur le formalisme de la théorie cinétique des milieux granulaires pour la phase dispersée. Les équations générales gouvernant les deux phases sont décrites ainsi que le modèle de fermeture, qui est basé sur une hypothèse de viscosité.

Puis, nous avons détaillé les conditions de simulation en précisant plus particulièrement les maillages employés et les conditions limites retenues. Enfin, nous avons décrit les grandeurs de caractérisation de l'étude.

Partie 1 :

Caractérisation hydrodynamique

- <u>Chapitre 1</u>: Etat de l'art sur les lits fluidisés circulants
- <u>Chapitre 2</u>: Outils expérimental et numérique
- <u>Chapitre 3</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude expérimentale)
- <u>Chapitre 4</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude numérique)

Chapitre 3 : Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude expérimentale)

1. DEFINITIONS DES CRITERES DE L'ETUDE	73
2. COMPORTEMENT HYDRODYNAMIQUE GLOBAL DU RISER	75
3. ETUDE DE LA STRUCTURE VERTICALE DE L'ECOULEMENT	
3.1. CONDITIONS OPERATOIRES DE L'ETUDE	
3.2. PRESENTATION ET ANALYSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX	79
3.2.1. Reproductibilité des essais	
3.2.2. Présentation des résultats	
3.2.3. Analyse des résultats	
4. ETUDE DE LA STRUCTURE RADIALE DE L'ECOULEMENT	
4.1. CONDITIONS OPERATOIRES ET PARAMETRES DE L'ETUDE	97
4.2. PRESENTATION ET ANALYSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX	
4.2.1. Reproductibilité des essais	
4.2.2. Analyse des flux descendants	
4.2.3. Présentation et analyse des résultats	
5. CONCLUSION	

Ce chapitre se rapporte à la caractérisation hydrodynamique de l'écoulement dans le riser du pilote froid. Pour tous les essais, la vitesse du gaz est fixée à 7 m/s et l'effet du flux massique de solide entre 46 et 160 kg/m²/s est examiné. Ce chapitre se décompose selon les quatre rubriques suivantes :

- définition des critères de l'étude,
- étude de la structure globale de l'écoulement,
- étude de la structure verticale de l'écoulement,
- étude de la structure radiale de l'écoulement.

1. Définitions des critères de l'étude

Pression moyenne différentielle

Les valeurs des pressions différentielles pariétales moyennes sont déterminées en réalisant l'acquisition des signaux à une fréquence de 20 Hz pendant cinq minutes. La pression différentielle moyenne est calculée par la relation suivante :

$$\overline{\Delta P_j} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k \Delta P_{j,i} \tag{1}$$

avec $\Delta P_{j,i}$, la valeur instantanée de pression différentielle mesurée à l'aide du capteur j,

 $\overline{\Delta P_i}$, la pression différentielle moyenne du capteur j.

Fluctuation de pression différentielle normée

Afin de pouvoir effectuer une étude comparative entre les fluctuations de pressions obtenues dans les différentes conditions opératoires étudiées, nous avons introduit la notion de fluctuation de pression normée (E_i), déterminée par la relation suivante :

$$E_{j} = \frac{\Delta P_{j,i} - \overline{\Delta P_{j}}}{\overline{\Delta P_{j}}}$$
(2)

Précisons que la définition de cette grandeur est identique à celle de l'écart relatif instantané.

Ecart type des fluctuations de pression

L'écart type des fluctuations de pression différentielle est déterminé par la relation suivante :

$$\sigma_{j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{k} \left(\Delta P_{j,i} - \overline{\Delta P_{j}}\right)^{2}}{k-1}}$$
(3)

Ecart type normé des fluctuations de pression

Comme pour les fluctuations de pression, nous avons introduit aussi la notion d'écart type normé des fluctuations de pression défini par la relation suivante :

$$\sigma_{j,n} = \frac{\sigma_j}{\Delta P_j} \tag{4}$$

Gradient de pression moyenne

La caractérisation verticale d'un riser passe par la détermination des profils verticaux de **gradient de pression** différentielle moyenne. Cette grandeur se calcule selon la relation suivante :

$$Grad \overline{\Delta P_{j,i}} = \frac{\overline{\Delta P_j}}{\Delta L_j}$$
 (en Pa/m) (5)

où $\overline{\Delta P_j}$ est la pression différentielle pariétale moyenne mesurée entre deux prises de pression distantes de ΔL_j .

Notons que, pour des raisons de simplicité, cette grandeur est appelée "gradient de pression".

Rétention de solide et concentration volumique de solide

En négligeant l'effet de l'accélération du solide sur la perte de charge totale dans le riser (ΔP_t), nous pouvons déterminer la rétention de solide, m_{cata}, ainsi que la concentration volumique moyenne locale de solide dans le riser, $\alpha_{2,j}$, par les relations suivantes :

$$m_{cata} = \frac{\Delta P_t S_R}{g} \tag{6}$$

où ΔP_t représente la perte de charge totale dans le riser et S_R, la section du riser.

$$\alpha_{2,j} = \frac{\overline{\Delta P_j}}{\Delta L_j} \frac{1}{(\rho_2 - \rho_1)g}$$
(7)

où ρ_1 est la masse volumique de l'air, ρ_2 , la masse volumique des particules solides et g, la gravité.

Précisons que, dans la zone basse du riser, l'effet de l'accélération du solide n'est pas totalement négligeable. Ainsi, les valeurs calculées dans cette zone ne représentent qu'une estimation de ces grandeurs.

2. Comportement hydrodynamique global du riser

L'étude du comportement hydrodynamique global du riser est basée sur l'analyse des fluctuations de la perte de charge totale dans le riser.

Les Figures 1a à 1d représentent les fluctuations de pression totale en régime établi et ce, pour les différents flux massiques de solide étudiés. Elles montrent que la perte de charge totale augmente avec le débit de circulation de solide. Ceci est en accord avec l'observation de la Figure 2, où nous avons porté l'évolution de la perte de charge moyenne totale en fonction du flux de solide. Elle montre que la perte de charge totale du riser est multipliée par 6 pour une augmentation du flux de 46 à 160 kg/m²/s (Tableau 1).



Figures 1. Fluctuations de pression totale du riser pour différents flux massiques de solide : (a) 46 kg/m²/s ; (b) 76 kg/m²/s ; (c) 133 kg/m²/s ; (d) 160 kg/m²/s



Figure 2. Influence du flux massique de solide sur la perte de charge totale dans le riser

A partir de ces données, nous avons déterminé la masse totale de solide et la concentration volumique moyenne de solide dans le riser (Figure 3 et Tableau 1). Ils montrent que, pour les conditions opératoires retenues, la valeur de la concentration volumique moyenne de solide peut atteindre des valeurs élevées (supérieures à 4 %).



Figure 3. Influence du flux massique de solide sur la concentration volumique de solide dans l'intégralité du riser

Gs (kg/m²/s)	ΔP_{tot} (Pa)	$(\alpha_2)_{tot} (\%)$	m _{cata} (kg)
0	0,1	0	0
46	970	0,8	1,2
76	1700	1,3	2,2
100	2300	1,8	2,8
133	3900	3,1	4,8
160	5400	4,4	6,7

Tableau 1. Effet du flux de solide sur la pression totale et la rétention de solide dans le riser

Rappelons que l'estimation de la masse de solide par la relation (6) n'est qu'un ordre de grandeur destiné à être comparé aux prédictions des simulations du code de calcul numérique.

Nous avons porté sur la Figure 4 les fluctuations de pressions normées déterminées pour différents flux de solide. Elle montre que la réduction du flux de solide se traduit par une augmentation de l'écart relatif entre la pression totale instantanée et la pression totale moyenne. A titre d'exemple, cet écart peut atteindre plus ou moins 20 % pour un flux de 46 kg/m²/s, alors qu'il ne dépasse pas 10 % pour 76 kg/m²/s et 5 % pour 160 kg/m²/s. Ces résultats montrent que l'augmentation de la rétention moyenne de solide dans le riser, causée par une élévation du flux de solide, permet une atténuation des perturbations hydrodynamiques du système provoquée par une alimentation dissymétrique de solide.



Figure 4. Evolution des fluctuations de pression totale normées pour les différents flux massiques de solide (46, 76, 133 et 160 kg/m²/s)

3. Etude de la structure verticale de l'écoulement

3.1. Conditions opératoires de l'étude

Les conditions opératoires de l'ensemble des essais réalisés sont regroupées dans le Tableau 2. La vitesse de la phase gaz est de 7 m/s. A cause du caractère instationnaire de l'écoulement, chaque essai a été répété plusieurs fois. Rappelons que l'acquisition des signaux de pression a été réalisée à une fréquence de 20 Hz pendant cinq minutes.

Essai n°	Date	Gs (kg/m²/s	
1a	09/03/04		
1b	10/03/04	λ	
1c	11/03/04	40	
1d	12/03/04		
2a	10/03/04		
2b	11/03/04	76	
2c	12/03/04		
2d	17/03/04		
	24/05/04		
3b	25/05/04	100	
3c	26/05/04	100	
3d	27/05/04		
	15/03/04		
4b	16/03/04	122	
4c	17/03/04	133	
4d	18/03/04		
5a	22/03/04		
5b	23/03/04	160	
5c	24/03/04		
5d	25/03/04		

Tableau 2. Récapitulatif des différents essais réalisés et de leurs conditions opératoires

3.2. Présentation et analyse des résultats expérimentaux

3.2.1. Reproductibilité des essais

La reproductibilité de chaque essai a été vérifiée en comparant les profils verticaux de gradient de pression obtenus à des jours différents. A titre d'exemple, la Figure 5a et la Figure 5b montrent que les essais sont parfaitement reproductibles dans la zone où le gradient de pression reste quasi constant (hauteur supérieure à 2 m). Cependant, à la base du riser, on note des écarts compris entre 10 à 30 %. Ceci peut être attribué au caractère instable de l'écoulement dans cette zone dont le comportement hydrodynamique est proche de celui d'un lit fluidisé dense. Ainsi, pour la suite de l'étude, le profil axial de gradient de pression pour un flux de solide donné est considéré comme la moyenne des résultats obtenus au cours de l'étude de reproductibilité. Les résultats obtenus pour l'ensemble des conditions opératoires étudiées sont présentés en annexe 1.



Figure 5. Profils verticaux de gradients de pression à 76 kg/m²/s (Essais de reproductibilité)



Figure 6. Profils verticaux de gradients de pression à 133 kg/m²/s (Essais de reproductibilité

3.2.2. Présentation des résultats

La Figure 7 représente les profils de gradient de pression moyennés pour les différents flux de solide étudiés. On note que l'allure des profils verticaux de gradients de pression est similaire quel que soit le flux de solide. En effet, nous pouvons noter l'existence de deux zones distinctes :

- une **zone d'accélération** située en bas du riser, caractérisée par une forte variation des gradients de pression,
- une **zone de régime établi** caractérisée par des faibles valeurs de gradients de pression indépendants de la hauteur.

La hauteur de ces deux zones évolue avec le flux massique de solide (augmentation de la hauteur de la zone d'accélération avec le flux de solide). A noter aussi qu'il existe une légère

diminution du gradient de pression à une hauteur de 9 m. Ceci devient appréciable au-delà de 133 kg/m²/s. Nous attribuons ce phénomène à l'effet de sortie créé par la présence d'un coude (non abrupt) à 90° et d'un rétrécissement. Cette géométrie doit créer une accélération des particules et donc réduire leur concentration volumique dans cette zone.

A partir de ces courbes, nous avons estimé la hauteur maximale de la zone d'accélération dont les valeurs pour les différents flux de solide sont récapitulées dans le Tableau 3. La Figure 8 montre une évolution quasi linéaire de cette hauteur en fonction du flux de solide.



Figure 7. Profils verticaux de gradients de pression moyennés pour les différents flux de solide étudiés



Tableau 3. Evolution de la hauteur de la zone d'accélération et de la perte de charge totale en fonction de différents flux de solide

Figure 8. Evolution de la hauteur de la zone d'accélération en fonction du flux de solide

3.2.3. Analyse des résultats

Comme lors de l'étude du comportement hydrodynamique global, l'étude de la **concentration volumique de solide** peut fournir des renseignements intéressants quant à la structure verticale de l'écoulement.

Cette grandeur est déterminée à partir de l'équation (7). La Figure 9 présente les profils verticaux de concentration volumique apparente de solide dans le riser pour les différents flux de solide étudiés.

Concernant la **zone d'accélération**, la concentration volumique maximale de solide varie entre 12 % (46 kg/m²/s) et 47 % (160 kg/m²/s) et passe donc d'un état moyennement concentré à un état dense. Cette région peut ainsi être assimilée à un lit fluidisé dense, surtout pour les forts flux de solide.

Concernant la **zone de régime établi**, les valeurs de concentration volumique sont beaucoup plus faibles, ce qui montre l'état dilué de cette région. Elles passent de moins de 1 % pour un flux de 46 kg/m²/s à environ 3,5 % pour un flux de 160 kg/m²/s.



Figure 9. Profils verticaux de concentration volumique apparente de solide

Par ailleurs, nous avons représenté sur la Figure 10 l'évolution de la concentration volumique de solide en fonction du flux de solide déterminée pour quatre tranches du lit :

- [0,14-0,34] m (z = 0,24 m),
- [0,45-0,55] m (z = 0,50 m),
- [1,30-1,50] m (z = 1,40 m),
- [7,20-7,70] m (z = 7,45 m).

Notons que sur cette figure, chaque tranche est caractérisée par la distance, notée "z", entre son centre de gravité et le distributeur. Sur la même figure, est aussi rappelée l'évolution de la concentration moyenne globale de solide. On note une augmentation de la concentration moyenne locale avec le flux de solide. Ce phénomène est plus prononcé lorsque la mesure est effectuée dans la zone d'accélération. En effet, on remarque une forte transition de régime hydrodynamique, d'un transport pneumatique en phase dense à un lit fluidisé dense.

Ce changement de régime à la base du riser est probablement responsable d'une modification du comportement de la phase continue et de la phase dispersée vis-à-vis du mélange. L'augmentation de la hauteur de la zone d'accélération avec le flux de solide est directement liée à l'interaction entre la phase gazeuse et la phase solide lors de son introduction dans le riser. A faible flux de solide, l'inertie du gaz, pour nos conditions opératoires, est suffisante pour modifier la trajectoire de la phase solide et assurer son transport partiel et total dans le courant gazeux sous forme de "paquets de solide". A contrario, pour les forts flux de solide, l'inertie du gaz n'est pas suffisante pour assurer son transport ; il se forme ainsi une zone dense à la base du lit dans laquelle le solide est transporté par un mécanisme semblable à celui observé en lit fluidisé dense :

- transport de solide du fond du riser vers la surface du lit dense,
- projection de solide à la surface du lit dense conduisant à un mouvement ascendant de solide à des vitesses supérieures à la vitesse superficielle du gaz,
- mouvement descendant semblable à un reflux de solide à la paroi.

Ces deux derniers phénomènes conduisent à une évolution de la concentration moyenne axiale de solide sous forme exponentielle au-delà de la surface du lit dense. La hauteur de cette zone de projection (intermédiaire) correspond à la distance pour laquelle la concentration moyenne verticale de solide devient indépendante de la hauteur.

Sachant que dans un lit fluidisé dense, le débit de solide transporté et projeté dépend essentiellement de la vitesse du gaz et de sa hauteur, on peut supposer que pour nos conditions opératoires (vitesse du gaz constante), une augmentation du flux de solide doit conduire à une augmentation de la hauteur de la zone d'accélération.



Figure 10. Evolution de la concentration volumique en fonction du flux de solide pour quatre tranches du riser (0,24 m ; 0,50 m ; 1,40 m et 7,45 m du distributeur) et pour la hauteur totale du riser

Afin de mieux identifier l'évolution du comportement hydrodynamique du système en fonction de la hauteur du riser, nous avons représenté les évolutions temporelles des fluctuations de pression différentielle (Figures 11, Figures 13 et Figures 15) et de pression différentielle normée (Figure 12, Figure 14 et Figure 16) pour quatre tranches du riser et ce, pour les différents flux étudiés. Par ailleurs, nous avons aussi porté sur la Figure 17 l'évolution de l'écart type normé des fluctuations en fonction de la hauteur. L'analyse de ces figures nous permet de faire les constatations suivantes :

- quel que soit le flux étudié, les fluctuations de pression normées présente deux types d'évolution : une augmentation de l'amplitude des fluctuations dans la zone d'accélération entre 0,24 et 1,4 m du distributeur suivi d'une réduction nette dans la zone d'écoulement établi (Figure 12, Figure 14 et Figure 16),
- les écarts type normés des fluctuations présente une allure similaire : une augmentation très rapide dans la zone d'accélération suivi d'une diminution brutale pour devenir quasi indépendant du flux de solide et de la hauteur (Figure 17). La valeur maximale de l'écart type des fluctuations normées diminue avec le débit de solide. Elle passe de 4,0 à 1,5 lorsque le flux passe de 46 à 133 kg/m²/s. Ainsi, sur la Figure 17, on peut distinguer trois zones :

- une zone dite "lit dense" où l'écart type des fluctuations normées évolue modérément avec la hauteur,
- une zone dite "lit transporté" caractérisée par un écart type des fluctuations normées qui devient indépendant de la hauteur,
- une zone intermédiaire dans laquelle l'écart type des fluctuations normées après une croissance rapide, diminue pour se stabiliser.

Précisons que le comportement hydrodynamique de la zone de transition est semblable à celui déjà observé pour la zone de projection de solide d'un lit fluidisé dense en régime turbulent. L'amplitude et les fréquences des fluctuations dans cette zone sont des grandeurs qui peuvent probablement caractériser les phénomènes de rétromélange entre ces deux zones distinctes du riser. Ainsi, on peut penser qu'une **diminution de l'amplitude des fluctuations** (écart type normé) et des fréquences des fluctuations dans cette zone peut **réduire d'une manière sensible le rétromélange de la phase solide**.

Les Figure 18, Figure 19 et Figure 20 représentent les spectres normés de fréquence des fluctuations de la chute de pression pour trois tranches du riser et ce, pour les trois flux massiques de solide étudiés. Elles montrent qu'une augmentation du flux de solide se manifeste par :

- *zone dense (tranche caractérisée par z* = 0,5 *m*) : un déplacement du spectre normé de fréquence vers des fréquences plus élevées (Figure 18). En effet, on constate que l'amplitude normée des fréquences supérieures à 2 Hz augmente avec le flux de solide et transforme ainsi le spectre quasi bimodal observé à 46 kg/m²/s en spectre multimodal observé pour les deux autres flux. De plus, la valeur moyenne de la fréquence des fluctuations, portée sur cette figure, indique qu'elle augmente de 1,6 à 2,4 Hz avec le flux de solide. Ceci montre que le **mélange dans la zone dense est probablement intensifié avec le flux de solide**. Par ailleurs, l'observation de la Figure 10 montre que le comportement du lit dans cette zone est fortement affecté par le flux de solide. A faible flux (46 kg/m²/s), le comportement de la suspension est semblable à un lit transporté en phase dense ($\alpha_2 = 2$ %) alors qu'à fort flux, il s'apparente à un lit fluidisé dense en régime turbulent ($\alpha_2 = 10$ %). Ce changement de régime hydrodynamique affecte les fréquences de collision entre les particules qui à son tour peut modifier le coefficient de dispersion. Il est fort **probable que la qualité du mélange radial soit améliorée avec le flux de solide**,
- <u>zone intermédiaire (tranche caractérisée par z = 1, 4 m)</u> : un resserrement du spectre normé de fréquence vers les fréquences faibles (Figure 19). De plus, on remarque que la forme du spectre est fortement affectée par le flux de solide. Son augmentation

transforme la distribution polymodale observée à 46 kg/m²/s à une distribution quasi monomodale à 133 kg/m²/s. Par ailleurs, les fréquences moyennes diminuent de 2,5 à 2,0 Hz. Cet ensemble de résultats montre que l'augmentation du flux de solide **pourrait diminuer les phénomènes de rétromélange de solide**.

En ce qui concerne la <u>zone établie</u> (tranche caractérisée par z = 7,45 m), la Figure 20 montre un léger élargissement des spectres avec le flux de solide. De plus, la fréquence moyenne, après une faible augmentation de 2,2 à 2,5 Hz, devient indépendante de ce paramètre.



Figures 11. Evolution temporelle de la pression différentielle mesurée pour différentes tranches du riser: (a) 0,24 m ; (b) 1,40 m ; (c) 4,40m ; (d) 7,45 m (flux massique de solide de 46 kg/m²/s, essai 1b)



Figure 12. Evolution temporelle de la pression normée pour différentes tranches du riser (flux massique de solide de 46 kg/m²/s, essai 1b)



Figures 13. Evolution temporelle de la pression différentielle mesurée pour différentes tranches du riser: (a) 0,24 m ; (b) 1,40 m ; (c) 4,40m ; (d) 7,45 m (flux massique de solide de 76 kg/m²/s, essai 2a)



Figure 14. Evolution temporelle de la pression normée pour différentes tranches du riser (flux massique de solide de 76 kg/m²/s, essai 2a)



Figures 15. Evolution temporelle de la pression différentielle mesurée pour différentes tranches du riser: (a) 0,24 m ; (b) 1,40 m ; (c) 4,40m ; (d) 7,45 m (flux massique de solide de 46 kg/m²/s, essai 4c)



Figure 16. Evolution temporelle de la pression normée pour différentes tranches du riser (flux massique de solide de 133 kg/m²/s, essai 4c)



Figure 17. Evolution de l'écart type normé de la pression en fonction de la hauteur du

riser

Les résultats présentés dans cette partie de l'étude nous permettent de tirer les constatations suivantes :

- l'évolution de l'écart type normé des fluctuations en fonction de la hauteur permet de caractériser les différents régimes d'écoulement dans le riser,
- la dérivée des profils verticaux de gradients de pression conduit à caractériser la hauteur de la zone d'accélération.



Figure 18. Spectres normés de puissance des fluctuations de pression pour différents flux massiques de solide pour la tranche de 0,5 m



Figure 19. Spectres normés de puissance des fluctuations de pression pour différents flux massiques de solide pour la tranche de 1,4 m



Figure 20. Spectres normés de puissance des fluctuations de pression pour différents flux massiques de solide pour la tranche de 7,45 m
4. Etude de la structure radiale de l'écoulement

4.1. Conditions opératoires et paramètres de l'étude

Nous avons examiné l'influence du flux de solide entre 20 et 160 kg/m²/s sur les profils radiaux de flux massique en gardant constante la vitesse du gaz à 7 m/s. Un essai supplémentaire a été réalisé pour une vitesse du gaz de 5 m/s (essai 15). L'influence de la position axiale a aussi été étudiée en positionnant la sonde à trois niveaux du riser (3,60 m ; 6,60 m et 8,50 m). L'ensemble des essais réalisés est consigné dans le Tableau 4 et représenté en annexe 2.

Essai n°	Date	Gs (kg/m²/s)	Position axiale (m)
	24/04/04	51	
1b	28/04/04	51	_
2a	29/04/04	76	
2b	30/04/04	78	2 60
3a	03/05/04	137	- 5,00
3b	04/05/04	136	
4a	05/05/04	165	-
4b	06/05/04	163	
5a	17/05/04	23	
5b	18/05/04	23	
6a	11/05/04	52	-
6b	12/05/04	52	
	13/05/04	77	-
7b	14/05/04	73	6 60
8a	24/05/04	101	- 0,00
8b	25/05/04	101	
9a	13/05/04	134	-
9b	14/05/04	134	_
10a	19/05/04	163	_
10b	20/05/04	162	
11a	16/04/04	46	
11b	19/04/04	48	
12a	21/04/04	76	-
12b	22/04/04	74	
13a	16/04/04	134	
13b	22/04/04	130	8,50
14a	19/04/04	153	-
14b	20/04/04	153	
14c	21/04/04	163	_
15a	11/04/05	78	
15b	12/04/05	75	

Tableau 4. Récapitulatif des essais réalisés et de leurs conditions opératoires

Les mesures locales de flux massique sont effectuées grâce à la sonde de prélèvement déjà décrite dans le chapitre 2. Dans cette étude, nous nous sommes limités à établir la variation du flux massique sur la demi largeur du riser. La Figure 21 représente les différentes positions de prélèvement. La position latérale relative à une mesure réalisée correspond à la distance entre l'axe du riser et l'axe de la sonde. Lorsque la sonde est "plaquée" contre la paroi, le flux est mesuré à 2 mm de la paroi.

Pour établir un demi-profil, chaque mesure de flux local est répétée trois fois, et la valeur moyenne de ces répétitions est retenue. De plus, pour l'étude de reproductibilité, chaque demiprofil est répété deux fois à des jours différents.



Figure 21. Différentes positions latérales de la sonde de prélèvement

4.2. Présentation et analyse des résultats expérimentaux

4.2.1. Reproductibilité des essais

D'une manière générale, la comparaison entre les demi-profils de flux massique net de solide obtenus à des jours différents et en gardant constantes les conditions opératoires, a montré que les essais sont reproductibles quelles que soient les conditions opératoires et la position verticale retenue. A titre d'exemple, les Figure 22, Figure 23 et Figure 24, représentant les profils de flux nets et de flux adimensionnés (rapport du flux massique net sur le flux moyen) obtenus à trois niveaux du riser et à un flux moyen massique compris entre 73 et 78 kg/m²/s, montrent que les

essais sont reproductibles. Les faibles écarts observés sur les profils de flux nets sont liés à la différence du flux moyen entre deux essais. Une présentation des résultats sous forme adimensionnée permet de masquer cet effet.



Figure 22. Profils radiaux de flux massique de solide : reproductibilité de l'essai 2, Gs = $76 \text{ kg/m}^2/\text{s et } Z = 3,60 \text{ m}$



Figure 23. Profils radiaux de flux massique de solide : reproductibilité de l'essai 7, Gs = $76 \text{ kg/m}^2/\text{s et } Z = 6,60 \text{ m}$



Figure 24. Profils radiaux de flux massique de solide : reproductibilité de l'essai 12, Gs = $76 \text{ kg/m}^2/\text{s et } Z = 8,50 \text{ m}$

Il a été démontré lors de travaux antérieurs menés sur le même dispositif expérimental (Andreux, 2001) que les demi-profils complémentaires sont identiques aux incertitudes de mesures près. Nous pouvons donc considérer que l'écoulement est symétrique. Ainsi, les profils radiaux entiers de flux massique de solide présentés dans la suite de ce mémoire ont été obtenus par symétrie des demi-profils.

4.2.2. Analyse des flux descendants

Avant de présenter les résultats, signalons que pour tous les essais réalisés, la valeur du flux massique net local est positive. De plus, les flux descendants locaux n'existent que dans la région de proche paroi. Nous avons représenté sur les Figure 25, Figure 26 et Figure 27 les évolutions des flux descendants de solide, à trois niveaux du riser, en fonction du flux moyen de solide et ce, pour les trois positions radiales suivantes :

- 10 mm de la paroi,
- 5 mm de la paroi,
- 2 mm de la paroi (sonde "plaquée" à la paroi).

De plus, l'ensemble des résultats est consigné dans le Tableau 5.



Figure 25. Flux descendants de solide mesurés à différentes positions radiales et pour différents flux de solide (Z = 3,60 m au-dessus du distributeur)



Figure 26. Flux descendants de solide mesurés à différentes positions radiales et pour différents flux de solide (Z = 6,60 m au-dessus du distributeur)



Figure 27. Flux descendants de solide mesurés à différentes positions radiales et pour différents flux de solide (Z = 8,50 m au-dessus du distributeur)

Position	Flux (kg/m²/s)			
axiale (m)	moyen	expérimental à la paroi (à 2 mm*)	expérimental à 5 mm* paroi	expérimental à 10 mm* paroi
	51	-2,5	-0,5	0
2.60	77	-26,0	-3,3	0
3,00	136	-66,2	-6,0	-0,7
	164	-108,4	-8,1	-2,5
	23	0	0	0
	52	-0,5	0	0
6.60	75	-2,2	0	0
0,00	101	-5,4	0	0
	134	-29,7	-1,2	0
	162	-29,8	-0,6	0
	47	-13,2	-9,0	0
8 50	75	-24,1	-12,1	-1,1
8,50	132	-53,6	-10,2	0
	160	-75,4	-11,1	-2,7

Tableau 5. Valeurs des flux descendants de solide pour différentes positions

* : ces distances sont comprises entre l'axe de la sonde et la paroi du riser

L'ensemble de ces résultats montre que :

- les flux descendants deviennent quasi inexistants lorsque la mesure est effectuée à une distance supérieure à 5 mm de la paroi,
- l'accroissement du flux moyen de solide entraîne une augmentation des flux descendants de solide en proche paroi. En effet, à 8,50 m du distributeur, le flux descendant à 2 mm de la paroi est d'environ -75 kg/m²/s pour un flux de solide de 160 kg/m²/s alors qu'il est de -13 kg/m²/s pour un flux de solide de 47 kg/m²/s. Ces observations sont valables pour les trois niveaux du riser étudiés.

De plus, l'observation des valeurs présentées dans le Tableau 5 nous permet de suggérer qu'une section du riser peut être divisée en deux zones ; une **zone centrale** dans laquelle le flux descendant est non existant et une **zone périphérique** dans laquelle on observe la coexistence de flux ascendants et descendants (zone de recirculation). Par ailleurs, l'épaisseur de la seconde zone varie avec la hauteur du riser comme le montre le schéma présenté sur la Figure 28. En effet, on remarque qu'elle diminue initialement avec l'augmentation de la hauteur pour s'accroître légèrement dans l'extrémité supérieure du riser (Tableau 5). Ces résultats montrent que, pour les conditions opératoires retenues, l'épaisseur de la zone de recirculation ne peut pas être considérée

comme constante le long de la colonne. Elle varie de 5 à 10 mm. Cette variation est probablement conditionnée par les dispositifs placés en aval et en amont du riser.



Figure 28. Structure de l'écoulement

Comme nous l'avons déjà expliqué, le système de mesure ne permet pas d'accéder à la valeur du flux dans la région située à une distance inférieure à 2 mm de la paroi. En supposant que les profils de flux sont symétriques, l'ordre de grandeur du flux net dans cette zone, appelé flux théorique à la paroi, peut être estimé comme suit :

- la détermination de la valeur moyenne du flux dans la section de mesure. Elle est obtenue par l'intégration du profil de flux net local sur la section de mesure [-53 mm;
 +53 mm]. Les valeurs calculées sont consignées dans le Tableau 6,
- la comparaison de la valeur ainsi obtenue avec le flux moyen déterminé grâce au lit fluidisé annexe (Tableau 6).

Ce tableau montre que, quelles que soient les conditions opératoires retenues, le flux intégré est supérieur au flux moyen déterminé expérimentalement. Cet écart est probablement lié à un flux net négatif dans la région de proche paroi. Par ailleurs, on constate que ce dernier augmente avec le flux moyen de solide (Figure 29) et qu'il est peu affecté par la position axiale.

Position axiale (m)	Flux (kg/m²/s)			
	moyen	intégré	théorique à la paroi	
2.60	51	57	-6	
	77	85	-8	
3,00	136	173	-37	
	164	216	-52	
	23	29	-6	
	52	59	-7	
((0	75	82	-7	
6,60	101	124	-23	
	134	174	-40	
	162	202	-40	
8,50	47	53	-6	
	74	81	-7	
	132	163	-31	
	160	197	-37	



Figure 29. Evolution du flux théorique de solide à la paroi en fonction du flux de solide moyen

4.2.3. Présentation et analyse des résultats

Dans ce paragraphe, nous tacherons d'analyser l'influence sur les profils radiaux de flux massiques nets de solide :

- du flux de solide moyen,
- de la position axiale,
- et de la vitesse du gaz.

* Influence du flux de solide moyen

Les profils obtenus à **3,60 m du distributeur** montrent que leur allure est différente selon la valeur du flux (Figure 30). En effet, deux tendances peuvent être observées :

- aux <u>plus faibles flux de solide</u> (51 et 77 kg/m²/s), la section du riser peut être divisée en deux régions : une région de forme concave dont la partie centrale est assimilable à un plateau et une zone annulaire présentant de fortes diminutions de flux. Le flux net à la paroi est environ 30 % inférieur à celui obtenu au centre.
- aux <u>plus forts flux de solide</u> (136 et 164 kg/m²/s), la forme du profil dans la région centrale devient convexe avec une chute brutale des flux dans la région périphérique. La convexité des courbes est d'autant plus grande que le flux est élevé. Signalons que le flux net à la paroi est de l'ordre de 65 % inférieur à celui obtenu au centre.

<u>Remarque</u> :

En ce qui concerne cette position axiale de prélèvement (3,60 m), la Figure 8, représentant l'évolution de la hauteur de la zone d'accélération avec le flux de solide, montre qu'à cette hauteur la sonde de prélèvement se trouve dans la zone d'écoulement établi pour 51 et 77 kg/m²/s alors qu'elle est dans la zone d'accélération pour 136 et 164 kg/m²/s.



Figure 30. Profils radiaux de flux massique net de solide pour différents flux de solide(Z = 3,60 m)

Concernant les profils obtenus à **6,60 m du distributeur**, la Figure 31 montre que pour des flux moyens inférieurs à 76 kg/m²/s, l'allure des profils est semblable à celles déjà écrite dans le paragraphe précédent.

Pour des flux supérieurs à 100 kg/m²/s, on constate une modification de la forme des profils. Elle se décompose en trois régions :

- une région centrale de forme convexe de grand rayon assimilable à un plateau : elle s'étale de [-40 mm ; 40 mm],
- une région au voisinage des parois, de 5 mm d'épaisseur, caractérisée par une forte diminution des flux,
- une région de transition située entre ces deux dernières où on remarque une augmentation du flux local net.

Cette forme de profil a déjà été mise en évidence dans les travaux de Andreux (2001) surtout pour les flux supérieurs à 76 kg/m²/s.



Figure 31. Profils radiaux de flux massique net de solide pour différents flux de solide (Z = 6,60 m)

Quant aux profils obtenus à **8,50 m du distributeur**, l'observation de la Figure 32 montre la présence de deux régions sur la section du riser :

- une région près des parois où le flux diminue fortement,
- une zone centrale dont le profil est parabolique pour des flux supérieurs à 133 kg/m²/s et semblable à un plateau pour des valeurs de flux inférieures à 76 kg/m²/s.



Figure 32. Profils radiaux de flux massique net de solide pour différents flux de solide (Z = 8,50 m)

L'origine des phénomènes induisant la modification des profils radiaux de flux, tant avec la hauteur qu'avec le flux de solide, est probablement liée à des phénomènes hydrodynamiques couplés. Leur origine ne peut pas être élucidée avec les informations expérimentales dont nous disposons. Cependant, nous pouvons proposer quelques explications dont la véracité doit être

vérifiée par la mesure de la vitesse et de la concentration locale de solide. Etant donné la forme des profils observés à faible flux massique, semblables à ceux du gaz dans le riser en absence de solide, nous pouvons supposer que, dans ces conditions, la phase continue pilote l'écoulement. A des forts flux de solide, la modification de la forme des profils dans la région centrale peut laisser penser que les interactions entre les deux phases deviennent prononcées au-delà de 76 kg/m²/s et ce, grâce à l'atténuation de l'intensité de la turbulence de la phase continue avec la concentration de solide. Dans ce cas, le comportement de la phase solide pilote l'écoulement et le mélange.

× <u>Influence de la position axiale</u>

En ce qui concerne la position axiale, la Figure 33 et la Figure 34, où sont portées respectivement pour les deux flux de 46 et 133 kg/m²/s les profils radiaux de flux massique net de solide à trois positions axiales, montrent que :

- quel que soit le flux de solide, les profils dans la région centrale sont quasi confondus.
 Cependant, on note que dans l'extrémité supérieure du riser, les valeurs du flux net sont légèrement supérieures à celles mesurées aux deux autres positions,
- dans la région annulaire du riser, on constate une modification nette de la forme des profils et de la magnitude du flux. Elle est à la fois conditionnée par le flux moyen et par la position axiale. Ces résultats montrent la complexité des phénomènes hydrodynamiques dans cette région de très faible épaisseur.



Figure 33. Profils radiaux de flux massique net de solide à trois positions axiales (Gs = 46 kg/m²/s)



Figure 34. Profils radiaux de flux massique net de solide à trois positions axiales $(Gs = 133 \text{ kg/m}^2/\text{s})$

★ <u>Influence de la vitesse du gaz</u>

La Figure 35 présente les profils radiaux de flux massique net mesuré pour les deux vitesses du gaz de 5 et 7 m/s en gardant constant le flux de solide à 76 kg/m²/s. Elle montre que la diminution de la vitesse du gaz à un flux de solide donné est équivalente à l'augmentation du flux massique de solide pour une vitesse de gaz constante.

En effet, le profil radial devient parabolique pour la plus faible vitesse du gaz. De plus, nous pouvons observer des flux nets en proche paroi plus faibles pour une vitesse de 5 m/s. Les flux descendants mesurés à la paroi, consignés dans le Tableau 7, montrent qu'ils augmentent de -89 kg/m²/s à -24 kg/m²/s lorsque la vitesse est augmentée de 5 à 7 m/s. Par ailleurs, celles mesurées à différentes positions de la paroi montrent que l'épaisseur de la zone de recirculation de solide est indépendante de la vitesse de gaz pour nos conditions opératoires.

L'augmentation des flux descendants parait logique étant donné que diminuer la vitesse du gaz, à flux de solide constant, revient à accroître la rétention de solide ; ainsi, une partie des particules solides ne pourront plus être transportées par le courant gazeux et retomberont donc en proche paroi. Ces observations sont en accord avec les travaux de Rhodes (1990) et ceux de Wei et coll. (1997). Selon ces auteurs, la diminution de la vitesse du gaz entraîne une modification du profil de flux dans la zone centrale d'une forme quasi plate à une forme parabolique.



Figure 35. Influence de la vitesse de la phase gazeuse sur les profils radiaux de flux massique net de solide (Gs = 76 kg/m²/s ; Z = 8,50 m)

Tableau 7. Valeurs des flux intégrés et mesurés à différentes positions radiales (Gs = 76 kg/m²/s)

$\operatorname{Lig}(m/s)$	Flux (kg/m²/s)					
Og (III/S)	moyen	intégré	théorique à la paroi	expérimental à la paroi (à 2 mm)	expérimental à 5 mm paroi	expérimental à 10 mm paroi
5	78	100,8	-22,8	-89,3	-30,7	0
7	75	82,5	-7,5	-24,1	-12,1	-1,1

5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les critères nécessaires à la caractérisation hydrodynamique de l'écoulement au sein du riser.

Avant d'analyser la structure verticale et radiale de l'écoulement, nous avons analysé le **comportement global de l'écoulement** à partir des mesures de pertes de charge sur l'intégralité de la colonne. Nous avons pu observer qu'une augmentation du flux massique moyen de solide entraîne une augmentation de la perte de charge totale d'où une augmentation de la rétention de solide. De plus, l'augmentation de ce paramètre réduit sensiblement les écarts relatifs de

fluctuations du système. La fréquence de ces fluctuations globales diminue d'ailleurs avec ce même paramètre opératoire surtout pour des valeurs inférieures à 76 kg/m²/s. Au-delà de cette valeur, l'effet de ce paramètre est négligeable.

Nous avons analysé la **structure verticale de l'écoulement** à partir de l'établissement des profils verticaux de gradients de pression pour différents flux massiques de solide. Nous avons noté l'existence de deux zones distinctes :

- une zone d'accélération où les concentrations volumiques de solide peuvent atteindre près de 50 % à un flux de solide de 160 kg/m²/s,
- une zone d'écoulement établi où les concentrations volumiques de solide sont de l'ordre de 4 % pour un flux de solide de 160 kg/m²/s.

L'étude des fluctuations de pression à différents niveaux du riser donne des informations supplémentaires concernant la structure verticale de l'écoulement. En effet, nous avons mis en évidence l'existence d'une zone de transition située entre les zones d'accélération et d'écoulement établi dont le comportement hydrodynamique est semblable à celui déjà observé pour la zone de projection de solide d'un lit fluidisé dense en régime turbulent.

De plus, l'analyse fréquentielle à différents niveaux du riser a montré que l'augmentation du flux moyen de solide :

- intensifie probablement le mélange dans la zone dense,
- diminue les phénomènes de rétromélange de solide dans la zone intermédiaire,
- n'a pas de réelle influence dans la zone d'écoulement établi.

Enfin, nous avons étudié la **structure radiale de l'écoulement** par la mesure des profils radiaux de flux massique net de solide. Nous avons observé des flux descendants locaux de solide uniquement dans la zone de proche paroi. Ils deviennent quasi inexistants à une distance supérieure à 10 mm de la paroi et leur importance s'accroît avec le flux moyen de solide. Ainsi, une section du riser peut se diviser en deux zones :

- une zone centrale où seuls des flux ascendants sont observés,
- une zone périphérique de faible épaisseur où coexistent des flux descendants et ascendants. Nous qualifierons cette zone de "zone de recirculation".

Nous avons étudié aussi l'influence du flux moyen de solide, de la vitesse du gaz et de la position axiale sur la structure radiale de l'écoulement.

L'augmentation du flux moyen de solide transforme la forme concave des profils dans la zone centrale du riser en forme convexe. De plus, nous avons observé que la diminution de la vitesse du gaz a le même effet que l'augmentation du flux de solide sur les profils radiaux de flux : la forme des profils devient parabolique avec la réduction de la vitesse.

Partie 1 :

Caractérisation hydrodynamique

- <u>Chapitre 1</u>: Etat de l'art sur les lits fluidisés circulants
- <u>Chapitre 2</u> : Outils expérimental et numérique
- <u>Chapitre 3</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude expérimentale)
- <u>Chapitre 4</u>: Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude numérique)

Chapitre 4 : Caractérisation hydrodynamique du riser (Etude numérique)

1. STRUCTURE DE L'ECOULEMENT	117
1.1. Structure globale de l'ecoulement	117
1.2. Structure verticale de l'ecoulement	
1.3. Structure radiale de l'ecoulement	121
2. ANALYSE DES RESULTATS NUMERIQUES	124
2.1. PRISE EN COMPTE DU PHENOMENE D'AGGLOMERATION EPHEMERE	
2.2. Etude de sensibilite	130
2.2.1. Turbulence du fluide	
2.2.2. Maillage	
4. CONCLUSION	

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats numériques se rapportant à la caractérisation hydrodynamique de l'écoulement dans le riser. Ce chapitre se décompose selon les rubriques suivantes :

- étude de la structure hydrodynamique de l'écoulement (globale, verticale et radiale),
- analyse des résultats numériques.

1. Structure de l'écoulement

Les résultats numériques présentés sont obtenus avec le maillage peu raffiné dénommé maillage n°1 dans le chapitre 2. Chaque simulation a été effectuée sur une cinquantaine de secondes physiques ce qui représente environ 2000 heures de calcul. Les moyennes temporelles débutent à partir d'une dizaine de secondes physiques, une fois que la masse de solide dans le riser devient indépendante du temps. Précisons que le postraitement des résultats est effectué avec le logiciel Ensight7.

1.1. Structure globale de l'écoulement

Nous avons confronté sur la Figure 1 l'évolution de la perte de charge totale dans le riser en fonction du flux de solide prédit par le code avec les résultats expérimentaux. Les deux évolutions sont identiques : la perte de charge totale augmente avec le flux massique de solide. Ainsi, le modèle paraît fournir une **bonne prédiction de la rétention de solide** au sein du riser.



Figure 1. Evolution de la perte de charge totale dans le riser en fonction du flux de solide : comparaison des résultats numériques aux mesures expérimentales

L'évolution temporelle de la masse de solide prédite dans le riser par le code (calculée par intégration de la concentration volumique de solide sur tout le domaine de calcul) est comparée aux données déduites de la mesure expérimentale. Notons que ces dernières ont été estimées à partir de la perte de charge totale (Figure 2). On remarque que la masse prédite est légèrement supérieure aux données expérimentales. Ceci est d'autant plus prononcé que le flux de solide est faible.



Figure 2. Evolution temporelle de la masse de solide dans le riser pour les différents flux massiques de solide étudiés (46, 76 et 133 kg/m²/s)

L'observation de la Figure 3, où est portée l'évolution temporelle de la perte de charge totale du riser, montre que les fluctuations de la perte de charge totale instantanée sont beaucoup plus importantes numériquement qu'expérimentalement. En effet, elles peuvent atteindre près de 25 % de la valeur moyenne pour les prédictions numériques alors qu'elles ne dépassent pas 5 % expérimentalement. Ces fortes fluctuations sont probablement la conséquence de fortes perturbations numériques.



Figure 3. Fluctuations de perte de charge totale dans le riser : confrontation des résultats expérimentaux aux données numériques (Gs = 133 kg/m²/s)

La Figure 4 représente la répartition spatiale de solide dans le riser pour les deux flux massiques de solide de 46 et 133 kg/m²/s. Notons que ces résultats correspondent aux données numériques moyennées sur une durée de 30 s physiques. Nous constatons que :

- la structure du milieu est peu affectée par le flux de solide,
- la différence de structure observée entre la largeur et la profondeur du riser montre la nature dissymétrique de l'écoulement,

De plus, une analyse détaillée de cette figure montre :

- la présence d'une région concentrée en solide sur les deux premiers mètres de la colonne. La zone dense d'accélération observée expérimentalement n'est pas prédite numériquement selon l'axe Ox (largeur) du riser où la phase solide n'est pas répartie uniformément sur la section du riser. Le mélange gaz-solide semble donc être différent de celui observé expérimentalement dans la zone basse du riser.
- la présence d'un écoulement très dilué dans la partie supérieure du riser avec une répartition relativement homogène de la concentration de solide sur la section du riser. Aucune recirculation de solide aux parois n'est observée. En d'autres termes, la zone de recirculation observée au voisinage des parois n'est pas mise en évidence par le code.



Figure 4. Evolution de la fraction volumique moyenne de solide dans le plan vertical selon la largeur (Ox) et la profondeur (Oz) du riser, à 46 et 133 kg/m²/s

1.2. Structure verticale de l'écoulement

Concernant les profils verticaux des gradients de pression et la concentration volumique apparente de solide, la comparaison entre les mesures expérimentales et les prédictions du code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse*, représentée sur la Figure 5, montre que :

- la rétention de solide est largement surestimée dans la *zone basse du riser* (hauteur inférieure à 0,2 m) pour les deux flux de solide considérés,
- la zone d'accélération est relativement bien prédite. En effet, cette figure montre l'extension de la hauteur de la zone d'accélération avec le flux de solide, résultat déjà vérifié expérimentalement. Cependant, on note une légère sur estimation de la rétention de solide dans la zone comprise entre 0,2 et 3,0 m. L'alimentation latérale de solide, située à vingt centimètre du distributeur, induit probablement une perturbation qui n'est atténuée qu'aux alentours d'une hauteur de 3,0 m.
- la concentration de solide dans la *zone d'écoulement établi* est relativement bien prédite par le code malgré une légère sous estimation de la rétention de solide pour l'écoulement le plus chargé.



Figure 5. Profils verticaux de gradients de pression (gauche) et de concentration volumique apparente de solide (droite) : comparaison des résultats numériques aux mesures expérimentales à 46 et 133 kg/m²/s

1.3. Structure radiale de l'écoulement

Comme lors de l'étude expérimentale, nous analyserons la structure radiale de l'écoulement à partir de l'étude des profils radiaux de flux massique net moyen de solide. Ils sont déterminés à partir de la fraction volumique moyenne et de la vitesse moyenne locale de la phase solide comme énoncé dans le chapitre 2 de la première partie de ce mémoire.

Nous avons représenté pour la zone diluée du riser (8,50 m) et pour les deux flux de 46 et 133 kg/m²/s :

- les profils radiaux de concentration volumique moyenne de solide (Figure 6) et de vitesse moyenne de solide (Figure 8),
- les profils radiaux de flux massique net moyen de solide (Figure 7 et Figure 9). Sur la même figure sont aussi portés les résultats expérimentaux.

Rappelons que pour toutes ces figures, les profils numériques selon la largeur (Ox) et la profondeur (Oz) du riser sont présentés et que l'alimentation de solide se fait selon l'axe Ox. A noter aussi que les mesures expérimentales sont effectuées suivant l'axe Oz.

Les profils radiaux de **concentration volumique moyenne** de solide pour ces deux flux montrent un écoulement central plus dilué qu'aux parois. Cependant, ces figures indiquent une légère différence dans la répartition radiale du solide selon les deux axes considérés. En effet, les concentrations de solide sont plus importantes à la paroi selon l'axe Ox que selon l'axe Oz.

Par ailleurs, les profils radiaux de **vitesse moyenne** de la phase solide montre une importante dissymétrie pour le flux de 46 kg/m²/s suivant la largeur Ox du riser avec des vitesses de l'ordre de 14,0 m/s sur la paroi gauche contre environ 1,5 m/s sur la paroi droite. Cette dissymétrie n'existe plus pour l'écoulement le plus chargé. Nous pouvons attribuer cette dissymétrie du profil à la perturbation engendrée par l'alimentation de solide qui reste non amortie sur toute la hauteur du riser. Ces profils de vitesse montrent aussi l'absence de vitesses moyennes négatives aux parois.

Concernant les profils radiaux de **flux massique net moyen** de solide et conformément aux observations précédentes sur les fractions volumiques moyennes et les vitesses moyennes de solide, nous pouvons noter que :

- à 46 kg/m²/s, le profil est fortement dissymétrique suivant la largeur du riser (Ox) alors qu'il est symétrique suivant la profondeur du riser (Oz). De plus, les flux sont du même ordre de grandeur au centre et à la paroi du riser pour les profils suivant l'axe Oz. Ces observations sont contraires aux mesures expérimentales qui montrent que l'écoulement est symétrique et qu'il existe des flux nets de solide inférieurs de 50 % à la paroi par rapport au centre.
- à 133 kg/m²/s, le profil suivant la largeur Ox du riser est légèrement dissymétrique avec des valeurs de flux supérieurs à la paroi droite. Suivant la profondeur (Oz), le profil radial de flux massique est symétrique avec l'existence d'un profil plat au centre et d'une augmentation des flux nets à la paroi. Entre ces deux régions, les valeurs du flux diminuent légèrement. Les valeurs prédites au centre sont environ 20 % inférieures à celles mesurées expérimentalement alors qu'elles sont environ 40 % supérieures à la paroi. Ainsi, le modèle ne reproduit pas les recirculations de solide mesurées à la paroi.

Une analyse complémentaire des données numériques concernant les temps caractéristiques de l'écoulement et l'écart type des fluctuations de vitesses sera faite dans le paragraphe suivant.



Figure 6. Profils radiaux de fraction volumique moyenne et de vitesse moyenne de la phase solide dans la zone diluée (Gs = 46 kg/m²/s)



Figure 7. Profils radiaux de flux massique net moyen de solide (Gs = 46 kg/m²/s) : comparaison des résultats numériques aux mesures expérimentales (zone diluée)



Figure 8. Profils radiaux de fraction volumique moyenne et de vitesse moyenne de la phase solide dans la zone diluée (Gs = 133 kg/m²/s)



Figure 9. Profils radiaux de flux massique net moyen de solide (Gs = 133 kg/m²/s) : comparaison des résultats numériques aux mesures expérimentales (zone diluée)

2. Analyse des résultats numériques

Ces premiers résultats de simulation montrent que le code de calcul prédit d'une manière satisfaisante les profils verticaux de gradients de pression. Cependant, la structure radiale de l'écoulement prédite n'est pas fidèle aux observations expérimentales. Cet écart peut avoir plusieurs origines. En effet, nous avons vu dans la synthèse bibliographique que les particules de classe A de la classification de Geldart ont une forte tendance à former des agglomérats éphémères ce qui induit une modification de la structure de l'écoulement. Ce phénomène n'est pas du tout pris en compte dans le code et peut donc avoir un effet sur la structure hydrodynamique de l'écoulement. De plus, comme le montrent nos résultats expérimentaux, les mouvements de recirculation de solide ne sont observables qu'à des distances comprises entre 5 et 10 mm de la paroi. Ainsi, étant donné le maillage utilisé (largeur de maille à la paroi de 4,6 mm), on peut se demander si les écarts observés ne proviennent pas de la qualité insuffisante de la résolution numérique.

2.1. Prise en compte du phénomène d'agglomération éphémère

Les études expérimentales de différents auteurs (Mori, 1988; Lee et Kim, 1990; Tannous, 1990; Perales et coll., 1991; Bi et Fan, 1992; Adanez et coll., 1993) portant sur la détermination de la vitesse de transport des particules solides ont montré que pour les grosses particules (groupes B et

D) leur vitesse de transport est voisine de la vitesse terminale de chute libre. Par contre, dans le cas des particules cohésives (groupe A), la vitesse de transport peut devenir largement supérieure à la vitesse terminale de chute libre. Ceci peut être attribué à l'agglomération éphémère de ces particules. Autrement dit, l'intensité des forces hydrodynamiques n'est pas suffisante pour rompre les liaisons entre les particules. Dans cette situation, le milieu peut être considéré comme un milieu granulaire constitué d'agglomérats dont leur taille moyenne est directement liée à un équilibre entre les forces hydrodynamiques et les forces d'adhésion.

Aux vues de ces remarques, il parait intéressant de prendre en considération les phénomènes d'agglomération dans la modélisation hydrodynamique du riser. Ainsi, nous avons introduit la notion de **"particules équivalentes"** dont la taille, "équivalente", est obtenue en compilant les lois empiriques permettant l'estimation de la vitesse de transport des particules solides et celles utilisées pour la détermination de la vitesse terminale de chute libre.

Nous avons consigné dans le Tableau 1, les différentes corrélations bibliographiques permettant d'évaluer la vitesse de transport (U_{tr}) et les lois employées pour estimer la vitesse terminale de chute libre (U_t) des particules de FCC. Dans le même tableau, a aussi été consigné le rapport entre ces deux vitesses caractéristiques.

Tableau 1. Evaluation des vitesses caractéristiques (transport et terminale de chute libre) et leur rapport pour les particules de FCC

<u>Vitesse de transport</u> :			
$\operatorname{Re}_{tr} = A \cdot Ga^{\alpha}$			
Vitesse terminale de chute libr	<u>e</u> :		
$\operatorname{Re}_{t} = \left(\frac{4}{3} \cdot \frac{Ga}{Cd}\right)^{1/2}$			
Où : $Ga = \frac{d_p^3 \rho_1 (\rho_2 - \rho_1)g}{\mu^2}$;	$\mathrm{Re} = \frac{\rho_1 U d_p}{\mu}$		
$Cd = \frac{24}{\text{Re}_{t}} \left(1 + 0.15 \text{Re}_{t}^{0.687} \right)$	pour Re _t < 1000	(Schiller et Naumaı	nn, 1935)
Défénonace			U_{tr}
References	А	α	$\overline{U_t}$
Mori (1988)	A 1,410	α 0,560	$\frac{\overline{U}_{t}}{8,2}$
Mori (1988) Lee et Kim (1990)	A 1,410 2,916	α 0,560 0,354	U _t 8,2 9,5
Mori (1988) Lee et Kim (1990) Tannous (1990)	A 1,410 2,916 1,834	α 0,560 0,354 0,448	U, 8,2 9,5 7,7
Mori (1988) Lee et Kim (1990) Tannous (1990) Perales et coll. (1991)	A 1,410 2,916 1,834 1,410	α 0,560 0,354 0,448 0,483	U, 8,2 9,5 7,7 6,6
Mori (1988) Lee et Kim (1990) Tannous (1990) Perales et coll. (1991) Bi et Fan (1992)	A 1,410 2,916 1,834 1,410 2,280	α 0,560 0,354 0,448 0,483 0,419	U, 8,2 9,5 7,7 6,6 8,9

L'estimation de la taille équivalente d'agglomérats repose sur les hypothèses suivantes :

- la suspension est constituée d'agglomérats de taille et de masse volumique identique,
- la porosité des agglomérats est fixée à un arrangement compact, soit 0,32. Ainsi, leur masse volumique est déterminée par la relation suivante :

$$\rho_{iq} = \rho_2 (1 - \varepsilon) \tag{1}$$

- la vitesse terminale de chute libre des agglomérats est égale à la vitesse de transport des particules de FCC :

$$U_{tr}(d_2, \rho_2) = U_t(d_{\acute{eq}}, \rho_{\acute{eq}})$$
(2)

Cette dernière correspond à la valeur moyenne des vitesses calculées par les différentes corrélations présentées dans le Tableau 1.

La résolution de l'équation (2) permet de calculer le diamètre équivalent des agglomérats.

Il est de **350** μ m avec une masse volumique de **950** kg/m³. Les agglomérats (ou particules équivalentes) ainsi obtenus peuvent être classés dans le groupe B de la classification de Geldart.

Nous avons représenté sur la Figure 10 et la Figure 11 les profils radiaux de vitesse moyenne et de flux massique net de solide obtenus pour les particules de FCC et les particules équivalentes à un flux massique de solide de 133 kg/m²/s dans la zone diluée du riser. L'observation de ces figures montre un comportement de l'écoulement différent entre les deux types de particules et entre les deux directions Ox et Oz. De plus, nous pouvons noter des valeurs plus importantes de flux massique de solide près des parois dues à l'absence de vitesses négatives.



Figure 10. Profils radiaux de vitesse moyenne de solide (particules de FCC et particules équivalentes) à 133 kg/m²/s, Z = 8,50 m



Figure 11. Profils radiaux de flux massiques nets de solide expérimentaux et numériques (particules de FCC et particules équivalentes) à 133 kg/m²/s Z = 8,50 m

Un complément d'analyse peut être apporté avec l'observation des Figures 12 qui représentent l'écart type des fluctuations de vitesse moyenne verticale et horizontale. Ces figures montrent la forte anisotropie de l'écoulement diphasique.

Les fluctuations selon l'axe vertical ne sont pas fortement influencées par le type de particules. Cependant, les valeurs plus importantes à la paroi indiquent un phénomène de rétromélange axial de solide dont l'intensité augmente en passant du centre aux parois du riser.

La forme des profils de fluctuation de vitesse horizontale de la phase solide caractérise un mélange radial significatif des particules dans la région centrale du riser alors que la diminution de ces valeurs en se rapprochant des parois correspond à l'accumulation locale de solide. Enfin, notons que l'augmentation de la taille des particules entraîne une augmentation des fluctuations de vitesse horizontale.



Figures 12. Profils radiaux de l'écart type des fluctuations de vitesse verticale pour les particules de FCC et les particules équivalentes (zone diluée du riser)

Analyse des temps caractéristiques de l'écoulement

D'une manière générale, l'importance des processus élémentaires comme la turbulence du fluide, la force de traînée ou les collisions interparticulaires, sur l'hydrodynamique de l'écoulement diphasique gaz-solide, est caractérisée en comparant leur temps caractéristique respectif. Ainsi, comme nous l'avons précisé précédemment, He et Simonin (1994) ont distingué trois temps caractéristiques pour les écoulements gaz-solide :

- $\checkmark \tau_{12}^{\prime}$: caractérise la turbulence du fluide "vue" par les particules et prend en compte l'effet de croisement de trajectoires liées au glissement moyen entre les phases,
- $\checkmark \tau_{12}^F$: caractérise l'entraînement des inclusions par le mouvement du fluide ; il est appelé aussi temps de relaxation des particules.
- $\checkmark \tau_2^C$: caractérise les collisions interparticulaires soit le temps moyen entre deux collisions binaires subies par une particules quelconque.

Nous avons consigné dans le Tableau 2 les valeurs de ces temps caractéristiques obtenues au centre du riser pour les simulations réalisées à un flux de solide de 133 kg/m²/s. Notons que l'augmentation de la taille des particules entraîne une augmentation de τ_{12}^F et de τ_2^C , tandis que le temps caractéristique de la turbulence du fluide "vue" par les particules, τ_{12}^t , diminue.

Les rapports de temps caractéristique $(\tau_{12}^{F}/\tau_{2}^{c})$ ainsi que $(\tau_{12}^{t}/\tau_{12}^{F})$ sont aussi consignés dans ce même tableau. Le premier caractérise l'influence des collisions sur la trajectoire des particules en considérant l'interaction avec l'écoulement de la phase continue. Quel que soit le type de particule considéré, l'influence des collisions sur la trajectoire des particules est importante. Le second rapport représente physiquement l'efficacité d'entraînement des particules par la turbulence du gaz. Cette efficacité est divisée par 60 en passant des particules de FCC aux particules équivalentes. Le couplage entre les deux phases, due à la traînée, affecte ainsi de manière significative la structure de l'écoulement.

Tableau 2. Valeurs moyennes des temps caractéristiques de l'écoulement avec les particules de FCC et les particules équivalentes

Temps caractéristiques (s)	Particules de FCC	Particules équivalentes
$ au_{12}^F$	0,017	0,120
${ au}^C_2$	1,6.10 ⁻³	2,4.10-3
$ au_{12}^t$	<i>6,8.10⁻³</i>	<i>0,78.10⁻³</i>
$\frac{\tau_{12}^F}{\tau_2^C}$	11	50
$\frac{\tau_{12}'}{\tau_{12}^F}$	0,38	0,0065

Les différences sur les prédictions obtenues avec les particules de FCC et les particules équivalentes sont donc liées à l'augmentation des effets d'inertie pour les particules équivalentes qui est caractérisé par une valeur plus importante des temps caractéristiques de relaxation des particules. Ainsi, l'introduction des particules équivalentes n'a pas donné de résultats réellement convaincants.

2.2. Etude de sensibilité

2.2.1. Turbulence du fluide

Afin d'analyser le rôle de la modélisation de la turbulence sur l'écoulement, nous avons décidé d'effectuer un calcul en considérant un écoulement laminaire de la phase continue dans notre système ce qui aura pour conséquence d'annuler l'effet d'entraînement des particules par la turbulence ($q_{12} = 0$ et $\tau_{12}^{t} = 0$). L'étude est menée pour un flux massique de solide de 133 kg/m²/s.

L'évolution de la masse totale de particules de catalyseur dans le riser est représentée sur la Figure 13. Elle ne montre aucun changement au niveau de la quantité de solide dans le riser par rapport au calcul où la turbulence du fluide est prise en compte.

De même aucune modification n'est observée au niveau de la structure verticale de l'écoulement. En effet, la comparaison des profils axiaux de gradients de pression obtenus pour les calculs avec et sans turbulence, ne montre aucune différence (Figure 14).

La structure radiale de l'écoulement reste elle aussi inchangée lorsque la turbulence de la phase continue n'est pas considérée. La Figure 15, représentant la comparaison des profils radiaux de flux massique net de solide obtenus pour les calculs numériques effectués avec et sans prise en compte de la turbulence du fluide, montre une quasi superposition des profils.

Ainsi, considérer un écoulement laminaire pour la phase continue n'affecte aucunement le comportement de la phase solide.



Figure 13. Evolution temporelle de la masse instantanée de particules de FCC dans le riser pour le calcul laminaire (Gs = 133 kg/m²/s)



Figure 14. Influence de la prise en compte de la turbulence du fluide sur les profils verticaux numériques de gradients de pression (Gs = 133 kg/m²/s)



Figure 15. Influence de la prise en compte de la turbulence du fluide sur les profils radiaux numériques de flux massique net de solide dans la zone diluée du riser suivant la largeur et la profondeur du riser (Gs = 133 kg/m²/s)

2.2.2. Maillage

Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats obtenus avec le maillage raffiné (maillage n°2) que nous comparons à ceux obtenus avec le maillage n°1 possédant quatre fois moins de cellules. Précisons que, faute de temps, les moyennes des différentes grandeurs pour le calcul effectué avec le second maillage n'ont été effectuées que sur dix secondes physiques.

L'évolution de la masse totale de particules de catalyseur dans le riser est représentée sur la Figure 16. Nous pouvons observer une diminution de la masse de particules solides dans le riser de environ 5 kg à environ 2,7 kg quand on passe du maillage n°1 au maillage n°2. A partir de deux secondes physiques, cette masse devient indépendante du temps. Cependant, en se fiant aux résultats déjà obtenus avec le premier maillage, nous ne pouvons pas considérer le régime permanent comme atteint. En effet, nous avons vu que les profils radiaux de flux massique de solide devenaient indépendants du temps qu'à partir d'une durée supérieure à 20-25 secondes physiques. Il apparaît donc indispensable de prolonger ce calcul afin d'avoir des moyennes représentatives.



Figure 16. Evolution temporelle de la masse instantanée de particules de FCC dans le riser avec le maillage n°2 (Gs = 133 kg/m²/s)

La comparaison des champs de fraction volumique de solide prédits pour ces deux maillages montre que l'affinement de la discrétisation a une influence directe sur de la structure globale de l'écoulement (Figure 17).


Figure 17. Sensibilité à la discrétisation du domaine de calcul : structure de l'écoulement selon la largeur et la profondeur du riser (Gs = 133 kg/m²/s). Maillage n°1 (gauche) et maillage n°2 (droite)

En effet, la forte rétention de solide observée à la **base du riser** avec le maillage n°1 n'est plus observée avec le second maillage. Ceci est d'ailleurs confirmé par la Figure 18 qui compare les profils verticaux de gradients de pression obtenus avec les deux maillages. Celui obtenu avec le second maillage montre la réduction de la hauteur de la zone d'accélération.

Il existe aussi une différence au niveau de la structure de l'écoulement dans la **zone diluée** ; en effet, le premier maillage prédit un écoulement très dilué présentant quelques régions pariétales de petite taille où la concentration volumique de solide est beaucoup plus importante. Au contraire, la répartition de solide prédite avec le second maillage dans cette même région du riser, est beaucoup plus hétérogène.



Figure 18. Sensibilité à la discrétisation du domaine de calcul : profils verticaux de gradients de pression

De plus, la dissymétrie de l'écoulement selon la largeur et la profondeur existe toujours. Ceci est confirmé par la comparaison des profils de flux massique net, de vitesse moyenne et de fraction volumique de solide obtenus avec les deux maillages présentée sur les Figure 19, Figure 20 et Figure 21. Seuls les profils radiaux de vitesse moyenne de solide selon la largeur du riser semblent avoir été légèrement affectés ce qui conduit donc à une légère modification des profils de flux massique dans cette direction. Ce léger écart (Figure 19) est peut être lié au fait que les moyennes des grandeurs caractéristiques n'aient été réalisées sur un temps trop faible. Le raffinement du maillage modifie donc la structure globale de l'écoulement mais ne réduit pas les écarts entre les prédictions numériques et les données expérimentales. Ces observations sont basées sur des valeurs moyennées correspondant à un temps physique de 10 s. La faiblesse de ce temps nous impose une grande prudence en ce qui concerne les tendances observées.



Figure 19. Sensibilité à la discrétisation du domaine de calcul : profils radiaux de flux massique net de solide dans la zone diluée (Gs =133 kg/m²/s)



Figure 20. Sensibilité à la discrétisation du domaine de calcul : profils radiaux de vitesse moyenne de solide dans la zone diluée (Gs =133 kg/m²/s)



Figure 21. Sensibilité à la discrétisation du domaine de calcul : profils radiaux de fraction volumique moyenne de solide dans la zone diluée (Gs =133 kg/m²/s)

4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les résultats numériques relatifs à l'étude de la structure hydrodynamique de l'écoulement dans le riser. Ces résultats ont été comparés aux données

expérimentales établies sur la maquette froide : profils verticaux de gradient de pression moyenne et profils radiaux de flux massique net de solide. Cette comparaison a montré que le code de calcul est à même de représenter fidèlement la structure verticale de l'écoulement alors qu'il subsiste des lacunes quant à la prédiction de la structure radiale. En effet, une dissymétrie de l'écoulement entre la largeur et la profondeur du riser existe et aucune recirculation de solide aux parois n'est observée.

Ces écarts peuvent avoir différentes origines et ne sont pas encore clairement identifiés. Cependant, nous avons essayé de mettre en avant certaines causes potentielles. Nous avons notamment effectué un premier pas dans la prise en compte de l'agglomération éphémère des particules de classe A avec l'introduction de "particules équivalentes" dans les simulations. L'introduction de ces particules n'a pas permis de diminuer les écarts entre les données expérimentales et les prédictions numériques. Nous avons vu aussi que l'absence de prise en compte de la turbulence du fluide n'a aucune influence sur la structure de l'écoulement. Enfin, l'étude de sensibilité au maillage n'a pas permis non plus d'améliorer les prédictions même au niveau des parois. Cependant, l'étude expérimentale de la structure radiale de l'écoulement a montré que les phénomènes de recirculation ont lieu essentiellement dans une zone annulaire de très faible taille : de l'ordre de 5 à 10 mm. Ainsi, malgré l'utilisation d'un maillage assez raffiné, et donc très coûteux, il se peut que certains phénomènes échappent à la discrétisation.

Partie 2 :

Caractérisation du mélange

- Chapitre 1 : Etat de l'art du mélange en lit fluidisé circulant
- Chapitre 2 : Etude expérimentale du comportement de la phase solide
- Chapitre 3 : Etude expérimentale du comportement de la phase gazeuse

Cette seconde partie est divisée en trois chapitres portant respectivement sur :

- la synthèse des connaissances sur le mélange de particules solides et de gaz en lit fluidisé circulant (LFC),
- la présentation et discussion des résultats concernant le comportement des particules solides. Il s'agit d'une étude paramétrique réalisée sur notre installation pilote. Ce chapitre sera terminé par une modélisation des phénomènes observés.
- la présentation et discussion des résultats relatifs au comportement de la phase gazeuse.
 Après avoir détaillé le protocole expérimental retenu, nous allons présenter l'effet du flux de solide sur la structure de l'écoulement de la phase gazeuse. Ce chapitre sera terminé par une modélisation des phénomènes observés.

Chapitre 1:

Etat de l'art de l'étude du mélange en LFC

1. NOTIONS DE DISTRIBUTIONS DES TEMPS DE SEJOUR (DTS)	141
1.1. Modeles a plusieurs parametres	141
1.2. MODELES A DISPERSION AXIALE	142
1.3. APPLICATION A L'ECOULEMENT GAZ/SOLIDE : MODELE DE RHODES	143
2. SYNTHESE DES RESULTATS DE LA LITTERATURE	144
2.1. COMPORTEMENT DE LA PHASE SOLIDE	144
2.1.1. Choix de la méthode de traçage	145
2.1.2. Etude paramétrique	151
2.1.3. Synthèse de l'étude bibliographique sur le mélange solide	158
2.2. LE COMPORTEMENT DE LA PHASE GAZEUSE	160
2.2.1. Choix de la méthode de traçage	160
2.2.2. Différents résultats bibliographiques	164
2.2.3. Synthèse de l'étude bibliographique sur le mélange gazeux	
3. CONCLUSION	168

Dans ce chapitre, après avoir présenté sommairement les phénomènes de mélange, nous nous sommes intéressés particulièrement au comportement des phases gaz et solide en lit fluidisé circulant. Cette synthèse bibliographique porte sur deux aspects :

- la méthodologie de traçage et le choix du traceur,
- l'effet des paramètres tant opératoires que géométriques sur l'aspect des mélanges.

Cette synthèse doit nous guider dans le choix du protocole de traçage et nous fournir une base de comparaison pour une meilleure interprétation de nos résultats.

1. Notions de Distributions des Temps de Séjour (DTS)

Le gaz et les particules introduits en même temps dans un lit fluidisé circulant sont susceptibles de suivre des chemins très différents selon les phénomènes auxquels ils seront soumis. Ainsi, certaines particules sont par exemple amenées à sortir presque immédiatement de la colonne alors que d'autres connaissent des recirculations et restent ainsi plus longtemps au sein du lit. Par conséquent, il en résulte une distribution des temps de séjour du gaz et du solide qui **caractérise le degré de mélange** au sein du lit. Dans les procédés FCC où les transformations sont contrôlées par les phénomènes de transferts, un contrôle parfait du mélange gazeux et solide paraît primordial d'où l'intérêt des mesures de distribution des temps de séjour.

Une fois la courbe expérimentale de distribution des temps de séjour obtenue, il est intéressant de la confronter à un modèle hydrodynamique simple afin de comprendre les phénomènes physiques dans sa globalité ou pour servir de base à une éventuelle extrapolation du réacteur.

Dans ce paragraphe, quelques modèles de représentation des DTS sont présentés avec un développement plus particulier du modèle de dispersion axiale qui est de loin le plus utilisé. Notons que pour plus de précisions sur l'aspect théorique des DTS, le lecteur pourra se reporter à l'annexe 3.

1.1. Modèles à plusieurs paramètres

Pour représenter les écoulements complexes des réacteurs réels, il a été imaginé d'associer aux modèles élémentaires (motifs élémentaires) que sont les réacteurs pistons et les réacteurs parfaitement agités (Figure 1) :

- des zones où l'écoulement est de type simple (piston ou piston-dispersion, zones stagnantes)
- des modes de liaison entre ces zones (associations en série ou en parallèle, courants de court-circuit, d'échange, de recyclage).



Figure 1. Modèles à plusieurs paramètres (Villermaux, 1985)

Weis et coll. (1988) ont proposé un modèle pour un lit fluidisé circulant en représentant la phase gaz par un modèle piston et la phase solide par une association en série de réacteurs agités continus (RAC), ou encore par un modèle piston-dispersion axiale. Le nombre de RAC en série et le coefficient de dispersion axiale sont reliés simplement par la relation :

$$N = \frac{1}{2} \frac{U_g L_R}{D_{ax}} \tag{1}$$

où N représente le nombre de RAC, u_g la vitesse superficielle du gaz, L_R la hauteur du réacteur et D_{ax} le coefficient de dispersion axiale.

1.2. Modèles à dispersion axiale

Ce modèle permet, dans le cas d'un faible écart à l'écoulement piston, de tenir compte du phénomène de mélange pouvant avoir lieu dans un réacteur. Il s'agit d'ajouter au modèle classique de réacteur piston un terme de dispersion axiale obéissant formellement à la loi de Fick. Ainsi, la densité de flux \hat{N} est donnée par :

$$\dot{N} = uC - D_{ax} \frac{\partial C}{\partial z} \tag{2}$$

où D_{ax} est le coefficient de dispersion axiale; il dépend du fluide, du régime d'écoulement et de la structure géométrique du réacteur.

Ainsi, en considérant que D_{ax} est indépendant de la hauteur et que la vitesse du gaz est constante, la conservation du traceur s'exprime par l'équation :

$$u\frac{\partial C}{\partial z} + \frac{\partial C}{\partial t} = D_{ax}\frac{\partial^2 C}{\partial z^2}$$
(3)

Où encore, avec les paramètres adimensionnels : $x = \frac{z}{L_R}$ et $Pe = \frac{uL_R}{D_{ax}}$, elle se met sous

forme suivante :

ave

$$-\frac{1}{\tau_g}\frac{\partial C}{\partial x} + \frac{1}{Pe\tau_g}\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = \frac{\partial C}{\partial t}$$
(4)

 $\tau_{\rm g}$ étant le temps de séjour géométrique et $\rm L_R$ la longueur du réacteur.

Les conditions limites et la résolution analytique de l'équation 7 se trouve en annexe 4.

Notons que le premier terme de l'équation (7) décrit la contribution convective de l'écoulement. Le second tient compte des effets de dispersion. Le nombre adimensionnel de Péclet exprime le rapport entre les effets convectifs et les effets dispersifs. Notons que le coefficient de dispersion axiale D_{ax} rend compte des effets des fluctuations turbulentes. Pour un réacteur piston, ce coefficient est nul.

1.3. Application à l'écoulement gaz/solide : modèle de Rhodes

Rhodes et coll. (1991) ont été les premiers à appliquer l'approche initiée par Van Zoonen (1963) à la modélisation du mélange des particules solides en lit fluidisé circulant. Cette approche est un modèle monodimensionnel de dispersion (type piston dispersion axiale), dont le principe repose sur la généralisation de l'équation de diffusion monodirectionnelle d'un traceur dans un fluide au repos à l'écoulement gaz/solide. Le traitement analytique de cette équation permet de représenter l'évolution temporelle des profils axiaux de concentration en traceur par :

$$C = \frac{C_0}{2\sqrt{\pi D_{ax}t}} \exp\left[-\frac{z^2}{4D_{ax}t}\right]$$
(5)

où C_0 représente la concentration initiale en traceur et D_{ax} le coefficient de dispersion axiale. En supposant que le point à partir duquel s'effectue la diffusion se déplace à une vitesse égale à celle du centre de gravité du traceur ($V_{s,0.5}$), l'équation (8) peut s'écrire sous la forme :

$$C = \frac{C_{0.5}\sqrt{t_{0.5}}}{\sqrt{t}} \exp\left[-\frac{(L-V_{s,0.5}t)^2}{4D_{ax}t}\right]$$
c:
$$V_{s,0.5} = \frac{L}{t_{0.5}}$$
(6)

A noter que le temps $t_{0.5}$ est nommé temps médian et correspond physiquement au temps nécessaire pour récupérer 50% du traceur injecté dans le système.

En définissant un nombre de Péclet pour la phase solide, Pe_s , ainsi qu'un temps adimensionnel θ , l'équation (9) devient :

$$C = \frac{C_{0.5}}{\sqrt{\theta}} \exp\left[-\frac{Pe_s(1-\theta)^2}{4\theta}\right]$$

$$avec: Pe_s = \frac{V_{s,0.5}L}{D_{ax}} \quad et \quad \theta = \frac{t}{t_{0.5}}$$
(7)

et $C_{0,5}$ est la concentration en traceur au centre de gravité du traceur.

De même le nombre de Péclet de la phase solide peut être relié au nombre de Péclet de la phase gazeuse par la relation suivante :

$$Pe_s = Pe \frac{V_{s,0.5}}{U_g} \tag{8}$$

Il faut préciser que, malgré sa simplicité, ce modèle a été souvent utilisé par différents auteurs tels que Diguet (1996) ou Smolders et Baeyens (2000) pour interpréter les données de DTS de la phase solide.

2. Synthèse des résultats de la littérature

2.1. Comportement de la phase solide

Comme il l'a été précisé précédemment, l'anisotropie de l'écoulement dans un riser crée une intensité du mélange variable d'une région à l'autre qui est à l'origine de différentes zones d'écoulement. En dehors de quelques travaux bibliographiques (Rhodes et al., 1991 ; Smolders et Baeyens, 2000), l'aspect du mélange des particules de classe A de la classification de Geldart dans les lits fluidisés circulants n'a pas fait l'objet d'études systématiques.

Ce paragraphe est consacré à l'étude bibliographique du mélange de la phase solide dans les lits fluidisés circulants par le biais de la mesure de DTS. Elle se décompose selon les deux axes suivants :

- le choix de la méthode de traçage,
- les principaux résultats publiés.

2.1.1. Choix de la méthode de traçage

Dans ce paragraphe sont présentées les différentes méthodes de traçage employées dans la littérature pour étudier le mélange des particules solides, à savoir les traceurs employés, le mode et la position d'injection du traceur ainsi que les techniques d'échantillonnage et de détection. La nature de la poudre fluidisée fixe le critère de choix du traceur. En effet, le traceur doit avoir des propriétés physico-chimiques et un comportement hydrodynamique vis-à-vis de la fluidisation semblables aux particules fluidisées. Son choix dépend aussi de la méthode retenue pour le suivi de la concentration du traceur en sortie.

La détection du traceur peut se faire par les deux techniques suivantes :

- la mesure directe. Elle permet d'accéder à l'évolution en continu de la concentration du traceur en sortie,
- la mesure indirecte. Elle nécessite la détermination de la concentration du traceur dans les échantillons prélevés à des intervalles de temps réguliers dans le courant de sortie.

La première méthode est préférable car elle ne conduit pas à une discrétisation des valeurs expérimentales susceptible d'être à l'origine d'une erreur éventuelle. Cependant, elle n'est applicable que pour un certain nombre de traceurs (traceurs radioactif et phosphorescent).

Dans la bibliographie, la DTS de particules solides est réalisée par différentes techniques, classées en quatre grandes familles : radioactive, magnétique, optique et conductimétrique.

* <u>Techniques radioactives</u>

Les particules solides sont marquées par un traceur radioactif, puis introduites dans le système. Elles sont comptées par un détecteur à scintillations grâce aux rayons gamma émis par les particules radioactives. La mesure de concentration de traceur à l'entrée du réacteur étant techniquement difficile à réaliser, les différents auteurs considèrent une injection parfaite de traceur simplifiant ainsi l'analyse des données (Ambler et coll., 1990).

Dans le Tableau 1, nous avons regroupé les différents isotopes radioactifs utilisés soit pour le dopage des particules soit pour le traçage de la phase solide, ainsi que leur durée de demie vie.

Cette technique non intrusive est caractérisée par un temps de réponse rapide. Cependant, elle présente un certain nombre d'inconvénients qui sont :

- problèmes de sécurité engendrés par la manipulation d'éléments radioactifs en quantité non négligeable (plusieurs grammes de produits radioactifs),
- un coût élevé (détecteur et marquage des particules),
- pollution de l'inventaire. Il faut préciser qu'une fois que le traceur est introduit dans le système, il ne peut plus en être extrait,

- problème d'étalonnage,
- problème de détection du traceur lorsque le traçage est effectué dans des unités de grande dimension.

Tableau 1. Différents traceurs radioactifs employés (mélange de solide en LFC)

Référence	Nature du traceur	Durée de demie vie [h]	
May (1959)	FCC marqué à ³² I	2,4	
Hull et coll. (1960)	Zr-Nb ⁹⁵ adsorbé sur FCC	1560	
Lin et coll. (1985)	⁴⁶ Sc déposé	N.C.	
Ambler et coll. (1990)	⁶⁸ Ga	1,1	
Patience et coll. (1990)	²⁸ Al	0,037	
Lin et coll. (1999)	⁵⁶ Mn	2,6	

* <u>Techniques magnétiques</u>

Cette méthode consiste à injecter un traceur magnétique dans le réacteur. Pour la plupart des auteurs, il est séparé de façon continue en sortie du réacteur par des aimants puis pesé (Heertjes et coll., 1967 et 1968; Legile et coll., 1991; Hocine, 1996). Le suivi continu de la masse de traceur a été réalisé en reliant l'aimant à une balance et à un système d'acquisition ; les concentrations de traceur peuvent ainsi être corrélées au temps. Des méthodes indirectes sont aussi utilisées dont le principe repose sur un échantillonnage du courant de sortie puis sur la détermination de la concentration du traceur dans les différents échantillons prélevés (Wolf, 1965 ; Beyer et coll., 1985). A titre d'exemple, Beyer et coll. (1985) emploient un disque d'échantillonnage rotatif aimanté sur le courant de sortie.

D'une manière générale, l'élaboration des particules de traceur ayant un comportement hydrodynamique comparable à celui des particules solides fluidisées passe le plus souvent par le dépôt d'un oxyde de fer dans un solide poreux (Heertjes et coll., 1967 et 1968). Legile et coll. (1991) ont utilisé quant à eux de petites particules de ferrite collées à l'aide de résines sur les particules solides alors que Avidan et Yerushalmi (1985) utilisent un mélange de Manganèse et de Zinc. Après concassage et tamisage, le traceur possède les mêmes caractéristiques que le solide.

Cette technique permet d'extraire la quasi-totalité du traceur introduit dans le système. Cependant, les différents travaux bibliographiques ont montré que même en utilisant des aimants puissants, l'efficacité de l'extraction du traceur ne dépasse guère 90 % (Legile et coll., 1991).

De manière analogue aux méthodes radioactives, aucune mesure du signal en entrée n'est effectuée. Si cette mesure était réalisable avec un traceur radioactif, ce n'est plus le cas avec les méthodes magnétiques car elles sont fondées sur l'extraction du traceur du milieu. L'unique solution serait de réaliser des mesures successives sur l'entrée et sur la sortie du réacteur.

× <u>Techniques optiques</u>

Les méthodes optiques peuvent être divisées en deux familles :

- les méthodes à base colorimétrique. Le signal est obtenu après échantillonnage du courant de sortie et décompte ou dosage des particules colorées (Krishnaiah, 1982; Baba et coll., 1984; Berruti et coll., 1988; Pydisetty et coll., 1989). Elle donne de bons résultats mais nécessite un échantillonnage fiable.
- les méthodes utilisant une propriété optique intrinsèque du traceur. Leur principe consiste en l'utilisation d'un traceur possédant une propriété optique facilement détectable. La détection en sortie peut ainsi se faire en continu. Le concept de cette méthode s'apparente fortement à celui des méthodes radioactives (Brewster et Seader, 1980) avec toutefois une suppression des conditions de sécurité particulières et un coût plus faible des détecteurs employés. L'inconvénient majeur de ces techniques est qu'une partie de la profondeur des champs n'est pas accessible.

En ce qui concerne les particules de traceurs, elles sont obtenues en modifiant la teinte des particules fluidisées par un colorant puissant. Le traceur ainsi obtenu a les mêmes propriétés que les particules fluidisées. Les particules de traceur ayant des propriétés optiques intrinsèques sont des particules photoluminescentes (lumière produite à partir d'une source lumineuse) comme :

- les particules fluorescentes, qui, une fois activée par de la lumière, réémettent quasi instantanément une intensité lumineuse tant que l'excitation persiste. Ce type de traceur est rarement utilisé pour l'étude de DTS des particules solides.
- les particules phosphorescentes, qui, une fois activée par de la lumière, peuvent réémettre une intensité lumineuse pendant une durée déterminée.

Roques (1994) s'est servi de la phosphorescence pour faire des mesures de distribution des temps de séjour sur un réacteur d'ultra pyrolyse (écoulement descendant) ; Du et Wei (2002) et

Du et coll. (2002) ont utilisé la phosphorescence pour étudier plus particulièrement le mélange radial des particules de FCC dans un lit fluidisé circulant. En confrontant leurs résultats à ceux obtenus par une méthode indirecte (confrontation des Figures 2a et 2b), Harris et coll. (2002, 2003) ont conclu que l'utilisation de cette technique directe aux systèmes rapides (mélange dans un lit fluidisé circulant) permet de détecter des phénomènes de petite échelle, complètement masqués par la technique indirecte.



Figures 2. (a) Distribution de temps de séjour obtenue par phosphorescence
(b) Distribution de temps de séjour obtenue par conductimétrie
Selon ces auteurs, cette technique possède de nombreux avantages :

- l'utilisation de traceur avant les mêmes propriétés que les particules fluidisées,
- l'absence d'accumulation du traceur dans le système, inhérent à un temps de réémission limité,
- un bref temps d'activation du traceur,
- la détection en ligne par des photomultiplicateurs (technique non intrusive).

Cependant, une fois que le traceur est excité, l'intensité lumineuse émise décroît dans le temps. Par ailleurs, la détection doit être réalisée dans les zones diluées ayant des parois transparentes. A ces inconvénients, se rajoutent les problèmes liés à l'étalonnage (relations entre l'intensité lumineuse et la concentration en traceur).

* <u>Techniques conductimétriques</u>

Cette technique est à notre connaissance la plus employée malgré la nécessité d'échantillonner le courant de sortie. Le concept de cette technique s'apparente à celui des méthodes colorimétriques. En effet, elle consiste à remplacer le colorant par un sel de grande conductivité électrique en solution. Cette technique a été amplement employée pour réaliser des DTS en lit fluidisés circulants et denses (Bader et coll., 1988; Rhodes et coll., 1991; Diguet, 1996;

Smolders et Baeyens, 2000). La détection du traceur en sortie passe par une étape d'échantillonnage à des intervalles de temps connus puis la mise en solution du traceur présent dans l'échantillon prélevé et enfin la détermination de la fraction massique de traceur par conductimétrie.

Les **particules de traceur** les plus employées sont du chlorure de sodium (NaCl) ou du chlorure de potassium (KCl). Leur taille est le plus souvent choisie de telle sorte que leur vitesse terminale de chute libre soit identique à celle des particules fluidisées (Smolders et Baeyens, 2000).

A notre connaissance, **l'injection du traceur**, dans la majorité des études sur les DTS de solide, est effectuée sous la forme d'une impulsion. Pour approximer au mieux une impulsion, il est nécessaire que le temps d'injection soit bien inférieur au temps de séjour moyen des particules dans le système. Pour ce faire, dans la plupart des études, une faible quantité de traceur est placée dans un réservoir maintenu sous pression (2 à 6 bar). Il est relié à l'installation par l'intermédiaire d'un tube muni d'une vanne. Lors de l'ouverture de la vanne, les particules peuvent être introduites dans le système d'une manière quasi instantanée. Cependant, il faut s'assurer que cette injection ne perturbe pas l'hydrodynamique du système.

Les travaux de thèse de Diguet (1996) concernant l'étude de la DTS de solide en LFC par la méthode conductimétrique a montré que, dans la plage de variation de flux de solide comprise entre 10 et 110 kg/m²/s et celle de la vitesse superficielle de gaz entre 4 et 8 m/s, la quantité adéquate de traceur (NaCl) à injecter est comprise entre 20 à 50 grammes. Smolders et Baeyens (2000) ont utilisé quant à eux 25 grammes de cristaux de NaCl pour effectuer l'étude de DTS.

Le système d'échantillonnage communément employé par les différents auteurs de la bibliographie (Bader et coll., 1988 ; Rhodes et coll., 1991 ; Diguet, 1996 et Smolders et Baeyens, 2000) est schématisé sur la Figure 3. Il est constitué :

- d'une sonde de prélèvement placée en tête de riser,
- d'un système de séparation gaz-solide,
- d'un tube de stockage du solide échantillonné.

Lors de l'injection par impulsion, ce système permet de récolter pendant la durée des mesures (plusieurs fois le temps de séjour géométrique) une portion du débit de solide sortant de l'unité. En considérant que ce débit instantané est représentatif de l'écoulement et en négligeant le phénomène de mélange éventuel des particules solides dans le tube de stockage, chaque hauteur de solide dans ce tube peut être reliée à un temps physique par l'intermédiaire de la connaissance de la masse cumulée, du débit et de la section du tube de prélèvement.

Une technique similaire a été utilisée par Smolders et Baeyens (2000) comme le montre la Figure 4.



Figure 3. Système d'échantillonnage (Diguet, 1996)



Figure 4. Système d'échantillonnage du sel traceur (Smolders et Baeyens, 2000)

Par ailleurs, Rhodes et coll. (1991) ont vérifié la fiabilité de ce système d'échantillonnage. Pour cela, ils ont étudié son comportement d'une manière séparée du riser et ce à l'aide du dispositif présenté sur la Figure 5. L'injection de traceur à l'entrée de ce système a permis d'une part, d'étudier sa reproductibilité, et d'autre part, de quantifier l'importance du mélange des particules en son sein. Le protocole d'essai consiste à mesurer la concentration de traceur dans les différents échantillons prélevés dans la jambe du cyclone. La variance de la DTS du traceur est représentative de l'incertitude causée par le mélange dans l'ensemble de ce système. Selon ces auteurs, la faible valeur de la variance (entre 1 et 7 %) montre la fiabilité de ce dispositif d'échantillonnage. Autrement dit, sa présence ne détruit aucunement la qualité du mélange de solide prélevé.



Figure 5. Dispositif pour la détermination de l'erreur expérimentale introduite avec la méthode d'échantillonnage (Rhodes, 1991)

2.1.2. Etude paramétrique

Dans ce paragraphe sont présentés les principaux résultats bibliographiques concernant le mélange de solide en LFC pour les particules de classe A et B de la classification de Geldart. Ce paragraphe est divisé en deux rubriques. La première correspond aux résultats publiés sur les particules de classe A alors que la seconde présente brièvement les principaux résultats bibliographiques obtenus avec les particules de classe B. Cette division volontaire est directement liée à la forte influence de la taille des particules sur le comportement hydrodynamique des LFC.

* <u>Résultats publiés sur le mélange de solide en lit fluidisé circulant (particules de classe A)</u>

Le Tableau 2 représente les paramètres géométriques, les conditions opératoires et la méthode de traçage employée au cours de différents travaux bibliographiques. A noter que toutes les études répertoriées ont été réalisées dans les conditions ambiantes de température et de pression mise à part celle de Wei et coll. (1993). Ces travaux ont été effectués sur un réacteur industriel de FCC fonctionnant à des températures comprises entre 650 et 710°C.

Les résultats tirés de ces études peuvent être divisés en deux parties :

- la première correspond à <u>l'étude du mélange d'une manière macroscopique</u>. Dans ce cas, on s'intéresse à l'évolution de la concentration de traceur en sortie du réacteur. Les

corrélations déduites de ces données donnent des renseignements sur l'effet des paramètres tant opératoires que géométriques sur le comportement global du système,

 la seconde partie permet de mieux comprendre <u>le processus de mélange à l'échelle</u> <u>locale ou semi globale</u>. Dans ce cas, on s'intéresse à l'évolution des profils locaux de concentration.

En ce qui concerne la **DTS de solide**, en utilisant un traceur conductimétrique, **Rhodes et coll.** (1991) ont pu démontrer qu'un simple modèle monodimensionnel de dispersion est capable de prédire de manière satisfaisante le mélange axial de solide dans une large gamme de conditions opératoires et sur deux risers de diamètres différents (0,152 et 0,305 m). Ils ont pu relier le nombre de Péclet axial aux paramètres opératoires et géométriques par la relation suivante :

$$Pe_{ax} = \frac{U_g L}{D_{ax}} = 9,2D_R (G_s D_R)^{0,33}$$
(9)

où U_g représente la vitesse du gaz, L, la distance entre le point d'injection et le point d'échantillonnage, D_{ax} , le coefficient de dispersion axiale, D_R , le diamètre du riser et Gs, le flux massique de solide.

Cette relation est valable pour des plages de vitesse de gaz et de débits de solide respectivement égales à 2,8 à 5,0 m/s et 5 à 80 kg/m²/s.

Cette relation montre que :

- l'intensité du mélange axial de la phase solide diminue (nombre de Péclet augmente) avec l'augmentation du <u>débit de circulation de solide</u>. L'écoulement de la phase solide tend donc vers un écoulement piston avec l'augmentation du flux de solide. Cette tendance a d'ailleurs été confirmée par les travaux de Wei et coll. (1993) et Harris et coll. (2003) en effectuant les expériences respectivement sur un réacteur industriel de FCC (H_R=9,7 m et D_R =5,76 m) et sur un pilote froid de laboratoire (riser de 5,8 m de haut et de section carrée de 0,14 m).
- le nombre de Péclet est indépendant de la <u>vitesse gazeuse</u> pour les conditions opératoires retenues par ces auteurs. Ces résultats sont confirmés par Harris et coll. (2003) qui démontrent expérimentalement que le nombre de Péclet devient indépendant de la vitesse du gaz au-delà de 2,5 m/s. Pour des valeurs inférieures, ils ont noté une diminution du nombre de Péclet,
- l'intensité du mélange axial diminue avec l'augmentation du <u>diamètre de la colonne</u>.
 Les résultats sont en accord avec ceux de Yerushalmi et Avidan (1985) et Wei et coll. (1993).

Liu et coll. (2003)	Harris et coll. (2003)	Wei et coll. (1993)	Rhodes et coll. (1991)	Bader et coll. (1988)	Auteurs
0,192 & 11,2	0,14 (section carrée) & 5,8	5,76 & 9,7	1) 0,152 & 6,2 2) 0,305 & 6,6	0,305 & 12,2	D _r (m) & H _r (m)
FCC NC NC	NC 25 4060	FCC 58 1350	Alumine 71 2456	FCC 76 1714	d _p (μm) ρ _p (kg/m ³)
Pigment phospho - rescent	Pigment phospho - rescent	NC NC	NaCl NC 2160	NaCI NC NC	<u>Traceur</u> d (μm) ρ (kg/m ³)
1-6	1,3-4,6	1,2-1,5	2,8-5,0	3,7-6,1	Ug (m/s)
2-100	1,0-26,9	24-32	5-80	98-195	Gs (kg/m²/s)
Dirac & échelon	Dirac à l'entrée du riser	NC	Dirac m _{injectée} = NC Hauteur : au niveau de l'alim. solide	Dirac m _{injectée} = 91 g Hauteur NC	Injection de traceur
NC	En sortie du riser dans un rétrécissement	NC	 4,45 m (centre et paroi) 6,20 m (centre) 4,20m (centre et paroi) 	4 ; 6,7 & 9,1 m au dessus de l'injection de solide	Position du prélèvement ou de la détection
/	1	NC	d = 7,5 mm	d = 9,5 mm	Diamètre et forme de la sonde
 - (Pé)_{ax} pas influencé par distributuion granulométrique 	- (Pé) _{ax} indépendant de Ug (au-delà de 2,5 m/s)	- (Pé) _{ax} 7 avec D _R	 - (Pé)_{ax} n avec Gs - (Pé)_{ax} indépendant de Ug - (Pé)_{ax} n avec D_R 	Temps de séjour des particules plus importants aux parois qu'au centre	Remarque / résultats

Tableau 2. Conditions opératoires des études de traçage conductimétrique de la phasesolide en LFC avec des particules de classe A

NC = Information Non Communiquée

En ce qui concerne le mélange radial de solide, à notre connaissance, il existe peu d'étude portant sur ce sujet. **Liu et coll. (2003)** ont étudié l'influence de la distribution de taille de particules de FCC sur le mélange axial et surtout sur le mélange radial du solide en introduisant un **traceur phosphorescent** dans un riser de 0,192 m de diamètre et de 11,2 m de hauteur. Les essais ont été réalisés avec deux lots de particules : le premier ayant une distribution de taille étroite et le second possédant une large distribution de taille (contenant 24,5% en volume de particules de taille inférieure à 20μ m). Ils ont conclu que la distribution granulométrique des particules n'influence pas de manière très significative le mélange ráduit le mélange radial. Ceci s'explique par le fait que ces fines ont tendance à adhérer aux plus grosses particules ou à former des agglomérats. Ces auteurs ont établi une corrélation qui permet de relier le nombre de Péclet radial aux trois facteurs suivants :

- la fraction volumique moyenne de solide α_2 ,
- la vitesse superficielle du gaz u_{g} ,
- la fraction massique des fines particules dans le mélange (< 20 μ m), x_f :

$$Pe_r = 0.179 \alpha_2^{0.78} \operatorname{Re}^{1.19} x_f^{0.96}$$
(10)

où les nombres de Péclet radial Pe_r et de Reynolds sont définis par : $Pe_r = \frac{D_R U_s}{D_{rad}}$ et

$$\operatorname{Re} = \frac{U_g \rho_g D_R}{\mu}$$

Cette équation montre que la fraction massique des fines dans le mélange conditionne la structure radiale de l'écoulement. Selon ces auteurs, l'augmentation de la fraction massique des fines dans le mélange accentue le phénomène d'agglomération qui à son tour diminue l'intensité de la turbulence ou les fluctuations des vitesses moyennes. Ces constations sont en accord avec celles faites par **Baeyens et coll.**, **1992** et **Ma et Kato**, **1998**.

Dans le but de caractériser **la structure de l'écoulement**, **Bader et coll. (1988)** et **Rhodes et coll. (1991)** ont déterminé l'évolution temporelle de la concentration de traceur à différentes positions radiales et axiales du riser. La Figures 6a tirée des travaux de Bader et coll. montre qu'il existe peu d'influence de la position axiale sur les profils temporels de concentration de traceur à la paroi. Par contre, les mesures effectuées au centre indiquent une forte influence de la position axiale (Figures 6b). En dehors de ces premières constatations, la comparaison entre l'allure des profils présentés sur les Figures 6a et 6b montre que la nature de l'écoulement varie suivant la position radiale. En effet, l'évolution temporelle de la concentration en traceur au centre est beaucoup plus resserrée qu'à la paroi. Ceci est expliqué par le fait que l'écoulement central

s'apparente à un écoulement piston. Cette différence a par ailleurs une incidence sur les temps de séjour des particules. En effet, ils s'avèrent être beaucoup plus importants aux parois qu'au centre.



Figures 6. (a) Evolution temporelle de la conductivité aux parois du riser ; (b) Evolution temporelle de la conductivité electrique au centre du riser

Ces constations ont été confirmées par les mesures réalisées par Rhodes et ses collaborateurs (Figure 7). A partir de ces courbes, ils ont conclu que la structure de l'écoulement dans le riser est du type cœur-anneau.



Figure 7. Evolution temporelle de la concentration en traceur au centre et à la paroi pour différentes conditions opératoires et pour le riser n°2 ($D_r = 0,305 \text{ m & } H_r = 6,60 \text{ m}$)

Késultats publiés sur le mélange de solide en lit fluidisé circulant (particules de classe B)

Dans ce paragraphe, nous allons présenter les conclusions des travaux de Diguet (1996) et Smolders (1999) réalisées avec des particules de classe B de la classification de Geldart. En effet, ils ont utilisés tous les deux des particules de sable. Le Tableau 3 regroupe les conditions opératoires et les conditions de traçage de leur étude respective.

La synthèse de ces travaux a permis de tirer les conclusions suivantes :

l'intensité du mélange axial augmente avec <u>le débit de circulation de solide</u>. La Figure
8 tirée des travaux de Diguet confirme cette constatation. Par ailleurs, les travaux de
Smolders et coll. (1999) ont permis d'établir la relation suivante :

$$Pe = 2,4 + \frac{18,3}{L_d^{0,8}} \tag{11}$$

Notons que dans cette relation, le paramètre L_d n'est pas adimensionnel $\left(L_d = \frac{G_s}{U}\right)$. Son unité est kg/m3.

Elle indique qu'une augmentation du débit de circulation de solide entraîne une diminution du nombre de Péclet, et donc une augmentation du mélange de solide. De plus, selon ces auteurs, le temps de séjour moyen du solide dans le riser augmente avec le débit de circulation de solide selon la relation suivante :

$$\overline{t_{riser}} = 56 \frac{G_s^{0,333}}{U^{2,4}}$$
(12)

Ceci est par ailleurs confirmé par les travaux de Diguet. Ce constat reste valable jusqu'à une vitesse de 8 m/s. Au-delà, le débit de solide n'a plus d'effet sur le temps de séjour des particules.

l'intensité du mélange axial diminue avec <u>la vitesse du gaz</u>. Les résultats sont confirmés par Diguet (1996) et la corrélation (25). De plus le temps de séjour de solide dans le riser est fortement affecté par la vitesse du gaz



Figure 8. Comparaison entre les DTS obtenues pour deux flux de solide (U_g =8 m/s)

Smolders et coll. (2000)	Diguet (1996)	Auteurs
0,1 & 6,5	0,152 & 6	D _r (m) & H _r (m)
Sable 90 NC	Sable 294 2636	d _p (μm) ρ _p (kg/m³)
NaCl d =150 ρ = 2250	NaCl d = 370 ρ = 2112	<u>Traceur</u> d (μm) ρ (kg/m³)
2,9-4,8	4,9-8,2	Ug (m/s)
5-35	10-117	Gs (kg/m²/s)
Dirac 25 g de sel Hauteur : 0,3 m du distributeur	Dirac 50 g de sel Hauteur : dans l'alimentation de solide	Injection de traceur
Dans la canalisation de sortie de riser (à 90°), à 0,3m de la paroi du riser	Dans un rétrécissement (d = 0,102 m) situé à la sortie du riser	Position du prélèvement
d = 15 mm	d = 10 mm	Diamètre et forme de la sonde de prélèvement
- (Pé) _{ax} א avec א Gs - (Pé) _{ax} א avec א Ug	- (Pé) _{ax} א avec ש Gs - (Pé) _{ax} א avec א Ug	Remarque / résultats

Tableau 3. Conditions opératoires des études de traçage conductimétrique de la phasesolide en LFC avec des particules de classe B

Par ailleurs, en se basant sur les observations expérimentales, indiquant une structure de l'écoulement de type cœur-anneau, Smolders et coll. ont proposé un modèle dans le but de caractériser l'écoulement et de prédire le temps de séjour de la phase solide au sein du riser. Dans ce modèle, le riser est divisé en deux zones :

- une zone d'écoulement ascendant au centre du riser (cœur),
- une zone de faible épaisseur près des parois caractérisée par une concentration élevée de solide en mouvement descendant.

Le rétromélange est modélisé par un échange convectif de particules entre ces deux zones. Cette grandeur est l'un des paramètres ajustables du modèle. La Figure 9, tirée de leurs travaux, indique l'effet de cet échange convectif sur les prédictions du modèle.



Figure 9. Prédiction du modèle cœur-anneau de Smolders et al. (2000) pour les données expérimentales établies par Diguet (1996)

2.1.3. Synthèse de l'étude bibliographique sur le mélange solide

Cette synthèse bibliographique nous a permis de tirer deux catégories d'informations. La première concerne la méthodologie de traçage tant au niveau du choix du traceur et de sa détection que la politique de son introduction et de son échantillonnage. La seconde constitue une acquisition de connaissances en ce qui concerne l'influence des paramètres de marche de LFC.

En ce qui concerne la méthodologie de traçage, on peut tirer les renseignements suivants :

- deux techniques de traçage peuvent être envisagées qui sont :
 - le traçage indirect qui nécessite un échantillonnage, souvent fastidieux, du courant de sortie (méthode conductimétrique, colorimétrique et magnétique). Ces méthodes sont bien adaptées aux systèmes lents. Les

méthodes magnétiques sont souvent plus compliquées à mettre en œuvre que les méthodes conductimétrique ou colorimétrique.

- le traçage direct qui permet de suivre la concentration en traceur de manière directe et sans être en contact avec le milieu en écoulement (méthode radioactive et par luminescence). Ce type de méthode est considéré comme bien adaptée aux systèmes rapides. Cependant, du fait du coût et de la difficulté de mise en œuvre, ces méthodes ont été peu employées pour la mesure de DTS. En ce qui concerne les méthodes par phosphorescence, elles fournissent à notre connaissance des renseignements plutôt qualitatifs que quantitatifs.
- le type d'injection souvent retenu est l'injection sous la forme d'une impulsion de par sa facilité de mise en œuvre. Les injections de type échelon sont rarement utilisées en traçage solide car elles sont moins faciles à mettre en place et peuvent être coûteuses.
- le traçage conductimétrique est la technique la plus employée, du fait de sa souplesse et de sa simplicité de mise en œuvre.
- le dispositif d'échantillonnage bien adapté pour effectuer le traçage conductimétrique est celui utilisé dans les études de Rhodes et coll. (1991) (particules de classe A), Diguet (1996) (particules de classe B) et Smolders et Baeyens (2000) (particules de classe B).

Quant à l'influence des paramètres de marche du LFC, bien que le mélange de la phase solide dans un lit fluidisé circulant soit relativement peu étudié, cette étude bibliographique permet tout de même de tirer certaines conclusions s'avérant intéressantes pour notre étude. Elle se résume comme suit :

- les particules de classe A et de classe B se comportent différemment vis-à-vis du mélange :
 - l'intensité du mélange axial diminue avec l'augmentation du débit de solide pour les particules de classe A alors que le phénomène inverse est observé pour les particules de classe B,
 - l'intensité du mélange axial diminue avec la vitesse du gaz pour les particules de classe B alors que son effet sur les particules de catégorie A n'est pas clairement mis en évidence.
- l'augmentation du diamètre de la colonne réduit l'intensité du mélange.
- la présence des fines dans le lot de poudre fluidisée réduit l'intensité du mélange radial.

Par ailleurs, ces conclusions nous ont guidé, comme il le sera expliqué plus loin, dans le choix :

- d'un traceur conductimétrique, le chlorure de sodium (NaCl),
- d'un protocole d'introduction (Dirac),
- d'un dispositif d'échantillonnage dérivant de celui utilisé par Diguet (1996) et Rhodes et coll. (1991).

2.2. Le comportement de la phase gazeuse

2.2.1. Choix de la méthode de traçage

Le choix d'un traceur gazeux doit parfaire les trois conditions suivantes :

- le gaz traceur employé doit être une substance non polluante pour le système étudié,
- le gaz traceur employé doit être non adsorbable sur les particules fluidisées ; en effet, le mécanisme d'adsorption/désorption du gaz peut affecter les mesures expérimentales ainsi que leur interprétation,
- un gaz traceur doit avoir les propriétés physiques (viscosité et diffusivité) les plus proches possibles du gaz de fluidisation.

Les différentes études recensées dans la bibliographie montrent que différents traceurs ont été utilisés pour caractériser le mélange en lit fluidisé circulant. Les traceurs employés et les conditions opératoires de ces études sont consignés dans le Tableau 4. A noter que toutes les études recensées dans ce tableau ont été effectuées à température et pression ambiante mise à part celle de Du et coll. (2002) où le traçage de la phase gazeuse a été effectué sur un riser fonctionnant à une température de 435°C et une pression de 3,5 atm.

Foka & coll. (1994, 1996)	Li & Wu (1991)	Brereton & Grace (1988)	Bader & coll. (1988)	Edwards & Avidan (1986)	Cankurt & Yerushalmi (1978)	Auteurs
0,10 & 0,5	8 & 60,0	0,152 & 9,3	0,305 & 12,2	0,10-0,6 & 7,6	0,152 & 8,5	D _r (m) & H _r (m)
FCC 75 1450	FCC 58 1575	Sable 148 2650	FCC 76 1714	Particules du groupe A	FCC 55 1074	d _p (μm) ρ _p (kg/m ³)
0-1,2	1-2	7	3,7-6,1	0,6	0,2-5,6	Ug (m/s)
	0-30	0-65	98-195		25-145	Gs (kg/m²/s)
Impulsion de ⁴¹ Ar	Impulsion d'H ₂	Echelon d'Hélium	Echelon d'Hélium	Impulsion de SF ₆	Echelon de CH ₄	Injection
En amont du distributeur		Boite à vent située en amont du distributeur	<u>Mélange radial</u> : 3,71 m au dessus de l'alim. de solide <u>Mélange axial</u> : 3,66 m au dessus de l'alim. de solide	N.C.	Dans l'axe du riser, en amont du distributeur	Lieux d'injection
Entrée et sortie de colonne		Rétrécissement en sortie de irser (d = 0,102 m)	<u>Mélange radial</u> : 0,254 ; 0,66 ; 3,0 ¹ & 5,44 m en aval de l'injection ¹ d'hélium <u>1^Mélange axial</u> : 10,2 ; 15,2 ; 20,3 ² & 25,4 cm en amont de l'injection d'hélium	N.C.	Différentes hauteurs et positions radiales non précisées	Lieux de détection
N.C.	Catharomètre	Catharomètre	Catharomètre	N.C.	Infra rouge	Analyseur utilisé

Tableau 4. Conditions opératoires des études de traçage de la phase gaz

Du & coll. (2002)	Cao & Weinstein (2000)	Liu & coll. (1999)	Namkung <i>&</i> Kim (1998, 2000)	Gayan & coll. (1997)	Auteurs
0,20 & 2,5	0,127 & 8,85	0,076 & 5,6	2 0,10 & 5,3	0,10 & 4	D _r (m) & H _r (m)
FCC 60 1400	FCC 82 1480	FCC 70 1600	FCC 65 1720	Sable 380 & 710 2600	d _p (μm) ρ _p (kg/m ³)
0,2-1,5	2,5-4,7	4,8-7,0	1,5-4,5	5-8	Ug (m/s)
NC	0-153	0-480	14-62	0-115	Gs (kg/m²/s)
Echelon & impulsion d'Hélium	Echelon d'Hélium	Echelon d'Hélium	Echelon d'Hélium et de CO ₂	Echelon de CO ₂	Injection
A 38 cm en aval du distributeur (centre du riser)	Dans l'axe du riser à une hauteur non précisée	En amont du distributeur dans une boite à vent	<u>Zone dense</u> :1,85 m en aval distributeur <u>Zone diluée</u> :3 m en aval distributeur	<u>Zone dense</u> :0,5 m en aval distributeur <u>Zone diluée</u> :2,5 m en aval distributeur	Lieux d'injection
 - à 76, 152 & 304 mm en amont de l'injection de traceur - à 76 mm en aval de l'injection de traceur 	 - à 30, 76 & 130 mm en amont de l'injection de traceur - à 14 & 30 mm en aval de l'injection de traceur 	En sortie de riser dans un rétrécissement	<u>Pour les deux zones</u> : 10, 20, 35 & 55 mm en amont de l'injection	<u>Zone dense</u> :3 & 10cm du point d'injection ;1 m en aval distributeur <u>Zone diluée</u> :3 & 3,5 m en aval distributeur	Lieux de détection
Catharomètre	Catharomètre	Catharomètre	Catharomètre	NC	Analyseur utilisé

Tableau 4-suite. Conditions opératoires des études de traçage de la phase gaz

On remarque que le traceur le plus utilisé est l'hélium, He, du fait de sa faible affinité vis-à-vis des particules de FCC (gaz non adsorbable). Pour ce traceur, le système de détection utilisé dans tous ces travaux est un catharomètre. Namkung et Kim (1998) ont montré que l'utilisation du dioxyde de carbone, CO₂, comme traceur conduisait à une surestimation du rétromélange du gaz du fait de son adsorption sur les particules de FCC.

Liu et coll. (1999) ont choisi l'hélium comme traceur pour effectuer de mesures de DTS dans un riser de 5,6 m de haut. Les particules solides utilisées sont des particules de FCC. Ils ont examiné l'effet du flux de solide jusqu'à 500 kg/m²/s. Le traceur est injecté sous la forme d'un échelon avant le distributeur et détecté en sortie de riser à l'aide d'un catharomètre (Figure 10). Les signaux du catharomètre sont enregistrés à une fréquence de 10 Hz. Selon ces auteurs, l'injection de type échelon est préférable car elle perturbe beaucoup moins l'écoulement qu'une injection de type Dirac. La Figure 11 représente un exemple des résultats expérimentaux tirés de cette étude.



Figure 10. Systèmes de détection et d'injection du traceur (Liu, 1999)



Figure 11. DTS en phase gazeuse exemple tiré des travaux de Liu et coll., 1999 U_g =4,8m/s et Gs=117kg/m²/s

Les travaux de Namkung et Kim (1998) ont porté sur l'étude de la position de l'injection du traceur dans un LFC de 5,3 m de hauteur. Le traceur est de l'hélium, injecté sous forme d'un échelon à 1,85 m au dessus du distributeur (zone dense) et à 3,0 m au dessus du distributeur (zone diluée). La détection a été faite à l'aide d'un catharomètre à plusieurs positions axiales pour la zone dense et la zone diluée: à 10, 20, 35 et 55 cm au dessous de l'injection. Ces auteurs en ont conclu que le rétromélange est plus important dans la région dense que dans la région diluée. De plus, selon eux le mélange axial augmente avec le débit de circulation solide et diminue avec la vitesse du gaz. Par ailleurs, l'établissement des profils radiaux de concentration de traceur dans la région diluée a montré un mouvement descendant du gaz dans la région de proche paroi. Ceci est attribué aux mouvements descendants des particules solides dans cette région. Les mêmes phénomènes ont été observés par Cao et Weinstein (2000) en utilisant la même technique de traçage.

2.2.2. Différents résultats bibliographiques

Foka et coll. (1996) ont étudié le mélange gazeux dans un lit fluidisé dense en injectant, sous forme d'une impulsion, de l'argon radioactif en amont du distributeur. Sa détection a été effectuée grâce à un détecteur à scintillations situé le long du riser à une distance de 50 mm de la paroi. Ils ont démontré que le **mélange axial** décroît avec l'augmentation du taux de vide (augmentation de la hauteur).

Ces travaux sont accord avec ceux de **Li et Wu (1991)** effectués sur un lit fluidisé circulant de 8m de haut et de 9 cm de diamètre. Le traceur utilisé dans ce travail est le dihydrogène et l'injection sous forme d'un échelon est effectuée à 0,3 m du distributeur. Ils ont pu relier le coefficient de dispersion axiale au taux de vide moyen ε par la relation suivante :

$$D_{ax,g} = 0,1835 \,\varepsilon^{-4,4453} \tag{13}$$

Concernant l'aspect de mélange dans les différents régimes de fluidisation, les résultats expérimentaux de Li et Wu (1991) ont montré qu'en passant progressivement du lit fluidisé dense au lit transporté, le gradient de concentration radiale augmente (transition turbulente) et puis diminue (Figure 12).



Figure 12. Profils radiaux de concentrations de traceur Gs=15,4kg/m²/s (Li & Wu, 1991)

Du et coll. (2002) ont réalisé un traçage par impulsion avec de l'hélium à 38 cm au dessus du distributeur. La détection du traceur à différentes positions axiales et radiales a permis d'accéder aux coefficients de dispersion. Selon eux, ces coefficients atteignent leur valeur maximale à une vitesse proche de la transition turbulente (régime observé en bas du riser).

Bader et coll. (1989) ont fait une étude simultanée du mélange radial et axial en traçant la phase gazeuse avec de l'hélium. Ainsi, ils montrent que le profil radial de traceur tend à s'aplatir avec la hauteur du riser ce qui signifie que le mélange radial s'intensifie avec la hauteur. En effet, un pic de concentration en hélium est observable au centre du riser près de l'injection alors que 5 m plus haut, le profil radial de concentration est beaucoup plus homogène.

Namkung et Kim (1998) ont effectué une étude complète portant sur l'effet de différents paramètre opératoires sur le mélange du gaz dans un riser de 5,3 m de haut et de 0,1 m de diamètre (traceur hélium, particules classe A). Ils confirment l'existence d'une structure cœuranneau dans la région diluée. En effet, en injectant le traceur au centre du riser, les auteurs s'aperçoivent que le profil de concentration en amont de l'injection est uniforme du fait de l'existence d'un échange gazeux entre la région centrale et l'anneau. Par contre, en injectant l'hélium en proche paroi, ils observent, en dessous de l'injection, de fortes concentrations dans cette zone. Ceci est expliqué par l'existence d'un rétromélange du gaz à la paroi dû aux recirculations de solide dans cette zone annulaire. Bader et coll. (1989) montrent d'ailleurs dans leurs travaux que les concentrations en hélium sont beaucoup plus importantes à la paroi qu'au centre. La Figure 13, tirée des travaux de **Namkung et Kim (2000)** montre que le profil radial de concentration obtenu en l'absence de solide (Gs = 0) est plus étalé que ceux détectés en lit fluidisé circulant. Ceci a été expliqué par la réduction de l'intensité de la turbulence causée par l'écoulement gazeux. Ceci est confirmé dans les travaux de **Gayan et coll.** (1997).



Figure 13. Profils de concentration du gaz traceur à U_g =4,0 m/s (détection à 0,25m au dessus du point d'injection ; Namkung et Kim, 2000)

De même, Namkung et Kim (1998 & 2000) ont montré que :

pour un débit de circulation solide donné, l'augmentation de la vitesse superficielle du gaz entraîne une diminution du coefficient de dispersion radiale, comme le montre la Figure 14a, et du coefficient de dispersion axiale jusqu'à une vitesse de 3 m/s. Au-delà de cette vitesse du gaz, la dispersion axiale devient indépendante de ce paramètre. Ces résultats sont confirmés par Cankurt et Yerushalmi (1985) ainsi que par Gayan et coll. (1997).

Ces auteurs expliquent qu'il est logique que le mélange axial diminue quand la vitesse du gaz augmente du fait de la diminution de recirculations de solide aux parois. En effet, selon eux, l'augmentation de la vitesse du gaz a pour conséquence directe d'augmenter la turbulence de la phase solide et de diminuer la formation de clusters et donc de recirculations de solide.

pour une vitesse superficielle de gaz donnée, l'augmentation du débit de circulation de solide provoque une augmentation du coefficient de dispersion radiale comme le montre la Figure 14b, et du coefficient de dispersion axiale. Brereton et Grace (1988) démontrent d'ailleurs que la dispersion axiale évolue linéairement avec le flux de solide. De plus, Liu et coll. (1999) confirment que, pour les faibles flux de solide (< à 100 kg/m²/s), la dispersion axiale du gaz augmente (Peg diminuent) avec

l'augmentation du flux de solide. Ils expliquent ces résultats par le fait que l'augmentation du mélange est liée à l'augmentation des flux descendants de solide à la paroi induits par l'augmentation du flux de solide. En ce qui concerne les forts flux de solide (100<Gs<480 kg/m²/s), le mélange passe par un maximum puis diminue du fait de la diminution, voire de la quasi absence de recirculations de solide à la paroi, pour des forts flux de solide.



Figure 14. Influences du flux de solide (a) et de la vitesse superficielle du gaz (b) sur le coefficient de dispersion radial (Namkung et Kim, 2000)

En ce qui concerne l'effet des paramètres géométriques de la colonne, les travaux de **Edwards et Avidan (1986)**, réalisés sur des colonnes de diamètre compris entre 0,1 et 0,6 m, ont montré que la dispersion axiale est d'autant plus élevée que le diamètre de la colonne est important. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par **Wei et coll. (1993)** qui montrent que le coefficient de dispersion axiale est proportionnel à la racine carrée du diamètre de la colonne.

2.2.3. Synthèse de l'étude bibliographique sur le mélange gazeux

Il a pu être dénombré un certain nombre de méthodes de traçage dans la bibliographie mais certaines sont tout de même des cas isolés et n'ont jamais été reprises par d'autres auteurs (traçage au méthane, à l'hexafluorure de soufre, au dihydrogène ou traçage radioactif). Le traceur le plus employé pour étudier le mélange gazeux d'un écoulement de particules de FCC en lit fluidisé circulant est l'**hélium**.

Le **mode d'injection** diffère selon les auteurs ; en effet, il a pu être recensé des injections du type échelon et des injections du type impulsion. Cette dernière est moins employée du fait de la perturbation hydrodynamique qu'elle engendre dans le système.

En ce qui concerne la **position d'injection**, son choix est fortement lié à l'objectif envisagé. Pour une étude de DTS classique, le traceur est plus souvent introduit dans le courant d'alimentation. Pour étudier plus finement la structure du mélange, l'injection peut se faire dans la zone d'accélération ou dans la zone établie au centre ou près des parois du riser.

L'ensemble des résultats bibliographiques montre que, très souvent, un lit fluidisé circulant ne peut pas être caractérisé par des simples coefficients de dispersion axiale ou radiale. En effet, du fait de l'anisotropie du système, l'intensité de mélange peut varier d'une région à l'autre. Autrement dit, dans ce type d'unité, il existe au moins deux régions (zone d'accélération et zone établie) qui se comportent différemment vis-à-vis du mélange gazeux.

De plus, certains auteurs montrent que :

- l'augmentation de la vitesse superficielle du gaz entraîne une diminution du mélange radial et axial,
- l'augmentation du débit de circulation de solide provoque une augmentation du mélange radial et axial.

3. Conclusion

L'étude bibliographique réalisée dans ce chapitre nous a guidé dans le choix des méthodes de traçage les plus adéquates pour effectuer les essais de DTS sur un système ayant un temps de séjour très court.

Ainsi, pour l'étude de DTS en phase gazeuse, nous avons retenu l'hélium comme gaz traceur avec une injection de type échelon. Pour ce qui est de la position d'injection, le traceur est alimenté différemment selon les objectifs visés. Dans le cas de l'étude de DTS proprement dite, le traceur est injecté dans le courant gazeux d'alimentation dans la section de mélange située en amont du distributeur. La détection de l'hélium est faite à l'aide d'un catharomètre à l'entrée et en sortie de riser pour les études de DTS.

En ce qui concerne le mélange de solide, le traceur conductimétrique s'avère être le plus utilisé par les différentes études recensées dans la bibliographie. Nous avons retenu comme traceur des cristaux de NaCl de taille comprise entre 50 et 60 μ m. Cette taille a été choisie de telle sorte que leur vitesse terminale de chute libre soit équivalente à celle des particules de FCC. Le traceur est injecté sous forme d'une impulsion dans la vanne en L et échantillonné en sortie de riser par une sonde de prélèvement reliée à une jambe de stockage. Le dosage du sel contenu dans les échantillons est effectué par mesure conductimétrique.
Par ailleurs, dans ce chapitre, nous avons présenté la synthèse d'une étude bibliographique portant sur l'aspect du mélange gazeux et solide en LFC dont les conclusions principales sont rappelées ci-après. Concernant le comportement de la **phase gazeuse** :

- l'augmentation de la vitesse superficielle du gaz entraîne une diminution du mélange radial et axial,
- l'augmentation du débit de circulation de solide provoque une augmentation du mélange radial et axial.

Concernant le comportement de la phase solide :

- il existe un comportement différent des particules de classe A et B vis-à-vis du mélange (intensité du mélange axial diminue avec l'augmentation du débit de solide pour les particules de classe A alors que le phénomène inverse est observé pour celles de classe B),
- l'augmentation du diamètre de la colonne réduit l'intensité du mélange,
- la présence de fines dans le lot de poudre fluidisée réduit l'intensité du mélange radial.

Partie 2 : Caractérisation du mélange

- <u>Chapitre 1</u>: Etat de l'art du mélange en lit fluidisé circulant
- Chapitre 2 : Etude expérimentale du comportement de la phase solide
- Chapitre 3 : Etude expérimentale du comportement de la phase gazeuse

Chapitre 2:

Etude expérimentale du comportement de la phase solide

1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR LES MESURES DE DTS	175
1.1. Principe	175
1.2. Systeme de prelevement et d'echantillonnage	176
1.3. PROTOCOLE EXPERIMENTAL	179
1.4. PROTOCOLE D'ANALYSE CONDUCTIMETRIQUE (DETERMINATION DE LA CONCENTRATION EN SEL)	180
1.5. Definition des criteres de l'etude	182
1.5.1. Détermination du temps physique correspondant à chaque échantillon	
1.5.2. Bilan global sur le sel	
1.5.3. Distribution des temps de séjour	
1.5.4. Temps caractéristiques et coefficient d'étalement	184
1.6. CONDITIONS OPERATOIRES ET PARAMETRES DE L'ETUDE	185
2. PRESENTATION ET DISCUSSION DES RESULTATS	189
2.1. Analyse des resultats	189
2.1.1. Influence de la position radiale et axiale	189
2.1.2. Influence du débit de circulation de solide	195
1.2.3. Influence de la vitesse du gaz	200
2.2. MODELISATION DES RESULTATS	202
2.2.1. Présentation de l'outil de modélisation et choix du modèle	202
2.2.2. Interprétation des résultats de modélisation	207
2.3. SIMULATION NUMERIQUE DES ESSAIS DE TRAÇAGE EN PHASE SOLIDE	211
3. CONCLUSION	212

Ce chapitre se rapporte à la présentation de l'étude expérimentale du comportement de la phase solide. Elle se décompose selon les deux axes suivants :

- la description du dispositif expérimental et du protocole d'étude,
- la présentation et la discussion des résultats. Cette seconde section sera complétée par une modélisation des données expérimentales et une confrontation avec certaines données de la bibliographie.

1. Dispositif expérimental pour les mesures de DTS

1.1. Principe

Le principe de la mesure de DTS de la phase solide repose sur l'injection d'un traceur dans l'alimentation de solide et du suivi de sa concentration temporelle en sortie de riser. Le traçage est réalisé avec des cristaux de chlorure de sodium (NaCl). Le choix de la **masse de traceur** s'appuie sur deux critères :

- la non perturbation de l'écoulement,
- une quantité suffisante pour permettre un dosage correct des échantillons.

En se basant sur l'expérience de la thèse de Diguet (1996) et les travaux de la bibliographie, nous avons retenu une masse de 50 grammes de cristaux de NaCl. Par ailleurs, à l'aide d'un calcul simple reposant sur l'hypothèse d'une durée d'injection totale d'une seconde, on peut démontrer que le débit instantané de sel est d'environ 180 kg/h. Ainsi, pour un flux de solide de 76 kg/m²/s, soit environ 3300 kg/h, la perturbation engendrée ne représente que 5 % du débit total.

La taille moyenne des cristaux de NaCl a été choisie de telle sorte que leur vitesse terminale de chute libre soit identique à celle des particules de FCC. La valeur ainsi déterminée est de 55-60 μ m. L'obtention de cette classe de particules a nécessité des étapes de broyage (broyeur à boulets) et de classification de NaCl pur. La distribution granulométrique du sel broyé, mesurée au granulomètre laser en voie sèche, est consignée en annexe 5. La masse volumique des particules de traceur employée est de 2600 kg/m³. Après l'étape de broyage, le sel est stocké en étuve à 100°C. Il est injecté à température ambiante sous la forme d'une impulsion, ou Dirac, dans le courant d'alimentation en solide du riser (vanne en L) à l'aide d'un dispositif constitué d'un pot d'alimentation sous une pression de 3 bars, d'une vanne manuelle et d'une vanne pneumatique "tout ou rien" commandée par une électrovanne (Figure 1).



Figure 1. Schéma de principe du système d'injection de NaCl dans l'alimentation solide du riser

1.2. Système de prélèvement et d'échantillonnage

Le prélèvement du flux de solide en sortie de riser est effectué, **simultanément à l'injection**, à l'aide d'un système de prélèvement spécifique (Figure 2). Son principe dérive des travaux de Diguet (1996). Nous avons apporté quelques modifications à ce système dans le but de pouvoir travailler avec des particules de classe A tout en évitant les phénomènes de remélangeage des échantillons lors de leur prélèvement. Ces phénomènes sont inhérents à la manutention des particules de classe A. Après avoir réalisé un certain nombre d'essais préliminaires, le système de prélèvement sous sa forme définitive est constitué (Figure 3a) :

- d'une sonde de prélèvement de 8 mm de diamètre interne,
- d' un cyclone de type Zenz, en plastique transparent, de 30 mm de diamètre. La sortie gaz du cyclone est reliée par un tube souple à une vanne de réglage, à un rotamètre et à une pompe à vide. Grâce à ce dispositif, on peut contrôler le débit d'aspiration de la pompe.

- d'une jambe de stockage de 1,5 mm de diamètre interne et de 1,4 m de haut (Figure 3b).

La jambe de stockage est munie de quinze vannes à passage intégral normalement ouvertes.



Figure 2. Schéma de principe du système de prélèvement/échantillonnage

Le nombre de vanne ainsi que leur positionnement le long du tube de prélèvement a été choisi à l'aide d'essais préliminaires. Il peut être noté d'après la Figure 2 que les premières vannes sont beaucoup moins espacées que les dernières car il est nécessaire d'avoir un maximum d'informations au début de la DTS. De même, l'espacement plus important des dernières vannes permet d'avoir toute la "traînée" de la DTS.

Les poudres récupérées dans la jambe de stockage en fin de manipulation sont divisées en quinze échantillons par simple fermeture des vannes. Connaissant la masse de chaque échantillon, le flux massique moyen de solide et le diamètre interne de la sonde de prélèvement, on peut attribuer à chaque échantillon un temps physique. La définition de celui-ci est donnée dans le paragraphe suivant. La masse de sel contenue dans chaque échantillon est ensuite déterminée par analyse conductimétrique dont le protocole est détaillé dans le paragraphe qui suit.



(a) Figure 3. (a) Photo du système de prélèvement (sonde et cyclone) (b) Photo du système d'échantillonnage (base)

En ce qui concerne le prélèvement, nous avions initialement décidé de le réaliser au centre du rétrécissement situé en aval du coude, placé en sortie du riser. Lors des essais préliminaires, nous avons déterminé le débit de solide aspiré par la sonde en mesurant le temps nécessaire pour remplir une hauteur bien définie de la jambe de prélèvement. Nous avons remarqué que le débit prélevé est extrêmement faible. De plus, nous avons aussi vérifié que le débit d'aspiration de la sonde n'a quasiment pas d'effet sur sa valeur. A titre d'exemple, pour un débit de solide dans la boucle de circulation de 76 kg/m²/s, on ne mesure qu'un débit de l'ordre de 1 kg/m²/s. Ces résultats montrent que la concentration de solide dans le rétrécissement n'est pas uniforme. En effet, la présence du coude à 90° en sortie du riser peut créer une ségrégation des particules solides par le biais des forces centrifuges, autrement dit, un écoulement préférentiel des particules solides dans la partie supérieure du rétrécissement.

Ainsi, nous avons décidé de positionner la sonde dans la partie verticale du riser à une hauteur de 8,50 m par rapport au distributeur. De plus, nous avons aussi effectué des essais portant sur la détermination de la répartition temporelle de concentration de traceur pour différentes positions axiales et radiales. Ces données peuvent fournir des renseignements intéressants en ce qui concerne la structure de l'écoulement et peuvent être utilisés pour valider le code de calcul numérique.

1.3. Protocole expérimental

Tous les essais de traçage ont été réalisés en respectant scrupuleusement le même protocole expérimental qui peut être décomposé selon les trois axes suivants :

× <u>Préparation du traceur</u> : il s'agit de peser une masse exacte de $50\pm0,1g$ de sel puis de l'introduire dans le bac d'injection où il est mis sous une pression de 3 bars (vanne pneumatique fermée). Etant donné qu'il est stocké à l'étuve à une température de 100°C, nous attendons deux à trois heures afin qu'il soit à température ambiante lors de l'injection.

<u>Mise en régime du banc hydrodynamique</u>: parallèlement à ces préparatifs, nous avons mis en circulation le solide selon la procédure expérimentale détaillée dans le Chapitre 2 de la Partie 1. Avant de commencer les essais de traçage, il est primordial de vérifier la bonne stabilité du système. Nous considérons le régime permanent atteint lorsque la perte de charge moyenne totale dans le riser ainsi que celle dans le bac de décantation deviennent indépendantes du temps. Le régime établi est atteint au bout d'une vingtaine de minutes. L'étude de DTS ne démarre qu'environ 1h30 après la mise en régime de l'installation.

X <u>Injection / prélèvement</u>: avant tout, il s'agit de vérifier la position ouverte des quatorze premières vannes et la position fermée de la dernière vanne de la jambe de stockage. Ensuite, on procède à :

- la mise en marche de la pompe à vide du système de prélèvement. Dans cette étape, le cyclone est isolé de la sonde de prélèvement grâce à la fermeture de la vanne située entre ces deux éléments,
- la fermeture de la vanne qui relie le bac d'injection de traceur à l'air comprimé (3 bars),
- l'ouverture simultanée de la vanne située entre la sonde de prélèvement et l'entrée du cyclone ainsi que la vanne pneumatique du bac d'injection. A noter que l'injection du traceur est commandée à distance à l'aide d'une électrovanne commandant l'ouverture de la vanne pneumatique.
- le remplissage de la jambe du cyclone. La durée de cette étape dépend du débit de circulation de solide ; elle peut varier de 30 à 120 secondes.

Après cette dernière étape, le cyclone est isolé de la sonde de prélèvement tout en éteignant la pompe à vide.

L'échantillonnage se fait par la fermeture des vannes de la jambe du cyclone. La récupération de ces échantillons est effectuée par l'ouverture successive de bas vers le haut des vannes. Les échantillons sont stockés dans des flacons hermétiques avant d'être analysés.

1.4. Protocole d'analyse conductimétrique (détermination de la concentration en sel)

La concentration en sel de chaque échantillon est mesurée par un protocole prédéfini respecté scrupuleusement pour chaque mesure. Il nécessite plusieurs étapes pouvant être regroupées en trois catégories :

<u>
 <u>
 Préparation des échantillons</u>: il s'agit de diluer une masse connue de l'échantillon
 considéré dans un volume toujours identique d'eau distillée (100 mL) à température fixée (25°C)
 afin de dissoudre le sel. Après une agitation vigoureuse, le tout est filtré sur büchner.
</u>

× <u>Analyse conductimétrique</u>: une analyse conductimétrique du filtrat à température constante (25°C) est ensuite réalisée. La valeur de la conductivité électrique (en μ S/cm) du filtrat¹ ainsi obtenue peut être reliée à une concentration de sel (en g/L) via une courbe d'étalonnage établie au préalable (Figure 4). Connaissant le volume d'eau de dilution, la masse de sel contenue dans l'échantillon peut ainsi être déterminée.

¹ Des mesures de conductivité des particules de FCC ont été faites. Une courbe d'étalonnage a été établie (cf. annexe 6). Bien que ces valeurs soient négligeables, nous tiendrons compte de cette conductivité dans nos calculs. Ainsi, la conductivité du filtrat sera considérée comme une conductivité totale équivalente à la somme de la conductivité du sel et celle des particules de FCC.



Figure 4. Courbe d'étalonnage du sel

× <u>Vérification de la fiabilité d'analyse</u> : cette dernière étape consiste à peser les filtres après avoir été séchés pendant 24 heures dans une étuve à 100°C. Ces filtres ne doivent théoriquement contenir que des particules de FCC (le sel s'étant totalement dissous dans l'eau distillée). Ainsi, connaissant la masse initiale de particules de sel et de FCC, nous pouvons vérifier que la masse de particules de FCC pesée correspond bien à celle qui devrait être retrouvée (m_{FCC} = m_{initiale} - m_{sel calculée}). L'erreur commise au cours des différentes manipulations est située entre 5 à 10 %.

Remarque

Il est important de noter que ce type de traçage a pour conséquence directe une accumulation irrémédiable de sel dans notre inventaire de solide. Ceci n'est absolument pas gênant mais un échantillon de référence doit être prélevé avant chaque mesure de DTS solide afin d'établir un niveau de conductivité de référence ; cette valeur devra être retranchée à celles obtenues pour les différents échantillons analysés.

1.5. Définition des critères de l'étude

1.5.1. Détermination du temps physique correspondant à chaque échantillon

Les quinze échantillons, contenant les particules de FCC et de sel, sont pesés. En supposant que le flux de solide prélevé ne varie pas au cours de la période d'échantillonnage, à chaque masse prélevée peut être associée un temps physique donné par l'expression suivante (Figure 5) :

$$t_{i} = \frac{\sum_{i=1}^{i} m_{i} + \sum_{i=1}^{i-1} m_{i}}{2G_{s} S_{tube}}$$
(1)

avec t_i représentant le temps physique associé à la masse m_i de l'échantillon i, Gs le flux de solide moyen dans la boucle de circulation et S_{tube} la section du tube de prélèvement.



Figure 5. Schéma de la jambe du cyclone

1.5.2. Bilan global sur le sel

L'établissement des bilans repose sur les hypothèses suivantes :

- pas de variation du flux de solide au cours du prélèvement,
- le flux de solide est considéré uniforme sur la section du riser. Sa valeur a été déterminée au préalable par le lit fluidisé annexe.

En se basant sur ces hypothèses, la masse de sel récupérée peut être estimée par la relation suivante :

$$m_{sel}^{r\acute{e}cup} = \sum_{i=0}^{n} C_i \, G_s \, S_R \, \Delta t_i \tag{2}$$

où Ci représente la concentration de sel défini comme le rapport de la masse de sel présent dans l'échantillon "i" et la masse de l'échantillon "i", S_R la section du riser. n représente le nombre d'échantillons.

 Δt_i correspond au temps nécessaire pour remplir le compartiment "i" : $\Delta t_i = \frac{m_i}{Gs S_{sonde}}$

Connaissant les valeurs de la masse de sel récupérée et de celle introduite expérimentalement, on défini un taux de récupération et un écart par rapport à l'idéalité (écoulement piston). Ils s'expriment par :

$$\tau_r = \frac{m_{sel}^{récup}}{m_{sel}^{injectée}} \tag{3}$$

$$\delta = (\tau_r - 1)x \, 100 \tag{4}$$

Lorsque la valeur de cette dernière grandeur est faible (inférieure ou égale à l'erreur expérimentale), on peut considérer que la mesure effectuée peut servir pour une vraie étude de DTS. Sachant que les mesures réalisées incluent plusieurs erreurs intrinsèques liées à la détermination du flux de solide (5 %), au prélèvement de solide et à l'analyse des échantillons, on peut considérer qu'une mesure peut servir à une étude de DTS lorsque l'écart par rapport à l'idéalité n'excède pas 12 %. Par ailleurs, comme nous l'avons déjà observé dans la Partie 1 de ce mémoire, dans la zone établie du riser, le profil de flux est quasi uniforme sur la section droite du riser (légèrement supérieur à la valeur moyenne) avec une diminution du flux au voisinage des parois. Ce phénomène peut aussi être à l'origine d'une erreur supplémentaire.

1.5.3. Distribution des temps de séjour

Les différents essais réalisés sont présentés sous la forme de **distribution des temps de séjour** (**DTS**), **notée E(t)**. Elle est calculée à partir des mesures expérimentales de la concentration temporelle du traceur au point de prélèvement et en utilisant la définition suivante :

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_{0}^{\infty} C(t)dt} \approx \frac{C(t_i)}{\sum_{i=0}^{\infty} C(t_i)\Delta t_i}$$
(5)

Dans notre cas, le nombre maximal d'échantillon est 15.

La Figure 6 présente un exemple de distribution des temps de séjour obtenue pour un flux de solide de 133 kg/m²/s et une vitesse de la phase gaz de 7 m/s.



Figure 6. Courbe de DTS obtenue pour l'essai 12 (Gs = 133 kg/m²/s et Ug = 7 m/s)

1.5.4. Temps caractéristiques et coefficient d'étalement

Pour l'exploitation de ces résultats, le **temps de séjour géométrique t**_{géom} a été déterminé par la mesure de la pression totale dans le riser (ΔP_t) et en appliquant la relation suivante :

$$t_{g\acute{e}om} = \frac{m_s}{G_s S_R} \quad o\grave{u} \quad m_s = \frac{\Delta P_t \times S_R}{g} \tag{6}$$

avec m_s, la masse de solide dans le riser, G_s, le flux de solide, S_R, la section du riser et g, la constante de gravité.

Ce temps n'est qu'un temps caractéristique et ne tient pas compte de l'hétérogénéité de l'écoulement. En effet, les profils axiaux de gradients de pression montrent que la concentration de solide dans le riser n'est pas uniforme avec de fortes variations dans la zone d'accélération et une constance dans la zone d'écoulement établi.

De même, le **temps de séjour moyen** t a été déterminé en appliquant la relation suivante :

$$\bar{t} = \int_0^\infty t E(t) dt \approx \sum_{i=0}^\infty t_i E(t_i) \Delta t_i$$
(7)

Ce temps est plus proche de la réalité que le temps de séjour géométrique du fait qu'il intègre les phénomènes de mélange d'un point de vue macroscopique.

Enfin, le **temps médian t**_{0.5} a été déterminé ; il correspond au temps nécessaire à la récupération de 50 % du traceur en sortie du riser. Ce dernier est calculé à partir de la courbe

cumulée de la distribution des temps de séjour, F(t) (Figure 7). Cette courbe permet de définir un **coefficient d'étalement** noté S et défini comme suit :

$$S = \frac{t_{0,9} - t_{0,1}}{t_{0,5}} \tag{8}$$

Où $t_{0,9}$ et $t_{0,1}$ représentent les temps nécessaires à la récupération de respectivement 90 et 10 % du traceur.



Figure 7. Courbe cumulée de la DTS pour l'essai 12 (Gs = 133 kg/m²/s et Ug = 7 m/s)

1.6. Conditions opératoires et paramètres de l'étude

L'ensemble des conditions opératoires des différents essais réalisés est consigné dans le Tableau 1. De plus, dans ce tableau nous avons aussi rapportés l'écart par rapport à l'idéalité correspondant à ces différents essais. Il faut noter que chaque essai a été répété au moins deux fois sur des jours différents. Les essais de traçage ont été réalisés avec une vitesse de gaz de 7 m/s ce qui correspond à un débit de l'ordre de 305 m³/h. Cependant, un essai supplémentaire a été effectué pour une vitesse de gaz de 5 m/s afin de caractériser son effet (essais n°14 et 14b). La plage de variation du flux de solide est comprise entre 46 et 133 kg/m²/s

L'effet des positions axiales et radiales sur les profils temporels de concentration de traceur a été examiné en maintenant le flux moyen de solide à 76 kg/m²/s (essais n°1 à 6 et 9 à 11). Ainsi, les mesures ont été effectuées à trois niveaux du riser :

- Z = 3,60 m : cette hauteur correspond à la zone intermédiaire entre la zone dense (zone d'accélération) et la zone d'écoulement établi,
- Z = 6,60 m & 8,50 m: ces deux positions axiales sont situées dans la zone établie.

Les positions radiales étudiées sont respectivement le centre du riser, un quart de la largeur (27,5 mm de l'axe du riser), 42 mm de l'axe du riser (13 mm de la paroi) et 50 mm de l'axe du

riser (5 mm de la paroi). Dans la suite du texte, par abus de langage, cette dernière position est appelée "Paroi". Les différentes positions utilisées sont schématisées sur la Figure 8.

L'effet du flux de solide a été étudié en le faisant varier entre 46 et 133 kg/m²/s tout en gardant constante les positions axiale et radiale à respectivement 8,50 m et au centre du riser.

Avant d'aborder l'effet des paramètres opératoires sur les phénomènes de mélange, nous faisons une étude qualitative concernant l'effet de la position axiale sur l'écart par rapport à l'idéalité, autrement dit, le choix de la position axiale le plus adéquat pour réaliser une étude de DTS.



Figure 8. Schéma du riser en vue de dessus et des différents points de prélèvement utilisés lors de l'étude du traçage de la phase solide

N° essai	Date	(Gs) _{moy} (kg/m²/s)	Ug (m/s)	Position axiale de la sonde (m)	Position radiale de la sonde	Ecart à l'idéalité δ (%)
1	29/03/05	76	7	3,60	Centre	-21,3
<u> </u>	30/03/05					-21,8
Z Db	04/04/05	76	7	3,60	Paroi	-19,4
2-	06/04/05					-14,8
3	14/03/05	76	7	6,60	Centre	-1,7
<u> </u>	17/03/05					-6,5
4 4	16/03/05	76	7	6,60	Quart	4,8
<u> </u>	29/03/05					-6,5
5 ~h	14/03/05	76	7	6,60	Paroi	-5,4
<u> </u>	21/03/05					6,6
б С ^р	16/03/05	76	7	6,60	13 mm de la paroi	-7,7
	21/03/05					7,5
	01/12/04	46	7	8,50	Centre	4,0
	24/02/05					-9,4
ð o ^b	14/01/05	60	7	8,50	Centre	2,0
	18/01/05					-9,9
9 0 ^b	04/02/05	76	7	8,50	Centre	-11,0
<u> </u>	10/02/05					-0,0
10 10 ^b	12/02/05	76	7	8,50	Quart	-10,5
10	24/02/05					-2,9
11 11 ^b	04/03/05	76	7	8 50	Paroi	-3,1
11 ^c	08/03/05	70	1	0,50	1 4101	-5,8
12	21/01/05					-4,5
12 ^b	25/01/05	133	7	8,50	Centre	4,1 7.2
13	11/04/05					
13 ^b	12/04/05	100	7	8,50	Centre	-3,5
14	06/04/05					-56
14 ^b	07/04/05	76	5	8,50 Centre	Centre	-5,0
	U // U4/UJ		2,0			

Tableau 1. Différentes conditions opératoires des essais de mesure de DTS en phase solide

Commentaires sur l'écart par rapport à l'idéalité

Sur la Figure 9, nous avons représenté la valeur de l'écart par rapport à l'idéalité déterminée pour chaque essai. L'observation de cette figure montre qu'au-delà d'une hauteur de 6,60 m, la valeur de cette grandeur est située dans la plage d'erreur commise (entre 2 et 11 %). Cependant, il faut signaler qu'à une hauteur de 8,50 m, les valeurs de l'écart par rapport à l'idéalité sont dans la plupart des cas négatives. Ceci peut être expliqué par l'observation de la Figure 10 où est portée les profils de flux à deux positions axiales. En effet, on remarque qu'à une hauteur de 8,50 m, la valeur du flux de solide dans la zone centrale est de l'ordre de 12 % supérieure au flux moyen de solide. La sous-estimation du flux dans le calcul de la masse de sel récupérée est sans doute à l'origine de l'écart négatif observé.

Par ailleurs, comme nous allons l'expliquer dans le paragraphe concernant l'effet de la position radiale à une hauteur de 8,50 m, les courbes de distribution des temps de séjour de la phase solide sont confondues à ce niveau du riser ce qui justifie de nouveau le choix de cette position axiale pour l'étude de DTS.



Figure 9. Ecart relatif entre la masse de sel injectée et la masse de sel récupérée pour les différents essais de DTS réalisés



Figure 10. Profils radiaux de flux massique de solide $(Gs = 76 \text{ kg/m}^2/\text{s} \text{ ; } Z = 6,60 \& 8,50 \text{ m})$

2. Présentation et discussion des résultats

2.1. Analyse des résultats

Pour cette étude, l'influence des paramètres suivants a été étudiée :

- la position radiale et axiale,
- le débit de solide,
- le débit de gaz.

Notons que **l'allure des distributions des temps de séjour est toujours similaire** : un pic de concentration en sel dans les premières secondes après l'injection puis une décroissance exponentielle de celle-ci.

2.1.1. Influence de la position radiale et axiale

Les essais ont été réalisés en gardant constant le flux de solide et la vitesse de gaz respectivement à 76 kg/m²/s et à 7 m/s. L'influence de la position radiale sur les distributions des temps de séjour a été examinée à trois niveaux différents du riser (3,60 ; 6,60 et 8,50 m). Dans le Tableau 2 sont regroupées les conditions opératoires ainsi que le coefficient d'étalement et le temps de séjour médian qui caractérisent chaque essai de DTS.

N° essai	Date	(G _s) _{moy} (kg/m²/s)	Position axiale de la sonde (m)	Position radiale de la sonde	S ±0,5 (-)	t _{0,5} ± 0,5 (s)
1	29/03/05	76	3 60	Centre	2,9	6,9
1 ^b	30/03/05	70	5,00	Centre	2,5	7,4
2	04/04/05	76	3 60	Daroi	1,6	5,3
2 ^b	06/04/05	70	5,00	1 8101	2,6	6,4
3	14/03/05	76	6 60	Centre	2,4	4,6
3 ^b	17/03/05	70	0,00	Centre	2,5	4,3
4	16/03/05	76	6 60	Quart	2,6	5,7
4 ^b	29/03/05	70	0,00	Quart	2,2	5,8
5	14/03/05	76	6 60	Daroi	2,2	7,0
5 ^b	21/03/05	70	0,00	Faloi	2,3	8,0
6	16/03/05	76	6 60	12 mm de le nerei	1,5	10,8
6 ^b	21/03/05	70	2,0		2,0	8,7
9	04/02/05	76	° 50	Contro	2,1	5,5
9 ^b	22/02/05	70	8,30	Centre	2,1	5,5
10	10/02/05	76	9.50	Ouert	2,3	4,4
10 ^b	12/02/05	/6	8,50	Quart	2,1	4,6
11	24/02/05				2,0	7,6
11 ^b	04/03/05	76	8,50	Paroi	2,2	10,0
11 ^c	08/03/05				1,9	8,0

Tableau 2. Influence de la position radiale et axiale (Ug = 7 m/s)

Remarque sur les valeurs du coefficient d'étalement (S)

L'analyse des valeurs de S nous permet de faire les observations suivantes :

- pour une même condition opératoire, les valeurs de S aux parois ne sont pas reproductibles ce qui laisse penser que l'écoulement n'est pas "établi" dans cette région du riser et ce, quelle que soit la position axiale considérée. L'origine de ce phénomène est probablement liée à une recirculation de solide causée par la coexistence de flux locaux ascendants et descendants, pour une même condition opératoire, les valeurs de S au centre du riser pour les hauteurs de 6,60 m et 8,50 m sont reproductibles. Nous pouvons noter que ce n'est pas le cas à 3,60 m,

Sur la Figure 11 sont portés les résultats de DTS pour deux positions latérales (centre et paroi) à 3,60 m. L'observation de cette figure montre que :

- les mesures de DTS ne sont pas complètement reproductibles ce qui peut être expliqué par le caractère fortement instationnaire de la zone basse du riser,
- la position radiale n'a quasiment pas d'effet sur la DTS, étant donné l'erreur expérimentale.

Ceci peut être attribué au fait que le prélèvement s'effectue à la frontière de la zone d'accélération (lit fluidisé dense) et de la zone d'écoulement établi (écoulement dilué), autrement dit, dans la zone de projection du solide où le mélange radial peut être considéré comme très intense.



Figure 11. Comparaison des DTS solide entre le centre et la paroi du riser $(Z = 3,60 \text{ m}; Gs = 76 \text{ kg/m}^2/\text{s}; Ug = 7 \text{ m/s})$

Concernant les deux autres niveaux (6,60 et 8,50 m), il faut tout d'abord préciser que les mesures de DTS sont complètement reproductibles sauf dans la région de proche paroi et ce, pour des positions axiales inférieures à 8,50 m.

A titre d'exemple, l'observation de la Figure 12 et de la Figure 13 montrent que :

 à 6,60 m, les résultats obtenus au centre sont reproductibles. Cependant, dans la région de proche paroi, ils ne le sont pas,





Figure 12. Comparaison des DTS solide obtenues au centre et à la paroi du riser à 6,60 m (Gs = 76 kg/m²/s ; Ug = 7 m/s)



Figure 13. Comparaison des DTS solide obtenues au centre et à la paroi du riser à 8,50 m (Gs = 76 kg/m²/s ; Ug = 7 m/s)

La Figure 14 et la Figure 15 correspondent aux mesures réalisées à 6,60 et 8,50 m. Nous pouvons noter qu'à 8,50 m, les courbes de DTS sont confondues au centre et au quart du riser. Cependant, on note une différence entre les mesures réalisées loin de la paroi et celle de la proche paroi (inférieur à 13 mm de la paroi) pour les deux hauteurs. En effet, on constate :

- une montée du pic de concentration en traceur "plus lente" à la paroi (abscisse du pic supérieure pour les DTS à la paroi),

 la présence d'un épaulement dans la phase de décroissance de la DTS (aux alentours d'une quinzaine de secondes).



Figure 14. Comparaison des DTS solide obtenues à différentes positions radiales à 6,60 m (Gs = 76 kg/m²/s ; Ug = 7 m/s)



Figure 15. Comparaison des DTS solide obtenues à différentes positions radiales à 8,50 m (Gs = 76 kg/m²/s ; Ug = 7 m/s)

Ces observations sont certainement liées au fait qu'il existe des **recirculations de solide aux parois** dans la zone d'écoulement établi qui accroissent forcément le temps de séjour des particules dans la zone annulaire. Les valeurs de $t_{0,5}$ obtenues pour les trois positions radiales et pour les deux hauteurs (Tableau 3) confirment d'ailleurs cette hypothèse. En effet, on remarque que les temps de séjour médians déterminés à la paroi sont environ une fois et demi supérieurs à ceux déterminés au centre.

	Z = 6,60 m	Z = 8,50 m
$t_{0,5}^{*}$ au centre du riser (s)	4,4	5,5
$t_{0,5}^{*}$ au quart du riser (s)	5,8	5,3
$t_{0,5}$ * à 13 mm de la paroi du riser (s)	9,7	Non mesurée
$t_{0,5}^{*}$ à la paroi du riser (s)	7,5	7,8

Tableau 3. Valeurs des temps médians obtenus à différentes positions axiales et radiales

* : valeur moyenne des deux essais réalisés pour la même condition

La Figure 16 permet d'illustrer ces observations ; elle représente l'évolution radiale des temps de séjour médian pour trois niveaux du riser : 3,60 m ; 6,60 m et 8,50 m. A la plus faible hauteur, les temps de séjour sont du même ordre de grandeur entre le centre et la paroi du riser. Cela signifie qu'il existe un fort mélange dans la zone inférieure. Par contre, l'évolution de ce paramètre aux deux niveaux les plus importants montrent :

- <u>à 6,60 m</u> : une augmentation continue des temps de séjour médian entre le centre et la paroi,
- $\underline{a} \ 8,50 \ m$: l'existence d'une zone centrale où les temps de séjour sont relativement constants, pour ensuite augmenter jusqu'en proche paroi.

L'augmentation des temps de séjour entre le centre et la paroi du riser confirment la présence de flux massique nets de solide plus faibles dans la zone annulaire, dus aux recirculations de solide. Autrement dit, cela confirme les observations faites lors de la caractérisation hydrodynamique du riser.



Figure 16. Evolution radiale des temps de séjour médian à différentes positions axiales du riser pour un flux massique de 76 kg/m²/s

D'une manière générale, l'augmentation de la position axiale conduit à :

- une diminution de l'écart entre les courbes de DTS mesurées au centre et à la paroi,
- une amélioration de la reproductibilité des essais aux parois.

Dans la suite de ce chapitre, nous présenterons essentiellement les données obtenues à 8,50 m et au centre du riser qui respectent les critères de mesure d'une DTS (reproductibilité, vérification des bilans sur le traceur avec une erreur inférieure à 10 %).

2.1.2. Influence du débit de circulation de solide

L'effet de ce paramètre a été étudié pour cinq flux de solide : 46, 60, 76, 100 et 133 kg/m²/s. Les DTS obtenues sont représentées sur les Figure 17 à Figure 21. Les conditions opératoires de ces essais sont rappelées dans le Tableau 4.

N° essai	Date	$(G_s)_{moy}(kg/m^2/s)$	S ± 0,5 (-)	$t_{0,5} \pm 0,5 \ (s)$
7	01/12/04	16	2,9	8,8
7 ^b	24/02/05	40	3,1	8,3
8	14/01/05	60	2,8	6,0
8 ^b	18/01/05	00	2,9	6,2
9	04/02/05	76	2,1	5,5
9 ^b	22/02/05	70	2,1	5,5
13	11/04/05	100	2,1	5,4
13 ^b	12/04/05	100	1,8	5,3
12	21/01/05	122	1,8	5,1
12 ^b	25/01/05	133	1,8	4,7

Tableau 4. Influence du débit de circulation de solide à une hauteur de 8,50 m, dans l'axe du riser ; Ug = 7 m/s



Figure 17. Courbes de DTS pour $Gs = 46 \text{ kg/m}^2/\text{s}$ (Z = 8,50m, Ug = 7 m/s)







Figure 19. Courbes de DTS pour $Gs = 76 \text{ kg/m}^2/\text{s}$ (Z = 8,50m, Ug = 7 m/s)



L'observation de ces figures montre que le flux de solide a un effet notable sur le comportement de la phase solide. Son augmentation de 46 à 133 kg/m²/s se traduit par une diminution du temps de séjour médian ($t_{0,5}$) de 8,6 à 4,9 s (Figure 22). Cette diminution est

importante entre 46 et 60 kg/m²/s mais l'est beaucoup moins pour les plus forts débits. Concernant les temps de séjour moyens, calculés par l'équation 7, l'allure observée est identique à celle des temps médians avec des valeurs légèrement supérieures. Par contre, pour les temps de séjour géométriques, ils augmentent très légèrement avec le débit de solide. Cette différence de tendance est certainement liée au fait que la méthode de calcul de ce critère ne tient pas compte de l'hétérogénéité de l'écoulement. Comme le montre l'équation 6, la détermination de ce temps repose sur la perte de charge totale dans le riser. Or les profils axiaux de gradients de pression montrent que la concentration de solide dans le riser n'est pas uniforme avec de fortes variations dans la zone d'accélération et une constance dans la zone d'écoulement établi. De plus, ce temps de séjour ne tient pas compte non plus des hétérogénéités radiales causées par les recirculations de solide à la paroi.



Figure 22. Evolution des différents temps de séjour en fonction du flux de solide

De plus, les distributions des temps de séjour apparaissent beaucoup plus resserrées à 133 kg/m²/s qu'à 46 kg/m²/s. L'étalement de ces distributions est quantifié par le coefficient d'étalement, noté S. L'influence du flux de solide sur ce coefficient est représentée sur la Figure 23. Elle montre que ce critère :

- diminue de 3,0 à 2,0 lorsque le flux de solide est augmenté de 46 à 76 kg/m²/s,
- varie peu au-delà de 76 kg/m²/s. En effet, la Figure 24 montre que le comportement de la phase solide devient indépendant du flux massique pour des valeurs supérieures à 76 kg/m²/s (superposition des courbes de DTS).



Figure 23. Evolution du coefficient d'étalement, S, en fonction du flux de solide



Figure 24. Influence du flux de solide sur les courbes de DTS mesurées au centre du riser à une vitesse du gaz de 7 m/s (Z = 8,50 m)

1.2.3. Influence de la vitesse du gaz

L'effet de la vitesse du gaz sur la DTS des particules de classe A n'est pratiquement pas abordé dans la bibliographie. Nous avons réalisé un essai de DTS à une vitesse de gaz de 5 m/s en

gardant fixe la valeur du flux de solide à 76 kg/m²/s. La comparaison entre les résultats de cet essai et ceux déjà obtenus à 7 m/s permet de comprendre l'effet de ce paramètre (Tableau 5).

La Figure 25 montre que les courbes de DTS ne se différencient que par un temps de retard de 3 s. En effet, les premières particules de traceur ne sont détectées qu'à partir de 3 s environ pour une vitesse de 5 m/s alors qu'elles sont détectées quasi instantanément à 7 m/s. Ainsi, la diminution de la vitesse du gaz a pour conséquence directe une augmentation des temps de séjour ; le temps de séjour médian passe ainsi de 5,5 à 9,1 s et le temps de séjour moyen passe de 8,9 à 11,9 s.

De plus, la valeur du coefficient d'étalement, consigné dans le Tableau 5, montre qu'elle augmente avec la vitesse du gaz. Autrement dit, la distribution devient d'autant plus serrée que la vitesse de gaz est faible. En effet, diminuer la vitesse du gaz pour un flux de solide donné revient à augmenter le flux de solide pour une vitesse de gaz donnée. Les résultats présentés dans le paragraphe précédent montre que l'augmentation du débit de solide réduit l'intensité du mélange axial, autrement dit, une courbe de DTS plus serrée.

N° essai	Date	Ug (m/s)	S ± 0,5 (-)	$t_{0,5} \pm 0,5 \ (s)$	\overline{t} (s)
9	04/02/05	7	2,1	5,5	8,9
9 ^b	22/02/05	/	2,1	5,5	8,9
14	06/04/05	5	1,6	9,5	12,1
14 ^b	07/04/05	3	1,6	8,7	11,7

Tableau 5. Influence de la vitesse du gaz sur les paramètres caractéristiques de DTS à une hauteur de 8,50 m, dans l'axe du riser ; Gs = 76 kg/m²/s



Figure 25. Effet de la vitesse du gaz sur les courbes de DTS (Gs = 76 kg/m²/s, Z = 8,50m, centre du riser)

2.2. Modélisation des résultats

Dans ce paragraphe, nous présentons brièvement le principe du logiciel retenu pour l'exploitation des données expérimentales puis, l'effet du débit de circulation de solide et de la vitesse de gaz sur les DTS.

2.2.1. Présentation de l'outil de modélisation et choix du modèle

Outil de modélisation

Les Distributions des Temps de Séjour obtenues sont modélisées grâce au logiciel commercial DTS Pro[®]. Le logiciel assure la résolution de modèles d'écoulement construits à partir de l'association de modules élémentaires (injection de traceur, réacteur parfaitement agité et/ou réacteur piston, recyclages, …). Le logiciel calcule ensuite directement la réponse du modèle à une injection de traceur (impulsion, échelon ou injection quelconque).

Les paramètres du modèle peuvent être ajustés en minimisant au sens des moindres carrés, l'écart entre le signal expérimental de sortie et le signal théorique calculé à l'aide du modèle d'écoulement.

Choix du modèle

La première étape dans la modélisation des données expérimentales consiste à choisir un modèle capable de donner de bonnes prédictions. Afin d'obtenir un modèle réaliste, il faut s'appuyer sur quelques idées simples suggérées par la physique d'une part, sur la construction du réacteur d'autre part. La Figure 26 présente les DTS des réacteurs piston, parfaitement agité, de la cascade simple, et de la cascade avec échange à une zone stagnante. L'observation des courbes permet de se convaincre que la plupart des réacteurs réels ont des comportements voisins de ces cas limites idéaux, ou bien peuvent en dériver par des combinaisons judicieuses. La géométrie du réacteur suggère déjà la structure du modèle de DTS.



Figure 26. DTS pour différents réacteurs ou association de réacteurs (Leclerc et coll, 1995)

Il est **très difficile** d'expliciter une **méthodologie précise** de choix du modèle et ceci en raison du nombre important de configurations d'écoulement possibles. Cependant, certaines règles permettent de définir une stratégie générale. Par exemple, l'allure générale des courbes permet d'estimer si l'écoulement est plutôt piston (allure de la DTS proche d'un Dirac) ou plutôt parfaitement agité (allure proche d'une exponentielle).

La configuration du réacteur et l'observation visuelle de l'écoulement vont orienter notre choix du modèle. En effet, même si l'écoulement global s'apparente à un écoulement piston, il faut tenir compte de la présence d'une zone d'accélération à la base du riser ainsi que des recirculations de solide à la paroi.

Le choix du modèle le plus approprié passe obligatoirement par l'essai de différentes configurations pouvant prédire au mieux nos essais. Les différents modèles que le logiciel permet d'utiliser ainsi que leurs paramètres respectifs sont répertoriés dans le Tableau 6.

Modèle de réacteur	Paramètres
Réacteur Parfaitement Agité (RPA)	Temps de séjour moyen : \overline{t}
Réacteur Piston	Temps de séjour moyen : \overline{t}
Associations en série de Réacteurs Parfaitement Agités	Temps de séjour moyen : \overline{t} Nombre de RPA : J
Réacteur Piston à Dispersion Axiale (PDA)	Temps de séjour moyen : \overline{t} Nombre de Péclet : Pe

Tableau 6. Paramètres de chaque modèle de réacteurs disponibles dans DTS Pro[©]

Comme nous l'avons déjà dit précédemment, l'allure expérimentale des DTS est toujours similaire : un pic de concentration en sel dans les premières secondes après l'injection puis une décroissance exponentielle de cette concentration. Cette allure de courbe apparaît être **intermédiaire** entre la réponse type d'un **réacteur piston** et celle d'un **réacteur parfaitement agité**.

Etant donné la décroissance quasi exponentielle de la réponse expérimentale et l'allure de la réponse théorique d'un réacteur parfaitement agité, nous avons testé en premier lieu des modèles
composés d'un RPA, d'un RPA et d'un piston et de RPA associés en série. Les prédictions de ces modèles pour l'essai 9b (76 kg/m²/s) sont représentées dans la Figure 27.



Figure 27. Test des modèles de réacteur parfaitement agité (RPA), RPA associé à un réacteur piston et association de RPA en série ; essai 9b (76 kg/m²/s)

Pour un flux de solide de 76 kg/m²/s, il s'avère que la DTS expérimentale est beaucoup mieux représentée par une association en série de RPA que par un RPA seul ou un RPA associé à un réacteur piston. Toutefois, l'écart avec les données expérimentales est encore trop important pour s'arrêter à ce stade dans le test des différents modèles.

Le logiciel de modélisation DTS Pro[©] permet aussi l'utilisation d'un modèle nommé réacteur piston à dispersion axiale (PDA). Ce modèle d'écoulement correspond à un écoulement piston où est ajouté un terme de diffusion.

Comme le montre la Figure 28, le modèle PDA permet de reproduire fidèlement les données expérimentales pour un flux de 76 kg/m²/s. Ce modèle ne nécessite l'utilisation que de deux paramètres : le temps de séjour du réacteur et le nombre de Péclet. Nous fixerons le temps de séjour à la valeur du temps médian $t_{0,5}$ déterminé expérimentalement. L'optimisation se fera donc, pour l'ensemble des modélisations réalisées, sur le paramètre restant qui est le nombre de Péclet de la phase solide.



Figure 28. Test des modèles de réacteur parfaitement agité (RPA) et piston à dispersion axiale (PDA) ; essai 9b (76 kg/m/s)

Il est intéressant d'observer les Figures 29 qui présentent les prédictions de ce modèle pour des flux de 46, 60, 100 et 133 kg/m²/s. En effet, nous pouvons noter que les prédictions obtenues sont relativement proches de la réalité surtout pour des flux supérieurs à 60 kg/m²/s.





Figures 29. Prédictions du modèle PDA pour les différents flux de solide étudiés, à une hauteur de 8,50m, dans l'axe du riser (Ug = 7 m/s)
(a) : 46 kg /m²/s ; (b) : 60 kg/m²/s : (c) : 100 kg/m²/s & (d) : 133 kg/m²/s

Ainsi, le test des différents modèles (réalistes physiquement) nous a permis de voir que le modèle le plus représentatif de notre système est le modèle PDA, surtout pour des débits supérieurs à 60 kg/m²/s. En effet, il s'avère que les prédictions obtenues avec ce modèle pour le flux de solide de 46 kg/m²/s ne représentent pas fidèlement la réalité. A cette valeur de flux, la hauteur de la zone d'accélération n'est probablement pas suffisante pour assurer une bonne dispersion du traceur. De plus, à ce flux de solide, l'introduction brutale de 50 g de sel dans l'alimentation conduit à une perturbation du flux à l'entrée de 11 %. Cette modification du débit de solide peut conduire à une modification de l'écoulement (court-circuit, chemin préférentiel, ...) n'étant pas pris en compte lors de la modélisation.

2.2.2. Interprétation des résultats de modélisation

Dans le Tableau 7, nous avons regroupé les valeurs du nombre de Péclet pour les différents débits gazeux et flux de solide examinés. Par ailleurs, la confrontation des prédictions du modèle aux données expérimentales montre qu'il reproduit correctement les résultats expérimentaux (Figure 30 et Figure 34). Les données consignées dans le Tableau 7 et la Figure 31 montrent que le nombre de Péclet augmente avec le flux de solide, surtout pour des valeurs inférieures à 76 kg/m²/s. Au-delà de ce flux, le nombre de Péclet reste constant. Cela signifie que l'écoulement au sein du riser tend vers un écoulement piston lorsque le flux de solide est augmenté. Par ailleurs, cette tendance est en accord avec celle déjà obtenue par Rhodes et coll. (1991).

G _s (kg/m ² /s)	46	60	76	76	100	133
U _g (m/s)	7	7	7	5	7	7
(Pé)s	2,2	3,4	4,5	7,4	4,9	5,3
Pé	14,6	16,1	19,2	37,6	20,3	20,0

Tableau 7. Présentation des nombres de Péclet en fonction du flux de solide

A noter que les nombres de Péclet de la phase solide ont été convertis en nombres de Péclet de la phase gazeuse à partir de la relation suivante :

$$P\dot{e}_{s} = P\dot{e} \frac{V_{s,0.5}}{U_{g}}$$
(9)
où $V_{s,0.5} = \frac{L}{t_{0.5}}$ est la vitesse du centre de gravité du traceur.
$$\begin{array}{c} & Gs=46 \text{ kg/m^{2}/s} \\ & Gs=60 \text{ kg/m^{2}/s} \\ & Gs=76 \text{ kg/m^{2}/s} \\ & Gs=100 \text{ kg/m^{2}/s} \\ & Gs=100 \text{ kg/m^{2}/s} \\ & --\text{ modèle PDA_46 \text{ kg/m^{2}/s}} \\ & --\text{ modèle PDA_60 \text{ kg/m^{2}/s}} \\ & --\text{ modèle PDA_100 \text{ kg/m^{2}/s}} \\ & --\text{ modèle PDA_100 \text{ kg/m^{2}/s}} \\ & --\text{ modèle PDA_100 \text{ kg/m^{2}/s}} \\ & --\text{ modèle PDA_133 \text{ kg/m^{2}/s}} \\ & --\text{ kg/m^{2}/s} \\ & --\text{ kg/m^{2}/s}$$

Figure 30. Modélisation des DTS avec le modèle PDA pour différents flux de solide $(U_g = 7 \text{ m/s})$



Figure 31. Evolution du nombre de Péclet en fonction du flux de solide

Afin de mieux comprendre le phénomène de mélange axial de la phase solide, nous analyserons **l'effet de la zone d'accélération** sur ce dernier. Comme nous l'avons montré précédemment dans le chapitre 3 de la première partie, cette zone peut être divisée en deux régions :

- une région au voisinage du distributeur, dite dense, dont l'intensité du mélange augmente avec le flux de solide (augmentation des fréquences moyennes des fluctuations et étalement des spectres de fréquence vers des valeurs élevées),
- une région intermédiaire caractérisée par une diminution des fréquences moyennes et un resserrement des spectres de fréquence vers des faibles valeurs avec l'augmentation du flux de solide.

Ces constatations nous permettent de supposer que l'augmentation du flux de solide **pourrait diminuer les phénomènes de rétromélange de solide**.

Nous avons représenté sur la Figure 32 l'évolution du nombre de Péclet en fonction de la hauteur de la zone d'accélération. Elle montre que la zone d'accélération a un effet notable sur la dispersion axiale de la phase solide. En effet, pour des valeurs inférieures à 2,2 m, correspondant à un flux de solide supérieur ou égal à 76 kg/m²/s, l'extension de la zone d'accélération réduit le mélange axial de la phase solide. Au-delà de cette valeur, ce paramètre n'a quasiment plus d'effet sur le comportement axial de la phase solide.



Figure 32. Evolution du nombre de Péclet en fonction de la hauteur de la zone d'accélération

En ce qui concerne l'évolution du temps de séjour de la phase solide, l'accroissement de la hauteur de la zone d'accélération avec le flux de solide est probablement à l'origine de sa diminution. En effet, à **faible flux de solide**, du fait d'une extension limitée de la zone d'accélération, la phase solide, soumise à une faible dispersion, a une forte tendance à former des agrégats. Ces derniers séjournent plus longtemps que les particules individuelles dans le riser à cause de leur faible vitesse (Figure 33a).



Figure 33. Schématisation de l'influence de la zone d'accélération sur l'écoulement (a) : faible flux de solide ; (b) : fort flux de solide

Par contre, à **forts flux de solide**, la hauteur de la zone dense devient suffisante pour transformer la phase solide sous forme de particules quasi individuelles et homogénéiser ainsi la concentration de solide sur la section (Figure 33b). Ce phénomène conduit à une augmentation de la vitesse moyenne des particules solides et à une réduction de leur temps de séjour.

En ce qui concerne la **vitesse du gaz**, le Tableau 7 montre que la valeur du nombre de Péclet est augmentée de 4,8 à 7,4 lorsque la vitesse du gaz passe de 7 à 5 m/s. Ces résultats indiquent que la nature de l'écoulement de solide dans le riser se rapproche d'un écoulement piston lorsque la vitesse de gaz est diminuée. Cependant, il faut préciser que ces conclusions ne sont valables que pour les conditions opératoires étudiées.



Figure 34. Modélisation des DTS avec le modèle PDA pour différentes vitesses de gaz $(U_g = 7 \text{ m/s})$

2.3. Simulation numérique des essais de traçage en phase solide

Il faut préciser qu'à cause des temps excessivement longs de calcul, l'expérience numérique n'est effectuée que pour un flux massique de solide de 133 kg/m²/s.

Les DTS numériques sont déterminées selon le même protocole qu'au niveau expérimental et au même endroit : à une hauteur de 8,50 m du distributeur et dans l'axe du riser.

La Figure 35 représente la distribution des temps de séjour de la phase solide obtenue expérimentalement et celle calculée par le code. Nous pouvons noter tout d'abord l'existence de fluctuations numériques importantes. De plus, on remarque que le traceur numérique commence à quitter la colonne à un temps qui est sensiblement identique à celui observé expérimentalement. Cependant, le faible étalement et la forte amplitude de la courbe de DTS théorique indiquent un écoulement théorique plus proche de l'écoulement piston que celui réellement observé. Ceci peut être attribué au phénomène de recirculation de solide à la paroi qui n'est pas prédit par le code de calcul.



Figure 35. Courbe de Distribution des Temps de Séjour (Gs = 133 kg/m²/s ; Z = 8,50 m ; centre du riser ; maillage n°1) : comparaison entre les valeurs calculées et mesurées

3. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord présenté la démarche qui nous a conduit à la **mise au point d'un dispositif** permettant d'effectuer des DTS fiables sur la phase solide dans un système rapide.

Une étude systématique portant sur **l'influence de la position radiale et axiale** sur la DTS nous a permis de mieux comprendre la structure de l'écoulement et de choisir la position axiale la plus adéquate pour effectuer la mesure de DTS.

L'influence du **flux de solide** a été examinée pour des valeurs respectives de 46, 60, 76, 100 et 133 kg/m²/s en conservant la vitesse du gaz à 7 m/s. Nos résultats ont montré que pour les conditions opératoires choisies, l'augmentation du débit de circulation de solide conduit à un resserrement des courbes de DTS, autrement dit, à un écoulement plus proche du piston. La modélisation de ces résultats à l'aide d'un modèle de type piston à dispersion axiale a montré que

le nombre de Péclet augmente avec le débit de solide, autrement dit, la dispersion axiale diminue avec l'augmentation du débit de solide.

De plus, nos résultats montrent qu'une augmentation du flux de solide conduit à une réduction des **temps de séjour de la phase solide**. Ceci est attribué à l'effet de la hauteur de la zone d'accélération sur la dispersion de cette phase. En effet, la recirculation interne de solide à la base du riser s'accroît avec la hauteur de cette zone. Ce phénomène provoque la transformation de la phase solide sous forme de particules quasi individuelles tout en réduisant les phénomènes d'agrégation. La réduction de la taille des agrégats se traduit par une augmentation de leur vitesse moyenne et à une réduction du temps de séjour.

En ce qui concerne la **vitesse du gaz**, l'effet de ce paramètre a été étudié à travers deux essais effectués à 5 et 7 m/s en gardant le flux de solide à 76 kg/m²/s. Nos résultats ont montré que pour nos conditions opératoires, la réduction de la vitesse du gaz conduit à une distribution des temps de séjour plus resserrée (fort nombre de Péclet).

Enfin, bien que le code de calcul n'ait pas été validé dans la première partie de ce travail, nous avons tout de même réalisé une expérience de **traçage numérique sur la phase dispersée**. Ainsi, les résultats indiquent que, contrairement au comportement réel, l'écoulement prédit est plus proche de l'écoulement piston. Ces observations sont expliquées par la non prédiction de recirculations de solide à la paroi.

Partie 2 :

Caractérisation du mélange

- Chapitre 1 : Etat de l'art du mélange en lit fluidisé circulant
- Chapitre 2 : Etude expérimentale du comportement de la phase solide
- Chapitre 3 : Etude expérimentale du comportement de la phase gazeuse

Partie 2, Chapitre 3 : Etude expérimentale du comportement de la phase gazeuse

Chapitre 3 : Etude expérimentale du comportement de la phase gazeuse

1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL POUR LES MESURES DE DTS	219
1.1. Principe	219
1.2. Systeme d'injection	219
1.3. MESURE DE LA CONCENTRATION EN TRACEUR	221
1.4. Essais prealables a la determination des DTS de la phase gazeuse	223
2. PRESENTATION ET DISCUSSION DES RESULTATS	226
2.1. CONDITIONS OPERATOIRES	227
2.2. PRESENTATION DES RESULTATS	228
2.2.1. Reproductibilité des essais	228
2.2.2. Résultats de traçage	229
2.3. MODELISATION DES RESULTATS	231
2.3.1. Première approche (déconvolution)	232
2.3.2. Seconde approche (combinaison de la fonction de transfert du système d'analyse et de celle du	ı riser)
	235
2.4. INTERPRETATION DES RESULTATS DE MODELISATION	240
2.5. SIMULATION NUMERIQUE DES ESSAIS DE TRAÇAGE EN PHASE GAZ	243
3. CONCLUSION	244

Ce chapitre se rapporte à la présentation de l'étude du comportement axial de la phase gazeuse. Elle se décompose selon les deux axes suivants :

- la description détaillée du dispositif expérimental,
- la présentation, la modélisation et la discussion des résultats.

1. Dispositif expérimental pour les mesures de DTS

1.1. Principe

Le principe de la mesure de DTS de la phase gazeuse repose sur l'injection d'un traceur dans l'alimentation d'air du riser et sur le suivi de sa concentration temporelle en sortie de riser. La synthèse bibliographique nous a guidé dans le choix d'un **traçage à l'hélium**. A cause du caractère extrêmement rapide du système étudié, temps de séjour inférieur à quelques secondes, et comme la quasi-totalité des travaux bibliographiques, nous avons retenu une injection sous forme d'échelon. D'une manière générale, le détecteur le plus employé dans la littérature est le catharomètre. Le principe de fonctionnement de ces analyseurs, appelés aussi **détecteurs à conductibilité thermique**, repose sur une comparaison continue entre le flux de chaleur emporté par le gaz vecteur pur (l'air dans notre cas) et le flux de chaleur sont produits par des résistances électriques, ou des thermistances, parcourues par un courant continu très stable. Les résistances sont montées en pont de Wheatstone ; celui-ci permet de suivre l'évolution du courant en fonction de la variation ohmique consécutive aux variations de température autour des filaments.

1.2. Système d'injection

Le système d'injection d'hélium est représenté sur la

Figure 1. Il se compose de :

- deux rotamètres préalablement étalonnés chacun équipé d'une vanne de réglage et d'une électrovanne. L'un est alimenté par de l'air humide et l'autre est relié à une bouteille d'hélium. L'hélium est détendu de 200 à 0,5 bars. Notons que les électrovannes placées sur ce système sont respectivement normalement ouverte pour l'air et normalement fermée pour l'hélium. Ainsi, à l'aide d'un relais électrique, on peut remplacer le courant d'air annexe par un courant d'hélium sans perturber l'écoulement,
- une canne d'injection permettant l'alimentation du système (Figure 2).

L'injection est réalisée dans une conduite dite de "zone d'homogénéisation" située entre la sortie du débitmètre du riser et le distributeur du gaz. Il s'agit d'un tube de dix centimètres de

diamètre et de quatre mètres de haut. Par ailleurs, nous avons placé, juste à l'entrée du riser, à 3 cm du distributeur (Figure 1), une sonde de prélèvement gazeux, décrite plus tard, reliée au système d'analyse dans le but de :

- vérifier l'homogénéité de la concentration d'hélium sur la section d'entrée du riser, mesures effectuées à plusieurs positions latérales. Les essais préliminaires ont montré que la concentration d'hélium sur la section d'entrée est homogène,
- déterminer la concentration d'hélium à l'entrée du système.

La mesure de DTS débute en remplaçant le courant d'air par l'hélium. Cette opération est effectuée par le biais du jeu de deux électrovannes. L'acquisition des données est simultanée à l'injection.



Figure 1. Schéma de principe du système d'injection de gaz traceur



Figure 2. Canne d'injection de traceur

1.3. Mesure de la concentration en traceur

La mesure de concentration du traceur se fait à deux niveaux :

- à 3 cm du distributeur, dans l'axe du riser,
- en sortie du riser.

Le système de mesure est constitué d'une sonde de prélèvement, d'un analyseur (catharomètre) et d'un flexible faisant le lien entre ces deux éléments. De plus, les signaux sortant du catharomètre sont enregistrés à l'aide d'un système d'acquisition commercial (DT Vee[©]).

La sonde de prélèvement du traceur, dont la photo est présentée sur la Figure 3, est constituée d'un tube de 3 mm de diamètre interne, et de deux cartouches filtrantes en inox¹. La première, située à l'intérieur du riser, est destinée à filtrer les particules de diamètre supérieur à 20 μ m alors que la seconde, située en amont du catharomètre, permet la récupération des fines particules résiduelles. La connexion de la sonde au catharomètre est assurée par un flexible, de 3 mm de diamètre interne et de 60 cm de longueur.

¹ A noter que des mesures de concentration en fonctionnement monophasique ont été réalisées sans filtre, avec un filtre à cigarette et avec le filtre en inox retenu. Aucune influence n'a été notée sur les signaux obtenus. Par contre, en fonctionnement diphasique, la sonde s'obstrue très rapidement dans les deux premiers cas.



Figure 3. Photo de la sonde de prélèvement munie de la cartouche filtrante

La mesure de concentration en hélium est effectuée à l'aide de deux catharomètres identiques, de type K 250, fournis par la société Servomex. Ils ont été spécifiquement étalonnés pour mesurer des concentrations d'hélium dans l'air sur une plage de mesures comprise entre 0 et 5 % volumiques. Chaque catharomètre est muni d'une pompe interne permettant de régler le débit d'aspiration.

D'une manière générale, les catharomètres possèdent des **temps de réponse relativement longs** par rapport à la rapidité de notre système (temps de séjour géométrique de l'ordre de quelques secondes). Ainsi, l'exploitation des signaux peut conduire à une grande incertitude sur les tendances observées. Pour cette raison, nous avons décidé de **suivre simultanément** au cours d'un essai la concentration de traceur à l'entrée et à la sortie du système à l'aide de deux **catharomètres identiques.** Ils sont reliés au même système de prélèvement (filtre et longueur du flexible) et fonctionnent au même débit d'aspiration. Cette méthode permet de s'affranchir de l'erreur introduite par le comportement interne des analyseurs.

Après les tests préliminaires, nous nous sommes rendus compte qu'il existe des écarts non négligeables entre les temps de réponse de ces deux analyseurs. Après vérification auprès du constructeur, il s'avère que cette différence est conforme à leurs spécifications. Du fait de la technologie utilisée, ils ne peuvent garantir que deux analyseurs aient un temps de réponse rigoureusement identique. Etant donné la rapidité de notre système, nous avons donc décidé de fonctionner avec **un seul analyseur** qui sera positionné **alternativement** à l'**entrée** et à la **sortie** du riser.

En ce qui concerne le prélèvement en sortie du riser, il a été effectué dans l'axe du rétrécissement situé en tête du riser. Selon Liu et coll. (1999), le prélèvement à cette position permet de s'affranchir d'un éventuel gradient latéral de concentration en hélium. Par ailleurs, quelques essais ont été effectués en plaçant la sonde à 8,50 m du distributeur (même position que

la sonde de prélèvement de solide). La comparaison entre ces résultats et ceux obtenus dans le rétrécissement n'a montré aucune différence significative.

1.4. Essais préalables à la détermination des DTS de la phase gazeuse

Dans ce paragraphe, nous allons présenter tout d'abord la méthodologie employée pour caractériser le comportement du système d'analyse et ses dispositifs annexes, puis, la vérification de l'homogénéité des profils de concentration à l'entrée du riser, et enfin, la vérification du bilan entre l'entrée et la sortie sur le traceur.

Avant de présenter et discuter les résultats, notons que nous avons décidé de représenter les courbes de DTS sous la forme de l'évolution temporelle du rapport entre la fraction volumique instantanée du traceur, C, et celle mesurée en régime permanent, C_0 .

✓ Temps de réponse des catharomètres

Les lits fluidisés circulants sont des systèmes très rapides ; par conséquent, il est impératif de pouvoir dissocier les signaux correspondant au comportement du système étudié à ceux relatifs au comportement interne du système d'analyse. En effet, Liu et coll. (1999) ont montré que la liaison entre les paramètres caractérisant la réponse brute du système, celle du catharomètre et celle propre au riser se fait par les relations suivantes :

$$\bar{t}_{riser} = \bar{t}_{riser+catharo} - \bar{t}_{catharo}$$
(1)

$$\sigma_{riser}^2 = \sigma_{riser+catharo}^2 - \sigma_{catharo}^2$$
(2)

où t et
$$\sigma^2$$
 représentent respectivement le temps de séjour moyen et la variance de la DTS.

Ainsi, la mesure de DTS nécessite une étude préalable du comportement de l'analyseur vis-àvis d'une perturbation similaire à celle du système réel. La même démarche a par ailleurs été utilisée par Brereton et Grace (1988).

En ce qui nous concerne, nous avons déterminé le temps de réponse et la fonction de transfert de notre système d'analyse dans des conditions identiques à celles employées lors des essais de DTS. Pour ce faire, nous avons ajouté au système de prélèvement situé en sortie du riser entre la sonde et le catharomètre, une vanne à trois voies (Figure 4). A l'aide de cette vanne, on peut aspirer soit le gaz provenant directement du riser, soit de l'air. La détermination du temps de réponse du système d'analyse passe par les étapes suivantes :

- le riser est initialement alimenté par un courant d'air contenant 2 % d'hélium,

- on procède à l'analyse du gaz en sortie du riser (position "1" de la vanne à trois voies),
- une fois le palier de concentration en hélium atteint, la vanne à trois voies est basculée sur la position "2", pour remplacer le mélange air/hélium par le courant d'air provenant du bac de stockage. Le courant d'air ainsi aspiré se trouve dans les mêmes conditions de température, de pression et d'hygrométrie que celui provenant du riser.
- l'opération inverse est par la suite réalisée pour obtenir la réponse du système à un échelon positif. Cette dernière a été employée pour caractériser le catharomètre.

L'analyse du signal ainsi obtenu sera effectuée grâce au logiciel DTS Pro[©] conduisant à la détermination du temps de réponse du catharomètre.



Figure 4. Dispositif de détermination du temps de réponse du catharomètre

La fonction de transfert et le temps de réponse du catharomètre sont par la suite utilisés pour traiter les données brutes. En dehors de cette méthode d'exploitation des données, nous avons aussi utilisé une modélisation par déconvolution des signaux d'entrée et de sortie.

Nous reviendrons en détail sur la démarche exacte et sur les résultats obtenus dans le paragraphe "Modélisation" de ce chapitre.

✓ Influence de la longueur du flexible de prélèvement

Comme il a été précisé, la liaison entre la sonde de prélèvement et le catharomètre est effectuée par un flexible. Une étude de sensibilité de sa longueur a été réalisée afin de vérifier qu'il n'existe aucune diffusion ou rétromélange dans ce tube de liaison. Ainsi, nous avons confronté sur la Figure 5 les signaux obtenus avec deux longueurs de flexible différentes (20 et 60 cm), le reste étant inchangé.

A première vue, les courbes de DTS obtenues avec ces deux flexibles semblent avoir une tendance similaire, à un temps de retard près. Afin de confirmer ces observations, nous avons porté sur la même figure la courbe de DTS obtenue avec une longueur de 60 cm dont l'origine des temps est fixée à celle obtenue avec une longueur de 20 cm, autrement dit, un décalage de 8

s. La superposition des courbes indique que l'augmentation de la longueur de flexible peut être assimilé à un retard pur dans le comportement du système d'analyse. Par ailleurs, l'écart absolu relatif entre ces deux courbes reste extrêmement faible, de l'ordre de 0,6 %.



Figure 5. Influence de la longueur du flexible de prélèvement

A noter que pour des soucis d'encombrements, nous avons été amenés à utiliser des flexibles d'une longueur de 60 cm pour les deux positions de prélèvement.

✓ Homogénéité de la concentration du traceur à l'entrée du riser

Lors de tests préliminaires, nous avons vérifié que le profil de concentration d'hélium est uniforme à l'entrée du riser. Pour cela, nous avons positionné la sonde de prélèvement à trois positions latérales (centre, un quart de la largeur et à la paroi). La Figure 6 montre clairement qu'il n'existe aucune influence de la position latérale de la sonde de prélèvement ce qui indique que le profil de concentration peut être considéré comme uniforme à l'entrée de la colonne. Par ailleurs, les valeurs des écarts relatifs absolus déterminées respectivement :

- entre les courbes de DTS à la paroi et au centre du riser (inférieures à 0,4 %),
- entre les courbes de DTS au quart de la largeur et au centre du riser (inférieures à 0,5 %),

confirment cette conclusion.



Figure 6. Evolution de la concentration (normée) d'hélium au niveau du distributeur et pour différentes positions radiales (Gs = 0)

✓ Bilan sur le traceur

Le bilan sur le traceur passe par les étapes suivantes :

- la détermination du volume d'hélium injecté. Elle repose sur la connaissance du débit d'hélium et du temps d'injection exact,
- la détermination du volume d'hélium récupéré. Les signaux délivrés par l'analyseur donne directement l'évolution temporelle du pourcentage volumique d'hélium en sortie du riser. Connaissant le débit total de gaz traversant le riser, on peut déterminer l'évolution temporelle du débit d'hélium en sortie de riser. L'intégration de cette courbe permet de calculer le volume d'hélium récupéré.

La comparaison entre le volume injecté et celui récupéré permet de vérifier le bilan matière sur l'hélium.

D'une manière générale, les bilans sont vérifiés avec une erreur qui ne dépasse jamais 5 %.

2. Présentation et discussion des résultats

Dans ce paragraphe, nous allons présenter successivement :

- les conditions opératoires des essais réalisés,
- les résultats de traçage sous sa forme brute ainsi que les essais de reproductibilité,
- l'exploitation des données à l'aide de deux approches reposant sur :
 - ✓ la déconvolution des signaux,

 \checkmark la combinaison de la fonction de transfert du système d'analyse et de celle du riser.

- l'interprétation des résultats de DTS de la phase gazeuse.

2.1. Conditions opératoires

Nous avons examiné l'influence du flux de solide entre 0 et 133 kg/m²/s en gardant constante la vitesses du gaz à 7 m/s (Tableau 1). Chaque essai a été réalisé avec les deux catharomètres, C1 et C2, et répété deux fois pour chaque analyseur. Cette démarche expérimentale a été retenue d'une part, pour vérifier l'indépendance des résultats obtenus du fonctionnement interne du catharomètre et d'autre part, pour vérifier la reproductibilité des essais réalisés. Signalons que l'essai réalisé sans circulation de solide (monophasique) est l'essai de référence pour valider les différents modèles employés pour représenter nos résultats.

Tableau 1.	Conditions	opératoires	des	différents	essais	de	traçage	de la	phase	gazeuse
------------	------------	-------------	-----	------------	--------	----	---------	-------	-------	---------

N° essai	Date	N° catharomètre utilisé	Gs (kg/m²/s)
1	24/05/05	1	
1 ^b	24/05/05	2	0
2	26/05/05	1	0
2 ^b	26/05/05	2	
3	24/05/05	1	
3 ^b	24/05/05	2	76
4	26/05/05	1	70
4 ^b	26/05/05	2	
5	07/06/05	1	
5 ^b	07/06/05	2	133
6	10/06/05	1	155
6 ^b	10/06/05	2	
7	07/06/05	1	
7^{b}	07/06/05	2	46
8	10/06/05	1	40
8 ^b	10/06/05	2	

2.2. Présentation des résultats

2.2.1. Reproductibilité des essais

La reproductibilité de chaque essai a été vérifiée en comparant les évolutions temporelles du rapport C/C_0 en entrée et en sortie du riser mesurée à des jours différents. A titre d'exemple, les Figures 7a et 7b et les Figures 8a et 8b montrent que pour les deux flux de solide de respectivement 0 et 133 kg/m²/s, les essais sont reproductibles avec un écart relatif absolu inférieur à 1 %. Ces remarques sont valables pour l'ensemble des essais réalisés et ce, quel que soit l'analyseur retenu (C1 ou C2).



Figures 7. Reproductibilité des mesures de concentration normée en hélium à l'entrée (a) et à la sortie (b) de la colonne sans circulation de solide, Ug = 7 m/s



Figures 8. Reproductibilité des mesures de concentration normée en hélium à l'entrée (a) et à la sortie (b) de la colonne à un flux de solide de 133 kg/m²/s, Ug = 7 m/s

2.2.2. Résultats de traçage

La Figure 9 et la Figure 10 présentent les résultats bruts obtenus respectivement à l'entrée et à la sortie du riser pour les différents débits de circulation de solide étudiés. L'allure des courbes de DTS est identique quel que soit le flux de solide considéré. On distingue une période pendant laquelle la concentration d'hélium est nulle puis, une augmentation exponentielle du rapport C/C_0 avant d'atteindre un palier. Le retard observé sur cette figure dépend d'une part, du comportement hydrodynamique du riser et d'autre part, de l'analyseur.



Figure 9. Evolution temporelle de la concentration normée à l'entrée du riser pour différentes valeurs de flux de solide



Figure 10. Evolution temporelle de la concentration normée à la sortie du riser pour différentes valeurs de flux de solide

La superposition des signaux d'entrée indique que la concentration de traceur à la base du système est indépendante du flux de solide. En ce qui concerne les signaux de sortie, l'augmentation du débit de circulation de solide entraîne un léger décalage des courbes ce qui laisse penser que les temps de séjour augmentent avec le flux de solide.

Par ailleurs, nous déterminons à partir de ces données brutes le temps médian $t_{0,5}$ de la DTS déjà défini dans le chapitre 2 de cette seconde partie. Son estimation nécessite la détermination du temps médian des signaux à l'entrée et à la sortie du riser. La différence de ces deux temps correspond au temps médian de la DTS. Les valeurs ainsi obtenues sont consignées dans le Tableau 2

Ces résultats montrent qu'une augmentation du flux de solide de 0 à 76 kg/m²/s entraîne un accroissement du temps de séjour médian du traceur gazeux de 1,4 à 3,1 s. Au-delà de 76 kg/m²/s, ce temps devient indépendant du flux de solide.

Gs (kg/m²/s)	0	46	76	133
(t _{0,5}) _{moy} (s)	1,4 ± 0,3	1,7 ± 0,3	3,1 ± 0,3	3,0 ± 0,3

Tableau 2. Valeurs des temps médians t_{0,5} pour différents flux de solide

Ces observations expérimentales montrent que le comportement de la phase gazeuse ne peut pas être représenté par un simple modèle piston à dispersion axiale. En effet, pour une vitesse du gaz fixée, on devait s'attendre à une légère diminution ou à une constance du temps de séjour avec l'augmentation du flux de solide qui engendre une élévation de la rétention de solide. L'étude hydrodynamique effectuée a montré que la rétention moyenne de solide dans le riser pour nos conditions opératoires reste toujours inférieure à 5 %. Autrement dit, le temps de séjour moyen n'est pratiquement pas influencé par ce paramètre.

Ainsi, nous pensons que l'effet du flux de solide sur le temps de séjour médian de la DTS de la phase gaz peut être attribué à la présence d'une zone dense ($\alpha_2 > 10$ %) à la base du lit. En effet, nos résultats hydrodynamiques ont montré qu'à faibles flux de solide (inférieurs à 60 kg/m²/s), la hauteur de cette zone est négligeable. Elle prend de l'importance pour des flux supérieurs à 76 kg/m²/s.

2.3. Modélisation des résultats

Une des grosses difficultés du traitement de nos données expérimentales réside dans le fait que les analyseurs à disposition possèdent des temps de réponse relativement longs par rapport à la rapidité de notre système. A titre d'exemple, le temps de séjour géométrique du gaz pour nos conditions opératoires est de 1,4 s alors que le temps de réponse du système d'analyse peut dépasser 5 s. Deux approches ont été retenues :

- la première repose sur un traitement par déconvolution des signaux d'entrée et de sortie à l'aide du logiciel DTS Pro©. Cette approche doit nous permettre de nous affranchir du retard engendré par le comportement propre :
 - \checkmark au système d'analyse englobant l'analyseur et le système de prélèvement gazeux,
 - ✓ à la zone d'homogénéisation, située entre le point d'injection du traceur et l'entrée du riser.
- la seconde repose sur une détermination préalable de la fonction de transfert du système d'analyse et l'introduction de celle-ci dans le modèle représentatif de la DTS du riser.

En ce qui concerne les avantages et les inconvénients d'une méthode par rapport à l'autre, on peut noter que :

 l'utilisation de la première nécessite une acquisition simultanée des signaux à l'entrée et à la sortie du riser avec deux systèmes d'analyse rigoureusement identiques. La seconde méthode ne nécessite qu'une acquisition des signaux effectuée en sortie, autrement dit, un seul système d'analyse.

- la première méthode est applicable à n'importe quel type de perturbation à l'entrée du système alors que la seconde nécessite la création d'une perturbation idéale à l'entrée sous la forme d'un échelon ou celle d'un Dirac,
- la seconde méthode nécessite une détermination préalable du temps de réponse et de la fonction de transfert du système d'analyse qui doit être vérifiée au cours de la campagne d'essais.

A notre avis, la méthode basée sur la déconvolution est la plus simple à mettre en œuvre si on dispose d'analyseurs rigoureusement identiques ou si le même analyseur peut être utilisé pour effectuer l'acquisition des données en entrée et en sortie du système.

Dans le but de discriminer ces deux approches, nous les avons initialement appliquées à l'écoulement monophasique (Gs = 0) pour lequel la valeur du coefficient de dispersion axiale a été déjà établie par les données bibliographiques.

2.3.1. Première approche (déconvolution)

Le logiciel DTS Pro[©] permet de modéliser la réponse à une injection quelconque en calculant l'intégrale de convolution du signal d'entrée. Le riser a été modélisé par une association d'un mélangeur parfait et d'un réacteur piston à dispersion axiale (PDA). Ce modèle possède trois paramètres :

- le volume (ou hauteur) de la zone dense. Ce dernier est déduit des mesures expérimentales,
- le temps de séjour de la phase gazeuse, déterminé par l'identification paramétrique,
- le nombre de Péclet de la phase gazeuse (Pé = $U_g.L/D_{ax}$).

Dans un premier temps, nous avons vérifié la validité de cette méthode par déconvolution en l'appliquant aux résultats obtenus en monophasique. Le coefficient de dispersion axiale dans un tube cylindrique est estimé par la corrélation suivante (Trambouze et coll, 1984, p130) :

$$\frac{D_{ax}}{U_g.d_t} = \frac{3.10^7}{\text{Re}^{2,1}} + \frac{1.35}{\text{Re}^{\frac{1}{8}}}$$
(3)

Où D_{ax} représente le coefficient de dispersion axiale, U_g , la vitesse du gaz, d_t , le diamètre du tube et Re, le nombre de Reynolds.

Notons que cette corrélation est tirée de la compilation d'un nombre important de travaux expérimentaux de la littérature.

En définissant un diamètre hydraulique pour notre riser ($D_H = 0,11$ m), nous avons estimé la valeur du coefficient de dispersion axiale, autrement dit, la valeur du nombre de Péclet. Cette dernière est évaluée à 255. Les valeurs élevées du nombre de Reynolds et de Péclet montrent que l'écoulement du gaz dans le riser est proche de l'écoulement piston. Pour cette valeur du nombre de Péclet, une première simulation a été effectuée en fixant la valeur du temps de séjour géométrique ($t_{géom} = 1,4$ s). Les prédictions du modèle (ligne continue sur la Figure 11) sont confrontées aux résultats expérimentaux (triangles). On constate que la **méthode de déconvolution** permet de reproduire correctement les résultats obtenus en monophasique.



Figure 11. Modélisation du signal de sortie par déconvolution pour l'essai 1 (Gs =0)

Une autre série de simulation a été effectuée dont l'objectif est **l'identification des paramètres du modèle** (temps de séjour et nombre de Péclet) par l'optimisation de l'écart entre les valeurs théoriques et expérimentales de réponse en sortie du riser. Les valeurs des paramètres optimisés sont respectivement 1,5 s pour le temps de séjour et 251 pour le nombre de Péclet. Ces valeurs sont quasi confondues à celles utilisées lors du test de validation de la méthode par déconvolution.

La même étude de modélisation a été menée **pour les différents flux de solide** étudiés. Il s'agit ici d'optimiser par la méthode d'identification paramétrique les valeurs du temps de séjour et du nombre de Péclet. Les valeurs des paramètres ainsi calculées sont consignées dans le Tableau 3. Par ailleurs, les Figures 12a à 12d montrent que le modèle PDA représente d'une manière fidèle nos données expérimentales et ce, quel que soit le flux de solide considéré.

Tableau 3. Récapitulatif des valeurs de temps de séjour et de nombre de Péclet obtenus lors de la modélisation par déconvolution des essais à différents flux de solide (valeurs moyennées sur les différents essais)

Gs (kg/m²/s)	(Pé _{ax}) _g (-)	Temps de séjour (s)	Hauteur zone dense (m)
0	252	1,4	0
46	35	1,7	0
76	7	1,4	0,5
133	3	1,5	1,0

L'observation du Tableau 3 montre que :

- le temps de séjour varie peu avec le flux de solide. Il est du même ordre de grandeur que le temps de séjour géométrique.
- la présence de solide dans le riser abaisse fortement la valeur du nombre de Péclet. Elle passe de 252 à 35 lorsque le flux de solide passe de 0 à 46 kg/m²/s. Au-delà de ce flux, on observe une diminution moins prononcée du nombre de Péclet de 35 à 3.



Figures 12. Prédictions obtenues par la modélisation par déconvolution pour les différents flux de solide étudiés (0, 46, 76 et 133 kg/m²/s)

2.3.2. Seconde approche (combinaison de la fonction de transfert du système d'analyse et de celle du riser)

Cette approche peut être découplée selon les trois étapes suivantes :

- la détermination de la fonction de transfert du catharomètre,
- la détermination de la fonction de transfert de la zone d'homogénéisation située entre le point d'injection du traceur et l'entrée du riser ainsi que le système de prélèvement du gaz,
- la modélisation du comportement du riser à l'aide d'un modèle associant un mélangeur parfait à un PDA couplé à une fonction de transfert englobant le système d'analyse et la zone d'homogénéisation.

* Modélisation du catharomètre seul

Nous avons caractérisé le comportement du catharomètre seul grâce au dispositif présenté dans le paragraphe 1.4. Comme on le constate sur la Figure 4 de ce paragraphe, il nous permet de déterminer la réponse de l'analyseur connecté à l'aide d'un tube flexible à la vanne à trois voies vis-à-vis d'une perturbation de type échelon.

La réponse du système a été modélisée en considérant l'écoulement du gaz dans le tube flexible comme piston, et dans le catharomètre comme un réacteur parfaitement agité (Figure 13).

Comme le montre la Figure 14, la prédiction de ce modèle est en accord avec les données expérimentales. Ainsi, le catharomètre peut être représenté par un RPA ayant un temps de séjour de 6,5 s. Cette représentation du catharomètre a été retenue pour la suite de notre étude.



Figure 13. Schéma du modèle utilisé pour caractériser le catharomètre seul



Figure 14. Prédiction de la réponse du catharomètre (modèle RPA)

* Modélisation de la zone comprise entre le point d'injection et le catharomètre

Pour traiter le signal obtenu en sortie de riser, il est nécessaire de caractériser la zone située entre le point d'injection (A) et l'entrée du catharomètre (B) (Figure 15). Pour cela, nous traiterons le signal enregistré à l'entrée du riser en modélisant le comportement du gaz entre les points A et B comme un écoulement piston en gardant la même fonction de transfert pour l'analyseur (Figure 15).

La prédiction du modèle est comparée aux données expérimentales sur la Figure 16. Elle montre que le schéma retenu permet de prédire fidèlement la zone amont du riser couplée au catharomètre. Le signal brut obtenu à l'entrée du riser est par la suite modélisé à l'aide d'un réacteur piston dont le temps de séjour est de 10,25 s et d'un RPA dont le temps de séjour est de 6,5 s.



Figure 15. Schéma de principe de la modélisation de la zone comprise entre le point d'injection (A) et l'analyseur



Figure 16. Modélisation du signal d'entrée par un modèle constitué d'un réacteur piston et d'un RPA

× Modélisation du riser

Connaissant désormais les caractéristiques du système d'analyse et de la zone située entre le point d'injection du traceur et l'entrée du riser, nous pourrons facilement modéliser le riser seul. A noter que nous utiliserons un modèle associant un RPA à un PDA pour représenter l'écoulement du gaz au sein du riser.



Figure 17. Modèle utilisé pour la détermination de la réponse du système à un échelon

Initialement, nous validerons ce modèle à l'aide des données obtenues en écoulement monophasique. Pour cela, nous confrontons les prédictions du modèle en fixant respectivement la valeur du temps de séjour à celle du temps de séjour géométrique et la valeur du nombre de Péclet à celle calculée à partir de l'équation (4), soit 255.

La Figure 18 montre que ce schéma représente de manière satisfaisante le comportement du riser en écoulement monophasique.



Figure 18. Modélisation du signal de sortie en réponse à un échelon pour l'essai 1 (Gs=0)

Par ailleurs, à l'aide de ce modèle, nous avons identifié les paramètres du modèle (temps de séjour et nombre de Péclet) pour les différents essais réalisés (Tableau 4). De plus, la confrontation des prédictions du modèle à l'ensemble des résultats expérimentaux montre la fiabilité de l'approche (Figure 19a à 19d).

L'observation du Tableau 4 indique que les deux approches retenues donnent systématiquement des valeurs identiques à l'incertitude de mesure près pour les paramètres du modèle PDA.

Tableau 4. Récapitulatif des valeurs de temps de séjour et de nombre de Péclet obtenus lors de la modélisation des essais à différents flux de solide (valeurs moyennées sur les différents essais)

$C_{\rm S}\left(l_{\rm rg}/m^2/s\right)$	(Pé _{ax}) _g (-)				
GS (Kg/III-75)	Par déconvolution	Réponse à un échelon			
0	252	249			
46	35	33			
76	7	9			
133	3	4			



Figure 19. Comparaison des prédictions des deux approches de modélisation (modèle PDA) pour les différents flux de solide étudiés (0, 46, 76 et 133 kg/m²/s)

2.4. Interprétation des résultats de modélisation

L'ensemble des résultats obtenus a montré que le flux de solide a un effet prépondérant sur la dispersion axiale du gaz. Afin de comprendre l'influence de ce paramètre, nous rappellerons dans un premier temps son effet sur le comportement hydrodynamique du riser. Puis, dans un second temps, nous présenterons et commenterons les résultats obtenus.

Comme nous l'avons montré dans la Partie 1 de ce mémoire, une augmentation du flux de solide conduit aux phénomènes couplés suivants :

- une augmentation de la perte de charge totale dans le riser, autrement dit un accroissement de la rétention de solide,
- une augmentation de la hauteur de la zone d'accélération, autrement dit, une extension de la région inférieure du riser où le comportement du système est proche d'un lit fluidisé dense fonctionnant en régime turbulent (mélange intense).

L'augmentation du flux de solide entraîne une **réduction du nombre de Péclet de la phase gazeuse**, autrement dit, une augmentation du mélange axial (Figure 20). Notons qu'en dehors des allures similaires, les valeurs du nombre de Péclet obtenues sont du même ordre de grandeur que celles de Brereton et Grace (1988) obtenues avec des fines particules de sable ($d_p=148 \mu m$ et $\rho_p=2650 \text{ kg/m}^3$). Selon ces auteurs, l'augmentation de la dispersion axiale du gaz est directement liée aux flux descendants de solide à la paroi dont l'importance s'accroît avec le flux de solide. Les mêmes explications ont été aussi rapportées dans les travaux de Liu et coll. (1999).



Figure 20. Evolution du Pé axial de la phase gaz avec le flux de solide
Pour une vitesse de gaz et une longueur de riser fixée, l'inverse du nombre de Péclet axial représente directement le coefficient de dispersion axiale de la phase considérée. Nous avons porté sur la Figure 21 et la Figure 22 les évolutions de l'inverse du nombre de Péclet de la phase gazeuse et de la phase solide :

- en fonction du flux de solide,
- en fonction de la hauteur de la zone d'accélération.

L'observation de ces figures montre que la dispersion axiale du gaz augmente avec la hauteur de la zone d'accélération qui est directement liée au flux de solide. Par ailleurs, comme nous l'avons déjà précisé, l'extension de cette zone a un effet notable sur la dispersion axiale de la phase solide surtout pour des valeurs inférieures à 2,20 m.

Ces résultats montrent que dans notre système le comportement de la phase gazeuse et solide sont étroitement liées. La présence de la zone dense à la base du riser a les effets suivants :

- l'atténuation des perturbations créées par l'alimentation latérale de solide,
- l'homogénéisation de la concentration de solide sur la section du riser.

De plus, les mouvements de recirculation intenses de solide dans cette zone, dont l'intensité semble augmenter avec la hauteur, conduit à un phénomène de rétromélange de la phase gazeuse. Nos observations expérimentales montrent que le comportement du solide est quasi indépendant de la zone d'accélération au-delà de 2,20 m.



Figure 21. Evolution de l'inverse du Pé axial avec le flux de solide (phases gaz et solide)



Figure 22. Evolution de l'inverse du Pé axial de la phase gaz et de la phase solide avec la hauteur de la zone d'accélération

La Figure 23 montre que le temps de séjour de la phase gaz reste quasi indépendant du flux de solide. Il est du même ordre de grandeur que le temps de séjour géométrique du gaz dans le riser en l'absence de solide. Par ailleurs, on remarque qu'une augmentation du flux de solide réduit l'écart entre les temps de séjour des deux phases. Il passe de 7 s à 3,5 s lorsque le flux de solide passe de 46 à 133 kg/m²/s.



Figure 23. Evolution du temps de séjour des deux phases avec le flux de solide

2.5. Simulation numérique des essais de traçage en phase gaz

Les DTS numériques sont déterminées selon le même protocole qu'au niveau expérimental et au même endroit. La Figure 24 représente la distribution des temps de séjour de la phase gazeuse prédite par le code et celle correspondant aux résultats de simulation effectués à l'aide du modèle "piston à dispersion axiale". Notons que cette dernière simulation a été effectuée en maintenant les valeurs du nombre de Péclet et du temps de séjour à celles déjà déterminées par identification paramétrique (Pé = 14 et t = 3 s). Cette démarche a été retenue dans le but de s'affranchir du temps de retard imputé au système d'analyse.

La Figure 24 montre que le code de calcul représente un écoulement de type piston or nos résultats expérimentaux montrent un comportement dispersif du gaz. De plus, le temps de séjour médian déterminé expérimentalement (3 s) est 20 % plus élevé que celui calculé (2,4 s). Ces écarts, comme pour la phase solide, peuvent être attribués au phénomène de recirculation à la paroi non prédit par le code.



Figure 24. Courbe de Distribution des Temps de Séjour (Gs = 133 kg/m²/s; Z = 8,50 m; centre du riser; maillage n°1): comparaison entre les valeurs prédites par le code de calcul et celles déterminées à partir du modèle PDA (Pé_g = 15 et temps de séjour de 3 s)

3. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté en premier lieu la démarche qui nous a conduit à la **mise au point d'un dispositif** permettant d'effectuer l'étude du comportement axial de la phase gazeuse.

L'influence du **flux de solide** a été examinée pour des valeurs respectives de 46, 76 et 133 kg/m²/s en conservant la vitesse du gaz à 7 m/s. Nos résultats ont montré que pour les conditions opératoires choisies, l'augmentation du débit de circulation de solide conduit à un étalement de la distribution des temps de séjour de la phase gaz.

De plus, la **modélisation du comportement axial de la phase gaz** a été réalisée à l'aide d'une association d'un réacteur parfaitement agité et d'un réacteur piston à dispersion axiale. Cette phase a été menée selon deux approches :

- une méthode directe par le calcul de l'intégrale de convolution du signal d'entrée,

- une méthode combinant la fonction de transfert du système d'analyse et de celle du riser.
Ces deux approches ont conduit à des résultats identiques. Ils ont montré que :

- le comportement du riser, en l'absence de circulation de solide (monophasique), peut être représenté correctement à l'aide d'un modèle piston à dispersion axiale en introduisant la valeur du nombre du Péclet déterminée par des corrélations bibliographiques,
- le coefficient de dispersion du gaz dans un lit fluidisé circulant (diphasique gaz-solide)
 est de l'ordre de 60 fois plus élevé qu'en écoulement monophasique (Gs = 0),
- le coefficient de dispersion axiale augmente avec le flux de solide. Ceci est attribué à l'extension de la zone d'accélération avec ce paramètre. En effet, les mouvements de recirculation de solide dans cette zone, dont l'intensité augmente avec la hauteur, conduit à un phénomène de rétromélange de la phase gazeuse.

Enfin, comme pour la phase solide, nous avons réalisé une expérience de **traçage numérique sur la phase continue**. Les simulations numériques prédisent un écoulement plutôt piston alors qu'une dispersion de la phase continue a été mise en évidence expérimentalement. Ces observations sont là encore expliquées par la non prédiction de recirculations de solide à la paroi.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ces travaux, financés par l'Institut Français du Pétrole, ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire de Génie Chimique de Toulouse et l'Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse. Ils avaient pour objectif d'étudier sur le plan **expérimental** et **théorique** l'hydrodynamique d'un écoulement gaz-solide et plus particulièrement le comportement des deux phases au sein d'un lit fluidisé circulant. L'établissement d'une base de données expérimentales sur la maquette froide à disposition doit permettre la validation du code de calcul numérique.

La première partie de ce travail est consacrée à **la caractérisation de l'hydrodynamique** au sein du riser ; il s'agira pour cela d'analyser le comportement global, la structure verticale et la structure radiale de l'écoulement. Comme paramètres, nous avons étudié l'effet du flux de solide entre 20 et 160 kg/m²/s et celui de la vitesse du gaz à 5 et à 7 m/s. A partir de l'ensemble des résultats obtenus, nous avons pu tirer les constatations suivantes :

- une augmentation du flux massique moyen de solide entraîne une augmentation de la perte de charge totale d'où une augmentation de la rétention de solide,
- la hauteur du riser est divisée en trois zones :
 - une zone dense à la base du riser où le mélange est probablement intensifié avec l'augmentation du flux de solide,
 - une zone diluée où l'écoulement est établi,
 - une zone intermédiaire dont le comportement hydrodynamique est semblable à celui d'un lit fluidisé dense en régime turbulent,
- la section du riser est divisée en deux zones :
 - une zone centrale où seuls des flux ascendants sont observés,
 - une zone périphérique de faible épaisseur où coexistent des flux descendants et ascendants. Cette zone est qualifiée de "zone de recirculation". Pour les conditions opératoires retenues, l'épaisseur de cette zone est inférieure à 10 mm.

La confrontation de ces données expérimentales aux prédictions numériques a montré que le code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse* permet de représenter la structure verticale de l'écoulement alors qu'il subsiste des lacunes quant à la prédiction de la structure radiale où aucune recirculation de solide en proche paroi n'est observée. L'origine de ces écarts ne sont pas encore clairement identifiés mais peut être attribuée aux hypothèses de simulation, à l'agglomération

éphémère des particules de catalyseur ou encore à un maillage trop grossier, surtout en proche paroi.

La seconde partie de ce travail est consacrée à la caractérisation du comportement des deux phases à partir de mesures de Distribution des Temps de Séjour. Une revue bibliographique nous a guidé dans le choix des méthodes de traçage les plus adéquates pour effectuer les essais de DTS. Bien que le mélange de la phase solide dans un lit fluidisé circulant soit relativement peu étudié, cette étude bibliographique permet tout de même de tirer certaines conclusions :

- les particules de classe A et de classe B se comportent différemment vis-à-vis du mélange :
 - l'intensité du mélange axial diminue avec l'augmentation du débit de solide pour les particules de classe A alors que le phénomène inverse est observé pour les particules de classe B,
 - l'intensité du mélange axial diminue avec la vitesse du gaz pour les particules de classe B alors que son effet sur les particules de catégorie A n'est pas clairement mis en évidence.
- l'augmentation du diamètre de la colonne réduit l'intensité du mélange.
- la présence des fines dans le lot de poudre fluidisée réduit l'intensité du mélange radial.

En ce qui concerne le comportement de la **phase solide**, comme un certain nombre de travaux bibliographiques, nous avons retenu un traceur conductimétrique (NaCl) dont l'injection se fait sous la forme d'une impulsion dans l'alimentation de solide du riser. Les résultats expérimentaux et leur analyse à l'aide d'un modèle piston à dispersion axiale ont montré que l'augmentation du flux de solide conduit à :

- un resserrement des courbes de DTS et à une augmentation du nombre de Péclet ; autrement dit, la dispersion axiale diminue avec l'augmentation de ce paramètre,
- une réduction des temps de séjour de la phase solide attribuée à l'effet du flux de solide sur l'intensification du mélange dans la zone d'accélération. Ce phénomène conduit à une réduction de la taille des agglomérats éphémères, autrement dit, à une augmentation de leur vitesse moyenne ascendante, et donc, à une réduction du temps de séjour. Afin de confirmer ces explications sur le plan physique, il est peut être nécessaire d'effectuer les simulations numériques dans des conditions opératoires identiques à celles retenues. Les informations locales ainsi obtenues doivent nous guider dans une analyse plus approfondie des phénomènes observés.

En ce qui concerne l'influence de la vitesse du gaz, les résultats expérimentaux ont montré que, pour nos conditions opératoires, la réduction de la vitesse du gaz conduit à une distribution des temps de séjour plus resserrée. Autrement dit, diminuer la vitesse du gaz pour un flux de solide donné revient à augmenter le flux de solide pour une vitesse de gaz donnée.

Pour l'étude de DTS en **phase gazeuse**, nous avons retenu l'hélium comme gaz traceur avec une injection de type échelon. Les résultats expérimentaux ont montré qu'une augmentation du flux de solide conduit à un étalement de la distribution des temps de séjour de la phase gaz. La modélisation du comportement axial de la phase gaz à l'aide d'une association d'un mélangeur parfait à un réacteur piston à dispersion axiale a montré que :

- le coefficient de dispersion du gaz dans le riser (écoulement diphasique gaz-solide) est de l'ordre de 60 fois plus élevé qu'en écoulement monophasique (Gs = 0),
- le coefficient de dispersion axiale augmente avec le flux de solide. Ceci est attribué à l'extension de la zone d'accélération avec ce paramètre. En effet, les mouvements de recirculation de solide dans cette zone, dont l'intensité augmente avec la hauteur, conduit à un phénomène de rétromélange de la phase gazeuse.

L'écart entre le temps de séjour de la phase gaz et solide diminue avec l'augmentation du flux de solide.

Perspectives

L'un des objectifs de ce travail est l'acquisition d'une banque de données expérimentales complète permettant de valider les différents codes de calcul. La partie expérimentale de ce travail a permis d'assurer cet objectif. En effet, pour nos conditions opératoires qui sont similaires à celles pouvant être rencontrées sur les sites industriels, nous disposons, en dehors des mesures classiques (profils verticaux de gradient de pression et profils radiaux de flux massique de solide à différents niveaux du riser), de données complètes portant sur la dispersion tant radiale que axiale d'un traceur gazeux et solide dans le système.

Afin de compléter cette étude **expérimentale**, il est nécessaire de poursuivre l'étude du comportement de la phase solide en effectuant les essais à des flux supérieurs à 160 kg/m²/s et à des vitesses couvrant une plage plus large que celle retenue dans cette étude. En ce qui concerne le comportement de la phase gazeuse, il serait intéressant de modifier la position d'injection du traceur en la plaçant successivement dans les trois zones du riser (accélération, intermédiaire et écoulement établi) et de suivre l'évolution de sa concentration à différentes positions axiales et radiales. Ces renseignements expérimentaux doivent nous permettre de mieux comprendre les

processus du mélange gaz-solide. Dans le but de mieux comprendre l'effet de la taille des particules sur le comportement hydrodynamique du riser, il est peut être intéressant d'effectuer quelques essais avec les particules se trouvant à la frontière des catégories A et B de la classification de Geldart.

Sur le plan **théorique**, nous sommes conscients que cette tache n'a pas pu être autant développée que la partie expérimentale et ce, à cause d'une part, d'un manque de temps et d'autre part, de la lourdeur des calculs. Les analyses de nos résultats théoriques, mêmes incomplètes, sont encourageantes. Cependant, le code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse* ne permet pas de représenter les phénomènes observés surtout en proche paroi. Ceci peut avoir différentes origines : l'utilisation d'un maillage grossier imposé par les temps de calcul excessifs, le phénomène d'agglomération éphémère qui peut conduire à un phénomène de polydispersion ou encore le manque de représentativité des modèles physiques en proche paroi. Afin de discriminer ces hypothèses, et sachant que nos résultats expérimentaux ont montré que les phénomènes de recirculation de solide sont essentiellement localisés dans une zone en proche paroi de 10 mm d'épaisseur, la première étape pourrait consister à simuler l'écoulement avec une discrétisation plus raffinée au voisinage de la paroi (largeur de maille de 0,5 mm).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

J. Adanez, L.F. de Diego & P. Gayan, 1993, Transport velocities of coal and sand particles, *Powder Technology*, 77, pp 61-68

P. A. Ambler, B. J. Milne, F. Berruti & D. S. Scott, 1990, Residence time distribution of solids in circulationg fluidized bed : experimental and modeling studies, *Chemical Engineering Science, Vol. 45, 8, pp 2179-2186*

R. Andreux, 2001, Etude expérimentale et numérique d'un séparateur gaz-solide en sortie du riser d'un pilote froid de FCC, *thèse de doctorat, INP⁻⁻Toulouse*

A. Avidan & J. Yerushalmi, 1985, Solids mixing in an expanded top fluid bed, AIChE Journal, 31, p 835

T. Baba, M. Nakajima, S. Morooka & H. Matsuyama, 1984, A new measuring system for flow patterns of solids particles in gas solid fluidized bed, *J. of Chem. Eng. of Japan, vol 17, 3, pp 275-279*

R. Bader, J. Findlay, T. M. Knowlton, 1988, Gas/Solids flow patterns in a 30.5-cm-diameter circulating fluidized bed, *CFB II, pp123-137*

D. Baeyens, S. Geldart & Y. Wu, 1992, Elutriation of fines from gas fluidized beds of Geldart A-type powders – effect of adding superfines, *Powder Technology, Volume 71, Issue 1, pp 71-80*

G. Balzer, A. Boelle & O. Simonin, 1995, Eulerian gas-solid flow modelling of dense fluidized bed, *Fluidization VIII*

G. Balzer & O. Simonin, 1997, Three dimensional numerical simulation of two phase flow in industrial CFB boiler, *Proc. 14th Int. Conf. on fluidized bed combustion, ASME, Vancouver, 2, pp 1017-1022*

H. Benyahia, T. Arastoopour, T. M. Knowlton, 1999, Three dimensional transient numerical simulation of solids and gas flow in the riser section of a CFB, *AIChE 1999 Annual Meeting on Fluidization and Fluid-Particle Systems*

H. Benyahia, T. Arastoopour, M. Knowlton & H. Massah, 2000, Simulation of particles and gas flow behavior in the riser section of a circulating fluidized bed using the kinetic theory approach for the particulate phase, *Powder Technology, Volume 112, Issues 1-2, pp 24-33*

F. Berruti, A. G. Liden, D. S. Scott, 1988, Measuring and modelling residence time distribution of low density solids in a fluidized bed reactor of sand particles, *Chem. Eng. Science, Vol 43, 4, pp 739-748*

F. Berruti & N. Kalogerakis, 1989, Modelling the internal flow structure of circulating fluidized beds, *Can. J. Chem. Eng.*; 67, p1010

H. D. Beyer, J. Lehman & H. D. Schilling, 1985, Possibilities of influencing the residence time of solids in fluidized beds, *Ger. Chem. Eng.*, *8*, *p165*

H. Bi & L.S. Fan, February 1992, Existence of turbulent regime in gas-solid fluidization, *AIChE Journal*, *Vol.38*, *n*°2, *pp 297-301*

A. Boelle, 1997, Validation d'un modèle à deux fluides appliqué à la simulation des lits fluidises denses, *EDF DER LNH HE-44/97/004/A*

C. Brereton & J. Grace, 1988, Axial gas mixing in a circulating fluidized bed, CFB II, pp 307-314

C. Brereton & J. Grace, 1993, Measurement of solids rates in CFBs, CFB II, pp 501-509

B. S. Brewster & J. D. Seader, 1980, Non radioactive tagging method of measuring particle velocity in pneumatic transport, *AIChE Journal, Vol 26, 2, pp 325-327*

N. T. Cankurt & J. Yerushalmi, 1978, Gas backmixing in high velocity fluidized beds, *Fluidization II*, pp. 387-393, *Cambridge*

C. Cao & H. Weinstein, 2000, Gas Dispersion in Downflowing High Velocity Fluidized Beds, *AIChE Journal, Volume 46, Issue 3, pp 523-528*

P. V. Danckwerts, 1953, Continuous flow systems. Distribution of residence times, *Chem. Eng. Sci., 2, pp 1-13*

J.F. Davidson, R. Clift & D. Harrisson, 1985, Fluidization, Academic Press

B. Du, L. S. Fan, F. Wei & W. Warsito, 2002, Gas and solids mixing in a turbulent fluidized bed, *AIChE Journal, Vol. 48, 9, pp 1896-1909*

B. Du & F. Wei, 2002, Lateral solids mixing behavior of different particles in a riser with FCC particles as fluidized material, *Chemical Engineering and Processing, Volume 41, Issue 4, pp 329-335*

S. Diguet, 1996, Contribution à l'étude de la déshydratation du carbonate de sodium monohydrate en lit fluidise dense et mise en oeuvre en lit fluidise circulant: étude expérimentale et modélisation, *Thèse de doctorat, INP Toulouse*

J. Ding & D. Gidaspow, 1990, A bubbling fluidization model using kinetic theory of granular flow, AIChE Journal, 36, 4, pp 523-538

S. Dounit, 2001, Combustion du gaz naturel en réacteur à lit fluidise : étude expérimentale et modélisation de la zone dense et de la zone de désengagement, *Thèse de doctorat, INP Toulouse*

B. Du & F. Wei, 2002, Lateral solids mixing behavior of different particles in a riser with FCC particles as fluidized material, *Chemical Engineering and Processing, Vol. 41, Issue 4, pp 329-335*

M. Edwards & A. Avidan, 1986, Conversion model aids scale-up of Mobil's fluid bed MTG process, *Chemical Engineering Science*, 41, pp 829-835

H. Enwald, E. Peirano & A.E. Almstedt, 1996, Eulerian two phase flow theory apllied to fluidization, *Int. J. Multiphase Flow, 15, Suppl., pp 21-66*

S. Ergun, 1952, Chem. Eng. Prog., 48, 89

G. Ferschneider & P. Mege, 2001, Dilute gas-solid flow in a riser, Chem. Eng. J., 3886, pp 1-8

M. Foka, J. Chaouki, C. Guy & D. Klvana, 1994, Natural gas conversion in a catalytic turbulent fluidized bed, *Chemical Engineering Science*, 49, pp 4269-4276

M. Foka, J. Chaouki, C. Guy & D. Klvana, 1996, Gas phase hydrodynamics of a gas-solid turbulent fluidized bed reactor, *Chemical Engineering Science, 55, pp 713-723*

T. Gauthier, J. Bayle & P. Leroy, 2000, FCC : fluidization phenomena and technologies, *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP, vol. 55, 2, pp. 187-207*

P. Gayan, L. F. de Diego, J. Adanez, 1997, Radial gas mixing in a fast fluidized bed, Powder technology, 94, pp 163-171

D. Geldart, 1973, Types of gas fluidization, Powder Technology, Volume 7, Issue 5, pp 285-292

D. Geldart, 1986, Fluidization Technology, John Wiley

D. Gidaspow & L. Huilin, 1996, Collisional viscosity of FCC particles in a CFB, *AIChE Journal, 42, 9, pp 2503-2510*

A. Gobin, H. Neau, O. Simonin, J.R Llinas, V. Reiling & J.L. Sélo, 2003, Fluid dynamic numerical simulation of a gas phase polymerization reactor, *International Journal for numerical methods in fluids, vol.43, pp 1199-1220*

J. R. Grace, 1996, Influence of riser geometry on particle and fluid dynamics in circulating fluidized bed risers, *CFB Technology V, Beijing, China*

S. K. Gupta & F. Berruti, 2000, Evaluation of the Gas-Solid suspension density in CFB risers with exit effects, *Powder Technology*, 108, pp 21-31

A. T. Harris, J. F. Davidson, 1993, Modeling options for CFBs : a core/annulus deposition model, *CFB IV, pp 35-40*

A. T. Harris, J. F. Davidson & R. B. Thorpe, 2002, A novel method for measuring the residence time distribution in short time scale particulate systems, *Chemical Engineering Journal 89, pp 127–142*

A. T. Harris, J. F. Davidson & R. B. Thorpe, 2003, The influence of the riser exit on the particle residence time distribution in a circulating fluidised bed riser, *Chemical Engineering Science, Volume 58, Issue 16, pp 3669-3680*

E. U. Hartge, D. Resner & J. Werther, 1988, Solid concentration and velocity patterns in CFBs, *CFB II*, pp 165-180

J. He & O. Simonin, 1994, Modélisation numérique des écoulements turbulents gaz-solides en conduite verticale, *EDF DER LNH HE-44/94/021A*

E. Helland, T. Van Den Moortel, R. Occeli & L. Tadrist, 1999, Numerical/Experimental study of gasparticle flow behaviour in a circulating fluidized bed, *CFB VI*

P. M. Heertjes, L. H. de Nie & J. Verloop, 1967-1968, A tracer technique for particles based on magnetic separation, *Powder Technology*, *1*, *pp* 301-304

B. Hocine, 1996, Mélange de particules fines en lit fluidise par un gaz, *Thèse de doctorat, INP Toulouse*

M. Horio, K. Morishita, T. Osamu & M. Naoki, 1988, Solid distribution and movement in CFBs, *CFB* II

M. Horio, H. Kuroki, M. Ogasawara, 1993, The flow structure of a 3-dimensional CFB observed by the laser sheet technique, *CFB IV, pp 86-91*

R.L. Hull, A.E. Von Rosenberg, 1960, Radiochemical tracing of fluid catalyst flow, *Ind. Eng. Chem.* 52 (12), pp 989–995

H. Ishii, T. Nakajima & M. Horio, 1989, The clustering annular flow model of CFBs, *J. of Chem. Eng. of Japan, Vol 22, n*°5

J.T. Jenckins, 1992, Boundary conditions for rapid granular flows : flat, frictional walls, *J. Appl. Mech., bf 59, 120*

J.T. Jenkins & M.W. Richman, 1985, Grad's 13-moment system for a dense gas of inelastic spheres, *Arch. Ration. Mech. Anal.*, 87, pp 355

Y. Jin & coll., 1988, The influence of exit structures on the hydrodynamics behaviour of the fast fluidised bed, *Petrochem. Technol., China, 18(2), pp 86-93*

S. B. R. Karri & T. M. Knowlton, 1999, A comparison of annulus solids flow direction and radial solids mass flux profiles at low and hight mass fluxes in a riser, *CFB Technology VI*

K. Krishnaiah, Y. Pydisetty & Y. B. Varma, 1982, Residence time distribution of solids in multistage fluidisation, *Chem. Eng. Sci., 37, p 1371*

D. Kunii & O. Levenspiel, 1969, Fluidization Engineering, John Wiley, 2° Ed. Butterworth-Heinemann

G.S. Lee & S.D. Kim, 1990, Bed expansion characteristics and transition velocity in turbulent fluidized beds, *Powder Technology*, 62, pp 207-215

P. Legile, Y. Gonthier, A. Bernis & G. Lacour, 1991, Détermination du temps de séjour des particules dans un lit fluidise gaz-solide par traçage magnétique, *Powder Technology, 66, pp 69-74*

O. Levenspiel, 1972, Chemical reaction engineering, Wiley New York

J. Leward & coll., 1994, Effect of design and operating parameters on cyclone performance for CFB boilers, *CFB IV, pp 636-641*

Y. Li & M. Kwauk, 1980, in J.R. Grace and J.M. Matsen (Ed.), Fluidization, New York, The dynamics of fast fluidization, pp 537-544

H. Li, Y. Xia, Y. Tung, M. Kwauk, 1990, Microvisualisation of two-phase structure in a fast fluidized bed, *CFB III*, *pp* 183-188

Y. Li & P. Wu, 1991, A study on axial gas mixing in a fast fluidized bed. In P. Basu, M. Horio, & M. Hasatani, Circulating fluidized bed technology III, pp 581-586, Oxford: Pergamon Press

J. S. Lin, M. M. Chen, B. T. Chao, 1985, A novel radioactive particle tracking facility for measurement of solids motion in gas fluidized beds, *AIChE Journal, Vol 31, 3, pp 465-473*

W. Lin, C.E. Weinell, P.F.B. Hansen, K. Dam-Johanssen, 1999, Hydrodynamics of a commercial scale CFB boiler-study with radioactive tracer particles, *Chem. Eng. Sci.* 54, pp 5495–5506

J. Liu, J. R. Grace, H. Bi, H. Morikawa & J. Zhu, 1999, Gas dispersion in fast fluidization and dense suspension upflow, *Chemical Engineering Science, Volume 54, Issue 22, pp 5441-5449*

H. Liu, F. Wei, Y. Yang & Y. Jin, 2003, Mixing behavior of wide-size-distribution particles in a FCC riser, *Powder Technology, Volume 132, Issue 1, pp 25-29*

M.Y. Louge, 1994, Computer simulations of rapid granular flows structure in a liquid-solid circulating fluidized bed (LSCFB), *Chem. Eng. J.*, *68, pp 51-62*

C.K.K. Lun & S.B. Savage, 1986, The effect of an impact velocity dependent coefficient of restitution on stresses developed by sheared granular materials, *Acta Mechanica*, *63*, *pp* 15-44

X. Ma & K. Kato, 1998, Effect of interparticle adhesion forces on elutriation of fine powders from a fluidized bed of a binary particle mixture, *Powder Technology, Volume 95, Issue 2, 2 February 1998, pp 93-101*

W. G. May, 1959, Fluidized-bed reactor studies, Chemical Engineering Progress, 55, pp 49-56

H. Mineo, 1989, High velocity circulating fluidized bed, PhD thesis, University of Tokyo, Japan

S. Mori, O. Hashimoto, T. Haruta, K. Mochizuki, W. Matsutani, S. Hiraoka, I. Yamada, T. Kojima & K. Tuji, 1988, Turbulent fluidization phenomena, *Circulating fluidized bed Technology II, Pergamon, Oxford*, pp 105-112

E. Muschelknautz, 1993, Fundamental and practical aspects of cyclone, CFB IV, pp 23-28

K. Nakamura & C.E. Capes, 1973, Vertical pneumatic conveying : a theoretical study of uniform and annular particle flow models, *Can. Chem. Eng., 51, p39*

W. Namkung & S. D. Kim, 1998, Gas backmixing in a circulating fluidized bed, *Powder Technology, Volume 99, Issue 1, pp 70-78*

W. Namkung & S. D. Kim, 2000, Radial gas mixing in a circulating fluidized bed, *Powder Technology*, *Volume 113, Issues 1-2, pp 23-29*

A. Neri & D. Gidaspow, 2000, Riser Hydrodynamics: Simulation Using Kinetic Theory, *AIChE Journal*, *Volume 46, Issue 1, pp 52-67*

G. S. Patience & J. Chaouki, 1990, Solids circulation rate determined by pressure drops measurement, communication non publiée

G. S. Patience & J. Chaouki, 1992, Scaling considerations for circulating fluidized bed risers, *Powder Technology, Volume 72, Issue 1, pp 31-37*

J.F. Perales, T. Coll, M.F. Llop, L. Puigjaner, J. Arnaldos & J. Casal, 1991, On the transition from bubling to fast-fluidization regimes, *Circulating Fluidized Bed Technology III, Pergamon, Oxford*, pp 73-78

T. S. Pugsley & F. Berruti, 1996, A predictive hydrodynamic model for circulating fluidized bed risers, *Powder Technology, Volume 89, Issues 1-2, pp 57-69*

Y. Pydisetty, K. Krishnaiah & Y. B. G. Varma, 1989, Axial dispersion of solids in spiral fluidized beds, *Powder Technology, 59, p 1-9*

Z. Qia-Yu & Z. Hai, 1993, Experimental study effect of bed exits with different geometric structures on recycling of bed material in CFB boilers, *CFB IV preprints, pp 175-180*

M. J. Rhodes & D. Geldart, 1986, The hydrodynamics of recirculating fluidized beds. In P. Basu, Circulating fluidized bed technology, pp. 193-200, Oxford: Pergamon Press

M. J. Rhodes, 1990, Modelling the flow structure of upward-flowing gas-solids suspensions, *Powder Technology, Volume 60, Issue 1, pp 27-38*

M. J. Rhodes, S. Zhou, T. Hirama & H. Cheng, 1991, Effects of operating conditions on longitudinal solids mixing in a circulating fluidized bed, *AIChE Journal*, *37*, *pp* 1450-1458

M. J. Rhodes, H. Mineo & T. Hirama, 1992, Particle motion at the wall of a circulating fluidized bed, *Powder Technology, Volume 70, Issue 3, pp 207-214*

M. J. Rhodes, 1993, Fluidization Engineering : 2nd Edition. *By D. Kunii and O. Levenspiel. Butterworth-Heinemann, London, Series in Chemical Engineering, 479 pp.,Chemical Engineering Science, Volume 48, Issue 5, p 1009* **Y. Roques,** 1994, Caractérisation hydrodynamique d'un réacteur fluidise ultra rapide, *thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI*

M. Sakiz & O. Simonin, 1999, Development and validation of continuum particle wall boundary conditions using lagrangian simulations of a vertical gas/solid channel flow, *Joint Fluids Engineering Conference, ASME FED*

H. Schubert, 1981, Principles of agglomeration, International chemical engineering, vol. 21, n°3, p363

O. Simonin, 1995, *Numerical modelling and prediction of dispersed two-phase flows,* IMVU, Meserburg, Germany

K. Smolders & J. Baeyens, 2000, Overall solids movement and solids residence time distribution in a CFB-riser, *Chemical Engineering Science 55, pp 4101-4116*

N.G. Stanley-Wood, 1990, Size enlargement, in M.J. Rhodes (Ed.), Principles of powder technology, New York, pp 193-226

K. Tannous, 1990, Contribution à l'étude hydrodynamique des lits fluidisés de grosses particules, *thèse de doctorat, INP Toulouse*

Y. Tung, W. Zhang, Z. Wang, X. Liu, Z. Qin, 1989, Further study of radial voidages profiles in fast fluidized bed, *Chem. Eng. Met. China, 10, p17*

Villermaux, 1985, Génie de la réaction Chimique, Collection Technique et Documentation, Lavoisier, Paris

F. Wei, S. Lin & G. Yang, 1993, Gas and solids mixing in a commercial FCC regenerator, *Chemical Engineering Technology*, *16*, pp *109-113*

V. Weis et coll., 1988, Mathematical modelling of coal combustion in a CFB reactor, CFB II, p 289

L.Y. Wen & Y.H. Yu, 1965, Mechanics of fluidization, Chem. Eng. Prog. Symp. Ser., 62, pp 100-111

J. Werther & A. A. Avidan, 1994, CFB IV, AIChE, New York, 1

D. Wolf & W. Resnick, 1965, I. and E. C. Fundamentals, 2, p 287

R. Wong, 1991, Modelling the hydrodynamic of circulating fluidized bed risers, *M. Sc. Thesis, The University of Calgary, Alberta, Canada*

J. Yerushalmi, N.T. Cankurt, D. Geldart & B. Liss, 1978, Flow regimes in vertical gas-solid contact systems, A.I.Ch.E Symp. Series, 74, n°176, p1

J. Yerushalmi & N. T. Cankurt, 1979, Further studies of the regimes of fluidization, *Powder Technology, Volume 24, Issue 2, pp 187-205*

J. Yerushalmi, A. A. Avidan, 1985, High velocity fluidization. In J.F. Davidson, R. Clift, & D. Harrsion, Fluidization (2nd ed.), pp. 226-293, New York: Academic Press

F. A. Zenz, 1976, Cyclones, *Encyclopedia of chemical processing and design, Mc Ketta ed., M. Dekker Inc., 14, p 82-97*

ANNEXE 1:

Profils verticaux de gradients de pression

mesures à 20Hz

Vitesse gaz : 7 m/s Flux moyen de solide : 46 kg/m²/s ΔP riser : 970 Pa

Tableau récapitulatif :

		Grad ∆P (Pa/m)				
hauteur						
(m)	∆L (m)	essai1a	essai1b	essai1c	essai1d	moyenne
0,24	0,2	1858,5	1555,2	1693,0	1370,2	1619,2
0,5	0,1	324,8		358,1	327,3	336,7
0,7	0,1	215,6		215,3		215,5
0,88	0,1					
1,1	0,1	148,5	92,2	153,2		131,3
1,4	0,2	124,9	109,9	97,1	118,9	112,7
1,85	0,2	72,9	123,2	79,0	110,6	96,4
2,45	0,5	98,7	112,1	100,2	63,5	93,6
3,4	0,5	109,3	99,9	111,7	55,8	94,2
4,4	0,5	107,3	94,4	106,8	50,8	89,8
5,5	0,5	104,4	116,6	124,0	82,1	106,8
6,4	0,5		113,7	133,9	76,2	107,9
7,45	0,5	115,8	111,3	116,5	65,4	102,2
8,75	0,5	84,9	98,4	106,5	70,9	90,2



mesures à 20Hz

Vitesse gaz : 7 m/s Flux moyen de solide : 76 kg/m²/s ΔP riser : 1700 Pa

Tableau récapitulatif :

		Grad ∆P (Pa/m)				
hauteur						
(m)	∆L (m)	essai2a	essai2b	essai2c	essai2d	moyenne
0,24	0,2	2164,8	2154,5	1551,3	1767,3	1909,5
0,5	0,1	554,5	488,4	294,3	525,1	465,6
0,7	0,1					
0,88	0,1	299,1	305,5	313,1	303,9	305,4
1,1	0,1	276,1	211,1	287,9	219,8	248,7
1,4	0,2	209,1	225,2	221,3	245,1	225,2
1,85	0,2	176,4	187,4	176,2	175,2	178,8
2,45	0,5	167,9	130,9	130,1		143,0
3,4	0,5	138,8	140,9	92,6	178,8	137,8
4,4	0,5	136,8	140,2	80,9	124,6	120,6
5,5	0,5	149,3	147,8	110,2	116,8	131,0
6,4	0,5	150,2	151,8	108,9	137,7	137,1
7,45	0,5	143,2	140,8	103,1	140,0	131,8
8,75	0,5	124,4	122,4	96,5	132,8	119,0



mesures à 20Hz

Vitesse gaz : 7 m/s Flux moyen de solide : 100 kg/m²/s ΔP riser : 2300 Pa

Tableau récapitulatif :

		Grad ∆P (Pa/m)				
hauteur (m)	∆L (m)	essai3a	essai3b	essai3c	essai3d	moyenne
0,24	0,2	3715,8	3165,7	3443,2	3398,0	3430,7
0,5	0,1		1109,0		1231,0	1170,0
0,7	0,1					
0,88	0,1	484,9	472,2	493,0	462,2	478,1
1,1	0,1					
1,4	0,2	387,8	330,4	346,5	356,0	355,2
1,85	0,2					
2,45	0,5	207,2	219,0	261,0	239,7	231,7
3,4	0,5	167,0	176,2	145,9		163,0
4,4	0,5	171,8	148,3	160,0	165,1	161,3
5,5	0,5	186,5	181,3	183,9		183,9
6,4	0,5	173,2	165,2		158,0	165,5
7,45	0,5	175,6	161,5	168,6	167,2	168,2
8,75	0,5	151,3	144,3	147,8	152,1	148,8



mesures à 20Hz

Vitesse gaz : 7 m/s Flux moyen de solide : 133 kg/m²/s ΔP riser : 3900 Pa

Tableau récapitulatif :

		Grad ∆P (Pa/m)				
hauteur (m)	∆L (m)	essai4a	essai4b	essai4c	essai4d	movenne
0,24	0,2	5577,3	5345,9	5165.3	4937,7	5450,8
0,5	0,1	1471,5	1456,8	1730,9	1393,3	1530,6
0,7	0,1					·
0,88	0,1	1257,92747	1163,2	1282,0	1027,9	1182,8
1,1	0,1					
1,4	0,2	759,0	682,1	651,6	683,3	695,5
1,85	0,2					
2,45	0,5			575,1	593,4	597,8
3,4	0,5			350,2	371,4	369,9
4,4	0,5	467,0	424,8	403,4	415,1	428,9
5,5	0,5			336,6	362,7	358,7
6,4	0,5		404,7	367,5	401,1	396,4
7,45	0,5	308,9	290,0	273,2	287,1	291,4
8,75	0,5	209,5	200,4	191,8	202,1	202,6



mesures à 20Hz

Vitesse gaz : 7 m/s Flux moyen de solide : 160 kg/m²/s ΔP riser : 5400 Pa

Tableau récapitulatif :

		Grad ∆P (Pa/m)				
hauteur						
(m)	∆L (m)	essai5a	essai5b	essai5c	essai5d	moyenne
0,24	0,2	6913,7	6100,2		6181,0	6398,3
0,5	0,1	3002,6	1529,2	1651,8	1641,2	1956,2
0,7	0,1					
0,88	0,1		1412,0	1453,3	1478,1	1447,8
1,1	0,1	1221,0	1302,1			1261,5
1,4	0,2			1053,0	1051,0	1052,0
1,85	0,2		896,3		915,1	905,7
2,45	0,5	702,2	738,7	831,9	856,3	782,3
3,4	0,5	602,3		614,1		608,2
4,4	0,5	421,5	518,4	563,1	580,1	520,8
5,5	0,5	321,5	472,0	473,8	520,6	447,0
6,4	0,5	337,7	486,6	523,3	559,5	476,8
7,45	0,5	352,1	511,3	507,1	554,2	481,2
8,75	0,5	210,6	212,2	209,0	210,4	210,6



$\underline{\text{ANNEXE } 2}$:

Profils radiaux de flux massique de solide

Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 46 kg/m²/s ΔP riser : 1400 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc	Flux desc	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	59,325	0,000	59,545	1,168
0,01	59,485	0,000	59,485	1,166
0,02	59,717	0,000	59,717	1,171
0,03	59,489	0,000	59,489	1,166
0,035	58,948	0,000	58,948	1,156
0,04	61,522	0,000	61,522	1,206
0,045	62,361	0,000	62,361	1,223
0,05	55,699	-8,793	46,906	0,920
0,053	42,347	-13,225	29,122	0,571

Flux net intégré : 54,1 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 48 kg/m²/s ΔP riser : 1400 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	58,659	0,000	59,094	1,159
0,01	58,954	0,000	58,954	1,156
0,02	58,480	0,000	58,480	1,147
0,03	57,905	0,000	57,905	1,135
0,035	58,518	0,000	58,518	1,147
0,04	58,358	0,000	58,358	1,144
0,045	60,480	0,000	60,480	1,186
0,05	54,428	-9,108	45,321	0,889
0,053	40,042	-13,215	26,827	0,526

Flux net intégré : 52,8 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 76 kg/m²/s ΔP riser : 2000 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	85,618	0,000	85,618	1,157
0,01	85,753	0,000	85,753	1,159
0,02	84,725	0,000	84,725	1,145
0,03	84,803	0,000	84,803	1,146
0,035	84,040	0,000	84,040	1,136
0,04	84,668	0,000	84,668	1,144
0,045	85,240	-1,033	84,207	1,138
0,05	77,770	-11,060	66,710	0,901
0,053	64,068	-23,203	40,865	0,552

Flux net intégré : 82,3 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 74 kg/m²/s ΔP riser : 2000 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	85,243	0,000	85,243	1,152
0,01	85,097	0,000	85,097	1,150
0,02	85,114	0,000	85,114	1,150
0,03	83,504	0,000	83,504	1,128
0,035	82,862	0,000	82,862	1,120
0,04	82,110	0,000	82,110	1,110
0,045	81,066	-1,138	79,928	1,080
0,05	75,496	-13,216	62,280	0,842
0,053	57,929	-24,997	32,932	0,445

Flux net intégré : 82,7 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 130 kg/m²/s ΔP riser : 4700 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	176,520	0,000	176,520	1,358
0,01	177,138	0,000	177,138	1,363
0,02	176,331	0,000	176,331	1,356
0,03	166,394	0,000	166,394	1,280
0,035	162,143	0,000	162,143	1,247
0,04	154,388	0,000	154,388	1,188
0,045	153,695	0,000	153,695	1,182
0,05	148,272	-13,826	134,446	1,034
0,053	123,897	-54,718	69,179	0,532

Flux net intégré : 163,4 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 134 kg/m²/s ΔP riser : 4800 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	174,440	0,000	174,440	1,302
0,01	176,171	0,000	176,171	1,315
0,02	173,607	0,000	173,607	1,296
0,03	166,884	0,000	166,884	1,245
0,035	161,245	0,000	161,245	1,203
0,04	157,492	0,000	157,492	1,175
0,045	151,221	0,000	151,221	1,129
0,05	145,941	-6,600	139,340	1,040
0,053	129,480	-52,560	76,920	0,574

Flux net intégré : 163,1 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 153 kg/m²/s ΔP riser : 6000 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	228,855	0,000	228,855	1,404
0,01	229,502	0,000	229,502	1,408
0,02	215,226	0,000	215,226	1,320
0,03	203,745	0,000	203,745	1,250
0,035	185,781	0,000	185,781	1,140
0,04	179,496	0,000	179,496	1,101
0,045	167,380	-5,994	161,386	0,990
0,05	152,744	-18,454	134,290	0,824
0,053	140,976	-94,072	46,903	0,288

Flux net intégré : 195,5 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 153 kg/m²/s ΔP riser : 6000 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	212,336	0,000	212,336	1,388
0,01	211,129	0,000	211,129	1,380
0,02	209,225	0,000	209,225	1,367
0,03	204,100	0,000	204,100	1,334
0,035	194,459	0,000	194,459	1,271
0,04	186,912	0,000	186,912	1,222
0,045	184,204	-2,163	182,041	1,190
0,05	176,255	-8,460	167,795	1,097
0,053	158,055	-59,546	98,509	0,644

Flux net intégré : 196,8 kg/m²/s



Vitesse gaz : 7 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 163 kg/m²/s ΔP riser : 6800 Pa

Tableau récapitulatif :

	Flux asc.	Flux desc.	Flux net	Flux net/Flux moyen
0	225,003	0,000	225,003	1,380
0,01	224,834	0,000	224,834	1,379
0,02	215,300	0,000	215,300	1,321
0,03	203,430	0,000	203,430	1,248
0,035	189,761	0,000	189,761	1,164
0,04	183,697	0,000	183,697	1,127
0,045	171,862	0,000	171,862	1,054
0,05	162,704	-6,256	156,447	0,960
0,053	149,325	-72,440	76,885	0,472

Flux net intégré : 199,5 kg/m²/s



Vitesse gaz : 5 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 78 kg/m²/s

Tableau récapitulatif :

	Flux asc	Flux desc	Flux net	Flux net/Flux
0	120,311	0,000	120,311	1,542
0,015	115,730	0,000	115,730	1,484
0,025	105,520	0,000	105,520	1,353
0,035	98,905	0,000	98,905	1,268
0,045	92,399	0,000	92,399	1,185
0,05	91,090	-30,657	60,433	0,775
0,053	97,517	-89,258	8,259	0,106

Flux net intégré : 100,8 kg/m²/s



Vitesse gaz : 5 m/s Hauteur de prélèvement : 8,50 m Flux moyen de solide : 78 kg/m²/s

Tableau récapitulatif :

	Flux asc	Flux desc	Flux net	Flux net/Flux
0	122,072	0,000	122,072	1,565
0,015	114,064	0,000	114,064	1,462
0,025	104,965	0,000	104,965	1,346
0,035	97,752	0,000	97,752	1,253
0,045	91,368	0,000	91,368	1,171
0,05	90,979	-29,067	61,911	0,794
0,053	96,865	-88,876	7,989	0,102

Flux net intégré : 100,5 kg/m²/s


ANNEXE 3 :

Notions théoriques sur les Distribution des Temps de Séjour (DTS)

Le gaz et les particules introduits en même temps dans un lit fluidisé circulant sont susceptibles de suivre des chemins très différents selon les phénomènes auxquels ils seront soumis. Ainsi, certaines particules sont par exemple amenées à sortir presque immédiatement de la colonne alors que d'autres connaissent des recirculations et restent ainsi plus longtemps au sein du lit. Par conséquent, il en résulte une distribution des temps de séjour du gaz et du solide qui **caractérise le degré de mélange** au sein du lit. Dans les procédés FCC où les transformations sont contrôlées par les phénomènes de transferts, un contrôle parfait du mélange gazeux et solide paraît primordial d'où l'intérêt des mesures de distribution des temps de séjour. Dans cette partie, il est rappelé la définition d'une DTS ainsi que les hypothèses sous-jacentes. Quelques modèles de représentation des DTS sont aussi présentés avec un développement plus particulier du modèle de dispersion axiale qui est de loin le plus utilisé.

1. Définitions générales

Le concept de DTS est introduit dès 1935 par McMullin et Weber. Danckwerts (1953) et Gilliland et Mason (1949, 1952) ont développé les grandeurs nécessaires à la représentation et à l'évaluation des distributions des temps de séjour. Levenspiel (1972) a rassemblé l'ensemble des résultats. La dernière revue de ce concept a été réalisée par Nauman et Buffham (1983) qui ont particulièrement insisté sur les hypothèses et clarifié quelques points obscurs. Villermaux (1985) a consacré un chapitre entier de son ouvrage en français à la DTS.

Avant de définir précisément la distribution des temps de séjour, il est intéressant de donner quelques définitions qui caractérisent chaque molécule présente dans un réacteur ouvert de section d'entrée E et de section de sortie S (Figure 1). Considérons une molécule M à un instant donné t. Son temps de présence dans le réacteur à partir du moment où elle a franchie l'entrée E s'appelle l'**âge interne**, α , de la molécule. Le temps qui s'écoulera entre le moment α et la sortie du réacteur de la molécule représente son **espérance de vie**, λ . Son **temps de séjour réel**, **t**_s, qui représente la durée totale de présence de la molécule au sein du réacteur, peut s'écrire de la manière suivante :

$$t_s = \alpha + \lambda \tag{A3-1}$$



<u>*M</u></u> : position d'une molécule dans le réacteur à un instant donné.</u>*

Figure 1. Age interne, espérance de vie et temps de séjour d'une particule ou d'un élément de fluide dans un réacteur ouvert (Villermaux, 1985)

La théorie de DTS est essentiellement définie et utilisée pour des milieux continus et monophasiques. Elle repose sur les hypothèses suivantes (Nauman et Buffham, 1983) :

- il y a conservation de la matière dans le système,
- pour chaque élément du fluide, il y a un instant d'entrée et un instant de sortie du système. Des éléments peuvent quitter temporairement le système et y revenir, mais il n'y a pas d'accumulation de la matière,
- le système a un volume déterminé et fini en trois dimensions. On y entre en franchissant une frontière. Il n'y a aucune ambiguïté quant à savoir si un élément de fluide est ou n'est pas dans le système,
- les éléments de fluides ont un âge nul quand ils entrent pour la première fois dans le système. Ils y vieillissent de façon indépendante en fonction du temps passé. Le vieillissement d'un élément s'arrête lorsqu'il sort du système pour reprendre au même niveau s'il y repénètre.

A noter que la détermination des conditions d'écoulement aux limites du système est importante pour le calcul de DTS. Si les éléments de fluides n'entrent et ne sortent qu'une seule fois du système, ce dernier est dit fermé. Dans le cas contraire, il est dit ouvert.

En ce qui concerne les milieux diphasiques, certains auteurs ont généralisé le concept de DTS pour étudier les phénomènes de mélange. Cependant, cette généralisation repose sur certaines hypothèses difficilement justifiables sur le plan théorique.

Dans le cas des systèmes diphasiques gaz/particules solides, les définitions énoncées précédemment sont transposées à la phase dispersée (particules solides) en assimilant les particules aux éléments de fluide des systèmes. Les modèles classiques, et notamment celui de

dispersion axiale établi pour un milieu homogène, ont aussi été repris pour interpréter les résultats.

Dans la suite de ce mémoire, nous appellerons la phase dispersée (particules solides), "phase solide" et la phase continue, "phase gaz".

Chaque entité sortant du réacteur possède donc une histoire; il en résulte des durées de traversées différentes qui peuvent être considérées comme des phénomènes d'ordre statistique. Ainsi, on définit la fonction normalisée de distribution des temps de séjour E(t) comme la densité de probabilité qu'une particule ou un élément de fluide ait un temps de séjour égal à t. Il en découle donc que la fraction de particules ou d'éléments de fluide ayant un temps de séjour compris entre t et t+dt est égale à la quantité E(t)dt avec :

$$F(t) = \int E(t)dt \tag{A3-2}$$

La normalisation de la distribution E(t) se traduit par la relation suivante :

$$\int_{0}^{\infty} E(t)dt = 1 \tag{A3-3}$$

De même, on définit le **moment d'ordre n de la DTS** autour de l'origine par la relation suivante :

$$\mu_n = \int_0^\infty t^n E(t) dt \tag{A3-4}$$

Le temps de séjour moyen des molécules dans le réacteur correspond au moment d'ordre 1 :

$$\mu_1 = \overline{t} = \int_0^\infty t E(t) dt \tag{A3-5}$$

Ce temps de séjour moyen doit être distingué du **temps de séjour géométrique** $(t_{géom})$ se calculant par la relation suivante :

$$t_{g\acute{e}om} = \frac{V}{Q} \tag{A3-6}$$

V étant le volume du réacteur et Q le débit volumique de fluide.

Pour un réacteur idéal (piston ou mélangeur parfait) ces deux temps de séjour sont identiques; il s'avère intéressant de comparer ces deux temps dans le cas d'un réacteur réel.

Le moment d'ordre n autour de la moyenne, ou moment centré est défini par:

$$\mu_n' = \int_0^\infty \left(t - \bar{t}\right)^n E(t) dt \tag{A3-7}$$

Soit le moment centré d'ordre 2 :

$$\mu_{2}' = \sigma^{2} = \int_{0}^{\infty} \left(t - \bar{t} \right)^{2} E(t) dt$$
 (A3-8)

La variance σ^2 de la distribution caractérise l'étalement de la distribution E(t), et donc le mélange dans le réacteur.

2. Détermination expérimentale de la DTS

Pour mesurer une distribution des temps de séjour, il est nécessaire de "marquer" les molécules afin de pouvoir les dénombrer dans le courant de sortie du réacteur. Ce marquage ou "traçage" est réalisé de différentes manières selon le système à étudier ; il peut s'agir d'un traceur radioactif, d'un colorant, d'un sel ou de toute substance ayant une propriété physique ou chimique facilement décelable.

La mesure de la distribution des temps de séjour est basée sur l'étude du comportement du système à une perturbation. Des renseignements sur le comportement interne du fluide pourront en être déduits. La perturbation est créée à l'aide de l'injection du traceur. Il est recommandé de l'injecter et de le détecter dans des zones rétrécies où l'écoulement est bien mélangé.

A priori, n'importe quelle perturbation convient mais deux formes simples et faciles à exploiter expérimentalement sont ressorties :

- l'injection échelon
- l'injection impulsion (ou Dirac).

× Injection échelon

Dans ce type d'injection, la concentration en traceur passe brusquement de 0 à C_0 dans l'alimentation à l'instant initial t=0. La concentration en sortie est notée C. Le suivi type de cette concentration est présentée sur la Figure 2.



Figure 2. Réponse à une injection échelon (Danckwerts, 1953)

La fraction $\frac{C(t)}{C_0}$ de fluide marqué correspond bien à la fraction de débit qui a séjourné un

temps inférieur à t dans le réacteur, c'est-à-dire à F(t) :

$$F(t) = \frac{C(t)}{C_0} \tag{A3-9}$$

Une expérience d'injection échelon donne accès à la fonction F(t), et donc à la fonction :

$$E(t) = \frac{dF}{dt} \tag{A3-10}$$

★ Injection impulsion (ou Dirac)

Ce type d'injection consiste à introduire une quantité définie de traceur dans le courant d'entrée du réacteur pendant une durée très courte (impulsion de Dirac). La concentration mesurée en sortie se note C(t). En écrivant le bilan sur le traceur dans le réacteur, la distribution des temps de séjour du traceur E(t) s'exprime par :

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_{0}^{\infty} C(t)dt}$$
(A3-11)

ANNEXE 4 :

Modèle Piston à Dispersion Axiale (PDA)

<u>Résolution analytique de l'équation du modèle « piston dispersion axiale » décrivant</u> <u>l'évolution de la concentration d'un constituant en fonction de la position et du temps selon</u> <u>l'équation</u> :

$$\frac{\partial C(z,t)}{\partial x} + \tau_g \frac{\partial C(z,t)}{\partial t} = \frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 C(z,t)}{\partial x^2}$$
(A4-1)

où : $\boldsymbol{\tau}_{\scriptscriptstyle g}$ étant le temps de séjour géométrique du réacteur

Pe le nombre de Péclet défini par l'expression suivante :

$$Pe = \frac{uL}{D_{ax}}$$

dans laquelle D_{ax} est le coefficient de dispersion axiale et u est la vitesse moyenne du solide.

Les conditions aux limites sont :

à l'entrée :
$$C(O^-, t) = C(O^+, t) - \frac{1}{Pe} \left(\frac{\partial C(z, t)}{\partial z}\right)_{z=0^+}$$
 (A4-2)

à la sortie :
$$\left(\frac{\partial C(z,t)}{\partial z}\right)_{z=1} = 0$$
 (A4-3)

En appliquant la transformée de Laplace à l'équation différentielle et aux conditions aux limites, les équations (A.--.1) à (A.--.3) deviennent des équations différentielles ordinaires :

$$\tau_g s C^* + \frac{dC^*}{dZ} = \frac{1}{Pe} \frac{d^2 C^*}{dZ^2}$$
(A4-4)

$$\underline{\grave{a} l'entrée}: \quad C_{in}^* = C_{O+}^* - \frac{1}{Pe} \left(\frac{dC^*}{\partial z}\right)_{z=0^+}$$
(A4-5)

à la sortie :
$$\left(\frac{dC^*}{dz}\right)_{z=1} = 0$$
 (A4-6)

La solution générale de cette équation linéaire homogène d'ordre 2 à coefficients complexes constants est de type :

$$C^*(z,s) = c_1 e^{r_1 z} + c_2 e^{r_2 z}$$
(A4-7)

c₁ et c₂ sont les constantes d'intégration, déterminées à l'aide des conditions aux limites, et sont données par :

$$c_{1} = \frac{1}{\tau_{g}s} \frac{C_{in}^{*}r_{1}e^{r_{1}}}{\left(1 - \frac{r_{1}}{Pe}\right)r_{2}e^{r_{2}} - \left(1 - \frac{r_{2}}{Pe}\right)r_{1}e^{r_{1}}}$$
(A4-8)

$$c_{2} = \frac{1}{\tau_{g} s} \frac{C_{in}^{*} r_{2} e^{r^{2}}}{\left(1 - \frac{r_{1}}{Pe}\right) r_{2} e^{r_{2}} - \left(1 - \frac{r_{2}}{Pe}\right) r_{1} e^{r_{1}}}$$
(A4-9)

 C_{in}^* étant la concentration du traceur à l'entrée du système.

r₁ et r₂ sont les racines de l'équation caractéristique exprimées par :

$$r_1 = \frac{Pe}{2} \left(1 - \sqrt{1 + \frac{4s\tau_g}{Pe}} \right) \tag{A4-10}$$

$$r_2 = \frac{Pe}{2} \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4s\tau_g}{Pe}} \right) \tag{A4-11}$$

D'où :

$$\frac{C^*}{C_{in}^*} = Pe \frac{r_1 e^{(z-1)r_2} - r_2 e^{(z-1)r_1}}{r_1^2 e^{-r_2} - r_2^2 e^{-r_1}}$$
(A4-12)

Dans le domaine de Laplace, la concentration en traceur à la sortie de la colonne (z=1) est alors donnée par l'expression :

$$\frac{C_s^*}{C_{in}^*} = Pe \frac{r_1 - r_2}{r_1^2 e^{-r_2} - r_2^2 e^{-r_1}}$$
(A4-13)



Distribution granulométrique des cristaux de sel utilisés comme traceur



$\underline{\text{ANNEXE } 6}:$

Courbes d'étalonnage des particules de sel et de FCC



RESUME

Le réacteur polyphasique du procédé FCC (Fluid Catalytic Cracking) met en jeu des transferts couplés de chaleur et de matière accompagnés par des transformations chimiques rapides. L'anisotropie de l'écoulement dans ce type de réacteur est à l'origine de l'existence de différentes zones se comportant différemment vis-à-vis du mélange. Ces particularités des lits fluidisés circulants peuvent avoir des conséquences directes sur la sélectivité et le rendement du réacteur industriel. Ce travail a pour objectif d'étudier l'influence des paramètres opératoires sur le mélange gaz-solide dans le riser d'un pilote froid de FCC.

<u>L'étude expérimentale</u> repose sur la caractérisation du mélange gaz-solide en suivant l'évolution spatio-temporelle de la concentration d'un traceur pour chaque phase. A l'issue de cette étude, nous avons conclu que les phénomènes de recirculation de solide se font au voisinage de la paroi. Une augmentation du flux de solide se traduit par une diminution de la dispersion axiale de la phase solide, une augmentation de la dispersion axiale de la phase gazeuse et une réduction de l'écart entre le temps de séjour des phases gaz et solide.

La simulation 3D, effectuée à l'aide du code de calcul *Saturne_Polyphasique@Tlse*, permet de reproduire la structure verticale de l'écoulement alors qu'il subsiste des lacunes quant à la prédiction de la structure radiale où aucune recirculation de solide en proche paroi n'est observée.

SUMMARY

The multiphase reactor of the FCC (Fluid Catalytic Cracking) process involves coupled heat and mass transfers accompanied by fast chemical transformations. The flow anisotropy in a riser creates an intensity of mixing variable from a region to another one. It is accountable of various zones behaving differently towards the mixing. These particularities of the circulating fluidized bed hydrodynamics can have direct consequences on the selectivity and the efficiency of the industrial reactor. The work objective is to study the influence of the operating parameters on the phenomena of gas and solid mixing in the riser of a FCC cold pilot.

The *experimental study* is based on the characterisation of the gas-solid mixing by following the temporal evolution of the concentration of a tracer for every phase. At the end of this study, we showed that the phenomena of recirculation of solid are done in the vicinity of the wall. An increase of the solid flow results in a reduction in the axial dispersion of the solid phase, an increase in the axial dispersion of the gas phase and a reduction of the difference between the residence time of the gas and solid phases.

The <u>three dimensional calculations</u>, made with the CFD code <u>Saturne_Polypohasique@Tlse</u> allows to reproduce the vertical structure of the flow whereas the prediction of the radial structure is not very well predicted. Indeed, no recirculation of solid in close wall is observed.